

Дніпропетровський державний університет

На правах рукопису

Васильова Олена Олексіївна

ВПЛИВ ТЕРМОСЕРВІСИ НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВИЙ СКЛАД  
ТА МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВУ  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$

Спеціальність 01.04.07 - фізика твердого тіла

Автореферат

дисертації на здобуття наукового ступеня  
кандидата фізико-математичних наук

Дніпропетровськ - 1994

ЛНБ України ім. В. Стефаніка



00777718 (.)

Дисертація є рукопис.

Робота виконана на кафедрі фізики твердого тіла  
Запорізького державного університета

Наукові керівники: доктор фізико-математичних наук,  
професор Брехаря Г.П.,  
доктор фізико-математичних наук,  
Маслов В.В.

Офіційні опоненти: доктор фізико-математичних наук,  
професор Венгреневич Р.Д.,  
доктор фізико-математичних наук,  
професор Воробйов Г.М.

Провідна установа: Придніпровський хімічний завод,  
м. Дніпродзержинськ

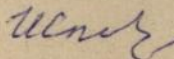
Захист дисертації відбудеться 28 вересня 1994 року  
в 14<sup>00</sup> годин на засіданні спеціалізованої вченої ради  
К 03.01.06 по захисту дисертацій на здобуття наукового  
ступеня кандидата фізико-математичних наук при Дніпропет-  
ровському державному університеті /320625, ГСП-10, Дні-  
пропетровськ, пр. Гагаріна, 72, корп. II, ауд. 300/

З дисертацією можна ознайомитися у науковій бібліо-  
отеці Дніпропетровського державного університету.

Автореферат розіслано "26" 09 1994 року

Вчений секретар спеціалізованої  
вченої ради К 03.01.06  
доктор фізико-математичних наук

ЛНБ ім. В. Стефаніка  
АН України

 Спірідонова І.М.

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Розробка та створення магнітних матеріалів на основі інтерметалічних сполук перехідних /Co, Fe/ та рідкісноземельних /Sm, Pr, Nd/ елементів є важливим напрямком сучасного фізичного матеріалознавства. Це зумовлено надзвичайно широкою сферою застосування цих постійних високоенергетичних магнітів у різноманітних приладах та пристроях електро-, радіотехніки та електроніки. Безумовну першість тут займають Sm-Co магніти з рекордною магнітною енергією, однак висока вартість та обмеженість можливостей підприємств України у використанні відповідної сировини обумовлюють необхідність використання сплавів на базі системи Fe-R-B /R-рідкісноземельний елемент, зокрема Nd, Pr /, магнітні властивості яких близькі до властивостей Sm-Co магнітів. Високі значення коерцитивної сили  $H_c$  та остаточної індукції  $B_r$  сплавів цієї системи, зокрема сплаву  $Fe_{75}Nd_{15}B_8$ , пов'язують із властивостями проміжної фази  $Nd_2Fe_{14}B$ , що має тетрагональну кристалічну ґратку та високу енергію магнітної анізотропії. Сьогодні маємо велику кількість публікацій з результатами досліджень структури, фазового складу та магнітних властивостей сплавів цієї системи як у вихідному стані, так і після різноманітних термообробок. Велику увагу приділяють пошуку резервів підвищення службових характеристик постійних магнітів з цих сплавів, що виготовляються із використанням технологій, складові яких мають суттєву відмінність. Головними напрямками тут є виготовлення магнітів із перероблених на порошок литих сплавів, а також з використанням методів порошкової металургії. Треба підкреслити, що незважаючи на велику кількість виконаних вже досліджень та розробок у вказаних галузях, тут залишається багато питань, що потребують свого вирішення. Зокрема, сьогодні не існує єдиного підходу

щодо взаємозв'язку шляхів та засобів формування тих чи інших структурно-фазових станів у сплаві  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$  з його магнітними характеристиками, а також механізмів, що обумовлюють їх рівень; відкритим залишається також питання щодо можливої наявності області гомогенності фази  $Nd_2Fe_{14}B$  /2:14:1/, а також можливого впливу на структурно-фазовий стан та магнітні властивості легування базового сплаву малими домішками, зокрема рідкісноземельних елементів. Важливим аспектом з точки зору пошуку більш перспективних шляхів досягнення в магнітах цього класу більш високого рівня магнітних властивостей слід вважати проведення в одних і тих же умовах порівняльних досліджень структури та фазового стану, що реалізуються в сплавах  $FeB$  в залежності від швидкості охолодження вихідного розплаву. Те ж саме слід сказати і про пошук можливостей підвищення окисневої стійкості як вихідного сплаву, так і виготовлених з нього магнітів, що має важливе практичне значення.

