



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103474225 A

(43) 申请公布日 2013.12.25

(21) 申请号 201310314166.6

(22) 申请日 2013.07.20

(71) 申请人 南通万宝实业有限公司

地址 226600 江苏省南通市海安县黄海西大道 88 号

(72) 发明人 周连明 周园园 曹阳

(51) Int. Cl.

H01F 41/02 (2006.01)

H01F 1/057 (2006.01)

H01F 1/08 (2006.01)

B22F 3/16 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种镧铈掺杂的钕铁硼磁体的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种镧铈掺杂的钕铁硼磁体的制备方法,该钕铁硼磁体采用以下成分作为的永磁材料: $(\text{Ce}_w\text{Dy}_x\text{Nd}_{1-w-x})_a(\text{Fe}_{1-y-z}\text{Cu}_y\text{Si}_z)_{100-a-b-c}\text{B}_b\text{Nb}_c$,其中 $w = 0.3-0.35$, $x = 0.22-0.27$, $y = 0.12-0.16$, $z = 0.03-0.05$, $a = 28-31$, $b = 0.9-1.2$, $c = 3-6$,该方法包括如下步骤:(1)制备永磁合金材料粉末;(2)制坯及取向;(3)烧结。本发明制备的钕铁硼永磁体,采用 Ce 替代部分 Nd,降低了成本,采用 Dy 替代部分 Nd,以保证磁体的矫顽力,在材料中掺杂电阻率高的硅并在磁材表面覆盖氟化镧以提高材料的内阻,采用二次压坯工艺提高磁体的磁能积,最后在烧结过程中采用二次回火工艺,进一步提高了材料的矫顽力。

1. 一种镧铈掺杂的钕铁硼磁体的制备方法,该钕铁硼磁体采用以下成分作为的永磁材料: $(\text{Ce}_w\text{Dy}_x\text{Nd}_{1-w-x})_a(\text{Fe}_{1-y-z}\text{Cu}_y\text{Si}_z)_{100-a-b-c}\text{B}_b\text{Nb}_c$,其中 $w = 0.3-0.35$, $x = 0.22-0.27$, $y = 0.12-0.16$, $z = 0.03-0.05$, $a = 28-31$, $b = 0.9-1.2$, $c = 3-6$,该方法包括如下步骤:

(1) 制备永磁合金材料粉末

按照化学式的配比将 Ce、Dy、Nd、Fe、Cu、Nb、Si、B 等原材料混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,熔炼在真空下进行,熔炼完成后注到水冷铜模中得到合金铸锭,再将铸锭放在真空炉中均匀化处理,所述均匀化处理温度为 $950-1150^\circ\text{C}$,处理时间为 $3-5\text{h}$;

将铸锭置于真空中频速凝感应炉中,抽真空,通入氩气,使炉内氩气气压达到 $-0.05--0.06\text{MPa}$ 后进行熔炼,待原材料全部熔化后施以电磁搅拌精炼,随后将钢液浇注到线速度为 $3-5\text{m/s}$ 的水冷铜辊上,制备平均厚度为 $0.2-0.3\text{mm}$ 的速凝片;

将上述速凝片经过氢破碎和气流磨制成的微米级粉末粒径为 $1-3\mu\text{m}$,再采用氟化镧纳米粉作为固体表面活性剂,其加入比例为气流磨原料粉的 $3-6\text{wt}\%$,通过高能球磨获得具有表面氟化镧绝缘涂层的片状粉体,其中所用高能球磨时间为 $3-4$ 小时,球料比 $10-15:1$,球磨介质为乙二醇;

(2) 制坯及取向

在氩气保护氛围下,将混合磁粉在磁场强度为 $1.7-2.1\text{T}$ 的磁场中取向成型,再进行冷等静压,制成毛坯,等静压大小为 $280-320\text{MPa}$;

(3) 烧结

将成型毛坯在氩气保护下放入烧结炉进行烧结,先以 $5-10^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 $600-750^\circ\text{C}$,保温 $3-4\text{h}$,然后以 $10-15^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 $1000-1030^\circ\text{C}$ 烧结 $4-5\text{h}$,冷却至室温后,进行二次回火处理,即分别在 $790-830^\circ\text{C}$ 和 $450-480^\circ\text{C}$ 热处理回火 $1-2\text{h}$,得到产品。

一种镧钕掺杂的钕铁硼磁体的制备方法

所属技术领域

[0001] 本发明涉一种镧钕掺杂的钕铁硼磁体的制备方法。

背景技术

[0002] 随着工业化进程加速,能源问题已成为当代社会的焦点问题,节能材料的研究已经成为材料研究的一个重要方面。电机作为各类机械的重要基础部件之一,其效率高对节约能源乃至经济的可持续发展有着重大影响。近年来,稀土永磁体的应用,使结构简单、功率因数高、起动转矩大的永磁同步电动机(PMSM)逐步在各产业领域替代传统电励磁电动机,这也使得节能电机制造业对于永磁材料的需求激增。

