第 16 卷 第 3 期 复 合 材 料 学 报 Vol 16 No. 3
1999 年 8 月 ACTA MATERIAE COMPOSITAE SINICA August 1999

高性能的尼龙 1010 粘结 NdFeB 永磁材料的制备

刘 颖 涂铭旌
(四川联合大学金属材料系, 成都 610065)

摘 要 研究热塑性树脂尼龙 1010 作粘结剂制备高密度粘结 NdFeB 永磁材料的工艺及其对粘结永磁性能的影响。结果表明: 快淬 NdFeB 磁粉的表面状态、混炼工艺及热压成型温度、压力及时间明显影响着尼龙 1010 粘结 NdFeB 永磁的性能。只有经抗氧化处理的快淬 NdFeB 永磁粉, 在双辊混炼机上, 当尼龙 1010 处于半熔融状态时, 在适当短的时间混合均匀后, 才可热压制成高密度的粘结 NdFeB 永磁材料。

关键词 粘结 NdFeB, 热压成型, 尼龙 1010, 磁性能
中图分类号 TM 273

塑料粘结 NdFeB 永磁材料是近年发展起来的一种新型永磁复合材料, 由粘结剂与 NdFeB 永磁粉末复合而成。常用的高分子粘结剂主要有两类: 一类是热固性塑料, 如环氧树脂, 由它与 NdFeB 磁粉复合并采用冷压热固工艺制备粘结 NdFeB 磁体, 其密度较高, 一般可达 5.8～6.35 g/cm^3, 另一类是热塑性塑料, 如尼龙 6, 尼龙 12 等, 由它与 NdFeB 磁粉复合并用注射法成型工艺制备粘结 NdFeB 磁体, 其密度一般较低(大约 5.0 g/cm^3)[1,2]。随着粘结 NdFeB 永磁材料应用范围的扩大, 在一些特殊环境下, 需要高性能长径比较大的圆筒形和瓦形磁体, 若采用热固性塑料粘结 NdFeB 永磁材料, 磁性能虽然能满足使用要求, 但密度和磁性能不均匀, 易脆裂, 韧性差; 而采用注射法制备的尼龙 1010 粘结 NdFeB, 虽然密度和磁性能均匀, 不会出现脆裂现象, 但密度和磁性能却较低, 不能满足实际使用需要。因此为解决这一实际的工程问题, 本文研究了制备高密度的尼龙 1010 粘结 NdFeB 永磁的热压成型工艺过程及其对磁性能的影响。

1 实 验

1.1 实验用原材料

快淬 NdFeB 永磁粉采用美国 GM 公司生产的 MQP-B 磁粉, 热塑性塑料为尼龙 1010, 偶联剂为 KH 550, 以及其它用于防氧化处理的化学试剂。

1.2 实验方法

1.2.1 快淬 NdFeB 永磁粉的表面抗氧化处理

将快淬 NdFeB 永磁粉在适当含铬的化学组成的水溶液中经适当工艺处理一定时间, 水洗、烘干、使其表面形成一薄层致密的 Cr_2O_3 膜, 随后将该粉放入含适量 KH 550 硅烷的丙酮

收修改稿、初稿日期: 1998-04-13, 1997-12-25

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

溶液中浸泡 1h, 并烘干以得具有抗氧化层的快淬NdFeB 永磁粉。

1.2.2 尼龙 1010 粘结NdFeB 的混炼

在经过改装后的双辊炼塑机上混炼尼龙 1010, 使尼龙 1010 完全包覆辊筒后, 将NdFeB 磁粉均匀地撒布在辊筒上, 并直至磁粉和尼龙混炼均匀。NdFeB 永磁粉和尼龙 1010 的重量比为 97∶3。

