

Hellfeld- und Polarisationslichtmikroskopie an Sintermagneten auf Fe-Nd-B-Basis

mittels ZEISS Axio Imager.Z2m

Hellfeld- und Polarisationslichtmikroskopie an Sintermagneten auf Fe-Nd-B-Basis mittels ZEISS Axio Imager.Z2m

Autoren: Tvrtko Grubesa, Ralf Löffler, Dr. Timo Bernthaler,
Prof. Dr. Dagmar Goll, Prof. Dr. Gerhard Schneider

Hochschule Aalen, Institut für Materialforschung

Datum: August 2016

1. Einleitung

Gesinterte Permanentmagnete auf Fe-Nd-B-Basis stellen derzeit die stärksten Permanentmagnetwerkstoffe mit einem hohen maximalen Energieprodukt von $(BH)_{\max} = 450 \text{ kJ/m}^3$ dar [1]. Für die ausgezeichneten extrinsischen Eigenschaften (Remanenz $J_R = 1,4 \text{ T}$, Koerzitivfeld $H_c = 1164 \text{ bis } 1302 \text{ kA/m}$) ist die Kombination von hervorragenden intrinsischen Eigenschaften der eingesetzten Hartmagnetphase $\text{Fe}_{14}\text{Nd}_2\text{B}$ (Sättigungspolarisation $J_s = 1,6 \text{ T}$, magnetokristalline Anisotropiekonstante $K_1 = 4,3 \text{ MJ/m}^3$) und eine weitestgehend optimierte Mikrostruktur verantwortlich. Aufgrund dieser herausragenden materialintrinsic Eigenschaften werden sie bei Rotoren von elektrischen Generatoren und Motoren unterschiedlicher Größenordnung eingesetzt, um für eine effiziente Energiewandlung zu sorgen.

Der ressourcenschonende Einsatz von Seltenerdmetallen wie Neodym ist bei der Herstellung von Sintermagneten wegen des hohen Produktionsvolumens (geschätzter Stand 2020: 17 Mrd. US\$ [2]) von großer Bedeutung und erfordert genaue Kenntnis des Prozesses und Kontrolle des erreichten Ergebnisses. Die magnetischen Eigenschaften eines Fe-Nd-B-Sintermagneten hängen empfindlich von der Zusammensetzung (Anteil der Hartmagnetphase, nicht-magnetischen Phasen/Verunreinigungen) und dem Aufbau des Sintergefüges (Korngröße, Verteilung von Korngrenzenphasen zwischen hartmagnetischen Körnern) ab. Zudem spielt die anisotrope Orientierung der magnetischen Körner (Textur und Ausrichtungsgrad) eine bestimmende Rolle für die erreichbare Remanenz und somit das maximale Energieprodukt.

Der Herstellungsprozess wird im nachfolgenden Kapitel beschrieben. Lichtmikroskopische Untersuchungen in Hellfeldbeleuchtung ermöglichen die qualitative Beurteilung der

Zusammensetzung und des Aufbaus des Gefüges in Bezug auf Verteilung der Korngrenzenphasen um die magnetischen Körner herum und das Vorhandensein von nichtmagnetischen Phasen und Verunreinigungen wie z.B. Oxiden.

Polarisationslichtaufnahmen sind eine effektive Methode für die Beurteilung der Textur des Magneten. Mit dem magneto-optischen Kerr-Effekt lassen sich magnetische Domänenstrukturen in den einzelnen Körnern visualisieren, welche wiederum Rückschlüsse auf die Orientierung der Körner ermöglichen.

Die Möglichkeiten der lichtmikroskopischen Gefügeuntersuchung werden an zwei kommerziellen Fe-Nd-B-Sintermagneten mit identischer Zusammensetzung aufgezeigt, die in unterschiedlichen Ausrichtungsgraden vorliegen.

