



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109881113 B

(45)授权公告日 2020.05.19

(21)申请号 201910134940.2

G22C 33/02(2006.01)

(22)申请日 2019.02.24

G21D 1/18(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

G21D 1/773(2006.01)

申请公布号 CN 109881113 A

H01F 1/09(2006.01)

(43)申请公布日 2019.06.14

(56)对比文件

(73)专利权人 东阳市宏丰磁业有限公司

CN 106409458 A, 2017.02.15, 说明书第5、7-13段.

地址 322109 浙江省金华市东阳市歌山镇  
北江农场内

审查员 周航

(72)发明人 曾强 程旺生

(74)专利代理机构 北京智行阳光知识产权代理  
事务所(普通合伙) 11738

代理人 黄锦阳

(51)Int.Cl.

G22C 38/08(2006.01)

G22C 38/12(2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54)发明名称

一种复合永磁材料及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种复合永磁材料,其特征在于,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成, M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为(1-3):2:(45-55):(10-15):(1-3):(1-2):(1-2):5:(5-8);M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。本发明还公开了所述复合永磁材料的制备方法。本发明公开的复合永磁材料性价比、磁能积、磁通密度、矫顽力和稳定性高,耐高温性能佳。

1. 一种复合永磁材料,其特征在于,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成,M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为(1-3):2:(45-55):(10-15):(1-3):(1-2):(1-2):5:(5-8);M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。

2. 根据权利要求1所述的一种复合永磁材料,其特征在于,所述氟化铵改性Co-Gd-Yb-O的制备方法,包括如下步骤:

I 将化学纯的硝酸钴、硝酸钷、硝酸镱和冬氨酸加入到去离子水中,超声搅拌1.5-2.5h,然后加热溶液使水完全挥发,通过冬氨酸的自蔓延燃烧,使硝酸盐和冬氨酸之间发生反应,生成Co-Gd-Yb-O的前驱体粉末,再把前驱体粉末在空气气氛950-1050℃下烧结3-5h,生成Co-Gd-Yb-O粉末;

II 常温下,将经过步骤I制备得到的Co-Gd-Yb-O粉末与氟化铵颗粒置于玛瑙研钵中,研磨使其混合均匀,再将研磨后的混合物置于马弗炉中,以5℃/min的升温速度升温至500-600℃,并保温烧结3-5h,后冷却至室温,研磨,过100-200目目筛,得到氟化铵改性Co-Gd-Yb-O。

3. 根据权利要求2所述的一种复合永磁材料,其特征在于,步骤I中所述硝酸钴、硝酸钷、硝酸镱、冬氨酸、去离子水的质量比为2:0.1:0.1:(25-35):(90-110)。

4. 根据权利要求2所述的一种复合永磁材料,其特征在于,步骤II中所述Co-Gd-Yb-O粉末、氟化铵颗粒的质量比为1:(0.003-0.005)。

5. 根据权利要求1所述的一种复合永磁材料,其特征在于,所述复合永磁材料的制备方法,包括如下步骤:

步骤S1制备永磁合金材料粉末:按照配比将La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,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1100-1200℃,处理时间为6-8h,得到永磁锭;后将得到的永磁锭利用气流磨将合金粉化为平均粒径为3-7μm的永磁合金材料粉末;

步骤S2混合粉末的制备:将氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP按照比例混合后与经过步骤S1制得的磁粉混合,得到混合粉末;再在空气下进行预烧,预烧温度为1000-1100℃,最后将得到的混合粉末在3T-5T的磁场取向,以15MPa-20MPa压制成型,得到型坯件;

步骤S3静压、烧结、回火热处理:将经过步骤S2制备得到的型坯件在200-240MPa下进行静压5-10分钟;然后在真空气淬炉中进行烧结,烧结温度为1050℃-1200℃,烧结时间为3-5h,最后将烧结好的磁体进行两次回火热处理;

步骤S4二次充磁:将经过步骤S3制备的磁体再次充磁,得到复合永磁材料。

6. 根据权利要求5所述的一种复合永磁材料,其特征在于,所述两次回火热处理的工艺为:第一次回火热处理温度为900℃-1050℃,时间为3-6小时,第二次回火热处理温度为500℃-650℃,时间为4-8小时。

