Канд. техн. наук Татарчук Т. В.

НУ «Запорізька політехніка», м. Запоріжжя

СТАТИСТИЧНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ МІКРОСТРУКТУРИ ПОСТІЙНИХ МАГНІТІВ, СПЕЧЕНИХ ЗІ СПЛАВУ Nd-Fe-B,C-Cu,Ti

Мета роботи. Статистичний аналіз мікроструктур готових постійних магнітів, що виготовляються на основі систем Fe-Nd-B при різних режимах термообробки.

Методи дослідження: металографічний, рентгеноспектральний, статистичний, магнітометричний.

Отримані результати. У роботі досліджується вплив зовнішнього тиску на структуру та властивості постійних магнітів складу $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$. Для виготовлення постійних магнітів з високою магнітною енергією використано продукти швидкого охолодження з рідкого стану. Для цього лусочки, що отримані методом ЗРС, пресували у прес-формі та спікали у вакуумі. Прес-форма та болти, що їх скріплюють, виготовлені зі сплавів, у яких різні коефіцієнти лінійного розширення. Цей метод дає змогу досягти високого тиску ($H \approx 1 \ \Gamma\Pi a$) під час спікання. Спікання виконували у вакуумі під тиском $P = 0, 5...12 \ M\Pi a$ та при температурах 1323 К та 1013 К.

Показано, що розміри частинок фази NdCu₂ підпорядковується закону Гауса та у розподілі присутні два піки. Перший пік можна пояснити наявністю у вихідних плівках аморфної складової, у якій знаходяться зародки основної магнітної фази Nd₂Fe₁₄B та парамагнітної фази NdCu₂, а другий пік пояснюється тим, що у кристалічній області вже є зерна парамагнітної фази NdCu₂ і при подальшому спіканні вони продовжують зростати. Також показано, що розмір часток фази NdCu₂, які присутні у спеченому зразку, що отриманий при початковому тиску 12 МПа, зменшився до 0,03...0,5 мкм порівняно з середнім розміром 0,23...0,94 мкм для менших значень початкового тиску. При цьому коерцитивна сила компактів зросла на порядок від 160 кА/м до 1300 кА/м

Наукова новизна. Встановлено, що зниження температури спікання швидко охолоджених лусочок сплавів $Nd_{15,2}Fe_{75,5-x}C_xB_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$ в умовах високого тиску порядку 0,9 ГПа від технологічної 1323 К до температури 1013 К практично не впливає на швидкість зародження метастабільних фаз NdCu₂ ma Nd₂Fe₁₄B і в той же час знижує швидкість їх росту. Однак, це призводить до збільшення коерцитивної сили готових магнітів від 160 кА/м до 1300 кА/м.

Практична цінність. Одержані в роботі результати мають важливе значення для подальшого розвитку фізичного матеріалознавства магнітожорстких матеріалів та сучасної техніки.

Ключові слова: спікання, «термічний» тиск, відпал, основна магнітожорстка фаза, фаза з обмеженою метастабільністю, коерцитивна сила, метод січних.

Вступ

Сучасне промислове виробництво прецизійної техніки, мікроелектроніки, літакобудування, ракетобудування ставить високі вимоги до матеріалів. Основними критеріями, які повинні характеризувати матеріали, є висока якість, мала собівартість, мінімальна матеріалоємність при збереженні найкращих фізико-механічних властивостей виробів в робочих умовах.

В світовій та вітчизняній літературі, окрім пошуку методів комплексного легування та створення нових сполук, мало приділяється уваги розробці нових способів виготовлення постійних магнітів, а саме, використанню одного з термодинамічних параметрів тиску для управління процесами кристалізації та спікання постійних магнітів. Тому в даній роботі досліджено вплив зовнішнього тиску на мікроструктуру спечених компактів та виконано статистичний аналіз мікроструктур після термообробки магнітожорстких сплавів Nd-Fe-B.