2. Grundlagen

Gefügestruktur und magnetische Domänenstruktur

Das Gefüge von Fe-Nd-B-Magneten besteht aus polyederförmigen μm -großen Körnern der hartmagnetischen $\text{Fe}_{14}\text{Nd}_2\text{B}$ -Phase. Die Körner besitzen eine einachsige Kristallanisotropie und sind durch seltenerdmetallreiche Zwischenphasen umgeben. Die ideale Gefügestruktur eines Sintermagneten ist in Abbildung 1a) dargestellt. Dabei sind die hartmagnetischen Körner gleich groß, geometrisch gleich verteilt und aufgrund der gleichmäßigen Umschließung der Körner durch seltenerdmetallreiche Zwischenphasen magnetisch voneinander entkoppelt.

Der reale Gefügebau weicht hiervon jedoch ab. Das Sintergefüge eines ausgerichteten (anisotropen) Magneten im entmagnetisierten Zustand ist schematisch in Abbildung

1b) dargestellt, erkennbar an den multiplen Domänen mit entgegengesetzter Polarisation innerhalb einzelner Körner. Nach vollständigem Aufmagnetisieren durch Anlegen sehr großer Magnetfelder liegen die $\text{Fe}_{14}\text{Nd}_2\text{B}$ -Körner als nahezu ideale Ein-Domänen-Partikel vor (Abbildung 1c).

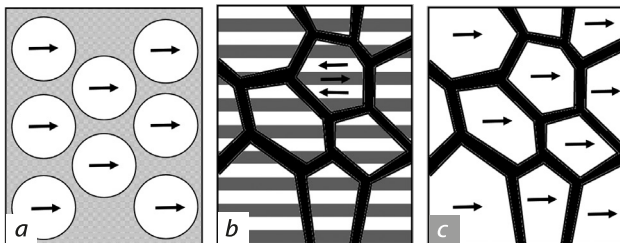


Abbildung 1: a) Gefüge eines idealen Sintermagneten mit einachsiger Domänenorientierung. b) Schematische Darstellung der Domänenstruktur eines ausgerichteten Fe-Nd-B-Sintermagneten im nicht magnetisierten Zustand. Nach einmaligem Aufmagnetisieren mit genügend großem Magnetfeld stellen die Körner Ein-Domänen-Partikel dar (c).

In Abbildung 2a) ist die Hellfeldaufnahme des Gefüges eines nicht ausgerichteten (isotropen) Fe-Nd-B-Sintermagneten gezeigt. Deutlich zu erkennen sind die Korngrenzenphasen, die aus freiem Neodym und binären/ternären Nd-reichen Phasen zusammengesetzt sind. Da Seltenerdmetalle oxidationsanfällig sind, sind auch Oxide im Gefüge vorhanden, die hier ebenfalls zu erkennen sind.

Charakteristisch für magnetische Materialien mit einachsiger Kristallstruktur ist das Auftreten von Domänen. Dies sind Bereiche, in denen die Magnetisierung in einachsiger Richtung verläuft. Mit dem magneto-optischen Kerr-Effekt kann unter Belichtung mit linear polarisiertem Licht die Orientierung der Magnetisierung innerhalb der Körner sichtbar gemacht werden. In der Polarisationslichtaufnahme Abbildung 2b) tritt die Domänenstruktur des Gefüges zu Tage. Man unterscheidet zwischen Streifendomänen und Abschlussdomänen, bei denen die Magnetisierung innerhalb der Bildebene bzw. senkrecht zur Bildebene verläuft. Liegt die geometrische Orientierung der Kristallanisotropieachse eines Kornes zwischen diesen Richtungen, besitzen die Domänen Merkmale beider Domärentypen. Da es sich um einen nicht ausgerichteten Magneten handelt, ist die Orientierungsverteilung der Kristallanisotropieachse über einen makroskopischen Bereich hinweg isotrop. Die enthaltenen Körner zeigen daher sowohl Streifen-, Abschlussdomänen als auch Mischformen.

