



HAL
open science

Aimants permanents FeNdB, obtenus à partir de la solidification rapide influencé du vanadium

Arnaud Tanguy, D. Binesti, J. Bras, J. Degauque, M. Fagot, A. Chamberod,
F. Vanoni

► **To cite this version:**

Arnaud Tanguy, D. Binesti, J. Bras, J. Degauque, M. Fagot, et al.. Aimants permanents FeNdB, obtenus à partir de la solidification rapide influencé du vanadium. *Journal de Physique IV Proceedings*, 1992, 02 (C3), pp.C3-139-C3-144. 10.1051/jp4:1992321 . jpa-00251526

HAL Id: jpa-00251526

<https://hal.science/jpa-00251526>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Aimants permanents FeNdB, obtenus à partir de la solidification rapide influencé du vanadium

A. TANGUY, D. BINESTI, J. BRAS*, J. DEGAUQUE*, M. FAGOT*, A. CHAMBEROD** et F. VANONI**

EDF - DER, 1 av du Général de Gaulle, 92141 Clamart, France

**INSA, LPS Toulouse, Dpt Physique, av de Rangueil, 31077 Toulouse, France*

***CENG-DRFMC, Av des Martyrs, 38041 Grenoble, France*

Résumé: L'influence d'ajouts de vanadium (1; 1,6; 2,1; 2,3 % at) sur les propriétés des matériaux rapidement solidifiés est étudiée ici. Ces additions provoquent une diminution de la température de Curie, tandis que la cristallisation de la phase amorphe contenue dans les rubans est retardée. Pour l'instant aucune évolution microstructurale n'a pu être décelée. La coercitivité des aimants de type I est maximale pour 1% d'ajout. Pour les aimants de type II et au delà de 1,6 %, l'ajout de vanadium s'accompagne d'un accroissement de la coercitivité et d'une modification des mécanismes d'aimantation.

Abstract: The influence of vanadium additions (1; 1,6; 2,1; 2,3 % at) on the properties of melt spun materials is studied. These additions lower the Curie temperature, while the crystallisation of the amorphous phase present in ribbons is delayed. No evolution of the microstructure was observed at this time. For type I magnets, coercivity is maximum for a 1% addition, for type II and above 1,6%, vanadium addition induces an increase in coercivity and a change in magnetisation mechanisms.

INTRODUCTION:

Le développement d'aimants terres rares à base de fer peut contribuer à la mise en place de moteurs électriques performants, dans des conditions économiques acceptables.

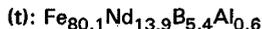
Les aimants fer néodyme bore, dont l'énergie spécifique à température ambiante reste inégale, sont desservis par un médiocre comportement en température et une forte sensibilité à la corrosion.

L'introduction de vanadium dans la composition d'aimants frittés a toutefois permis des progrès significatifs dans ces deux directions [1].

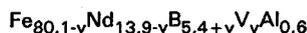
L'effet des ajouts de vanadium dans des matériaux solidifiés rapidement, a priori moins sensibles à la corrosion, est étudié ici.

PARTIE EXPERIMENTALE

Les matériaux sont élaborés à partir d'une composition témoin exempte de vanadium :



Cet alliage représente le meilleur compromis coercitivité / rémanence pour des aimants compressés à chaud (aimants de type II)[2]. Il peut être décomposé en deux termes: la phase magnétique dure et un ajout binaire: (0,4 Nd + 0,6 Fe). Dans le but de former des précipités FeV_2B_2 obtenus dans le cas des aimants frittés, le vanadium a été introduit dans l'ajout dont la composition type est alors: $(1-x)(0,4\text{Nd} + 0,6 \text{Fe}) + x(0,2\text{Fe} + 0,4\text{V} + 0,4\text{B})$ ce qui conduit à la formule générale:



avec $y = 1; 1,6; 2,1$ et $2,3$ valeurs qui correspondent respectivement aux compositions dites (1), (2), (3) et (4).

Les alliages sont préparés à partir de matériaux de pureté 3N, puis trempés sur roue avec une vitesse linéaire de 23 m/s. Deux types d'aimants sont réalisés à partir des rubans broyés:

- type I : obtenu par compactage à froid dans une résine
- type II : obtenu par compression à chaud avec ou sans liant métallique

La température de Curie (T_c) et la température de cristallisation (T_x) de la phase amorphe présente dans les rubans sont mesurées par analyse enthalpique différentielle avec une vitesse de montée de $40^\circ\text{C}/\text{mn}$ (Perkin Elmer, D.S.C.7).

La microstructure est observée en microscopie électronique en transmission (JEOL 200CX) couplé à un analyseur X (sonde EDAX).

