### УДК 621.762.8:538.9:669.017.1

Д-р фіз-мат. наук Г. П. Брехаря<sup>1</sup>, Т. В. Гуляєва<sup>2</sup>, д-р фіз-мат. наук А. Г. Равлік<sup>3</sup>, канд. фіз-мат. наук Б. А. Авраменко<sup>3</sup>, Т. Ю. Ніколаєва<sup>4</sup>, О. М. Бовда<sup>5</sup>, Л. В. Оніщенко<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Державний технічний університет, м. Дніпродзержинськ; <sup>2</sup> Національний технічний університет, м. Запоріжжя; <sup>3</sup> Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», м. Харків; <sup>4</sup> Державний педагогічний університет, м. Мелітополь;

<sup>5</sup> Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут», м. Харків

# ВПЛИВ СТИСКАЛЬНИХ НАПРУЖЕНЬ НА ФАЗОУТВОРЕННЯ ТА МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ СПЕЧЕНИХ КОМПАКТІВ СИСТЕМИ Nd-Fe-C,B,Cu

У роботі досліджувались структурно-фазові перетворення у процесі вакуумного спікання плівок сплавів  $Nd_{20}Fe_{70,x}B_{0,5}C_{9,5}Cu_x$ , отриманих гартуванням із рідкого стану. Перед спіканням плівки ущільнювали під пресом (тиск 5 і 30 кгс/см<sup>2</sup>) та в стиснутому стані поміщали у вакуумну піч. Плівки у вихідному стані були аморфними або аморфно-кристалічними з метастабільною фазою  $Nd_2Fe_{14}C$ . При спіканні відбувається кристалізація аморфної складової та ріст метастабільної фази за рахунок перитиктоїдного перетворення ( $Fe + Nd_2Fe_{17} + Nd_4FeC_6 \leftrightarrow Nd_2Fe_{14}C$ ). Збільшення вмісту міді у сплаві прискорює перитектоїдне перетворення. Підвищення стискальних напружень сприяє ущільненню компактів та зростанню їх магнітних властивостей ( $H_e$ ,  $B_r$ ) після відпалу.

*Ключові слова:* спікання, перитектоїдне перетворення, стискальні напруження, коерцитивна сила, залишкова індукція.

#### Вступ

На сьогодні основою для виробництва постійних магнітів є сплави перехідних металів (T) з рідкісноземельними (R) або сплави, у яких необхідний рівень магнітних властивостей забезпечується наявністю інтерметалевих сполук типу  $RT_5$ ,  $R_2T_{17}$ ,  $R_2T_{14}B$ . Ці сплави мають найкращі властивості порівняно з відомими сплавами і використовуються майже у всіх галузях сучасної техніки [1].

Цим вимогам відповідають постійні магніти, виготовлені на основі сплавів системи Nd-Fe-B, у яких основною магнітною фазою є сполука Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. Спорідненою системою є система Nd-Fe-C, у якій утворюється фаза Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C ізоструктурна фазі Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, Оскільки поле кристалографічної анізотропії зазначених сполук є різним, а саме – для сполуки Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C воно вище в 1,5 раза порівняно з фазою Nd2Fe14B (Н<sub>4</sub>=7,6 МА/м і Н<sub>4</sub>=5,4 МА/м, відповідно), то в магнітах на основі сплавів системи Nd-Fe-С можуть бути досягнуті більш високі значення коерцитивної сили. Також відомо, що фаза Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C утворюється за перитектоїдною реакцією (Fe+Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>+ Nd<sub>4</sub>FeC<sub>6</sub> $\leftrightarrow$ Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C) в інтервалі температур 1123÷1173 К, причому час повного перетворення становить більше 20 діб [2]. Для прискорення перитектоїдної реакції в системі Nd-Fe-C використовують такі методи: легування бором, міддю та гартування з рідкого стану (ЗРС) [3]. Цей шлях дозволяє скоротити час перитектоїдного перетворення до кількох десятків хвилин.

У роботі проведено комплексне дослідження впливу легування, швидкого охолодження розплаву (ЗРС) та ущільнення під тиском продуктів гартування перед спіканням магніту.

