



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102528053 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201110460411. 5

(22) 申请日 2011. 12. 31

(71) 申请人 北京工业大学

地址 100124 北京市朝阳区平乐园 100 号

(72) 发明人 张东涛 岳明 耿文甜 刘卫强
张久兴

(74) 专利代理机构 北京思海天达知识产权代理
有限公司 11203

代理人 魏聿珠

(51) Int. Cl.

B22F 9/04 (2006. 01)

H01F 1/047 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种高矫顽力锰铋磁粉的批量制备方法

(57) 摘要

一种高矫顽力锰铋磁粉的批量制备方法,属于永磁材料制备技术领域。现有制备锰铋磁粉的方法每次只能获得几十克的粉末,无法批量工业化生产,而且获得的锰铋相纯度一般不超过 90%,常常有大量单质铋的存在。本发明选用金属锰和金属铋作为原料,通过煅烧、退火、球磨等工艺,制得具有高矫顽力的锰铋磁粉。通过本发明方法,可以批量制备公斤级的且室温矫顽力达到 8000 奥斯特以上的锰铋磁粉,且锰铋相的纯度超过 90%。批量制备的磁粉仍然具有很好的高温磁性能,磁粉在 25℃ (室温)-200℃ 的温度范围内,其矫顽力随着温度的升高而增大。200℃ 时矫顽力可达 19000 奥斯特,因此磁粉十分有利于在较高的温度环境下使用。

1. 一种批量制备高矫顽力锰铋磁粉的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将纯度为 99.9% 的金属锰和纯度为 99.9% 的金属铋按照 $\text{MnBi}1.08$ 的成分配比,采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭,反复熔炼合金铸锭,直到合金铸锭均匀;

(2) 将步骤 1 得到的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理,热处理的工艺条件是:温度 $300-340^{\circ}\text{C}$ 、时间 12-24 小时;

(3) 将退火后的合金铸锭在汽油保护的条件下进行滚动球磨,采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球,转速为 145 转/分钟,球料比为 5:1,球磨时间为 2-4 小时,然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集,最终获得具有高矫顽力的锰铋磁粉。

2. 根据权利要求 1 所述的一种批量制备高矫顽力锰铋磁粉的方法,其特征在于,可以获得公斤级的锰铋磁粉,并且锰铋磁粉纯度超过 90%。

一种高矫顽力锰铋磁粉的批量制备方法

技术领域

[0001] 一种高矫顽力锰铋磁粉的批量制备方法,属于永磁材料制备技术领域。

背景技术

[0002] 锰铋是一类具有良好磁性能的功能材料,在磁光存储、永磁电机等众多领域有着广泛的应用前景。

[0003] 近年来,随着风力发电、电动汽车等新兴环保产业的快速发展,作为关键基础材料的永磁材料引起了人们的广泛关注。目前常用的永磁材料如钕铁硼磁体等温度特性较差,其矫顽力温度系数为负值,即磁体的矫顽力随着温度的升高急剧下降,因此无法适用于对使用温度有较高要求的产品。而锰铋永磁材料具有较高的矫顽力,特别是具有正的矫顽力温度系数,其矫顽力随着温度的升高而增大,因此可以添加在快淬钕铁硼粉末中制备成NdFeB/MnBi 混合粘结磁体,可获得低矫顽力甚至零矫顽力温度系数,同时具有较高磁性能的混合磁体,有望应用在较高工作温度的领域中。然而,锰的熔点为 1517K,铋为 545K,两者的熔点相差 972K,一起熔炼非常困难;而且熔炼后合金凝固时 Mn 和 Bi 在 719K 发生包晶反应形成 MnBi 相,低温时的包晶反应很难反应完全,因而,要得到锰铋纯相也非常不容易。目前,主要采用将熔炼的合金铸锭进行快淬后球磨的方式制备锰铋合金粉末,这种方法能够获得 8000 奥斯特以上的矫顽力,但这种方式每次只能获得几十克的粉末,无法批量工业化生产,而且获得的锰铋相纯度一般不超过 90%,常常有大量单质铋的存在。所以,当前很难批量制备成比较好的、具有高矫顽力的锰铋合金粉末。

[0004] 针对上述研究现状,我们提出了综合采用熔炼、退火热处理、滚动球磨等多种技术,研制高矫顽力的 MnBi 永磁粉末,并实现磁粉的批量制备。

发明内容

[0005] 本发明综合采用熔炼、退火热处理、滚动球磨等多种技术,成功的批量制备出公斤级的具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0006] 本发明提供一种批量制备公斤级的高矫顽力锰铋磁粉的方法。目的在于批量获得高矫顽力锰铋磁粉。制备方法包括以下步骤:

[0007] 1、将纯度为 99.9%的金属锰(Mn)和纯度为 99.9%的金属铋(Bi)按照 $\text{MnBi}_{1.08}$ 的成分配比,采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭,反复熔炼合金铸锭,直到合金铸锭均匀。

[0008] 2、将步骤 1 得到的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理,热处理的工艺条件是:温度 300-340℃、时间 12-24 小时。

[0009] 3、将退火后的合金铸锭在汽油保护的条件下进行滚动球磨,采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球,转速为 145 转/分钟,球料比为 5:1,球磨时间为 2-4 小时,然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集,最终获得纯度超过 90%且具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0010] 本发明方法制备的锰铋磁粉的特征在于,与现有的仅能获得几十克的高矫顽力锰

铋磁粉的技术相比,本发明能够获得公斤级的且室温矫顽力达到 8000 奥斯特以上的锰铋磁粉,且锰铋相的纯度超过 90%。

[0011] 本发明方法制备的锰铋磁粉的另一重要特征在于,批量制备的磁粉仍然具有很好的高温磁性能,磁粉在 25℃(室温)-200℃的温度范围内,其矫顽力随着温度的升高而增大。200℃时矫顽力可达 19000 奥斯特,因此磁粉十分有利于在较高的温度环境下使用。

附图说明

[0012] 图 1:实施例 1 制备的锰铋磁粉的室温磁滞回线。

具体实施方式

[0013] 下面结合附图和具体实施例,对本发明作进一步的阐述。

[0014] 实施例 1

[0015] 将纯度为 99.9%的金属锰和纯度为 99.9%的金属铋按照 $\text{MnBi}_{1.08}$ 的成分配比,即 Mn : Bi 物质的量的比为 1 : 1.08,采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭约 1 公斤,反复熔炼 3 次使合金铸锭均匀。将均匀的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理,热处理的工艺条件是:温度 300℃、时间 12 小时。将退火后的合金在汽油保护的条件下进行滚动球磨,采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球,转速为 145 转 / 分钟,球料比为 5 : 1,球磨时间为 2 小时,然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集,最终获得纯度超过 90%的且具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0016] 附图 1 为实施例 1 制备的锰铋磁粉的在 287K 时的磁滞回线,可以看到,制备的公斤级的锰铋磁粉仍然具有 8000 奥斯特的矫顽力,不低于现有技术制备的几十克级的磁粉的性能值。

[0017] 实施例 2

[0018] 将纯度为 99.9%的金属锰和纯度为 99.9%的金属铋按照 $\text{MnBi}_{1.08}$ 的成分配比,,即 Mn : Bi 物质的量的比为 1 : 1.08,采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭约 1.5 公斤,反复熔炼 4 次使合金铸锭均匀。将均匀的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理,热处理的工艺条件是:温度 300℃、时间 24 小时。将退火后的合金在汽油保护的条件下进行滚动球磨,采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球,转速为 145 转 / 分钟,球料比为 5 : 1,球磨时间为 3 小时,然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集,最终获得纯度超过 90%的且具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0019] 实施例 3

[0020] 将纯度为 99.9%的金属锰和纯度为 99.9%的金属铋按照 $\text{MnBi}_{1.08}$ 的成分配比,,即 Mn : Bi 物质的量的比为 1 : 1.08,采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭约 1 公斤,反复熔炼 4 次使合金铸锭均匀。将均匀的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理,热处理的工艺条件是:温度 320℃、时间 12 小时。将退火后的合金在汽油保护的条件下进行滚动球磨,采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球,转速为 145 转 / 分钟,球料比为 5 : 1,球磨时间为 4 小时,然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集,最终获得纯度超过 90%的且具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0021] 实施例 4

[0022] 将纯度为 99.9% 的金属锰和纯度为 99.9% 的金属铋按照 $\text{MnBi}_{1.08}$ 的成分配比, 即 Mn : Bi 物质的量的比为 1 : 1.08, 采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭约 1 公斤, 反复熔炼 5 次使合金铸锭均匀。将均匀的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理, 热处理的工艺条件是: 温度 320℃、时间 18 小时。将退火后的合金在汽油保护的条件下进行滚动球磨, 采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球, 转速为 145 转 / 分钟, 球料比为 5 : 1, 球磨时间为 2 小时, 然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集, 最终获得纯度超过 90% 的且具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0023] 实施例 5

