

钕铁硼磁粉 HDDR 工艺各向异性生成机理研究

于濂清¹, 刘 科¹, 张亚萍², 朱海丰²

(1. 中国石油大学(华东)材料科学与工程学院, 山东 青岛 266500)

(2. 中国石油大学(华东)理学院, 山东 青岛 266500)

摘 要: 对钕铁硼速凝薄带进行“氢化-歧化-脱氢-复合”(hydrogenate-dismutate-dehydrogenize-recombination, HDDR)工艺处理,研究了歧化时间、脱氢压力对 HDDR 磁粉磁性能的影响及磁各向异性的产生机理。通过 XRD 对其进行物相表征, SEM 观察微观形貌及磁性能测试。结果表明:歧化时间决定了 HD 工艺后磁粉材料中歧化相和残余母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$ 的含量,残余母相能够更好地将母相的织构信息传递下去,使得新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 有很强的 c 轴织构,磁粉在歧化时间为 40 min 时各向异性程度(DOA)达到最佳,DOA=0.55。而脱氢压力主要作为晶体生长的驱动力,压力在 0.01 MPa 时驱动力过大,导致脱氢之后晶粒生长方向随机, c 轴织构不明显,生成的新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的各向异性较弱;磁粉在脱氢压力为 0.03 MPa 时各向异性得到显著增强,DOA=0.53。

关键词: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 速凝薄带;歧化时间;脱氢压力;各向异性

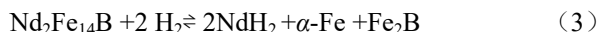
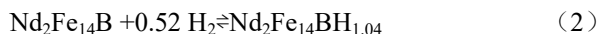
中图法分类号: TM273

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)11-3867-06

Nd-Fe-B 基永磁体在所有类型的永磁体中具有最大的磁能,已用于风力涡轮机和混合动力/电动汽车各个领域。目前,使用最广泛的粘结钕铁硼磁体均是各向同性钕铁硼磁体,就性能而言,各向同性粘结钕铁硼磁体的剩磁 B_r 与最大磁能积 $(BH)_{\max}$ 理论上不足各向异性粘结磁体的一半。Dy/Tb 元素的加入可以大大提高 NdFeB 磁体的各向异性^[1-3],但 Dy/Tb 元素的高成本和稀缺性使其不可持续和缺乏竞争力。

已有研究表明^[4-7],不添加 Dy/Tb 的情况下,氢化-歧化-脱氢-复合(HDDR)工艺也可以提高磁粉的各向异性程度。在 HDDR 工艺处理过程中, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 大晶粒在高温环境下与 H_2 发生歧化反应生成 3 种歧化相(NdH_2 、 $\alpha\text{-Fe}$ 、 Fe_2B),如(1)~(3)反应^[8-13]。



当在高温真空环境中发生脱氢反应时,3 个反应朝逆方向进行,使歧化相重组为新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 。经 HDDR 工艺处理后,粗大的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 柱状晶粒被细化成细小等轴状晶,原先呈聚集状态的富 Nd 相均匀的分布于晶界处;新生成的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒的晶粒尺寸接近单畴尺寸,并有很强的各向异性。

