

УДК 669.017.72.666.192

ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Fe–Nd–Ru

Ю.И. Русняк, Е.Ф. Казакова, Н.Е. Ефременко, Т.П. Лобода

(кафедра общей химии)

Изучено влияние добавок третьего компонента на магнитные свойства соединений составов NdRu₂, Nd₂Fe₁₇ в системе Fe–Nd–Ru. Показано, что легирование фазы Лавеса NdRu₂ железом приводит к повышению температуры перехода в магнитоупорядоченное состояние, в то время как введение добавок Ru в кристаллическую решетку интерметаллида Nd₂Fe₁₇ влечет за собой ослабление обменного взаимодействия, что сопровождается уменьшением температуры Кюри.

Интерметаллические соединения (ИМС) редкоземельных металлов (РЗМ) с элементами подгруппы железа, обладающие уникальными магнитными свойствами, имеют низкую технологичность и легко окисляются на открытом воздухе, что сдерживает их применение [1, 2]. Введение легирующих добавок, в частности рутения, приводит к улучшению технологичности, что позволяет получать сплавы с заданными физико-химическими свойствами. Целью настоящей работы явилось исследование магнитных свойств ИМС системы Fe–Nd, легированных рутением.

В качестве исходных материалов использовали железо карбонильное (99,95 мас.%), неодим (99,90 мас.%), рутений, аффинированный в порошке (99,97 мас.%). Предварительно спрессованные образцы плавили в дуговой печи с нерасходуемым вольфрамовым электродом на водоохлаждаемом медном поддоне в атмосфере очищенного гелия. Геттером служил титан. Сплавы дважды переплавляли с целью получения однородных по составу образцов. Надо отметить, что при легировании рутением сплавы не разбрызгиваются во время плавки в отличие от бинарных ИМС NdFe и Nd₂Fe₁₇, полученные тройные сплавы обладают меньшей хрупкостью, чем вышеуказанные бинарные интерметаллиды. Контроль составов сплавов проводили взвешиванием образцов до и после плавки, а также локальным рентгеноспектральным анализом выборочных образцов на приборе «САМЕВАХ-Microbeam» по методу внешнего стандарта по K_α- и L_α-аналитическим линиям. Гомогенизирующий отжиг сплавов проводили при 500°C в двойных вакуумированных кварцевых ампулах с циркониевой стружкой в качестве геттера с последующей закалкой в ледяную воду. Длительность отжига составляла 6000 ч (что обусловлено перитектическим характером образования двойных интерметаллидов

системы Fe–Nd). Фазовый состав образцов подтверждали методом рентгенофазового анализа порошка на дифрактометре «ДРОН-3» на монохроматизированном CuK_α-излучении. Для снятия внутренних напряжений порошки подвергали дополнительному отжигу в течение 2 ч. Значения межплоскостных расстояний определяли с помощью компьютерной программы «EXPRESS». Идентификацию фаз проводили с помощью данных о межплоскостных расстояниях в картотеке JCPDS-ICDD. При расчете параметров решетки использовали программу «POWDER». Измерения начальной магнитной восприимчивости проводили на установке для измерения магнитной восприимчивости в переменном поле $H = 1–5$ кЭ. Температуру Кюри фиксировали по скачку индуктивности катушки на оригинальной установке. Измерения проводились в температурном интервале 100–1250 К на частоте 10 кГц. Индуктивность самой катушки в данном температурном интервале меняется незначительно и линейно. Коэффициент заполнения пространства является величиной постоянной для данного опыта.

Результаты исследования фазовых равновесий в системе Fe–Nd–Ru представлены в работах [3, 4]. Показано, что в системе Fe–Nd образуется соединение Nd₂Fe₁₇ с гексагональной кристаллической решеткой структурного типа Th₂Zn₁₇. ИМС состава NdFe₂ не обнаружено ни в литых, ни в отожженных образцах, что согласуется с данными работы [5, 6]. В системе Nd–Ru подтверждено образование кубической фазы Лавеса состава NdRu₂ [7] и твердого раствора железа в этом соединении. Растворимость рутения в ИМС Nd₂Fe₁₇ невелика и составляет менее 5 ат.%. Фаза Лавеса NdRu₂, напротив, растворяет в себе ~52 ат.% железа.

