

PRODUÇÃO DE ÍMÃS PERMANENTES DE Pr-Fe-B VIA HDDR

Suelanny Carvalho da Silva e Hidetoshi Takiishi
Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais - CCTM

OBJETIVO

Neste trabalho serão avaliadas as propriedades magnéticas de ímãs permanentes com a composição: $\text{Pr}_{14} - \text{Fe}_{\text{bal}} - \text{Co}_{16} - \text{B}_6 - \text{Nb}_{0,1} - \text{X}_{0,3}$ (onde X= Al, Ga, Gd, Tb e Dy) preparados via HDDR.

As ligas magnéticas utilizadas foram caracterizadas microestruturalmente e os ímãs foram caracterizados magneticamente após as ligas terem sido submetidos a um tratamento térmico anterior ao processo HDDR.

METODOLOGIA

As ligas estudadas neste trabalho foram:

- Liga 1 - ($\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}\text{Al}_{0,3}$);
- Liga 2 - ($\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}\text{Ga}_{0,3}$);
- Liga 3 - ($\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}\text{Gd}_{0,3}$);
- Liga 4 - ($\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}\text{Tb}_{0,3}$);
- Liga 5 - ($\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}\text{Dy}_{0,3}$).

As ligas, primeiramente, foram submetidas a um tratamento térmico sob vácuo entre 10^{-4} e 10^{-5} mbar, a 1100°C por 20 horas. Aproximadamente 8g da liga, com tamanho de partícula inferior a 5mm, foi envolvido numa tela de aço inox e acondicionada em um cadinho que logo em seguida é colocado numa retorta. O sistema foi submetido a vácuo a aproximadamente 0,1mbar, seguido da adição de Hidrogênio (H_2) com pressão de 0,093 Mpa [1-2].

Este sistema foi aquecido a uma taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ até atingir 100°C onde a liga passou pela etapa de hidrogenação (com patamar de 20 minutos). Após a hidrogenação da liga o sistema foi aquecido a uma taxa de $15^\circ\text{C}/\text{min}$ até atingir 770°C e, em seguida até atingir 860°C (taxa de $5^\circ\text{C}/\text{min}$), mantendo um patamar de 15 minutos, onde ocorreu a desproporção da liga. As etapas de dessorção e recombinação foram realizadas logo em seguida, à mesma temperatura e sob vácuo, até atingir 0,1mbar (tempo inferior a 10 min).

Por último, a retorta foi retirada do forno e resfriada rapidamente, utilizando-se uma bobina de cobre refrigerada à água. Após a retirada do cadinho de dentro da retorta, o pó resultante deste tratamento HDDR foi triturado em um almofariz de ágata, obtendo assim, partículas inferiores a $74 \mu\text{m}$ (<200 mesh). Este pó foi colocado em um tubo cilíndrico e vedado com rolhas de borracha, logo em seguida, as amostras foram submetidas a um campo magnético de 6T (magnetizador LDJ 450 - 20C) para alinhamento das partículas e logo em seguida as amostras foram compactados em uma prensa isostática a frio numa pressão de 200 MPa.

Após a compactação, os ímãs foram moldados utilizando - se parafina fundida à temperatura aproximada de 80°C em estufa e depois resfriados até a temperatura ambiente.

Posteriormente, os ímãs foram modelados manualmente em cilindros de 1x1 cm e foram feitos os cálculos para obtenção da área [3-4].

Para caracterização magnética dos ímãs HDDR, as amostras foram magnetizadas utilizando-se o magnetizador (LDJ 450 - 20C) com campo de 6T (Tesla). As curvas de desmagnetização foram obtidas utilizando - se o Permeâmetro LDJ BH 5000 para determinar suas propriedades magnéticas.

RESULTADOS

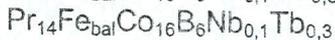
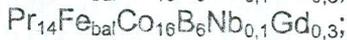
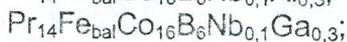
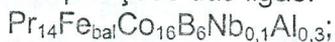
As ligas que foram utilizadas para obtenção dos pós e ímãs HDDR foram caracterizadas por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) após terem sido submetidas à metalografia convencional (embutimento, lixamento e polimento) com observações em microscópio ótico (modelo ZEISS).

