Material Sciences 材料科学, 2021, 11(5), 571-575
Published Online May 2021 in Hans. http://www.hanspub.org/journal/ms
https://doi.org/10.12677/ms.2021.115066

Hans汉斯

晶粒细化对钕铁硼磁性能及力学性能影响

杨卫东，刘　涛，李　建，周　磊

安泰科技股份有限公司，北京
Email: zl940865@163.com

收稿日期：2021年4月4日；录用日期：2021年5月13日；发布日期：2021年5月20日

摘　要

本研究通过粉末粒度的控制制备出了A、B两种不同晶粒尺的烧结钕铁硼样品，并对比分析了他们的磁性能、晶粒尺寸分布及力学特性。结果发现，晶粒细化使磁体的矫顽力从1115.7 kA/m提升至1339.3 kA/m，而剩磁几乎没有变化，烧结磁体的平均晶粒尺寸从8.57 μm减小至4.76 μm。晶粒细化使磁体的抗弯强度从422.98 Mpa提升至546.70 MPa，维氏硬度从577.30 HV增加至642.49 HV。晶粒细化使样品中晶界分布均匀密集，裂纹扩展途径发生改变，提高了磁体力学性能。

关键词

烧结钕铁硼，矫顽力，晶粒尺寸，力学性能

Study of Grain Refinement in Dy-Free Nd-Fe-B Sintered Magnet

Weidong Yang, Tao Liu, Jian Li, Lei Zhou

Advanced Technology and Materials Co., Ltd., Beijing
Email: zl940865@163.com

Received: Apr. 4th, 2021; accepted: May 13th, 2021; published: May 20th, 2021

Abstract

In the present work, A and B two types of Nd-Fe-B sintered magnet samples with different grain sizes were prepared by differentiating particle sizes, and the corresponding magnetic properties, grain size distributions and mechanical properties were compared. As a result, due to the grain refinement, the coercivity increased from 1115.7k A/m to 1339.3 kA/m while remanence almost unchanged, the average grain size decreased from 8.57 μm to 4.76 μm. Besides, bending strength and Vicker's hardness of the magnet increased from 422.98 MPa and 577.30 HV to

文章引用: 杨卫东, 刘涛, 李建, 周磊. 晶粒细化对钕铁硼磁性能及力学性能影响[J]. 材料科学, 2021, 11(5): 571-575.
DOI: 10.12677/ms.2021.115066

546.70 MPa and 642.49 HV, respectively. Grain refinement made grain boundary distribute more tight and homogeneous, resulting in change of crack expansion route and enhancement of mechanical properties.

Keywords

Nd-Fe-B Sintered Magnet, Coercivity, Grain Size, Mechanical Properties

Copyright © 2021 by author(s) and Hans Publishers Inc.
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).
http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/
Open Access

1. 引言

烧结钕铁硼磁体因其优异的磁性能，广泛应用于计算机、汽车、智能制造、机器人、轨道交通等领域。随着各应用领域对能源转换效率要求提高，对磁性能的要求也越来越高。其中晶粒细化是不增加重稀土消耗量的同时提升磁性能的有效途径[1] [2] [3]。另一方面，随着钕铁硼材料应用领域的拓展，其力学性能指标也越来越重要。然而，因为钕铁硼材料本身微观结构特点及粉末冶金制备方式的特点，导致其在加工、运输、组装和应用过程中很容易产生裂纹[4] [5]，低强度和低韧性的缺陷大大限制了其应用领域。面向上述问题，本研究通过对钕铁硼进行晶粒细化，研究晶粒细化工艺对磁性能及力学性能的影响。

2. 实验材料及方法

本研究中使用的样品 A 和样品 B 的名义成分均为 $Nd_{30.8}Fe_{bal}CoAl_{0.3}B$ (质量分数)，经过冶炼、氢破、气流磨、压型、等静压、烧结、回火等过程进行制备。其中，样品 A 的制备过程中所使用的气流磨粉末平均粒度约为 3.5 μm，样品 B 的对应粒度约为 2.7 μm，粉末粒度由 HELOS-RODOS 激光粒度仪测得，粉末粒径为磁粉表面积平均粒径 SMD。由于粉末粒度不同，最终烧结完成的两种样品晶粒尺寸也不同。

