

## ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 669.857'1'781:537.622.4

### МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА И МИКРОСТРУКТУРА ВЫСОКОЭНЕРГОЕМКИХ МАГНИТОВ (Nd,Dy)–Fe–В С НИЗКИМ СОДЕРЖАНИЕМ КИСЛОРОДА

© 2021 г. Д. Ю. Василенко<sup>а</sup>, А. В. Шитов<sup>а, б, \*</sup>, Д. Ю. Братушев<sup>а</sup>, К. И. Подкорытов<sup>а</sup>,  
В. С. Гавико<sup>б, с</sup>, О. А. Головня<sup>б, с, \*\*</sup>, А. Г. Попов<sup>б, с</sup>

<sup>а</sup>АО “УЭМЗ”, ул. Студенческая, 9, Екатеринбург, 620137 Россия

<sup>б</sup>Институт физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

<sup>с</sup>Уральский федеральный университет, ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002 Россия

\*e-mail: shitov@uemz.ru

\*\*e-mail: golovnya@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 02.07.2021 г.

После доработки 02.08.2021 г.

Принята к публикации 04.08.2021 г.

Исследованы магнитные свойства и микроструктура высокоэнергоемких магнитов (Nd,Dy)–Fe–В с содержанием Dy не более 1 вес. %, изготовленных по низкокислородной технологии. Концентрация кислорода в магнитах не превышает 0.20 вес. %. Добавка диспрозия в количестве 0.5 вес. % надежно стабилизирует значения коэрцитивной силы по намагниченности  $MH_c$  не ниже 13 кЭ, при этом значения максимального энергетического произведения  $(BH)_{max}$  магнитов составляют 48.5–49.5 МГс · Э. Высокий уровень магнитных гистерезисных свойств достигнут путем оптимизации химического и фазового состава магнитов и их микроструктуры. Размер зерен основной фазы Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B составляет около 3.5 мкм, а количество включений дополнительных фаз, обогащенных неодимом (NdO<sub>x</sub> и Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) в соответствии с данными рентгеноструктурного анализа не превышает 2.5%. В области тройных стыков зерен Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B методом сканирующей электронной микроскопии выявлено два типа (В и С) включений фазы NdO<sub>x</sub>, существенно отличающихся по химическому составу. Включения фазы (С) с низким содержанием кислорода ( $x \approx 0.03$ ) растворяют в себе большое количество Fe (40–50 вес. %), тогда как в фазе (В) с высоким содержанием кислорода ( $x \approx 0.70$ ) количество Fe в 3–5 раз меньше. Выполнены измерения угловой зависимости коэрцитивной силы магнитов (Nd,Dy)–Fe–В.

*Ключевые слова:* Nd–Fe–В, постоянный магнит, микроструктура

**DOI:** 10.31857/S0015323021120123

#### ВВЕДЕНИЕ

Спеченные магниты из сплавов Nd–Fe–В успешно применяют в широком спектре высокоэффективных технических устройств. По сравнению с другими типами постоянных магнитов они обладают наибольшей величиной максимального энергетического произведения  $(BH)_{max} \geq 50$  МГс · Э при комнатной температуре. Высокий уровень гистерезисных свойств этих магнитов обеспечивается благоприятным сочетанием основных магнитных свойств соединения Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B (намагниченности насыщения, температуры Кюри и константы анизотропии) и схемы фазового равновесия в сплавах Nd–Fe–В, позволяющей достаточно просто реализовать жидкофазное спекание порошков этой системы [1–6]. Многофазная микроструктура спеченных магнитов на основе сплавов Nd–Fe–В состоит из зерен основной фазы Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, включений фаз, которые локализуются в тройных

стыках зерен Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, и тонких прослоек фазы, формирующейся по границам этих зерен. Фазы в тройных стыках, обогащенные неодимом, представляют собой двойную гексагональную плотноупакованную фазу неодима (ДвГПУ-Nd), гранецентрированную кубическую фазу NdO<sub>x</sub> (ГЦК-NdO<sub>x</sub>) и гексагональную плотноупакованную фазу Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ГПУ-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [7–18]. Объемные доли оксидных фаз определяются содержанием кислорода в магнитах. Чем выше концентрация кислорода в магнитах, тем большую объемную долю занимают парамагнитные оксидные фазы NdO<sub>x</sub> и Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, снижающие остаточную индукцию  $B_r$  и  $(BH)_{max}$ . Кроме того, окисление избыточного неодима препятствует формированию непрерывных тонких прослоек фазы, обогащенной неодимом и обеспечивающей магнитную изоляцию зерен Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. В результате появляются места активного зарождения доменов обратной намагниченности,

**Таблица 1.** Химический состав и формула сплавов, использованных для приготовления магнитов

Содержание элементов, вес. %									Формула, ат. %
№	Nd	Dy	Fe	Co	Cu	Ga	B	O	
Сплавы для высокоэнергетических магнитов									
1	29.1	—	68.59	1.0	0.1	0.1	1.1	0.010	$Nd_{13.00}Fe_{79.12}Co_{1.09}Cu_{0.10}Ga_{0.09}B_{6.56}O_{0.04}$
2	29.3	—	68.57	1.00	0.11	0.10	0.9	0.019	$Nd_{13.24}Fe_{80.03}Co_{1.11}Cu_{0.11}Ga_{0.09}B_{5.42}O_{0.08}$
3	29.4	—	67.58	1.0	0.1	0.1	0.9	0.016	$Nd_{13.28}Fe_{79.99}Co_{1.11}Cu_{0.10}Ga_{0.09}B_{5.43}O_{0.07}$
4	29.7	—	68.00	1.0	0.19	0.19	0.9	0.019	$Nd_{13.45}Fe_{79.62}Co_{1.11}Cu_{0.20}Ga_{0.18}B_{5.44}O_{0.08}$
5	29.7	0.06	68.04	1.0	0.1	0.1	1.0	*	$Nd_{13.40}Dy_{0.02}Fe_{79.27}Co_{1.10}Cu_{0.10}Ga_{0.09}B_{6.02}$
6	29.0	0.5	68.37	1.0	0.11	0.10	0.9	0.020	$Nd_{13.11}Dy_{0.20}Fe_{79.95}Co_{1.11}Cu_{0.11}Ga_{0.09}B_{5.43}O_{0.12}$
7	29.1	0.5	68.31	0.95	0.11	0.10	0.9	0.029	$Nd_{13.16}Dy_{0.20}Fe_{79.96}Co_{1.05}Cu_{0.11}Ga_{0.09}B_{5.43}O_{0.12}$
8	29.5	0.55	67.82	1.0	0.11	0.10	0.9	0.021	$Nd_{13.39}Dy_{0.22}Fe_{79.63}Co_{1.11}Cu_{0.11}Ga_{0.09}B_{5.45}O_{0.13}$
9	29.0	1.0	67.56	1.2	0.17	0.09	0.95	0.032	$Nd_{13.14}Dy_{0.40}Fe_{79.14}Co_{1.33}Cu_{0.17}Ga_{0.08}B_{5.74}O_{0.07}$
10	29.1	1.0	67.67	1.0	0.1	0.1	1.0	0.033	$Nd_{13.16}Dy_{0.40}Fe_{79.09}Co_{1.11}Cu_{0.10}Ga_{0.09}B_{6.04}O_{0.13}$
11	29.9	1	66.97	1.0	0.12	0.1	0.9	0.014	$Nd_{13.67}Dy_{0.41}Fe_{79.10}Co_{1.12}Cu_{0.12}Ga_{0.09}B_{5.49}O_{0.06}$

\* Содержание кислорода в сплаве № 5 не определяли.

