

Induksi Anisotropi pada Material Magnet Sinter Nd-Fe-B (E. Handoko)

Akreditasi LIPI Nomor : 536/D/2007

Tanggal 26 Juni 2007

INDUKSI ANISOTROPI PADA MATERIAL MAGNET SINTER Nd-Fe-B

E. Handoko¹ dan A. Manaf²

¹Program Doktor Program Studi Materials Science, FMIPA - UI

Jl. Raya Salemba No. 4, Jakarta

²Departemen Fisika, FMIPA - UI

Kampus UI Depok, Indonesia 16424

ABSTRAK

INDUKSI ANISOTROPI PADA MATERIAL MAGNET SINTER Nd-Fe-B. Dalam makalah ini dibicarakan suatu studi pembangkitan sifat anisotropi magnet permanen Nd-Fe-B melalui aplikasi medan magnet luar pada tahapan preparasi bakalan. Material awal berupa ingot memiliki komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at.%) menjalani tahapan-tahapan proses metalurgi serbuk. Diawali dengan preparasi serbuk menggunakan *Vibration Disk Mill* dalam suasana miskin udara dengan waktu 5 detik, 10 detik, dan 60 detik. Medan magnet luar sebesar 0,1 T sampai dengan 0,5 T diberikan untuk proses penyearahan serbuk magnet pada tahapan pembuatan bakalan dalam arah paralel arah penekanan. Densifikasi sampel magnet dicapai setelah proses *sintering* pada 1080 °C dan *annealing* pada 600 °C selama 1 jam. Hasil pengukuran dengan XRD memastikan magnet memiliki fasa utama $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ baik untuk magnet isotrop maupun anisotrop. Observasi strukturmikro melalui mikroskop optik memastikan hadirnya fasa kedua namun dalam fraksi yang minor. Meskipun pola difraksi dari sampel magnet anisotrop tidak memperlihatkan adanya *preferred orientation* tetapi evaluasi sifat kemagnetan sampel isotrop dan anisotrop dengan VSM menghasilkan nilai yang berbeda. Terdapat peningkatan magnetisasi remanen dan energi produk maksimum pada sampel magnet yang dipreparasi di bawah pengaruh medan magnet luar pada tahapan pepadatan, memastikan sifat anisotropi telah berhasil dibangkitkan. Nilai remanen dan koersivitas tertinggi yang diperoleh dari magnet anisotrop adalah 0,75 T dan $634 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ memberikan energi produk maksimum sebesar $112 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-3}$. Nilai ini masih jauh dari nilai optimalnya sehingga perbaikan dalam proses induksi anisotropi serta penghalusan ukuran butir fasa utama masih diperlukan.

Kata kunci : Material magnet, Sintering, Annealing, Produk energi maksimum

ABSTRACT

INDUCED ANISOTROPY IN SINTERED Nd-Fe-B PERMANENT MAGNETS. A study of anisotropy in Nd-Fe-B permanent magnets induced by an external magnetic field during preparation of green compact is discussed. Initial material in form of ingot of $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ (at.%) composition was processed by a powder metallurgical technique. Powder materials were prepared by a vibration disk mill under an air deficiency atmosphere for 5, 10 and 60 minutes. The external magnetic field of 0.1-0.5 T was applied to align the powders in a cylindrical die with direction parallel to the uniaxial pressure. This was followed by a densification that obtained after sintering at temperature of 1080 °C and annealing at 600 °C for 1 hrs. Results of XRD measurement confirmed that the magnet samples to have a main phase of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ in both isotropy and anisotropy magnets. Microstructure observation to the magnet samples by an optical microscope confirmed the existence for the second phase though minor in volume fraction. Furthermore, there was no preferred orientation as indicated in the diffraction pattern for anisotropy magnet samples. However, it was found that evaluation to the magnetic properties for both isotropy and anisotropy magnets by VSM resulted in different values. The enhancement in remanent magnetization and maximum energy product in samples prepared under the application of magnetic field during densification process is a confirmation that the anisotropy has been induced. The highest remanent and coercivity obtained from anisotropy magnet samples were respectively 0.75 T and $634 \text{ kA}\cdot\text{m}^{-1}$ and these has resulted in $112 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-3}$ for a maximum energy product. The latter value is far from expected one and thus further improvement in processing steps and grain refinement for the main phase are still required.

