

科技情报研究
课题资料之二

磁性材料关键工艺技术 分析研究

电子工业部第九研究所磁性产品信息中心

电子工业部磁性材料及器件专业情报网

四川绵阳西磁科技信息咨询中心

一九九七年六月

前 言

1992年10月,磁性材料及器件专业情报网曾在南京举办了《磁性材料关键工艺技术交流及专用设备仪器样品展示会》,会上的学术报告和交流文章,其实用性和先进性给与会代表留下了深刻的印象。五年来,不少厂家经常来信来电索取上述会议资料。

为了满足广大网员单位的实际需要,今年初,我们磁性产品信息中心成立了课题组,专门进行磁性材料关键工艺技术的文献资料调研,并加以分析综合,整理成文供网内交流。内容涉及永磁铁氧体、软磁铁氧体、稀土永磁、微波铁氧体及其它有关内容,希望以此进一步推动磁性行业的工艺创新和科技进步。

该课题的工作得到了磁性产品信息中心全体职工的大力支持,中心主任何永校副总工程师多次指导,并负责文稿的审定。马昌贵、吴安国两位高级工程师提出了许多宝贵意见,并做了大量工作。责任编辑由杨仁富、万飞担任。错误及不当之处,请批评指正。

中国西南应用磁学研究所磁性产品信息中心

1997年5月

目 录

一、永磁铁氧体

使用铁磷制备高性能永磁铁氧体大生产技术	戎宗良(1)
回转窑预烧铁氧体料粉系统探讨	周平章等(4)
提高生产工艺水平,加速铁氧体生产发展	陈尔富(8)
永磁铁氧体烧结中的质量问题	张吉泰(18)
永磁铁氧体的配料与成型	赵国法(23)
高性能永磁铁氧体制造的微粉碎工艺及其分析	杨国本(27)
永磁铁氧体高浓度料浆的管道输送	李 维(35)
后工序工艺对高性能磁瓦质量的影响	黄孝源(40)
铁氧体磁瓦内弧及底面隐形裂纹的研究	韦承义(43)
关于改进锶铁氧体永磁性能研究	吴安国译(48)
添加 CaO 和 SiO ₂ 对 Sr 铁氧体粉烧结的影响	吴安国译(57)
一种新型粘结铁氧体磁粉的研制	王晶珠(61)
粘结永磁铁氧体的关键生产工艺简介	杨声贵(65)
挤出成型粘结铁氧体永磁的研究	王显荣等(71)

二、稀土永磁

永磁体的新工艺技术	吴安国译(76)
关于稀土永磁体性能一致性的研究	杨宝山(82)
烧结永磁材料的磁性能与取向磁场的关系	高汝伟(85)
高性能烧结 NdFeB 国产化生产线设备与工艺技术	何水校(89)
高能积 NdFeB 磁体的制备工艺	祝景汉(95)
轴向充磁钕铁硼圆柱产品成型模具设计	辜程宏等(99)
内圆单刀切片机切割工艺分析	杨云东(102)
瓦形磁体磨削工艺及设备	林方钰(106)
稀土永磁的防腐技术简介	崔保义(109)
注射成型粘结 NdFeB 磁体工艺分析	李彦奎(114)
NdFeB 粘结磁体的成型方法研究	史荣莹(118)
稀土粘结永磁体的发展前景及其制造	马昌贵(120)
磁体双端面磨削工艺的研究	王用洋(129)

三、软磁铁氧体

低损耗双 5000 锰锌铁氧体材料的研究	汪 敢等(131)
高频功率铁氧体	辛克文等(135)

彩色偏转磁芯的制造	徐锦华(141)
超低损耗铁氧体材料	吴安国译(153)
MnZn 铁氧体升温过程中裂纹产生机制	吴安国译(157)
多层片式电感器用细料粉铁氧体	吴安国译(161)
低温烧结 NiCuZn 铁氧体	吴安国译(164)
添加 Nb ₂ O ₅ 的 MnZn 铁氧体的磁性和晶界结构	吴安国译(167)
锰锌铁氧体裂痕的形成	朱 玲译(170)
电感磁芯干法生产工艺及设备	戈仲禹(176)
抗 EMI 用软磁铁氧体	阳开新(179)
四、微波铁氧体	
微波铁氧体集成组件及其应用	余声明(184)
低磁矩微波单晶材料的制备和性能	李淑华(190)
用空气烧结代替氧气烧结——石榴石的工艺研究	韩志全(194)
厚膜微带隔离器	李素清(199)
五、其 他	
磁性首饰设计、制作及其应用	马 达(203)
热处理工艺对 KHP-2 坡莫合金磁导率的影响	诸葛兰剑等(209)
浅谈无磁硬质模具在磁性材料行业的应用	黄谷云(213)

使用铁鳞制备高性能永磁铁氧体大生产技术

戎宗良(江西上饶市磁性材料厂 江西上饶 334000)

一、工艺流程简介

采用铁鳞制作高性能铁氧体大生产工艺流程如下所示:

铁鳞分析→铁鳞粉碎筛选→铁鳞氧化→配料湿混(一次球磨)→滤水压块
→预烧→ σ_r 、 σ_s 、 H_c 的测试→粗、中粉碎→掺杂微粉碎→料浆分析→压制
成型→烧结→磨加工→综合参数测试→包装入库。

