

---

© С.В. Черных, В.П. Менушенков,  
С.В. Скородумов, Д.Г. Жуков,  
И.М. Видманов, 2013

УДК 539.23

**С.В. Черных, В.П. Менушенков, С.В. Скородумов,  
Д.Г. Жуков, И.М. Видманов**

**ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ  
ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ  
И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ЛИТОГО СПЛАВА  
 $ND_{9.5}FE_{84.5}B_6$ \***

*Влияние интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) на структуру и магнитные свойства литого сплава  $ND_{9.5}FE_{84.5}B_6$  исследовано методами рентгеновского и дифференциального термического (ДТА) анализов, а также измерениями магнитных свойств, проведенными на вибромагнетометре. Показано, что после ИПДК структура деформированных образцов состоит из  $\alpha$ -Fe, небольшого количества  $ND_2Fe_{14}B$  и аморфной фазы, количество которой зависит от степени деформации. При последующем отжиге деформированных образцов в результате кристаллизации аморфной фазы формируется нанокомпозитная структура  $ND_2Fe_{14}B/\alpha$ -Fe. Максимальная коэрцитивная сила и магнитная энергия получены на образце, деформированном при 20 оборотах бойка наковальни Бриджмена ( $H_c = 4.5$  кЭ и  $(BH)_{max} = 166$  кДж/м<sup>3</sup>).*

*Ключевые слова:*  $NDFeB$ ; интенсивная пластическая деформация кручением; структура, нанокомпозит  $ND_2Fe_{14}B/\alpha$ -Fe, коэрцитивная сила

---

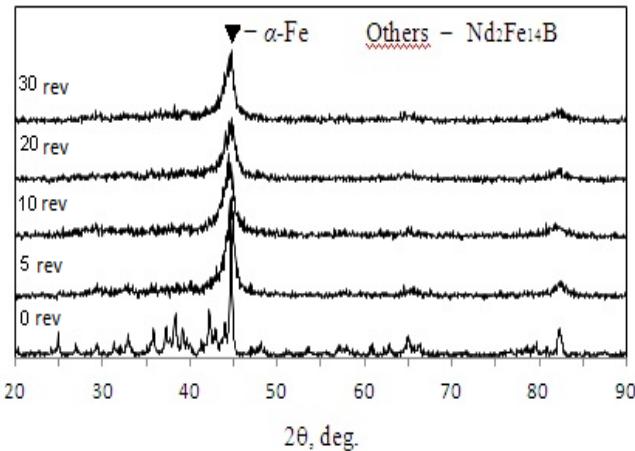
**Н**анокомпозиционные магнитотвердые материалы, состоящие из смеси нанозерен магнитотвердой и магнитомягкой фаз, обладают наибольшим потенциалом для получения максимальной магнитной энергии. В случае создания анизотропных нанокомпозитов  $ND_2Fe_{14}B/\alpha$ -Fe магнитная энергия  $(BH)_{max}$  может достигать 600 кДж/м<sup>3</sup> (70 МГсЭ). Однако, экспериментально полученные на нанокомпозитах значения  $(BH)_{max}$  существенно ниже этого теоретического предела [1, 2].

Для получения нанокомпозитов могут быть использованы методы интенсивной пластической деформации, с помощью которых в материале

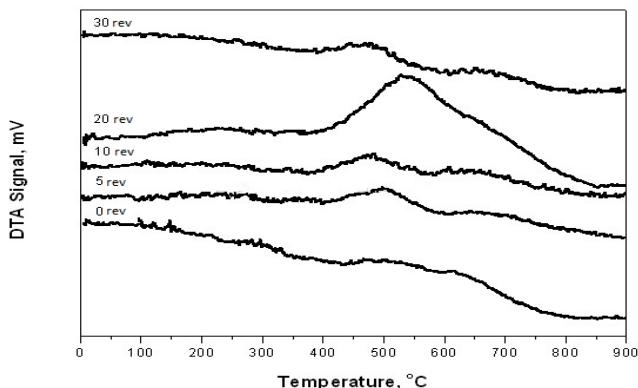
формируется метастабильная, частично аморфная структура, которая перестраивается при последующем отжиге деформированного сплава, обеспечивая формирование высоко-коэрцитивного состояния. В качестве интенсивной пластической деформации, наряду с равноканальным угловым прессованием, применяется интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) под высоким давлением [3-6].

