

Fe 含量对 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}N/ α -Fe 永磁合金微观组织与磁性能的影响

朱子建, 张颖隆, 弭弘尧, 冯运莉

(华北理工大学 冶金与能源学院, 河北 唐山 063210)

摘要: 研究了 Fe 含量对 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe (质量分数) 永磁合金微观组织和磁性能的影响。结果表明, 合金铸锭均是由 α -Fe 相、1:12 相和富 Nd 相组成, Fe 含量增加, α -Fe 相含量增加, 1:12 相含量减少。合金薄带晶粒尺寸随着 Fe 含量的增加而逐渐减小, 并产生 Fe₂Ti 相, Fe₂Ti 相和富 Nd 相含量随着 Fe 含量的增加而逐渐减少。当 $x \geq 15$ 时, 合金薄带只有 1:12 相和 α -Fe 相, 平均晶粒尺寸减小到 60 nm 以下。渗氮后平均晶粒尺寸减小 15%~20%, 磁性能得到明显改善。 $x=15$ 时, 得到的氮化合金薄带磁性能较佳, 矫顽力为 80396 A/m, 饱和磁化强度为 130.7 (A·m²)·kg⁻¹, 比 $x=0$ 时矫顽力提高了 25%, 饱和磁化强度提高了 12%。粘结后最大磁能积先下降后升高, $x=15$ 时最高, 达到了 32.08 kJ/m³, 相比于 $x=0$ 时的 22.92 kJ/m³, 增幅达到了 40%。 $x=15$ 时的氮化合金薄带高温结构稳定性较好, 在 360 °C 以下保持结构稳定, 高温应用潜力大。

关键词: NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ α -Fe 合金; Fe 含量; 熔体快淬; 微观组织; 磁性能

中图分类号: TM273

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)09-2596-08

高性能永磁材料被广泛应用于前沿领域, 如发电机、新能源和通讯等, 并且在高端先进产品制造以及应用领域中占据主要地位。Nd₂Fe₁₄B 是目前最常用的永磁材料, 其磁性能已经接近理论极限^[1]。但稀土危机的影响以及稀土元素的战略性和关键性使人们对低稀土永磁材料产生了浓厚的兴趣^[2-5]。

具有 ThMn₁₂ 型结构的 RFe₁₂ 化合物展现出极大的潜力, 其氮化物因为较高的居里温度、饱和磁化强度和磁晶各向异性, 被认为是未来永磁材料的候选材料之一^[6-7]。由于 RFe₁₂ 化合物的不稳定性, 需添加稳定元素 M ($M=Mo, V, Ti, Mn, Al$ 和 Si 等) 来稳定结构。RFe_{12- x} M _{x} 化合物为富铁相, 有着较高的饱和磁化强度, 但过渡元素 M 严重影响饱和磁化强度, 因此在保持 ThMn₁₂ 结构的同时 M 含量越少越好, 其中 $x=1$ 时即可稳定结构^[8]。纳米复相永磁材料复合了硬磁相的高矫顽力和软磁相的高饱和磁化强度, 从而表现出优异的磁性能^[9-10]。精确控制纳米结构是制备高性能纳米永磁材料的关键与难点。在纳米复相永磁材料中, 由于两相析出温度不同, 导致晶粒尺寸差异较大, 通常添加 Nb 进行组织调控^[11-12]。此外, 软磁相含量也会对纳米复相永磁材料的性能有较大影响^[13]。

已知 R(Fe, M)₁₂N 有较高的磁晶各向异性。为了获得高性能永磁材料, 需要保持高的矫顽力同时增加剩磁。在纳米复相永磁材料中存在显著的剩磁增强, 如 Nd₂Fe₁₄B/ α -Fe^[14]。然而, 目前很少有 R(Fe, M)₁₂N/ α -Fe 纳米复相永磁的报道。此外, 若以 R(Fe, M)₁₂N 为硬磁相制备纳米复相永磁材料, 其稀土含量约为 13% (质量分数), 使其具有极大的成本优势。

本工作研究了 Fe 含量对 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe (质量分数, 下同) 纳米复相永磁材料的微观组织和磁性能的影响。由于熔体快淬 (转速为 25 m/s) 得到的合金薄带中几乎不含有非晶, 所以不需要做任何退火工艺, 直接进行渗氮处理, 探究合金薄带渗氮前后微观组织和磁性能与 Fe 含量之间的关系。

1 实验

采用纯度高于 99.9% 的块状 Nb, Nd, Fe 和 Ti 为原料。按照 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe ($x=0, 5, 10, 15$ 和 20) 的成分进行配比, 使用真空电弧炉制备约为 30 g 的合金铸锭。熔炼在高纯氩气保护下进行, 同时采用电磁搅拌, 每个铸锭至少反复熔炼 5 次, 以确保成分均匀。用线切割机将铸锭切割成小块, 去除表面

收稿日期: 2023-09-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51974134); 河北省科技重大专项 (21281008Z)

作者简介: 朱子建, 男, 1998 年生, 硕士, 华北理工大学冶金与能源学院, 河北 唐山 063210, 电话: 0315-8805020, E-mail: tsfengyl@163.com