Key words : Magnetic materials, anisotropy, sintering, annealing, maximum energy product

PENDAHULUAN

Dewasa ini bahan magnetik logam tanah jarang *RE-TM-B* (*RE = Rare Earth; TM = Transition Metals*) dalam pengembangannya telah menambah dimensi baru dalam ilmu pengetahuan dan teknologi magnet permanen. Bahan magnetik logam tanah jarang disamping memiliki energi (*BH*)*max* yang tinggi bila dibandingkan dengan kelas-kelas magnet sebelumnya (seperti Ferit, Alnico dan Sm-Co, juga komponen-komponen bahan magnetik ini mudah didapat serta murah.

Magnet permanen berbasis Nd-Fe-B dengan fasa magnetik Nd₂Fe₁₄B memiliki magnetisasi total tertinggi (1,6T) dan juga medan anisotropi H_A relatif besar (6800 kA/m) serta suhu *Curie* yang tidak terlalu rendah (~300°C) [1]. Potensi ini memberi banyak peluang untuk pengembangan lebih lanjut agar sifat-sifat intrinsik dari bahan magnet berbasis Nd-Fe-B dapat dicapai secara optimal.

Salah satu proses fabrikasi magnet permanen *RE-TM-B* yang telah digunakan pada skala industri adalah proses konvensional metalurgi serbuk (*Powder Metallurgy*) [2] yang merupakan salah satu teknik untuk mengembangkan dan meningkatkan sifat-sifat bahan magnet permanen berbasis Nd-Fe-B. Hasil akhir dari proses fabrikasi teknik ini adalah suatu magnet permanen *sinter* (*sintered permanent magnets*). Komposisi material magnet untuk produksi magnet *sinter* yang umum digunakan adalah Nd₁₅Fe₇₇B₈, suatu komposisi sistem Nd-Fe-B kaya dengan Nd. Berdasarkan hasil observasi mikrostruktur terhadap magnet *sinter* Nd-Fe-B pada prinsipnya komposisi tersebut menghasilkan tiga fasa berbeda[3]. Ketiga fasa tersebut antara lain :

1. Fasa Φ, yaitu fasa utama magnet permanen dengan rumus struktur Nd₂Fe₁₄B yang memiliki magnetisasi total dan medan anisotropi yang sangat tinggi.
2. Fasa yang kaya Nd (Nd-rich), merupakan fasa cair (*liquid*) pada suhu di atas 655 °C, berperan sebagai *decoupling agent* terhadap butir-butir fasa utama demikian sehingga menghambat interaksi pertukaran antar butir fasa Φ.
3. Fasa η, merupakan fasa kaya B dengan rumus struktur Fe₄Nd₁₁B₄.

Fasa lain yang mungkin muncul adalah fasa oksida Nd₂O₃ sebagai konsekuensi reaktifnya sistem Nd-Fe-B. Ketiga fasa seperti tersebut di atas menjadikan komposisi Nd₁₅Fe₇₇B₈ sebagai komposisi yang ideal untuk mendapatkan magnet permanen *sinter* dengan sifat kemagnetan yang tinggi. Usaha lain yang pernah dilakukan untuk memperbaiki sifat material antara lain adalah substitusi parsial Nd oleh Dy meningkatkan koersifitas magnet karena meningkatnya medan anisotropi fasa utama [1]. Substitusi parsial Fe oleh Co meningkatkan suhu *Curie* [4-5].

Usaha lain dalam penelitian masih terus dilakukan untuk memperbaiki sifat kemagnetan

sistem Nd-Fe-B. Pada makalah ini disampaikan hasil penelitian dari pengaruh medan magnet luar untuk menginduksi sifat anisotropi magnet dalam tahapan preparasi padatan muda (*green compact*). Beberapa hasil pengukuran terhadap sifat kemagnetan magnet *sinter* Nd-Fe-B juga dibicarakan.

