

## **Управление качеством магнитотвердого материала на основе сплавов системы SmCo при производстве постоянных магнитов**

*Доказана возможность и целесообразность применения атомно-эмиссионного спектрального анализа в серийном производстве постоянных магнитов на основе сплавов РЗМ. Создан опытный образец атомно-эмиссионного спектрометра с емкостным микроволновым плазменным разрядом. Разработана, аттестована и внедрена в производство АО «Спецагнит» методика компонентного анализа сплавов системы SmCo. Изготовлены и аттестованы стандартные образцы химического состава сплавов системы SmCo. Исследована зависимость магнитных параметров образцов магнитотвердого материала (далее – МТМ) на основе пятикомпонентной системы Sm-Co-Cu-Fe-Zr от химического состава исходного сплава. Выявлена зависимость между показателями магнитных параметров образцов МТМ и коэффициентами в стехиометрической формуле  $Sm(Co_aFe_bCu_cZr_d)_z$ . Получены уравнения, описывающие зависимость магнитных свойств конечной продукции от химического состава исходного сплава. На основе полученных уравнений разработана сетчатая номограмма, позволяющая прогнозировать магнитные свойства постоянных магнитов по результатам анализа химического состава исходного сплава, с учетом дальнейшего их использования в составе магнитных систем.*

**Ключевые слова:** магнитотвердый материал, самарий, кобальт, постоянный магнит, магнитная система, химический состав, магнитные свойства, спектральный анализ.

В настоящее время спечённые постоянные магниты из сплавов на основе МТМ системы *Sm-Co-Cu-Fe-Zr* являются одними из самых перспективных, что обусловлено их высокой коэрцитивной силой, относительно высокой магнитной энергией, а также температурной стабильностью и коррозионной стойкостью, что очень важно при проектировании магнитных систем.

Ранее прямых исследований влияния химического состава на магнитные свойства МТМ не проводилось, а прогнозирование магнитных свойств, традиционно, считалось нецелесообразным, однако, влияние химического состава материала на его свойства очевидно [1-5].

Традиционный технологический процесс производства постоянных магнитов из сплавов системы SmCo включает следующие операции: шихтовку; вакуумную плавку; двустадийное измельчение – дробление до состояния крупки и размол в жидкой или газообразной среде, защищающей материал от окисления; прессование (формование) порошка в магнитном поле; спекание (термическое уплотнение) заготовок; термическую обработку, т.н. SSHT-обработку (гомогенизационный отжиг, закалка и отпуск); механическую обработку (шлифовку); намагничивание и контроль магнитных параметров. Система производственного контроля обычно включает в себя входной контроль шихтовых материалов, контроль плотности спеченных заготовок и финишный контроль магнитных параметров. Производители часто применяют так называемую «аттестацию»<sup>1</sup> сплава взамен анализа химического и/или фазового состава. Традиционно,

---

<sup>1</sup> Термин «аттестация сплава» обозначает подтверждение предъявляемым к конечной продукции техническим требованиям, в частности – по магнитным свойствам. Традиционно, «аттестация сплава»

среди исследователей и производителей, бытует мнение о том, что оценить магнитные свойства по результатам анализа химического состава невозможно. Это может быть связано с тем, что оборудование полноценного аналитического участка требует больших вложений денежных средств. Проблема целостности и адекватности системы производственного контроля в условиях постоянной модернизации технологических процессов является актуальной.

Применение анализа химического состава сплава при производстве постоянных магнитов позволит управлять качеством МТМ и технологического процесса в целом. В практике атомно-эмиссионного спектрального (далее – АЭС) анализа в настоящее время для точного компонентного анализа наиболее широко используется метод с применением в качестве источника возбуждения спектров высокочастотного индуктивно связанного плазменного (далее – ИСП) разряда и значительно реже микроволнового плазменного (далее – МП) разряда атмосферного давления. Наиболее широкую известность АЭС ИСП метод получил, благодаря работам [6,7]. Искровые атомно-эмиссионные спектрометры при производстве постоянных магнитов на основе сплавов РЗМ не применяется ввиду того, что образец МТМ при обыскривании пассивируется. Применение ИСП спектрометра в условиях серийного производства достаточно затратно, ввиду дорогого обслуживания и больших объемов необходимых технических газов.

