

## 聚乙烯类废塑料制聚乙烯蜡技术进展

王璇, 冀星, 李术元

(石油大学化工学院, 北京 102200)

**[摘要]** 废旧塑料的回收利用是近年来治理环境污染的一个重要课题。废聚乙烯(PE)在塑料垃圾中占有很大的比例, 如何对其进行合理的回收、利用已成为人们十分关心的问题。从理论和经济两方面分析了废聚乙烯裂解制取聚乙烯蜡技术的可行性, 介绍了聚乙烯蜡的性能及市场情况, 分析比较了几种有代表性的制蜡工艺, 综合评价了这些工艺技术的应用范围和优缺点。还简要介绍了红外脱油技术, 并对该技术的研究和应用方向提出了一些建议。

**[关键词]** 聚乙烯类废塑料; 热解; 聚乙烯蜡

### 引言

近年来, 塑料的产量和用量逐渐增加, 目前全世界总产量已超过  $1 \times 10^8$  t。我国的塑料工业在 80 年代后开始飞速发展, 年产量以近 20% 的速度增长<sup>[1]</sup>。到 1995 年我国塑料生产量已达  $994 \times 10^4$  t, 成为世界塑料制品生产大国<sup>[2]</sup>。2000 年塑料产量估计达到 10 Mt, 而且每年还会进口不少塑料原料、半制品和制品<sup>[3]</sup>。各种塑料产品的应用给人类的生产和生活带来了极大的方便, 但也因此导致了人类生存环境的恶化。

废塑料的回收利用方法主要有: 填埋法、焚烧法、再生利用法和化学回收法。填埋法因其简单易行, 几乎不需要成本, 在很多国家得到采用, 但资源利用率极低<sup>[5]</sup>, 同时也会造成环境污染。焚烧法是将废塑料燃烧转化为热能的处理方法。该方法可以用来处理混合废塑料, 但燃烧产生的气体中含有致癌的二噁英及其它有害气体, 给人类健康造成危害<sup>[4,5]</sup>。再生利用法中最典型的方法是熔融再生法, 再生塑料产品的质量一般比较差, 而且需要对原料进行细致的分离、筛选和清洗工作, 从而增加了工艺的复杂性<sup>[6]</sup>。

化学回收是将高分子化合物经热解或催化裂解, 制成小分子的化合物<sup>[1]</sup>, 主要有产气技术<sup>[7]</sup>, 产油技术和产蜡技术, 均有专利报导。对废塑料的油化研究开展较早, 目前已经基本成熟, 并在某些国家实现了工业化。该技术可用于处理混合热塑性废塑料, 具有较好的经济效益。废塑料油化的工艺主要有: 热解工艺、催化裂解工艺以及两者结合的两段法。热解法是直接对废塑料进行加热使其分解的方法<sup>[8]</sup>, 它具有工艺简单、设备装置成本低的优点, 但是得到的汽、柴油质量不佳, 仅适用于对产品要求不高的回收厂使用。催化裂解法是将废塑料与催化剂按照一定比例混合, 然后送入反应器中进行裂解的方法<sup>[9]</sup>; 两段法是指先将废塑料置于热解反应器中进行热解, 然后对裂解气进行催化改质<sup>[10,11]</sup>。相比较而言, 前者的工艺比较简单, 但催化剂无法再生, 操作成本很大, 所以目前的油化工艺基本上采取的是两段法。典型的工艺有日本的富士回收法, 德国的 BASF 回收法等。在我国, 废塑料制取汽、柴油技术已经引起了环保部门和产业界的重视, 并成为经济界关注的热点。石油大学系统地开展了废塑料制取汽、柴油的理论与应用研究, 目前正在进行日产 1 t 油装置的中试工作。

