



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105489334 B

(45)授权公告日 2017.06.13

(21)申请号 201610024409.6

B22F 3/16(2006.01)

(22)申请日 2016.01.14

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 105489334 A

CN 101006534 A,2007.07.25,  
JP 2014150119 A,2014.08.21,

(43)申请公布日 2016.04.13

审查员 万琦萍

(73)专利权人 北京科技大学  
地址 100083 北京市海淀区学院路30号

(72)发明人 郭志猛 杨芳 隋延力 石韬  
杨薇薇 陈存广 罗骥 郝俊杰

(74)专利代理机构 北京市广友专利事务所有限  
责任公司 11237

代理人 张仲波

(51)Int.Cl.

H01F 1/057(2006.01)

H01F 1/08(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法

(57)摘要

一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法,属于稀土磁性材料技术领域。本发明将烧结钕铁硼磁粉进行半致密化烧结,致密度为90%~95%;再将低熔点镧合金扩散源覆盖在半致密化烧结钕铁硼周围在真空烧结炉中1040~1080℃烧结2~3h,再经过900~940℃一级回火1~3h和480~550℃二级回火2~4h,制备得到高磁性烧结钕铁硼材料。在半致密化钕铁硼致密化烧结过程中,扩散源熔化为液态包覆在半致密化钕铁硼表面,加速Dy、Cu、Al、Ni等元素在晶界的扩散,提高扩散层的深度。扩散源在烧结过程中直接进行晶界扩散,扩散更均匀,不需要再单独进行晶界扩散热处理,也可以省去制成细粉并表面涂覆的过程。

1. 一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将烧结钕铁硼粉在1.2-2.0T的磁场下进行取向压型;

(2) 将步骤(1)中压型完成的磁块进行150-220Mpa冷等静压,保压20s,使其压型成为生坯;

(3) 将步骤(2)中生坯放入真空烧结炉中进行真空半致密烧结,致密度为90%-95%,烧结温度为900-950℃,保温时间为1-3h;

(4) 将扩散合金源覆盖在步骤(3)中半致密烧结钕铁硼的周围,在真空烧结炉中进行真空烧结、回火,制得最终磁体;

其中,步骤(4)中所述扩散合金源为低熔点镧合金:Dy-Cu、Dy-Al、Dy-Ni或Dy-Ni-Al,Dy原子百分数含量为65-80%。

2. 根据权利要求1所述的一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法,其特征在于:步骤(1)中所述烧结钕铁硼粉的粒度为1-5 $\mu$ m。

3. 根据权利要求1所述的一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法,其特征在于:步骤(4)中所述扩散合金源为普通铸锭粗破后的1-3mm颗粒。

4. 根据权利要求1所述的一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法,其特征在于:步骤(4)中所述烧结和回火条件为:1040-1080℃真空下烧结2-3h,再经过900-940℃一级回火1-3h和480-550℃二级回火2-4h,缓冷。

5. 根据权利要求1所述的一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法,其特征在于:步骤(4)中所述半致密烧结钕铁硼致密化烧结过程中,扩散合金源会融化成液态包覆在半致密化钕铁硼表面,加速合金元素在晶界的扩散,提高扩散层的深度,适于处理较厚的样品。

## 一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于稀土磁性材料技术领域,提供了一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法。

### 背景技术

[0002] 烧结钕铁硼永磁材料是迄今为止磁性最强的磁性材料,广泛应用于航空航天、汽车工业、电子电器、医疗器械、节能电机、新能源、风力发电等领域,是当今世界上发展最快、市场前景最好的永磁材料。钕铁硼材料具有高磁能积、高矫顽力、高能量密度、高性价比和良好的机械特性等突出优势,已经在高新技术领域中担当了重要的角色。

[0003] 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,使烧结钕铁硼磁体的剩磁 $B_r$ 达到理论值的96.3%,最大磁能积 $(BH)_{max}$ 达到理论值的91.5%,然而矫顽力 $H_c$ 仅达到理论值的12%,使得磁体的温度稳定性较差,工作温度通常低于100℃,在高温电机等领域的应用受到了很大的限制。因此,如何提高磁体的矫顽力成了稀土磁性材料行业的重要问题。

[0004] 制备高矫顽力钕铁硼永磁体的常用方法是在磁体中加入重稀土元素Dy。由于 $Dy_2Fe_{14}B$ 相比 $Nd_2Fe_{14}B$ 具有更高的各向异性场,从而可以有效提高钕铁硼磁体的矫顽力。目前在钕铁硼磁体中加入Dy有三种方式:第一种方式是在熔炼的过程中直接加入含有Dy的金属或合金;第二种方式是通过双合金方式在取向压制前在磁粉中加入含有Dy的金属或合金粉末;第三种方式是通过晶界扩散法,即在磁体烧结完成后通过晶间富Nd向磁体中扩散加入Dy。在以上三种方式中,通过在熔炼过程中加入含有Dy元素的金属或合金所得到的磁体中的Dy分布较均匀,从而避免了磁体的宏观尺寸磁性能的不均匀性。但由于镧元素与铁元素的非铁磁性耦合,通过这种方式加入Dy的磁体在提高了矫顽力的同时也会导致剩磁和磁能积的明显的下降,不利于生产具有优良综合磁性能的钕铁硼永磁体。通过双合金方式生产含Dy钕铁硼永磁材料具有镧元素利用率高、磁体的形状和尺寸不受限制的优点,但该方法的镧元素利用率和磁性能相比于晶界扩散法较低。通过晶界扩散方式制得的含Dy的钕铁硼磁体具有优良的综合磁性能并且只需消耗少量的Dy。但由于晶界扩散工艺的不成熟,利用晶界扩散法生产的磁体的样品厚度受到了很大的限制,一般样品厚度不超过5mm。因此,如何提高晶界扩散磁体的扩散厚度是目前研究的重点。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种晶界扩散获得高磁性烧结钕铁硼的方法,在矫顽力、使用温度范围、剩磁、最大磁能积和样品厚度等方面都达到了令人满意的效果, $Nd_2Fe_{14}B$ 相晶粒分布较均匀,晶粒尺寸较小。

