

ВПЛИВ УМОВ ПОМЕЛУ НА СТРУКТУРНИЙ СТАН ПОРОШКІВ СПІНІНГОВАНОГО СПЛАВУ НА ОСНОВІ $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$

I. I. БУЛИК^{1,2}, О. П. КОНОНЮК¹, В. О. БОВДА³

¹ Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів;

² Institute for Rare Earth Magnetic Materials and Devices (IREMMD),
Jiangxi University of Science and Technology, Ganzhou, China;

³ Національний науковий центр "Харківський фізико-технічний інститут" НАН України

Методами рентгенівського фазового аналізування та електронної сканувальної мікроскопії досліджено вплив умов розмелювання спінінгового сплаву на основі $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ на властивості порошків – фазово-структурний стан, анізотропію і морфологію. Властивості порошків оцінено, згідно з вимогами для подальшого здрібнення їх мікроструктури та спікання у водні за понижених температур, методом диспропорціонування та рекомбінування. Встановлено, що з підвищенням частоти і тривалості помелу у водні і олеїновій кислоті дисперсність порошків підвищується, збільшується кількість лускоподібних частинок, сплав частково аморфізується, а ступінь текстури знижується. Показано, що оптимальним є помел в олеїновій кислоті з $v \approx 100$ rpm і $\tau \leq 12$ h.

Ключові слова: сплав KS25 , помел, водень, фазово-структурний стан, морфологія, анізотропні частинки.

The influence of milling conditions of a spinning alloy based on $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ on the properties of powders – phase-structural state, anisotropy and morphology – was studied by X-ray phase analysis and electron scanning microscopy. The properties of powders were evaluated in accordance with the requirements for further milling of their microstructure and sintering in hydrogen at low temperatures by the method of disproportionation and recombination. It was established that with increasing frequency and duration of milling in hydrogen and oleic acid the dispersion of powder particles increased, the number of scaly particles increased, the alloy was partially amorphized, and the degree of texture decreased. It was shown that milling in oleic acid with $v \approx 100$ rpm and $\tau \leq 12$ h was optimal.

Keywords: KS25 alloy, milling, hydrogen, phase-structural state, morphology, anisotropic particles.

Вступ. Сталі магнети на основі сполук рідкісноземельних та перехідних металів (РЗМ–ПМ) мають велику затребуваність. Цим зумовлена актуальність досліджень з пошуку нових феромагнетних матеріалів та підвищення властивостей вже відомих. Зокрема, в останні більш ніж три десятиліття триває інтенсивний пошук методів здрібнення мікроструктури цих матеріалів до нанорівня [1, 2].

Ідея поліпшення властивостей сталих магнетів наноструктуруванням виникла на основі експериментальних та теоретичних результатів. Зокрема, дослідження [3] зініціювало теоретичні розрахунки закономірностей магнетної взаємодії у системах з наноструктурованими магнетом'якою та магнетотвердою фазами (нанокомпозитні магнети) [4]. Показано, що нанокомпозитні магнети володіють підвищеною питомою магнетною енергією. Такий ефект зумовлений обмінною взаємодією між однодоменними зернами магнетотвердої та магнетом'якої фаз (inter-phase exchange coupling). Ці результати стали основою для розвитку нового

напрямку матеріалознавства феромагнетних матеріалів – нанокомпозитні магнети [1].

Відомо, що для керування фазово-структурним станом сталей магнетів на основі сполук РЗМ–ПМ застосовують водневе оброблювання – метод гідрування, диспропорціонування, десорбування, рекомбінування (ГДДР). Цим способом здрибнюють до субмікронних розмірів і гомогенізують мікроструктуру магнетів і поліпшують їх властивості. Експериментально показали перспективність застосування ГДДР для наноструктурування феромагнетних матеріалів на основі сполук $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, SmCo_5 і $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ [5]. Для цього запропонували комбінований спосіб водневого оброблення [5], який складається з двох етапів. Мета першого – розмелювання матеріалу на магнетно анізотропні частинки зі здрибненою мікроструктурою (розмір зерен – кілька мікрометрів). На другому етапі – ГДДР – мікроструктуру здрибнюють до нанорівня. Для досягнення такого ефекту продукти диспропорціонування повинні бути наноструктуровані. Для цього керують швидкістю розпаду вихідної фази за допомогою підбору таких параметрів, як тиск водню та тривалість процесу.

