

Умнов Павел Павлович^{1*}, Чуева Татьяна Равильевна¹, Харин Евгений Васильевич¹, Бахтеева Наталия Дмитриевна¹

¹ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Россия

**pumnov@imet.ac.ru*

ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ ФОТОННОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА БЫСТРОЗАКАЛЕННОГО СО-СПЛАВА

Проведены сравнительные исследования термической стабильности и нанотвердости быстрозакаленных ленты и микропровода сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ до и после импульсной фотонной обработки (ИФО) с дозами энергии облучения 15-40 Дж/см². В исходно аморфных образцах при кристаллизации выделяются стабильные фазы ГЦК- и ГПУ-Со, Co_2B , Co_2Si и метастабильная фаза со структурным типом Me_{23}B_6 . ИФО с дозой облучения 15 Дж/см² повышает твердость ленты на 20% при сохранении аморфного состояния. ИФО микропровода с дозой до 30 Дж/см² вызывает изменение ближнего порядка в аморфной фазе без кристаллизации. Его нанотвердость и петля гистерезиса при этом практически не изменяются.

Ключевые слова: микропровод, аморфная структура, импульсная фотонная обработка, твердость, магнитные свойства.

Pavel P. Umnov, Tatiana R. Chueva, Eugene V. Harin, Natalia D. Bakhteeva

INFLUENCE OF PULSED PHOTON TREATMENT ON THE STRUCTURES AND PROPERTIES OF RAPIDLY QUENCHED CO-ALLOY

Comparative studies of the thermal stability and nanohardness of rapidly-quenched ribbons and microwires of $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ alloy before and after pulsed photon treatment (PPT) with irradiation energy doses of 15-40 J/cm² were carried out. Stable phases of FCC- and HCP-Co, Co_2B , Co_2Si and a metastable phase with a structural type Me_{23}B_6 are forming during crystallization in initially amorphous samples. A radiation dose 15 J/cm² of PPT increases of the ribbon hardness by 20% when saving the amorphous state. A radiation dose up to 30 J/cm² of microwire PPT causes change in the short-range order of amorphous phase without crystallization. Its nanohardness and the hysteresis loop remain almost unchanged.

Key words: microwire, amorphous structure, pulsed photon treatment, hardness, magnetic properties.

Перспектива широкого применения в промышленности быстрозакаленных ферромагнитных материалов [1] определяет, как одну из основных задач разработку принципов научно-обоснованного регулирования

структурно зависимых свойств (магнитных, механических и др.) современными методами специализированных обработок. Одним из способов воздействия является импульсная фотонная обработка (ИФО), которая, как известно, активирует структурные превращения в аморфных сплавах [2].

Целью настоящего исследования было изучение влияния ИФО на структуру и свойства магнитомягкого сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, полученного двумя способами: методом спиннингования в виде лент толщиной 30 мкм и методом Улитовского-Тейлора в виде микропровода с диаметром металлической жилы 120 мкм.

Идентичность аморфного гало на рентгенограммах и характерный двухпиковый тип кристаллизации аморфной фазы (рис. 1, кривые 1) с близкой температурой начала кристаллизации T_X (табл. 1), свидетельствуют об однотипности аморфной структуры в исходных образцах обоих видов.