[0003] 钕铁硼作为第三代稀土永磁材料具有高剩磁 B_r ,高矫顽力 H_{c_j} ,高磁能积 $(BH)_m$ 的特点,一经发现便迅速的占领市场成为现代科学技术的关键材料之一,钕铁硼磁体中金属钕(Nd)占原材料成本的90%以上。钕铁硼永磁材料的应用领域和应用量逐日增加,每年市场需求量以接近20%幅度增长,因此镨钕合金的价格越来越高,供应量十分紧张。然而作为稀土金属的镧、铈等虽储量较大,却没有大的用处,所以镧铈价格相对于镨钕便宜很多。

[0004] 但是,Ce-Nd-Fe-B永磁材料也是导体,为了在电机工作过程中不引起不可逆的热退磁,确保原有的磁通量,从根本上解决电机用稀土永磁体的热退磁问题,必须减小永磁体电机的涡流损耗。

[0005] 因此迫切需要提供一种磁性能优异并且具有高电阻率的钕铁硼磁体。

发明内容

[0006] 本发明提供一种镧钕掺杂的钕铁硼磁体的制备方法,使用该方法制备的永磁材料,具有较低的原料成本,并且具备较好的磁性能和较高的电阻率,适合大规模的应用于电机制造。

[0007] 为了实现上述目的,本发明提供的一种镧钕掺杂的钕铁硼磁体的制备方法,该钕铁硼磁体采用以下成分作为的永磁材料: $(Ce_wDy_xNd_{1-w-x})_a(Fe_{1-y-z}Cu_ySi_z)_{100-a-b-c}B_bNb_c$,其中 $w = 0.3-0.35$, $x = 0.22-0.27$, $y = 0.12-0.16$, $z = 0.03-0.05$, $a = 28-31$, $b = 0.9-1.2$, $c = 3-6$,该方法包括如下步骤:

[0008] (1) 制备永磁合金材料粉末

[0009] 按照化学式的配比将Ce、Dy、Nd、Fe、Cu、Nb、Si、B等原材料混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,熔炼在真空下进行,熔炼完成后注到水冷铜模中得到合金铸锭,再将铸锭放在真空炉中均匀化处理,所述均匀化处理温度为 $950-1150^{\circ}C$,处理时间为 $3-5h$;

[0010] 将铸锭置于真空中频速凝感应炉中,抽真空,通入氩气,使炉内氩气气压达到 $-0.05-0.06MPa$ 后进行熔炼,待原材料全部熔化后施以电磁搅拌精炼,随后将钢液浇注到线速度为 $3-5m/s$ 的水冷铜辊上,制备平均厚度为 $0.2-0.3mm$ 的速凝片;

[0011] 将上述速凝片经过氢破碎和气流磨制成的微米级粉末粒径为 $1-3\mu m$,再采用氟化镧纳米粉作为固体表面活性剂,其加入比例为气流磨原料粉的 $3-6wt\%$,通过高能球磨

获得具有表面氟化镱绝缘涂层的片状粉体,其中所用高能球磨时间为 3-4 小时,球料比 10-15 : 1,球磨介质为乙二醇;

[0012] (2) 制坯及取向

[0013] 在氩气保护氛围下,将混合磁粉在磁场强度为 1.7-2.1T 的磁场中取向成型,再进行冷等静压,制成毛坯,等静压大小为 280-320MPa;

[0014] (3) 烧结

[0015] 将成型毛坯在氩气保护下放入烧结炉进行烧结,先以 5-10 °C /min 升温至 600-750 °C,保温 3-4h,然后以 10-15 °C /min 升温至 1000-1030 °C 烧结 4-5h,冷却至室温后,进行二次回火处理,即分别在 790-830 °C 和 450-480 °C 热处理回火 1-2h,得到产品。

[0016] 本发明制备的钕铁硼永磁体,采用 Ce 替代部分 Nd,降低了成本,采用 Dy 替代部分 Nd,以保证磁体的矫顽力,在材料中掺杂电阻率高的硅并在磁材表面覆盖氟化镱以提高材料的内阻,采用二次压坯工艺提高磁体的磁能积,最后在烧结过程中采用二次回火工艺,进一步提高了材料的矫顽力。因此,该稀土永磁体用于节能电机时,具有较好的磁性能和较低的成本。

具体实施方式

[0017] 实施例一

[0018] 本实施例的钕铁硼磁体采用以下成分作为的永磁材料: $(\text{Ce}_{0.3}\text{Dy}_{0.22}\text{Nd}_{0.48})_{28}(\text{Fe}_{0.85}\text{Cu}_{0.12}\text{Si}_{0.03})_{68.1}\text{B}_{0.9}\text{Nb}_3$ 。

[0019] 按照化学式的配比将 Ce、Dy、Nd、Fe、Cu、Nb、Si、B 等原材料混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,熔炼在真空下进行,熔炼完成后注到水冷铜模中得到合金铸锭,再将铸锭放在真空炉中均匀化处理,所述均匀化处理温度为 950 °C,处理时间为 5h。

[0020] 将铸锭置于真空中频速凝感应炉中,抽真空,通入氩气,使炉内氩气气压达到 -0.05MPa 后进行熔炼,待原材料全部熔化后施以电磁搅拌精炼,随后将钢液浇注到线速度为 3m/s 的水冷铜辊上,制备平均厚度为 0.2-0.3mm 的速凝片。

