

Экспериментальная методика исследования кинетики фазовых превращений, индуцированных водородом в магнитомягких сплавах железа и редкоземельных металлов

Студент гр. ИММ-17 Юркин В.С.

Научный руководитель Додонова Е.В.

Донецкий национальный технический университет

Ферромагнитные материалы на основе редкоземельных металлов и железа, такие как $Nd_2Fe_{14}B$, Sm_2Fe_{17} , Y_2Fe_{17} , широко используются для изготовления постоянных магнитов с высокой температурой Кюри, полем анизотропии и остаточной намагниченностью.

Экспериментально и теоретически было доказано, что повысить магнитные свойства данных материалов можно путем их наноструктурирования. Существуют различные методы получения структуры магнитных материалов со сверхмелкими зёрнами порядка 10-50 нм: разливка сплава на медный водоохлаждаемый барабан, химический синтез в механических мельницах, кристаллизация паров компонентов сплава и т.п.

Для получения высококоэрцитивных порошков для постоянных магнитов на основе сплавов железа и редкоземельных металлов применяют также водородную обработку, которая приводит к изменению фазово-структурного состояния материалов и улучшает их свойства. Одним из распространенных методов водородной обработки является так называемый HDDR – процесс (Hydrogenation–Decomposition–Desorption–Recombination) [1]. Его применяют при производстве высококоэрцитивных порошков $Nd_2Fe_{14}B$. Как известно, метод HDDR подразделяется на два этапа. На первом из них введение водорода в сплав при температурах 600–900 °С индуцирует протекание прямого фазового превращения – распада исходной интерметаллической фазы на гидрид редкоземельного металла и ферромагнитную фазу α -Fe, а в случае со сплавом $Nd_2Fe_{14}B$ еще и на борид железа Fe_2B . На втором этапе – при эвакуации водорода из сплава в вакууме при повышенной температуре – из этих фаз образуется (рекомбинирует) исходная фаза с измененной морфологией, в частности с измельченными до ~ 0,3 мкм зёрнами [2].

Учитывая вышесказанное, принципиально важной задачей является исследование кинетических закономерностей фазовых превращений, индуцированных водородом в магнитомягких сплавах для постоянных магнитов, которое позволило бы построить изотермические кинетические диаграммы и с их помощью определить оптимальные параметры водородно-вакуумной обработки сплавов, а также установить основные факторы, определяющие развитие превращений. Целью настоящей работы являлась разработка методики исследования кинетики фазовых превращений, индуцированных водородом, в магнитомягких сплавах железа и редкоземельных металлов, а также создание специальной водородно-вакуумной установки, которая позволит регистрировать протекание прямых и обратных ИВФП в режиме непрерывного контроля их развития.

В основу методики регистрации количества новых фаз был положен магнитометрический метод Б.А. Садикова, используемый для исследования фазовых превращений в сталях [3]. Тот факт, что в исследуемом температурном интервале (610-760 °С) исходные сплавы Sm_2Fe_{17} и Y_2Fe_{17} , парамагнитны ($T_c=312$ °С), а фаза α -Fe является ферромагнитной, позволил регистрировать относительное изменение количества фаз в процессе протекания ИВФП с помощью специально созданной экспериментальной установки, которая позволяет проводить обработку сплавов в атмосфере водорода и в вакууме при относительно высоких температурах (до ~800-900 °С).