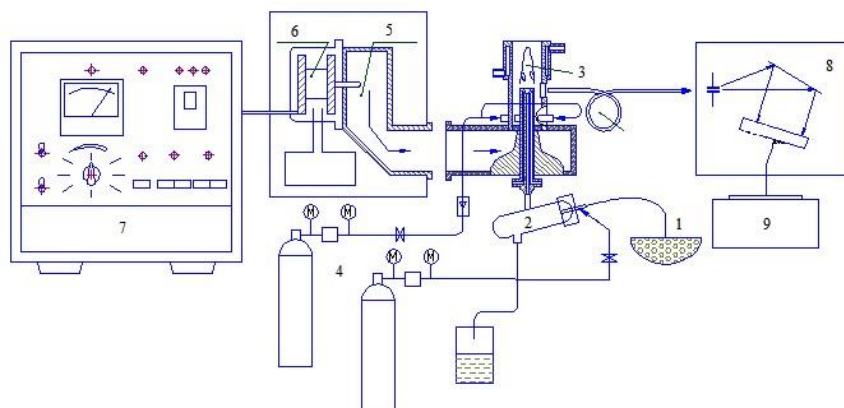


Рис. 1. Функциональная схема спектрометра

1 – проба, 2 – распылитель и камера, 3 – плазмотрон МП разряда, 4 – система подачи аргона и азота, 5 – волновод, 6 – СВЧ генератор и магнетрон, 7 – блок питания, 8 – спектроанализатор и ПЗС-детекторы, 9 – ПК

В работе [8] приведено обоснование выбора МП метода и подробно изложены результаты, полученные при создании опытного образца спектрометра, разработке методик анализа компонентного состава сплавов пятикомпонентной системы *Sm-Co-Fe-Cu-Zr* и апробации на производственной базе АО «Спецмагнит». На рисунке 1 представлена функциональная схема спектрометра.

Ввиду дифференциации постоянных магнитов по сферам их применения, в том числе в составе магнитных систем, разнятся также и предъявляемые к ним требования.

В качестве исследуемого материала использовались образцы магнитов из МТМ на основе сплава системы *Sm-Co-Cu-Fe-Zr* (серия сплавов КС25 в соответствии с требованиями ГОСТ 21559-76 [9]). Анализ химического состава исходного сплава проводили на описанном выше опытном образце атомно-эмиссионного спектрометра

---

заключается в прохождении всей технологической цепочки небольшого объема плавки с последующим получением образца постоянного магнита с целью оценки конечных магнитных свойств. По результатам испытаний образца принимается решение о запуске в производство всего объема выплавленного сплава.

микроволновой плазмы. Пробоотбор проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 23148-98 [10]. Измерения магнитных свойств образцов МТМ проводили в замкнутом магнитном потоке с использованием автоматического гистерезисграфа АМН-50 фирмы «Walker Scientifics», США, управляемого с помощью персонального компьютера с адаптированным программным обеспечением. При снятии кривой размагничивания в оптимальном состоянии (после полной термообработки) образцы предварительно намагничивали в установке импульсного намагничивания УИН-100 в магнитном поле.

Образцы МТМ в период с августа по декабрь 2014 года были получены из 80-ти плавок, которые были выплавлены на производственной базе АО «Спецмагнит». Результаты химического состава исходного сплава представлены в соответствии со стехиометрической формулой  $Sm(Co_aFe_bCu_cZr_d)_z$ . Результаты проведения измерений магнитных величин МТМ – остаточной магнитной индукции  $B_r$ , максимального энергетического произведения  $(BH)_{max}$ , коэрцитивной силы по индукции  $H_{cb}$  и коэрцитивной силы по намагниченности  $H_{ci}$  были сведены с результатами анализа химического состава в общую таблицу. Ввиду большого объема данных общая сводная таблица в данном докладе не публикуется.