#### Матеріали і методи дослідження

Для дослідження впливу стискувальних напружень на процес спікання швидкозагартованих стрічок вибрали сплави системи Nd – Fe – C, які легували бором та міддю з метою прискорення перитектоїдного перетворення (Fe + Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> + Nd<sub>4</sub>FeC<sub>6</sub>  $\leftrightarrow$  Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C). Хімічний склад досліджуваних сплавів наведено в таблиці 1.

Таблиця 1 – Хімічний склад вихідних сплавів системи Nd-Fe-C

Сплар	Склад, % ат.						
Сплав	Nd	Fe	В	С	Cu		
Nº 1	20	69,5	0,5	9,5	0,5		
Nº 2	20	69	0,5	9,5	1,0		
Nº 3	20	68,5	0,5	9,5	1,5		
<u>№</u> 4	20	68	0,5	9,5	2,0		
<u>№</u> 5	20	67,5	0,5	9,5	2,5		

Як видно з таблиці, до складу сплавів входить залізо і мідь. Вибирали склад так, щоб змінювалась тільки кількість міді й заліза, а інші складові залишалися незмінними. Сплави виплавляли у вакуумній печі. Після виплавки, охолодження і гомогенізації, здійснювали гартування з рідкого стану методом лиття плоскої струмини на мідний барабан, що швидко обертається. Стрічки (лусочки), які були отримані, мали товщину

© Г. П. Брехаря, Т. В. Гуляєва, А. Г. Равлік, Б. А. Авраменко, Т. Ю. Ніколаєва, О. М. Бовда, Л. В. Оніщенко, 2010

від 0,01 до 0,015 мм. Відомо, що швидкість охолодження, згідно з розрахунками, наведеними в роботі [4], становить від 10<sup>5</sup> до 10<sup>6</sup> К/с.

Раніше в роботі [5] було показано, що при гартуванні з розплаву в наведених у таблиці 1 сплавах реалізується кристалічна або аморфно-кристалічна структура. Але однією з особливостей є те, що в продуктах гартування основна магнітна фаза  $Nd_2Fe_{14}C$  формується безпосередньо з рідини, оминаючи перитектоїдну реакцію. За класифікацією Мірошніченка І.С. [6], таку фазу називають фазою з обмеженою метастабільністю. Окрім фази  $Nd_2Fe_{14}C$  утворюються й інші фази, які кристалізуються згідно з діаграмою стану. В цій системі це такі фази:  $Nd_2Fe_{17}C_x$ ,  $Nd_2Fe_{17}$ . Крім наведених фаз, утворюються також карбіди, збагачені неодимом та вуглецем, але їхня кількість значно менша порівняно з іншими фазами.

Отже, спікаючи отримані лусочки при температурі перитектоїдної реакції, ми маємо змогу різко її прискорити, тобто перехід від фази  $Nd_2Fe_{17}C_x$  до фази  $Nd_2Fe_{14}C$ , оскільки в лусочках наявна метастабільна фаза  $Nd_2Fe_{14}C$ , на базі якої будуть проходити перетворення.

Для дослідження впливу стискувальних напружень на процес спікання було розроблено та застосовано прес-форму з ніржавіючої сталі 12Х18Н10Т з механічними фіксаторами. Отримані лусочки укладали в прес-форму шарами, а потім ущільнювали під пресом. Було вибрано тиск 5 кгс/см<sup>2</sup> [3] і 30 кгс/см<sup>2</sup>. Після ущільнення компакт разом із прес-формою у зафіксованому стані поміщали у вакуумну шахтну піч, досягали середнього вакууму 10<sup>-5</sup> атм (10<sup>-2</sup> мм рт. ст.) і спікали при температурі перитектоїдного перетворення 1173 К протягом 1800 с. Відпал відбувався при температури 1113 К протягом 1800 с.

Дослідження структурно-фазового стану компактів, отриманих у роботі, проводили стандартними методами:

- рентгенівський фазовий аналіз (ДРОН-2);

- металографічний аналіз (оптичний мікроскоп *Olympus*);

- рентгеноспектральний аналіз (JEOL-JSM-6360LA, з розділенням 4 нм);

 вимірювання магнітних властивостей (вібраційний магнетометр Фонера).

