



# 雾化 NdFeB 合金粉末的组织结构与磁性能

李清泉\* 徐清洲 麻润海 欧阳通 田筱淑

(中国科学院力学研究所, 北京 100080)

**摘要** 用 8MPa 的 Ar 气雾化制取 NdFeB 合金粉末, 光学金相观察和 X 射线衍射分析表明, 粉末主要由  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相组成。粉末具有一定的矫顽力, 回火处理后矫顽力明显提高。不同粒度的粉末矫顽力存在差异, 粉末越细其矫顽力越高。粉末初始磁化曲线与烧结 NdFeB 磁体相似。

**主题词** 气体雾化制粉 合金粉 磁学性能 显微组织

现在, 粘结 NdFeB 磁体正高速地发展着。用以粘结的磁粉有快淬(MQ)粉和氢处理(HDD)粉, 快淬粉的制取工艺为合金熔化-快淬-破碎-晶化<sup>[1]</sup>, 氢处理粉的制取工艺为合金熔化-铸锭-吸氢-歧化-脱氢-破碎<sup>[2]</sup>, 这两种粉末的单个颗粒都有良好的磁性能。气体雾化法制取金属粉末是大家所熟悉的制粉工艺, 它的特点是用高压气体直接将金属液粉碎成粉末, 工艺简单, 可以连续大规模生产。如果能用气体雾化法制取磁性能优良的 NdFeB 合金粉末, 并用以制造各向同性粘结磁体, 那么, 其市场前景将极其广阔。本文将介绍这方面的初步工作, 主要说明雾化态粉末的形貌、相结构与磁性能。

## 1 实验方法

合金成分为  $\text{Nd}_{16.5}\text{Fe}_{75.0}\text{Al}_{1.0}\text{B}_{7.5}$  和  $\text{Nd}_{14.5}\text{Dy}_{1.0}\text{Fe}_{73.8}\text{Co}_{2.2}\text{Al}_{1.0}\text{B}_{7.5}$ , 氩气下用中频感应炉将原料熔炼成预合金锭, 然后重熔制粉, 雾化介质为氩气, 其纯度大于 99.99%。雾化参数为: 预抽真空  $\sim 1 \times 10^{-2}$  Pa, 合金熔液温度 1500℃, 氩气压强 8MPa。扫描电镜观察粉末

颗粒形貌, 光学显微镜观察金相组织, X-ray 分析相结构和相组成。9500VSM 型振动样品磁强计测量粉末的磁性能, 最大的外加磁场强度为 1592kA/m。

## 2 实验结果

图 1 为 -325 目粉末的扫描电镜照片, 粉末颗粒为表面光滑的圆球, 在雾化过程中合金液滴没有氧化, 在表面张力的作用下收缩成球。图 2 为 NdFeAlB 合金粉末的粒度分布情况, 粒度分布比较集中, 80% 的粉末粒径位于 40~100μm 之间, 粉末的平均粒径约 68μm, NdDyFeCoAlB 合金粉末的粒度分布情况与之相似。图 3 是粉末的 X-ray 衍射图, 由标定可知为四方结构  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相的衍射峰, 晶格参数  $a=0.8741\text{nm}$ ,  $c=1.2162\text{nm}$ , 未观察到其它相的衍射峰。图 4 是粉末截面的光学显微照片, 粉末主要由  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相的枝状晶组成, 枝晶间距为 4~6μm,  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相晶粒间存在一些晶界相, 这种组织与铸造 Nd-FeB 合金的金相组织相似。