HDDR 磁粉 c 轴取向机制一直是人们的关注热点,

普遍认为:经 HDDR 工艺处理后生成的新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的织构信息来源于母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ^[14-21]。织构信息通过中间亚稳相或歧化相传递,传递过程受到 HDDR 工艺的影响,进而影响新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的磁性能和各向异性,尤其是歧化和脱氢阶段^[22-24]。Yi^[25]和 Tomida^[26]指出歧化反应产物中存在新硬磁相保留了母相合金晶粒取向,使得再结合的晶粒具有各向异性。Nakamura 等人^[14]提出了记忆位点的存在有助于保持 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 初始大颗粒的 c 轴方向:晶体织构来源于母相晶粒取向的一种记忆,保留该取向的区域充当了理论中的记忆点。Tomida 等人^[18]进一步提出影响 HDDR 磁粉 c 轴取向的记忆位点可能是未分解的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 。Takizawa 等^[27]为了更直观的研究 HDDR 磁粉取向信息的变化情况,利用电子背散射衍射(EBSD)和进动电子衍射(PED)研究了 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 合金 HDDR 过程中的微观结构变化和晶体取向信息。Kim 等^[28]观察了 HDDR 工艺处理的钕铁硼磁体中织构的演变过程,结果表明 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒在处理前后拥有相同织构,初始 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的 c 轴与重组的 c 轴相匹配。虽然他们都提出 HDDR 磁粉的各向异性与母相钕铁硼有关系,但并没有说明 HDDR 工艺对磁粉各向异性的影响。Liu 等^[29]发现当氢压高于临界氢压时,制备的钕铁硼磁粉结构变差,得到各向同性的钕铁硼磁粉。因此,HDDR 磁粉的取向信息与母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 有着紧密关系,存在的记

收稿日期: 2023-04-11

基金项目: 山东省自然科学基金(ZR2020ME010); 青岛市科技发展计划(22-3-7-cspz-9-nsh)

作者简介: 于濂清,男,1979 年生,博士,教授,中国石油大学(华东)材料科学与工程学院,山东 青岛 266500, E-mail: iyy2000@163.com

位点影响磁粉的各向异性程度。

本实验通过对歧化阶段相成分的不同解释歧化时间对 HDDR 磁粉各向异性程度的影响,并通过对晶体生长的驱动力的研究,分析脱氢压力对新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 各向异性程度的影响机理。

1 实验

钕铁硼速凝薄带成分为 $(\text{PrNd})_{25}(\text{AlGaCuZrFe})_{73.08}\text{Co}_{1.0}\text{B}_{0.92}$, 采用砂纸对速凝薄带表面按照十字花进行打磨, 去除材料表面的氧化层, 分别控制歧化和复合阶段工艺参数, 如图 1。将材料放于高真空管式炉中, 去除炉中空气, 通 H_2 至 0.1 MPa, 以 $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 $800\text{ }^\circ\text{C}$, 并保持 t (20~60) min; 其次将炉内气压降至 p (0.01~0.05) MPa, $800\text{ }^\circ\text{C}$ 保持 20 min, 然后将炉内气压降至高真空保持 60 min, 最后通入高纯氩气至 0.1 MPa, 降温至室温。样品置于玛瑙研钵中研磨, 将 0.3 g 液态石蜡与 0.3 g 磁粉均匀混合置于 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 的模具中, 并在 3.0 T 的脉冲磁场中取向固化, 制备磁体。

采用 AMT-4A 永磁特性自动测量仪测试磁体的磁性, 规定平行和垂直取向方向的剩磁为 $B_{r\parallel}$ 和 $B_{r\perp}$, $\text{DOA} = (B_{r\parallel} - B_{r\perp})/B_{r\parallel}$ 。DOA 表示磁粉各向异性程度。X 射线衍射 (丹东方圆 DX-2700, XRD) 用 Cu 靶 $\text{K}\alpha$ 射线, $\lambda = 1.5406\text{ nm}$, 所用的管电压为 40 kV, 管电流为 30 mA, 扫描步长为 0.05° , 样品扫描范围为 $20^\circ\sim 75^\circ$, 使用 GSAS 软件精修处理 XRD 结果, 得到各个物相的含量占比。扫描电子显微镜 (日立 regulus8100, SEM) 用于观察样品的微观形貌。

2 结果与讨论

2.1 歧化时间对 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 结构及性能的影响

图 2 为速凝薄带在 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 、0.1 MPa 氢气压力下不同歧化工艺后 XRD 图谱。图 3 是对图 2 精修计算的结果, 橙色线为歧化时间对 HD 磁粉中歧化相含量比值的影响, 从左到右歧化时间不断延长。当歧化 20 min

