



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105225780 B

(45)授权公告日 2017.11.14

(21)申请号 201510659428.1

B22F 3/02(2006.01)

(22)申请日 2015.10.12

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105225780 A

CN 102982961 A, 2013.03.20,

CN 104070161 A, 2014.10.01,

CN 101615475 A, 2009.12.30,

CN 101157779 A, 2008.04.09,

CN 101465188 A, 2009.06.24,

(43)申请公布日 2016.01.06

(73)专利权人 北京工业大学

地址 100124 北京市朝阳区平乐园100号

审查员 万琦萍

(72)发明人 尹玉霞 胡瑞金 岳明 刘卫强

(74)专利代理机构 北京思海天达知识产权代理有限公司 11203

代理人 张慧

(51)Int.Cl.

H01F 1/053(2006.01)

H01F 1/08(2006.01)

B22F 1/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体及其制备方法

(57)摘要

一种耐高温各向异性钕铁氮粘结磁体及其制备方法,属于功能材料技术领域。本发明以各向异性钕铁氮磁粉为磁性物质,以硅酸钠为主粘结剂,以耐高温环氧树脂为辅助粘结剂,制得各向异性粘结钕铁氮磁体不仅具有较高的磁性能,其耐温性也得到大幅提高,工作环境温度可达到200℃,且具有抗渗透、耐腐蚀等优点。本发明的一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体及其制备方法,所得磁体具有高的磁学性能、较高的使用温度,在实施过程中设备简单、操作简便、成本较低,易于大规模生产,经济价值高,在永磁材料领域有着很大的应用前景。

1. 制备耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体的方法,其特征在于,耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体,其特征在于,是以各向异性钕铁氮磁粉和粘结剂为主要组成原料,再加入适量表面活性剂和润滑剂而制得的粘结磁体;磁体的各组成原料的质量百分比分别为:各向异性钕铁氮磁粉90~96%、硅酸钠粘结剂3~6.5%、环氧粘结剂0.5~3.3%,表面活性剂0.1~0.3%,润滑剂0.1~0.3%;包括以下步骤:

第一步,将各向异性钕铁氮磁粉与一定质量的表面活性剂混合,搅拌均匀,得粘结磁粉A;

第二步,将第一步得到的粘结磁粉A与环氧粘结剂按一定质量比混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉B;

第三步,将第二步得到的粘结磁粉B与硅酸钠粘结剂按质量比混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉C;

第四步,将第三步得到的粘结磁粉C与一定质量的润滑剂混合,搅拌均匀,得粘结磁粉D;

第五步,向第四步得到的粘结磁粉D中喷洒少许有机溶剂加速粘结剂中水分挥发,搅拌至磁粉松散,得粘结磁粉E;

第六步,将第五步得到的适量粘结磁粉E置于模具中振实,在取向模压成型机中先磁场取向,然后压制成型,脱模得到初始磁体坯F;

第七步,将第六步得到的初始磁体坯F置于等静压设备中,使其致密化,得到致密化磁体坯G;

第八步,将第七步得到的致密化磁体坯G置于真空或惰性气体环境中固化,得到耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体,固化温度为175~200℃,时间30~40min。

2. 按照权利要求1的方法,其特征在于,所述的环氧粘结剂在使用前先用丙酮稀释溶解,即溶即用。

3. 按照权利要求1的方法,其特征在于,所述的有机溶剂是丙酮、甲醇、乙醇、乙酸乙酯中的一种或几种的混合。

4. 按照权利要求1的方法,其特征在于,所述的硅酸钠粘结剂是硅酸钠水溶液,模数3.1~3.4,波美度39~41°。

5. 按照权利要求1的方法,其特征在于,表面活性剂选自:KH-550、KH-560、KH-570、硬脂酸、铝酸酯或钛酸酯。

6. 按照权利要求1的方法,其特征在于,润滑剂选自:石蜡、丙三醇、硅酸酯或硅油。

一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体及其制备方法

技术领域

[0001] 本专利发明了一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体及其制备方法,属于功能材料技术领域。

背景技术

[0002] 1990年,Hong Sun和Coey等利用气固相反应合成了间隙原子金属间化合物 $R_2Fe_{17}N_x$,引起了磁学界的广泛关注,立即成为国内外磁学界研究的热点。由北京大学应用磁学中心所承担的国家“十二五”863重大项目,成功研制了钕铁氮各向异性磁粉生产线,并实现了产品供应市场。

