

METALLOGRAPHIC INVESTIGATIONS OF PHASE TRANSFORMATIONS DURING *SOLID*-HDDR PROCESS IN FERROMAGNETIC ALLOYS BASED ON $Dd_2Fe_{14}B$ ($Dd=Nd, Pr, La, Ce, Dy$) COMPOUND

Bulyk I.I.^{*}, Panasyuk V.V., Trostianchyn A.M., Grygorenko G.M.⁽¹⁾, Kostin V.A.⁽¹⁾, Kapitanchuk L.M.⁽¹⁾

Karpenko Physico-Mechanical Institute of National Academy of Sciences of Ukraine, 5 Naukova St., 79053 Lviv, Ukraine

⁽¹⁾ E.O. Paton Institute of Electric Welding of National Academy of Sciences of Ukraine, 11 Bozhenko St., 03150 Kyiv, Ukraine

Introduction

The hydrogenation, disproportionation, desorption, recombination (HDDR) process is studied for a modification of the structure of ferromagnetic alloys with the aim of improving their magnetic properties. Realization of the HDDR and its effect on materials characteristics are interesting both from a scientifically standpoint and from the applied one [1]. This process is investigated in compounds of different composition: from NdFeB to (Nd,Pr,Ce,La)FeB [2,3]. The results of study of the *Solid*-HDDR process in E-78 ferromagnetic alloys (wt%: Dd – 36.1; B – 1.1; Al – 0.8; Fe – balance) are presented in the given work.

The initial alloy was prepared by induction melting and obtained from Expromag Ltd. The process of *Solid*-HDDR was carried out at initial hydrogen pressure 0.1-0.15 MPa and temperature 850-920 °C. The microstructural features were observed using a JEOL 840 scanning electron microscope (SEM).

Results and discussion

The microstructure of the initial alloy is characterized by a presence of the elongated grains of ferromagnetic phase divided by a mixture of rare-earth metals (Dd)-rich phase grain boundary (Fig. 1a). The thickness of major phase grains is 10-20 μm , length is several tens of micrometers. The grain boundary possess a colony-type structure with thickness \sim 1-7 μm and several tens of μm long. According to the data of elemental analysis, Dd content in the major phase is close to one in the charge of alloy and a mass proportion Fe:Dd equal 1:1 in Dd-rich phase.

Dd-rich phase remains without change in the microstructure of the disproportionation alloy. A mixture of light-grey regions of rare-earth metals hydride and a dark droplets of iron and iron boride appear within the area of major ferromagnetic phase grains after disproportionation (Fig. 1b).

The materials morphology is changed after complete cycle of the *Solid*-HDDR (Fig. 2). It

was observed an insignificant redistribution of rare-earth metals. The uniform gray regions (*1* in Fig. 2a) of major phase grains contain a slightly larger amount of impurity rare-earth metals (Pr, La, Ce and Dy). The amount of Dd-rich phase grain boundaries considerably decreases.

The fine grained structure of materials with grains size $< 1 \mu\text{m}$ is observed at region *1* (Fig. 2b) and region *2* (Fig. 2c).

Three cycles of the *Solid*-HDDR lead to complete decomposition of a colony-type structure of Dd-rich phase grain boundary (Fig. 3). The coarse remains of this phase have a form of irregular shape islands with size up to 15-20 μm (Fig. 3a). The regions of the major phase (*1* and *2*) are differed in the contents of impurity rare-earth