废塑料油化技术的关键在于生产出合格的汽、柴油。但因聚乙烯支链化程度较低，制得的汽油辛烷值只能达到 88，制得的柴油含蜡量较高，凝点较低。调查显示，废塑料中各种品种的用量比例约为 LDPE（低密聚乙烯）：HDPE（高密聚乙烯）：PP（聚丙烯）：PS（聚苯乙烯）：PVC（聚氯乙烯）：其它 = 27:21:18:16:7:11<sup>[12]</sup>，其中聚乙烯的用量几乎占到了一半。废聚乙烯量大，但不适合于生产汽、柴油。研究表明，在一定操作条件下，由废聚乙烯热解可生产聚乙烯蜡。

### 1 聚乙烯蜡的性能、应用与市场供求情况

聚乙烯蜡又称为低相对分子质量聚乙烯<sup>[13]</sup>。根据制造方法的不同，分为聚合型聚乙烯蜡和裂解型聚乙烯蜡两种。前者是聚乙烯聚合时的副产物，后者由聚乙烯树脂加热裂解而成<sup>[14]</sup>。聚合型聚乙烯蜡的产量在 1994 年就达 1 kt 左右<sup>[15]</sup>，近年来随着聚乙烯产量的增加其产量也随之增长。目前市场上的裂解型聚乙烯蜡都是用纯净的聚乙烯树脂裂解而成，其成本较高。聚合型聚乙烯蜡和裂解型聚乙烯蜡在相对分子质量分布和分子结构等方面存在着一定的差异，所以其应用场合有所不同。相对分子质量分布影响聚乙烯蜡的力学性能，分子结构影响聚乙烯蜡的结晶情况<sup>[16]</sup>。目前关于聚乙烯蜡的各项性能指标尚无统一的规定，只是根据不同的用途有不同的标准。

聚乙烯蜡的颜色多为白色或淡黄色，形状可根据不同需要制成块状、片状或粉末状<sup>[13]</sup>，相对分子质量为 1 000~4 000<sup>[14]</sup>，滴熔点 >95 ℃。湖北化工研究设计院生产的聚乙烯蜡采用的原料是北京燕山石油化工有限公司生产的低密度聚乙烯（相对分子质量 18 000~35 000），其产品性能见表 1<sup>[14]</sup>。

聚乙烯蜡具有无毒、无腐蚀性、硬度较大、软化点高、熔融粘度低的特点，在常温下具有良好的抗湿性、耐化学品性、电气性能和耐磨耐热性能，

且润滑性、分散性、流动性好，可以与涂料、油漆、油墨等配合使用，能产生消光、分散光和光滑的效果，与其他种类的蜡及其聚烯烃树脂有良好的相溶性。

表 1 聚乙烯蜡的性能

Table 1 Property of polyethylene waxes

聚乙烯蜡	软化点/℃	相对分子质量	熔点/℃
1 号	104~105	1 350~2 000	>93
2 号	106~108	1 600~2 200	>95
3 号	109~112	1 900~2 700	>97

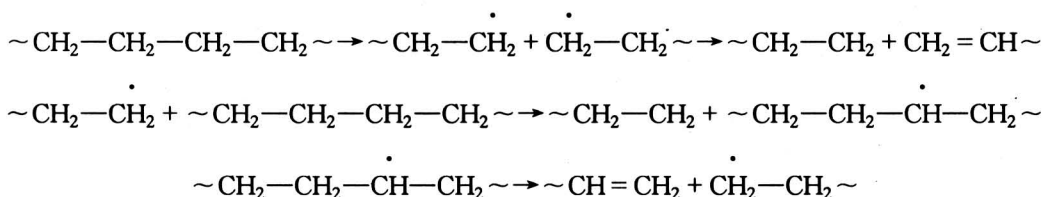
聚乙烯蜡的用途十分广泛，可用于油墨制造擦亮蜡、高档地板漆、高档轿车上光蜡、橡胶脱模防老化剂、纺织加工用柔软剂、润滑剂、聚氯乙烯制品光亮润滑剂、脱模剂、热熔胶粘剂、用于提高纸张涂料光泽度和持久度、用于电缆填充剂、电缆色母料添加剂、纸板涂料、玻璃瓶涂料、热融粘合剂、特种工艺蜡烛等<sup>[13]</sup>。质量好的聚乙烯微粉蜡还可用于化妆品和个人护理品。在色母粒加工生产中添加聚乙烯蜡可以提高生产效率，增加产量，并能允许使用更高的颜料浓度<sup>[17]</sup>。另外，聚乙烯蜡还可用作柴油流动性改进剂<sup>[15]</sup>。

