

## Композиционные материалы на основе Fe—Ni для электротехнической промышленности

О. В. Власова, В. Я. Куровский, Л. М. Апининская,  
Н. М. Вергелес

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН  
Украины, Киев, e-mail: panasyuk@ipms.kiev.ua

*Исследованы структура и свойства композиционного материала на основе никелированного порошка железа, полученного химическим восстановлением из растворов солей. Образующееся покрытие содержит 96—97,5% (мас.) никеля и 2,5—4% (мас.) фосфора. Композиционный материал из никелированного порошка имеет магнитную индукцию  $B_{3000} = 1,3$  Тл, магнитную проницаемость 3400, удельные магнитные потери 23 Вт/кг.*

**Ключевые слова:** порошковые, композиционные, магнитомягкие материалы, железо, никель.

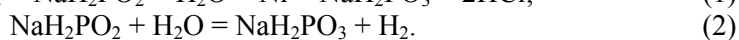
Современная электротехническая промышленность является одной из самых крупных отраслей народного хозяйства. Продукция предприятий, специализирующихся на производстве промышленного электрооборудования, используется в машиностроении, сельском хозяйстве, научно-исследовательской деятельности, транспортном и коммунальном хозяйстве, топливно-энергетическом комплексе. Значительное место среди электротехнических материалов занимают магнитомягкие материалы, которые применяются в коммутирующих устройствах, электрогенераторах, электродвигателях переменного и постоянного тока, силовых трансформаторах, разнообразных бытовых электроприборах и др. Такие высокоразвитые страны, как США, Япония, Германия, широко используют для этих целей порошковые композиционные материалы, которые невозможно получить традиционными методами [1—5]. Новым направлением в создании порошковых магнитомягких композитов (ММК) является нанесение слоя легирующего компонента на частицы исходных порошков [6, 7]. По мнению ведущих специалистов в области разработки порошковых магнитомягких материалов, ММК — перспективный материал будущего, поскольку благодаря своим свойствам они могут использоваться в новых типах электродвигателей, а также в гибридных конструкциях в соединении с листовыми электростаями. Преимуществом технологии магнитомягких композитов является возможность получения более сильного магнитного потока, уменьшение массы и изготовление конструкции с меньшим количеством деталей [8].

Цель настоящей работы — создать композиционный материал на основе никелированного порошка железа для электротехнической промышленности с более низкими значениями удельных магнитных потерь за счет образования микрослоистой структуры.

Проведен комплекс исследований режимов прессования, спекания опытных образцов, влияния высокотемпературных отжигов на формиро-

вание структурного состояния и их магнитные, физико-механические свойства. Для этих целей использовано технологическое оборудование полного цикла порошковой металлургии.

Нанесение покрытий на железный порошок осуществляли методом химического восстановления никеля из раствора его соли гипофосфитом натрия. В качестве исходного материала использованы железный порошок марки ПЖРВ 3.350.35 производства Казенного завода порошковой металлургии (г. Бровары, Украина) с размером частиц 250—350 мкм. Установлено, что нанесение никелевых покрытий на частицы железного порошка можно проводить как в кислой, так и в щелочной среде, а само химическое восстановление никеля имеет каталитическую природу. Частицы железного порошка являются катализатором реакции восстановления. Реакции, протекающие в растворах, которые содержат соль никеля и гипофосфит натрия, могут быть представлены следующими уравнениями:



Реакция (1) является основной, она приводит к осаждению никеля на поверхности железных частиц, реакция (2) — побочной. Чтобы уменьшить влияние водорода, в раствор вводили различные буферные добавки: лимонно- и уксуснокислый натрий — для получения кислого раствора и хлористый аммоний — для щелочного. Исследования показали, что восстановленное на частицах железного порошка никелевое покрытие содержит фосфор, который образуется в результате разложения гипофосфита натрия.

При проведении процесса в кислой среде оптимальная величина рН в рабочей ванне должна находиться в пределах рН = 4,0—4,5 и может корректироваться добавкой 2%-ного раствора едкого натра. Исследования в щелочной среде обеспечивали добавлением аммиака в раствор для осаждения. Установлено, что щелочной раствор характеризуется высокой устойчивостью, простотой корректировки состава, отсутствием склонности к старению и возможностью длительного использования.

