



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108281270 A

(43)申请公布日 2018.07.13

(21)申请号 201810010531.7

(22)申请日 2018.01.05

(71)申请人 宁波招宝磁业有限公司

地址 315200 浙江省宁波市镇海区招宝山
街道大通路355号

(72)发明人 贺琦军 林建强

(51)Int. Cl.

H01F 41/02(2006.01)

H01F 1/057(2006.01)

G23C 10/14(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法

(57)摘要

本发明公开了一种金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,包括如下步骤:1)将近正分比2:14:1的钕铁硼合金原料进行真空熔炼得到钕铁硼合金铸锭;2)将1)所得铸锭进行制粉,得到钕铁硼合金粉末;3)将2)所得钕铁硼合金粉末进行磁场取向压型,随后进行冷等静压,得压坯;4)将3)所得压坯进行预烧结,得致密度为80%~90%的烧坯;5)将4)所得烧坯加工成所需磁体的大小尺寸,然后放入Dy/Tb蒸气环境下热处理若干小时,得毛坯;将5)所得毛坯进行再烧结,以及回火热处理,得最终渗Dy/Tb磁体。通过合理调整热处理温度、时间、磁体尺寸,可以使得磁体的矫顽力提高,耐高温性改善而不显著降低剩磁和磁能积,得到高性能的烧结钕铁硼磁体。

1. 一种金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,包括如下步骤:

1) 将近正分比2:14:1的钕铁硼合金原料进行真空熔炼得到钕铁硼合金铸锭;

2) 将1)所得铸锭进行制粉,得到钕铁硼合金粉末;

3) 将2)所得钕铁硼合金粉末进行磁场取向压型,随后进行冷等静压,得压坯;

4) 将3)所得压坯进行预烧结,得致密度为80%~90%的烧坯;

5) 将4)所得烧坯加工成所需磁体的大小尺寸,然后放入Dy/Tb蒸气环境下热处理若干小时,得毛坯;

6) 将5)所得毛坯进行再烧结,以及回火热处理,得最终渗Dy/Tb磁体。

2. 根据权利要求1所述的金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,步骤1)中,所述熔炼工艺是采用速凝甩带工艺制得厚度为0.2-0.5mm的钕铁硼合金薄片,或采用铸锭工艺制得钕铁硼合金铸锭。

3. 根据权利要求1所述的金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,步骤2)中,所述制粉工艺是先将合金铸锭进行粗破碎,加入0.02wt%-0.70wt%的抗氧化剂,然后气流磨制成平均粒径为3~5 μ m的钕铁硼合金粉末。

4. 根据权利要求3所述的金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,所述的粗破碎是将制得的钕铁硼合金通过破碎机及球磨工艺或者氢碎工艺破碎成60-100目的粉末颗粒。

5. 根据权利要求1所述的金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,步骤3)中所述磁场强度 ≥ 1.8 T,冷等静压压力为150-250MPa。

6. 根据权利要求1所述的金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,步骤4)中所述预烧结是在真空烧结炉中900-1000 $^{\circ}$ C烧结3-5h。

7. 根据权利要求1所述的金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,步骤5)中所述热处理是热处理温度600-700 $^{\circ}$ C,热处理时间2~10h。

8. 根据权利要求1所述的金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其特征在于,步骤6)中再烧结是在真空烧结炉中1020-1130 $^{\circ}$ C烧结3-5h,回火是一次回火,或者先进行一次回火、再进行二次回火,所述一次回火在650-920 $^{\circ}$ C下进行,保温2.5-5h,二次回火在450-650 $^{\circ}$ C下进行,保温2.5-5h。

金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及稀土永磁材料技术领域,更具体地说,它涉及一种金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法。

背景技术

[0002] 1983年日本的佐川真仁等人在对RE-Fe-X三元合金进行广泛研究的基础上,采用粉末冶金工艺制备出磁能积高达 $290\text{kJ}/\text{m}^3$ 的钕铁硼(Nd-Fe-B)烧结磁体,开创了第三代稀土永磁材料。烧结Nd-Fe-B广泛应用于军工设备、电声器件、电动机、发电机、计算机硬盘驱动器(HDD)、音圈电机(VCM)、人体核磁共振成像仪(MRI)、微波通讯技术、控制器、仪表、磁分离设备、磁卡盘及其他需用永久磁场的装置和设备中。

