



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102789872 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 15

(21) 申请号 201210296616. 9

CN 1938798 A, 2007. 03. 28, 全文.

(22) 申请日 2012. 08. 20

CN 1995441 A, 2007. 07. 11, 全文.

(73) 专利权人 烟台正海磁性材料股份有限公司  
地址 264006 山东省烟台市经济技术开发区  
珠江路 22 号

TW 587258 B, 2004. 05. 11, 权利要求 11, 说明书第 8 页倒数第 4 段 - 第 17 页最后一段.

CN 101615462 A, 2009. 12. 30, 全文.

(72) 发明人 王庆凯 于永江 杜伟 杨晓静  
史丙强

审查员 李娇娇

(74) 专利代理机构 北京双收知识产权代理有限公司 11241

代理人 王菲

(51) Int. Cl.

H01F 7/02(2006. 01)

H01F 1/057(2006. 01)

H01F 41/02(2006. 01)

G23C 8/26(2006. 01)

(56) 对比文件

JP 2004-118973 A, 2004. 04. 15, 全文.

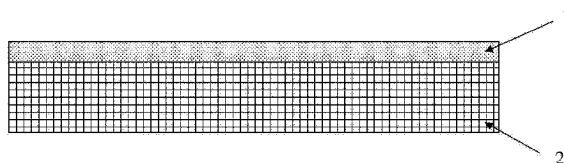
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种钕铁硼磁体及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种钕铁硼磁体及其制备方法, 其是在钕铁硼磁体的表层覆盖一层氮化层; 所述氮化层中的氮含量比钕铁硼磁体内部的氮含量高。本发明的目的是不提高磁体内部氮含量, 但也能获得较好的耐腐蚀性, 同时磁体的脆性不变差, 不易断裂。本发明通过在磁体表面形成一种氮含量较高的氮化层, 使其既具有良好的耐腐蚀特性, 同时内部的脆性不会改变。氮化层厚度优选在 10-100 微米的范围, 磁体基体的性能几乎不受影响, 也不会造成磁体内部的氮含量升高。渗氮气氛中加入水蒸气和氨气, 可以保持磁体表面的光洁度。



1. 一种钕铁硼磁体的制备方法,其特征在于:将钕铁硼磁体经除油脱脂、水洗、酸洗除锈、水洗、超声波除灰、水洗、吹干烘干;再将磁体放置于挂具上推入氮化炉内,预先将炉内抽成真空达  $10^{-2} \sim 10^{-3}$ Torr 后导入氮气、氩气、水蒸气和氨气的混合气体,其中氮气占混合气体体积百分比的 30-95%,在  $350^{\circ}\text{C} - 600^{\circ}\text{C}$  的温度条件下在磁体表面形成一定厚度的氮化层;所述氮化层的厚度为 10-100 微米;所述氮化层中氮含量为 200-2000ppm。

## 一种钕铁硼磁体及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种磁体材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 钕铁硼磁体是以金属间化合物  $\text{Re}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  为基础的稀土永磁材料,具有较高的磁能积和矫顽力,高能量密度的优点使钕铁硼磁体在现代工业和电子技术中获得了广泛应用。但是 R-Fe-B 系永磁体最明显的缺点是耐腐蚀性差,从而限制了这类磁体在潮湿、高温等环境中的应用,所以关于 R-Fe-B 系烧结永磁体的耐腐蚀问题的研究具有重要意义。

[0003] 针对 R-Fe-B 系烧结磁体的耐蚀性,通常在其表面形成耐蚀性的保护膜。作为保护膜,根据用途的不同可以使用金属镀层或树脂等。但是,实践证明,仅仅只有良好的镀层并不能完全解决钕铁硼磁体在实际应用中的腐蚀问题,而只有磁体本身具有优异的耐蚀性,再配合良好的镀层才能解决此问题。因此,解决 R-Fe-B 系烧结磁体耐蚀性的首要任务是提高 R-Fe-B 系烧结磁体自身的耐蚀性。

