

МЕХАНИЧЕСКАЯ УСТОЙЧИВОСТЬ, УПРУГИЕ И ДИССИПАТИВНЫЕ СВОЙСТВА МАГНИТОЖЕСТКОГО МАТЕРИАЛА СИСТЕМЫ Nd-Fe-B В РАЗЛИЧНЫХ СТРУКТУРНЫХ СОСТОЯНИЯХ

П.А. Березняк, Г.Н. Малик, В.С. Оковит, В.И. Соколенко, Я.Д. Стародубов, Л.А. Чиркина

*ННЦ “Харьковский физико-технический институт”,
61108, Харьков, ул. Академическая, 1, Украина, ; E-mail: vsokol@kpt.kharkov.ua*

Исследовано влияние удельной плотности, а также знакопеременного сдвигового нагружения и малоинтенсивного ультразвукового воздействия на механические характеристики, упругие и диссипативные свойства магнитомягкого материала системы неодим-железо-бор, полученного по промышленной технологии. Изучены особенности изменения температурных зависимостей в интервале 77...560 К низкочастотного внутреннего трения и модуля сдвига в различных структурных состояниях. Показана корреляция температурных интервалов проявления пиков внутреннего трения и изменения модуля сдвига и установлены доминирующие механизмы, контролируемые диссипативные процессы. Наблюдаемое увеличение предела прочности после УЗВ связывается с релаксацией внутренних пиковых напряжений.

ВВЕДЕНИЕ

Магнитомягкий материал системы неодим-железо-бор, получаемый по методу порошковой металлургии, является сложным гетерогенным композитом. Структура его составляющих – кристаллитов и границ раздела – существенно влияет на комплекс физико-механических характеристик. Межфазные и межзеренные границы, как известно, формируются в процессе термомеханических обработок, составляющих технологический цикл изготовления материалов подобного типа, и являются местом, где сконцентрированы локальные микронапряжения. Значительный вклад в величину внутренних напряжений вносит существенная анизотропия физических свойств кристаллитов магнитной фазы. В частности, различие температурного хода коэффициентов термического расширения обуславливает возникновение термической компоненты полей внутренних напряжений при охлаждении магнитомягкого материала от температуры реакционного отжига до комнатной температуры. Негативная роль внутренних напряжений проявляется в снижении механической устойчивости. Поэтому изыскание способов снижения внутренних напряжений и склонности к хрупкому разрушению магнитомягкого керамического материала, представителя гетерогенных систем с сильной межзатомной связью, имеет как прикладной, так и фундаментальный интерес.

В настоящей работе стояла задача исследовать влияние структурных факторов, связанных с условиями изготовления (удельная плотность) и с последующими низкочастотными (сдвиговое знакопеременное деформирование) и высокочастотными (ультразвуковое облучение) механическими нагрузками, на механические характеристики, упругие и диссипативные свойства магнитомягкого материала системы неодим-железо-бор и выяснить возможность

увеличения его механической устойчивости после облучения малоинтенсивным ультразвуком. Эффективность ультразвукового воздействия (УЗВ) в подобном аспекте была ранее установлена для композита на основе нитрида Nb₃Sn [1] и для иттриевой ВТСП керамики [2].

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Массивные литые заготовки магнитомягкого материала были получены из двойной лигатуры РЗМ–железо на ПО ПХЗ. В заготовках содержалось ≈38 мас.% РЗМ, из них содержание дидима (смеси 90% Nd и 10% Pr) составляло 90 %, а церия – 5%. В сплав были введены до 3,5 мас.% Dy и Co в пределах 4,5...5 мас. %. Содержание бора – на уровне 1 мас. %. В структуре литого материала присутствуют дендриты основной магнитной фазы типа РЗ-М₂Fe₁₄B, между которыми находится структурная составляющая, обогащенная РЗМ по сравнению со средним содержанием. Слиток дробился на прессе до фракций 0,5 мм. Последующее измельчение фракций осуществлялось в среде этилового спирта на виброизмельчителе при соотношении «материал – шары» 115: в течение ≈20 мин. Затем производились отжим спирта из порошка на центрифуге, сушка на воздухе и протирка через сито с ячейкой 0,1 мм. Полученный порошок текстурировался в магнитном поле ~8 кЭ и прессовался в заготовки. Спекание заготовок осуществлялось при температурах 1310...1330 К течение 1...2 ч. Спеченные заготовки намагничивали в импульсном магнитном поле напряженностью 60...70 кЭ.

Образцы для механических испытаний и измерения внутреннего трения вырезали электроискровым способом в среде керосина из спеченных заготовок. Размеры образцов для механических испытаний и измерений внутреннего трения составляли 5×2,5×2,5 и 0,8×0,8×22 мм соответственно. Исследовались образцы трех типов. Их характеристики приведены в табл.1.

Величина предела прочности σ_B – одна из важнейших характеристик механической устойчивости материалов, склонных к хрупкому разрушению. В данной работе значения σ_B образцов в различных структурных состояниях определяли в условиях одноосного сжатия со скоростью 10^{-3} с^{-1} при комнатной температуре.

Внутреннее трение является структурно-чувствительным методом исследования дефектной структуры, фазового состава, структуры границ раздела, включая границы зерен, блоков, магнитных доменов. Измерения декремента затухания свободных крутильных колебаний δ и модуля сдвига $G \sim f^2$ проводили на установке [3] в интервале температур 77...560 К на частоте $f=0,3 \text{ Гц}$ в области амплитудно-независимого внутреннего трения с максимальной амплитудой деформации $5 \cdot 10^{-6}$.

