



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102290181 B

(45) 授权公告日 2014. 03. 12

(21) 申请号 201110118478. 0

(22) 申请日 2011. 05. 09

(73) 专利权人 中国科学院宁波材料技术与工程研究所

地址 315201 浙江省宁波市镇海区庄市大道519号

(72) 发明人 陈必成 刘兴民 李东 闫阿儒

(74) 专利代理机构 北京鸿元知识产权代理有限公司 11327

代理人 陈英俊

(56) 对比文件

CN 1557004 A, 2004. 12. 22,

CN 1557005 A, 2004. 12. 22,

审查员 王南野

(51) Int. Cl.

H01F 1/053 (2006. 01)

H01F 1/08 (2006. 01)

B22F 3/12 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

低成本高矫顽力高磁能积烧结稀土永磁体及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种低成本高矫顽力高磁能积烧结稀土永磁体,表示其组分及各组分质量含量的分子式为 $LR_aHR_bM_cB_dFe_{100-a-b-c-d}$ ,其中LR为钕、镨、铈和镧中的至少一种,HR为钐、铽、镝、钆和铕中的至少一种,M为钴、铜、铝、镓和铋中的至少一种,并且 $29 \leq a \leq 32, 0 \leq b \leq 0.2, 1.2 \leq c \leq 3, 0.6 \leq d \leq 3$ 。与现有技术相比,本发明的烧结稀土永磁体中重稀土质量百分比含量仅为0.2%以下,矫顽力达到15kOe以上,磁能积达到42MG0e以上,即实现了无重稀土或极低重稀土、高矫顽力、高磁能积的烧结稀土永磁体,在获得高矫顽力高磁能积的条件下极大地降低了烧结稀土永磁体的原料成本。

1. 低成本高矫顽力高磁能积烧结永磁体,其特征是:表示其组分及各组分质量含量的分子式为  $LR_aM_cB_dFe_{100-a-b-c-d}$ ,其中 LR 为钕、镨、铈和镧中的至少一种,M 为钴、铜、铝、锆和铌中的至少一种,并且  $29 \leq a \leq 32$ ,  $1.2 \leq c \leq 3$ ,  $0.6 \leq d \leq 3$ ;

其内禀矫顽力为 15kOe 以上,磁能积为 42MJ0e 以上;

其制备方法包括如下步骤:

步骤 1、按照表示该烧结永磁体的组分及各组分质量含量的分子式  $LR_aM_cB_dFe_{100-a-b-c-d}$  配制原料;

步骤 2、采用速凝工艺将上述原料制成速凝片,然后进行氢破工艺,并且控制脱氢气压,使得脱氢后氢破粉含氢量在 1500ppm ~ 3000ppm 之间,氢破后进行气流磨制磁粉,将磁粉在磁场中取向成型后得到成型毛坯;

步骤 3、将成型毛坯在惰性气体保护下放入烧结炉进行低温烧结,烧结温度不高于 980°C,然后冷却至室温,最后采用二级回火工艺进行热处理,得到烧结稀土永磁体。

2. 根据权利要求 1 所述的低成本高矫顽力高磁能积烧结永磁体,其特征是:所述的步骤 2 中的氢破工艺是将速凝片置于氢破炉中抽真空至真空度为 2Pa 以下,在室温下通入氢气,保持压力在  $1 \times 10^5$ Pa ~  $5 \times 10^5$ Pa,时间在 1 小时 ~ 4 小时,冷却至室温,然后抽出残余氢气,开始升温脱氢,脱氢工艺采用 300°C ~ 700°C 保温 3 小时 ~ 7 小时,脱氢气压低于 90Pa 时脱氢结束,停止加温,冷却至室温。

3. 根据权利要求 1 所述的低成本高矫顽力高磁能积烧结永磁体,其特征是:所述的步骤 3 中的烧结过程是升温 300°C ~ 800°C,保温 0.5 小时 ~ 6 小时脱氢气,然后升温至 950°C ~ 980°C 烧结,保温 1 小时 ~ 5 小时。

4. 根据权利要求 1 所述的低成本高矫顽力高磁能积烧结永磁体,其特征是:所述的步骤 3 中的二级回火工艺是分别在 800°C ~ 890°C 和 450°C ~ 600°C 热处理回火 2 小时 ~ 5 小时。