[0003] 烧结钕铁硼磁体是以 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 化合物为主相,周围包覆着富稀土相的结构。其主要的技术指标包括剩磁 B_r ,最大磁能积 $(BH)_{\text{max}}$,矫顽力 H_{c_j} ,居里温度 T_c 。经过20多年的研究发展,设计出了合理的合金成分和成熟的制备工艺,使磁体的剩磁 B_r 达到了理论值的96%以上,磁能积最高能达到 $474\text{kJ}/\text{m}^3$,接近了理论磁能积 $512\text{kJ}/\text{m}^3$ 的93%。矫顽力虽然得到了一定层度的提升,但是相对于其理论值 $5600\text{kA}/\text{m}$ 而言,仍然有很大的差距,目前可以达到的水平大概是在其矫顽力理论值的 $1/10\sim 1/3$ 。这样就大大限制了钕铁硼磁体在高的工作温度环境下应用。为了解决这一问题,科学工作者从事了大量的研究,研究表明,在钕铁硼磁体中渗入Dy或Tb能提高磁体的矫顽力,现有的技术手段主要包括重稀土合金化或磁体表面扩散,但这些技术都存在或多或少的问题,如前者由于重稀土原子与铁原子的反磁性耦合,磁体的剩磁和最大磁能积等指标会大大降低,后者工艺过程复杂,不适合实际生产。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种金属蒸气热处理来实现渗Dy渗Tb,制备高性能钕铁硼磁体的方法。该方法工艺简单,适合实际生产。

[0005] 为实现上述目的,通过以下技术手段实现:

[0006] 一种金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,包括如下步骤:

[0007] 1) 将近正分比2:14:1的钕铁硼合金原料进行真空熔炼得到钕铁硼合金铸锭;

[0008] 2) 将1)所得铸锭进行制粉,得到钕铁硼合金粉末;

[0009] 3) 将2)所得钕铁硼合金粉末进行磁场取向压型,随后进行冷等静压,得压坯;

[0010] 4) 将3)所得压坯进行预烧结,得致密度为80%~90%的烧坯;

[0011] 5) 将4)所得烧坯加工成所需磁体的大小尺寸,然后放入Dy/Tb蒸气环境下热处理若干小时,得毛坯;

[0012] 6) 将5)所得毛坯进行再烧结,以及回火热处理,得最终渗Dy/Tb磁体。

[0013] 进一步优化为:步骤1)中,所述熔炼工艺是采用速凝甩带工艺制得厚度为0.2-0.5mm的钕铁硼合金薄片,或采用铸锭工艺制得钕铁硼合金铸锭。

[0014] 进一步优化为:步骤2)中,所述制粉工艺是先将合金铸锭进行粗破碎,加入

0.02wt%-0.70wt%的抗氧化剂,然后气流磨制成平均粒径为3~5 μm 的钕铁硼合金粉末。

[0015] 进一步优化为:所述的粗破碎是将制得的钕铁硼合金通过破碎机及球磨工艺或者氢碎工艺破碎成60-100目的粉末颗粒。

[0016] 进一步优化为:步骤3)中所述磁场强度 $\geq 1.8\text{T}$,冷等静压压力为150-250MPa。

[0017] 进一步优化为:步骤4)中所述预烧结是在真空烧结炉中900-1000 $^{\circ}\text{C}$ 烧结3-5h。

[0018] 进一步优化为:步骤5)中所述热处理是热处理温度600-700 $^{\circ}\text{C}$,热处理时间2~10h。

[0019] 进一步优化为:步骤6)中再烧结是在真空烧结炉中1020-1130 $^{\circ}\text{C}$ 烧结3-5h,回火是一次回火,或者先进行一次回火、再进行二次回火,所述一次回火在650-920 $^{\circ}\text{C}$ 下进行,保温2.5-5h,二次回火在450-650 $^{\circ}\text{C}$ 下进行,保温2.5-5h。

[0020] 本发明与现有技术相比的优点在于:本发明将预烧结的钕铁硼永磁材料加工成不同的尺寸,在Dy或Tb的蒸气环境下热处理若干小时,在热处理过程中,蒸气中的Dy原子或Tb原子可以扩散进入磁体内部,在主相晶粒表层富集,从磁体表层到磁体中心,Dy或Tb元素呈梯度分布,预烧结的不完全致密的烧坯内存在很多孔隙,Dy或Tb蒸气可以经孔隙进入坯体内,吸附在晶粒表层;通过合理的调整热处理温度、热处理时间、磁体尺寸,可以使得磁体的矫顽力提高,耐温性改善而不显著降低剩磁和最大磁能积,得到高性能的烧结钕铁硼磁体。

