

Wpływ temperatury wygrzewania na właściwości magnetyczne i skład fazowy taśm stopu $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$

Katarzyna Filipecka*, Katarzyna Pawlik, Piotr Pawlik, Jerzy J. Wysłocki, Piotr Gębara, Anna Przybył, Małgorzata Szwaja, Izabela Wnuk

Instytut Fizyki, Wydział Inżynierii Procesowej, Materiałowej i Fizyki Stosowanej, Politechnika Częstochowska, Al. Armii Krajowej 19, 42-200 Częstochowa

* kasia.filipecka@onet.eu

Streszczenie

Celem pracy było zbadanie wpływu temperatury wygrzewania na właściwości magnetyczne i skład fazowy szybkochłodzonych taśm stopu $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$. Wlewki stopu wytworzono z pierwiastków składowych o wysokiej czystości za pomocą metody topienia łukowego w atmosferze ochronnej Ar. Taśmy zostały wytworzone metodą szybkiego chłodzenia roztopionego indukcyjnie stopu na wirującym bębnie miedzianym pod niskim ciśnieniem Ar. W celu otrzymania nanokrystalicznej mikrostruktury, próbki wygrzewano w temperaturach od 958 K do 1013 K w czasie 5 min każda. Właściwości magnetyczne zostały zbadane przy użyciu magnetometru wibracyjnego, natomiast do określenia składu fazowego użyto dyfraktometrii rentgenowskiej. Rezultatem krótkotrwałego wygrzewania próbek w temperaturach 958 K i wyższych były zmiany właściwości magnetycznych badanych materiałów.

Wstęp

Materiały magnetyczne stanowią jedną z najważniejszych grup stopów coraz szerzej stosowanych w wielu dziedzinach życia. Są wykorzystywane między innymi w przemyśle elektronicznym, motoryzacyjnym, lotniczym i kosmicznym, medycynie, jak również w artykułach powszechnego użytku. Chociaż materiały magnetyczne badane są od ponad stu lat, ciągle trwają poszukiwania materiałów o coraz lepszych właściwościach magnetycznych przy stosunkowo niskich kosztach produkcji [1]. Przełomem w tej dziedzinie było odkrycie w 1984 roku związku $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Od tego czasu trwają dalsze badania nad magnezami typu Nd-Fe-B. Podejmowano próby modyfikacji składu podstawowego otrzymując całą rodzinę nowych magnezów typu R-(Fe,M)-B, gdzie R jest pierwiastkiem ziem rzadkich, M – metalem przejściowym. [2]. Materiały te posiadają wartości siły koercji w zakresie od 300 do 1500 kA/m w zależności od zawartości pierwiastków ziem rzadkich oraz wartość energii magnetycznej około 100 do 170 kJ/m³ dla izotropowych stopów [3-5]. Własności magne-

tyczne zależą nie tylko od zawartości poszczególnych składników stopu, lecz również od procesu technologicznego i warunków wytwarzania magnezu [6, 7]. Jednym z dodatków stopowych, który wpływa znacząco na mikrostrukturę stopów Nd-Fe-B jest wolfram. Jego dodatek wpływa również na poprawę zdolności zeszklenia w stopach żelaza [8, 9]. Dlatego istotne wydaje się określenie wpływu temperatury wygrzewania na właściwości magnetyczne i skład fazowy szybkochłodzonych taśm stopu $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$.

Material i metody badawcze

Wlewki stopu o składzie $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$ przygotowano z pierwiastków składowych o wysokiej czystości za pomocą metody topienia łukowego w atmosferze ochronnej argonu. W celu ujednoczenia stopu materiał wyjściowy przetopiono kilkakrotnie. Taśmy wytworzono metodą szybkiego chłodzenia roztopionego indukcyjnie stopu na wirującym bębnie miedzianym w atmosferze ochronnej Ar. Prędkość liniowa powierzchni koła podczas procesu odlewania wynosiła 30 m/s. Dla zachowania odpowiedniej czystości atmosfery obróbki cieplnej, taśmy zostały zatopione w ampulach kwarcowych w atmosferze Ar. Próbkki były wygrzewane w temperaturach 958 K, 973 K, 993 K, 1003 K oraz 1013 K w czasie 5 min każda, a następnie szybko chłodzone w wodzie. Skład fazowy próbek zbadano za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego D8 ADVANCE (Bruker) z zastosowaniem promieniowania $\text{CuK}\alpha$. Natomiast właściwości magnetyczne próbek zbadano przy użyciu magnetometru wibracyjnego LakeShore VSM 7303 w polu magnetycznym do 2T w temperaturze pokojowej.