[0021] 将上述速凝片经过氢破碎和气流磨制成的微米级粉末粒径为 1-3 μm,再采用氟化镱纳米粉作为固体表面活性剂,其加入比例为气流磨原料粉的 3wt%,通过高能球磨获得具有表面氟化镱绝缘涂层的片状粉体,其中所用高能球磨时间为 3 小时,球料比 10 : 1,球磨介质为乙二醇。

[0022] 在氩气保护氛围下,将混合磁粉在磁场强度为 1.7T 的磁场中取向成型,再进行冷等静压,制成毛坯,等静压大小为 280MPa。

[0023] 将成型毛坯在氩气保护下放入烧结炉进行烧结,先以 5 °C /min 升温至 600 °C,保温 4h,然后以 10 °C /min 升温至 1000 °C 烧结 5h,冷却至室温后,进行二次回火处理,即分别在 790 °C 和 450 °C 热处理回火 2h,得到产品。

[0024] 实施例二

[0025] 本实施例的钕铁硼磁体采用以下成分作为的永磁材料: $(\text{Ce}_{0.35}\text{Dy}_{0.27}\text{Nd}_{0.38})_{31}(\text{Fe}_{0.79}\text{Cu}_{0.16}\text{Si}_{0.05})_{61.8}\text{B}_{1.2}\text{Nb}_6$ 。

[0026] 按照化学式的配比将 Ce、Dy、Nd、Fe、Cu、Nb、Si、B 等原材料混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,熔炼在真空下进行,熔炼完成后注到水冷铜模中得到合金铸锭,再将铸锭放在真

空炉中均匀化处理,所述均匀化处理温度为 1150℃,处理时间为 3h。

[0027] 将铸锭置于真空中频速凝感应炉中,抽真空,通入氩气,使炉内氩气气压达到 -0.06MPa 后进行熔炼,待原材料全部熔化后施以电磁搅拌精炼,随后将钢液浇注到线速度为 5m/s 的水冷铜辊上,制备平均厚度为 0.2-0.3mm 的速凝片。

[0028] 将上述速凝片经过氢破碎和气流磨制成的微米级粉末粒径为 1-3 μ m,再采用氟化镱纳米粉作为固体表面活性剂,其加入比例为气流磨原料粉的 6wt%,通过高能球磨获得具有表面氟化镱绝缘涂层的片状粉体,其中所用高能球磨时间为 4 小时,球料比 15 : 1,球磨介质为乙二醇。

[0029] 在氩气保护氛围下,将混合磁粉在磁场强度为 2.1T 的磁场中取向成型,再进行冷等静压,制成毛坯,等静压大小为 320MPa。

[0030] 将成型毛坯在氩气保护下放入烧结炉进行烧结,先以 10℃ /min 升温至 750℃,保温 3h,然后以 15℃ /min 升温至 1030℃ 烧结 4h,冷却至室温后,进行二次回火处理,即分别在 830℃ 和 480℃ 热处理回火 1h,得到产品。

[0031] 比较例

[0032] 利用速凝甩片真空感应熔炼炉,将钕铁硼材料 $(\text{PrNdGd})_{29.95}(\text{FeCoAlCu})_{68.98}\text{B}_{1.07}$ 在氩气保护下,在 1480 ~ 1550℃ 温度下熔炼,熔化的钢液浇铸到旋转的冷却铜棍上,制备出 0.3 ~ 0.5mm 厚度的钕铁硼合金薄片;利用氢破炉,在 0.1MPa 氢气压下吸氢,550℃ 温度脱氢,破碎成 130 μ m 的钕铁硼合金粉末;以上粉末进一步经过气流磨破碎成平均粒度 4 μ m 的钕铁硼粉末;将 5 μ m 镧铈合金粉末加入到 3) 中所述的粉末中,利用三维混料机混粉 3 小时,保证两种粉末均匀混合;其中,镧铈合金粉末中镧铈重量比为 64.7 : 35.3,镧铈合金粉末的添加比例为钕铁硼合金粉末重量的 1.52%;利用磁场压机,将中混合均匀的粉末在 1.7T 的磁场下取向成型,再经过冷等静压,压力为 200MPa,得到密度为 4.68g/cm³ 的压坯;将成型压坯置于真空烧结炉中,在 1075℃ 烧结保温 3 小时,在 890℃ 一级回火保温 2 小时,在 560℃ 二级回火保温 3 小时,获得最终名义成分为 $(\text{PrNdGd})_{29.5}(\text{LaCe})_{1.5}(\text{FeCoAlCu})_{67.95}\text{B}_{1.05}$ 烧结磁体。

[0033] 对相同形状和尺寸的实施例 1-2 及比较例的永磁体进行磁性能测试以及内阻测试,在 25℃ 进行测试,测量最大磁能积 $(\text{BH})_{\text{max}}$ 和矫顽力。测试结果显示:实施例 1-2 的最大磁能积相对比较例提高 17-22%,矫顽力相对比较例提高 18% 以上,内阻提高 35% 以上。