氧化铁皮和干燥后,放入管口直径为 10 mm,底部有直径为 0.6 mm 喷嘴的石英管中。将石英管固定于铜辊上方的感应线圈内,石英管喷嘴与铜辊的距离大约为 3 mm。炉腔里通高纯氩气,设置铜辊转速为 25 m/s 将合金进行感应熔炼,合金全部融化后,通过高纯氩气将熔融合金喷射到旋转的铜辊表面,得到合金薄带。将合金薄带密封在压强为一个大气压氮气的石英管中,在 450 °C 进行渗氮处理 6 h 后进行淬火处理。将氮化合金薄带在真空手套箱中碾碎成磁粉,用固态环氧树脂为粘结剂,固化剂为聚酰胺树脂,按粘结剂和固化剂 2:1 的比例粘结磁体,固化温度为 120 °C。将混合好的磁粉在真空手套箱内烘干后,用 600 MPa 的压力挤压制成形状规则的块体。

采用带有能谱(EDS)的 Quanta FEG 650 扫描电子显微镜(SEM)对合金微观组织和成分进行分析。使用 X 射线衍射仪(XRD)分析合金薄带的相组成,扫描范围是 20°~85°(2 θ)。使用 Jade 软件对测量的 XRD 曲线进行拟合分析。通过 PPMS-9 全面的物理性能测量系统(PPMS)中的振动样品磁力计(VSM)进行检测样品的磁性能,测试灵敏度为 5 \times 10⁻⁷ (A \cdot m²) \cdot kg⁻¹,室温下测试的最大磁场为 3 T。采用 LECO TCH600 型氧氮氢联合测定仪分析合金中氧、氮含量。采用 E-30 型液压式万能材料试验机挤压制备粘结磁体。

2 结果与讨论

2.1 Fe 含量对合金铸锭的影响

图 1a~图 1e 为合金铸锭的 BSE 照片。从图中可以看到 5 组不同 Fe 含量的铸锭均是由 3 种颜色区域组成,分别为亮白色、灰色以及黑色。在各图中不同颜色区域选取若干个点进行定点分析,可知合金铸锭主要由亮白色区域富 Nd 相、灰色区域 1:12 相和黑色区域 α -Fe 相组成,其各相元素含量平均值如表 1 所示,这些值与 Margarian 等人在文献中所报告的相的数值相近^[15]。用 Image-Pro Plus 6.0 软件可以根据 BSE 图计算出各个铸锭中各相含量的占比,其结果如图 1f 所示。可以看出,随着 Fe 含量的增加, α -Fe 相在逐渐增加,占比从 5.6%增加到 39.5%,增幅达到了 605.4%;1:12 相和富 Nd 相在逐渐减少,1:12 相占比从 85.9%减少到 53.6%,减幅分别为 37.6%和 18.8%。综上所述,随着 Fe 含量的增加,并没有对铸锭相组成和元素分布产生较大影响,但 α -Fe 相含量明显增加,1:12 相在逐渐减少。

表 1 铸锭主要相的化学组成

Table 1 Chemical composition of main phase of the ingot (at%)					
Area	Nd	Fe	Ti	Nb	Molecular formula
Gloss white	33.01	59.19	5.51	2.29	Nd(Fe,Ti,Nb) ₂
Gray	7.93	84.79	6.65	0.63	Nd(Fe,Ti,Nb) ₁₂
Black	1.91	89.37	4.86	3.86	α -Fe

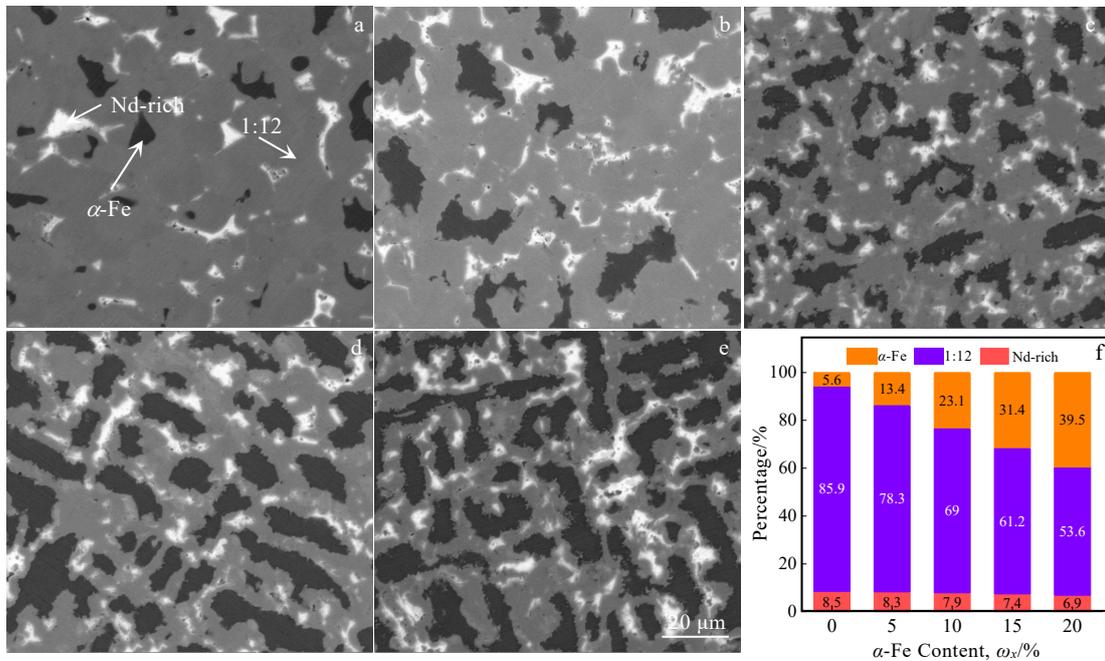


图 1 铸锭 BSE 图及各相含量占比统计图

Fig.1 BSE images of ingot (a-e) and statistical chart of content proportion of each phase (f): (a) $x=0$, (b) $x=5$, (c) $x=10$, (d) $x=15$, and (e) $x=20$

