

Optimizacija sintranja NdFeB magnetov

Optimization of NdFeB magnets sintering

J. Holc, S. Beseničar, *Inštitut Jožef Stefan, Jamova 39, Ljubljana*

S spremembo postopka sintranja NdFeB trajnih magnetov so bile dosežene višje magnetne lastnosti. Po sintranju magnetov nismo zakalili, ampak smo jih počasi ohladili na 800° C in nato zakalili.

Ključne besede: trdomagnetni materiali, NdFeB zlitina, sintranje

Higher magnetic properties were attained with the modification of the sintering process for NdFeB magnets. After sintering process at 1080° C magnets were slowly cooled to 800° C instead of quenching to room temperature.

Key words: hardmagnetic materials, NdFeB alloy, sintering

1 Uvod

Prilava trajnih magnetov na osnovi zlitin Nd-Fe-B poteka po prašnometalurškem postopku. Osnovne zlitine se pripravljajo po kalcitermičnem postopku¹ ali s taljenjem predzlitin². Sledi drobljenje in mletje zlitine do velikosti enodomenskih delcev. Ker so zlitine kovne, se zadnje čase uporablja postopek hidrogeniranja ingotov osnovne zlitine³. Hidridi teh zlitin so krhki, zato so časi mletja krajši, obenem pa so hidridi manj občutljivi na oksidacijo. Postopek sintranja NdFeB zlitin poteka v vakuumu in atmosferi argona. V vakuumu se magnetne segreje do temperature okoli 800° C, ko se odstranijo iz por in površine fizikalno in kemijsko vezana voda, CO₂ ter ostale nečistoče. Sledi sintranje v vakuumu ali podtlaku argona. Po sintranju na 1050–1100° C se magnetne hitro ohladi. Hitro ohlajanje s temperature sintranja povzroči v magnetih mehanske napetosti in neravnotežno stanje med posameznimi fazami. Delno se to stanje po hitrem ohlajanju popravi med podevtektičnim popuščanjem pri 600–630° C. Nekateri avtorji so delno spremenili način sintranja NdFeB magnetov⁴ tako, da po sintranju na 1100° C magnetne ne zakalimo, ampak jih ohladimo na temperaturo od 800 do 950° C in šele nato zakalimo. Namen dela je bil optimizirati obstoječi način sintranja NdFeB magnetov tako, da bi dobili čim višje končne magnetne lastnosti.

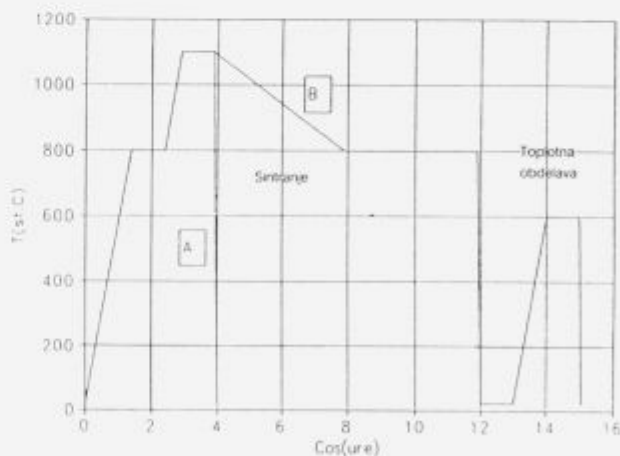
2 Eksperimentalno delo

Za prilavo magnetov smo uporabili prah firme Goldschmidt s sestavo 30,5 ut.% Nd, 3,7 ut.% Dy, 1,1 ut.% B preostanek pa Fe. Prah smo zmelili v attritorju v heksanu. Po sušenju v vakuumu smo prah usmerili v pulznom magnetnem polju jakosti 5 T in ga izostatsko stisnili s pritiskom 500 MPa. Vzorci smo sintrali v vakuumski peči pri 1180° C eno uro. Po hitrem ohlajanju (hitrost ohlajanja je bila večja kot 1° C/s), smo vzorce naknadno še toplotno obdelali v vakuumu pri 610° C eno uro in jih ponovno hitro ohladili-zakalili. Sintrane vzorce smo pulzno namagnetili in jim izmerili magnetne lastnosti. Z optično mikroskopijo smo preiskali mikrostrukturo sintranih vzorcev.

