

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

B22F 9/22

B22F 1/00

H01F 1/06

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 97102905.9

[45] 授权公告日 2002 年 6 月 5 日

[11] 授权公告号 CN 1085954C

[22] 申请日 1997.1.10

[21] 申请号 97102905.9

[30] 优先权

[32] 1996.1.10 [33] JP [31] 2517/96

[73] 专利权人 川崎定德株式会社

地址 日本东京都

共同专利权人 三荣化成株式会社 株式会社米屋

[72] 发明人 关根重信 佐藤广治

[56] 参考文献

CN11110427A 1995.10.18 H01F1/053

CN1111800A 1995.11.15 H01F1/053

JP 平 7 - 166203 1995. 6. 27 B22F1/00

JP 昭 62 - 229803A 1987.10. 8 H01F1/08

审查员 杨永红

[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 2 页 说明书 7 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 用于成形性良好的永久磁铁原料粉末的
制造方法

[57] 摘要

一种成形性,特别是制作粘合磁铁时的成形性,和生产性良好的永久性磁 铁原料粉末的制造方法。将长宽比在 5: 1 以上的针状铁粉,在不含氧的气流中,一边流动一边在 800 - 900℃下进行加热,使针状铁粉形成熔融体,继续加热直到形成 长宽比在 3: 1 以下的柱状、四角状或球状铁粉为止。针状铁粉可以含有或附 着稀土金属、稀土金属氧化物、硼、钴、镍等磁性改良成分。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权 利 要 求 书

1 一种成形性良好的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是，将长宽比为 5：1 以上的针状铁粉，在不含氧气的气流中一边流动，一边在 800 - 900℃ 加热，使针状铁粉形成熔融体，继续加热，直到形成长宽比为 3：1 以下的柱状、四角状或球状铁粉为止，由此制造成形性良好的永久性磁铁用的原料粉末。

2 根据权利要求 1 所述的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是，所述针状铁粉为含有磁性改良成分的铁粉。

3 根据权利要求 2 所述的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是，所述磁性改良成分是从稀土金属、硼和钴金属中选出的至少 1 种。

4 根据权利要求 1 所述的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是所述不含氧气的气流是氢气流或氮气流。

5 根据权利要求 1 所述的永久性磁铁原料粉末的制造方法，其特征是，所述长宽比为 5：1 以上的针状铁粉是将长宽比为 5：1 以上的 FeOOH （针铁矿）针状结晶在氢气流中，于 300 - 600℃ 加热还原而成的针状铁粉。

6 根据权利要求 5 所述的永久磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是， FeOOH 针状结晶含有钴成分。

7 根据权利要求 5 所述的永久性磁铁原料粉末的制造方法，其特征是，所述长宽比为 5：1 以上的 FeOOH 针状结晶是添加磁性改良成分，并使其附着而成的针状结晶。

8 根据权利要求 7 所述的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是，所述磁性改良成分是从稀土金属、硼和钴金属中选出的至少 1 种。

9 根据权利要求 1 所述永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是，所述长宽比为 5：1 以上的针状铁粉，是添加磁性改良成分，并使其附着在表面而成的针状铁粉。

10 根据权利要求 9 中所述的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是，所述磁性改良成分是从稀土金属、硼和钴金属中选出的至少一种。

11 根据权利要求 1 所述的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征

是，向已形成长宽比为 3：1 以下的柱状、四角状或球状铁粉添加磁性改良成分，加热，使磁性改良成分扩散至柱状、四角状或球状铁粉的表层上。

1 2 根据权利要求 11 所述的永久性磁铁用原料粉末的制造方法，其特征是，所述磁性改良成分是从稀土金属、硼和钴金属中选出的至少一种。

用于成形性良好的永久磁铁原料
粉末的制造方法

本发明是关于用于成形性，特别是制作粘合磁铁时的成形性，和生产性良好的永久磁铁原料粉末的制造方法。

作为永久性磁铁成形物有，在高温下将原料粉末进行烧结的烧结磁铁，和粘合磁铁，粘合磁铁是通过将磁铁原料粉末和橡胶或塑料一类的粘合剂混合，加工成形制成的磁铁，不需要烧结工序，工法精度优良，省去了研磨等加工过程，冲击强度高，而且即使是复杂形状的产品，也可以很容易地批量生产，所以得到广泛应用。作为成形方法，可利用压延、挤压成形、喷射成形等一般的塑料成形法，但为了使成形容易，提高生产性能，希望原料粉末近似于球状，而且，尽量具有均匀粒径的。例如，喷射成形时，磁铁原料粉末近似于球状，而且粒径越均匀，成形助剂添加量可越少，由于喷射压力低，所以提高喷射成形机的转数，就能提高生产性能。