二、具体实施过程

1. 铁鳞分析

由于从轧钢厂出厂的铁鳞,受到钢材品种,收集情况等原因,含量常不稳定,且含杂质较多。为了保证铁氧体磁性能稳定,需对铁鳞进厂进行含铁量含杂质分析,以保证配方的准确性,最好固定铁鳞来源。

2. 铁鳞粉碎筛选

将铁鳞先粉碎再过 20 目筛,除去铁鳞中大的杂质,再输入磁选机磁选,以除去砂石等非磁性杂质。

3. 铁鳞氧化

经处理过的铁鳞可直接装入耐火钵送入煤窑氧化,氧化过程中要保持良好的氧化气氛,另外可将冷却区缩短些。氧化温度在 $800^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$,推板速度为 $330\text{mm}/5\text{min}$,出窑后将铁鳞倒入铁板上摊开以便充分氧化。

4. 配料湿混

将碳酸锶与铁鳞按摩尔比 $1:5.3\sim 5.7$ 配料并添加: $0.2\sim 0.4\text{wt}\%$ 高岭土, $0.2\sim 0.4\text{wt}\%$ CaCO_3 , $0.6\sim 1.0\text{wt}\%$ SrSO_4 及 $0.6\text{wt}\%$ 左右 H_3BO_3 ,投入球磨机湿混磨,磨至平均粒度 $\leq 1.0\mu\text{m}$ 时出料。

5. 滤水压块

用压滤机滤去水分,再用压料机制成料坯。

6. 预烧

将干燥一、二天的料坯送入煤窑预烧,预烧温度一般在1350℃左右。必须指出的是,由于热电偶位置的不同,及冷端温度的变化,所以各厂家窑炉实际温度均有差别,故一般以出窑料坯断面无夹生、过烧现象,断面结晶细小均匀为宜。

7. σ_r 、 σ_c 、 H_{c1} 的测试

通过对预烧料的 σ_r 、 σ_c 、 H_{c1} 的测试,可预知材料的 J_r 和 B_r ,根据 $J_r = 4\pi\sigma_r\rho$, $B_r = J_r/f$ 可预知材料最终 B_r 可达到多少,要求预烧料的 $\sigma_r \geq 69\text{Gs}\cdot\text{cm}^3/\text{g}$, $\sigma_c \geq 33\text{Gs}\cdot\text{cm}^3/\text{g}$, 即假如某材料 $\sigma_r = 69$,烧成产品密度达4.85,则 $J_r = 4\pi\rho\sigma_r = 4 \times 3.14 \times 69 \times 4.85 = 4250$ (Gs)。假如取向度小达到96%,则 $B_r = 0.96 \times 4205 = 4037$ (Gs)。

8. 粗、中粉碎

将预烧料合格的料块,先用颚式破碎机破碎,再用高速粉碎机或雷蒙机粉碎至平均粒径5 μm 左右,特别指出的是此类设备由于采用风选系统,故出料粒度分布均匀,比通过式球磨机和振动球磨机要好,经粉碎的粉料最好再过80目筛除去大颗粒。

9. 掺杂微粉碎

严格控制掺杂添加剂的种类和添加量。一般可适当加些高岭土、 SrSO_4 和 Bi_2O_3 ,总添加量以不超过0.3wt%为宜,过多的添加只会降低性能。最好先进行小试再投大生产。须强调指出,由于预烧料硬度大,使得球磨或砂磨时间不得不延长以降低平均粒度,但长时间的砂磨或球磨势必引起料浆温度升高,易引起产品质量下降,故需保证循环冷却水大流量以减少温升来确保料浆质量。相对来讲球磨机比砂磨机要稳定些。

10. 料浆分析

由于很小的粒径的颗粒易结团,故对料球粒径尚无精确的测试设备,平均粒度仪亦只能测个粗略的数字,倒不如金相显微镜直观些,但金相显微镜亦有局限性,最终以产品的最终综合性能参数来决定砂磨或球磨时间的长短,一般经粉碎过筛后的料粉再砂磨或球磨后,从金相显微镜观察到其颗粒分布均匀一致性比较好。

11. 湿压成型

以 $(500 \sim 700) \times 10^3 \text{N}/\text{CM}^2$ 的成型压力,足够的取向磁场以保证产品有足够高的取向度,一般控制取向场 $H \geq 640 \text{kA}/\text{m}$,取向度 $\geq 95\%$ 即可。成型后的毛坯密度 $\geq 3.2 \text{g}/\text{cm}^3$ 。