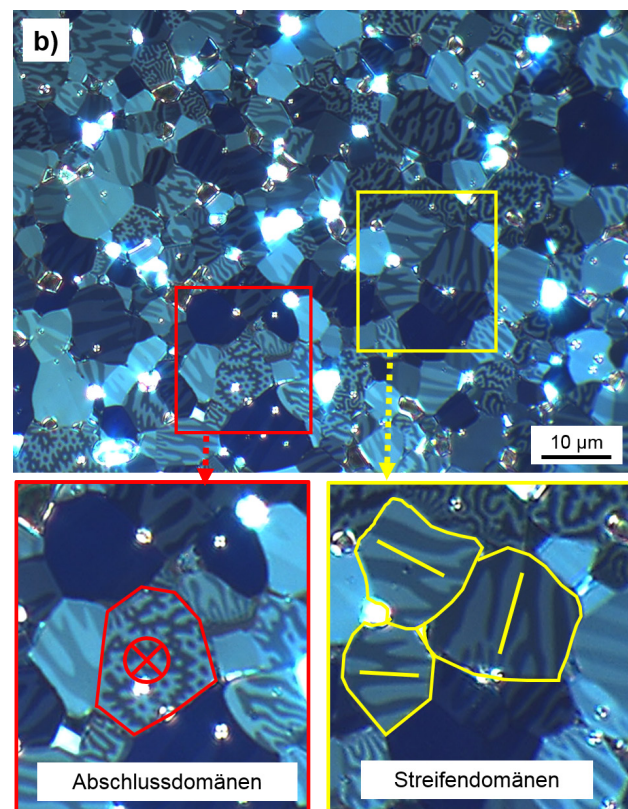
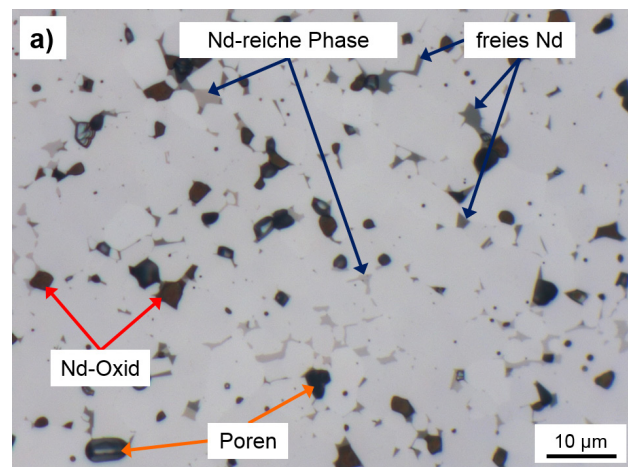


Abbildung 2: Gefügeaufbau und Domänenstruktur eines isotropen Sintermagneten in (a) Hellfeld- und (b) Polarisationslichtaufnahme. Die Richtung der Magnetisierung in einem Korn liegt senkrecht bzw. innerhalb der Bildebene bei Auftreten von Abschluss- bzw. Streifendomänen. Aus der Domänenorientierung kann auf die Kornorientierung geschlossen werden.

Herstellungsprozess

Beim Sinterverfahren wird eine Ausgangslegierung zu feinem Pulver gemahlen, das Pulver im Magnetfeld gepresst und der Grünling anschließend bei ca. 1000°C unter Schutzgas versintert sowie bei moderater Temperatur von 550°C ausgelagert. Der Wärmebehandlung kommt eine wichtige Rolle

zu, da sich dabei metastabile Gefügebestandteile unter signifikanter Erhöhung der Koerzitivkraft des Magneten in thermodynamisch stabile Phasen umwandeln [3]. Abschließend wird der Magnet im externen Magnetfeld einmalig aufmagnetisiert.

Beim Pressen können verschiedene Pressmethoden zum Einsatz kommen, die sich bezüglich Anordnung von Feldrichtung H zu Pressrichtung p unterscheiden. Im Idealfall werden die Körner dabei mit ihrer magnetischen Anisotropieachse genau parallel entlang der Feldrichtung ausgerichtet. Im Folgenden wird nur auf die axiale ($H \parallel p$) und transversale ($H \perp p$) Pressmethode näher eingegangen. Die axiale Pressung ist ein günstiges Verfahren, mit dem Magnete kontournah hergestellt werden können. Mit der transversalen Pressung können ähnliche Formgebungen erreicht werden, jedoch mit verbesserter Ausrichtung der Körner.