Необхідною умовою для досягнення високих властивостей наноструктурованих магнетів є магнетокристалографічна анізотропія. Методом ГДДР отримують анізотропні матеріали й експериментально доведено механізм формування анізотропії після ГДДР [5]: сплави будуть анізотропними, якщо після диспропорціонування міститимуть залишки феромагнетної фази. На етапі рекомбінування залишки є центрами кристалізації і вони задають кристалографічні напрямки рекомбінованих зерен, внаслідок чого сплав є анізотропний.

Крім того, що внаслідок ГДДР отримують наноструктуровані та анізотропні феромагнетні матеріали РЗМ–ПМ, цей метод оброблювання успішний для спікання порошків цих матеріалів за понижених температур зі збереженням нанорозмірної мікроструктури [5]. Необхідно зазначити, що спечені наноструктуровані анізотропні магнети отримують методом порошкової металургії. Він складається з тих же етапів, що й традиційна технологія. Відмінність полягає в тому, що спікання відбувається не у вакуумі, а методом ГДДР. Необхідно зазначити, що до порошків існують певні вимоги: наявність феромагнетної фази і магнетокристалографічної анізотропії частинок та їх висока дисперсність. Перша зумовлена тим, що застосувати ГДДР як низку фазових перетворень можна до фази/фаз. Друга – тим, що методом ГДДР анізотропну високодисперсну мікроструктуру можна сформувати лише в анізотропних областях сплаву (зернах, частинах зерен), які до цього мали грубу мікроструктуру. Висока дисперсність частинок – один із чинників, який дозволяє знизити температуру спікання порошків.

Спінінгування сплавів давно використовують для отримання феромагнетних матеріалів. За допомогою цього методу керують фазово-структурним станом металічних матеріалів, змінюючи в широкому діапазоні дисперсність їх мікроструктури аж до нанорівня та до формування аморфного стану. Дисперсність мікроструктури та гомогенний розподіл фаз відіграють важливу роль у забезпеченні високих властивостей спечених магнетів. Зокрема, якщо дисперсність мікроструктури настільки висока, що розміри зерен не перевищують критичні розміри магнетних доменів, то магнети мають високу коерцитивну силу. Важливо вивчити властивості спечених методом ГДДР наноструктурованих анізотропних магнетів зі спінінгованих матеріалів на основі фази $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$.

Мета роботи – встановити вплив умов розмелювання спінінгового сплаву на основі $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ на властивості порошків, які б відповідали вимогам для виготовлення з них методом ГДДР наноструктурованих анізотропних спечених магнетів.

Експериментальна частина. Дослідили феромагнетний сплав KC25 складу $\text{Sm}_{18,57}\text{Co}_{46,12}\text{Fe}_{27,11}\text{Cu}_{5,9}\text{Zr}_{2,29}$ (mass%), отриманий спінінгуванням розплавленого в індукційній печі розплаву. Його основа – феромагнетна фаза $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ зі структурою типу $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$, де кобальт частково заміщено залізом, цирконієм і міддю. Розплав тонким струменем виливали на мідний охолоджуваний циліндр, який обертається з лінійною швидкістю 16 та 20 м/с.

Сплав насичували воднем під тиском $\approx 3\text{...}4$ МПа і мололи у водні або розчинні гептану (85 vol.%) і олеїнової кислоти (15 vol.%) в однокамерному планетарному млині Fritsch Pulverisette-6. Частота обертання камери 100...600 rpm, тривалість розмелювання 2, 3, 6 та 12 h. Застосували 60 розмельних куль $\varnothing 10$ mm, виготовлених з Cr-Ni нержавної сталі. Співвідношення між масами сплаву та куль 1:30. Перед помелом у водні його тиск знижували до $\approx 0,5\text{...}1$ МПа, а у рідині тиск водню знижували до атмосферного та наповнювали камеру рідиною. Після помелу у водні порошок вивантажували з камери у боксі в потоці аргону, а в рідині – відмивали у розчиннику (ацетон, толуол, гептан).