которые существенно снижают коэрцитивную силу  $H_c$  в процессе перемагничивания магнитов. Таким образом, снижение концентрации кислорода и оптимизация микроструктуры спеченных магнитов являются ключевыми направлениями повышения уровня магнитных гистерезисных свойств.

В последние годы исследователями из Японии были выполнены детальные исследования химического состава и морфологии структуры фаз, обогащенных неодимом [11, 12, 14–17]. Было установлено, что тонкие прослойки фазы, разделяющие зерна  $Nd_2Fe_{14}B$ , имеют аморфную структуру [9] и не содержат кислорода, однако помимо неодима содержат много железа и, как следствие, оказываются ферромагнитными [12, 19]. Зародыши перемагничивания могут легко возникать на таких границах. Этот результат изменил представление о зародышевом механизме перемагничивания спеченных магнитов  $Nd-Fe-B$  [20], которое доминировало со времен начала разработки этих магнитов [21]. В настоящее время ведется дискуссия о том, что основной причиной магнитного гистерезиса высокоэнергетических спеченных магнитов  $Nd-Fe-B$  является не задержка возникновения зародышей перемагничивания, а задержка смещения доменных границ этих зародышей [19, 22].

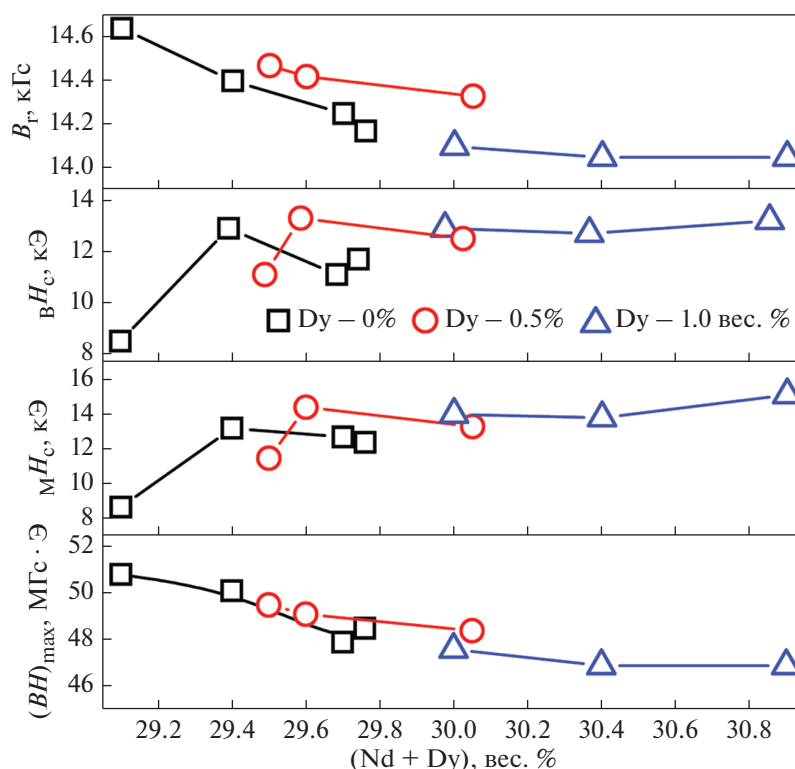
Россия существенно отстает как по качеству, так и по объемам производства магнитов на основе сплавов  $Nd-Fe-B$  от мировых лидеров Японии и Китая. Вплоть до конца первого десятилетия XXI века значения  $(BH)_{max}$  отечественных магнитов  $Nd-Fe-B$  едва превышали 40 МГс · Э [23–29]. Заметный прорыв был осуществлен специалистами Уральской школы магнетизма. Внедрение на Уральском электротехническом заводе (АО “УЭМЗ”) низкокислородной технологии позволило повысить уровень  $(BH)_{max}$  спеченных магнитов до 50 МГс · Э [30], однако существующие производственные мощности могут обеспе-

чить выпуск лишь около одной тонны в год таких магнитов. Запросы отечественной промышленности удовлетворяются преимущественно поставками магнитов из Китая, что не соответствует стратегии технологической безопасности страны. Создание полного цикла производства высококачественных постоянных магнитов  $Nd-Fe-B$  отечественными предприятиями на территории Российской Федерации является давно назревшей и чрезвычайно актуальной задачей.

В статье представлены результаты исследования магнитных гистерезисных свойств и микроструктуры представительного ряда высококачественных магнитов  $(Nd,Dy)-Fe-B$ , изготавливаемых на УЭМЗ по низкокислородной технологии. Рассматриваются высокоэнергетические магниты  $(Nd,Dy)-Fe-B$ , в которых замещение Nd на Dy не превышает 1 вес. %. Такие магниты обладают  $(BH)_{max} = 48-50$  МГс · Э при умеренной коэрцитивной силе.

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Сплавы для изготовления высокоэнергетических магнитов системы  $(Nd,Dy)-Fe-B$  были приготовлены методом полосового литья (strip casting), разработанным в компании Showa Denko [31, 32]. Скорость вращения водоохлаждаемого медного барабана составляла 1 м/с. Получаемые пластинки сплавов толщиной от 0.30 до 0.45 мм и шириной около 3 см имели микроструктуру, ранее описанную в [33]. Составы сплавов приведены в табл. 1. Из каждого сплава были изготовлены магниты по низкокислородной технологии. Пластинки сплавов для охрупчивания предварительно обрабатывали в водороде. Полученные крупнозернистые порошки измельчали в струйной мельнице, используя азот в качестве рабочего газа. Средний размер частиц порошков  $D_{cp}$ , определяемый по методу Фишера, составлял 2.7–3.2 мкм. Межоперационную транспортировку порошка на всех



**Рис. 1.** Зависимость магнитных гистерезисных свойств магнитов от содержания редкоземельных элементов в исходных сплавах.

этапах, начиная со струйного измельчения и заканчивая спеканием, производили в стальном герметичном контейнере, заполненном инертным газом с содержанием кислорода не более 0.0001 вес. % (ppm). Текстурование и прессование порошков осуществляли в прессе, совмещенном с электромагнитом и размещенном в перчаточном боксе с атмосферой чистого азота. Напряженность постоянного намагничивающего поля составляла 16 кЭ. Усилие прессования было приложено перпендикулярно направлению текстурующего магнитного поля. В результате получали заготовки размером  $22 \times 27 \times 60$  мм<sup>3</sup> с направлением оси текстуры вдоль размера 22 мм. Пресс-заготовки спекали в вакууме при температурах 1040–1055°C в течение 2 ч до плотности 7.57–7.62 г/см<sup>3</sup> с последующей закалкой в аргоне до комнатной температуры. Для повышения  $H_c$  спеченные магниты подвергали двухступенчатой термообработке при температурах  $T_1 = 880^\circ\text{C}$ , 1 ч и  $T_2 = 480\text{--}550^\circ\text{C}$ , 1–2 ч.