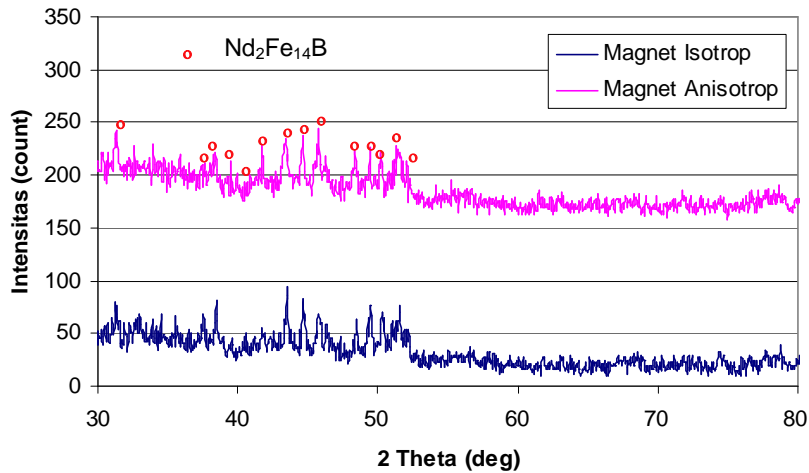
METODE PERCOBAAN

Paduan (*alloy*) Nd₁₅Fe₇₇B₈ berupa ingot yang diproduksi oleh Johnson Matthey Rare-Earth Products, Material Technology Division, Johnson Matthey PLC, digerus kasar dengan menggunakan mortal penumbuk sampai ukuran ~ 5 mm hingga 10 mm. Untuk mendapatkan materials berupa serbuk halus diperoleh melalui pengerusan lanjut dengan menggunakan *Disc Mill Kawasaki* dalam suasana miskin udara melalui bantuan pompa vakum rotari. Waktu total pengerusan bervariasi antara 5 detik, 10 detik dan 60 detik.

Preparasi padatan muda (*green compact*) dilaksanakan dengan menggunakan cetakan berbentuk silinder dengan diameter dalam ~ 10 mm dimana kemudian serbuk dimasukkan kedalam cetakan. Penekanan serbuk dilakukan dalam satu arah (*uniaxial stress*) melalui penekan hidrolik manual (*hand hydraulic merk Leybold*) dengan beban 2,5 ton atau tekanan 31,8 MPa. Selama proses penekanan, serbuk dimagnetisasi kearah sejajar oleh medan magnet luar 0,1 T dan 0,5 T untuk induksi anisotropi. Penekanan tanpa medan magnet luar untuk membuat magnet isotrop juga dilakukan dengan prosedur yang sama.

Bakalan (*green compact*) dimasukkan ke dalam pipa *quartz* dan divakum sampai tekanan ~10⁻⁵ Torr untuk menghindari proses oksidasi pada bakalan ketika proses *sinter* dilakukan. Padatan yang telah dalam suasana vakum selanjutnya mengalami proses *sinter* dalam *furnace* agar lebih keras, padat, kuat, dan densitas yang tinggi. Suhu *sinter* adalah 1080 °C selama 1 jam dimana pada suhu ini memungkinkan terbentuknya fasa-fasa yang diinginkan. Pendinginan setelah proses *sinter* dilakukan dengan pendinginan cepat dalam air (*water quench*) untuk mempertahankan fasa-fasa yang terbentuk. Selanjutnya dianil dalam *furnace* dengan suhu 600 °C selama 1 jam.

Observasi struktur dalam magnet *sinter* dilaksanakan dengan menggunakan mikroskop optik. Sedangkan studi identifikasi fasa-fasa yang terbentuk dilakukan dengan difraksi sinar-x. Sifat-sifat kemagnetan sampel dievaluasi dengan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* di Departemen Materials Science, National University of Singapore. *VSM* yang dilengkapi dengan medan luar 9 T dan hasil pengukuran berupa *loop* histerisis. Pengukuran untuk sampel magnet anisotrop dilakukan dengan arah sejajar (//) dan tegak lurus (⊥) arah penekanan (*pressing*).



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X dari sampel magnet isotrop dan anisotrop.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi sinar-x pada sampel magnet *sinter* Nd-Fe-B isotrop (tanpa aplikasi medan magnet induksi) dan sampel magnet anisotrop (dengan aplikasi medan magnet induksi) diperlihatkan pada Gambar 1. Data yang diperoleh berupa intensitas relatif puncak-puncak difraksi dan jarak antar bidang kristal (d_{hkl}) dari masing-masing pola difraksi sampel memastikan semua puncak difraksi adalah milik fasa utama $Nd_2Fe_{14}B$. Gambar 2 adalah foto mikro dari sampel magnet *sinter* isotrop dan anisotrop. Tampak jelas fasa utama sebagai fasa dominan pada foto mikro disamping fasa lain yang terdapat pada daerah pertemuan beberapa butir fasa utama. Kehadiran fasa kedua dalam sampel terlihat dalam fraksi yang minor dan diduga sebagai fasa kaya Nd dan kaya B sebagaimana hasil observasi terdahulu [3].