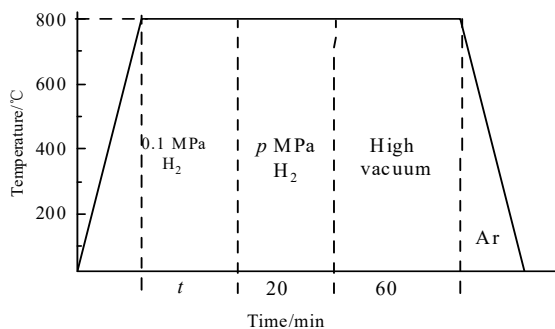


图 1 HDDR 工艺流程

Fig.1 Diagram of HDDR process

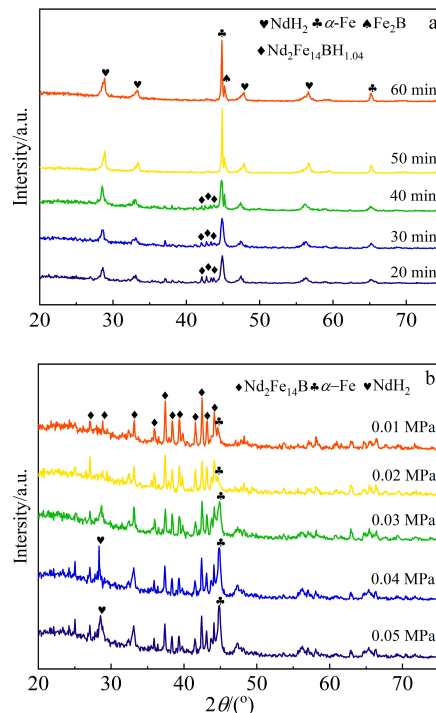


图 2 不同歧化时间, 脱氢压力时 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 磁粉 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ powder with different disproportionation time (a) and dehydrogenation pressure (b)

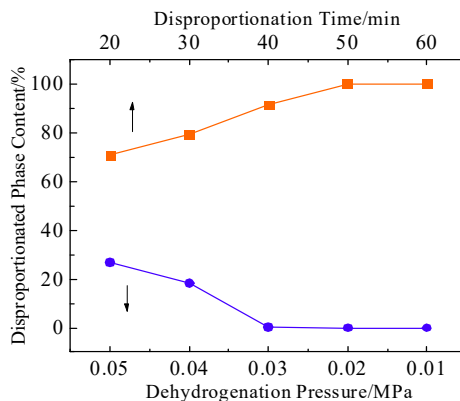


图 3 歧化时间和脱氢压力对歧化相含量的影响

Fig.3 Effect of disproportionation time and dehydrogenation pressure on phases content

时, 存在歧化产物 (NdH_2 、 $\alpha\text{-Fe}$ 、 Fe_2B) 的衍射峰, 并在 $40^\circ\sim 45^\circ$ 范围内有 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$ 的衍射峰, 说明歧化 20 min 后的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 速凝薄带中存在 3 种歧化相与残余的母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$ 。因为歧化时间短, 母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 不能与氢气充分发生反应, 歧化阶段没有完全进行, 仍存在残余 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$, 此时 HD 磁粉中歧化相占 70.67%, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$ 占 29.33%; 随着歧化时间的延长, 歧化相

含量增多, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{H}_{1.04}$ 含量减少, 到歧化时间为 40 min 时, 歧化相含量占 91.36%, HD 磁粉中只存在极少量的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$; 时间延长到 50 min, 衍射图谱中只有 3 种歧化相的衍射峰, 歧化反应完全进行。

图 4a~4e 为速凝薄带经 HD 工艺处理不同时间的 SEM 照片。当歧化时间为 20 min 时, 粗大的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒与 H_2 发生反应并被细化成小块晶粒, 由于反应时间短, 仍存在尺寸超过 400 nm 的母相晶粒; 随着歧化时间的延长, 大的晶粒逐步被细化, 小球状的歧化相数量逐步增多。当歧化时间为 40 min 时, 晶粒呈鳞片状分布, 晶粒尺寸约 150 nm, 当歧化到 50 min, 此时的材料中只有 3 种歧化相的存在, 晶粒呈球状分布且尺寸约 100 nm, 如图 4d。继续延长反应时间至 60 min, 细小的球状歧化相晶粒开始长大, 晶粒之间开始黏连, 尺寸约 200 nm。图 4f 是歧化 40 min 经脱氢再复合后的 HDDR 磁粉, 形状呈片状且尺寸约为 400 nm。