Les propriétés magnétiques sont mesurées avec un hystérésigraphe (LDJ,5500H) associé à un banc d'aimantation fournissant des impulsions de 10 Tesla.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

A. ETUDE DES RUBANS:

1. ANALYSE ENTHALPIQUE DIFFÉRENTIELLE:

La chute de T_c dès la composition (1), puis sa stabilisation pour les teneurs supérieures en vanadium (cf. tableau I), semble indiquer que l'on atteint la limite de solubilité du vanadium dans la phase magnétique $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ dès 1% d'ajout. En revanche, la température de cristallisation augmente de façon continue. La cristallisation pourrait être retardée par une ségrégation du vanadium aux joints de grains.

tableau I: évolution de T_c et de T_x avec la teneur en vanadium.

composition	(t)	(1)	(2)	(3)	(4)
$T_c(^{\circ}\text{C})$	309	304	304	303	305
$T_x(^{\circ}\text{C})$	600	604	609	613	

2. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION:

Les rubans bruts de trempe ont des tailles de grains comprises entre 20 et 300 nm. Aucun agglomérat ni précipité riche en vanadium n'a été décelé. Par contre, les rubans recuits 10 mn à 620°C contiennent de petits précipités (10 à 20 nm) de morphologie identique à celle des précipités FeV_2B_2 observés dans le cas des aimants frittés avec vanadium [3]. Leur faible taille n'a pas permis d'en déterminer la composition.

B. AIMANTS DE TYPE I:

1. EFFET DU BROYAGE:

Afin d'étudier l'influence de la taille des poudres sur les propriétés magnétiques (et sur un éventuel effet d'anisotropie) les rubans ont été broyés et répartis en trois granulométries (ϕ) différentes: $\phi < 40 \mu\text{m}$, $100 \mu\text{m} < \phi < 200 \mu\text{m}$ et $\phi > 200 \mu\text{m}$. Le broyage a été réalisé d'une part à l'air, d'autre part sous atmosphère d'argon sec.

Dans le premier cas, on observe une forte chute de la coercitivité et de l'énergie spécifique pour les granulométries inférieures à $40 \mu\text{m}$. Cet effet semble du à la présence de phases douces résultant de l'oxydation de la phase magnétique (tableau II et fig.1), phénomène plus marqué dans le cas des faibles granulométries où le rapport surface sur volume est plus important. La présence d'une plus forte concentration d'oxygène pour les poudres de faible granulométrie a été confirmée par des mesures de taux d'oxygène. Dans le cas d'un broyage sous argon, les propriétés sont conservées pour les faibles granulométries (tableau II).

tableau II: influence sur les propriétés magnétiques de l'atmosphère de broyage

	H*	BH*
broyé à l'air	44%	39%
broyé sous Ar	100%	100%

nota:

$$H^* = H_{c_j(\phi < 40\mu\text{m})} / H_{c_j(\phi > 200\mu\text{m})}$$

$$(BH)^* = (BH)_{\text{max}(\phi < 40\mu\text{m})} / (BH)_{\text{max}(\phi > 200\mu\text{m})}$$

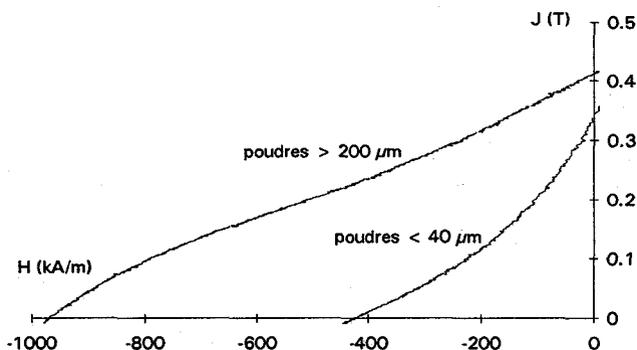


figure 1:

courbes de désaimantation d'aimants de type I réalisés à partir de poudres broyées à l'air

2.EFFET DE LA PRESSION:

La densité, et donc la rémanence sont peu influencées par l'augmentation de pression de 65 MPa à 200 MPa (tableau III). Le champ coercitif n'est pas modifié.

tableau III: effets de la pression sur les propriétés d'aimants de composition (t).

Pression	65MPa	200MPa
densité(g/cm ³)	5,54	5,66
B _r (T)	0,42	0,50

3.EFFET DU VANADIUM:

Les résultats ne montrent pas de variation significative de la rémanence qui vaut en moyenne 0,45T ($\pm 0,05T$). La coercitivité est maximale pour une teneur en vanadium de 1% (composition (1), tableau IV).

tableau IV: variations de H_{cj} en fonction de la teneur en vanadium.

composition	(t)	(1)	(2)	(3)
H _{cj} (kA/m)	950	1050	850	800

C.AIMANTS DE TYPE II:

Les compressions sont réalisées à 620°C, 720°C et 750°C sous une pression de 380 MPa. Les mesures sont regroupées dans le tableau V, ci dessous.