2.2 Fe 含量对合金薄带的影响

图 2a 为 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/x% α -Fe 合金薄带 XRD 图谱, 使用 Jade6 软件根据衍射图谱计算出各相含量占比, 结果如图 2b 所示。当 x=0 时合金薄带主要由 1:12 相和 α -Fe 组成, 两相总占比为 79.37%, 存在着少量的富 Nd 相和 Fe₂Ti 相。当 x=5 时, 富 Nd 相基本消失, 主要由 1:12 相组成, 其单相占比达到 79.64%, 同时存在微量的 α -Fe 和 Fe₂Ti 相, 这是由于 Fe 含量增加, 快速冷却过程中会生成较多的 1:12 相, 消耗大量的 Fe 和 Nd, 从而减少合金薄带中其余相的生成。随着 Fe 含量继续增加, 富 Nd 相消失, Fe₂Ti 相进一步减少, α -Fe 含量持续增加, x \geq 15 时, 合金薄带中几乎只存在 1:12 相和 α -Fe, 两相总占比高达为 96.73%, 但 x=20 时, 合金薄带中的 α -Fe 含量明显增加, 由 x=5 时的 9.85%增加到了 39.66%, 这是由于加入 Fe 含量较高造成的。在 NdFe₁₂ 合金中, Ti 可以促进富 Nd 相的生成, 将导致合金体系中 1:12 相含量减少。同时 Ti 是 1:12 相中的稳定元素, 1:12 相的减少使得合金中富余的 Ti 和 Fe 生成 Fe₂Ti。增加 Fe 含量后, Ti 与 Fe、Nd 结合优先生成稳定的 1:12 相, 合金体系中 Nd 含量不足以生成富 Nd 相, 同时 Fe₂Ti 含量减少。

快速冷却会得到均匀的微观组织, 有利于形成热力学稳定相, 这与较低的原子扩散温度和较高的非均

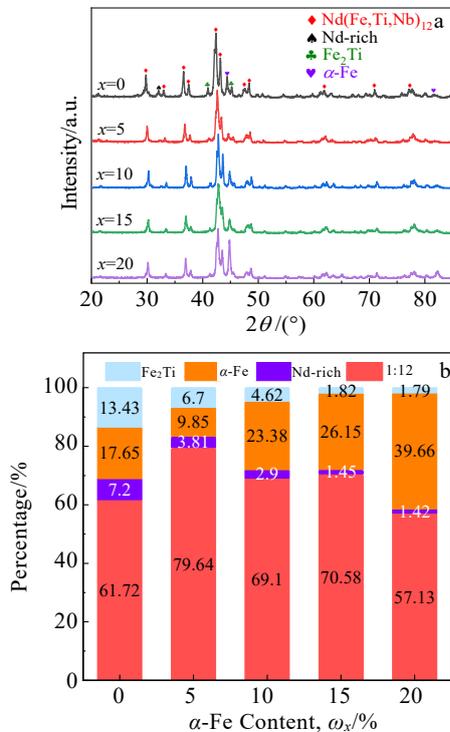


图 2 合金薄带 XRD 图谱及各相含量占比统计图

Fig.2 XRD patterns of the alloy thin strip (a) and statistical diagram of the content proportion of each phase (b)

质形核点有关^[16-19]。NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/x% α -Fe 合金薄带的微观组织如图 3 所示, 合金薄带均为等轴状晶粒, 随着 Fe 含量的增加, 晶粒尺寸在逐渐减小, 晶粒分布更加均匀。通过 Nano measure 软件对晶粒尺寸进行计算, 为减小误差选取若干组晶粒取其平均值, 其平均晶粒尺寸由 89.97 nm 减小到了 50.29 nm, 合金薄带的晶粒尺寸均在 100 nm 以下。Fe 的熔点高于 Nd-Fe 合金, Fe 在凝固时优先形核, 由于冷却速度大, α -Fe 晶粒来不及长大。同时, 温度瞬间冷却至 1:12 相析出温度, 大量 1:12 相析出, 由于先析出大量的 α -Fe, 会阻碍 1:12 相晶粒的长大。反之, 大量的 1:12 相晶粒也会阻碍 α -Fe 晶粒的长大, 两相晶粒相互抑制, 最终得到细小晶粒。

图 4a 为 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/x% α -Fe 合金薄带的磁滞回线, 图 4b 为其矫顽力 H_c 和饱和磁化强度 M_s 变化趋势图。可以看出未渗氮前薄带的饱和磁化强度随着 Fe 含量的增加而升高, 由 110.4 (A·m²)·kg⁻¹ 升高到 126.8 (A·m²)·kg⁻¹, 矫顽力随着 Fe 含量的增加而降低, 由 31840 A/m 降低到 15124 A/m, 这是因为合金薄带中 α -Fe 相含量增加导致的, α -Fe 相饱和磁化强度高矫顽力低。

