



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111968813 B

(45) 授权公告日 2023. 11. 07

(21) 申请号 202010662346.3

H01F 41/02 (2006.01)

(22) 申请日 2020.07.10

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 104599801 A, 2015.05.06

申请公布号 CN 111968813 A

US 2015059525 A1, 2015.03.05

US 2015125336 A1, 2015.05.07

(43) 申请公布日 2020.11.20

CN 101694798 A, 2010.04.14

(73) 专利权人 瑞声科技(南京)有限公司

CN 1412328 A, 2003.04.23

地址 210093 江苏省南京市栖霞区仙林大

CN 102586682 A, 2012.07.18

学城元化路南大科学园新兴产业孵化  
基地研发楼8层

胡伯平, 饶晓雷, 王亦忠.《稀土永磁材料  
下》.2017,第178-184页.

(72) 发明人 王明波 曾基灵 李犇 孙欢

罗阳等.新技术,新设备在NdFeB稀土磁体生  
产中的应用之二—合金的氢爆及气流粉碎.《磁  
性材料及器件》.地1-6页.

(74) 专利代理机构 深圳国新南方知识产权代理

有限公司 44374

专利代理师 周纯

审查员 万琦萍

(51) Int. Cl.

H01F 1/057 (2006.01)

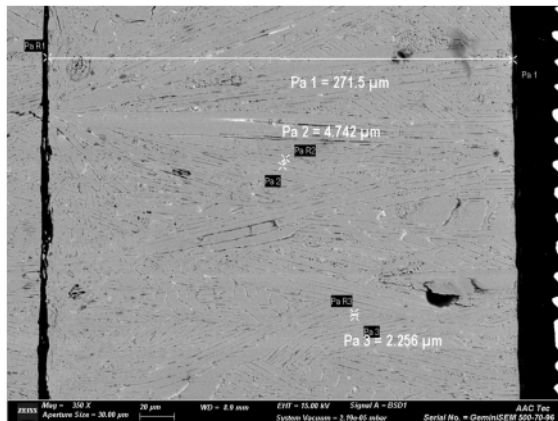
权利要求书2页 说明书7页 附图5页

## (54) 发明名称

NdFeB系磁粉、NdFeB系烧结磁体及制备方法

## (57) 摘要

本发明涉及磁体材料技术领域,尤其涉及一种NdFeB系磁粉、NdFeB系烧结磁体及制备方法。本发明的NdFeB系磁粉及制备方法对NdFeB系磁粉的组分进行了改进,并在氢破碎工序之后没有进行脱氢处理,所得NdFeB系磁粉的晶界相为富稀土相且氧含量较低,有利于降低烧结磁体稀土元素的损失以及抑制烧结过程中晶粒长大,改善烧结磁体的组织结构,提升烧结磁体的磁性能和力学性能;同时,所得NdFeB系磁粉的平均粒径较小,有利于进一步提升烧结磁体的力学性能。



1. 一种NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,包括如下工序:

合金熔炼工序,将NdFeB系合金原料加热至熔融,将熔融态的NdFeB系合金原料甩制形成合金薄带;

氢破碎工序,将所述合金薄带于第一氢压下吸氢以对所述合金薄带进行氢破碎,得到合金氢碎粉;

气流粉碎工序,将所述合金氢碎粉进行气流粉碎,得到NdFeB系磁粉;

其中,所述合金薄片的柱状晶宽度为 $2.3\mu\text{m}$ ,所述NdFeB系磁粉平均粒径为 $1.8\sim 2.3\mu\text{m}$ ,气流粉碎后形成的NdFeB系磁粉的氧含量小于800ppm。

2. 根据权利要求1所述的NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,所述NdFeB系合金原料包括30~31.2 wt%的Pr-Nd合金、0.008~0.012 wt%的Dy-Tb合金、0.8~1.00 wt%的Co、0.90~1.10 wt%的B、0.19~0.23 wt%的Al、0.08~0.12 wt%的Cu以及余量的Fe。

3. 根据权利要求2所述的NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,所述NdFeB系合金原料包括30~31.2 wt%的Pr-Nd合金、0.01wt%的Dy-Tb合金、0.90wt%的Co、1.00wt%的B、0.21wt%的Al、0.10wt%的Cu以及余量的Fe。

4. 根据权利要求1所述的NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,所述合金薄带的厚度为0.15~0.3mm。

5. 根据权利要求1所述的NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,所述氢破碎工序中,所述第一氢压大于或等于一个大气压且小于或等于两个大气压,吸氢温度为 $5\sim 35^{\circ}\text{C}$ ;当第一时间内氢破碎炉内压力的变化值小于预设压力值时,判断所述合金薄带吸氢完成,继续保持30min~60min。

6. 根据权利要求1所述的NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,所述气流粉碎工序中,将所述氢碎粉与第一助剂均匀混合形成第一混合物,再将第一混合物进行气流粉碎以得到所述NdFeB系磁粉,其中,所述第一助剂包括硬脂酸甲酯、一氯代苯、硼酸三丁酯、月桂酸甲酯或正己烷中的一种或多种。

7. 一种采用权利要求1至6任一项所述的制备方法得到的NdFeB系烧结磁体,其特征在于,所述NdFeB系烧结磁体中NdFeB系磁粉包括NdFeB晶体相的主相以及富稀土相的晶界相,所述NdFeB系磁粉的组分为 $R_a M_b Co_c B_d Al_e Cu_f Fe$ 余量,其中,

R选自Nd和Pr中的一种或两种;

M选自Dy和Tb中的一种或两种;

所述NdFeB系磁粉的氧含量小于800质量ppm,所述NdFeB系磁粉平均粒径为 $1.8\sim 2.3\mu\text{m}$ 。

8. 根据权利要求7所述的NdFeB系烧结磁体,其特征在于,所述NdFeB系磁粉的D90/D10的比值小于或等于4.5。

9. 一种NdFeB系烧结磁体,其特征在于,所述NdFeB系烧结磁体为NdFeB系磁粉依次进行取向成型和烧结得到的,所述烧结磁体的内禀矫顽力大于14.0kOe,所述烧结磁体的弯曲强度大于400MPa,所述NdFeB系磁粉为按照权利要求1至6任一项所述的制备方法制备的NdFeB系磁粉。