Выяснение роли сдвиговых знакопеременных напряжений ($\tau_{max}=2,5 \text{ МПа}$) на модуль сдвига и диссипативные свойства проводили на образцах В-типа. Деформацию осуществляли на установке для внутреннего трения непосредственно перед измерением декремента затухания и модуля сдвига.

Ультразвуковому воздействию подвергались образцы Б - и В - типов. Обработку ультразвуком проводили на установке, описанной в работе [4]. Частота ультразвуковых колебаний составляла 18,5 кГц, а амплитуда $A_{УЗ}$ варьировалась в интервале 1...12 мкм, что соответствует значениям знакопеременного напряжения $\sigma_{УЗ}$ в интервале 4...48 МПа.

Контроль температуры образцов в процессе УЗВ и при измерении характеристик внутреннего трения осуществляли терпарой медь-константан с точностью 0,5 К.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Механические свойства. Ультразвуковая обработка образцов Б-типа осуществлялась при комнатной температуре. В табл.2 приведены характеристики прочности материала в различных состояниях.

Из табл.2 следует, что увеличение амплитуды УЗВ от 1 до 3 мкм практически не влияет на величину предела прочности образцов Б-типа. Существенное увеличение $\overline{\sigma_B}$ (~ на 20%) происходит после УЗВ в течение 20 мин с амплитудой 5 мкм. Наблюдаемый в этом случае эффект увеличения предела прочности свидетельствует о том, что уровень высокочастотных напряжений, соответствующих амплитуде 5 мкм, является достаточным для реализации релаксационных процессов в местах концентрации внутренних напряжений. Физической причиной реализации релаксационных процессов следует считать эффект поглощения энергии звуковой волны на границах разделов в силу различия объемной плотности тела зерна и границы. Кроме того, диссипация энергии ультразвуковых колебаний будет происходить на границах магнитных доменов, частично “запиннированных” на неоднородностях дефектной структуры и химического состава магнито-жесткого материала. Изменение продолжительности УЗВ в интервале 5...20 мин играет, вероятно, меньшую роль в силу того, что в указанном режиме механическое нагружение осуществляется в достаточно узкой области малоамплитудной усталости. В интервале экспозиций $\tau_{УЗ} = 5...20 \text{ мин}$ число циклов нагружения изменяется от $0,5 \cdot 10^7$ до $2 \cdot 10^7$. Ввиду того, что образцы после указанного числа циклов нагружения не только не разрушились, но и произошло увеличение механической устойчивости после максимальной экспозиции, можно полагать, что величина амплитуды ультразвуковых напряжений ниже предела усталости. Понятно, что в данном режиме УЗВ усталостные повреждения не могут конкурировать с процессами микросдвиговой релаксации внутренних напряжений.

Таблица 1

Условия получения и характеристики исследуемых образцов

Тип образца	Продолжительность спекания, ч	Удельная плотность, ρ , г/см ³	Остаточная индукция, V_c , кГс	Коэрцитивная сила, H_c , кЭ
А	1	6,97	6,1	11,0
Б	2	7,15	6,05	11,0
В	1	7,45	10,0	11,0

Таблица 2

Значения σ_B и усредненной величины предела прочности $\overline{\sigma_B}$ образцов Б-типа в исходном состоянии и после УЗВ при 300 К с различной амплитудой $A_{УЗ}$ и временем $t_{УЗ}$

Состояние	σ_B , МПа	$\overline{\sigma_B}$, МПа
Исходное	867, 900, 908, 910	896
$A_{УЗ} \approx 1 \text{ мкм}$, $t_{УЗ} = 5 \text{ мин}$	894, 900, 911, 950	913
$A_{УЗ} \approx 2...3 \text{ мкм}$, $t_{УЗ} = 5 \text{ мин}$	876, 891, 887, 891	886
$A_{УЗ} \approx 5 \text{ мкм}$, $t_{УЗ} = 20 \text{ мин}$	1090, 1120, 1100, 1050	1090

Отметим, что при механических испытаниях образцов в момент разрушения на мелкие фракции наблюдается свечение, природа которого может быть связана с ионизацией воздуха вследствие электростатического ускорения электронов в микрообъемах между разделившимися поверхностями с разорванными электронными связями, возникающими в процессе высокоскоростного раскрытия микротрещин.

Ультразвуковое облучение образцов В-типа осуществлялось в интервале температур $77 \leq T_{УЗ} \leq 473$ К. Значения σ_B и $\overline{\sigma}_B$ исходных и обработанных образцов этого типа приведены в табл.3. Из нее следует, что для образцов В-типа УЗВ в указанном интервале температур приводит к существенному уменьшению разброса значений σ_B (более чем в 2 раза) и увеличению (до 8%) $\overline{\sigma}_B$ после УЗВ при 77 К с $A_{УЗ} \cong 12$ мкм.

Таблица 3

Значения σ_B и $\overline{\sigma}_B$ образцов В-типа в исходном состоянии и после УЗВ при 77, 300 и 473 К с $\tau_{УЗ}=5$ мин и различными амплитудами

Состояние	σ_B , МПа	$\overline{\sigma}_B$, МПа
Исходное	1240, 1100, 1110, 1136, 1006	1118
$T_{УЗ}=77$ К, $A_{УЗ} \cong 12$ мкм	1132, 1220, 1263, 1242, 1132	1198
$T_{УЗ}=300$ К, $A_{УЗ} \cong 5$ мкм	1043, 1090, 1123, 1065, 1094	1083
$T_{УЗ}=473$ К, $A_{УЗ} \cong 5$ мкм	1058, 1038, 1022, 1028, 1054	1040

Исследование влияния длительности УЗВ на изменение механических характеристик было проведено на образцах Б-типа. Значения $\overline{\sigma}_B$ в зависимости от числа циклов ультразвукового нагружения N при $T_{УЗ}=300$ К показаны в табл.4.