[0003] 近几年,风力发电、电动汽车和磁悬浮列车电机的高速发展,对磁体使用温度提出了更高的要求。钕铁氮磁粉的居里温度是 470°C ,高于NdFeB磁粉(312°C),因此,钕铁氮系永磁材料以其良好的耐高温性能而面临新的发展机遇。与现有的稀土磁粉对比,各向异性钕铁氮磁粉不但磁能积高、耐高温性好而且材料成本低。采用各向异性钕铁氮磁粉制备的粘结钕铁氮磁体不但秉承了磁粉的高磁能积,还可以缩小所需的磁体体积,适应当前电器小型化的发展需求。因此,耐高温粘结钕铁氮磁体的研究开发具有良好的现实意义和应用前景。

[0004] 最初用于钕铁氮永磁体的粘结剂有橡胶、尼龙、环氧树脂、酚醛树脂、PS、PPS、聚酰亚胺-环氧复合树脂等,但由于粘结剂本身的缺点,制得的磁体的力学性能、热稳定性等都有待提高(叶金文,刘颖,张然,陈梅,朱国丽,高升吉,涂铭旌.各向同性钕铁氮磁粉及其粘结磁体的制备[J].稀有金属材料与工程,2007,36(2):329-331.)。近年来研究发现低熔点金属Zn、Al、Pb、Sn、和Pb-Sn合金等可用作粘结剂,制得的磁体可应用于更高的温度,但是磁体的剩磁下降严重(王民,李红卫,于敦波,李扩社,罗阳.钕铁氮粘结永磁体磁性能的影响因素[J].金属功能材料,2010,17(2):72-76.)。本发明的耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体以硅酸钠为主粘结剂,以耐高温环氧树脂为辅助粘结剂,不但可以最大程度的保持钕铁氮磁粉的磁性能,还可有效提高磁体的耐温性,其工作环境温度可达到 200°C 。

[0005] 采用硅酸钠作为粘结磁体粘结剂,日本专利曾报道了一种制备硅酸钠与磁粉混合后模压制备粘结磁体部件的方法,制得的粘结磁体部件可以在电动机、发电机等稍高温环境中正常工作,但是磁体部件存在吸湿大的问题,需要进行必要的表面处理才能使用(Minami Tadashi,Nakamura Katsuya,Odakane Masaaki.Manufacture of bond magnet.Japan,H01F 41/02,1997.)。如果将硅酸钠与高温环氧树脂同时用于粘结磁体,则所得磁体会结合环氧粘结磁体和硅酸钠粘结磁体的各项优点,在耐高温、增强增韧、抗渗透吸湿、耐腐蚀等方面有着独特的优势。硅酸钠具有良好的耐热性和强度,可弥补环氧树脂不耐高温的缺憾,并提高磁体的强度性能;同时,环氧树脂以分子尺度渗入硅酸钠体系,交联固化后形成硅酸钠与环氧树脂的互穿网络结构,将很好地改善磁体的抗渗透性能和耐腐蚀性,并进一步降低其吸湿性。

[0006] 本发明以各向异性钕铁氮磁粉为磁性物质,以硅酸钠为主粘结剂,以耐高温环氧

树脂为辅助粘结剂,制得的各向异性粘结钕铁氮磁体不仅具有较高的磁性能,其耐温性也得到大幅提高,工作环境温度可达到200℃,且具有抗渗透、耐腐蚀等优点。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体及其制备方法,原材料易获得、可大规模生产且成本低。

[0008] 本发明的一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体是以各向异性钕铁氮磁粉和粘结剂为主要组成原料,再加入适量表面活性剂和润滑剂而制得的粘结磁体。磁体的各主要组成原料的质量比分别为:各向异性钕铁氮磁粉90~96%、硅酸钠粘结剂3~6.5%、环氧粘结剂0.5~3.3%,表面活性剂0.1~0.3%,润滑剂0.1~0.3%。

[0009] 所述的硅酸钠粘结剂是硅酸钠水溶液,模数3.1~3.4,波美度39~41°。

[0010] 所述的表面活性剂优选自:KH-550、KH-560、KH-570、硬脂酸、铝酸酯、钛酸酯。

[0011] 所述的润滑剂优选自:石蜡、丙三醇、硅酸酯、硅油。

[0012] 本发明的一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体的制备方法如下:

[0013] 第一步,将各向异性钕铁氮磁粉与一定质量的表面活性剂混合,搅拌均匀,得粘结磁粉A;

[0014] 第二步,将第一步得到的粘结磁粉A与环氧粘结剂按一定质量比混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉B;

[0015] 第三步,将第二步得到的粘结磁粉B与硅酸钠粘结剂按质量比混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉C;

[0016] 第四步,将第三步得到的粘结磁粉C与一定质量的润滑剂混合,搅拌均匀,得粘结磁粉D;

[0017] 第五步,向第四步得到的粘结磁粉D中喷洒少许有机溶剂以加速粘结剂中水分挥发,搅拌至磁粉松散,得粘结磁粉E;