Виходячи з цього і була поставлена дисертаційна робота, мета якої полягала в комплексному дослідженні: впливу термічної обробки, хімічного складу та засобів приготування вихідних сплавів базової системи  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$  на формування в них тих чи інших структурно-фазових станів, щоб забезпечили підвищений рівень фізико-хімічних властивостей виготовлених з цих сплавів з використанням нових ресурсозберігаючих технологій високоенергетичних магнітів.

Реалізація мети роботи здійснювалась шляхом вирішення наступних задач:

I. Дослідження процесів формування структурних станів та фазового складу сплавів  $Fe-Nd-B$ , що підлягали різним видам термічного впливу у взаємозв'язку з їх магнітними властивостями.

2. Дослідження структури, фазового складу та магнітних властивостей легованих сплавів Fe-Nd-B, загартованих різними методами з рідкого стану.
3. Пошук оптимальних температурно-часових впливів /включаючи ЦОЛ/, забезпечуючих максимальний рівень коерзитивної сили постійних магнітів, виготовлених із загартованих з рідкого стану сплавів FeNdB.
4. Вивчення впливу умов одержання вихідних матеріалів на окисневу здібність магнітів FeNdB та розробка рекомендацій щодо поліпшення технології їх виготовлення.

Наукова новизна. Проведені дослідження дозволили одержати ряд нових наукових результатів:

1. Встановлено, що відпал сплаву  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$  приводить до збільшення значення коерзитивної сили  $H_c$  від 5,6 кЕ у вихідному стані до максимального значення 10,2 кЕ при температурі відпалу  $500^\circ\text{C}$  на проязі 1 години або 20 годин. Збільшення часу відпалу практично не впливає на значення  $H_c$ .
2. Структурно-фазовий стан сплаву, при якому досягаються максимальні значення  $H_c$ , характеризується наявністю "чистих" /без виділення дисперсних часток/ зерен фази  $Nd_2Fe_{14}B$  з ограненою морфологією та максимальним співвідношенням  $c/a$ , що розділені тонкими прошарками неферромагнітної фази  $Fe_4NdB_4$  та ділянками евтектики  $Nd_2Fe_{14}B + Fe_4NdB_4 + Nd$ . При температурах відпалу більш як  $500^\circ\text{C}$  одержують розвиток проноси, що приводять до порушень чіткої сітки зерених меж з утворенням дисперсних виділень як у середині, так і по межах зерен основної фази, і, як наслідок, зменшення значень  $H_c$ .
3. Показано, що в залежності від температури відпалу основні та домішкові /Nd, B, C, N, O/ елементи можуть розчинятися у фазі  $Nd_2Fe_{14}B$ , або виділятися з неї, - тобто основна маг-

нітожорстка фаза системи Fe-Nd-B має температурно-концентраційну область гомогенності.

4. Вперше показано, що термоциклічна обробка сплаву  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$  поблизу точки Кюрі /290–350°C/ при  $N=100$  циклів приводить до розчинення дисперсних часток в основній фазі, що сприяє різкому збільшенню коеріттивної сили  $H_c$  – від 5,6 кЕ у вихідному стані до 8,9 кЕ після 100 термоциклів.

5. Загартування з рідкого стану методами лиття плоскої струї /ЛПС/ і газового розпилення розплаву /ГРР/ як базового сплаву  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$ , так і комплексно легovanого елементами Dy, Tb, Mo, Al приводить до утворення аморфно-кристалічного стану в продуктах закалки, не змінюючи фазового складу сплава. Встановлено різке зменшення вмісту кисню /0,047 мас.%/ в загартованих матеріалах порівняно з матеріалами, одержаними подрібненням і розкришуванням зливка /0,47 мас.%. Окиснева здібність матеріалів після загартування із рідкого стану зменшується.

Практична цінність роботи. Одержані результати мають важливе значення для подальшого розвитку фізичного матеріалознавства магнітожорстких матеріалів. Результати досліджень взаємозв'язку магнітних властивостей із структурно-фазовими перетвореннями, що мають місце під впливом різного типу термообробки, можуть бути використані при розробці та удосконаленні технологічних режимів виготовлення висококоеріттивних магнітів із базового та складнолегovanого сплаву FeNdB.

На основі результатів досліджень процесів, забезпечуючих формування висококоеріттивного стану в швидкозагартованих сплавах розроблена технологія виготовлення постійних магнітів. Дослідні партії аморфно-кристалічних порошків одержано на обладнанні "УкрНДІ СпецСталь" м.Запоріжжя, з виготов-

лені з них магніти пройшли успішну апробацію у пристроях сучасної техніки.