Wyniki badań i dyskusja

Dyfraktogramy rentgenowskie taśm stopu $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$ w stanie po odlaniu oraz po wygrzaniu przedstawiono na rysunku 1.

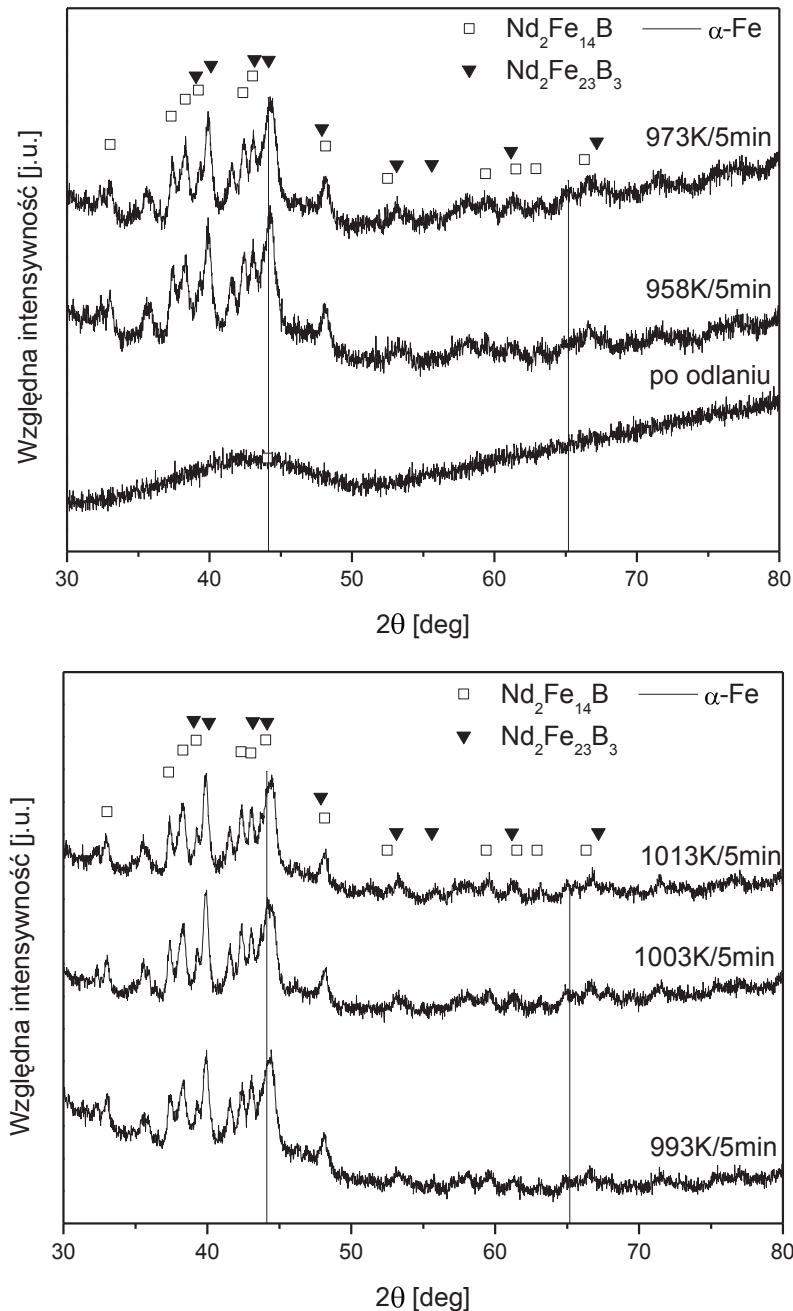
Taśmy po odlaniu (Rys. 1a) mają budowę amorficzną, o czym świadczy brak pików odpowiadających fazom krystalicznym. Wygrzewanie próbek w temperaturach 685 K i wyższych w czasie 5 min powoduje zmiany struktury fazowej badanego materiału, które polegają na rozroście ziaren faz krystalicznych.

Przeprowadzona analiza fazowa dyfraktogramów (Rys. 1) pozwala na identyfikację fazy magnetycznie twardej $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, metastabilnej $\text{Nd}_2\text{Fe}_{23}\text{B}_3$ oraz fazy magnetycznie miękkiej α -Fe. Ze względu na bliskie położenie pików pochodzących od tych faz, ich obecność należałoby potwierdzić innymi metodami.

