



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **106651** (13) **C2**

(51) МПК (2014.01)

H01F 1/057 (2006.01)

H01F 1/00

H01F 41/00

B22F 9/00

B22F 9/04 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

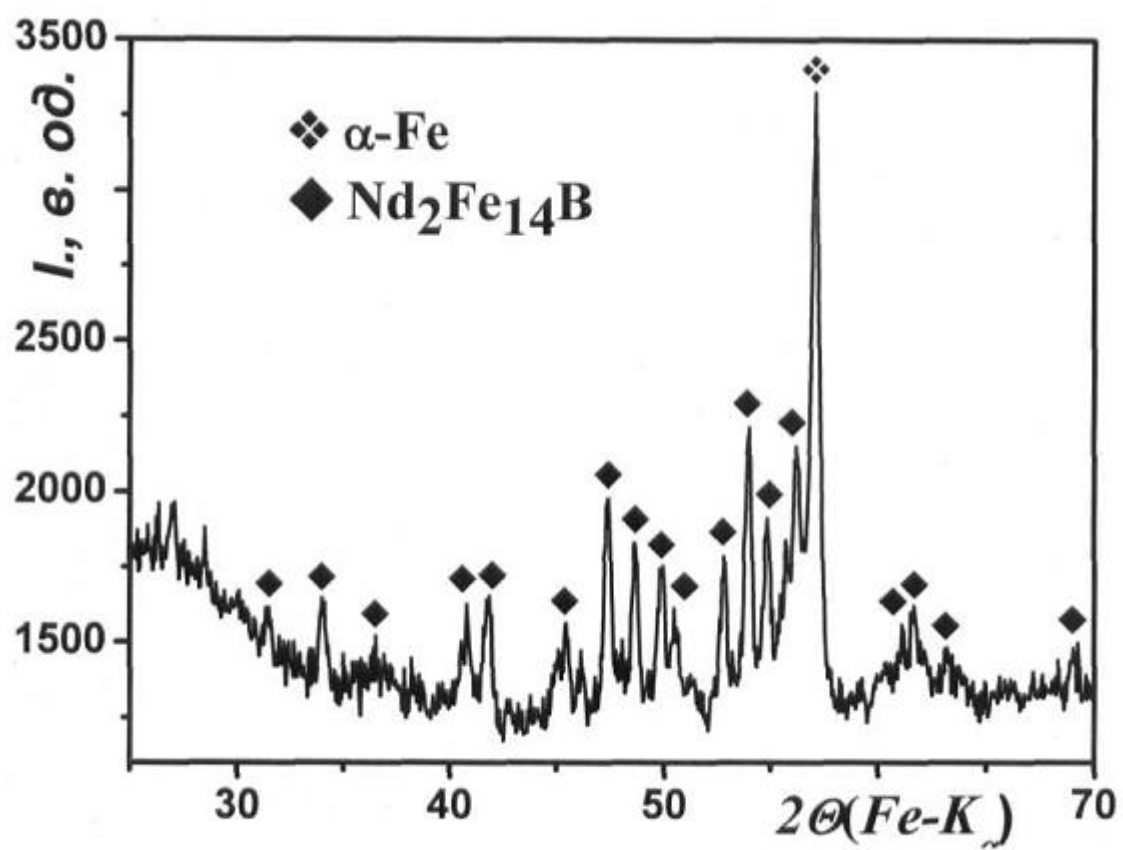
(21) Номер заявки: а 2012 11472	(72) Винахідник(и): Булик Ігор Іванович (UA), Тростянчин Андрій Миколайович (UA), Лютій Павло Ярославович (UA), Бурховецький Валерій Вікторович (UA)
(22) Дата подання заявки: 04.10.2012	(73) Власник(и): ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИЙ ІНСТИТУТ ІМ. Г.В. КАРПЕНКА НАН УКРАЇНИ, вул. Наукова, 5, м. Львів, 79061 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 25.09.2014	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 71 445 U, 10.07.2012 RU 2 321 913 C2, 10.04.2008 EP 0 626 703 A2, 30.11.1994 EP 1 845 536 A2, 17.02.2007 CN 1805084 A, 19.07.2006 CN 101651037 A, 17.02.2010 CN 102592770 A, 18.07.2012 JP 2007-116142 A, 10.05.2007 JP 2012-060139 A, 22.03.2012 US 6 056 830 A, 02.05.2000 US 6 444 052 B1, 03.09.2002 US 2003/0209294 A1, 13.11.2003 US 2006/0162821 A1, 27.07.2006
(41) Публікація відомостей про заявку: 10.04.2014, Бюл.№ 7	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.09.2014, Бюл.№ 18	

(54) СПОСІБ ФОРМУВАННЯ АНІЗОТРОПНОЇ ДРІБНОЗЕРЕННОЇ МІКРОСТРУКТУРИ У ПОРОШКАХ СПЛАВІВ СИСТЕМИ Nd-Fe-B

(57) Реферат:

Винахід належить до галузі порошкової металургії, а саме - до способу формування анізотропної дрібнозеренної мікроструктури у порошках сплавів системи Nd-Fe-B та виготовлення таких порошків обробленням у водні шляхом гідрування, диспропорціонування, десорбування, рекомбінування (ГДДР), при цьому перший етап ГДДР-ГД проводять за таких параметрів, що у сплаві є залишки феромагнітної фази. Винахід забезпечує одержання дрібнодисперсної анізотропної пластинчастої мікроструктури порошку сплаву Nd-Fe-B товщиною 50-100 нм, а також спрощення технології його одержання.

