



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102909381 A

(43) 申请公布日 2013. 02. 06

(21) 申请号 201210394265. 5

B22F 9/14 (2006. 01)

(22) 申请日 2012. 10. 17

B22F 1/00 (2006. 01)

(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 岳明 张东涛 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 张慧

(51) Int. Cl.

B22F 9/00 (2006. 01)

C22C 1/02 (2006. 01)

C22C 22/00 (2006. 01)

B22F 9/04 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

### (54) 发明名称

一种钴纳米颗粒掺杂制备高矫顽力锰铋磁粉的方法

### (57) 摘要

一种钴纳米颗粒掺杂制备高矫顽力锰铋磁粉的方法,属于锰铋磁粉技术领域。采用磁悬浮熔炼技术制备锰铋合金;将锰铋合金在真空的条件下进行热处理;将热处理后的锰铋合金利用滚动球磨技术制备成合金粉末;采用物理气相沉积技术制备钴纳米颗粒;将锰铋合金粉末与钴纳米颗粒混合均匀;将混合后的粉末在氩气的保护下进行高能球磨,最终获得高矫顽力的锰铋磁粉。与采用相同方法制备的未掺杂钴纳米颗粒的锰铋磁粉相比,本发明利用钴纳米颗粒尺寸小,表面活性高的特点,通过高能球磨使之进入锰铋合金晶格,使最终获得的钴纳米颗粒掺杂型锰铋合金磁性粉末的矫顽力显著提高 50-100%。

1. 一种钴纳米颗粒掺杂制备高矫顽力锰铋磁粉的方法,其特征在于,包括以下步骤:

第一,将原材料锰和铋按照摩尔比 1.05 :1 配比,采用磁悬浮熔炼技术制成锰铋合金;

第二,将锰铋合金在真空的条件下进行热处理,热处理的工艺条件是:温度 280 — 295℃、时间 36 — 72 小时;

第三,将热处理后的锰铋合金铸锭在丙酮保护的条件下进行滚动球磨,球料比为 3:1,球磨时间为 4 — 6 小时,获得 4 — 6 微米的单相锰铋磁粉;

第四,采用物理气相沉积技术制备并收集 20-100nm 的钴纳米颗粒;

第五,将所制备的钴纳米颗粒加入步骤三中制备好的锰铋磁粉中,钴纳米颗粒添加比例为锰铋磁粉重量的 5-15%,将两种粉末混合均匀;

第六,将混合后的粉末在氩气的保护下进行高能球磨,球料比为 20:1,球磨时间为 2 — 4 小时。

2. 按照权利要求 1 的一种钴纳米颗粒掺杂制备高矫顽力锰铋磁粉的方法,其特征在于,钴纳米颗粒添加比例为锰铋磁粉重量的 5%。

## 一种钴纳米颗粒掺杂制备高矫顽力锰铋磁粉的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备具有高矫顽力锰铋磁粉的方法,属于锰铋磁粉技术领域。

### 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,即磁体的磁性能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。而锰铋永磁材料则具有优异的温度特性,其磁性能的关键参数—矫顽力可以随着温度的升高而增大,因此有望在相关产业中发挥重要作用。但是由于内禀磁性能的限制,单相锰铋永磁粉末的矫顽力与钕钴等常用永磁材料仍然较低,特别是在室温下这种差距更加明显,这对于锰铋永磁材料的应用十分不利。

[0004] 针对上述问题,本发明提出采用钴纳米颗粒掺杂的方法制备高矫顽力的锰铋磁粉。将钴纳米颗粒与锰铋合金微米颗粒混合均匀,然后通过高能球磨使钴纳米颗粒以原子的形式扩散进入锰铋分子的晶格中,显著提高了磁粉的磁晶各向异性。与此同时,锰铋合金中的晶粒尺寸也由微米级细化至纳米级。最终所制备的掺钴锰铋磁粉具有显著高于单相不含钴锰铋磁粉的矫顽力。据此,本发明采用钴纳米颗粒掺杂制备出具有高矫顽力的锰铋磁粉。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种获得高矫顽力锰铋磁粉的方法,综合采用磁悬浮熔炼、退火热处理、滚动球磨、钴纳米颗粒掺杂、高能球磨等多种技术,成功的制备出具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0006] 本发明提供一种钴纳米颗粒掺杂制备高矫顽力锰铋磁粉的方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0007] 第一,将原材料锰和铋按照摩尔比 1.05 :1 配比,采用磁悬浮熔炼技术制成锰铋合金;

[0008] 第二,将锰铋合金在真空的条件下进行热处理,热处理的工艺条件是:温度 280-295℃、时间 36-72 小时;