#### Результати експерименту

Перш за все отримані компакти підлягали рентгенографічним та металографічним дослідженням. На рис. 1, *a*; б наведено типові рентгенограми, що



Рис. 1. Рентгенограми спечених компактів сполуки  $Nd_{20}Fe_{70-x}Cu_xC_{9,5}B_{0,5}$  до (*a*) і після (б) відпалу: № 1 – *x* = 0,5 % ат., № 2 – *x* = 1 % ат., № 3 – *x* = 1,5 % ат., № 4 – *x* = 2 % ат., № 5 – *x* = 2,5 % ат. hkl – Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C, hkl – Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>, (hkl) – Nd<sub>1</sub> <sub>1</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>4</sub>, {hkl} – Fe<sub>3</sub>C

отримані при зйомках компактів на дифрактометрі ДРОН-2уСо К<sub>6</sub> монохроматизованому випромінюванні.

Якщо порівняти дифрактограми, отримані від зразків до відпалу (рис. 1, *a*) і після відпалу (рис. 1, *б*), то видно, що вони значно відрізняються одна від одної. Дифракційні максимуми в першому випадку мають «розмитий» характер, а також значні флуктуації фону. Це дає підстави стверджувати, що безпосередньо після спікання у структурі зразка присутні мікронапруження (напруження ІІ-го роду), а також наявна значна мікронеоднорідність. Після відпалу характер рентгенограм (рис. 1, *б*) змінився: дифракційні максимуми стають чіткими, без розмиття, а також зменшуються фонові флуктуації. Тобто після відпалу значно зменшуються мікронапруження, а також збільшується структурна однорідність фаз, які входять до складу сплавів.

Аналіз і розрахунок дифрактограм показав, що в процесі спікання й відпалу змінюється фазовий склад сплавів залежно від кількості міді у вихідних сплавах (табл. 1–3). Зі збільшенням вмісту міді з 0,5 % ат. до 2,5 % ат. спостерігається перерозподіл інтенсивностей дифракційних максимумів у різних фазах. Так, інтенсивність ліній фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C зростає, а фаз Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> і Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>C<sub>0,4</sub>, які беруть участь у перитектоїдному перетворенні, зменшується. Крім того, у компактах спостерігається поява фази з міддю (табл. 3, рис. 1,  $\delta$ ).

**Таблиця 2** – Фазовий склад компактів, спечених зі сплаву  $Nd_{20}Fe_{70-x}Cu_xC_{9.5}B_{0.5}$  до відпалу

№ зразка	No 1	Nº 2	No 3	No 4	Nº 5
Фазовий склад	J12 1	J 12 Z	512 5	J12 1	512 5
Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> C	+	+	+	+	+
$Nd_2Fe_{17}C_{0,4}$	+	+	+	+	-
$Nd_2Fe_{17}$	+	+	+	+	+
$Nd_{1.1}Fe_4B_4$	+	+	+	+	+
Fe	+	+	_	+	+

**Таблиця 3** – Фазовий склад компактів, спечених зі сплаву  $Nd_{20}Fe_{70-x}Cu_xC_{9,5}B_{0,5}$  після відпалу

№ зразка	No 3	No 4	No. 5	
Фазовий склад	342 3	J1º 4	JN <u>0</u> J	
Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> C	+	+	+	
$Nd_2Fe_{17}C_{0,4}$	+	+	-	
Nd <sub>2</sub> Fe <sub>17</sub>	+	+	+	
Nd <sub>1.1</sub> Fe <sub>4</sub> B <sub>4</sub>	+	+	+	
(Nd,Fe,C,Cu)	+	+	+	

Для підтвердження зменшення дефектності структури після відпалу за дифрактограмами розрахували параметри *a, c, c/a* тетрагональної кристалічної гратки основної магнітної фази  $Nd_2Fe_{14}C$  безпосередньо після спікання і після відпалу. Результати розрахунків наведені в табл. 4–5 та на рис. 2. Із таблиць видно, що параметр *a* фази  $Nd_2Fe_{14}C$  до відпалу і після відпалу змінюється мало і практично відповідає табличному значенню. Разом з тим параметр *c*, а також відношення c/a значно змінюються в залежності від вмісту міді у сплаві – безпосередньо після спікання c/a зростає до 1,5, а після відпалу зменшується до табличного значення 1,36.

