

PACS numbers: 07.55.Jg, 75.30.Cr, 75.50.Kj, 75.50.Vv, 81.30.Kf, 81.40.Rs

## **Автоматизований широкодіапазонний магнетометр для магнетної фазової аналізи стопів: розробка та застосування**

З. А. Дурягіна, Р. Л. Голяка, А. К. Борисюк

*Національний університет «Львівська політехніка»,  
вул. Степана Бандери, 12,  
79013, Львів, Україна*

Розглянуто питання побудови порівняно недорогого, доступного у виготовленні вібраційного магнетометра та його використання для мірювання магнетних параметрів ферромагнетних стопів та аналізи фазових перетворень у них в широкому інтервалі температур. Подано принципи конструювання, схемні рішення та параметри автоматизованого широкодіапазонного магнетометра для магнетної фазової аналізи стопів. Магнетометр уможливує спостерігати широке коло процесів у динаміці, котрі супроводжуються зміною намагнетованости досліджуваного об'єкту. Високі характеристики магнетометра досягнуто завдяки перетворенню сигналу методом синхронного детектування. Ефективність застосування магнетометра підтверджено результатами експериментальних досліджень литих стопів для постійних магнетів на основі Fe–Ni–Al–Co, деформованих магнетотвердих Fe–Cr–Co стопів, ряду конструкційних матеріалів та їх поверхневих шарів після різноманітних видів поверхневої обробки, аморфних магнетних матеріалів, магнетних суспензій на основі металевих розтопів.

Problems of construction of rather inexpensive vibrating sample magnetometer available in manufacturing and its uses for measurement of magnetic parameters of ferromagnetic alloys as well as the analysis of phase transformations into them in a wide range of temperatures are considered. Designing principles, circuits' decisions and parameters of the wide-range magnetometer for the magnetic phase analysis of alloys are given. The magnetometer allows observing a wide range of the processes during dynamics, which are accompanied by change of magnetization of studied object. High characteristics of the magnetometer are reached due to signal transformation by a method of synchronous detecting. Efficiency of use of the magnetometer is confirmed with results of pilot studies of cast alloys for permanent magnets on the base of Fe–Ni–Al–Co, deformable hard magnetic Fe–Cr–Co alloys, a number of constructional materials and their blankets after different types of superficial processing, amorphous magnetic materials, and magnetic suspensions on the liquid-metals' base.

Рассмотрены вопросы построения сравнительно недорогого, доступного в изготовлении вибрационного магнитометра и его использования для измерения магнитных параметров ферромагнитных сплавов, анализа фазовых превращений в них в широком интервале температур. Приведены принципы конструирования, схемные решения и параметры широкодиапазонного магнитометра для магнитного фазового анализа сплавов. Магнитометр позволяет наблюдать широкий круг процессов в динамике, сопровождающихся изменением намагниченности исследуемого объекта. Высокие характеристики магнитометра достигнуты благодаря преобразованию сигнала методом синхронного детектирования. Эффективность применения магнитометра подтверждена результатами экспериментальных исследований литых сплавов для постоянных магнитов на основе Fe–Ni–Al–Co, деформируемых магнитотвердых Fe–Cr–Co сплавов, ряда конструкционных материалов и их поверхностных слоёв после различных видов поверхностной обработки, аморфных магнитных материалов, магнитных суспензий на основе металлических расплавов.

**Ключові слова:** магнетометер вібраційний, намагнетованість насичення, висококоерцитивні матеріали, аморфні магнетні матеріали, обробка поверхнева лазерна.

*(Отримано 18 грудня 2012 р.)*

## 1. АНАЛІЗА ПРОБЛЕМИ ТА ПОСТАНОВКА ЗАДАЧІ

Практично будь-яку магнетну властивість матеріалу, доступну для вимірювання (до таких властивостей відносяться як первинні, або структурно нечутливі властивості, так і його структурно-чутливі магнетні характеристики), можна тим чи іншим шляхом використати для вивчення хемічного складу, фазової і кристалічної структури даного матеріалу [1]. Більшість магнетних властивостей матеріалів, доступних макроскопічним вимірюванням, є простими термодинамічними змінними, багато з них можна вивчати на одному й тому ж зразку. Більш того, вимірювання багатьох магнетних властивостей можна провести з такою швидкістю і точністю, яких нелегко добитися, застосовуючи інші фізичні методи дослідження. Магнетні вимірювання в металознавстві мають різноманітні області застосування: кількісну і якісну аналізу хемічного складу стопів, дослідження фазових діаграм і фазова аналіза, кінетика фазових перетворень, дослідження частинок нової фази при розпаді твердих розчинів, процеси дисперсійного твердіння, утворення карбідів, кристалізація аморфних стопів. Зокрема, у застосуванні до сталей [2, 3] з допомогою магнетної аналізи вирішують наступні завдання:

- визначення кількості карбідів у відпаленій сталі;
- визначення кількості залишкового аустеніту в загартованій сталі;

- дослідження процесів відпуску загартованої сталі, що в свою чергу дає можливість встановити температурні інтервали розпаду мартенситу та залишкового аустеніту, визначити кількість феромагнетних карбідних фаз в сталі (в деяких випадках визначити їх вміст і намагнетованість насичення), дослідити кінетику розпаду залишкового аустеніту, прослідкувати за перерозподілом компонентів сталі між  $\alpha$ -розчином і карбідними фазами (якісно);
- вивчення кінетики дифузійного перетворення аустеніту;
- дослідження кінетики проміжного перетворення переохолодженого аустеніту.

Особливо широке застосування серед магнетних метод дослідження в металознавстві знайшла магнетна фазова аналіза, можливості та ефективність котрої в значній мірі визначаються технічними характеристиками апаратури, що використовується для її провадження. У кількісній фазовій магнетній аналізі використовують властивості феромагнетиків, які вони набувають у сильних магнетних полях — в стані технічного насичення. Первинні магнетні властивості, котрі є структурно нечутливими, одержують з кривої температурної залежності намагнетованості насичення. Такими характеристиками є намагнетованість насичення  $I_s$  і точка Кюрі  $\Theta_c$ . Ці величини дають інформацію про фазовий склад стопу і його зміни в процесі певних термічних операцій, а також в процесі деформування. Точку Кюрі і намагнетованість насичення прийнято називати первинними магнетними властивостями, так як їх значення визначаються самою природою феромагнетної фази (кристалічною ґратницею, електронною будовою атомів, хемічним складом фази). Це обумовлює слабку залежність вказаних характеристик від пружних напружень, форми і розмірів частинок феромагнетної фази в стопі [3]. Важливим наслідком, котрий витікає з наведеного є також те, що спостережувані в процесі дослідження певного стопу зміни намагнетованості і точки Кюрі окремих фаз не пов'язані з ростом їх частинок (від розміру  $10^{-6}$  см), а обумовлені лише зміною хемічного складу фази їх кристалічної будови. Важливо відмітити, що основуючись на цих даних, є можливість вивчати кінетику утворення фаз на самих ранніх стадіях процесу (при розмірі частинок до  $10^{-6}$  см) зростанням намагнетованості і точки Кюрі до їх нормальних значень. Таким чином, слабка залежність намагнетованості насичення і точки Кюрі від напруженого стану, від форми і ступеня дисперсності феромагнетика дозволяє вибрати ці фізичні параметри в якості характеристик фази. Якщо в рентгеноструктурній аналізі класифікація фаз системи проводиться за кристалічними ґратницями, то в магнетній фазовій аналізі з цією метою використовують магнетні властивості фаз ( $I_s$  та  $\Theta_c$ ). Своєрідність цих величин значно полегшує дослідження систем, в котрих напруженість фаз, їх дисперсність і форма змінюються в широких межах в

залежності від умов термічної обробки. Саме ті фактори, котрі сильно впливають на результати кількісної рентгенівської аналізи, в магнетній фазовій аналізі практично не впливають на результати дослідження.

Оскільки, як було відмічено вище, намагнетованість насичення практично не залежить від форми, дисперсності і напруженого стану фази, магнетний момент феромагнетика є лінійно залежним від його маси (об'єму):

$$M = \sigma_s m, \quad (1)$$

де  $M$  — магнетний момент зразка;  $\sigma_s$  — питома намагнетованість зразка;  $m$  — маса зразка.

Залежність справедлива не лише для однофазних феромагнетних тіл, вона зберігається і у випадку, коли тіло складається з кількох феромагнетних фаз. Магнетний момент гетерогенної системи підлягає закону адитивності:

$$M = \sum_i M_i. \quad (2)$$

В практичному використанні закону адитивності зручніше оперувати не з магнетними моментами, а з їх питомими характеристиками:

$$\sigma_s = \sum_i \frac{q_i}{100} (\sigma_s)_i, \quad (3)$$

де  $\sigma_s$  — питома намагнетованість зразка;  $(\sigma_s)_i$  — питома намагнетованість  $i$ -ї фази;  $q_i$  — масовий відсоток  $i$ -ї фази.

Доповнюючи рівняння (1) співвідношенням масових відсотків

$$\sum_i q_i = 100, \quad (4)$$

одержуємо систему рівнянь, котра використовується у всіх задачах магнетної фазової аналізи.

Як було зазначено, обов'язковою умовою виконання кількісної магнетної фазової аналізи є використання насичуючих магнетних полів. В роботах [3, 4] на підставі літературних та експериментальних даних зроблено висновок про те, що оптимальним значенням напруженості магнетного поля при проведенні кількісної магнетної фазової аналізи слід вважати не менше  $560 \text{ кА}\cdot\text{м}^{-1}$ . Стверджується, що таке значення придатне не лише при дослідженні вуглецевих сталей і широкого класу середньо легованих сталей, а й при вивченні високолегованих сталей, котрі містять парамагнетні карбіди.

Для здійснення магнетної фазової аналізи необхідно експериме-

нтально побудувати температурну залежність намагнетованости насичення зразка досліджуваного стопу. Апаратура для аналізу повинна забезпечити вимірювання магнетних властивостей в широкому інтервалі температур та швидкостей нагрівання та охолодження, що дало би можливість моделювати необхідну термічну операцію і слідкувати за характером фазових перетворень, котрі відбуваються в досліджуваному стопі в процесі термічної обробки.

Особливістю визначення температури переходу в парамагнетний стан ряду дисперсних магнетних систем є необхідність проведення їх магнетної фазової аналізи за високих швидкостей нагрівання [5, 6]. Оскільки в ряді випадків маса досліджуваних зразків може мати дуже малі значення (аморфні плівки, поверхневі шари після різних видів поверхневої обробки) і, як наслідок, величина магнетного моменту порівняно невелика (від  $10^{-2}$  до  $10^{-3}$  А·м<sup>2</sup>), прилад повинен володіти достатньо високою чутливістю.

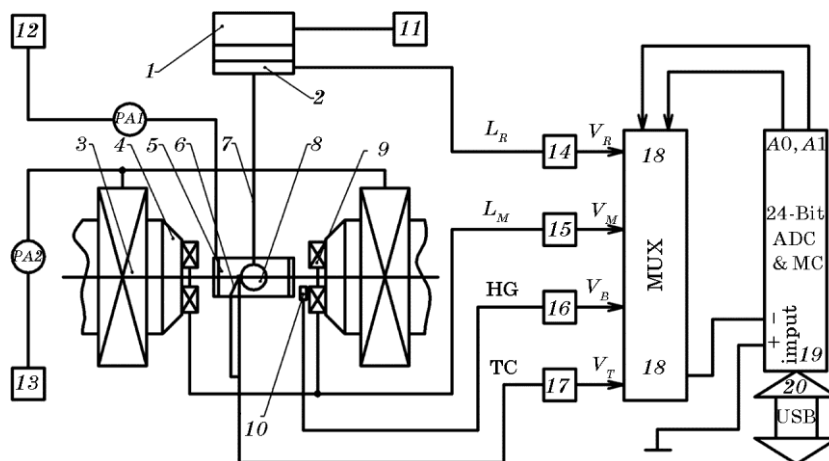
Для таких досліджень найбільш доцільно використати методу вібруючого зразка, що реалізується вібраційними магнетометрами [7, 8]. Вартість таких вібраційних магнетометрів сягає понад сто тисяч доларів США, їх придбання в рамках державного фінансування науки є проблематичним. Відповідно до цього в даній роботі було поставлене завдання модернізації розробленого та виготовленого в Національному університеті «Львівська політехніка» вібраційного магнетометра з метою суттєвого підвищення ефективности магнетної аналізи матеріалів. Модернізацію проводили шляхом розробки та виготовлення експериментального зразка USB-сумісного програмно-керованого сигнального перетворювача вказаного вібраційного магнетометра (в подальшому USB-MAG-адаптера).

