

纳米复合钕铁硼磁体矫顽力的提高

Tetsuji Saito, et al., 朱小英 编译

摘要: 研究了添加Nd-Al合金对纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体微观结构和磁性能的影响。未添加Nd-Al合金的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体矫顽力为0.18MA/m, 而添加40%Nd-Al合金的磁体矫顽力高达1.44MA/m。微观结构研究表明, 纳米复合磁体矫顽力的提高是由于 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 硬磁相数量增加所致。发现在退火过程中Nd-Al合金与纳米复合磁体中的 Fe_3B 软磁相发生反应, 形成了 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相。

1 引言

钕铁硼磁体广泛应用于各种先进的电磁器件中, 如用于硬盘驱动器的音圈电机和用于混合动力和纯电动汽车的电机。然而近年来, 由于限制稀土开采, 人们开始关注不含稀土元素或稀土元素含量较低的永磁材料的开发。纳米复合钕铁硼磁体的稀土含量远低于普通钕铁硼磁体, 因为纳米复合钕铁硼磁体不仅由 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 硬磁相组成, 还包括Fe或 Fe_3B 软磁相。此外, 由于具有较高饱和和磁化强度的软磁相的存在, 纳米复合磁体有望获得比普通磁体更高的剩磁和磁能积。因此, 纳米复合钕铁硼磁体是最有希望替代传统钕铁硼磁体的候选材料。但是, 已报道的纳米复合钕铁硼磁体的磁性能并不令人满意, 主要是由于矫顽力相对较低。过去, 人们通过添加各种元素(如Cr或V)来提高纳米复合钕铁硼磁体的矫顽力。近年来, 添加Nd-Cu、Nd-Al等Nd合金也被应用于提高烧结和模锻磁体的矫顽力。通过对钕合金添加量的优化, 可以提高纳米复合钕铁硼磁体的矫顽力。

本文研究了添加Nd-Al合金对纳米复合钕铁硼磁体的影响。以 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 合金为原料制备了纳米复合钕铁硼磁体。并对添加Nd-Al合金粉末的纳米复合钕铁硼磁体的微观结构和磁性能进行了研究。

2 实验

在Ar气氛中制备 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 熔淬薄带。在Ar气氛中还制备了 $\text{Nd}_{85}\text{Al}_{15}$ 熔淬薄带。熔淬薄带易碎, 可进行机械粉碎, 然后筛成尺寸45~212 μm 的颗粒。 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 熔淬薄带粉末和 $\text{Nd}_{85}\text{Al}_{15}$ 熔淬薄带粉末(0~40wt%) 在充氩的手套箱中混合。混合后的粉末在Ar气氛中退火1h, 退火温度为1008K, 比 $\text{Nd}_{85}\text{Al}_{15}$

熔淬薄带的熔化温度高100K。使用X射线衍射(XRD, CuK α 辐射)分析样品的相成分。采用透射电子显微镜(TEM)观察离子束细化后样品的微观结构。在40kA/m磁场下采用振动样品磁强计(VSM)测试样品的热磁性能。用VSM测试样品的磁性能, 最大外加磁场为2.0MA/m。

3 结果和讨论

图1示出了纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的矫顽力和Nd-Al合金添加量之间的依赖关系。尽管非晶 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 熔淬薄带的矫顽力低, 但是对其进行退火处理后制得的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的矫顽力可达0.18MA/m。纳米复合磁体的矫顽力随着Nd-Al含量的增加而急剧增大, 其矫顽力从含10%Nd-Al合金的0.35MA/m增大到含40%Nd-Al合金的1.44MA/m。说明添加Nd-Al合金是提高纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体矫顽力非常有效的方法。值得注意的是, 含40%Nd-Al样品的矫顽力与只含 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 硬磁相的商用钕铁硼粉末的矫顽力