UA 106651 C2



Фиг. 1

Винахід належить до галузі порошкової металургії, а саме - до способу виготовлення сталих магнітів на основі сплавів системи неодим-залізо-бор (Nd-Fe-B) і може бути використаний для отримання магнітних порошків з високодисперсною анізотропною мікроструктурою та для формування високодисперсної анізотропної структури у порошках таких сплавів. Детальніше, спосіб стосується виготовлення порошків феромагнітних сплавів системи Nd-Fe-B з високодисперсною анізотропною мікроструктурою та для формування високодисперсної анізотропної структури у порошках таких сплавів з використанням водневих технологій, зокрема гідрування, диспропорціонування, десорбції, рекомбінації (ГДДР).

Відомий та вибраний найближчим аналогом спосіб виготовлення анізотропних порошків сталих магнітів на основі сплавів системи Nd-Fe-B [1], в основу якого покладено обробку методом ГДДР, під час якої феромагнітну фазу вихідного сплаву насичують воднем (гідрування) і вона диспропорціонує (ГД) на першому етапі обробки, та наступній обробці у вакуумі, яка супроводжується десорбцією водню та рекомбінацією (ДР) феромагнітної фази. Вирішальним параметром для формування анізотропії є відносна швидкість фазових перетворень під час диспропорціонування.

Недоліком даного способу є складність процесу та необхідність застосування спеціального складного устаткування для контролю відносної швидкості фазових перетворень. Крім того, коли об'єм оброблюваного матеріалу зростає, кількість тепла, яка виділяється або поглинається в результаті відповідних реакцій, швидко змінюється у локальному масштабі, внаслідок чого значно ускладнюється отримання анізотропних порошків з стабільними властивостями.

В основу винаходу поставлена задача спростити та здешевити процес формування анізотропної високодисперсної мікроструктури сплавів системи Nd-Fe-B обробленням у водні шляхом ГДДР.

Поставлена задача вирішується тим, що виготовлення порошків феромагнітних сплавів на основі системи Nd-Fe-B з високодисперсною анізотропною мікроструктурою та формування високодисперсної анізотропної структури у порошках цих сплавів, згідно з винаходом, проводять обробленням у водні шляхом ГДДР за умов, коли після диспропорціонування у сплаві є невелика кількість вихідної феромагнетної фази.

Перелік фігур.

Фіг. 1 - Дифрактограма вихідного сплаву $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

Фіг. 2 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ після ГД за тиску 0,05 МПа та температури 760 °С.

Фіг. 3 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, знята на орієнтованому в магнітному полі порошку, після ГД за тиску 0,05 МПа та температури 760 °С.

Фіг. 4 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ після ДР за температури 840 °С.

Фіг. 5 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, знята на орієнтованому в магнітному полі порошку, після ДР за температури 840 °С.

Фіг. 6 - Дифрактограма вихідного сплаву $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$.

Фіг. 7 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ після ГД за тиску 0,05 МПа та температури 760 °С.

Фіг. 8 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$, знята на орієнтованому в магнітному полі порошку, після ГД за тиску 0,05 МПа та температури 760 °С.

Фіг. 9 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ після ДР за температури 840 °С.

Фіг. 10 - Дифрактограма сплаву $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$, знята на орієнтованому у магнітному полі порошку, після ДР за температури 840 °С.

Фіг. 11 - Мікроструктура сплаву $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ після ДР за температури 840 °С.

Фіг. 12 - Мікроструктура сплаву $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ після ДР за температури 840 °С.

Спосіб здійснюють наступним чином. Злиток або порошок сплаву системи Nd-Fe-B , наприклад сплави складу $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ та $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ з феромагнітною фазою $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (фіг. 1), поміщають у герметичний автоклав, гріють у динамічному вакуумі до температури 600-620 °С та подають водень до тиску 0,05-0,1 МПа. Нагрів продовжують до температури 760 °С. В результаті такої обробки феромагнітна фаза диспропорціонує на гідрид неодиму NdH_x (CaF_2) та залізо Fe (фіг. 2), як виявлено за звичайних умов знімання рентгенівської дифрактограми, коли порошок насипано на тримач зразка дифрактометра. Феромагнітної фази $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ не виявлено. Це означає, що або її немає у зразку, або її кількість менша 5-10 %. Також знімали дифрактограму з порошку, обробленого в водні сплав, після того, як його частинки помістили в магнітне поле і зафіксували епоксидним клеєм. Рентгенівським фазовим аналізом виявлено продукти диспропорціонування NdH_x (CaF_2) та Fe, та текстуровану фазу $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (фіг. 3). Вона представлена кількома піками, інтенсивність котрих зростає, якщо частинки порошку орієнтовані кристалографічно віссю с однаково. Для феромагнетної фази $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ кристалографічна вісь с співпадає з віссю легкого намагнічування. Тому, якщо зорієнтувати частинки порошку з фазою $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в магнітному полі, вони будуть зорієнтовані кристалографічно (текстуровані).

Дифрактограма, подана на фіг. 3 підтверджує, що після ГД у порошку сплаву є залишки феромагнітної фази $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Після ДР за температур 760-840 °С феромагнітна фаза відновлюється (рекомбінує) (фіг. 4). Частинки порошку після ГДДР анізотропні, оскільки орієнтуються у магнітному полі (фіг. 5).

Після ГДЦР у сплав $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ формується високодисперсна пластинчаста мікроструктура (фіг. 11), з товщиною пластин в інтервалі 50-100 нм.

Приклад 1. Злиток сплаву $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ поміщали у герметичний автоклав, гріли у динамічному вакуумі до температури 600 °С та подавали водень до тиску 0,05 МПа. Нагрів продовжували до температури 760 °С. Сплав диспропорціонував у водні (фіг. 2), але були залишки фази $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (фіг. 3). Отриманий матеріал піддавали вакуумній обробці за температури 840 °С. Отриманий порошок складається з двох фаз - $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ та Fe, кількісний вміст яких становить - 65 та 35 об. % відповідно (фіг. 4). Порошок текстурується (фіг. 5). Товщина пластин феромагнітної фази $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ - 50-100 нм (фіг. 11).

