



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105149532 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 16

(21) 申请号 201510569070. 3

(22) 申请日 2015. 09. 09

(71) 申请人 上海大学

地址 200444 上海市宝山区上大路 99 号

(72) 发明人 李维丹 谭晓华 徐晖 任科智

(74) 专利代理机构 上海上大专利事务所（普通
合伙） 31205

代理人 顾勇华

(51) Int. Cl.

B22D 11/06(2006. 01)

C22C 33/06(2006. 01)

H01F 1/053(2006. 01)

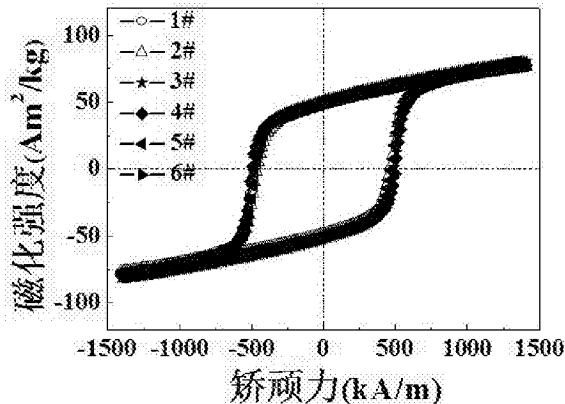
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

一种稀土永磁快淬条带的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种稀土永磁快淬条带的制备方法，该方法是将工业纯金属，B 元素以 Fe-B 合金形式加入，稀土永磁合金按照原子百分比进行配料，利用真空电弧熔炼炉在高纯氩气保护下熔炼名义成分的合金锭，熔炼电流密度为 $100 \sim 220A/cm^2$ ，将合金反复熔炼 3 ~ 5 次，制得母合金；再将熔炼均匀的合金锭破碎后装入石英管中，在真空感应甩带机中感应熔化，固定储气罐和腔室压力差为 0.09MPa，当快淬速度固定在 8~40m/s，腔室压力固定在 0.01~0.09MPa 时，控制熔体温度在合金熔点以上 $190^\circ C \sim 240^\circ C$ 范围内，获得均匀稳定的稀土永磁快淬条带。本发明制备的快淬条带均匀稳定、成本低廉、性能优异，可以广泛应用于信息、通讯、计算机等领域的磁性器件。



1. 一种稀土永磁快淬条带的制备方法,其特征在于该方法具有如下工艺步骤:

(1) 将工业纯金属,B元素以Fe-B合金形式加入,稀土永磁合金按照原子百分比进行配料,利用真空电弧熔炼炉在高纯氩气保护下熔炼的稀土永磁合金,熔炼电流密度为100~220A/cm²,将合金反复熔炼3~5次,制得母合金锭;

(2) 将母合金锭破碎后装入石英管中,在真空感应甩带机中感应熔化,并利用红外测温仪测得快淬过程中的熔体温度,固定储气罐和腔室压力差为0.09 MPa,采用快淬速度为8~40 m/s,腔室压力为0.01~0.09 MPa,控制熔体温度在合金熔点以上190 °C ~240 °C范围内,进行甩带,得到均匀稳定的稀土永磁快淬条带。

一种稀土永磁快淬条带的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种均匀稳定的稀土永磁快淬条带的制备方法，属磁性合金材料及加工工艺技术领域。

背景技术

[0002] 稀土永磁材料从上世纪 60 年代发展至今，已经有五十多年的历程。钕铁硼 (Nd-Fe-B) 永磁材料具有高的剩磁、矫顽力和最大磁能积等特点，已在电子、汽车和能源等领域得到了广泛的应用。近年来，人们受 Nd-Fe-B 磁体良好性能的激励，世界各国投入大量的人力物力对新型稀土永磁材料进行探索研究。同时由于工业的进步，对永磁材料的性能和成本提出了越来越高的要求。故开发性能较好且成本低廉的新型稀土永磁材料变得尤为重要。但是在研究中发现，目前得到的稀土永磁材料的最大磁能积与理论值相差很大。这是因为实际制备的材料的微观结构和理想模型相差较大，从事磁性材料的研究者们一直努力通过调整合金的成分和制备工艺来优化材料的微观结构，这方面的研究是近年来磁性材料领域研究的热点之一。