Température (°C)	composition	densité (g/cm ³)	B _r (T)	H _{cj} (kA/m)
620	(t)	7,1	0,75	790
	(2)	5,7	0,55	860
	(3)		0,64	1000
720	(t)	7,4	0,78	900
	(1)	7,35	0,69	820
	(2)	7,25	0,68	660
	(3)	7,1	0,68	660
750	(t)	7,4	0,70	660
	(1)	7,4	0,72	660
	(2)	7,4	0,73	680
	(3)	7,4	0,67	650

A 620°C, les aimants contenant du vanadium sont fragiles et peu denses. Le vanadium augmente le champ coercitif et modifie les mécanismes d'aimantation comme l'indiquent les figures 2 et 3:

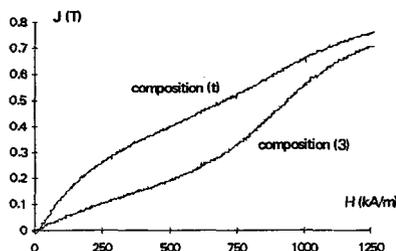


figure 2:
courbes de première aimantation d'aimants
de type II réalisés à 620°C

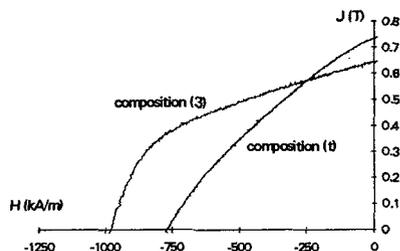


figure 3:
courbes de désaimantation d'aimants de type
II réalisés à 620°C

Seule la température de 750°C apporte une densification complète (100% de la densité théorique), mais au détriment de la coercitivité. L'effet bénéfique du vanadium est annihilé.

Afin d'obtenir, dès 620°C, des aimants de bonne tenue mécanique, deux liants métalliques, du cuivre ou du cobalt en poudre, ont été ajoutés aux rubans broyés.

Les résultats sont regroupés dans le tableau VI suivant:

ajout (% pds)	composition	densité (g/cm ³)	B _r (T)	H _{cj} (kA/m)
néant	(t)	7,55	0,74	780
10%Co	(t)	7,44	0,70	590
	(4)	6,75	0,60	775
10%Cu	(4)	7,55	0,64	560
2%Co	(t)	7,57	0,74	715
	(4)	7,21	0,71	955
2%Cu	(t)	7,57	0,72	760
	(4)	7,09	0,69	980

L'ajout de 2% de liant présente un bon compromis propriétés magnétiques/tenu mécanique. On retrouve, en particulier, l'effet bénéfique du vanadium sur la coercitivité, observé en l'absence de liant (tableau V).

Les résultats obtenus pour la composition témoin avec ou sans liant sont semblables. Le cuivre et le cobalt n'ont pas ou peu diffusé dans la phase Nd₂Fe₁₄B puisque, dans le cas contraire, il en aurait résulté une chute de coercitivité dans le cas du cobalt [4] et un accroissement dans le cas du cuivre [5]. Les propriétés magnétiques sont peu influencées par la faible quantité de liant présent entre les morceaux de rubans.

Par contre avec 10% d'ajout, le liant présent en quantité plus importante apporte une meilleure cohésion mécanique, mais fait chuter la coercitivité (tableau V).

Plusieurs mécanismes peuvent être mis en cause. Le cobalt engendre la présence de phases douces (cobalt ou composés intermétalliques avec les autres constituants), le cuivre, non magnétique, peut créer des zones de germination de domaines inverses annulant l'effet bénéfique de découplage que l'on aurait pu attendre; la formation de composés intermétalliques est aussi envisageable.

Le rôle exact de ces liants reste à confirmer.

CONCLUSIONS

Aimants de type I: l'optimum est obtenu pour 1% d'ajout de vanadium. Dans le cas d'un broyage à l'air, les propriétés sont fortement affectées par l'emploi de poudres de faible granulométrie ($\phi < 40\mu\text{m}$) trop sensibles à l'oxydation.

Aimants de type II: pour une température de 620°C, la présence de vanadium augmente la coercitivité mais fragilise les aimants. Un bon compromis a été obtenu par un ajout de 2% en poids de cobalt ou de cuivre.

Nous remercions la société Ugimag pour les mesures de taux d'oxygène.

Références:

- [1]:P. Tenaud, F.Vial, conf symposium SEE Grenoble, 13-15 juin 90
- [2]:A. Chamberod, F. Vanoni, Concerted European Action on Magnets (CEAM)
ELSEVIER APPLIED SCIENCE 1989, p 436.
- [3]:J. Bras, K. Biyadi, M. Fagot, J.Degauque, JMMM 101,1991, 369-371
- [4]:X. Xiao, K.J. Strnat, ninth international workshop on REM
and their application. Bad soden, august sept 1987 p 467
- [5]:J.F. Herbst, C.D. Fuerst, R.K. Mishra, J. Appl. Phys. 69(8)
15 avril 91,p 5823.