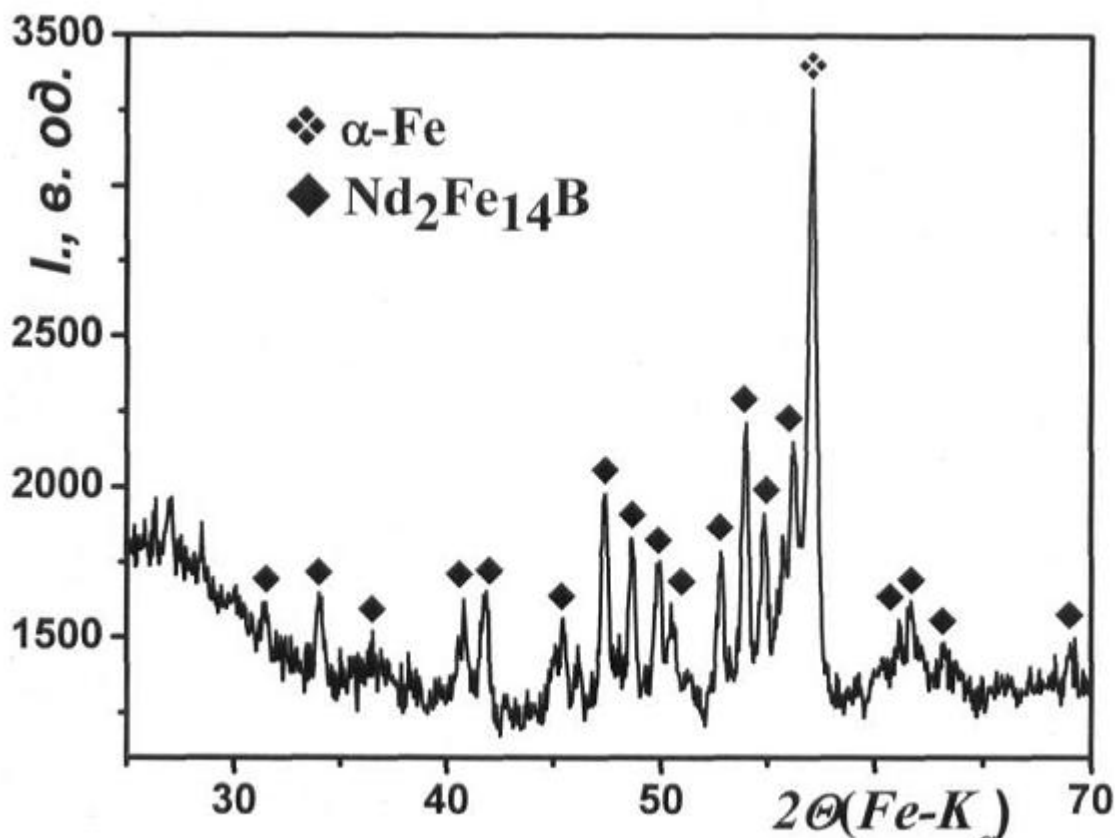
Приклад 2. Злиток сплаву $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ (фіг. 6) поміщали у герметичний автоклав, гріли у динамічному вакуумі до температури 615 °С та подавали водень до тиску 0,05 МПа. Нагрів продовжували до температури 760 °С. Фаза $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ сплаву диспропорціонувала (фіг. 7), але були її залишки (фіг. 8). Отриманий матеріал піддавали вакуумній обробці за температури 840 °С. Отриманий порошок складається з феромагнітної фази $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (фіг. 9). Порошок текстурується (фіг. 10). Феромагнітна фаза має пластинчасту мікроструктуру з товщиною пластин 320-450 нм (фіг. 12).

Джерела інформації:

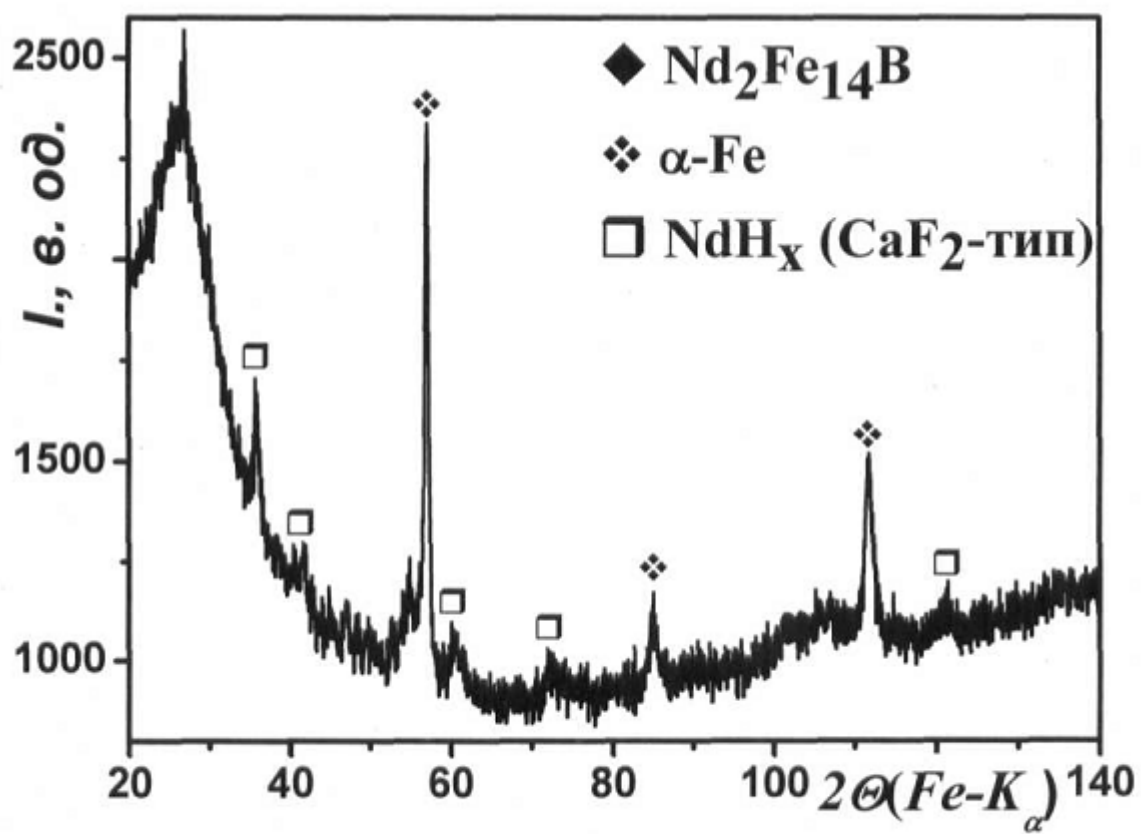
1. USA Patent 6 056 830.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