10. 一种NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,包括:

取向成型工序,将NdFeB系磁粉进行取向成型,得到生坯;

烧结工序,在所述生坯加热脱气完成后,以 $0.5\sim 2.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度升温至烧结温度,将生坯进行烧结以得到烧结磁体;

其中,所述NdFeB系磁粉为按照权利要求1至6任一项所述的制备方法制备的NdFeB系磁粉。

11.根据权利要求10所述的NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,所述加热脱气采用梯度升温方式,所述烧结工序具体包括:

将生坯放置于烧结炉中,以 $0.5\sim 2.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度由室温升温至 $250\sim 350^{\circ}\text{C}$ ,保温 $60\sim 120\text{min}$ ;

以 $0.5\sim 2.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度继续升温至 $450\sim 550^{\circ}\text{C}$ ,保温 $60\sim 120\text{min}$ ;

以 $0.5\sim 2.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度继续升温至烧结温度,保温 $1\sim 3\text{h}$ ,其中,所述烧结温度为 $800\sim 1200^{\circ}\text{C}$ 。

12.根据权利要求10所述的NdFeB系烧结磁体的制备方法,其特征在于,所述生坯的密度为 $3.2\text{g}/\text{cm}^3\sim 4.0\text{g}/\text{cm}^3$ ;

在所述取向成型工序中,将所述NdFeB系磁粉与第二助剂均匀混合形成第二混合物,再将所述第二混合物进行取向成型以得到所述生坯,其中,所述第二助剂包括硬脂酸甲酯、一氯代苯、硼酸三丁酯、月桂酸甲酯或正己烷中的一种或多种。

## NdFeB系磁粉、NdFeB系烧结磁体及制备方法

### 【技术领域】

[0001] 本发明涉及磁体材料技术领域,尤其涉及一种NdFeB系磁粉、NdFeB系烧结磁体及制备方法。

### 【背景技术】

[0002] 钕铁硼(NdFeB)系磁体是目前为止具有最强磁力的永久磁体,其最大磁能积(BH)<sub>max</sub>高过铁氧体10倍以上,在裸磁的状态下,其磁力可达到3500高斯左右。钕铁硼系磁体的优点是性价比高,体积小、重量轻、良好的机械特性和磁性强等特点,在现代工业和电子技术中获得了广泛的应用。

[0003] 现有技术中利用钕铁硼系磁粉烧结形成钕铁硼系磁体的过程中,由于氢气的析出容易产生微裂纹,要解决这一问题会增加烧结时间及难度。目前较难稳定量产中位径D50为3微米的稀土磁体,主要原因为磁粉粒径越小,越易氧化,且难取向,且矫顽力随粒径的减小而增大。

[0004] 为解决上述问题需要一种新的高性能NdFeB磁粉的制备方法,及其制得的高性能NdFeB磁粉,以及基于所述NdFeB磁粉制得的高性能NdFeB磁体。

### 【发明内容】

[0005] 本发明的目的在于提供一种NdFeB系磁粉的制备方法、NdFeB系磁粉、NdFeB系烧结磁体及NdFeB系烧结磁体的制备方法,解决现有技术中不利于提高烧结磁体的矫顽力和力学性能的技术问题。有效控制了NdFeB磁体在制备过程中的氧化导致磁体性能下降的问题;取消了高温脱氢工序,降低了生产成本;在此基础上利用细晶技术,提高了矫顽力和力学性能;同时解决了高含氢量磁体在烧结过程中易开裂的问题。

[0006] 本发明的技术方案如下:提供一种NdFeB系磁粉的制备方法,包括:

[0007] 合金熔炼工序,将NdFeB系合金原料加热至熔融,将熔融态的NdFeB系合金原料甩制形成合金薄带;

[0008] 氢破碎工序,将所述合金薄带于第一氢压下吸氢以对所述合金薄带进行氢破碎,得到合金氢碎粉;

[0009] 气流粉碎工序,将所述合金氢碎粉进行气流粉碎,得到NdFeB系磁粉。

[0010] 优选地,所述NdFeB系合金原料包括30~31.2wt%的Pr-Nd合金、0.008~0.012wt%的Dy-Tb合金、0.8~1.00wt%的Co、0.90~1.10wt%的B、0.19~0.23wt%的Al、0.08~0.12wt%的Cu以及余量的Fe。

[0011] 优选地,所述NdFeB系合金原料包括30~31.2wt%的Pr-Nd合金、0.01wt%的Dy-Tb合金、0.90wt%的Co、1.00wt%的B、0.21wt%的Al、0.10wt%的Cu以及余量的Fe。

[0012] 优选地,所述合金薄带的厚度为0.15~0.3mm。

[0013] 优选地,所述氢破碎工序中,所述第一氢压大于或等于一个大气压且小于或等于两个大气压,吸氢温度为5~35℃;当第一时间内氢破碎炉内压力的变化值小于预设压力值

时,判断所述合金薄带吸氢完成,继续保持30min~60min。

[0014] 优选地,所述气流粉碎工序中,将所述氢碎粉与第一助剂均匀混合形成第一混合物,再将第一混合物进行气流粉碎以得到所述NdFeB系磁粉,其中,所述第一助剂包括硬脂酸甲酯、一氯代苯、硼酸三丁酯、月桂酸甲酯或正己烷中的一种或多种。

[0015] 本发明的另一技术方案如下:提供一种采样上述制备方法得到的NdFeB系磁粉,所述NdFeB系磁粉包括NdFeB晶体相的主相以及富稀土相的晶界相,所述NdFeB系磁粉的组分为 $R_a M_b Co_c B_d Al_e Cu_f Fe_{\text{余量}}$ ,其中,R选自Nd和Pr中的一种或两种;

[0016] M选自Dy和Tb中的一种或两种;