12. 烧结

良好的气氛、合适的烧结温度是整个工艺的最终关键,具体需根据实际情况制定。

13. 综合参数测试

见测试曲线图1。

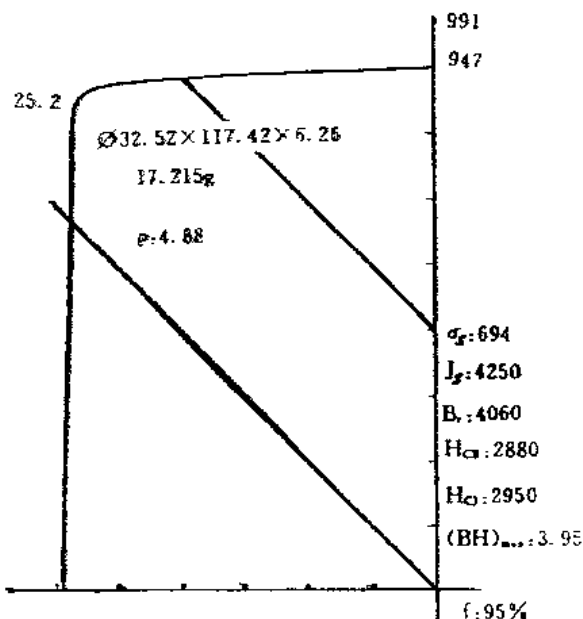


图1

14. 磨加工、包装入库

只要产品外观不掉角、颜色一致、尺寸符合用户要求即可包装入库。

三、结论

对生产 Y30 以上高性能铁氧体所采取的措施有:

- (1) 铁磷分析, 稳定原料来源;
- (2) 通过对预烧料 σ_r 、 σ_c 、 H_{cJ} 的测试, 可预先知道, 该预烧料能否做出高性能永磁铁氧体来;
- (3) 二次球磨料浆颗粒分布均匀呈正态分布是关键;
- (4) 成型取向场的选择, 一般以 $f = \frac{B_r}{J_r}$ 为定义, 其值需 $\geq 95\%$;
- (5) 合适的烧结温度控制。

回转窑预烧铁氧体料粉系统探讨

周平章 周文运(西南应用磁学研究所 四川绵阳 621000)

一、前言

永磁铁氧体生产必须具备一定的经济规模。在我国经过几十年的发展形成了将预烧料粉与磁体生产分开各形成专业化生产的格局。这可以分散投资压力,利于实现规模经济。各专业生产厂家也便于集中人力、物力、财力各自解决相应的设备和工艺技术问题。

众所周知,工装设备是永磁材料生产中最基本和最重要的条件。本文就目前国内铁氧体预烧料系统特别是回转窑预烧铁氧体料粉系统进行了探讨,以期抛砖引玉。推动预烧料氧体料粉工艺,设备的发展。

二、铁氧体预烧料粉系统简介

目前,国内外批量生产永磁铁氧体预烧料主要有三种工艺及设备。

1. 采用窑车式电热隧道窑

将配好的原料压成块状或煤饼状放在窑车的盒体内,随窑车通过隧道窑进行预烧。其优点是:

(1)便于控制可按预先设定的烧成制度操作,满足温度曲线和氧化气氛。因此,产品质量好,性能稳定;

(2)因直接用电能不需燃烧物作介质传热,且空间紧凑,散热面积小,因而提高了窑炉的热效率;

(3)结构简单,占地面积小,易于实现自动化。缺点是耗电量大,加热元件易损,产量低。

2. 回转窑式铁氧体预烧料设备

回转窑是现代工业中广泛使用的热工设备。自从70年代中期磁性材料行业引用后,发展很快。回转窑按窑体划分为三种类型:直筒式,一端变化式或两端变化式。

(1)直筒式窑:简单易造,便于维修。物料在窑内移动速度也较均匀,容易操作。

(2)一端变化窑:根据不同的烧结工艺又出现了干燥预热氧化窑端及冷却窑端。

(3)两端变化式:干燥氧化窑(回转窑或链篦式)、预烧主回转窑、冷却窑(机)三者以

轴为中心线连在一起构成完整一体。链篦机外形象南方农村常见的风车,工作部分由链条及篦子组成。篦子可为单列或两只并列,由插销装在篦子架上。篦子由耐高温金属材料制做,坚固耐用且易更换。链篦连续运动,载运合格的料球团依次进入链篦机干燥室及预氧化室。然后,通过窑尾溜槽进入主窑预烧。从工艺角度回转窑可分为两类①湿法:将超过30%水份的料浆用泵打入窑进行预烧。在湿法生产中,为使料浆干燥,需要一段干燥蒸发料浆中的水份,因此湿法一般有大长度与直径之比。②干法:先将料粉用造球机制成 $\phi 6 \sim \phi 8 \text{mm}$ 料球,通过干燥氧化窑或链篦机进入主回转窑预烧。因主窑窑尾部排出废气与料球很充分接触,因此效率高。干法料的混合均匀性要求较严,料球的外观和坚固度亦有一定要求。使用链篦机的优点在于可将料粉及炸裂球团产生的料粉由篦孔漏去,而且球团与篦排相对静止没有相互摩擦。而回转式干燥氧化窑就没有筛选作用。反而会因料球随窑回转,相互摩擦而增加料粉,所以这些料粉进入主窑,易产生结圈结块现象,从而影响产量和质量。

