

## *Вплив режимів термічної обробки на структуру та магнітні властивості сплаву на основі нікелю*

А. В. Мініцький, кандидат технічних наук

О. В. Власова\*, кандидат технічних наук

Є. Г. Биба, кандидат технічних наук

Н. В. Мініцька, кандидат технічних наук

Національний технічний університет України «КПІ ім. І. Сікорського»  
\*Інститут проблем металознавства ім. І. М. Францевича НАН України

*В роботі проведено комплексне дослідження структуроутворення, в процесі термічної обробки прецизійного магнітно-м'якого сплаву 79НД2М. Визначено основні фактори, що впливають на структуру, фазовий та хімічний склад і магнітні характеристики сплаву. Показано доцільність швидкого охолодження сплаву 79НД2М в інтервалі температур 300 – 600 °С.*

Потреби електротехнічної промисловості висувають певні економічні і технічні вимоги до електротехнічних виробів, що призводить до необхідності їх удосконалення, та розробки нових матеріалів і технологій для вибору найбільш оптимального і високоефективного методу виробництва магнітно-м'яких матеріалів. Одними з найкращих магнітно-м'яких матеріалів, що мають високу магнітну проникність і коерцитивну силу є сплави на основі нікелю – пермалої. Сплав типу пермалой набув широкого застосування через високу температурну стабільність, низькі питомі магнітні втрати на перемагнічування, стабільність по відношенню до зміни величини магнітного потоку, що проходить через матеріал та низький коефіцієнт магнітострикції [1]. Високі магнітні властивості пермалоїв, їх здатність легко намагнічуватися пояснюються близькістю до нуля констант кристалографічної анізотропії та намагніченості насичення, але це ж призводить і до більшої чутливості магнітних властивостей від зовнішніх напружень. Напруження, що виникають в матеріалі внаслідок пластичної деформації при навантаженні вище межі пружності призводять до зменшення проникності матеріалу, збільшенню коерцитивної сили та магнітних втрат. В залежності від механічної і термічної обробки максимальна проникність змінюється приблизно у 20 разів, тоді як індукція насичення на декілька відсотків [2].

Головною проблемою при виготовленні прецизійних пермалоевих сплавів є відтворюваність їх характеристик, які також суттєво залежать від режимів термічної обробки.

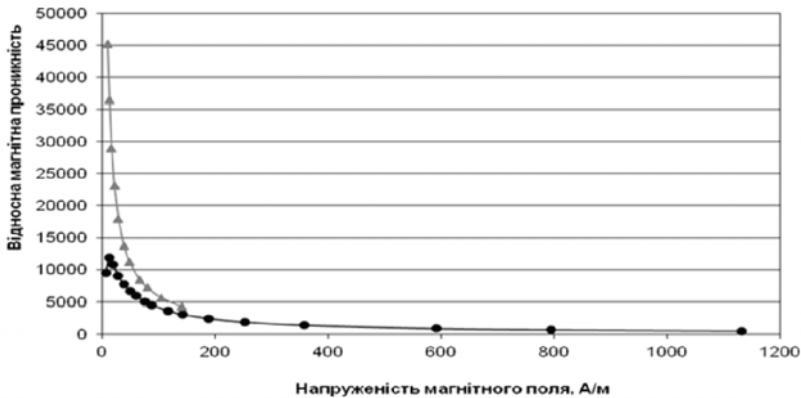
Метою даної роботи є дослідження процесів структуроутворення пермалоевого сплаву на основі нікелю 79НД2М в залежності від режимів термічної обробки та визначення основних факторів, що впливають на магнітні властивості даного матеріалу.