具体实施方式

[0021] 下面通过具体实施例对发明作进一步详述,以下实施例只是描述性的,不是限定性的本发明的保护范围。

[0022] 一种金属蒸气热处理制备高性能钕铁硼磁体的方法,其步骤为:

[0023] 1) 将近正分比2:14:1的钕铁硼合金原料进行真空熔炼得到钕铁硼合金铸锭;近正分比的钕铁硼合金原料被经过速凝甩带制成厚度为0.2-0.5mm的钕铁硼合金薄片,或采用铸锭工艺制得钕铁硼合金铸锭。

[0024] 2) 将1)所得的铸锭或薄片经过氢破碎或破碎机及球磨破碎成60-100目的粉末颗粒,然后加入0.02wt%-0.70wt%的抗氧化剂,气流磨2-10h得到3-5 μm 的钕铁硼合金粉末;

[0025] 3) 将2)所得钕铁硼合金粉末在磁场 $\geq 1.8\text{T}$ 下进行磁场取向压型,然后在150-250MPa压力下进行冷等静压,得压坯;

[0026] 4) 将3)所得压坯在真空烧结炉中900-1000 $^{\circ}\text{C}$ 烧结3-5h,得致密度为80%~90%的烧坯;

[0027] 5) 将4)所得烧坯加工成所需磁体的大小尺寸,然后放入Dy/Tb蒸气环境下热处理,600-700 $^{\circ}\text{C}$,热处理时间2~10h,得毛坯;这里蒸气环境由Dy或Tb的金属单质经真空蒸发得到。

[0028] 6) 将5)所得毛坯进行再烧结,1020-1130 $^{\circ}\text{C}$ 烧结3-5h,以及回火热处理,在650-920 $^{\circ}\text{C}$ 下一次回火,保温2.5-5h,在450-650 $^{\circ}\text{C}$ 下二次回火,保温2.5-5h得最终渗Dy/Tb磁体。

[0029] 实施例1

[0030] 设计基于2:14:1相的钕铁硼合金成分Nd11.76Fe82.36B5.88(原子百分数),按照设计的成分配料,将纯度为99.9wt%的金属原料放入速凝炉中甩带制成厚度为0.25mm的钕铁硼合金薄片;然后将速凝薄片放入氢破炉中,通氢气流70ml/min,反应4小时,氢破得到60

目的粉末颗粒;然后加入0.05wt%的抗氧化剂,转入气流磨中磨2小时制得5 μ m的钕铁硼合金粉末,将所得粉末在1.8T磁场中取向成型并经200MPa等静压,得压坯;将压坯放入真空烧结炉中940 $^{\circ}$ C烧结3小时,制得致密度为82%的烧坯;将烧坯加工成4 \times 4 \times 2mm的块状,放入Dy蒸气发生炉中,加热至600 $^{\circ}$ C,处理3小时,得毛坯,然后将毛坯放入真空烧结炉中1020 $^{\circ}$ C烧结3小时,然后在650 $^{\circ}$ C保温2.5小时,气淬到室温,然后再升温至450 $^{\circ}$ C保温2.5小时,气淬到室温,即得所需磁体。经性能测试得到该烧结钕铁硼磁体的内禀矫顽力达到18.49kOe,剩磁达到13.67kGs,磁能积达到45.5MG0e。

[0031] 实施例2

[0032] 设计基于2:14:1相的钕铁硼合金成分Nd8.82Pr2.94Fe80.00Co1.36Zr1.00B5.88(原子百分数),按照设计的成分配料,将纯度为99.9wt%的金属原料放入速凝炉中甩带制成厚度为0.3mm的钕铁硼合金薄片;然后将速凝薄片放入氢破炉中,通氢气流72ml/min,反应4小时,氢破得到70目的粉末颗粒;然后加入0.10wt%的抗氧化剂,转入气流磨中磨3小时制得4.5 μ m的钕铁硼合金粉末,将所得粉末在1.8T磁场中取向成型并经200MPa等静压,得压坯;将压坯放入真空烧结炉中960 $^{\circ}$ C烧结3.2小时,制得致密度为85%的烧坯;将烧坯加工成6 \times 4 \times 3mm的块状,放入Dy蒸气发生炉中,加热至620 $^{\circ}$ C,处理3小时,得毛坯,然后将毛坯放入真空烧结炉中1050 $^{\circ}$ C烧结3小时,然后在650 $^{\circ}$ C保温3小时,气淬到室温,然后再升温至480 $^{\circ}$ C保温3小时,气淬到室温,即得所需磁体。经性能测试得到该烧结钕铁硼磁体的内禀矫顽力达到20.39kOe,剩磁达到13.17kGs,磁能积达到41.5MG0e。