### 发明内容

[0004] 本发明所解决的技术问题是提供一种钕铁硼磁体及其制备方法,其是在钕铁硼磁体的表层覆盖一层氮化层;所述氮化层中的氮含量比钕铁硼磁体内部的氮含量高。

[0005] 本发明的钕铁硼磁体,其中所述氮化层的厚度优选为 10-100 微米。

[0006] 本发明的钕铁硼磁体,其中所述氮化层中氮含量优选为 200-2000ppm。

[0007] 本发明的钕铁硼磁体的制备方法,是在真空氮化炉内通入氮气、氩气、水蒸气和氨气的混合气,其中氮气占混合气体积百分比的 30-95%,在 350℃-600℃ 的温度条件下在磁体表面形成一定厚度的氮化层。

[0008] 根据本发明的一种优选实施方式,本发明的钕铁硼磁体的制备方法优选为:先将钕铁硼磁体经除油脱脂、水洗、酸洗除锈、水洗、超声波除灰、水洗、吹干烘干;再将磁体放置于挂具上推入氮化炉内,预先将炉内抽成真空达  $10^{-2}\sim 10^{-3}\text{Torr}$  后导入氮气、氩气、水蒸气和氨气的混合气体,并按渗氮所需厚度至少保持 1~10 小时,处理温度保持在 350-600℃。

[0009] 一般来说,R-Fe-B 磁体在熔炼和制粉生产过程中,不可避免会受到氮气的污染,磁体本身会含有微量的氮。氮与磁体的晶间富钕相化合,消耗多余的稀土,可导致磁体本身耐腐蚀性大幅度提高,但磁体性能下降不明显。但如果使磁体内部氮含量持续提高,例如超过 500ppm,会导致磁体脆性很差,极易造成磕边断裂。而本发明的目的是不提高磁体内部氮含量,但也能获得较好的耐腐蚀性,同时磁体的脆性不变差,不易断裂。本发明通过在磁体表面形成一种氮含量较高的氮化层,使其既具有良好的耐腐蚀特性,同时内部的脆性不会改变。氮化层厚度优选在 10-100 微米的范围,磁体基体的性能几乎不受影响,也不会造成磁体内部的氮含量升高。渗氮气氛中加入水蒸气和氨气,可以保持磁体表面的光洁度。

### 附图说明

[0010] 图 1 是本发明的钕铁硼磁体的结构示意图。

### 具体实施方式

[0011] 为进一步说明本发明,结合以下实施例具体说明:

[0012] 如图 1 所示,一种钕铁硼磁体,是在钕铁硼磁体 2 的表层覆盖一层氮化层 1;所述氮化层的厚度优选为 10-100 微米。

[0013] 实施例 1:

[0014] 取 40UH 黑片 100 片,尺寸为 40\*30\*5mm,5mm 为充磁方向,经过除油脱脂→水洗→酸洗除锈→水洗→超声波除灰→水洗→吹干烘干;再将工件放置于专门的挂具上推入氮化炉内,预先将炉内抽成真空达  $10^{-3}$ Torr,导入氮气:氩气:水蒸气:氨气=85:13.5:0.8:0.7 的混合气体,调整炉温 495℃,保持温度 3.5 小时后急速冷却低于 100℃后出炉。

[0015] 实施例 2:

[0016] 取 40UH 黑片 100 片,尺寸为 40\*30\*5mm,5mm 为充磁方向,经过除油脱脂→水洗→酸洗除锈→水洗→超声波除灰→水洗→吹干烘干;再将工件放置于专门的挂具上推入氮化炉内,预先将炉内抽成真空达  $5 \times 10^{-2}$ Torr,导入氮气:氩气:水蒸气:氨气=90:6.5:1:2.5 的混合气体,调整炉温 480℃,保持温度 7.5 小时后急速冷却低于 100℃后出炉。

[0017] 将氮化处理磁体(实施例)与非氮化处理磁体(比较例)做磁性能测试、表面氮含量和渗氮层厚度测试、磁体加速腐蚀实验以及温湿度试验,其中表面氮含量测试采用氧氮仪、扫描电镜和能谱仪,磁体加速腐蚀实验使用 PCT(120,100%湿度,2atm)方法,温湿度试验采用 85℃/85%湿度。实验结果见下表:

[0018]