2.3 Fe 含量对氮化合金薄带的影响

氮化后 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/x% α -Fe 合金薄带 XRD 图谱如 5a 所示, 使用 Jade 6 软件根据衍射图谱计算出各相含量占比, 其结果如图 5b 所示。渗氮后的合金薄带均由 1:12 相和 α -Fe 相组成, 随着 Fe 含量的增加, 1:12 相占比由 68.52% 减少到 50.81%, α -Fe 相占比由 31.48% 增加到 49.19%。与渗氮前相比, 衍射峰向小角度方向偏移, 表明氮进入晶格间隙中, 导致晶格膨胀。此外, 衍射峰的峰宽增加, 是氮化后晶粒尺寸减小和晶格内应力增大导致的。

氮化后 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/x% α -Fe 合金薄带的微观组织如图 6 所示, 其晶粒也均为等轴状, 且尺寸明显细化, 分布更加均匀致密。通过 Nano measure 软件对渗氮后合金薄带的晶粒尺寸进行计算, 同样为减小误差选取若干组晶粒取其平均值, 其平均晶粒尺寸由 70.34 nm 减小为 41.96 nm, 渗氮后合金薄带的晶粒尺寸均在 80 nm 以下, 与渗氮前相比, 平均晶粒尺寸减小 15%~20%。氮化过程与氢爆过程类似, 在渗氮开始阶段, 晶界处原子排列不规则且能量高, 所需扩散激活能较低, 所以当氮原子渗至晶界时就会形成微裂纹, 宏观上表现为薄带的自发破碎^[20]。正是由于这些微裂纹的存在, 使得氮原子可以向晶粒内部继续扩散, 氮原子进入后会造造成晶格膨胀, 使晶格内应力增加, 最终爆裂成细小的晶粒^[21-22]。

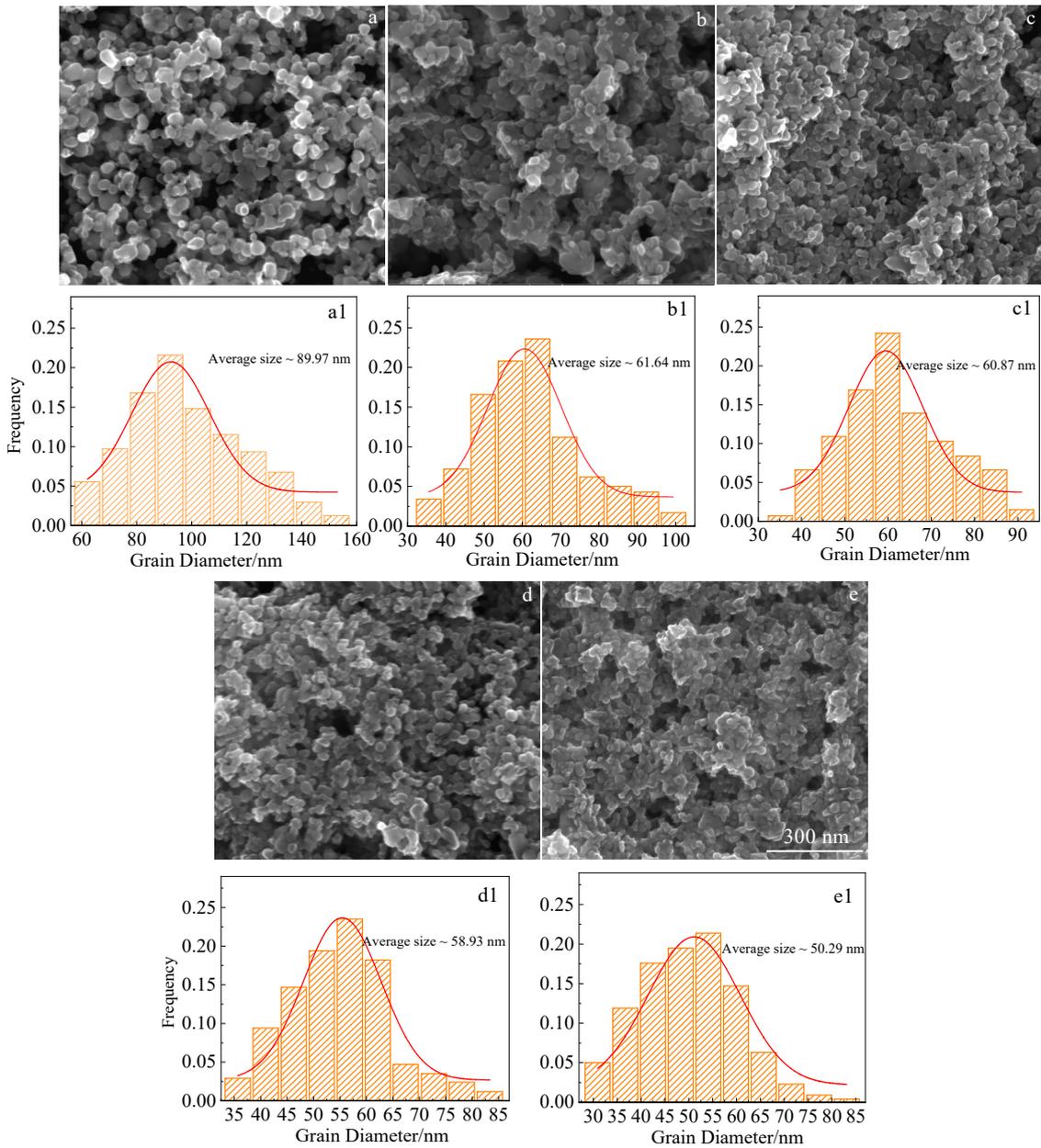


图 3 合金薄带 SEM 形貌和晶粒尺寸分布

Fig.3 SEM morphologies (a-e) and grain size distributions (a1-e1) of alloy thin strip: (a, a1) $x=0$, (b, b1) $x=5$, (c, c1) $x=10$, (d, d1) $x=15$, and (e, e1) $x=20$

