

Структура и механические характеристики интерметаллида Nd_3Al

С. И. Чугунова, В. Ю. Цивилицин, Ю. В. Мильман,
В. А. Гончарук, А. А. Власов, А. В. Самелюк, Н. А. Ефимов,
И. В. Гончарова

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины,
Киев, e-mail: irina@ipms.kiev.ua

Впервые изучены механические свойства интерметаллида Nd_3Al , полученного аргонно-дуговой плавкой. Показано, что исследованный интерметаллид обладает довольно высокой прочностью (540 МПа) в сочетании с высокой для интерметаллидов трещиностойкостью ($7,8 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) и пластичностью при повышенных температурах. Наличие достаточной пластичности и низкая температура плавления позволяют использовать Nd_3Al в качестве пластифицирующей добавки при изготовлении постоянных магнитов системы $Nd-Fe-V$ жидкофазным спеканием.

Ключевые слова: интерметаллид Nd_3Al , прочность, твердость, температура, деформация.

Введение

Необходимость в выплавке лигатуры Nd_3Al возникла при изготовлении постоянных спеченных магнитов системы $Nd-Fe-V$ жидкофазным спеканием. Постоянный магнит с высокими магнитными свойствами представляет собой зерна магнитоупорной фазы $Nd_2Fe_{14}V$ определенного гранулометрического состава, которые отделены друг от друга немагнитной фазой, обогащенной неодимом. Такая немагнитная фаза необходима для получения высокой коэрцитивной силы в спеченных магнитах, но она сильно подвержена коррозии при нормальных условиях. Литой магнитный сплав при хранении на воздухе при обычной влажности разрушается в течение нескольких недель. Причиной этого оказывается окисление богатой неодимом фазы. Этот процесс подробно изучен в работе [1]. Нами предпринята попытка создать постоянные магниты по так называемой двухфазной технологии. Отдельно выплавляли однофазный сплав состава $Nd_2Fe_{14}V$ и легкоплавкую добавку для жидкофазного спекания и создания высокой коэрцитивной силы в спеченных магнитах. В качестве легкоплавкой добавки выбран интерметаллид Nd_3Al , поскольку он позволяет, во-первых, проводить спекание при более низкой температуре, а во-вторых, защищает неодим от окисления. Сплав Nd_3Al может годами храниться при нормальных условиях без изменений химического и фазового состава. Технология получения нового магнитотвердого сплава включает процесс измельчения слитка Nd_3Al . Этот процесс требует знания механического поведения интерметаллида.

Поэтому цель данного исследования и состояла в изучении механических свойств интерметаллида Nd_3Al .

© С. И. Чугунова, В. Ю. Цивилицин, Ю. В. Мильман, В. А. Гончарук,
А. А. Власов, А. В. Самелюк, Н. А. Ефимов, И. В. Гончарова, 2014

Материал и методика

В соответствии с двойной диаграммой состояния Nd—Al [2] (рис. 1) выбран интерметаллид состава Nd_3Al и подготовлена шихта. В качестве исходных материалов использовали неодим металлический марки НМ-1 (ТУ-48-4-205-72) и алюминий (99,999%). Слиток сплава получен в аргоно-дуговой плавильной печи. Фазовый состав интерметаллида Nd_3Al исследовали на дифрактометре ДРОН-УМ1 в монохроматическом CuK_{α} -излучении, структуру образцов — методом оптической и сканирующей электронной микроскопии. Микротвердость определяли при комнатной температуре на микротвердомере ПМТ-3, а при повышенных температурах (20—550 °С) — в установке ВИМ-1 [3] индентором Виккерса при нагрузке 2 Н. Твердость при низких температурах (в жидком азоте) измеряли на специальной установке, разработанной в работе [4]. Каждое значение твердости получено в результате усреднения 8—10 измерений.

Характеристики прочности и пластичности исследуемых образцов изучали при испытании на трехточечный изгиб. При этом определены пределы текучести $\sigma_{0,2}$ и прочности σ_B , а также пластичность до разрушения δ (%).

Механическое напряжение σ в образце (для крайних волокон) вычисляли по формуле

$$\sigma = \frac{1,5PL}{bh^2}, \quad (1)$$

где P — нагружение, приложенное к образцу; L — расстояние между опорами, равное 18 мм; b и h — соответственно ширина и высота образца (4x1,5 мм).