Таблица 4

Значения $\overline{\sigma}_B$ образцов Б-типа в исходном состоянии и после УЗВ при $T_{УЗ}=300$ К с $A_{УЗ} \cong 12$ мкм в интервале числа циклов ультразвукового нагружения $9 \cdot 10^4 \leq N \leq 9,7 \cdot 10^6$

Состояние	$\overline{\sigma}_B$, МПа
Исходное	896
$N=9 \cdot 10^4$ цикл. ($\tau_{УЗ}=5$ с)	1040
$N=9 \cdot 10^5$ цикл. ($\tau_{УЗ}=50$ с)	820
$N=9,7 \cdot 10^6$ цикл. ($\tau_{УЗ}=9$ мин)	803

Из этой таблицы следует немонотонность (по сравнению с исходным значением) изменения $\overline{\sigma}_B$ в зависимости от числа циклов нагружения при УЗВ. После $N=9 \cdot 10^4$ цикл. ($\tau_{УЗ}=5$ с) наблюдается рост $\overline{\sigma}_B$ приблизительно на 20%. Отметим, что данный эффект увеличения $\overline{\sigma}_B$ сравним с эффектом после УЗВ с меньшей амплитудой ($A_{УЗ} \cong 5$ мкм), но большей экспозицией ($\tau_{УЗ}=20$ мин). Дальнейший

рост числа циклов ультразвукового нагружения в интервале $9 \cdot 10^5 \dots 9,7 \cdot 10^6$ вызывает значительное уменьшение предела прочности, достигающее при $N=9,7 \cdot 10^6$ циклов ($\tau_{УЗ}=9$ мин) приблизительно 11%. Можно полагать, что при данной амплитуде УЗВ увеличение $\overline{\sigma}_B$ после $N=9 \cdot 10^4$ циклов связано с устранением пиковых напряжений и снижением среднего уровня внутренних напряжений вследствие микросдвиговой релаксации. При увеличении N до $9 \cdot 10^5$ циклов интенсифицируются процессы накопления усталостных повреждений, которые, как известно, приводят к появлению микротрещин и снижению механической устойчивости материала [5]. Увеличение N до $9,7 \cdot 10^6$ циклов приводит к дальнейшему росту усталостных повреждений и, как следствие, снижению $\overline{\sigma}_B$.

Сравнение данных табл.2-4 показывает, что эффект усиления механической устойчивости магнито-жесткого материала системы Nd-Fe-B, обусловленный конкуренцией механизмов ультразвуковой релаксации внутренних пиковых напряжений и накопления усталостных повреждений, является сложной функцией характеристик исходного состояния материала, амплитуды и длительности ультразвукового воздействия.

Для выяснения механизмов влияния УЗВ на механические свойства Nd-Fe-B проведено изучение температурных зависимостей внутреннего трения и модуля сдвига.

Внутреннее трение и упругие модули образцов различной плотности. Изучение температурных зависимостей декремента затухания $\delta(T)$ и модуля сдвига $G(T)$ осуществляли в интервале температур 77...560 К. Исследовались образцы всех типов в исходном состоянии.

Для образцов А-типа ($\rho = 6,97$ г/см³) на температурной зависимости внутреннего трения в указанном температурном интервале обнаружены два максимума: при 200 и 520 К, причем пик при 520 К на порядок выше, чем при 200 К (рис.1,а, кривая 1). Пикам при 200 и 520 К соответствуют дефекты модуля сдвига (см. рис.1, б, кривая 1). Отметим, что зависимость $G(T)$ характеризуется протяженными участками, где модуль практически не изменяется, соединенными зонами размягчения модуля при нагреве в интервалах температур 200...210, 420...450 и 490...560 К. В температурных интервалах атермичности абсолютные значения модуля равны 42,3 (от 77 до 200 К); 41,5 (от 210 до 420 К) и 40,7 ГПа (от 450 до 490 К) соответственно.

Учитывая, что температура Кюри для Nd-Fe-B соответствует 536 К, по аналогии с измерениями внутреннего трения и упругих модулей в ферритах можно предположить, что выявленный в сплаве Nd-Fe-B пик при 520 К с одновременным размягчением модуля сдвига обусловлен магнитомеханическим гистерезисом [6,7]. С другой стороны, в этом температурном диапазоне возможно существенное поглощение сплавом водорода, которое, согласно [8], происходит наиболее интенсивно при 490...540 К.