## 一种复合永磁材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及永磁材料技术领域,尤其涉及一种用于节能电机的复合永磁材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 磁性材料是电子行业的基础功能材料之一。永磁材料作为磁性材料的一个重要组成部分,在电子工业、信息产业、摩托车、电动工具行业、汽车工业等行业发挥着重要的作用。随着科技的进步及人们对自动化设备和产品的要求的不断提升,对拥有较高磁能积和磁能密度的磁性材料的需求越来越大,已经成为现代工业和社会经济发展不可或缺的重要功能材料。

[0003] 永磁节能电机是由永磁材料建立励磁磁场的直流电动机。它除了具有一般电磁式电动机所具备的良好的机械特性和调节特性以及调速范围宽和便于控制等特点外,还具有体积小、效率高、结构简单等优点。永磁材料是其核心材料,其性能直接影响电机的正常工作安定性和使用寿命。理想的用于永磁节能电机的永磁材料应该同时具有高矫顽力、体积小、功率高、抗冲击、温度稳定性好等优点。

[0004] 现有技术中所应用的永磁材料的成份主要是钕铁硼永磁材料,这类磁性材料是目前性能最好的磁性材料之一,其具有较高的磁能积,但各行业所需要的磁性材料的性能并不相同,如需要不同的磁通密度、磁导率等。钕铁硼永磁材料在磁性材料的物理性能方面变化很小,稳定性差,因此钕铁硼永磁材料并不能在使用时达到最佳效果,其次,由于钕金属的价格不断上涨,导致钕铁硼磁性材料的价格也大幅上涨,造成用户的使用成本明显提高,对整个市场的良性发展造成了很大的冲击。

[0005] 因此,开发一种性价比、磁能积、磁通密度、矫顽力和稳定性高,耐高温性能佳的永磁材料符合市场发展需求,对促进永磁材料的发展具有非常重要的意义。

### 发明内容

[0006] 为了克服现有技术中的缺陷,本发明旨在提供一种复合永磁材料及其制备方法,该制备方法简单易行,原料来源广泛,价格较低廉,适合规模化生产;通过这种制备方法制备得到的复合永磁材料性价比、磁能积、磁通密度、矫顽力和稳定性高,耐高温性能佳。

[0007] 本发明通过以下方案实现:

[0008] 一种复合永磁材料,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成,M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为(1-3):2:(45-55):(10-15):(1-3):(1-2):(1-2):5:(5-8);M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。

[0009] 进一步地,所述氟化铵改性Co-Gd-Yb-O的制备方法,包括如下步骤:

[0010] I将化学纯的硝酸钴、硝酸钆、硝酸镱和冬氨酸加入到去离子水中,超声搅拌1.5-2.5h,然后加热溶液使水完全挥发,通过冬氨酸的自蔓延燃烧,使硝酸盐和冬氨酸之间发生

反应,生成Co-Gd-Yb-O的前驱体粉末,再把前驱体粉末在空气气氛950-1050℃下烧结3-5h,生成Co-Gd-Yb-O粉末;

[0011] II 常温下,将经过步骤I制备得到的Co-Gd-Yb-O粉末与氟化铵颗粒置于玛瑙研钵中,研磨使其混合均匀,再将研磨后的混合物置于马弗炉中,以5℃/min的升温速度升温至500-600℃,并保温烧结3-5h,后冷却至室温,研磨,过100-200目目筛,得到氟化铵改性Co-Gd-Yb-O。

[0012] 优选地,步骤I中所述硝酸钴、硝酸钆、硝酸镱、冬氨酸、去离子水的质量比为2:0.1:0.1:(25-35):(90-110)。

[0013] 优选地,步骤II中所述Co-Gd-Yb-O粉末、氟化铵颗粒的质量比为1:(0.003-0.005)。

[0014] 进一步地,所述复合永磁材料的制备方法,包括如下步骤:

[0015] 步骤S1制备永磁合金材料粉末:按照配比将La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,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1100-1200℃,处理时间为6-8h,得到永磁锭;后将得到的永磁锭利用气流磨将合金粉化为平均粒径为3-7μm的永磁合金材料粉末;

[0016] 步骤S2混合粉末的制备:将氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP按照比例混合后再与经过步骤S1制得的磁粉混合,得到混合粉末;再在空气下进行预烧,预烧温度为1000-1100℃,最后将得到的混合粉末在3T-5T的磁场取向,以15MPa-20MPa压制成型,得到型坯件;