Матеріали та методи дослідження

В якості вихідних матеріалів для одержання спече-

© Татарчук Т. В., 2020 DOI 10.15588/1607-6885-2020-1-5 них компактів використовували швидко загартовані стрічки складу $Nd_{15,2}Fe_{75,08}Cu_{1,57}B_{6,5}C_{0,42}Ti_{1,38}$. Режими термообробки подано у табл. 1.

Результати та обговорення

На рис. 1 представлено мікроструктури зразків, які було виристано для статистичної обробки. Згідно результатів хімічного аналізу білі включення являють собою неферомагнітну фазу, яка ізоструктурна фазі NdCu₂. Для визначення розмірів включень використовували метод січних [3]. Для визначення концентрації мікрочастинок у об'ємі сплаву використовували наступну формулу:

$$N = \frac{n}{D_{cep}} {}_{\rm MM}{}^{-3}, \tag{1}$$

де *N* – число шаровидних частинок в одиниці об'єму, *D_{cep}* – діаметр шаровидних частинок, *n* – середня кількість перерізів на одиницю площини.

Температура спікання, К	Ступінь вакууму, мПа	Час спікання, год	Температура відпалу, К	Час відпалу, год	Початковий тиск, МПа			ікання, К	я, год	к, 12 МПа
					0,5	3	9,5	Температура сі	Час спікан	Початковий ти
1323	1,333	1	823	0,5	+	+	+	1013	1,5	+

Таблиця 1 – Режими спікання та відпалу сплаву $Nd_{15,2}Fe_{75,08}C_{0,42}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$



Рис. 1. Мікроструктури зразків складу $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$, що були отримані за допомогою електронного мікроскопа: $a, \delta - 9,5$ МПа; a, c - 3 МПа; $\partial, \varkappa - 12$ МПа; 3 - 0,5 МПа [1, 2]

Для визначення реальної кількості включень у об'ємі зразка врахували, що спечені компакти мали форму циліндра діаметром 5 мм та висотою 4 мм. У табл. 2 подано порівняня параметрів фрагментів фази NdCu₂для

компактів сплаву $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$, що спечені в різних умовах. На рис. 2 представлено діаграму розподілу частинок фази $NdCu_2$ за розмірами для компакту складу $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$. Також на

рис. 2 подано мікроструктуру вихідної плівки даного складу [1, 2]. Видно, що плівка має кристалічну та аморфну складові. У подальшому при спіканні з кристалічної складової продовжується ріст основної магнітної фази Nd, Fe₁₄B та парамагнітної фази NdCu₂.

В роботі проведено статистичний аналіз із побудовою розподілу за розмірами частинок NdCu₂ в спечених компактах. З рис. 2 видно, що розмір часток фази NdCu₂, які присутні у спеченому зразку, що отриманий при початковому тиску 12 МПа, зменшився до 0,03...0,5 мкм порівняно з середнім розміром 0,23...0,94 мкм для попередніх умов спікання (див. рис. 1, табл. 1).

Якщо розподіл за розмірами зерен підпорядковується закону Гауса, то слід чекати, що у зразку присутні частинки фази NdCu₂ (сферичної форми) значно меншого розміру (< 0,05 мкм, рис. 1*д, ж*). Наявність таких частинок має призвести до значного зростання коерцитивної сили. Як показано в роботі, імовірність існування часток фази NdCu₂ з розмірами меншими за 0,05 мкм надзвичайно висока, то можна з впевненістю сказати, що ефект пінінгу вносить основний вклад до механізму збільшення коерцитивної сили. Наявність двох піків на діаграмі можна пояснити будовою вихідних стрічок. У кристалічній області вже є зерна парамагнітної фази NdCu₂ і при подальшому спіканні вони продовжують зростати. Цим пояснюється другий пік на діаграмі. Перший пік можна пояснити наявністю у вихідних плівках аморфної складової, у якій знаходяться зародки основної магнітної фази Nd₂Fe₁₄B та парамагнітної фази NdCu₂.