**Таблиця 4** – Значення параметрів гратки основної магнітної фази  $Nd_2Fe_{14}C$  до відпалу для компактів, спечених в умовах стискальних напруг

Сплав	а, нм	C, HM
	0,8831*	1,2023*
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>69,5</sub> Cu <sub>0,5</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,92028	1,3586
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>69</sub> Cu <sub>1</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,89394	1,34
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>68,5</sub> Cu <sub>1,5</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,87634	1,31601
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>68</sub> Cu <sub>2</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,87459	1,31603
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>67,5</sub> Cu <sub>2,5</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,91013	1,37193

Примітка: \* – вихідні значення параметрів а, с

**Таблиця 5** – Значення параметрів гратки основної магнітної фази  $Nd_2Fe_{14}C$  після відпалу для компактів, спечених в умовах стискаючих напруг

Сплав	<i>а</i> , нм	C, HM
	0,8831*	1,2023*
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>68,5</sub> Cu <sub>1,5</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,85434	1,17148
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>68</sub> Cu <sub>2</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,85876	1,15791
Nd <sub>20</sub> Fe <sub>67,5</sub> Cu <sub>2,5</sub> C <sub>9,5</sub> B <sub>0,5</sub>	0,85299	1,17638

<b>T</b> .	*					
Примітка:	- 6	ихідні	значення	парамет	рів а.	С



**Рис. 2.** Зміна тетрагональності фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C компактів залежно від вмісту міді до і після відпалу

Багатофазний склад спечених компактів підтверджують і металографічні дослідження. Як видно з рис. 3, в структурі компактів після спікання досліджених сплавів спостерігаються зерна різних розмірів неправильної форми з нечіткими границями. Видно, що в сплавах № 2 та № 3 (рис. 3, б, в) зерна мають найбільший розмір ( $d_{cep} = 6,5$  мкм), для інших сплавів структура більш однорідна. При збільшенні вмісту міді до 2 % ат. спостерігається найбільш оптимальна мікроструктура для досягнення високих магнітних властивостей. Зерна фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C мають більш правильну округлу форму, хоча границі залишаються розмитими (рис. 3,  $\partial$ ). Також видно, що процес перитектоїдного перетворення пройшов не повністю (рис. 3), про що свідчить неоднорідність структури, а також нагромадження однієї фази на іншу (фази різного кольору).



**Рис. 3.** Мікроструктури спечених компактів сполуки  $Nd_{20}Fe_{70-x}Cu_xC_{9,5}B_{0,5}$  до відпалу: a - x = 0,5 % ат.,  $\delta - x = 1$  % ат., e - x = 1,5 % ат., e - x = 2 % ат.,  $\partial - x = 2,5$  % ат.

При відпалі відбувається здрібнення структури (рис. 4, *a*; *в*; *г*), зерна фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C набувають більш правильної геометричної форми з тонкою і чіткою границею та мінімальним міжзеренним простором. Розміри зерен коливаються в межах  $2,4 \div 3,4$  мкм. Найменші зерна спостерігались у компактах, які містять 1,5 % ат міді, найбільші зерна – при 1 % ат міді (рис. 4, *б*; *в*). Збільшення вмісту міді сприяє оптимізації структури: основний об'єм компактів займає φ-фаза (Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C), кількість пор і площа міжзеренного простору мінімальна, границі зерен тонкі і чіткі (рис. 4, 5).

Методом рентгеноспектрального мікроаналізу (рис. 5) встановлено, що зерна правильної форми світлого кольору являють собою зерна  $\varphi$ -фази (Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C), а зерна темного-сірого кольору відповідають фазі Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>C<sub>x</sub>. Наявність фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>C<sub>x</sub> підтверджує припущення, що перитектоїдне перетворення пройшло не повністю. Результати рентгеноспектрального аналізу показали, що не спостерігається точного збігу зі стехіометричним складом для структурних складових у спечених компактах. Найбільш точний стехіометричний склад мають зерна φ-фази у зразку № 4 (1,5 % міді) (рис. 4, в), занижена тільки концентрація вуглецю. У міжзеренному просторі спостерігаються включення карбідів (табл. 6).

Проведено дослідження магнітних властивостей  $H_{Ci}$  і  $B_r$  у спечених компактах до (після спікання) та після відпалу.