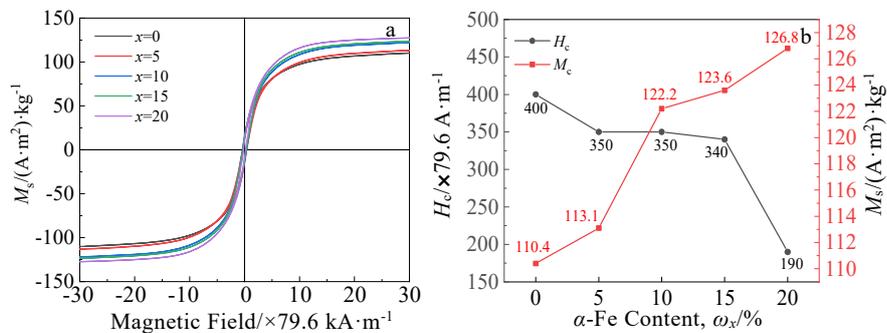


图 4 合金薄带磁性能

Fig.4 Magnetic properties of alloy thin strip: (a) hysteresis loop; (b) coercive force (H_c) and saturation magnetization (M_s) vs α -Fe content

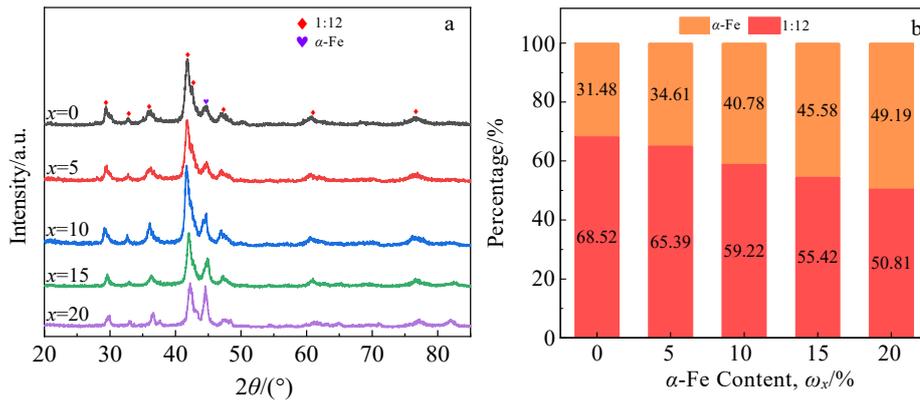


图 5 氮化合金薄带 XRD 图谱及各相含量占比

Fig.5 XRD patterns of nitriding alloy thin strip (a) and statistical diagram of each phase content proportion (b)

