

Zr 对钕铁硼磁体性能稳定性的影响

于濂清¹, 黄翠翠²

(1. 中国石油大学(华东), 山东 东营 257061)

(2. 青岛港湾职业技术学院, 山东 青岛 266404)

摘要: 规模化制备高性能烧结钕铁硼材料对磁体磁性能稳定性提出了很高的要求。研究了 Zr 和 Nb 添加对磁体性能稳定性的影响。结果表明: Zr 添加含量增加到 0.07%, 磁体的烧结温度可高达 1110 °C, 晶粒不发生异常长大, 矫顽力达到 1021 kA/m 左右, Nb 的添加提高了磁体的方形度。当 Nb 和 Zr 复合添加时, 制备的磁体磁性能高, 性能稳定性好, 最大磁能积为 $403.8 \pm 4.7 \text{ kJ/m}^3$, 这主要是由于 Zr 的添加极大地降低了磁体对烧结温度的敏感性。

关键词: 钕铁硼; 烧结温度; 高性能; 稳定性

中图分类号: TM273

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)03-0465-03

烧结 NdFeB 永磁体自被发现以来, 磁体的磁性能不断取得突破性进展^[1], 产量不断扩大, 现已广泛地应用于航空、电子、电声、机电、计算技术、汽车工业、石油化工等领域。2004 年烧结 NdFeB 产量达到了 $3.3 \times 10^4 \text{ t}$, 被公认为是产业化最好的高新技术材料, 制备磁体的目标方向以高能积、高工作温度、低成本为代表。在批量生产制备过程中, 如果磁体的磁性能差异性较大, 不能满足客户需求, 不得不对磁体进行人工检分(需测量每个磁体的磁性能并退磁处理), 将会增加生产成本, 降低生产效率, 因此研制高磁性能稳定性的产品具有十分重要的经济、现实意义。

目前, 绝大多数制备烧结磁体的烧结炉以热辐射的方式加热, 每炉装毛坯磁体 200~300 kg, 由于烧结设备所限, 炉膛内不同位置的磁体所处的温度场并不完全相同, 同时烧结钕铁硼材料的显微结构和磁性能对烧结温度很敏感, 温度控制不恰当, 很容易导致外围的磁体过度烧结, 或者中心的磁体烧结不足。基于此, 作者研究了合金成分对磁体磁性能稳定性的影响。

1 实验方法

实验中所采用的原材料为金属纯钕、纯铁、纯镧、纯镱、纯铈、纯铪、纯铪、纯铪、纯铪(纯度 $\geq 99.5\%$) 和硼铁合金(含硼 20%), 母合金成分为 $\text{Nd}_{13.3}\text{Dy}_{0.48}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{B}_{5.75}\text{Al}_{0.24}\text{Ga}_{0.1}$ (at%), 添加元素 Nb、Zr 含量范围为 0~0.43at%。采用速凝工艺制成速凝铸带, 辊轮表面线速度 2.0 m/s。铸带在室温下饱和吸氢, 并在 570 °C 脱

氢制成氢爆粉, 通过气流磨工艺制成平均粒度为 3.4 μm 的磁粉。磁粉在 1.8 T 磁场中垂直取向压制成形后, 放入高真空烧结炉内 1065~1100 °C 烧结 3 h, 经一次回火 900 °C 保温 2 h, 二级回火 600 °C 保温 3 h, 制得磁体。

磁体采用 NIM-10000 磁性材料测量系统测试磁性能, 取炉膛内不同位置的 7 个样品进行测试(中心 3 支, 外围 4 支)。采用光学显微镜和 JEM-2010 透射电镜分析磁体显微组织。

2 结果与讨论

2.1 Zr 与烧结温度的关系

不添加 Zr 的 $\text{Nd}_{13.3}\text{Dy}_{0.48}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{B}_{5.75}\text{Al}_{0.24}\text{Ga}_{0.1}$ 磁体磁性能与烧结温度的关系如图 1 所示。可以看出磁体的矫顽力 iH_c 、最大磁能积 $(BH)_m$ 随着烧结温度的提高而明显降低, 显微组织观察发现烧结温度在 1085 °C 时, 晶粒发生了异常长大, 该磁体 $(BH)_m$ 的标准方差为 32, 在 1100 °C 时, 磁体 $(BH)_m$ 的标准方差为 42, 说明磁体的性能稳定性很差。

