

偶联剂对 NdFeB 磁粉性能的影响

杨文彬¹, 周启轩², 卢忠远¹, 胡小平¹, 李鸿波¹, 陈彪², 王永强², 赵淳²

(1. 西南科技大学材料科学与工程学院, 四川 绵阳 621010;

2. 西南应用磁学研究所, 四川 绵阳 621000)

摘要: 用热氧化法、差示扫描量热法和热重分析法研究了偶联剂种类和用量对 NdFeB 磁粉抗氧化性能和磁性能的影响。实验结果表明在偶联剂用量相同的情况下, 钛酸酯偶联剂对 NdFeB 磁粉抗氧化性能的影响更大; NdFeB 磁粉的抗氧化性能与偶联剂的用量有关, 其最佳用量为磁粉质量的 1.0%。

关键词: NdFeB 磁粉; 表面改性; 性能

中图分类号: TM273

文献标识码: A

文章编号: 0253-4320(2006)S1-0148-03

Effects of coupling agents on properties of NdFeB magnetic particles

YANG Wen-bin¹, ZHOU Qi-xuan², LU Zhong-yuan¹, HU Xiao-ping¹, LI Hong-bo¹,

CHEN Biao², WANG Yong-qiang², ZHAO Chun²

(1. School of Material Science and Engineering, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, China;

2. Southwest Institute of Applied Magnetics, Mianyang 621000, China)

Abstract: The influences of variety and quantity of coupling agents on anti-oxidation property and magnetic property of NdFeB magnetic particles have been studied by thermo-oxidation, differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TG). The results indicated that effects of titanate coupling agents on the anti-oxidation property of NdFeB magnetic particles were better than those of silane coupling agent under the same conditions. The anti-oxidation property of NdFeB magnetic particles, which had relationship with quantity of coupling agents, was the highest when 1wt% of coupling agents used.

Key words: NdFeB magnetic particles; surface modification; properties

注射成型粘结磁体具有尺寸精度高、能制成复杂形状及薄形元器件、产品合格率高、批量生产性佳、机械强度高、不易破碎、磁路设计余地大、能与其他部件一体化成型等优点, 较好地满足了磁性材料及器件的小型化、轻型化、智能化及高性能化的发展趋势, 因而在电子信息、汽车工业、控制系统等领域中得到广泛应用^[1-2]。但是由于注射成型粘结磁体中加入了较大量的非磁性高分子树脂, 使得其磁性性能较烧结磁体和模压成型粘结磁体的磁性性能低, 限制了其应用范围, 成为了注射成型粘结磁体发展的瓶颈。因此如何在保持注射成型粘结磁体特点的基础上, 进一步提高其磁性性能, 成为了当前国内外注射成型粘结磁体研究的热点^[3-5]。

注射成型粘结磁体的磁性性能虽与粘结剂和添加剂的种类、含量以及混炼工艺、磁粉取向技术、成型工艺等密切相关, 但最主要还是依赖于所选用磁粉

的性能及特性。钕铁硼(NdFeB)永磁合金具有优异的磁性能, 其最大磁能积、剩磁和矫顽力都很高, 被称为“永磁材料之王”, 因而最适宜用于制备注射成型粘结磁体^[2]。但是 NdFeB 磁粉极易氧化, 尤其是在温度 > 150℃ 时, 其磁性能会因氧化而急剧下降^[6-7]。注射成型粘结磁体的加工温度一般高达 300℃ 左右, 因而在注射成型前对 NdFeB 磁粉进行有效的抗氧化处理是制备高性能注射成型 NdFeB 粘结磁体的基础。作者在制备高性能注射成型粘结磁体的过程中发现, 用偶联剂对磁粉进行表面改性处理, 不但能改善磁粉与高分子树脂之间的相容性, 还能提高磁粉的抗氧化性能^[8-9]。笔者用钛酸酯和硅烷 2 种偶联剂对 NdFeB 磁粉进行表面包覆处理, 研究了偶联剂种类和用量对 NdFeB 磁粉抗氧化性能和磁性能的影响。

