(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 102982992 B
(45)授权公告日 2015.08.19

(21)申请号 201210271255.2

(22)申请日 2012.08.02

(73)专利权人 横店集团东磁股份有限公司
地址 322118 浙江省金华市东阳市横店工业区东磁股份有限公司

(72)发明人 李玉平 金志洪 胡江平 徐琛 李佳玉 包大新

(74)专利代理机构 杭州杭诚专利事务所有限公司 33109
代理人 尉伟敏

(51)Int.Cl.
*H01F 41/02*(2006.01)
*H01F 1/057*(2006.01)
*B22F 3/02*(2006.01)

(56)对比文件
JP 2007-329294 A,2007.12.20, 说明书0024-0061段.
JP 2009-209404 A,2009.09.17, 全文.
JP 2011-159919 A,2011.08.18, 全文.
JP 2010-1544 A,2010.01.07, 全文.
CN 102007556 A,2011.04.06, 全文.

审查员 李娇娇

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种室温湿压成型各向异性粘结NdFeB磁体的制备方法

(57)摘要

本发明属于磁性材料领域，具体涉及一种室温湿压成型各向异性粘结NdFeB磁体的制备方法，包括磁粉表面改性工序、粘结剂与磁粉混合工序、磁粉浆料制备工序、磁场模压成型工序和真空固化工序几个工序，其中，所述的磁场模压成型工序中采用的成型方式为室温下湿压成型。本发明中，磁体的成型工序是在室温下进行，因此具有成型工艺简单、生产效率高、能耗低的优点，而且由于是湿压成型，磁粉颗粒之间存在一层液体薄膜，可有效降低磁粉颗粒取向时的摩擦阻力，提高磁体的磁性能。

CN 102982992 B

1. 一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，包括磁粉表面改性工序、粘结剂与磁粉混合工序、磁粉浆料制备工序、磁场模压成型工序和真空固化工序几个工序，其特征在于，所述的磁场模压成型工序中采用的成型方式为室温下湿压成型；所述的磁场模压成型工序中采用的磁场强度为 1-2T，压力为 3-9t/$cm^2$；所述的磁粉浆料制备工序中添加溶剂，并对磁粉及溶剂进行球磨，球磨时所采用的磨球密度为 2-5g/$cm^3$。

2. 根据权利要求 1 所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其特征在于，所述的磁粉浆料制备工序中添加溶剂，所述的溶剂由甲醇、乙醇、水、磷酸溶液或矿物油中的一种或者几种组成。

3. 根据权利要求 1 所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其特征在于，所述的磁粉浆料制备工序中添加表面活性剂，所述的表面活性剂由十二烷基苯磺酸钠、聚山梨酯、脂肪酸甘油酯、焦磷酸钠、三聚磷酸钠或偏磷酸钠中的一种或者几种组成，表面活性剂的用量为 NdFeB 磁粉质量的 0.1% ～ 1%。

4. 根据权利要求 1 所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其特征在于，所述的磁粉浆料制备工序中添加润滑剂，所述的润滑剂由硬脂酸锌、硬脂酸钙、PE 腊、乙撑双硬脂酰胺或季戊四醇硬脂酸酯中的一种或者几种组成，润滑剂的添加量为 NdFeB 磁粉质量的 0.1% ～ 1%。

# 一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法

## 技术领域

[0001] 本发明属于磁性材料领域，具体涉及一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法。

## 背景技术

[0002] 粘结 NdFeB 磁体因其具有尺寸精度高、形态自由度大、机械强度好、便于大批量生产等优点，广泛地应用于航天、交通、计算机、医疗等领域。目前，粘结 NdFeB 磁体大多为各向同性磁体，这类磁体的磁性能一般很低，限制了其进一步的应用与发展。因此，随着电子产品向轻、薄、微、小等微型化、形状复杂化发展，具有更高磁性能的各向异性粘结 NdFeB 磁体被人们寄予厚望。

