Татьяна Андреевна Колтыгина¹, Дарья Александровна Милькова¹, Андрей Игоревич Базлов¹

¹ «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, Россия

ВЛИЯНИЕ СОСТАВОВ И РЕЖИМОВ ТЕРМОМАГНИТНОЙ ОБРАБОТКИ НА МАГНИТОМЯГКИЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ СПЛАВОВ Fe – Co – B—Si

Основные тенденции в разработке новых магнитомягких сплавов ведутся в направлении увеличения индукции насыщения (Ms) до уровня электротехнических сталей (2 Tл) и одновременного снижения коэрцитивной силы (Hc) (менее 7,7 А/м). Целью работы являлось исследование влияния состава и различных режимов термообработки на структуру и свойства сплавов Fe – Co – B – Si. Было проанализировано влияние соотношения Fe:Co на Ms сплавов с различным содержанием бора, а также влияние содержание бора на улучшение стеклообразующей способности и магнитных свойств. Также изучено влияние отжига в магнитном поле на коэрцитивную силу частично кристаллических и аморфных сплавов с различным содержанием бора.

Ключевые слова: магнитомягкие сплавы, аморфные сплавы на основе Fe, термомагнитная обработка, коэрцитивная сила, индукция насыщения, Fe-Co-B-Si.

Tatiana A. Koltygina, Daria A. Milkova, Andrey I. Bazlov

National Research Technological University "MISIS", Moscow, Russia

INFLUENCE OF COMPOSITIONS AND MODES OF THERMOMAGNETIC TREATMENT ON THE SOFT MAGNETIC PROPERTIES OF Fe – Co – B—Si AMORPHOUS ALLOYS

The main trends in the development of new soft magnetic alloys are in the direction of increasing saturation induction (Ms) to the level of electrical steels (2 T) and simultaneously reducing the coercive force (Hc) (less than 7.7 A/m). The aim of the work was to study the effect of the composition and various heat treatment modes on the structure and properties of Fe - Co - B - Si alloys. The effect of the Fe to Co ratio on the Ms of alloys with different boron content, as well as the effect of boron content on the improvement of glass-forming ability and magnetic properties was analyzed. The effect of annealing in a magnetic field on the coercive force of partially crystalline and amorphous alloys with different boron content has also been studied.

Key words: soft magnetic alloys, Fe-based amorphous alloys, thermomagnetic treatment, coercive force, saturation induction, Fe-Co-B-Si.

[©] Колтыгина Т.А., Милькова Д.А., Базлов А.И.

Аморфные ферромагнитные сплавы широко используются В промышленности в качестве материалов для изготовления сердечников энергоэффективных трансформаторов, катушек индуктивности, датчиков, магнитных экранов [1], поскольку благодаря сочетанию высокой магнитной проницаемости низких магнитных потерь превосходят И свои кристаллические аналоги. К недостаткам аморфных сплавов относятся более низкая индукция насыщения, а также термическая нестабильность структуры при повышенных температурах.

Система Fe-Co давно известна кристаллическими сплавами с высокими показателями Ms. В то же время стеклообразующая способность аморфных сплавов связывается с повышенным содержанием таких металлоидов, как Si и В [2]. Эти два фактора определяют принципы варьирования составов сплавов в поисках гармоничной комбинации высоких значений индукции и аморфности структуры.

В числе способов снижения Нс аморфных материалов применяется метод термомагнитной обработки [3, 4]. Отжиг в продольном магнитном поле способен изменить форму петли гистерезиса, а также замедлить рост коэрцитивной силы и кристаллизацию сплава в ходе отжига. Магнитный отжиг изменяет доменную структуру и одновременно способствует релаксации структуры, делая ее локально однородной по отношению к направлению приложенного магнитного поля [5], поэтому данный вид ТО был выбран для изучаемых сплавов.

Было изучено шесть серий сплавов системы Fe – Co – B – Si, различающихся между собой содержанием В по формуле (FeCo)_{99-x}B_xSi₁, где x = 13, 14, 15, 16, 17, 19. Каждая серия состоит из трех сплавов, которые отличаются друг от друга пропорциями Fe:Co как 4:1, 7:3, 3:2. Всего изучалось 18 сплавов.