[0017] 所述NdFeB系磁粉的氧含量小于800质量ppm,所述NdFeB系磁粉平均粒径为1.8~2.3 $\mu\text{m}$ 。

[0018] 优选地,所述NdFeB系磁粉的D90/D10的比值小于或等于4.5。

[0019] 本发明的另一技术方案如下:提供一种NdFeB系烧结磁体,所述NdFeB系烧结磁体为NdFeB系磁粉依次进行取向成型和烧结得到的,所述烧结磁体的内禀矫顽力大于14.0kOe,所述烧结磁体的弯曲强度大于400MPa,所述NdFeB系磁粉为按照上述的制备方法制备的NdFeB系磁粉。

[0020] 本发明的另一技术方案如下:提供一种NdFeB系烧结磁体的制备方法,包括:

[0021] 取向成型工序,将NdFeB系磁粉进行取向成型,得到生坯。

[0022] 烧结工序,在所述生坯加热脱气完成后,以0.5~2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度升温至烧结温度,将生坯进行烧结以得到烧结磁体;

[0023] 其中,所述NdFeB系磁粉为按照上述的制备方法制备的NdFeB系磁粉。

[0024] 优选地,所述加热脱气采用梯度升温方式,所述烧结工序具体包括:

[0025] 将生坯放置于烧结炉中,以0.5~2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度由室温升温至250~350 $^{\circ}\text{C}$ ,保温60~120min;

[0026] 以0.5~2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度继续升温至450~550 $^{\circ}\text{C}$ ,保温60~120min;

[0027] 以0.5~2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度继续升温至烧结温度,保温1~3h,其中,所述烧结温度为800~1200 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0028] 优选地,所述生坯的密度为3.2g/cm<sup>3</sup>~4.0g/cm<sup>3</sup>;

[0029] 在所述取向成型工序中,将所述NdFeB系磁粉与第二助剂均匀混合形成第二混合物,再将所述第二混合物进行取向成型以得到所述生坯,其中,所述第二助剂包括硬脂酸甲酯、一氯代苯、硼酸三丁酯、月桂酸甲酯或正己烷中的一种或多种。

[0030] 本发明的有益效果在于:本发明的NdFeB系磁粉的制备方法,在氢破碎工序之后没有进行脱氢处理,所得NdFeB系磁粉的晶界相为富稀土相且氧含量较低,有利于降低烧结磁体稀土元素的损失以及抑制烧结过程中晶粒长大,改善烧结磁体的组织结构,提升烧结磁体的磁性能和力学性能;同时,所得NdFeB系磁粉的平均粒径较小,有利于进一步提升烧结磁体的力学性能。

### 【附图说明】

[0031] 图1为本发明实施例1的NdFeB系磁粉的制备方法中合金薄带的扫描电镜图(其中Pa2=4.742 $\mu\text{m}$ ,Pa3=2.256 $\mu\text{m}$ );

[0032] 图2为本发明实施例1的NdFeB系磁粉的制备方法中合金薄带的另一放大倍数的扫描电镜图(其中 $Pa1=2.426\mu\text{m}$ )；

[0033] 图3为本发明实施例1制备的NdFeB系磁粉的扫面电镜图；

[0034] 图4为本发明实施例1制备的NdFeB系磁粉的另一放大倍数的扫面电镜图；

[0035] 图5为本发明实施例1的NdFeB系烧结磁体的扫面电镜图(其中 $Pa1=3.568\mu\text{m}$ ,  $Pa2=2.929\mu\text{m}$ ,  $Pa3=6.463\mu\text{m}$ )。

### 【具体实施方式】

[0036] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,下面结合附图和具体实施例对本发明作进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0037] 为了使本揭示内容的叙述更加详尽与完备,下文针对本发明的实施方式与具体实施例提出了说明性的描述;但这并非实施或运用本发明具体实施例的唯一形式。实施方式中涵盖了多个具体实施例的特征以及用以建构与操作这些具体实施例的方法步骤与其顺序。然而,亦可利用其它具体实施例来达成相同或均等的功能与步骤顺序。

[0038] 本说明书中所提及的“剩磁”,是指饱和磁滞回线上磁场强度为零处所对应的磁通密度的数值,通常记作 $B_r$ ,单位为特斯拉(T)或高斯(Gs),其中, $1\text{Gs}=0.0001\text{T}$ 。

[0039] 本说明书中所提及的“矫顽力”,也称为内禀矫顽力,是指从磁体的饱和磁化状态,把磁场单调地减小到零并反向增加,使其磁化强度沿饱和磁滞回线减小到零时的磁场强度,通常记作 $H_{c j}$ 或 $MH_c$ ,单位为奥斯特(Oe)或 $KOe$ 或安/米(A/m),其中, $1Oe=79.6\text{A/m}$ 。

[0040] 本说明书中所提及的“最大磁能积”,指退磁曲线上 $B_r$ 与 $H_{c j}$ 乘积的最大值,通常记作 $(BH)_{\text{max}}$ ,是衡量磁体所储存能量大小的重要参数之一,单位为兆高奥(MGOe)。

[0041] 本说明书中所提及的“方形度”,采用 $H_k/H_{c j}$ 表示,弯曲点磁场 $H_k$ 为退磁曲线上 $J=0.9B_r$ 时所对应的磁场,也称为膝点矫顽力; $H_{c j}$ 为室温时的内禀矫顽力。

[0042] 本说明书中所提及的“取向度”,用 $B_r/B_s$ 表示,单位为%。

[0043] 本说明书中所提及的“高性能磁体”,为磁能积(单位为MGsOe)与内禀矫顽力(单位为 $KOe$ )之和大于或等于65的烧结磁体。

[0044] 本说明书中所提及“平均粒度 $D_{10}$ ”表示粒度分布曲线中累积分布为10%时的最大颗粒的等效直径,其物理意义是粒径小于 $D_{10}$ 的颗粒占10%。