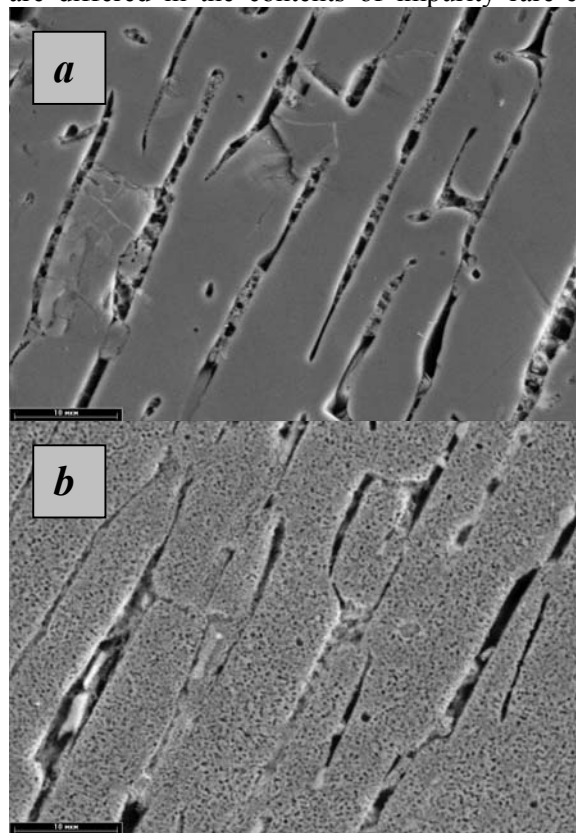


Fig. 1. SEM image of E-78 alloy in initial (a) and disproportionation (b) state.

metals. According to the data of elemental analysis, Dd content in the regions of appearance of Dd-rich phase (**3**) is 50...55 wt%.

The fine grained structure of the alloy (**1**) with grains size up to 1 μm is observed (Fig. 3b). The structure of **2** region demands further investigation using a microscopes with higher resolution.

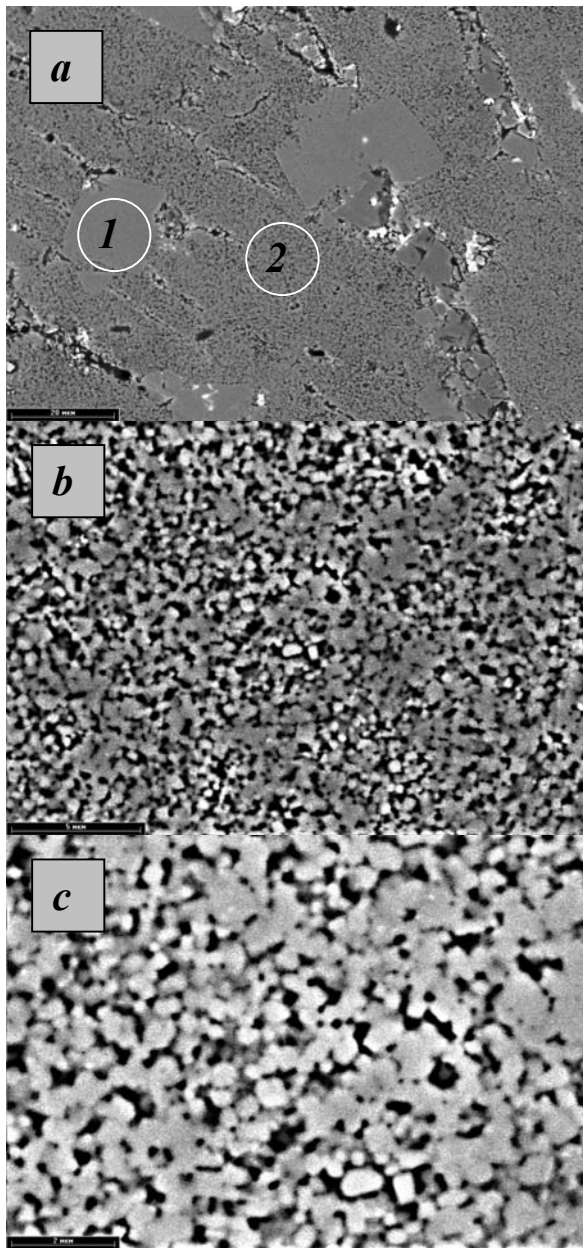


Fig. 2. SEM image of E-78 alloy after *Solid-HDDR*; **1** and **2** are regions of major phase with different contents of Pr, La, Ce and Dy.