Плавку проводили в вакуумно-дуговой печи "Arcast Arc200", в атмосфере Ar. В качестве сырья использовали Fe 008ЖР (99,9%), Co (99,9%), В (99,9%) и Si (99,9%). Из полученного слитка была изготовлена лента методом спиннингования в печи "Vacuum Melt Spinner Model DX-II".

Контроль аморфной структуры сплавов проводили на дифрактометре «Bruker D8 ADVANCE» в монохроматическом Си Кα-излучении, в интервале углов 20 20-90°.

Для определения характеристических температур, для каждого сплава был проведен ДСК анализ на калориметре «Setaram Labsys DSC 1600» при постоянной скорости нагрева 40 К/мин. Тест проводили в атмосфере Ar, использовали корундовые тигли и термопару платина - платина-родий.

Образцы наматывались на алюминиевые кольца, которые надевались на медный стержень, находящийся в муфельной печи. На стержень подавался ток 80 A, в результате чего возникало циркулярное магнитное поле. Температурный контроль осуществлялся с помощью двух термопар.

Изучались зависимости структуры от составов изучаемых сплавов в литом состоянии. Все сплавы, в зависимости от содержания металлов и стеклообразующих элементов, можно условно разделить на три группы: а-

аморфные, б- аморфные и ЧК и в- просто частично кристаллические (далее ЧК). Аморфное состояние не удалось получить у сплавов с содержанием металлов выше 84 ат.% (рис.1в).



Рис. 1. Дифрактограммы полученных сплавов с разным суммарным содержанием металлов в литом состоянии, на примере сплавов с соотношением Fe:Co=3:2 : a - 83 am.%, $\delta - 84$ am.%, s - 85 am.%

На рис. 2 приведены результаты РФА ЧК сплавов и указаны значения их магнитных свойств в литом состоянии.



Рис. 2. Дифрактограммы частично кристаллических сплавов в литом состоянии

У всех сплавов присутствует пик α(CoFe) фазы, интенсивность которого позволяет оценить степень кристаллизации выбранного сплава. Видно, что Ms находится в пределах 1,8–2,0 Тл и тем больше, чем выше доля металлов в сплаве. Значения Hc ЧК сплавов находятся в среднем на уровне 25 А/м и выше у сплавов с меньшим содержанием стеклообразователей.

Целью термомагнитной обработки было определить время, за которое при температуре (Tx-80) начнется кристаллизация сплавов и сопутствующее возрастание Hc. Для сравнения аморфных сплавов с ЧК, в тех же условиях (с полем и без) был отожжен аморфный сплав ($Fe_{0,8}Co_{0,2}$)₈₄B₁₅Si₁ и ЧК ($Fe_{0,8}Co_{0,2}$)₈₆B₁₃Si₁. Изменение их коэрцитивной силы приведено на рис.3а. Видно, что Hc ($Fe_{0,8}Co_{0,2}$)₈₄B₁₅Si₁ начинает возрастать после 7 мин при отжиге без магнитного поля и только после 36 мин при отжиге в поле, причем ее минимальное значение одинаково для обоих режимов и составляет около 6 A/м.

В то же время, независимо от присутствия поля ЧК сплав $(Fe_{0,8}Co_{0,2})_{86}B_{13}Si_1$ не закристаллизовался даже за 5 ч выдержки. Магнитное поле почти не улучшило его минимальное значение Hc, но, по-видимому,

дополнительно стабилизировало аморфную фазу, потому что на рис. За, хоть и в пределах погрешности, но уже после 36 мин отжига без поля наметился тренд возрастания Нс, чего не заметно для образца, отожженного в поле. Это повторяет характер результатов аморфного сплава.

Влияние доли кристаллической фазы на поведение сплавов в ходе отжига было проверено на (Fe_{0,6}Co_{0,4})₈₄B₁₅Si₁ (рис.3б). У наиболее кристаллического варианта этого сплава (рис.1б), толщиной 15,6 мкм, рост Нс начался достаточно резко после 180 мин отжига в поле. Его аморфное состояние показало плавное возрастание Нс, начиная с 95 мин. Сплав толщиной 13,8 мкм, с промежуточной долей кристаллической фазы, начал кристаллизоваться после часа отжига.