图 5a 为不同歧化时间 HDDR 磁粉的磁性能, 表 1 为歧化时间对 HDDR 磁粉 B_{H} 、 B_{r} 的影响。可以看出, 随歧化时间延长, HDDR 磁粉的磁性能都随之增强, 40 min 时, 磁性能都达到最佳, $B_{\text{r}}=0.192$ T, $H_{\text{cj}}=2.86 \times 79.6$ kA/m, DOA=0.55。歧化时间对 HDDR 磁粉各向异性影响机理如图 6 所示。歧化反应是个固态化合物分解反应, H_2 与晶粒内部的 Nd 发生反应, 破

坏了原 2:14:1 相的晶体结构。当歧化时间较短为 20 min 时, H_2 的破坏能力不大, 不能完全穿透母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的晶粒, 内部破碎成的颗粒超过 400 nm, 歧化阶段结束后磁粉中仍存在较多的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$ 没参与反应, HD 磁粉中歧化相占 70.67%, 导致 HDDR 磁粉的磁性能都很低。当歧化时间延长至 40 min, 歧化相含量占 91.36%, HD 磁粉中只存在极少量的 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$, 其继承了母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 绝大部分织构信息, 而 3 种歧化相继承的织构信息相对较少, 在脱氢复合中 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$ 充当形核点, 按照原有织构方向进行晶粒生长, 最终形成具有强 c 轴织构的新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, DOA=0.55。但当歧化时间过长, 歧化相晶粒相互粘结, 形成无规则的、尺寸约为 200 nm 的大晶粒, 导致在后续的低真空脱氢阶段脱氢困难, 从而使得磁性能降低。相对于残余母相歧化相只继承了部分织构信息, 在脱氢复合过程中, 以歧化相为形核点生长的新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的各向异性程度就较弱, DOA=0.25。

对于 HDDR 工艺而言, 歧化时间能够影响 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的磁性能, 是因为歧化时间决定了歧化阶段结束后样品中歧化相和残余母相的含量, 其含量过高或过低都会对新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的磁性能产生不好的影响。而最佳歧化时间的意义就在于歧化相与残余母相达到最佳含量。