Дослідні зразки у вигляді тороїдів для вимірювання магнітних властивостей отримували механічною обробкою зливоків. В роботі досліджували два режими термічної обробки дослідних зразків із пермалоевого сплаву марки 79НД2М, відмінність яких полягає в різній швидкості охолодження від 600 до 300 °С. Спочатку за обома режимами матеріал, отриманий литвом, нагрівали до температури 1300 °С у вакуумі з ізотермічною витримкою 3 години, що є необхідним для магнітно-м'яких прецизійних матеріалів [3]. Тривалий високотемпературний відпал таких матеріалів у відновному середовищі створює умови для рекристалізації, яка супроводжується ростом зерен, і додатковим очищенням матеріалу від домішок. Крупнозерниста структура є необхідною для магнітно-м'якого сплаву, оскільки це забезпечує мінімальну кількість границь зерен, що в свою чергу, дає можливість кращому проходженню магнітного потоку крізь матеріал [4]. Після нагріву сплав охолоджували до 600 °С зі швидкістю 100 °С/год. Починаючи з 600 °С за режимом 1 охолодження проводили зі швидкістю 500 °С/год, а за режимом 2 – 150 °С/год. Відмінність термічних режимів в даному температурному інтервалі обумовлено наявністю перитектичного переходу та утворенням проміжних фаз з областю гомогенності FeNi та FeNi<sub>3</sub> згідно діаграми стану Fe – Ni [5]. При температурі 516 °С феромагнітний твердий розчин ( $\gamma_{\text{ф}}$ ) упорядковується, утворюючи фазу FeNi<sub>3</sub>. При температурі 345 °С проходить евтектоїдний розпад  $\gamma_{\text{ф}} \leftrightarrow (\alpha\text{-Fe}) + \text{Fe}_3\text{Ni}$ . В низькотемпературній області 389 °С існує точка Кюрі, нижче якої виникає розшарування на парамагнітну ( $\gamma_{\text{п}}$ ) і феромагнітну ( $\gamma_{\text{ф}}$ ) фази (обидві з невпорядкованим розміщенням атомів).

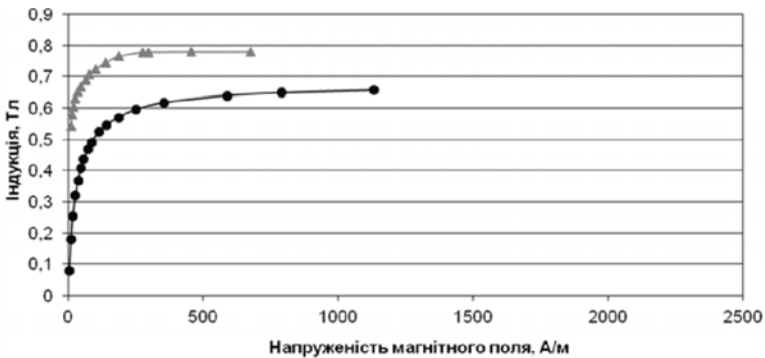
Магнітні властивості матеріалів визначали балістичним методом у постійному магнітному полі на вимірювальній інформаційній системі В5045, що призначена для визначення статичних магнітних характеристик (основної кривої намагнічування, початкової магнітної проникності, максимальної магнітної проникності, залишкової індукції) магнітно-м'яких матеріалів з коерцитивною силою до 800 А/м при комутаційному режимі намагнічування на зразках кільцевої форми.

Дослідження мікроструктури отриманих сплавів проводилося на мікроскопі НЕОРНОТ 21 та на растровому електронному мікроскопі РЕМ-106И. Хімічний склад сплаву визначали неруйнівним методом рентгенофлуоресцентного аналізу за допомогою аналізатора EXPERT 3L. Фазовий склад сплавів визначали за допомогою дифрактометра RIGAKU ULTIMA-3M. В рентгенографічних дослідженнях використовувались  $\text{CuK}\alpha_{1,2}$  – випромінення ( $\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 0,154187$  нм), графітовий монохроматор. Дифрактограми обробляли з використанням пакету програм RIR та Ріетвельда.

Результати вимірювання магнітних властивостей матеріалів у постійному магнітному полі (залежність відносної магнітної проникності та магнітної індукції від напруженості постійного магнітного поля) матеріалів, для яких були застосовані різні режими охолодження після високотемпературного відпалу представлені на (рис.1).



а



б

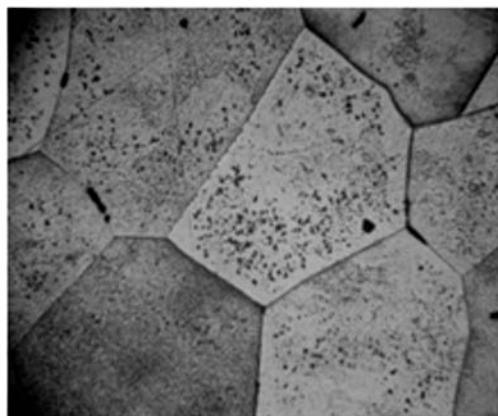
Рис. 1. Залежність відносної магнітної проникності (а) та магнітної індукції (б) від напруженості магнітного поля та режиму термічної обробки сплаву 79НД2М. ▲ – 1-й режим, ● – 2-й режим.