**Таблиця 6** – Хімічний склад структурних складових сплаву  $\mathbb{N}$  5, мікроструктура якого наведена на рисунку 5

Позначення	Вміс	ст елеме	<b>Ф</b> 222		
на рис. 5	Nd	Fe	C	Cu	Ψάδα
1	12,8	80,22	6,85	0,12	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> C
2	11,5	82,75	5,75	_	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> C
3	43,8	0,9	55,3	-	$Nd_2C_3$
4	13,49	77,02	8,95	0,53	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> C
5	0,4	76,2	23,4	-	Fe <sub>3</sub> C
6	8,32	91,46	0,22	_	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>17</sub>
7	35,28	52,92	9,35	2,44	(Nd,Fe,C,Cu)



**Рис. 4.** Мікроструктури спечених компактів сплаву  $Nd_{20}Fe_{70-x}Cu_xC_{9,5}B_{0,5}$  після відпалу при температурі 1113 К: a - x = 0.5 % ат.,  $\delta - x = 1$  % ат., e - x = 1.5 % ат., e - x = 2 % ат.,  $\partial - x = 2.5$  % ат.

На рис. 6, *а* показана залежність величини коерцитивної сили  $H_{Ci}$  спечених компактів від вмісту міді до й після термообробки. Видно, що значення  $H_{Ci}$  коерцитивної сили зростає зі збільшенням вмісту міді. Максимальне значення  $H_{Ci} = 110$  кА/м до відпалу,  $H_{Ci} =$ = 264 кА/м після відпалу. Дещо менша величина коерцитивної сили спостерігається у сплаві з 1 ат. % міді. При подальшому збільшенні концентрації міді в компактах до і після відпалу  $H_{Ci}$  зростає.

Такі відмінності можна пояснити тим, що для компакта № 2 як до, так і після відпалу спостерігаються найбільші зерна  $\varphi$ -фази (рис. 4,  $\delta$ ) та наявність зерен магнітом'якої фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>, які сприяють виникненню полів розсіювання. Навпаки, для зразка № 5 спостерігається оптимальна мікроструктура (особливо після відпалу, рис. 4, d) з малими зернами  $\varphi$ -фази й з найменшим об'ємом міжзеренного простору. Наявність дефектів структури, включення оксидів і карбідів у міжзеренному просторі, які виступають джерелами утворення доменів зворотної намагніченості, також пояснює малі значення H<sub>сг</sub>. Окрім підвищення коерцитивної сили, при легуванні міддю спостерігається також зростання залишкової індукції зразків як до, так і після відпалу, (рис. 6, б).

#### Обговорення

Аналізуючи отримані результати, можна констатувати, що гартування з рідкого стану сплавів Nd<sub>20</sub>Fe<sub>70-x</sub>B<sub>0.5</sub>C<sub>95</sub>Cu<sub>x</sub> дає можливість одержати основну магнітну фазу Nd, Fe14 С безпосередньо з рідини. Крім того, одержання метастабільної ф-фази не виключає кристалізацію фази типу Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>, що відповідає рівноважній діаграмі стану й бере участь у перитектоїдному перетворенні (Fe + Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> + Nd<sub>4</sub>FeC<sub>6</sub>  $\leftrightarrow$  Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C). Крім наведеного факту, відомо також, що бор і мідь сприяють прискоренню перетворення фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> в Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C [2, 3]. У цій роботі введено ще один термодинамічний параметр – зовнішній тиск (стиск продуктів гартування в струбцині 5 атм і 30 атм) і досліджується його вплив на процес перитектоїдного перетворення. Необхідно також відзначити, що мідь і залізо, які входять до складу сплавів, є перехідними елемен-



**Рис. 6.** Графік залежності коерцитивної сили (*a*) та залишкової індукції (б) від вмісту міді до й після відпалу для компактів, спечених зі сплаву Nd<sub>20</sub>Fe<sub>70-x</sub>Cu<sub>x</sub>C<sub>9,5</sub>B<sub>0,5</sub>