Результати досліджень структурно-фазових перетворень в сплавах FeNdB використовуються при читанні спекурсів по фізиці магнітних матеріалів в Дніпропетровському та Запорізькому університетах.

#### Положення, які виносяться на захист.

1. Структурно-фазовий стан в сплавах FeNdB, який приводить до одержання високих магнітних властивостей, утворюється в результаті дифузійних процесів, які проходять у полі знакозмінних пружних напруг, виникаючих при магнітному фазовому переході, а також обумовлені наявністю області гомогенності у фазі  $Nd_2Fe_{14}B$ .

2. Механізм формування висококоеритивного стану в вихідних та відпалених сплавах  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$ , а також підлеглих термоциклванню поблизу точки Кюрі, зумовлений двома факторами: поповненням зародків доменів зворотної намагніченості, а також гальмуванням руху доменних меж на магнітоактивних виділеннях фаз.

3. Газорозпилені порошки на базі сплаву  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$  характеризуються покращеною стійкістю до окислення внаслідок утворення на них поверхневої пасивуючої плівки, що дає можливість покращити корозійні та магнітні властивості постійних магнітів із ГРП.

Апробація роботи. Основні результати дисертаційної роботи обговорювались на республіканській конференції молодих вчених "Проблеми фізики металів" /Київ, 1989р./, X Всесоюзній нараді по кінетиці і механізму хімічних реакцій у твердому тілі /Черноголовка, 1989р./, Всесоюзному симпозиумі "Фізика аморфних магнетиків" /Красноярськ, 1989р./, III Все-

совні" нараді "Фізико-хімія аморфних металічних сплавів" /Москва, 1989р./, X Всесоюзній конференції "Кристалохімія інтерметалічних сполук" /Львів, 1989р./, X Всесоюзній нараді "Діаграми стану металічних систем" /Звенигород, 1989р./, республіканські школі молодих вчених "Структурно-фазові перетворення і формування фізико-механічних властивостей металів" /Львів, 1990р./, X Всесоюзній конференції по фізиці склоподібних твердих тіл /Чернівці, 1991р./, Другій Європейській конференції по порошковій дифракції /Толандія, 1992р./, Міжнародній конференції INTERMAC'93 /Швеція, 1993р./.

Публікації. По темі дисертації опубліковано 17 робіт.

Структура і обсяг дисертації. Дисертація складається із вступу, п'яти глав, заключення і списку літератури із 109 наменувань. Вона містить 181 сторінку машинописного тексту, вклучає 48 малюнків, 15 таблиць.

### З М І С Т   Р О Б О Т И -

У вступі обґрунтована актуальність теми, сформульована мета, завдання роботи, її наукова новизна і практична цінність, а також положення, що виносяться на захист.

#### 1. Літературний огляд.

В першій главі розглянуто основні характеристики магнітожорстких матеріалів. Проведено порівняння магнітних властивостей матеріалів, які містять рідкісноземельні елементи, з іншими типами магнітів. Значна увага приділена аналізу фазових рівноваг в системі Fe-Nd-B, а також існуючим даним щодо кристалічної будови фаз у цій системі.

Розглянуто структурно-фазові перетворення в сплавах системи Fe-Nd-B при термічній обробці, а також основні засоби термічної обробки, які приводять до підвищення магнітних характеристик сплава. Відмічено, що фазовий склад, що забез-

пенує оптимальні магнітні властивості магніту складу  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$ , є  $Nd_2Fe_{14}B + Nd_{1.1}Fe_4B_4 + \alpha-Fe + \text{фаза}$ , збагачена неодимом. Основна фаза, яка складає 85-95% по об'єму магніта, - це  $Nd_2Fe_{14}B$ . Вона обумовлює високу намагніченість, і анізотропію при розмірі зерна  $\sim 15$  мкм, збагачена неодимом фаза виявляється на стику зерен.

Узагальнено існуючі дані щодо шляхів підвищення магнітних властивостей FeNdB-магнітів, зокрема такі, як легування базового сплаву та використання загартування з рідкого стану.

На основі проведеного аналізу сформульовані мета роботи та основні завдання, що вирішувалися при її виконанні.