收稿日期: 2006-02-13

基金项目: 国家自然科学基金(10376030); 四川省教育厅自然科学基金预研基金(2005C014); 西南科技大学引进人才基金(053117)资助项目

作者简介: 杨文彬(1971-), 男, 博士, 副教授, 主要从事高性能注射成型粘结磁体和磁性激光聚变靶丸的研究, 0816-8025726, yangwenbin@

swust.edu.cn。

1 实验部分

1.1 NdFeB磁粉的表面包覆处理

实验采用单烷氧基钛酸酯偶联剂和KH-550硅烷偶联剂对NdFeB磁粉进行表面包覆处理,先将偶联剂溶于乙醇中,得到不同浓度的偶联剂乙醇溶液,再将磁粉置于偶联剂的乙醇溶液,用超声波分散30 min,随后浸泡12 h,然后于真空中110℃下烘干得到表面改性的NdFeB磁粉。

1.2 NdFeB磁粉的抗氧化性能测试

将未改性的NdFeB磁粉和表面改性后的NdFeB磁粉放入300℃的烘箱中,在放置前和放置不同时间后分别用精确到万分之一的电光分析天平进行称量,计算磁粉氧化不同时间后质量增加的百分率(增重率),从而分析其抗氧化性能。另外NdFeB磁粉的差示扫描量热(DSC)、热重(TG)曲线在德国耐驰公司的Netzsch STA 449C综合热分析仪上进行,升温速度为10℃/min,气氛为空气。

1.3 NdFeB磁粉的磁性能测试

将待测试的NdFeB磁粉用E-44环氧树脂作为粘结剂,其用量为3%(质量分数),在800 MPa的压力下压制成 $\Phi 10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 的圆柱体,在DGY-2型多功能永磁测量仪(西南应用磁学研究所)上测试其磁性能作为NdFeB磁粉的磁性能。

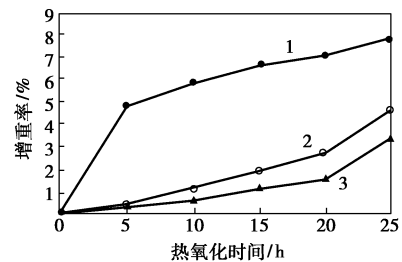
2 结果与讨论

2.1 偶联剂种类对NdFeB磁粉抗氧化性能的影响

NdFeB磁粉是由Nd、Fe、B组成的合金,其中的金属Nd和Fe在加热的条件下极易发生氧化反应而增重。在NdFeB磁粉表面包覆一层偶联剂,可隔绝磁粉与空气的接触,避免磁粉发生氧化而使其磁性能降低。偶联剂种类不同,对NdFeB磁粉的包覆效果就不一样,从而对磁粉抗氧化性能的影响就不同。

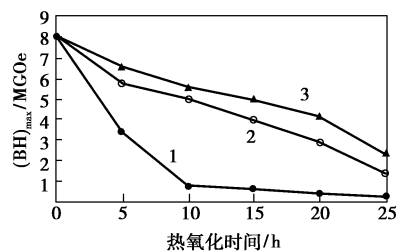
图1是分别将NdFeB磁粉和偶联剂表面改性NdFeB磁粉放置在300℃的烘箱中不同时间后的增重率-热氧化时间关系曲线,其中偶联剂的用量为磁粉质量的1%。图2是相应NdFeB磁粉的最大磁能积 $(BH)_{\max}$ 与热氧化时间的关系曲线。可以看出未表面改性的NdFeB磁粉在加热条件下在较短的时间内就要发生氧化,热氧化5 h其增重率达到5%,而最大磁能积从8.1 MGOe降到了3.4 MGOe,10 h后其热氧化增重率和磁性能下降值趋于稳定。偶联剂表面改性NdFeB磁粉热氧化缓慢,20 h时才