[0003] 为了使各向异性粘结 NdFeB 磁体具有高磁性能，必须使磁体内部的磁粉定向排列，因此各向异性粘结 NdFeB 磁体一般需要在磁场下成型。早期的研究者们曾尝试采用室温磁场干压成形的方法制备各向异性粘结 NdFeB 磁体，如公开号为 CN1087744 A 的发明专利所述的用于生产各向异性粘结磁体的固体树脂及其制造方法：将各向异性粘结 NdFeB 磁粉与粘结剂混合搅拌后，采用球磨的方法裂化磁粉，然后在室温下进行磁场干压成型，这种方法虽然可以制备出各向异性粘结 NdFeB 磁体，但是，由于室温下磁粉表面的粘结剂为固态，磁粉之间的摩擦力很大，导致磁场下磁粉取向困难，因此很难制备出性能优异的各向异性粘结 NdFeB 磁体。后续的研究者又提出了磁场温压成型的方法， 如日本专利特开平 8-31677 号所述的磁各向异性树脂结合型磁体的制造方法：将各向异性粘结 NdFeB 磁粉与粘结剂混合搅拌，形成粘结剂涂敷的磁粉颗粒，然后将磁粉颗粒放入模具中加热，使粘结剂处于熔融状态，最后进行磁场取向，制备出高取向度的各向异性粘结 NdFeB 磁体，该方法解决了室温下磁粉颗粒之间摩擦力大，取向困难的问题，然而，由于加热状态下磁粉表面的粘结剂软化后易黏附在模具壁上，该方法也存在加料困难的问题。针对这一难题，公开号为 CN1087744 A 的发明专利提出了多步成型制造各向异性粘结 NdFeB 磁体的方法：将混合粘结剂后的磁粉先进行冷压成型，制备出密度较低的预压坯，然后将预压坯在磁场下温压成型，最后固化得到各向异性粘结 NdFeB 磁体，这一方法虽然解决了各向异性磁粉热状态下加料困难的问题，但是不可避免的增加了工艺难度，降低了生产效率。磁场湿压成型工艺作为一种制备各向异性磁体的有效工艺，在各向异性烧结铁氧体的生产中得到了广泛的应用，如公开号为 CN101354939A 的发明专利公开了一种超细永磁铁氧体二次成型浆料的制备方法，将该浆料进行磁场湿压成型后，进行烧结处理，可以制备出高性能的铁氧体永磁，但是，该方法却没有在各向异性粘结 NdFeB 磁体的成型上得到应用。

## 发明内容

[0004] 本发明针对现有各向异性粘结 NdFeB 磁体制备工艺复杂、生产效率低的不足，提供一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案得以实施的：

[0006] 一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，包括磁粉表面改性工序、粘结剂与磁粉混合工序、磁粉浆料制备工序、磁场模压成型工序和真空固化工序几个工序，其中，所述的磁场模压成型工序中采用的成型方式为室温下湿压成型。

[0007] 发明人发现，采用湿压成型工艺时，由于磁粉颗粒之间存在一层液态隔膜，有效地降低了取向时磁粉颗粒之间的摩擦力，从而有利于提高磁粉的取向度，使磁体具有优异的磁性能，而且，由于湿压成型工艺是在室温下进行，可避免出现温压成型工艺中加料困难的情况。

[0008] 发明人还发现，在进行湿压成型步骤时，浆料中的溶剂在压制力的作用下可被挤出磁体，并不影响磁体的最终密度。

[0009] 作为优选，根据本发明所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其中，所述的磁场模压成型工序中采用的磁场强度为 1-2T，压力为 3-9t/$m^2$。这么做是为了提高磁体中磁粉的取向度及磁体的密度，从而提高磁体的磁性能。

[0010] 作为优选，根据本发明所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其中，所述的磁粉浆料制备工序中添加溶剂，所述的溶剂由甲醇、乙醇、水、磷酸溶液或矿物油中的一种或者几种组成。溶剂添加量控制在 NdFeB 磁粉质量的 50% 左右。