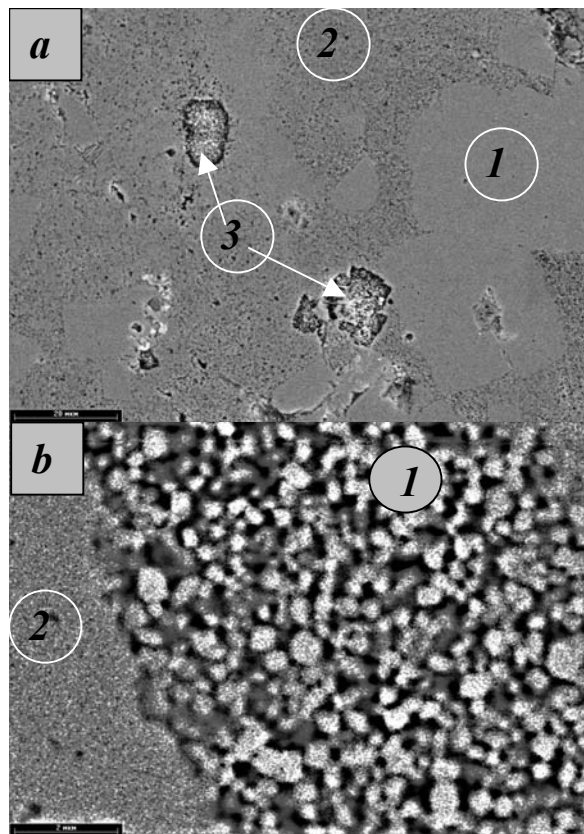


Fig. 3. SEM image of E-78 alloy after three cycles of *Solid-HDDR*.

Conclusion

The carrying out of the *Solid-HDDR* process in Dd-Fe-B alloy results in its homogenization. A colony-type structure of Dd-rich phase is partially dissolved between the grains of major phase and its remains are changed into a coagulates with size up to $\sim 20 \mu\text{m}$. The increase of number of *Solid-HDDR* cycles leads to the raise of alloy homogeneity.

This work was carried out due to a financial support of STCU (project №1236).

Література

1. Honkura Y, Mishima C, Hamada N, Mitarai H. Anisotropic neo bonded magnets with high $(BH)_{\text{max}}$ Proc. 17th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and their Applications. Newark, Delaware, USA, 2002. p.52-61.
2. Cannesan N, Brown DN, Williams AJ and Harris IR. The production and characterization of highly anisotropic PrFeCoB-type HDDR powders. Proc. 16th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and their Applications. Sendai, Japan, 2000. p.757-766.
3. Bulyk II, Panasyuk VV and Trostianchyn AM. Peculiarities of the HDDR process in R-Fe-B ferromagnetic alloys (R is mixture of Nd, Pr, Ce, La, Dy and others). Proc. 17th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and their Applications. Newark, Delaware, USA, 2002. p.551-557.

МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ХОДЕ ПРОЦЕССА *SOLID*-ГДДР В ФЕРРОМАГНИТНЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ СОЕДИНЕНИЯ $Dd_2Fe_{14}B$ ($Dd=Nd, Pr, La, Ce, Dy$)

Булук И.И., Панасюк В.В., Тростяничин А.Н., Григоренко Г.М.⁽¹⁾, Костин В.А.⁽¹⁾, Капитанчук Л.М.⁽¹⁾

Физико-механический институт им. Г.В.Карпенко НАН Украины,
ул.Наукова 5, Львов, 79601 Украина

⁽¹⁾ Институт электросварки им. Е.О.Патона НАН Украины,
ул.Боженко 11, Киев, 03150 Украина

Введение

Процесс гидрирования, диспропорционирования, десорбции, рекомбинации (ГДДР) изучается для модификации структуры ферромагнитных сплавов с целью улучшения их магнитных свойств. Реализация ГДДР и его влияние на характеристики материалов интересны и научно и практически [1]. Этот процесс исследуют в соединениях разного состава: от $NdFeB$ до $(Nd,Pr,Ce,La)FeB$ [2,3]. В данной работе представлены результаты металлографических исследований процесса *Solid*-ГДДР в промышленном ферромагнитном сплаве E-78 (мас.%) : $Dd - 36,1$; $B - 1,1$; $Al - 0,8$; Fe – остальное.

Сплав выплавлен в индукционной печи и предоставлен ООО «Фирма *Экспромаг*». Процесс *Solid*-ГДДР проведен при начальном давлении водорода 0,1-0,15 МПа и температуре 850-920 °С.

Металлографические исследования выполнены на электронном микроскопе JSM-840 фирмы “JEOL”, Япония.

Результаты и обсуждение

Микроструктура исходного сплава характеризуется наличием продолговатых зерен ферромагнитной фазы, разделенных выделениями фазы, обогащенной смесью редкоземельных металлов (Dd) (рис. 1а). Ширина зерен основной фазы 10-20 мкм, длина – несколько десятков микрометров. Межзеренные выделения колончатого типа имеют ширину ~1-7 мкм и длину несколько десятков мкм. За данными элементного анализа содержание Dd в основной фазе близкое к содержанию в шихте сплава, а в фазе обогащенной Dd массовое соотношение $Fe:Dd$ равно 1:1.