[0018] 第六步,将第五步得到的适量粘结磁粉E置于模具中振实,在取向模压成型机中先磁场取向,然后压制成型,脱模得到初始磁体坯F;

[0019] 第七步,将第六步得到的初始磁体坯F置于等静压设备中,使其致密化,得到致密化磁体坯G;

[0020] 第八步,将第七步得到的致密化磁体坯G置于真空或惰性气体环境中固化,得到耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体,固化温度为175~200℃,时间30~40min。

[0021] 所述的环氧粘结剂在使用前先用少量丙酮稀释溶解,即溶即用。

[0022] 所述的有机溶剂是丙酮、甲醇、乙醇、乙酸乙酯中的一种或几种的混合。

[0023] 常规的各向异性粘结钕铁氮磁体多采用环氧树脂作为粘结剂,易于批量生产、尺寸精确,是磁性材料常用的成型方法,但是存在长期使用温度较低的缺点,一般不超过110℃,这限制了粘结磁体在某些领域的使用。因此,开发耐高温的各向异性粘结钕铁氮磁体,不仅在永磁材料领域有重要的应用前景,且具有非常大的经济价值。

[0024] 本发明与现有技术相比具有以下有益效果。

[0025] 本发明的一种耐高温各向异性粘结钕铁氮磁体及其制备方法,不仅具有高的磁学性能、较高的使用温度(200℃),同时,本发明在实施过程中设备简单、操作简便、成本较低,

易于大规模生产,经济价值高。因此,本发明在永磁材料领域有着很大的应用前景。

具体实施方式

[0026] 下面结合实施例对本发明做进一步说明,但本发明并不限于以下实施例。

[0027] 实施例1:一种耐高温各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体的制备方法,按以下步骤进行。

[0028] 第一步,将96g各向异性 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁粉与0.3gKH-550混合,搅拌均匀,得粘结磁粉A1;

[0029] 第二步,将第一步得到的粘结磁粉A1与0.5g环氧粘结剂混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉B1;

[0030] 第三步,将第二步得到的粘结磁粉B1与3g硅酸钠粘结剂(模数3.1,波美度40°)混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉C1;

[0031] 第四步,将第三步得到的粘结磁粉C1与0.2g石蜡混合,搅拌均匀,得粘结磁粉D1;

[0032] 第五步,向第四步得到的粘结磁粉D1中喷洒5ml丙酮,搅拌至磁粉松散,得粘结磁粉E1;

[0033] 第六步,将第五步得到的适量粘结磁粉E1置于模具中振实,在取向模压成型机中先用10T磁场取向,然后压制成型,脱模得到初始磁体坯F1;

[0034] 第七步,将第六步得到的初始磁体坯F1置于等静压设备中,使其致密化,得到致密化磁体坯G1;

[0035] 第八步,将第七步得到的致密化磁体坯G1置于真空环境中固化,得到耐高温各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体,固化温度为175℃,时间40min。

[0036] 采用本实施实例相同的工艺步骤,将硅酸钠粘结剂换用相同质量的环氧粘结剂,制得各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体1”#。本实施实例所得到的两种各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体1#和1”#的温度系数数据如表1所示。本实施实例所得的各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体1#和1”#的室温和200℃下的磁性能如表2所示。

[0037] 表1各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体1#和1”#的磁性能温度系数(易轴)

		剩磁温度系数 α_1 (%/℃)	矫顽力温度系数 β_1 (%/℃)
[0038]	1#	-0.114 (25~200℃)	-0.422 (25~200℃)
	1”#	-0.124 (25~100℃)	-0.346 (25~100℃)

[0039] 注:粘结磁体1”#仅使用环氧树脂为粘结剂,其工作环境不超过110℃。

[0040] 表2各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体1#和1”#的磁性能(易轴)

		剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MGOe)
[0042]	1# (室温)	8.38	12.94	14.48
	1# (200℃)	6.66	3.11	8.09
	1”# (室温)	8.27	12.07	13.62
	1”# (200℃)	/	/	/

[0043] 注:粘结磁体1”#仅使用环氧树脂为粘结剂,其在200℃下测试时碎裂,没有数据。

[0044] 实施例2:一种耐高温各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体的制备方法,按以下步骤进行。

[0045] 第一步,将93g各向异性 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁粉与0.2gKH-560混合,搅拌均匀,得粘结磁粉A2;

[0046] 第二步,将第一步得到的粘结磁粉A2与1.5g环氧粘结剂混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉B2;

[0047] 第三步,将第二步得到的粘结磁粉B2与5g硅酸钠粘结剂(模数3.2,波美度39°)混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉C2;