Для измерения кривых размагничивания термообработанных образцов использовали установку “Permagraph L”. Угловые зависимости коэрцитивной силы были получены на вибромагнитометре Lakeshore 7407 на сферических образцах. Содержание кислорода в спеченных магнитах определяли восстановительным методом, используя газоанализатор Лесо ОНН-836. Наблю-

дение микроструктуры магнитов в обратно отраженных электронах и определение концентрации элементов было выполнено на сканирующем электронном микроскопе TESCAN MIRA3. Перед микроанализом на шлифы наносили тонкий слой углерода в напылительной установке Quorum Q150R. Данные рентгеновской дифракции получены на рентгеновском дифрактометре Empyrean (PANalytical) в  $\text{Cu } K\alpha$ -излучении.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

### 1. Магнитные свойства магнитов Nd–Fe–B

На рис. 1 показана зависимость магнитных гистерезисных свойств магнитов от содержания редкоземельных элементов (РЗЭ) в исходных сплавах. Магнит без диспрозия с самым низким содержанием неодима 29.2 вес. % обладает наиболее высокими значениями  $B_r$  и  $(BH)_{max}$ , но самой низкой коэрцитивной силой. С увеличением содержания неодима коэрцитивная сила по намагниченности  $MH_c$  повышается до 12–13 кЭ, но значения  $B_r$  и  $(BH)_{max}$  монотонно снижаются. Для стабилизации коэрцитивной силы магнитов в сплавы добавляли 0.5 и 1.0 вес. % Dy. Такая добавка диспрозия стабилизирует значения  $MH_c$  не ниже 13 кЭ, если сумма  $R = \text{Nd} + \text{Dy} > 29.6$  вес. %. При этом значения  $(BH)_{max}$  магнитов с 0.5 вес. % Dy и 29.6–30.1 вес. % R изменяются в диапазоне

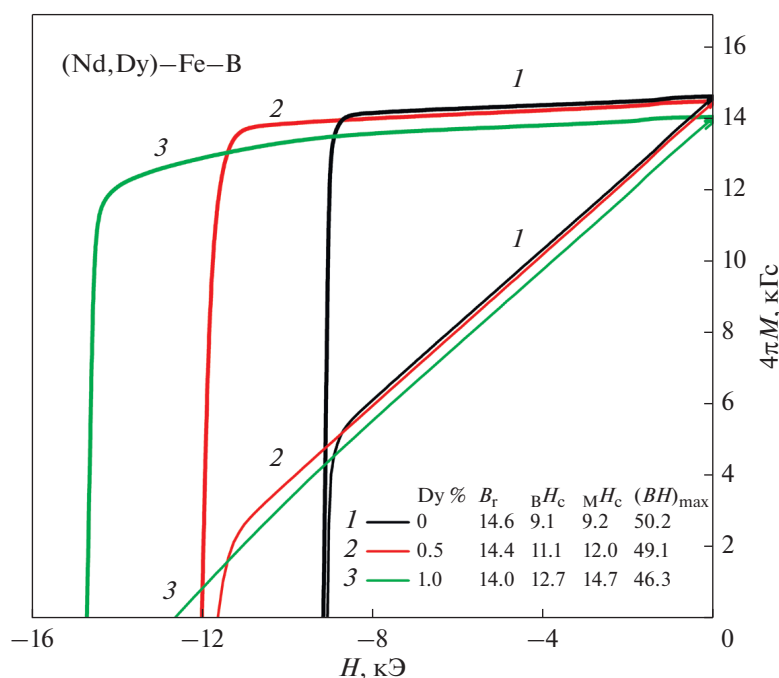


Рис. 2. Кривые размагничивания высокоэнергоемких магнитов Nd–Fe–B и (Nd,Dy)–Fe–B с 0.5 и 1.0 вес. %.

48.5–49.5 МГс · Э, а у магнитов с 1.0 вес. % Dy они снижаются до 47 МГс · Э. Кривые размагничивания магнитов с разным содержанием Dy показаны на рис. 2.

Таким образом, добавка 0.5 вес. % Dy в сплавы с суммарным содержанием РЗЭ около 30 вес. % является удобным приемом стабилизации высокого уровня гистерезисных свойств энергоемких магнитов.

Интегральный химический состав, фазовый состав и микроструктура оказывают существенное влияние на структурно-чувствительные гистерезисные свойства магнитов Nd–Fe–B. Кислород, адсорбируемый порошком в процессе его приготовления, при последующем спекании магнитов связывает значительную часть избыточного неодима в окислы, формирующиеся между зернами  $Nd_2Fe_{14}B$ . Влияние концентрации кислорода в спеченных магнитах на их свойства показано на рис. 3. Тенденция снижения  $B_r$ ,  $H_c$  и  $(BH)_{max}$  наблюдается как в магнитах без Dy, так и в магнитах, содержащих 0.5 и 1.0 вес. % Dy. С одной стороны, эта тенденция связана с увеличением со-

держания РЗЭ в магнитах, как показано на рис. 1, а с другой стороны, этот результат указывает на то, что чем больше содержание РЗЭ, тем выше концентрация кислорода в магнитах.

## 2. Аттестация фазового состава и микроструктуры магнитов в зависимости от содержания диспрозия и кислорода

Хорошо известно, что обогащенные неодимом фазы, локализующиеся между зернами  $Nd_2Fe_{14}B$ , имеют различную кристаллическую структуру и содержат различное количество кислорода [10]. Чтобы установить корреляцию между магнитными свойствами, фазовым составом магнитов и содержанием в них кислорода были выполнены рентгеноструктурные и электронно-микроскопические исследования некоторых магнитов. На рис. 4 представлены дифрактограммы магнитов, изготовленных из сплавов 3 (Dy 0%), 6 (Dy 0.5%) и 11 (Dy 1.0%). Фазовый состав этих магнитов приведен в табл. 2. Все магниты помимо основной фазы  $Nd_2Fe_{14}B$  со-

Таблица 2. Результаты рентгеновского фазового анализа магнитов

№ сплава	Dy (вес. %)	O (вес. %)	Фаза (простр. группа)	$a$ , Å	$c$ , Å	Весовая доля, %
3	0	0.13	$Nd_2Fe_{14}B$ ( $P42/mnm$ )	8.802	12.196	99.5
			$NdO_x$ ( $Fm\bar{3}m$ )	5.098	—	0.5
6	0.5	0.17	$Nd_2Fe_{14}B$ ( $P42/mnm$ )	8.801	12.191	98.3
			$NdO_x$ ( $Fm\bar{3}m$ )	5.096	—	1.7
11	1.1	0.20	$Nd_2Fe_{14}B$ ( $P42/mnm$ )	8.807	12.199	97.6
			$NdO_x$ ( $Fm\bar{3}m$ )	5.105	—	2.4