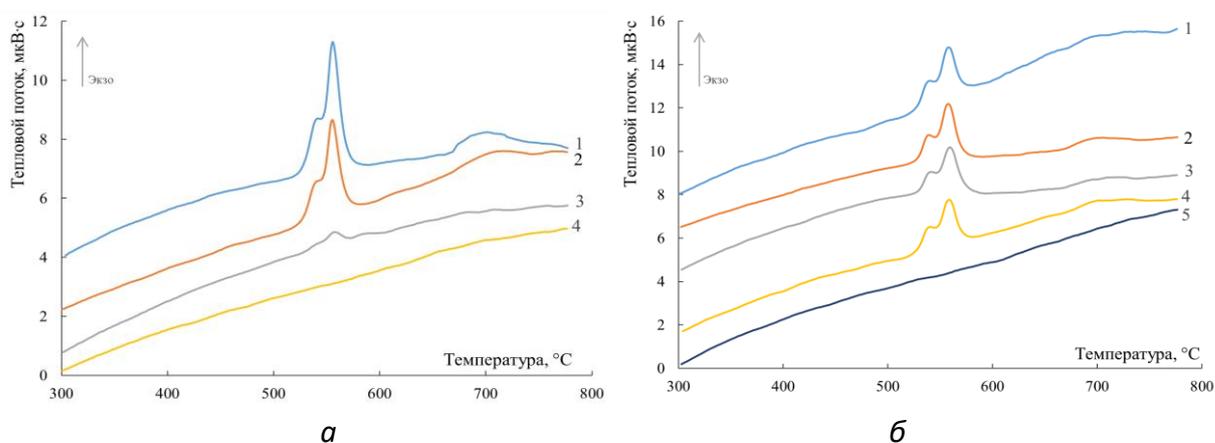


Рис. 1. ДСК-кривые: *а* – ленты и *б* – микропровода в исходном состоянии (1) и после ИФО при $P = 15 \text{ Дж/см}^2$ (2), 20 Дж/см^2 (3), 30 Дж/см^2 (4), 40 Дж/см^2 (5).

Образцы подвергали ИФО светом ксеноновых ламп ($\lambda = 0,2\text{--}1,2 \text{ мкм}$), время обработки составляло $0,4\text{--}1 \text{ с}$, что соответствует дозам энергии поступающего на образец излучения $P = 15\text{--}40 \text{ Дж/см}^2$, и 10-ти минутному изотермическому отжигу вблизи температуры начала кристаллизации при $T_0 = 450 \text{ °C}$ и 510 °C .

На основании анализа данных дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) установлено, что микропровод при ИФО сохраняет аморфную структуру вплоть до $P = 30 \text{ Дж/см}^2$, а при 40 Дж/см^2 полностью закристаллизован (рис. 1, табл. 1). Лента менее устойчива к облучению и при $P = 20 \text{ Дж/см}^2$ почти полностью кристаллизуется, что скорее всего связано с большей площадью ее поверхности, поглощающей фотоны. Необычное повышение энтальпии кристаллизации E в облученных образцах микропровода свидетельствует о снижении степени ближнего порядка аморфной фазы при обработке, что требует большей затраты энергии при кристаллизации.

Таблица 1

Данные ДСК-анализа

Образец	Обработка	$T_X, ^\circ\text{C}$	$T_{p1}, ^\circ\text{C}$	$T_{p2}, ^\circ\text{C}$	$E, \%$	
Лента	исходная	527	546	556	100	
	ИФО $P, \text{Дж/см}^2$	15	527	541	555	100
		20	529	541	556	15
		30	—	—	—	0
	отжиг $T_O, ^\circ\text{C}$	450	527	541	556	100
		510	532	—	552	50
Микропровод	исходный	528	540	557	100	
	ИФО $P, \text{Дж/см}^2$	15	528	539	557	135
		20	529	542	559	120
		30	528	539	558	110
		40	—	—	—	0
	отжиг $T_O, ^\circ\text{C}$	450	528	539	557	100
		510	488	510	546	40

Примечание: T_X – температура начала кристаллизации, T_p – температура пика, E – энтальпия сдвоенного пика в % от исходной, T_O – температура отжига.

Известно, что изотермический отжиг является основным видом термической обработки для достижения требуемого уровня магнитных характеристик ферромагнитных материалов. Потребность в альтернативных способах обработки обусловлена потерей пластичности таких материалов при отжиге. В данном эксперименте отжиг также вызвал охрупчивание образцов обоих типов, хотя при $T_O = 450 ^\circ\text{C}$ аморфная фаза еще остается в полном объеме, а при $T_O = 510 ^\circ\text{C}$ – она кристаллизуется лишь на половину (табл. 1).