[0017] 步骤S3静压、烧结、回火热处理:将经过步骤S2制备得到的型坯件在200-240MPa下进行静压5-10分钟;然后在真空气淬炉中进行烧结,烧结温度为1050℃-1200℃,烧结时间为3-5h,最后将烧结好的磁体进行两次回火热处理。

[0018] 步骤S4二次充磁:将经过步骤S3制备的磁体再次充磁,得到复合永磁材料。

[0019] 优选地,所述两次回火热处理的工艺为:第一次回火热处理温度为900℃-1050℃,时间为3-6小时,第二次回火热处理温度为500℃-650℃,时间为4-8小时。

[0020] 采用上述技术方案所产生的有益效果在于:

[0021] 1) 本发明提供的复合永磁材料的制备方法,简单易行,原料来源广泛,价格较低廉,适合规模化生产。

[0022] 2) 本发明提供的复合永磁材料,性价比、磁能积、磁通密度、矫顽力和稳定性高,耐高温性能佳。

[0023] 3) 本发明提供的复合永磁材料,由于掺/添加入了氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP,使产品具有低温度系数、高矫顽力、低成本、高工作温度的磁特征,它特别弥补了传统烧结钕铁硼永磁体和烧结钐钴磁体在大电机产品中使用矫顽力低、温度系数高及成本偏大的缺点;CrN、MoC和BP溶解在合金主相中,可以提高磁体的剩磁及居里温度,在晶界改善磁体微观形貌,有利于主相晶体形成较均匀的晶体,进一步提高磁体的矫顽力;在提高矫顽力的同时,还能保证剩磁及磁能积不下降,通过这些物质的添加,在磁性材料中同时添加N/C/B/P/F,这些非金属元素协同作用,提高永磁材料的磁性能;Co-Gd-Yb-O加入与合金成分协同作用,提高永磁材料的矫顽力、磁能积、磁通密度和稳定性。

[0024] 4) 本发明提供的复合永磁材料,采用La-Lu-Fe-Ni-Ta-Ga-Nb-B-M体系,与传统永

磁材料Nd-Fe-B相比较,降低了成本,提高材料的剩磁与矫顽力及耐高温性能;其居里温度高,工作稳定性好。

### 具体实施方式

[0025] 为了使本技术领域人员更好地理解本发明的技术方案,并使本发明的上述特征、目的以及优点更加清晰易懂,下面结合实施例对本发明做进一步的说明。实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。

[0026] 本发明下述实施例中所述原料来自于上海泉昕进出口贸易有限公司。

[0027] 实施例1

[0028] 一种复合永磁材料,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成,M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为1:2:45:10:1:1:1:5:5;M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。

[0029] 所述氟化铵改性Co-Gd-Yb-O的制备方法,包括如下步骤:

[0030] I将化学纯的硝酸钴20g、硝酸钆1g、硝酸镱1g和冬氨酸250g加入到去离子水900g中,超声搅拌1.5h,然后加热溶液使水完全挥发,通过冬氨酸的自蔓延燃烧,使硝酸盐和冬氨酸之间发生反应,生成Co-Gd-Yb-O的前驱体粉末,再把前驱体粉末在空气气氛950℃下烧结3h,生成Co-Gd-Yb-O粉末;

[0031] II 常温下,将经过步骤I制备得到的Co-Gd-Yb-O粉末10g与氟化铵颗粒0.03g置于玛瑙研钵中,研磨使其混合均匀,再将研磨后的混合物置于马弗炉中,以5℃/min的升温速度升温至500℃,并保温烧结3h,后冷却至室温,研磨,过100目目筛,得到氟化铵改性Co-Gd-Yb-O。

[0032] 所述复合永磁材料的制备方法,包括如下步骤:

[0033] 步骤S1制备永磁合金材料粉末:按照配比将La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,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1100℃,处理时间为6h,得到永磁锭;后将得到的永磁锭利用气流磨将合金粉化为平均粒径为3μm的永磁合金材料粉末;