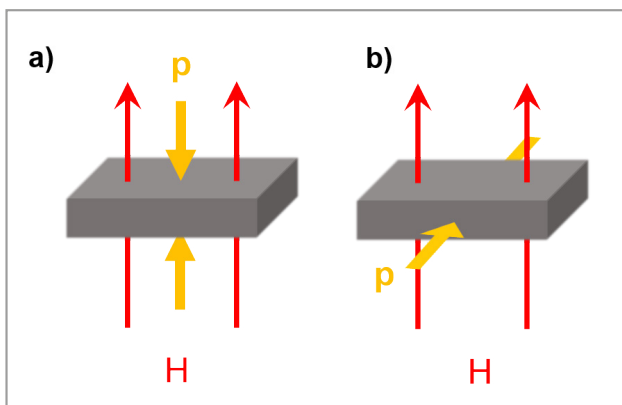


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Anordnung der Richtung des magnetischen Feldes H und der Richtung des Pressdrucks p beim Ausrichten/Pressen des Sinterpulvers. Dargestellt ist a) die axiale und b) transversale Pressung.

Durch Additive können die Eigenschaften eines Sintermagneten gezielt beeinflusst werden. So werden durch den Zusatz von Dysprosium die Koerzitivfeldstärke und damit die Temperaturstabilität gesteigert.

Je nachdem, welche Elemente dem Magneten als Additive hinzugefügt werden, wird die chemische Zusammensetzung der Korngrenzphasen beeinflusst, die dadurch sehr komplex werden kann. Die Kennwerte eines Magneten werden dabei sowohl von der Phasenzusammensetzung des entstehenden Gefüges als auch von den Parametern des Herstellungsprozesses (Korngröße, Art der Pressung, Stärke des ausrichtenden Magnetfelds) beeinflusst.

3. Experimentelles

Probenauswahl

In dieser Untersuchung wurden kommerziell verfügbare Fe-Nd-B Sintermagnete der VACUUMSCHMELZE GmbH & CO.KG verwendet. Dabei sind drei unterschiedliche Ausführungen mit jeweils axialer und transversaler Pressung sowie einem isotropen Magneten ausgewählt worden. Die ausgerichteten Magnete wurden parallel zur Vorzugsrichtung getrennt, um das Streifendomänenmuster beurteilen zu können. Die materialographische Präparation der Proben wurde aufbauend auf einem klassischen mechanischen Schleif- und Polierprozess durchgeführt. Die Endpolitur erfolgte mit einer $0,2 \mu\text{m}$ -Silica-Suspension, um ein möglichst artefaktfreies Gefüge einzustellen.

Hardware und Bildaufnahme

Die Bildaufnahme wurden an einem vollautomatisierten Compound-Mikroskop vom Typ ZEISS Axio Imager.Z2m in Hellfeldbeleuchtung und im linear polarisierten Licht durchgeführt. Die Ansteuerung des Mikroskops erfolgte mit der Software ZEISS AxioVision. Die Bildaufnahme erfolgte mit dem Objektiv Epiplan-NEOFLUAR $100\times/1,3$. Als Lichtquelle für die Polarisationslichtaufnahmen wurde eine HXP 120C mit Lichtleiter eingesetzt, um eine homogene Bildausleuchtung zu erzielen. Alternativ kann eine Colibri.2 LED-Beleuchtung dafür eingesetzt werden. Die Bildaufnahme erfolgt standardmäßig mit einer AxioCam HRC für bestmögliche Kontrastumfänge. Für die makroskopische Beurteilung der Domänenorientierung wurden aneinandergereihte Einzelaufnahmen zu einem Gesamtbild (MosaiX-Bildaufnahme 6×6 Bildkacheln) zusammengefügt. Bei der großflächigen Bildaufnahme wurde mittels erweiterter Tiefenschärfe ein einheitlich fokussiertes Bild erzeugt.



Abbildung 4: ZEISS Axio Imager.Z2m und Peripheriegeräte (Scanningtischsteuerung SMC 2009, HXP 120C, Colibri.2, Hardware Auto Focus) zur Bildaufnahme in Hellfeld- und Polarisationslichtbeleuchtung.