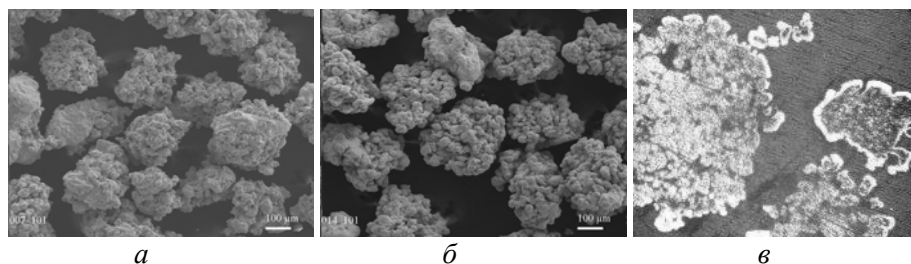
Для увеличения сцепления полученной пленки с поверхностью частиц железа порошки отжигали в водороде в течение 30 мин при температуре 600 °С. Порошки исследовали с использованием стандартных методик определения их основных технологических и служебных свойств (табл. 1) в соответствии с ISO 4490, ДСТУ 19440-94 и ISO 3923. Как следует из табл. 1, железный порошок, покрытый никелем в щелочной среде, содержит меньше никеля и фосфора, чем порошок, покрытый этим металлом в кислой среде, при одинаковом времени никелирования. Также наблюдается изменение технологических параметров порошков: увеличивается насыпная плотность порошка с 2,48 до 2,86 г/см<sup>3</sup> (~15,5%) и прессуемость с 6,8 до 7,15 г/см<sup>3</sup> (~5,5%), уменьшается текучесть с 55,5 до 42,0 с (~25%).

Структуру образцов изучали с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-3, металлографического микроскопа МИМ-8 и рентгеновского микроанализатора "Superprobe-733" (JEOL, Япония). Результаты металлографических исследований исходного и никелированного железного порошков представлены на рисунке. На частицах исходного

**Т а б л и ц а 1. Химический состав и технологические свойства никелированных железных порошков**

Порошок	Содержание элементов, % (мас.)		$\tau$ , с/50 г	$d$ , г/см <sup>3</sup>	$\gamma$ (г/см <sup>3</sup> ) при 700 МПа	$h$ , мкм
	Ni	P				
Исходный	—	0,015	55,5	2,48	6,8	—
Ni—P покрытие в кислой среде	3,6	0,39	41,9	2,86	7,15	8—10
Ni—P покрытие в щелочной среде	2,5	0,25	50,03	2,63	7,07	8—10

Примечание:  $\tau$  — текучесть,  $d$  — насыпная плотность,  $\gamma$  — плотность,  $h$  — толщина покрытия.



Морфология поверхности частиц железного порошка без ( $a$  —  $\times 100$ ) и с Ni—P покрытием ( $b$  —  $\times 100$ ,  $c$  —  $\times 150$ ).

порошка четко виден слой металлического покрытия (рисунок,  $c$ ), которое приводит к незначительному увеличению размера частиц. Толщину осаждаемого покрытия на частицах железного порошка определяли металлографическим методом, а также с помощью эталонных образцов-свидетелей (пересчетом привеса массы компактных образцов с известной площадью поверхности). На большинстве частиц ( $\sim 80\%$  (мас.)) она совпадает с эталонной и ее величина изменяется в пределах 8—10 мкм. Однако наблюдаются мелкие частицы, толщина покрытия на которых несколько выше и изменяется в пределах 15—20 мкм (рисунок,  $c$ ).

Магнитные свойства порошков измеряли: коэрцитивную силу — на коэрцитиметре МН-1, намагниченность насыщения в постоянном магнитном поле — баллистическим методом, в переменном магнитном поле — с помощью феррометра Ф5 при синусоидальном режиме магнитной индукции (табл. 2). Никелирование железного порошка незначительно влияет на намагниченность насыщения, при этом коэрцитивная сила увеличивается существенно — с 470 до 580 А/м (на  $\sim 20\%$ ), поскольку эта величина зависит от структуры.

Формование порошков осуществляли холодным прессованием в закрытых пресс-формах на гидравлическом прессе усилием 600 МН. Зависимость плотности никелированных образцов от давления прессования несущественно отличается от таковой исходного железного порошка и составляет 7,15 г/см<sup>3</sup> при давлении 800 МПа. Спекание образцов из никелированного порошка, полученных двукратным холодным прессованием при усилии 800 МПа, проводили в защитной среде (водород и вакуум) в интервале температур 1100—1300 °С в течение 1—3 ч. Влияние

**Т а б л и ц а 2. Магнитные свойства никелированных железных порошков**

Порошок	Намагниченность насыщения $\sigma_s$ , А·м <sup>2</sup> /кг	Коэрцитивная сила $H_c$ , А/м
Исходный	200	470
Ni—P покрытие в кислой среде	203	580
Ni—P покрытие в щелочной среде	206	620

**Т а б л и ц а 3. Магнитные свойства образцов на основе никелированных порошков железа**

Вид обработки порошка	$\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	$B_{max}$ , Тл	$\mu$	$P_{1/50}$ , Вт/кг
Ni—P покрытие в кислой среде	7,13	1,30	3400	13,6
Ni—P покрытие в щелочной среде	7,10	1,15	1300	15

Примечание:  $\gamma$  — плотность,  $B_{max}$  — магнитная индукция,  $\mu$  — магнитная проницаемость,  $P_{1/50}$  — удельные магнитные потери при магнитной индукции 1 Тл и частоте 50 Гц.