另一方面，永久磁铁原料也取得了惊人的进步，特别是钕·铁·硼系永久磁铁，具有优良的磁性，作为磁铁倍加赞赏。在特公昭6 1 - 3 4 2 4 2 号中，公开了一种由Fe - B - Nd 成分构成的各向异性磁力烧结磁铁，在制造过程中，首先要制造含有上述成分的铸造合金，接着必需将铸造合金进行机械粉碎，从而存在要花费粉碎费用。而且，存在每批的性能也不同的问题。另外，机械粉碎的原料粉末，由于粒径分布广，用于烧结磁铁，问题很少，但作为粘合磁铁用，在使用时，由于喷射压力很高，即使提高喷射成形机的转数也难以提高生产性能。也有人提出将Fe O O H (针铁矿) 针状结晶，在氢气流中加热到3 0 0 - 6 0 0 ° C 还原，得到针状铁粉，再在其中添加钕一类的稀土金属、硼、钴一类的磁性改良成分，使其扩散，制得永久性磁铁原料粉末，但是，作为初始原料的Fe O O H (针铁矿)，由于针状结晶的长宽比为5 : 1 - 1 0 : 1 左右，所得到的针状铁粉，长宽比也在5 : 1 以上，用作粘合磁铁时，成形性较差。

本发明的目的，就是提供一种用于成形性，特别是粘合磁铁时的成形性，

和生产性优良的永久性磁铁原料粉末的制造方法。

关于本发明的成形性优良的永久磁铁原料粉末的制造方法是，将长宽比为5 : 1 以上的针状铁粉，一边随着不含氧的气流流动，一边加热到800 - 900 °C，使针状铁粉呈熔融状，继续加热，直到形成长宽比为3 : 1 以下的柱状，四角状或球状的铁粉为止。针状铁粉是将FeOOH（针铁矿）在氢气气氛下加热到300 - 600 °C，通过氢还原，得到长在10 μm以下，宽为其10分之一到5 分之一的粉末。针状铁粉可以含有，或附着稀土金属，稀土类金属氧化物、硼、钴、镍等磁性改良成分。

之所以将针状铁粉作为原料，是因为个个针状铁粉的大小较为接近，所得到的长宽比为3 : 1 以下的柱状、四角状、球状铁粉的粒径比较均匀。长宽比为5 : 1 以上的针状铁粉，通过800 - 900 °C加热进行熔融化，由于表面张力的作用，长宽比逐渐减少，随着时间的变化，首先成为长宽比为3 : 1 以下柱状，接着成为四角状，最后成为球状铁粉。重要的是这种加热，一边随着不含氧气的气流流动而一边进行。通过在流动状态下加热，熔融化的个个铁粉相互间不熔合在一起，而保持各自独立的形状。本发明方法，由于不含有粉碎过程，所以所得到的长宽比为3 : 1 以下的柱状、四角状、球状铁粉能保持比较均匀的粒径。作为针状铁粉在800 - 900 °C下进行流动加热的，不含氧气气流，通常使用氢气气流，但作为制品中的成分，希望含有氮气时，可以更换成氮气流，或者使用含氮气的氢气流。流动加热温度不足800 °C时，针状铁粉不能充分熔融化，不可能获得作为本发明目的效果，或者需要工业上所容许限度以上的加热时间，另一方面，流动加热温度超过900 °C时，流动化的铁粉有相互熔合形成大颗粒的危险。所需的继续加热时间和处理温度呈反比关系。例如，使用长宽比为10 : 1 的针状铁粉作原料时，热处理温度800 °C时，约1 - 5小时变成为长宽比为3 : 1 以下的柱状铁粉，约3 - 10小时变成四角状铁粉，约8 - 20小时，变成球状铁粉。热处理温度在900 °C下，约7 - 15小时变成球状铁粉。具体而言，要进行预备性试验，其结果作为参考，在确定热处理温度和处理时间时，也要考虑到热能费用和生产性能。

稀土类金属、稀土类金属氧化物、硼、钴、镍等磁性改良成分，可以在FeOOH（针铁矿）阶段添加，也可以在针状铁粉阶段添加，根据本发明的方法，可以在形成长宽比为3 : 1 以下的柱状、四角状或球状铁粉后进行添加。

无论哪种情况，通过后续热处理将这些磁性改良成分扩散在铁粉表层上，都可提高磁性，各个添加量，可根据期望的磁性随意确定。不管添加物的种类和数量如何，都适用于本发明方法。稀土类，不仅可以使使用纯品，也可以使用混合物，也可以使用铁、钴等的合金。硼，不仅可以使使用纯硼，也可以使用铁硼合金，和含有Al、Si、C等杂质的。添加的磁性改良成分最好用平均粒径为微米级的或亚微米级的粉末。