В результате кристаллизации быстрозакаленных образцов при ИФО формируется равномерная микрокристаллическая структура, идентичная структуре, полученной при изохронном нагреве исходных образцов, но отличающаяся повышенной дисперсностью (рис. 2).

Методом рентгеноструктурного анализа определено некоторое различие в фазовом составе исходных быстрозакаленных образцов после ДСК (изохронный нагрев до $800 ^\circ\text{C}$) и слитка сплава, полученного в равновесных условиях. Исходный слиток содержит небольшое количество ГЦК-Со (стр. тип А1) и примерно в равных пропорциях ГПУ-Со (А3), Co_2V (С16) и Co_2Si (С37). Причем, как видно из рис. 2, z , часть этих фаз содержится в эвтектиках. В структуре ленты и микропровода помимо указанных фаз обнаружена метастабильная фаза типа Me_{23}V_6 (D8.4).

Результаты измерения нанотвердости, которые проводили на поперечном шлифе микропровода и продольном шлифе ленты при нагрузке 50 г, приведены в табл. 2.

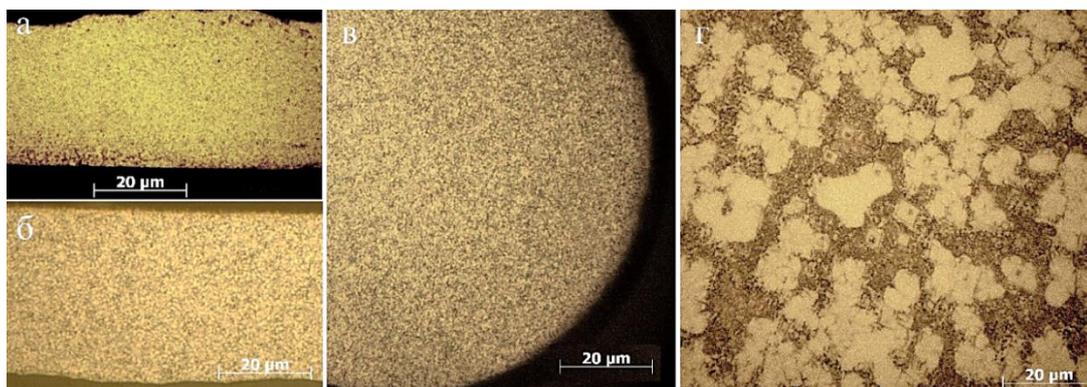


Рис. 2. Микроструктура: *a* – ленты после ИФО при $P = 30$ Дж/см²; *б* – ленты после ДСК, *в* – микропровода после ИФО при $P = 40$ Дж/см²; *г* – слитка

Таблица 2

Нанотвердость, ГПа

Образец	Исходный	ИФО (P , Дж/см ²)				После ДСК
		15	20	30	40	
Лента	10,1	11,8	15,5	-	-	8,9
Микропровод	12,6	-	-	12,2	12,4	12,6

Нанотвердость микропровода в исходном состоянии выше, чем у ленты, что обусловлено повышенной остаточной деформацией, возникающей при закалке микропровода в стеклянной оболочке при получении. Нанотвердость ленты после ИФО с $P = 15$ и 20 Дж/см² возрастает на 20 и 50% соответственно, а закристаллизованной при ДСК – уменьшается на 10%, что закономерно, т.к. в последнем случае зерно несколько крупнее. Аналогичные результаты были получены и при измерении микротвердости по Виккерсу. Эти результаты свидетельствуют о повышении твердости при ИФО не только за счет многофазной кристаллизации, но и при изменении ближнего порядка аморфной фазы. Аномальное сохранение нанотвердости микропровода при варьировании режимов обработки требует дополнительных исследований для объяснения полученного результата.

Обычно изотермический отжиг аморфных микропроводов приводит к увеличению наклона кривых гистерезиса, росту коэрцитивной силы и полей насыщения [3]. При анализе кривых намагничивания микропровода после ИФО при 30 Дж/см² (рис. 3, *a*) выявлена обратная зависимость. Полученный результат подтверждает теорию разупорядочения аморфной фазы. У закристаллизованного при 40 Дж/см² микропровода петля гистерезиса широкая, $H_C = 209$ Э, (рис. 3, *б*), в отличие от практически бесгистерезисной исходной.