[0045] 本说明书中所提及“平均粒度 $D_{50}$ ”表示粒度分布曲线中累积分布为50%时的最大颗粒的等效直径,其物理意义是粒径小于 $D_{50}$ 的颗粒占50%,粒径大于 $D_{50}$ 的颗粒也占50%, $D_{50}$ 也称为中位粒径。

[0046] 本说明书中所提及“平均粒度 $D_{90}$ ”表示粒度分布曲线中累积分布为90%时的最大颗粒的等效直径,其物理意义是粒径小于 $D_{90}$ 的颗粒占90%。

[0047] 本说明书中所提及“ $D_{90}/D_{10}$ ”表示颗粒的分布集中程度,在磁性材料行业中, $D_{90}/D_{10}$ 的数值越小,粒度分布集中度越好。

[0048] 本说明书中所提及的稀土元素包括但不限于镨(Pr)、钕(Nd)或重稀土元素RH。其中,重稀土元素RH,又称为钷族元素,包括钇(Y)、钆(Gd)、铽(Tb)、镝(Dy)、铈(Ho)、铒(Er)、铥(Tm)、镱(Yb)、镱(Lu)等九种元素。

[0049] 在本说明书中，“a1~a2”的描述方式表示“大于或等于a1”且“小于或等于a2”，例如，x为0~1，即为： $0 \leq x \leq 1$ 。

[0050] 为了便于理解本发明，在本发明实施例中，先对制备方法进行说明，再对产品进行说明。

[0051] 磁粉及磁粉制备实施例

[0052] NdFeB系磁粉的制备方法包括如下步骤：

[0053] S101，将NdFeB系合金原料进行熔炼获得合金薄片；

[0054] S102，将合金薄片制成NdFeB系磁粉。

[0055] 其中，NdFeB系合金原料包括30~31.2wt%的Pr-Nd合金、0.008~0.012wt%的Dy-Tb合金、0.8~0.100wt%的Co、0.90~1.10wt%的B、0.19~0.23wt%的Al、0.08~0.12wt%的Cu以及余量的Fe。进一步地，在一个可选的实施方式中，NdFeB系合金原料包括30~31.2wt%的Pr-Nd合金、0.01wt%的Dy-Tb合金、0.90wt%的Co、1.00wt%的B、0.21wt%的Al、0.10wt%的Cu以及余量的Fe。

[0056] 需要说明的是，在磁粉的制备过程中以及后续进一步制备烧结磁体的过程中，会不可避免地引入少量氧。

[0057] 在步骤S101中，熔炼工艺采用速凝铸片工艺，将NdFeB系合金原料加热至熔融以进行熔炼，熔炼后的原料迅速冷却凝固并甩成合金薄带。为了防止NdFeB系合金原料以及制备的合金薄片被氧化，熔炼过程在真空或惰性气氛中进行。在步骤S101中，合金薄带的厚度为0.15~0.3mm，优选为0.20~0.25mm。请参阅图1和图2所示，步骤S101制备的合金薄片的柱状晶宽度均匀且贯穿贴辊面与自由面，柱状晶宽度约为2.3 $\mu$ m。

[0058] 在步骤S102中，依次包括氢破碎工序和气流粉碎工序，氢破碎工序中合金薄带破碎成粒度相对较大的氢碎粉，气流粉碎工序中氢碎粉进一步破碎为粒度较小的磁粉。为了防止合金薄片以及由其破碎形成的氢碎粉和磁粉被氧化，整个制粉过程在真空或惰性气氛中进行。

[0059] 在氢破碎工序中，使合金薄带吸氢，合金薄带与氢气反应引发合金薄带晶格的体积膨胀，进而使合金薄带沿着晶体边界破碎形成合金氢碎粉。

[0060] 氢破碎工序中，氢压大于或等于一个大气压且小于或等于两个大气压，吸氢温度为室温，例如可以为5~35 $^{\circ}$ C，吸氢完成后，继续保持30min~60min。在本实施例中，检测氢破碎炉内的压力以确定吸氢是否完成，当第一时间内氢破碎炉内压力的变化值小于预设压力值时，判断所述合金薄带吸氢完成。进一步地，第一时间为5min，预设压力值为1Kpa。

[0061] 氢破碎工序制备的合金氢碎粉的氢含量大于3500ppm，而现有技术中经过脱氢的氢碎粉氢含量一般为700~1200ppm，本发明取消了高温脱氢工序，不对该合金氢碎粉进行脱氢，直接进入气流粉碎工序，利用气流使合金氢碎粉加速后相互碰撞而进一步破碎。气流可以为惰性气体气流，优选为氮气气流，气流的压力可以为0.1~2.0MPa，例如为0.8~1.0MPa。在一个可选的实施方式中，将氢碎粉与第一助剂均匀混合形成第一混合物，再将第一混合物进行气流粉碎，该第一助剂包括硬脂酸甲酯、一氯代苯、硼酸三丁酯、月桂酸甲酯或正己烷中的一种或多种。

[0062] 气流粉碎制备的NdFeB系磁粉的平均粒径为1.8~2.3 $\mu$ m，该平均粒径与合金薄带柱状晶宽度接近。NdFeB系磁粉的D90/D10的比值小于或等于4.5，粒度分布集中度较好。

[0063] 请参阅图3和图4所示,图3和图4为扫描电子显微镜背散射模式拍摄,其中,深色部分为NdFeB晶体相,白色部分为富稀土相,说明了当柱状晶宽度大小与气流粉碎后磁粉的粒径大小接近时,合金薄片将会最大程度的沿晶破碎,磁粉中NdFeB晶体相作为主相,富稀土相作为晶界相。

[0064] 在步骤S102中,氢破碎工序制备的合金氢碎粉的氢含量大于3500ppm,不对该合金氢碎粉进行脱氢,直接将该合金氢碎粉进行气流粉碎,由于该合金氢碎粉的氢含量较高,该合金氢碎粉具有较强的抗氧化性,气流粉碎后形成的NdFeB系磁粉的氧含量小于800ppm。