[0034] 步骤S2混合粉末的制备:将氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP按照比例混合后再与经过步骤S1制得的磁粉混合,得到混合粉末;再在空气下进行预烧,预烧温度为1000℃,最后将得到的混合粉末在3T的磁场取向,以15MPa压制成型,得到型坯件;

[0035] 步骤S3静压、烧结、回火热处理:将经过步骤S2制备得到的型坯件在200MPa下进行静压5分钟;然后在真空气淬炉中进行烧结,烧结温度为1050℃,烧结时间为3h,最后将烧结好的磁体进行两次回火热处理;所述两次回火热处理的工艺为:第一次回火热处理温度为900℃,时间为3小时,第二次回火热处理温度为500℃,时间为4小时。

[0036] 步骤S4二次充磁:将经过步骤S3制备的磁体再次充磁,得到复合永磁材料。

[0037] 实施例2

[0038] 一种复合永磁材料,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成,M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为2:2:47:11:2:1:2:5:6;M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。

[0039] 所述氟化铵改性Co-Gd-Yb-O的制备方法,包括如下步骤:

[0040] I将化学纯的硝酸钴20g、硝酸钪1g、硝酸镱1g和冬氨酸280g加入到去离子水950g中,超声搅拌1.7h,然后加热溶液使水完全挥发,通过冬氨酸的自蔓延燃烧,使硝酸盐和冬氨酸之间发生反应,生成Co-Gd-Yb-O的前驱体粉末,再把前驱体粉末在空气气氛980℃下烧结3.5h,生成Co-Gd-Yb-O粉末;

[0041] II常温下,将经过步骤I制备得到的Co-Gd-Yb-O粉末10g与氟化铵颗粒0.035g置于玛瑙研钵中,研磨使其混合均匀,再将研磨后的混合物置于马弗炉中,以5℃/min的升温速度升温至520℃,并保温烧结3.5h,后冷却至室温,研磨,过130目目筛,得到氟化铵改性Co-Gd-Yb-O。

[0042] 所述复合永磁材料的制备方法,包括如下步骤:

[0043] 步骤S1制备永磁合金材料粉末:按照配比将La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,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1120℃,处理时间为6.5h,得到永磁锭;后将得到的永磁锭利用气流磨将合金粉化为平均粒径为4 $\mu$ m的永磁合金材料粉末;

[0044] 步骤S2混合粉末的制备:将氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP按照比例混合后再与经过步骤S1制得的磁粉混合,得到混合粉末;再在空气下进行预烧,预烧温度为1030℃,最后将得到的混合粉末在3.5T的磁场取向,以17MPa压制成型,得到型坯件;

[0045] 步骤S3静压、烧结、回火热处理:将经过步骤S2制备得到的型坯件在210MPa下进行静压6分钟;然后在真空气淬炉中进行烧结,烧结温度为1070℃,烧结时间为3.5h,最后将烧结好的磁体进行两次回火热处理;所述两次回火热处理的工艺为:第一次回火热处理温度为930℃,时间为4小时,第二次回火热处理温度为550℃,时间为5小时;

[0046] 步骤S4二次充磁:将经过步骤S3制备的磁体再次充磁,得到复合永磁材料。

[0047] 实施例3

[0048] 一种复合永磁材料,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成,M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为2:2:48:13:2:1:1:5:6;M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。

[0049] 所述氟化铵改性Co-Gd-Yb-O的制备方法,包括如下步骤:

[0050] I将化学纯的硝酸钴20g、硝酸钪1g、硝酸镱1g和冬氨酸300g加入到去离子水1000g中,超声搅拌2h,然后加热溶液使水完全挥发,通过冬氨酸的自蔓延燃烧,使硝酸盐和冬氨酸之间发生反应,生成Co-Gd-Yb-O的前驱体粉末,再把前驱体粉末在空气气氛1000℃下烧结4h,生成Co-Gd-Yb-O粉末;

[0051] II常温下,将经过步骤I制备得到的Co-Gd-Yb-O粉末10g与氟化铵颗粒0.04g置于玛瑙研钵中,研磨使其混合均匀,再将研磨后的混合物置于马弗炉中,以5℃/min的升温速度升温至550℃,并保温烧结4h,后冷却至室温,研磨,过160目目筛,得到氟化铵改性Co-Gd-Yb-O。

[0052] 所述复合永磁材料的制备方法,包括如下步骤:

[0053] 步骤S1制备永磁合金材料粉末:按照配比将La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,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1160℃,处理时间为7h,得到永磁锭;后将得到的永磁锭利用气流磨将合金粉化为平均粒径为5 $\mu$ m的永磁合金材料粉末;

[0054] 步骤S2混合粉末的制备:将氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP按照比例混合后再与经过步骤S1制得的磁粉混合,得到混合粉末;再在空气下进行预烧,预烧温度为1060℃,最后将得到的混合粉末在4T的磁场取向,以17MPa压制成型,得到型坯件;

[0055] 步骤S3静压、烧结、回火热处理:将经过步骤S2制备得到的型坯件在2250MPa下进行静压8分钟;然后在真空气淬炉中进行烧结,烧结温度为1140℃,烧结时间为4h,最后将烧结好的磁体进行两次回火热处理;所述两次回火热处理的工艺为:第一次回火热处理温度为1000℃,时间为5小时,第二次回火热处理温度为590℃,时间为7小时;

[0056] 步骤S4二次充磁:将经过步骤S3制备的磁体再次充磁,得到复合永磁材料。

[0057] 实施例4

[0058] 一种复合永磁材料,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成,M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为3:2:53:14:2:2:2:5:7;M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。

[0059] 所述氟化铵改性Co-Gd-Yb-O的制备方法,包括如下步骤:

[0060] I将化学纯的硝酸钴20g、硝酸钐1g、硝酸镱1g和冬氨酸330g加入到去离子水1050g中,超声搅拌2.3h,然后加热溶液使水完全挥发,通过冬氨酸的自蔓延燃烧,使硝酸盐和冬氨酸之间发生反应,生成Co-Gd-Yb-O的前驱体粉末,再把前驱体粉末在空气气氛、1030℃下烧结4.5h,生成Co-Gd-Yb-O粉末;

[0061] II常温下,将经过步骤I制备得到的Co-Gd-Yb-O粉末10g与氟化铵颗粒0.045g置于玛瑙研钵中,研磨使其混合均匀,再将研磨后的混合物置于马弗炉中,以5℃/min的升温速度升温至580℃,并保温烧结4.5h,后冷却至室温,研磨,过190目目筛,得到氟化铵改性Co-Gd-Yb-O。

[0062] 所述复合永磁材料的制备方法,包括如下步骤:

[0063] 步骤S1制备永磁合金材料粉末:按照配比将La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,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1180℃,处理时间为7.8h,得到永磁锭;后将得到的永磁锭利用气流磨将合金粉化为平均粒径为6μm的永磁合金材料粉末;

[0064] 步骤S2混合粉末的制备:将氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP按照比例混合后再与经过步骤S1制得的磁粉混合,得到混合粉末;再在空气下进行预烧,预烧温度为1090℃,最后将得到的混合粉末在5T的磁场取向,以18MPa压制成型,得到型坯件;

[0065] 步骤S3静压、烧结、回火热处理:将经过步骤S2制备得到的型坯件在230MPa下进行静压9分钟;然后在真空气淬炉中进行烧结,烧结温度为1170℃,烧结时间为4.5h,最后将烧结好的磁体进行两次回火热处理;所述两次回火热处理的工艺为:第一次回火热处理温度为1040℃,时间为5.5小时,第二次回火热处理温度为640℃,时间为7.5小时。

[0066] 步骤S4二次充磁:将经过步骤S3制备的磁体再次充磁,得到复合永磁材料。

[0067] 实施例5

[0068] 一种复合永磁材料,由La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B以及M体系构成,M由氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP混合而成,其中,体系中的La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B、M的质量比为3:2:55:15:3:2:2:5:8;M中氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP的质量比为8:3:1:2。

[0069] 所述氟化铵改性Co-Gd-Yb-O的制备方法,包括如下步骤:

[0070] I将化学纯的硝酸钴20g、硝酸钪1g、硝酸镱1g和冬氨酸350g加入到去离子水1100g中,超声搅拌2.5h,然后加热溶液使水完全挥发,通过冬氨酸的自蔓延燃烧,使硝酸盐和冬氨酸之间发生反应,生成Co-Gd-Yb-O的前驱体粉末,再把前驱体粉末在空气气氛1050℃下烧结5h,生成Co-Gd-Yb-O粉末;