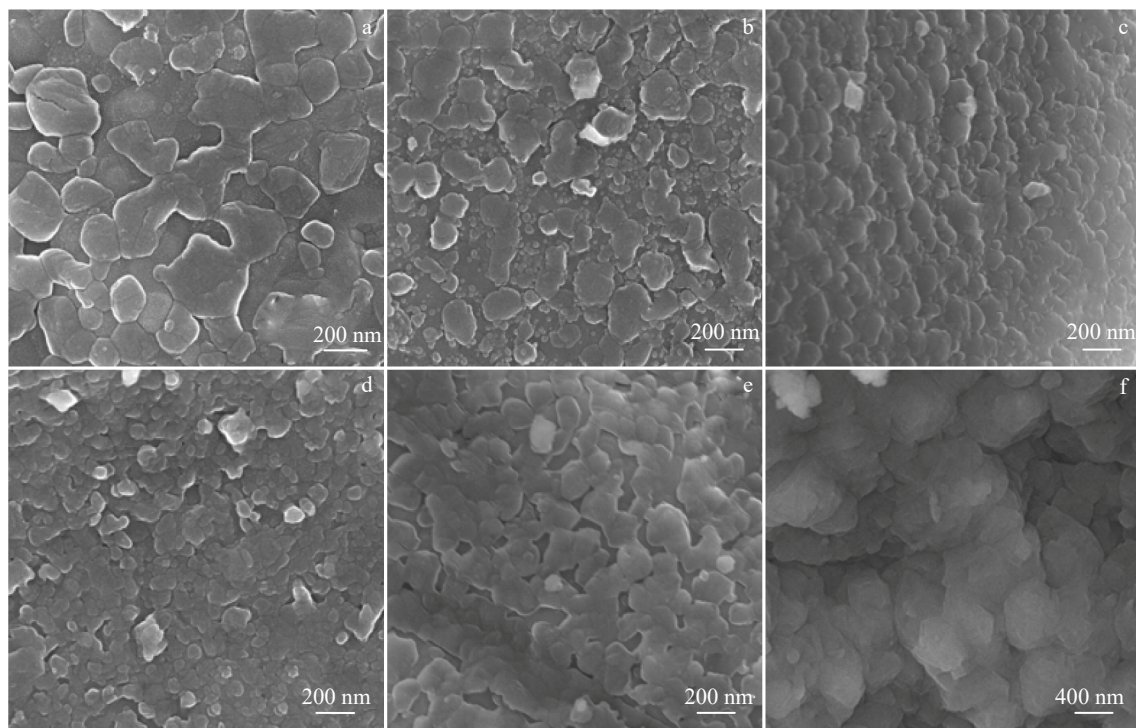


图 4 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 经 HD 不同时间和 HDDR 40 min 的 SEM 照片

Fig.4 SEM images of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ magnetic powder after HD process for 20 min (a), 30 min (b), 40 min (c), 50 min (d), 60 min (e); HDDR process for 40 min (f)

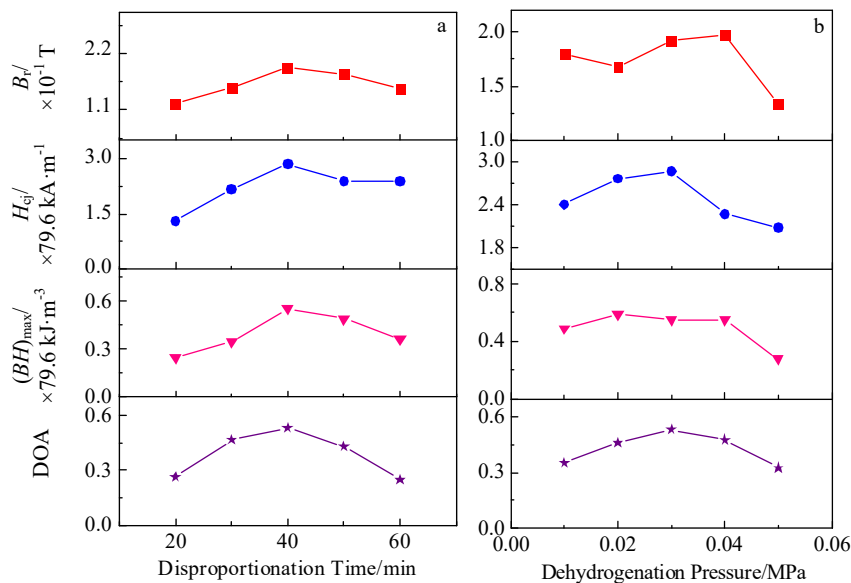


图 5 歧化时间, 脱氢压力对 HDDR 磁粉磁性能的影响

Fig.5 Effects of disproportionation time (a) and dehydrogenation pressure (b) on magnetic properties of HDDR powder

表 1 歧化时间对 HDDR 磁粉剩磁的影响

Table 1 Effect of disproportionation time on magnetic properties of HDDR powder

Disproportionation time/min	20	30	40	50	60
$B_{r//}/\text{T}$	0.123	0.154	0.192	0.179	0.15
$B_{r\perp}/\text{T}$	0.090	0.082	0.089	0.103	0.113

2.2 脱氢压力对 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 结构及性能的影响

图 2b 为 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 经不同脱氢压力下 HDDR 工艺处理后的 XRD 图谱, 图 3 蓝色线条是脱氢压力对 HDDR