3 Rezultati in diskusija

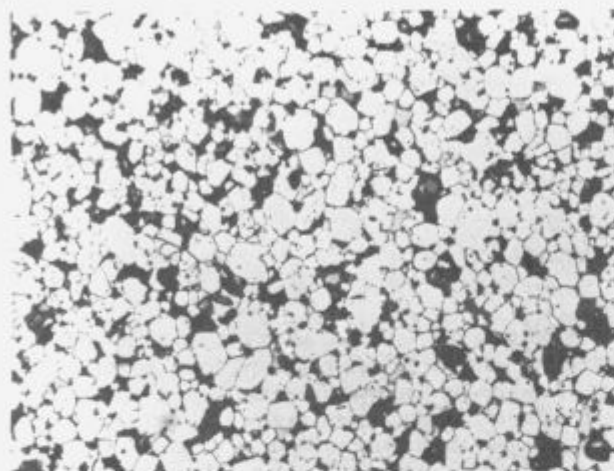
Časovna odvisnost poteka temperature med postopkom sintranja NdFeB magnetov je prikazana na sliki 1. Prvi

postopek (A) je klasičen, do sedaj v laboratoriju uporabljan postopek sintranja NdFeB magnetov, drugi (B) pa izboljššan. Začetna faza do temperature sintranja je v obeh primerih identična. Po začetnem razplinjanju v visokem vakuumu do 800° C, smo vakuumsko peč napolnili z argonom do normalnega pritiska. Sledilo je segrevanje do temperature sintranja (1080° C). Sintranje NdFeB magnetov poteka v prisotnosti tekoče faze, to je z Nd bogate faze, ki obliva vsa zrna trdomagnetne faze Nd₂Fe₁₄B. Pri temperaturi sintranja nastane nestehiometrična Nd₂Fe₁₄B faza⁵, s prebitkom železa, kar povzroči neravnotežno stanje pri hitrem ohlajanju po procesu sintranja. Obenem hitro ohlajanje s temperature sintranja povzroči v materialu dodatne mehanske napetosti in nastanek defektov, kar zmanjšuje magnetne lastnosti. Da bi se izognili hitremu ohlajanju s temperature sintranja, smo po procesu sintranja vzorce počasi ohladili na 800° C (krivulja B na sliki 1) ter jih pri tej temperaturi žarili okoli 4 ure. Sledilo je hitro ohlajanje na sobno temperaturo. Toplotna obdelava vseh vzorcev, to je sintranih po postopku A in B je bila enaka in to podevtektično pri temperaturi 600° C eno uro v vakuumu.

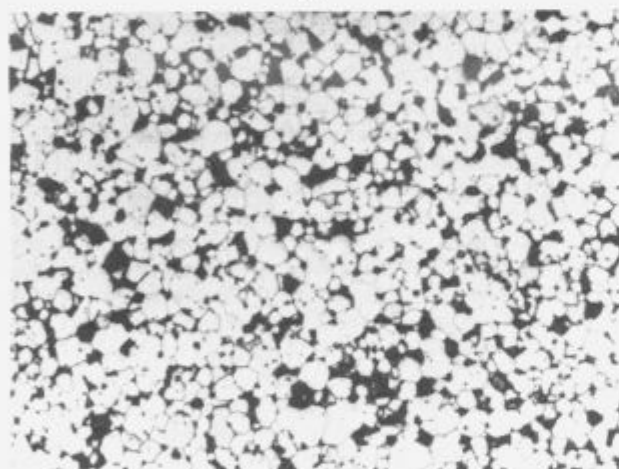


Slika 1. Časovni potek postopka sintranja NdFeB magnetov A) klasični postopek sintranja B) spremenjeni postopek sintranja. Figure 1. Time program of the sintering process for NdFeB magnets A) standard sintering process B) modified sintering process.