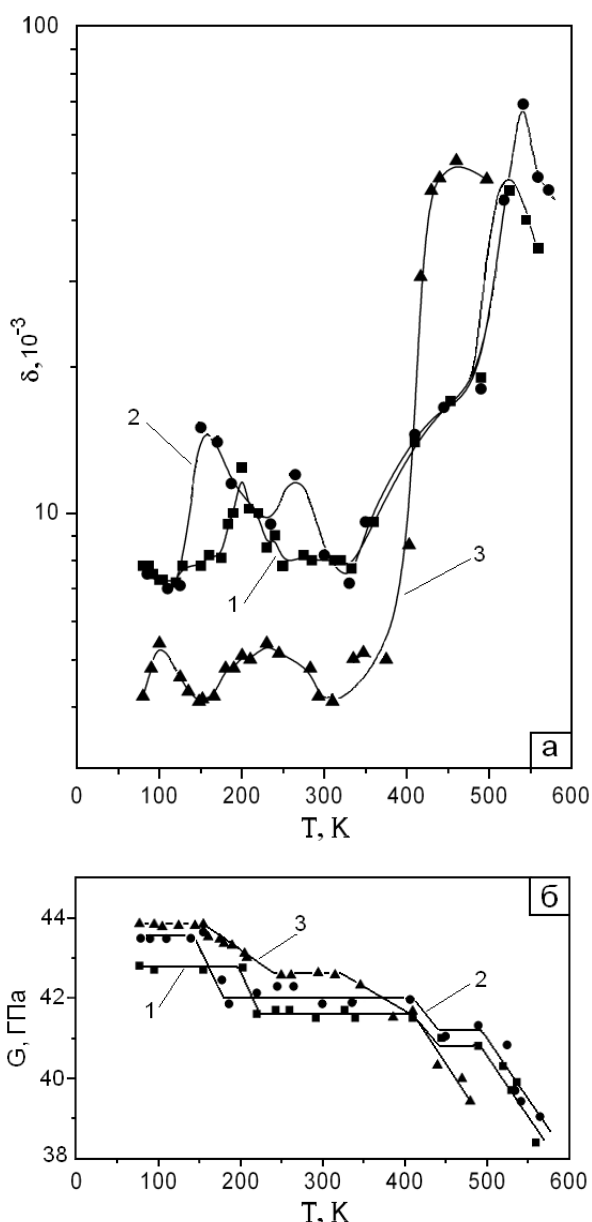


Рис. 1. Температурные зависимости декремента затухания δ (а) динамического модуля сдвига G (б) Nd-Fe-B в исходном состоянии с различной удельной плотностью. 1 – А-тип; 2 – Б-тип; 3 – В-тип образцов

Для более точного идентифицирования механизмов обнаруженных аномалий внутреннего трения в магнитожестком материале Nd-Fe-B необходимо было провести дополнительные исследования температурной зависимости внутреннего трения и модуля сдвига на образцах более высокой плотности. При измерении температурной зависимости декремента затухания на образцах Б-типа ($\rho = 7,15 \text{ г/см}^3$) обнаружены пики внутреннего трения при 150, 265 и 540 К (см. рис. 1, а, кривая 2) с такой же разницей по высоте максимумов, как и в случае образцов А-типа. Пикам внутреннего трения при 150 и 540 К соответствуют дефекты модуля сдвига, характеризующие размягчение G при повышении температуры (см. рис. 1, б, кривая 2). В температурных интервалах

77...160, 180...410 и 450...490 К модуль сдвига не зависит от температуры.

При исследовании образцов с наиболее высокой плотностью (В-тип, $\rho = 7,45 \text{ г/см}^3$) обнаружено два относительно слабых пика внутреннего трения при 100 и 230 К и высокий максимум при 460 К (см. рис. 1, а, кривая 3). По сравнению с материалом с более низкой плотностью (Б-тип, $\rho = 7,15 \text{ г/см}^3$) зависимости $\delta(T)$ качественно подобны, однако в случае повышенной плотности заметно снижается фон внутреннего трения, и все пики смещаются в сторону низких температур. Характерно, что высота пика в области 400...560 К максимальна для образцов Nd-Fe-B с $\rho = 7,15 \text{ г/см}^3$ (Б-тип).

Модуль сдвига образцов В-типа (см. рис. 1, б, кривая 3) не зависит от температуры в интервалах 80...150 и 250...320 К, монотонно снижается в интервалах 150...250 и 320...410 К и резко размягчается при $T > 410 \text{ К}$, что совпадает с началом высокотемпературного пика внутреннего трения и подтверждает корреляцию изменения модуля сдвига с проявлением максимума внутреннего трения.

Поскольку интенсивность процесса, развивающегося в интервале 400...560 К, определяющая высоту максимума в этом диапазоне температур, не имеет прямой зависимости от удельной плотности материала, можно заключить, что основным механизмом наблюдаемой диссипации энергии является не поглощение водорода, а магнитомеханический гистерезис, ярко проявляющийся в ферритах [6,7].

Влияние сдвиговых знакопеременных напряжений на характеристики внутреннего трения и упругих модулей. Изучение влияния сдвиговых знакопеременных напряжений на температурную зависимость декремента затухания свободных крутильных колебаний и модуля сдвига Nd-Fe-B в области 77...560 К проводилось на образцах В-типа. При каждой температуре перед измерением $\delta(T)$ и $G(T)$ образец деформировался наложением упругих знакопеременных нагрузок с максимальным сдвиговым напряжением, равным 2,5 МПа, что существенно меньше предела текучести материала. При измерении $\delta(T)$ обнаружено два острых пика внутреннего трения с максимумами при 230 и 380 К (рис. 2, а, кривая 2). Из сопоставления этих данных с данными, характеризующими зависимость $\delta(T)$ для исходного состояния (см. рис. 2, а, кривая 1), видно, что поле сдвиговых знакопеременных напряжений вызвало повышение вдвое фона внутреннего трения, в пять раз высоты пика при 230 К при неизменности температуры максимума, рост вдвое высоты крайнего правого пика и смещение температуры его максимума на $\approx 80 \text{ К}$ (с 460 до 380 К).

Пикам внутреннего трения соответствуют дефекты модуля сдвига, причем дефект модуля, связанный с высокотемпературным пиком, при наличии сдвиговых напряжений достигает 25% (см. рис. 2, б, кривая 2), а в исходном состоянии (при $\tau = 0$) $\Delta G = 9\%$ (см. рис. 2, б, кривая 1). Общее размягчение модуля сдвига в диапазоне 80...560 К при $\tau = 2,5 \text{ МПа}$ составляет 45% (кривая 2), а при $\tau = 0$ не превышает 11% (кривая 1).