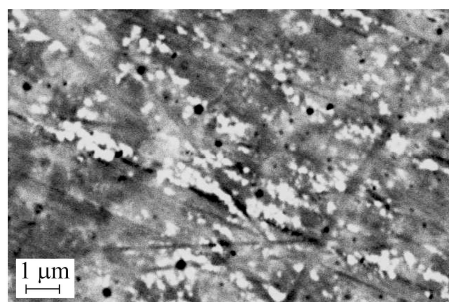
Дифрактограми знімали на дифрактометрі ДРОН-2,0 М ($\text{FeK}_{\alpha 1}$ -випромінювання). Фази ідентифікували за допомогою програм PowderCell [6] та FullProf [7]. Морфологію порошоків вивчали на електронному сканувальному мікроскопі EVO-40XVP (ZEISS) з енергодисперсійним рентгенівським спектрометром INCA ENERGY 350. Порошки насипали на електропровідні клейкі стрічки.

Результати експерименту. Загальновідомо, що умови помелу такі, як частота обертання камери планетарного млина (надалі – частота), тривалість, середовище помелу тощо визначають властивості розмелених матеріалів, зокрема, розміри та фазово-структурний стан частинок порошку. Покажемо тенденцію зміни морфології та анізотропних властивостей порошоків феромагнетного спінінгованого сплаву KC25 зі зміною середовища, частоти і тривалості помелу.

Мікроструктура вихідного спінінгованого сплаву KC25. Сплав має високодисперсну мікроструктуру з розмірами зерен до кількох мікрометрів, а включення багаті на самарій – до кількох сотень нанометрів (рис. 1). Як бачимо, сплав багатозфазний. Однак за результатами енергодисперсійного рентгенівського аналізу виявлено лише фазу складу $\text{Sm}_2(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Zr}, \text{Cu})_{17}$ з таким вмістом елементів (at.%): Sm – 11...11,1; Co – 58,7...59,6; Fe – 20,3...21,1; Cu – 6,3...6,4; Zr – 2...3,5. Такий результат через те, що найменший розмір ділянки аналізу, обумовлений характеристиками приладу, більший від розмірів зерен фаз. Рентгенівським фазовим аналізом (РФА) у вихідному сплаві також ідентифікували фазу $\text{Sm}_2(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Zr}, \text{Cu})_{17}$ зі структурою типу $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ (рис. 2, крива 1).

Рис. 1. Мікроструктура спінінгованого сплаву $\text{Sm}_2(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Zr}, \text{Cu})_{17}$. Швидкість обертання мідного колеса 20 м/с; контраст у зворотнорозсіяних електронах.

Fig. 1. Microstructure of the spinning $\text{Sm}_2(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Zr}, \text{Cu})_{17}$ alloy. Speed of rotation of the copper wheel 20 m/s; backscattered image.



Помел у водні. У водні мололи сплав KC25, спінінгований за швидкості 20 м/с. Умови помелу: тривалість $\tau = 2, 3$ і 6 h з частотою $\nu = 200$ rpm та $\tau = 2$ h з $\nu = 300$ і 600 rpm.

Після розмелювання сплаву з $\nu = 200$ rpm і $\tau = 2$ h порошок складається з частинок з розмірами $\approx 3\text{...}11$ μm (рис. 3а) та конгломератів високодисперсних

частинок з розмірами до $3\ \mu\text{m}$ (рис. 3b). Кількість компонентів-металів у різних частинках конгломератів відрізняється мало і корелює з результатами для вихідного матеріалу. Сплав містить 2...6 at.% кисню. Фаза зі структурою типу $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ зберігається, області когерентного розширення зменшуються і виникають механічні напруження (рис. 2, крива 2).

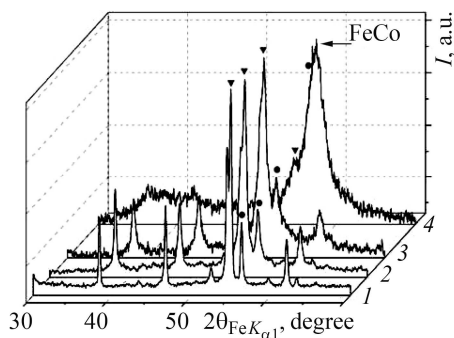


Рис. 2. Дифрактограми спінінгового сплаву KC25 (20 m/s) (1) та після його розмелювання у водні:
 2 – $v = 200\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$;
 3 – $v = 300\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$;
 4 – $v = 600\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$;
 знімали з довільно насипаних порошків.
 ● – пік 006, ▼ – 033.