Магнитный анализ сплавов из области твердого раствора на основе интерметаллида NdRu₂ показал,

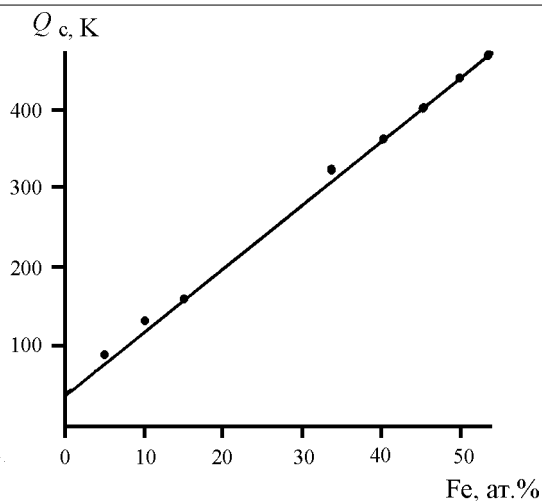


Рис. 1. Изменение точек Кюри в области твердого раствора $NdRu_{2-x}Fe_x$

что увеличение содержания растворенного железа приводит к повышению температуры Кюри (Q_c) образцов. Из рис. 1 видно, что сплавы, содержащие более 30 ат.% железа, при комнатной температуре обладают ферромагнитными свойствами. Точка Кюри образца, содержащего наибольшее количество растворенного железа (~52 ат.%), соответствует температуре 475 ± 4 К. Кривые перехода в парамагнитное состояние для сплавов, содержащих 52 и 45 ат.% железа, представлены на рис. 2.

Измерение магнитной восприимчивости образцов состава $Nd_{33,3}Ru_{66,7}Fe$ ($NdRu_2$), $Nd_{33,3}Ru_{61,7}Fe_5$, $Nd_{33,3}Ru_{56,7}Fe_{10}$, $Nd_{33,3}Ru_{51,7}Fe_{15}$ от температуры жидкого азота до комнатной показало, что указанные сплавы являются парамагнетиками Кюри–Вейса (рис. 3), увеличение концентрации железа в них сопровождается повышением температуры перехода в магнитоупорядоченное состояние и ростом магнитного момента исследуемых фаз. Экстраполяцией прямой $1/\chi = f(T)$ для сплава, соответствующего по со-

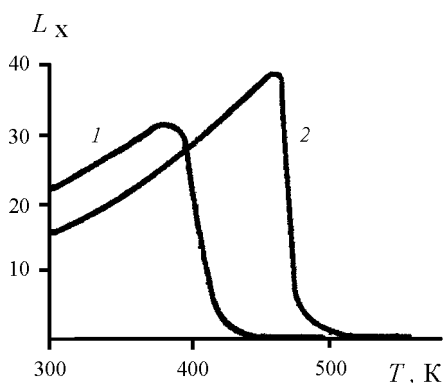


Рис. 2. Кривые перехода в парамагнитное состояние для сплавов из фазовой области $NdRu_{2-x}Fe_x$

ставу соединению $NdRu_2$, было найдено, что парамагнитная точка Кюри этого интерметаллида лежит при температуре $\sim 32 \pm 3$ К, что близко к значению $Q_c = 28$ К, приведенному в работе [8]. Исследование твердого раствора на основе ИМС Nd_2Fe_{17} показало, что растворение в нем рутения несколько понижает точку Кюри от $Q_c = 393 \pm 3$ К для чистого интерметаллида до $Q_c = 321 \pm 5$ К для Nd_2Fe_{17} , содержащего 2 ат.% Ru.

Наличие в системе Fe–Nd–Ru фаз с различными температурами перехода в магнитоупорядоченное состояние позволило использовать магнитный анализ для подтверждения фазовых равновесий, установленных физико-химическими методами исследования [3, 4] в той части диаграммы, где сплавы содержат ферромагнитные фазы. Число эффектов на графиках зависимости индуктивности $L_x = f(T)$ должно соответствовать количеству ферромагнитных фаз, входящих в состав сплава. Их идентификация проводилась путем сравнения температур эффектов на кривых $L_x = f(T)$ для исследуемого образца с температурами Кюри исходных интерметаллических соединений и твердых растворов на их основе (таблица). Так, исследование

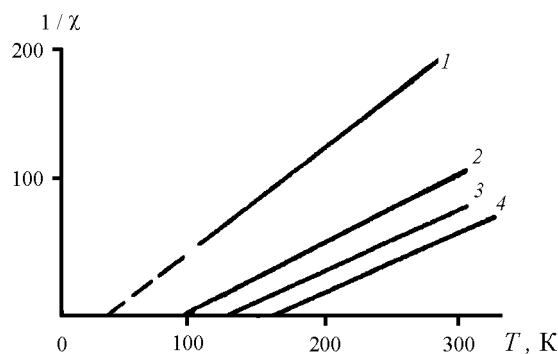


Рис. 3. График зависимости $1/\chi = f(T)$ для сплавов из области твердого раствора $NdRu_{2-x}Fe_x$