Визначення магнітних властивостей на дослідних зразках показали, що відносна максимальна магнітна проникність становить 45000 і 12500 для першого і другого режиму термічної обробки відповідно (рис. 1 а). Індукція насичення пермалою не залежить від швидкості охолодження. Проте, залежність магнітної індукції від напруженості магнітного поля (рис. 1 б) досить суттєва. Так магнітна індукція при напруженості магнітного поля  $\sim 700$  А/м складає для першого режиму – 0,78 Тл і 0,66 Тл для другого режиму (рис. 1 б).

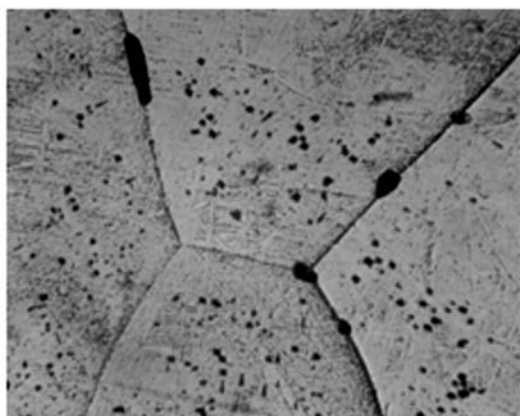
Як видно з представлених залежностей магнітні властивості отримані за першим режимом суттєво вищі за магнітні властивості зразків, які були отримані за другим режимом. Така відмінність за властивостями пояснюється тим, що перший режим термічної обробки забезпечує отримання структури, яка визначається крупнозернистістю з мінімальною кількістю границь зерен

## Структура і фізико-механічні властивості

(рис. 2 а, б). Другий режим не забезпечує вирівнювання структури після механічної обробки, що проводилась при отриманні дослідних зразків із злиwkів. Як показали металографічні дослідження, структура матеріалу, після другого режиму, містить двійники, що є характерним для кольорових металів та сплавів після механічної обробки і гартування (рис. 2 в, г).



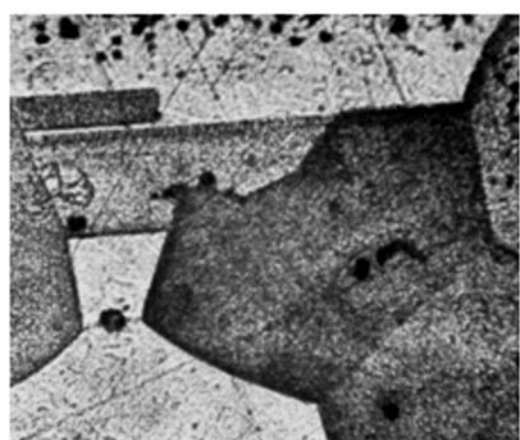
а



б



в



г

Рис. 2. Структура сплаву марки 79НД2М охолодженого від 600 °С зі швидкістю: а, б – 500 °С/год, в, г – 150 °С/год; а, в – х 200, б, г – х 500.

Нікель має ГЦК ґратку, в якій площиною двійникування є щільно упакована площина  $\{111\}$ , що є також площиною ковзання для всіх ГЦК металів [6 – 8]. Двійники взаємодіють з дислокаціями, які гальмуються біля кордонів двійників. У місцях гальмування двійників на межах зерен і субґраницях виникають чіткі сходинок, утворюються наявні скупчення дислокацій, що викликає концентрацію напружень. Це, в свою чергу, негативно позначається на магнітних характеристиках матеріалу, оскільки деякі з них (коерцитивна сила, магнітна проникність, магнітні втрати на перемагнічування) є структурно-чутливими і залежать від рівноваги структурного стану.

## Структура і фізико-механічні властивості

Використання другого режиму термічної обробки пермалоевого сплаву призводить до утворення двійників, що скоріш за все відбувається в інтервалі температур 300 – 600 °С, при повільному охолодженні сплаву (рис. 2 в, г). В цьому інтервалі температур, можливо також утворення незначної кількості фази типу  $\gamma$ -FeNi<sub>3</sub>, згідно діаграми стану. Хоча, як показали результати рентгенофазового аналізу, після обох режимів термічної обробки утворюється твердий розчин нікелю. Результати хімічного аналізу (табл. 1, 2) також показали хімічну неоднорідність по об'єму зразків, що може бути пов'язано із різною швидкістю охолодження в інтервалі температур 300 – 600 °С.