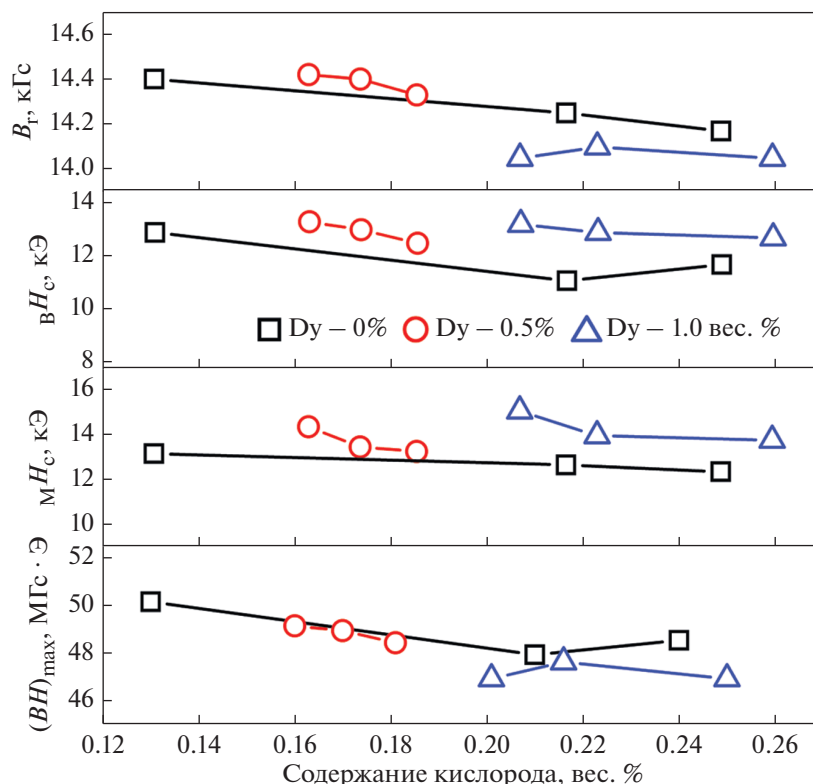


Рис. 3. Зависимость магнитных гистерезисных свойств магнитов от содержания кислорода.

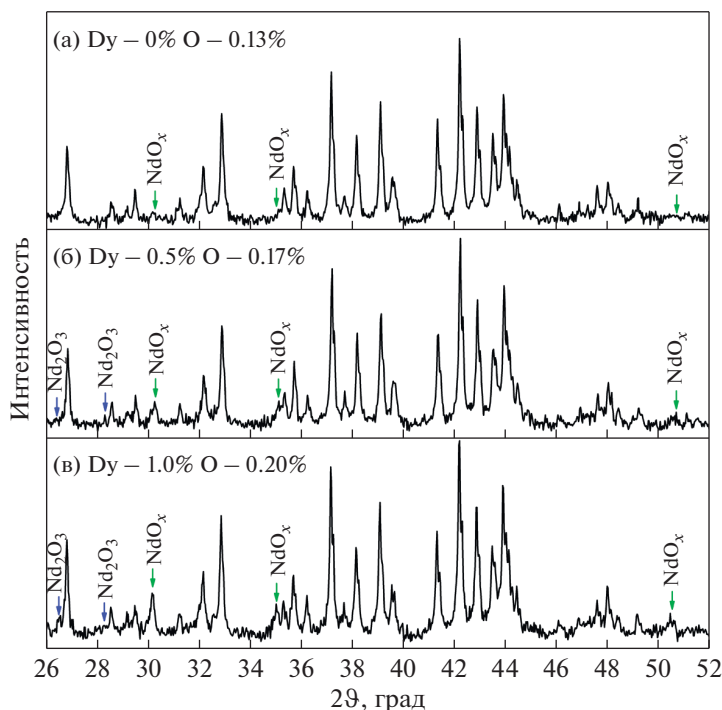
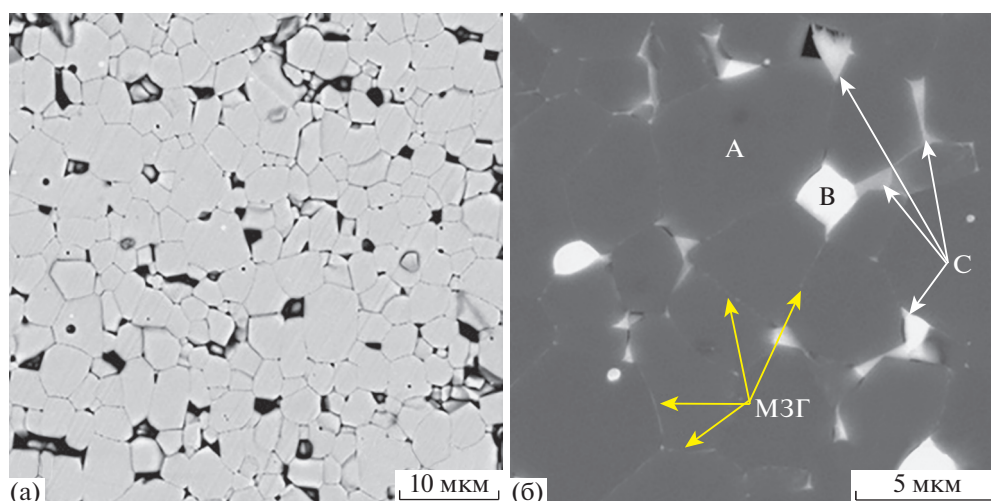


Рис. 4. Порошковые рентгеновские дифрактограммы магнитов из сплавов 3 (Dy 0%) (а); 6 (Dy 0.5%) (б) и 11 (Dy 1%) (в).

держат оксид неодима NdO<sub>x</sub> с ГЦК-структурой типа NaCl (пространственная группа  $Fm\bar{3}m$ ).

В магнитах из сплавов 6 и 11 дополнительно выявлен стабильный оксид Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, определение

количества которого выходит за пределы точности рентгеноструктурного метода. Несмотря на то, что количественное содержание оксидных фаз определено с недостаточно высокой точностью, качественно результат ясно показывает, что их



**Рис. 5.** Микроструктура спеченного магнита из сплава № 6 с 0.5% Dy: (а) травленный шлиф; (б) нетравленный шлиф, обозначены фазы А, В, С и межзеренные границы (МЗГ).

весовая доля тем больше, чем выше интегральная концентрация кислорода в магнитах.

Было выполнено подробное исследование микроструктуры тех же магнитов, фазовый состав которых был изучен методом рентгеноструктурного анализа (РСА). В качестве примера на рис. 5 показана микроструктура травленного и нетравленного шлифов магнита из сплава 6. Плоскость шлифов для исследования микроструктуры выбрана параллельно оси текстуры, которая ориентирована в вертикальном направлении. На микроснимке травленного шлифа (рис. 5а) отчетливо выявляются границы между зернами  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , что позволяет сделать корректную оценку размера зерна. Средний размер зерен  $D_{\text{ср}}$  фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  в исследованных магнитах с 0, 0.5 и 1.0 вес. % Dy слабо зависит от концентрации Dy и укладывается в узкий диапазон 3.5–3.8 мкм. На электронно-микроскопических снимках нетравленных шлифов (рис. 5б) наблюдается несколько фаз, которые различаются по контрасту изображения. Зерна основной фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  (А) имеют однородный темно-серый контраст. В тройных стыках зерен  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  локализуются фазы, обогащенные неодимом. Наибольший объем в тройных стыках занимают ярко-светлые включения (В). В соответствии с результатами РСА включения (В) представляют собой фазу  $\text{NdO}_x$  с ГЦК-структурой. Регулярно наблюдается, что вблизи острых краев тройных стыков зерен  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  фаза (В) переходит в светло-серую фазу (С). Идентификация кристаллической структуры этой фазы требует дополнительных исследований. Изредка на шлифах встречается фаза  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  в виде темно-серых округлых включений (D), которые на рис. 5б не выявлены. Фазовый контраст наблюдаемых областей зависит как от содержания в них основных элементов, так и от концентрации

кислорода. Результаты микроанализа фаз в магнитах из сплавов 2 (Dy 0%), 6 (Dy 0.5%) и 11 (Dy 1%) представлены в табл. 3. Приведенные данные о содержании кислорода в фазах по результатам микроанализа (М/А) оказались завышенными на 0.8–1.0 вес. %. Это заключение следует из того, что, во-первых, кислорода не должно быть в зернах фазы  $(\text{Nd,Dy})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , и во-вторых, данные (М/А) по определению содержания кислорода с большой площади шлифа интегрального состава магнита оказываются на порядок больше по сравнению с данными химического анализа (Х/А) состава этих же магнитов. Причина такого несоответствия заключается, по-видимому, в окислении поверхности шлифов, используемых для микроанализа. Учитывая это несоответствие, при расчете формулы состава фаз была введена поправка, уменьшающая концентрацию кислорода в каждой фазе на величину ошибочно измеренного кислорода в зернах фазы  $(\text{Nd,Dy})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  каждого из магнитов.

