

热压过程对热变形钕铁硼磁体磁性能影响的研究

易鹏鹏¹, 林 旻¹, 王会杰², 闫阿儒¹, 李 东¹

(1. 中国科学院宁波材料技术与工程研究所, 浙江 宁波 315201)

(2. 钢铁研究总院, 北京 100081)

摘 要: 介绍了利用快淬粉制备全密度、高性能、各项异性钕铁硼稀土永磁体的有效方法—热压、热变形方法。成功制备出了磁能积 BH_m 约 $3.44 \times 10^5 \text{ T} \cdot (\text{A/m})$, 剩磁 Br 约 1.352 T, 矫顽力 H_{cj} 约 $1 \times 10^6 \text{ A/m}$ 的热变形钕铁硼磁体。利用 XRD、VSM、PPMS、SEM 等材料表征手段对样品磁性能的各项异性以及取向度进行了分析, 并讨论了工艺参数对样品磁性能的影响。

关键词: 热压; 热变形; 钕铁硼; 各项异性; 取向度

中图分类号: TG 125.8

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)S1-576-03

钕铁硼稀土永磁材料自诞生以来, 由于其具有极高的剩磁、高矫顽力和高磁能积等优点, 已经广泛应用于航天航海、信息电子、能源交通、医疗卫生、音响音像、信息存储等领域^[1,2]。

高性能 Nd-Fe-B 永磁材料的制备技术主要有粉末冶金工艺和热变形工艺 2 种。采用粉末冶金工艺制备的磁体的最大磁能积目前已达到 $4.76 \times 10^5 \text{ T} \cdot (\text{A/m})$ ^[3], 采用热压热变形工艺制备的磁体的最大磁能积也已达 $4.352 \text{ T} \cdot (\text{A/m})$ ^[4]。

与烧结工艺相比, 热压热变形法制备的钕铁硼永磁材料具有以下独特优点: ①工艺温度低(580~900 °C); ②工艺时间短(3~10 min); ③无扩散; ④晶粒小(粒径 50~150 nm); ⑤抗腐蚀特性强^[5,6]。

热压热变形法(Hot-press & Hot-deformation)由 R. W. Lee 等人于 1985 年首次提出的, 过程主要分为两个阶段: 热压(Hot-press)和热变形(Die-upset)^[7,8]。热压阶段将 Nd-Fe-B 粉末压成高密度、各向同性坯块。热变形阶段将 Nd-Fe-B 等轴晶转变为片状晶, 片状晶的堆垛方式为垂直压缩方向, c 轴(易磁化轴)沿着压力方向排布, 形成各向异性磁体, 从而大幅度提高磁体的磁性能^[9,10]。

国外对热压热变形磁体磁性能的研究已经有了相当多的报道^[11~14], 但是国内的相关研究工作较少。我们系统研究了热压热变形磁体的制备方法, 并讨论了不同工艺参数对热变形磁体磁性能的影响。

将在钮扣式电弧炉中熔炼得到的名义成分为 $\text{Nd}_{13.5}(\text{Fe}_{0.975}\text{Co}_{0.025})_{80}\text{Ga}_{0.5}\text{B}_6$ 母合金制备成快淬薄带, 快淬速度为 20~40 m/s, 然后将薄带粗破碎成快淬粉, 粒度大约为 500 μm , 最后将快淬粉装入模具中。在室温、压力为 4 MPa 条件下压实, 并放入热压机感应线圈的中央, 如图 1 所示。在真空的气氛下, 于 580~700 °C 进行感应加热, 并保温 10~60 s。然后在 50~100 MPa 的压力下进行热压得到热压坯块。随后再将热压磁体在氩气气氛下于 750~900 °C, 压力为 100~200 MPa 下进行热变形, 得到最终磁体。

利用 Hitachi S4800 型扫描电镜对试验合金的断口组织形貌进行观察; 采用 Lakeshore 7410 型振动样品磁强计检测试验合金的磁性能; 通过 XRD 以及 PPMS(Quantum)测量试验合金的取向度。

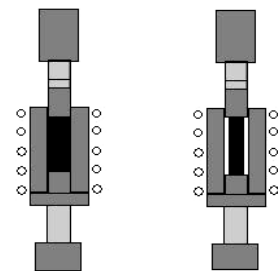


图 1 热压热变形过程示意图

Fig.1 Sketch maps of the hot-pressed and die-upset progress

1 实验方法

收稿日期: 2008-02-02

作者简介: 易鹏鹏, 男, 1983 年生, 硕士生, 中国科学院宁波材料技术与工程研究所, 浙江 宁波 315201, 电话: 0574-86685145, E-mail: ypp@nimte.ac.cn