Относительную деформацию крайних волокон образца при изгибе определяли как

$$\varepsilon = \frac{6hf}{L^2}, \quad (2)$$

где f — стрела прогиба.

Модуль нормальной упругости E также определяли при испытании образцов на изгиб, погрешность составила 3,5%. Трещиностойкость K_{Ic}

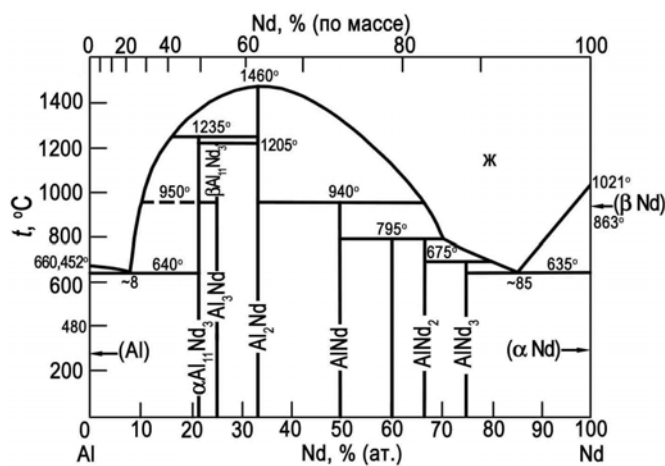


Рис. 1. Диаграмма состояния Al—Nd.

исследовали при испытании образцов на изгиб с надрезом, точность определения — $\pm 5\%$.

Пластическое поведение интерметаллидов можно изучать методом индентирования. В работе [5] предложено характеризовать пластичность безразмерным параметром δ_H , который равен доле пластической деформации в общей упругопластической деформации под индентором. Для индентора Виккерса [5]

$$\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E}, \quad (3)$$

где HV — твердость; ν — коэффициент Пуассона; E — модуль Юнга.

Характеристика пластичности δ_H , определенная методом индентирования, получена при исследовании влияния температуры на твердость в интервале $-196 \dots 550$ °С. Для получения деформационной кривой при комнатной температуре малопластичного интерметаллида Nd_3Al использована методика построения кривых деформации методом индентирования [6].

Экспериментальные результаты и их обсуждение

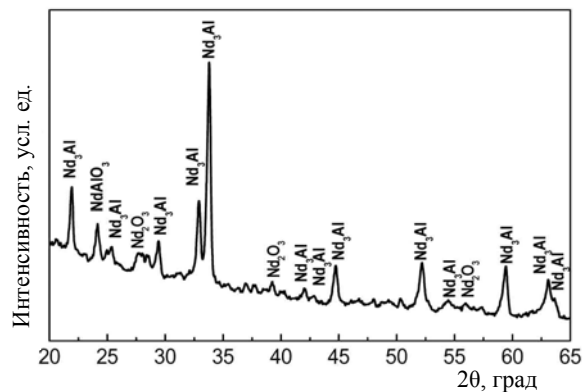
Выполненный рентгеноструктурный анализ показал, что полученный интерметаллид Nd_3Al состоит из нескольких фаз (рис. 2). На рентгенограмме присутствуют дифракционные линии, которые соответствуют интерметаллидной фазе Nd_3Al и оксидным фазам Nd_2O_3 и $NdAlO_3$. Основной фазой является Nd_3Al , а содержание других фаз составляет не более 3%.

На рис. 3, а представлена оптическая микроскопия сплава с нанесенными отпечатками микротвердости. Как показали структурные исследования, выполненные методом SEM (рис. 3, б и 4, а), сплав состоит из зерен Nd_3Al размером ~ 30 мкм и оксидных фаз Nd_2O_3 и $NdAlO_3$ по границам зерен. По данным микрорентгеновского анализа, границы зерен обогащены кислородом за счет образовавшихся оксидных фаз Nd_2O_3 и $NdAlO_3$. Повышенное содержание кислорода на границах зерен также подтверждается микрорентгеноспектральным анализом (рис. 4, б) при исследовании распределения элементов в характеристическом излучении кислорода.

Таким образом, выполненные микрорентгеноспектральный и рентгеноструктурный анализы достаточно полно характеризуют фазовый состав сплава Nd_3Al .

В таблице представлены усредненные значения (из трех измерений) механических характеристик сплава при испытании на изгиб при комнатной температуре. Как следует

Рис. 2. Рентгенограмма с поверхности образца интерметаллида Nd_3Al в исходном литом состоянии.