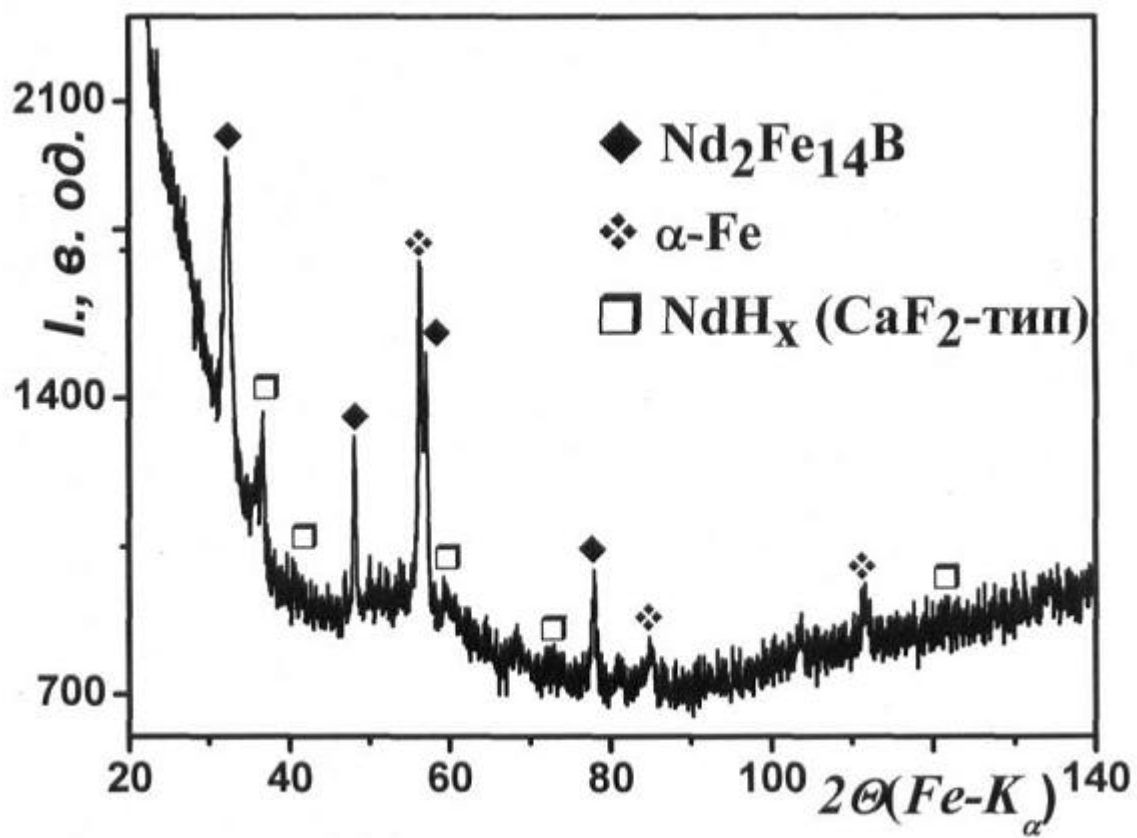
Спосіб формування анізотропної дрібнозеренної мікроструктури у порошках сплавів системи Nd-Fe-B та виготовлення таких порошоків обробленням у водні шляхом гідрування, диспропорціонування, десорбції та рекомбінації (ГДДР), який відрізняється тим, що перший етап ГДДР-ГД проводять за таких параметрів, що у сплаві є залишки феромагнітної фази.