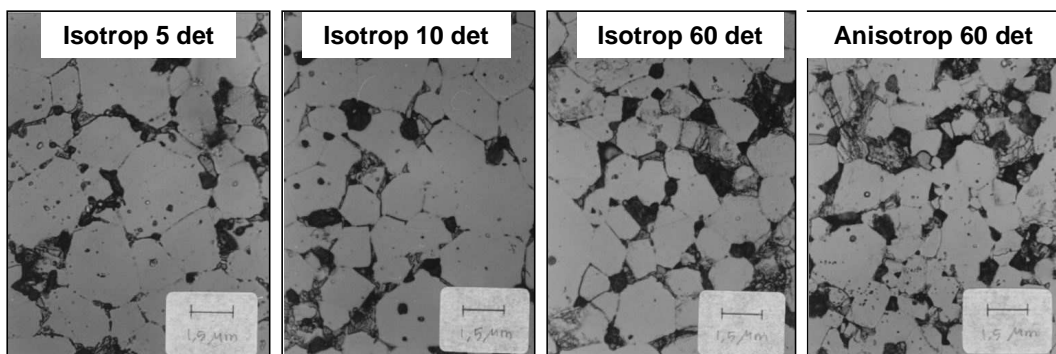
Meskipun demikian, pada hasil evaluasi puncak-puncak difraksi dari masing-masing pola difraksi tidak terdapat indikasi adanya fasa lain seperti fasa kaya Nd dan kaya B maupun fasa oksida Nd_2O_3 sebagaimana dua fasa kedua pertama ini tampak pada fotomikro. Hal ini bisa dikarenakan kehadirannya pada sampel dalam fraksi yang minor dan diluar kemampuan XRD mengidentifikasinya. Bila dibandingkan pola difraksi sinar-x untuk magnet isotrop dan magnet anisotrop tidak terdapat perbedaan yang berarti dalam puncak-puncak

untuk arah bidang-bidang kristal tertentu. Dengan perkataan lain, pengaruh medan magnet untuk menginduksi sifat anisotropi kristal tidak terlihat dengan jelas.

Penggunaan medan magnet luar ketika proses pembentukan bakalan diharapkan mampu membawa sumbu mudah (*easy axis*) dari kristal fasa utama mengarah kepada arah medan magnet yang diaplikasikan pada sampel sehingga sampel tersusun oleh serbuk dengan distribusi kristal dengan sumbu mudah pada suatu orientasi tertentu. Bila hal ini persis terjadi, maka pola difraksi sampel yang dipersiapkan di bawah pengaruh medan magnet luar memiliki suatu arah yang disenangi (*preferred orientation*).

Hasil pengukuran ukuran butir rata-rata fasa utama sebagaimana terlihat pada foto mikro dengan metode *intercept* untuk masing-masing sampel diperoleh nilai $1,55 \mu m$ untuk sampel yang dipersiapkan dengan waktu penghalusan 5 detik dan $1,14 \mu m$ untuk waktu penghalusan 60 detik. Struktur mikro sampel magnet isotrop dan anisotrop terlihat tidak terjadi perbedaan.

Ukuran butir rata-rata fasa utama kedua sampel berkisar $1,1 \mu m$. Ukuran butir rata-rata fasa utama dari kedua sampel ini masih jauh dari ukuran butir yang diharapkan yaitu ukuran partikel berdomain tunggal sekitar $0,3 \mu m$ untuk magnet *sinter* Nd-Fe-B [6].



Gambar 2. Foto mikro sampel magnet isotrop dan anisotrop dengan waktu *milling* 5 detik, 10 detik dan 60 detik.

Tabel 1. Sifat kemagnetan magnet permanen Nd15Fe77B8 hasil evaluasi dengan VSM.