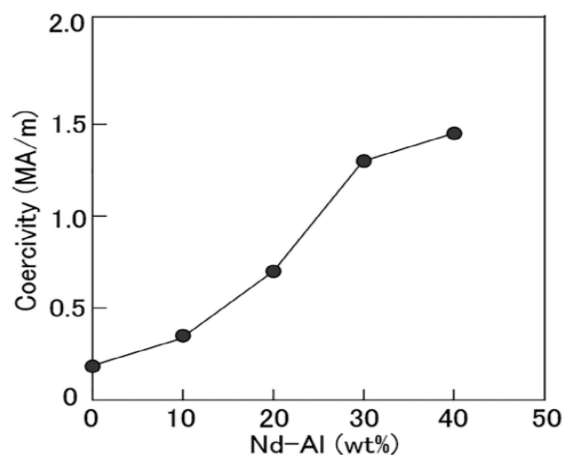


图1 纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的矫顽力与Nd-Al合金含量之间的依赖关系

相当。

研究了样品的微观结构，以此探讨纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体矫顽力提高的机理。图 2 示出未添加和添加 10~40%Nd-Al 合金的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的 XRD 谱。在未添加 Nd-Al 的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的 XRD 谱中，可以看到 Fe_3B 相和 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相的衍射峰。随着 Nd-Al 合金含量的增加， $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相的衍射峰变得不明显。30%Nd-Al 样品 XRD 谱中仍然可见这些相的衍射峰，但是在 40%Nd-Al 样品的 XRD 谱中，没有发现这些相有明显的衍射离子峰。相反，在 40%Nd-Al 样品的 XRD 谱中可以看到小的 Nd 和 Nd_3Al 相衍射峰，表明 40% Nd-Al 样品表面被 Nd-Al 合金包覆。这种包覆会影响 XRD 对添加 Nd-Al 的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体相的有效识别。

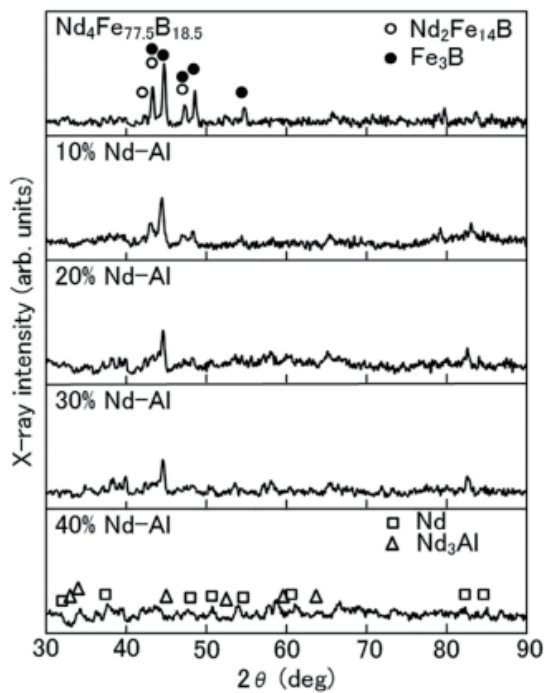


图 2 未添加和添加 10~40%Nd-Al 合金的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的 XRD 谱

热磁研究能有效鉴定磁性材料的磁性相，因此通过热磁测量对样品作了进一步的研究。图 3 为未添加 Nd-Al 与添加 10~40%Nd-Al 合金的纳米复合磁体的热磁曲线。未添加 Nd-Al 的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的热磁曲线在 580K 和 780K 附近出现了两次较大的磁相变，分别与

$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相和 Fe_3B 相的居里温度相对应。在 1050K 附近有一次小的磁相变，与 $\alpha\text{-Fe}$ 相的居里温度相对应。虽然 XRD 分析表明样品由 Fe_3B 和 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相组成，但热磁研究表明，该样品中还存在少量的 $\alpha\text{-Fe}$ 相。在含 10~30%Nd-Al 样品的热磁曲线中可以看到相同的三次磁相变。随着 Nd-Al 含量的增加， Fe_3B 相的磁相变减弱， $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相的磁相变增强。在含 40%Nd-Al 样品的热磁曲线上没有发现 Fe_3B 相的磁相变。这些结果表明，在纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体中添加 Nd-Al 合金，增加了 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相的数量。