[0065] 本实施例制备的NdFeB系磁粉具有如下特点:(1) NdFeB系磁粉平均粒径为1.8~2.3 $\mu\text{m}$ ,相对较小的平均粒径,可以使该磁粉制备的烧结磁体的矫顽力大幅提升,有利于提高烧结磁体的力学性能;(2) 该NdFeB系磁粉的氧含量小于800ppm,低氧含量的磁粉可以降低烧结过程中稀土元素的损失;(3) 该NdFeB系磁粉表面的晶界相为富稀土相,NdFeB系磁粉表面稀土元素含量的增加有利于后续磁体烧结,能够改善烧结磁体的组织结构,进而提升烧结磁体的磁性能和力学性能;(4) NdFeB系磁粉制备过程中没有进行脱氢,NdFeB系磁粉的氢含量较高,在烧结形成烧结磁体的过程中会缓慢释放氢气,可以在一定程度上抑制由于NdFeB系磁粉平均粒径较小导致的容易氧化的问题,有利于降低所制备的烧结磁体的氧含量。

[0066] 按照上述制备方法制备的NdFeB系磁粉包括NdFeB晶体相的主相以及富稀土相的晶界相,该NdFeB系磁粉的氧含量小于800ppm,该NdFeB系磁粉平均粒径为1.8~2.3 $\mu\text{m}$ 。进一步地,该NdFeB系磁粉的组分为 $R_a M_b \text{Co}_c \text{B}_d \text{Al}_e \text{Cu}_f \text{Fe}_{\text{余量}}$ ,其中,R选自Nd和Pr中的一种或两种,M选自Dy和Tb中的一种或两种;a%为R在NdFeB系磁粉全部元素中的质量百分比,a为30~31.2;b%为M在NdFeB系磁粉全部元素中的质量百分比,b为0.008~0.012;c%为Co在NdFeB系磁粉全部元素中的质量百分比,c为0.8~0.100;d%为B在NdFeB系磁粉全部元素中的质量百分比,d为0.90~1.10;e%为Al在NdFeB系磁粉全部元素中的质量百分比,e为0.19~0.23;f%为Cu在NdFeB系磁粉全部元素中的质量百分比,f为0.08~0.12。更进一步地,a%为30~31.2%,b%为0.01%,c%为0.90%,d%为1.00%,e%为0.21%,f%为0.10%。

[0067] 烧结磁体及烧结磁体制备实施例

[0068] 本发明实施例还提供了一种NdFeB系烧结磁体的制备方法,包括如下步骤:

[0069] S201,制备NdFeB系磁粉。

[0070] NdFeB系磁粉的制备方法具体参见上述实施例,在此不进行一一赘述。

[0071] S202,将NdFeB系磁粉进行取向成型,得到生坯。

[0072] S203,在生坯加热脱气完成后,以0.5~2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度升温至烧结温度,将生坯进行烧结以得到烧结磁体。

[0073] 在步骤S202中,将NdFeB系磁粉置于取向磁场中进行成型处理,为了避免NdFeB系磁粉被氧化,成型过程在真空或惰性气氛中进行。在一个可选的实施方式中,成型处理为模压成型,随后经过等静压处理,得到生坯。在另一个可选的实施方式中,成型处理为振动成型,无需进行等静压处理。取向磁场的强度可以按照实际需求进行选择,例如,磁场强度为1~5T,优选为1~3T或3~5T。

[0074] 在步骤S202中,在一个可选的实施方式中,将NdFeB系磁粉与第二助剂均匀混合形成第二混合物,再将第二混合物进行取向成型,该第二助剂包括硬脂酸甲酯、一氯代苯、硼



酸三丁酯、月桂酸甲酯或正己烷中的一种或多种。

[0075] 本实施例所制备的烧结磁体取向度(Br/Bs)可以达到90%以上。

[0076] 由于本实施例中使用的NdFeB系磁粉在制备过程中没有进行脱氢操作,NdFeB系磁粉的氢含量较高,为了抑制后续烧结过程中磁体内部形成裂纹,可以适当降低生坯的密度和/或控制生坯的尺寸,在一个可选的实施方式中,生坯的密度为 $3.2\text{g}/\text{cm}^3\sim 4.0\text{g}/\text{cm}^3$ ;在另一个可选的实施方式中,生坯的尺寸小于或等于 $26*22*9.7\text{cm}$ ,即:生坯的长度小于或等于26cm,宽度小于或等于22cm,高度小于或等于9.7cm。

[0077] 在步骤S203中,为了抑制烧结过程中磁体内部形成裂纹,可以适当延长加热脱气的时间,加热脱气采用梯度升温方式进行,步骤S203具体包括:

[0078] 将生坯放置于烧结炉中,以 $0.5\sim 2.5\text{°C}/\text{min}$ 的升温速度由室温升温至 $250\sim 350\text{°C}$ ,保温60~120min;

[0079] 以 $0.5\sim 2.5\text{°C}/\text{min}$ 的升温速度继续升温至 $450\sim 550\text{°C}$ ,保温60~120min;

[0080] 以 $0.5\sim 2.5\text{°C}/\text{min}$ 的升温速度继续升温至烧结温度,保温1~3h,其中,烧结温度为 $800\sim 1200\text{°C}$ 。

[0081] 在一个可选的实施方式中,步骤S203中的升温速度为 $1\text{°C}/\text{min}$ ,第一梯度的温度为 $300\text{°C}$ ,第二梯度的温度为 $800\text{°C}$ 。

[0082] 请参阅5所示,本实施例制备的烧结磁体的晶粒大小与上一实施例制备的NdFeB系磁粉的粒径相比,无明显长大,说明该NdFeB系磁粉由于表面覆盖有富稀土相,对烧结过程中的晶粒长大有一定的抑制作用,且烧结磁体的晶粒之间界限清晰,有利于提高Hc j和力学性能。

[0083] 实施例1

[0084] 本实施例提供一种NdFeB系烧结磁体的制备方法,包括如下步骤:

[0085] 1、按照表1的配方准备NdFeB系合金原料,熔融后甩制成厚度在 $0.15\sim 0.3\text{mm}$ 后的合金薄带,合金薄带的组织结构见图1和图2所示。

[0086] 表1 NdFeB系合金原料配方

合金成分	Nd+Pr	Dy+Tb	Co	B	Al	Cu	Fe
wt%	30~31.2	0.01	0.90	1.00	0.21	0.10	余量

[0088] 2、合金薄带在常压或者2个大气压下室温吸氢形成氢碎粉,吸氢完成判定标准为5分钟氢碎炉内压力变化小于1KPa,保持30min~60min。

[0089] 3、氢碎粉与第一助剂混匀后气流粉碎成平均粒径在 $1.8\sim 2.3\mu\text{m}$ 的磁粉,其粉末形貌见图3和图4所示,粒度分布见表2。

[0090] 表2 NdFeB系磁粉的粒度分布结果

	D10	D50	D90	平均粒径	D90/D10
粒径( $\mu\text{m}$ )	1.16	3.00	5.17	2.07	4.46

[0092] 4、气流粉碎后的磁粉混合第二助剂后,经取向成型为密度在 $3.2\sim 4\text{g}/\text{cm}^3$ 、尺寸约为 $26*22*9.7\text{cm}$ 的生坯。

[0093] 5、将生坯装入烧结炉,以 $1\text{°C}/\text{min}$ 的升温速率阶段性加热至 $300\text{°C}$ 左右保温,再升温至 $500\text{°C}$ 保温,最后升温至 $1000\text{°C}$ 左右烧结,保温2h后降至室温取出测试性能,烧结磁体组织结构见图5所示,烧结磁体的磁性能见表3,磁体力学性能见表4。

[0094] 表3烧结磁体的磁体性能结果

	剩余磁感应 强度 Br (T)	内禀矫顽力 Hcj (KOe)	磁能积(BH)max (MGsOe)	方形度 Hk/Hcj (%)	取向度 Br/Bs (%)
[0095] 实施例 1	1.4597	14.422	51.4	92.2	96.8

[0096] 对比例

[0097] 对比例1为日本厂家生产的N52牌号的磁体,磁体力学性能见表4。

[0098] 对比例2为国内供应商1生产的N52牌号的磁体,磁体力学性能见表4。

[0099] 对比例3为国内供应商2生产的N52牌号的磁体,磁体力学性能见表4。

[0100] 表4烧结磁体力学性能结果

	牌号	厚度 (mm)	宽度 (mm)	支点跨距 (mm)	速率 (mm/min)	弯曲应力在最大 值荷载 (MPa)
[0101] 实施例 1	N52	0.8	5	12	0.5	440
对比例 1	N52	0.8	5	12	0.5	320
对比例 2	N52	0.8	5	12	0.5	332
对比例 3	N52	0.8	5	12	0.5	250

[0102] 以上所述的仅是本发明的实施方式,在此应当指出,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明创造构思的前提下,还可以做出改进,但这些均属于本发明的保护范围。