Kode sampel	Waktu penggerusan	Br (T)	iHc (kA/m)	(BH) _{max} (kJ/m ³)	Keterangan
H-1	5 det	0,56	380	39,20	Isotrop
H-2	60 det	0,62	834	71,46	Isotrop
H-5	60 det	0,34	523	24,40	Anisotrop 0,1 T (//)
H-6	60 det	0,75	633,5	112,0	Anisotrop 0,5 T (//)
H-7	60 det	0,58	689,5	65,69	Anisotrop 0,5 T (⊥)

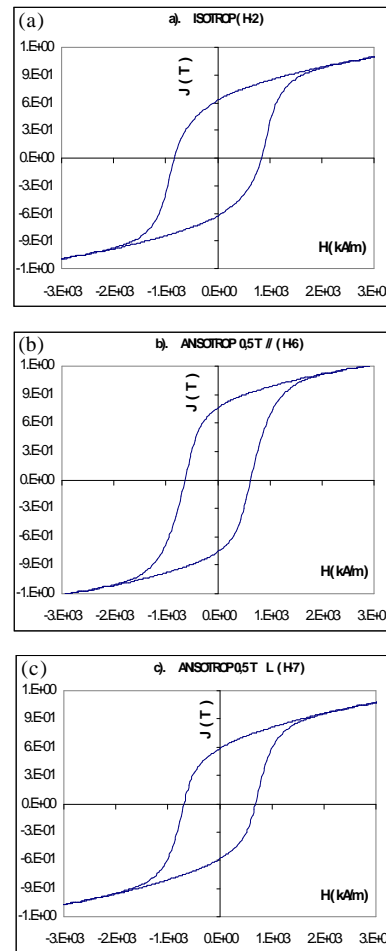
Perpanjangan waktu penghalusan dalam preparasi material untuk sampel magnet diperkirakan dapat mencapai ukuran rata rata butir berdomain tunggal dan memperbaiki kemudahan dalam proses penyearahan untuk menimbulkan sifat anisotropi magnet. Namun demikian, bila diperhatikan hasil evaluasi *loop* histeresis sampel magnet sebagaimana disajikan pada Gambar 3 dan sifat kemagnetan turunannya sebagaimana disajikan pada Tabel 1 tampak jelas terdapat perbedaan yang cukup tegas dalam remanen, koersifitas dan produk energi maksimum antara sampel isotrop dan anisotrop. Magnetisasi remanen sampel H-2 naik dari 0,62 T (isotrop) menjadi 0,75 T pada sampel H-6 (anisotrop). Dengan demikian terjadi peningkatan nilai energi produk maksimum dari 76 kJ.m⁻³ (sampel H2) menjadi 112 kJ.m⁻³ (sampel H-6).

Indikator lain adalah peningkatan magnetisasi remanen disertai dengan berkurangnya nilai koersifitas karena adanya perbaikan *squareness* pada kuadran kedua *loop* histeresis. Hasil ini menunjukkan bahwa meskipun tidak optimal, penggunaan medan magnet pada proses preparasi bakalan telah membangkitkan anisotropi magnet.

Pada Gambar 3 juga diperlihatkan *loop* histeresis dari sampel magnet anisotrop (H-7) dengan arah medan magnet luar pada proses pengukuran tegak lurus dengan sumbu mudah (⊥).

Sebagai evaluasi lengkap hasil pengujian sifat kemagnetan dan mikrostruktur dapat diketahui bahwa sampel magnet anisotrop H-6 (//) nilai remanen mendekati nilai maksimal remanen Nd-Fe-B yakni 0,8 T [7,8] dan sampel magnet anisotrop H-7 (⊥) nilai remanen jauh lebih rendah daripada sampel H-6 sebagai konsekuensi telah terinduksinya sifat anisotropi magnet. Terdapatnya peningkatan nilai koersivitas (iHc) yang cukup besar yaitu 380 kA/m menjadi 834 kA/m untuk sampel H-1 dan H-2 lebih dikarenakan faktor mikrostruktur yaitu ukuran butir fasa utama magnet semakin kecil. Produk energi maksimum (BH)_{max} mengikuti nilai remanen B_r dan koersivitas iH_c untuk masing-masing sampel. (BH)_{max} terbesar diperoleh pada sampel H-6 yaitu magnet anisotrop dengan arah magnetisasi sejajar arah sumbu mudah.

