



Vom Curie-Übergang bis zum Schmelzen: NdFeB-Materialien charakterisieren

Dr. Roland Wetzel, Applications Laboratory Selb, und Shenjun Sheng, Applications Laboratory Shanghai

Einleitung

Neodym-Eisen-Bor (NdFeB)-Magnete gehören zu den leistungsstärksten Permanentmagneten und werden häufig in Elektromotoren, Generatoren, Sensoren, Aktuatoren sowie in hochentwickelten Komponenten für die Automobil-, Energie- und Elektronikbranche eingesetzt [1]. Ihre Leistungsfähigkeit ist eng mit ihrer thermischen Stabilität und den bei erhöhten Temperaturen auftretenden Phasenumwandlungen verknüpft. Eine zuverlässige thermische Charakterisierung ist daher für die Materialentwicklung, Qualitätssicherung und Prozessoptimierung unerlässlich.

Ein wesentlicher Vorteil der simultanen thermischen Analyse (STA) besteht darin, dass sie Thermogravimetrie (TG) und dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) in einem einzigen Experiment unter identischen Bedingungen kombiniert. Dadurch lassen sich Massenänderungen

und thermische Effekte unmittelbar miteinander in Beziehung setzen, was insbesondere bei komplexen Materialien wie NdFeB-Magnetpulvern wertvoll ist. In der Praxis können so schmelzbezogene Prozesse, Phasenübergänge, Zersetzungserscheinungen und oxidationsbedingte Effekte zuverlässiger voneinander unterschieden werden. Für industrielle Anwender bedeutet dies eine schnellere und zuverlässigere Materialbewertung, weniger Unsicherheiten bei der Dateninterpretation und eine fundiertere Grundlage für die anwendungsspezifische Qualifizierung.

Experimenteller Teil

Die NdFeB-Probe wurde mit einem Gerät der NETZSCH STA *Jupiter*®-Serie untersucht. Die Messungen wurden basislinienkorrigiert; Temperatur und Wärmefluss wurden kalibriert. Die Messbedingungen sind in Tabelle 1 gelistet.

Tabelle 1 Messparameter der STA-Messung

Probenmasse	~ 15 mg
Tiegel	Pt/Rh, 85 µl mit Al ₂ O ₃ Liner und gelochtem Deckel
Probenträger	TG-DSC c _p , Typ S
Temperaturprogramm	RT bis 1500 °C, 20 K/min
Atmosphäre	Argon, 70 ml/min

Ergebnisse und Diskussion

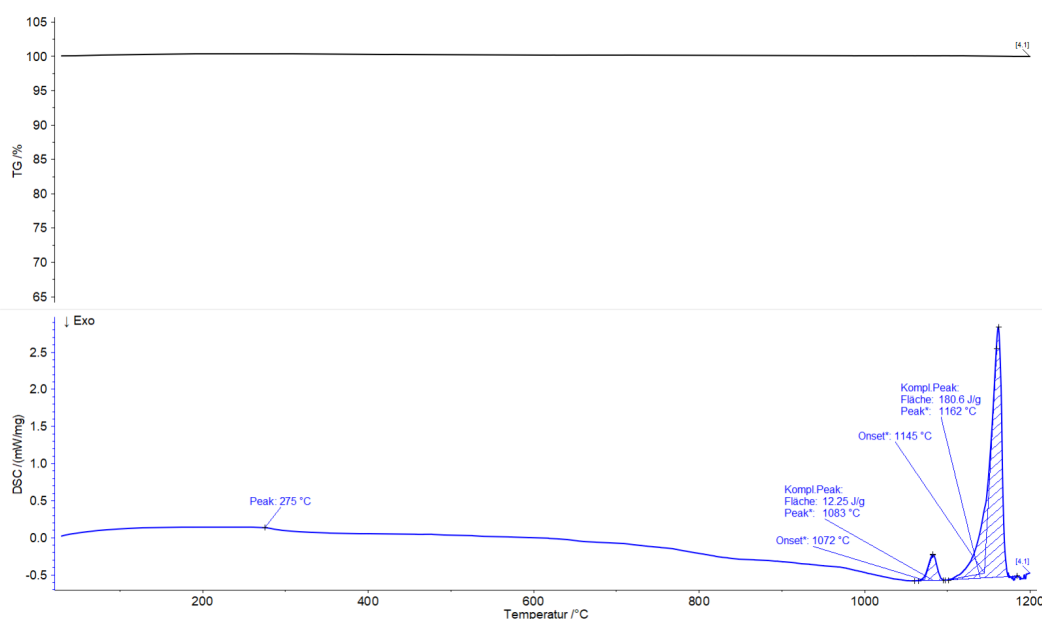
Das Ergebnis der TG-DSC-Messung ist in Abbildung 1 dargestellt. Die Masse der NdFeB-Probe bleibt über den untersuchten Temperaturbereich konstant, was darauf hinweist, dass unter Argon kein relevanter Massenverlust auftritt. Dies ist ein wichtiges Ergebnis, da es zeigt, dass die im DSC-Signal beobachteten thermischen Ereignisse nicht mit einer messbaren Materialzersetzung verbunden sind, sondern vielmehr intrinsische Veränderungen innerhalb der Probe widerspiegeln.