磁粉中歧化相含量比值的影响, 从左到右脱氢压力不断降低, 表 2 为脱氢压力对 HDDR 磁粉 $B_{r//}$ 、 $B_{r\perp}$ 的影响。当脱氢压力为 0.05 MPa 时, XRD 中不仅存在 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相, 还有 26.76% 的歧化相 (NdH_2 、 $\alpha\text{-Fe}$ 、 Fe_2B), 这是因为脱氢压力过高, 歧化相不能全部脱氢复合成新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, 故磁性能较低, $B_r=0.134 \text{ T}$, $H_{cj}=2.08\times 79.6 \text{ kA/m}$, $\text{DOA}=0.37$, 如图 5b。随着脱氢压力的降低, 越来越多的歧化相参与脱氢反应, 当脱氢压力为 0.03 MPa 时, NdH_2 的衍射峰消失, 存在有 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 和 $\alpha\text{-Fe}$ 的衍射峰, 说明 NdH_2 全部参与脱氢反应, 综合性能达到最佳, $B_r=0.192 \text{ T}$, $H_{cj}=2.86\times 79.6 \text{ kA/m}$, $\text{DOA}=0.53$ 。

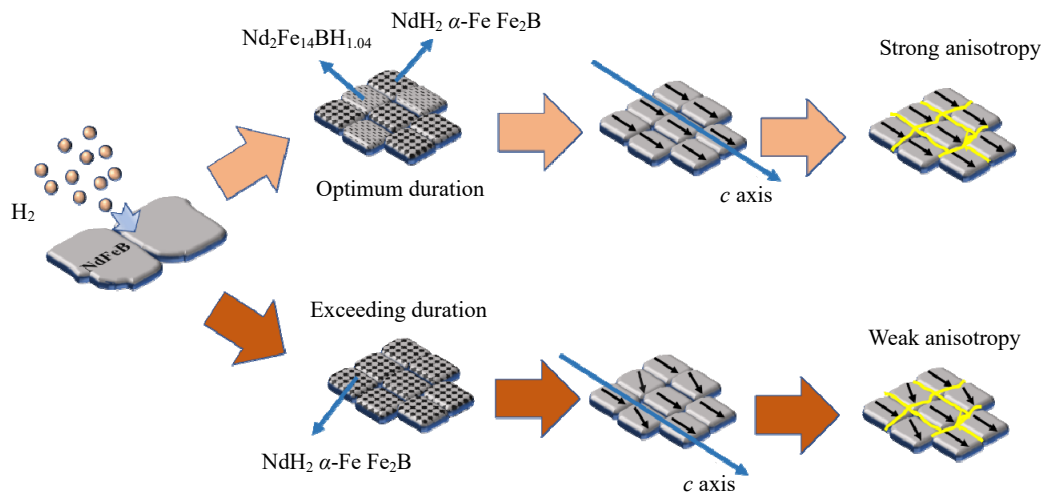


图 6 歧化时间对磁粉各向异性影响机理示意图

Fig.6 Effect of disproportionation time on magnetic anisotropy mechanism

图 7 为脱氢压力对磁粉各向异性的影响机理图。脱氢压力在 HDDR 工艺中主要影响晶粒的生长方向, 在脱氢阶段, 压力充当晶粒生长的驱动力, 且脱氢压力越低, 驱动力越大。根据 HDDR 反应式, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 与 H_2 的反应是可逆的, 在逆反应中, 高温为晶粒生长提供能量, 真空度则影响晶粒生长的方向。脱氢压力为 0.05 MPa 时, 脱氢压力高, 驱动力小, 导致 HDDR 逆反应进行不完全; 随着脱氢压力的降低, 到 0.03 MPa 时, 晶粒生长的驱动力最佳, 形成新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶核继承了结构信息, 晶粒沿着 c 轴方向进行生长, 生成各向异性强的新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, 歧化相在此反应条件下正好全部参与反应; 脱氢压力进一步降低到 0.01 MPa, 驱动力过大, 平衡状态被破坏, 脱氢之后晶粒生长方向随机, 导致生成的新相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 的各向异性较弱, DOA 仅 0.36。

因此, 脱氢压力是外界环境直接影响晶粒的生长, 这与织构信息对 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 晶粒生长的影响机制不同。当脱氢驱动力大小适宜时, 织构信息决定晶粒沿 c 轴生长; 当脱氢压力过低, 驱动力过大时, 脱氢压力对晶粒的影响程度要大于织构信息, 从而导致晶体生长方向随机。