根据本发明获得的永久磁铁原料粉末，由于平均粒径是 $2\ \mu\text{m}$ 以下的微粉，所以极容易氧化，并且由于在空气中存在着火的危险，所以作为最终制品从制造装置中取出前或取出后，最好施以防氧化的涂层。作为防氧化涂层，可以使用磷酸铝、氧化铝、氢氧化铝、硝酸铝、醋酸铝等无机化合物，或硅油、能形成薄膜的合成树脂等有机化合物。由于有机化合物存在着耐热性的问题，所以必需在 $800-900^\circ\text{C}$ 的流动加热后添加，而无机化合物可以在工序中的任意阶段添加。另外，氢氧化铝、硝酸铝、醋酸铝在 $800-900^\circ\text{C}$ 变成氧化铝。

根据本发明方法制得的永久性磁铁原料粉末，可以用作公知方法制作的烧结磁铁或粘合磁铁，特别是通过喷射成形法制作粘合磁铁时，与原针状结晶粉末相比，以更低的喷射压力，提高喷射机的转数，能以更大的生产速度制造粘合磁铁。通过以下实施例具体说明本发明，但本发明并不仅限于以下实施例。

比较例1

将长约 $1\ \mu\text{m}$ ，长宽比约 $10:1$ 的 FeOOH 针状结晶，在氢气流中， 400°C 下加热还原6小时，得到长约 $1\ \mu\text{m}$ ，长宽比约 $10:1$ 的针状铁粉。

实施例1-3

将比较例1中获得的针状铁粉在 800°C 的氢气流中进行流动加热，得到长宽比约为 $2.5:1$ 的柱状铁粉（实施例1），四角状铁粉（实施例2）和球状铁粉（实施例3），继续加热时间和粉末形状的关系示于表1。

表1

	处理温度 ℃	处理时间 小时	粉末形状
比较例1		0	针状
实施例1	800	1	柱状
实施例2	800	3	四角状
实施例3	800	8	球状

将比较例和实施例1-3的永久性磁铁原料粉末,分别与8(w)%的粘合用尼龙树脂和表2所示量的成形助剂(二氧化硅粉末)进行混合,用喷射成形法制成(1cm×1cm×1cm)的粘合磁铁,并进行磁化。成型助剂添加量、喷射成型机转数、喷射压力(对喷射成型机的最大射出压力50kg/cm²的比率)分别示于表2。

表2

	粉末形状	成形助剂 添加量 w %	喷射成形 机的转数 r p m	喷射压力 %
比较例1	针状	1	1 2 0	9 8
实施例1	柱状	1	1 2 3	9 8
实施例2	四角状	0 . 5	1 2 5	9 5
实施例3	球状	0 . 2	1 3 0	9 5

比较例2

在比较例1中获得的针状铁粉中，添加金属钕粉末、硼粉和钴粉末，按最终成为Nd：8（w）%、B：5（w）%、Co：10（w）%，其余为针状铁粉的比例添加。在500℃下维持20小时，使添加的成分扩散在针状铁粉的表层上。

实施例4 - 6

将比较例2中获得的，含磁性改良成分的针状铁粉，在900℃的氢气流中进行流动加热，得到长宽比约为2.5：1的柱状铁粉（实施例4）、四角状铁粉（实施例5）和球状铁粉（实施例6）。继续加热时间和粉末形状的关系示于表3。

表3

	处理温度 ℃	处理时间 小时	粉末形状
比较例2		0	针状
实施例4	9 0 0	0 .5	柱状
实施例5	9 0 0	0	四角状
实施例6	9 0 0	7	球状

将比较例2 和实施例4 -6 的永久性磁铁原料粉末, 分别与8 (w) % 的粘合用尼龙树脂和表2 中所示量的成形助剂 (二氧化硅粉末) 进行混合, 用喷射成形法制成 (1 c m × 1 c m × 1 c m) 的粘合磁铁, 并进行磁化。成形助剂添加量、喷射成形机的转数、喷射压力 (对喷射成形机的最大射出压力5 0 k g /c m² 的比率) 分别示于表4 中。

表4

	粉末形状	成形助剂 添加量 w %	喷射成形 机的转数 r p m	喷射压力 %
比较例2	针状	1	1 2 0	9 8
实施例4	柱状	1	1 2 3	9 8
实施例5	四角状	0 .5	1 2 5	9 5
实施例6	球状	0 .2	1 3 0	9 5

如表2 和表4 中所示, 根据本发明获得的由长宽比3 : 1 以下柱状, 四角状和球状铁粉形成的永久性磁铁原料粉末, 与原针状时相比, 以更少的成形助剂添加量, 更低的喷射压力, 通过提高喷射机的转数, 就能以更大的生产速度制造粘合磁铁。

能够制造出永久磁铁的成形性和生产性优良的永久性磁铁原料粉末。