回转窑的工作原理在于:料球(或料浆)经传动运输机构由窑尾(筒体高端)的下料装置(溜槽或漏斗)进入窑内,由于筒体的倾斜与回转,物料将产生一个既沿圆周翻滚又沿轴向向前移的综合运动。在不同的工作段完成干燥、预热、氧化、烧结、冷却等物理与化学变化,从而预烧成合格的永磁铁氧体一次料。而热量则通过窑头的喷油装置(或喷气装置)喷入窑内,燃烧后的高温热气与料直接接触,进行热交换,由窑尾部经引风机和烟道排入大气中。回转窑系统是我国预烧料的主力系统。其优点是:①产量高。一台 $\phi 1.8 \text{m} \times 18 \text{m}$ 的链篦机回转窑系统,日产量可达20余吨。②减少了若干工序。将干燥、氧化、预烧一次性完成。③能耗较低。每公斤重油可烧成8公斤预烧料。④产品的一致性较好。⑤占地面积省,可实现管道化、自动化。缺点是:①热效率应需提高。②所需附属设备较多,系统较复杂。

3. 钟摆预烧窑

这是目前国外最先进的用于铁氧体预烧料的热工系统,其最大特点是窑体不再沿一个方向连续转动,而是围绕一平衡位置摆动。这样可以降低能量,提高效率,且结构紧凑。最高温度可至 $1350 \sim 1400^\circ\text{C}$,温度曲线可调整,并可控制能量供给。这种窑的突出优点是:温度均匀性好($\pm 3 \sim 5^\circ\text{C}$),气氛均匀性好,能耗和耗气量低,运行费用低,每烧1kg铁氧体预烧料只需550kcal热量。缺点是:窑体复杂,管理要求高。

三、回转窑的工艺控制

一定组分的料球进入10米左右的烘干氧化回转窑(或链篦机)后,进机处温度约 $220^\circ\text{C} \sim 250^\circ\text{C}$,经1.5~2小时,出机(窑)时温度为 $700^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ 。然后料球进入主窑,发生放热反应,因此很快升温到 900°C 。在这个阶段,首先发生(1)烘干作用,运行过程中受窑尾烟气加热,生料球的吸附水和结晶水有效的脱除。(2)料球碳酸盐、氢分解,开始与

氧化铁形成中间相。(3)吸氧产生氧化, Fe_3O_4 氧化成 Fe_2O_3 , 是预烧中的关键。这个阶段中, 应控制温度、料球在机(窑)内的停留时间和机(窑)的气氛。温度变化有四个因素: 引风速度、引风量、燃料用量、料球量等。气氛状况主要有: 窑的长径比、溜槽结构及引风量。停留时间可由链篦的速度或回转窑的倾斜角度和转速调节。

主窑的控制。要求(1)恰当的烧成温度。(2)燃料充分燃烧, 且保证 Fe_3O_4 充分氧化成 Fe_2O_3 。(3)防止粘壁、结圈。要密切注意回转窑运转情况和喷油装置状况。对火焰、气流、烧成的料球及粘壁、结圈情况进行综合判断。烧成制度是最基本的。其中包括温度制度、气氛控制和压力控制制度。这三者之间是相互制约、互相影响。合理的烧成制度的实现, 是通过调节回转窑操作的各种参数实现的。

1. 温度制度

对永磁铁氧体来说根据经验一般预烧温度为 $1300 \pm 20^\circ\text{C}$ 。其相关因素为(1)反应物的颗粒度。实践证明颗粒半径 r 愈小, 反应速度可适当下降。精矿物和铁鳞颗粒度不及氧化铁颗粒度细, 在同样预烧温度下, 前二者作原料的预烧料晶粒细小, 颜色发暗; 氧化铁红作原料时, 生产的预烧料结晶大, 发亮。(2)原料的活性。所谓原料的活性是指原料中离子在外界能量作用下离开本身结构, 扩散到附近元素晶格中的难易程度, 这和晶格结构的能量及晶格中结点上离子占有情况有关。结晶结构紧凑的活性差, 结晶结构有缺陷的原料活性好, 相应预烧温度稍低。即: 原料的活性和它的来源、制造方法等相关。若原料的活性好, 预烧料结晶也就好。(3)原料混合均匀, 使反应物互相紧密接触的面积增大, 反应速度加快, 预烧温度亦相应降低。如原料中含低熔点杂质较多时, 温度相应下降一点。(4)与配方比例和附加成分的种类和数量有关。预烧温度须经多次摸索、调整, 待产品质量较好时, 才可确定。要控制好温度制度, 就必须控制好几支关键的热电偶, 尤其是靠近窑头4~5米处高温区的热电偶, 并辅以光学测温或其他温度计。

2. 气氛控制

气氛以及气氛与温度的对口, 是烧好回转窑的关键。总的说来: 需氧化气氛无机盐分解与 Fe_3O_4 的氧化、永磁铁氧体的生成, 均需在氧化气氛中进行。一般应保持回转窑尾气中含氧量不低于10%。若气氛中氧含量不足, 呈现还原气氛或弱还原气氛, Fe_3O_4 中的二价铁保持原样甚至 Fe_2O_3 还原成 FeO , 从而引起不呈 $\text{M} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ 结构的铁氧体材料。要达到氧化气氛(1)采用在高温区($900^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$)鼓入二次风, 增加窑膛含氧量并降低窑尾温度。(2)建立合理的燃油制度即采取合适类型的油喷嘴, 调节, 控制喷嘴的风、油比来实现。为达到氧化气氛, 需使空气过剩系数 > 1 , 即风量要大一些, 油量小一些。在调节风油量时应以微调为原则。