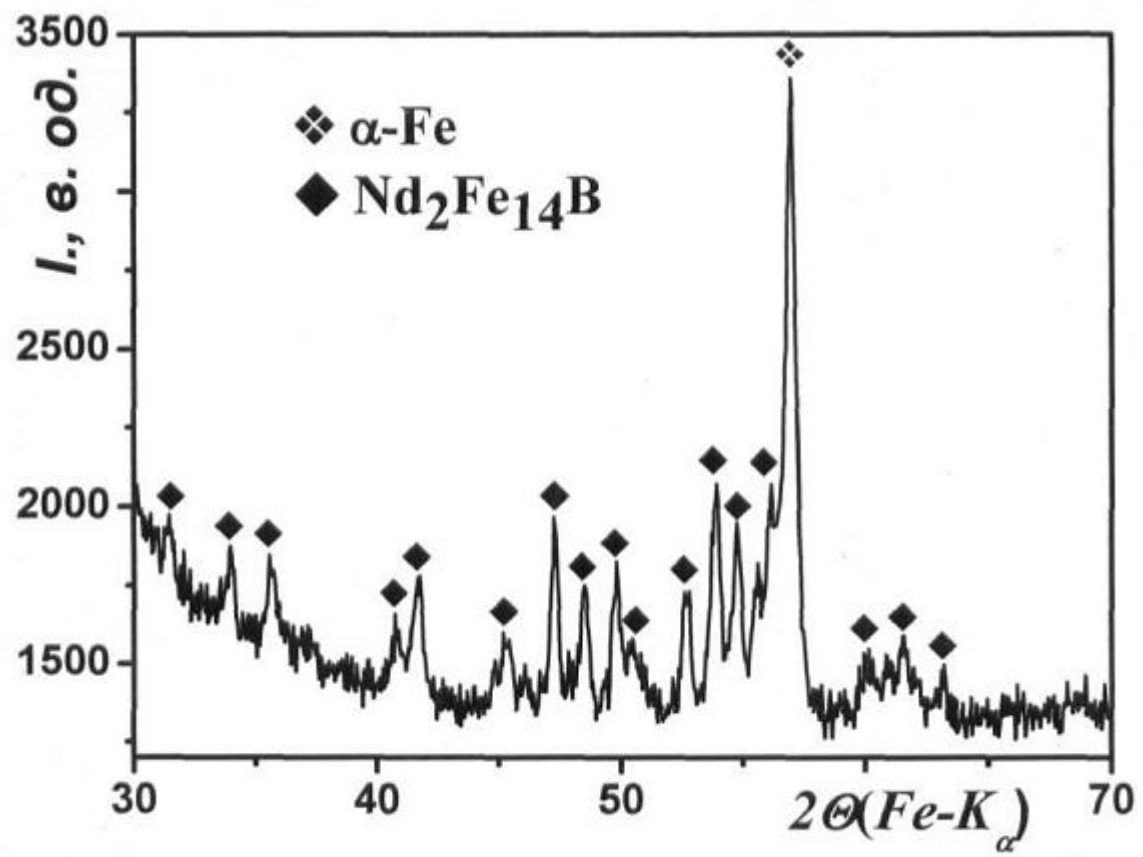
Фіг. 1



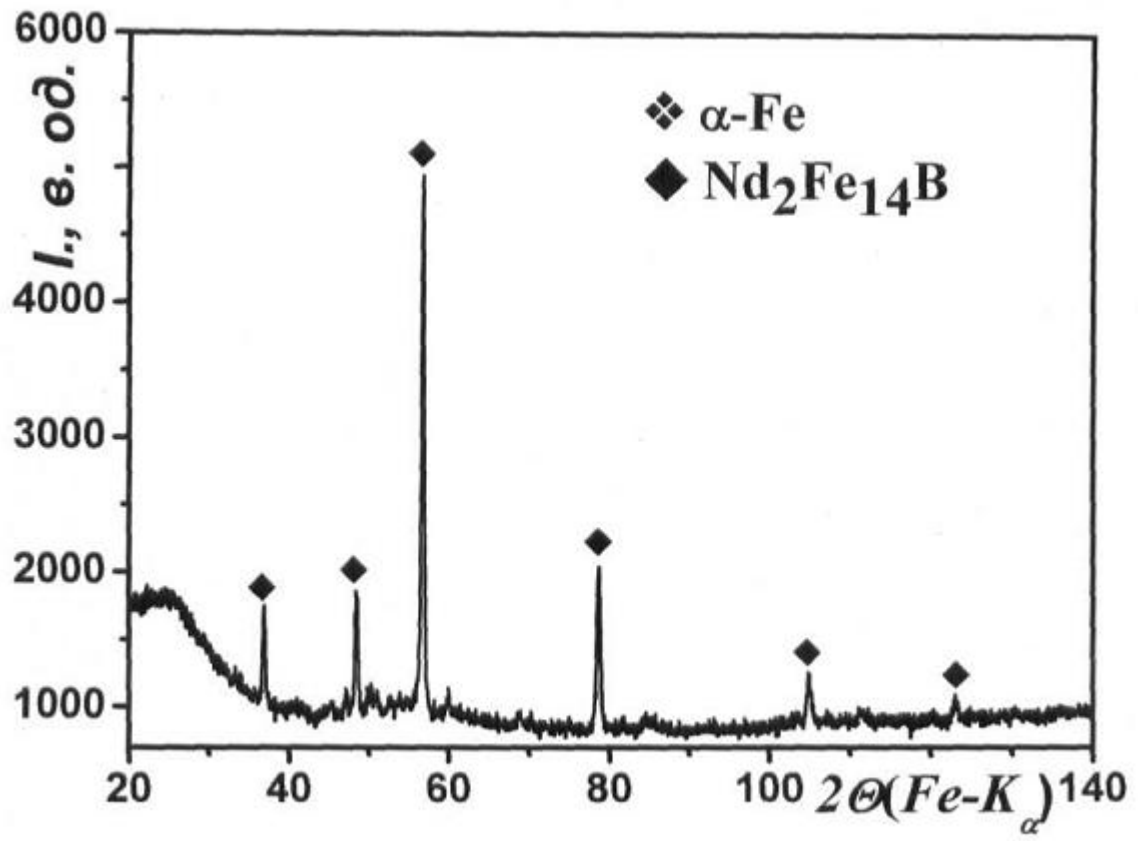
Фиг. 2



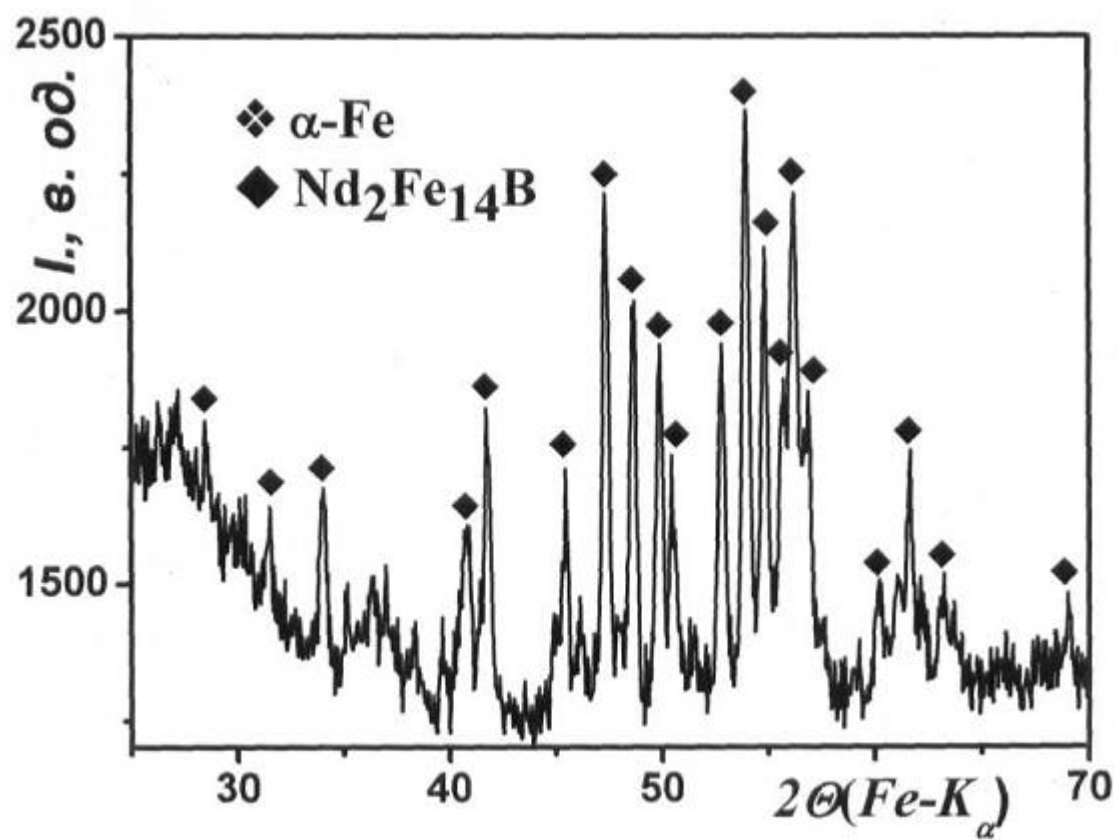