[0048] 第四步,将第三步得到的粘结磁粉C2与0.3g硅油混合,搅拌均匀,得粘结磁粉D2;

[0049] 第五步,向第四步得到的粘结磁粉D2中喷洒4ml乙醇,搅拌至磁粉松散,得粘结磁粉E2;

[0050] 第六步,将第五步得到的适量粘结磁粉E2置于模具中振实,在取向模压成型机中先用10T磁场取向,然后压制成型,脱模得到初始磁体坯F2;

[0051] 第七步,将第六步得到的初始磁体坯F2置于等静压设备中,使其致密化,得到致密化磁体坯G2;

[0052] 第八步,将第七步得到的致密化磁体坯G2置于氩气环境中固化,得到耐高温各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体,固化温度为188℃,时间35min。

[0053] 采用本实施实例相同的工艺步骤,将硅酸钠粘结剂换用相同质量的环氧粘结剂,制得各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体2”#。本实施实例所得到的两种各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体2#和2”#的温度系数数据如表3所示。本实施实例所得的各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体2#和2”#的室温和200℃下的磁性能如表4所示。

[0054] 表3各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体2#和2”#的磁性能温度系数(易轴)

		剩磁温度系数 α_1 (%/℃)	矫顽力温度系数 β_1 (%/℃)
[0055]	2#	-0.138 (25~200℃)	-0.386 (25~200℃)
	2”#	-0.196 (25~100℃)	-0.547 (25~100℃)

[0056] 注:粘结磁体2”#仅使用环氧树脂为粘结剂,其工作环境不超过110℃。

[0057] 表4各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体2#和2”#的磁性能(易轴)

		剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MGOe)
[0058]	2# (室温)	7.72	12.65	12.57
	2# (200℃)	5.80	3.86	6.41
	2”# (室温)	7.63	12.53	11.96
	2”# (200℃)	/	/	/

[0059] 注:粘结磁体1”#仅使用环氧树脂为粘结剂,其在200℃下测试时碎裂,没有数据。

[0060] 实施例3:一种耐高温各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体的制备方法,按以下步骤进行。

[0061] 第一步,将90g各向异性 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁粉与0.1gKH-570混合,搅拌均匀,得粘结磁粉A3;

[0062] 第二步,将第一步得到的粘结磁粉A3与3.3g环氧粘结剂混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉B3;

[0063] 第三步,将第二步得到的粘结磁粉B3与6.5g硅酸钠粘结剂(模数3.4,波美度41°)混合,搅拌均匀,直至磁粉呈松散状,得粘结磁粉C3;

[0064] 第四步,将第三步得到的粘结磁粉C3与0.1g石蜡混合,搅拌均匀,得粘结磁粉D3;

[0065] 第五步,向第四步得到的粘结磁粉D3中喷洒5ml丙酮,搅拌至磁粉松散,得粘结磁粉E3;

[0066] 第六步,将第五步得到的适量粘结磁粉E3置于模具中振实,在取向模压成型机中先用10T磁场取向,然后压制成型,脱模得到初始磁体坯F3;

[0067] 第七步,将第六步得到的初始磁体坯F3置于等静压设备中,使其致密化,得到致密化磁体坯G3;

[0068] 第八步,将第七步得到的致密化磁体坯G3置于真空环境中固化,得到耐高温各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体,固化温度为200℃,时间30min。

[0069] 采用本实施实例相同的工艺步骤,将硅酸钠粘结剂换用相同质量的环氧粘结剂,制得各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体3”#。本实施实例所得到的两种各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体3#和3”#的温度系数数据如表5所示。本实施实例所得的各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体3#和3”#的室温和200℃下的磁性能如表6所示。

[0070] 表5各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体3#和3”#的磁性能温度系数(易轴)

		剩磁温度系数 α_1 (%/℃)	矫顽力温度系数 β_1 (%/℃)
[0071]	3#	-0.159 (25~200℃)	-0.398 (25~200℃)
	3”#	-0.131 (25~100℃)	-0.365 (25~100℃)

[0072] 注:粘结磁体3”#仅使用环氧树脂为粘结剂,其工作环境不超过110℃。

[0073] 表6各向异性粘结 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁体3#和3”#的磁性能(易轴)

		剩磁 (kGs)	矫顽力 (kOe)	磁能积 (MGOe)
[0074]	3# (室温)	7.04	12.31	11.20
	3# (200℃)	5.31	3.49	5.05
	3”# (室温)	6.87	12.69	10.45
	3”# (200℃)	/	/	/

[0075] 注:粘结磁体1”#仅使用环氧树脂为粘结剂,其在200℃下测试时碎裂,没有数据。