## 低成本高矫顽力高磁能积烧结稀土永磁体及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及磁性材料技术领域,尤其涉及一种低成本高矫顽力高磁能积烧结稀土永磁体及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 稀土永磁体具有高剩磁、高矫顽力和高磁能积的特点,被广泛应用于电力电子、通讯、信息、电机、交通运输、办公自动化、医疗器械、军事等领域。经过 20 多年的研究开发,稀土永磁体的磁能积得到了很大的提高,但是稀土永磁体的矫顽力仍有很大的提高空间。

[0003] 传统上采用添加重稀土元素如铽、镱等来获得高矫顽力的烧结稀土永久磁体,但是重稀土储量较少,价格很高,导致烧结稀土永久磁体的成本较高,特别是近期稀土价格上涨,添加重稀土元素导致磁体成本更高。同时,由于重稀土的加入会导致磁体剩磁的恶化,不容易获得高的磁能积。因此,为了节省重稀土资源,同时降低磁体的生产成本,开发不含重稀土或重稀土低含量、并且具有高矫顽力高磁能积的永磁体是目前非常有意义的研究课题之一。

### 发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题是针对上述现有技术现状,提供一种低成本高矫顽力高磁能积烧结稀土永磁体,从而改变现有的生产工艺为了提高烧结磁体矫顽力而大量消耗重稀土,导致磁体成本较高的现状。

[0005] 本发明解决上述技术问题所采用的技术方案为:一种低成本高矫顽力高磁能积烧结稀土永磁体,表示其组分及各组分质量含量的分子式为  $LR_aHR_bM_cB_dFe_{100-a-b-c-d}$ ,其中 LR 为钕 (Nd)、镨 (Pr)、铈 (Ce) 和镧 (La) 中的至少一种,HR 为钆 (Gd),铽 (Tb),镱 (Dy),铥 (Ho) 和铒 (Er) 中的至少一种, M 为钴 (Co)、铜 (Cu)、铝 (Al)、锆 (Zr) 和铌 (Nb) 中的至少一种,并且  $29 \leq a \leq 32, 0 \leq b \leq 0.2, 1.2 \leq c \leq 3, 0.6 \leq d \leq 3$ 。

[0006] 其中,所述的 HR 的含量优选  $0 \leq b \leq 0.1$ 。

[0007] 本发明一种低成本高矫顽力高磁能积烧结稀土永磁体的制备方法包括如下步骤:

[0008] 步骤 1、按照表示烧结稀土永磁体的组分及各组分质量含量的分子式  $LR_aHR_bM_cB_dFe_{100-a-b-c-d}$  配制原料,其中 LR 为钕 (Nd)、镨 (Pr)、铈 (Ce) 和镧 (La) 中的至少一种,HR 为钆 (Gd),铽 (Tb),镱 (Dy),铥 (Ho) 和铒 (Er) 中的至少一种, M 为钴 (Co)、铜 (Cu)、铝 (Al)、锆 (Zr) 和铌 (Nb) 中的至少一种,并且并且  $29 \leq a \leq 32, 0 \leq b \leq 0.2, 1.2 \leq c \leq 3, 0.6 \leq d \leq 3$ 。

[0009] 步骤 2、采用速凝工艺将上述原料制成速凝片,然后进行氢破工艺,并且控制脱氢气压,使得脱氢后氢破粉含氢量在 1500ppm ~ 3000ppm 之间,氢破后进行气流磨制磁粉,将磁粉在磁场中取向成型后得到成型毛坯;

[0010] 步骤 3、将成型毛坯在惰性气体保护下放入烧结炉进行低温烧结,烧结温度不高于

980℃,然后冷却至室温,最后采用二级回火工艺进行热处理,得到烧结稀土永磁体;

[0011] 所述的步骤2中的氢破工艺即将速凝片置于氢破炉中通气破碎,具体过程是将速凝片置于氢破炉中抽真空至真空度为2Pa以下,在室温下通入氢气,保持压力在 $1 \times 10^5 \text{Pa} \sim 5 \times 10^5 \text{Pa}$ ,时间在1小时~4小时,冷却至室温,然后抽出残余氢气,开始升温脱氢,脱氢工艺采用300℃~700℃保温3小时~7小时,脱氢气压低于90Pa时,脱氢结束,停止加温,冷却至室温。

