

[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 93108279. X

[45] 授权公告日 2001 年 12 月 19 日

[11] 授权公告号 CN 1076508C

[22] 申请日 1993. 6. 1
[21] 申请号 93108279. X
[30] 优先权
[32] 1992. 6. 1 [33] JP [31] 165349/1992
[73] 专利权人 三菱电机里亚尔株式会社
地址 日本东京
[72] 发明人 中山亮治 武下拓夫 渡边宗明
[56] 参考文献
JP 平 1 - 114006A 1989. 5. 2 H01F1/08
审查员 崔伯雄

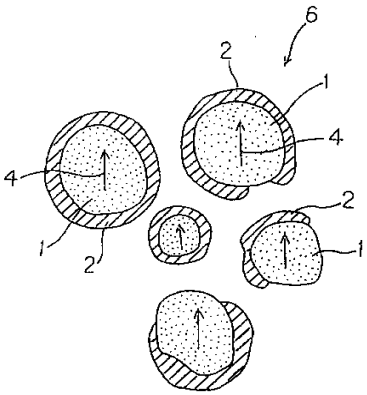
[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 杨丽琴

权利要求书 1 页 说明书 11 页 附图页数 2 页

[54] 发明名称 用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉及其制造方法

[57] 摘要

本发明提供一种用于生产优异的各向异性粘结磁体的固态树脂涂复组合磁粉, 该磁粉含有各向异性磁粉颗粒, 每个颗粒表面涂有固态树脂层。本发明还提供了一种固态树脂涂复磁粉的制造方法, 包括在减压气氛下把各向异性磁粉与固态树脂捏和、对所产生的混合物造粒, 制成固态树脂涂复组合磁粉, 裂化组合磁粉, 使固态树脂涂复组合磁粉分离成涂有固态树脂的单个各向异性磁粉颗粒。



ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1.一种用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉，包括各向异性磁粉颗粒，每个颗粒表面部分和/或全部涂有固态树脂，并相互分离。

2.一种用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉，包括至少 50%(体积)的固态树脂涂复磁粉，该磁粉含有各向异性磁粉颗粒，每个磁粉颗粒表面部分和/或全部涂有固态树脂，并相互分离。

3.根据权利要求 1 或 2 的用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉，其中所述固态树脂是聚酰亚胺树脂、双马来酰亚胺三嗪树脂、聚酯树脂和/或酚醛树脂。

4.根据权利要求 1 或 2 的用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉的制造方法，包括在减压气氛下把各向异性磁粉与溶于溶剂中的固态树脂捏和，对所产生的混合物造粒，形成固态树脂涂复组合磁粉，用密度在 5 克/厘米² 以下的铝球以球磨裂化的方式裂化所述固态树脂涂复组合磁粉，使其分离成涂有所述固态树脂的单个各向异性磁粉颗粒。

5.根据权利要求 4 的用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉的制造方法，其中所述固态树脂是聚酰亚胺树脂、双马来酰亚胺三嗪树脂、聚酯树脂和/或酚醛树脂。

说明书

用于生产各向异性粘结磁体的 固态树脂涂复磁粉及其制造方法

本发明涉及用于生产优异的各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉，以及生产磁体的方法。

粘结磁体中，各向异性粘结磁体通常是按如下方法形成的，将各向异性磁粉与固态树脂搅拌，对由此产生的混合物造粒，形成固态树脂涂复磁粉颗粒，其表面涂有固态树脂，如固态环氧树脂、聚酯树脂、酚醛树脂等。对固态树脂涂复磁粉压制成型、制成成型产品、对成型产品加热，使固态树脂固化（参见日本专利公开1-281707）。固态树脂涂复磁粉的流动性被认为好于液态树脂涂复磁粉，因而易于铸造成厚度较小的成型体。

然而，在各向异性粘结磁体中，按上述传统方法制造的固态树脂涂复组合磁粉主要由固态树脂涂复组合磁粉5构成，它包含多个涂有固态树脂2的各向异性磁粉颗粒1，如图3所示。由于多个各向异性磁粉颗粒1呈现出规则取向4，因而，即使每个各向异性磁粉颗粒1具有优异的各向异性、而整个固态树脂涂复组合磁粉5的各向异性是不够的，甚至通过磁场取向成型也无法获得足够的各向异性。存在的问题是，不能获得具有优异磁性能的各向异性粘结磁体。存在的另一问题是，在相同的成型压制条件下，传统的固态树脂涂复组合磁粉5的成型产品，其密度低于液态树脂涂复磁粉的成型产品的密度，获得的粘结磁体的磁性能较差，

本发明目的是提供一种用于生产优异的各向异性粘结磁体的固态

树脂涂复磁粉，以及制造这种各向异性磁体的方法。

为了达到上述目的，本发明提供一种用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复组合磁粉，它包括各向异性磁粉和形成在磁粉表面的固态树脂。