增重2%,相应的磁性能下降值较未表面改性NdFeB磁粉小。不同偶联剂对NdFeB磁粉抗氧化性能的影响不一样,在偶联剂含量相同的条件下,单烷氧基钛酸酯偶联剂对NdFeB磁粉表面处理效果较KH-550硅烷偶联剂好,其热氧化增重率和磁性能下降值都较小。另外可以看出,NdFeB磁粉发生氧化对其磁性能影响很大,增重率达到1%时,相应的磁性能下降了接近一半。因此在用NdFeB磁粉制备注射成型粘结磁体的配方中,除了加入偶联剂外,还要加入各类抗氧化剂来防止NdFeB磁粉发生氧化^[9]。



1—未改性NdFeB磁粉;2—KH-550改性NdFeB磁粉;
3—单烷氧基钛酸酯偶联剂改性NdFeB磁粉

图1 不同种类偶联剂改性NdFeB磁粉的增重率-热氧化时间曲线



1—未改性NdFeB磁粉;2—KH-550改性NdFeB磁粉;
3—单烷氧基钛酸酯偶联剂改性NdFeB磁粉

图2 不同种类偶联剂改性NdFeB磁粉的最大磁能积-热氧化时间曲线

2.2 偶联剂用量对NdFeB磁粉抗氧化性能的影响

图3和图4是分别用占磁粉质量的0.5%、1.0%、2.0%的单烷氧基钛酸酯偶联剂对NdFeB磁粉表面改性后磁粉的增重率-热氧化时间关系曲线和磁性能-热氧化时间关系曲线。可以看出偶联剂使用过少(0.5%),不能使磁粉被完全包覆,NdFeB磁粉在加热条件下易被氧化而使其磁性能下降;偶联剂使用过多(2.0%),偶联剂之间容易发生反应,使部分偶联剂没有对磁粉产生表面改性就被消耗。因此偶联剂使用过多或过少,都使磁粉的增重率较大,磁性能减少多;当钛酸酯偶联剂的用量为磁粉质量的1%时,偶联剂对NdFeB磁粉表面改性的效果

最好,磁粉的抗氧化性能最佳,这个结果与理论上使磁粉表面覆盖一层钛酸酯偶联剂时计算值接近^[10]。不过偶联剂的用量自然与使用的偶联剂种类、磁粉的粒度和粒度分布等密切相关。

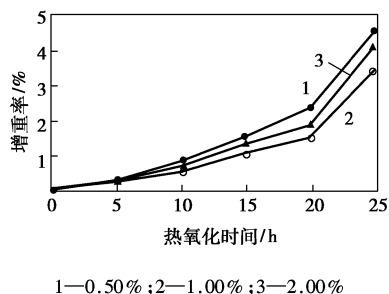


图 3 不同用量偶联剂改性 NdFeB 磁粉的增重率-热氧化时间曲线

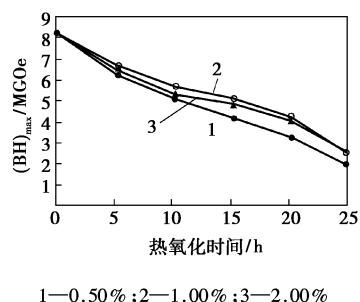


图 4 不同用量偶联剂改性 NdFeB 磁粉的最大磁能积-热氧化时间曲线

2.3 NdFeB 磁粉的综合热分析

图 5 分别是未经过表面改性的 NdFeB 磁粉和经过磁粉质量的 1% 的硅烷偶联剂表面改性的 NdFeB 磁粉的 DSC 和 TG 曲线。可以看出在相同条件下,未经过表面改性的 NdFeB 磁粉的明显热增重发生在 380℃ 处,最终增重率达到了 15.33%,最大放热峰为 584.4℃;而经过偶联剂表面改性的 NdFeB 磁粉的明显热增重发生在 420℃ 处,最终增重率为 14.35%,最大放热峰为 603.0℃。因此经过偶联剂表面改性的 NdFeB 磁粉的抗氧化性能明显优于未经过表面改性的 NdFeB 磁粉。