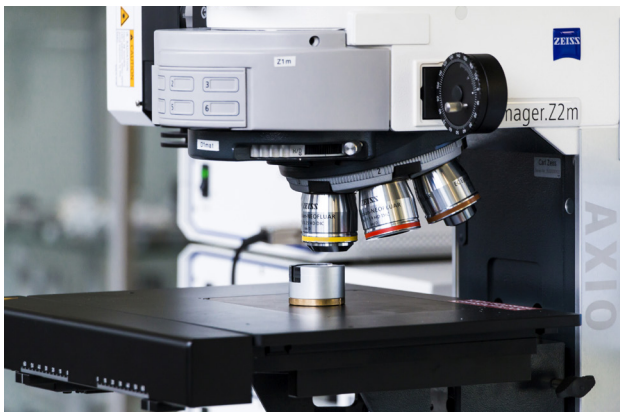


Abbildung 5: Untersuchungen im polarisierten Licht wurden bei einem Öffnungswinkel zwischen Polarisator und Analysator von 2° durchgeführt.

Lichtmikroskopische Gefügeuntersuchungen

Mit der lichtmikroskopischen Untersuchung lassen sich durch optische Beurteilung des Gefüges wichtige Bezüge zu den magnetischen Eigenschaften herstellen. Die Zusammensetzung und die Verteilung der Korngrenzenphasen haben erheblichen Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften eines Sintermagneten. Mittels Hellfeldbeleuchtung können Fremdphasen und Verunreinigungen erkannt und die Verteilung der Korngrenzenphasen beurteilt werden. Polarisationslichtaufnahmen ermöglichen es, neben der Domänenorientierung auch die Korngröße zu beurteilen, was in Hellfeldbeleuchtung nicht immer möglich ist.

In Abbildung 6a) und b) ist das Gefüge eines ausgerichteten Sintermagneten in Hellfeldbeleuchtung abgebildet. Es sind unterschiedliche Korngrenzenphasen zu erkennen, welche teils die hartmagnetischen Körner umschließen, teils auch inhomogen verteilt und vermehrt in Kornwickeln zwischen den polyederförmigen $\text{Fe}_{14}\text{Nd}_2\text{B}$ -Körnern anzutreffen sind. Des Weiteren sind vereinzelt Korngrenzenbereiche zu erkennen, in denen das dort vorhandene Neodym oxidiert ist.

Die korrelative Polarisationslichtaufnahme in Abbildung 6c) und d) lässt zunächst erkennen, dass es sich um einen ausgerichteten Magneten handelt. Anhand der Streifendomänenstruktur und am Auftreten von Abschlussdomänen kann man abschätzen, wie gut der Magnet in Feldrichtung ausgerichtet worden ist. Je stärker die leichte Richtung und damit die Domänenorientierung eines Korns von der Richtung des ausrichtenden Magnetfelds \vec{H} abweicht, desto kleiner ist sein Beitrag zur Remanenz des Magneten bezüglich dieser Richtung.

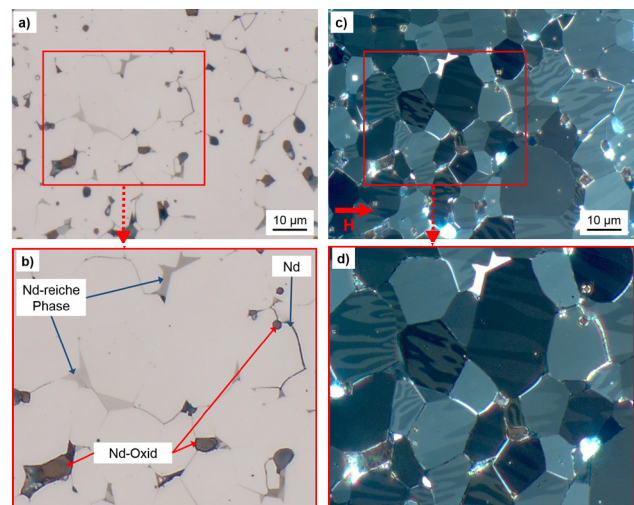


Abbildung 6: a) Hellfeldaufnahme (1000 \times) eines entlang \vec{H} ausgerichteten Magneten mit Detailausschnitt b) Korrelativ dazu die Polarisationslichtaufnahme c) und Detailausschnitt d) in denen die Domänenorientierung der Streifendomänenstruktur erkennbar wird.