本发明还提供了一种用于生产磁体的固态树脂涂复磁粉的制造方法，包括将各向异性磁粉与固态树脂在减压气氛中搅拌，对由此产生的混合物造粒，从而形成固态树脂涂复组合磁粉，然后裂化组合磁粉，使固态树脂涂复磁粉所包含的各向异性磁粉分成单个颗粒。

图 1 是本发明的固态树脂涂复磁粉的剖面图；

图 2 是一个剖面图，用以说明对传统的固态树脂涂复组合磁粉裂化，制造本发明的固态树脂涂复磁粉的方法。

图 3 是传统的固态树脂涂复组合磁粉的剖面图。

为了制造比传统磁粉更易于取向，可以提高成型产品密度的固态树脂涂复磁粉，本发明人进行了研究，作为研究结果，有以下发现：

(1) 当传统的固态树脂涂复组合磁粉 5 的固态树脂 2 被裂化而在其中产生裂缝 3 时，如图 2 所示，并沿着这些裂缝分离成单个的涂有固态树脂的各向异性磁粉颗粒，当图 1 所示的所获得的固态树脂涂复磁粉 6 在磁场中成型时，固态树脂涂复磁粉 6 易于在磁场方向上取向，这是因为各个固态树脂涂复磁粉颗粒被互相分离开，由固态树脂涂复磁粉 6 制造的各向异性粘结磁体具有优异的磁性各向异性。

(2) 具有第 (1) 段所述效应的固态树脂涂复磁粉 6 具有较高的自由度，并易于致密堆积，在同样的成型压制条件下，可以提高成型产品的密度，从而可制成具有优异磁性能的各向异性粘结磁体。

(3) 尽管室温下均为固态的环氧树脂，聚酯树脂和酚醛树脂被作

为优选的固态树脂,但是双马来酰 亚胺基三嗪(bismaleimidotriazine)树脂(以下简称为“B T树脂”)是最好的。

根据以上发现完成了本发明。

本发明的特征在于,用于生产各向异性粘结磁体的固态树脂涂复磁粉,包括表面涂有固态树脂,最好是B T树脂的各向异性磁粉颗粒,各个颗粒相互分离,以及制造该磁粉的方法。

采用B T树脂能容易地裂化而制造图1所示的固态树脂涂复磁粉6,并能防止裂化过程中对各向异性磁粉的损害以及防止磁性能下降,尤其是防止矫顽力下降。

用固态树脂涂复磁粉生产各向异性粘结磁体,而用于生产固态树脂涂复磁粉的各向异性磁粉是按以下方法制造的。合金的主要成分为包括Y的稀土元素(以下简称“R”),Fe或由Co部分置换Fe(以下简称“T”),B和0.01至5原子%的M(M是Ga, HF, Nb, Ta, W, Mo, Al, Ti, Si, V中的至少一种),把合金在600至1200℃的温度下均化处理,并按下述方法对均化处理后的合金进行氢处理。冷却该合金,从而获得具有铁磁相的微细再结晶聚集结构,对所获得的合金的细磨。

氢处理中,把主要成分为R, T和B的均匀合金在氢气气氛中从室温加热至500℃,并在500℃保温,使合金吸氢,再把合金加热到750至950℃的温度范围内的预定温度,并在该温度下保温,使合金进一步吸氢,促使其相变,然后在750℃至950℃的温度范围内,在真空下使吸氢合金放氢,促使其相变。

如此形成的以R, T和B为主要成分每个磁粉颗粒具有磁各向异性。在减压气氛中,最好是在100 Torr以下的减压气氛中,把磁

粉与经有机溶剂如酮等稀释的固态树脂捏和，对由此产生的混合物造粒，制成涂有固态树脂2并含有多个各向异性磁粉颗粒1的固态树脂涂复组合磁粉5，如图3所示。研磨经塑性加工而具有各向异性的全致密磁体而获得的 $R-Fe-B$ 各向异性磁粉，除以 R 、 T 和 B 为主要成分的磁粉外， $SmCo_5$ 、 Sm_2Fe_{17} 或 $Sm-Fe-N$ 各向异性磁粉颗粒均可用作磁粉。

在如球磨机或碾磨机的研磨机中、固态树脂涂复磁粉5与密度为5克/厘米³以下的铝，玻璃等的陶瓷球或塑料球一起研磨，磁粉5中产生裂缝3，如图2所示，磁粉5被分成单个的各向异性磁粉颗粒。操作中必须使用陶瓷球或塑料球。如果使用密度为5克/厘米³以上的硬金属球或不锈钢球，由于比重高，会导致磁粉颗粒产生不希望的粉碎。如此获得的本发明的固态树脂涂复磁粉6包括各向异性磁粉颗粒1，每个颗粒具有磁各向异性，并涂有固态树脂2，如图2所示。