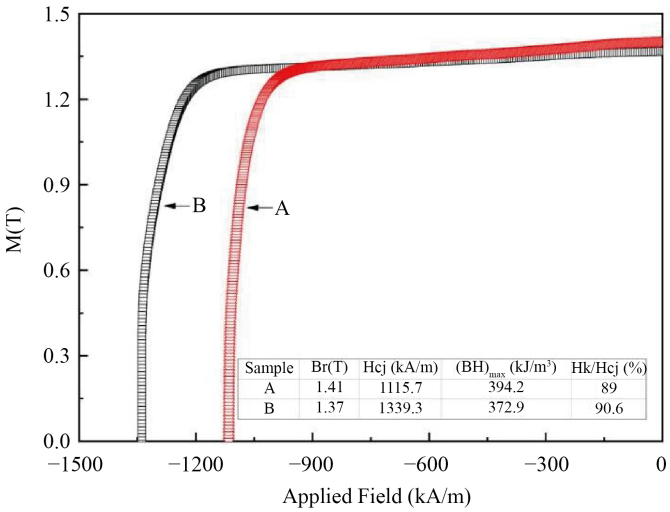
本研究中烧结磁体的微观结构，表面腐蚀晶粒背散射像及三点弯曲断口形貌像均由 JSM-6010LA 型扫描电子显微镜表征。将经过表面腐蚀的金相样品进行 1000 倍放大，采用 Image pro plus 图像分析软件对金相照片进行图像数据分析测得晶粒直径分布统计数据。本研究中的样品磁性能由 PFM14 型脉冲场磁测仪测得，抗弯强度参照测试国标《GB/T 14452-93》即《金属弯曲力学性能实验方法》进行三点弯曲实验测得，所用测试设备为 CMT4304 万能力学试验机，而样品的硬度则由数显维氏硬度计测得。

3. 结果与讨论

图 1 显示了两种样品的退磁曲线，其内置表格中进一步具体显示了对应样品的剩磁、矫顽力、磁能积和方形度。其中，在相同成分条件下相较于样品 A 而言，由于样品 B 由于经过粉末细化制备而得，使得样品 B 的剩磁基本与样品 A 相近的同时矫顽力却比样品 A 提高了 223.6 kA/m，矫顽力提高百分比为 20.0%，说明粉末粒度的细化对钕铁硼磁体的矫顽力提升起着显著作用。此外，样品 B 的方形度也高于样品 A，说明样品 B 的微观结构均匀性优于样品 A。由此可知，烧结钕铁硼材料制备工艺中，晶粒细化是提升磁体矫顽力的同时避免增加昂贵的重稀土消耗的重要途径。

图 2 显示了两种样品的微观结构背散射像及表面经过轻微腐蚀后所显示的晶粒形貌像。在图 2(a)和图 2(b)中白色区域对应于磁体的晶界富钕相，而其余的灰色区域则对应于 $Nd_2Fe_{14}B$ 主相。在图 2(a)中可以看出，样品 A 经过烧结后的富钕相分布极不均匀，出现明显的白色富钕相异常大尺寸团聚。图 2(b)中

则显示了样品 B 的微观形貌。经过晶粒细化工艺制备的样品 B 中富钕相分布均匀，没有出现富钕相异常大尺寸团聚，而这种均匀分布的微观结构恰恰就是磁体获得高矫顽力的关键因素。图 2(c)和图 2(d)则分别显示了样品 A 和 B 的晶粒形貌。同样可以看出，样品 A 中整体的晶粒尺寸显著大于样品 B，样品 A 中个别晶粒的尺寸甚至达到 15 μm 以上，而样品 B 中大部分晶粒尺寸均小于 10 μm。



Sample	Br(T)	Hcj (kA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m³)	Hk/Hcj (%)
A	1.41	1115.7	394.2	89
B	1.37	1339.3	372.9	90.6