图 5 是由振动样品磁强计测得的粉末

\* 李清泉, 副研究员, 主要从事粘结磁体用 NdFeB 合金粉末的研究工作

收稿日期: 1994. 1. 26

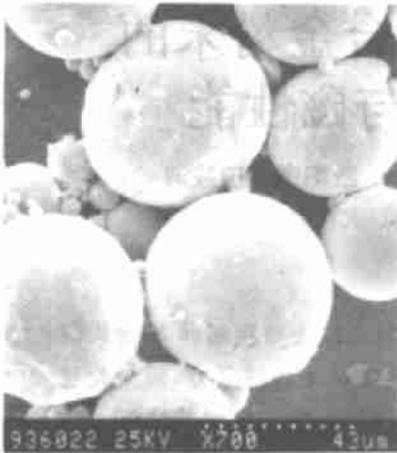


图 1 粉末扫描电镜照片

Fig. 1 SEM of the Nd-Fe-B alloy powder

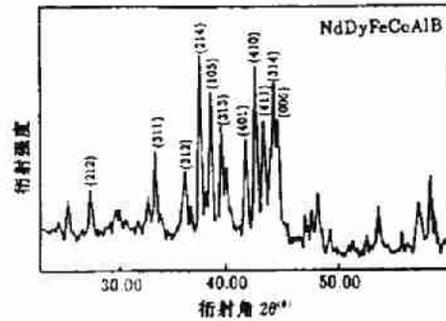


图 3 粉末 X-ray 物相分析

Fig. 3 X-ray diffraction pattern obtained from the atomized Nd-Fe-B alloy powders

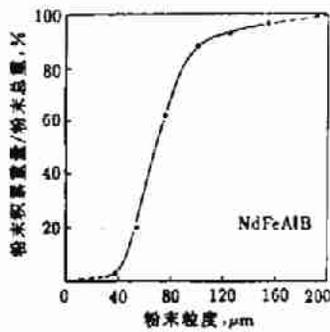


图 2 粉末粒度分布情况

Fig. 2 Cumulative weight fraction as function of particle diameter

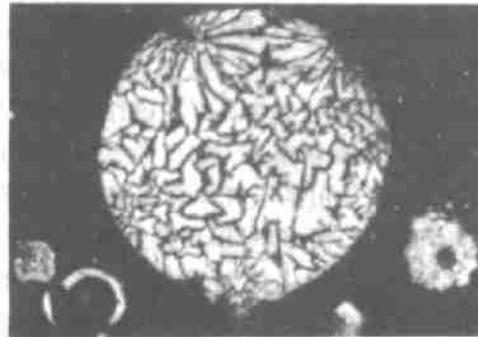


图 4 粉末截面光学金相照片

Fig. 4 Cross-sectional microstructure of one atomized Nd-Fe-B alloy powder particle

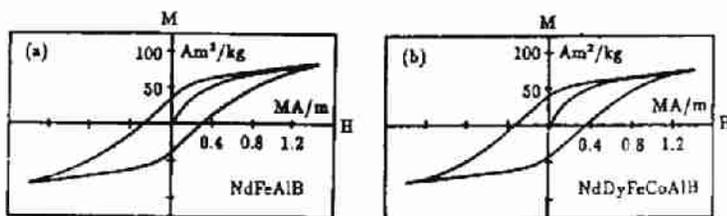


图 5 粉末初始磁化曲线与磁滞回线

Fig. 5 Initial magnetization curves and hysteresis loops for the as-atomized Nd-Fe-B alloy powders

的初始磁化曲线和磁滞回线,粉末未经筛分。初始磁化时粉末的磁化强度随外加磁场迅速增加,NdFeAlB 和 NdDyFeCoAlB 合金粉末的矫顽力分别为 295.2kA/m 和 367.0kA/m,比较低,但显著高于铸锭破碎 NdFeB 合金粉末的矫顽力,其它磁性能剩磁和饱和磁化强度也比较低,这可能是由于粉末中含有一些介

稳相或非晶相减小了粉末的饱和磁矩。与 Masami Yamamoto<sup>(3)</sup>雾化三元 NdFeB 合金粉末的矫顽力相比,由于合金元素 Dy、Al 的加入,粉末的矫顽力提高了。图 6 是筛分后各个粒度范围的合金粉末与矫顽力的关系,粉末的矫顽力强烈的依赖于颗粒的大小,亦即粉末颗粒的凝固速率,粉末越细,矫顽力越高。