[0011] 作为优选，根据本发明所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其中，所述的磁粉浆料制备工序中添加表面活性剂，所述的表面活性剂由十二烷基苯磺酸钠、聚山梨酯、脂肪酸甘油酯、焦磷酸钠、三聚磷酸钠或偏磷酸钠中的一种或者几种组成。这么做是为了使团聚在一起的磁粉颗粒散开，并悬浮在溶剂中，形成磁粉浆料。表面活性剂的用量为 NdFeB 磁粉质量的 0.1% ～ 1%，用量太少无法使磁粉分散到溶剂中，形成均匀的磁粉浆料；用量太多则效果饱和，同时非磁性相增加影响磁体的磁性能。

[0012] 作为优选，根据本发明所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其中，所述的磁粉浆料制备工序中添加润滑剂，所述的润滑剂由硬脂酸锌、硬脂酸钙、PE 腊、乙撑双硬脂酰胺或季戊四醇硬脂酸酯中的一种或者几种组成。这么做是为了降低磁粉取向时的摩擦阻力，提高取向度。润滑剂的添加量一般为 NdFeB 磁粉质量的 0.1% ～ 1%，低于 0.1% 则润滑效果偏弱，降低磁粉取向度，高于 1% 则润滑效果饱和，增加非磁性相含量降低磁体磁性能。

[0013] 作为优选，根据本发明所述的一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，其中，所述的磁粉浆料制备工序中添加溶剂，并对磁粉及溶剂进行球磨，球磨时所采用的磨球密度为 2-5g/$cm^3$，如玻璃球、铝球、氧化铝球。球磨会使粘结剂与磁粉混合工序中粘在一起的磁粉发生裂解，形成单个的各向异性磁粉颗粒，可进一步提高磁体中磁粉的取向度。密度过低的磨球无法使磁粉颗粒裂解，而密度过高的磨球会导致磁粉组织被破坏，降低磁性能。

[0014] 与现有技术相比，本发明具有以下优点：

[0015] 本发明中，磁体的成型工序是在室温下进行，因此具有成型工艺简单、生产效率高、能耗低的优点，而且由于是湿压成型，磁粉颗粒之间存在一层液体薄膜，可有效降低磁粉颗粒取向时的摩擦阻力，提高磁体的磁性能。

## 具体实施方式

[0016] 下面结合实施例，更具体地说明本发明的内容。应当理解，本发明的实施并不局限于下面的实施例，对本发明所做的任何形式上的变通和 / 或改变都将落入本发明保护范围。

[0017] 在本发明中，若非特指，所有的份、百分比均为重量单位，所有的设备和原料等均可从市场购得或是本行业常用的。下述实施例中的方法，如无特别说明，均为本领域的常规方法。

[0018] 实施例 1：

[0019] 本实施例采用 HDDR 工艺制备的各向异性粘结 NdFeB 磁粉作为原料磁粉，其最大磁能积为 (BH)max=288kJ/$m^3$，内禀矫顽力 Hcj=1040kA/m。

[0020] 一种室温湿压成型各向异性粘结 NdFeB 磁体的制备方法，包括 ：

[0021] 原料配比 ：0.1wt% 的硅烷偶联剂（市售 KH550）、99.6wt% 的各向异性粘结 NdFeB 磁粉、0.3wt% 的环氧树脂粘结剂。

[0022] （1）、磁粉表面改性工序 ：将 0.1wt% 的硅烷偶联剂（市售 KH550）用乙醇溶解，然后加入 99.6wt% 的各向异性粘结 NdFeB 磁粉并混合均匀，然后在 40 ～ 80℃下烘干，得到表面改性的各向异性粘结 NdFeB 磁粉。

[0023] （2）、粘结剂与磁粉混合工序 ：将 0.3wt% 的环氧树脂粘结剂用丙酮溶解，加入上述经过表面改性的各向异性粘结 NdFeB 磁粉中，并混合均匀、烘干。