不同 Zr 含量的磁体 $\text{Nd}_{13.3}\text{Dy}_{0.48}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{B}_{5.75}\text{Al}_{0.24}\text{Ga}_{0.1}\text{Zr}_y$ 和烧结温度对磁性能的影响如图 2 所示。相应的磁体显微组织如图 3。结果发现含 Zr 磁体的磁性能在烧结温度 1100 °C 比在 1065 °C 的更好, 而且当 Zr 含量从 0 增加到 0.07at% 时, 高温 1100 °C 烧结的磁体性能有大幅的提升, iH_c 从 770 增加到 1021 kA/m, $(BH)_m$ 增加到 361 kJ/m^3 。当 Zr 含量多于 0.07at%, $(BH)_m$

收稿日期: 2008-02-11

基金项目: 国家自然科学基金(20806093); 中国石油大学(华东)科研资助项目(Y071808)

作者简介: 于濂清, 男, 1979 年生, 博士, 中国石油大学(华东)材料物理系, 山东 东营 257061, E-mail: iyy2000@163.com

和方形度 H_k/iH_c 开始下降, 而 iH_c 进一步增加到 1086 kA/m, 说明添加 Zr 对提高磁体烧结温度和磁性性能非常有利。

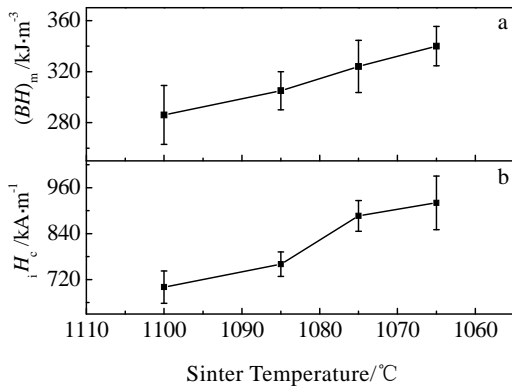


图 1 烧结温度对磁体 $Nd_{13.3}Dy_{0.48}Fe_{bal}B_{5.75}Al_{0.24}Ga_{0.1}$ 性能的影响
Fig.1 Effects of sinter temperature on magnetic properties: (a) $(BH)_m$ and (b) iH_c

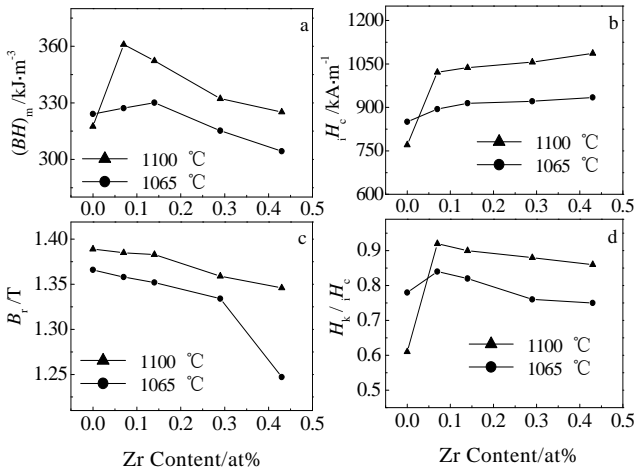


图 2 Zr 添加对磁体 $Nd_{13.3}Dy_{0.48}Fe_{bal}B_{5.75}Al_{0.24}Ga_{0.1}Zr_y$ 磁性性能的影响
Fig.2 Effects of Zr content on magnetic properties: (a) $(BH)_m$, (b) iH_c , (c) B_r , and (d) H_k/iH_c

2.2 含 Zr 磁体的显微结构

磁体显微组织研究表明, 晶粒尺寸随着 Zr 含量的增加而减小(图 3b~3d), 同时也发现, 不添加 Zr 的磁体在 1100 °C 烧结后有晶粒的明显异常长大发生(图 3a, 3b), 这就导致了 iH_c 的下降。因此, 添加 Zr 后的磁体晶粒生长受到了明显的抑制, Zr 在 0.07at% 时磁体在较高的温度烧结仍具有很好的磁性能。

磁体 $Nd_{13.3}Dy_{0.48}Fe_{bal}B_{5.75}Al_{0.24}Ga_{0.1}Zr_y$ 显微组织 TEM 照片如图 4 所示。可以发现在 Zr 含量为 0 时的磁体中未发现析出相, 而添加 0.43% Zr 的主相