В рамках поставленого завдання відзначимо, що створення високорецизійної вимірювальної та сенсорної техніки ставить завдання подальшого підвищення параметрів сигнальних перетворювачів [9]. Крім традиційних для сучасних мікропроцесорних пристроїв задач аналого-цифрового перетворення, цифрового фільтрування, компресії тощо, значну актуальність мають сигнальні перетворювачі попередньої аналогової обробки сигналу. Саме від їх якості залежать такі параметри, як завадостійкість, рівень шумів та динамічний діапазон [10, 11]. Відповідно до тенденції розвитку електронної апаратури важливими вимогами до сигнальних перетворювачів є можливість функціонування з низьковольтними однополярними джерелами живлення (3 В і нижче), *rail-to-rail* режим роботи, мікропотужне споживання тощо [12]. Завадостійкість розробленого в даному проекті сигнального перетворювача базується на принципі синхронного детектування сигналу [13] і реалізується на новітній елементній базі — мікропотужних *rail-to-rail* операційних підсилювачах, CMOS двонапрямлених низькоомних аналогових ключах з цифровим керуванням та мікроконверторах, що інтегру-

ють високоякісні аналого-цифрові перетворювачі та мікропроцесори подальшого цифрового перетворення сигналу.

## 2. ПРИНЦИП РОБОТИ ТА ОСНОВНІ ВУЗЛИ ВІБРАЦІЙНОГО МАГНЕТОМЕТРА

У проміжку електромагнету (рис. 1) між полюсами 4 встановлений зразок 8. Коливальні рухи у вертикальному напрямку надаються зразку за допомогою стрижня 7 від вібратора електродинамічного типу 1, котрий забезпечує амплітуду коливань від 0,5 мм до 1,0 мм) при порівняно невисокій споживаній потужності, підведеній від генератора синусоїдальних сигналів 12. Контроль амплітуди вібрації здійснюється за напругою від датчика амплітуди вібрації 2. Вимірювальні котушки 10 розміщені у мідних водоохолоджуваних обоймах на полюсах електромагнету. Обмотки перетворювачів ввімкнені послідовно і назустріч одна одній, що забезпечує максимальний сумарний сигнал при зниженні до мінімуму впливу зовнішніх змінних магнетних полів за рахунок компенсації завад.



**Рис. 1.** Структурна схема вібраційного магнетометра: 1 — вібратор; 2 — датчик амплітуди вібрації; 3 — обмотки електромагнета; 4 — полюс електромагнета; 5 — електропіч; 6 — термopapa; 7 — вібруючий стрижень; 8 — зразок; 9 — вимірювальні котушки; 10 — Голлів датчик; 11 — генератор сигналів низькочастотний; 12 — блок живлення електропечі; 13 — реверсивний блок живлення електромагнету; 14 — модуль формування опорного сигналу RF; 15 — модуль формування інформаційного сигналу DM; 16 — модуль формування сигналу магнетного поля BT, 17 — модуль формування сигналу температури TC; 18 — мультиплексор (MUX); 19 — аналого-цифровий перетворювач (24-Bit ADC & MC); 20 — інтерфейсний модуль (USB).

Величина електрорушійної сили (е.р.с.), наведеної у вимірювальних котушках вібраційного магнетометра магнетним моментом зразка, що коливається, при достатньо малій амплітуді коливань:

$$E = kMAfn, \quad (5)$$

де  $k$  — коефіцієнт, котрий залежить від геометрії та розміщення перетворювачів,  $M$  — магнетний момент досліджуваного зразка,  $A$  — амплітуда вібрації,  $f$  — частота вібрації,  $n$  — число витків у котушці.

Для досягнення високої чутливості вібраційного магнетометра необхідна максимальна стабільність і однорідність магнетного поля. Будь-яка нестабільність або зовсім несуттєві вібрації котушок, поміщених в неоднорідне магнетне поле, будуть наводити завади в приймаючих індукційних перетворювачах, знижуючи таким чином чутливість вимірювань. Нами був застосований універсальний лабораторний електромагнет відкритого типу розробки фізичного факультету МДУ моделю ФЛ-1. Ярмо електромагнету відлите із заліза «армко». Керни діаметром 122 мм поміщені у втулки, впресовані в ярмо. На керни можна насаджувати наконечники різних діаметрів, причому керни легко переміщуються вздовж втулок за допомогою маховиків, що дозволяє встановлювати необхідний проміжок між полюсами наконечників в межах від 0 до 100 мм. На кожний полюс поміщено по 2 котушки, обмотки котрих є можливість, за потребою, вмикати в коло живлення послідовно або паралельно. Максимальна споживана потужність складає 3 кВт. Напруженість магнетного поля при діаметрі полюсних наконечників 20 мм в проміжку 12 мм складає 2000 кА/м. Неоднорідність величини магнетного поля не перевищує 0,07% у діаметрі 50 мм за діаметру полюсних наконечників рівним 100 мм. Живлення обмоток електромагнету 3 здійснюється реверсивним блоком живлення 17. Напруженість магнетного поля в робочому проміжку електромагнету контролюється за допомогою Голлового перетворювача 11, встановленого в робочому проміжку. Максимальна напруженість магнетного поля при довготривалих температурних вимірюваннях не менше 1200 кА/м.

Використано вібратор електродинамічного типу 1, сконструйований з урахуванням наступних головних вимог: забезпечення синусоїдальних коливань постійної частоти, стабільність амплітуди вібрації при зміні маси зразків та умов тертя, стабільність фази сигналу датчика амплітуди. Вібратор складається з магнетопроводу, двох оксидно-барієвих магнетів і двох котушок, поміщених в проміжках магнетних систем. Одна з котушок служить для надання коливань вібратору, друга є датчиком рівня амплітуди коливань і джерелом опорного сигналу 2. Сигнал датчика амплітуди викорис-

товується для від'ємного зворотного зв'язку в схемі стабілізації амплітуди коливань зразка. Вібратор встановлений на опорній плиті. Для запобігання передачі коливань від вібратора вимірювальним котушкам, опорна плита встановлена на опорах, що поглинають вібрацію.

Розміщення та конструкція вимірювальних котушок  $10$  повинні забезпечити належну компенсацію для мінімізації шумових ефектів від зовнішніх магнетних завад, стійкість сигналу до незначних відхилень від середнього положення зразка, оптимальне щеплення потоку магнетного диполя з котушками з метою одержання максимального співвідношення сигнал–шум, достатній простір для розміщення мікропечі або кріостата в мінімально можливому проміжку між полюсами, стабільність температури обмоток при нагріванні та охолодженні зразка, зручність заміни зразка. Робочий проміжок електромагнету при роботі з електропіччю складає  $40$  мм, максимальна напруженість магнетного поля  $1,7$  Тл.

Для вимірювання магнетних характеристик та їх температурних залежностей феромагнетних зразків масою до  $600$  мг в широкому температурному інтервалі застосовували обойму з титанового стопу з низьким магнетним моментом і достатньою жаростійкістю. Для дослідження властивостей порошкових матеріалів в [14, 15] запропоновано спеціальні капсули, але вони не придатні для проведення вимірювань при нагріванні. В даній роботі для високотемпературних вимірювань магнетних властивостей порошкових матеріалів використовували циліндричні титанові контейнери, кришка котрих виконувала функцію пуансону під час пресування матеріалу з необхідним зусиллям в контейнері. Вимірювання низьких значень магнетного моменту проводили в обоймах з кварцу, тефлону, поліметилметакрилату. Спеціальні тримачі були розроблені для дослідження фольг аморфних матеріалів. Температуру зразка контролювали хромель-копелевою або платино-платинородієвою термопарами (6).

Точність вимірювань вібраційним магнетометром залежить від точности його калібрування. Нами була застосована метода порівняння, коли магнетометер калібрують за допомогою еталону з відомим магнетним моментом. Застосування методи порівняння для калібрування вимагає забезпечення наступних умов:

- незначні зміни в положенні та відхилення від ідеальної сферичної симетрії не впливає на калібрувальну постійну;
- частота і амплітуда коливань залишаються незмінними;
- тримач зразка (контейнер) вносить лише незначну постійну величину до величини сигналу і може бути віднятий від нього;
- напруга сигналу — лінійна функція магнетного моменту зразка.

За магнетним моментом зразка обчислювали його питому намагнетованість, як магнетний момент одиниці маси зразка. Викорис-



тання при температурних вимірюваннях питомої намагнетованості насичення  $\sigma_s$  має перевагу у порівнянні з намагнетованістю насичення  $I_s$ , оскільки для обчислення  $I_s$  необхідно знати густину матеріалу при різних температурах. Використовуючи вираз (1) для намагнетованості насичення зразка та еталону, одержуємо:

$$\sigma_{sx} = \frac{E_x}{E_{et}} \frac{\sigma_{set} m_{et}}{m_x}, \quad (6)$$

де  $\sigma_x$  — питома намагнетованість зразка,  $E_x$  — е.р.с., наведена зразком в індуктивних перетворювачах при вимірюванні,  $E_{et}$  — е.р.с., наведена еталонном,  $\sigma_{set}$  — питома намагнетованість еталону,  $m_x$  — маса зразка,  $m_{et}$  — маса еталону. В якості еталону застосовували чистий непористий нікель з густиною  $\rho = 8,9 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$ .

### 3. ВИМІРЮВАЛЬНА СХЕМА АВТОМАТИЗОВАНОГО ЗБОРУ ТА ОБРОБКИ ДАНИХ

У вібраційних магнетометрах застосовують дві методи вимірювань — пряму [16] або компенсаційну [17, 18]. Остання, в свою чергу має два різновиди: методу струмової оболонки і диференційну методу. Компенсаційна метода дає можливість уникнути залежності результатів вимірювань від значень амплітуди і частоти коливань.

Однак високотемпературні вимірювання проводити методом струмової оболонки немає можливості, оскільки компенсувальна котушка, котра охоплює зразок, при нагріванні вийде з ладу. Одночасно слід відмітити, що в цій методі має місце обмеження динамічного діапазону магнетометра зверху, обумовлене тепловою дією струму в компенсувальній котушці. Застосування ж диференційної методи вимагає суттєвого ускладнення конструкції. Окрім того, при реалізації диференційної схеми виникають значні труднощі при забезпеченні точної і стійкої компенсації за величиною та фазою сигналів від досліджуваного та еталонного зразків, що особливо ускладнюється під час вимірювань при високих швидкостях зміни температури. На підставі вищезазначеного вважаємо оптимальним проведення високотемпературних вимірювань прямою методом, попередньо прийнявши заходи із стабілізації параметрів механічних коливань зразка. Необхідна умова забезпечення достатньої точності вимірювань прямою методом — постійність амплітуди і частоти коливань зразка.