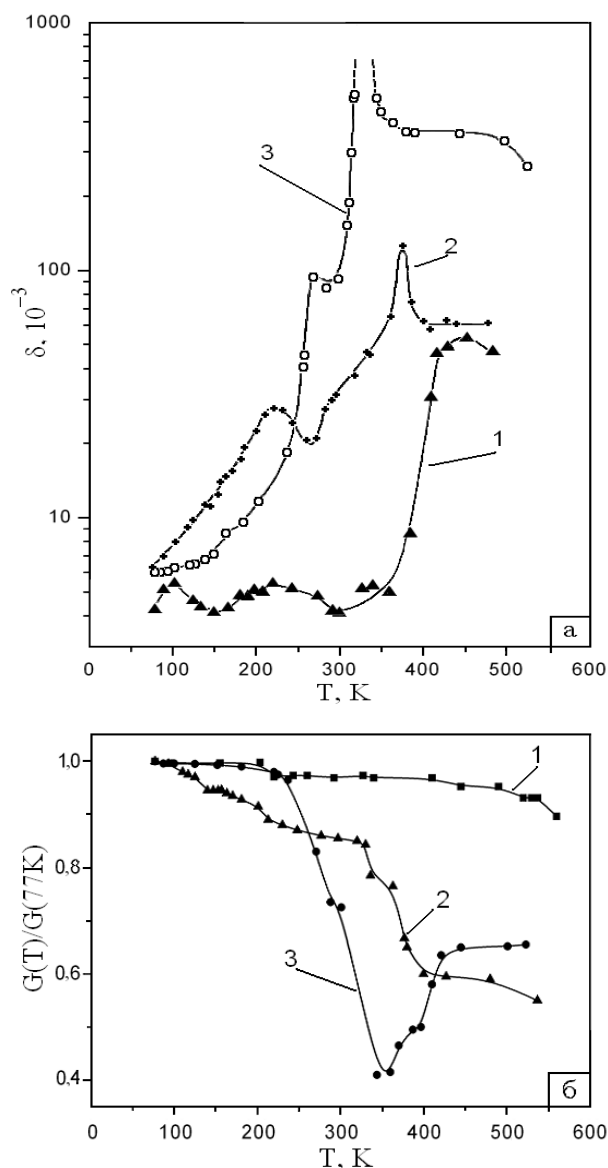


Рис.2. Температурные зависимости декремента затухания δ (а) и нормированного динамического модуля сдвига $G(T)/G(77\text{ K})$ (б) образцов В-типа в исходном состоянии (1), после сдвиговой деформации с $\tau = 2,5$ МПа (2) и после ультразвукового воздействия при $T = 300$ К (3)

Приведенные выше данные свидетельствуют, что упругие сдвиговые знакопеременные напряжения увеличивают диссипацию энергии крутильных колебаний с одновременным существенным “размягчением” характеристик упругости материала и смещают температурный интервал высокотемпературного пика в сторону низких температур. Можно утверждать, что дополнительное затухание механических колебаний в ферромагнетике системы Nd-Fe-B обусловлено потерей части запасенной в образце механической энергии на необратимые смещения границ доменов, что возможно в ферромагнетиках и при отсутствии результирующей намагниченности [5]. Таким образом, приведенные данные подтверждают высказанное предположение о том, что причиной возникновения пика внутреннего трения в Nd-Fe-B в области 300...560 К является магнитомеханический гистерезис.

Влияние УЗВ на диссипацию энергии крутильных колебаний и модуль сдвига. Исследование температурной зависимости внутреннего трения $\delta(T)$ и модуля сдвига $G(T)$ проводилось на образцах В-типа. Измерение $\delta(T)$ и $G(T)$ осуществлялось после ультразвукового воздействия, проведенного по режиму: $f = 18,5$ кГц, $\sigma_{УЗ} = 19,0$ МПа, $T_{УЗ} = 300$ К, $t_{УЗ} = 5$ мин. Зависимости $\delta(T)$ и $G(T)$ для образцов, прошедших УЗВ, показаны на рис.2, а (кривая 3) и б (кривая 3) соответственно. Полученные данные сопоставлялись с характеристиками материала в исходном состоянии и после предварительной деформации сдвиговыми знакопеременными напряжениями с частотой 0,9 Гц и с максимальной амплитудой напряжений $\tau = 2,5$ МПа.

Из кривых (см. рис. 2) видно, что качественные характеристики измеряемых параметров после УЗВ и приложения сдвиговых знакопеременных напряжений аналогичны. Это – наличие двух пиков внутреннего трения и соответствующих им дефектов модуля, рост фона внутреннего трения, увеличение высоты пиков, смещение максимума высокотемпературного пика $\delta(T)$ в сторону низких температур, заметное увеличение степени размягчения модуля сдвига. Однако степени изменения этих параметров различны для примененных видов воздействия. Количественные характеристики изменения параметров зависимости $\delta(T)$ и $G(T)$ для образцов Nd-Fe-B, подвергнутых УЗВ и предварительному сдвиговому знакопеременному нагружению, приведены в табл. 5.

Из приведенных данных следует, что в области 280...400 К, где в ферритах реализуется магнитомеханический гистерезис [5,7], наблюдается размягчение модуля сдвига существенно большее для образцов, прошедших УЗВ, чем для образцов, подвергнутых сдвиговой знакопеременной деформации. Максимальное размягчение модуля сдвига после УЗВ (на ~55%) фиксируется при нагреве материала до 380 К, тогда как после знакопеременной сдвиговой деформации составляет ~25%. Однако при дальнейшем повышении температуры зависимости $G(T)$ для двух типов воздействий качественно различны: после УЗВ модуль сдвига растет, а после сдвиговой знакопеременной деформации – падает (см. рис.2,б). При нагреве материала до 560 К падение модуля сдвига после УЗВ составляет ~33 % против 45 % после знакопеременной сдвиговой деформации.