В фазе (В)  $\text{NdO}_x$  с ГЦК-структурой отношение  $x = \text{O}/\text{Nd}$  составляет  $\sim 0.7$ . Кроме Nd и O в этой фазе выявляется до 10 вес. % железа, а также незначительное количество легирующих элементов  $M - \text{Co}, \text{Cu}, \text{Ga}$ , поэтому в табл. 3 фазе (В) приписана обобщенная формула состава  $(\text{Nd,Fe},M)\text{O}_x$ . Отметим, что Li с соавторами [34], исследуя состав фазы  $\text{NdO}_x$  методом трехмерной атомной томографии (3D atom probe tomography (3DAP)), также обнаружили в ней большое количество железа. Согласно результатам этой работы, состав фазы  $\text{NdO}_x$  соответствовал  $\text{Nd}_{30.8}\text{Fe}_{45}\text{Cu}_{1.9}\text{B}_{2.8}\text{O}_{19.5}$ .

В фазе (С), состав которой в табл. 3 также представлен обобщенной формулой  $(\text{Nd,Fe},M)\text{O}_x$ , концентрация кислорода незначительна ( $x \leq 0.05$ ). В этой фазе, однако, содержится много железа и отношение  $r = \text{Fe}/(\text{Nd} + \text{Dy})$  может достигать  $\sim 3$ . Кроме того, Cu и/или Ga преимущественно лока-

Таблица 3. Результаты микроанализа магнитов Nd–Fe–B

Содержание элементов, вес. %									
Магнит/фаза	Nd	Dy	Fe	Co	Cu	Ga	O	B	Формула состава
<b>Магнит Dy 0%, O – 0.13%</b>									
X/A	29.30	0.00	69.37	1.00	0.10	0.10	0.13	0.90	Nd <sub>2.44</sub> (Fe <sub>0.97</sub> M <sub>0.03</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub> O <sub>0.10</sub>
M/A	30.15	0.13	67.19	1.15	0.17	0.00	1.21	–	Nd <sub>2.40</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub> O <sub>0.86</sub>
фаза(A)	27.66	0.16	70.01	1.27	0.13	0.00	0.77	–	Nd <sub>2.11</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub>
фаза(B)	80.68	0.13	9.57	0.19	0.37	0.00	9.06	–	(Nd <sub>0.74</sub> Fe <sub>0.25</sub> M <sub>0.01</sub> )O <sub>0.69</sub>
фаза(C)	54.05	0.00	39.21	3.60	1.77	0.00	1.37	–	(Nd <sub>0.32</sub> Fe <sub>0.61</sub> M <sub>0.06</sub> )O <sub>0.03</sub>
<b>Магнит Dy 0.5%, O – 0.17%</b>									
X/A	29.50	0.50	68.63	1.00	0.10	0.10	0.17	0.90	(Nd <sub>0.99</sub> Dy <sub>0.01</sub> ) <sub>2.49</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub> O <sub>0.13</sub>
M/A	29.84	0.51	66.85	1.50	0.10	0.13	1.07	–	(Nd <sub>0.99</sub> Dy <sub>0.01</sub> ) <sub>2.40</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub> O <sub>0.76</sub>
фаза(A)	27.52	0.53	69.82	1.30	0.00	0.00	0.83	–	(Nd <sub>0.98</sub> Dy <sub>0.02</sub> ) <sub>2.14</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub>
фаза(B)	80.79	1.83	7.73	0.01	0.04	0.13	9.47	–	(Nd <sub>0.77</sub> Dy <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.19</sub> M <sub>0.03</sub> )O <sub>0.74</sub>
фаза(C)	46.90	0.80	47.42	0.87	0.11	2.11	1.79	–	(Nd <sub>0.26</sub> Fe <sub>0.70</sub> M <sub>0.04</sub> )O <sub>0.05</sub>
фаза(D)	76.64	1.54	6.18	0.00	0.03	0.00	15.62	–	(Nd <sub>0.82</sub> Dy <sub>0.01</sub> Fe <sub>0.17</sub> ) <sub>2</sub> O <sub>2.84</sub>
<b>Магнит Dy 1.0%, O – 0.20%</b>									
X/A	29.7	1.10	67.63	1.10	0.16	0.11	0.20	0.90	(Nd <sub>0.97</sub> Dy <sub>0.03</sub> ) <sub>2.55</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub> O <sub>0.15</sub>
M/A	29.35	1.06	67.08	1.27	0.09	0.00	1.15	–	(Nd <sub>0.97</sub> Dy <sub>0.03</sub> ) <sub>2.40</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub> O <sub>0.82</sub>
фаза(A)	26.62	1.19	69.99	1.38	0.00	0.00	0.83	–	(Nd <sub>0.96</sub> Dy <sub>0.04</sub> ) <sub>2.10</sub> (Fe <sub>0.98</sub> M <sub>0.02</sub> ) <sub>14</sub> B <sub>1</sub>
фаза(B)	82.91	2.26	6.04	0.00	0.24	0.00	8.56	–	(Nd <sub>0.80</sub> Dy <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.17</sub> M <sub>0.01</sub> )O <sub>0.68</sub>
фаза(C)	45.35	1.08	48.35	0.75	2.01	1.32	1.14	–	(Nd <sub>0.25</sub> Dy <sub>0.01</sub> Fe <sub>0.69</sub> M <sub>0.05</sub> )O <sub>0.02</sub>

лизуются в фазе (C) с концентрацией, как правило, на порядок превышающей полную концентрацию каждого из этих элементов в магните. Фаза (C), локализуемая в области тройных стыков, своими острыми углами соединяется с обогащенными неодимом тонкими светло-серыми слоями межзеренных границ (МЗГ), которые разделяют зерна и хорошо видны на рис. 5б. В процессе дополнительного отжига спеченных магнитов Nd–Fe–B–M (M – Cu, Ga, Co) при 520–600°C фаза (C) выступает в качестве источника жидкофазной диффузии элементов M, смачивающих МЗГ за счет капиллярного эффекта [18, 35, 36]. Следует обратить внимание на анизотропию морфологии микроструктуры. Включения фаз, обогащенных неодимом, локализируются преимущественно на гранях зерен Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, перпендикулярных оси с легкого намагничивания (ось текстуры в вертикальном направлении снимка), в то время как тонкие межзеренные границы разделяют грани зерен, ориентированные под малыми углами к оси с. Структура и химический состав МЗГ детально были исследованы методами электронной просвечивающей микроскопии высокого разрешения и ЗДАР в представительной серии работ, выполненных в Японии [9, 11, 12, 15, 16, 37, 38]. В этих работах было установлено, что после отжига при 520–600°C ширина межзеренных границ составляет около 3 нм. Межзеренные границы, плоскости которых ориентированы преимущественно перпендикулярно оси с зерен Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, имеют кристаллическую структуру и обогащены неодимом, а границы, параллельные оси с, обога-