## 2. Матеріали і методика дослідження.

Для дослідження були взяті зразки приготованих по традиційній технології /шхт - зливки - розкришування - подрібнення - пресування вологих компактів в магнітному полі - зпечення/ магнітів сплаву  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$ , а також одержані з нього по технології газового розпилення розплаву порошки, в тому числі леговані Co, Dy, Tb, Ti, Mo і, відповідно, зпечені з цих порошків магніти. Проводилась термічна обробка готових магнітів кількох видів: 1 - відпал протягом 1 години в вакуумі  $\sim 10^{-5}$  мм.рт.ст. при різних температурах з послідовною закалкою в воду; 2 - відпал протягом 20 годин в вакуумі при різних температурах з послідовною закалкою в воду, а потім в рідкому азоті; 3 - відпал на протязі 1 години в вакуумі при різних температурах з послідовним повільним охолодженням в ВУПі; 4 - термоциклічна обробка в інтервалі температур  $290 \pm 350^\circ C$  поблизу точки Кюрі фази  $Nd_2Fe_{14}B$ .

Основними методами дослідження були рентгенівський фазовий, рентгеноструктурний аналізи, металографічний аналіз,

магнітометричні, ділатометричні, а також растрова електронна мікроскопія з мікроаналізом. Для вивчення властивостей і перетворень в сплаві визначалась мікротвердість окремих фаз в процесі термічної обробки, а також аналізувався середній розмір зерна фази  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ .

Для виявлення окисневої стійкості порошків, одержаних по методу газового розпилення розплава та порошків, виготовлених із магнітів, одержаних по традиційній технології, проводились відповідні корозійні експерименти шляхом визначення відносної зміни маси порошку через кожні 2 тижні на протязі 9 місяців.

### 3. Вплив структурно-фазових перетворень, що виникають при нагріві і різкому охолодженні, на властивості постійних магнітів, виготовлених на базі системи Fe-Nd-B

В главі 3 вивчені структурно-фазові перетворення сплавів Fe-Nd-B при ізотермічному відпалі і їх вплив на характеристики постійних магнітів.

Використання ізотермічних відпалів на протязі 1 години і 20 годин з послідувочю закалкою в воду або рідкий азот приводить до різкого збільшення коерситивної сили  $H_c$  при  $t_{\text{відп}} = 480-500^\circ\text{C}$  від 5,6 кЕ до 10,2 кЕ /малюнок 1, крива 1/.

Виходячи з того, що склад досліджуваного сплаву не відповідає стехіометрії фази 2:14:1 і є зміщений в бік більшого вмісту бора та неодима, можна було припустити, що при швидкому охолодженні після спікання при  $t = 1140^\circ\text{C}$  /з швидкістю  $\sim 100^\circ\text{K/хв/}$  утворюється пересичений твердий розчин бора і неодима в фазі 2:14:1. Це було підтверджено даними рентгенографічного аналізу, який показав підвищені значення міжплостинних відстаней швидкоохолодженої фази  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  порівняно з вихідними для рівноважного стану.

Енергодисперсійний, металографічний і рентгеноструктурний аналізи показали, що зерна основної фази  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  в вихідному стані і при відпалі до  $390^\circ\text{C}$  мають неправильну форму з нечіткими межами розділу, в середині зерен і по їх межах утворюються точкові вclusions. При подальшому підвищенні температури відпалу формуються зерна з правильною огранкою.

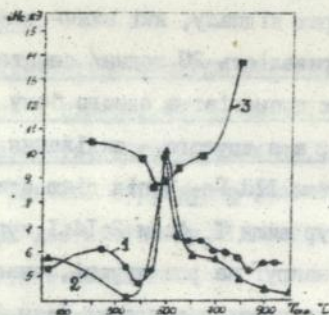
В сплавах  $\text{Fe}_{76}\text{Nd}_{16}\text{B}_8$ , які відпалювались на протязі 20 годин з послідовною закалкою в рідкий азот, виявлена ГЦК /Nd/-фаза, стабілізована домішками проникнення.

При температурах відпалу, які нижче температури Кюрі фази  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , /тривалість 20 годин/ спостерігається протікання двох основних процесів: з одного боку - розчинення бориду типу  $\text{Fe}_4\text{NdB}_4$ , а з другого - виділення надмірного неоліму і бору із гратки  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  під дією стискуючих напруг. Нагрів до температур вище  $T_c$  фази 2:14:1 супроводжується зміною стискуючих напруг на розтягуючі, внаслідок чого неолім і бор знову розчиняються в гратці фази 2:14:1. Це підтверджується зменшенням кількості ГЦК /Nd/ в сплаві, уширенням рентгенівського профілю лінії фази  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , обумовленого напругами другого роду  $\Delta a/a$ , максимум якого співпадає з мінімумом вмісту ГЦК/Nd/-фази і мінімумом середнього розміру зерна  $\langle l \rangle$ , а також з максимальними значеннями коерцитивної сили  $H_c$ /малюнок 1, крива 2/ і мікротвердості  $H_d$ .