тами. Відомо також, що в елементарній гратці фази Fe<sub>14</sub>Nd<sub>2</sub>C існують позиції, у яких заміна атомів заліза на атоми міді, наприклад 16K2 і 8J2 [7] не приводить до істотної зміни ефективних магнітних полів, але може привести до зміни параметрів гратки. Результати розрахунків параметрів гратки фази Fe<sub>14</sub>Nd<sub>2</sub>C залежно від вмісту міді показані на рис. 2. Як видно з рисунка відношення с/а у спечених компактах залежить від процентного вмісту міді й тільки після відпалу приходить до табличних значень. Змінюється також вид дифрактограм до відпалу (після спікання) і після відпалу спечених компактів: значно зменшуються флуктуації інтенсивності фону, збільшується «гострота» дифракційних максимумів, а також збільшується інтенсивність максимумів, які відповідають ф-фазі. Це означає, що після гартування з рідкого стану у фазі є надлишкова кількість атомів міді, які при спіканні під тиском не встигають покинути решітку й тільки при тривалому відпалі дифундують на границі зерен, де

структурний тип якої не встановлений. У такий спосіб стискувальних напружень сприяють ущільненню зразка й спіканню по границях лусочок, але в той же час дифузійні процеси в напруженому стані ускладнені. У результаті перитектоїдна реакція відбувається не повністю (рис. 3), тому для завершення перитектоїдного перетворення й створення оптимальної структури для одержання високих магнітних властивостей необхідно виконати додатковий відпал після спікання без зовнішніх навантажень.

утворюється складна фаза на основі Nd, Cu, C, Fe,

При спіканні під дією стискальних напруг 5 кгс/см<sup>2</sup> і 30 кгс/см<sup>2</sup> не виявлено розбіжностей [3] у структурно-фазових складових компактів, але в цілому структура компактів, отриманих при більшій стискальній напрузі, є більш однорідною, пори практично відсутні. При візуальному огляді компакти мали металевий блиск і відрізнялися більшою міцністю.

Порівнюючи магнітні властивості компактів, які були отримані при стискальних напругах 5 кгс/см<sup>2</sup> і 30 кгс/см<sup>2</sup> [3], видно, що відбувається значне підвищення коерцитивної сили та залишкової індукції ( $H_c =$ = 240 ÷ 280 кА/м,  $B_r = 240 \div 260$  мТл, див. рис. 6, *а;* б). Це можна пояснити тим, що, по-перше, при більшому стискувальному напруженні покращується щільність компакта, зменшується кількість пор (підвищується значення  $B_r$ ) та міжзеренного простору. По-друге, ми припускаємо (підтверджується результатами рентгеноспектрального аналізу, рис. 5, табл. 6), що при спіканні у міжзеренному просторі утворюєтся парамагнітна фаза з міддю (Nd, Fe, C, Cu), яка перешкоджає утворенню полів розсіювання та доменів зворотної намагніченості (що підвищує  $H_{ci}$ ).

Підвищення магнітних характеристик після відпалу можна пояснити оптимізацією структури (рис. 4) та збільшенням у міжзеренному просторі об'ємної частки фази (Nd,Fe,C,Cu), особливо при вмісті 2,5 % ат. міді. Збільшення коерцитивної сили компактів до 40 % (рис. 6, *a*) після відпалу пояснюється також перетворенням майже всієї кількості магнітом'якої фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> у магнітожорстку фазу Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C, зменшенням об'єму зернограничних областей і кількості включень карбідів і оксидів, а також збільшенням довжини границь зерен фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C (див. рис. 4).

#### Висновки

1. Легування бором, міддю та гартування із рідкого стану сплавів Nd-Fe-C дає змогу отримати основну магнітну фазу Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>C безпосередньо з рідкого стану, не виключаючи кристалізацію магнітом'якої фази Nd<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>.

2. Пресування ЗРС лусочок під тиском 5 кгс/см<sup>2</sup> і 30 кгс/см<sup>2</sup> і спікання при температурі перитектоїдного перетворення 1073 ÷ 1173 К, з одного боку, дає змогу отримати ущільнений зразок з хорошим спіканням по границях лусочок, з іншого боку, під впливом стискальних напруг процес перитектоїдного перетворення затримується.

3. Відпал спеченого компакту без стискувальних напружень приводить до прискорення перитектоїдного перетворення, а також до формування структури зі складною неферомагнітною фазою на основі Fe, Cu, Nd по границях зерен, яка перешкоджає отриманню доменів зворотної намагніченості.

4. Стискальні напруження при спіканні та легування міддю і бором дають змогу підвищити магнітні характеристики в 2 рази після відпалу.