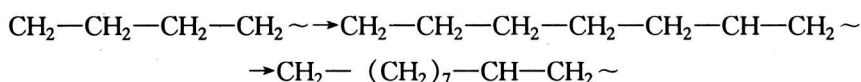
目前我国聚乙烯蜡的产量远远不能满足市场的需要，只能依靠大量的进口来补充，其价格很高，约为 6 000~13 000 元/t。

### 2 由聚乙烯类废塑料制取聚乙烯蜡的理论基础和经济可行性

#### 2.1 理论基础

高聚物分子链在热能作用下发生断裂，得到低相对分子质量的化合物<sup>[4]</sup>。聚乙烯中碳碳键的断裂遵循无规降解机理，断裂发生在主链的任何部位<sup>[19]</sup>，产生的两个分子可以继续降解，其断裂位置与上一次断裂位置无关<sup>[20]</sup>，反应方式主要是自由基转移<sup>[19]</sup>：





式中“~”代表多个重复单元。

无规降解过程中会生成一系列的中间产品，直至全部变成单体为止<sup>[20]</sup>。在这过程中采用一些技术手段以阻止生成的聚乙烯蜡进一步向轻烃转化，就可以得到合格的聚乙烯蜡产品。

## 2.2 经济可行性

聚乙烯类废塑料热解制蜡技术在经济上具有可行性，这主要表现在以下几个方面：

1) 原料来源十分丰富。聚乙烯在人类的生产和生活中有着广泛的应用，例如农业上用的地膜，生活中用的食品袋以及一些容器，都属于聚乙烯类的塑料。PE的消耗量几乎占到塑料总消耗量的一半左右。

2) 原料廉价。废塑料的收购价仅为300~500元/t。

3) 工艺比较简单，操作成本低。制蜡技术只需要对PE进行热解，而无须进行催化处理，这样就降低了操作成本。

4) 产品经济价值高。无论是石蜡、地蜡还是特种蜡，在各个行业均有着广泛的用途，特别是地蜡和特种蜡，经济价值很高，近年来在市场上十分走俏，聚乙烯蜡属于特种蜡，其价格一般都在5000元/t以上。

## 3 国内外技术进展

一种日本专利的方法是：将废PE在外热釜中加热，引入过热水蒸汽，反应温度为450℃，其间放出挥发性组分，10h后，剩余物为蜡，收率为88%。经测定，蜡产品软化点为101℃，针入度为4<sup>[21]</sup>。

一种法国专利的方法是：将PE熔融后注入一加热了的钢管，并加入过热水蒸汽，钢管内物质被加热到450~500℃。钢管末端连续的放出产物，冷凝后制得石蜡<sup>[22]</sup>。

法国另一专利的方法是：把废PE压入一个耐热金属板的网格内，在耐热金属板的一面几公分处有一层耐火材料，此耐火材料的另一面被气体燃烧加热至高温，产生的热辐射至金属板网格内的废PE，使其热分解，在热分解过程中加入过热水蒸

汽，导出热解产物。耐热金属板和耐火材料板也可制成圆桶形，后者直径稍大，两者套成同心圆，后者被加热到1000℃，通入400℃过热水蒸汽。废PE被加热而分解，生成蜡及烃类。辐射加热也包含了红外线辐射。蜡产品可用于制取聚氯乙烯时的润滑剂、粘结剂、绝缘剂<sup>[23]</sup>。

一种英国专利的方法是：将固体有机废弃物点燃，开始裂解反应，并使裂解产物进一步分解为石蜡及蜡状物质，可作为燃料。如果对该蜡状物进行处理，可用作添加剂、填料或抛光剂。产品质量较好，具有经济可行性<sup>[24]</sup>。