Відпал сплавів при  $350^\circ\text{C}$  приводить до зменшення коерцитивної сили порівняно з  $H_c$  вихідного невідпаленого стану. Це обумовлено тим, що старіння при цій температурі привело до укрупнення виділених часток, які менш ефективно гальмують рух доменних стінок, і, можливо, являються доменами переманічування.

Максимальна розчинність неодима і бору в фазі 2:14:1

спостерігається в вузькому температурному інтервалі поблизу  $500^{\circ}\text{C}$ . При цьому старіння, очевидно, залишається на стадії зонного, коли ділянки по типу зон Гінье-Престона /1/, збагачені неодимом і бором, ефективно гальмують рух доменних стінок. Прощарки парамагнітної фази типу  $\text{Fe}_4\text{NdB}_4$  на сформованих межах зерен також приводять до підвищення коерзитивної сили при  $t_{\text{відп}} = 500^{\circ}\text{C}$  за рахунок затримки утворення зародків переманічування.



Мал. I. Залежність коерзитивної сили постійних FeNdB-магнітів від температури відпалу: 1 - відпалені протягом 1 години магніти складу  $\text{Fe}_{76}\text{Nd}_{16}\text{B}_8$  з послідовною закалкою в воду; 2 - відпалені протягом 20 годин магніти складу  $\text{Fe}_{76}\text{Nd}_{16}\text{B}_8$  з послідовною закалкою в рідкий азот; 3 - складнолеговані кобальтом, диспрозієм, тербієм магніти на базі сплаву  $\text{Fe}_{76}\text{Nd}_{16}\text{B}_8$ , відпалені протягом 1 години з послідовним повільним охолодженням.

Таким чином, співпадання екстремумів на відповідних температурних залежностях досліджених характеристик /коерпитивна сила, вміст ГЦК/Nd/-фази, фізичне уширення, мікротвердість, середній розмір зерна/ дає підставу вважати, що в вузькому температурному інтервалі поблизу  $500^{\circ}\text{C}$  розчинність неоліму в фазі  $2:14:1$  є максимальною. Одержаний при  $t_{\text{відп}} = 500^{\circ}\text{C}$  структурний стан дослідженого сплаву являється оптимальним з точки зору рівня його магнітних властивостей.

При температурах відпалу вище  $500^{\circ}\text{C}$  в статистичному розчині неоліма в ґратці фази  $2:14:1$  проходить процес подальшого укрупнення когерентних ділянок, збагачених неолімом, що вже менш ефективно гальмують рух доменних меж, а також, можливо являють собою домени перемагнічування. Утворення при цьому "розірваних" меж зерен сприяє утворенню зародків перемагнічування, і ці два фактори знижують коерпитивну силу при температурах відпалу вище  $500^{\circ}\text{C}$ .

Аналогічні процеси проходять при відпалі таких же зразків протягом 1 години, але деякі ефекти проявляються менш чітко, так як час, протягом якого йдуть активовані дифузійні процеси, значно менший /швидкість охолодження при закалці в воду менша, ніж при закалці в воду і рідкий азот/. Розчинення фази типу  $\text{Fe}_4\text{NdB}_4$  і укрупнення зерен фази  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  проходить аналогічно, як і у випадку 20-годинного відпалу. Відсутність лінії ГЦК/Nd/-фази пояснюється тим, що при 1-годинному відпалі розпад пересиченого твердого розчину неоліма в фазі  $2:14:1$  проходить повільніше, ніж при 20-годинному відпалі.

Для вивчення питання про існування області гомогенності фази  $2:14:1$  досліджували також залежність періодів ґратки  $c$  і  $a$  фази від температури відпалу на протязі 1 години.

При температурах 440 - 490°C спостерігається різке підвищення співвідношення с/а, а в інтервалі 490 - 590°C - суттєве зменшення тетрагональності фази 2:14:1. Це пояснюється тим, що бор і неодим виділяються із основної фази, тобто спочатку зменшується с, що викликає збільшення а, внаслідок чого тетрагональність фази різко падає.

Так як при 1-годинному відпалі не утворюється ГЦК/Nd/-фази, виявленої в міжзерних прошарках при відпалі 20 годин, то морфологія меж зерен при цих часових витримках різна. Після відпалу протягом 1 години парамагнітної фази типу  $Fe_4NdB_4$ , яка знаходиться в міжзерних прошарках, більше, ніж після 20-годинного відпалу. Межа, сформована при утворенні ГЦК/Nd/-фази, менш сприятлива з точки зору магнітних властивостей. Протяжні ділянки фази типу  $Fe_4NdB_4$ , яка обгортає зерно фази 2:14:1 при 1-годинному відпалі, ефективно гальмують рух доменних меж, що обумовлює більш високі значення коерситивної сили при  $t_{відп} = 500^\circ C$  для 1-годинного відпалу.