Figure 1. Demagnetization curves of two types of samples
图 1. 两种样品退磁曲线

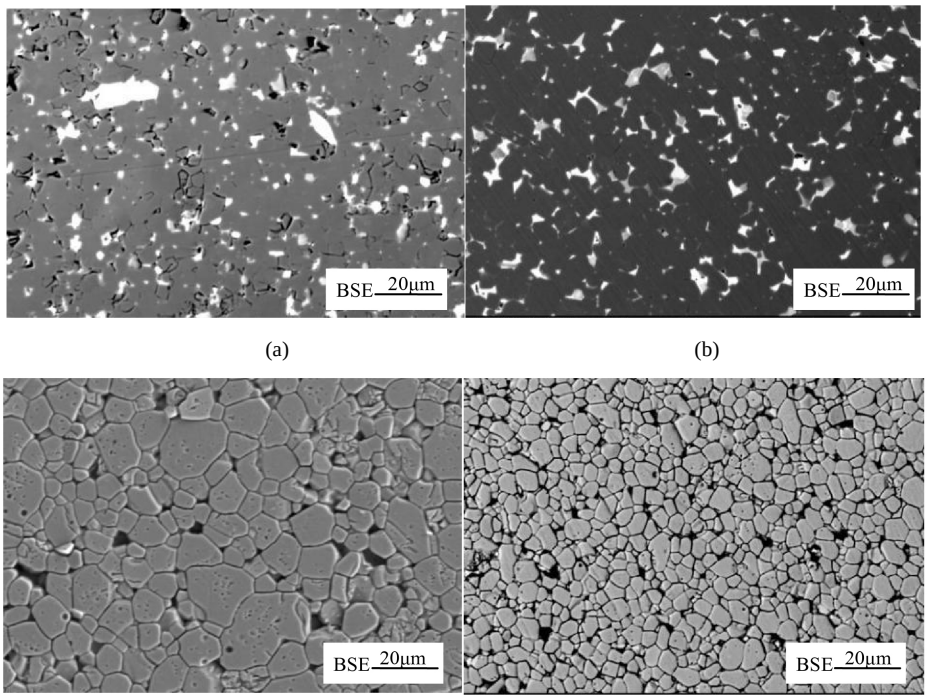


Figure 2. Back scattered images of microstructure and topography of grains. (a) A microstructure; (b) B microstructure; (c) A grains; (d) B grains
图 2. 微观结构背散射像及晶粒形貌像。(a) A 样品微观结构；(b) B 样品微观结构；(c) A 样品晶粒形貌；(d) B 样品晶粒形貌

图 3 进一步显示了基于图 2(c)和图 2(d)进行图像分析而统计出的两种样品晶粒尺寸分布。根据图 3 中的晶粒尺寸统计数据算出样品 A 的平均晶粒尺寸为 8.57 μm，样品 B 的平均晶粒尺寸为 4.76 μm。在图 3 中可较明显的看出两种样品晶粒分布的差异。样品 A 中随着统计的尺寸增加，对应的晶粒数量逐渐变大，晶粒尺寸达到 8.5~9 μm 的晶粒占比甚至接近 10%之多。与此相反，在样品 B 中，却呈现出随着晶粒统计尺寸增加，对应的晶粒比例逐步减少的趋势，大部分晶粒分布在 5.5 μm 以下，只有少部分晶粒尺寸超过 5.5 μm。这进一步证明，通过粉末粒度的细化确实可以使得最终烧结完成的磁体中晶粒的细化。

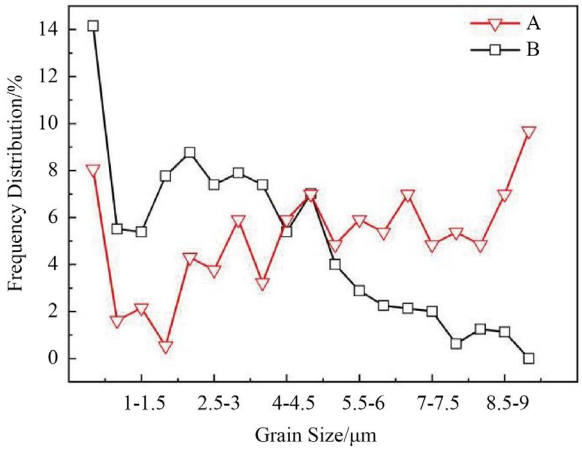


Figure 3. Comparison of grain size distributions of two types of magnets
图 3. 两种磁体的晶粒尺寸分布对比