Згідно з розрахунками, загальна кількість зерен фази NdCu,,, що припадають на 1 мм³, складає:

$$N_{3a2} = \sum N_k . \tag{2}$$

Щоб перевірити цей результат, цю ж величину було розраховано за формулою С. А. Салтикова [14]:

$$N = \frac{2}{\pi} \sum_{i=1}^{k} \left(\frac{1}{d_i} \cdot n_i \right).$$
(3)

Якщо враховувати, що в лусочках, що мали аморфну будову, зерен фази NdCu₂ не було виявлено, то можна зробити висновок, що всі вони зародилися під час спікання, яке тривало час *t*. Аналізуючи графік, зображений на рис. 2, безпосередньо під час спікання утворилася лише частина зерен. Вважаючи, що за час *t* зародилися зерна, які після завершення спікання мали діаметр $D \in (0;500$ нм), можна приблизно оцінити швидкість зародкоутворення фази NdCu₂ у компакті складу Nd_{15.2}Fe_{74.991}B_{6.6}C_{0.51}Cu_{1.57}Ti_{1.38} під час спікання. Тоді середня швидкість зародкоутворення:

$$I_{cep} = \frac{N_{cep}}{t} \,. \tag{4}$$

Таблиця 2 – Результат статистичної обробки для спечених при різному початковому тиску компактах складу $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$

Проміжок, нм	0,5	МПа	3 M	IПa	9,5	МПа	12 МПа	
	<i>Dcep</i> , нм	<i>N</i> , мм ⁻³	<i>Dcep</i> , нм	<i>N</i> , мм ⁻³	<i>Dcep</i> , нм	<i>N</i> , мм ⁻³	<i>Dcep</i> , нм	<i>N</i> , мм ⁻³
0-50	-	-	-	-	-	-	33,505	26074317
50-150	147,06	4113881	76,923	19290862	116,279	8563756	127,091	5311706
150-250	-	-	185,375	32553318	232,56	9308351	176,923	2917823
250-350	294,12	2430930	307,69	9002461	348,84	3475118	262,779	5742392
350-450	441,18	2617924	384,62	5144163	-	-	393,424	3028031
450-550	-	-	489,511	4446075	465,12	8377515	526,32	3017936
550-650	588,24	1869946	615,38	321517	581,4	1861670	-	-
650–750	735,29	747989	692,31	428684	697,67	2420206	657,89	1086473
750-850	-	-	769,23	128606	813,95	478721	789,47	352097
850–950	882,35	498658	-	-	930,23	837761	-	-
950-1050	1029,41	213710	943,4	2621566	1046,51	206854	-	-
1050-1150	-	-	-	-	-	-	1052,63	75449
1150-1250	1176,47	327243	-	-	1162,79	297870	-	-
1250-1350	1323,53	41555	-	-	1279,07	169244	-	-
1350-1450	-	-	1415,09	1398178	1395,35	31028	-	-
1450-1550	1470,59	112198	-	-	-	-	-	-
1550-2000	1764,71	31166	1886,79	524316	-	-	-	-
2000-3000	2058,82	26715	2539,913	506339	-	-	-	-
3000-4000	-	-	3771,233	5272654	-	-	-	-



Рис. 2. Діаграма розподілу частинок фази $NdCu_2$ за розмірами для компакту складу $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$

Якщо вважати, що швидкість зародкоутворення – постійна величина, то в середньому зерно зростало у проміжку часу t/2, де t – час спікання. Тому для приблизної оцінки швидкості росту зерен фаз NdCu₂, скористувалися наступною формулою:

Щоб підрахувати
$$D_{cep}$$
 було використано дані розпо-
ділу зерен фази NdCu, за розмірами:

$$D_{\rm cep} = \frac{\sum (D_k N_k)}{N_{2d2}},\tag{6}$$

$$v_{cep} = 2 \frac{D_{cep}}{t} \,. \tag{5}$$

де N_k- кількість зерен фази NdCu_2 та діаметром D_k в одиниці об'єму.

Результати розрахунків подано у табл. 3.