Fig. 2. XRD patterns of the spinning KC25 alloy (20 m/s) (1) and after milling in hydrogen:
 2 – $v = 200\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$; 3 – $v = 300\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$; 4 – $v = 600\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$;
 measured for the random powders. ● – peak 006, ▼ – 033.

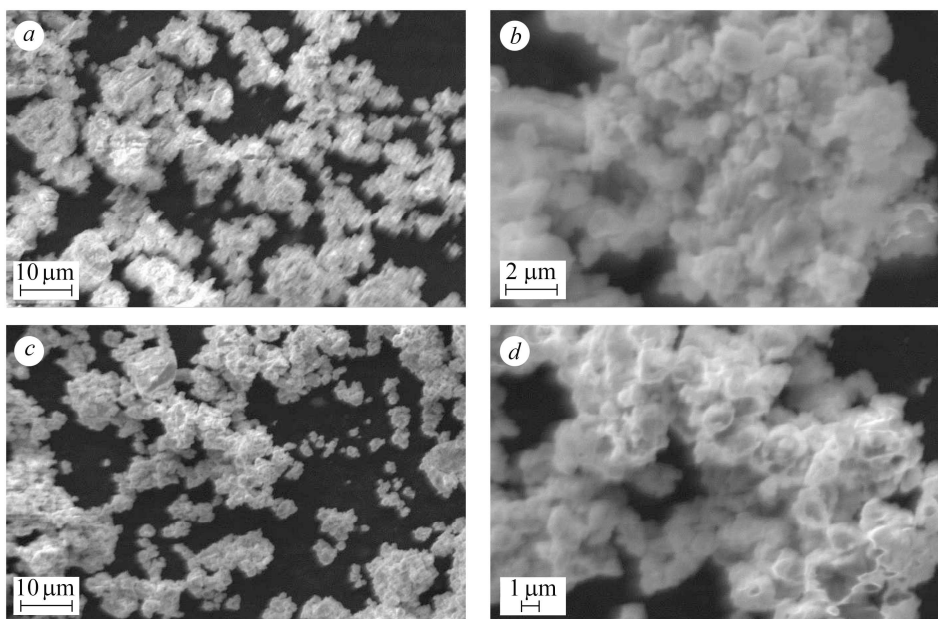


Рис. 3. Морфологія спінінгового сплаву KC25, розмеленого у водні
 з $v = 200\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$ (a, b); $v = 300\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$ (c, d).

Fig. 3. Morphology of the spinning KC25 alloy, grounded in hydrogen
 with $v = 200\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$ (a, b); $v = 300\ \text{rpm}$, $\tau = 2\ \text{h}$ (c, d).

Після розмелювання за $v = 300\ \text{rpm}$ і $\tau = 2\ \text{h}$ сплав здрібнили на порошок з розмірами частинок від 2 до $8\ \mu\text{m}$ (рис. 3c, d). Здебільшого порошок складається з конгломератів, утворених частинками з розмірами $1,5\text{...}2\ \mu\text{m}$. За результатами РФА, фазовий склад сплаву не змінюється, однак, піки розширюються (рис. 2, крива 3). Це вказує на здрібнення областей когерентного розсіювання, підвищення механічних напружень та, можливо, часткову аморфізацію матеріалу. Останнє

є причиною зниження кристалографічної текстури частинок. Крім того, за вищих частот пластична деформація частинок супроводжується утворенням дрібних зерен з різним напрямком кристалографічної осі c . Як наслідок, частинки порошку після орієнтування в магнетному полі частково анізотропні (рис. 4, крива 3).

Рис. 4. Дифрактограми спінінгованого сплаву KC25, розмеленого у водні з $v = 200$ грм, $\tau = 3$ h (1); $v = 200$ грм, $\tau = 12$ h (2); $v = 300$ грм, $\tau = 2$ h (3); знімали з орієнтованих у магнетному полі порошоків.
● – пік 006, ▼ – 033.