Цель настоящей работы было исследование влияния режимов пластической деформации кручением и последующего отжига на структуру и магнитные свойства образцов литого сплава состава  $ND_{9.5}FE_{84.5}B_6$ .

\*Работа была осуществлена при финансовой поддержке гранта Министерства образования и науки Российской Федерации № 14.A18.21.0928.



**Рис. 1. Дифрактограммы литого сплава  $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{84.5}\text{B}_6$  и образцов, подвергнутых ИПДК при 5, 10, 20 и 30 оборотах бойка**



**Рис. 2. Кривые ДТА литого сплава  $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{84.5}\text{B}_6$  и образцов, подвергнутых ИПДК при 5, 10, 20 и 30 оборотах, после отжига при  $600^{\circ}\text{C}$ , 20 мин**

#### Методика эксперимента

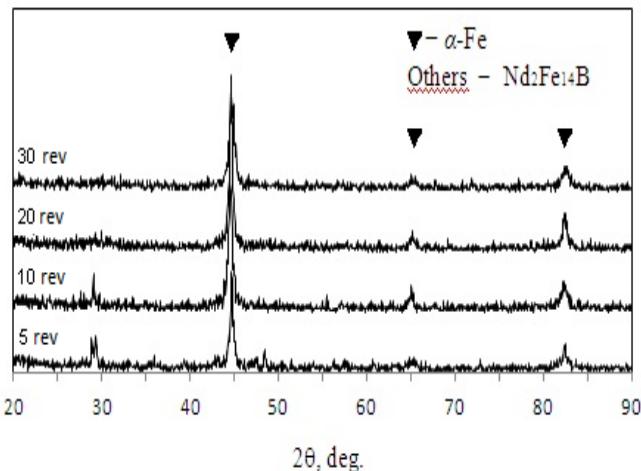
В качестве исходного материала был использован сплав  $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{84.5}\text{B}_6$ , полученный методом вакуумной индукционной плавки. С помощью ультразвуковой резки из исходного литого сплава были приготовлены цилиндрические образцы диаметром 8 мм и толщиной 0.5 мм. Данные образцы были подвергнуты ИПДК при ком-

натной температуре под давлением 8 ГПа, количеством оборотов бойка варьировалось от 5 до 30. Рентгеновский анализ был проведен на дифрактометре ДРОН-ЗМ в Сo  $K_{\alpha}$ -излучение. Температуру кристаллизации образцов определяли по данным ДТА, проведенным на установке Linseis DTA PT1600 в атмосфере аргона при нагреве до  $900^{\circ}\text{C}$  и скоростью нагрева 10  $^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ . Образцы после ИПДК были отожжены при  $600^{\circ}\text{C}$  в течение 20 мин. Для предотвращения окисления перед нагревом каждый образец помещался в кварцевую трубку, которая была откачана до  $10^{-5}$  мбар и затем была наполнена Ar. Магнитные измерения проводились на вибромагнетометре при комнатной температуре в намагничивающем поле до 9 Тл.