#### Перелік посилань

- Current Status of Global NdFeB Magnet Industry[ Proc. of the 18<sup>th</sup> Int. Workshop on HPMA, September, 2004, Annecy, France, v 1/Y. Luo. – Annecy (France). – 2004. – P. 28–39.
- Grieb B. As-cast magnets based on Fe-Nd-C / B. Grieb, K. Fritz // J. Appl.Phys. – 1991, Vol. 70. – P. 6447–6449.
- Ажажа В. М. Исследование структурно-фазовых превращений при спекании в закаленных сплавах системы Nd-Fe-C/ [В. М. Ажажа, Г. П. Брехеря, А. М. Бовда и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Х., 2007. № 4. С. 155–160.
- Мирошниченко И. С. Определение скорости охлаждения при закалке из жидкого сосотояния / И. С. Мирошниченко, Г. П. Брехеря, Л. Б. Ткаченко // Физика и химия обработки материалов. 1975. № 53, вып. 6. С. 53–56.
- Виставкіна В. В. Вплив нерівноважних умов охолодження на фазоутворення у легованих міддю магнітотвердих сплавах системи Nd-Fe-C: дис. ... канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Виставкіна Віолета Володимирівна. – Запоріжжя, 2006.
- Мирошниченко И. С. Закалка из жидкого сосотояния / И. С. Мирошниченко – М.: Металлургия. –1982. –168 с.
- Магнитные свойства и параметры мессбауровских спектров магнитов R-Fe-B-M : материалы XII Междунар. конф. по постоянным магнитам, май, 1995, Суздаль / А. А. Журавлев, С. М. Маргарян, А. А. Лукин. Суздаль, 1995. 60 с.

Одержано 16.03.2010

G. P. Breharya, T. V. Gulyaeva, A. G. Ravlik, B. O. Avramenko, T. U. Nikolaeva, O. M. Bovda, L.V. Onischenko

## THE INFLUENCE OF COMPRESSIVE STRESSES ON PHASE FORMATION AND MAGNETIC PROPERTIES OF ND-FE-C, B, CU SYSTEM ALLOYS SINTERED COMPACTS

В работе исследовались структурно-фазовые превращения в процессе вакуумного спекания пленок сплавов  $Nd_{20}Fe_{70x}B_{0,5}Cu_x$ , полученных закалкой из жидкого состояния. Перед спеканием пленки слоями укладывали в пресс-форму, уплотняли под прессом (давление 5 и 30 кгс/см<sup>2</sup>) и в сжатом состоянии помещали в вакуумную печь. Пленки в исходном состоянии были аморфными или аморфно-кристаллическими с метастабильной фазой  $Nd_2Fe_{14}C$ . При спекании происходит кристаллизация аморфной составляющей, а также рост метастабильной фазы за счет перитектоидного превращения ( $Fe + Nd_2Fe_{17} + Nd_4FeC_6 \leftrightarrow Nd_2Fe_{14}C$ ). Увеличение содержания меди в сплаве ускоряет перитектоидное превращение. Повышение сжимающих напряжений способствует уплотнению компактов и увеличению магнитных свойств ( $H_e, B_r$ ) росту коэрцитивной силы  $H_c$  и остаточной индукции  $B_r$  спеченных компактов после отжига.

*Ключевые слова:* спекание, перитектоидное превращение, сжимающие напряжения, коэрцитивная сила, остаточная индукция.

The structure-phase transformations of Nd20Fe70-xB0,5C9,5Cux alloys melt-spun film during vacuum sintering process were researched. Films were layered in press-form, compacted under press (the pressure 5 and 30 kgf/cm2) and in compressed condition were placed in vacuum furnace. The films were amorphous or amorphous-crystalline in initial state with Nd2Fe14C metastable phase. Under sintering the crystallization of amorphous constituent as well as growth of the metastable phase occur due to peritectoid transformation (Fe + Nd2Fe17 + Nd4FeC6  $\leftrightarrow$  Nd2Fe14C). The alloys copper content increasing accelerates the peritectoid transformation. Enhancement of compressive stresses favors densifying of the compacts and improvement of their magnetic properties (coercivity H<sub>c</sub> and remanence B<sub>r</sub>) after sintering.

Key words: compressive stresses, vacuum sintering, peritectoid transformation, coercive force, remanence.