经上述分析已发现，通过粉末粒度的细化确实实现了磁体矫顽力的显著提升。然而，恰恰由于这种粉末烧结的方式的工艺特点，导致最终烧结完成的钕铁硼材料塑性差、脆性高、加工难度大、成品率相对低，在运输装配过程中，容易磕边、掉角，抗震动冲击能力差。因此，本研究对于 A、B 两种样品进行三点弯曲和维氏硬度测试，用以分析晶粒细化工艺对材料力学性能的影响，如图 4 所示。图 4(a)显示，粗晶粒的 5 个 A 样品抗弯强度平均值为 422.98 MPa，而经过晶粒细化的 B 样品抗弯强度平均为 546.70 MPa。图 4(b)显示，5 个 A 样品维氏硬度平均值为 577.30 HV，而 B 样品维氏硬度平均值为 642.49 HV。

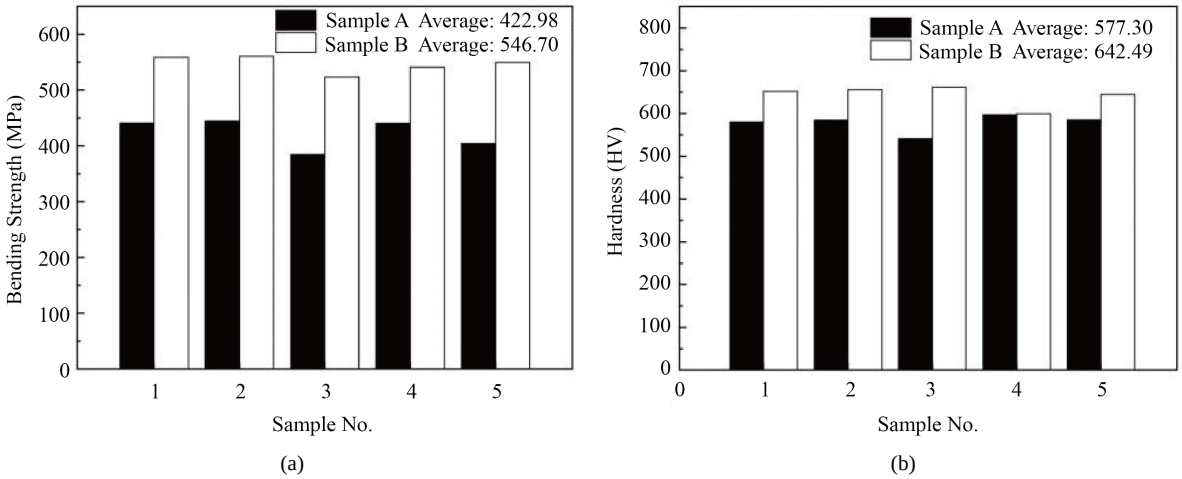
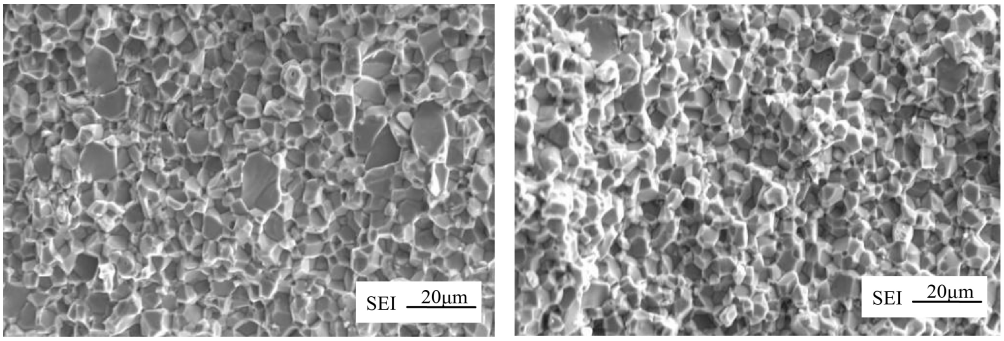


