

Nd₂Fe₁₄B соронзон материал гарган авах судалгаа

Н.Төвжаргал¹, М.Отгонбаатар¹, Ж.Даваасамбуу^{1*}, О.Төгс²

¹Монгол Улсын Их Сургууль, Шинжлэх ухааны сургуулийн
Физикийн тэнхим, Улаанбаатар хот 210646, Монгол улс

²Функционал материалын физик, химийн төв лаборатори,
Өвөр Монголын багшийн их сургууль, Хөх хот, БНХАУ

Бид энэ ажлаар Nd₂Fe₁₄B соронзон материалыг төмөр (Fe), неодум (Nd), бор (B) -ийн цэвэр нунтаг дээжийг 2:14:1 атомын харьцаатайгаар шууд холих замаар өндөр температурт хайлуулж нэгтгээд дулааны боловсруулалтад оруулж, огцом хөргөх арга ашиглан гарган авах ажлыг хийж гүйцэтгэв. Туршилтын үр дүнгээс үзэхэд эхлээд хольж хайлуулсан хайлш нь дээж бэлтгэл болон боловсруулалтын явцад агаар, орчны нөлөөгөөр исэлдэж неодим оксид (Nd₂O₃) давамгайлсан фазууд үүссэн байна. Үүнийг инертийн хийн орчинд битүүмжилж дулааны боловсруулалтад оруулж, огцом хөргөсний дараа Nd₂Fe₁₄B -ийн хайлш болж байгаа нь рентген бүтцийн анализын үр дүнгээс харагдаж байна. Цаашид Nd₂Fe₁₄B-ийн хайлшийг цэврээр кристаллжилт сайтай гарган авах болон хүчтэй соронзон ашиглаж соронзжуулах ажлыг хийж гүйцэтгэх шаардлагатай.

PACS numbers: 75.47.Np, 75.50.Ww, 71.20.Eh

I. Удиртгал

1984 онд NdFeB соронзонг нээснээс хойш янз бүрийн салбар дахь түүний хэрэглээ эрчимтэйгээр нэмэгдэж байна. Nd₂Fe₁₄B нь газрын ховор элемент агуулсан 3 –р үеийн чухал ферросоронзон материалын нэг төрөл бөгөөд өндөр соронзон шинж чанаруудыг үзүүлдэг[1, 2].



Зураг 1: NdFeB соронзны микрбүтэц: A, B, C нь Nd₂Fe₁₄B, D нь Nd –ээр баялаг фаз, нарийн гэрэлтэй мүүж[1]

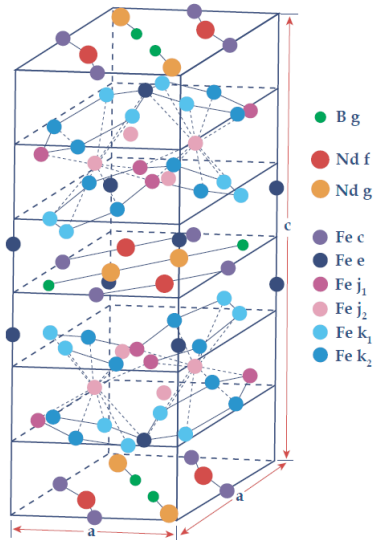
Nd₂Fe₁₄B соронзонг цахилгаан мотор, автомашин, электроник болон цахилгаан генератор зэрэг олон үйлдвэрлэлийн салбарт хэрэглэж байна[3, 4]. Nd₂Fe₁₄B нэгдлийг төмөр (Fe), неодум (Nd), бор (B) -ийн металл нунтаг дээжийг хольж урвалд оруулах замаар гарган авдаг. Түүнийг гарган авах технологийн процесс нь ихэвчлэн азот болон аргон зэрэг инертийн хийн орчинд тусгаарлаж, өндөр температурт (1700 - 1800°C) хайлуулах замаар гүйцэтгэдэг[6, 7]. NdFeB соронзон материалууд нь нанометр, микрометрийн хэмжээтэй Nd₂Fe₁₄B мөхлөгүүд болон түүнийг тойрон хүрээлсэн Nd –аар баялаг соронзон биш фазуудаас тогтоно (зураг.1). Nd₂Fe₁₄B –ын мөхлөгийн хэмжээ нь ихэвчлэн 5-20 мкм бөгөөд нэг доманы 200нм критик утгаас олон дахин том байдаг. Гэхдээ тэр нь гарган авч буй аргуудаас хамааран өөр өөр бөгөөд огцом хөргөлтийн аргын хувьд 30-100нм байна.