[0071] II常温下,将经过步骤I制备得到的Co-Gd-Yb-O粉末10g与氟化铵颗粒0.05g置于玛瑙研钵中,研磨使其混合均匀,再将研磨后的混合物置于马弗炉中,以5℃/min的升温速度升温至600℃,并保温烧结5h,后冷却至室温,研磨,过200目目筛,得到氟化铵改性Co-Gd-Yb-O。

[0072] 所述复合永磁材料的制备方法,包括如下步骤:

[0073] 步骤S1制备永磁合金材料粉末:按照配比将La、Lu、Fe、Ni、Ta、Ga、Nb、B混合,置于磁悬浮熔炼炉中熔炼,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1200℃,处理时间为8h,得到永磁锭;后将得到的永磁锭利用气流磨将合金粉化为平均粒径为7μm的永磁合金材料粉末;

[0074] 步骤S2混合粉末的制备:将氟化铵改性Co-Gd-Yb-O、CrN、MoC和BP按照比例混合后再与经过步骤S1制得的磁粉混合,得到混合粉末;再在空气下进行预烧,预烧温度为1100℃,最后将得到的混合粉末在5T的磁场取向,以20MPa压制成型,得到型坯件;

[0075] 步骤S3静压、烧结、回火热处理:将经过步骤S2制备得到的型坯件在240MPa下进行静压10分钟;然后在真空气淬炉中进行烧结,烧结温度为1200℃,烧结时间为5h,最后将烧结好的磁体进行两次回火热处理;所述两次回火热处理的工艺为:第一次回火热处理温度为1050℃,时间为6小时,第二次回火热处理温度为650℃,时间为8小时。

[0076] 步骤S4二次充磁:将经过步骤S3制备的磁体再次充磁,得到复合永磁材料。

[0077] 其中,实施例1至实施例5所述复合永磁材料检测结果如表1所示。

[0078] 表1

[0079]

样品	Br (Gs)	Hcb (KA/m)	Hc <sub>j</sub> (KA/m)	BH (Kj/m <sup>3</sup> )	HK/Hc <sub>i</sub>
实施例1	4425	330	400	37.5	0.95
实施例2	4430	332	403	37.7	0.96
实施例3	4433	333	405	37.8	0.97
实施例4	4436	335	406	37.3	0.94
实施例5	4440	338	410	37.6	0.95

[0080] 从表1中数据可知,本发明的所述复合永磁材料,在室温(25℃)下具有Br≥4425Gs的剩磁,Hc<sub>j</sub>≥400KA/m的内禀矫顽力。

[0081] 对比例1至对比例8

[0082] 表2

成分 \ 对比例	对比例							
	1	2	3	4	5	6	7	8
La	0	3	3	3	3	3	3	3
Lu	2	0	2	2	2	2	2	2
Ni	15	15	0	15	15	15	15	15
Ta	3	3	3	0	3	3	3	3
Ga	2	2	2	2	0	2	2	2
Nb	2	2	2	2	2	0	2	2
B	5	5	5	5	5	5	0	5
M	8	8	8	8	8	8	8	0
Fe	55	55	55	55	55	55	55	55

[0083] 对比例1至对比例8中的复合永磁材料的制备方法同实施例5,不同之处在于原料成分含量的不同,各对比例中的组分比例如表2所示。其中,对比例1至对比例8的复合永磁材料的检测结果如表3所示。

[0085] 从表3中数据可知,本发明复合永磁材料优异的磁性能是各种成分协同作用的结果。

[0086] 表3

样品	Br (Gs)	Hcb (KA/m)	Hc <sub>j</sub> (KA/m)	BH (Kj/m <sup>3</sup> )	HK/Hc <sub>i</sub>
对比例1	4400	310	385	31	0.86
对比例2	4395	308	379	32	0.84
对比例3	4315	290	368	26	0.79
对比例4	4379	311	390	30	0.85
对比例5	4386	310	387	31	0.83
对比例6	4378	309	383	29	0.84
对比例7	4390	307	385	27	0.80
对比例8	4398	308	390	30	0.88

[0088] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下本发明还会有各种变化和改进,这些变化和进步都落入要求保护的本发明的范围内。本发明要求的保护范围由所附的权利要求书及其等同物界定。