Важно отметить, что для Nd-Fe-B после УЗВ абсолютная величина модуля сдвига при 77 и 300 К больше, а размягчение его при $T > 450$ К меньше, чем после сдвигового знакопеременного нагружения, что подтверждает данные механических испытаний, приведенные выше, об усилении механической устойчивости после УЗВ. Однако диссипация энергии крутильных колебаний существенно возрастает после УЗВ по сравнению со сдвиговой знакопеременной нагрузкой. Особенно резко этот эффект проявляется в области высокотемпературного пика, который идентифицируется как магнитомеханический гистерезис, даже в случае отсутствия результирующей намагниченности.

Изменение температурной зависимости внутреннего трения и модуля сдвига Nd-Fe-B

Измеряемые параметры	Исходное состояние	После сдвиговых знакопеременных нагрузжений	После УЗВ
Фон внутреннего трения	условная единица	увеличивается в 2 раза	увеличивается в 1,5 раза
Температура максимума НТ пика внутреннего трения	100, 230 К	230 К	260 К
Высота низкотемпературного пика	условная единица	увеличивается в 5 раз	увеличивается в 15 раз
Температура максимума высокотемпературного пика	460 К	380 К	340 К
Высота высокотемпературного пика	условная единица	увеличивается в 2 раза	увеличивается более чем в 20 раз
Модуль сдвига (ГПа) при 77 К	42,8	46,2	54,2
Модуль сдвига (ГПа) при 300 К	41,5	38,0	40
Дефект модуля в области высокотемпературного пика	9%	25%	55%
Размягчение модуля при нагреве до 450 К	11%	45%	33%

По данным [5] в ферритах наблюдается два релаксационных пика внутреннего трения при температурах ~ 100 и ~ 320 К, которые связывают с наличием ионов железа и марганца разной валентности. Кроме того, высказывается мнение, что низкотемпературный пик на зависимости $\delta(T)$ в ферритах обусловлен торможением движения границ доменов при электронных переходах между ионами железа разной валентности [5]. Существует также предположение [8], что высокотемпературный пик внутреннего трения в марганец-цинковых ферритах, измеренный на низких (~ 1 Гц) частотах, обусловлен упорядочением в поле напряжений комплексов Mn^{+++} - катионная вакансия, расположенных в октаэдрических позициях. Однако конкретный механизм магнитомеханического гистерезиса, приводящего к пикам внутреннего трения на зависимостях $\delta(T)$, в настоящее время не установлен.

Поведение зависимостей $\delta(T)$ и $G(T)$ в интервале температур 77...560 К (см. рис.2) дает основание для Nd-Fe-B выделить три температурные области, отличающиеся по характеру диссипации энергии и изменению модуля сдвига в знакопеременных силовых полях. Расположение этих областей на шкале температуры зависит от структурного состояния материала, создаваемого различными предварительными воздействиями.

Можно полагать, что в первой области (77...160 К) основным механизмом микропластичности магнитожесткого материала Nd-Fe-B является релаксация упругих напряжений в результате миграции точечных дефектов и их комплексов и взаимодействия их с другими структурными и деформационными дефектами. Поэтому, влияя предварительной обработкой на концентрацию и спектр линейных и точечных дефектов в указанном температурном интервале, можно целенаправленно изменять физико-механические характеристики материала. Используемые в данной работе виды предварительного воздействия на структурный фактор магнито-

жесткого материала различны по частоте (18,5 кГц и 0,9 Гц), амплитуде (19,0 и 2,5 МПа) и времени воздействия (5 мин и 5 с) – при УЗВ и знакопеременных сдвиговых деформациях соответственно. Отличается также эпюра напряжений в объеме материала. При УЗВ материал подвергается однородным по всему объему знакопеременным осевым напряжениям типа растяжение-сжатие. При знакопеременных деформациях кручением в материале возникают сдвиговые напряжения в плоскостях, перпендикулярных оси образца. Значения этих напряжений минимальны вблизи оси и максимальны на поверхности образца.

Согласно [9-12] релаксирующее УЗВ, особенно при низких температурах, приводит к изменению спектра дефектов кристаллической структуры за счет заметного повышения концентрации точечных дефектов вакансионного типа. Для магнитожесткого материала Nd-Fe-B характерна анизотропия физических свойств кристаллитов магнитной фазы, обуславливающая возникновение внутренних напряжений при охлаждении от температуры реакционного отжига. Кристаллографическая анизотропия скорости звука будет приводить к частичной диссипации энергии ультразвуковой волны при прохождении фронта смещений через границы кристаллитов и межфазные границы. Поэтому после малоинтенсивного УЗВ, используемого в данной работе, структура Nd-Fe-B характеризуется сниженным уровнем внутренних напряжений, отсутствием пиковых напряжений, наличием избыточной концентрации точечных дефектов и их комплексов.

Сдвиговые знакопеременные напряжения в указанном выше режиме в отличие от УЗВ, мало меняя концентрацию точечных дефектов, вызывают смещение максимума спектра линейных дефектов в сторону длиннопетлевых дислокаций, повышая их плотность. В результате в области 77...160 К максимальная диссипация энергии при измерении внутреннего трения и падение модуля сдвига обнаружи-

ваются на образцах Nd-Fe-B, прошедших предварительное знакопеременное нагружение (см. рис.2, кривая 2). В то же время максимальное повышение прочности материала наблюдается после реализации предварительного УЗВ при 77 К в оптимальном режиме.

