

УДК 669.018.58

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ПОРОШКОВЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ NdFe_{12} В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕХНОЛОГИИ ИХ ИЗГОТОВЛЕНИЯ

Баскакова Мария Игоревна

Студент 4 курса,

кафедра «Материаловедение»

Московский государственный технический университет

Научный руководитель: Н.И. Каменская,

кандидат технических наук, доцент кафедры «Материаловедение»

Постоянные магниты исключительно высокой магнитной мощности изготавливаются из порошковых сплавов на основе редкоземельных металлов, в частности неодима и других, легированных другими металлами. Наилучшие результаты были достигнуты за счёт образования в таких сплавах интерметаллидного соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

Начиная с 1984 года (появление $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) принципиально новых соединений с перспективными свойствами как материалов для постоянных магнитов не появилось.

Интерметаллидное соединение на базе промежуточной фазы NdFe_{12} представляет интерес в качестве материала для постоянных магнитов в связи с высоким содержанием железа и, соответственно, высокой намагниченностью насыщения. Соединение 1:12 нестабильно и на данный момент в чистом виде получено только в виде пленок, поэтому фазу можно зафиксировать путем введения стабилизирующих элементов: Ti, V, Nb, Mo, Ta, W. Кроме того, плоскостная магнитокристаллическая анизотропия и относительно низкое значение температуры Кюри не позволяет использовать соединение 1:12 в качестве магнитотвердого материала. Решение этой проблемы возможно путем добавления в сплав элементов внедрения (H, C, N), наиболее перспективными из которых считается азот.

С целью изыскания перспективного магнитотвердого соединения с высокими магнитными характеристиками был взят тройной нитрид $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1\text{N}_x$ (стехиометрический параметр x находится в пределах от 0,5 до 1). Это соединение может конкурировать с соединением $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ прежде всего из-за более высокой точки Кюри (588 К против 340 К) при соизмеримых значениях намагниченности насыщения. Константа магнитной анизотропии, определяющей достижимые значения коэрцитивной силы у нитрида даже больше.

В связи с тем, что в России сплавы NdFe_{12} еще не нашли широкого применения, в настоящей работе были проведены исследования возможности получения магнитотвердого порошка NdFe_{12} на производственных мощностях АО «Спецмагнит» и его дальнейшего использования для изготовления постоянных магнитов.

Целью работы является исследование структуры и магнитных свойств порошковых сплавов редкоземельных металлов на основе системы NdFe_{12} с добавлением титана и азота, на различных этапах их изготовления, т.е. в зависимости от технологии их изготовления.

Для этого в работе предусматривается решить следующие задачи:

1. Исследовать структуру и магнитные свойства порошкового сплава, легированного титаном на основе фазы состава $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$.
2. Исследовать и установить оптимальный режим гомогенизационного отжига для получения требуемых магнитных свойств сплава на основе системы $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$.

3. Определить химический и фазовый составы после выплавки и после гомогенизации сплава спектральным и рентгеноструктурным методами.

4. Исследовать влияние режимов измельчения на размер частиц получаемых порошков. Установить оптимальные значения.

В рамках настоящей работы в вакуумной индукционной печи был выплавлен сплав на основе соединения $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$, который отжигали при различных режимах с последующей закалкой в воду с целью определения оптимального фазового состава.

Химический состав контролировали рентгенофлуоресцентным и плазменным методами. Химический состав сплава, % массовых долей к сплаву: 79,45 % Fe; 15,7 % Nd; 4,85 % Ti. Фазовый состав контролировали рентгеноструктурным методом. Качественный фазовый состав сплава: Fe_α , $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$.

Металлографические исследования на световом микроскопе были проведены для сплава $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$ в двух состояниях: после выплавки, после выплавки с последующей гомогенизацией 900°C в течение 120 часов. На рис. 1 представлена структура сплава Nd-Fe-Ti, в которой темные участки представляют собой Fe_α , а светлые - $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$.