英国另一专利的方法是：将废PE在外热式加热瓶中加热至400℃，通入水蒸汽，软油脂随气体带出，进入冷凝器得到的物质可作为原油替代品使用。反应器中残留的无色无味的物质就是蜡，熔点为90~100℃。产品可作为抛光剂或蜡纸用蜡，还可与石蜡混合用于包装纸材料。另外，该专利还对实验条件的选择进行了分析，指出，裂解温度应取决于原料的等级和所需产品的性质。合适的温度在350~500℃之间，而且最好超过375℃，反应时间为10~30min<sup>[25]</sup>。

欧洲专利的内容是用流化床热解废PE，加入水蒸汽，温度300~690℃，产物有烯烃及其低聚物和蜡。该产物可用于高温裂解制乙烯的原料<sup>[26]</sup>。

中国专利的方法是：将废PE放入带有冷却回收装置的反应釜中，升温至430℃，保温在410~440℃。待到馏出液达5%（体积）时，停止加热，冷却。待产物温度低于200℃后放出产物即为蜡，产率达93%~95%<sup>[27]</sup>。

## 4 国内外专利方法中存在的问题

对以上的热解制蜡工艺进行分析，发现存在着以下几个问题：

1) 以上专利都没有提供相应的理论根据。聚合物的分解遵循一定的化学反应规律，只有掌握了聚乙烯裂解的规律，才能有目的地进行废聚乙烯制蜡的研究工作。而以上专利均未对理论根据进行探讨，只单纯地提供了实验方法，所以不够全面。

2) 对原料具体情况没有进行调查分析。聚乙

烯还可分为 HDPE、LDPE、LLDPE (线性低密度聚乙烯) 等, 其相对分子质量、相对分子质量分布和分子结构都存在着一些差别, 另外, 塑料制品中还含有一些添加剂如抗氧化剂、增塑剂、阻燃剂等, 而且垃圾中的废塑料往往带有泥沙、食物残留物等杂质, 这些因素对产品质量和性能的影响在这些专利中都没有进行讨论。另一方面, 在不同国家、甚至同一国家的不同地区, 原料的情况可能差别很大。例如我国废塑料中泥沙含量远高于国外, 又如我国新疆、山西等农业大省地膜占的比例较大, 而城市生活垃圾中一次性包装袋和日用容器占的比例较大, 原料组成的不同可能会使聚乙烯蜡产品的性能有所差别。

3) 反应器的设计不能适应工业化生产的需要。日本专利中的裂解时间过长, 为 10 h, 其间需要不断给反应器补充能量, 能耗较大, 而且也给工业控制增加了难度; 法国专利中的反应装置为钢管, 使处理量受到了限制; 英国专利中所用的点燃方式在工业中实施起来危险性很大; 中国专利采用的是间歇式生产, 不适应连续化处理大批原料的需要, 还给除去反应器中的氧气带来困难。

4) 对蜡产品的性能没有进行测定和分析。无论是石蜡、微晶蜡还是聚乙烯蜡, 都有一套相应的国家标准或行业标准对其各项性能指标进行界定。例如石蜡的主要质量指标有熔点、含油量、色度、光安定性、针入度、臭味、水分和机械杂质、水溶性酸或碱等。微晶蜡的主要质量指标是滴熔点和针入度<sup>[28]</sup>。聚乙烯蜡的性能指标包括滴熔点、针入度、软化点、相对分子质量、灰份、水分、密度和粘度等<sup>[13]</sup>。以上专利均未对产品的性能指标进行分析测定。

5) 对工业生产中存在的问题未进行足够的分析。实际的工业生产中, 在原料的净化、HCl 的脱除、传热的改善、结焦的防止、粘度的降低和污染的防止等方面可能会出现许多问题<sup>[29]</sup>, 以上专利均未进行探讨。