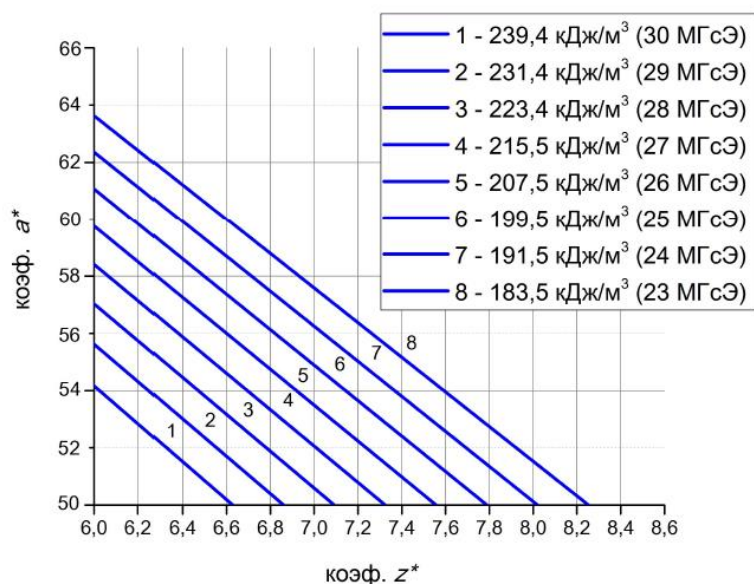
С целью оценки вариабельности процесса и выявления статистических выбросов были построены контрольные карты Шухарта и проведен анализ данных по методу Д. Тьюки [11]. Для установления возможной связи между стехиометрическими коэффициентами и параметрами МТМ был проведен корреляционный анализ. Более подробно результаты исследования представлены в работе [12]. Корреляционный анализ выявил наличие «сильной» связи между парами  $Sm - a$ ,  $a - z$ ,  $B_r - (BH)_{max}$ . С целью создания инструмента прогнозирования магнитных свойств разработана сетчатая номограмма (рисунок 2) в соответствии с рекомендациями [13]. Для создания номограммы использовались следующие уравнения:

$$(BH)_{max} = -0,93a + 81,05 \quad (1)$$

$$(BH)_{max} = -4,31z + 58,57 \quad (2)$$

$$a = 4,64z + 24,19 \quad (3)$$

где  $(BH)_{max}$  – максимальное энергетическое произведение,  
 $a$  – коэффициент при  $Co$ , в соответствии со стехиометрической формулой  $Sm(Co_aFe_bCu_cZr_d)_z$  исходного сплава,  
 $z$  – коэффициент в соответствии со стехиометрической формулой  $Sm(Co_aFe_bCu_cZr_d)_z$  исходного сплава.



\* – в соответствии со стехиометрической формулой  $Sm(Co_aFe_bCu_cZr_d)_z$

Рис. 2. Сетчатая номограмма для определения  $(BH)_{max}$  по паре коэффициент  $z$  – коэффициент  $a$  (при  $Co$ )

Для оценки применимости номограммы и достоверности полученных результатов проведен регрессионный анализ по следующим данным:

- результаты анализа химического состава исходного сплава и значения магнитного произведения  $(BH)_{max}$  образцов магнитов по 81 плавке, которые были выполнены на производственной базе АО «Спецмагнит» в период с января по декабрь 2015 года;
- прогнозные значения магнитного произведения  $(BH)_{max}$  в соответствии с номограммой (рисунок 2).

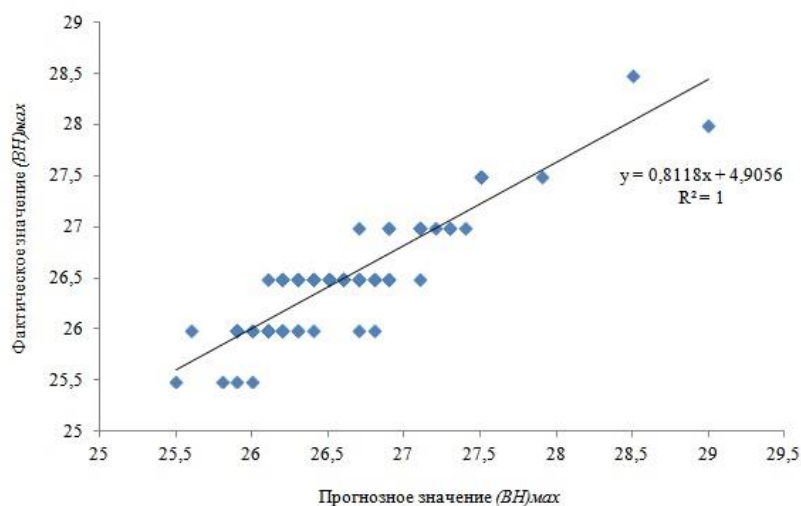


Рис. 3. График линейной регрессии

По итогам проведения регрессионного анализа можно сделать следующие выводы:

- полученная модель достоверна и значима ( $F=4,3 \cdot 10^{-161}$ );
- полученная модель и прогнозные значения обладают достаточной надежностью ( $R^2=0,99$ ).

## Результаты

1. Создан опытный образец спектрометра, позволяющий осуществлять контроль химического состава исходного сплава и полуфабрикатов при производстве постоянных магнитов из МТМ на основе сплавов системы SmCo. Разработана, аттестована и внедрена в производство АО «Спецмагнит» методика компонентного анализа сплавов системы SmCo. Изготовлены и аттестованы стандартные образцы химического состава сплавов системы SmCo.

2. Методами статистического анализа данных получены уравнения, описывающие зависимость магнитных свойств постоянных магнитов от химического состава исходного сплава (стехиометрических коэффициентов). Полученные уравнения позволяют прогнозировать магнитные свойства конкретной партии изделий по результатам анализа химического состава, что подтверждено данными производства постоянных магнитов в 2015-2016 гг на предприятии АО «Спецмагнит».

3. Прогнозирование магнитных свойств позволит рационализировать технологический процесс производства постоянных магнитов и магнитных систем на их основе, что в свою очередь позволит снизить их себестоимость и, соответственно, себестоимость изделий, в составе которых они применяются.

### Список использованных источников

1. M. Marinescu, A. M. Gabay Sm-Co and Pr-Fe-B Magnets with Increased Electrical Resistivity//Original manuscript, Proceedings of 20th International Workshop on rare earth permanent magnets and their applications, Sept. 8-10, 2008, Crete, Greece
2. Lili Liu, Tingyan Jin High-temperature oxidation resistance and magnetic properties of Si-doped Sm<sub>2</sub>Co<sub>17</sub>-type magnets at 500°C// Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324 (2012) 2310–2314
3. Peng Long, Yang Qihui Rare earth permanent magnets Sm<sub>2</sub>(Co, Fe, Cu, Zr)<sub>17</sub> for high temperature applications// Journal of Rare Earths, Vol. 26, No. 3, Jun. 2008, p. 378
4. Lefevre A., Cataldo L., Cohen-Adad M.Th. e.a. // Journal of Alloys and Compounds– 1998.– 275.– 556–559.
5. Jianjun Tian, Shengen Zhang Behavior of residual carbon in Sm(Co, Fe, Cu, Zr)<sub>z</sub> permanent magnets// Journal of Alloys and Compounds 440 (2007) 89–93.
6. P.W.J.M. Boumans, Ed. Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy – Part I, Methodology, Instrumentation, and Performance (John Wiley & Sons, New York, 1987).
7. P.W.J.M. Boumans, Ed. Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy – Part II, Applications and Fundamentals (John Wiley & Sons, New York, 1987).
8. Шумкин С.С., Кучумов В.А. Анализ химического состава исходного сплава при производстве постоянных магнитов из сплавов системы SmCo, журнал «Научно-технические ведомости СПбГУ», 2017, выпуск 2 (принято к публикации).
9. ГОСТ 21559-76 Материалы магнитотвердые спеченные. Марки.
10. ГОСТ 23148-98 Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб.
11. Д.Тьюки. Анализ результатов наблюдений. Разведочный анализ. М.: Мир, 1981 (оригинальное издание: J.W.Tukey. Exploratory Data Analysis. Reading MA: Addison-Wesley Publishing Co., 1977).
12. Шумкин С.С., Шпер В.Л. Зависимость магнитных свойств постоянных магнитов из сплавов системы SmCo от химического состава исходного слитка, журнал «Проблемы черной металлургии и материаловедения», 2017, выпуск 2 (принято к публикации).
13. Хованский Г.С. Номография и ее возможности. – М.: Главная редакция физико-математической литературы издательства «Наука», 1989.