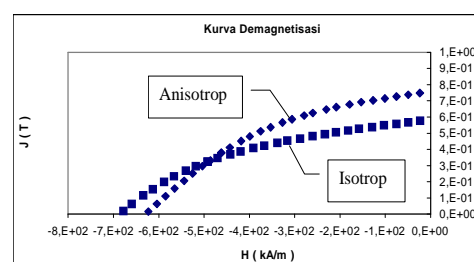
Kenaikan produk energi maksimum (BH)_{max} disebabkan pengaruh koersivitas yang berhubungan dengan ukuran butir fasa utama magnet dan remanen akibat domain magnet



Gambar 3. Loop histeresis sampel magnet Nd15Fe77B8. *milling* 60 detik (a) Magnet Isotrop dan magnet anisotrop medan luar 0,5 T (b) arah (//), (c) arah (⊥)

terorientasikan pada sumbu mudahnya sehingga terjadi peningkatan nilai.

Diskusi di atas menegaskan bahwa aplikasi medan magnet sebesar 0,5 T pada proses preparasi bakalan sampel berhasil membuat magnet anisotrop dimana sebagian dari arah bidang kristal fasa utama telah terorientasi pada arah sumbu mudah. Secara teoritik, bila sifat anisotrop ini dapat diinduksikan secara sempurna yaitu semua sumbu c kristal fasa utama mengarah sejajar dengan arah medan magnet maka sifat kemagnetan terutama remanen akan sama dengan polarisasi total Js dimana untuk fasa Nd₂Fe₁₄B adalah sebesar 1,6 T dengan produk energi maksimum sebesar 512 kJ/m³ [8]. Kemajuan



Gambar 4. Kurva demagnetisasi untuk arah sejajar (//) dan (⊥) arah penekanan.

penelitian akhir-akhir ini terhadap magnet permanen sinter anisotrop NdFeB telah berhasil mendekati nilai teoritik tersebut sekitar 400 kJ/m^3 yaitu 78 % dari nilai maksimalnya. Menurut beberapa penelitian [4], orientasi arah bidang kristal yang disukai untuk fasa magnetik $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ adalah arah [001] yang sesuai dengan arah sumbu mudah c kristal fasa magnetik tersebut. Adanya orientasi arah sumbu mudah c kristal $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ maka sifat kemagnetan magnet anisotrop akan memiliki keunggulan pada arah tertentu. Sifat-sifat kemagnetan yang terukur pada arah yang sejajar dengan arah penekanan (*pressing*), misalnya remanen, akan jauh lebih tinggi dibandingkan dengan arah pengukuran yang tegak lurus dengan arah penekanan. Remanen yang terukur dalam penelitian ini menunjukkan hal yang demikian dimana B_r (\parallel) lebih besar dibandingkan B_r (\perp) sebagaimana ditunjukkan pada Gambar. 4.

Besar remanen yang diukur tegak lurus arah penekanan B_r (\perp) dengan kode sampel H-7 diperoleh 0,58 T lebih rendah dari B_r (\parallel). Rendahnya B_r (\perp) bahkan lebih rendah dari nilai remanen magnet isotrop juga membuktikan bahwa sebagian arah bidang kristal $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ terorientasi pada arah sumbu mudah. Sehingga pada pengukuran dengan arah tegak lurus arah sumbu mudah, dibutuhkan kerja untuk melawan gaya anisotrop untuk memutar vektor magnetisasi dari arah sumbu mudahnya. Disamping waktu penggerusan yang berpengaruh terhadap sifat-sifat kemagnetan, dalam penelitian ini besar tekanan (*pressing*) untuk pembuatan bakalan sangat berpengaruh juga terutama pada nilai remanen, besar tekanan yang kecil yaitu 31,8 MPa dan jauh dari besar tekanan yang seharusnya 200 MPa [9] menyebabkan densitas bakalan yang diperoleh setelah perlakuan panas lebih kecil dari nilai maksimal [10] serta memungkinkan terbentuknya pori-pori diantara batas butir [11].