Основною причиною нестабільності амплітуди коливань є зміни в рухомих частинах магнетометра. В зв'язку із цим механічну частину магнетометра виготовляли та налагоджували з особливою ретельністю. Стабільність параметрів вимірювань визначається, окрім того, стабільністю генератора змінного струму, котрий жи-

вить вібратор. Стабілізацію амплітуди коливань здійснювали шляхом забезпечення від'ємного зворотного зв'язку генератора.

Для формування, передавання через USB-порт до персонального комп'ютера та візуалізації сигналів вібраційного магнетометра в рамках поставленого в даній роботі завдання було розроблено, виготовлено та проведено апробацію експериментального зразка USB-MAG-адаптера вібраційного магнетометра. Основними вузлами USB-MAG-адаптера є (рис. 2):

1. стабілізатор опорної напруги (на операційному підсилювачі  $OA_1$ );
2. модуль формування опорного сигналу  $RF$  ( $OA_2, OA_3, OA_4, OA_5$ );
3. модуль формування інформаційного сигналу  $DM$  ( $OA_6, OA_7, OA_8$ ,

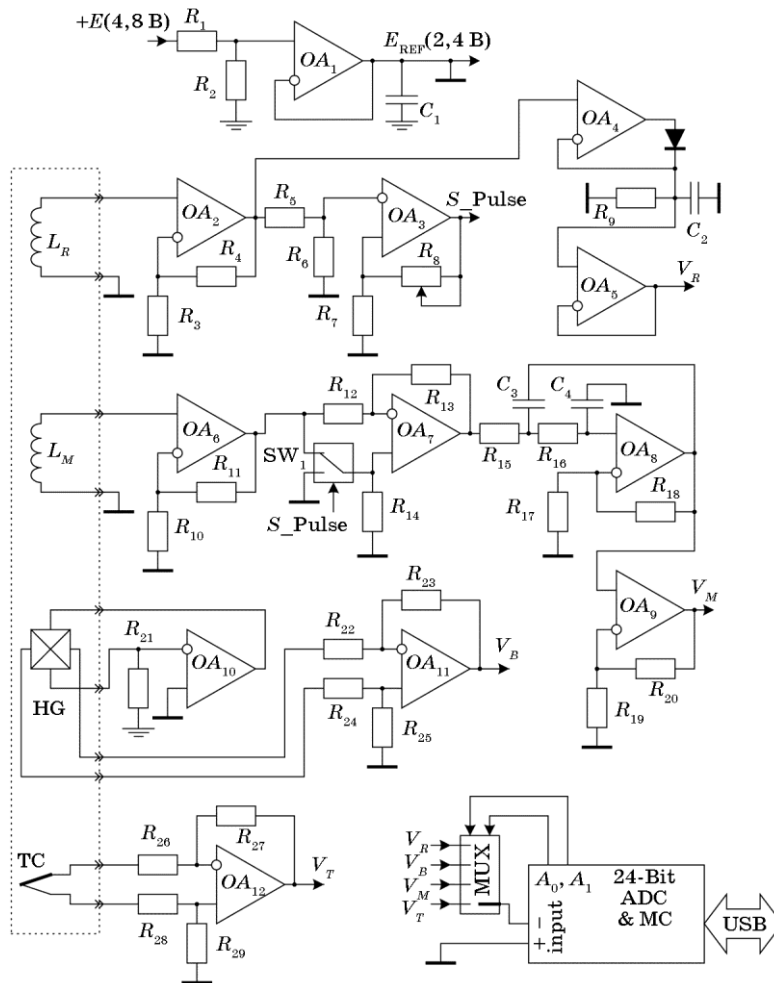


Рис. 2. Спрощена структурна електрична схема USB-MAG-адаптера.

- $OA_9$ );
4. модуль формування сигналу ВТ магнетного поля ( $OA_{10}$ ,  $OA_{11}$ );
  5. модуль формування сигналу ТС температури ( $OA_{12}$ );
  6. мультиплексор (MUX);
  7. аналого-цифровий перетворювач (24-Bit ADC & MC);
  8. інтерфейсний модуль (USB).

Висока завадостійкість сигналу USB-MAG-адаптера забезпечується синхронним детектором, що є основою модуля формування інформаційного сигналу DM (рис. 3). Синхронне детектування реалізується шляхом перемикання кола зворотного зв'язку операційного підсилювача. В додатному півперіоді ключ SW замикає вхідну напругу  $V_{in}$  на неінвертувальний вхід операційного підсилювача  $OA$ . В такому режимі  $OA$  виконує функцію повторювача вхідної напруги:  $V_{out} = V_{in}$ . У від'ємному півперіоді ключ замикає неінвертувальний вхід  $OA$  на землю, що переводить  $OA$  в режим інвертора. При  $R_1 = R_2$  величина вихідної напруги не змінюється; змінюється лише її знак  $V_{out} = -V_{in}$ . Резистор  $R_2$  необхідний лише для зменшення паразитного проходження сигналу через розімкнений ключ та прискорення перехідних процесів. Періодичне перемикання ключа SW здійснюється синхронізувальними імпульсами, що формуються шляхом компарування модульованого сигналу з певним значенням опорної напруги.

Особливе значення має вибір ключа SW, що періодично перемикає неінвертувальний вхід операційного підсилювача. Вимогами до цього ключа є мінімальний опір у відкритому стані, відсутність спотворень сигналу та можливість функціонування з низьковольтними джерелами живлення. Цим вимогам у повній мірі відповідають інтегральні схеми аналогових ключів типу ADG736 (Analog Devices, USA). Зокрема, ці аналогові ключі забезпечують нормальне функціонування від низьковольтних однополярних джерел живлення 3 В, а опір їх ключів не перевищує 4 Ом.

USB-MAG-адаптер реалізовано на двох друкованих платах —

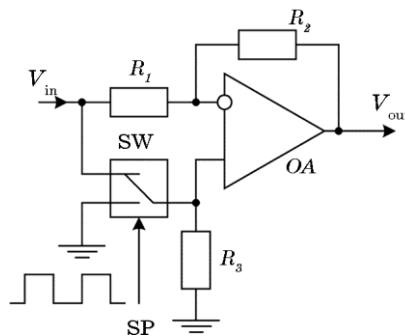


Рис. 3. Спрощена схема синхронного детектора.

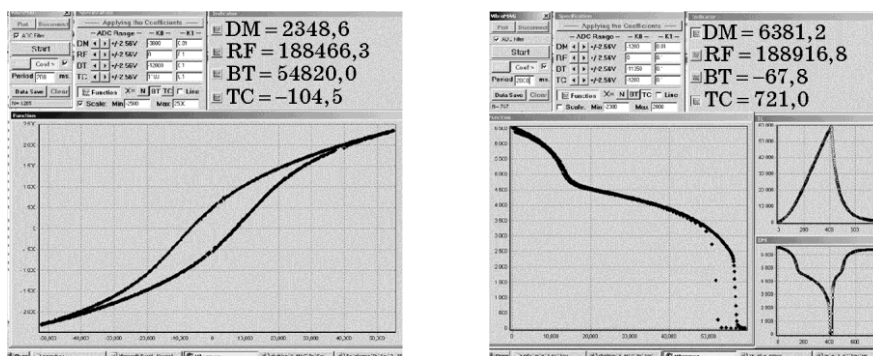


Рис. 4. Програмне забезпечення USB-MAG-адаптера та приклад реєстрації результатів вимірювання.

платі аналогового та цифрового сигнального перетворення. USB-інтерфейсний модуль реалізовано на контролері FT232R USB-UART.

Живлення USB-адаптера забезпечується безпосередньо від шини живлення USB-порта. Передбачено чотири сигнальні рознімачі: до першого INSYN приєднується вимірювальна котушка вібраційного магнетометра, що формує інформаційний DM-сигнал, до другого ACSYN — котушка опорного RF-сигналу коливання, до третього HG — сенсор BT магнетного поля в зазорі електромагнету, а до четвертого — сигнал TC температури досліджуваної проби.

Для керуванням USB-адаптером та оброблення даних вимірювання розроблено програмне забезпечення VibroMAG (рис. 4). Основними вікнами VibroMAG є:

- вікно керування «VibroMAG», в якому визначаються параметри інтерфейсу (Port), відбувається з'єднання з портом комп'ютера, встановлюються параметри вимірювання та запис одержаних результатів;
- вікно «Indicator», в якому візуалізуються числові результати вимірювання DM-, RF-, BT- та TC-сигналів;
- вікно «Indicator», в якому встановлюються діапазони вимірювання сигналів (AD Range), та коефіцієнти  $K_0$ ,  $K_1$ , які зв'язують сигнали з результатами вимірювання;
- вікна «DM», «RF», «BT» та «TC», в яких графічно візуалізуються результати вимірювання.

#### 4. ХАРАКТЕРИСТИКИ МАГНЕТОМЕТРА

##### Функціональні можливості магнетометра.

Вимірювання за кімнатної температури:

1. петля гістерези;

2. часткова петля гістерези;
3. початкова крива намагнетування;
4. крива розмагнетування;
5. залежність магнетного моменту від орієнтації зразка.

Температурні вимірювання:

1. термомагнетні вимірювання ( $M_s-T$ );
  2. високотемпературні гістерезисні вимірювання;
  3. часові залежності магнетного моменту при різних температурах.
- Технічна характеристика вібраційного магнетометра:
1. інтервал вимірюваних значень магнетного моменту,  $A \cdot m^2$  —  $5 \cdot 10^{-6}$ –1000;
  2. мінімальна маса досліджуваного зразка, кг —  $5 \cdot 10^{-5}$ ;
  3. максимальне значення напруженості магнетного поля в робочому проміжку електромагнета,  $kA \cdot m^{-1}$ :  
при роботі без мікропечі — 1600,  
при роботі з мікропеччю — 1200;
  4. швидкість нагрівання та охолодження зразків не більше,  $град \cdot хв^{-1}$  — 1000;
  5. похибка вимірювання магнетного моменту не більше, % —  $\pm 4$ ;
  6. похибка вимірювання напруженості магнетного поля не більше, % —  $\pm 3$ ;
  7. температурний інтервал вимірювання, К — 80–1100;
  8. максимальна споживана потужність, кВт — 3,5.

## 5. ПРИКЛАДИ ДОСЛІДЖЕНЬ, ВИКОНАНИХ ЗА ДОПОМОГОЮ МАГНЕТОМЕТРА

**Деформовні стопи для постійних магнетів на основі Fe–Cr–Co.** Висока коерцитивна сила деформовних магнетів на основі Fe–Cr–Co досягається внаслідок дисперсного  $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$ -розпаду. В результаті утворюється структура, що складається з анізотропних включень  $\alpha_1$ -фази, збагачених залізом і кобальтом, орієнтованих вздовж напрямку магнетного поля, прикладеного під час термомагнетної обробки, що знаходяться у слабомагнетній (парамагнетній)  $\alpha_2$ -матриці, збагаченій хромом [19].

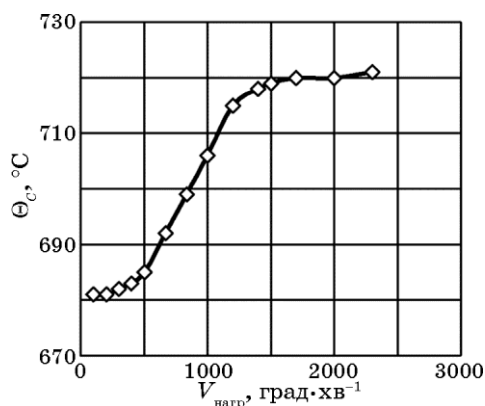
Проводили магнетну аналізу з врахуванням специфіки структури досліджуваного стопу з метою визначення температур Кюрі фаз та їх питомих намагнетованостей на різних стадіях повного циклу оптимальної термічної обробки. Досліджували деформовний магнетотвердий стоп X28K23 (Fe–28 мас.% Cr–23 мас.% Co), для одержання максимальної магнетної енергії котрого проводили термічну обробку за наступним режимом: нагрівання до 1280°C, витримка 40 хв., гартування у воді (Г); нагрівання до температури 640°C, ізотермічна термомагнетна обробка в магнетному полі напруженістю 160  $kA \cdot m^{-1}$  впродовж 40 хв. (ІТМО); ступінчастий відпуск (СВ):

620°C — 1 год., 600°C — 1 год., 580°C — 2 год., 560°C — 4 год. Максимальна магнетна енергія після повного циклу термічної обробки складала 16 кДж·м<sup>-3</sup>.

