

## 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 аргонно-дуговой плавильной печи. Фазовый состав интерметаллида  $Nd_3Al$  исследовали на дифрактометре ДРОН-УМ1 в монохроматическом  $CuK_{\alpha}$ -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  $\sigma_B$ , а также пластичность до разрушения  $\delta$  (%).

Механическое напряжение  $\sigma$  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  $K_{Ic}$

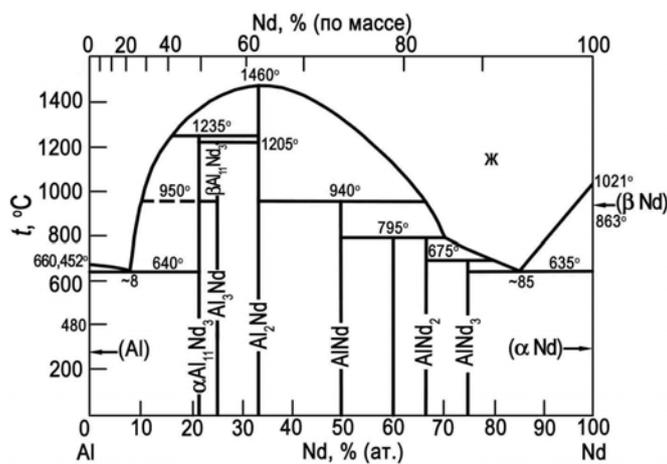


Рис. 1. Диаграмма состояния Al—Nd.

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  $\delta_H$ , 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;  $\nu$  — коэффициент Пуассона;  $E$  — модуль Юнга.

Характеристика пластичности  $\delta_H$ , 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

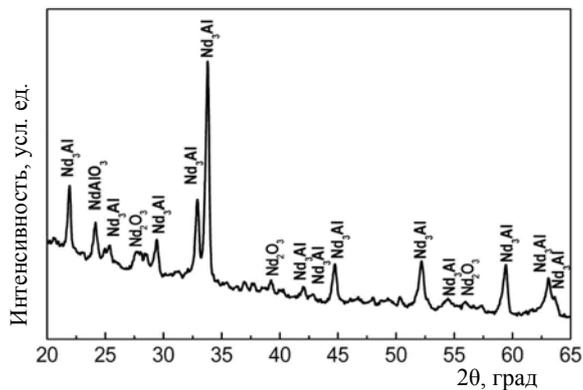
Выполненный рентгеноструктурный анализ показал, что полученный интерметаллид  $Nd_3Al$  состоит из нескольких фаз (рис. 2). На рентгенограмме присутствуют дифракционные линии, которые соответствуют интерметаллидной фазе  $Nd_3Al$  и оксидным фазам  $Nd_2O_3$  и  $NdAlO_3$ . Основной фазой является  $Nd_3Al$ , 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  $\sim 30$  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.



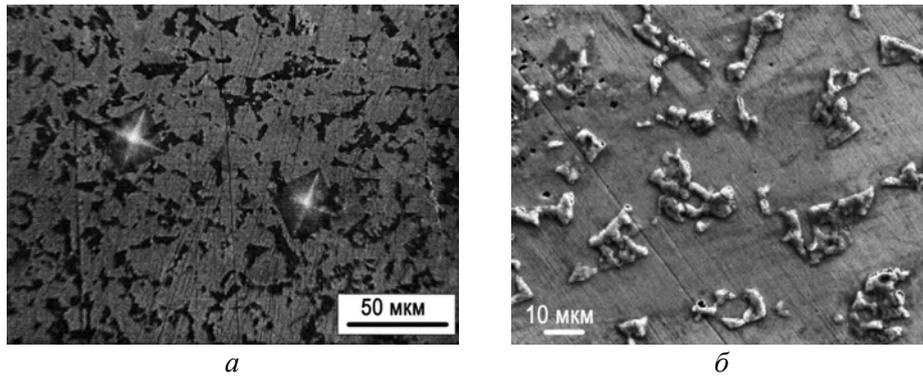


Рис. 3. Оптическая микроскопия (а) и SEM изображение структуры сплава  $Nd_3Al$  (б).

