

晶界扩散法制备烧结钕磁铁的分析

前言

钕磁铁是所有的稀土类磁铁中拥有最强磁性特征的一种磁性材料，自 1982 年发明以来，广泛应用于各个领域，不仅包括手机的扩音器、笔记本电脑的硬盘，还应用于混合动力车、电动车的各种马达以及家电产品如冰箱、空调等。近年来，以节能为目的的电子设备小型化、轻量化的需求，使钕磁铁得到飞速发展，需求不断扩大，并扩展应用到了医疗用 MRI 等领域。因此，对钕磁铁提出了耐热化、高矫顽力等更高技术的要求，相关研究开发工作正在推进。本文介绍使用岛津电子探针显微分析仪 EPMA™ (EPMA-8050G, 以下简称 EPMA) 对晶界扩散烧结钕磁铁进行分析的事例。

S. Yoshimi, Tongxin Zhao

烧结钕磁铁的分析

烧结钕磁铁的主要构成元素是钕 (Nd)、铁 (Fe)、硼 (B)，具有代表性的组成是 $Nd_{15}Fe_{77}B_8$ 。 $Nd_2Fe_{14}B$ (强磁相) 的主相被富 B 相 $Nd_{11}Fe_4B_4$ 相 (非磁相) 和富 Nd 相 (非磁相) 包围。

富 Nd 相是一种细薄相存在于主相的晶界处以及以氧化相形式 (在空气中氧化) 富集于三角晶界处。为了提高耐热性，在烧结钕磁铁中，通过使用镝 (Dy) 和铽 (Tb) 等重稀土元素代替 $Nd_2Fe_{14}B$ 主相中的部分 Nd，从而提高矫顽力。在 200°C 左右的高温环境下，Tb 提高矫顽力的效果比 Dy 更大，但是由于在地壳中的储量略高，更为廉价的 Dy 得到了更加广泛地使用。在钕烧结磁铁中添加 10wt% 以下的 Tb、Dy 等重稀土类元素，可以提高主相晶界附近的磁晶各向异性，从而提高矫顽力，但是，其烧结温度非常高，达到了 1100°C 左右，存在重稀土类元素在主相内部扩散，导致剩磁性能下降的问题。另外，Tb、Dy 主要产自中国南部的离子吸附型矿床中，储量较少，存在稳定供应的问题。因此，正在积极研究在减少 Tb、Dy 使用量的同时，实现高矫顽力的方法。