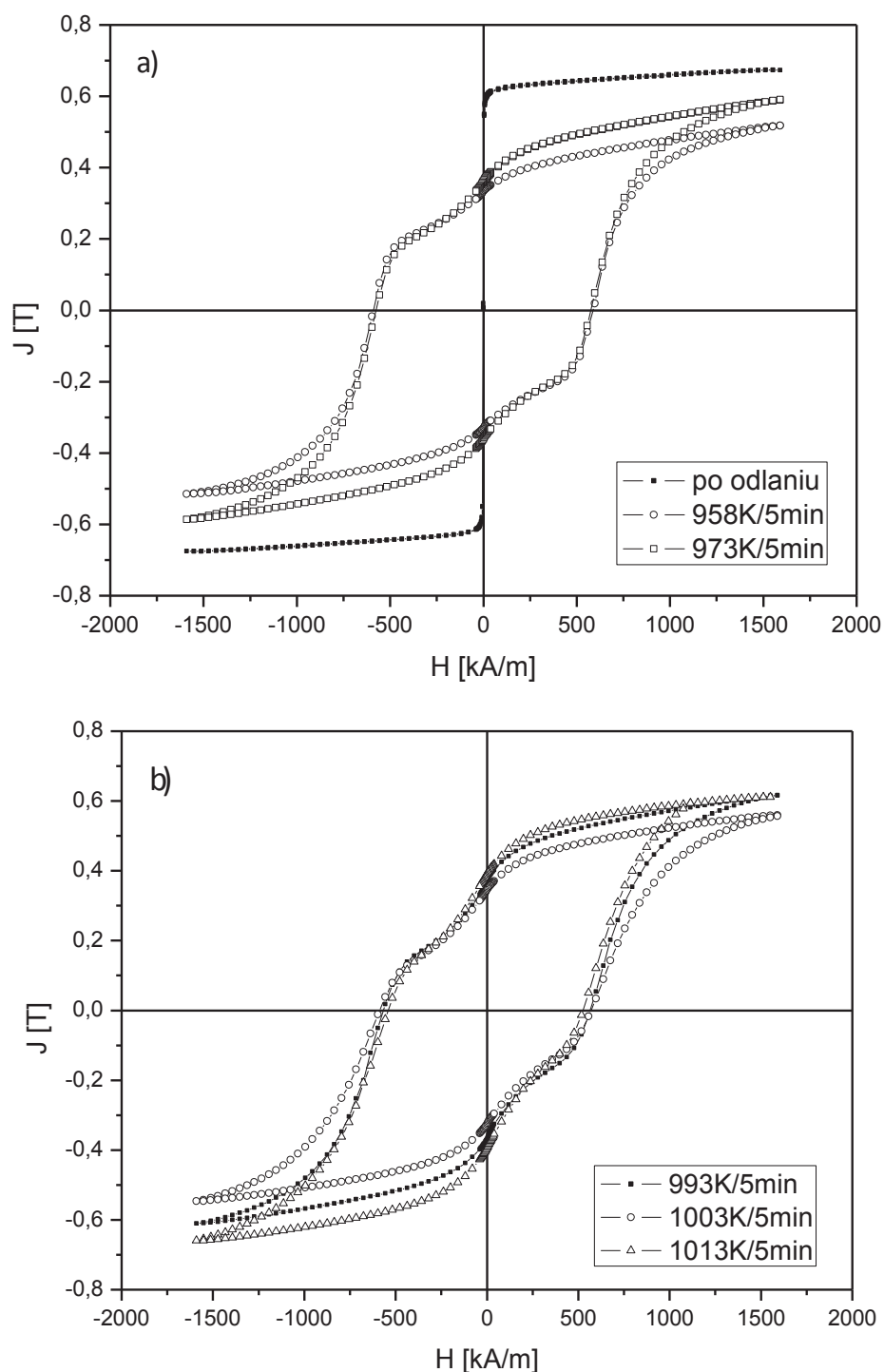
Dla wszystkich badanych próbek przeprowadzono pomiary pętli histerezy magnetycznej w temperaturze pokojowej (Rys. 2).

Pętla histerezy magnetycznej próbki w stanie bezpośrednio po odlaniu ma kształt zbliżony do pętli mierzonych dla materiałów magnetycznie miękkich. Wraz ze wzrostem temperatury wygrzewania próbek rośnie udział objętościowy fazy magnetycznie twardej w składzie stopów, czego rezultatem są szerokie pętli histerezy magnetycznej.