[0009] 第三,将热处理后的锰铋合金铸锭在丙酮保护的条件下进行滚动球磨,球料比为 3:1,球磨时间为 4—6 小时,获得 4—6 微米的单相锰铋磁粉;

[0010] 第四,采用物理气相沉积技术制备并收集 20-100nm 的钴纳米颗粒;

[0011] 第五,将所制备的钴纳米颗粒加入步骤三中制备好的锰铋磁粉中,添加比例为锰铋磁粉重量的 5-15%,优选 5%,将两种粉末混合均匀;

[0012] 第六,将混合后的粉末在氩气的保护下进行高能球磨,球料比为 20:1,球磨时间为

2—4 小时,最终获得具有高矫顽力的锰铋磁粉。

[0013] 本发明所制备的锰铋磁粉的特征在于,磁粉在室温下的矫顽力得到大幅度最高可以达到 20000 奥斯特以上,可以广泛的应用于永磁器件的制造。

[0014] 本发明提供的锰铋磁粉的另一重要特征在于,本发明利用钴纳米颗粒尺寸小,表面活性高的特点,通过高能球磨使之进入锰铋合金晶格,与未掺杂钴纳米粉的锰铋磁粉相比,其矫顽力显著提高,提高幅度达到 50—100%。因此有利于磁粉在对矫顽力要求更高的环境下使用。

[0015] 有关具体实施例及对比例中锰铋磁粉的室温矫顽力见表一。

## 附图说明

[0016] 图 1:采用本方法制备的掺杂 10% 钴纳米粉的锰铋磁粉的 XRD 衍射图(实施例 2 样品结果)。

## 具体实施方式

[0017] 实施例 1

[0018] 原材料锰和铋按照 1.05:1 (摩尔数比) 配比,采用磁悬浮熔炼技术制成合金。将合金在真空的条件下进行热处理,热处理的工艺条件是:温度 280℃、时间 72 小时。将退火后的合金在丙酮保护的条件下进行滚动球磨,球料比为 3:1,球磨时间为 6 小时,获得 4 微米的单相锰铋磁粉。将平均粒径 20 纳米,重量比 5% 的钴纳米颗粒添加到上述锰铋磁粉,并使二者混合均匀。将混合后的粉末在氩气的保护下进行高能球磨,球料比为 20:1,球磨时间为 2 小时,最终获得锰铋磁粉。

[0019] 实施例 2

[0020] 原材料锰和铋按照 1.05:1 (摩尔数比) 配比,采用磁悬浮熔炼技术制成合金。将合金在真空的条件下进行热处理,热处理的工艺条件是:温度 295℃、时间 36 小时。将退火后的合金在丙酮保护的条件下进行滚动球磨,球料比为 3:1,球磨时间为 4 小时,获得 6 微米的单相锰铋磁粉。将平均粒径 100 纳米,重量比 15% 的钴纳米颗粒添加到上述锰铋磁粉,并使二者混合均匀。将混合后的粉末在氩气的保护下进行高能球磨,球料比为 20:1,球磨时间为 4 小时,最终获得锰铋磁粉。

[0021] 实施例 3

[0022] 原材料锰和铋按照 1.05:1 (摩尔数比) 配比,采用磁悬浮熔炼技术制成合金。将合金在真空的条件下进行热处理,热处理的工艺条件是:温度 290℃、时间 48 小时。将退火后的合金在丙酮保护的条件下进行滚动球磨,球料比为 3:1,球磨时间为 5 小时,获得 5 微米的单相锰铋磁粉。将平均粒径 50 纳米,重量比 10% 的钴纳米颗粒添加到上述锰铋磁粉,并使二者混合均匀。将混合后的粉末在氩气的保护下进行高能球磨,球料比为 20:1,球磨时间为 3 小时,最终获得锰铋磁粉。

[0023] 对比例 1

[0024] 原材料锰和铋按照 1.05:1 (摩尔数比) 配比,采用磁悬浮熔炼技术制成合金。将合金在真空的条件下进行热处理,热处理的工艺条件是:温度 280℃、时间 72 小时。将退火后的合金在丙酮保护的条件下进行滚动球磨,球料比为 3:1,球磨时间为 6 小时,获得 4 微米

的单相锰铋磁粉。

[0025] 对比例 2

[0026] 原材料锰和铋按照 1.05 :1 (摩尔数比) 配比, 采用磁悬浮熔炼技术制成合金。将合金在真空的条件下进行热处理, 热处理的工艺条件是 : 温度 280℃、时间 72 小时。将退火后的合金在丙酮保护的条件下进行滚动球磨, 球料比为 3:1, 球磨时间为 6 小时, 获得 4 微米的单相锰铋磁粉。将上述单相磁粉在氩气的保护下进行高能球磨, 球料比为 20:1, 球磨时间为 2 小时, 最终获得单相锰铋磁粉。