## 5 红外脱油技术简介

### 5.1 蜡中油的成因及不良影响

在对废聚乙烯的热解中, 如果反应器中的温度过高, 部分聚乙烯蜡就会进一步裂解成小分子的烃类混入产品, 通常称为含油。含油量是影响蜡产品质量的一项重要指标。含油量过高, 会影响蜡产品

的色度和储存安定性, 还会使其硬度降低<sup>[28]</sup>。工况不好时生产出的聚乙烯蜡含油量可能会偏高, 需要进行脱油处理。

### 5.2 脱油方法介绍

日本三井石油株式会社的山中隆志、三浦英焔等提出了两种改进蜡产品质量的方法。一种方法是针对在裂解 PE 等过程中产生的轻烃采用了真空装置, 使产生的轻烃及时与蜡分离。这个方法一方面降低了蜡中的小分子含量, 另一方面减少了促使蜡产品变色、带有异味的物质含量, 所以对蜡的质量提高是大有益处的<sup>[30]</sup>。另一种是利用加压的方法抑制轻烃的生成, 这种方法利用化学上的勒沙特列反应原理, 使轻烃的生成量减少<sup>[31]</sup>。在生产过程中用这两种方法除去轻烃的效果较好, 但是设备投资过高, 不适合垃圾处理系统的应用。

目前我国石油工业上常用的脱油方法有溶剂脱油和喷雾脱油, 但老式的无溶剂冷榨、发汗工艺仍然存在<sup>[13]</sup>。溶剂脱油方法主要应用在甲乙基酮—甲苯脱蜡脱油联合工艺中, 这是我国润滑油型炼油厂生产石油蜡的主要方法。以甲乙基酮—甲苯作溶剂脱油的选择性较好, 但溶剂耗量大, 操作成本过高。喷雾脱油工艺由我国自行开发而成, 具有溶剂易得、价廉、无腐蚀性、设备简单、连续生产、产品质量稳定等优点, 但是丁烷溶剂的选择性不佳, 使脱油效果受到影响。压榨脱油是将含蜡馏分油用液氨蒸发而降温, 使油中所含的蜡呈结晶析出, 再经过滤达到油与蜡分离的过程。压榨脱油往往不能一次就得到合格的产品, 有的还需在低温下进行三次压榨, 有的可作为发汗原料。发汗工艺是将结晶后的蜡膏加热, 由于温度的上升, 降低了粘度的油份, 随同转入液相的低熔点蜡一起从蜡晶中渗出。发汗法的优点是设备简单, 但生产周期很长<sup>[32]</sup>。可以看出, 以上脱油方法的效果并不理想, 而且都需要成套设备, 投资很大, 给应用带来了局限。

### 5.3 红外脱油的理论基础与应用范围

红外脱油的机理是: 红外辐射器发生的红外线被油分子所吸收, 引起油分子的强烈震动, 在物料内部产生激烈摩擦生成热, 从而达到脱油的目的<sup>[33]</sup>。轻烃为碳氢化合物, 在远红外和中红外区 (波长 1~150  $\mu\text{m}$ ) 都有很宽的吸收带, 脱油用的红外射线波长在该范围内即可获得理想的脱油效果。

### 5.4 红外脱油技术的优点:<sup>[34]</sup>



比起以上介绍的几种脱油方法,红外脱油技术具有以下几个突出的优点:

- 1) 干燥速度快,生产效率高,特别适合于大面积,表层的加热干燥;
- 2) 设备小,建设费用低;
- 3) 脱油效果好。红外线加热均匀,对产品外观机械性能影响小;
- 4) 建造简单,易于推广。红外线辐射元件结构简单,烘道设计方便,便于施工安装。

## 6 结束语

就目前的热解理论和研究成果来看,聚乙烯类废塑料热解制取聚乙烯蜡技术在理论上和经济上都是可行的,进一步发展必将成为一项既有利于环保又能创造经济效益的好技术。目前我国仍大量从国外进口聚乙烯蜡,所以聚乙烯蜡在国内有着巨大的市场潜力,而作为原料的废塑料来源于垃圾,只存在收集成本,我国的劳动力相对来讲又比较廉价,由此可见,该技术具有很好的经济效益。