Die Gefügebestandteile unterscheiden sich im Reflexionsverhalten des polarisierten Lichts; insbesondere Oxide erscheinen aufgrund einer überlagernden Teiltransparenz und Mehrfachreflexion sehr hell.

Vergleich der Domänenorientierung bei axial und transversal gepressten Magneten

Die Wahl der Pressmethode bestimmt in erheblichem Maß die Güte eines Sintermagneten bezüglich des Ausrichtungsgrads und somit der erreichbaren Remanenz. Da bei der axialen Pressung die mechanische Krafteinwirkung der Ausrichtung der Körner entlang des externen Felds entgegen gerichtet ist, zeigen axial gepresste Magnete einen geringeren Ausrichtungsgrad als transversal gepresste. Ein Vergleich der Domänenorientierung eines axial (Abbildung 7) und eines transversal gepressten (Abbildung 8) Magneten macht deutlich, dass bei axialer Pressung ein Anteil der Körner Abschlussdomänenmuster zeigt und diese daher von der idealen Orientierung abweichen (Pfeilmarkierungen). Diese Beobachtung wird durch die Werte für die Remanenz und das maximale Energieprodukt bestätigt (vgl. Tabelle 1), welche für den axial gepressten Magneten geringer ausfallen.

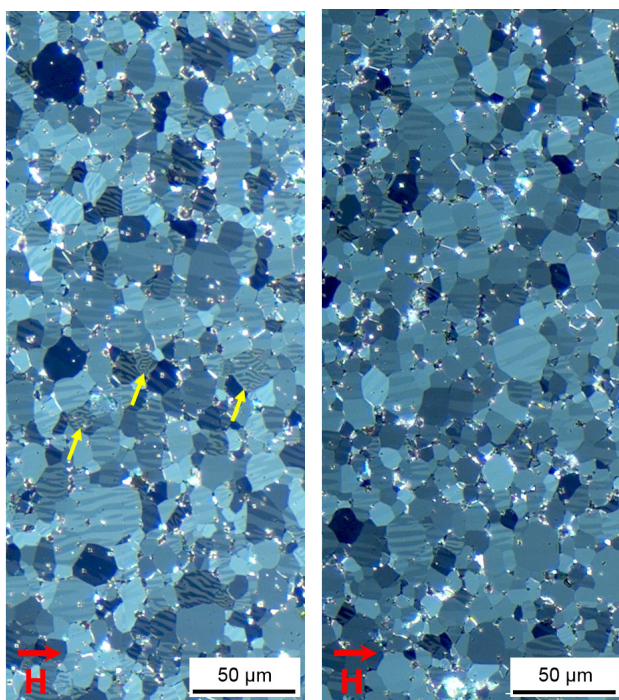


Abbildung 7: Polarisationslichtaufnahme eines axial gepressten Magneten (Ausschnitt aus Mosaik 1000x, 6x6)

Abbildung 8: Polarisationslichtaufnahme eines transversal gepressten Magneten (Ausschnitt aus Mosaik 1000x, 6x6)

Typ	AP	TP
Remanenz B_r [T]	1,31	1,41
Koerzitivfeld H_c [kA/m]	1302	1164
$(BH)_{max}$ [kJ/m ³]	317	381
Dy-Gehalt [%]	2	2

Tabelle 1: Remanenz und maximales Energieprodukt für den axialen (AP) bzw. transversal (TP) gepressten Magneten bei identischer Zusammensetzung

4. Ausblick

Die Untersuchung der Domänenorientierung hartmagnetischer Materialien liefert einen wichtigen Beitrag zur qualitativen Beurteilung der makroskopischen Ausrichtung des Magneten.