Bei höheren Temperaturen zeigt die DSC-Kurve zwei endotherme Effekte. Der erste tritt als vergleichsweise kleiner Peak mit einer Onset-Temperatur von 1072 °C, einem Peakmaximum bei 1083 °C und einer Reaktionsenthalpie von 12,25 J/g auf. Ein zweiter, größerer Peak beginnt bei 1145 °C und erreicht sein Maximum bei 1162 °C. Die zugehörige Reaktionsenthalpie beträgt 180,6 J/g.

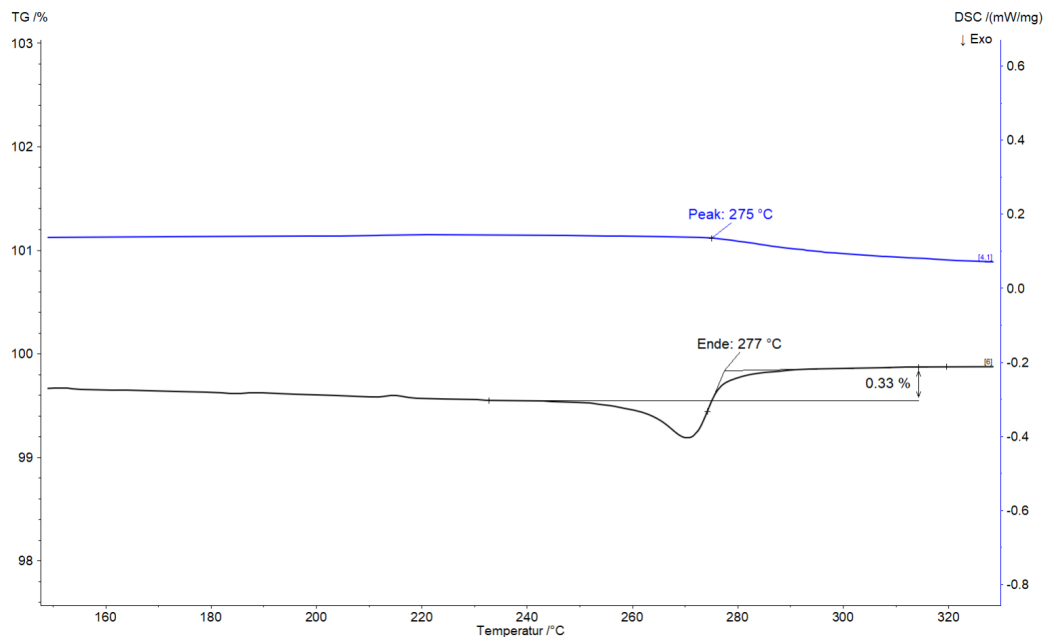
Die STA-Ergebnisse deuten darauf hin, dass der kleinere thermische Effekt höchstwahrscheinlich mit einer frühen Umwandlung eines in geringer Menge vorhandenen