При повышении температуры измерения внутреннего трения выше 160 К меняется преобладающий механизм диссипации энергии крутильных колебаний в Nd-Fe-B. Доминирующим в изменении характера диссипации механической энергии в области 160...400 К становится механизм, обусловленный развитием магнитомеханического гистерезиса в магнито жестких материалах [5,6]. Проявляется этот процесс в виде пиков на зависимостях $\delta(T)$ и значительных дефектов модуля на кривых $G(T)$ в интервалах 200...360 К (после УЗВ), 160...400 К (после знакопеременной сдвиговой деформации) и 380...480 К (для исходного состояния материала). При этом следует иметь в виду, что магнитомеханический гистерезис связан со смещением или вращением границ доменов, разориентация которых составляет $\pi/4$, и величина эффекта зависит от напряжения и требует для необратимого смещения доменной стенки (скачка Баркгаузена) времени порядка 10^{-6} с [13].

Исходя из сказанного и учитывая разницу в частотно-силовом различии нагружения при УЗВ и знакопеременной сдвиговой деформации, становится понятным, почему после УЗВ наблюдается существенно большая диссипация энергии крутильных колебаний и значительно большее размягчение модуля, чем после небольших сдвиговых деформаций (см. рис. 2). В то же время эффективность УЗВ в этом температурном интервале для повышения прочности материала согласно [12,13] должна зависеть от оптимального сочетания амплитуды и времени УЗ-обработки, что подтвердилось результатами эксперимента (см. табл.2, 3). Лучшими режимами УЗВ при 300 К для образцов Nd-Fe-B разной плотности оказались: $A_{УЗ}=5$ мкм, $t_{УЗ}=20$ мин (Б-тип, $\rho=7,15$ г/см³) и $A_{УЗ}=12$ мкм, $t_{УЗ}=5$ мин (В-тип, $\rho=7,45$ г/см³).

Можно полагать, что наблюдаемое изменение характеристик внутреннего трения и упругих модулей, обусловленное увеличением концентрации точечных дефектов в процессе УЗВ и их перераспределением в объёме магнетика, изменяет структуру границ магнитных доменов, увеличивая их подвижность. Альтернативным механизмом увеличения подвижности этих стенок может быть снижение внутренних пиковых напряжений, частично «пиннинговых» исходную магнитную структуру.

Третья температурная область, где снова происходит смена преобладающего механизма диссипации энергии, изменения модуля сдвига и прочностных характеристик Nd-Fe-B в разных структурных состояниях – это интервал 360...560 К (после УЗВ), 400...560 К (после знакопеременной сдвиговой деформации) и 480...560 К (для исходного состояния). Наиболее резкие изменения модуля сдвига в этой области температур наблюдаются после УЗВ (подъём модуля и выход зависимости $G(T)$ на плато). Для

материала, прошедшего знакопеременную сдвиговую деформацию, характерен обычный температурный ход $G(T)$. Можно предполагать, что тепловая активация в этой области достаточна для развития процессов динамического возврата в предварительно деформированном материале. Именно это может быть причиной снижения механической устойчивости Nd-Fe-B после УЗВ при 473 К.

ВЫВОДЫ

Выполнены комплексные исследования влияния структурных факторов, связанных с условиями изготовления (удельная плотность) и с последующими низкочастотными (сдвиговое знакопеременное деформирование) и высокочастотными (ультразвуковое облучение) механическими нагрузками, на механические характеристики, упругие и диссипативные свойства магнито жесткого материала системы неодим-железо-бор.

Изучены температурные зависимости в интервале 77...560 К декремента затухания δ и динамического модуля сдвига G материала с удельной плотностью $\rho=6,97; 7,15$ и $7,45$ г/см³. На кривых $\delta(T)$ обнаружены пики, высота и расположение на температурной шкале которых зависят от удельной плотности. Этим пикам соответствуют дефекты модуля сдвига, абсолютные значения которого увеличиваются с ростом ρ .

Проведено сравнение влияния малоинтенсивного ультразвукового воздействия ($f=18,5$ кГц, $\sigma_{УЗ}=19$ МПа, $t_{УЗ}=5$ мин) и знакопеременной сдвиговой деформации ($f=0,9$ Гц, $\tau=2,5$ МПа, $t_{УЗ}=5$ с) на характер кривых $\delta(T)$ и $G(T)$ материала с $\rho=7,45$ г/см³. Установлено, что положение максимума высокотемпературного пика после УЗВ смещается от 460 до 340 К, и высота пика увеличивается более чем в 20 раз, тогда как после сдвиговой деформации высота пика увеличивается в ~ 2 раза, а положение максимума пика смещается от 460 до 380 К. Размягчение динамического модуля сдвига в области высокотемпературного пика внутреннего трения после УЗВ и сдвиговой деформации составляет ~ 55 и $\sim 25\%$ соответственно.

Из характера зависимостей $\delta(T)$ и $G(T)$ в различных структурных состояниях следует, что в интервале температур 77...560 К существуют три области, отличающиеся преимущественным механизмом, контролирующим изменение упругих и диссипативных свойств: 77...160 К – релаксация напряжений и перестройка структурных и деформационных дефектов, 160...400 К – механизм, связанный с магнитомеханическим гистерезисом; 400...560 К – активная стадия динамического возврата.