由于磁粉6的所有磁粉颗粒1均是分离的，因而易于在外加磁场方向上取向，所以，在模具中填充固态树脂涂复磁粉6，并在磁场中压制成型，即可制成具有优异的各向异性的粘结磁体。为了制成具有优异的各向异性粘结磁体，原材料粉中必须含有至少50%的固态树脂涂复磁粉6。此外，由于本发明的固态树脂涂复磁粉使用了固态树脂，所以磁粉具有良好的流动性，成型产品的密度提高到与使用液态树脂制成的产品的密度相同的水平。

以下结合实施例详细说明发明。

实施例 1

用高频炉,在Ar气氛中熔炼及铸造,制成铸锭,其组分为28.0wt%的Nd, 15.0wt%的Co, 1.0wt%的B, 0.1wt%的Zr, 0.5wt%的Ga余量为Fe及不可避免的杂质,把铸锭保温在1150℃温度下进行均化处理。然后按下述方法氢化处理。在氢气气氛中,把铸锭从室温加热至500℃,并在500℃保温,使均匀的铸锭吸氢,然后,铸锭再加热至850℃,并在该温度下保温,使铸锭进一步吸氢,促使其相变。然后在真空中,使铸锭保持在850℃,使铸锭吸入的氢气放出,促使其相变。冷却后,在Ar气流中粉碎铸锭,制成平均颗粒尺寸为80微米的Nd-Fe-B各向异性磁粉。

另一方面,把10克固态BT树脂加入100克丙酮中,使树脂溶于丙酮,由此制成的BT树脂溶液加入Nd-Fe-B磁粉中,树脂成分的比例为3wt%,然后在1Torr以下的减压下捏和,使Nd-Fe-B磁粉颗粒表面形成固态BT树脂层,而丙酮完全挥发。对磁粉造粒,制成固态BT树脂涂复磁粉。

如此制成的固态BT树脂涂复磁粉包含多个Nd-Fe-B磁粉颗粒的大块固态BT树脂涂复组合磁粉,如图3所示。把固态BT树脂涂复组合磁粉与铝球一起置于罐内,使球磨机旋转20分钟,使其裂化。对本发明的固态树脂涂复磁粉进行SEM观察,发现固态树脂涂复磁粉含量在90%以上,该磁粉含有各向异性磁粉颗粒,每个颗粒具磁各向异性,并涂有固态树脂。

把本发明的固态树脂涂复磁粉填入模具,无需任何处理,在20K0e磁场中,以6吨/厘米²的压力压制成型,制成长10mm,宽10mm,

高 10 mm 的成型产品。把成型产品在 150 °C 温度下保持 2 小时使其硬化，制成本发明的各向异性粘结磁体 1。

传统例 1

为了对比，把实施例 1 制成的固态 B T 树脂涂复组合磁粉，不经裂化而装入模具，然后按与实施例 1 相同的条件处理，制成传统的各向异性粘结磁体 1。

测量本发明的各向异性粘结磁体 1 和传统的各向异性粘结磁体 1 的密度，剩余磁通密度 B_r ，矫顽力 iH_c 和最大磁能积 $(BH)_{max}$ 。测量结果如表 1 所示。

表 1

种类	密度 (克/厘米 ³)	磁 性 能		
		B_r (KG)	iH_c (KOe)	$(BH)_{max}$ (MGOe)
本发明的各向异性粘结磁体1	6.21	9.3	13.6	19.4
传统的各向异性粘结磁体1	6.03	8.6	13.7	16.1

实施例 2

研磨经塑性加工而具有各向异性的全致密磁体，制备经塑性加工的 Nd - Fe - B 磁粉作为各向异性磁粉。用该 Nd - Fe - B 磁粉制造固态 B T 树脂涂复组合磁粉。按实施例 1 的方法裂化所获得的组

合磁粉，制成本发明的固态树脂涂复磁粉。对所获得的本发明固态树脂涂复磁粉进行 S E M 观察，发现固态树脂涂复磁粉含量在 80 % 以上，该磁粉含有各向异性磁粉颗粒，每个颗粒具有磁各向异性，并涂有固态树脂。按实施例 1 的条件，用该固态树脂涂复磁粉制成本发明的各向异性粘结磁体 2。

传统例 2

为了对比，把实施例 2 制成的固态 B T 树脂涂复组合磁粉不经裂化而填入模具中，然后，按实施例 2 的方法处理，制成传统的各向异性粘结磁体 2。

测量本发明的各向异性粘结磁体 2 和传统的各向异性粘结磁体 2 的密度、剩余磁通密度 B_r ，矫顽力 iH_c ，最大磁能积 $(BH)_{max}$ 。测量结果如表 2 所示。