#### 4. Вплив термоцикування поблизу температури Кюрі на властивості постійних магнітів із сплава $Fe_{76}Nd_{16}B_8$

В четвертій главі розглянуто вплив термоциклічної обробки магнітів складу  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$  в інтервалі температур, що включає магнітний фазовий перехід для фази 2:14:1 / $T_c = 316^\circ C$ /.

Термоциклічна обробка поблизу точки Кюрі для фази 2:14:1 в інтервалі температур 290-350°C приводить до виникнення стискуючих напруг при температурах 290 ÷ 316°C і розтягуючих напруг при 316 ÷ 350°C, перші з яких ініціюють виділення надлишкового бора і неодима із ґратки фази  $Nd_2Fe_{14}B$ . Вже після 10 термоциклів усередині зерна основної фази з'являються дисперсні включення, збагачені бором і неодимом.

Термоциклювання приводить до виникнення різного роду дефектів /дислокації, вагансії, області, збагачені домішками проникнення /O, N, B//, які викликають змінення зразку, що відображується збільшенням мікротвердості  $H_u$  при  $\# < 100$ . При кількості термоциклів  $\# < 50$  середній розмір зерна фази 2:14:1 зменшується внаслідок взаємодії дислокацій з виділеннями, збагаченими бором і неодимом і утворенням нових меж.

При  $\# < 50$  залишкова індукція зростає, що обумовлено збільшенням числа магнетонів Бора, які припадають на атом в ґратті фази 2:14:1, внаслідок виділення надмірного бора і неодима і відносного збільшення атомів заліза, що приходяться на елементарну ґратку. Коерситивна сила при цьому зростає за рахунок ефективного гальмування доменних меж, так як дефектність структури після ТЦО підвищилась.

При збільшенні числа термоциклів /  $\# > 50$  / проходить подальше накопичування дефектів і продовжується дифузія виділених бора і неодима на межі зерен, де утворюється борид типу  $Fe_4NdB_4$ , при цьому зерно фази  $Nd_2Fe_{14}B$  поступово очищується від включень і середній його розмір збільшується за рахунок коалесценції. Збільшення густини дефектів веде до подальшого зміннення і більш ефективного гальмування доменних стінок. Залишкова індукція при цьому зменшується за рахунок появи додаткових полів розсіювання.

Критичним числом термоциклів є  $\# = 100$ , при цьому досягається максимум коерситивної сили і мікротвердості та мінімум залишкової індукції. Зерно фази 2:14:1 повністю очищується від включень і його середній розмір збільшується. Зниження мікротвердості і коерситивної сили при  $\# > 100$  обумовлене очищенням об'єму зерен від дислокацій, а не можливо тоді, коли проводиться термообробка без участі фазового переходу

II року /"рекристалізація на місці"/.

Узагальнюючи ці експериментальні результати і, приймаючи до уваги, що в вихідному стані в досліджуваному сплаві домінуючим механізмом формування  $H_c$  є механізм гальмування утворення зародків перемагнічування, можна вважати, що в результаті ТЦО поряд з ним істотну роль буде грати і механізм гальмування руху доменних стінок. На користь цього припущення свідчать такі експериментальні факти, як: збільшення коерситивної сили корелює з підвищенням мікротвердості, що, очевидно, викликане ефектом наклепу і дисперсійного твердіння в процесі ТЦО; крім того, в процесі термоциклування в мікроструктурі по міжзерних межах сплава спостерігається виникнення протяжних ділянок фази, збагаченої бором і неодимом, що повинно було б приводити до утворення наскрізної доменної структури і істотному зменшенню  $H_c$ , тоді як в експериментах спостерігалось збільшення коерситивної сили, що свідчить про перевагу механізму утворення висококоерситивного стану за рахунок гальмування зміщення доменних меж.

#### 5. Вплив загартування з рідкого стану і складу сплава на структурно-фазові перетворення в магнітах системи Fe-Nd-B

В п'ятій главі аналізувались газорозпилені порошки легованих Fe-Nd-B сплавів, а також структурно-фазові перетворення при термічній обробці магнітів з них. Отримані дані свідчать, що відпал легованих зпечених магнітів приводить до структурних змін, аналогічних для магніта  $Fe_{76}Nd_{16}B_8$ , одержаного по традиційній технології.