Сплав	У	мови спіканн	RF	Параметри фрагментів фази NdCu ₂ у спеченому компакті						
$Nd_{15,2}Fc_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$	Температура <i>Т</i> , К	Початковий тиск Р, МПа	Час <i>t</i> , год	Кількість зерен в одиниці об'єму N, ·10 ⁷ мм ⁻³	Середній діаметр зерен <i>D_{сер},</i> що припадає на максимум, µм	Середній діаметр зерен D_{cep} , µм	Середня швидкість зародко-утворення <i>I</i> ,·10 ³ мм ⁻³ с ⁻¹	Середня швидкість зростання зерен <i>v</i> .,10 ⁻¹⁰ м/с		
		0,5		1,3	015 / 0,94	0,63	18,3	7		
	1323	3	0,5	8,2	0,19 / 0,7	0,67	45,6	7,44		
		9,5	1	5,2	0,23 / 0,47	0,51	48,9	5,67		
	1013	12	1,5	4,7	0,03 / 0,26	0,36	8,7	1,33		

Таблиця 3 – Порівняльна таблиця параметрів фрагментів фази $NdCu_2$ для компактів сплаву $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$, що спечені в різних умовах

Видно, що середній діаметр для включень майже однаковий (у рамках похибки), швидкість зародкоутворення падає у межах 2...5,6 разів, а швидкість зростання частинок – падає у межах 4,2...5,6 рази зі зниженням температури спікання. Саме цим можна пояснити різницю максимальної кількості частинок фази NdCu₂ в об'ємі компакту та існування кількох піків, які зміщенні один відносно одного.

Спечені компакти досліджували на вібраційному магнітометрі для встановлення значень коерцитивної сили H_{ei}та залишкової індукції B_r зразка (рис. 4).

В умовах високого тиску виникають напруги, які прискорюють дифузійні процеси в зразку [4–6]. Таким чином, з одного боку здійснюється об'ємне зростання фаз Nd₂Fe₁₄B i NdCu₂ та при цьому стійкість їх буде стабільною, оскільки високий тиск зміщує точки фазової рівноваги в області високих температур відповідно до закону Клапейрона-Клаузіуса. Як видно з рис. 1, розмір фази NdCu₂ при збільшенні первинного тиску від 0,5 МПа до 9,5 МПа, практично однаковий і становить у середньому 0,57 мкм.

Оскільки фаза $Nd_2Fe_{14}B$ в даних умовах не встигає сформуватися в окремі зерна, а розміри фази $NdCu_2$ такі, що не перешкоджають руху границь доменів, то в цьому випадку значення коерцитивної сили зразка залишається практично постійним. Для того, щоб уникнути швидкого зростання фази $NdCu_2$, збільшили первинний тиск і знизили температуру спікання до температури потрійної легкоплавкої евтектики (1013 K), а час спікання збільшили до 1,5 год. Ці умови практично не вплинули на швидкість зародження фаз $NdCu_2$ та $Nd_2Fe_{14}B$ і в той же час знизили швидкість росту цих фаз. Як видно з рисунку 1, розмір фази $NdCu_2$ зменшився до 0,3 мкм, а в деяких випадках і до 0,03 мкм та при цьому коерцитивна сила компактів зросла на порядок від 160 кА/м до 1300 кА/м. Поряд з цим в аморфній складовій плівок проходить кристалізація стабільних і метастабільних фаз в умовах високого тиску. Аморфна складова являє собою невпорядковану структуру з відсутністю далекого порядку і тому в даних умовах щільність недосконалостей прагне до максимуму, а також прискорюються процеси перенесення легувальних елементів, а саме, вуглецю, міді та титану, в зону скупчень недосконалостей (хмара Сузукі-Котрелла, ядра дислокації та ін.). Досягаючи критичних розмірів, скупченя недосконалостей, збагачені легувальними елементами, також стають перешкодою зміщення границь доменів.