$Nd_2Fe_{14}B$ 晶粒内有弥散的析出相存在, 尺寸在 30~40 nm, 此析出相不仅对磁体 iH_c 的提高有利^[2,3], 而且与烧结温度的提高有关, 可显著抑制主相晶粒的长大。因此, Zr 的添加显著提高磁体的耐高温烧结温度, 降低了温度敏感性, 这对制备高性能稳定性的磁体有利。

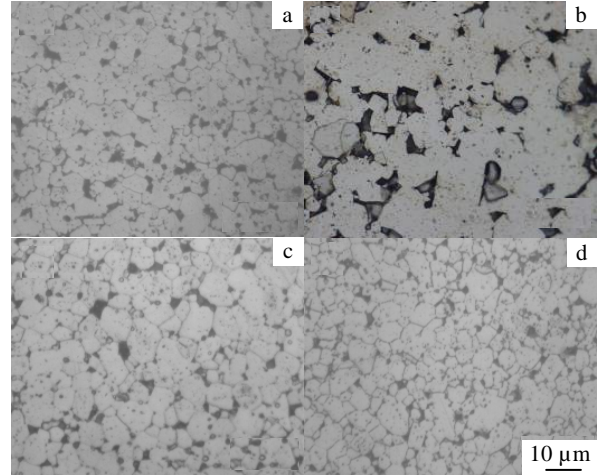


图 3 不同 Zr 含量和烧结温度下中心处磁体样品的显微组织
Fig.3 Microstructure of $Nd_{13.3}Dy_{0.48}Fe_{bal}B_{5.75}Al_{0.24}Ga_{0.1}Zr_y$ magnets with various Zr content and sinter temperature: (a)1065 °C, Zr=0, (b)1100 °C, Zr=0, (c)1100 °C, Zr=0.07at%, and (d) 1100 °C, Zr=0.43at%

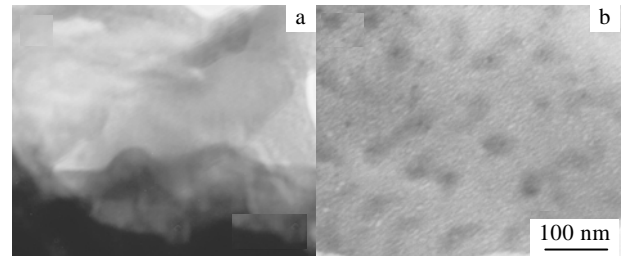


图 4 中心处样品 $Nd_{13.3}Dy_{0.48}Fe_{bal}B_{5.75}Al_{0.24}Ga_{0.1}Zr_y$ 磁体 TEM 照片
Fig.4 Microstructures of magnets observed by TEM: (a) Zr=0 and (b) Zr=0.43at%

2.3 高性能稳定性磁体制备

烧结温度对含 Nb、Zr 磁体磁性性能的影响如图 5 所示。 iH_c 和 $(BH)_m$ 随着烧结温度的提高而增大, 在烧结温度达到 1100 °C 时, 没有发现晶粒的异常长大, 最大磁能积为 403.8 kJ/m³, 而且磁体磁能积的标准方差很低, 只有 4.7, 比不添加 Zr 的磁体综合性能好得多(图 1), 这有利于制备磁能积高且性能稳定性好的磁体。

复合添加 Nb 和 Zr 对磁体磁性性能的影响如图 6 所示。当添加 Nb、Zr 含量较高均为 0.18at% 时, 磁体的磁性性能较差; 当 Zr 含量减少至 0.07at%, 调整 Nb 含

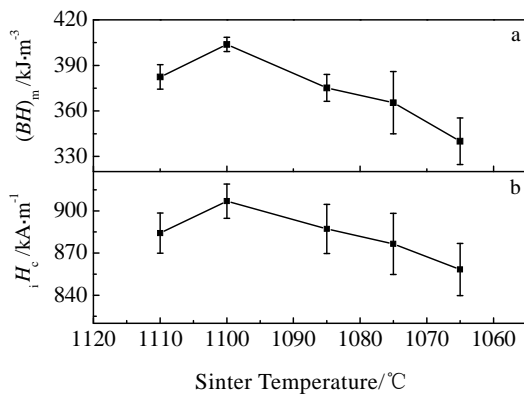


图5 烧结温度对磁体 $(\text{NdDy})_{13.32}\text{Fe}_{91.32}\text{Al}_{0.24}\text{Ga}_{0.1}\text{Nb}_{0.07}\text{Zr}_{0.07}$ 磁性能的影响