2 结果与讨论

2.1 断口微观形貌

图 2a 为热压坯块的 SEM 断口照片, 图 2b 为热变形磁体的 SEM 断口照片。

从图 2 中可以看出, 热压毛坯晶粒大小基本一致, 在 50 nm 左右, 并呈现出高致密度, 密度接近 7.6 g/cm³。热变形后样品的晶粒已经由热压坯块的等轴晶转变为片状晶。片状晶的长度大约在 100~150 nm 左右, 厚度在 50 nm 左右。片状晶的堆垛方式为垂直压缩方向, 易磁化轴沿着压力方向分布。

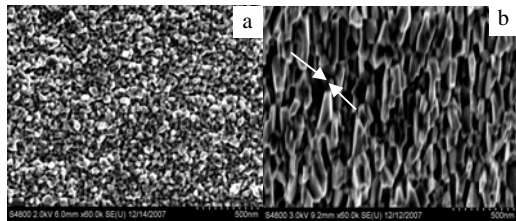


图 2 磁体断口 SEM 照片

Fig.2 Fractograph of hot-pressed and die-upset magnets: (a) hot-pressed and (b) die-upset(White arrows represent the direction of pressure)

2.2 热变形磁体的磁性能

采用 VSM, 测试了不同热压温度相同热变形过程制备磁体的磁性能, 如图 3 所示, 磁性能如表 1 所示。

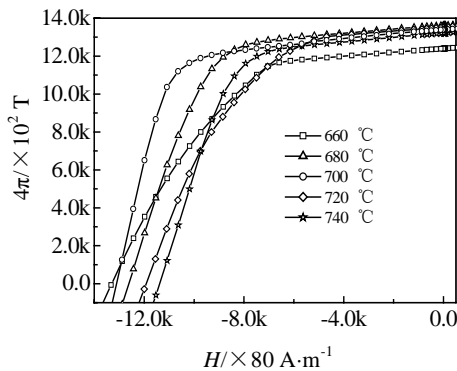


图 3 热变形样品的退磁曲线

Fig.3 Demagnetization curves for die-upset samples

表 1 不同热压温度相同热变形过程磁体的磁性能

Table 1 Comparison of magnetic properties of the die-upset magnets by hot-pressing at different temperatures

T/	B _r /×10 ⁻¹ T	H _{cj} /×8×10 ⁴ A·m ⁻¹	BH _m /×8×10 ³ T·(A/m)	K
660	12.25	13.3	35.5	0.93
680	13.52	12.6	43.27	0.93
700	13.62	11.92	42.9	0.96
720	13.27	11.38	40.23	0.94
740	13.39	13.11	41.18	0.95

从图 3 和表 1 中可以看出, 在热压温度为 680 °C 制备的磁体, 再经过热变形后, 其磁能积 BH_m 达到 3.4616 T·(A/m), 剩磁 Br 1.352 T, 矫顽力 H_{cj} 为 1×10⁶ A/m。热压阶段温度过低, 晶界稀土相未达到塑性变形的温度, 以至于磁体没有充分的变形; 而热压阶段温度过高, 超过了富钕相熔化温度, 磁体在变形过程中形成了一些杂相, 主相成分 Nd₂Fe₁₄B 体积分数减少, 使得磁体的磁性能有所降低。

2.3 热变形磁体的取向度

图 4 为热变形磁体垂直取向方向的 XRD 花样。从图 4 可以看出, 在 700 °C 以下, 磁体的 (006) 峰均比 (105) 峰低, 说明晶体生长方向主要沿着 (105) 方向生长, 织构不理想。当温度高于 700 °C, 磁体的 (006) 峰均比 (105) 峰高, 说明晶体生长方向主要沿着 (006) 方向生长, 但是伴随着一些杂相生成。

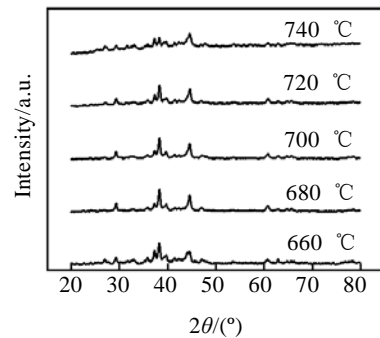


图 4 不同热压温度相同热变形过程磁体的 XRD 花样

Fig.4 XRD patterns of the die-upset magnets by hot-pressing at different temperatures