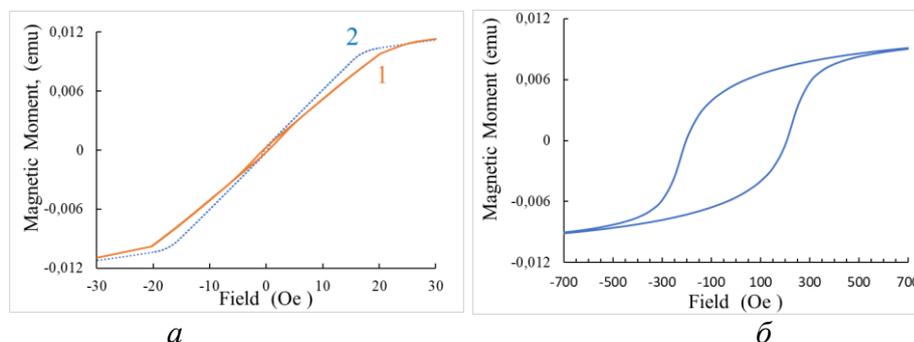


Рис. 3. Петли гистерезиса микропровода: *а* – в исходном состоянии (1) и после ИФО при $P = 30 \text{ Дж/см}^2$ (2), *б* – закристаллизованного после ИФО при $P = 40 \text{ Дж/см}^2$

ИФО с дозами энергии облучения выше 15 Дж/см^2 для ленты и 30 Дж/см^2 для микропровода вызывает микрокристаллизацию быстрозакаленного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$. Такой вид обработки перспективен для повышения твердости лент без их охрупчивания. При производстве в промышленных условиях ИФО может быть включена как технологическая операция, сопутствующая перемотке ленты.

Установлен факт повышенной структурной стабильности микропровода к воздействию ИФО по сравнению со стабильностью ленты. Благодаря уникальному сочетанию магнитных и механических свойств структурная стабильность микропровода в условиях внешних воздействий играет положительную роль в области его применения в качестве сенсорных элементов тензодатчиков или датчиков поля.

Коллектив авторов благодарит Серикова Дмитрия Владимировича и Николаева Сергея Николаевича за помощь в проведении исследований.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Jiang H. Structures and Functional Properties of Amorphous Alloys / H. Jiang [et al.] // Small Structures. 2020. V. 2. № 2. P. 2000057. <https://doi.org/10.1002/sstr.202000057>.
2. Ievlev V.M. Activation of solid-phase processes by radiation of gas-discharge lamps / V.M. Ievlev // Russian Chemical Reviews. 2013. V. 82. № 9. P. 815-834. <https://doi.org/10.1070/RC2013v082n09ABEH004357>.
3. Shalygina E.E. Structural and Magnetic Properties of “Thick” Co-rich Microwires Produced by the Ulitovsky-Taylor Method / E.E. Shalygina [et al.] // Universal Journal of Physics and Application. 2014. V. 2. № 3. P. 143-149.

REFERENCES

1. Jiang H. Structures and Functional Properties of Amorphous Alloys / H. Jiang [et al.] // Small Structures. 2020. V. 2. №. 2. P. 2000057. <https://doi.org/10.1002/sstr.202000057>.
2. Ievlev V. M. Activation of solid-phase processes by radiation of gas-discharge lamps / V. M. Ievlev // Russian Chemical Reviews. 2013. V. 82. № 9. P. 815-834. <https://doi.org/10.1070/RC2013v082n09ABEH004357>.

3. Shalygina E. E. Structural and Magnetic Properties of “Thick” Co-rich Microwires Produced by the Ulitovsky-Taylor Method / E.E. Shalygina [et al.] // Universal Journal of Physics and Application. 2014. V. 2. № 3. P. 143-149.