表 2

种类	密度 (克/厘米 ³)	磁 性 能		
		B_r (KG)	iH_c (KOe)	$(BH)_{max}$ (MGOe)
本发明的各向异性粘结磁体2	6.16	8.6	13.5	16.4
传统的各向异性粘结磁体2	6.02	7.4	13.5	12.2

实施例 3

制备 $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 磁粉作为各向异性磁粉，用于制造固态树脂涂复组合磁粉。按实施例 1 的方法裂化所获得的组合磁粉，制成本发明的固态树脂涂复磁粉。对本发明的固态树脂涂复磁粉做 SEM 观察，发现固态树脂涂复磁粉的含量在 90% 以上，

该磁粉含有各向异性磁粉颗粒，每个颗粒具有各向异性，并涂有固态树脂。按实施例 1 的条件，用该固态树脂涂复磁粉，制成本发明的各向异性粘结磁体 3。

传统例 3

为了对比，把实施例 3 制成的固态 BT 树脂涂复组合磁粉不经裂化即填入模具中，然后，按实施例 3 的方法进行处理，制成传统的各向异性粘结磁体 3。

测量本发明的各向异性粘结磁体 3 和传统的各向异性粘结磁体 3 的密度，剩余磁通密度 B_r ，矫顽力 iH_c ，和最大磁能积 $(BH)_{\max}$ 。测量结果如表 3 所示。

表 3

种类	密度 (克/厘米 ³)	磁 性 能		
		B_r (KG)	iH_c (KOe)	$(BH)_{\max}$ (MGOe)
本发明的各向异性粘结磁体3	7.11	8.1	11.5	15.0
传统的各向异性粘结磁体3	7.00	7.3	11.7	11.8

实施例 4

制备Sm-Fe-N磁粉作为各向异性磁粉，用来制造固态B T树脂涂复组合磁粉。按实施例1的方法裂化所获得的组合磁粉，制成本发明的固态树脂涂复磁粉。对本发明的固态树脂涂复磁粉做SEM观察发现固态树脂涂复磁粉含量在50%，

该磁粉含有各向异性磁粉颗粒，每个颗粒具有各向异性，并涂有固态树脂。按实施例1的条件，用该固态树脂涂复磁粉制成本发明的各向异性粘结磁体4。

传统例 4

为了对比，把实施例4制成的固态B T树脂涂复组合磁粉不经裂化即填入模具中，然后，按实施例4的方法进行处理，制成传统的各向异性粘结磁体4。

测量本发明的各向异性粘结磁体4和传统的各向异性粘结磁体4的密度，剩余磁通密度 B_r ，矫顽力 iH_c ，和最大磁能积 $(BH)_{max}$ 。测量结果如表4所示。

表 4

种类	密度 (克/厘米 ³)	磁 性 能		
		B_r (KG)	iH_c (KOe)	$(BH)_{max}$ (MGOe)
本发明的各向异性粘结磁体4	5.72	8.0	7.5	12.1
传统的各向异性粘结磁体4	5.57	7.2	7.7	9.8

表 1 至表 4 的结果显示。用本发明的固态树脂涂复磁粉制成的各向异性粘结磁体，其最大磁能积 $(BH)_{\max}$ 和磁性能优于用传统固态树脂涂复组合磁粉制成的传统各向异性粘结磁体。

实施例 5 至 7

用实施例 1 制成的 Nd - Fe - B 磁粉，分别用固态环氧树脂和固态聚酯树脂作为树脂，制成固态树脂涂复磁粉。按实施例 1 的方法，用所获得的固态树脂涂复磁粉，分别制成各向异性粘结磁体 5 和 6，并与实施例 1 中用固态 BT 树脂制成的本发明的各向异性粘结磁体对比。对比结果如表 5 所示。

表 5

种类 涂复树脂如括号内所示	密度 (克/厘米 ³)	磁 性 能		
		Br (KG)	iHc (KOe)	$(BH)_{\max}$ (MGOe)
本发明的各向异性粘结磁体1 (BT树脂)	6.21	9.3	13.6	19.4
本发明的各向异性粘结磁体5 (环氧树脂)	6.18	9.2	11.5	18.0
本发明的各向异性粘结磁体6 (聚酯树脂)	6.19	9.2	11.7	17.5

表 5 结果显示，用固态 B T 树脂制成的各向异性粘结磁体的磁性能优于用固态环氧树脂或固态聚酯树脂制成的各向异性粘结磁体的磁性能。因而发现，作为固态树脂，固态 B T 树脂优于固态环氧树脂和固态聚酯树脂。

如上所述，本发明的固态树脂涂复磁粉能提供磁各向异性优于传统粘结磁体的粘结磁体。并具有良好的工业效果。