3. 压力控制

控制压力制度是温度控制和氧化气氛控制的重要保证, 要稳定窑内温度和气氛就

要稳定窑内的压力。压力控制手段主要是调风,调整二次引风量 烟道总闸、引风机等。

回转窑的工艺控制,因整个系统庞大,并联面广,影响因素多。各种工艺设备技术参数牵一发而动全身。应反复调整,以期不断完善。

四、回转窑预烧铁氧体料粉系统现状及发展研讨

回转窑预烧铁氧体料粉系统在我国筹建和投产使用的单位及数目大致如下(到1994年):

厂 家	数量
北京矿冶研究总院磁性材料研究所	4条
马鞍山磁性材料总厂	4条
无锡开宝磁性材料厂	3条
鞍山爱科集团磁性材料厂	3条
溧水力源强磁股份有限公司	2条
阿坝州汶川永磁料粉公司	1条
华能诸暨磁性材料厂	1条
黄石磁性材料厂	1条
东阳磁性材料企业集团公司	1条
本溪本钢磁性材料厂	1条
上海新通磁性材料厂	1条
泰安磁性材料厂	1条
陕西宝鸡4390厂	1条
武汉钢研所	1条
福建闽兴磁性材料厂	1条
湘潭磁性材料厂	1条
霍山县磁性材料厂	1条
潜山源潭磁性材料厂	1条
河津磁性材料总厂	1条
	共计33条

此外,按“八五”计划899厂和马鞍山将要引进国外回转窑。(编者注:马鞍山高科磁性材料公司已引进美国两条永磁铁氧体料粉生产线)

从上面列举的厂家和回转窑数目看,保守的估算,我国铁氧体预烧料粉已有10万吨生产能力。

目前,我国回转窑预烧铁氧体料粉经过十多年的发展取得了长足进步,为进一步提高永磁铁氧体生产能力和质量,应加强:

(下转26页)

提高生产工艺水平,加速铁氧体生产发展

陈尔富(国营八九九厂 四川宜宾 644005)

永磁铁氧体由于原材料丰富、价格低廉、节能的特点,问世以来发展很快。二十多年来,虽不断出现新的高性能永磁材料,但永磁铁氧体因其价格低廉,工艺技术不断改进,其产量仍平稳上升。我国更因劳动力便宜,特别适于高技术、高劳动密集型永磁铁氧体生产的发展。近十年来在国外生产逐渐转移,国内外生产技术广泛交流情况下,我国永磁铁氧体元器件生产厂已达数百家。然而,国内厂家中除少数大型骨干企业外,多数中、小厂因受资金、技术限制,仍采用传统的落后工艺手段进行生产,无法进行性能高、难度大及大批量的产品生产。为了加速国内生产发展,组织对生产工艺技术交流,共同研讨、具有重要的现实意义。本文就几项比较适合国情的工艺生产技术问题进行了探索。

一、干压磁场取向工艺

各向异性永磁铁氧体由于采用了湿压磁场取向成型工艺,使产品材料性能比各向同性永磁铁氧体高几倍,而得到更加广泛应用。国外湿压各向异性镨、钕铁氧体 $(BH)_{max}$ 可达 $28 \sim 36 \text{ kJ/m}^3$ ($3.5 \sim 4.5 \text{ MGoe}$),国内湿压各向异性镨铁氧体 $(BH)_{max}$ 达 $24 \sim 32 \text{ kJ/m}^3$ ($3 \sim 4 \text{ MGoe}$)、钕铁氧体 $(BH)_{max}$ 达 $16 \sim 24 \text{ kJ/m}^3$ ($2 \sim 3 \text{ MGoe}$)。但在生产中湿压工艺对液压机、进料系统、模具技术要求高,结构复杂,较难实现自动化。国外一般均采用自动注浆、湿压磁场取向自动成型液压机进行生产,而国内多数厂均采用普通液压机手工加料、垫毛毡滤水、修坯成型工艺生产。效率低,产品质量不高,一致性差,对电机用瓦形磁体则几乎无法生产。六十年代出现的干压磁场取向成型工艺虽使产品性能稍低,但不抽水,不垫毛毡、修坯,对设备、模具要求比湿压工艺简单,因此对中档性能的扬声器、电机用磁体采用干压磁场取向工艺是切实可行的。我厂是全国最早开展 Y25 干压磁场取向工艺研制、生产的单位,在 1977 年完成设计定型,小批量试生产,1979 年生产定型,大批量生产各种中档性能瓦形磁体,至今仍是我厂电机瓦形磁体生产的主要生产工艺之一。

1. Y25 干压磁场取向工艺流程(见下页)

2. 工艺关键

①基料的材料性能要达 Y30 上限、Y35 及 Y30BH 水平。因湿压磁场取向中用水作粘合、润滑剂,单畴颗粒在强磁场中可较自由转动,整齐转向磁场取向排列,取向度高。

而在干压磁场取向成型中料系全干料,颗粒之间摩擦阻力很大,自由转动困难,即使取向磁场很高,润滑很好,仍不能达到湿压磁场取向水平,最多只能达湿压取向的80~90%。因此要生产干压Y25材料产品就必须选用性能为 $B_r \geq 0.4T(4000Gs)$ 左右的Y30、Y35及Y30BH水平的基料材料(见表1)。