[0024] （3）、磁粉浆料制备工序 ：将磁粉 - 环氧树脂混合物置于行星式球磨机中，加入十二烷基苯磺酸钠（磁粉质量的 0.1%）、乙醇（磁粉质量的 50%）以及硬脂酸钙（磁粉质量的 0.1%），进行机械球磨，形成磁粉浆料，其中，磨球采用密度为 3.97g/$cm^3$ 氧化铝球。

[0025] （4）、磁场模压成型工序 ：将磁粉浆料注入模具中，室温下压制成 Φ10mm×10mm 的磁体标样，压制磁场 1.5T，压制压力 9t/$cm^2$。

[0026] （5）、真空固化工序 ：将磁体标样在 140℃下真空固化 3h。

[0027] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 172kJ/$m^3$。

[0028] 实施例 2

[0029] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于 ：所采用的磁场为 1T。

[0030] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 155.6kJ/$m^3$。

[0031] 实施例 3

[0032] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于 ：所采用的磁场为 2T。

[0033] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 173.6kJ/$m^3$。

[0034] 实施例 4

[0035] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于 ：所采用的压制压力为 3t/$cm^2$。

[0036] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 91kJ/$m^3$。

[0037] 实施例 5

[0038] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于 ：所采用的压制压力为 5t/$cm^2$。

[0039] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 133.6kJ/$m^3$。

[0040] 实施例 6

[0041] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于 ：所采用的压制压力为 9t/$cm^2$。

[0042] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 142kJ/$m^3$。

[0043] 实施例 7

[0044] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于：十二烷基苯磺酸钠的用量为磁粉质量的 1%。

[0045] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 154kJ/$m^3$。

[0046] 实施例 8

[0047] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于：硬脂酸钙用量为磁粉质量的 1%。

[0048] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 165kJ/$m^3$。

[0049] 比较例 1

[0050] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于：未进行机械球磨工序。

[0051] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 112.3kJ/$m^3$。

[0052] 比较例 2

[0053] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于：所采用磨球为密度为 7.5 g/$cm^3$不锈钢球。

[0054] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 150.2kJ/$m^3$。

[0055] 比较例 3

[0056] 本实施例其他操作同实施例 1，不同之处在于：未加入表面活性剂。

[0057] 将本实施例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 达到 132.6kJ/$m^3$。

[0058] 比较例 4

[0059] 本比较例采用的各向异性磁粉同实施例 1，工艺步骤如下：

[0060] 1、将 0.1wt% 的偶联剂用乙醇溶解，然后加入 99.6wt% 的各向异性粘结 NdFeB 磁粉并混合均匀，然后在 40 ～ 80℃下烘干，得到表面改性的各向异性粘结 NdFeB 磁粉。

[0061] 2、将 0.3wt% 的环氧树脂粘结剂用丙酮溶解，加入上述经过表面改性的各向异性粘结 NdFeB 磁粉中，并混合均匀、烘干。

[0062] 3、将粘结剂放入模具中，室温下磁场干压成型，磁场 1.5T，压力 9t/$cm^2$。

[0063] 4、将磁体标样在 140℃下真空固化 3h。

[0064] 将本比较例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 为 78kJ/$m^3$。

[0065] 比较例 5

[0066] 本比较例其他操作同比较例 4，不同之处在于：成型为温压成型，成型温度为 130℃。

[0067] 将本比较例得到的磁体标样进行检测，磁能积 (BH)max 为 178kJ/$m^3$，磁性能略高于室温湿压成型的各向异性粘结 NdFeB 磁体，但是生产工艺复杂，且生产效率低。

[0068] 上述优选实施例只是用于说明和解释本发明的内容，并不构成对本发明内容的限制。尽管发明人已经对本发明做了较为详细地列举，但是，本领域的技术人员根据发明内容部分和实施例所揭示的内容，能对所描述的具体实施例做各种各样的修改或 / 和补充或采用类似的方式来替代是显然的，并能实现本发明的技术效果，因此，此处不再一一赘述。本发明中出现的术语用于对本发明技术方案的阐述和理解，并不构成对本发明的限制。