Түүний гол фаз нь Nd₂Fe₁₄B юм. Nd₂Fe₁₄B –ын кристалл бүтэц нь тетрагонал, огторгуйн групп нь R42/mmm, торын параметр нь $a = 8.80\text{Å}$, $c = 12.19\text{Å}$, нягт нь 7.55г/см^3 байдаг. Зураг.2 –т Nd₂Fe₁₄B –н кристалл бүтцийг үзүүлэв[8]. NdFeB –ын гарган авах хэд хэдэн арга байдаг бөгөөд эдгээр аргуудын хувьд дээжний соронзон шинж чанар нь өөр өөр байна. NdFeB –ыг гарган авах түгээмэл аргуудын нэг бол вакуумд Nd₂Fe₁₄B –ын хайлшийг индукцээр хайлуулах замаар гарган авах арга юм.

Энэ аргад Nd-аар баялаг фаз болон α -Fe фазын хэмжээг их болгохгүйн үүднээс дээж гаргах процессийг хурдан хийх шаардлагатай бай-

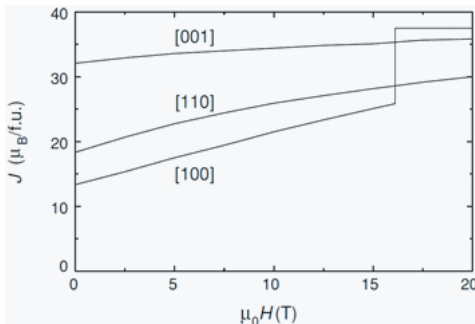
*E-mail: davaasambu@num.edu.mn

даг. Эхлээд холимог дээжийг нухаж том ширхэгтэй нунтаг дээжийг бэлтгэж дараа нь инертийн хийн орчинд $\sim 5\mu\text{m}$ хэмжээтэй болтол нь тээрэмддэг. Энд ихэнх ширхгүүд нь монокристалл байна. Дараагийн шат нь 1-2Т хүчтэй соронзон оронд оруулж соронзжуулан с тэнхлэгийн дагуу шахна. Хайлшийн дотоод хүчдэлийг багасгах зорилгоор 1100°C -т 1-2 цаг байлгасны дараа 600°C -т 1 цаг байлгадаг[5].



Зураг 2: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -ийн кристалл бүтэц

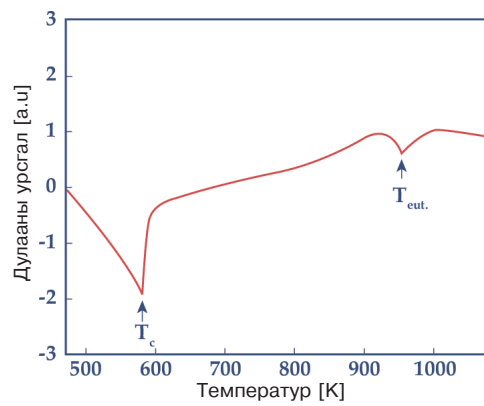
Соронзжилтыг хэмжихийн тулд дээжийг эхлээд парасоронзон төлөвөөс хөргөх замаар соронзон биш болгодог. Энэ аргаар жигд түгсэн домайн бүхий идеал соронзон биш төлөвийг гарган авч болно. Энэ аргаар гарган авсан домайны түгэлт нь дулаан боловсруулалтын аргаар гарган авсанаас чанарын хувьд муу боловч ялгаа нь бага байна.