Bestandteils oder einer niedrigschmelzenden Sekundärphase zusammenhängt. Im Gegensatz dazu weist der größere Peak auf eine wesentliche Hochtemperaturumwandlung hin, die möglicherweise mit dem Schmelzen oder partiellen Schmelzen von Phasen im NdFeB-System verbunden ist. Dieses Verhalten steht im Einklang mit der mehrphasigen Mikrostruktur technischer NdFeB-Magnete. Diese enthalten typischerweise die hartmagnetische Nd₂Fe₁₄B-Phase, Nd-reiche intergranuläre Phasen sowie weitere sekundäre Bestandteile, deren Auftreten von der Legierungszusammensetzung und der Verarbeitungshistorie abhängt [2].

Da diese Effekte nicht von einem nachweisbaren Massenverlust begleitet werden, stützen die Daten die Interpretation als phasenbezogene thermische Ereignisse und nicht als Zersetzungsreaktionen. Eine eindeutige Phasenzuordnung ist jedoch allein anhand der STA-Daten nicht möglich. Zur eindeutigen Identifizierung der zugrunde liegenden Umwandlungen werden ergänzende Verfahren empfohlen, beispielsweise Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie, metallografische Untersuchungen nach einer definierten Wärmebehandlung oder ein Abgleich mit legierungsspezifischen Phasendiagrammen.



1 TG-DSC-Ergebnisse der NdFeB-Probe



2 TG-DSC-Ergebnisse der NdFeB-Probe mit zusätzlichem externen Magnetzubehör.

Der schwache endotherme Effekt bei 275 °C kann dem Curie-Übergang zugeordnet werden. Obwohl das Signal schwach ist, lässt sich dieser Effekt mittels DSC auflösen. Zur Verifizierung kann die STA zusätzlich mit einem Zubehör zur Erzeugung eines externen Magnetfelds ausgestattet werden. Der Übergang vom ferromagnetischen zum paramagnetischen Zustand wird dabei als scheinbare Massenänderung detektiert (siehe Abbildung 2)..

Zusammenfassung

Für die thermische Charakterisierung von NdFeB-Magnetpulvern bietet die NETZSCH STA *Jupiter*®-Serie einen klaren analytischen Vorteil: Sie ermöglicht die gleichzeitige Erfassung möglicher Massenänderungen und thermischer Effekte in einer einzigen Messung. Dadurch können Anwender mit hoher Sicherheit zwischen Zersetzungsprozessen und tatsächlichen Phasenumwandlungen unterscheiden. Dies macht das System besonders wertvoll für die Materialentwicklung, den Chargenvergleich, die Qualitätskontrolle, die Schadensanalyse und die Optimierung thermischer Prozessbedingungen.

Zudem lässt sich die Curie-Umwandlung sowohl im DSC-Signal als auch im TG-Signal detektieren, indem externe Magnete eingesetzt werden. Diese sind nicht im standardmäßigen Lieferumfang enthalten, sondern als optionales Zubehör erhältlich.

Die STA *Jupiter*®-Serie unterstützt Kunden dabei, zuverlässige, anwendungsrelevante thermische Daten schneller und mit größerer Interpretationssicherheit zu gewinnen. Damit schafft sie eine Grundlage für fundiertere Materialentscheidungen und eine robustere Prozessauslegung für anspruchsvolle Anwendungen von NdFeB-Magnetpulvern.

Literatur

- [1] Heim, J.W., II; Vander Wal, R.L. NdFeB Permanent Magnet Uses, Projected Growth Rates and Nd Plus Dy Demands across End-Use Sectors through 2050: A Review. *Minerals* 2023, 13, 1274.
- [2] Y. Shinba, T. J. Konno, K. Ishikawa, K. Hiraga, M. Sagawa; Transmission electron microscopy study on Nd-rich phase and grain boundary structure of Nd-Fe-B sintered magnets. *J. Appl. Phys.* 2005; 97 (5): 053504.