

## CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MAGNÉTICA DE LIGAS E ÍMÃS SINTERIZADOS OBTIDOS POR HD

M. Rohrig<sup>1, a</sup>, R.T. Gitti<sup>1</sup>, E.D. Cavalheira<sup>1</sup>, J.C.S. Casini<sup>1</sup>, H. Takiishi<sup>1</sup>

<sup>a</sup> [melissa.rohrig@hotmail.com](mailto:melissa.rohrig@hotmail.com)

<sup>1</sup>Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais - CCTM, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN, Universidade de São Paulo – USP, Av. Prof. Lineu Prestes 2242 - CEP: 05508-000 - São Paulo – Brasil

### RESUMO

*A utilização do processo de decrepitação por hidrogênio (HD) é de grande relevância na produção de ímãs sinterizados. Com esse processo, as ligas em estado bruto de fusão tornam-se friáveis facilitando a obtenção de pós. Os pós obtidos por meio do processo HD foram misturados em moinho planetário por 90 minutos com velocidade de 150 rpm, compactados isostaticamente com pressão de 200 MPa e sinterizados em patamares de temperaturas. A caracterização das ligas e ímãs foi feita por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e as propriedades magnéticas foram obtidas utilizando o Permeâmetro. O objetivo deste trabalho consiste na caracterização microestrutural e magnética de ímãs permanentes preparados via HD à base da mistura das ligas de  $Pr_{20}Fe_{bal}B_5Cu_2$  e  $Pr_{14}Fe_{bal}Co_{16}B_6Nb_{0,1}(AlSiCuGaGd)_{0,3}$  com a finalidade de se obter uma terceira liga de composição  $Pr_{16}Fe_{bal}Co_{11,07}B_{5,69}Nb_{0,07}Cu_{0,82}(AlSiGaGd)_{0,21}$ .*

**Palavras-chave:** Ímãs permanentes, Processo HD, Microestrutura.

## INTRODUÇÃO

Uma das grandes contribuições tecnológicas no desenvolvimento de materiais magnéticos é a aplicação de hidrogênio na obtenção de ímãs permanentes de terras raras. O processo de decrepitação por hidrogênio (HD) é utilizado na obtenção de ímãs permanentes sinterizados, com a finalidade de melhorar suas propriedades magnéticas e, também, diminuir custos de fabricação [1, 2].

O objetivo deste trabalho consiste na caracterização microestrutural e magnética de ímãs permanentes preparados via HD à base da mistura das ligas de  $\text{Pr}_{20}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{B}_5\text{Cu}_2$  e  $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}(\text{AlSiCuGaGd})_{0,3}$  com a finalidade de se obter uma terceira liga de composição  $\text{Pr}_{16}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{11,07}\text{B}_{5,69}\text{Nb}_{0,07}\text{Cu}_{0,82}(\text{AlSiGaGd})_{0,21}$ .

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Utilizou-se a mistura das ligas de  $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}(\text{AlSiCuGaGd})_{0,3}$  e  $\text{Pr}_{20}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{B}_5\text{Cu}_2$ , ambas em estado bruto de fusão, obtendo-se a composição  $\text{Pr}_{16}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{11,07}\text{B}_{5,69}\text{Nb}_{0,07}\text{Cu}_{0,82}(\text{AlSiGaGd})_{0,21}$ . Em um procedimento análogo, a composição final desejada foi produzida a partir das mesmas matérias primas, porém a liga  $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}(\text{AlSiCuGaGd})_{0,3}$  foi submetida à tratamento térmico prévio (1070°C por 20 horas).

Posteriormente, cada uma das misturas de ligas passou pelo processo de decrepitação por hidrogênio (HD). Após este tratamento as ligas obtidas foram moídas em moinho planetário por 90 min com velocidade de 150 rpm. Os pós foram compactados isostaticamente com pressão de 200 MPa. A sinterização foi feita com três patamares como mostra a Figura 1 e permaneceu a 1060°C por 1 hora.