На микроструктуре диспропорционированного сплава фаза, обогащенная Dd , остается без изменений. В теле зерен основной ферромагнитной фазы после диспропорционирования видим смесь светло-серых областей гидроксида редкоземельных металлов и темные включения железа и боридов железа. (рис. 1б).

После полного цикла *Solid*-ГДДР морфология материала изменилась (рис. 2а). Произошло незначительное перераспределение редкоземельных металлов. Однородные серые участки 1 (рис. 2) зерен основной фазы содержат несколько большее количество примесных редкоземельных металлов, таких как Pr, La, Ce и Dy . Значительно уменьшилось количество межзеренных выделений Dd -обогащенной фазы.

На участках 1 (рис. 2б) и 2 (рис. 2с) в увеличенном виде видно мелкозернистую структуру сплава, размеры зерен которого <1 мкм.

Три цикла *Solid*-ГДДР приводят к полному разрушению колончатой структуры межзеренных выделений фазы, обогащенной Dd (рис. 3).

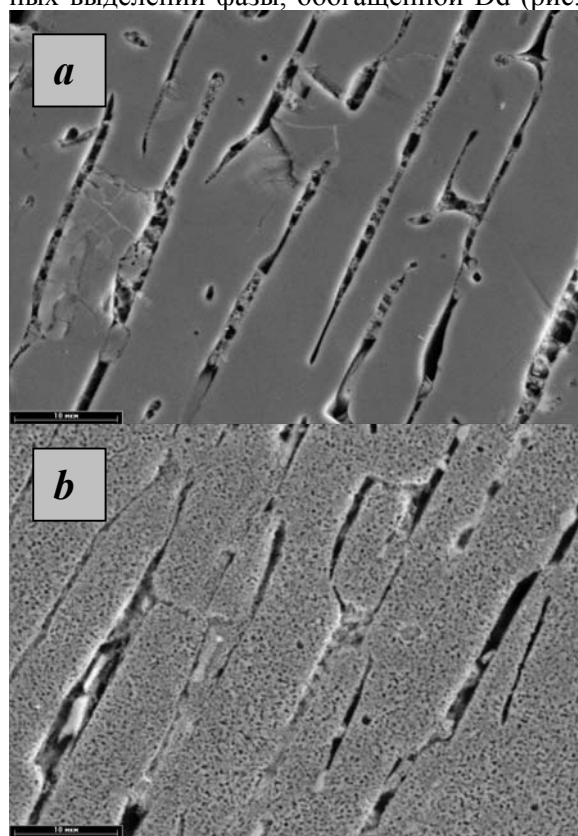


Рис. 1. Микроструктура сплава E-78 в исходном (а), и *Solid*-диспропорционированом (б) состоянии.

Ее крупные остатки имеют форму островков неправильной формы с размерами от нескольких до 15-20 мкм (рис. 3а). Участки основной фазы 1 и 2 отличаются по содержанию редкоземельных металлов. За данными элементного анализа содержание Dd в областях выделения обогащенной им фазы 3 составляет 50-55 мас. %.

При увеличении $\times 10000$ (рис. 3б) наблюдаем мелкозернистую структуру сплава (участок 1) с размерами зерен до 1 мкм. Структура участка 2 требует последующего изучения на микроскопах с большей разрешающей способностью.