图 1 所示为含 Tb 的烧结钕磁铁的元素面分析结果，从中可以看出 Tb 分布在主相晶界处，而有助于提高矫顽力的 Co、Cu、Ga 分布在富 Nd 相附近。

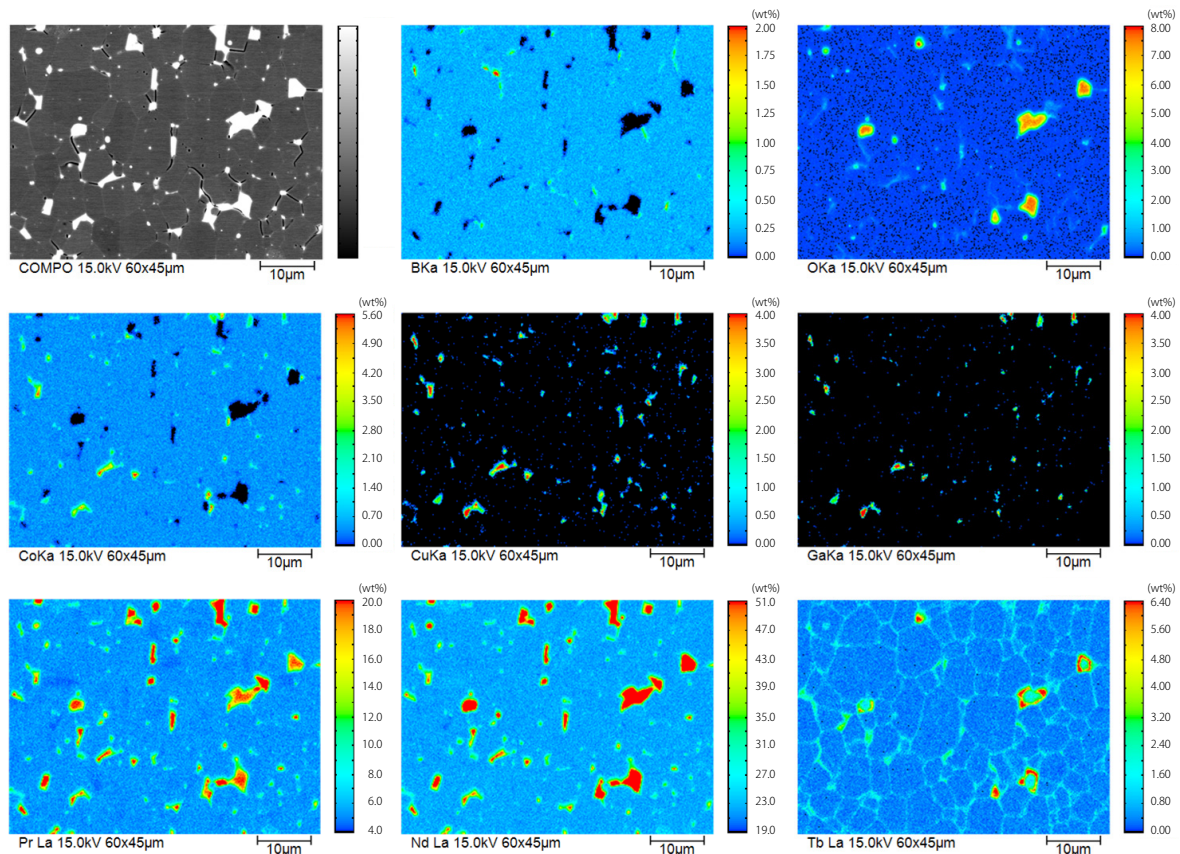


图 1 烧结钕磁铁的元素面 (Mapping) 分析

■ 烧结钕磁铁的晶界扩散处理

烧结磁铁的制造有二元合金法和晶界扩散法两种，其中，晶界扩散法包括通过溅射法在烧结后的磁铁表面沉积 Tb 和 Dy，并进行热处理的方法，以及涂覆 Tb、Dy 等的重稀土元素的化合物，并在低于烧结温度的温度下进行热处理的方法等。

在涂敷 Tb、Dy 的氟化物或者氧化物的晶界扩散法中，热处理时富 Nd 相溶解，部分扩散到烧结磁铁表面，Tb/Dy 与之置换扩

散进入磁铁内部。通过在 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相晶界附近产生薄而均匀且连续的富 Tb/Dy 壳层，可以抑制剩磁的下降，并同时提高矫顽力。

图 2 所示为对添加 Tb 并晶界扩散处理的钕磁铁表面至中心的分析结果，从中可以看出，Tb 通过主相晶界，从磁铁表面扩散到了约 $150\mu\text{m}$ 的区域。在 COMPO 图像上的面分析结果上的线分析显示（各元素均为 8wt% 范围）中，可以看到 Tb 和 Nd、Pr 发生置换，并且 Tb 浓度沿着中心区域方向略微降低。