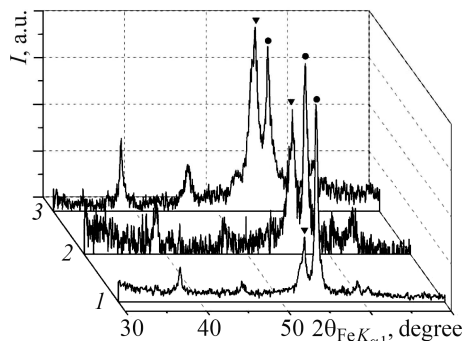


Fig. 4. XRD patterns of the spinning KC25 alloy, grounded in hydrogen with $v = 200$ rpm, $\tau = 3$ h (1); $v = 200$ rpm, $\tau = 12$ h (2); $v = 300$ rpm, $\tau = 2$ h (3); measured for the powders oriented in magnetic field. ● – peak 006, ▼ – 033.

Підвищення частоти помелу до $v = 600$ грм завершується диспропорціонуванням сплаву на гідрид самарію (SmH_{2+x}) та твердий розчин залізо–кобальт (FeCo) (рис. 2, крива 4). Гідрид SmH_{2+x} рентгеноаморфний і два його найінтенсивніші піки утворили гало за кутів $\sim 35...45^\circ$. Твердий розчин FeCo у високодисперсному та напруженому стані. Низькоінтенсивні піки на дифрактограмі за кутів $54,5...55,5^\circ$ вказують на залишки у розмеленому сплаві феромагнетної фази $\text{Sm}_2(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Zr}, \text{Cu})_{17}$.

Враховуючи вищесказане, можна констатувати, що анізотропія частинок порошоків, отриманих розмелюванням у водні, суттєво залежить від частоти та тривалості помелу і знижується зі збільшенням значень цих параметрів (рис. 4).

Помел у рідині. Сплав, спінінгований з лінійною швидкістю 16 m/s, насичували воднем, заливали олеїною кислотою і мололи впродовж $\tau = 12$ h з $v = 100, 200, 300$ і 600 грм. В усіх випадках феромагнетна фаза зі структурою типу $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ збереглася; періоди ґратки $a = 8,463(6)...8,518(2)$ Å та $c = 12,288(6)...12,332(1)$ Å (рис. 5).

Результати РФА (рис. 5), отримані за різних частот обертання камери млина, підтверджують відому тенденцію зміни фазово-структурного стану матеріалів під час їх розмелювання: з підвищенням частоти помелу зростають механічні напруження, здрібнюється мікроструктура (зменшуються області когерентного розсіювання), матеріал частково аморфізується.

Підвищення частоти розмелювання суттєво впливає на анізотропні властивості частинок порошоків. Якщо після помелу з $v = 100$ грм частинки анізотропні (рис. 6, крива 1), то після збільшення частоти до $v = 200$ грм анізотропія суттєво знижується (крива 2), а за $v = 600$ грм – відсутня повністю (крива 3).

Порошок спінінгованого сплаву KC25, отриманий розмелюванням за $v = 100$ грм, складається зі суміші грубих і тонких частинок неправильної форми (рис. 7a, b). Грубі мають розміри ≈ 10 μm (рис. 7a), а тонкі – від $\approx 0,5$ до 3 μm (рис. 7b). З підвищенням частоти до $v = 300$ грм утворюються лускоподібні частинки (рис. 7c). На тримачі зразка порошок лягає шаром, частинки щільно прилягають одна до одної. За наближеними оцінками ширина-довжина пластинок – 1...3 μm (рис. 7d). Подібні властивості має порошок, отриманий розмелюванням

сплаву за $v = 600$ rpm (рис. 7e). Тут товщина частинок-лусок $\approx 100\text{--}200$ nm і наближається до нанообласті (рис. 7f).

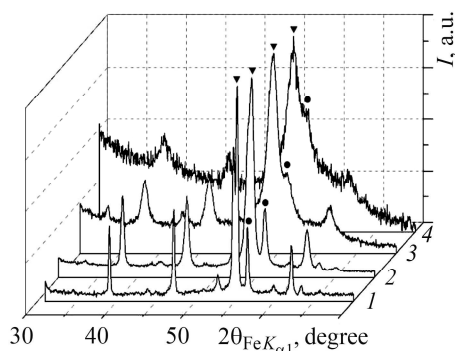


Рис. 5. Fig. 5.

Рис. 5. Дифрактограми спінінгованого сплаву KC25 (16 m/s) (1) та після його розмелювання ($\tau = 12$ h) в суміші олеїнова кислота (15 vol.%)–гептан (85 vol.%) з $v = 100$ rpm (2); $v = 200$ rpm (3); $v = 600$ rpm (4); знімали з довільно насипаних порошків. ● – пік 006, ▼ – 033.