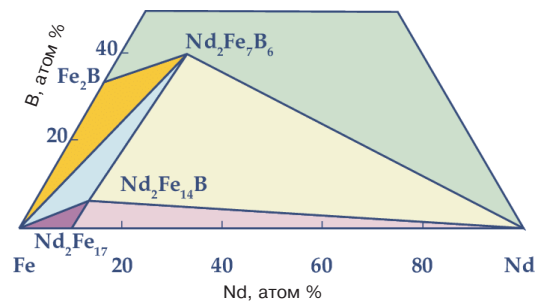
Зураг 3: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -ийн янз бүрийн чиглэл дэх соронзжилтын муруй

Статик соронзжилтын муруйг хэмжихдээ өгч байгаа соронзон орныг маш удаан, эсвэл алхам алхамаар ихэсгэх замаар нэмэгдүүлж хэмждэг. Ингэснээр соронзжилт нь соронзон орны утга бүрт тэнцвэрт байдалд ордог. $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ кристаллын соронзжилт нь чиглэлээс хамаарах бөгөөд зураг.3-т [100], [110] ба [001] тэнхлэгийн дагуух соронзжилтын муруйг харуулав.

Түүнчлэн дифференциал сканин калориметр (DSC) -ийн арга ашиглан $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -ын соронзон фазын шилжилтийн судалгааг хийж Кюри температурын утгыг $T_c = 585\text{K}$, холимог фаз болон Nd-ээр баялаг фазуудын хоорондох засварын температурыг $T_{eut} = 950\text{K}$ гэж тогтоосон байдаг бөгөөд хэмжилтийг зураг.4-т үзүүлэв.



Зураг 4: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -ын DSC-ийн хэмжилт: Дулааны урсгал, температурын хамаарал.



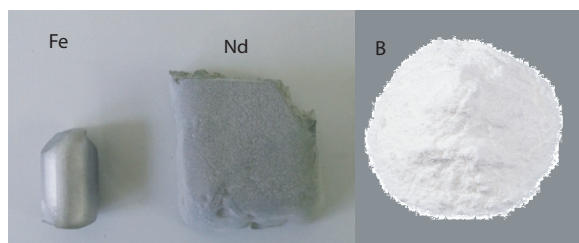
Зураг 5: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -ын фазын диаграмм.

Дифференциал сканин калориметрийн судалгааны үр дүнд тулгуурлан түүний фазын диаграммыг таамагласан байдаг. Фазын диаграммыг зураг.5-д үзүүлэв[9]. Эндээс харахад 920K -ээс дээш Nd-Fe-B -ын гурвалсан холимог шингэн фаз үүснэ.

Бид энэ ажлаар монгол орны төмрийн хүдэр, газрын ховор элементийн ордны түүхий эдэд суурилсан соронзон материал гарган авах боломжийг судлах, энэ төрлийн соронзон материал гарган авах зорилгоор неодим (Nd) болон төмөр (Fe) агуулсан соронзон материал $Nd_2Fe_{14}B$ -ыг гарган авах судалгааг хийж эхлүүлээд байна.

II. Туршилт

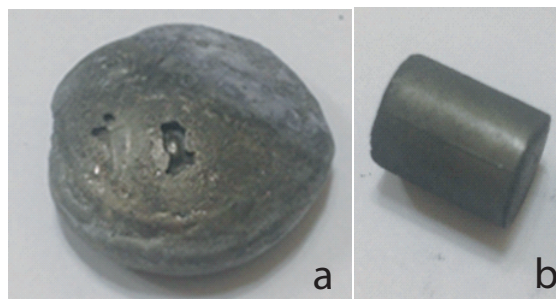
$Nd_2Fe_{14}B$ -ийг гарган авахдаа масс хадгалагдах хуулийн дагуу Nd:Fe:B дээжүүдийг 26.6837%: 72.3164%:0.9998% массын харьцаатайгаар хольж өндөр температур, даралтын нуман ниргэлгийн зуух (FZ-T12000)-д хайлуулж бэлтгэсэн. Туршилтад хэрэглэх төмөр (Fe), неодим (Nd), бор (B) -ийн дээжүүдийг зураг.6 -д үзүүлэв.