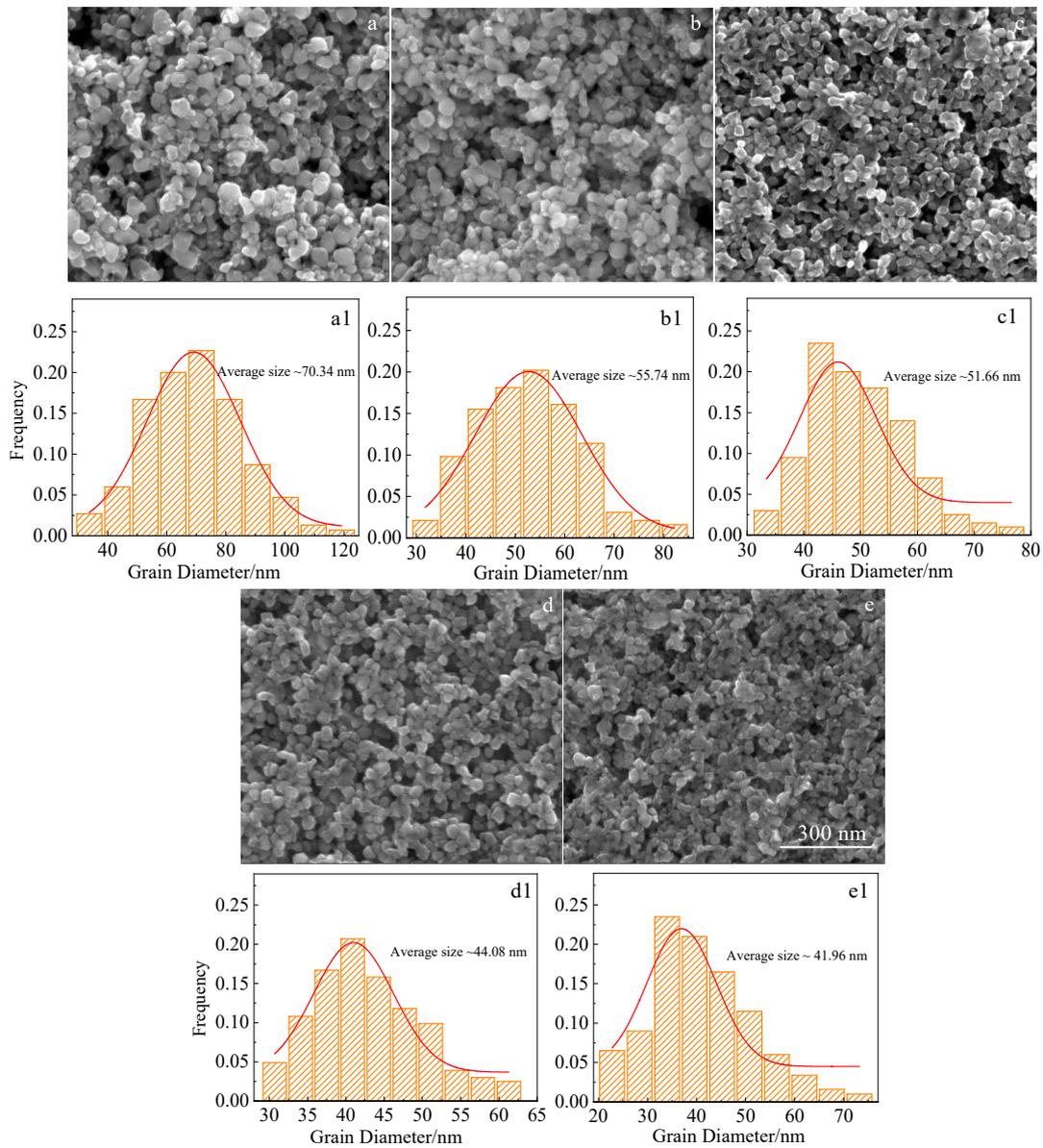


图 6 氮化合金薄带 SEM 形貌和晶粒尺寸分布

Fig.6 SEM morphologies (a-e) and grain size distributions (a1-e1) of nitriding alloy thin strip: (a, a1) $x=0$, (b, b1) $x=5$, (c, c1) $x=10$, (d, d1) $x=15$, and (e, e1) $x=20$

图 7a 为氮化后 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe 合金薄带的磁滞回线, 图 7b 为其矫顽力 H_c 和饱和磁化强度 M_s 变化趋势图可以看出合金薄带在 450 °C 下渗氮 6 h 后, 其饱和磁化强度和矫顽力都得到了提高, 矫顽力增幅较大, 比未渗氮前提高 2~4 倍。

饱和磁化强度主要由 Fe 原子的高磁矩决定, 其增加是由于氮原子进入间隙位置后使 Fe 原子磁矩进一步提高。矫顽力与磁晶各向异性有关, 室温下 Nd 基 ThMn₁₂ 结构的各向异性较低, 容易磁化方向主要由 Fe 的亚晶格各向异性决定, 因此导致了弱的单轴各向异性^[23]。通过渗氮处理以后, 使氮原子进入间隙位置, 由于间隙氮的包裹作用在 Nd 处形成较大的晶体场, 各向异性得到极大提升, 此时容易磁化方向转变为由 Nd 亚晶格各向异性决定的强的单轴各向异性^[24]。渗氮后当 $x=15$ 时, 其矫顽力最高, 达到 80396 A/m, 饱和磁化强度为 130.7 (A·m²)·kg⁻¹, 与 $x=0$ 时相比, 矫顽力提高了 25%, 饱和磁化强度提高了 12%, 这与渗氮前富 Nd 相在晶界处钉扎有关, 导致矫顽力较高。随着 Fe 含量的增加, 富 Nd 相减少, 导致钉扎效果降低, 但晶粒尺寸又是影响矫顽力的主要因素, 因此矫顽力呈现先减小后增大的趋势, 而 $x=20$ 时矫顽力降低是因为 α -Fe 含量高导致。

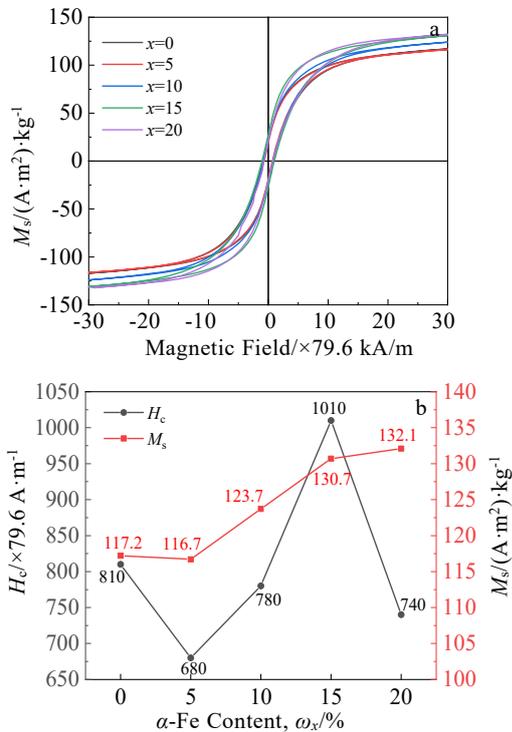


图 7 氮化合金薄带磁性能

Fig.7 Magnetic properties of nitriding alloy thin strip: (a) hysteresis loop; (b) coercive force (H_c) and saturation magnetization (M_s) vs α -Fe content

为进一步研究 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe 合金的磁性能, 将氮化合金薄带粘结为磁体后测试退磁曲线。 $x=20$ 时 α -Fe 含量高矫顽力降低, 仅对 $x \leq 15$ 时的氮化合金薄带制备粘结磁体。