调研显示:由石油大学开发的此项技术在全国乃至全世界都处于领先地位。石油大学在基础理论、应用技术、经济评估等方面进行了十分全面的研究工作,这在国内是首家。从世界范围内来看,欧美等发达国家由于其地广人稀的特点,仍采用填埋法来处理废塑料,对化学回收研究不多,日本虽然进行了大量的研究工作,但由于其资金丰富的特点,技术中设备投资都很大,不适合我国的国情。另外,该技术方法还开辟了一条废旧塑料处理的新途径,例如还可用废聚丙烯热解制取聚丙烯蜡,用废聚四氟乙烯热解制取聚四氟乙烯蜡。关于这方面的研究有待于进一步开展。

### 参考文献

- [1] 闫巧芬. 废旧塑料的回收利用[J]. 石油化工环境保护, 2000, (1): 40~42
- [2] 程浩明. 中国聚烯烃塑料制品的现状与展望[J]. 中国塑料, 1998, 12(1): 1~8
- [3] 周炳炎. 废塑料的处理处置技术[J]. 环境保护, 2000, 17(3): 20~22
- [4] 包永忠, 朱慧芳. 废塑料的回收利用[J]. 化工环保, 2000, 20(3): 11~14
- [5] 唐辉, 李星, 郑江宁. 市政固体废弃物中塑料的处理[J]. 现代塑料加工应用, 2000, 12(3): 48~52
- [6] 邓蜀平, 张健民, 王洋. 我国废塑料回收利用技术的发展[J]. 化工环保, 1995, 15(6): 338~342
- [7] 王兰. 废塑料热裂解的研究[J]. 中国塑料, 1995, 9(3): 67~73
- [8] 叶蕊. 用废塑料生产汽油、柴油情况介绍[J]. 中国资源综合利用, 2000, (1): 23~26
- [9] 李稳宏, 李迺红. 废塑料降解工艺过程催化剂的应用研究[J]. 石油化工, 2000, 29(5): 344~347
- [10] 许翩翩, 张藩贤. 废旧塑料催化裂解制备汽油[J]. 化工环保, 1998, 18(1): 20~24
- [11] Songip A R, et al. Test to screen catalysts for reforming heavy oil from waste plastics[J]. Appl Catal, 1993, (2): 153~164
- [12] Carrol W F, Goodman D. Plastics Recycling: Products and Process[M]. Hanger Publisher, 1992. 136
- [13] 寿德清, 山红红. 石油加工概论[M]. 东营: 石油大学出版社, 1996. 273~279
- [14] 盛兴. 聚乙烯蜡、氧化聚乙烯蜡生产应用及其粘均分子量的测定[J]. 湖北化工, 1998, (6): 34~35
- [15] 刘树清. 聚乙烯蜡用作柴油流动性改进剂的研究[J]. 石油炼制与化工, 1994, 25(1): 58~61
- [16] 张旭之, 王松汉, 戚以政. 乙烯衍生物工学[M]. 北京: 化学工业出版社, 1995. 97
- [17] 郭良玉, 刘大煜, 吴立峰. 聚乙烯蜡在色母粒中的应用探讨[J]. 塑料, 1998, 27(3): 33~37
- [18] 钟远光. 聚乙烯蜡改善柴油流动性机理研究[J]. 合成树脂与塑料, 1988, (2): 1~8
- [19] 肖超瀚, 胡运华. 高分子化学[M]. 湖北: 武汉大学出版社, 1998. 445~450
- [20] 薛志序. 高分子化学及工艺学[M]. 北京: 化学工业出版社, 1980. 295~296
- [21] 内藤正之, 平田忠雄. 废聚乙烯制蜡工艺方法[P]. JA:4959180, 1972-10-7
- [22] Gensac P. Manufacture of artificial waxes from polyethylene or polypropylene [P]. FR:2613721, 1987-6-7
- [23] Oispons J. Cracking of polyethylene or other polyolefins wastes to yield synthetic waxes or other hydrocarbons [P]. FR:2697528, 1994-5-6
- [24] Kobayashi T. Method and equipment for manufacturing paraffin wax-like substances [P]. GB:2136437A, 1984-3-7
- [25] Moutray H. Company Limited. Process for the production of wax [P]. GB:1450285, 1976-9-22
- [26] Kirkwod O, Kenneth C. Polymer cracking [P]. EP: 0502618 A1. 1992-2-11
- [27] 何长江. 废聚乙烯制蜡新技术[P]. CN: 1250788A, 2000-4-19
- [28] 梁文杰. 石油化学[M]. 东营: 石油大学出版社, 1995. 216~221