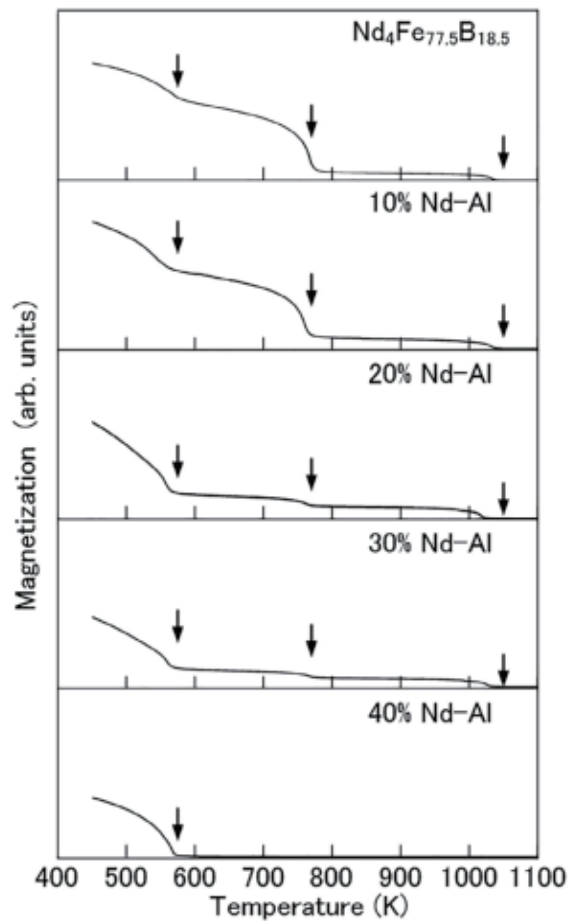


图 3 未添加与添加 10~40%Nd-Al 合金的纳米复合磁体的热磁曲线

图 4 为未添加 Nd-Al 和添加了 10~40%Nd-Al 合金的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体的 TEM 照片。未添加 Nd-Al 的磁体 TEM 照片显示，晶粒极细，约 10nm。添加 10%Nd-Al 的磁体 TEM 照片显示，晶粒仍较细，约

50nm。能量色散 X 射线能谱 (EDX) 研究显示, 细小晶粒为富 Fe 相和 Nd-Fe 相的混合物。XRD 分析表明, 所观察到的富 Fe 相和 Nd-Fe 相分别为 Fe_3B 相和 $Nd_2Fe_{14}B$ 相。添加量直到 30%, 晶粒尺寸都随着 Nd-Al 添加量的增加而增大。另一方面, 含 40% Nd-Al 的 TEM 照片显示, 样品主要由 $Nd_2Fe_{14}B$ 相组成。在 TEM 照片显示的较大的面状晶粒具有熔渣法钕铁硼合金的典型结构。这些结果证实了 Nd-Al 合金的加入导致纳米复合 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 磁体 $Nd_2Fe_{14}B$ 相数量的增加。认为在普通钕铁硼磁体中添加诸如 Nd-Cu 或 Nd-Al 钕合金, 能增加钕铁硼合金中 Nd 晶界液相的含量。钕铁硼磁体矫顽力的提高就是因为存在稠密的 Nd 晶界液相。由于同样原因, 我们认为添加 Nd-Al 合金能够提高钕铁硼纳米复合磁体的矫顽力。然而出乎意料的是, 发现 Nd-Al 与纳米复合磁体中的 Fe_3B 相发生熔融反应, 并以 Fe_3B 相为代价形成了 $Nd_2Fe_{14}B$ 相。 $Nd_2Fe_{14}B$ 相的数量和晶粒尺寸随着 Nd-Al 含量的增加而增大。

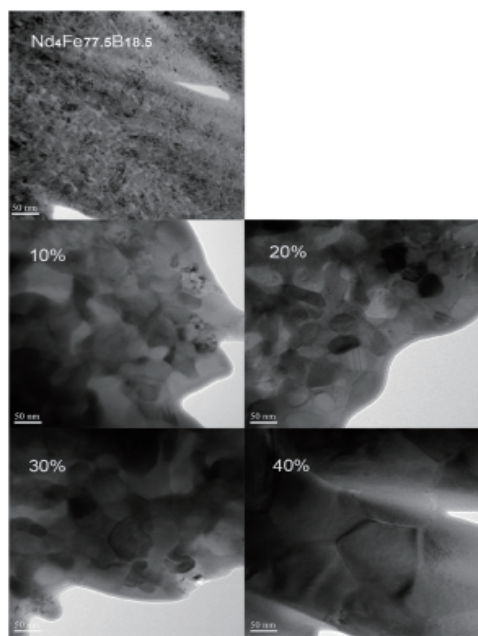


图 4 未添加 Nd-Al 和添加 10~40%Nd-Al 合金的 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 纳米复合磁体的 TEM 照片

图 5 示出未添加 Nd-Al 和添加 10~40%Nd-Al 合金的纳米复合 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 磁体的磁滞回线。由于 Fe_3B 相与 $Nd_2Fe_{14}B$ 相之间的交换耦合作用, 未添加 Nd-Al 的