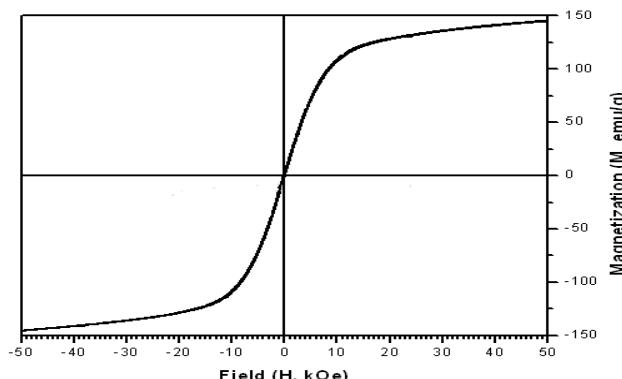
#### Результаты и обсуждение

На рис. 1 приведены дифрактограммы литого сплава и образцов, подвергнутых ИПДК при 5, 10, 20 и 30 оборотах. Расчет дифрактограммы пока-

зал, что в исходном литом состоянии образец состоит из  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  фазы и  $\alpha$ -Fe (на рис. 1 соответствует кривой "0 об."). ИПДК приводит к сильному уширению дифракционных линий от обеих фаз и уменьшению их интенсивности. Это связано с формированием в результате деформационного воздействия мелкодисперсной структуры с высокой концентрацией



**Рис. 3. Дифрактограммы литого сплава  $Nd_{9.5}Fe_{84.5}B_6$  и образцов после ИПДК при 5, 10, 20 и 30 оборотах бойка и последующего отжига при  $600^{\circ}\text{C}$ , 20 мин**



**Рис. 4. Петля гистерезиса образца литого сплава  $Nd_{9.5}Fe_{84.5}B_6$ , измеренная при комнатной температуре**

криSTALLических дефектов и большими внутренними напряжениями. Из анализа дифрактограмм на рис. 1 следует, что ИПДК не приводит к образованию новых кристаллических фаз, однако часть объема  $Nd_2Fe_{14}B$  фазы переходит в аморфное состояние.

Для определения температуры кристаллизации аморфной фазы на всех деформированных образцах были сняты кривые ДТА, приведен-

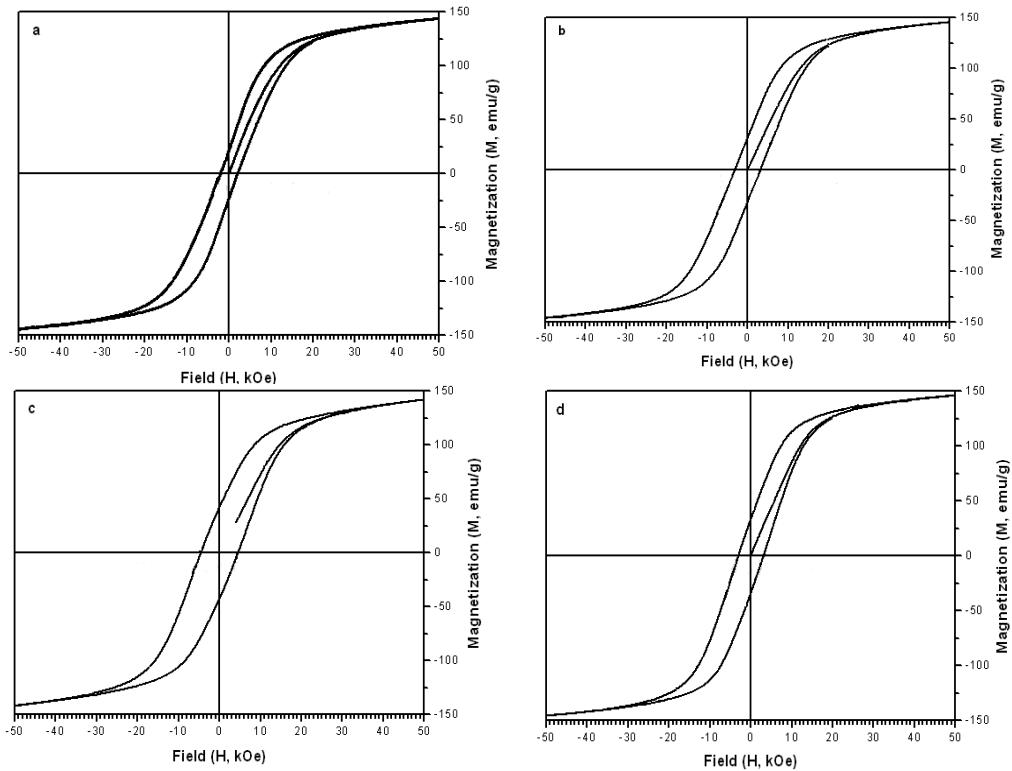
ные на рис. 2. Видно, что процессы, связанные с перестройкой деформированной структуры, наблюдаются в интервале температур отжига  $450\text{--}600^{\circ}\text{C}$ .