[0012] 所述的步骤2中的磁粉在磁场强度为1.2T~2T的磁场中取向成型。

[0013] 所述的步骤3中的烧结过程是升温300℃~800℃,保温0.5小时~6小时脱氢气,然后升温至950℃~980℃烧结,保温1小时~5小时。

[0014] 所述的步骤3中的二级回火工艺是分别在800℃~890℃和450℃~600℃热处理回火2小时~5小时。

[0015] 所述的步骤3得到的烧结稀土永磁体温度为20℃禀矫顽力 $H_{ci}$ 为15kOe以上。

[0016] 与现有技术相比,本发明的烧结稀土永磁体中重稀土质量百分比含量仅为0.2%以下,矫顽力达到15kOe以上,磁能积达到42MG0e以上,即实现了无重稀土或极低重稀土、高矫顽力、高磁能积的烧结稀土永磁体,在获得高矫顽力高磁能积的条件下极大地降低了烧结稀土永磁体的原料成本。

### 具体实施方式

[0017] 以下具体实施例对本发明作进一步详细说明。

[0018] 实施例1:

[0019] 表示烧结稀土永磁体组分及各组分质量含量的分子式为 $\text{Nd}_{20}\text{Pr}_{10}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$ ,以下是该烧结稀土永磁体的具体制备过程:

[0020] (1) 按照分子式 $\text{Nd}_{20}\text{Pr}_{10}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$ 表示的组分及各组分质量含量配制原料;

[0021] (2) 采用速凝工艺将上述原料制成速凝片,然后进行氢破工艺,并且控制脱氢气压,使得脱氢后氢破粉含氢量为1500ppm,氢破后进行气流磨制磁粉,将磁粉在磁场中取向成型后得到成型毛坯;

[0022] (3) 将成型毛坯在惰性气体保护下放入烧结炉进行低温烧结,烧结温度为975℃,然后冷却至室温,最后采用二级回火工艺进行热处理,回火热处理温度为800℃与500℃得到烧结稀土永磁体。

[0023] 将上述制备得到的烧结稀土永磁体加工成 $\Phi 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ 小圆柱进行测试,测试结果如表1所示。

[0024] 表1:实施例1磁体样品性能

[0025]

样品编号	剩磁Br (KGs)	磁感矫顽力 $H_{cb}$ (KOe)	内禀矫顽力 $H_{cj}$ (KOe)	最大磁能积 $(BH)_{\max}$ (MGsOe)	弯曲点磁场HK (KOe)	方形度 HK/ $H_{cj}$
1	13.3	12.41	19.3	43.3	19.26	0.92

[0026] 实施例2:

[0027] 表示烧结稀土永磁体组分及各组分质量含量的分子式为  $\text{Nd}_{30.3}\text{Co}_{1.5}\text{Cu}_{0.4}\text{Al}_{0.2}\text{B}_{0.9}\text{Fe}_{\text{bal}}$ ，以下是该烧结稀土永磁体的具体制备过程：

[0028] (1) 按照分子式  $\text{Nd}_{30.3}\text{Co}_{1.5}\text{Cu}_{0.4}\text{Al}_{0.2}\text{B}_{0.9}\text{Fe}_{\text{bal}}$  表示的组分及各组分质量含量配制原料；

[0029] (2) 采用速凝工艺将上述原料制成速凝片，然后进行氢破工艺，并且控制脱氢气压，使得脱氢后氢破粉含氢量为 3000ppm，氢破后进行气流磨制磁粉，将磁粉在磁场中取向成型后得到成型毛坯；

[0030] (3) 将成型毛坯在惰性气体保护下放入烧结炉进行低温烧结，烧结温度为  $980^{\circ}\text{C}$ ，然后冷却至室温，最后采用二级回火工艺进行热处理，回火热处理温度为  $850^{\circ}\text{C}$  与  $480^{\circ}\text{C}$  得到烧结稀土永磁体。

[0031] 将上述制备得到的烧结稀土永磁体加工成  $\Phi 10\text{mm} \times 10\text{mm}$  小圆柱进行测试，测试结果如表 2 所示：