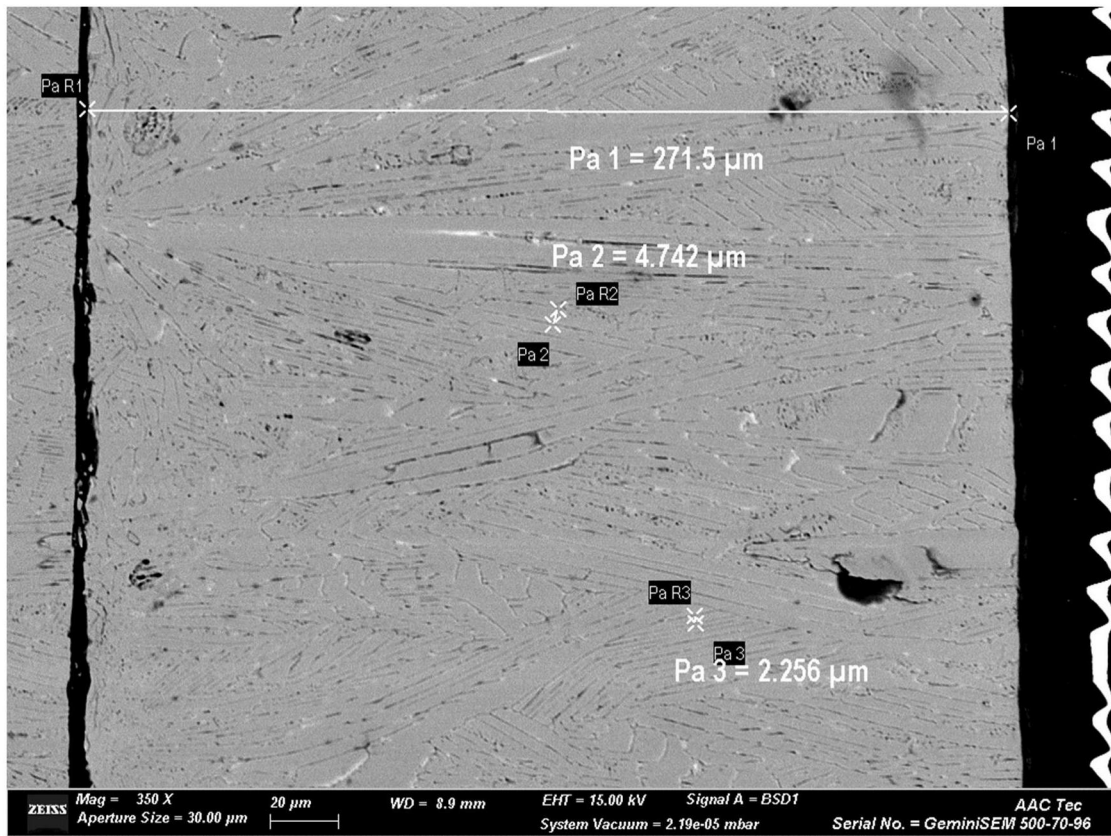


图1

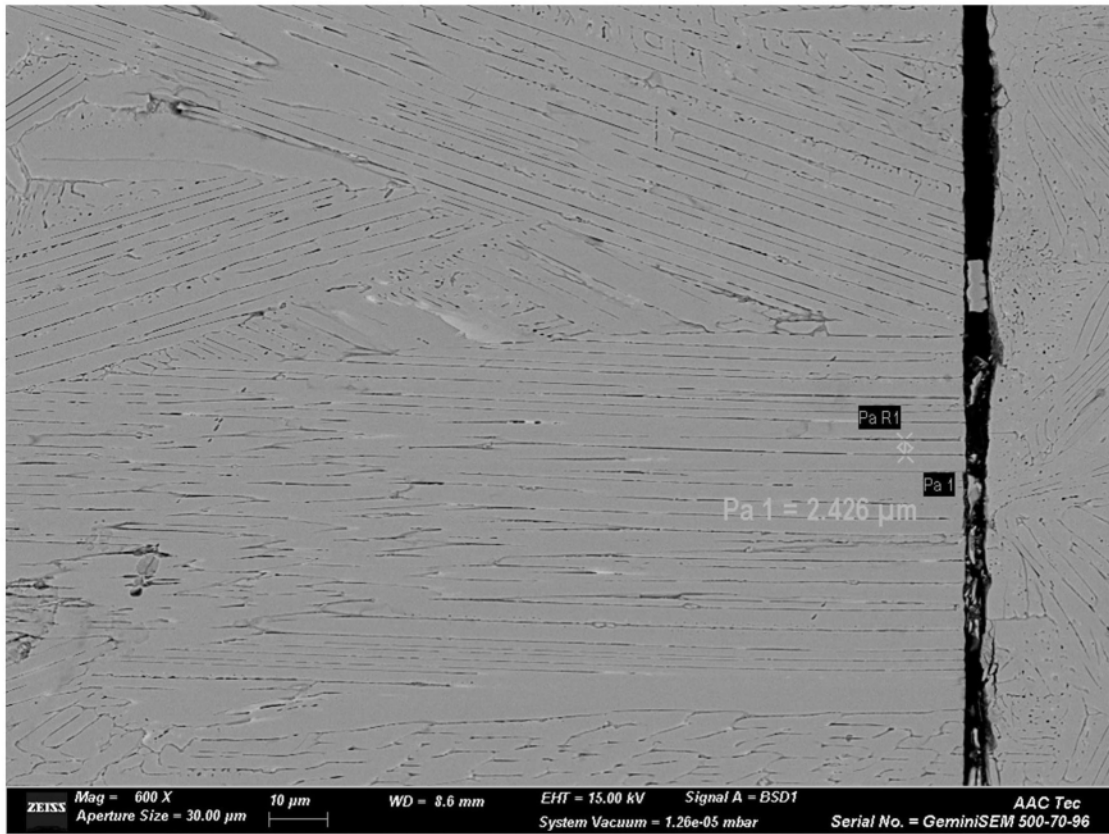


图2

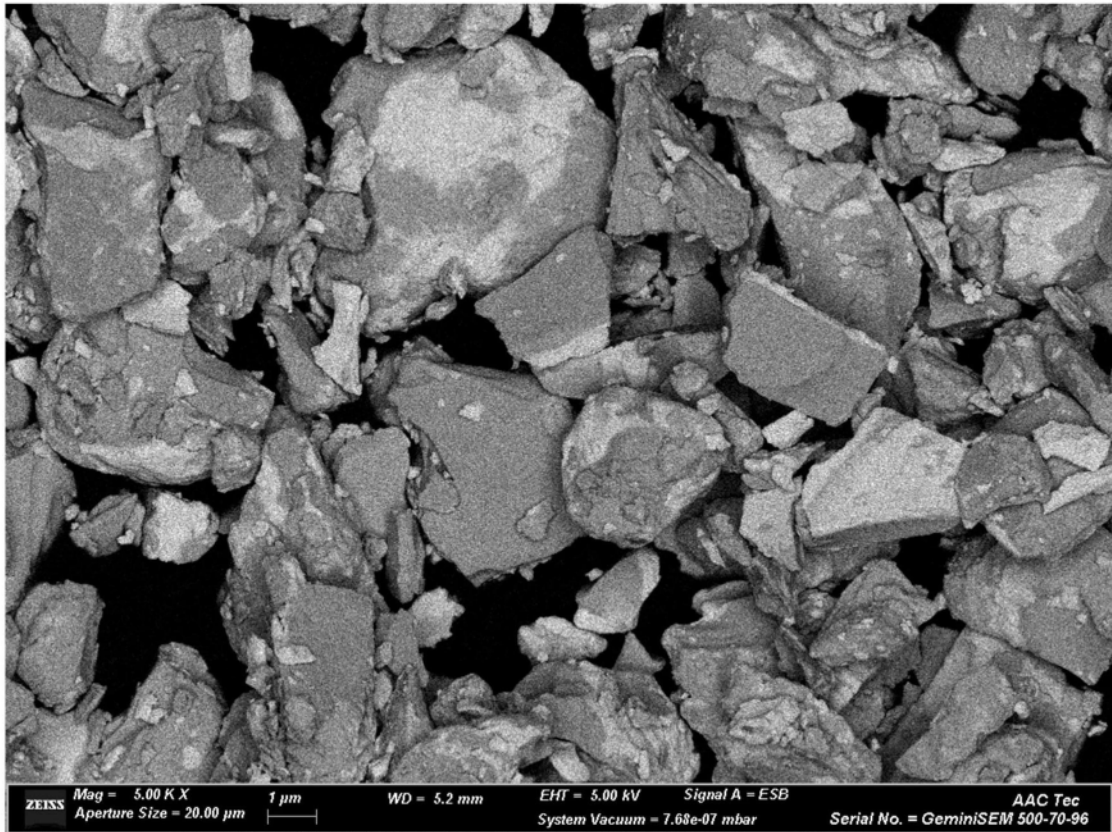