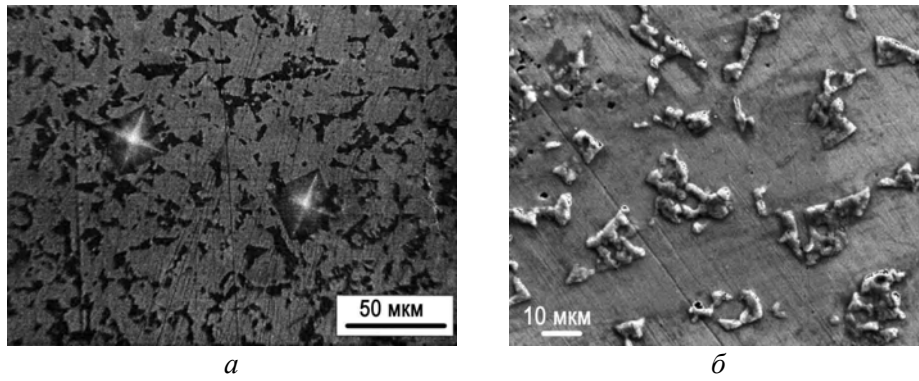


Рис. 3. Оптическая микроскопия (а) и SEM изображение структуры сплава Nd_3Al (б).

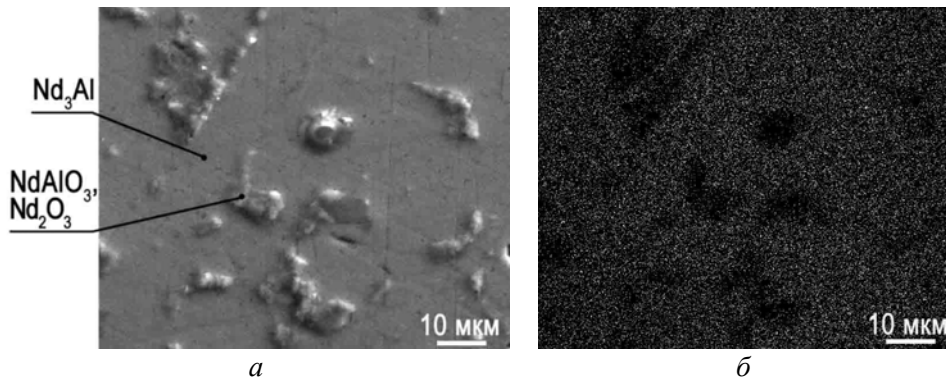


Рис. 4. SEM изображение структуры сплава Nd_3Al : а — режим SEI; б — изображение, полученное в характеристическом излучении кислорода.

из таблицы, интерметаллид Nd_3Al обладает достаточной прочностью 540 МПа наряду с высокими значениями предела текучести ($\sigma_{0,2} = 440$ МПа) и вязкости разрушения ($K_{Ic} = 7,8$ МПа·м^{1/2}).

При испытании на изгиб зафиксирована незначительная макроскопическая пластическая деформация 0,5%, предшествующая разрушению. Выполненный фрактографический анализ изломов образцов после механических испытаний показал, что разрушение сплава преимущественно имеет интеркристаллитный характер (рис. 5).

На рис. 6 представлены температурные зависимости твердости HV и характеристики пластичности δ_H в интервале температур $-196...550$ °С.

Механические характеристики сплава Nd_3Al

Характеристика	Величина
Предел прочности σ_B , МПа	540
Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	440
Трещиностойкость K_{Ic} , МПа·м ^{1/2}	7,8
Модуль Юнга, ГПа	52
Микротвердость HV , ГПа	1,35
Пластичность до разрушения δ , %	0,5
Характеристика пластичности δ_H	0,8

В температурном интервале $-196...300$ °С наблюдается типичное для интерметаллидов несущественное изменение твердости с 1,55 (при температуре жидкого азота) до 1,2 ГПа (при 300 °С).