Учитывая результаты ДТА, отжиг деформированных образцов в инертной атмосфере проводился при температуре  $600^{\circ}\text{C}$ , а его длительность составляла 20 мин.

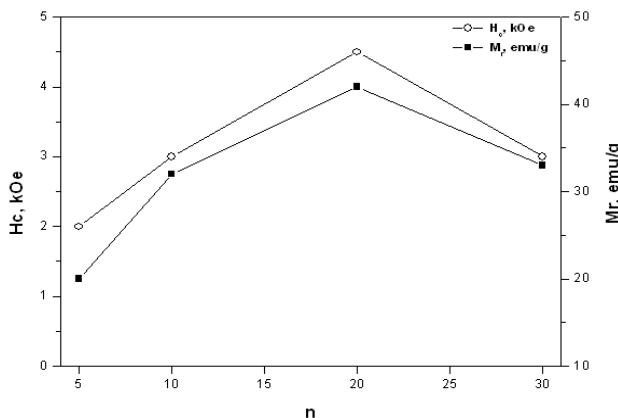
На рис. 3 представлены дифрактограммы деформированных образцов, подвергнутых последующему отжигу при  $600^{\circ}\text{C}$ , 20 мин. Видно, что дифракционные линии стали уже, а их интенсивности увеличились. Расчет дифрактограмм показал, что аморфная фаза кристаллизовалась и в структуре образцов присутствует только  $Nd_2Fe_{14}B$  фаза и  $\alpha\text{-Fe}$ .

Петля магнитного гистерезиса литого сплава  $Nd_{9.5}Fe_{84.5}B_6$  представлена на рис. 4. Образец ведет себя как магнитомягкий материал с коэрцитивной силой  $H_{ci} = 0.2\text{ кЭ}$ .

На рис. 5 представлены петли гистерезиса, измеренные при комнатной температуре на образцах сплава  $Nd_{9.5}Fe_{84.5}B_6$ , подвергнутых ИПДК, после отжига при  $600^{\circ}\text{C}$ , 20 мин. Как видно, намагниченность насыщения образцов составляет  $\sim 150$  Эму/гр, однако, величина остаточной намагниченности заметно ниже, чем 0,5 намагниченности насыщения. Это, по-видимому, связано с превышением размера частиц фазы  $Nd_2Fe_{14}B$ , сформировавшихся



**Рис. 5. Петли гистерезиса (при комнатной температуре) образцов сплава  $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{84.5}\text{B}_6$ , подвергнутых ИПДК при 5 (а), 10 (б), 20 (с), и 30 (д) оборотов бойка, после отжига при  $600^\circ\text{C}$ , 20 мин**



**Рис. 6. График корреляции между остаточной намагниченностью ( $M_r$ ) и коэрцитивной силой ( $H_c$ ) образцов  $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{84.5}\text{B}_6$ , подвергнутых ИПДК с различным количеством оборотов и последующему отжигу при  $600^\circ\text{C}$ , 20 мин**

при кристаллизационном отжиге, над размером однодоменности (для фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$   $d_{kp} = 300$  нм), и перемагничиванием таких микрообъемов путем зарождения и смещения доменных стенок. Величина коэрцитивной силы отожженных образцов составляет  $H_{ci} = 1,5 - 4,5$  кЭ.