图3

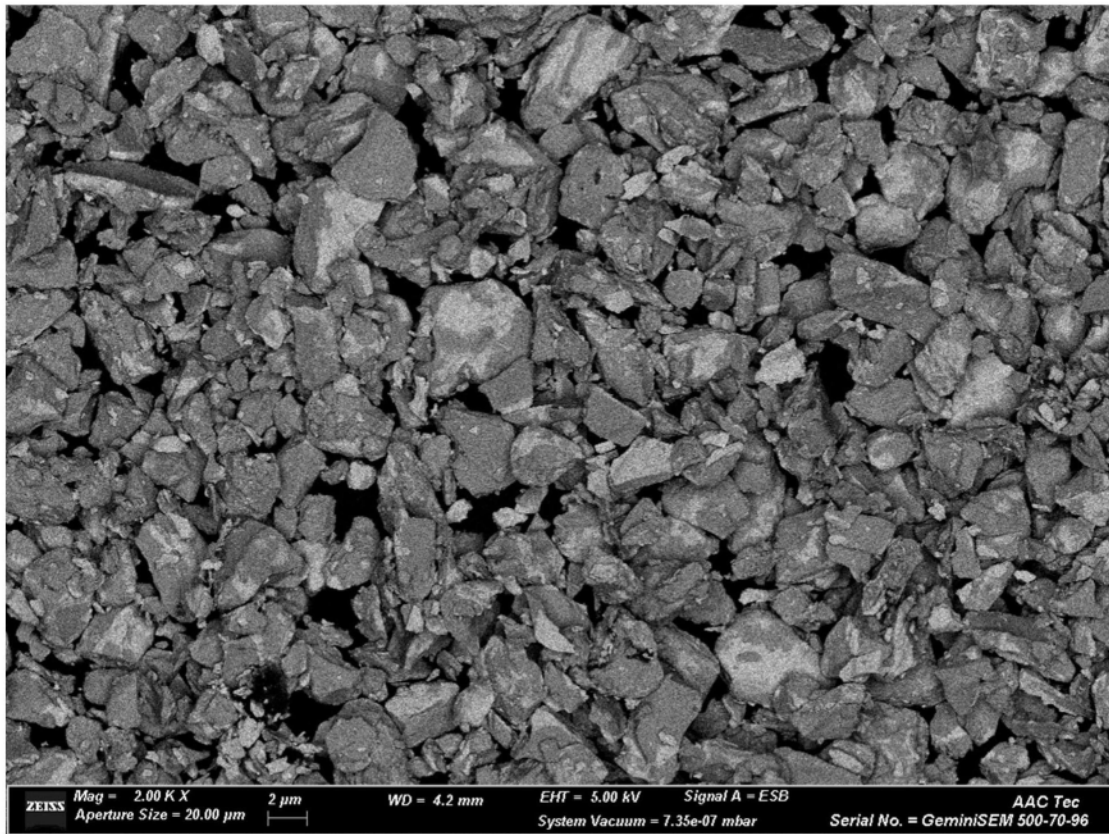


图4

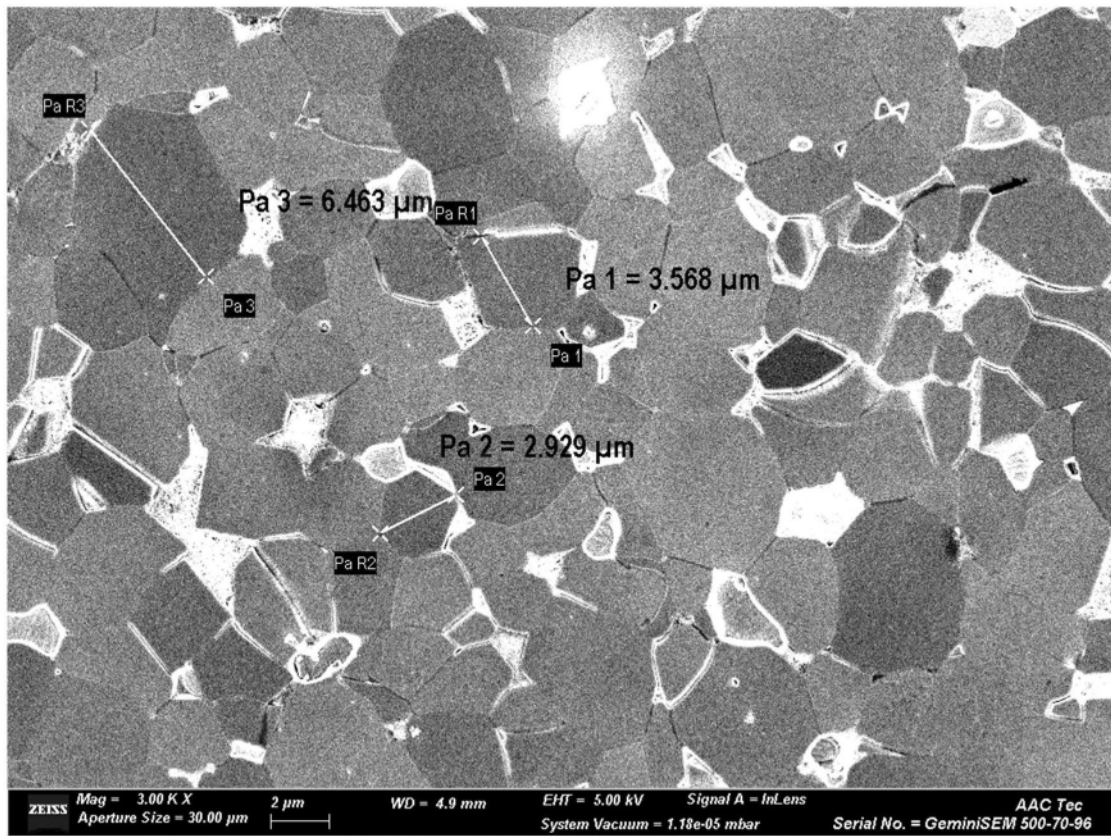


图5