Na podstawie analizy wyników badań właściwości magnetycznych próbek stopu $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$ stwierdzono, że wraz ze wzrostem temperatury wygrzewania wzrasta wartość polaryzacji nasycenia J_s od wartości 0.51 T dla 958 K do 0.61 T dla 1013 K oraz wartość remanencji polaryzacji J_r od 0.33 T dla 958 K do 0.39 T dla 1013 K. Podobne zmiany zachodzą w przypadku maksymalnej gęstości energii magnetycznej $(BH)_{max}$, która osiąga wartość maksymalną (18 kJ/m^3) dla próbki wygrzewanej w temperaturze 1013 K. Natomiast maksymalną wartość pola koercji jH_c (587 kA/m) posiada próbka wygrzewana w temperaturze 958 K.



Rys. 1. Dyfraktogramy rentgenowskie taśm stopu $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$ w stanie po odlaniu oraz wygrzewanych w temperaturach od 958 K do 1013 K w czasie 5 min.



Rys. 2. Pętle histerezy magnetycznej taśm stopu $\text{Fe}_{64,32}\text{Nd}_{9,6}\text{B}_{22,08}\text{W}_4$ w stanie po odlaniu, wygrzewanych w temperaturach 958 K i 973 K w czasie 5 min. (a), oraz 993 K, 1003 K i 1013 K w czasie 5 min. (b).

Wnioski

Badane taśmy w stanie bezpośrednio po wytworzeniu mają budowę amorficzną oraz charakteryzują się miękkimi właściwościami magnetycznymi. Obróbka cieplna tych taśm prowadzi do wzrostu ziaren faz krystalicznych: fazy magnetycznie twardej $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, metastabilnej $\text{Nd}_2\text{Fe}_{23}\text{B}_3$ oraz fazy magnetycznie miękkiej $\alpha\text{-Fe}$. Fazą kry-

staliczną decydującą o własnościach magnetycznych taśm wygrzewanych w temperaturze powyżej 958 K jest faza magnetycznie twarda $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

Badania właściwości magnetycznych wykazały, że wraz ze wzrostem temperatury wygrzewania obserwuje się wzrost wartości polaryzacji nasycenia J_s , remanencji polaryzacji J_r oraz maksymalnej gęstości energii magnetycznej $(BH)_{max}$.

Projekt został sfinansowany ze środków Narodowego Centrum Nauki (nr N N507 240840 w latach 2011–2014).

Literatura

- [1] A. Przybył, I. Wnuk, P. Gębara, J. J. Wyslocki, *Effect of grain size and tungsten addition on microstructure and magnetic properties of Nd-Fe-B type magnets*, AMME, 49/2, 210-214 (2011).
- [2] M. Leonowicz, *Nowoczesne materiały magnetycznie twarde. Wybrane zagadnienia*, Oficyna wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 1996.
- [3] G. C. Hadjipanayis, J. F. Liv, A. Gabay, M. Marinescu, *Current status of rare-earth permanent magnet research in USA*, Proceedings of 19th international workshop on rare earth permanent magnets and their applications, Journal of Iron and Steel Research, Beijing 2006, s 2.
- [4] S. Hirosawa, *Magnets: remanence enhanced*, Buschow KHJ, editor. Concise encyclopedia of magnetic & superconducting materials, Amsterdam, Elsevier, 2005, s 877.
- [5] D. C. Jiles, *Recent advances and future directions in magnetic materials*, Acta. Mater., 51, 5907-5939 (2003).
- [6] J. F. Herbst, J. J. Corat, *Neodymium-iron-boron permanent magnets*, J. Magn. Magn. Mater., 100, 57-78 (1991).
- [7] M. Sagawa, S. Fuijmura, M. Togawa, M. Yamamoto, Y. Matsuura, *New material for permanent magnets on a base of Nd and Fe*, J. Appl. Phys., 55, 2083-2087 (1984).
- [8] B. Xiaoqian, Z. Jie, L. Wei, G. Xuexu, Z. Shouzeng, *Influence of zirconium addition on microstructure, magnetic properties and thermal stability of nanocrystalline $\text{Nd}_{12.3}\text{Fe}_{81.7}\text{B}_{6.0}$ alloy*, J. Rare Earths 27, 843-487 (2009).
- [9] S. Hirosawa, H. Kanekiyo, Y. Shigemoto, T. Miyoshi, *Nd-Fe-B-Based Nanocomposite Permanent Magnets Suitable for Strip Casting*, Proc. 18th Inter. Work. High Performance Magnets and their Applications, Annecy, 655-666 (2004).