Зураг 6: Төмөр (Fe), Неодим (Nd), Бор (B) -ийн цэвэр дээжүүд.

Ингэхдээ бид 99.9%-ийн цэвэршилтэй бор (B) -оос 0.1069 грамм, 99.9% -ийн цэвэршилтэй төмөр (Fe)-өөс 7.2318 грамм, 99.5%-ийн цэвэршилтэй неодим (Nd)-аас 2.6713 грамм таслан авч дараах үйл явцын дагуу бэлтгэсэн. Үүнд: Бор нь нунтаг, бургисан дээж учраас онолын утгаас өндөр процентоор бэлтгэсэн ба цилиндр хэлбэртэй ган хэвэнд байрлуулж 5кПа даралтаар 15-20 минут шахаж дагтаршуулсан. Төмрийн дээжийг молибден утсан таслагчаар тасалж жижиглэсэн бөгөөд зэврэлт зэрэг бохирдлыг элс үлээгч болон хэт авиа (ultrasonic)-ны цэвэрлэгчээр давхар цэвэрлэсэн. Неодим нь хэврэг бутрамтгай чанартай хайлш бөгөөд төмөр таслагчаар жижиг хэсгийг тасалж аван агаарт исэлдэхээс хамгаалж трансформаторын тосонд хадгалсан. Неодимыг спирттэй хэт авианы цэвэрлэгчээр цэвэрлэсэн ба үргэлжлүүлэн спирттэй саванд хийж исэлдэхээс хамгаална. Бэлдсэн дээжүүдээ вакуум нуман ниргэлэгт зуухны жижиг тогоонд бор, неодим, төмөр гэсэн дарааллаар дээр дээрээс нь давхарлаж тавина. FZ-T12000 нуман ниргэлгийн зуух нь $\sim 10^{-3}$ Па эрэмбээс эхлэн 10^{-6} Па эрэмбэ хүртэл 99.999% цэвэршилттэй аргон хий бүхий вакуум орчин үүсгэх хүчин чадалтай бөгөөд аргон нь инерт хий учир, ниргэлгийн явцад ямар нэгэн исэлдэл, зэврэлт үүсгэхгүй юм. Зууханд байршуулсан дээжээ

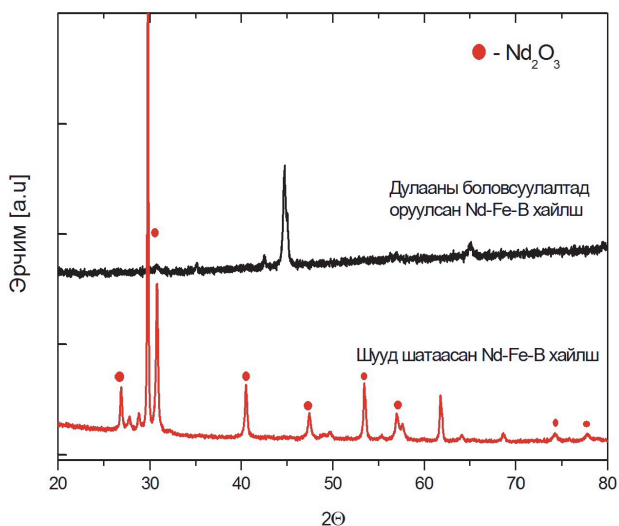
100А цахилгаан гүйдэл бүхий нуман ниргэлгээр 2-3 удаа бүх талаас нь тус бүр 5 минутын хугацаатайгаар хайлуулсан. Эндээс гаргаж авсан хайлшаа агаартай исэлдэхээс сэргийлж спирттэй саванд хийж хадгална. Хайлуулж бэлтгэсэн Nd-Fe-B-ийн хайлшийг зураг.7а-д үзүүлэв.