Mikrostrukturi sintranih vzorcev po postopku A in B sta na slikah 2/1 in 2. Iz posnetkov mikrostrukture je razvidno, da ima vzorec sintran po postopku B malo manjša zrna trdomagnetne faze Nd₂Fe₁₄B kot vzorec sintran po postopku A. Enakomerneje pa so porazdeljene tudi velike pore, ki so posledica izjedkanja na Nd bogate faze. To pomeni, da pride pri počasnem ohlajanju do prerazporeditve tekoče na Nd bogate faze po mejah zrn Nd₂Fe₁₄B faze, kar vpliva pozitivno na magnetne lastnosti, predvsem koercitivno silo.



2/1



2/2

Slika 2. Mikrostruktura sintranega in toplotno obdelanega NdFeB magneta (jedkan, povečava 368×.) 1) NdFeB magnet sintran po klasičnem postopku 2) NdFeB magnet sintran po spremenjenem postopku.

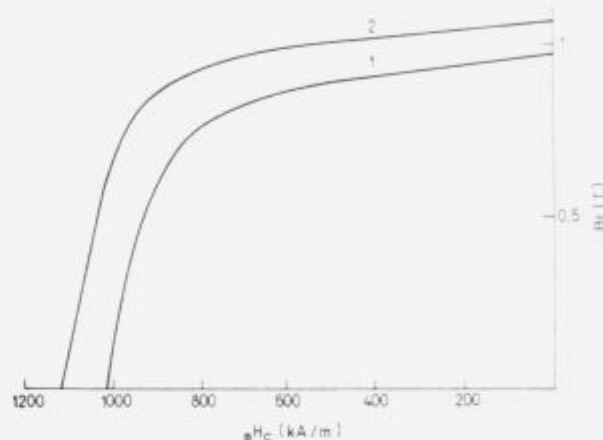
Figure 2. Microstructure of sintered and heat treated NdFeB magnet (etched, magnification 368 times) 1) NdFeB magnet sintered by standard process 2) NdFeB magnet sintered by modified process.

Na **sliki 3** sta prikazani razmagnetilni krivulji za vzorca sintrana po obeh postopkih, v **tabeli 1** pa so povprečne magnetne lastnosti teh vzorcev.

Iz **tabele 1** in **slike 3** je razvidno, da so magnetne lastnosti NdFeB magnetov sintranih po postopku B precej višje.

Tabela 1. Magnetne lastnosti vzorcev sintranih po postopku A in B (slika 1)

Postopek	Br (T)	bHc (kA/m)	(BH) _{max.} (kJ/m ³)
A	1.0	680	165
B	1.08	770	210



Slika 3. Razmagnetilni krivulji sintranih NdFeB magnetov pri 20°C. 1) NdFeB magnet sintran po klasičnem postopku 2) NdFeB magnet sintran po spremenjenem postopku.

Figure 3. Demagnetization curves of sintered NdFeB magnets at 20°C 1) NdFeB magnet sintered by standard process 2) NdFeB magnet sintered by modified process.

Ta postopek je sicer časovno daljši, saj traja sintranje in žarjenje osem ur dlje, vendar je izboljšanje magnetnih lastnosti, predvsem koercitivne sile in energijskega produkta tako učinkovito, da to opravičuje večjo porabo energije in časa.

4 Zaključki

Delno smo spremenili postopek sintranja NdFeB magnetov in sicer smo po fazi sintranja vzorce v peči počasi ohladili na 800°C, kjer smo jih žarili 4 ure. Magnetne lastnosti tako pripravljenih vzorcev smo tako bistveno izboljšali — koercitivno silo in remenatno magnetizacijo za 10% in energijski produkt za več kot 20%.

5 Literatura

- C. Herget, Proceeding of the 8th International Workshop on REPM (ed. K. Strnat), University of Dayton, Dayton, Ohio, 1985, 407
- T. Shimoda, K. Akioka, O. Kobayashi, T. Yamagami, J. Appl. Phys., 64(10), 1988, 5290
- P.J. McGuiness, E. devlin, I.R. Harris, E. Rozendaal, J. Ormerod, J. Mat. Sci., 24, 1989, 2541
- S.E. Hsu, K.L. Wang, L.C. Su, IEEE Trans. on Mag., MAG-23(5), 1987, 2515
- W.C. Chang, T.S. Chin, K.S. Liu, J. Mag. Mag. Mat., 80, 1989, 352