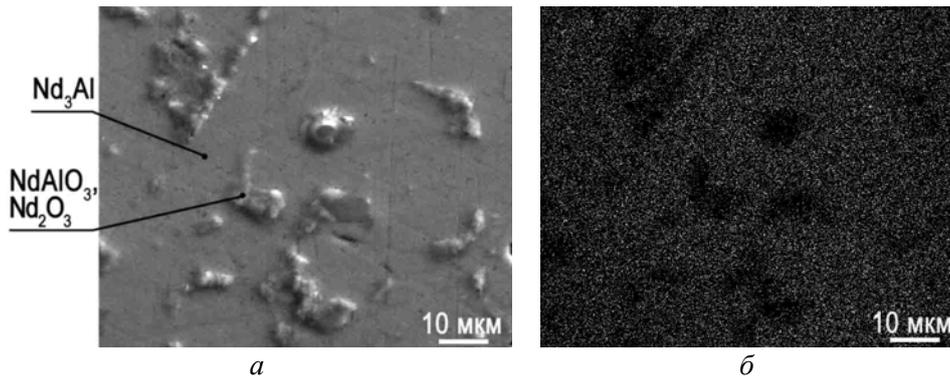


Рис. 4. SEM изображение структуры сплава  $Nd_3Al$ : а — режим SEI; б — изображение, полученное в характеристическом излучении кислорода.

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<sup>1/2</sup>).

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  $\delta_H$  в интервале температур  $-196...550$  °С.

#### Механические характеристики сплава $Nd_3Al$

Характеристика	Величина
Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	540
Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	440
Трещиностойкость $K_{Ic}$ , МПа·м <sup>1/2</sup>	7,8
Модуль Юнга, ГПа	52
Микротвердость $HV$ , ГПа	1,35
Пластичность до разрушения $\delta$ , %	0,5
Характеристика пластичности $\delta_H$	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]),

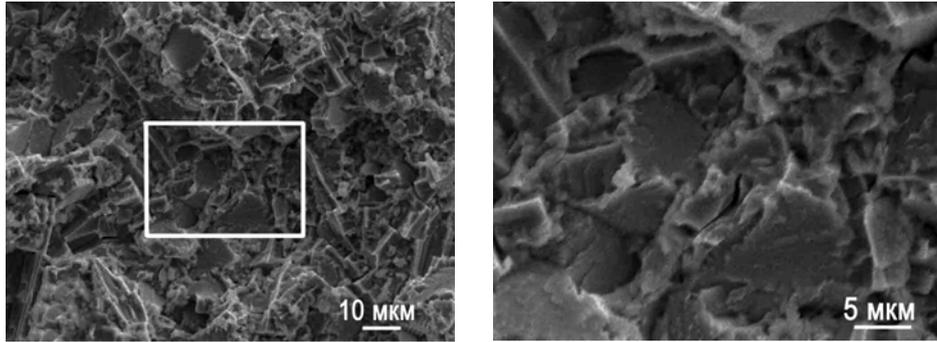


Рис. 5. Фрактографическое исследование поверхности излома образцов сплава  $\text{Nd}_3\text{Al}$ .

Рис. 6. Температурные зависимости твердости  $HV$  и характеристики пластичности  $\delta_H$  для сплава  $\text{Nd}_3\text{Al}$ .

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

пластичности  $\delta_H$ , которая рассчитана из измерений твердости [5]. При температуре жидкого азота  $\delta_H$  имеет наименьшее значение  $0,78$ , что соответствует значениям  $\delta_H$  при комнатной температуре для многих интерметаллидов на основе алюминия [7]. При температуре  $550^\circ\text{C}$   $\delta_H$  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  $\text{Nd}_3\text{Al}$  в координатах  $\sigma$ — $\epsilon$ , 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.