Зураг 7: а) Хайлуулж бэлтгэсэн Nd-Fe-B-ийн хайлш, б) хайлшийг нунтаглаад цилиндр хэвэнд шахаж дагтаршуулсан байдал

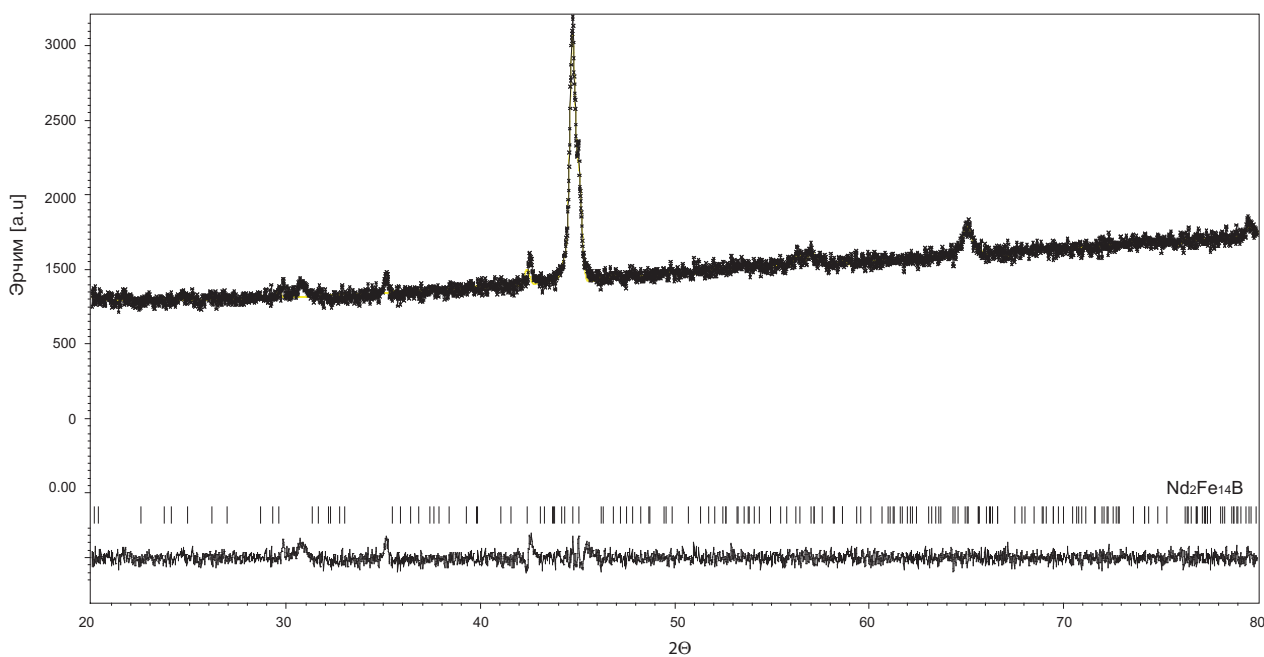
Хайлшийн гадаргууд нь солонгорсон нимгэн давхарга тогтсон байгаа нь тодорхой хэмжээгээр бохирдолт орсон байж болзошгүйг харуулж байна. Гарган авсан хайлшийг дараагийн боловсруулалт, хэмжилт туршилтад ашиглахын тулд нунтаглаж бэлтгэнэ. Нунтаглаж бэлтгэсэн хайлшийн нэг хэсгийг ~ 10 мм диаметр бүхий ган цилиндр хэвэнд хийж 8кПа даралтаар ~ 15 минут шахаж цилиндр хэлбэрт оруулж дагтаршуулав (зураг.7б). Дагтаршуулж шахсан дээжээ өндөр температурт тэсвэртэй кварцан хоолойд хийж нэг талаас нь битүүмжлээд нөгөө талыг нь вакуум насостой холбож дээж бүхий хоолойн агаарыг соруулаад дараа нь аргоны хийгээр дүүргэх замаар ~ 0.7 атм даралттай болтол аргон хий оруулж битүүмжилж бэлтгэнэ. Ингэж инерт хийн орчинд битүүмжилж бэлдсэн хайлшаа огцом хөргөлт хийх боломжтой усан ванн бүхий шатаах зууханд 6 цаг 30 минутын турш тасалгааны температураас 1100°C температур хүртэл шугаман өсгөлтөөр халааж, дараа нь 2 цаг 30 минутын турш 1100°C температурт тогтмол барьж байх горимоор хайлшаа дулааны боловсруулалтад оруулж улмаар дээжээ усан ваннд хийх замаар огцом хөргөв.