1.2.3 尼龙 1010 粘结NdFeB 永磁体的热压成型

将上述混炼后的尼龙 1010/NdFeB 混合物经过适当粉碎后装入模具内, 在平板硫化压机上, 在不同温度时间下热压成 φ10×10 试样。

1.2.4 磁性能测试

测定上述粘结NdFeB 永磁体试样的表观密度和磁性能, 所采用的磁性能测量设备为国产的DYG-2 型多功能永磁测量仪。

1.2.5 FE-SEM 分析

采用场离子扫描电镜(FE-SEM)观察尼龙 1010 与快淬NdFeB 磁粉混炼后快淬NdFeB 磁粉的包覆状况。

2 结果与讨论

2.1 磁粉表面处理对热压成型的粘结 NdFeB 磁体性能影响

表 1 给出了经表面抗氧化处理和未表面处理的快淬NdFeB 磁粉在相同的混炼工艺和热压工艺条件下制备的尼龙 1010 粘结NdFeB 永磁体的磁性能, 剩磁 B_r, 矫顽力 H_{cb}, 内禀矫顽力 H_{cj}, 最大磁能积 $(BH)_m$。由此知, 快淬NdFeB 磁粉的表面抗氧化处理对热压成型的尼龙 1010 粘结NdFeB 永磁体的磁性能有显著的影响, 只有经过表面抗氧化处理的快淬NdFeB 磁粉才可制备出高性能的热塑性塑料粘结NdFeB 永磁体。这主要是因为未经过任何表面抗氧化处理的磁粉, 在混炼和热压成型过程中, 特别是混炼过程中, 由于温度高(190～230 ℃), 直接暴露在热空气中的快淬NdFeB 很容易被氧化, 而经抗氧化处理的快淬NdFeB 磁粉由于表面有一层保护薄膜, 在相同的混炼温度下其热氧化将明显较弱。

表 1 磁粉的表面状态对尼龙 1010 粘结 NdFeB 磁体性能影响*

Table 1 The effect of the surface state of magnetic powder on the magnetic properties of nylon-1010 bonded NdFeB magnet

磁粉状态 magnetic powder states	B_r/Gs	H_{cj}/Oe	H_{cb}/Oe	$(BH)_m$/MGOe	ρ/g·cm^{-3}
未处理 not treatment	4500	6850	4100	6.2	5.95
表面抗氧化处理 the surface treatment	6470	9901	5350	9.1	5.96

* 注: 热压温度 180 ℃, 压力 500MPa, 时间 2min

2.2 混炼工艺对热压成型粘结 NdFeB 永磁体性能影响

表 2 给出了混炼工艺过程对经过相同的防氧化处理的快淬NdFeB 磁粉在相同热压成型条件下制备的尼龙 1010 粘结NdFeB 永磁的性能影响。由此知, 混炼过程对热压成型粘结NdFeB 永磁体的磁性能有重要影响。只有当热塑性塑料尼龙 1010 处于半熔融状态, 并经过短时间均匀混炼, 才能制备出高性能的粘结NdFeB 磁体。因为当尼龙 1010 只有少量熔化时, 磁粉

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

和树脂不易混炼均匀(见图 1a), 要实现均匀混炼所需的时间就很长, 结果快淬NdFeB 磁粉长

表 2　混炼工艺对粘结 NdFeB 磁体性能影响*

Table 2　The effect of mixing process on the magnetic properties of bonded NdFeB magnet

混炼温度 /℃ the mixing temperature	混炼均匀所需时间 the mixing time	B_r/Gs	H_{cb}/Oe	H_{cj}/Oe	$(BH)_m$/MGOe	ρ/g·cm^{-3}
T≈ 205	10～15 min	5500	5010	8100	8.0	5.98
T≈ 210	2～2.5 min	6450	5350	9950	9.1	6.0
T≥ 215	5～6 min	5700	5030	8250	8.1	6.01

* 注: 热压温度 180℃, 压力 500MPa, 时间 2 min

www.cnki.net

(a)　　(b)

图 1　混炼后尼龙 1010 包覆快淬NdFeB 的 FE-SEM 形貌

Fig. 1　The FE-SEM appearance of rapidly quenching NdFeB coated by nylon-1010 after mixing process

时间暴露在热空气中, 此时氧化就会比较严重, 结果粘结NdFeB 磁体的磁性能就较差; 当尼龙 1010 处于半熔融状态时, 快淬NdFeB 磁粉与树脂在混炼过程, 在两辊的反复挤压和剪切的作用, 使磁粉很容易被树脂包覆(见图 1b), 因而混炼均匀的时间较短, 当然NdFeB 磁粉的氧化损伤就较小, 粘结NdFeB 磁体的性能就较高; 当尼龙处于接近完全熔化状态, 此时NdFeB 磁粉虽然容易与尼龙 1010 混炼, 但由于混炼过程中, 反复挤压和剪切作用产生巨大的摩擦力, 会使局部温度过高, 甚至导致尼龙 1010 的分解, 结果反而不易使NdFeB 磁粉与树脂混和均匀(见图 1c), 结果部分NdFeB 磁粉会不被树脂包覆而氧化, 从而导致磁体性能下降。

(c)

图 1　混炼后尼龙 1010 包覆快淬NdFeB 的 FE-SEM 形貌

Fig. 1　The FE-SEM appearance of rapidly quenching NdFeB coated by nylon-1010 after mixing process

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

2.3 热压工艺对尼龙 1010 粘结 NdFeB 永磁性能的影响

表 3 给出了热压工艺条件对尼龙 1010 粘结 NdFeB 永磁性能影响。由此知,热压成型温度、压力及保温时间均对粘结 NdFeB 永磁体的磁性能有影响,特别是成型温度和压力的影响较保温时间显著些。这主要是作为热塑性树脂尼龙必须到达一定的温度才能产生较大的塑性流动,并且压力越大越明显,从而有利于粘结 NdFeB 磁性能和密度的提高,使其磁性能增大。另外热压粘结 NdFeB 永磁体在足够高的成型温度和压力,保温时间较短,其磁性能较好一些。这主要是由于高温下保温时间越长,NdFeB 颗粒会由于树脂包覆不完全导致氧化损伤而降低磁性能。