Принципиальная схема водородно-вакуумной части созданной установки приведена на рисунке 1. Данная установка позволяет изучать кинетику индуцированных водородом фазовых превращений в интервале рабочих давлений водорода от 0,1 до 0,2 МПа, в вакууме до

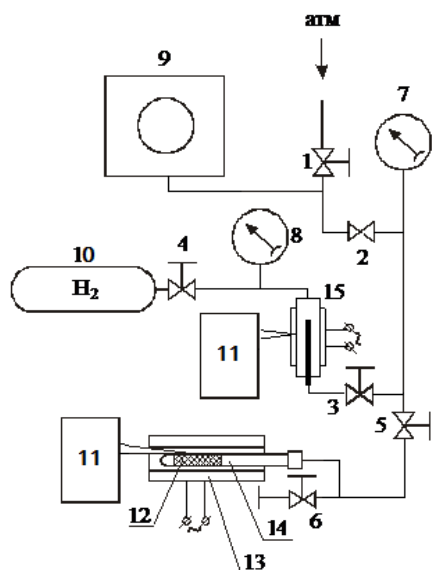


Рисунок 1 – Принципиальная схема водородно-вакуумной установки

~1 Па и при температурах до 900 °С.

Установка выполнена в настольном варианте и имеет следующие узлы: баллон для хранения водорода 10; вентили 1–6; 7 – манометр для контроля давления водорода в ходе фазового превращения, 8 – для контроля давления водорода, поступающего в диффузионный фильтр водорода 15; реакционная камера из неферромагнитной нержавеющей стали 14, в которую помещается образец 12. Нагрев рабочей камеры осуществляется электропечью 13, питаемой постоянным током. Температура образца, а также температура палладиевой мембраны диффузионного фильтра водорода измеряется хромель-алюмелевой термопарой с помощью цифрового вольтметра В7-21А – 11. Контроль и регулировка температуры осуществляется блоком высокоточной регулировки температуры, созданным на основе блока ВРТ-2 с точностью $\pm 0,05$ °С. Система может вакуумироваться до давления ~1 Па форвакуумным насосом ВН-641М – 9.

Перед подачей в рабочую камеру водород очищался от примесей с помощью фильтра изотопов водорода с диффузионным фильтрующим элементом трубчатого типа из сплава палладия В-2 [4].

Блок регистрации относительного количества фаз в ходе превращений состоит из намагничивающей катушки и двух идентичных измерительных катушек, расположенных вокруг рабочей камеры и включенных встречно друг другу, цифрового вольтметра Ф-564, использующегося как основной измерительный прибор, а также регистрирующего самописца КСП-4.

В условиях проводимого эксперимента цифровым вольтметром регистрировалась дифференциальная ЭДС взаимной индукции ΔE , равная разности ЭДС взаимной индукции, индуцируемых намагничивающей катушкой в измерительной катушке без образца и с образцом сплава, который претерпевает ИВФП. При фазовом превращении ЭДС взаимной индукции зависит от количества ферромагнитной составляющей в образце исследуемого материала. По полученным в ходе эксперимента данным были построены кинетические кривые прямого и обратного ИВФП в исследуемых сплавах.

Таким образом, была разработана и отлажена методика исследований прямых и обратных ИВФП в режиме непрерывного контроля их развития. Это позволит экспериментально установить основные закономерности кинетики ИВФП в магнитотвердых сплавах железа и редкоземельных металлов, а также исследовать влияние температуры и давления водорода на кинетику изучаемых превращений в данных сплавах, обобщить полученные экспериментальные данные в форме изотермических кинетических диаграмм фазовых превращений.

Литература

1. Gutfleisch, O. Texture inducement during HDDR-processing of NdFeB / O. Gutfleisch [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 2002. – Vol. 38. – P. 2958-2967.
2. Gutfleisch, O. Characterisation of solid-HDDR processed Nd₁₆Fe₇₆B₈ alloys by means of electron microscopy / O. Gutfleisch [et al.] // J. Magn. Mater. – 1995. – Vol. 147. – P. 320-330.
3. Лившиц, Б.Г. Физические свойства черных металлов и методы их испытаний. – Москва-Ленинград: ОНТИ, 1937. – 253 с.
4. Гольцов, В.А. Диффузионные фильтры изотопов водорода / В.А. Гольцов, А.Ф. Волков // Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами: сборник докладов IV международной конференции IHISM'10. – Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2011. – С. 283-286.