Шууд хольж шатаасан болон дулааны боловсруулалтанд оруулж огцом хөргөсөн NdFeB-ийн хайлшуудаа $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.5406\text{\AA}$) анод, Ni фильтр бүхий PW1830 рентген дифрактометр дээр $2\theta = 20 - 80^{\circ}$ мужид, 0.02° өнцгийн алхамтайгаар тасалгааны температурт хэмжиж, хэмжилтийн үр дүнг Jана2006 программ ашиглан боловсруулав. Хоёр дээжийн рентген дифракцын хэмжилтийн харьцуулсан үр дүнг зураг.8-д үзүүлэв.



Зураг 8: Шууд шатаасан болон дулааны боловсуулалтад оруулсан Nd-Fe-B хайлшны рентген дифракцын спектр

Рентген бүтцийн анализын шинжилгээний дүнгээс үзэхэд шууд Nd, Fe, В-ийг зохих харьцаагаар нь холиод нуман ниргэлгийн аргаар шууд шатаасан хайлш хувьд кристаллжилт сайтай боловч неодимаар баялаг неодим оксид (Nd_2O_3) давамгайлсан хүчтэй пикүүд илэрч байгаа нь дээж бэлтгэл болон боловсруулалтын явцад сайн холилдож нэгдээгүй, исэлдлийн бохирдол их байгаатай холбоотой. Харин дулааны боловсруулалтад оруулж огцом хөргөсөн NdFeB-ийн хайлш кристаллжилт муутай ч гэсэн $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -ийн пикүүд илэрч байна. Иймээс бид Jana2006 программ ашиглан Ритвельдийн аргаар $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ нунтаг дифракцийн өгөгдлийн сан (PDF)-ийн мэдээлэлтэй харьцуулан боловсруулалт хийсэн үр дүнг зураг.9 –т үзүүлэв. Ритвельдийн аргаар боловсруулалт хийж рентген дифракцын эрчмийн муруйтай тохируулга хийхэд $R_p=1.63$, $wR_p=2.13$, $G_oF=0.82$ утгатайгаар таарч байна. Гарган авсан $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ хайлшийн кристалл систем нь: тетрагонал, огторгуйн групп нь $P42/mnm$, торын параметр нь $a = 8.7226\text{\AA}$, $c = 12.0921\text{\AA}$ байгаа нь бусад ажлын үр дүнтэй сайн тохирч байна[8, 11].



Зураг 9: Дулааны боловсруулалтад оруулж, огцом хөргөсөн NdFeB хайлшийн $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ -н өгөгдлийн сангийн мэдээлэлтэй харьцуулан боловсруулалт хийсэн рентген дифракцын спектр

Бидний гарган авсан $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ материал нь микро хэмжээ бүхий мөхлөгүүдээс тогтох нунтаг дээж бөгөөд тэдгээр соронзон мөхлөгүүд эмх замбараагүй байрласан байх тул нийт соронзжилт

нь тэг байна. Иймээс үүнийг соронзжуулахын тулд гаднын хүчтэй соронзон оронд оруулж боловсруулалт хийх шаардлагатай. Иймээс өндөр температурт шатаагаад дулааны боловсруулал-

тад оруулж огцом хөргөн амжилттай гарган авсан $Nd_2Fe_{14}B$ хайлшийг 1.5Т хүчтэй соронзон оронд оруулж соронзжуулахыг зорьсон боловч дээжид соронзон туйлшралын анхдагч шинж чанарууд ажиглагдсангүй. Үүнийг хайлшийн кристаллжилт болон соронзжуулах гаднын соронзон орны үүсгүүрийн чадал хангалтгүй байсан гэх хоёр шалтгаантай гэж үзэж байна. Бид $Nd_2Fe_{14}B$ дээжийг гарган авах туршилтын ажлыг үргэлжлүүлэн хийж өмнөх боловсруулалтын зарим параметр болон хэмжээнүүдийг өөрчлөх замаар хангалттай соронзон шинж чанар бүхий дээж гарган авах ажлыг үргэлжлүүлэн гүйцэтгэж байна.