Таблиця 1

Хімічний склад за даними рентгеноспектрального аналізу сплаву марки 79НД2М охолодженого від 600 °С зі швидкістю 500 °С/год (режим 1)

Елемент	Масова частка, %	Похибка, %
25 Mn	0,144	± 0,030
26 Fe	16,078	± 0,115
28 Ni	79,027	± 0,138
29 Cu	2,133	± 0,076
42 Mo	2,618	± 0,040

Таблиця 2

Хімічний склад за даними рентгеноспектрального аналізу сплаву марки 79НД2М охолодженого від 600 °С зі швидкістю 150 °С/год. (режим 2)

Елемент	Масова частка, %	Похибка, %
25 Mn	0,162	± 0,026
26 Fe	21,961	± 0,121
28 Ni	75,119	± 0,132
29 Cu	0,65	± 0,055
42 Mo	2,109	± 0,032

Результати хімічного аналізу корелюють із результатами рентгеноспектрального аналізу (табл. 1, 2) підтверджуючі хімічну неоднорідність по структурі матеріалу.

У сплавах, отриманих методом лиття, спостерігається наявність невеликої кількості таких домішок як кисень, вуглець, азот та сірка, які не утворюють твердого розчину зі сплавом і негативно впливають на магнітні властивості матеріалу.

Велика ізотермічна витримка (3 години), дозволила отримати крупнозернисту структуру із розміром зерен 300 – 400 мкм (рис. 3). Проте, як показали результати дослідження мікроструктури матеріалу, отриманого за другим режимом, по границях зерен спостерігаються домішки, які виділяються при повільному охолодженні сплаву.

Таким чином, дослідженнями впливу різних режимів термічної обробки на мікроструктуру, хімічний склад та магнітні властивості

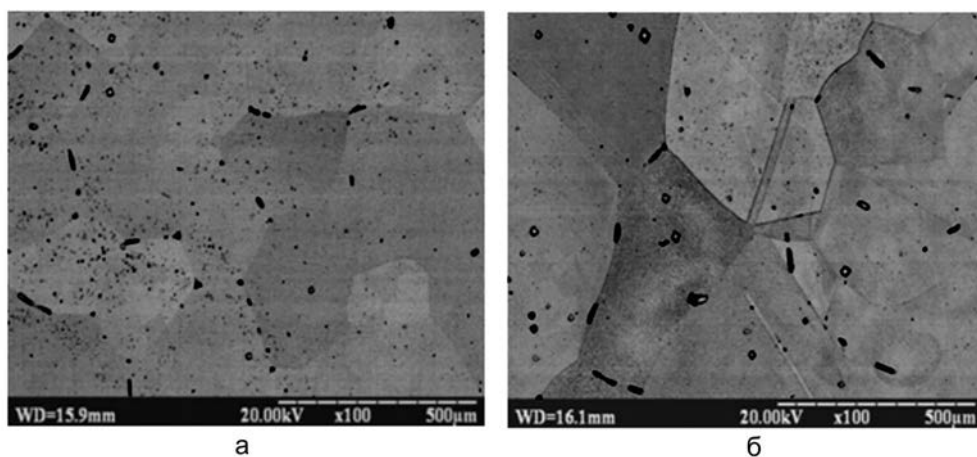


Рисунок 3 – Мікроструктура сплаву марки 79НД2М охолодженого від 600 °С зі швидкістю: а – 500 °С/год (режим 1), б – 150 °С/год (режим 2).

прецизійного магнітно-м'якого сплаву марки 79НД2М встановлено, що основний вклад у формування структури та магнітних властивостей вносить швидкість охолодження сплаву в інтервалі температур 300 – 600 °С. Зниження швидкості охолодження з 500 °С/год (1 режим) до 150 °С/год (2 режим) призводить до зменшення відносної магнітної проникності з 45000 до 12500, максимальної магнітної індукції у магнітному полі напруженістю 700 А/м з 0,78 Тл до 0,66 Тл відповідно. Зниження швидкості охолодження також змінює мікроструктуру матеріалу та призводить до утворення двійників, що перешкоджають проходженню магнітного потоку. Результати досліджень можуть бути використані при виготовленні прецизійних магнітно-м'яких матеріалів з високими значеннями максимальної магнітної проникності та низькими значеннями коерцитивної сили.