Figure 4. (a) Bending strength and (b) Vicker's hardness of Sample A and B
图 4. A、B 两种样品的(a)抗弯强度与(b)维氏硬度

经过晶粒细化的 B 样品，在抗弯强度和维氏硬度方面均显著高于 A 样品，说明晶粒细化可使磁体的强度和硬度显著提高。利用扫描电子显微镜进一步观察断口形貌，如图 5 所示。普遍观点认为烧结 NdFeB 断裂的微观机制主要为沿晶断裂，晶界区域的富钕相分布是改善力学性能的主要关注点。图中可以看到常规磁体的断口形貌粗大晶粒较多，而细化磁体的晶粒相对均匀，结合致密。主相晶粒和富 Nd 相的结合强度是决定材料强度的重要因素之一[6] [7]。晶粒细化后，富 Nd 相体积分数不变，但分布更加均匀，晶界本身得到强化，裂纹扩展或裂纹扩展途径发生改变，结合数据看，矫顽力提升的同时材料强度没有降低趋势，这有助于加工过程磕边、缺角不良的防范。



(a) (b)

Figure 5. Fracture topography of (a) Sample A and (b) Sample B
图 5. (a)样品 A 与(b)样品 B 断口形貌比较

4. 结论

本文通过粉末细化工艺实现了制备细晶粒烧结磁体，研究发现：

(1) 晶粒细化使磁体的矫顽力从 1115.7 kA/m 提升至 1339.3 kA/m，而剩磁几乎没有变化；

(2) 烧结磁体的平均晶粒尺寸从 8.57 μm 减小至 4.76 μm；

(3) 晶粒细化使磁体的抗弯强度从 422.98 Mpa 提升至 546.70 MPa，维氏硬度从 577.30 HV 增加至 642.49 HV；

(4) 晶粒细化使晶界分布均匀密集，裂纹扩展途径发生改变，提高了磁体力学性能。

参考文献

[1] Uestuener, K., Katter, M. and Rodewald, W. (2006) Dependence of the Mean Grain Size and Coercivity of Sintered Nd-Fe-B Magnets on the Initial Powder Particle Size. *IEEE Transaction on Magnetics*, **42**, 2897-28994. https://doi.org/10.1109/TMAG.2006.879889

[2] Li, W.F., Ohkubo, T., Hono, K., *et al*. (2009) The Origin of Coercivity Decrease in Fine Grained Nd-Fe-B Sintered Magnets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **321**, 1100-1105. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2008.10.032

[3] Ramesh, R., Thomas, G. and Ma, B.M. (1988) Magnetization Reversal in Nucleation Controlled Magnets. II. Effect of Grain Size and Size Distribution on Intrinsic Coercivity of Fe-Nd-B Magnets. *Journal of Applied Physics*, **64**, 6416-6423. https://doi.org/10.1063/1.342055

[4] Tang, R.-Y. (1997) Modern Permanent Machines: Theory and Design. Mechanical Industry Press, Beijing, 3-5. (In Chinese)

[5] Rabinovich, Y.M., Sergeev, V., Maystrenko, A.D., *et al*. (1996) Physical and Mechanical Properties of Sintered Nd-Fe-B Type Permanent Magnets. *Intermetallics*, **4**, 641-645. https://doi.org/10.1016/0966-9795(96)00057-X

[6] Liu, J.F., Vora, P., Walmer, M.H., *et al*. (2005) Microstructure and Magnetic Properties of Sintered NdFeB Magnets with Improved Impact Toughness. *Journal of Applied Physics*, **97**, 10H101. https://doi.org/10.1063/1.1847215

[7] Li, A.-H., Li, W., Dong, S.-Z. and Li, X.-M. (2003) Sintered Nd-Fe-B Magnets with High Strength. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **265**, 331-336. https://doi.org/10.1016/S0304-8853(03)00283-X