Поскольку Nd_3Al имеет низкую температуру плавления (675 °С [2]),

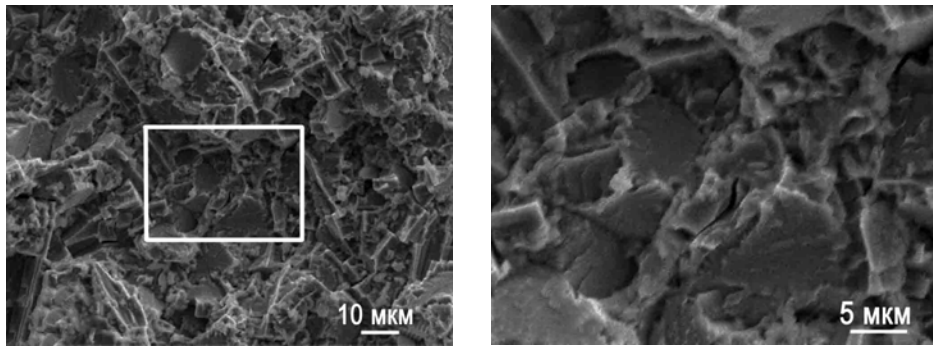


Рис. 5. Фрактографическое исследование поверхности излома образцов сплава Nd_3Al .

Рис. 6. Температурные зависимости твердости HV и характеристики пластичности δ_H для сплава Nd_3Al .

уже начиная с 500°C происходит резкое падение твердости HV и при 550°C она составляет $0,35$ ГПа. На рис. 6 приведена также температурная зависимость характеристики

пластичности δ_H , которая рассчитана из измерений твердости [5]. При температуре жидкого азота δ_H имеет наименьшее значение $0,78$, что соответствует значениям δ_H при комнатной температуре для многих интерметаллидов на основе алюминия [7]. При температуре 550°C δ_H достигает величины $0,94$, что превышает критическое значение $\delta_H = 0,9$, выше которого кристаллические материалы становятся пластичными при стандартных механических испытаниях.

На рис. 7, *a* представлена кривая деформации при комнатной температуре для Nd_3Al в координатах σ — ϵ , которая построена методом индентирования [6]. Полученная кривая свидетельствует о наличии деформационного упрочнения этого материала. На рис. 7, *б* эта кривая приведена в логарифмических координатах, где точки расположены на прямой.

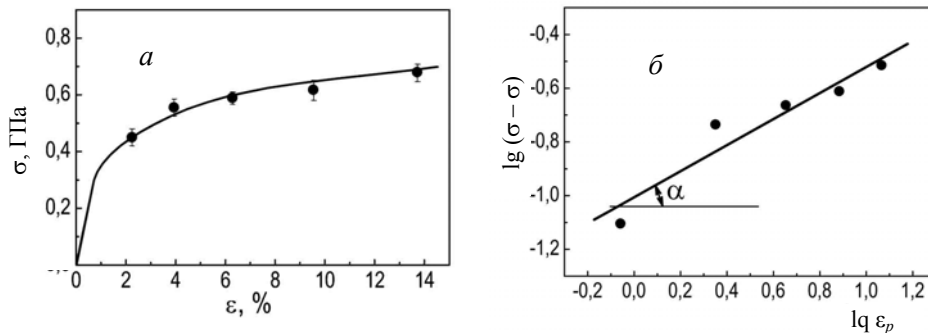
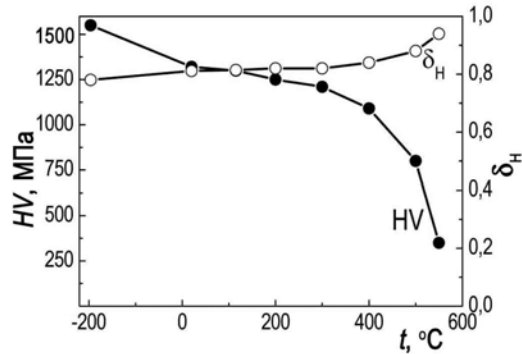


Рис. 7. Кривая деформации σ — ϵ (*a*) и та же кривая в логарифмических координатах (*б*) для интерметаллида Nd_3Al при комнатной температуре.

С использованием уравнения Людвига [8]

$$\sigma = \sigma_0 + N\varepsilon_p^n \quad (4)$$

(σ_0 — нижний предел текучести; N — коэффициент деформационного упрочнения; ε_p — пластическая деформация; ε — общая деформация; n — показатель деформационного упрочнения) определены N и n . Для Nd_3Al коэффициент деформационного упрочнения $N = 0,1$ ГПа, а показатель деформационного упрочнения $n = 0,48$. Значения параметров деформационного упрочнения сплава Nd_3Al оказались близкими к параметрам для большинства материалов и сплавов, в которых упрочнение происходит по дислокационному механизму деформации [8].