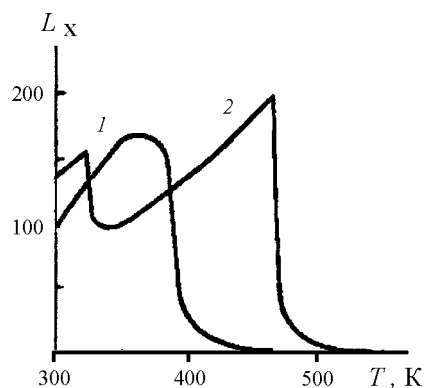


Рис. 4. Кривые перехода в парамагнитное состояние для сплавов состава $Nd_{33,3}Ru_{10}Fe_{56,7}$ и $Nd_{27}Ru_5Fe_{68}$

сплавов состава $\text{Nd}_{33,3}\text{Fe}_{66,7}$ и $\text{Nd}_{20,7}\text{Fe}_{79,3}$ показало, что кривые $L_x = f(T)$ обоих образцов идентичны, температура перехода в магнитоупорядоченное состояние для них лежит при $Q_c = 393 \pm 5$ К. Это соответствует точке Кюри интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$ (рис. 4), что еще раз подтвердило отсутствие ИМС NdFe_2 и $\text{Nd}_6\text{Fe}_{23}$, так как в случае существования данных фаз на кривых $L_x = f(T)$ для образцов указанных составов наблюдался бы еще один эффект при более высокой

температуре. Кривые зависимости индуктивности от температуры также идентичны для сплавов состава $\text{Nd}_{33,3}\text{Ru}_{10}\text{Fe}_{56,7}$ и $\text{Nd}_{27}\text{Ru}_5\text{Fe}_{68}$, на них было зафиксировано два температурных перехода при $Q_c = 320 \pm 4$ К и $Q_c = 473 \pm 4$ К (рис. 4), что указывает на присутствие в данных образцах двух ферромагнитных фаз – твердого раствора на основе интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$, содержащего 2 ат.% Ru, и твердого раствора на основе ИМС NdRu_2 , содержащего 52 ат.% железа.

Температуры Кюри некоторых сплавов системы Fe–Nd–Ru

Состав сплавов, ат.%			Точка Кюри Q_c , К	Ферромагнитная фаза
Nd	Ru	Fe		
33,3	0	66,7	393±3	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$
33,3	5,0	61,7	321±5	$\text{Nd}_{10,5}\text{Ru}_2\text{Fe}_{87,5}$
			473±7	$\text{Nd}_{33,3}\text{Ru}_{14,7}\text{Fe}_{52}$
33,3	10,0	56,7	321±5	$\text{Nd}_{10,5}\text{Ru}_2\text{Fe}_{87,5}$
			475±7	$\text{Nd}_{33,3}\text{Ru}_{14,7}\text{Fe}_{52}$
20,7	0	79,3	392±5	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$
27	5,0	68,0	320±4	$\text{Nd}_{10,5}\text{Ru}_2\text{Fe}_{87,5}$
			473±4	$\text{Nd}_{33,3}\text{Ru}_{14,7}\text{Fe}_{52}$
27	15,0	58,0	309±4	$\text{Nd}_{10,5}\text{Ru}_3\text{Fe}_{86,5}$
			431±5	$\text{Nd}_{33,3}\text{Ru}_{20}\text{Fe}_{46,7}$

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Несбитт Е., Верник Дж. Постоянные магниты на основе редкоземельных элементов. М., 1977.
2. Савицкий Е.М., Терехова В.Ф. Металловедение редкоземельных элементов. М., 1975.
3. Ефременко Н.Е., Соколовская Е.М., Раевская М.В. // Сб. тез. докл. IV Всесоюз. совещ. «Диаграммы состояния металлических систем». М., 1982.
4. Sokolovskaya E.M., Efremenko N.E., Raevskaya M.V. // J. Les.-Com. Met. 1983. 92. С.
5. Савицкий Е.М., Буров И.В. // ЖНХ. 1961. №7. С. 3.
6. Криякевич П.И. Структурные типы интерметаллических соединений. М., 1974.
7. Mansey R.S., Raynor G.V., Harris I.R. // J. Les.-Com. Met. 1968. N14. С. 329.
8. Bozorth R.M., Matthias B.T., Suhl H. et al. // Phys. Rev. 1959. 115. N 6. P. 1595.

Поступила в редакцию 15.06.04

THE MAGNETIC PROPERTIES STUDY OF Fe–Nd–Ru SYSTEM ALLOYS

J.I. Rusnyak, E.F. Kazakova, N.E. Efremenko, T.P. Loboda

(Division of General Chemistry)

The third component influence on magnetic properties of intermetallic compounds NdRu_2 , $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$ in the Fe–Nd–Ru system has been studied. It has been established that iron addition to Laves phase NdRu_2 increases Q_c . Ruthenium addition into $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$ compound leads to decreasing of Q_c .