**Figura 1** - Temperatura (°C) em função do Tempo (min.) nos patamares de sinterização.

A caracterização das ligas e ímãs foram feitas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e as propriedades magnéticas foram obtidas utilizando o Permeâmetro.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 2(A), observa-se a presença de quatro fases: a fase matriz  $\text{Pr}_2(\text{FeCo})_{14}\text{B}$  ( $\phi$ ), a fase rica em praseodímio  $\text{Pr}_3(\text{FeCo})$  (Pr), a fase de Laves  $\text{Pr}(\text{FeCo})_2$  ( $\eta$ ) e a fase rica em ferro  $\text{FeCo}$  (Fe). Após o tratamento térmico (1070°C – 20 horas) da liga  $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}(\text{AlSiCuGaGd})_{0,3}$  a fase rica em ferro (Fe) foi absorvida pela matriz, como se observa na Figura 2 (B).

**Figura 2** - Micrografias obtidas por MEV da liga  $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}(\text{AlSiCuGaGd})_{0,3}$  - (A) antes do Tratamento Térmico, e (B) após o Tratamento Térmico.

Na Tabela 1 podem ser verificadas as propriedades magnéticas dos ímãs obtidos neste estudo. O ímã produzido com a mistura cuja liga  $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}(\text{AlSiCuGaGd})_{0,3}$  foi submetida ao tratamento térmico, apresentou elevados valores de propriedades magnéticas em relação à mistura nas quais nenhuma das ligas foram tratadas termicamente.

**Tabela 1:** Propriedades Magnéticas dos Ímãs HD

| Liga | Br [KG] | iHc [KOe] | bHc [KOe] | (BH)máx. [MGOe] | FQ razão |
|------|---------|-----------|-----------|-----------------|----------|
| S/TT | 2,2     | 5,9       | 1,9       | 1               | 0,27     |
| C/TT | 9,2     | 6,8       | 5,5       | 18,48           | 0,6      |

## CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que:

O tratamento térmico, a 1070°C por 20 horas, foi eficiente, pois eliminou a fase rica em ferro (Fe), como confirmam as micrografias apresentadas.

Foram obtidas melhores propriedades magnéticas para o ímã preparado com a mistura na qual a liga  $\text{Pr}_{14}\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Co}_{16}\text{B}_6\text{Nb}_{0,1}(\text{AlSiCuGaGd})_{0,3}$  foi tratada termicamente, sendo: Br = 9,2 KG (remanência); iHc = 6,8 KOe (coercividade intrínseca); bHc = 5,5 KOe (coercividade indutiva); BH máx. = 18,48 MGOe (produto

de energia máximo) e  $FQ = 0,43$  (fator de quadratura), comprovando que a fase rica em ferro é prejudicial as propriedades magnéticas.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - (IPEN) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq – Brasil.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Harris, I. R The potential of hydrogen in permanent magnet production. **J. Less Common Metals**, v.131, p. 245-262, 1987.
- [2] Ragg, O.; Keegan, G.; Nagel, H.; Harris, I.R. The HD e HDDR process in the production of Nd-Fe-B permanent magnets. **Int. J. Hydrogen Energy**, v. 22, n.2/3, p. 333-342, 1997.

## MICROSTRUCTURE CHARACTERIZATION OF ALLOYS AND SINTERIZED MAGNETS OBTAINED BY HYDROGEN DECREPITATION

### ABSTRACT

*Hydrogen decrepitation (HD) is one of great importance for fabrication of sintered magnets. In this process, as-cast alloy become brittle making it easier to obtain powder. The powders obtained by the HD process were mixed in a planetary mill for 90 minutes and 150 rpm speed. After, the powder were isostatically compressed at pressure of 200 MPa and sintered in high temperature levels. Microstructure and phase composition of samples were investigated employing scanning electron microscopy (SEM) and the magnetic properties were obtained using the*

*permeameter. The goal of this work is on the microstructural and magnetic characterization of permanent magnets prepared via mixing of HD based alloys and  $Pr_{20}FeBaB_5Cu_2$   $Pr_{14}FeBaCo_{16}B_6Nb_{0,1}(AlSiCuGaGd)_{0,3}$  in order to obtain a third alloy composition  $Pr_{16}FeBaCo_{11,07}B_{5,69}Nb_{0,07}Cu_{0,82}(AlSiGaGd)_{0,21}$ .*

**Key-words:** *PrFeB magnets, HD process, Magnets Microstructure.*