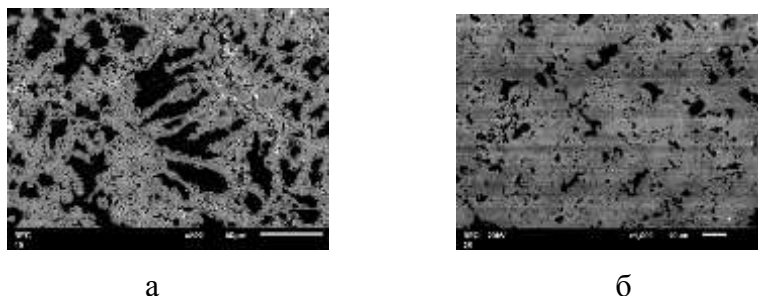


Рис. 1. Структура сплава $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$: а) после выплавки; б) после гомогенизации 900 °C в течение 120 часов в вакууме

С целью уменьшения ликвации химических элементов и фаз по объёму сплава $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$ был проведен гомогенизационный отжиг при 1100 °C в течение 336 часов в вакууме. Химический состав сплава не изменился, однако изменилась соотношения фаз. Зафиксировано увеличение количества ключевой фазы $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$.

После проведения гомогенизационного отжига образцы подвергались измельчению в шаровой вибрационной и планетарной мельницах в трех различных средах: изопропиловый спирт, хладон R-141b и толуол в течение различного времени. Определение среднего размера частиц проводили методами газопроницаемости и лазерной дифракции. При этом было исследовано влияние времени предварительного размола на средний размер частиц порошка.

Установлено, что средний размер частиц порошка (d_{cp}) быстро уменьшается при увеличении длительности измельчения до 40 (толуол) – 60 (хладон) минут. При дальнейшем увеличении времени измельчения наблюдается незначительное снижение d_{cp} для среды изопропилового спирта, а для хладона имеет место некоторое укрупнение частиц, что возможно связано с налипанием мелких частиц на более крупные (образование конгломератов). При измельчении в среде изопропилового спирта наблюдается монотонное уменьшение d_{cp} во всем исследованном интервале времени измельчения.

Установлено оптимальное время помола в среде хладона – 70 минут – для получения оптимального размера порошка $d_{cp} = 1,8$ мкм.

Выводы:

1. Исследована структура порошкового сплава, легированного титаном состава $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$ в двух состояниях: после выплавки и гомогенизирующего отжига при различных режимах. Показано, что после проведения гомогенизирующего отжига в структуре сплавов сохраняется незначительное содержание выделений первичного железа

2. Установлен оптимальный режим гомогенизационного отжига при 1100 °C в течение 336 часов в вакууме. При такой температуре и времени выдержки значительно уменьшается ликвация химических элементов и фаз по объёму сплава $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$.

3. Определены химический и фазовый составы после выплавки и после гомогенизации сплава спектральным и рентгеноструктурным методами. Установлено, что химический состав после выплавки и различных режимах гомогенизационного отжига не изменился, фазовый состав составлял две фазы - Fe_α , $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$. Однако после гомогенизационного отжига при 1100°C в течение 336 часов в вакууме увеличилось количество фазы $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1$.

3. Исследовано влияние времени размолла на размер частиц получаемых порошков. Показано, что при увеличении длительности измельчения средний размер частиц порошка $d_{\text{ср}}$ интенсивно снижается в течение первых 20 мин., при дальнейшем измельчении наблюдается незначительное снижение $d_{\text{ср}}$.

Далее полученные порошки будут подвергнуты азотированию. Цель азотирования – создание одноосной анизотропии в зоне внедрения азота, увеличение магнитной мощности за счёт образования интерметаллидного соединения $\text{NdFe}_{11}\text{TiN}$, повышение температуры точки Кюри и повышение намагниченности насыщения.

Дальнейшая задача - исследование влияния температурных режимов и способов азотирования (в среде особо чистого азота) на фазовый состав и магнитные свойства синтезированных нитридов $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}_1\text{N}$.

Литература

1. Мишин Д.Д. Магнитные материалы. М.: Высшая школа, 1981. - 335 с.
2. Takashi M., Kiyoyuki T. First-Principles Study of Magnetocrystalline Anisotropy and Magnetization in NdFe_{12} , $\text{NdFe}_{11}\text{Ti}$, and $\text{NdFe}_{11}\text{TiN}$, 2014. - pp. 1-4.
3. O'Handley R.C. Modern Magnetic Materials: Principles and Applications. M.: John Wiley & Sons, 2000. - 726 p.
4. Margarian A., Dunlop J.B. Phase equilibria in the Fe - rich corner of the Nd – Fe - Ti ternary alloy system at 1100 °C, 2007, pp. 6152 – 6155.
5. Croat J.J. Crystallization and magnetic properties of melt-spun neodymium-iron alloys, 1981. - pp. 125-131.