Как видно из рис. 6, на котором представлена зависимость величины коэрцитивной силы и остаточной индукции образцов сплава  $\text{Nd}_{9.5}\text{Fe}_{84.5}\text{B}_6$  после отжига при  $600^\circ\text{C}$ , 20 мин

от числа оборотов бойка при ИПДК, лучшее сочетание магнитных свойств, а именно, коэрцитивной силы  $H_c = 4.5$  кЭ и магнитной энергии  $(BH)_{max} = 166$  кДж/м<sup>3</sup>, получены на образце, подвергнутом интенсивной пластической деформации кручением при 20 оборотах бойка наковальни.

### Заключение

В результате интенсивной пластической деформации кручением на установке типа наковальня Бриджмена, при комнатной температуре, под давлением 8 ГПа в образцах литого сплава Nd<sub>9.5</sub>Fe<sub>84.5</sub>B<sub>6</sub> формируется сильно деформированная структура,

состоящая из  $\alpha$ -Fe, Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B фазы, и аморфной фазы, сформировавшейся в результате превращения части объема Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B фазы. Последующий отжиг деформированных образцов при 600°C, 20 мин приводит кристаллизации аморфной фазы и формированию высокодисперсной смеси Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B фазы и  $\alpha$ -Fe, обеспечивающей высокую коэрцитивную силу. На образце, подвергнутом ИПДК с 20 оборотами бойка, получены значения коэрцитивной силы и максимальной магнитной энергии 4.5 кЭ и 166 кДж/м<sup>3</sup>, соответственно.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hadjipanaiys G.C. Nanophase hard magnets. J. Magn. Magn. Mat. 200, 1999, pp. 373-391.
2. Gutfleisch O. Controlling the properties of high energy density permanent magnetic materials by different processing routes. J. Phys. D: Appl. Phys. 33, 2000, R57-R172.
3. Valiev R.Z., Pushin V.G., Gunderov D.V., Popov A.G.. The use of severe deformations for preparing bulk nanocrystalline materials from amorphous alloys. Doklady Physics, Vol.49, No 9, 2004, pp. 519-521.
4. Popov G., Ermolenko A.S. Severe plastic deformation of the hard magnetic materials based on R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B (R=Nd, Pr) intermetallics. In Severe Plastic Deformation. Editor: Burhanettin S. Altan, 2006, Nova Science Publishers, Inc.
5. Popov A.G., Gaviko V.S., Shchegoleva N.N., Shreder L.A., Stolyarov V.V., Gunderov D.V., Zhang X.Y., Li W. and Li L.L. High-Pressure-Torsion Deformation of Melt-Spun Nd<sub>9</sub>Fe<sub>85</sub>B<sub>6</sub> Alloy. Fizika Metallov I Metallovedenie, 104, 2007, pp. 251-260.
6. Yasuda H.Y., Kumano M., Nagase T., Katoc R. and Shimizu H. Tensile deformation behavior of Nd-Fe-B alloys. Scripta Materialia, 65, 2011, pp. 743-746. ГИАБ

### КОРОТКО ОБ АВТОРАХ

Черных Светлана Витальевна – инженер, sveta872008@gmail.com  
Менушенков Владимир Павлович – кандидат физико-математических наук, ст. научный сотрудник, зав. лабораторией постоянных магнитов, menushenkov@gmail.com  
Скородумов Сергей Валерьевич – кандидат технических наук, инженер 1 категории, kharovsk@mail.ru  
Жуков Дмитрий Геннадьевич – кандидат физико-математических наук, директор Учебно-научного центра «Международная школа микроскопии», dgzhukov@gmail.com  
Видманов Илья Михайлович – инженер, ilja.vidmanov@gmail.com  
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