Фиг. 3



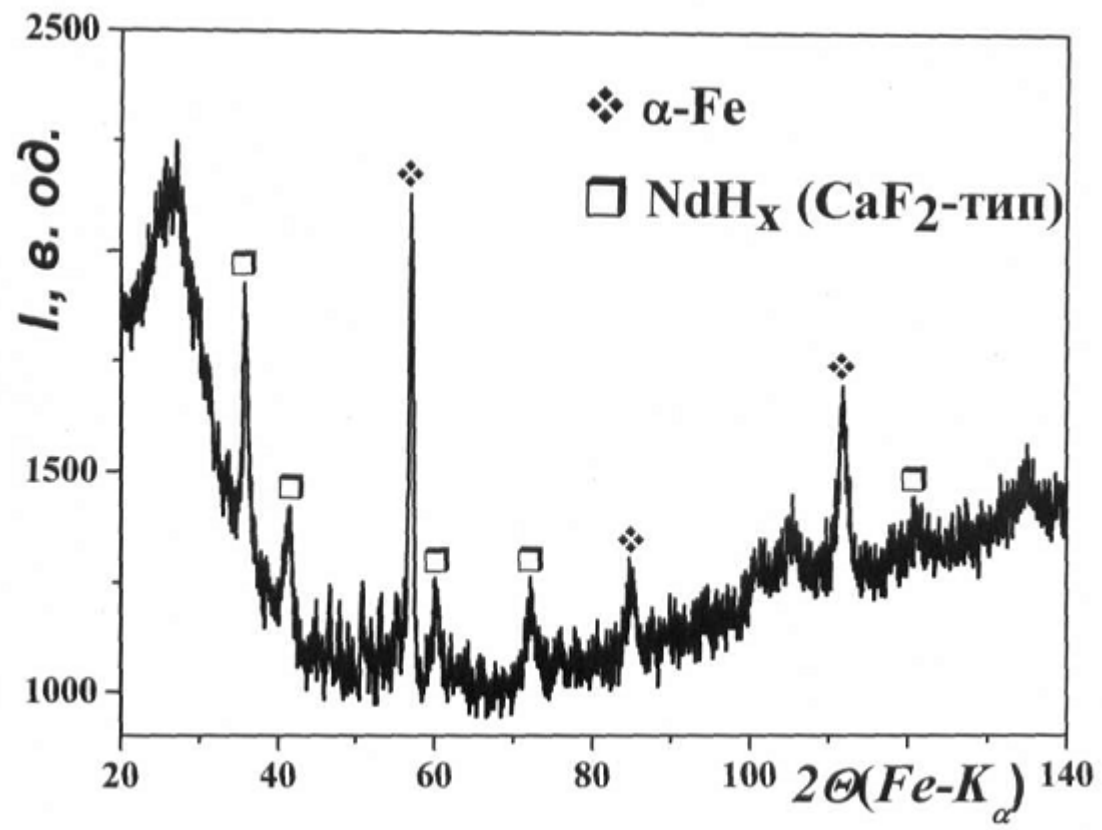
Фиг. 4



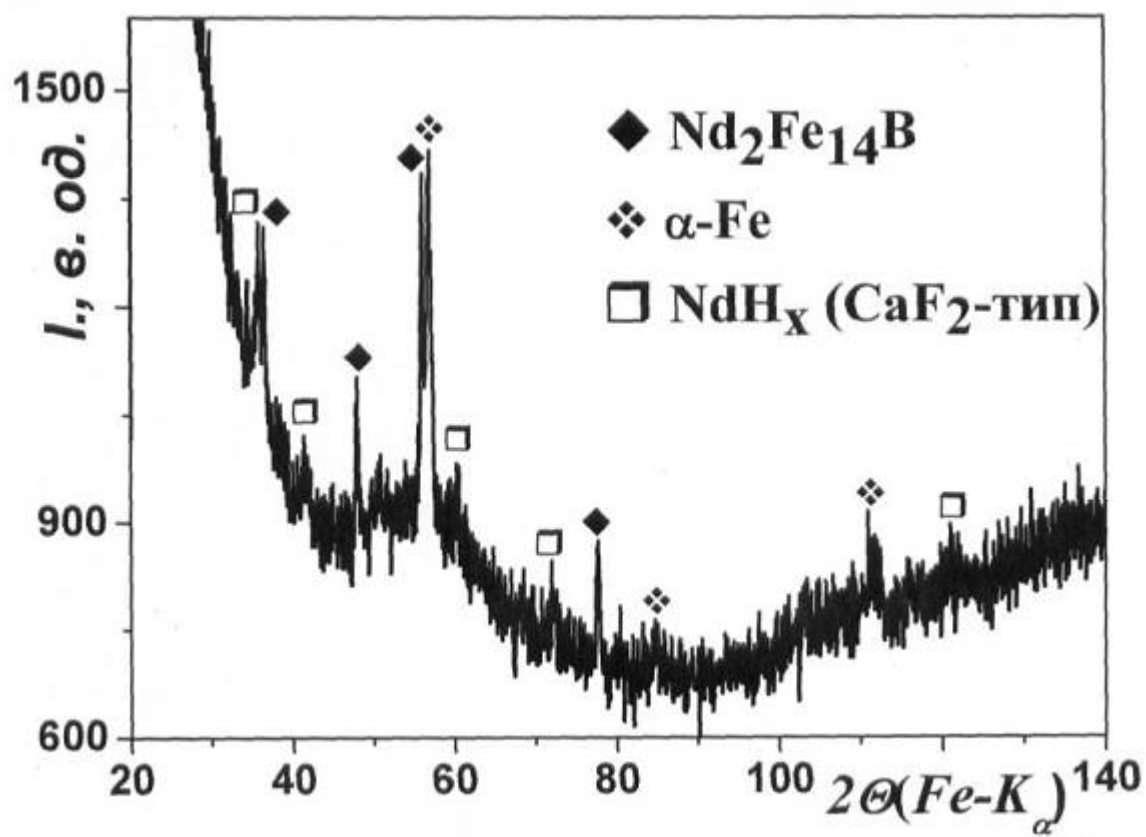
Фиг. 5