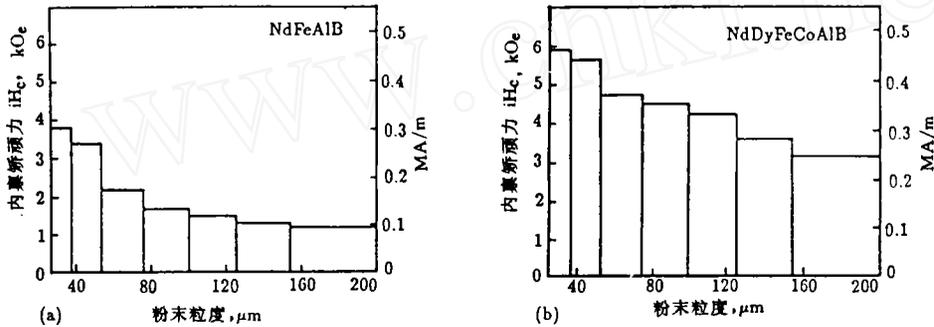


图 6 矫顽力与粉末粒度的关系

Fig. 6  $iH_c$  of the as-atomized Nd-Fe-B alloy powder

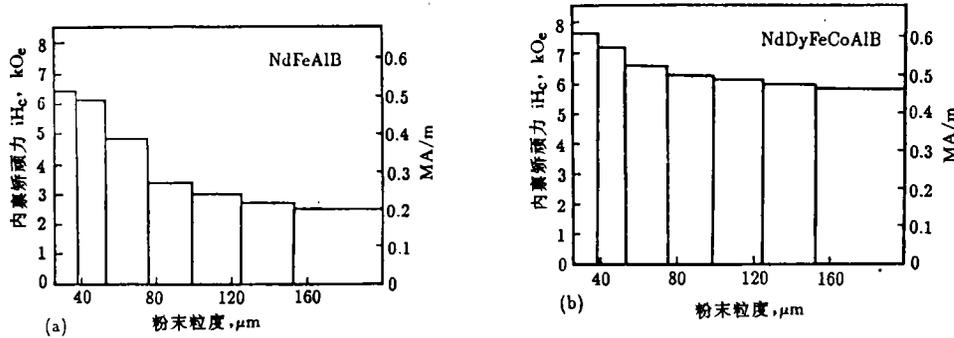


图 7 回火处理(973K×1h)后矫顽力与粉末粒度的关系

Fig. 7  $iH_c$  of the atomized Nd-Fe-B alloy powder after annealing at 973K (1h)

图 7 是经回火处理后各个粒度范围的合金粉末与矫顽力的关系,回火处理制度为 973K×1h。与图 6 雾化态粉末的矫顽力相比,各个粒度范围合金粉末的矫顽力都得到改善,但细粉矫顽力高的这种趋势依然存在,由此可见,为了得到有实际应用价值的粉末,除进行恰当的回火处理外,进一步细化组织是十分必要的。表 1 为回火前后合金粉末的饱和磁矩

表 1 回火(973K×1h)前后合金粉末的饱和磁矩

$M_s(Am^2/kg)$ 与剩磁矩  $M_r(Am^2/kg)$   
Table 1 Saturation magnetic moment  $M_s(Am^2/kg)$  and remanence magnetic moment  $M_r(Am^2/kg)$  in as-atomized and annealed state

合金	雾化态		回火态	
	$M_s$	$M_r$	$M_s$	$M_r$
NdFeAlB	78.54	28.32	78.84	39.01
NdDyFeCoAlB	69.25	34.34	71.98	38.16

$M_s$  与剩磁矩  $M_r$ , 粉末未经筛分, 回火处理后两者都获得不同程度的提高, 相对而言  $M_r$  提高程度要大一些。NdFeAlB 合金粉末的  $M_s$  比 NdDyFeCoAlB 合金粉末高是由于 NdFeAlB 合金中磁性原子 Fe 含量高, NdDyFeCoAlB 合金含有与 Fe 原子反磁交互作用的 Dy 原子, 而雾化态 NdDyFeCoAlB 合金粉末的  $M_r$  高可能与其矫顽力较高相联系。