режимов спекания на магнитные свойства определяли на тороидальных образцах типа кольцевых магнитопроводов размером 35x25x5 мм. Оптимальные характеристики, измеренные в постоянном и переменном магнитном поле частотой 50 Гц, представлены в табл. 3.

Анализ полученных результатов показал, что при спекании в водороде или вакууме повышение температуры спекания от 1100 до 1250 °С несущественно влияет на магнитные характеристики, в большей степени — время выдержки при заданной температуре. Значительный эффект влияния температуры спекания на свойства исследуемых образцов наблюдается при ее увеличении до 1300 °С. Спекание в защитной среде приводит к взаимодействию легирующих элементов с образованием твердых растворов с элементами основы порошка. По данным микроструктурных исследований, Ni—P покрытие частично сохраняется после высокотемпературного спекания.

По данным исследований магнитных характеристик образцов, в результате плакирования железного порошка никель-фосфором снижается магнитная индукция железа, что согласуется с литературными данными. Однако использование магнитопроводов на основе плакированного железного порошка в переменном магнитном поле частотой 50 Гц позволяет значительно уменьшить удельные магнитные потери с 38 Вт/кг (для чистого железа) до 13,6—15,0 Вт/кг за счет повышения электросопротивления и снижения магнитных потерь на вихревые токи (токи Фуко).

Таким образом, разработанный композиционный материал на основе никелированного порошка железа с более низкими значениями удельных магнитных потерь за счет образования микрослоистой структуры может быть рекомендован для электротехнической промышленности в качестве магнитомягких изделий, работающих в постоянных и переменных магнитных полях промышленной частоты.

1. *Sustarsic B.* SMC materials in design of small electric motors for domestic application / B. Sustarsic, A. Sirc, D. Milyavec // Euro PM 2004, Proc. conf. PM Functional Mater. — 2004. — 4. — P. 629—635.
2. *Тульчинский Л. Н.* Порошковые магнитомягкие материалы / Л. Н. Тульчинский, О. А. Панасюк // Порошковая металлургия. — 1995. — № 7/8. — С. 53—67.
3. *Shimlada Y.* Development of high performance sintered soft magnetic material // Powder Metall. — 2006. — 53, No. 8. — P. 686—695.
4. <http://www.innovativesintered.com/products/soft-magnetic-materials.html>
5. <http://www.hoganas.com/en/Segments/Somaloy-Technology/>
6. *Maslyuk V. A.* Origination and investigation of properties of powder magnetic-soft materials, based on the iron powders, clad with metal and non-metal components / V. A. Maslyuk, O. A. Panasyuk, H. Danniger // Euro PM 2004, Austria, 17—21.10.2004, Vienna. — 2004. — 4. — P. 577—581.
7. *Панасюк О. А.* Влияние среды спекания на магнитные свойства порошкового материала на основе Fe—Co—P—В / [О. А. Панасюк, С. Г. Напара-Волгина, Л. М. Апининская и др.] // Тез. докл. Междунар. конф. "HighMatTech", 19—23.10.2009, г. Киев, Украина. — С. 166.
8. *Панасюк О. О.* Магнітні та фізико-технологічні властивості залізного порошку з кобальт-фосфорним покриттям / О. О. Панасюк, О. В. Власова, А. В. Мініцький // Металознавство та обробка металів. — 2009. — № 3. — С. 48—52.

### **Композиційні матеріали на основі Fe—Ni для електротехнічної промисловості**

О. В. Власова, В. Я. Куровський, Л. М. Апинінська, Н. М. Вергелес

*Досліджено структуру та властивості композиційного матеріалу на основі нікельованого порошку заліза, який отриманий хімічним відновленням з розчинів солей. Утворене покриття вміщує 96—97,5% (мас.) нікелю та 2,5—4% (мас.) фосфору. Композиційний матеріал з нікельованого порошку має магнітну індукцію  $B_{3000}$  1,3 Тл, магнітну проникність 3400, питомі магнітні втрати 13,6 Вт/кг.*

**Ключові слова:** порошкові, композиційні, магнітом'які матеріали, залізо, нікель.

### **Composite materials based on Fe—Ni for the electrical industry**

O. V. Vlasova, V. Y. Kurowski, L. M. Apininskaya, N. M. Vergeles

*The structure and properties of the composite material based on a nickel-plated iron powder obtained by chemical reduction of solutions of salts investigated. The resulting coating contains 96—97,5% (wt.) of nickel and 2,5—4% (wt.) phosphorus. The composite material obtained from a nickel-plated powder having a magnetic induction 1,3 T, magnetic permeability 3400, the magnetic losses 13,6 W/kg.*

**Keywords:** powder, composites, magnetic materials, iron, nickel