Особливістю визначення температури переходу в парамагнетний стан дисперсних магнетних систем, якими є досліджувані стопи, є необхідність проведення їх магнетної фазової аналізи при високих швидкостях нагрівання з тим, щоб звести до мінімуму можливість протікання дифузійних процесів між високодисперсними включеннями і матрицею. Лише при забезпеченні вказаних умов проведення вимірювань зафіксовану точку Кюрі можна віднести до включень сильномагнетної  $\alpha_1$ -фази того складу, котрий обумовлений термічною обробкою, що передувала нагріванню і одержати інформацію про склад сильномагнетної фази.

Вперше необхідність визначення температури Кюрі дисперсної фази за високої швидкості нагрівання була обґрунтована в роботі [5] для дисперсійно-твердого литого стопу для постійних магнетів ЮНДК24. Робота була виконана в Інституті металофізики НАН України за допомогою установки електроконтактного нагрівання [20] з використанням магнетометра для вивчення швидкоплинних процесів [21]. Була визначена температура Кюрі сильномагнетної дисперсної фази — 900°C (проти значень від 850°C до 860°C, визначених різноманітними методами за низьких швидкостей нагрівання [22]).

Максимальна швидкість нагрівання у пропонованому вібраційному магнетометрі складала 2000 град·хв<sup>-1</sup>. Дослідження залежності точки Кюрі стопу Х28К23 після ізотермічної термомагнетної обробки і багатоступеневого відпуску від швидкості нагрівання показали (рис. 5), що швидкість нагрівання 1500 град·хв<sup>-1</sup> є достатньою для проведення фазової аналізи магнетотвердих стопів на ос-

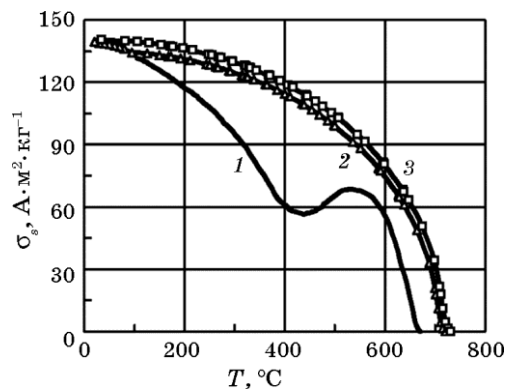


**Рис. 5.** Залежність температури магнетного перетворення стопу Х28К23 від швидкості нагрівання.

нові Fe–Cr–Co [23].

Температурні залежності питомої намагнетованості насичення стопу X28K23 (рис. 6) вимірювали при нагріванні зі швидкістю  $2000 \text{ град}\cdot\text{хв}^{-1}$  після проходження різних стадій оптимальної обробки. При нагріванні зразка, загартованого від  $\alpha$ -області, зі швидкістю  $2000 \text{ град}\cdot\text{хв}^{-1}$  спостерігається зростання питомої намагнетованості насичення за температур, вище  $400^\circ\text{C}$  з максимумом при більш високих температурах (рис. 6, крива 1). Слід зазначити, що криві температурної залежності питомої намагнетованості насичення загартованих зразків характеризуються зворотністю при нагріванні і охолодженні до  $400^\circ\text{C}$ , що вказує на відсутність перетворень в твердому розчині до вказаних температур. При подальшому нагріванні, незважаючи на значну швидкість зміни температури, відбувається розпад гомогенної  $\alpha$ -фази з утворенням  $\alpha_1$ -фази, збагаченої залізом і кобальтом, що супроводжується ростом намагнетованості насичення. У даному випадку температуру Кюрі стопу не слід відносити до зафіксованого гартуванням твердого розчину  $\alpha$ . При цьому температура магнетного перетворення стопу при нагріванні після гартування складає  $660^\circ\text{C}$ . Температуру Кюрі  $720^\circ\text{C}$  (рис. 6, крива 3) слід віднести до магнетного перетворення сильномагнетної  $\alpha_1$ -фази хемічного складу, котрий обумовлений попередньою термічною обробкою, а саме збагаченою залізом і кобальтом і збідненою хромом в процесі відпуску.

Температурні залежності питомої намагнетованості стопу після ізотермічної термомагнетної обробки та проміжних стадій відпуску досліджуваного стопу характеризуються наявністю перегину в інтервалі від  $400^\circ\text{C}$  до  $90^\circ\text{C}$  (для прикладу — рис. 6, крива 2). Слід зазначити, що у вказаному температурному інтервалі знаходиться

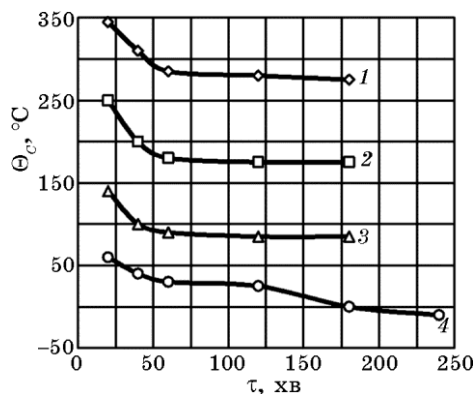


**Рис. 6.** Температурні залежності питомої намагнетованості насичення стопу X28K23: 1 —  $\Gamma$ ; 2 —  $\Gamma + \Gamma\text{TMO} + \text{CB}$  на 1, 2, 3 стадії; 3 —  $\Gamma + \Gamma\text{TMO} + \text{CB}$  на 1, 2, 3, 4 стадії.

точка Кюрі слабomagнетної  $\alpha_2$ -фази. До точки перегину температурна залежність намагнетованості ступу є сумою температурних залежностей намагнетованостей насичення двох фаз —  $\alpha_1$  і  $\alpha_2$ . Вище неї намагнетованість ступу визначається температурною залежністю намагнетованості сильномагнетної фази. На рисунку 7 наведені залежності температури Кюрі від тривалості старіння за різних температур збагаченої хромом слабomagнетної  $\alpha_2$ -фази. Одержані результати свідчать, що під час багатоступеневого відпуску завдяки процесам перерозподілу компонентів між фазами температура Кюрі  $\alpha_2$ -фази в результаті збагачення хромом знижується від  $280^\circ\text{C}$  після першої ступені до температур, нижчих за кімнатну, після останньої ступені. Під час багатоступеневого відпуску коерцитивна сила зростає від  $1,8 \text{ кА}\cdot\text{м}^{-1}$  (після ізотермічної термомагнетної обробки) до  $62 \text{ кА}\cdot\text{м}^{-1}$  (після останньої ступені), коли структура ступу характеризується ізольованими феромагнетними включеннями  $\alpha_1$ -фази в парамагнетній  $\alpha_2$ -матриці. Слід зазначити, що ні рентгеноструктурна, ні електронно-мікроскопічна методи не виявили будь-яких структурних змін в ступі після багатоступеневого відпуску [24].

Для визначення намагнетованостей насичення фаз шляхом екстраполяції ділянки кривої їх температурної залежності від температур, вищих за точку Кюрі слабomagнетної фази, до кімнатної (рис. 6, крива 2) розділяли вклади фаз в загальну намагнетованість насичення ступу. Приймаючи, що співвідношення мас фаз ступу відповідає співвідношенню їх об'ємів, визначеному електронно-мікроскопічними дослідженнями [19] і складає 0,55 і 0,45 відповідно для  $\alpha_1$  і  $\alpha_2$ -фаз розраховували питомі намагнетованості насичення фаз  $\sigma_{s1}$ ,  $\sigma_{s2}$  та намагнетованості насичення  $I_{s1}$ ,  $I_{s2}$  за методикою [3].

Отже, магнетометричними дослідженнями встановлено, що на-



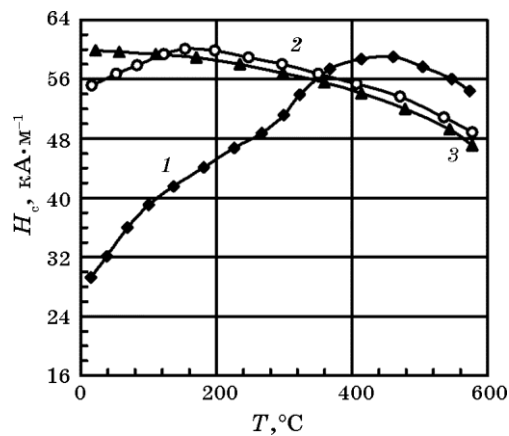
**Рис. 7.** Залежність температури Кюрі  $\alpha_2$ -фази від тривалості старіння при різних температурах старіння ступу: 1 —  $620^\circ\text{C}$ , 2 —  $600^\circ\text{C}$ , 3 —  $580^\circ\text{C}$ , 4 —  $560^\circ\text{C}$ .



магнетованість насичення  $\alpha_1$ -фази під час ступеневого відпуску за рахунок збагачення залізом і кобальтом зростає від 1470 Гс до 1970 Гс, а  $\alpha_2$ -фази в результаті збагачення хромом знижується від 616 Гс до нульового значення після останньої ступені. Показано, що під час багатоступеневого відпуску стопу X28K23 в результаті розмежування компонентів між фазами температура Кюрі  $\alpha_2$ -фази знижується від 400°C і до температур, нижчих за кімнатну, в результаті чого коерцитивна сила зростає від 1,8 кА·м<sup>-1</sup> до 62 кА·м<sup>-1</sup>. На температурних залежностях коерцитивної сили при температурах Кюрі  $\alpha_2$ -фази спостерігається максимум (рис. 8, крива 2).

**Аморфні магнетні стопи.** Магнетометричну аналізу застосовували для дослідження релаксаційних процесів в аморфних стопах за зміною структурно чутливих магнетних властивостей в результаті відпалу за різних температур. Вивчення кінетики процесів кристалізації здійснювали шляхом вимірювання температурних залежностей намагнетованості при нагріванні з різними швидкостями та визначення температур Кюрі стопу в аморфному і закристиалізованому стані.

Аморфний стоп  $\text{Co}_{77}\text{Si}_8\text{B}_{15}$  у вигляді стрічки шириною 10 мм і товщиною 25 мкм одержували спінінгуванням розтопу. Аморфний стан стрічки підтверджено рентгеноструктурною аналізою на дифрактометрі ДРОН-3М. Зразки для магнетометричних досліджень у формі кругів діаметром 4,5 мм після гартування відпалювали у вакуумній печі протягом 1 год. за температур 420 К, 520 К, 570 К, 670 К, 770 К, 820 К, 1040 К. Вимірювали початкові криві намагнетування, коерцитивну силу, намагнетованість насичення та її температурну залежність при нагріванні зі швидкостями від 7 град·хв<sup>-1</sup> до 140 град·хв<sup>-1</sup> за напруженості магнетного поля 960 кА/м [25].



**Рис. 8.** Температурні залежності коерцитивної сили стопу X28K23: 1 — Г; 2 — Г + ІТМО + СВ на 1, 2, 3 стадії; 3 — Г + ІТМО + СВ на 1, 2, 3, 4 стадії.