Висновки

1. Статистичний аналіз мікроструктур компактів складу Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38} спечених при різних умовах, показав наявність двох піків на розподілі Гауса. Причому, збільшення початкового тиску сприяє зменшенню розмірів частинок фази NdCu₂(<0,05 мкм). Тому можна вважати, що ефект пінінгу вносить основний вклад до механізму збільшення коерцитивної сили.

2. Спікання швидкоохолоджених лусочок $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$ в умовах зовнішнього тиску до 1 ГПа при температурі *T* = 1323 К сприяє об'ємному зростанню фази NdCu₂, але не призводить до її розпаду, що в свою чергу негативно впливає на величину коерцитивної сили та залишкової індукції компактів.

3. При зниженні температури спікання до 1013 К в умовах високого зовнішнього тиску, процес росту метастабільних фаз сповільнюється, що дозволяє отримати в компакті нанорозмірні утворення фази NdCu₂, які перешкоджають руху границь доменів. Це підвищує значення коерцитивної сили на порядок ($H_c = 1350 \text{ кA/м}$).



Рис. 4. Петлі гістерезісу компактів, які були спечені зі сплаву $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$ при різному початковому тиску: *a* – 0,5 МПа; *б* – 3 МПа; *в* – 9,5 МПа; *г* – 12 МПа [4]

Список літератури

- Gulyaeva T. V. On the study of the influence of external pressure and carbon on structure and properties of compacts made on the basis of rapidly cooled alloys of Nd-Fe-(B,C)-Cu-Ti (Part 2) / T. V. Gulyaeva, G. P. Brekharya– Innovative materials and technologies in metallurgy and mechanical engineering, № 1. – 2019. – P. 20–30.
- Gulyaeva T. V. On the study of the influence of external pressure and carbon on structure and properties of compacts made on the basis of rapidly cooled alloys of Nd-Fe-(B,C)-Cu-Ti / T.V. Gulyaeva. – Innovative materials and technologies in metallurgy and mechanical engineering, № 1, 2018. – P. 33–40. DOI 10.15588/1607-6885-2018-1-5
- Салтыков С. А. Стереометрическая металлография / С. А. Салтыков. – М. : Металлургия, 1976. – 271 с.

- Брехаря Г. П. Свойства постоянных магнитов системы Nd-Fe-B, легированной Cu, Ti, C, полученных порошковым методом или спеканием пленок в условиях высокого давления / Г. П. Брехаря, Е. А. Харитонова, Т. В. Гуляева // Успехи физики металлов. – К. : ИМФ. – Т. 15. – 2014. – С. 35–53.
- Шьюмон П. Дифузия в твердых телах / П. Шьюмон; [пер. с англ.]. – М. : Металлургия, 1966. – 195 с.
- Дудоров А. Е. Уравнения динамики и кинетики дислокаций при высоких скоростях пластической деформации / А.Е. Дуров, А.Е. Майер // Вестник Челябинского государственного университета, Физика. – 2011. – Вып. 12. – № 39 (254). – С. 48–56.

Одержано 30.12.2020

Татарчук Т. В. Статистическое исследование микроструктуры постоянных магнитов, спеченных из сплава Nd-Fe-B, C-Cu, Ti

Цель работы. Статистический анализ микроструктур готовых постоянных магнитов, изготовленных на основе систем Fe-Nd-B при различных режимах термообработки.

Методы исследования: металлографический, рентгеноспектральный, статистический, магнитометрический.

Полученные результаты. В работе исследуется влияние внешнего давления на структуру и свойства постоянных магнитов состава $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$. Для изготовления постоянных магнитов с высокой магнитной энергией использованы продукты быстрого охлаждения из жидкого состояния. Для этого чешуйки, полученные методом ЗЖС, прессовали в пресс-форме и спекали в вакууме. Пресс-форма и болты, которые скрепляют, изготовлены из сплавов, у которых коэффициенты линейного расширения различны. Этот метод позволяет достичь высокого давления ($H \approx 1 \Gamma \Pi a$) при спекании. Спекания выполняли в вакууме под давлением $P = 0, 5 \dots 12 M \Pi a$ и при температуре 1323 К и 1013 К. Показано, что размеры частиц фазы $NdCu_2$ подчиняются закону Гаусса и в распределении присутствуют два пика. Первый пик можно объяснить наличием в исходных пленках аморфной составляющей, в которой находятся зародыши основной магнитной фазы $NdCu_2$, а второй пик объясняется тем, что в кристаллической области уже есть зерна парамагнитной фазы $NdCu_2$, и при дальнейшем спекании они продолжают расти. Также показано, что размер частиц фазы $NdCu_2$, которые присутствуют в спеченном образце, полученный при начального давления. При этом коэрцитивная сила компактов выросла на порядок $160 \ KA / m$ до $1300 \ KA / m$.