[0003] 目前制备稀土永磁材料的常用方法主要有两种：非晶晶化法和直接快淬（熔体快淬）法。前者是用快淬法先制备出具有非晶结构的薄带，然后通过后续的退火处理得到永磁合金。但是这种方法制得的合金的磁性能与快淬条带的淬态结构有着密切的关系，而且在退火过程中容易造成磁性相的晶粒长大，使材料的磁性能降低。熔体快淬法是用直接快淬法制备出具有良好磁性能的薄带样品，其综合磁性能通常优于用非晶晶化法制备的合金。另外，这种方法相比于非晶晶化法不但会降低成本，而且操作简单，便于工业生产。但是这种方法制备得到的条带样品的稳定性较差。在课题组的前期工作中发现：利用直接快淬法制备样品的过程中，多种因素都会造成条带样品不均匀现象，如：快淬速度、腔室压力和熔体温度等。简单地调整一个工艺参数，可能会引起其它工艺参数随之变化，并不能保证所制备快淬条带的均匀稳定性。因此，如何通过控制这几个参数的变化，获得均匀稳定的快淬条带，使其在各个领域都能得到更好的应用，这已经成为本领域技术人员亟待解决的重要问题。

[0004] 熔体温度是快淬过程中一个很重要的参数，它对合金的磁性能和微观结构都有着显著的影响。通过我们的研究发现：当快淬速度固定在 8~40 m/s，腔室压力固定在 0.01~0.09 MPa 时，只要控制熔体温度在合金熔点以上某一温度范围内，都可以获得均匀稳定的稀土永磁快淬条带。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种通过控制熔体温度，制备均匀稳定的稀土永磁快淬条带的方法，其具体解决方案如下：

(1) 将工业纯金属，B 元素以 Fe-B 合金形式加入，以原子百分比进行配料，利用 WK-II 型真空电弧熔炼炉在高纯氩气保护下熔炼名义成分的合金锭，熔炼电流密度为 100 ~ 220

A/cm^2 , 将合金反复熔炼 3 ~ 5 次, 制得母合金;

(2) 将熔炼均匀的合金锭破碎后装入石英管中, 在 WK-1 型真空感应甩带机中感应熔化, 并利用红外测温仪测得快淬过程中的熔体温度。固定储气罐和腔室压力差为 0.09 MPa, 当快淬速度固定在 8~40 m/s, 腔室压力固定在 0.01~0.09 MPa 时, 只要控制熔体温度在母合金熔点以上 190 °C ~ 240 °C 范围内, 进行甩带, 就可以得到均匀稳定的快淬条带。

[0006] 本发明的特点是: 1) 使用非常简单的工艺方法, 当快淬速度固定在 8~40 m/s, 腔室压力固定在 0.01~0.09 MPa 时, 只要控制熔体温度在合金熔点以上某一温度范围内, 既可以获得均匀稳定的稀土永磁快淬条带, 这对其工业化生产有重要的指导意义; 2) 可重复性好; 3) 降低了工艺成本。

[0007] 本发明制备的快淬条带均匀稳定、成本低廉、性能优异, 不仅可以广泛应用于信息、通讯、计算机等领域的磁性器件, 而且因其简便的工艺, 可以克服现有磁性材料加工工艺复杂、元件尺寸受限制的问题, 使其应用领域进一步扩大。这也为利用熔体快淬法制备成本低廉、磁性能优异的新型稀土永磁材料提供了新的思路。

附图说明

[0008] 图 1 为 $\text{Ce}_{17}\text{Fe}_{78}\text{B}_6$ 合金在快淬速度为 15 m/s, 腔室压力 0.05 MPa, 熔体温度为 1315 °C 时, 利用本方法制备的均匀稳定的快淬条带的磁滞回线图, 其中 1#、2#、3#、4#、5# 和 6# 分别是随机挑选的均等试样。