序号	表面氮含量 (ppm)	氮化层厚度 (mm)	磁能积 MGOe	矫顽力 Hcj KOe	10 天 PCT (mg/cm <sup>2</sup> )	温湿度 12 小时
实施例 1	523	0.035	39.9	27.7	0.06	未变化
实施例 2	1180	0.085	39.6	27.4	0.04	未变化
比较例 1	195	0	40.1	27.1	0.51	生锈

[0019] 实施例 3:

[0020] 取 42SH 黑片 100 片,尺寸为 47\*30\*2.2mm,2.2mm 为充磁方向,经过除油脱脂→水洗→酸洗除锈→水洗→超声波除灰→水洗→吹干烘干;再将工件放置于专门的挂具上推入氮化炉内,预先将炉内抽成真空达  $5 \times 10^{-2}$ Torr,导入氮气:氩气:水蒸气:氨气=40:57.5:1:1.5 的混合气体,调整炉温 370℃,保持温度 10 小时后急速冷却低于 100℃后出炉。

[0021] 实施例 4:

[0022] 取 42SH 黑片 100 片,尺寸为 47\*30\*2.2mm,2.2mm 为充磁方向,经过除油脱脂→水洗→酸洗除锈→水洗→超声波除灰→水洗→吹干烘干;再将工件放置于专门的挂具上推入氮化炉内,预先将炉内抽成真空达  $5 \times 10^{-2}$ Torr,导入氮气:氩气:水蒸气:氨气=55:44:0.2:0.8 的混合气体,调整炉温 400℃,保持温度 4 小时后急速冷却低于 100℃后出

炉。

[0023] 将氮化处理磁体(实施例)与非氮化处理磁体(比较例)做磁性能测试、表面氮含量和渗氮层厚度测试、磁体加速腐蚀实验以及温湿度试验,其中表面氮含量测试采用氧氮仪、扫描电镜和能谱仪,磁体加速腐蚀实验使用 PCT (120,100% 湿度,2atm)方法,温湿度试验采用 85℃ /85% 湿度。

[0024] 实验结果见下表:

[0025]

序号	表面氮含量 (ppm)	氮化层厚度 (mm)	磁能积 MGOe	矫顽力 Hcj KOe	10 天 PCT (mg/cm <sup>2</sup> )	温湿度 12 小时
实施例 3	335	0.075	42.2	23.9	0.19	未变化
实施例 4	359	0.050	42.4	23.4	0.27	未变化
比较例 2	170	0	42.1	23.7	0.98	生锈

[0026] 从以上实验结果可以看出,磁体表面经过氮化处理,磁性能没有明显劣化,矫顽力有稍微提高,磁体对环境的耐腐蚀性有了明显提高。

[0027] 以上所述的实施例仅仅是对本发明的优选实施方式进行描述,并非对本发明的范围进行限定,在不脱离本发明设计精神的前提下,本领域普通工程技术人员对本发明的技术方案作出的各种变形和改进,均应落入本发明的权利要求书确定的保护范围内。

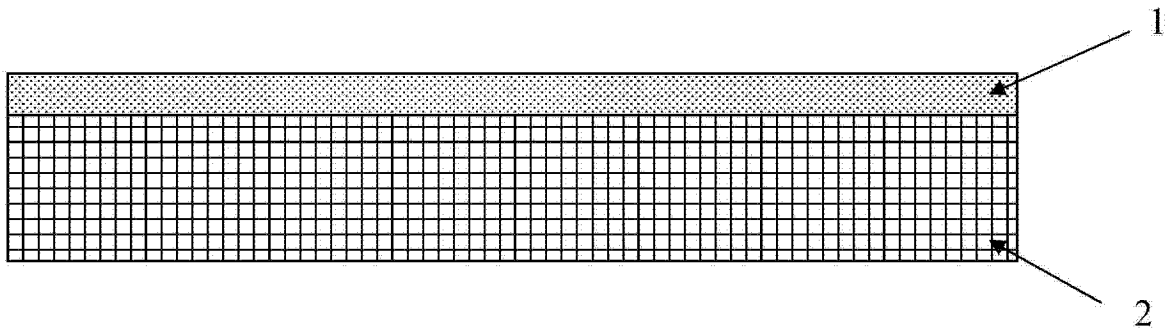


图 1