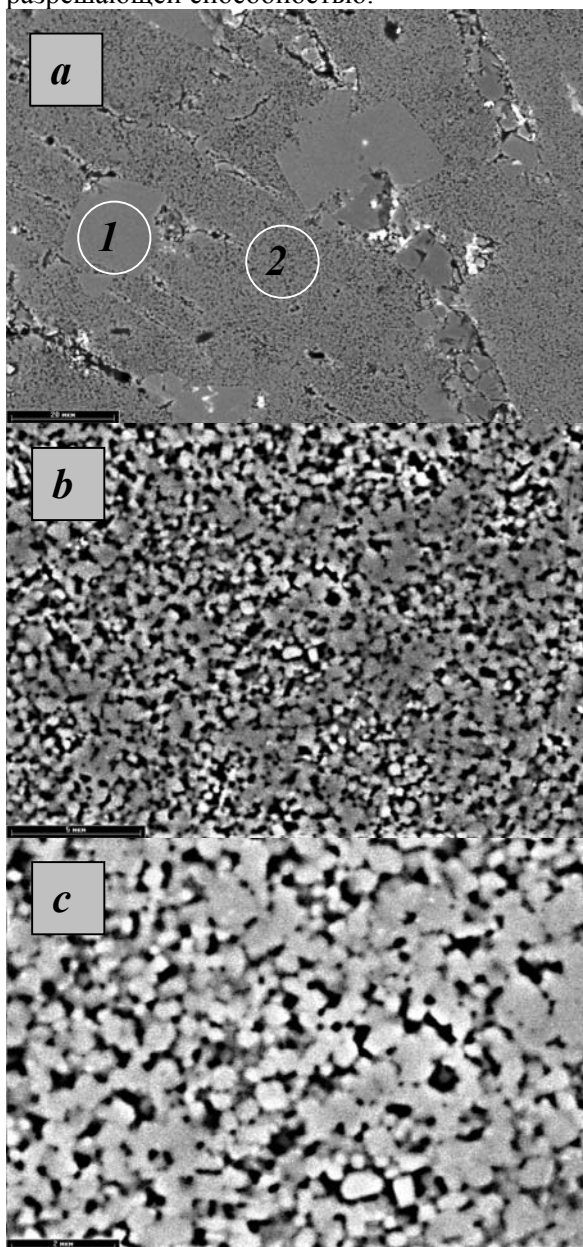


Рис. 2. Микроструктура сплава E-78 после *Solid*-ГДДР; 1 и 2 – участки основной фазы с разным содержанием Pr, La, Ce, Dy.

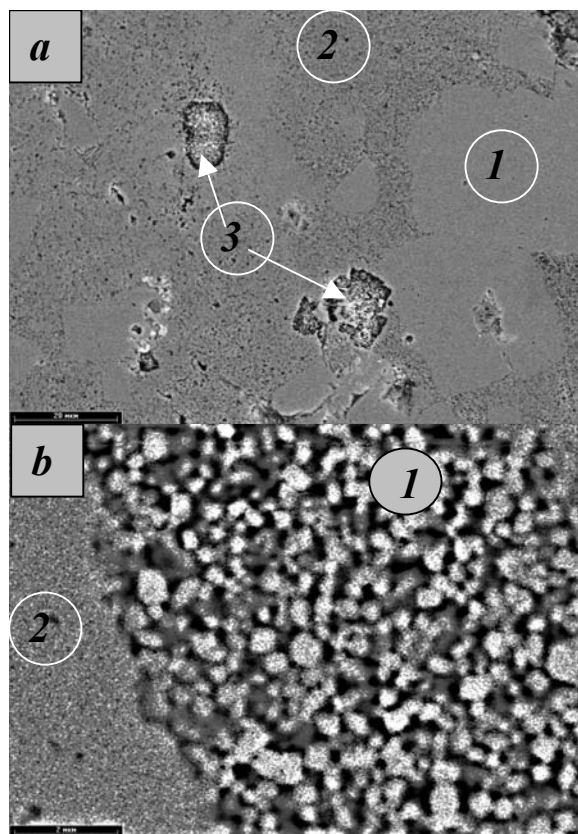


Рис. 3. Микроструктура сплава E-78 после трех циклов *Solid*-ГДДР.

Выводы

Проведение процесса *Solid*-ГДДР в сплаве Dd-Fe-B приводит к его гомогенизации. Колончатые выделения Dd-богатой фазы частично растворяются между высокодисперсными зернами основной фазы, а остатки превращаются в коагуляты с размерами до ~ 20 мкм. Увеличение количества циклов *Solid*-ГДДР повышает гомогенность сплава.

Работа выполнена благодаря финансовой поддержке УНТЦ; проект №1236.

Литература

1. Honkura Y, Mishima C, Hamada N, Mitarai H. Anisotropic neo bonded magnets with high $(BH)_{\max}$ Proc. 17th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and their Applications. Newark, Delaware, USA, 2002. p.52-61.
2. Cannesan N, Brown DN, Williams AJ and Harris IR. The production and characterization of highly anisotropic PrFeCoB-type HDDR powders. Proc. 16th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and their Applications. Sendai, Japan, 2000. p.757-766.
3. Bulyk II, Panasyuk VV and Trostianchyn AM. Peculiarities of the HDDR process in R-Fe-B ferromagnetic alloys (R is mixture of Nd, Pr, Ce, La, Dy and others). Proc. 17th Int. Workshop on Rare Earth Magnets and their Applications. Newark, Delaware, USA, 2002. p.551-557.