Исследовано влияние температуры, продолжительности и амплитуды УЗВ в интервалах 77...473 К, 5 с...20 мин и 1...12 мкм соответственно на механическую устойчивость материала различной плотности. Наблюдаемые изменения предела прочности после УЗВ являются результатом конкуренции процессов релаксации внутренних напряжений и накопления усталостных повреждений. Показано, что УЗВ при 300 К с амплитудой 5 мкм и длительностью 20 мин приводит к росту предела прочности

материала с $\rho = 7,15 \text{ г/см}^3$ на 20 % вследствие протекания релаксационных процессов на границах кристаллитов и межфазных границах.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г.Н. Малик, В.И. Соколенко, Я.Д. Стародубов, М.А. Тихоновский, М.М. Олексенко. Влияние ультразвукового воздействия на механические свойства и T_c композита на основе Nb_3Sn // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: «Ядерно-физические методы исследования (Теория и эксперимент)»*. 1992, в.2(23), с.64-66.
2. V.I. Sokolenko, Ya.D. Starodubov, G.N. Malik et. al. Effect of ultrasonic irradiation on superconductivity and mechanical properties of the Nb_3Sn -based composite // *Cryogenics*. 1992, v.32, ICMC Suppl., p.637-640.
3. И.А. Гиндин, В.И. Коваленко, В.С. Оковит, Я.Д. Стародубов, Л.А. Чиркина. Установка для измерения низкочастотного внутреннего трения и модулей упругости в интервале температур 10-1100 К // *Заводская лаборатория*. 1970, т.32, с.1397-1399.
4. А.В. Кулемин. *Ультразвук и диффузия в металлах*. М.: «Металлургия», 1978.
5. В.С. Постников. *Внутреннее трение в металлах*. М.: «Металлургия», 1974, 350 с.
6. А.А. Албутов, Л.С. Яковлев, В.П. Трифонов и др. *Тезисы докладов Всесоюзной конференции по постоянным магнитам*. Суздаль, 1991, с.27.
7. К.П. Белов. *Упругие, тепловые и электрические явления в ферромагнетиках*. М.: «Металлургия», 1957, 254 с.
8. А.М. Донец, В.С. Постышев, С.К. Турков. Влияние термической обработки на внутреннее трение марганец-цинковых ферритов // *ФХОМ*. 1970, №2, с.114-120.
9. И.А. Гиндин, О.И. Волчок, И.М. Неклюдов. Релаксация внутренних напряжений в кремнистом железе под действием ультразвуковых колебаний. // *ФТТ*. 1975, т.17, в.3, с.655-657.
10. О.И. Волчок, И.А. Гиндин, Л.А. Корниенко, И.М. Неклюдов, А.А. Николаенко. Влияние ультразвукового воздействия на механические свойства и структуру стали 15Х2МФА // *Проблемы прочности*. 1982, №4, с.122-125.
11. И.А. Гиндин, Л.А. Чиркина, О.И. Волчок, А.Л. Донде. Влияние ультразвукового воздействия на рекристаллизацию ванадия, деформированного двойникованием // *ФТТ*. 1984, т.26, в.6, с.1834-1836.
12. О.И. Волчок, Г.Н. Малик, В.С. Оковит, Л.А. Чиркина // Исследование процессов ультразвуковой релаксации в сплаве ниобий-титан. // *ВАНТ. Серия: «Ядерно-физические методы исследования (Теория и эксперимент)»*. 1989, в.7(7), с.40-42.
13. И.В. Кекало, Б.Г. Лифшиц. Отрицательный ΔG – эффект и магнитное внутреннее трение никеля в зависимости от температуры // *ФММ*. 1962, т.14, с.223-230.
14. А. Качард. *Магнитные свойства металлов и сплавов*. М.: Изд-во иностр. лит-ры, 1961, 328 с.

МЕХАНІЧНА СТІЙКІСТЬ, ПРУЖНІ І ДИСИПАТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ МАГНІТОЖОРСТКОГО МАТЕРІАЛУ СИСТЕМИ Nd-Fe-B В РІЗНИХ СТРУКТУРНИХ СТАНАХ

П.О. Березняк, Г.Н. Малік, В.С. Оковит, В.І. Соколенко, Я.Д. Стародубов, Л.О. Чіркаїна

Досліджено вплив питомої густини, а також знакозмінного зсувного навантаження і малоінтенсивної ультразвукової дії на механічні характеристики, пружні і дисипативні властивості магнітотвердого матеріалу системи неодим–залізо–бор, який одержано по промисловій технології. Вивчено особливості зміни температурних залежностей в температурному інтервалі 77...560 К низькочастотного внутрішнього тертя і модуля зсуву в різних структурних станах. Показана кореляція температурних інтервалів проявлення піків внутрішнього тертя і зміни модуля зсуву і з'ясовано домінуючі механізми, що контролюють дисипативні процеси. Збільшення межі міцності, яке спостерігається після ультразвукової дії, зв'язується з релаксацією внутрішніх пікових напружень.

MECHANICAL STABILITY, ELASTIC AND DISSIPATIVE PROPERTIES OF MAGNETICALLY HARD MATERIAL OF SYSTEM Nd-Fe-B IN DIFFERENT STRUCTURE STATES

P.A.Bereznyak, G.N.Malik, V.S.Okovit, V.I.Sokolenko, Ya.D.Starodubov, L.A.Chirkina

The influence of specific density, and also alternative shear loading and low-intensive ultrasonic action on mechanical characteristics, elastic and dissipative properties of hard magnetic material of system neodymium-iron-boron, obtained by industrial technology is investigated. The features of temperature dependences change in temperature range 77...560 K of low-frequency internal friction and shear modulus in various structural conditions are studied. The correlation of temperature ranges of display for peaks of internal friction and change of shear modulus

is shown and the dominant mechanisms controlling dissipative processes are determined. Observed increase of ultimate strength after ultrasonic action is caused by relaxation of interior peak stresses.