Fig. 5. XRD patterns of spinning KC25 alloy (16 m/s) (1) and after its milling ($\tau = 12$ h) in a mixture of oleic acid (15 vol.%)–heptane (85 vol.%) with $v = 100$ rpm (2); $v = 200$ rpm (3); $v = 600$ rpm (4); measured for the random powders. ● – peak 006, ▼ – 033.

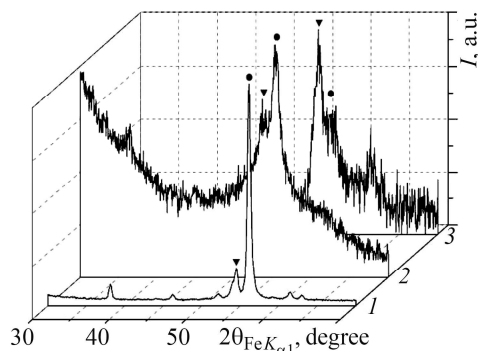


Рис. 6. Fig. 6.

Рис. 6. Дифрактограми спінінгованого сплаву KC25 (16 m/s), розмеленого ($\tau = 12$ h) в суміші олеїнова кислота (15 vol.%)–гептан (85 vol.%) з $v = 100$ rpm (1); $v = 200$ rpm (2); $v = 600$ rpm (3); знімали з порошків, орієнтованих у магнетному полі. ● – пік 006, ▼ – 033.

Fig. 6. XRD patterns of spinning KC25 alloy (16 m/s) milled ($\tau = 12$ h) in a mixture of oleic acid (15 vol.%)–heptane (85 vol.%) with $v = 100$ rpm (1); $v = 200$ rpm (2); $v = 600$ rpm (3); measured for the powders oriented in magnetic field. ● – peak 006, ▼ – 033.

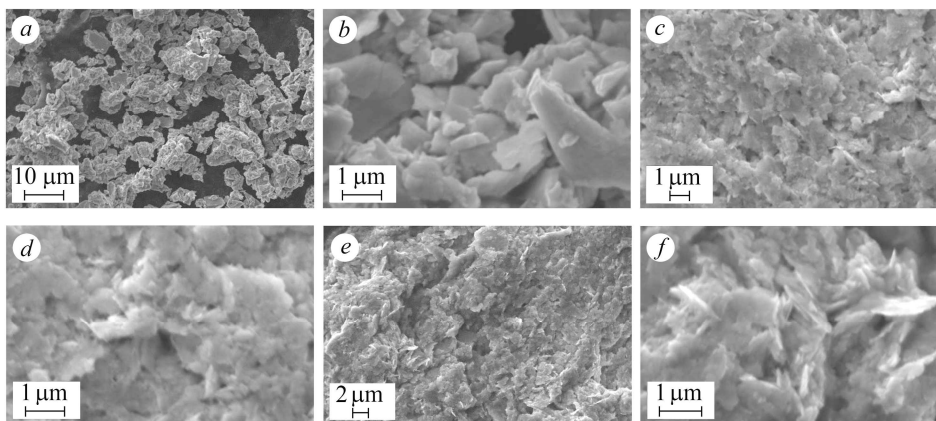


Рис. 7. Морфологія порошків після розмелювання спінінгованого сплаву KC25 у суміші олеїнова кислота (15 vol.%)–гептан (85 vol.%) (16 m/s, $\tau = 12$ h): $v = 100$ rpm (a, b); $v = 300$ rpm (c, d); $v = 600$ rpm (e, f).

Fig. 7. Powder morphology of the spinning KC25 alloy milled in a mixture of oleic acid (15 vol.%)–heptane (85 vol.%) (16 m/s, $\tau = 12$ h): $v = 100$ rpm (a, b); $v = 300$ rpm (c, d); $v = 600$ rpm (e, f).

Обговорення результатів. Розмелюванням спінінгованого сплаву у водні за низької частоти отримали порошки з відносно грубими частинками з розмірами

до $\leq 10 \mu\text{m}$, а в рідині знизили розміри частинок на порядок – до $\sim 3 \mu\text{m}$. За частот вищих $\nu = 300 \text{rpm}$ порошки складаються з лускоподібних частинок, а їх товщина зменшується до $100\dots 200 \text{nm}$.