图 8a 为粘结磁体退磁曲线, 图 8b 为其最大磁能积 $(BH)_{\max}$ 变化趋势图。可以看出氮化合金薄带粘结制备成磁体后, 最大磁能积随着 Fe 含量的增加, 呈现出先下降后升高的趋势。 $x=0$ 时最大磁能积为 22.92 kJ/m³, 当 $x=5$ 时则下降到 7.56 kJ/m³, 减幅达到了 67%, 是因为晶粒较大 α -Fe 含量突然升高造成的。 $x \geq 10$ 时最大磁能积开始升高, $x=15$ 时达到了 32.08 kJ/m³, 虽然 α -Fe 含量在升高, 但晶粒较小, 晶粒尺寸占主要原因, 最大磁能积升高, 与 $x=0$ 时相比, 提高了 40%。

表 2 为氮化后 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe 合金薄带的氮含量。由于渗氮前合金薄带中存在 Fe₂Ti 等其他相, 所以氮含量随着 Fe 含量的增加, 呈现出先升高后下降的趋势。因为当 $x \geq 15$ 时, 合金薄带中仅存在 1:12 相和 α -Fe 相, $x=20$ 时 α -Fe 相含量明显增加, 1:12 相含量相对减少, 因为 N 原子难以进入 α -Fe 相中, 所以氮含量减小, 所以从表 2 中可以看出, 当 $x=15$ 时, 合金薄带氮含量最高, 此时磁性能较好。

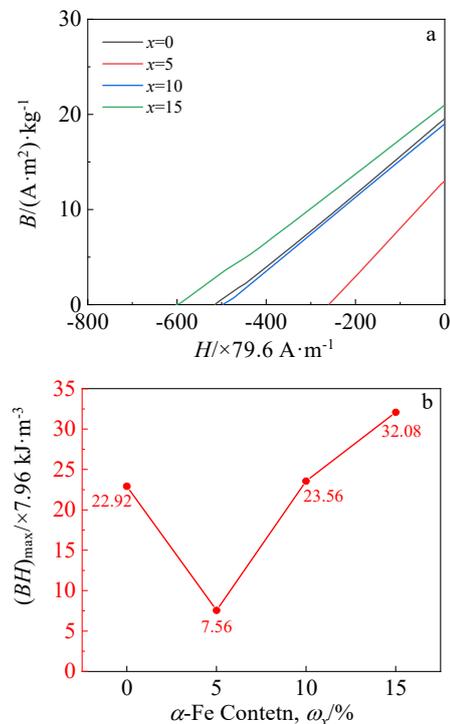


图 8 粘结磁体磁性能

Fig.8 Magnetic properties of bonded magnets: (a) demagnetization curves and (b) maximum magnetic energy product $(BH)_{\max}$

表 2 合金薄带渗氮后的氮含量

Table 2 Nitrogen content of alloy thin strip after nitriding					
α -Fe content, $\omega_x/\%$	0	5	10	15	20
Nitrogen content, $\omega/\%$	1.25	1.26	1.30	1.76	1.32

ThMn₁₂ 型化合物有着较高的居里温度，在高温应用中有着巨大潜力。在高温下氮化物会分解为 NdN 或 α -Fe，同时高温会加速 Fe 的氧化，对磁性能有严重的影响。粘结磁体的矫顽力最高也仅仅为 $x=15$ 时的 47879.4 A/m，低于 $x=15$ 时氮化合金薄带的矫顽力，对磁性能最优样品 $x=15$ 时氮化合金薄带的相稳定性进行表征，在空气中进行热重分析。如图 9 所示，在 360 °C 以下时，其质量基本保持恒定，说明在该温度范围内没有氮的损失。超过 360 °C 时，质量明显增加，因为在空气中进行测量，是由于 Nd 或者 Fe 的氧化导致。

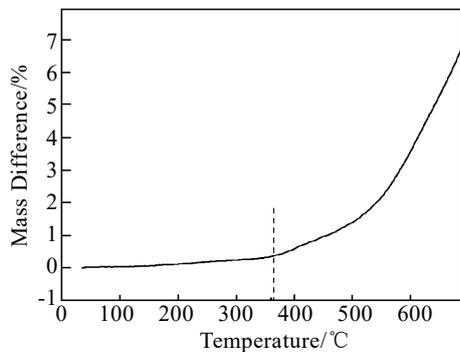


图 9 氮化合金薄带 NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe($x=15$)热重分析图
Fig.9 Thermogravimetric analysis diagram of nitriding alloy thin strip NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe($x=15$)

3 结 论

1) Fe 含量并没有对合金铸锭的相组成造成影响， α -Fe 相随着 Fe 的增加而上升，1:12 相随着 Fe 的增加而下降。

2) 随着 Fe 含量的增加，合金薄带中的富 Nd 相和 Fe₂Ti 相逐渐较少，当 $x \geq 15$ 时，样品由 1:12 相和 α -Fe 相组成，且晶粒尺寸也随之减小，从 89.97 nm 减小到了 50.29 nm。

3) 富 Nd 相、 α -Fe 相和晶粒尺寸等因素对氮化后合金薄带的磁性能有明显影响，氮化后矫顽力呈现先减小再增大后减小的趋势。

4) 氮化不仅可提高磁性能，还有细化晶粒的作用。与渗氮前相比，平均晶粒尺寸减小 15%~20%。当 $x=15$ 时，矫顽力最高为 80396 A/m，饱和磁化强度为 130.7 (A·m²)·kg⁻¹，与 $x=0$ 时相比，矫顽力提高