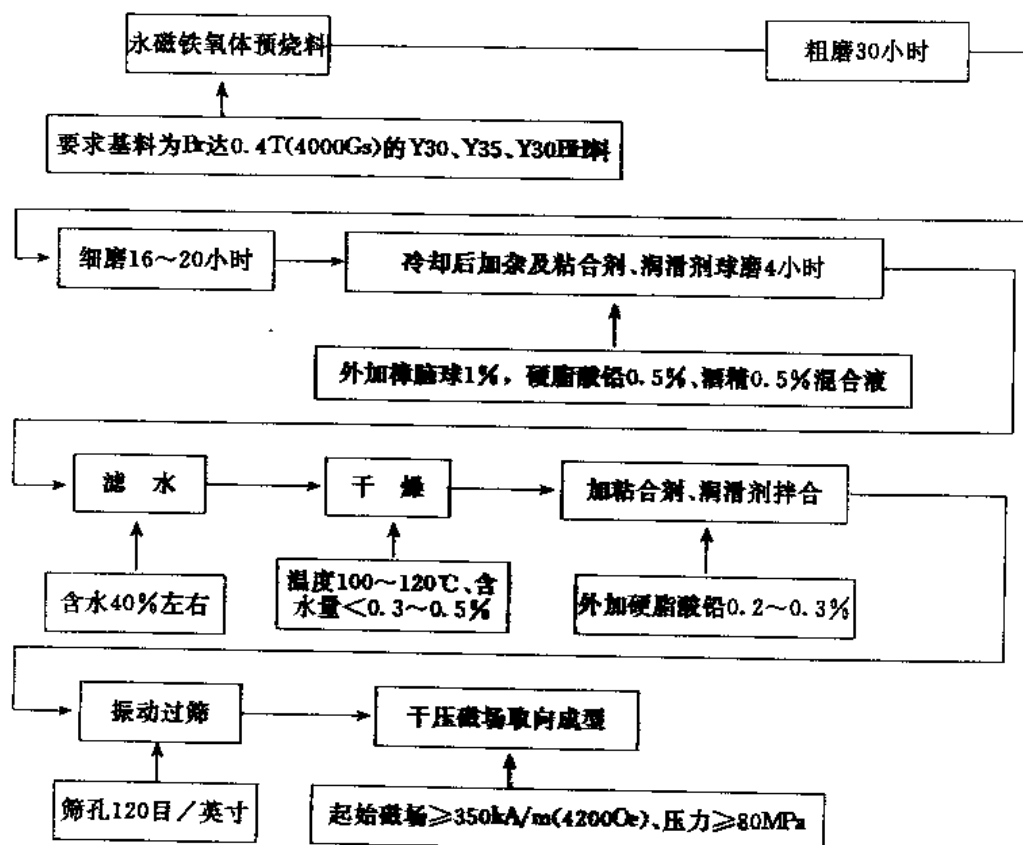


表1 湿压取向与干压取向基料性能对比

材料牌号	B_r T(Gs)	H_{CB} kA/m(Oe)	$(BH)_{max}$ kJ/m ³ (MG Oe)
899厂湿压取向 Y35	0.41 (4100)	200~210 (2500~2600)	30.4~31.2 (3.8~3.9)
899厂干压取向 Y25	0.35~0.36 (3500~3600)	184~200 (2300~2500)	≥22.4 (≥2.8)

②严格控制料浆脱水工艺。由于铁氧体可塑性差,几乎无可塑性,在湿压时用水作粘合剂成型,而干压磁场取向成型为全干料,故应加入适量的粘合剂,同时磁场取向时要求颗粒易于转动,还要加入适量润滑剂。为了取得润湿、粘合效果,经过试验选取了樟

脑球及硬脂酸铅混合物加酒精,加入球磨料浆中混合均匀,干燥后附在每个单畴颗粒表面,增加润滑粘结性,便于取向成型达到较理想状况,工艺规定在细磨结束前几小时将混合液加入,樟脑球易挥发,硬脂酸铅在热状态下易溶解于酒精,微溶于水,为了保证加入润滑剂、粘结剂不流失,在滤水时只能滤去少量水,应保证干燥料浆含水量 $>40\%$,最好不滤水直接干燥(如流化床干燥等)(见表2),由于加入润滑、粘结剂的熔点低,硬脂酸铅 $100\sim 115^{\circ}\text{C}$,干燥时温度应控制小于 $100\sim 120^{\circ}\text{C}$,最好低于熔点温度,确保干燥后料粉加入含量及不结团块,易于分散提高取向度。

表2 含水量与材料磁性能的关系

材 料	B_r T(Gs)	H_{CB} kA/m(Oe)	$(BH)_{max}$ kJ/m ³ (MGOe)
干燥料浆含水量30%左右	0.315~0.32 (3150~3200)	200~210 (2500~2620)	16.8~17 (2.1~2.12)
干燥料浆含水量40%左右	0.33~0.345 (3300~3450)	205~220 (2560~2750)	19.2~21.6 (2.4~2.7)