Foi verificado que as ligas sem tratamento térmico apresentaram as fases: ϕ , que é a matriz $\text{Pr}_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$, uma fase dendrítica escura (FeCo) que está dentro da fase matriz e duas fases intergranulares,

cinza, $\text{Pr}(\text{FeCo})_2$ que é a fase de Laves e a branca $\text{Pr}_3(\text{FeCo})$, rica em Praseodímio.

As ligas após o tratamento térmico apresentaram três fases: ϕ (matriz), $\text{Pr}(\text{FeCo})_2$ (cinza) e $\text{Pr}_3(\text{FeCo})_2$ (branca); isto indica que toda a fase escura (FeCo) foi eliminada durante o tratamento térmico. As possíveis fases com a presença de Dy, Al, Tb, Ga, Gd e Nb, de acordo com as ligas apresentadas neste trabalho não foram identificadas devido às baixas concentrações destes elementos.

De acordo com as curvas de desmagnetização dos ímãs foi notado que os melhores resultados foram obtidos de forma decrescente, conforme as seguintes composições das ligas:



e $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}\text{Dy}_{0,3}$; como pode ser visto na tabela abaixo:

Liga	Br [kG]	iHc [kOe]	BHc [kOe]	(BH) máx MGOe	FQ razão
1	8,5	10,6	6,9	16,34	0,43
2	8,8	9,8	6	15,81	0,35
3	8,2	10,9	6,5	14,96	0,46
4	8,9	8,5	5,1	13,34	0,27
5	6,9	5,4	3,3	7,2	0,26

Tabela 1 - Propriedades magnéticas dos ímãs HDDR.

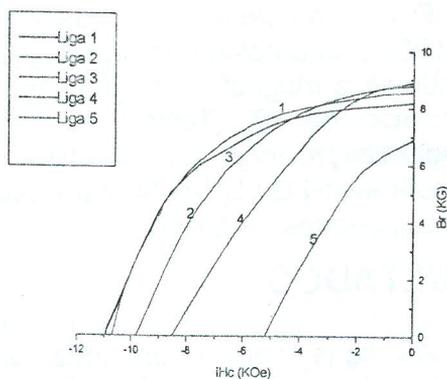


Figura 1 - Valores de remanência (Br) em função da coercividade (iHc) obtidos através da desmagnetização dos ímãs HDDR (curvas de desmagnetização).

CONCLUSÕES

Através do trabalho realizado e descrito anteriormente, pode-se concluir que:

O sistema de processamento desenvolvido para preparação de pós HDDR:

retorta para hidrogenação, sistema de vácuo e forno, mostrou ser eficiente para obtenção dos ímãs preparados via HDDR.

O tratamento térmico realizado, de 20 horas numa temperatura de 1100°C , eliminou, de forma esperada, o ferro livre nas ligas $\text{Pr} - \text{Fe} - \text{Co} - \text{B}$.

Foram obtidas boas propriedades magnéticas para o ímã preparado com a liga $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}\text{Al}_{0,3}$, com pressão inicial de H_2 de 0,093 MPa, sendo: Br = 8,5 kG (remanência); iHc = 10,6 kOe (coercividade intrínseca); BH máx = 16,34 MGOe (Produto de energia máximo) e FQ = 0,43 (Fator de quadratura).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] TAKIISHI, H.; Estudo da microestrutura e propriedades de ligas magnéticas e ímãs permanentes de terras raras - metais de transição -boro processados com hidrogênio, Tese de Doutorado, IPEN, 2001.
- [2] BARBOSA, L. P.; TAKIISHI, H.; FARIA, R. N., *J. Magn. Magn. Mater.*, v. 270, p. 291-297, 2003.
- [3] TAKESHITA, T.; NAKAYAMA, R.; Magnetic properties and microstructure of the NdFeB magnetic powder produced by hydrogen treatment. In 10th INTERNATIONAL WORKSHOP ON RARE - EARTH MAGNETS AND THEIR APPLICATIONS, May 16 - 19, 1989, Kyoto, Japan. p. 551- 557.
- [4] FARIA, R. N.; BROWN, D. N.; HARRIS, I. R., *J. Alloys and Compounds*, v. 296, p. 219-222, 2000.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (bolsa PIBIC).

FAPESP - Fundação de amparo à pesquisa do Estado de São Paulo.

IPEN - CNEN/SP