Рис. 3. Коэрцитивная сила ЧК сплавов после термомагнитной обработки: *a* – Сравнение с отжигов с полем и без поля аморфного (Fe_{0,8}Co_{0,2})₈₄B₁₅Si₁ и ЧК (Fe_{0,8}Co_{0,2})₈₆B₁₃Si₁, *б* – Результаты отжига сплава (Fe_{0,6}Co_{0,4})₈₄B₁₅Si₁ с разной долей кристаллической фазы в магнитном поле

Выводы

1. Установлено, что сплавы содержащие 84 ат%. металлов и менее удается получить в полностью аморфном состоянии, а более 84 ат% металлов – в ЧК. Установлено, что исследуемые сплавы обладают в литом состоянии высокой Ms более 1,8 Тл и Hc менее 25 А/м.

2. Сконструирована и собрана лабораторная установка для термической обработки в магнитном поле. Максимальная величина магнитного поля составляет 1600 А/м.

3. Установлено, что термомагнитная обработка при температуре Tx-80 снижает Hc полностью аморфного сплава ($Fe_{0,8}Co_{0,2}$)₈₄B₁₅Si₁, по сравнению с термической обработкой без приложенного магнитного поля.

4. ЧК сплав ($Fe_{0,8}Co_{0,2}$)₈₆ $B_{13}Si_1$ демонстрирует высокую термическую стабильность, не проявляя признаков кристаллизационных процессов в течение 5 часов отжигов при температуре Tx-80, демонстрируя высокий уровень магнитных свойств Bs 1,9 Тл и Hc 11 А/м. Установлено, что термомагнитная обработка не дает значительного увеличения свойств ЧК сплава, по сравнению с традиционной термообработкой.

5. На примере разных состояний (Fe_{0,6}Co_{0,4})₈₄B₁₅Si₁ показано, что доля кристаллов неоднозначно связана с его термической стабильностью.

Работа проведена при финансовой поддержке гранта РНФ по проекту «Структура и свойства аморфных высокопрочных квазивысокоэнтропийных сплавов системы Fe-Co-Ni-Cr-(Mo,V)-B»

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. R. Hasegawa/ Applications of amorphous magnetic alloys// Materials Science and Engineering: A, 2004. T. 375–377, c. 90–97. https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.258

2. Z. Lu / Effects of Metalloid Elements on the Nanocrystallization Behavior and Soft Magnetic Properties of FeCBSiPCu Amorphous Alloys/ Z.Lu и др.// Metals, 2018. T. 8(4), c. 283. https://doi.org/10.3390/met8040283

3. I. Skorvánek / Improvement of soft magnetic properties in Fe38Co38Mo8B15Cu amorphous and nanocrystalline alloys by heat treatment in external magnetic field / I. Skorvánek и др.// Journal of Alloys and Compounds, 2010. 504S, c.135–138. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.04.033

4. C. Zhao/ Influence of magnetic field heat treatment on the microstructures and coercivity in ferromagnetic amorphous alloys / C. Zhao и др.// Journal of Materials Research and Technology, 2022. T. 21, c. 4699-4707. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.11.060

5. C. Zhao/ Significant improvement of soft magnetic properties for Fe(Co)BPSiC amorphous alloys by magnetic field annealing / C. Zhao и др.// Journal of Alloys and Compounds, 2018. T. 742, c. 220-225. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.311

REFERENCES

1. R. Hasegawa/ Applications of amorphous magnetic alloys// Materials Science and
Engineering:A, 2004.V. 375–377, pp. 90-97.https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.258

2. Z. Lu et al. / Effects of Metalloid Elements on the Nanocrystallization Behavior and Soft Magnetic Properties of FeCBSiPCu Amorphous Alloys// Metals, 2018. V. 8(4), p. 283. https://doi.org/10.3390/met8040283

3. I. Skorvánek et al./ Improvement of soft magnetic properties in Fe38Co38Mo8B15Cu amorphous and nanocrystalline alloys by heat treatment in external magnetic field // Journal of Alloys and Compounds, 2010. 504S, pp.135–138. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.04.033

4. C. Zhao et al./ Influence of magnetic field heat treatment on the microstructures and coercivity in ferromagnetic amorphous alloys // Journal of Materials Research and Technology, 2022. V. 21, pp. 4699-4707. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.11.060

5. C. Zhao et al. / Significant improvement of soft magnetic properties for Fe(Co)BPSiC amorphous alloys by magnetic field annealing // Journal of Alloys and Compounds, 2018. V. 742, pp. 220-225. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.311