表 3 热压成型工艺对粘结 NdFeB 永磁性能影响

Table 3 The effect of the hot press process on the permanent magnetic properties of bonded NdFeB magnet

成型压力 molding stress/MPa	T/℃	t/min	B_r/Gs	H_{cb}/Oe	H_{cj}/Oe	$(BH)_m$/MGOe	ρ/g·cm^{-3}
500	170	3	6400	5291	9910	8.05	5.90
500	185	3	6527	5351	9905	9.3	6.01
500	185	1	6520	5350	9925	9.2	6.0
500	195	1	6530	5370	9910	9.3	6.02
300	185	1	6462	5310	9930	8.7	5.95

3 结 论

(1) 快淬 NdFeB 磁粉表面状态显著影响着热压成型的热塑性塑料粘结 NdFeB 磁体的磁性能,只有经过表面抗氧化处理的快淬 NdFeB 永磁粉才可制备出高性能的热塑性塑料粘结 NdFeB 永磁材料。

(2) 混炼工艺明显地影响着热压成型的尼龙 1010 粘结 NdFeB 永磁的磁性能,只有在尼龙 1010 处于半熔融状态时,NdFeB 磁粉与尼龙 1010 经较短时间混炼,才能制备出高性能的粘结 NdFeB 磁体。

(3) 热压温度和压力比保温时间对尼龙 1010 粘结 NdFeB 磁性能的影响大,只有热压温度和成型压力及保温时间合理匹配才可获得高性能的粘结 NdFeB 永磁。

参 考 文 献

1 刘 颖, 涂铭旌 塑料粘结钕铁硼永磁的研究进展 材料导报, 1994, 6

2 罗 阳 钕铁硼的今天和明天 北京: 机电部磁性材料与器件情报网出版, 1990

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

MANUFACTURING OF THERMAL PLASTIC BONDED NdFeB PERMANENT MAGNET WITH HIGH MAGNETIC PROPERTIES

Liu Ying　　Tu Mingjing
(Dept. of Metal Material, Sichuan Union University, Chengdu 610065)

Abstract　The manufacturing process of the high density bonded NdFeB permanent magnet which consists of nylon-1010 and rapidly quenching NdFeB powder has been studied, and its effects on the magnetic properties of bonded NdFeB magnet have also been investigated. The results show that the surface state of rapidly quenching NdFeB powder, the mixing process, in which NdFeB powder and nylon-1010 are mixed uniformly, and the hot press process of bonded NdFeB magnet affect obviously the magnet properties of the nylon-1010 bonded NdFeB permanent magnet. The magnetic properties of bonded NdFeB magnet with NdFeB powder, which is treated to have higher oxidation resistance are much higher than those with non-treated NdFeB powder. Only in a mixing process of NdFeB powder and nylon-1010 on the double-axes mixing machine when nylon-1010 is in a half-melting state and the mixing time is shorter, can the permanent magnetic properties of bonded NdFeB can higher. The hot pressing temperature and pressure affect more obviously on the magnetic properties than the pressing time does.

Key words　bonded NdFeB, hot press, thermoplastic, magnetic properties

第三届中日复合材料交流会

第三届中日复合材料交流会, 经双方研究确定 1999 年 11 月 1～6 日在杭州举行。中、日双方的征文工作已经展开, 据联系, 日方将有 25～30 位参加会议, 新老会长、新老国际交流负责人均在其中。

第二届中日复合材料交流会的日方参加人数为 15 人, 会议概况在《复合材料学报》1999 年第 2 期第 14 页刊登日方组织委员谷本敏夫教授的回顾中有较详细的报道(其中的"航天工业第 623 所"应为"第 43 研究所")。

第三届中日复合材料交流会的中方参会规模与日方基本相同, 参会论文将从《复合材料学报》已录用的最新论文中选取, 也可是新投稿的会议论文, 参会报名截止日期为 1999 年 9 月 10 日, 具体事宜请与中方组织委员申从祥教授联系, 地址同学报。

第四届中日复合材料交流会有可能在日本的筑波举行, 具体事宜将在第三届会后逐步落实。

《复合材料学报》编委会换届

学报编委会已于今年 6 月初在泰安举行的中国复合材料学会会员代表大会上换届, 上届编委会副主任、编辑部主任申从祥编审已于去年年底退休, 换届后不再担任编委会和编辑部的工作。

新编委会的组成将在全面协调后公布。

·编辑部·

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net