③料粉应分散成单畴颗粒。球磨后料浆中粉料尺寸已达到单畴颗粒,湿压时可以保证单畴颗粒取向,而干压是将料浆干燥至全干,大部分颗粒必然凝聚成小颗粒团粒,特别是粘合剂熔点较低时更易聚成小颗粒团粒,实际成了多畴颗粒,磁场取向时,根本无法实现取向,性能无法提高。所以干燥时要料粉全干,含水量 $<0.3\sim 0.5\%$,同时要将料团粒用高速粉碎机或振动筛过120~150目/英寸筛成细粉,使大部份料(或全部)分散成单畴颗粒,磁场取向时实现颗粒取向一致,才能提高材料性能(见表3)。

表3 分散料粉对材料 B_r 的影响

制粉方法	不过筛人工粗散	过60目/英寸	80目/英寸	120目/英寸
B_r T(Gs)	0.24(2400)	0.28(2800)	0.30(3000)	0.35(3600)

④强化取向磁场,控制成型速度,增大压力。由于干压成型时不抽水,速度较快,生产效率比湿压快几倍。但干压磁场取向成型时,颗粒转动比湿压困难得多,要求加大磁场同时要适当控制成型速度使有充分时间保证颗粒转向,压力也要比湿压大得多才能压紧,要提高取向粘结效果(见表4)。

表4 干压取向磁场、压制时间及压力一般要求

取向磁场 kA/m(Oe)	压制行程时间 (秒)	压力 (MPa)
$H_{\text{压}} \geq 320\sim 350(4000\sim 4500)$	~ 10	≥ 80

3. 干压磁场取向工艺的改进

①应在材料基料上进一步提高材料性能,目前主要是提高料粉的 σ_c 及D,即比磁化强度、料粉密度,进而提高产品体密度,提高 B_r 。

②在制粉工艺上应设法保证成型料粉、料小团颗粒均具有单畴或类似单畴性质,提高充分转向能力,提高取向度。目前有两种工艺:一是采用分散成单畴颗粒工艺,性能较高,成型困难,粉粒仍不能保证均是单畴,影响进一步提高取向度;二是先予磁化过粗筛工艺,能保证颗粒具备类似单畴性质,但颗粒较大,转向较难,性能偏低,成型性较好。可以将上述工艺进一步改进为综合工艺方案:先对浆料予磁化后干燥过100~120目/英寸筛,使所有料粉、料团粒均为单畴性质,磁场取向时均能转向,提高取向度。

③成型模具进一步改进,将上、下模改为复合模,上、下模面改为不导磁材料(厚3~5mm),模座为导磁材料,可以解决磁场分布不均匀及产品易粘模使取坯困难的问题,从而提高成型合格率。

二、备料球磨工艺

要生产高性能永磁铁氧体,必须采用湿压磁场取向工艺,若浆粉料粒度要达到 $1\mu\text{m}$ 左右,就要将经高温预烧后料粉碎磨细到 $1\mu\text{m}$ 。采用传统的滚动球磨机磨细,要达到 $1\mu\text{m}$,球磨时间长,一般要120~150小时以上,生产效率低,滚筒壁损坏快,噪音大,使铁氧体材料性能及生产能力处于较低水平,是同行厂家急需解决的一个难题。近几十年来,国内外专家都对此传统工艺、设备进行研究改进,提高材料性能、球磨效率。现在国际上较先进的工艺是将球磨分为粗、细磨,先用振动球磨机(或高速粉碎机)对料进行粗磨,粒度达到10~20 μm 以下,再用砂磨机(又称立式搅拌球磨机)对粉料细磨到 $1\mu\text{m}$ 以下,缩短球磨时间为10小时以内。但国内多数厂家则限于资金、技术、设备、材料等因素影响仍采用传统工艺生产,因此对传统工艺进行探索,研究改进仍是当前行之有效、适合国情的一条提高生产率的重要途径。

从球磨机理上分析,磨细作用是靠钢球、物料之间相互撞击和研磨来实现的,开始阶段物料较粗,磨细主要是靠钢球、物料之间相互撞击,当物料较细后易出现在钢球间隙中,不易撞击,这时磨细就靠钢球、物料之间的研磨作用。在一般球磨工艺中是将两者作用结合在一起,采用大、中、小钢球配合,增加钢球之间填充系数的办法进行球磨。开始料粗,撞击效率高,从几mm磨到5~10 μm 只要20~30小时就够了,而从5~10 μm ,特别是从小于3 μm 磨到 $1\mu\text{m}$ 的时间很长,至少50小时以上,球磨时间要达到120~150小时以上才能磨到 $1\mu\text{m}$ 以下。现在多数厂家都已采用了各种粗、细磨工艺,所以就应着重研究改进细磨工艺。

用研磨作用机理来分析,要提高研磨效率,无非就是要增加钢球、物料之间研磨接触面积及其研磨率,先进的砂磨机就是按上述原理来实现提高效率的,对球磨机细磨研

究改进也应仿上述原理进行。

1. 增加钢球、物料之间研磨接触面积,一般采用增加钢球数量及减少钢球尺寸的办法。

一般球磨工艺中,料球比为1:2左右,如果将钢球数量增加,料球比改为1:4以上,钢球总表面积增加1倍以上,钢球、物料间接触面积增加1倍以上,显然可以使研磨效率提高,现在最多的料球比已达1:8~10左右,球磨时间到15~20小时。但增加钢球势必加大球磨机负荷,电机功率至少相应增大1倍左右。为了在原有设备上不加大负荷或改换电机,就只有适当减少物料投入量。