[0006] 为了获得上述的烧结钕铁硼材料,本发明采用了如下技术方案:

[0007] 所述的高磁性烧结钕铁硼材料在经过取向成型→冷等静压→半致密化烧结→致密化烧结制成,具体步骤如下:

- [0008] (1) 将烧结钕铁硼粉在1.2-2.0T的磁场下进行取向压型；
- [0009] (2) 将步骤(1)中压型完成的磁块进行150-220Mpa冷等静压,保压20s,使其压型成为生坯；
- [0010] (3) 将步骤(2)中毛坯放入真空烧结炉中进行真空半致密烧结,致密度为90%-95%,烧结温度为900-950℃,保温时间为1-3h；
- [0011] (4) 将扩散合金源覆盖在步骤(3)中半致密烧结钕铁硼的周围,在真空烧结炉中进行真空烧结、回火,制得最终磁体。
- [0012] 步骤(1)中所述烧结钕铁硼粉的粒度为1-5 $\mu$ m。
- [0013] 步骤(4)中所述扩散合金源为低熔点镧合金,包括Dy-Cu、Dy-Al、Dy-Ni、Dy-Ni-Al等,Dy原子百分数含量为65-80%,为普通铸锭粗破后的1-3mm颗粒。
- [0014] 步骤(4)中所述烧结和回火条件为:1040-1080℃真空下烧结2-3h,再经过900-940℃一级回火1-3h和480-550℃二级回火2-4h,缓冷。
- [0015] 本发明的优点:
- [0016] 1、扩散源为低熔点镧合金,在烧结过程中会熔化为液态包覆在钕铁硼表面,可以省去制成细粉并表面涂覆的过程。
- [0017] 2、在半致密化钕铁硼致密化烧结过程中,扩散源熔化为液态包覆在半致密化钕铁硼表面,加速Dy、Cu、Al、Ni等元素在晶界的扩散,提高扩散层的深度,样品厚度可达到1.0cm。
- [0018] 3、可以同时发挥Dy和Cu、Al、Ni等元素的有益作用,获得高性能的钕铁硼磁体。
- [0019] 4、在半致密化钕铁硼致密化烧结过程中直接进行晶界扩散,不需要再单独进行晶界扩散热处理。

### 具体实施方式

- [0020] 实施例1:
- [0021] 1.0cm厚致密度92%的钕铁硼磁体表面覆盖Dy75Cu25合金铸锭,粗破碎成1-3mm的颗粒；
- [0022] 步骤1:将烧结钕铁硼磁粉在1.5T的磁场下进行取向成型,并在200MPa的冷等静压下制成生坯；
- [0023] 步骤2:将毛坯在真空烧结炉中进行半致密化烧结,烧结温度为940℃,保温2h,致密度为92%；
- [0024] 步骤3:将Dy75Cu25扩散合金源覆盖在1.0cm厚半致密的烧结钕铁硼的周围,在真空烧结炉中进行真空烧结、回火。烧结温度为1060℃,保温2h,再经过900℃一级回火2h,500℃二级回火4h,缓冷；
- [0025] 步骤4:将制备好的钕铁硼磁体放入VSM测量磁性能,其结果详见表1。
- [0026] 对比例1:
- [0027] 将实施例1中的生坯在真空烧结炉中进行致密化烧结,烧结条件同实施例1中步骤3。最后制备得到的钕铁硼磁体的磁性能详见表1。可见,此法晶界扩散的Dy75Cu25扩散效果很好,矫顽力显著提高,剩磁和磁能积变化很小。
- [0028] 表1.晶界扩散Dy75Cu25对烧结钕铁硼试样的磁性能影响

		$H_c$ (kA/m)	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )	Hk/Hc
[0029]	NdFeB	1255	1.205	292.7	0.974
	NdFeB- Dy75Cu25	1666	1.185	288.3	0.985

[0030] 实施例2:

[0031] 1cm厚致密度90%的钕铁硼磁体表面覆盖Dy65Ni20Al15合金铸锭,粗破碎成1-3mm的颗粒;

[0032] 步骤1:将烧结钕铁硼磁粉在2.0T的磁场下进行取向成型,并在150MPa的冷等静压下制成生坯;

[0033] 步骤2:将毛坯在真空烧结炉中进行半致密化烧结,烧结温度为900℃,保温2h,致密度为90%;

[0034] 步骤3:将Dy65Ni20Al15扩散合金源覆盖在1cm厚半致密的烧结钕铁硼的周围,在真空烧结炉中进行真空烧结、回火。烧结温度为1046℃,保温3h,再经过920℃一级回火2h,520℃二级回火4h,缓冷;

[0035] 步骤4:将制备好的钕铁硼磁体放入VSM测量磁性能,其结果详见表2。

[0036] 对比例2:

[0037] 将实施例2中的生坯在真空烧结炉中进行致密化烧结,烧结条件同实施例2中步骤3。最后制备得到的钕铁硼磁体的磁性能详见表2。可见,此法晶界扩散的Dy65Ni20Al15扩散效果很好,矫顽力显著提高,剩磁和磁能积变化很小。

[0038] 表2.晶界扩散Dy65Ni20Al15对烧结钕铁硼试样的磁性能影响

		$H_c$ (kA/m)	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )	Hk/Hc
[0039]	NdFeB	1300	1.255	303.1	0.968
	NdFeB- Dy65Ni20Al15	1589	1.230	296.5	0.970