щены железом и имеют аморфную структуру [15]. Химический состав аморфных МЗГ, определенный методом ЗДАР, соответствует Nd<sub>30</sub>Fe<sub>66</sub>B<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> [12, 39]. В этой фазе отсутствует кислород. Медь и галлий, вводимые в исходный сплав в небольшом количестве (около 0.1%), концентрируются преимущественно в этой фазе, причем в виде сегрегаций на интерфейсе МЗГ с зернами Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. Специальными методами исследования, включающими спин-поляризованную сканирующую электронную микроскопию [40] и рентгеновский магнитный дихроизм [19], было установлено, что эта фаза является ферромагнитной при комнатной температуре с намагниченностью насыщения около 80 Гс · см<sup>3</sup>/г. Как и следовало ожидать от аморфной структуры, эта фаза оказалась магнитомягкой. Зародыши магнитной фазы с обратной намагниченностью могут возникать в аморфной фазе МЗГ. Однако перемагничивание не может происходить достаточно легко на таких интерфейсах, поскольку зерна Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B и магнитомягкие слои МЗГ обменно-связанны. Из-за большого различия в константах магнитокристаллической анизотропии фаз Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B и МЗГ доменные границы возникших зародышей будут закреплены на интерфейсах с высокими градиентами граничной энергии до тех пор, пока напряженность размагничивающего поля не достигнет значений, близких к коэрцитивной силе, после чего начнется лавинообразный рост зародышей и полное перемагничивание магнита [22, 41]. Таким образом, было сделано заключение, что преимущественным механизмом перемагничивания спеченных

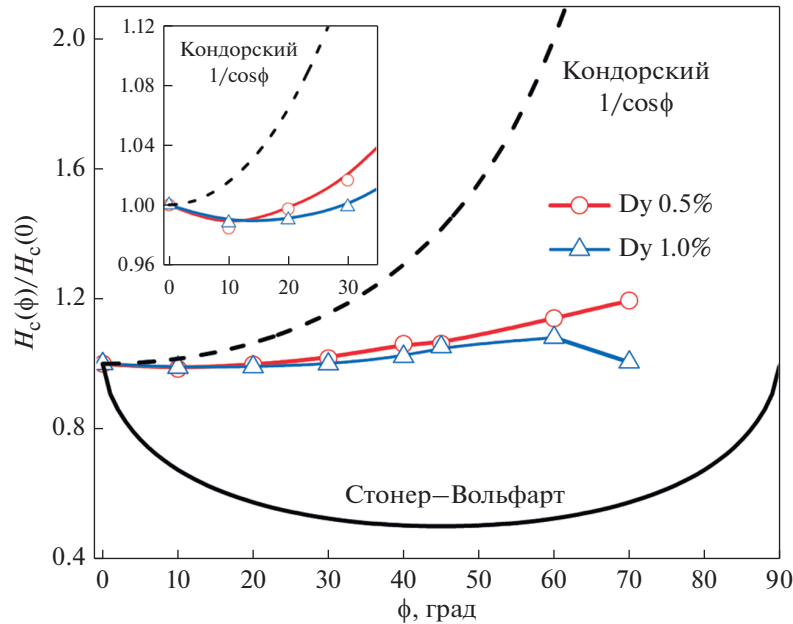


Рис. 6. Угловые зависимости относительной коэрцитивной силы  $H_c(\phi)/H_c(0)$  магнитов с 0.5 и 1.0 вес. % Dy.

магнитов Nd–Fe–В с ферромагнитными МЗГ является не задержка возникновения зародышей, а задержка их роста, т.е. задержка смещения доменных границ. Такое представление о механизме перемагничивания спеченных магнитов Nd–Fe–В хорошо согласуется с данными об угловой зависимости коэрцитивной силы этих магнитов, детально исследованной Matsuura с соавторами [42, 43].

### 3. Угловая зависимость коэрцитивной силы

Угловая зависимость коэрцитивной силы представляет собой важный инструмент для идентификации процессов, управляющих перемагничиванием в магнитотвердых материалах. Для определения преимущественных процессов перемагничивания исследуемых магнитов нами были выполнены измерения угловой зависимости  $H_c$  на сферических образцах, вырезанных из магнитов с содержанием 0.5 и 1.0 вес. % Dy. Перед измерением образцы намагничивали вдоль оси текстуры в импульсном магнитном поле напряженностью 70 кЭ, после установки образца в вибрационный магнитометр выполняли поворот оси текстуры образца на угол  $\phi$  от направления прикладываемого поля и затем проводили измерение кривой размагничивания. На рис. 6 представлены зависимости относительной коэрцитивной силы  $h = H_c(\phi)/H_c(0)$ , где  $H_c(\phi)$  – значения, измеренные под углом  $\phi$  по отношению к оси текстуры образцов,  $H_c(0)$  – вдоль текстуры.

Экспериментальные зависимости сравниваются с двумя известными теоретическими моделями угловой зависимости коэрцитивной силы.

Модель Стонера–Вольфарта (С–В) основана на рассмотрении механизма когерентного вращения векторов намагниченности. По модели С–В критическое поле равно:

$$H_c^{CB}(\phi) = H_A(\cos^{2/3}\phi + \sin^{2/3}\phi)^{-3/2}, \quad (1)$$

где  $H_A = 2K_1/\mu_0 M_s$  – поле анизотропии,  $K_1$  – константа одноосной магнитокристаллической анизотропии,  $M_s$  – намагниченность насыщения. Эту модель привлекают для качественной оценки вклада процессов зародышеобразования в перемагничивание. Модель Кондорского

$$H_c^K(\phi) = H_p/\cos\phi \quad (2)$$

первоначально была разработана при рассмотрении механизмов закрепления доменных границ (ДГ) на внутренних дефектах. Здесь  $H_p$  – поле пиннинга, необходимое для отрыва доменной границы от дефектов ( $H_p \ll H_A$ ) при перемагничивании вдоль оси легкого намагничивания. Из рис. 6 видно, что ни одна из теоретических моделей не описывает адекватно эксперимент. На вставке рисунка показано, что при малых углах  $\phi < 30^\circ$  значения  $h < 1$ , т.е. в большей степени перемагничивание определяется процессами зародышеобразования. При  $30^\circ < \phi < 70^\circ$ , напротив, значения  $h > 1$ , но они значительно ниже зависимости  $1/\cos\phi$ . Это свидетельствует о том, что наряду с превалирующим механизмом задержки смещения ДГ, большой вклад в гистерезис вносит зародышеобразование. На кривой  $h(\phi)$  магнита с концентрацией 1 вес. % Dy наблюдается максимум при  $\phi = 60^\circ$ , он возникает из-за того, что при  $\phi > 60^\circ$  проекции внешнего поля электромагнита на ось текстуры образца не хватает для перемагничивания значительной объемной доли этого



магнита. Чем больше  $H_c(0)$ , тем при меньших углах  $\varphi$  наблюдается максимум.