[0009] 图 2 为 $\text{Ce}_{17}\text{Fe}_{78}\text{B}_6$ 合金在快淬速度为 22 m/s, 腔室压力 0.05 MPa, 熔体温度为 1296 °C 时, 利用本方法制备的均匀稳定的快淬条带的磁滞回线图, 其中 1#、2# 和 3#、分别是随机挑选的均等试样。

[0010] 图 3 为 $\text{Ce}_{17}\text{Fe}_{78}\text{B}_6$ 合金在快淬速度为 15 m/s, 腔室压力 0.02 MPa, 熔体温度为 1314 °C 时, 利用本方法制备的均匀稳定的快淬条带的磁滞回线图, 其中 1#、2#、3#、4#、5# 和 6# 分别是随机挑选的均等试样。

[0011] 图 4 为 $\text{Ce}_{17}\text{Fe}_{78}\text{B}_6$ 合金在快淬速度为 15 m/s, 腔室压力 0.07 MPa, 熔体温度为 1314 °C 时, 利用本方法制备的均匀稳定的快淬条带的磁滞回线图, 其中 1#、2# 和 3#、分别是随机挑选的均等试样。

具体实施方式

[0012] 现将本发明的实施例具体叙述于后。

[0013] 实施例 1

本实施例的稀土永磁合金的成分(原子百分含量)为: Ce 17%, Fe 78%, B 6%。制备过程和步骤如下: 将工业纯金属原料 Ce、Fe 以及 FeB 合金, 以原子百分含量计为: Ce 17%、Fe 78%、B 6% 进行配料, 然后用真空非自耗电弧炉在氩气保护下进行熔炼, 熔炼电流密度为 100 ~ 220A/ cm^2 , 将合金反复熔炼 3 ~ 5 次, 制得母合金; 重熔母合金后采用真空快淬炉快淬, 保持储气罐和腔室压力差为 0.09 MPa, 快淬速度为 15 m/s。首先固定腔室压力为 0.05 MPa, 采用红外测温仪控制熔体温度在 1264 °C ~ 1315 °C 范围内, 控制熔体温度在合金熔点以上 190 °C ~ 240 °C 范围内, 进行甩带, 得到均匀稳定的稀土永磁快淬条带。

[0014] 本发明通过控制熔体温度在母合金熔点以上 190 °C ~ 240 °C 范围内制得的快

淬条带，在室温均表现出均匀稳定的磁性能。图 1、图 2 分别为 Ce₁₇Fe₇₈B₆合金当固定腔室压力为 0.05 MPa，熔体温度在母合金熔点以上 190 ° C ~ 240 ° C 范围内时，在两个不同快淬速度下（15 m/s 和 22 m/s）利用本方法制备的均匀稳定的 Ce₁₇Fe₇₈B₆快淬条带的磁滞回线图。从图 1 和图 2 中可以看出，只要控制熔体温度在母合金熔点以上 190 ° C ~ 240 ° C 范围内，改变快淬速度（8~40 m/s 范围内）均可以得到均匀稳定的快淬条带；图 3、图 4 分别为 Ce₁₇Fe₇₈B₆合金当固定快淬速度为 15 m/s，熔体温度在母合金熔点以上 190 ° C ~ 240 ° C 范围内时，在两个不同腔室压力下（0.02 MPa 和 0.07 MPa）利用本方法制备的均匀稳定的 Ce₁₇Fe₇₈B₆快淬条带的磁滞回线图。从图 3 和图 4 中可以看出，只要控制熔体温度在母合金熔点以上 190 ° C ~ 240 ° C 范围内，改变腔室压力（0.01~0.09 MPa 范围内）均可以得到均匀稳定的快淬条带。