III. Дүгнэлт

Бид $Nd_2Fe_{14}B$ соронзон материалыг төмөр (Fe), неодум (Nd), бор (B)-ийн цэвэр нунтаг дээжийг 2:14:1 атомын харьцаатайгаар шууд холих замаар өндөр температурт нуман ниргэлгийн аргаар хайлуулж нэгтгээд, дараа нь 1100°C -т дулааны боловсруулалтад оруулж, огцом хөргөх арга ашиг-

лан гарган авах ажлыг амжилттай хийж гүйцэтгэв. Туршилтын үр дүнгээс үзэхэд эхлээд шууд хольж хайлуулсан хайлш нь дээж бэлтгэл болон боловсруулалтын явцад агаар, орчны нөлөөгөөр исэлдэж неодим оксид (Nd_2O_3) давамгайлсан фазууд үүссэн байна. Түүнийг инертийн хийн орчинд битүүмжилж дулааны боловсруулалтад оруулж, огцом хөргөсний дараа $Nd_2Fe_{14}B$ -ийн хайлш болж байгаа нь рентген бүтцийн анализын үр дүнгээс харагдаж байна. Цаашид $Nd_2Fe_{14}B$ -ийн хайлшийг цэврээр кристаллжилт сайтай гарган авах болон хүчтэй соронзон ашиглаж соронзжуулах ажлыг үргэлжлүүлэн гүйцэтгэж байна.

Талархал

Энэхүү судалгааны ажлыг хийж гүйцэтгэхэд санхүүгийн дэмжлэг үзүүлж "Газрын ховор элемент агуулсан соронзон материалын судалгаа"сэдэвт төслийг санхүүжүүлсэн Азийн судалгааны төв (ARC) –д талархал илэрхийлье.

-
- [1] Lucas, Jacques; Lucas, Pierre; Le Mercier, Thierry; et al. Rare Earths: Science, Technology, Production and Use. Elsevier. pp. 224–225, 2014
 - [2] Shah IA, Abbas T, Ullah Z, Najam ul Hassan, Rauf A, Ullah K, and Naseem S, Armenian Journal of Physics, Vol. 8, issue 4, pp. 185-190, 2015
 - [3] Liarr H, Gang S, and Erder W, Trans. Nonferrous Met. Soc. Vol 13(5), pp.1070-1075, 2003
 - [4] Haavisto M, Tuominen S, Santa-Nokki T, Kankaanpää H, Paju M, and Ruuskanen P, Advances in Materials Science and Engineering, Article ID 760584, 2014
 - [5] Terunobu Miyazaki, Hanmin Jin.; "The Physics of Ferromagnetism"Springer, Berlin, Heidelberg, 2012
 - [6] Collocott SJ, Dunlop JB, Lovatt HC and Ramsden VS, Rare-Earth Permanent Magnets: New Magnet Materials And Applications, CSIRO Division of Telecommunications and Industrial Physics, Lindfield,NSW, Australia, 2007
 - [7] Brown D, Bao-Min M, and Chen Z, J.MMM, 248, pp.432–440, 2002
 - [8] Jan F. Herbst, John J. Croat, and Frederick E. Pinkerton, Physical Review B, Volume 29, Number 7, 1984
 - [9] Masato Sagawa, Setsuo Fujimura, Hitoshi Yamamoto, and Yutaka Matsuura, IEEE Transactions on Magnetics, Volume 20, Issue 5, pp. 1584-1589 1984
 - [10] Sagawa.M, Fujimura.S, Togawa.N, Yamamoto.H and Matsuura.Y., Journal of Applied Physics, Vol. 55, No. 6, 2083-2087,1984
 - [11] Croat J.J., Herbst J.F., Lee R.W., Pinkerton F.E. 1984. High energy product NdFeB permanent magnets. Appl. Phys. Lett. 44, 148.