[0033] 实施例3

[0034] 设计基于2:14:1相的钕铁硼合金成分Nd8.82Pr2.94Fe81.3Al1.00B5.88(原子百分数),按照设计的成分配料,将纯度为99.9wt%的金属原料放入速凝炉中甩带制成厚度为0.3mm的钕铁硼合金薄片;然后将速凝薄片放入氢破炉中,通氢气流74ml/min,反应4小时,氢破得到80目的粉末颗粒;然后加入0.20wt%的抗氧化剂,转入气流磨中磨4小时制得4.0 μ m的钕铁硼合金粉末,将所得粉末在1.8T磁场中取向成型并经200MPa等静压,得压坯;将压坯放入真空烧结炉中980 $^{\circ}$ C烧结3.5小时,制得致密度为87%的烧坯;将烧坯加工成8 \times 6 \times 4mm的块状,放入Tb蒸气发生炉中,加热至640 $^{\circ}$ C,处理5小时,得毛坯,然后将毛坯放入真空烧结炉中1080 $^{\circ}$ C烧结3小时,然后在690 $^{\circ}$ C保温4小时,气淬到室温,然后再升温至500 $^{\circ}$ C保温4小时,气淬到室温,即得所需磁体。经性能测试得到该烧结钕铁硼磁体的内禀矫顽力达到17.95kOe,剩磁达到13.27kGs,磁能积达到44.5MG0e。

[0035] 实施例4

[0036] 设计基于2:14:1相的钕铁硼合金成分Nd8.82Ce2.94Fe81.3Al1.00Zn0.06B5.88(原子百分数),按照设计的成分配料,将纯度为99.9wt%的金属原料放入速凝炉中甩带制成厚度为0.3mm的钕铁硼合金薄片;然后将速凝薄片放入氢破炉中,通氢气流76ml/min,反应5小时,氢破得到80目的粉末颗粒;然后加入0.20wt%的抗氧化剂,转入气流磨中磨5小时制得3.5 μ m的钕铁硼合金粉末,将所得粉末在1.8T磁场中取向成型并经200MPa等静压,得压坯;将压坯放入真空烧结炉中1000 $^{\circ}$ C烧结3.6小时,制得致密度为88%的烧坯;将烧坯加工成12 \times 4 \times 3mm的块状,放入Tb蒸气发生炉中,加热至680 $^{\circ}$ C,处理5小时,得毛坯,然后将毛坯放入真空烧结炉中1100 $^{\circ}$ C烧结3小时,然后在700 $^{\circ}$ C保温3小时,气淬到室温,然后再升温至550 $^{\circ}$ C保温3小时,气淬到室温,即得所需磁体。经性能测试得到该烧结钕铁硼磁体的内禀矫

顽力达到19.39kOe,剩磁达到13.77kGs,磁能积达到44.3MG0e。

[0037] 实施例5

[0038] 设计基于2:14:1相的钕铁硼合金成分Nd8.82Pr2.94Fe80.00Ga1.36In1.00B5.88(原子百分数),按照设计的成分配料,将纯度为99.9wt%的金属原料放入速凝炉中甩带制成厚度为0.3mm的钕铁硼合金薄片;然后将速凝薄片放入氢破炉中,通氢气流80ml/min,反应4小时,氢破得到100目的粉末颗粒;然后加入0.30wt%的抗氧化剂,转入气流磨中磨8小时制得2.5 μ m的钕铁硼合金粉末,将所得粉末在1.8T磁场中取向成型并经200MPa等静压,得压坯;将压坯放入真空烧结炉中920 $^{\circ}$ C烧结3.2小时,制得致密度为87%的烧坯;将烧坯加工成12 \times 8 \times 6mm的块状,放入Dy/Tb蒸气发生炉中,加热至700 $^{\circ}$ C,处理10小时,得毛坯,然后将毛坯放入真空烧结炉中1050 $^{\circ}$ C烧结3小时,然后在850 $^{\circ}$ C保温3小时,气淬到室温,然后再升温至600 $^{\circ}$ C保温3小时,气淬到室温,即得所需磁体。经性能测试得到该烧结钕铁硼磁体的内禀矫顽力达到18.93kOe,剩磁达到13.17kGs,磁能积达到43.5MG0e。

[0039] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,本发明的保护范围并不局限于上述实施例,凡属于本发明思路下的技术方案均属于本发明的保护范围。应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理前提下的若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。