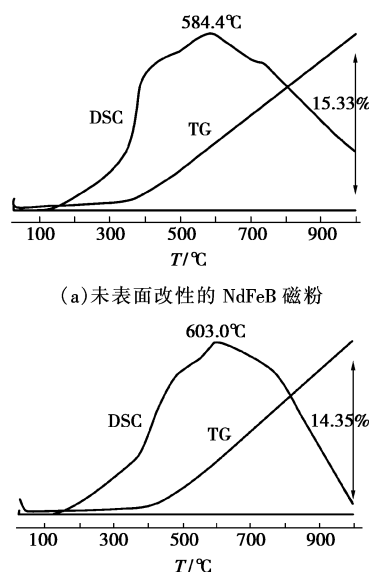


图 5 NdFeB 磁粉的热分析曲线

参考文献

- [1] 郑强, 澎懋, 益小苏. 聚合物基永磁复合材料研究进展[J]. 功能材料, 1998, 29(6): 561 - 565.
- [2] 叶金文, 李军, 李芳. 注射成型粘结稀土永磁体的进展[J]. 金属功能材料, 2003, 10(1): 37 - 39.
- [3] 李彦奎, 杨达起, 李丽容. 注射成型粘结 NdFeB 磁体的工艺分析[J]. 磁性材料及器件, 2001, 32(3): 114 - 117.
- [4] 刘颖, 涂铭旌. 快淬 NdFeB 磁粉颗粒度对聚合物粘结 NdFeB 磁体永磁性能的影响[J]. 中国稀土学报, 1999, 17(4): 323 - 324.
- [5] Monika G, Garrell M. Mechanical properties of Nylon-bonded Nd-Fe-B permanent magnets[J]. J Magn Magn Mat, 2003, 207: 32 - 43.
- [6] 闻荻江. 聚合物粘结磁体用 NdFeB 微晶磁粉的氧化行为及防护[J]. 中国稀土学报, 1997, 15(2): 115 - 117.
- [7] Edgley D S, Leberton J M, Steyaert S, et al. New polymer bonded magnet[J]. J Magn Magn Mat, 1997, 173: 29 - 42.
- [8] 杨文彬, 周启轩, 陈彪. 注射成型尼龙-铁氧体粘结磁体的 SEM 表征[J]. 磁性材料及器件, 2005, 36(1): 26 - 28.
- [9] 杨文彬. 四川大学博士后中期工作报告: 高性能注射成型 NdFeB 粘结磁体的研究[M]. 成都: 四川大学, 2005.
- [10] 郑水林. 粉体表面改性[M]. 北京: 中国建材工业出版社, 2003: 60 - 78. ■

《全国粉体加工设备购销指南》(第二版)征订

粉体工业是一个跨行业的领域,涉及化工、医药、冶金、矿山、建材、精细陶瓷、农业等多个行业,其加工过程涉及到的设备种类很多。为了给粉体加工企业购买设备和设备选型提供便利,中国化工信息中心《现代化工》编辑部和中国粉体工业信息网于 2001 年联合编辑出版了第一版《全国粉体加工设备购销指南》。

第二版《全国粉体加工设备购销指南》于 2003 年底出版,在第一版的基础上进行了核实更新,收录企业由原来的 1041 家增加到 1651 家,同时收录了 100 多家日本相关企业的产品信息,涉及的粉体加工设备包括粉碎、筛分、研磨、分级、固液分离、混合、选料、过滤、乳化、包覆、干

燥、成型、烧结、送料、输送、收尘、包装、环保及其他辅助设备。企业按照地区划分编排次序,并附有产品索引。每本定价 100 元人民币。

户名:北京中化信深达信息技术有限责任公司

账号:230101040001610

开户行:农行亚运村支行营业室

联系人:杨瑞影

单位:中国化工信息中心《现代化工》编辑部

地址:北京安外小关街 53 号(100029)

电话:010 - 64444105/025 转分机 842

传真:010 - 64437104