Таким образом, результаты исследования угловой зависимости  $H_c$  спеченных высокоэнергетических магнитов Nd–Fe–B показывают, что они перемагничиваются как за счет возникновения зародышей, так и вследствие задержки смещения доменных границ этих зародышей. Подобные отклонения угловых зависимостей  $H_c$  от моделей Стонера–Вольфарта и Кондорского были детально проанализированы Вансе с соавторами [44] на основании расчетов, выполненных методом конечных элементов. Было показано, что эти отклонения связаны с рядом причин, включая как присутствие магнитомягких дефектов на поверхности зерен, так и толщину МЗГ.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изготовленные на АО “УЭМЗ” высокоэнергетические магниты Nd–Fe–B, легированные диспрозием в количестве не более 1 вес. %, имеют  $(BH)_{\max} = 48–50$  МГс · Э и  $M H_c = 12–15$  кЭ. Содержание РЗМ и кислорода в магнитах не превышает 30 и 0.20 вес. % соответственно. Высокий уровень магнитных гистерезисных свойств достигнут путем оптимизации химического и фазового состава магнитов и их микроструктуры. Средний размер зерен основной фазы Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B составляет около 3.5 мкм, а количество дополнительных фаз NdO<sub>x</sub> и Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в соответствии с данными рентгеноструктурного анализа не превышает 2.5%. Фаза (С) с составом (Nd,Fe,M)O<sub>x</sub>, локализуемая в области тройных стыков зерен Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, своими острыми углами соединяется с обогащенными неодимом тонкими слоями межзеренных границ (МЗГ) и может существенно влиять на состав МЗГ. Концентрация кислорода в фазе (С) незначительна ( $x \leq 0.05$ ), однако в ней содержится много железа и отношение  $r = \text{Fe}/(\text{Nd} + \text{Dy})$  может достигать ~3. Исследование угловой зависимости коэрцитивной силы магнитов показало, что в них реализуется смешанный процесс магнитного гистерезиса, сочетающий как механизмы задержки возникновения зародышей перемагничивания, так и задержки смещения их границ.

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема “Магнит”, № АААА-А18-118020290129-5). Магнитные и структурные измерения выполнены с использованием оборудования ЦКП “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов” ИФМ УрО РАН.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Sugimoto S.* Current status and recent topics of rare-earth permanent magnets // *J. Phys. D. Appl. Phys.* 2011. V. 44. № 6. P. 064001.

2. *Yan G.H., Chen R.J., Ding Y., Guo S., Lee D., Yan A.R.* The preparation of sintered NdFeB magnet with high-coercivity and high temperature-stability // *J. Phys. Conf. Ser.* 2011. V. 266. № 1. P. 1–6.
3. *Hono K., Sepehri-Amin H.* Strategy for high-coercivity Nd–Fe–B magnets // *Scr. Mater.* 2012. V. 67. № 6. P. 530–535.
4. *Nakamura H.* The current and future status of rare earth permanent magnets // *Scr. Mater.* 2018. V. 154. P. 273–276.
5. *Coey J.M.D.* Perspective and Prospects for Rare Earth Permanent Magnets // *Engineering.* 2020. V. 6. № 2. P. 119–131.
6. *Sagawa M., Hirosawa S., Tokuhara K., Yamamoto H., Fujimura S., Tsubokawa Y., Shimizu R.* Dependence of coercivity on the anisotropy field in the Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B-type sintered magnets // *J. Appl. Phys.* 1987. V. 61. № 8. P. 3559–3561.
7. *Fidler J., Schrefl T.* Overview of Nd–Fe–B magnets and coercivity (invited) // *J. Appl. Phys.* 1996. V. 79. P. 5029–5034.
8. *Vial F., Joly F., Nevalainen E., Sagawa M., Hiraga K., Park K.T.* Improvement of coercivity of sintered NdFeB permanent magnets by heat treatment // *J. Magn. Mater.* 2002. V. 242–245. P. 1329–1334.
9. *Shinba Y., Konno T.J., Ishikawa K., Hiraga K., Sagawa M.* Transmission electron microscopy study on Nd-rich phase and grain boundary structure of Nd–Fe–B sintered magnets // *J. Appl. Phys.* 2005. V. 97. № 5. P. 053504.
10. *Mo W., Zhang L., Liu Q., Shan A., Wu J., Komuro M.* Dependence of the crystal structure of the Nd-rich phase on oxygen content in an Nd–Fe–B sintered magnet // *Scr. Mater.* 2008. V. 59. № 2. P. 179–182.
11. *Li W.F., Ohkubo T., Hono K.* Effect of post-sinter annealing on the coercivity and microstructure of Nd–Fe–B permanent magnets // *Acta Mater.* 2009. V. 57. № 5. P. 1337–1346.
12. *Sepehri-Amin H., Ohkubo T., Shima T., Hono K.* Grain boundary and interface chemistry of an Nd–Fe–B-based sintered magnet // *Acta Mater.* 2012. V. 60. № 3. P. 819–830.
13. *Kim T.H., Lee S.R., Namkung S., Jang T.S.* A study on the Nd-rich phase evolution in the Nd–Fe–B sintered magnet and its mechanism during post-sintering annealing // *J. Alloys Compd.* 2012. V. 537. P. 261–268.
14. *Liu W.Q., Chang C., Yue M., Yang J.S., Zhang D.T., Liu Y.Q., Zhang J.X., Yi X.F., Chen J.W.* Coercivity enhancement of sintered Nd–Fe–B magnets by grain boundary diffusion with DyH3 nanoparticles // *J. Magn.* 2013. V. 18. № 4. P. 400–404.
15. *Sasaki T.T., Ohkubo T., Hono K.* Structure and chemical compositions of the grain boundary phase in Nd–Fe–B sintered magnets // *Acta Mater.* 2016. V. 115. P. 269–277.
16. *Tsuji N., Okazaki H., Ueno W., Kotani Y., Billington D., Yasui A., Kawaguchi S., Sugimoto K., Toyoki K., Fukagawa T., Nishiuchi T., Gohda Y., Hirosawa S., Hono K., Nakamura T.* Temperature dependence of the crystal structures and phase fractions of secondary phases in a Nd–Fe–B sintered magnet // *Acta Mater.* 2018. V. 154. P. 25–32.
17. *Sasaki T.T., Takada Y., Okazaki H., Ohkubo T., Nakamura T., Sato T., Kato A., Kaneko Y., Hono K.* Role of Ga on the high coercivity of Nd-rich Ga-doped Nd–Fe–B sintered magnet // *J. Alloys Compd.* 2019. V. 790. P. 750–759.