Легування базового сплаву диспрозієм і тербієм веде до підвищення кристалографічної анізотропії фази 2:14:1, яка

обумовляє її магнітну анізотропію. Тому складнолеговані магніти, зпечені з ГРП, вже в вихідному стані мають коерситивну силу  $H_c$  більшу, ніж для традиційних магнітів, що підлягли термобробці /малюнок 1, крива 3/.

Ізотермічний відпал приводить до зміни мікроструктури магнітів, виготовлених з ГРП. Оптимальною температурою відпалу для одержання максимальної коерситивної сили являється  $800^\circ\text{C}$ .

При відпалі при температурах  $350^\circ\text{C}$  усередині зерна основної фази з'являються дисперсні вclusions, що, певно, викликане розпадом пересиченого твердого розчину рідкісноземельних елементів і бора в фазі 2:14:1. Цьому відповідає спад мікротвердості. Як можна бачити з малюнка 1 /крива 3/, величина коерситивної сили при цьому зменшується порівняно з вихідним значенням. Зразки, які підлягли відпалу при температурі  $800^\circ\text{C}$ , мають максимальний розмір зерна - 4,5 мкм внаслідок коалесценції і максимальну коерситивну силу - 13,7 кЕ.

Як показали металографічні дослідження, при температурі  $800^\circ\text{C}$  усередині зерен основної фази з'являються виділення фази, збагаченої РЗМ, внаслідок цього зростають внутрішні напруження в зерні і, відповідно, підвищується його мікротвердість. Вclusions усередині зерна розбивають його на фрагменти розміром  $\sim 0,3$  мкм, що відповідає розміру однодоменної частинки, а це також сприяє збільшенню коерситивної сили.

Виходячи з відомих механізмів утворення високих значень  $H_c$  в сплавах аналогічного складу, а також результатів проведених досліджень, можна вважати, що механізм формування висококоерситивного стану легованих магнітів, одержаних з ГРП, залишається таким же, як і для магнітів, зпечених з порошків, одержаних розмолом зливка, а саме - затримка утворення

зародків переманіювання. Про це свідчить значне збільшення відносного об'єму зернограничних фаз при  $t_{\text{відп}} = 800^{\circ}\text{C}$  в процесі термообробки, а також формування при цьому зерених меж більш правильної форми. В той же час, оскільки в середині зерна основної фази при високотемпературних відпадах з'являються дисперсні включення фази, збагаченої ГЗМ, то не можна не приймати до уваги і можливість реалізації другого механізму, який лежить в основі формування висококоерзитивного стану, і пов'язаний з гальмуванням доменних стінок. Виділення дисперсних включень усередині зерна фази 2:14:1 при відпалі свідчить про те, що в ній проходить розпад пересиченого твердого розчину. Виділення домішок проникнення із основної фази на фоні стискуючих і розтягуючих напруг веде до збільшення її мікротвердості. Кореляція зміни мікротвердості фази 2:14:1 із зміною коерзитивної сили сплаву при відпалі, а також виділення елементів втілення дозволяють говорити про існування температурно-концентраційної області гомогенності фази  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ .

Подальші дослідження показали, що магніти, одержані з газорозпиленних порошоків, містять 0,7 - 0,8 мас. % кисню порівняно з 1,2 - 1,5 мас. % для магнітів, одержаних по традиційній технології. Вміст кисню в ГРП на порядок менший, ніж в порошоках, одержаних розмолом зливка.

#### В И С Н О В К И:

1. Високе значення коерзитивної сили при термообробці сплаву  $\text{Fe}_{76}\text{Nd}_{16}\text{B}_8$  досягається за рахунок оптимального структурно-фазового стану меж зерен, а також розчинення бора і неодима в фазі  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ .

2. В процесі ізотермічних відпалів механізм затримки

утворення зародків переманічування являється домінуючим при формуванні висококоерситивного стану сплава  $Fe_{76}Nd_{16}V_8$  в порівнянні з механізмом гальмування зміщення доменних стінок.

3. Фаза  $Nd_2Fe_{14}V$  має температурно-концентраційну область гомогенності по основних і домішкових елементах, максимум розчинності яких лежить при  $\sim 500^\circ C$ .

4. Утворення і розчинення дисперсних вclusions в зерні основної фази  $Nd_2Fe_{14}V$  при термоцилюванні поблизу точки Кюрі і малій кількості термоцилів  $/N = 50/$  є наслідком активно протікаючих дифузійних процесів, ініційованих значним полем пружних напруг.

5. Багатократна термоцилювальна обробка  $/N = 100/$  приводить до зміни головного механізму формування висококоерситивного стану  $FeNdV$ -магнітів - більш ефективним механізмом формування  $H_c$  являється механізм гальмування зміщення доменних стінок порівняно з механізмом затримки утворення зародків переманічування.