Fig.5 Effects of sinter temperature on magnetic properties:

(a) $(BH)_m$ and (b) H_i

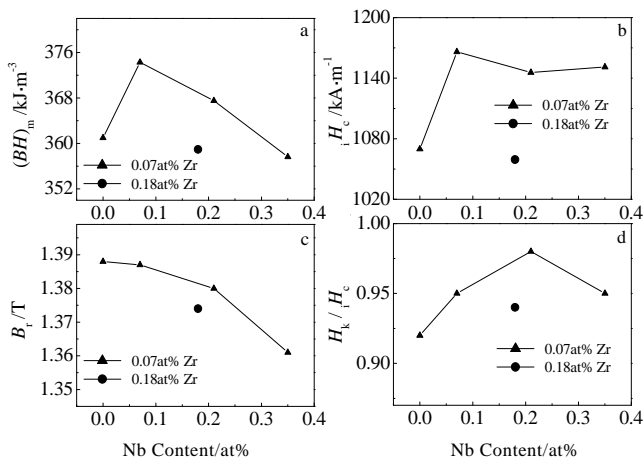


图6 Nb、Zr 含量对磁体 $\text{Nd}_{13.3}\text{Dy}_{0.48}\text{Fe}_{91.32}\text{Al}_{0.24}\text{Ga}_{0.1}\text{Zr}_x$ 磁性能的影响

Fig.6 Effects of Nb, Zr content on magnetic properties: (a) $(BH)_m$ and (b) H_i , (c) B_r , and (d) H_k

量, 磁体磁性能有了很大的提高, 当 Nb 含量为 0.07at% 时, 磁体具有最佳的磁性能, 同时, Nb 的添加对提高磁体的方形度 H_k/H_c 非常明显, 这是由于添加 Nb 有优化显微结构、控制晶粒尺寸的作用^[4-8]。

3 结论

Zr 元素降低了钕铁硼磁体对烧结温度的敏感性, 提高了磁体的耐烧结温度, 并且不发生晶粒的异常长大。复合添加 Zr 和 Nb 克服了烧结炉内温度场分布不均匀引起的磁体性能稳定性差的问题, 最终制备了高磁能积且性能稳定的磁体。

参考文献 References

- [1] Sagawa M, Fujimura S, Togawa N *et al.* *J Appl Phys* [J], 1984(55): 2083
- [2] Pollard R J, Grundy P J, Parker S F H *et al.* *IEEE Trans Magn* [J], 1988, 24 (2): 1626
- [3] De-Rango P, Rivoirard S, Traverse A *et al.* *J Alloys Comp*[J], 2003, 356~357 (11): 579
- [4] Cheng W H, Li W. *J Alloys Comp*[J], 2001, 319(1~2): 280
- [5] Yu L Q, Wen Y H, Yan M. *J Magn Magn Mater*[J], 2004, 12 (2~3): 283
- [6] Cheng W H, Li W. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2001, 37 (1): 87
- [7] Hu J F, Liu Y L. *J Alloys Comp* [J], 1999, 288 (1~2): 226
- [8] Lin W L, Liang Y L, Ma B M. *IEEE Trans Magn*[J], 1992, 28 (5): 2154

Effect of Zr on High Properties Consistency of NdFeB Magnets

Yu Lianqing¹, Huang Cuicui²

(1. China University of Petroleum (East China), Dongying 257061, China)

(2. Qingdao Harbor Vocational & Technical College, Qingdao 266404, China)

Abstract: Producing on scale for sintered NdFeB magnets demands consistency of magnets. The effect of element Zr and Nb on consistency of magnets was investigated. It was found that as Zr content increased from 0 to 0.07at%, the sinter temperature of magnet could reach to 1110 °C with no abnormal grain growth, and coercivity increased to 1021 kA/m. And Nb addition was benefit for squareness improvement. Combined addition of Nb 0.07at% and Zr 0.07at%, the magnets showed much better properties consistency even at different positions in same furnace and the energy densities reached $403.8 \pm 4.7 \text{ kJ/m}^3$. It was attributed that the sensitization of sinter temperature of magnets was greatly removed by Zr and Nb addition,

Key words: NdFeB; sinter temperature; high energy; consistent properties

Biography: Yu Lianqing, Ph. D., Department of Materials and Physics, China University of Petroleum (East China), Dongying 257061, P. R. China, E-mail: iyy2000@163.com