- [29] 薛福连. 废塑料生产汽油、柴油的工艺及设备[J]. 中国物资再生, 1996, (6): 12~13
- [30] 山中隆志. 热分解聚乙烯制蜡方法[P]. 特开平: 4~351608. 1992-12-7
- [31] 山中隆志, 三浦英浩. 热分解聚乙烯制蜡方法[P]. 特开平: 4~304205. 1992-10-27
- [32] 侯祥麟. 中国炼油技术[M]. 北京: 中国石化出版社, 1991. 354~362
- [33] 吴迪胜, 蒋见俊. 化工基础(上)[M]. 北京: 高等教育出版社, 1980. 140
- [34] 潘永康. 现代干燥技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 1998. 561~580

## Development of Polyethylene Wax-making Technologies Using Polyethylene Wastes

Wang Xuan, Ji Xing, Li Shuyuan

(University of Petroleum, Beijing 102200, China)

[Abstract] How to reuse plastics wastes is one of the most important studies concerning bringing environment pollution under control. For polyethylene (PE) wastes making up a great part of the whole plastics wastes, people show an increasingly interest in how to reclaim and reuse PE wastes. In this article, the theoretical and economical feasibility is firstly discussed, then the property and market situation of polyethylene wax, several wax-making technologies and deoiling from waxes using infrared ray are introduced and analyzed. Finally, some suggestions on developing directions are made for further investigations.

[Key words] polyethylene wastes; pyrolysis; polyethylene waxes

## Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 双相纳米复合永磁材料研究

纳米复合永磁材料是颇具发展潜力的永磁合金, Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 双相纳米复合永磁材料是其中的主要合金之一。由于其具有优越的性能价格比而倍受关注, 是替代铁氧体和 AlNiCo 的理想候选永磁材料。制备这类合金的方法一般采用熔体转轮超速激冷法、机械合金法、气体雾化法等, 其中熔体转轮超速激冷工艺方法是最有效且最常用的方法。

实验采用自行研制的生产型真空快淬炉及真空连续晶化炉对 Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 双相纳米复合永磁材料的成分、显微结构及制备工艺进行了研究。确定了性能较好的三元合金成分; 发现了“厚大片性能更好”的现象, 并利用此现象提出了获得高性能 Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 双相纳米复合永磁材料的生产工艺。采用此工艺批量制备的三元双相 Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 纳米复合永磁合金粉末的性能为:  $B_r = 1.03 \sim 1.05 T$ 、 $H_{cj} = (250 \sim 280) \text{ kA/m}$ 、 $(BH)_{\max} = (61 \sim 68) \text{ kJ/m}^3$ 。用该粉末与质量分数为 3% 的环氧树脂混合模压制备的粘结磁体 ( $\phi 10 \text{ mm} \times 7 \text{ mm}$ ,  $\rho = (5.85 \sim 5.9) \text{ g/cm}^3$ ) 性能为:  $B_r = 0.82 \sim 0.87 T$ 、 $H_{cj} = (248 \sim 270) \text{ kA/m}$ 、 $(BH)_{\max} = (48 \sim 53) \text{ kJ/m}^3$ , 达到了美国 GM 公司同类产品性能水平。

(中国核动力院四所 / 上海大学材料研究所 黄照华 周邦新 李 强)