Выводы

Впервые изучены механические свойства интерметаллида Nd_3Al . Показано, что полученный интерметаллид обладает сравнительно высокой прочностью (540 МПа) в сочетании с высокой для интерметаллидов трещиностойкостью (7,8 МПа·м^{1/2}) и пластичностью при повышенных температурах.

Такое сочетание механических характеристик обусловило сложности, возникшие при измельчении слитка для получения требуемой дисперсности порошков (до 10 мкм).

Представляется целесообразным исследование возможности получения порошков Nd_3Al другими способами, без механического измельчения.

1. Павлюков А. А. Структурные превращения в сплавах системы Nd—Fe—В, вызывающие их разрушение / А. А. Павлюков, О. С. Опанасенко, В. Ю. Цивилицин // Изв. АН СССР. Неорган. материалы. — 1991. — **27** (4). — С. 725—728.
2. *Диаграммы состояния двойных металлических систем*: (Справ.). В 3-х т. Т. 1 / Под ред. Н. П. Лякишева. — М.: Машиностроение, 1996. — 992 с.
3. Гудцов Н. Т. Изучение процесса старения металлов и сплавов измерением твердости при нагреве в вакууме / Н. Т. Гудцов, И. Г. Лозинский // Журн. техн. физики. — 1952. — **22**, № 8. — С. 1249.
4. Мильман Ю. В. Исследования в области измерений микротвердости / [Ю. В. Мильман, О. Е. Скляров, А. П. Удовенко и др.] // Тр. Ин-та метрологии СССР. — М.—Л.: Стандарты. — 1967. — **91** (151). — С. 167—169.
5. Milman Yu. V. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement (overview No. 107) / Yu. V. Milman, B. A. Galanov, S. I. Chugunova // Acta Metall. Mater. — 1993. — **41** (9). — P. 2523—2532.
6. Galanov B. A. Investigation of mechanical properties of high — hardness materials by indentation / [B. A. Galanov, Yu. V. Milman, S. I. Chugunova, I. V. Goncharova] // Superhard Mater. — 1999. — **3**. — P. 23—35.
7. Efimov N. A. Preparation of aluminum-based intermetallics using a technology of fast quenching from the liquid state / [N. A. Efimov, S. I. Chugunova, D. V. Kozurev, V. V. Kuprin] // Proc. of 4th Internat. conf. "HighMatTech 2013". October 7—11, 2013, Kiev, Ukraine. — P. 342.
8. Трефилов В. И. Физические основы прочности тугоплавких металлов / В. И. Трефилов, Ю. В. Мильман, С. А. Фирстов. — К.: Наук. думка, 1975. — 315 с.

Структура та механічні властивості інтерметаліду Nd₃Al

С. І. Чугунова, В. Ю. Цивіліцин, Ю. В. Мільман,
В. А. Гончарук, А. О. Власов, А. В. Самелюк, М. О. Ефімов,
І. В. Гончарова

Вперше вивчено механічні властивості інтерметаліду Nd₃Al, який отримано аргонно-дуговим плавленням. Показано, що досліджений інтерметалід має досить високу міцність (540 МПа) в поєднанні з високою для інтерметалідів тріщиностійкістю (7,8 МПа·м^{1/2}) та пластичністю при підвищених температурах. Наявність достатньої пластичності та низька температура плавлення надають можливість використання Nd₃Al в якості пластифікаційної добавки при виготовленні постійних магнітів системи Nd—Fe—B рідкофазним спіканням.

Ключові слова: інтерметалід Nd₃Al, міцність, твердість, температура, деформація.

Structure and mechanical properties of intermetallic Nd₃Al

S. I. Chugunova, Yu. V. Milman, V. Yu. Tsyvilitsyn,
V. A. Goncharuk, A. O. Vlasov, A. V. Samelyuk,
M. O. Iefimov, I. V. Goncharova

The mechanical properties of the intermetallic Nd₃Al, obtained by argon arc melting are firstly investigated. It is shown that the investigated intermetallic has a quite high strength (540 MPa) in combination with high, for intermetallic, fracture toughness (7,8 MPa·m^{1/2}) and plasticity at elevated temperatures. The sufficient plasticity and low melting point of Nd₃Al allows to use it as a plasticizer at manufacture of permanent magnets of Nd—Fe—B by liquid phase sintering.

Keywords: intermetallic Nd₃Al, strength, hardness, temperature, deformation.