Перетворення, що відбуваються при нагріванні аморфних стопів умовно поділяють на два типи: структурну релаксацію і кристалізацію. Структурні зміни, що передують процесам кристалізації, дифракційними методами виявити важко [26,27], але вони добре ідентифікуються за зміною структурно чутливих властивостей, в тому числі магнетних. Аналіза початкових кривих намагнетування (рис. 9) показала, що з ростом температур ізотермічних витримок стопу  $\text{Co}_{77}\text{Si}_8\text{B}_{15}$  на перших стадіях релаксаційних процесів відбувається підвищення магнетної проникності, що досягає максимальних значень після витримки при 470 К.

Збільшення магнетної проникності є наслідком процесів структурної релаксації. Нестабільні атомні конфігурації, що виникають при гартуванні, переходять в більш стабільні шляхом невеликих атомних зміщень. Структурна релаксація є незворотна. Зміщення атомів в процесі структурної релаксації менше міжатомових відстаней і відбуваються вони в локальних областях. Як відмічено в [28], розглядаючи структурну релаксацію, слід враховувати геометричний (топологічний) та хемічний близький порядок.

При достатньому нагріванні з'являється можливість для переміщення атомів на більші віддалі і починаються процеси кристалізації, відповідальні за погіршення магнетом'яких властивостей досліджуваного стопу. Початок кристалізації в досліджуваному стопі при температурах вище 400°C супроводжується виділенням збагаченої кобальтом магнетної фази. Створена структура, котра характеризується наявністю дисперсних магнетних частинок в немагнетній аморфній матриці має інший механізм перемагнетування — когерентного обертання, що супроводжується різким ростом зна-

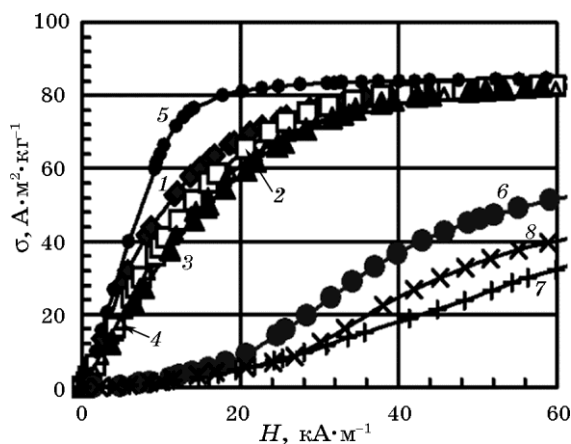
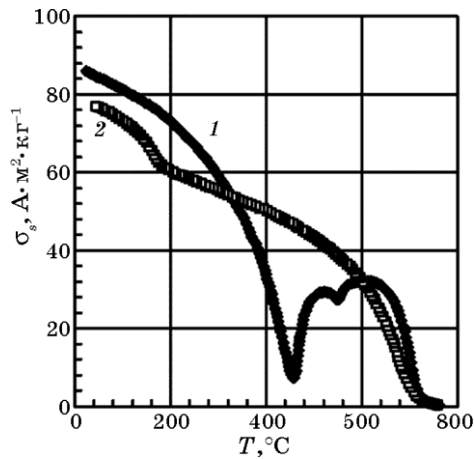


Рис. 9. Початкові криві намагнетування аморфного стопу  $\text{Co}_{77}\text{Si}_8\text{B}_{15}$  після відпалу за різних температур: 1 — аморфний, 2 — 420°C, 3 — 520°C, 4 — 570°C, 5 — 670°C, 6 — 770°C, 7 — 820°C, 8 — 1040°C.

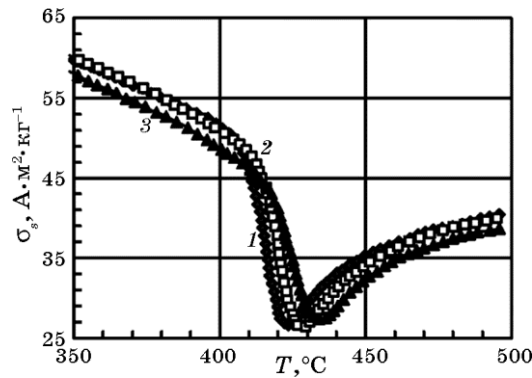


**Рис. 10.** Температурні залежності намагнетованості насичення аморфного стопу  $\text{Co}_{77}\text{Si}_8\text{B}_{15}$ ; 1 — нагрівання, 2 — охолодження.

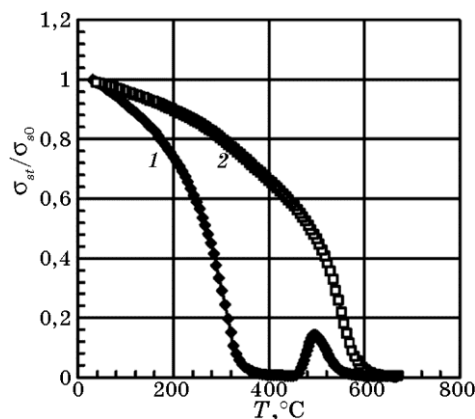
чень коерцитивної сили з підвищенням температури відпалу.

З ростом температури питома намагнетованість насичення аморфного стопу не досягає нульового значення (рис. 10), що пояснюється кристалізацією, перша стадія якої починається при температурах, нижчих за точку Кюрі і супроводжується ростом намагнетованості насичення зі збільшенням температури.

До температури оптимальної для стопу ізотермічної витримки  $400^\circ\text{C}$  температурний хід намагнетованості насичення при нагріванні і охолодженні є повністю зворотним, тобто процеси структурної релаксації не впливають на намагнетованість насичення, як на



**Рис. 11.** Температурні залежності питомої намагнетованості насичення аморфного стопу  $\text{Co}_{77}\text{Si}_8\text{B}_{15}$ , виміряні за різних швидкостях нагрівання: 1 — 7 град/хв, 2 — 30 град/хв, 3 — 140 град/хв.



**Рис. 12.** Температурна залежність відносної питомої намагнетованості насичення аморфного ступу  $\text{Fe}_{73.7}\text{Cu}_1\text{Nb}_{2.4}\text{Si}_{15.5}\text{B}_{7.4}$ : 1 — нагрівання, 2 — охолодження.

величину структурно нечутливу.

Точку Кюрі аморфного ступу  $T_{C1}$  визначали екстраполяцією температурної залежності спонтанної намагнетованості насичення ступу відповідно до теорії Вейсса–Гайзенберга. Температура магнетного переходу аморфного ступу  $T_{C1} = 440^\circ\text{C}$ , кристалізованого  $T_{C2} = 740^\circ\text{C}$ . За температурними залежностями питомої намагнетованості насичення визначені температури початку I та II стадій кристалізації:  $T_{X1} = 420^\circ\text{C}$ ,  $T_{X2} = 550^\circ\text{C}$ . Відмічено підвищення температури початку кристалізації з ростом швидкості нагрівання від 7 К/хв до 140 К/хв. (рис. 11).

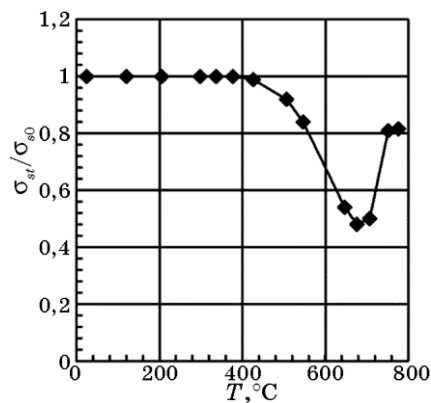
Термомагнетною аналізою аморфного ступу на основі заліза [29] встановлено, що температура початку кристалізації перевищує температуру Кюрі аморфного ступу (рис. 12), котра становить  $340^\circ\text{C}$ . **Поверхневі шари сталі 12X18H10T після йонно-променевого азотування.** Залучення метод магнетної аналізи для дослідження слабомагнетних конструкційних матеріалів, зокрема аустенітних нержавіючих сталей, в першу чергу було пов'язане з утворенням ферромагнетного мартенситу деформації і націлене на виявлення вказаної фази — як неруйнівна метода оцінки структурного ушкодження [30]. Зокрема, в слабомагнетних реакторних аустенітних сталях експериментально виявлено зв'язок між еволюцією структури під впливом деформації, опромінення високоенергетичними електронами, корозії, зварювання та змінами їх магнетних властивостей. Зроблено висновок про високу чутливість магнетних властивостей до напружено-деформованого стану, структури та фазового складу хромонікелевих сталей аустенітного класу [31].

Оскільки в результаті азотування слабомагнетних аустенітних

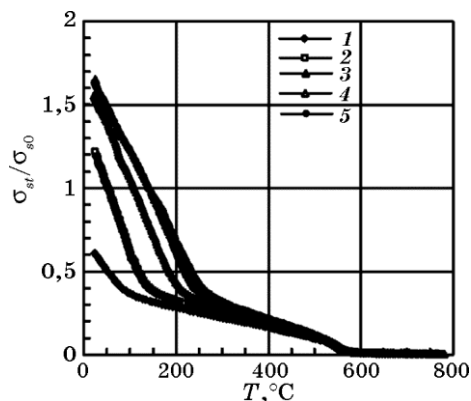
сталей поверхневі шари набувають феромагнетних властивостей, проведено магнетометричну аналізу фазових перетворень в поверхневих шарах сталі 12X18H10T після йонно-променевого азотування при нагріванні та охолодженні та під час термоциклічної обробки азотованого матеріалу [32].

Фазові перетворення в модифікованих азотом поверхневих шарах сталі 12X18H10T аналізували шляхом вимірювання намагнетованості насичення зразків за кімнатної температури після нагрівання до різних температур в інтервалі від 400°C до 780°C та наступного охолодження (рис. 13). Нагрівання до температур, що не перевищують 430°C не призводить до незворотних фазових змін у поверхневих шарах, оскільки величина питомої намагнетованості насичення за кімнатної температури залишається незмінною. Після нагрівання до 570°C намагнетованість насичення за кімнатної температури дещо знизилась за рахунок часткової аустенізації з утворенням стабільного аустеніту. Аналогічні процеси, але з утворенням більшої кількості стабільного аустеніту, проходять після нагрівання до 550°C. При охолодженні від температури 650°C лише незначна частка аустеніту перетворюється в мартенсит, а решта — переохолоджується до кімнатних температур. Дещо більша кількість аустеніту перетворюється в мартенсит при охолодженні від 680°C. Очевидно, при 755°C та 780°C  $\alpha \rightarrow \gamma$ -перетворення завершується, а утворений за цих температур аустеніт володіє максимальною схильністю до мартенситного перетворення, проте частка мартенситу в структурі після охолодження на 20% нижча, ніж у вихідному стані (після азотування) [43].

Характер одержаної залежності вказує, що значення температур нагрівання, за яких відбувається  $\alpha \rightarrow \gamma$ -перетворення, в результаті



**Рис. 13.** Зміна намагнетованості насичення сталі X18H10T після йонно-променевого азотування за кімнатної температури від температури нагрівання.

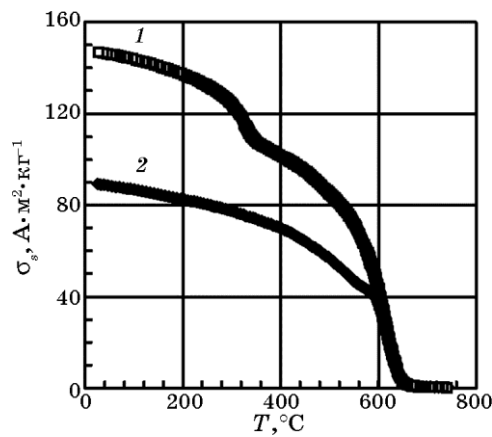


**Рис. 14.** Температурні залежності питомої намагнетованості насичення сталі X18N10T після йонно-променевого азотування, виміряні при охолодженні після нагрівання до 1050 К (1, 2, 3, 4, 5 — номери циклів).