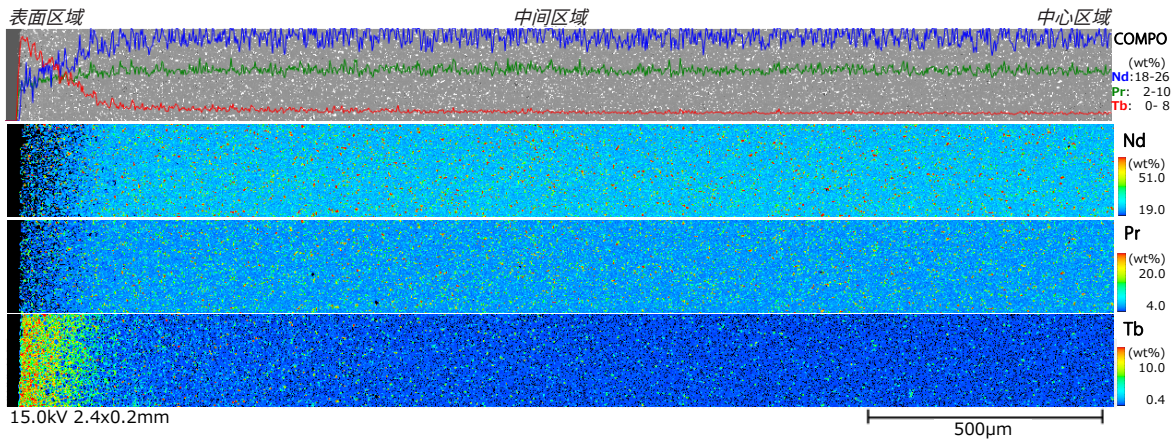


图 2 Tb 晶界扩散钕磁铁的广域元素面分析

■ 烧结钕磁铁的微细结构

烧结后，形成富 Nd 相（非磁性相）覆盖 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ （强磁性相）主相的结构，在主相的晶界附近容易产生逆磁畴，因此，通过扩散到晶界的 Tb，抑制高温时的逆磁畴产生，可以实现耐热性。

将 Tb 晶界扩散处理后的钕磁铁的表面区域（图 3(a)），中间区域（图 3(b)），中心区域（图 3(c)）局部放大后进行面分析，

结果显示 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相晶粒呈多边形，晶粒直径为 $5\mu\text{m}$ 左右。

与中心区域相比，表面区域的晶界 Tb 浓度比主相内的浓度高，在中间及中心的内部区域中，Tb 集中在主相晶粒附近，形成了薄而均匀且连续的富 Tb 壳层。

通过上述方式研究微细结构的变化，可以对耐热性和高矫顽力的特性进行评价。

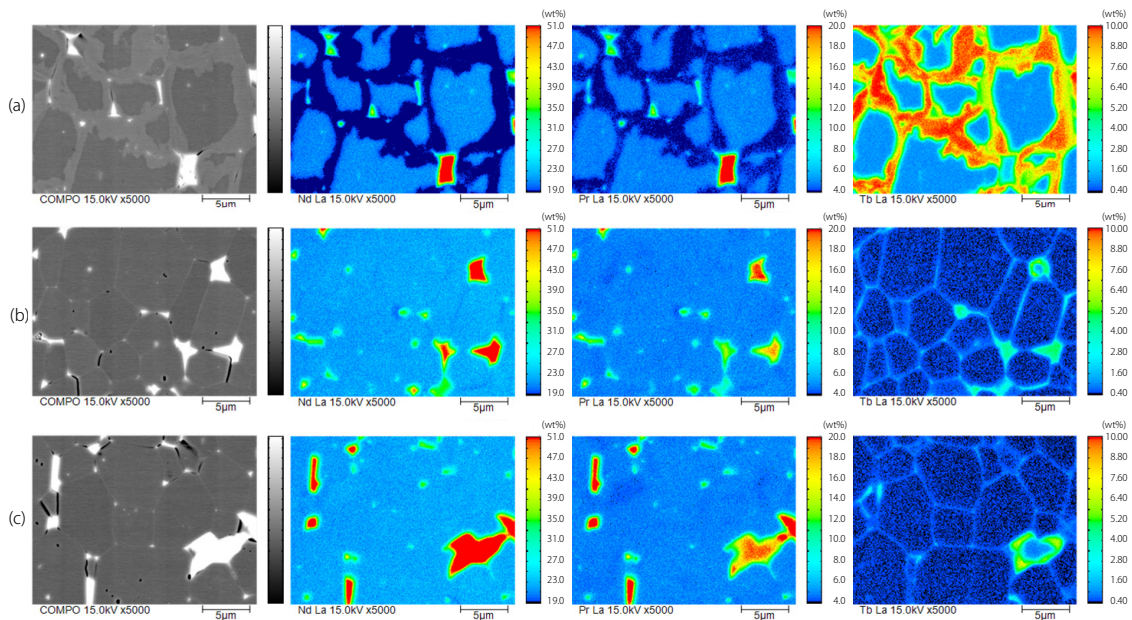


图 3 Tb 晶界扩散钕磁铁的 (a) 表面区域、(b) 中间区域、(c) 中心区域的局部放大后的元素面分析

岛津应用云



< 参考文献 > Materia 第 50 卷第 9 号 2011
EPMA 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

※ 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
※ 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2020 年 1 月