Научная новизна. Установлено, что снижение температуры спекания быстро охлажденных чешуек сплавов $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$ в условиях высокого давления порядка 0,9 ГПа от технологической 1323 К до температуры 1013 К практически не влияет на скорость зарождения мета стабильных фаз $NdCu_2u Nd_2Fe_{14}Bu$ в то же время снижает скорость их роста. Однако, это приводит к увеличению коэрцитивной силы готовых магнитов 160 кА / м до 1300 кА / м.

Практическая ценность. Полученные в работе результаты имеют важное значение для дальнейшего развития физического материаловедения магнитожестких материалов и современной техники.

Ключевые слова: спекание, «термическое» давление, отжиг, основная магнитожесткая фаза, фаза с ограниченной метастабильнистю, коэрцитивная сила, метод секущих.

Tatarchuk T. Statistical study of the microstructure of permanent magnets made from Nd-Fe-B,C-Cu, Ti alloy

Purpose of work. Statistical analysis of microstructures of ready-made permanent magnets, which are made on the basis of Fe-Nd-B systems at different heat treatment modes. Research methods: metallographic, X-ray spectral, statistical, magnetometric.

Research methods: metallographic, X-ray spectral, statistical, magnetometric.

The results obtained. The influence of external pressure on the structure and properties of permanent magnets of composition $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$ is investigated in the work. For the production of permanent magnets with high magnetic energy, fast cooling products from the liquid state are used. To do this, the scales obtained by the ZRS method were pressed in a mold and sintered in vacuum. The mold and the bolts that fasten them are made of alloys with different coefficients of linear expansion. This method allows to achieve high pressure ($H \approx 1$ GPa) during sintering. Sintering was performed in vacuum under a pressure of P = 0.5... 12 MPa and at temperatures of 1323 K and 1013 K. It is shown that the particle size of the NdCu₂ phase obeys the Gaussian law and there are two peaks in the distribution. The first peak can be explained by the presence in the source films of an amorphous component, which contains the nuclei of the main magnetic phase $Nd_2Fe_{14}B$ and paramagnetic phase $NdCu_2$, and the second peak is explained by the fact that in the crystal region there are grains of paramagnetic phase $NdCu_2$ and they continue to grow. It is also shown that the particle size of the $NdCu_2$ phase present in the sintered sample obtained at an initial pressure of 12 MPa decreased to 0.03... 0.5 μ m compared to the average size of 0.23... 0.94 μ m for smaller values of the initial pressure. The coercive force of compacts increased by an order of magnitude from 160 kA / m to 1300 kA/m

Scientific novelty. It is established that the decrease in the sintering temperature of rapidly cooled scales of $Nd_{15,2}Fe_{74,99}C_{0,51}B_{6,6}Cu_{1,57}Ti_{1,38}$ alloys under conditions of high pressure of the order of 0.9 GPa from technological 1323 K to 1013 K temperature practically does not affect the rate of metal stable phases of NdCu₂ and Nd₂Fe₁4B and at the same time reduces their growth rate. However, this leads to an increase in the coercive force of the finished magnets from 160 kA/m to 1300 kA/m.

Practical value. The results obtained in this work are important for the further development of physical materials science of magnetohard materials and modern technology.

Key words: sintering, "thermal" pressure, annealing, main magnetohard phase, phase with limited metastability, coercive force, January method.