Узагальнення результатів РФА порошоків, отриманих розмелюванням як у водні, так і в рідині, показали, що збільшення частоти і тривалості помелу призводить до здрібнення областей когерентного розсіювання, підвищення механічних напружень, часткової аморфізації феромагнетної фази, а за помелу у водні ще й до її диспропорціонування на гідрид самарію та кобальт. Аморфізація є однією з причин зниження кристалографічної текстури частинок. Крім того, за вищої частоти та тривалості пластична деформація частинок порошоків сплаву супроводжується утворенням дрібних зерен з різним напрямком кристалографічної осі c . Цей ефект є ще однією причиною зниження ступеня текстури. Проілюструємо вплив параметрів розмелювання на анізотропію частинок порошоків за зміною відношення інтенсивностей піків 006 і 033 (рис. 8) (інтенсивність відбитих рентгенівських променів від атомних площин (006) підвищується, якщо частинки порошку орієнтовані віссю c в одному напрямку; пік 033 має найбільшу інтенсивність за зйомки дифрактограми з ізотропного порошку).

Помел у водні. За низької частоти розмелювання – $\nu = 200 \text{rpm}$ – анізотропія частинок знижується зі збільшенням тривалості розмелу. Так, $I(006)/I(033)$ знижується від 2,77 для $\tau = 3 \text{h}$, до 1,2, коли $\tau = 12 \text{h}$ (рис. 8a). Таку ж тенденцію встановлено з підвищенням частоти (рис. 8b). Залежність ступеня текстури від умов розмелювання оцінили для двох параметрів: тривалості у діапазоні $\tau = 2\dots 12 \text{h}$ і частоти у діапазоні $\nu = 100\dots 600 \text{rpm}$. Ступінь текстури різко знижується зі збільшенням частоти від $\nu = 100 \text{rpm}$ до $\nu = 200 \text{rpm}$.

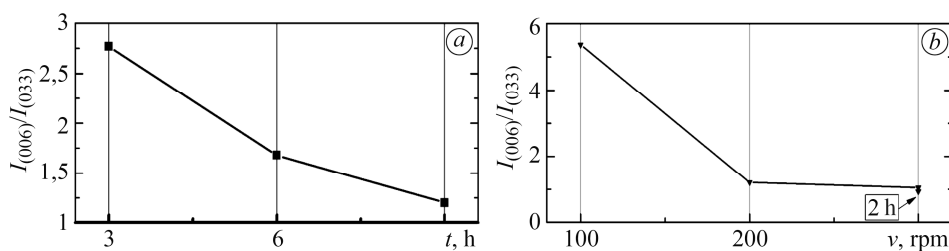


Рис. 8. Залежність відношення інтенсивностей рентгенівських піків (006) і (033) від тривалості розмелювання у водні з $\nu = 200 \text{rpm}$ (a) та частоти обертання камери млина в суміші олеїнова кислота (15 vol.%)–гептан (85 vol.%) упродовж $\tau = 12 \text{h}$ (b); дифрактограми знімали з порошоків, орієнтованих у магнетному полі.

Fig. 8. Dependence of the ratio of intensity of the X-ray peaks (006) and (033) on the duration of milling in hydrogen with $\nu = 200 \text{rpm}$ (a) and rotation frequency of the mill chamber in a mixture of oleic acid (15 vol.%)–heptane (85 vol.%) for $\tau = 12 \text{h}$ (b); diffractograms were recorded for powders oriented in a magnetic field.

Далі, за переходу від $\nu = 200 \text{rpm}$ до $\nu = 300 \text{rpm}$, зміни незначні. Зниження текстури з підвищенням тривалості процесу відбувається повільніше, але сильно залежить від частоти. За $\nu = 200 \text{rpm}$ зі зростанням τ текстура порошоків рівномірно знижується (рис. 8a), а за $\nu = 300 \text{rpm}$ – однакова і для $\tau = 2 \text{h}$, і для $\tau = 12 \text{h}$ (рис. 8b).