[0024] 将纯度为 99.9% 的金属锰和纯度为 99.9% 的金属铋按照 $\text{MnBi}_{1.08}$ 的成分配比, 即 Mn : Bi 物质的量的比为 1 : 1.08, 采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭约 2 公斤, 反复熔炼 5 次使合金铸锭均匀。将均匀的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理, 热处理的工艺条件是: 温度 340℃、时间 18 小时。将退火后的合金在汽油保护的条件下进行滚动球磨, 采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球, 转速为 145 转 / 分钟, 球料比为 5 : 1, 球磨时间为 3 小时, 然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集, 最终获得纯度超过 90% 的且具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0025] 实施例 6

[0026] 将纯度为 99.9% 的金属锰和纯度为 99.9% 的金属铋按照 $\text{MnBi}_{1.08}$ 的成分配比, 即 Mn : Bi 物质的量的比为 1 : 1.08, 采用磁悬浮熔炼炉制成锰铋合金铸锭约 1 公斤, 反复熔炼 5 次使合金铸锭均匀。将均匀的合金铸锭在 1 个大气压氩气保护的条件下进行退火热处理, 热处理的工艺条件是: 温度 340℃、时间 24 小时。将退火后的合金在汽油保护的条件下进行滚动球磨, 采用直径分别为 3、6 和 10 厘米的混合钢球, 转速为 145 转 / 分钟, 球料比为 5 : 1, 球磨时间为 4 小时, 然后将球磨粉末在充满氩气的手套箱中干燥后收集, 最终获得纯度超过 90% 的且具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0027] 表 1 各实施例制备所得锰铋磁粉的室温及高温矫顽力

[0028]

温度 (°C) 编号	磁粉矫顽力 (单位: 奥斯特)					
	25	50	75	100	150	200
实施例 1	8121	10864	13543	16256	18125	19153
实施例 2	8236	10956	13727	16368	18539	19227
实施例 3	9053	11058	14169	17048	19047	19918
实施例 4	8748	11015	14028	16963	18896	19753
实施例 5	8853	11028	14069	17018	19017	19908
实施例 6	9148	11125	14228	17163	19196	19953

[0029] 表 1 为各实施例中制得锰铋磁粉的室温及高温矫顽力见。表 1 的数据表明, 本发

明制备的公斤级磁粉在室温下的矫顽力都高于 8000 奥斯特,且随着温度的升高矫顽力提高,在 200℃时矫顽力都高于 19000 奥斯特,因此,与现有的几十克级的制备技术相比,本发明制备的磁粉的矫顽力并无明显降低,且能够批量工业化生产。

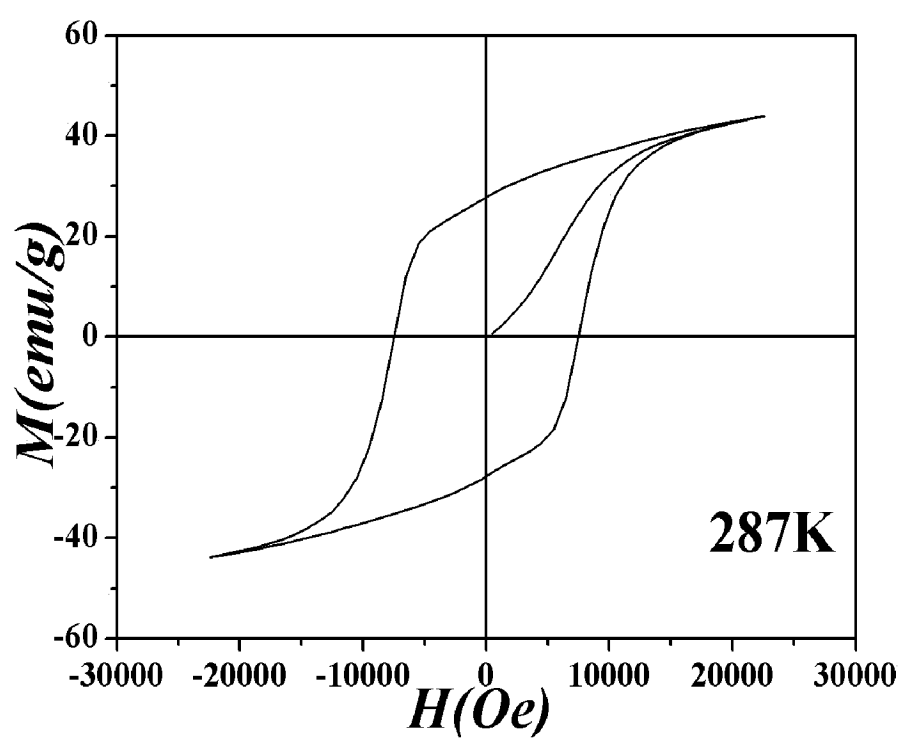


图 1