### 3 讨论

NdFeB 磁体的矫顽力除取决于  $Nd_2Fe_{14}B$  相的磁晶各向异性场强度外, 与合金的微观组织结构有着密切的关系。NdFeB 磁体的矫顽力机制很复杂, 目前还未彻底弄清楚, 普遍认为存在畴壁钉扎与反磁化畴形核两种机制, 快淬磁体为畴壁钉扎机制, 烧结磁体为反磁化畴形核机制。快淬 NdFeB 磁体由  $Nd_2Fe_{14}B$  和富 Nd 相组成 20~80nm 的  $Nd_2Fe_{14}B$  相胞状晶粒被 ~3nm 的富 Nd 相包围<sup>[4]</sup>, 由于  $Nd_2Fe_{14}B$  相的晶粒尺寸小于单畴粒子的临界尺寸 (150~300nm)<sup>[5]</sup>, 在热退磁状态  $Nd_2Fe_{14}B$  相晶粒内不存在磁畴壁, 畴壁存在于晶界上的富 Nd 相处, 并为富 Nd 相所钉扎, 快淬 NdFeB 磁体的初始磁化曲线为“S”型。烧结 NdFeB 磁体的结构比较复杂, 一般含有  $Nd_2Fe_{14}B$ 、Nd-rich、NdI +  $\epsilon$ Fe<sub>2</sub>B<sub>4</sub> 和氧化物四种相<sup>[6]</sup>,  $Nd_2Fe_{14}B$  相的晶粒大小约为 10 $\mu$ m, 在热退磁状态其晶粒内存在可以自由移动的畴壁, 初始磁化时磁化强度随外加磁场迅速增加, 在 5kOe 的外场下几乎可达到饱和, 但是要使磁体发展出高矫顽力, 必须使其饱和磁化, 不再存在反磁化残余, 要使

磁体反磁化, 必须首先形成反磁化核。对于雾化 NdFeB 合金粉末,  $Nd_2Fe_{14}B$  相的晶粒尺寸为 4~6 $\mu$ m, 在热退磁状态  $Nd_2Fe_{14}B$  相晶粒内必须存在畴壁, 粉末的初始磁化曲线与烧结 NdFeB 磁体相似, 因此, 雾化 NdFeB 合金粉末的矫顽力机制可能与反磁化畴形核机制相近。

烧结 NdFeB 磁体必须进行烧结后的回火处理才能发展出高的矫顽力, 回火处理后烧结样品中  $Nd_2Fe_{14}B$  晶界的非平衡组织转化为平衡共晶组织, 使  $Nd_2Fe_{14}B$  相晶界区域硬磁化, 导致样品矫顽力的提高<sup>[7]</sup>。雾化 NdFeB 合金粉末的矫顽力还是比较低的, 这可能与不良的  $Nd_2Fe_{14}B$  相晶界的状况有关, 此外, 金属液雾化过程是一种快速凝固过程, 粉末中可能还含有一些介稳相、甚至非晶相<sup>[3]</sup>, 通过后续的回火处理, 调整晶界相结构, 有助于改善粉末的磁性能。初步结果表明进行回火处理后粉末的矫顽力、剩磁、饱和磁化强度都得到明显提高。

### 4 结论

(1) 雾化 NdFeB 合金粉末主要由四方相  $Nd_2Fe_{14}B$  所组成, 晶粒大小为 4~6 $\mu$ m, 其组织与铸造 NdFeB 合金相似。

(2) 不同粒度范围的雾化 NdFeB 合金粉末的矫顽力存在差别, 粉末越细, 其矫顽力越高。

(3) 回火处理后合金粉末的矫顽力、剩磁、饱和磁化强度都得以改善。

(4) 与铸锭破碎 NdFeB 合金粉末不同, 雾化 NdFeB 合金粉末有比较高的矫顽力, 可能成为一种新的粘结磁体用的原始粉末。

### 5 参考文献

- 1 Patent U S No. 4983231
- 2 U S Patent No. 4981532
- 3 Masami Yamamoto etc. Metall Trans, A, 1989, 20A. 5.
- 4 Pinkerton F E. Met Res Soc symp Proc, 1987, (96):65.
- 5 Livingston J D. J Appl phys, 1985, (57):4137.
- 6 Paja k Mishra etc. J Appl Phys, 1986, (59):2244.
- 7 周寿增等. 金属学报, 1990, (26):B290.