Таким чином, високодисперсні порошки ($\nu = 300\dots 600 \text{rpm}$) ізотропні або диспропорціоновані – не відповідають вимогам. Ті, що анізотропні ($\nu = 200 \text{rpm}$) – це суміш тонких і грубих частинок. Питання щодо можливості їх застосування залишається відкритим. Оскільки тривалість диспропорціонування у тонких і грубих частинках різна, то оброблювання такого матеріалу методом ГДДР призведе до неоднорідного здрібнення мікроструктури і зниження ступеня текстури

магнетів. Необхідно зазначити, що проблему можна вирішити, якщо розділити частинки на фракції. Тоді необхідно уточнити параметри ГДДР для кожної фракції і спікати магнети за відповідних умов. Таким чином, показано, що під час розмелювання спінінгованого сплаву KC25 у планетарному млині у водні частота помелу не повинна перевищувати 300 rpm, а тривалість помелу за нижчої частоти необхідно оптимізувати.

Помел в олеїновій кислоті. Феромагнетна фаза зі структурою типу $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ збереглася за всіх режимів помелу (див. рис. 5), що задовольняє одну з вимог. Як видно з отриманих результатів, параметри, за якими оцінюють дві інші вимоги – ступінь текстури та розмір частинок – взаємно обернені: що вища дисперсність частинок порошку, то нижчий ступінь їх текстури (рис. 6–8). З підвищенням частоти від 100 до 600 rpm співвідношення $I(006)/I(033)$ зменшується від 5,37 до 0,84. Водночас дисперсність підвищується на порядок: від кількох мікрметрів до кількох сотень нанометрів.

Таким чином, середовище помелу впливає на розкид частинок порошку за розмірами (він нижчий після помелу сплавів в олеїновій кислоті) та на фазовий склад порошоків. Відсутність водню під час розмелювання в рідині за високої частоти сприяє збереженню феромагнетної фази. Водночас за такої частоти помелу у водні вона диспропорціонує. Оптимальні параметри помелу в олеїновій кислоті – $v = 100$ rpm, $\tau = 12$ h. Тоді порошки добре текстуруються, а розміри частинок після такого помелу в діапазоні від $\approx 0,5$ до ≈ 10 μm .

ВИСНОВКИ

Проаналізовано тенденцію зміни дисперсності, морфології і анізотропії порошоків феромагнетного спінінгованого сплаву KC25 з різними частотою обертання камери планетарного млина (100...600 rpm), тривалістю (2...12 h) та середовищем помелу (водень, гептан–олеїнова кислота), які б відповідали вимогам для подальшого здрібнення їх мікроструктури у водні методом диспропорціонування та рекомбінування, а також для спікання за понижених температур. На основі результатів РФА та морфології порошоків встановлено, що підвищення частоти обертання камери млина призводить до зростання дисперсності частинок порошку, з одного боку, і до зниження анізотропії, з іншого. Показано, що для подальшого оброблювання у водні методом диспропорціонування та рекомбінування сплав необхідно розмелювати в олеїновій кислоті за $v \approx 100$ rpm і $\tau \leq 12$ h.

1. *Nanoscale Magnetic Materials and Applications* / P. J. Liu, E. Fullerton, O. Gutfleisch, and D. J. Sellmyer. – London: Springer, 2009. – 1. – P. 731.
2. *Poudyal N. and Liu J. P. Advances in nanostructured permanent magnets research* // J. of Physics D: Applied Physics. – 2013. – **46**. – P. 1–23.
3. *Coehoorn R., de Mooij D. B., and de Waard C. Melt-spun permanent magnet materials containing Fe3B as the main phase* // J. of Magnetism and Magnetic Materials. – 1989. – **80**, № 1. – P. 101–104.
4. *Kneller E. F. and Hawig R. The exchange-spring magnet: A new material principle for permanent magnets* // IEEE Transactions on Magnetics. – 1991. – **27**. – P. 3588–3600.
5. *Bulyk I. I. Application of hydrogen in the production of sintered anisotropic nanostructured magnets from alloys of rare-earth and transition metals* // Materials Science. – 2018. – **54**, № 6. – P. 761–775.
6. *Federal Institute for Materials Research and Testing* // BAM. – 2020. [Електрон. версія] URL: http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a_v/v_1/powder/e_cell.html
7. *FullProf Suite*. – 2020. [Електрон. версія] URL: <https://www.ill.eu/sites/fullprof/index.html>

Одержано 14.04.2021