表 2 脱氢压力对 HDDR 磁粉剩磁的影响

Table 2 Effect of dehydrogenation pressure on magnetic properties of HDDR powder

Dehydrogenation pressure/MPa	0.05	0.04	0.03	0.02	0.01
$B_{r//}/\text{T}$	0.134	0.197	0.192	0.168	0.179
$B_{r\perp}/\text{T}$	0.090	0.103	0.089	0.090	0.116

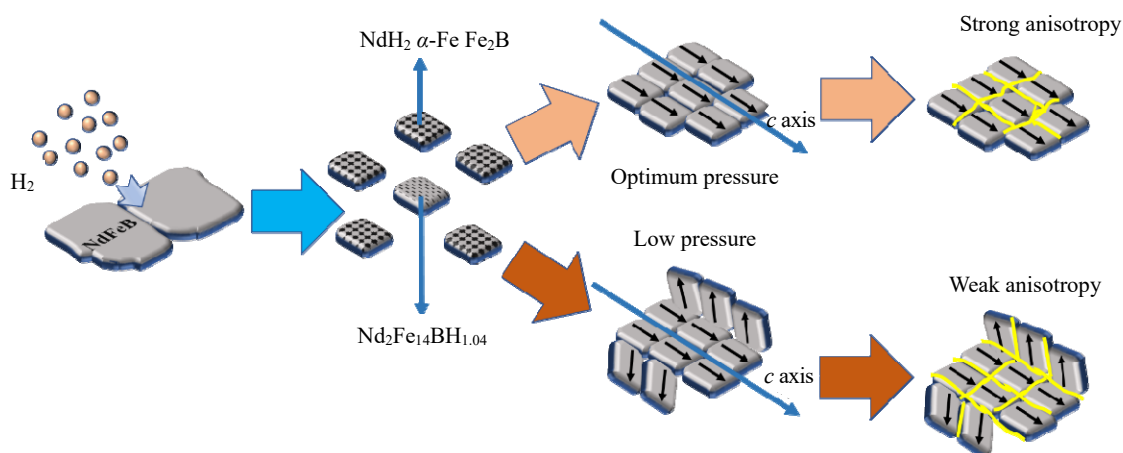


图 7 脱氢压力对磁粉各向异性影响机理示意图

Fig.7 Effect of dehydrogenation pressure on magnetic anisotropy mechanism

3 结 论

1) 歧化时间可改变残余母相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_{1.04}$ 所占比例, 当歧化时间为 40 min 时, HD 材料中存在歧化相与残余母相, 晶粒较均匀, 尺寸约 150 nm, 磁体的各向异性达到最佳, DOA 为 0.55。

2) 脱氢压力作为晶粒生长的驱动力, 当脱氢压力为 0.03 MPa 时, 晶粒生长的驱动力最佳, HDD 磁粉中不含有 NdH_2 , 晶粒易沿 c 轴方向生长, 有利于磁粉各向异性提高。

参考文献 References

- [1] Pinkerton F J. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 1986, 54: 579
- [2] Qin Y, Liu W, Li Z *et al. Intermetallics*[J], 2022, 149: 107 679

- [3] Lukin A, Kol'chugina N, Burkhanov G *et al. Inorganic Materials: Applied Research*[J], 2013, 4: 256
- [4] Takeshita T, Morimoto K. *Journal of Applied Physics*[J], 1996, 79 (8): 5040
- [5] Nakayama R, Takeshita T, Itakura M *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1991, 70(7): 3770
- [6] Nakayama R, Takeshita T J. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 1993, 193(1-2): 259
- [7] Sugimoto S, Koike N, Book D *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2002, 330: 892
- [8] Nakayama R, Takeshita T J. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 1993, 193(1-2): 259
- [9] Yan M, Yu L, Wu J *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2006, 306 (2): 176
- [10] Zhang X, Zhu M, Li Y *et al. Rare Metal Materials and*