Nilai produksi energi maksimum $(BH)_{\max}$ hasil perhitungan dari *loop* histerisis sangat tergantung dari nilai remanen yang diperoleh sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 3. Pada magnet anisotrop dengan kode sampel H-6, produk energi maksimum $(BH)_{\max}$ lebih besar dari sampel-sampel lainnya. Produk energi maksimum yang besarnya 112 kJ/m^3 merupakan hasil maksimal yang diperoleh dalam penelitian ini. Meskipun nilai tersebut jauh lebih kecil dari nilai teoritis yang diperoleh hasil perhitungan yakni 512 kJ/m^3 dengan J_s fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 1,6 T. Rendahnya $(BH)_{\max}$ sekitar 20% dari nilai maksimal dalam penelitian ini perlu ada perbaikan-perbaikan dalam proses pembuatan sampel dan meminimalkan faktor-faktor penyebab rendahnya sifat kemagnetan yang diperoleh dalam penelitian ini sebagaimana telah dijelaskan pada pembahasan sebelumnya. Pada magnet isotrop dengan kode sampel H-2, $(BH)_{\max}$ yang diperoleh sebesar $71,46 \text{ kJ/m}^3$ atau sekitar 62,7% dari harga maksimal yakni 114 kJ/m^3 [7,8].

Besar penekanan (*pressing*) dalam pembuatan sampel magnet anisotrop yang relatif rendah (31,8 MPa)

dan ukuran serbuk yang diperoleh hasil dari penggerusan selama 60 detik menjadi faktor kurangnya kepadatan serbuk-serbuk yang telah dimagnetisasi sehingga penyearahan yang dilakukan kurang sempurna. Meskipun pola difraksi sinar-x tidak menunjukkan tanda-tanda orientasi arah bidang kristal yang disukai, tetapi bila dilihat dari hasil pengukuran sifat-sifat kemagnetannya menunjukkan adanya orientasi arah bidang kristal yang disukai atau ada sebagian serbuk pada saat penyearahan telah mengalami perubahan pada arah sejajar dengan arah penekanan

KESIMPULAN

Dari hasil pengukuran serta analisis dan diskusi di atas dapat ditarik beberapa kesimpulan: material magnet komposisi $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ untuk sintesis magnet permanen isotrop dan anisotrop Nd-Fe-B menunjukkan material multifasa dengan fasa $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ sebagai fasa mayor dan fasa-fasa yang kaya akan Nd, kaya akan B, dan oksida sebagai fasa minor. Nilai remanen dan koersivitas tertinggi yang diperoleh dari magnet isotrop berturut-turut adalah sebesar 0,62 T dan 834 kA/m. Sifat anisotropi berhasil dicapai dalam pembuatan magnet anisotrop dimana remanen 0,75 T diperoleh pada arah sejajar dan 0,58 T pada arah tegak lurus penekanan. Nilai tersebut masih 47 % dari nilai remanen teoritis (1,6 T). Produk energi maksimum magnet isotrop yang berhasil diperoleh adalah 62,7 % dari nilai maksimalnya (114 kJ/m^3) dan magnet anisotrop 21,8% dari nilai maksimalnya (512 kJ/m^3).

DAFTARACUAN

- [1]. J.D. LIVINGSTONE, in Proc. Eight. Int. Workshop on Rare Earth Magnets and Their Application, Ed. K.J. STRNAT, Dayton, Ohio, USA, 423, (1985)
- [2]. M. SAQAWA, S.FUJIMURA, N.TAQAWA, H.YAMAMOTO and Y.MATSUURA, *J.Appl.Phys.*, **55** (1984) 2083-2087
- [3]. SCHNEIDER, GERHARD, THEO HENIG-EARNST, GRIEB, BERND, KNOCH, Phase Equilibria in Nd-Fe-B and Related Systems and Microstructure of Sintered Nd-Fe-B Magnets, Concerted European Action on Magnets (CEAM), *Elsevier Science Publishers Ltd*, England, (1989) 344-346
- [4]. H.A.DAVIES and K.H.J.MAWELLA, R. ABUCKLEY, G.E.CARR, A.MANAF and A.JHA, in *Concerted European Action on Magnetism*, Ed. I.V.MITCHELL, Elsevier Applied Science, London (1989) 543-557
- [5]. C.ABACHE and H. OESTERREICHER, *J. Appl. Phys.*, **60** (1986) 1114
- [6]. K.H.J.BUSCHOW, *Mat. Sci. Reports*, **1** (1986) 1-64
- [7]. J.J. CROAT, J.F. HERBST, R.W.LEE and F.E.PINKERTON, *Appl.Phys.Lett.*, **44** (1984) 148
- [8]. J.J. CROAT, J.F. HERBST, R.W.LEE and F.E.PINKERTON, *J. Appl. Phys.*, **55** (1984) 2078