[0027] 表 1

[0028]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	对比例 1	对比例 2
矫 顽 力 (kOe)	20500	18600	14700	8700	9800

[0029] 由以上实施例及对比例可以看出, 采用滚动球磨方法获得的单相锰铋磁粉(对比例 1) 的矫顽力相对较低, 而经过高能球磨后有所提高(对比例 2), 但是幅度不大。而经过钴纳米颗粒掺杂处理后, 矫顽力大幅度提高, 从而有效的扩大了材料的应用范围。上述实施例 2 中的 XRD 可以证明钴纳米颗粒以原子的形式扩散进入锰铋分子的晶格, 实施例 1 和实施例 3 也同样具有此效果。

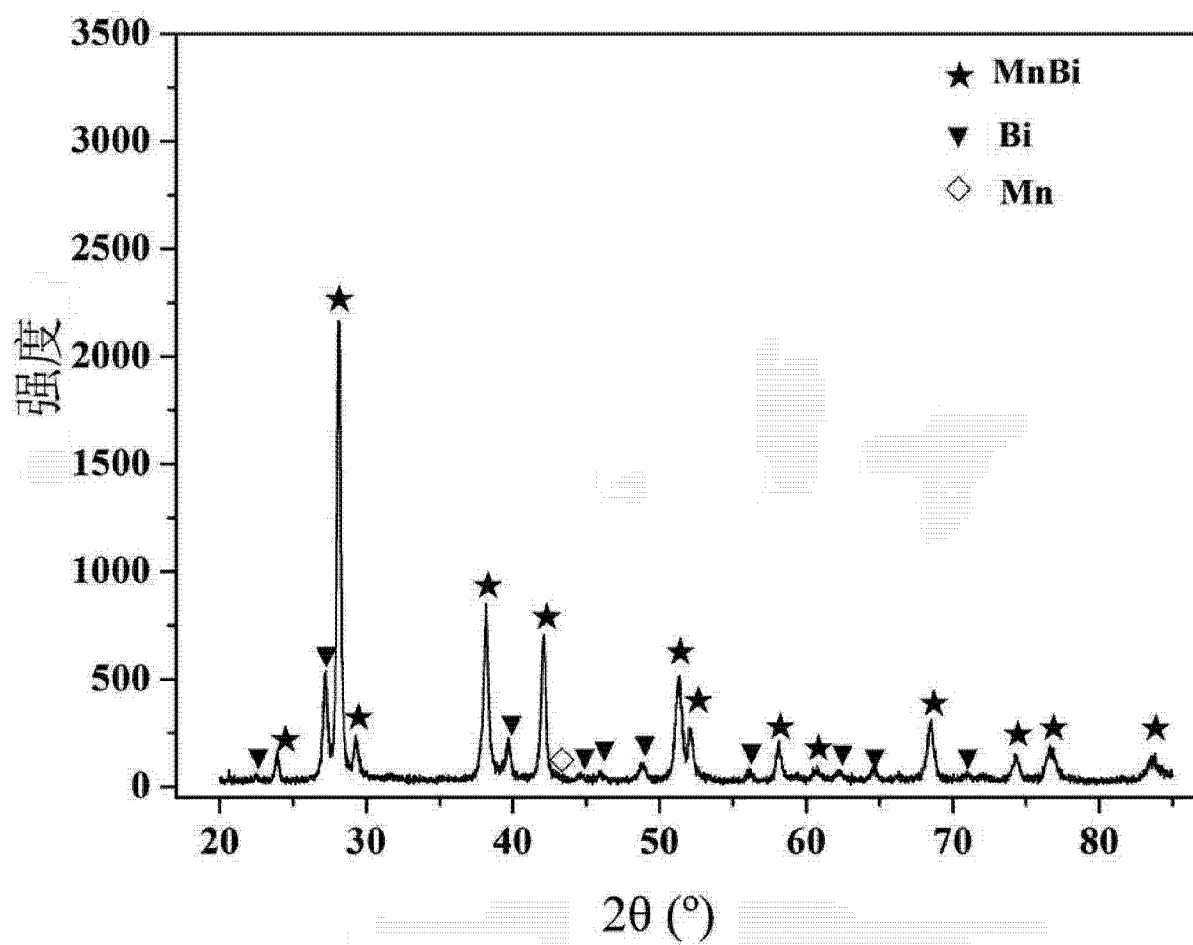


图 1