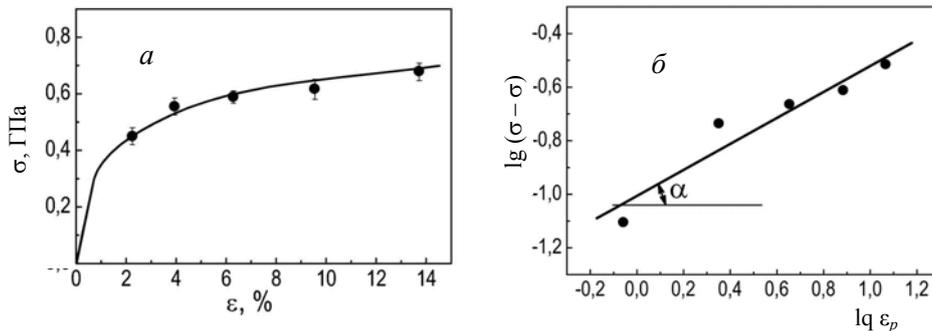
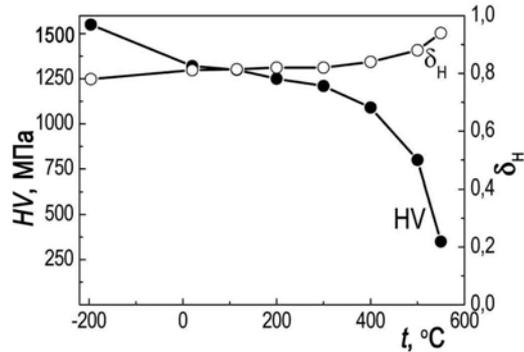


Рис. 7. Кривая деформации  $\sigma$ — $\epsilon$  (*a*) и та же кривая в логарифмических координатах (*б*) для интерметаллида  $\text{Nd}_3\text{Al}$  при комнатной температуре.

С использованием уравнения Людвига [8]

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

( $\sigma_0$  — нижний предел текучести;  $N$  — коэффициент деформационного упрочнения;  $\varepsilon_p$  — пластическая деформация;  $\varepsilon$  — общая деформация;  $n$  — показатель деформационного упрочнения) определены  $N$  и  $n$ . Для  $\text{Nd}_3\text{Al}$  коэффициент деформационного упрочнения  $N = 0,1$  ГПа, а показатель деформационного упрочнения  $n = 0,48$ . Значения параметров деформационного упрочнения сплава  $\text{Nd}_3\text{Al}$  оказались близкими к параметрам для большинства материалов и сплавов, в которых упрочнение происходит по дислокационному механизму деформации [8].

### Выводы

Впервые изучены механические свойства интерметаллида  $\text{Nd}_3\text{Al}$ . Показано, что полученный интерметаллид обладает сравнительно высокой прочностью (540 МПа) в сочетании с высокой для интерметаллидов трещиностойкостью (7,8 МПа·м<sup>1/2</sup>) 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  $\text{Nd}_3\text{Al}$  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 Nd<sub>3</sub>Al

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 Nd<sub>3</sub>Al, 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<sup>1/2</sup>) та пластичністю при підвищених температурах. Наявність достатньої пластичності та низька температура плавлення надають можливість використання Nd<sub>3</sub>Al в якості пластифікаційної добавки при виготовленні постійних магнітів системи Nd—Fe—B рідкофазним спіканням.*

**Ключові слова:** інтерметалід Nd<sub>3</sub>Al, міцність, твердість, температура, деформація.

## Structure and mechanical properties of intermetallic Nd<sub>3</sub>Al

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 Nd<sub>3</sub>Al, 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<sup>1/2</sup>) and plasticity at elevated temperatures. The sufficient plasticity and low melting point of Nd<sub>3</sub>Al allows to use it as a plasticizer at manufacture of permanent magnets of Nd—Fe—B by liquid phase sintering.*

**Keywords:** intermetallic Nd<sub>3</sub>Al, strength, hardness, temperature, deformation.