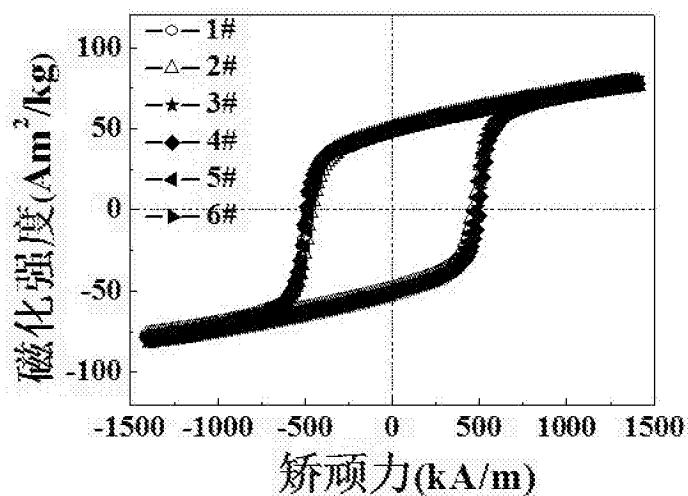


图 1

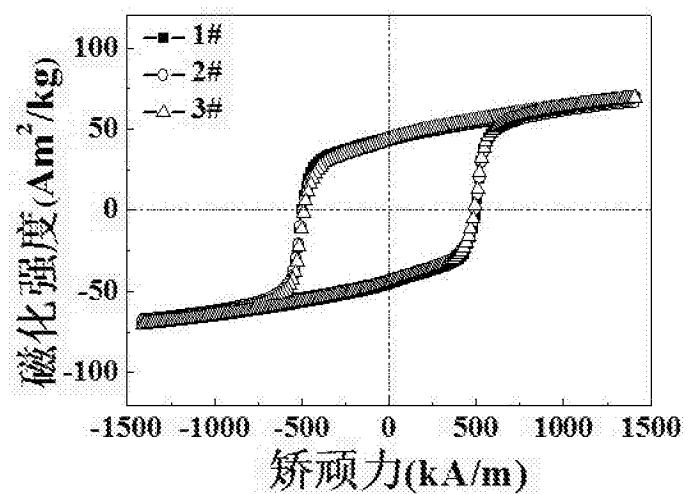


图 2

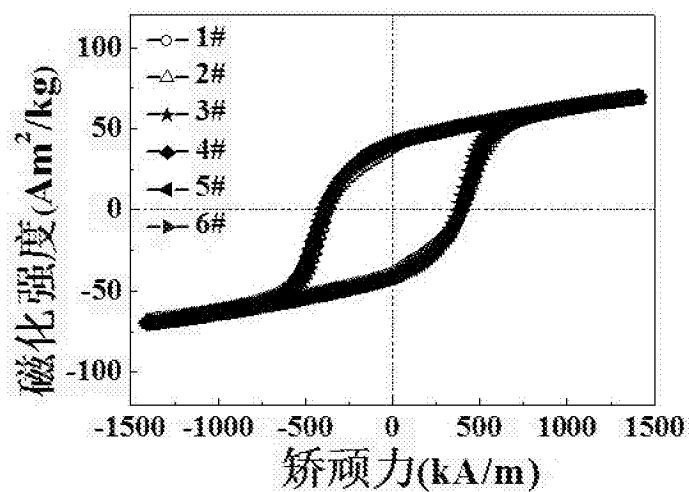


图 3

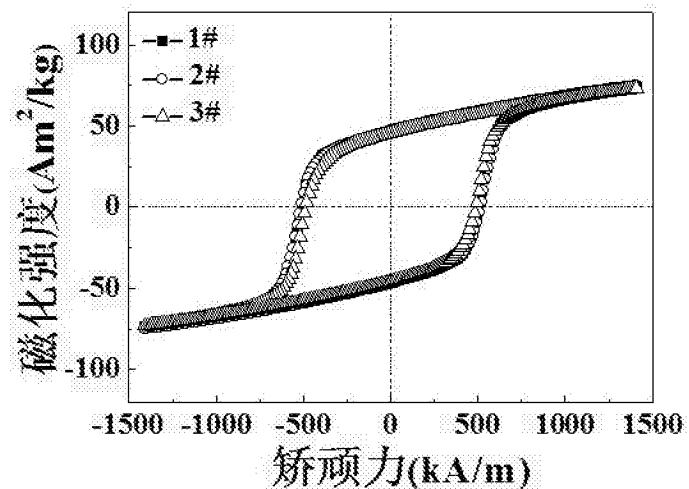


图 4