

晶界扩散 Tb 烧结 NdFeB 磁性材料的 EPMA 表征

EPMA-006

摘要： 烧结钕铁硼磁性材料在许多领域都有广泛的应用，随着新能源汽车和电子通信等行业的迅速发展和需求，对钕铁硼材料提出了更高的技术要求。本案例使用岛津电子探针 EPMA 研究一种晶界扩散 Tb 的烧结钕铁硼。测试结果表明经过扩散的样品，Tb 元素在表层附近的晶界相分布连续，在磁体内部，则择优聚集在主相和晶界相的结合区域。相对于以往只能使用磁性性能间接描述，EPMA 的元素面分析结果有了更为直观的表征。

关键词： 钕铁硼 晶界扩散 Tb EPMA

自从 1983 年，钕铁硼的制备和性能被报道以来，作为第三代磁性材料的代表便迅猛发展。特别是近年来由于新能源汽车、风能发电和电子应用等领域对节能电机的需求，在机械、电子通信、仪表和医疗 MRI 等领域中得到广泛应用的钕铁硼材料在电机市场应用进一步扩展。新能源汽车的驱动电机向轻便、高效方向发展，要求钕铁硼磁体要做小做薄，这增加了电机的退磁风险。

为了增大钕铁硼烧结磁体的矫顽力，用 Tb/Dy 等重稀土元素部分替代磁体中的 Nd 元素是一种较为有效的

方法。在烧结条件下，添加的稀土元素由于提高主相磁晶各向异性，因而大幅提高矫顽力，但是这种替代会带来一些不利后果，将会造成材料剩磁明显降低。另外，Tb/Dy 元素储量有限价格昂贵，材料成本将会大幅增加。一种晶界扩散的方法，可大量消减替代元素的用量，并同时改善钕铁硼磁性材料的矫顽力和剩磁。以往使用检测磁性性能的方法来研究和确认替代元素的扩散情况，使用岛津电子探针 EPMA 可以有更直观的表征。

实验部分

1.1 仪器

岛津电子探针 EPMA-1720



1.2 分析条件

测试参数

加速电压 (AccV): 20 kV

束流 (Beam Current): 20 nA

测试时间 (Sampling time): 60 ms/point

强度单位 (Unit): Counts

1.3 样品处理

样品经导电树脂热镶嵌后，不同粒度砂纸磨至 1200 目，然后分别使用 9 μm 、6 μm 和 3 μm 不同粒径的金刚石抛光悬浮液抛光，使用 0.5 μm Al₂O₃ 终抛。

结果讨论

晶界扩散处理技术主要采用涂覆、沉积、镀覆、溅射、粘覆等方式，在烧结磁体表面覆盖 Dy/Tb 等重稀土的氟化物、氧化物或者合金化合物等，后续的热处理过程中，晶界富 Nd 相因加热而液化，晶界中的 Dy/Tb 的扩散速度比从晶界向主相晶粒内部的扩散速度快得多。利用该扩散速度差，调整热处理温度和时间，将在烧结体主相和富稀土相之间产生一个很薄的、连续的、富重稀土元素 Dy/Tb 的壳层。主相晶粒中央并没有受到太多影响。

经过此类添加 Tb 元素工艺处理后的钕铁硼试样，选择近表层区域位置、中间过渡位置以及中心部区域分别测试其中 Nd 元素和元素 Tb 的面分布，研究 Tb 元素的扩散特征以及与 Nd 元素的对应分布关系。测试结果如图 1 所示：

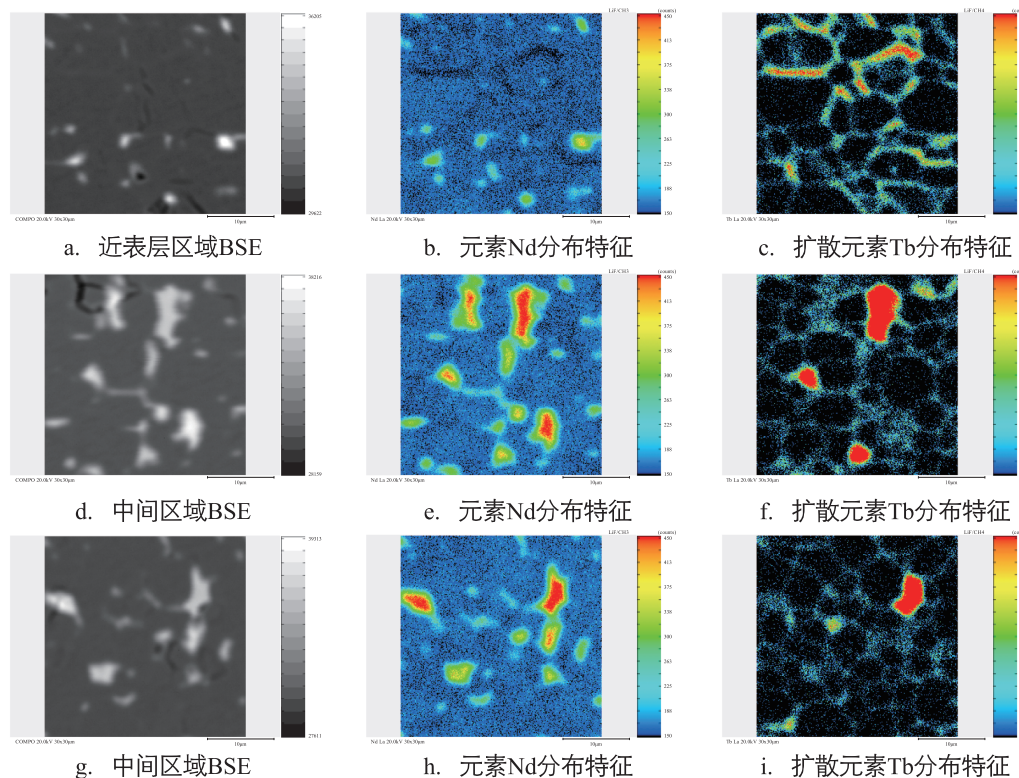


图1 钕铁硼磁体中不同位置处Nd和Tb元素分布特征

测试结果表明，基体相的晶粒呈多边形，富 Nd 相沿晶界或晶界交界处分布。扩散 Tb 元素在晶界处的浓度要高于主相内的浓度，在基体表层区，Tb 偏聚于晶界相，在主相和富钕相之间形成薄的连续重稀土壳层。研究表明，微结构的这些变化将限制反磁化畴核的形成，从而提高了磁体的矫顽力。而且主相 Nd₂Fe₁₄B 晶粒被非磁性的晶界相均匀连续包围，也提高了磁体矫顽力。由于 Tb 处理磁体重稀土元素含量较低，这使得磁体的剩磁变化很小。

结论

使用岛津电子探针 EPMA 可以研究晶界扩散 Tb 烧结钕铁硼磁性材料，对于不同微区的直观元素面分析可以理清扩散元素的机理、扩散的路径及不同位置的分布特征。由于稀土元素本身特征 X 射线能量非常接近，并且晶界扩散的元素含量又很低，使用 SEM+EDS 将会十分困难并且测试结果可能有一定的误导，具有更高灵敏度和更好分辨率的岛津电子探针 EPMA 对于研究和开发高性能钕铁硼材料无疑是很重要的。