纳米复合 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 磁体的磁滞回线非常平滑。添加 10%Nd-Al 的纳米复合 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 磁体的矫顽力比未添加 Nd-Al 的大, 但磁滞回线略不平滑 (出现小“台阶”), 这表明了 Nd-Al 合金的添加提高了矫顽力, 但削弱了 Fe_3B 相和 $Nd_2Fe_{14}B$ 相之间的交换耦合。添加 20%Nd-Al 样品的磁滞回线更不平滑 (台阶更明显)。根据微观结构研究的结果, 一部分是因为 $Nd_2Fe_{14}B$ 相数量的增加, 还有一部分是因为 Fe_3B 相和 $Nd_2Fe_{14}B$ 相的生长所致。另一方面, 含 30~40%Nd-Al 的样品表现出相当不同的磁滞回线, 具有较高的矫顽力。由于 Fe_3B 相的存在, 在 30%Nd-Al 的样品的磁滞回线波形仍有一个微台阶。然而, 40%Nd-Al 的样品磁滞回线中台阶完全消失。这证实了 $Nd_2Fe_{14}B$ 相是含 40%NdAl 样品中唯一的磁性相。含 40%NdAl 的样品较低的磁化强度是由于非磁性富钕相含量较高所致。为了利用 Nd-Al 合金提高纳米复合钕铁硼磁体的矫顽力, 应该优化 NdAl 合金的含量和纳米复合钕铁硼磁体的组成。

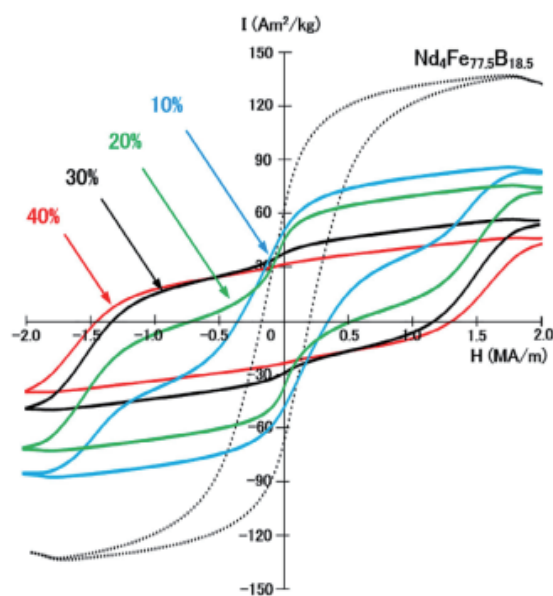


图 5 未添加 Nd-Al 和添加 10~40%Nd-Al 合金的纳米复合 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 磁体的磁滞回线

4 结论

研究了添加 NdAl 合金对纳米复合 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 磁体的影响。结果表明, 添加 NdAl 合金可以提高纳米复合 $Nd_4Fe_{77.5}B_{18.5}$ 磁体的矫顽力。添加 40%Nd-Al 合金

的纳米复合钕铁硼磁体的矫顽力由 0.18MA/m 提高到 1.44MA/m。XRD、热磁和 TEM 研究表明,添加 Nd-Al 合金导致矫顽力的提高是由于 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相的数量增加所致。在退火过程中, Nd-Al 与纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体中的 Fe_3B 相发生熔融反应,并以 Fe_3B 相为代价形成了 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相。 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相削弱了纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体中 Fe_3B 相和 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相之间的交换耦合作用。添加 40%Nd-Al 合金的纳米复合 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77.5}\text{B}_{18.5}$ 磁体中不存在任何 Fe_3B 相。

参考文献

译自: J. Magn. Magn. Mater, 445(2018): 49 - 52.

译者简介

朱小英,多年来一直在《磁性材料及器件》编辑部从事编辑、校对、平面广告设计工作。2002 年前后曾在《大比特资讯》上发表过多篇译文。

上接 168 页

参考文献

- [1] Huang Zhaoxia, Wang Chengzhi, Zou Yunping. Design and analysis on the Power Electronic Load. 2009 IEEE 6th International Power Electronics and Motion Control Conference, 2009, pp: 2649-2653.
- [2] 彭方正, 房绪鹏, 顾斌, 等. Z 源变换器 [J]. 电工技术学报, 2004, 19(2):47-51.
- [3] Yushan Liu, Haitham Abu-Rub, Baoming Ge. Z-Source/Quasi-Z-Source Inverters Derived Networks, Modulations, Controls, and Emerging Applications

to Photovoltaic Conversion. IEEE industrial Electronics Magazine, 2014.

- [4] Shuai Dong, Qianfan Zhang, Shukang Cheng. analysis of Critical Inductance and Capacitor Voltage Ripple for a Bidirectional Z-Source Inverter [J]. IEEE Transactions on Power Electronics, 2015, 30(7): 4009-4015.
- [5] 曹基南. 基于准 Z 源逆变器的光伏发电技术研究 [D]. 中国矿业大学, 2016.