Darüber hinaus lassen sich mit dem magneto-optischen Kerr-Effekt die Domänenstrukturen weichmagnetischer

Materialien, wie z.B. Weicheisen in Form von Elektroblech für Elektromotoren, darstellen (Abbildung 9). Die Beobachtung dieser Domänen ermöglicht Rückschlüsse auf das Magnetisierungsverhalten des Werkstoffs und somit auf dessen Leistungsfähigkeit. Im Unterschied zu den vorgestellten Untersuchungen an Hartmagneten wird hierfür nicht der polare Kerr-Effekt, sondern der longitudinale Kerr-Effekt eingesetzt [4]. Dieser setzt einen schrägen Lichteinfall auf die Probenoberfläche voraus, was an dem vorgestellten Mikroskop-System durch gezielte Manipulation der Position der Aperturbliendenöffnung im Strahlengang mittels der Zentrierschrauben realisiert werden kann. Mit dem mit Standardkomponenten ausgerüstetem Polarisationsmikroskop kann somit das ganze Spektrum magnetischer Materialien auf ihre Domänenstrukturen hin untersucht werden. Die modulare Bauweise des Polarisationsmikroskops ermöglicht im Bedarfsfall einen gezielten Austausch einzelner Komponenten (z.B. Spezialentwicklung eines Gitterpolarisators anstatt Folienpolarisator) um spezielle Effekte bei der Domänenuntersuchung detaillierter, bzw. in noch höherer Informationstiefe untersuchen zu können.

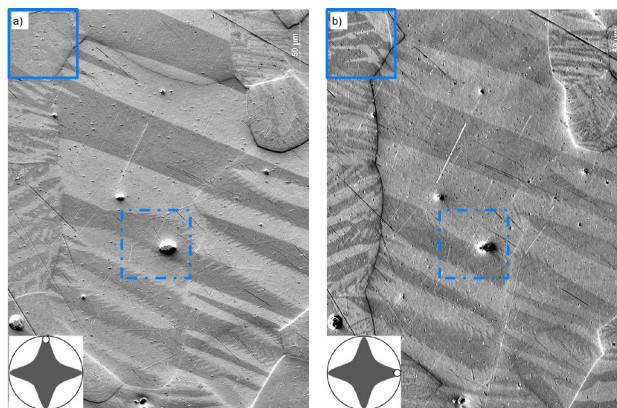


Abbildung 9: Korrelative Darstellung weichmagnetischer Domänenstrukturen von Elektroband bei 200-facher Vergrößerung unter Nutzung des longitudinalen Kerr-Effekts. Abhängig von der Position der Aperturbliendenöffnung im Strahlengang sind unterschiedliche Strukturen sichtbar, siehe blau markierte Bereiche in a) und b). In den Inlays ist jeweils die Lage der Apertur im Auslöschungsbereich (grauer sternförmiger Bereich) bei gekreuztem Polarisator/Analysator schematisch angedeutet.

Referenzen:

- [1] D. Goll, H. Kronmüller, High-performance permanent magnets, *Naturwissenschaften* 87 (2000), 423–438.
- [2] S. Constantinides, 51st Annual Conference of Metallurgists, Niagara Falls (2000).
- [3] D. Goll, S. Schweizer, C. Wegierski, G. Schneider, Towards a better understanding of intergranular phases in Fe-Nd-B sintered magnets, *Phys. Status Solidi RRL* 9-10 (2012), 388–390.
- [4] A. Hubert, R. Schäfer, in *Magnetic Domains: the analysis of magnetic microstructures*, Springer, Berlin, 1998



Carl Zeiss Microscopy GmbH
07745 Jena, Germany
microscopy@zeiss.com
www.zeiss.com/microscopy



Nicht für therapeutische Zwecke, Behandlungen oder medizinische Diagnosen. Nicht alle Produkte sind in jedem Land erhältlich. Nähere Informationen erhalten Sie bei Ihrem ZEISS Vertriebsmitarbeiter.
DE_42_013_210 | CZ 08-2016 | Design, Lieferumfang und technische Weiterentwicklung können jederzeit ohne Ankündigung geändert werden. | © Carl Zeiss Microscopy GmbH