## MICROSTRUCTURE AND HARD MAGNETIC PROPERTIES OF ATOMIZED Nd-Fe-B ALLOY POWDER

Li Qingquan, Xu Qingzhou, Ma Runhai, Ouyang Tong, Tian Xiaosu

(Institute of Mechanics, Chinese Academy of Science, Beijing 100080)

**Abstract** Two alloys were atomized by 8.0MPa Argon gas. Optical microstructure observation and X-ray diffraction analysis authenticated that the obtained powder is mainly composed of a tetragonal  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  phase. The  $iH_c$  value of the powder is relatively higher compared with that of the powder from pulverizing as-cast Nd-Fe-B alloy bulk, and gives rises after annealing at 973K for an hour, The  $iH_c$  value varies with the rang of particle diameter, the more flner the powder particles are, the more higher the  $iH_c$  value is. The initial magnetization behavior of the powder is analogous to that of conventional as-cast magnets.

**Key words** gas atomized powder magnetic property alloyed powder

· 简讯 ·

### 1994 年全国粉末冶金学术会议在长沙召开

中国有色金属学会粉末冶金及金属陶瓷学术委员会、中国机械工程学会粉末冶金分会,以及中国金属学会粉末冶金学会,于 1994 年 11 月 7 日至 12 日在湖南长沙共同举办了 1994 年全国粉末冶金学术会议。参加本次会议的有 91 个单位共 170 名代表。会议共收到征文 150 篇并全部收入论文集,已在会前出版发行。

11 月 8 日上午会议正式开幕。大会由中国有色金属学会粉末冶金及金属陶瓷学术委员会副主任委员吕海波主持,主任委员、中南工业大学副校长黄伯云致开幕词。随后,有 4 篇论文在大会进行交流。8 日下午及 9 日,会议分组(“汽车工业粉末冶金零件”和“硬质合金及其它材料”两个大组)进行交流。两组的交流和讨论分别由中国机械工程学会粉末冶金分会秘书长李祖德和中国金属学会粉末冶金学会副秘书长曹勇家主持。

大会发言由参加'94 国际粉末冶金学术会议及第 13 届国际普兰西会议的代表介绍现代粉末冶金材料和技术的发展情况,以及难熔金属和硬质合金材料的进展,另外两位代表则重点介绍了国内外硬质合金工业及我国汽车工业用粉末冶金结构零件的现状与发展。在分组交流和讨论中,代表们各自介绍了本单位在社会主义市场经济大潮中以市场为导向更新设备,狠抓产品质量,开发新品,扩大生产的经验。代表们一致认为,当前我国汽车工业迅猛发展的形势为我国粉末冶金工业的发展提供了千载难逢的机会,粉末冶金行业应紧紧抓住这一良机,克服当前存在的资金、设备、技术等方面的困难,努力实现粉末冶金工业与汽车工业的同步发展。

本次会议交流的论文,囊括了 1991 年以来我国粉末冶金包括超微粉末、雾化合金粉末、非晶态粉末及材料、铁基机械零件、高温合金、难熔金属、硬质合金、超硬材料、现代陶瓷、磁性材料、复合材料,以及快速冷凝、注射成形、热等静压、自蔓延高温合成等领域所取得的最新成果。对于促进学术交流,推动科技进步,起到良好的作用。

10 日上午,全体会议代表参观了中南工业大学粉末冶金国家工程研究中心及粉末冶金国家实验室。下午,会议胜利闭幕,闭幕式由中国机械工程学会粉末冶金分会理事长黄勇庆主持。

[刘彦如供稿]