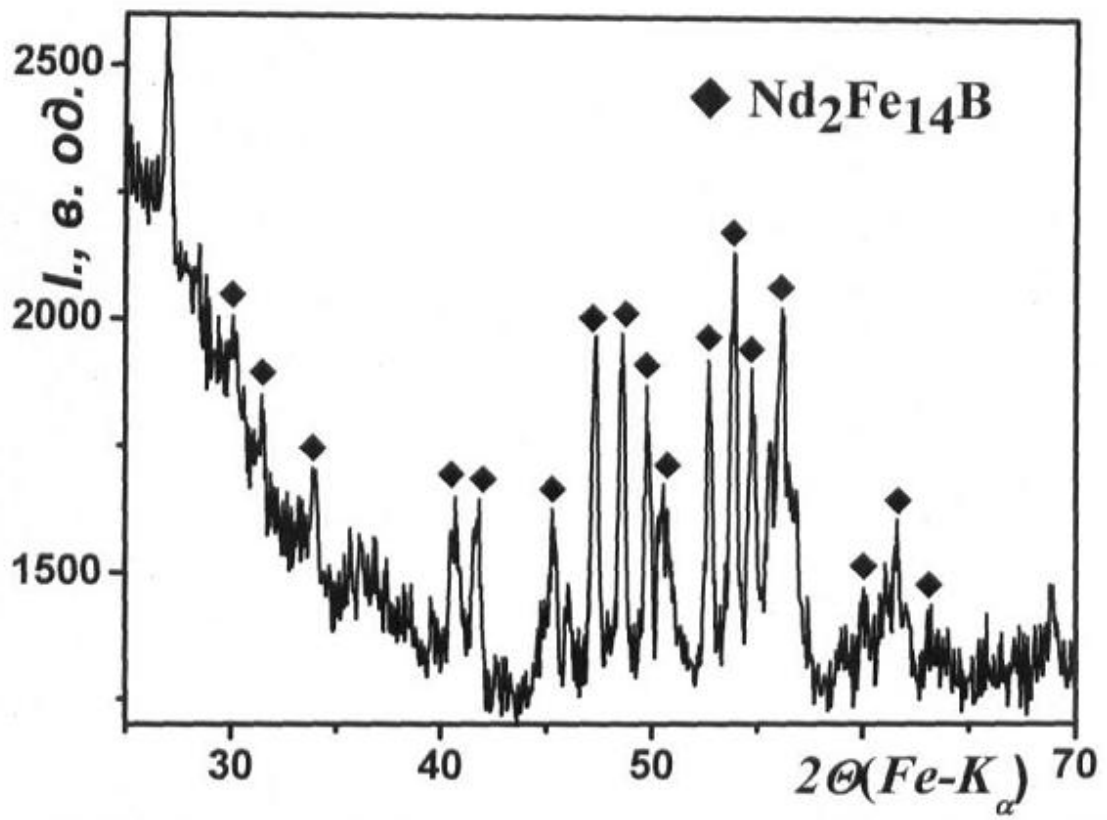
Фиг. 6



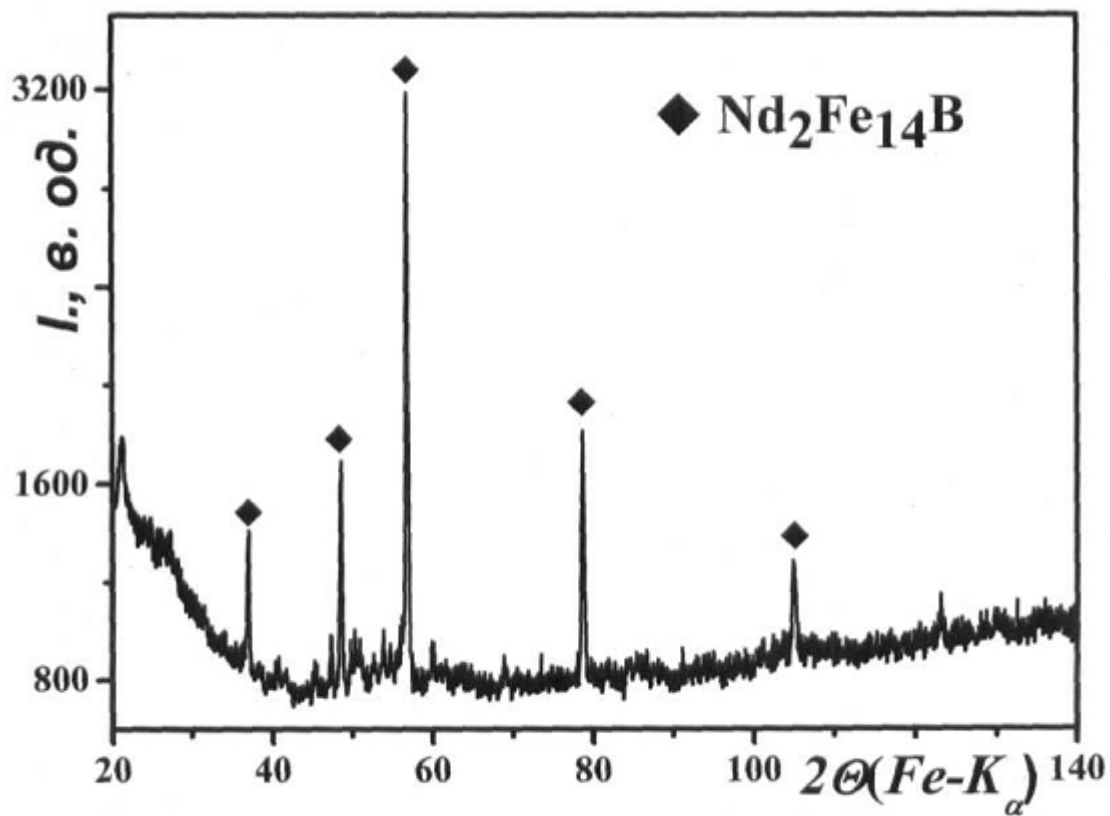
Фиг. 7



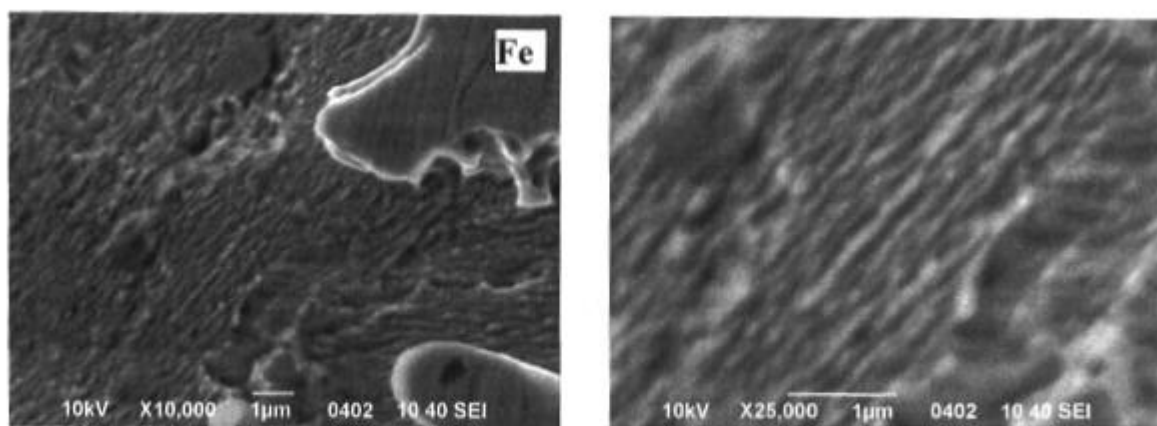
Фиг. 8