### Література

1. Мишин Д. Д. Магнитные материалы. – М.: Высшая школа, 1991. – 384 с.
2. Buzorth R.. Ferromagnetism (D. VanNostrandCompany, Inc. TORONTO-NEWYORC-LONDON: 1951)
3. Ткаченко Л.Н., Власова О.В. Экспериментально-аналитическая модель магнитных свойств материала на основе порошкового сплава марки 79 НМ.: Киев, 2005) (Препр. ИПМ НАНУ) – с. 67 – 70.
4. Кекало И. Б., Самарин Б.А. Физическое металоведение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми свойствами. – М.: Металлургия: 1989. – С. 496.
5. Ljakishev N.P. Диаграммы состояния двойных металлических систем. – М.: Машиностроение, 1997.
6. Даниленко В.Н. Влияние длительного вылеживания на стабильность структуры сплава Х20Н80 (The influence of long maturing on the stability of the alloy structure H20N80) // Journal of Letters of Materialsю. – 3. – 2013. – P. 280 – 283.
7. Zhang, Baicheng et al. Studies of magnetic properties of permalloy (Fe-30% Ni) prepared by SLM technology // Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324.4 – 2012. – P. 495 – 500.

8. Gheisari, Kh, ShShahriari, and S. Javadpour. Structural evolution and magnetic properties of nanocrystalline 50 Permalloy powders prepared by mechanical alloying // Journal of Alloys and Compounds. – 574. – 2013. – P. 71 – 82.

### References

1. Myshin D.D. *Magnitnye materialy* [The magnetic materials] Moscow: Vyshaja shkola, 1991, 384 p.
2. Bozorth R., Ferromagnetism D. Van Nostrand Company, Inc. TORONTO-NEW YORK-LONDON, 1951.
3. Tkachenko L.N., Vlassova O.V. *Experimentalno-analiticheskaja model magnitnyh svoystv materiala na osnove poroshkovogo splava marki 79 NM* [The experimental and analytical model of the magnetic properties of the material on the basis of the alloy powder marks 79 NM] Kiev: Prepr. I.M. Frantsevich IPMS of N.A.S.U., 2005, pp. 67–70.
4. Kekalo I.B, Samarin B.A. *Phizicheskoe metalovedenie pretsezionnyh splavov. Splavy s osobymi svoystvami* [The physical metallurgy of precision alloys. The alloys with special magnetic properties] Moscow: Metalurgija, 1989, 496 p.
5. Ljakishev N.P. *Diagramy sostojanija dvoynyh metalicheskikh sistem* [The diagrams of binary metallic systems] Moscow: Mashinosroenie, 1997, vol. 2, 1024 p.
6. Danilenko V.N. Vlijanie dlitel'nogo vylezivanija na stabilnost struktury splava H20N80 [The influence of long maturing on the stability of the alloy structure H20N80] *Journal of Letters of Materials*, 2013, No 3, pp. 280 – 283.
7. Zhang, Baicheng *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2012, No 324.4, pp. 495 – 500.
8. Gheisari, Kh, Sh Shahriari, S. Javadpour. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, No 574, pp. 71 – 82.

Одержано 05.02.17

**А. В. Минецкий, О. В. Власова, Е. Г. Быба, Н. В. Минецкая**  
**Влияние режимов термической обработки на структуру и магнитные свойства сплава на основе никеля**  
**Резюме**

В работе проведено комплексное исследование структурообразования, в процессе термической обработки прецизионного магнитно-мягкого сплава 79НД2М. Определены основные факторы, влияющие на структуру, фазовый и химический состав и магнитные характеристики сплава. Показана целесообразность быстрого охлаждения сплава 79НД2М в интервале температур 300 – 600 °С.

**A. V. Minitzky, O. V. Vlasova, Ie. G. Byba, N. V. Minitzka**  
**The influence of modes of heat treatment on structure and magnetic properties of nickel-based alloys**

**Summary**

The paper conducted a comprehensive study of structure formation during the heat treatment of precision soft magnetic alloy 79ND2M. The main factors influencing on the structure, phase and chemical composition and magnetic properties of the alloy are shown. The expediency of the rapid cooling of the alloy in the temperature range 79ND2M 300 – 600 °C is shown.