18. *Mazilkin A., Straumal B.B., Protasova S.G., Gorji S., Straumal A.B., Katter M., Schütz G., Baretzky B.* Grain boundary oxide layers in NdFeB-based permanent magnets // *Mater. Des.* 2021. V. 199. P. 109417.
19. *Nakamura T., Yasui A., Kotani Y., Fukagawa T., Nishiuchi T., Iwai H., Akiya T., Ohkubo T., Gohda Y., Hono K., Hirosawa S.* Direct observation of ferromagnetism in grain boundary phase of Nd–Fe–B sintered magnet using soft x-ray magnetic circular dichroism // *Appl. Phys. Lett.* 2014. V. 105. № 20. P. 202404.
20. *Kronmüller H., Durst K.D., Sagawa M.* Analysis of the magnetic hardening mechanism in RE–FeB permanent magnets // *J. Magn. Magn. Mater.* 1988. V. 74. № 3. P. 291–302.
21. *Sagawa M., Hiraga K., Yamamoto H., Matsuura Y.* Permanent magnet materials based on the rare earth–iron–boron tetragonal compounds (invited) // *IEEE Trans. Magn.* 1984. V. 20. № 5. P. 1584–1589.
22. *Hono K., Sepehri-Amin H.* Prospect for HRE-free high coercivity Nd–Fe–B permanent magnets // *Scr. Mater.* 2018. V. 151. P. 6–13.
23. *Бозаткин А.Н., Тарасов Е.Н., Андреев С.В., Попов А.Г., Кудреватых Н.В.* Совершенствование технологии получения постоянных магнитов из сплавов Nd–Fe–B // *Металлы.* 1996. № 2. P. 86–90.
24. *Menushenkov V.P., Savchenko A.G.* Annealing behavior of coercivity in (Nd,Dy)–Fe–B based sintered magnets // *Phys. Met. Metallogr.* 2001. V. 91. № Supplement 1. P. S249–S253.
25. *Menushenkov V.P., Savchenko A.G.* Effects of post-sintering annealing on magnetic properties of Nd–Fe–B sintered magnets // *J. Magn. Magn. Mater.* 2003. V. 258–259. P. 558–560.
26. *Попов А.Г., Пузанова Т.З., Гавико В.С., Василенко Д.Ю., Вяткин В.П.* Особенности формирования высококоэрцитивного состояния в спеченных магнитах Nd–Fe–B–Ga при термоциклической обработке // *ФММ.* 2006. V. 101. № 6. P. 589–597.
27. *Пискорский В.П., Бурханов Г.С., Мельников С.А., Паршин А.П., Валеев Р.А., Терешина И.С., Иванов С.И.* Влияние содержания неодима на свойства наноструктурированных материалов (NdPr)–Fe–B, полученных по бинарной технологии // *Перспективные материалы.* 2010. № 9.
28. *Лукин А.А., Кольчугина Н.Б., Бурханов Г.С., Ключева Н.Е., Скотнищева К.* Роль добавок гидрида тербия в формировании микроструктуры и магнитных свойств спеченных магнитов системы Nd–Pr–Dy–Fe–B // *Физика и химия обр. материалов.* 2012. № 1. P. 70–73.
29. *Брыкин А.В., Чуриков С.В.* Основные тенденции развития рынка постоянных магнитов // *Конъюнктура товарных рынков маркетинг и логистика.* 2012. № 2. P. 9–12.
30. *Popov A.G., Kudrevatykh N.B., Vyatkin V.P., Vasilenko D.Y., Bratushev D.Y., Puzanova T.Z., Gerasimov E.G.* Preparation of high-power permanent magnets from platelike Nd–Fe–B alloys // *Phys. Met. Metallogr.* 2010. V. 109. № 3. P. 238–246.
31. *Bernardi J., Fidler J., Sagawa M., Hirose Y.* Microstructural analysis of strip cast Nd–Fe–B alloys for high (BH)<sub>max</sub> magnets // *J. Appl. Phys.* 1998. V. 83. № 11. P. 6396–6398.
32. *Sasaki S., Hasegawa H., Nakajima K.* R–T–B type alloy, production of R–T–B type alloy flake, fine powder for R–T–B type rare earth permanent magnet, and R–T–B type rare earth permanent magnet. 2007. P. US20070095438.
33. *Василенко Д.Ю., Шумов А.В., Власюга А.В., Попов А.Г., Кудреватых Н.В., Печищева Н.В.* Микроструктура с войства сплавов Nd–Fe–B, полученных методом “strip casting”, и изготовленных из них постоянных магнитов // *Металловедение и термическая обр. металлов.* 2014. V. 613. № 11. P. 10–16.
34. *Li W.F., Ohkubo T., Hono K., Sagawa M.* The origin of coercivity decrease in fine grained Nd–Fe–B sintered magnets // *J. Magn. Magn. Mater.* 2009. V. 321. № 8. P. 1100–1105.
35. *Straumal B.B., Kucheev Y.O., Yatskovskaya I.L., Mogilnikova I. V., Schutz G., Nekrasov A.N., Baretzky B.* Grain boundary wetting in the NdFeB-based hard magnetic alloys // *J. Mater. Sci.* 2012. V. 47. № 24. P. 8352–8359.
36. *Straumal B.B., Mazilkin A.A., Protasova S.G., Schütz G., Straumal A.B., Baretzky B.* Observation of Pseudopartial Grain Boundary Wetting in the NdFeB-Based Alloy // *J. Mater. Eng. Perform.* 2016. V. 25. № 8. P. 3303–3309.
37. *Okazaki H., Billington D., Tsuji N., Ueno W., Kotani Y., Kawaguchi S., Sugimoto K., Toyoki K., Fukagawa T., Nishiuchi T., Hono K., Hirosawa S., Nakamura T.* Quantitative identification of constituent phases in a Nd–Fe–B–Cu sintered magnet and temperature dependent change of electron density of Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B studied by synchrotron X-ray diffraction // *Acta Mater.* 2019. V. 181. P. 530–536.
38. *Kim T.H., Sasaki T.T., Ohkubo T., Takada Y., Kato A., Kaneko Y., Hono K.* Microstructure and coercivity of grain boundary diffusion processed Dy-free and Dy-containing Nd–Fe–B sintered magnets // *Acta Mater.* 2019. V. 172. P. 139–149.
39. *Li W.F., Sepehri-Amin H., Ohkubo T., Hase N., Hono K.* Distribution of Dy in high-coercivity (Nd,Dy)–Fe–B sintered magnet // *Acta Mater.* 2011. V. 59. № 8. P. 3061–3069.
40. *Kohashi T., Motai K., Nishiuchi T., Hirosawa S.* Magnetism in grain-boundary phase of a NdFeB sintered magnet studied by spin-polarized scanning electron microscopy // *Appl. Phys. Lett.* 2014. V. 104. № 23. P. 1–6.
41. *Sepehri-Amin H., Hirosawa S., Hono K.* Advances in Nd–Fe–B Based Permanent Magnets // *Handbook of Magnetic Materials.* 1st ed. 2018. V. 27. P. 269–372.
42. *Matsuura Y., Hoshijima J., Ishii R.* Relation between Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B grain alignment and coercive force decrease ratio in NdFeB sintered magnets // *J. Magn. Magn. Mater.* 2013. V. 336. P. 88–92.
43. *Matsuura Y., Nakamura T., Sumitani K., Kajiwara K., Tamura R., Osamura K.* Angular dependence of coercivity in isotropically aligned Nd–Fe–B sintered magnets // *AIP Adv.* 2018. V. 8. № 5. P. 056236.
44. *Bance S., Oezelt H., Schrefl T., Ciuta G., Dempsey N.M., Givord D., Winklhofer M., Hrkac G., Zimanyi G., Gutfleisch O., Woodcock T.G., Shoji T., Yano M., Kato A., Manabe A.* Influence of defect thickness on the angular dependence of coercivity in rare-earth permanent magnets // *Appl. Phys. Lett.* 2014. V. 104. № 18.