6. Легування базового сплаву елементами  $Tb, Dy, Ti, Mo, Co$  не має істотного впливу на структуру вихідних і відпалених магнітів із ГРП сплава  $Fe_{76}Nd_{16}V_8$ , але підвищує магнітні властивості готових магнітів, зсуваючи режими термічної обробки на максимальну коерситивну силу в області більш високих температур.

7. Використання технології ГРП приводить до зменшення вмісту кисню в кінцевих продуктах внаслідок утворення на поверхні порошків пасивуючої плівки в процесі розжигання і, відповідно, до зниження їх окисневої здібності порівняно з порошками, одержаними розмолом зливка.

8. Виключення операцій подрібнення і розкришування

злива в поєднанні з однорідністю структури порошків, одержаних газовим розпиленням розплава, дозволяє рекомендувати таку технологію як більш ефективну порівняно з традиційною, в плані виготовлення постійних магнітів з високим рівнем властивостей.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ ДИСЕРТАЦІЇ ОПУБЛІКОВАНО В РОБОТАХ:

1. Брехаря Г.П., Васильева Е.А., Конев Н.Н., Маслов В.В., Немошкаленко В.В., Савин В.В. Структура и магнитные свойства легированных Fe-Nd-B сплавов, закаленных из жидкого состояния. - Физика металлов и металловедение, № 11, 1990г. - с.63-66.

2. Брехаря Г.П., Васильева Е.А., Конев Н.Н., Немошкаленко В.В., Савин В.В. Влияние термической обработки на структуру и свойства постоянных магнитов Fe-Nd-B. - Физика металлов и металловедение. - № 12, 1990г. - с.60-66.

3. *Brekharya G.P., Vasilyeva E.A., Boguil S.V., Savin V.V. The methods of diffraction analysis of the structure-phase transformation of magnetic alloys Fe-Nd-B system. - Abstracts - second European Powder Diffractions Conference. - Enschede, The Netherlands. - 1992 - p.58*

4. Брехаря Г.П., Васильева Е.А., Гиржон В.В., Зырянов М.Л., Савин В.В. Влияние термоциклической обработки на структуру и свойства постоянных магнитов Fe-Nd-B. - Физика металлов и металловедение. - том 76, вып.2, 1993г. - с.129-133.

5. *Brekharya G.P., Vasilyeva E.A., Boguil S.V., Savin V.V. The methods of diffraction analysis of the structure-phase transformations in magnetic alloys Fe-Nd-B system - Materials Science Forum - The Netherlands - Vol 133-136 - (1993) - pp 437-442.*

6. Brekhaya G.P., Vasilyeva E.A., Birzhon V.V., Savin V.V.  
The influence of the heat treatment in the permanent  
magnets Fe-Nd-B - Abstracts. - INTERMAG'93. - Switzerland -  
1993. - p. 91

Заведующий /

1954

№ 4

Содержание

1. Боровик Г.И., Левицкий С.А., Чижов В.В., Волков С.С., Коваленко С.В., Сажин С.Р. Структура и свойства порошков Fe-Ni-Co. Доклады АН УССР, 1954, № 11, стр. 155-156.

2. Боровик Г.И., Левицкий С.А., Чижов В.В., Коваленко С.С., Сажин С.Р. Влияние температуры на структуру и свойства порошков никеля Fe-Ni-Co. Доклады АН УССР, 1954, № 12, стр. 157-158.

3. Боровик Г.И., Левицкий С.А., Чижов В.В., Коваленко С.С., Сажин С.Р. Влияние температуры на структуру и свойства порошков никеля Fe-Ni-Co. Доклады АН УССР, 1954, № 12, стр. 159-160.

4. Боровик Г.И., Левицкий С.А., Чижов В.В., Коваленко С.С., Сажин С.Р. Влияние температуры на структуру и свойства порошков никеля Fe-Ni-Co. Доклады АН УССР, 1954, № 12, стр. 161-162.

5. Боровик Г.И., Левицкий С.А., Чижов В.В., Коваленко С.С., Сажин С.Р. Влияние температуры на структуру и свойства порошков никеля Fe-Ni-Co. Доклады АН УССР, 1954, № 12, стр. 163-164.

Подписано к печати 17. 08. 54.  
Формат бумаги 80x84 1/16, Объем 1 н. л.  
Заказ № 4302 Тираж 100 экз.  
Печать плоская.  
Бумага писчая  
Типография "Днепропетровская металлург"  
г. Запорожье, ул. Антоновича, 4

1150000

AB 30.769