- Engineering*[J], 2008, 37(11): 1978
- [11] Zha Wusheng(查五生), Zhou Shurong (周淑容), ZhengHao (郑 浩) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(4): 813
- [12] Ragg O, Keegan G, Nagel H *et al. International journal of hydrogen energy*[J], 1997, 22(2-3): 333
- [13] McGuinness P, Zhang X, Yin X *et al. Journal of the Less common Metals*[J], 1990, 158(2): 359
- [14] Nakamura H, Suefuji R, Sugimoto S *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1994, 76(10): 6828
- [15] Nakayama R, Takeshita T, Itakura M *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1994, 76(1): 412
- [16] Gutfleisch O, Khlopkov K, Teresiak A *et al. IEEE Transactions on Magnetism*[J], 2003, 39(5): 2926
- [17] Sugimoto S, Ohga S, Inomata K *et al. IEEE Transactions on Magnetism*[J], 2002, 38(5): 2961
- [18] Tomida T, Sano N, Hanafusa K *et al. Acta Materialia*[J], 1999, 47(3): 875
- [19] Wang Xiaoli(王晓丽), Zhao Lina(赵利娜), Ding Kaihong(丁开鸿) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(2): 309
- [20] Han J, Tong C, Sun A *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2004, 270(1-2): 136
- [21] Gutfleisch O, Teresiak A, Gebel B *et al. IEEE Transactions on Magnetism*[J], 2001, 37(4): 2471
- [22] Ma B, Bao X, Sun A *et al. Crystal Growth & Design*[J], 2020, 20(5): 3119
- [23] Güth K, Woodcock T, Schultz L *et al. Acta Materialia*[J], 2011, 59(5): 2029
- [24] Li W, Ohkubo T, Hono K *et al. Applied Physics Letters*[J], 2008, 93(5): 052 505
- [25] Yi G, Chapman J, Brown D *et al. Journal of Applied Physics*[J], 2001, 90(4): 1924
- [26] Tomida T, Sano N, Hanafusa K *et al. Acta Materialia*[J], 1999, 47(3): 875
- [27] Takizawa R, Itakura M, Katayama N *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2017, 433: 187
- [28] Kim T H, Oh J S, Cha H R *et al. Scripta Materialia*[J], 2016, 115: 6
- [29] Liu X, Kesler M, Besser M *et al. IEEE Transactions on Magnetism*[J], 2020, 57(2): 1

Anisotropic Mechanism of NdFeB Magnetic Powder Treated by HDDR Process

Yu Lianqing¹, Liu Ke¹, Zhang Yaping², Zhu Haifeng²

(1. School of Materials Science and Engineering, China University of Petroleum (East China), Qingdao 266500, China)

(2. College of Science, China University of Petroleum (East China), Qingdao 266500, China)

Abstract: Effects of disproportionation time and dehydrogenation pressure on the magnetic properties and anisotropy of HDDR magnetic powders were studied. The phase structures of the samples were identified by X-ray diffraction. The microstructure was investigated by scanning electron microscope. The magnetic properties of NdFeB were measured by AMT-4A magnetic measuring instrument. The results show that the disproportionation time determines the content of the disproportionated phase and the residual parent Nd₂Fe₁₄BH_{1.04} phase in the material after the HD process. The residual parent Nd₂Fe₁₄BH_{1.04} can inherit the texture information of the original Nd₂Fe₁₄B phase, which results in strong *c*-axis texture of new phase Nd₂Fe₁₄B. When the disproportionation time extends to 40 min, the anisotropy of the magnetic powder reaches the maximum, DOA=0.55. The dehydrogenation pressure mainly acts as the driving force for the crystal growth. The low pressure of 0.01 MPa will cause over large driving force, which leads to the weak anisotropy of the generated new phase Nd₂Fe₁₄B. The magnetic powder has the optimum anisotropy when the dehydrogenation pressure is 0.03 MPa, DOA=0.53.

Key words: Nd₂Fe₁₄B strip casting; disproportionation time; dehydrogenation pressure; anisotropy

Corresponding author: Yu Lianqing, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, China University of Petroleum (East China), Qingdao 266500, P. R. China, E-mail: yulq@upc.edu.cn