Фиг. 9



Фиг. 10



Фиг. 11

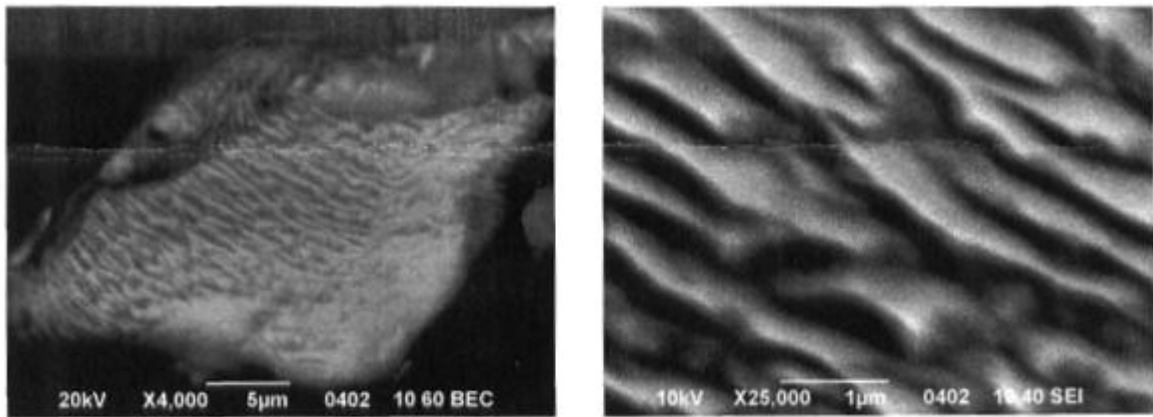


Fig. 12

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601