[0032] 表 2：实施例 2 磁体样品性能

[0033]

样品编号	剩磁Br (KGs)	磁感矫顽力Hcb (KOe)	内禀矫顽力Hcj (KOe)	最大磁能积(BH) <sub>max</sub> (MGsOe)	弯曲点磁场HK (KOe)	方形度 HK/Hcj
2	13.86	12.45	17.8	46.5	12.3	0.70

[0034] 实施例 3：

[0035] 表示烧结稀土永磁体组分及各组分质量含量的分子式为  $\text{Nd}_{20}\text{Pr}_{10}\text{Gd}_{0.1}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$ ，以下是该烧结稀土永磁体的制备过程：

[0036] (1) 按照分子式  $\text{Nd}_{20}\text{Pr}_{10}\text{Gd}_{0.1}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$  表示的组分及各组分质量含量配制原料；

[0037] (2) 与实施例 1 中的步骤 (2) 相同；

[0038] (3) 与实施例 2 中的步骤 (3) 相同。

[0039] 将上述制备得到的烧结稀土永磁体加工成  $\Phi 10\text{mm} \times 10\text{mm}$  小圆柱进行测试，测试结果表明该烧结稀土永磁体的内禀矫顽力 Hcj 为 15kOe 以上，磁能积为 42MG0e 以上。

[0040] 实施例 4：

[0041] 表示烧结稀土永磁体组分及各组分质量含量的分子式为  $\text{Nd}_{20}\text{Pr}_{10}\text{Gd}_{0.1}\text{Tb}_{0.1}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$ ，以下是该烧结稀土永磁体的制备过程：

[0042] (1) 按照分子式  $\text{Nd}_{20}\text{Pr}_{10}\text{Gd}_{0.1}\text{Tb}_{0.1}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$  表示的组分及各组分质量含量配制原料；

[0043] (2) 与实施例 1 中的步骤 (2) 相同；

[0044] (3) 与实施例 2 中的步骤 (3) 相同。

[0045] 将上述制备得到的烧结稀土永磁体加工成  $\Phi 10\text{mm} \times 10\text{mm}$  小圆柱进行测试，测试结果表明该烧结稀土永磁体的内禀矫顽力 Hcj 为 15kOe 以上，磁能积为 42MG0e 以上。

[0046] 实施例 5：

[0047] 本实施例中表示烧结稀土永磁体组分及各组分质量含量的分子式，以及该烧结稀土永磁体的制备方法基本与实施例 4 相同，所不同的是用 Dy 元素代替实施例 3 中的 Gd 元

素,制备得到分子式为  $\text{Nd}_{20}\text{Pr}_{10}\text{Dy}_{0.1}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$  的烧结稀土永磁体,该烧结稀土永磁体的内禀矫顽力  $H_{cj}$  为 10kOe 以上,磁能积为 42MG0e 以上。

[0048] 实施例 6:

[0049] 本实施例中表示烧结稀土永磁体组分及各组分质量含量的分子式,以及该烧结稀土永磁体的制备方法基本与实施例 1 相同,所不同的是用 Ce 元素代替实施例 2 中的 Pr 元素,制备得到分子式为  $\text{Nd}_{20}\text{Ce}_{10}\text{Co}_1\text{Cu}_{0.2}\text{Al}_{0.6}\text{B}_{1.2}\text{Fe}_{\text{bal}}$  的烧结稀土永磁体,该烧结稀土永磁体的内禀矫顽力  $H_{cj}$  为 10kOe 以上,磁能积为 42MG0e 以上。

[0050] 实施例 7:

[0051] 本实施例中表示烧结稀土永磁体组分及各组分质量含量的分子式,以及该烧结稀土永磁体的制备方法基本与实施例 2 相同,所不同的是用 La 元素代替实施例 2 中的 Nd 元素,制备得到分子式为  $\text{La}_{30.3}\text{Co}_{1.5}\text{Cu}_{0.4}\text{Al}_{0.2}\text{B}_{0.9}\text{Fe}_{\text{bal}}$  的烧结稀土永磁体,该烧结稀土永磁体的内禀矫顽力  $H_{cj}$  为 10kOe 以上,磁能积为 42MG0e 以上。