якого формується структурно-фазовий стан поверхневого шару під час наступного охолодження, можна розділити на дві температурні області. Перша — низькотемпературна область  $\alpha \rightarrow \gamma$ -перетворення від 450°C до 650°C, в якій утворюється стабільний аустеніт, що не зазнає зворотного  $\gamma \rightarrow \alpha$ -перетворення. Друга — високотемпературна область від 650°C до 780°C, за якої розвиваються процеси утворення метастабільного аустеніту з наступним мартенситним перетворенням при охолодженні.

За зміною магнетних властивостей оцінювали ефективність застосування термоциклічної обробки, що впливає на фазовий склад поверхневих азотованих шарів. Для цього безпосередньо у мікропечі вібраційного магнетометра моделювали цикли термічної обробки з реєстрацією температурної залежності питомої намагнетованості насичення (рис. 14), що дало можливість відслідковувати зміну фазового складу поверхневих шарів після кожного циклу термічної обробки. Показано, що термоциклічна обробка за температури нагрівання 780°C та охолодження до кімнатної температури при швидкостях нагрівання та охолодження 30 К/хв. призводить до збільшення кількості  $\alpha$ -фази у модифікованому азотом поверхневому шарі сталі 12X18N10T на 60%. Така обробка може бути рекомендована в якості фінішної після йонно-променевого азотування з метою регулювання фазового складу поверхневого шару, зокрема збільшення частки мартенситної  $\alpha$ -фази у структурі поверхневого шару. Це мало би додатково підвищити твердість та зносостійкість азотованих шарів.

**Поверхневі шари сталі EP823 після лазерного легування.** Методом магнетної фазової аналізи досліджували фазові перетворення в поверхневих шарах сталі EP823 (0,17% C–13,5% Cr–2,04% Si–



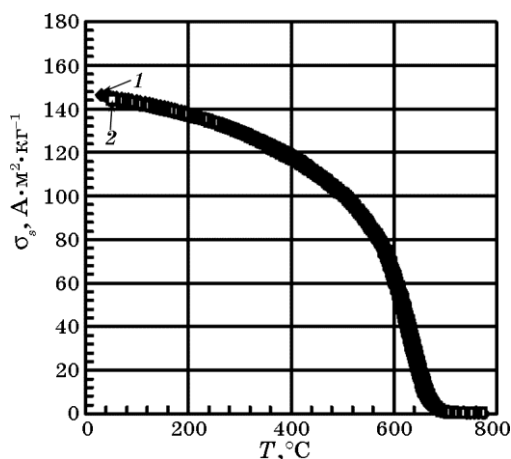
**Рис. 15.** Температурна залежність питомої намагнетованості насичення сталі EP823 після лазерного легування: 1 — нагрівання, 2 — охолодження.

0,74% Mn–0,28% Ni; решта — Fe) після лазерного легування сумішшю 50% SiC + 50% Al [33].

При нагріванні лазером загартованих зразків після лазерного легування спостерігається зменшення питомої намагнетованості насичення в інтервалі від 20°C до 500°C (рис. 15) пов'язане з дією температурного фактору, тобто з руйнуванням доменної структури в феромагнетних фазах (відпущеному мартенситі та карбідах) під впливом температури, а також з утворенням карбідів заліза, оскільки їх намагнетованість менша за намагнетованість вихідної мартенситної фази.

При подальшому нагріванні вище 500°C відмічається уповільнення зниження та зростання намагнетованості з температурою, обумовлене розпадом залишкового аустеніту. Обчислювали кількість залишкового аустеніту в поверхневих шарах після лазерного гартування. Важливим моментом при визначенні кількості залишкового аустеніту є правильний вибір еталону. Найкращим еталоном був би зразок, котрий містить 100% мартенситу. Однак такий зразок принципово не може бути одержаний, оскільки мартенситне перетворення не відбувається до кінця. Тому в якості еталонів застосовують зразки з відпаленої сталі того ж складу, що досліджувана. Застосування таких еталонів дозволяє одержувати задовільні результати лише при значних кількостях залишкового аустеніту — від 10% до 15% [3]. Кількість залишкового аустеніту в досліджуваних зразках сталі EP823 після лазерного легування, визначена при застосуванні в якості еталону відпаленого зразка, склала 37% мас.

Магнетне перетворення при нагріванні та охолодженні відмічається при 660°C. Характер кривої, одержаної при охолодженні від

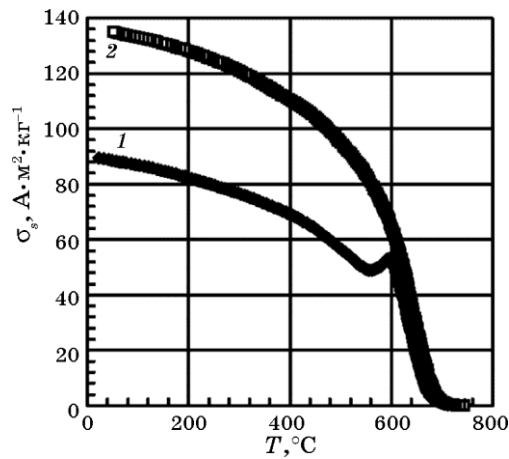


**Рис. 16.** Температурна залежність питомої намагнетованості насичення сталі EP823 після лазерного легування при повторному нагріванні (див. рис. 15): 1 — нагрівання, 2 — охолодження.

750°C, вказує не тільки на присутність в зразку фериту, але й на процес утворення мартенситу. Про наявність фериту свідчить той факт, що температура появи намагнетованості при охолодженні співпадає з точкою Кюрі цієї фази, причому на ділянці 660°C–350°C магнетограма має зворотний хід, що встановлено шляхом проведення послідовних операцій нагрівання та охолодження в цьому інтервалі температур. Різке зростання намагнетованості нижче 350°C вказує на протікання мартенситного перетворення  $\gamma \rightarrow \alpha$  (точка  $M_c$ ). Підтвердженням того, що зміна намагнетованості в цьому інтервалі обумовлена фазовим перетворенням I роду є незворотний хід кривої, виявлений при повторному нагріванні зразка (рис. 16, крива нагрівання). На кривій охолодження повторно нагрітого зразка не спостерігається перегин, котрим супроводжується мартенситне перетворення. Очевидно, температура 780°C недостатня для аустенізації зразка.

Очевидно, що в процесі нагрівання лазером загартованого зразка зі швидкістю  $V_{\text{нагр.}} = 30$  град/хв. (рис. 15) перетворення залишкового аустеніту при кількості його 37% мас. не завершується і частина залишкового аустеніту в процесі охолодження перетворюється в мартенсит. Досліджували вплив швидкості нагрівання на протікання фазових перетворень при нагріванні та наступному охолодженні лазером загартованих зразків. Відмічено, що зі зменшенням швидкості нагрівання під час розпаду залишкового аустеніту при температурах вищих за 500°C зростання намагнетованості стає чіткіше вираженим з більшою амплітудою максимуму на температурній залежності. Швидкість нагрівання 10 град/хв. (рис. 17) є

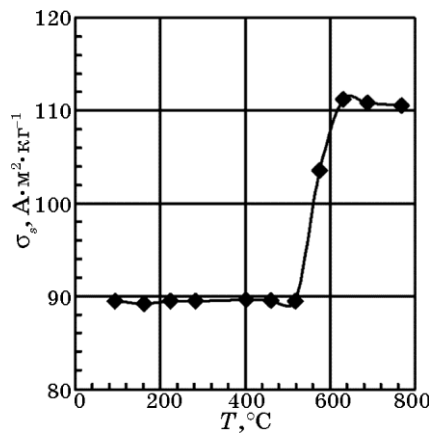




**Рис. 17.** Температурна залежність питомої намагнетованості насичення сталі EP823 після лазерного легування: 1 — нагрівання, 2 — охолодження.

достатньою для того, щоб перетворення залишкового аустеніту закінчилось при нагріванні до температури 760°C. На температурній залежності намагнетованості при наступному охолодженні відсутні перегини, відповідальні за фазові перетворення I роду.

Шляхом послідовного підвищення температури циклічного нагрівання загартованого зразка, реєстрації температурних залежностей питомої намагнетованості насичення та побудови залежності намагнетованості при кімнатній температурі від температури нагрівання визначено інтервал розпаду залишкового аустеніту: початок розпаду — 520°C, завершення — 640°C (рис. 18).

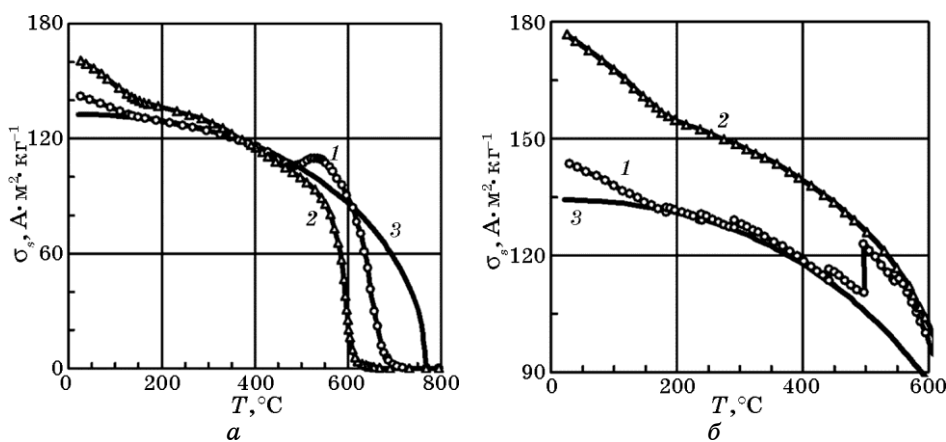


**Рис. 18.** Залежність питомої намагнетованості насичення лазером легованої сталі EP823 після циклічних нагрівань від температури нагрівання.

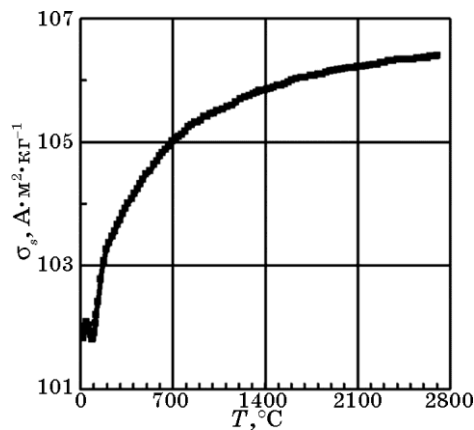
**Поверхневі шари чавуну після імпульсного лазерного отоплення.** Досліджували вплив відпуску на зміну структурно-фазового стану і властивості лазерно-загартованих через отоплення поверхневих шарів чавуну з кулястим графітом [34]. Під час нагрівання зразків поверхневого шару на температурній залежності питомої намагнетованості насичення спостерігається перегин за температури  $185^{\circ}\text{C}$ , котрий відповідає температурі Кюрі легьованого цементиту (рис. 19, *a*). Підвищення намагнетованості в інтервалі температур від  $500^{\circ}\text{C}$  до  $550^{\circ}\text{C}$  спричинене розпадом залишкового аустеніту на суміш феромагнетного  $\alpha$ -твердого розчину і цементиту. Зростання інтенсивності нахилу магнетограми на ділянці охолодження нижче  $185^{\circ}\text{C}$  порівняно з такою ж під час нагрівання зразків, вказує на збільшення кількості карбідної фази цементитного типу після розпаду аустеніту.

Для усунення впливу швидкості нагрівання на температурні інтервали фазових перетворень зразки нагрівали з кроком  $50^{\circ}\text{C}$  з 10 хвилинними ізотермічними витримками. За таких умов в інтервалі температур від  $200^{\circ}\text{C}$  до  $420^{\circ}\text{C}$  спостерігали (рис. 19, *б*) приріст намагнетованості насичення відносно її температурної залежності, розрахованої за моделлю Вейсса–Гайзенберга [3]. Приріст, очевидно, зумовлений розпадом невеликої кількості залишкового аустеніту в зоні термічного впливу, менш стабільного, ніж в зоні отоплення.