另一种办法是减少钢球尺寸,如投入料1吨时,料球比为1:2,则投入钢球2吨,其采用不同尺寸钢球总表面积(见表5)。

表5 钢球尺寸与总表面积的关系

钢球规格(mm)	Ø30	Ø20	Ø10	Ø30	Ø20	Ø10
重量(吨)	2	2	0.2	0.8	1	
总表面积(m ²)	51.4	76.88	153	112.4		

从表5可以看出同样重量钢球采用不同尺寸后,总表面积可增加至1倍以上。在球磨中就可以使钢球、物料间接触面积增大1倍以上,较大幅度提高研磨效率,这是一种不增加负荷的切实可行的办法。

实际上球磨工艺中是增加钢球、减少尺寸同时采用,当进物料细度 $<10\sim20\mu\text{m}$,钢球尺寸为 $\varnothing10\text{mm}$ 左右,料球比为1:7~8,球磨时间约15小时,就可将料磨到 $0.9\sim1\mu\text{m}$ 。

2. 提高钢球、物料之间研磨率

虽然增加钢球、减小尺寸是增加了球、料间研磨接触面积,提供了互相研磨机会,但实际上是否都起到了完全的研磨作用呢?在砂磨机中由于高速搅拌带动筒内每个钢球在不停高速运动,料浆从高速运动的钢球表面间通过,使球、料之间充分研磨,研磨率很高。球磨机中钢球是由于滚筒运动将钢球带到高处下落互相研磨,但实际上每个钢球并不处于理论上最佳运动状态,靠筒壁部分钢球运动不理想,甚至直接沿壁滑落未充分翻滚发挥研磨作用。为此,可在筒壁上加筋条,增加摩擦力,充分带动筒壁钢球运动及翻滚,尽量使筒内钢球达到最佳运动状态,增加球料间实际研磨机会,提高研磨率,这也是一种简单易行不增加负荷而又能提高球磨细磨效率办法,我厂改进后工艺为:

①球磨工艺改为粗、细磨工艺:细磨到粒度 $5\sim10\mu\text{m}$,时间30小时

细磨到粒度 $0.9\sim1\mu\text{m}$,时间20小时

②细磨工艺:料:球:水=1:2.2:1.2

大球:中球:小球=0.2:1:1

③球磨机内壁加筋:6~10条

④球磨机转速调整为: $n=k' \frac{32}{\sqrt{D}}$,其中 $k'=0.7\sim 0.9$

经改进后球磨时间由原120~150小时,减少到50,小时效率提高1倍以上;噪音减少8~10分贝;滚筒壁磨损时间延长8~10倍。

3. 综合上述两种工艺特点分析,建议可以对工艺作如下的综合改进

①粗磨:先用连续球磨机对物料进行干磨(或高速粉碎,振动球磨)使物料粒度达到 $5\sim 20\mu\text{m}$ 。

②细磨:可将现有球磨机中料球比由1:2提高1:4~5,不致更换电机。

③减小钢球尺寸:全部选用 $\varnothing 8\sim \varnothing 10\text{mm}$ 左右钢球为宜,补充钢球为 $\varnothing 10\sim \varnothing 15\text{mm}$ 。

④球磨机内壁加筋6~10条。

⑤适当降低球磨机转速,取 $n=k' \frac{32}{\sqrt{D}}$, $k'=0.7\sim 0.9$

通过上述综合改进后,料浆平均粒度达到 $0.9\sim 1\mu\text{m}$ 时,球磨时间可缩短到10~15小时以下。

三、永磁铁氧体生产中产品一致性问题

国内永磁铁氧体生产中普遍出现的问题是不能在大生产中做出性能、尺寸一致性好,波动小的产品,无法满足器件、整机及出口产品要求。而国外产品在性能、尺寸、外观一致性均好,除了在设备条件等有关因素外,工艺技术也是一个关键。

我们从研制、生产角度进行分析,其主要差别是研制量小,配方准确、预烧温度、气氛、球磨、成型、产品烧结工艺控制严格,故能做出性能合格的少量样品。而大生产中由于量大,人、设备、工艺、料等诸多因素变化难以控制,因此难于做出批量一致性好的产品。要改善一致性问题,应从工艺技术上研究,分析各种造成一致性差的主要原因,进而在工艺控制、设备、模具等方面采取相应的办法来保证,从而缩小产品一致性差距,逐步解决问题。

影响材料产品性能、尺寸的工艺因素很多,鉴于多数厂都是购买一次预烧料粉、料块,其材料性能已向生产材料厂保证,就不用探讨原材料对工艺因素的影响,下面着重分析二次球磨、成型、烧结等工艺因素对产品性能的影响。

1. 球磨

从理论上讲要求成型料浆平均粒度达到单畴颗粒尺寸,材料性能随着尺寸减小,或随球磨时间增加而增加。在球磨中均是严格控制球磨时间或料浆平均粒度,这已是所有