为进一步定量考证热变形磁体的取向, 采用 PPMS 测试了热压温度为 680 °C 的热变形磁体在平行和垂直取向方向的退磁曲线, 如图 5 所示。

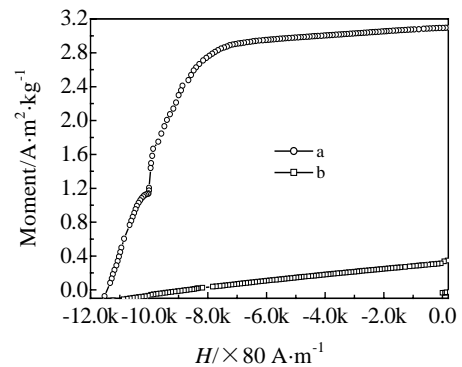


图 5 热压温度为 680 °C 的热变形磁体的退磁曲线

Fig.5 Demagnetization curves for die-upset magnet by hot-pressing at 680 °C : (a) parallel and (b) normal to c axis

从图 5 可知, 磁体呈现出明显的各向异性, 取向度为:

$$\frac{B_{r//} - B_{r\perp}}{B_{r//}} = 0.897$$

与 XRD 测试的结果基本一致。

3 结 论

利用热压热变形方法成功制备了 BH_m 在约 3.44×10^5 T·(A/m), Br 1.352 T, H_{cj} 为 1×10^6 A/m 的钕铁硼磁体。通过先进的材料表征手段对磁体的微观结构、磁性能以及取向度进行了分析。

参考文献 References

- [1] Zhou Shouzeng(周寿增), Dong Qingfei(董清飞). *Super Permanent Magnets RE-Iron Based Permanent Materials*(超强永磁体—稀土铁系永磁材料)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2004
- [2] Xie Zhenglin(解振林), Tian Wei(田 薇), Chen Liansheng(陈连生). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2003, 32(4): 264
- [3] Yutaka Matsuura. *Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2006, 303: 344
- [4] Saito T, Fujita M, Kuji T *et al. Appl Phys*[J], 1998, 83(11): 6390
- [5] Raja K. *Appl Phys*[J], 1987, 62(3): 967
- [6] Kirchnery A, Grünbergery W, Gutfleischz O *et al. Appl Phys*[J], 1998, 31: 1660
- [7] Lee R W, Brewer E G, Schaffel N A. *IEEE Trans Magn Mag*[J], 1985, 21(5): 1958
- [8] Lee R W. *Appl Phys Lett*[J], 1985, 46(8): 790
- [9] Yong Zhang, Alexander M Gabay, George C. *IEEE Transaction on Magnetics*[J], 2005, 41(10): 3883
- [10] Guruswamy S, Wang Y R, Panchanathan V. *Appl Phys*[J], 1998, 83(11): 6393
- [11] Crew D C, Lewis L H, Welch D O *et al. Appl Phys*[J], 2000, 87(9): 6570
- [12] Lee D, Hilton J S, Liu S *et al. IEEE Transactions on Magnetics*[J], 2003, 39(5): 2947
- [13] Gabay A M, Zhang Y, Hadjipanayis G C. *Appl Phys Lett*[J], 2004, 85(3): 446
- [14] Yong Zhang, Alexander M Gabay, George C. *IEEE Transaction on Magnetics*[J], 2005, 41(10): 3883

Effect of Hot-Pressed Progress on the Magnetic Properties of Die-Upset Nd-Fe-B Magnets

Yi Pengpeng¹, Lin Min¹, Wang Huijie², Yan Aru¹, Li Dong¹

(1. Ningbo Institute of Material Technology & Engineering, Chinese Academy of Science, Ningbo 315201, China)

(2. Division of Functional Materials, Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

Abstract: An introduced an effectively method for preparing Nd-Fe-B rare-earth permanent magnets by overquenched powders with high density, high magnetic properties and anisotropy, which is called Hot-press and Die-upset. The magnets with BH_m about 3.44×10^5 T·(A/m), Br about 1.352 T, and H_{cj} about 1×10^6 A/m were prepared successfully. The orientation, anisotropy and magnetic properties of the magnets were studied by XRD, VSM, PPMS and SEM, and also, we discussed the effect of technical parameters on the magnetic properties.

Key words: hot-press and die-upset; Nd-Fe-B; anisotropy; orientation

Biography: Yi Pengpeng, Candidate for Master, Ningbo Institute of Material Technology & Engineering, Chinese Academy of Science, Ningbo 315201, P. R. China, Tel: 0086-574-86685145, E-mail: ypp@nimte.ac.cn