Для вивчення кінетики фазового перетворення, котре супроводжується ростом намагнетованості в інтервалі від  $500^{\circ}\text{C}$  до  $550^{\circ}\text{C}$ ,



**Рис. 19.** Температурні залежності питомої намагнетованості насичення поверхневих шарів чавуну після лазерного отоплення: *a* — нагрівання та охолодження зі швидкістю  $25$  град/хв $^{-1}$ ; *б* — нагрівання з ізотермічними витримками (10 хв.) з кроком  $50^{\circ}\text{C}$  (1 — нагрівання, 2 — охолодження, 3 — Вейссів модель).

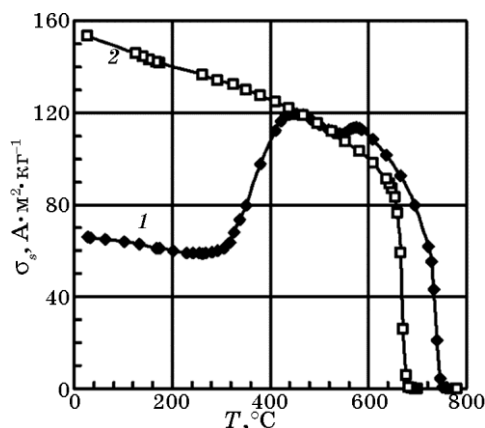


**Рис. 20.** Зміна питомої намагнетованості насичення поверхневих шарів чавуну після лазерного отоплення: під час ізотермічної витримки за 525°C.

застосовували ізотермічну витримку після нагрівання зі швидкістю 30 град/хв. до 525°C. Встановили (рис. 20), що після короткочасного інкубаційного періоду, під час якого в зоні отоплення очевидно відбувається перерозподіл вуглецю в аустеніті, відмічається нетривалий період інтенсивного перебігу перетворення, після чого перетворення сповільнюється і практично завершується протягом 40 хв.

**Цементовані шари сталі 18ХГТ після лазерного зміцнення.** Магнетна фазова аналіза була ефективно застосована при дослідженні кінетики фазових перетворень та оптимізації режимів відпуску поверхневих шарів, створених на сталі 18ХГТ хеміко-термічною і наступною лазерною обробками [35]. Аналіза температурної залежності питомої намагнетованості насичення при відпуску за умов неперервного нагрівання зі швидкістю 60 К/хв. шару, одержаного на сталі 18ХГТ після газової цементації і наступного об'ємного гартування, показав перетворення аустеніту залишкового в α-фазу в температурному інтервалі від 300°C до 400°C. Додаткове лазерне гартування з рідкої фази зразків сталі 18ХГТ викликає підвищення на 30 градусів температурного інтервалу перетворення аустеніту залишкового у мартенсит відпуску та утворення на кривих другого максимуму (рис. 21) в інтервалі температур від 560°C до 590°C. Розрахунками кількості аустеніту залишкового за методикою [3] встановлено, що в результаті лазерного гартування шарів на цементованій та об'ємнозагартованій сталі 18ХГТ кількість стійкого до розпаду аустеніту залишкового зростає від 45% до 70%.

Зроблено висновок про те, що при лазерному гартуванні з отопленням у поверхневому шарі цементованої сталі 18ХГТ утворюється аустеніт, який має високу стійкість і розпадається з утворенням



**Рис. 21.** Температурна залежність питомої намагнетованості насичення сталі 18ХГТ після цементації та лазерного гартування: 1 — нагрівання, 2 — охолодження.

$\alpha$ -фази при відпуску в інтервалі від 550 до 580 К. Розпад аустеніту супроводжується коагуляцією й сфероїдизацією карбідної фази.

**Електропровідні магнетні суспензії.** Унікальне поєднання в магнетних суспензіях на основі металевих розтопів високої електропровідності, плинності та здатності до намагнетування зовнішнім магнетним полем викликає до них значний інтерес як до технологічного матеріалу для створення систем комутації, передачі струму від рухомих частин електричних машин до нерухомих [36], а також високотемпературних ущільнень між рухомими деталями машин.

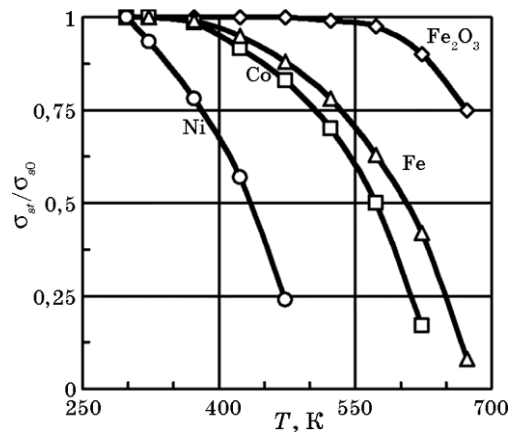
Однією з умов одержання стабільних електропровідних магнетних суспензій є забезпечення температурно-часової стабільності у плані хемічної взаємодії дисперсних фаз та дисперсійного середовища. З метою пошуку стійких за підвищених температур магнетних суспензій досліджували температурні залежності магнетних властивостей суспензій частинок заліза ( $d_{cp} = 30$  нм), кобальту ( $d_{cp} = 100$  нм), ніклю ( $d_{cp} = 80$  нм), гамма-оксиду заліза  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  ( $d_{cp} = 50$  нм) та частинок інтерметаліду  $\text{SmCo}_5$  ( $d_{cp} = 600$  нм) в евтектичному розтопі Ga–In–Sn [37]. Застосовані ультрадисперсні порошки Fe та  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  були одержані за плазмохімічною технологією шляхом термолізи пентакарбонілу заліза [38]. Суспензії одержували шляхом введення магнетних порошоків у розтоп з допомогою вібротлима [39, 40].

Особливості намагнетування рідких магнетних середовищ (РМС) накладають ряд обмежень на використання метод визначення їх магнетних характеристик. Характерною рисою РМС, як магнетного матеріалу, є рухливість носіїв магнетного моменту. В такій системі, що має внутрішні ступені вільності, в магнетному полі за ра-

хунок магнетодипольної взаємодії частинок утворюється анізотропна структура, орієнтована вздовж силових ліній поля. Час утворення структури в РМС скінчений і визначається її фізико-хімічними властивостями (розмірами і формою частинок феромагнетної дисперсної фази, магнетними властивостями матеріялу дисперсної фази, в'язкістю середовища. У зв'язку з цим проводити вимірювання магнетних характеристик РМС необхідно в однорідних магнетних полях. Силометричні методи вимірювання (метода Фарадея–Гуї [41]), які базуються на вимірюванні сили, що діє на зразок у неоднорідному магнетному полі, не зважаючи на їх високу чутливість, практично не придатні для вимірювання магнетних властивостей РМС. Різниця у величині градієнту напружености магнетного поля в приладах різної конструкції, що реалізують ці методи, не дає можливости одержувати достовірні результати при дослідженні магнетних властивостей РМС.

Наступна вимога, обумовлена скінченим часом утворення структури, — міряння магнетних властивостей РМС у постійному магнетному полі. Якщо при мірянні зондувальний імпульс поля, що намагнетовує, за тривалістю не перевищує час утворення структури, то виміряне значення намагнетованости чи магнетної сприйнятливости істотно відрізнятиметься від істинного. Саме вібраційний магнетометер забезпечує виконання міряннь магнетних характеристик в однорідних постійних магнетних полях і уможлиблює реєструвати магнетні властивости у широкому інтервалі температур.

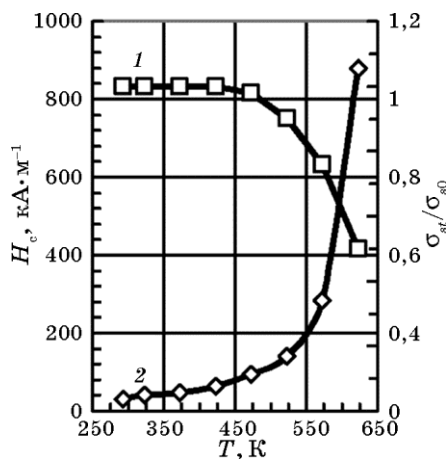
На рисунку 22 наведено залежності відносної зміни питомої намагнетованости насичення досліджуваних суспензій  $\sigma_{st}/\sigma_{s0}$  ( $\sigma_{s0}$  — початкова намагнетованість насичення,  $\sigma_{st}$  — питома намагнетованість насичення після витримки протягом 30 хв.) від температури



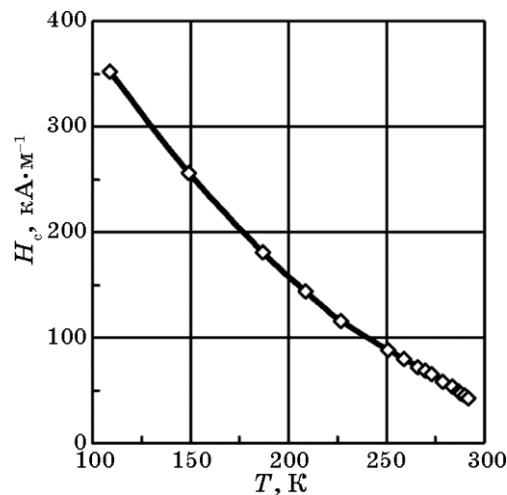
**Рис. 22.** Залежність відносної зміни питомої намагнетованости насичення досліджуваних суспензій від температури ізотермічної витримки.

ізотермічної витримки. Для суспензій заліза, кобальту та в більшій степені нікелю з ростом температури ізотермічних витримок спостерігається неперервне зниження питомої намагнетованості насичення, викликане процесами взаємодії частинок з розтопом — розчинення їх в розтопі, утворення немагнетних інтерметалідів. Виявлено, що рівень намагнетованості насичення несуттєво залежить від тривалості витримки. Кожній температурі ізотермічної витримки відповідає певний рівень намагнетованості насичення. Частинки  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  виявляють високу стійкість до взаємодії з розтопом Ga–In–Sn до температури 570 К. Зниження рівня намагнетованості насичення після нагрівання вище 570 К може бути викликане не лише взаємодією частинок з розтопом, а у значній мірі також перетворенням їх у немагнетну модифікацію  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ .

Залежність відносної зміни питомої намагнетованості насичення та коерцитивної сили суспензії  $\text{SmCo}_5$  в розтопі Ga–In–Sn від температури ізотермічної витримки наведена на рис. 23. Нагрівання до температур, вищих за 470 К призводить до зниження рівня намагнетованості насичення, що є наслідком взаємодії частинок  $\text{SmCo}_5$  з розтопом, а також, можливо, процесів у самих частинках під час їх нагрівання. Характерною особливістю суспензій  $\text{SmCo}_5$  в розтопі Ga–In–Sn є наявність залишкового магнетизму. У вихідному стані суспензія має коерцитивну силу  $16 \text{ кА}\cdot\text{м}^{-1}$ . Підвищення температури ізотермічних витримок зумовлює стрімке зростання коерцитивної сили до значень  $1000 \text{ кА}\cdot\text{м}^{-1}$ , що значно перевищує величину цієї характеристики для порошку  $\text{SmCo}_5$ , введеного у розтоп. Таке зростання коерцитивної сили може бути викликане утворенням стійкої



**Рис. 23.** Залежність відносної зміни питомої намагнетованості насичення (1) та коерцитивної сили (2) суспензії  $\text{SmCo}_5$  в розтопі Ga–In–Sn від температури ізотермічної витримки.