了 25%，饱和磁化强度提高了 12%。粘结后最大磁能积先下降后升高， $x=15$ 时达到了 32.08 kJ/m³，相比于 $x=0$ 时的 22.92 kJ/m³，提高了 40%。

5) $x=15$ 时的氮化合金薄带在 360 °C 以下保持结构稳定。

参考文献 References

[1] Coey J. *Engineering*[J], 2020, 6(2): 119
 [2] Cui J, Kramer M, Zhou L *et al. Acta Materialia*[J], 2018, 158: 118
 [3] Skokov K P, Gutfleisch O. *Scripta Materialia*[J], 2018, 154: 289
 [4] Huang Weiguang(黄伟光), Hu Xianjun(胡贤君), Li Jingfen(李景芬). *Journal of Functional Materials and Devices*(功能材料与器件学报)[J], 2022, 28(6): 513
 [5] Wang Liang(王亮). *Study on Rare Earth Permanent Magnet Materials with High Coercivity and Low Cost*(高矫顽力低成本稀土永磁材料的研究)[D]. Hohhot: Inner Mongolia University of Science & Technology, 2022
 [6] Hadjipanayis G C, Gabay A M, Schnhbel A M *et al. Engineering*[J], 2020, 6(2): 141
 [7] Guo Han(郭函), Song Ruifang(宋瑞芳), Liu Fengchang(刘凤场) *et al. Metallic Functional Materials*(金属功能材料)[J], 2021, 28(5): 43
 [8] Miyake T, Terakura K, Harashima Y *et al. Journal of the Physical Society of Japan*[J], 2014, 83(4): 043702
 [9] Yang J B, Han J Z, Tian H D *et al. Engineering*[J], 2020, 6(2): 132
 [10] Wang Ying(王迎), Wang Erde(王尔德). *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2007, 115(5): 378
 [11] Li S, Bai S X, Zhang H *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 470: 141
 [12] Wu Q, Pan M X, Ge H L *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2019, 492: 165682
 [13] Kim C S, Zha L, Li M N *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2021, 523(1): 167622
 [14] Li H L, Li X H, Guo D F *et al. Nano Letters*[J], 2016, 16(9): 5631
 [15] Margarian A, Dunlop J B, Day R K *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1994, 76(10): 6153
 [16] Yan A, Müller K H, Gutfleisch O. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2008, 450(12): 18
 [17] Krautz M, Hosko J, Skokov K *et al. Physica Status Solidi*[J], 2014, 11(5-6): 1039
 [18] Tan G J, Liu W, Wang S Y *et al. Journal of Materials*

- Chemistry A*[J], 2013, 40(1): 12657
- [19] Moreno-Ramírez L, Romero-Muñiz C, Law J *et al. Acta Materialia*[J], 2018, 160: 137
- [20] Kong X P, Han J Z, Liu S Q *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2010, 506(2): 858
- [21] Hu Changyong(胡昌勇), Zhang Shirong(张世荣), Yu Dunbo(于敦波) *et al. Chinese Journal of Rare Earth*(中国稀土学报)[J], 2012, 30(5): 545
- [22] Zhou Shouzeng(周寿增), Yu Shenjun(于申军), Zhang Maocai(张茂才) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1996, 32(8): 87
- [23] Maccarif, Schäfer L, Radulov I *et al. Acta Materialia*[J], 2019, 180: 15
- [24] Dimitris N, Margaritis G, Maria A S *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 836: 158097

Effect of Fe Content on Microstructure and Magnetic Properties of NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}N/ α -Fe Permanent Magnet Alloy

Zhu Zijian, Zhang Yinglong, Mi Hongyao, Feng Yunli

(College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China)

Abstract: The effect of Fe content on microstructure and magnetic properties of NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ $x\%$ α -Fe permanent magnet alloy was studied. The results show that alloy ingot is composed of α -Fe phase, 1:12 phase and Nd-rich phase. When Fe content increases, α -Fe phase content increases, but 1:12 phase content decreases. The grain size of the thin strip decreases gradually with the increase in Fe content, and Fe₂Ti phase is produced. The contents of Fe₂Ti phase and Nd-rich phase decrease gradually with the increase in Fe content. When $x \geq 15$, the thin strip only has 1:12 phase and α -Fe phase, and the average grain size is reduced to less than 60 nm. After nitriding, the average grain size is reduced by 15%–20%, and the magnetic properties are obviously improved. When $x=15$, the obtained nitrided alloy thin strip has better magnetic properties, coercivity is 80396 A/m, saturation magnetization is 130.7 (A·m²)·kg⁻¹, which is 25% higher than that when $x=0$, and saturation magnetization is increased by 12%. After bonding, the maximum magnetic energy product decreases first and then increases, and reaches the highest value(32.08 kJ/m³) at $x=15$, which is increased by 40% compared with 22.92 kJ/m³ at $x=0$. The nitriding alloy thin strip at $x=15$ has good structural stability at high temperature, and maintains structural stability below 360 °C, which has great application potential at high temperature.

Key words: NdFe_{10.25}TiNb_{0.25}/ α -Fe alloy; Fe content; melt fast quenching; microstructure; magnetic property

Corresponding author: Feng Yunli, Ph. D., Professor, College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, P. R. China, E-mail: tsfengyl@163.com