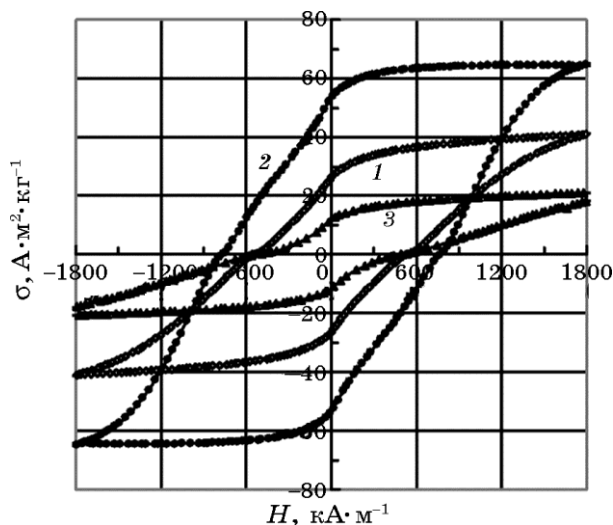


**Рис. 24.** Температурна залежність коерцитивної сили закристилізованої суспензії  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  в евтектичному стопі Ga–In–Sn.

сітки магнетних частинок, а також зменшенням їх середнього діаметру та кількості дефектів на поверхні в результаті взаємодії з розтопом [42]. Після певної термічної обробки суспензії  $\text{SmCo}_5$  в розтопі Ga–In–Sn можуть бути використані як рідкі постійні магнети.

Проводили вимірювання магнетних властивостей при температурі 77 К текстурованих зразків суспензій заліза та  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  в розтопі Ga–In–Sn, закристилізованих у магнетному полі напруженістю 800  $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ . Коерцитивна сила закристилізованої в магнетному полі суспензії, виміряна в напрямку, паралельному до магнетного поля, прикладеного під час кристалізації при температурі 77 К на порядок перевищує значення для частинок гамма-оксиду заліза  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , введеного у розтоп під час приготування суспензії (рис. 24). Враховуючи високі значення коерцитивної сили (близько 400  $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$ ) та коефіцієнта прямокутності петлі гістерези ( $K_p = 0,72$ ) досліджувані суспензії можна рекомендувати для використання в якості криогенних постійних магнетів, сформованих у рідкому стані з наступною кристалізацією в магнетному полі.

Досліджували статичні магнетні параметри магнетних суспензій, в яких у якості дисперсійного середовища використовували евтектичний розтоп  $\text{In}_{34}\text{Bi}_{66}$  ( $T_{\text{топ}} = 345 \text{ K}$ ), а дисперсною фазою — частинки інтерметаліду  $\text{SmCo}_5$  з середнім діаметром 5 мкм. Аналізували магнетну анізотропію текстурованих зразків суспензій після кристалізації в магнетному полі напруженістю 800  $\text{kA}\cdot\text{m}^{-1}$  шляхом вимірювання петель гістерези закристилізованих зразків у різних напрямках між вимірювальним полем і полем, у якому проводилась фіксація текстури (рис. 25). Аналіза статичних магнетних па-



**Рис. 25.** Петлі гістерези ступу InBi з частинками  $\text{SmCo}_5$ : 1 кристалізація без магнетного поля; 2 — перпендикулярно полю кристалізації; 3 — паралельно полю кристалізації.

раметрів показала, що коефіцієнт прямокутності петель гістерези  $K_p = \sigma_r / \sigma_s$  для зразка, закристалізованого без магнетного поля складає 0,66, а для зразків, закристалізованих в магнетному полі відповідно 0,58 перпендикулярно і 0,9 паралельно до напрямку прикладеного магнетного поля під час кристалізації.

Коефіцієнт орієнтації частинок визначали зі співвідношення [9]:

$$K_a = \frac{\sigma_r''}{\sigma_r'} = 2,73, \quad (7)$$

де  $\sigma_r''$  — залишкова питома намагнетованість, виміряна при намагнетуванні вздовж напрямку орієнтації частинок;  $\sigma_r'$  — залишкова питома намагнетованість, виміряна при намагнетуванні перпендикулярно до напрямку орієнтації частинок.

## 6. ВИСНОВКИ

Проведено аналізу метод вимірювання магнетних властивостей матеріалів. Показана актуальність використання вібраційних магнетометрів. Розкрита структура, схемні рішення та параметри магнетометра з USB-сумісним сигнальним перетворювачем. Високі характеристики магнетометра досягнуто завдяки сучасним схемним рішенням та новітній елементній базі перетворювачів на основі синхронного детектування сигналу. Для керуванням USB-адаптером



та оброблення даних вимірювання розроблено програмне забезпечення VibroMAG. Ефективність розробленого вібраційного магнетометра підтверджена результатами експериментальних досліджень.

## ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Д. Голдман, А. Арротт, *Магнитные свойства металлов и сплавов* (Москва: Изд-во иностранной литературы: 1961).
2. М. В. Белоус, В. Т. Черепин, М. А. Васильев, *Превращения при отпуске стали* (Москва: Металлургия: 1973).
3. Б. А. Апаев, *Фазовый магнитный анализ* (Москва: Металлургия: 1976).
4. Р. Бозорт, *Ферромагнетизм* (Москва: Изд-во иностранной литературы: 1956).
5. А. К. Борисюк, С. К. Яремкевич, *Металлофизика*, № 57: 69 (1975).
6. R. Criscuoli and M. Gionfini, *IEEE Trans. Magn.*, **6**, No. 2: 205 (1970).
7. И. И. Адаменко, В. П. Ошкадерова, В. В. Полотнюк, *Изучение фазовых и структурных превращений в магнито жестких сплавах при высоких температурах и скоростях нагрева с помощью вибрационного метода* (Киев: 1975) (Препр. / АН Украины. Ин-т металлофизики: ИМФ 75.1).
8. А. І. Кондир, А. К. Борисюк, І. П. Паздрій, С. Г. Швачко, *Вібрації в техніці та технології*, **34**, № 2: 41 (2004).
9. J. L. Schmalzel and D. A. Rauth, *IEEE Instrum. Meas. Mag.*, **8**, No. 2: 48 (2005).
10. В. Nauta, *IEEE SSCS Newsletter*, **12**, No. 1: 5 (2007).
11. З. Готра, Р. Голяка, *Аналогова мікросхемотехніка вимірювальних та сенсорних пристроїв* (Львів: Вид. Державного університету «Львівська політехніка»: 1999).
12. J. Kwong and A. Chandrakasan, *IEEE SSCS Newsletter*, **13**, No. 4: 20 (2008).
13. З. Ю. Готра, Р. Л. Голяка, О. З. Готра, І. І. Гельжинський, Т. А. Марусенкова, *Вимірювальна техніка та метрологія*, № 71: 110 (2010).
14. L. Balaita and M. Popa, *Rev. Roum. Chim.*, **54**, No. 3: 185 (2009).
15. M. Smith and M. Cellini, *Powder Sample Holding Capsule Holding Adapter for a Vibrating Sample Magnetometer*, U. S. Patent 5274327, G01R 33/12 (December 28, 1993).
16. W. Burgei, M. Pechan, and H. Jaeger, *Am. J. Phys.*, **71**, No. 8: 825 (2003).
16. S. Foner, *Rev. Sci. Instrum.*, **30**, No. 7: 548 (1959).
17. S. Foner, *IEEE Trans. Magn.*, **17**, No. 6: 3358 (1970).
18. H. Kaneko, M. Homma, and Y. Nakamura, *J. Magn. Magn. Mater.*, No. 5: 1088 (1972).
19. Ю. Я. Мешков, С. П. Ошкадеров, Н. Ф. Черненко, *Вопросы физики металлов и металлургии* (Киев: Наукова думка: 1964).
20. В. Т. Черепин, *Экспериментальная техника в физическом металлургии* (Киев: Техніка: 1968).
21. Я. М. Довгалецкий, *Легирование и термическая обработка магнитотвердых сплавов* (Москва: Металлургия: 1971).
22. І. П. Паздрій, А. К. Борисюк, С. Г. Швачко, *Машиностроение и техносфера XXI века* (Донецк: ДонНТУ: 2004).

23. В. В. Сериков и др., *Физ. мет. металловед.*, **75**, № 2: 57 (1993).
24. Г. В. Понеділок, А. К. Борисюк, *Матеріали V міжнародної наукової конференції «Релаксаційні, нелінійні й акустооптичні процеси та матеріали» (1–5 червня 2010 р.)* (Луцьк: Вид. Волинського національного університету: 2010), с. 64.
25. К. Судзуки, Х. Фудзимото, К. Хасимото, *Аморфные металлы* (Ред. Ц. Масумото) (Москва: Металлургия: 1987).
26. В. В. Немошкаленко, А. В. Романова, А. Г. Ильинский, *Аморфные металлические сплавы* (Киев: Наукова думка: 1987).
27. R. Hasegawa, *J. Optoelectr. Advanc. Mater.*, **6**, No. 2: 503 (2004).
28. О. М. Hertsyk, А. К. Borusyuk, М. О. Kovbuz, I. М. Bednars'ka, N. E. Mitina, and H. V. Ponedilok, *Mater. Sci.*, **46**, No. 2: 270 (2010).
29. Э. С. Горкунов, С. М. Задворкин, С. Ю. Митропольская, Д. И. Вичужанин, К. Е. Соловьев, *Материалы IV международной научно-технической конференции* (Тюмень: Изд. «Вектор Бук»: 2008), т. 1, с. 110.
30. В. М. Ажажа, В. А. Десненко, Л. С. Ожигов, Ж. С. Ажажа, И. В. Свечкарев, А. В. Федорченко, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, **94**, № 4–2: 241 (2009).
31. З. А. Дурягіна, С. А. Беспалов, А. К. Борисюк, В. Я. Підкова, *Металлофиз. новейшие технол.*, **33**, № 5: 615 (2011).
32. З. А. Дурягіна, Г. В. Лазько, А. К. Борисюк, *Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні*, № 1: 45 (2009).
33. С. Г. Швачко, Е. І. Плешаков, А. К. Борисюк, *Металознавство та обробка металів*, № 4: 9 (2007).
34. А. І. Кондир, А. К. Борисюк, С. Г. Швачко, С. І. Нарольський, *Оптимізація виробничих процесів і технічний контроль у машинобудуванні та приладобудуванні* (Львів: Вид. ДУ «Львівська політехніка»: 2000), № 412, с. 109.
35. А. К. Борисюк, В. В. Мудрицкий, *Жидкостное токосъемное устройство*, Авторское свидетельство 1758740 СССР, МКИ5 Н01 R39/30, № 4765287/07 (Опубликовано 30 августа 1992 г.).
36. І. П. Паздрій, В. Я. Прохоренко, А. К. Борисюк, С. Г. Швачко, *Машиностроение и техносфера XXI века* (Донецк: ДонНТУ: 2004), т. 3, с. 42.
37. С. Прохоренко, В. Прохоренко, А. Борисюк, *Вимірювальна техніка та метрологія*, № 66: 76 (2006).
38. А. К. Борисюк, А. І. Кондир, В. Я. Прохоренко, С. Г. Швачко, *Вибрації в техніці і технологіях*, **27**, № 1: 7 (2003).
39. В. Я. Прохоренко, А. К. Борисюк, *Способ получения электропроводной магнитной жидкости*, Авторское свидетельство 1609341 СССР, МКИ5 Н01 R39/30, № 4641238 (Опубликовано 23 ноября 1990 г.).
40. В. И. Чечерников, *Магнитные измерения* (Москва: Изд-во МГУ: 1969).
41. И. В. Кекало, Б. А. Самарин, *Физическое материаловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами* (Москва: Металлургия: 1989).
42. З. А. Дурягіна, А. К. Борисюк, С. А. Беспалов, В. Я. Підкова, *Фізико-хімічна механіка матеріалів*, № 3: 94 (2012).