

*На правах рукописи*

ЧАН МАНЬ ТУНГ

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ КОМПЛЕКСА  
МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ПОРОШКОВОГО "Fe-P"  
МАТЕРИАЛА – АНАЛОГА ТЕХНИЧЕСКОГО ЖЕЛЕЗА,  
ПОЛУЧЕННОГО ГОРЯЧЕЙ ОБЪЕМНОЙ  
ШТАМПОВКОЙ ПОРИСТОЙ ЗАГОТОВКИ

Специальность 05.16.09. - Материаловедение (машиностроение)

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Ростов-на-Дону 2010

Работа выполнена в ГОУ ВПО «Донской государственный технический университет» (ДГТУ) на кафедре  
«Технология конструкционных материалов»

**Научный руководитель** доктор технических наук,  
старший научный сотрудник  
**Кем Александр Юрьевич**

**Официальные оппоненты** доктор технических наук, профессор  
**Гасанов Бадрудин Гасанович**  
(ЮРГТУ, г.Новочеркасск);

доктор технических наук, профессор  
**Домбровский Юрий Маркович**  
(ДГТУ, г.Ростов-на-Дону)

**Ведущая организация** ГУП ОКБ «Орион», г. Новочеркасск

Защита состоится 4 октября 2010 г. в 15 ч. на заседании диссертационного совета Д. 212.058.01 Донского государственного технического университета (ДГТУ) по адресу: 344000, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1, ауд. 252.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ДГТУ

Автореферат разослан «03» сентября 2010 г.

Ученый секретарь диссертационного  
совета Д. 212.058.01,  
канд. техн. наук, доцент



Г.В. Чумаченко

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы.** В последние годы исследованию магнитно-мягких материалов, в том числе порошковых, системы «Fe-P», уделяется большое внимание (Б.Г. Гасанов, А.В. Бабец, В.Я. Буланов, Г.А. Дорогина, А.А. Маслюк, О.А. Панасюк и др.). Это связано прежде всего с тем, что использование методов порошковой металлургии позволяет значительно повысить экономичность производства магнитопроводов электрических машин. Известно также, что материалы системы «Fe-P» более технологичны в сравнении с материалами системы железо – кремний, при этом фосфор выклинивает гамма-область, способствует росту зерен и повышает электромагнитные свойства.

Магнитно-мягкие порошковые материалы на основе железа могут конкурировать с литыми материалами при условии обеспечения в изделиях высоких значений намагниченности насыщения, магнитной проницаемости и электросопротивления, а также низкой величины коэрцитивной силы. Однако уровень магнитных свойств порошковых материалов системы «Fe-P» несколько ниже аналогичных свойств материалов, полученных традиционными методами.

На стадии разработки и проектирования имеются определенные возможности по совершенствованию магнитных систем электрических машин, тем не менее выявление закономерностей формирования структуры и комплекса магнитных свойств исследуемого класса материалов позволит обосновать пути повышения их магнитных характеристик и, следовательно, является актуальной проблемой современного материаловедения.

**Цель и задачи исследования.** Целью настоящей работы является установление особенностей формирования структуры и комплекса магнитных свойств порошкового материала – аналога технического железа, легированного фосфором, полученного с использованием технологии горячей объемной штамповки – динамического горячего прессования.

**Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:**

1. Исследование локальной атомной структуры и магнитных характеристик порошкового материала системы «Fe-P» с использованием мёссбауэровской спектроскопии и магнитных измерений.

2. Теоретическое обоснование целесообразности использования теории включений и теории фракталов для анализа процесса формирования комплекса магнитных свойств порошкового материала системы «Fe-P» в процессе термомеханического воздействия.

3. Исследование влияния технологических факторов ГОШ-ДГП на структуру и комплекс магнитных свойств порошкового материала системы «Fe-P».

4. Разработка рекомендаций по практическому применению полученных научных и технологических результатов.

**Научная новизна и основные результаты диссертационной работы** заключаются в следующем:

1. Установлено, что при содержании в порошковом материале фосфора на уровне 0,5-0,7 об.% происходит изменение локального атомного окружения, проявляющееся в увеличении среднего числа атомов фосфора в ближайшем окружении атома Fe за счет их перераспределения из второй координационной сферы; следов соединений  $Fe_3P$  и  $Fe_2P$  в пределах чувствительности метода мёссбауэровской спектроскопии (около 2%) не выявлено. Фосфор в этих образцах находится в виде твердого раствора с  $\alpha$ -Fe, при этом около 9,5% атомов Fe имеют один атом фосфора в первой координационной сфере, что приводит к увеличению химического (изомерного) сдвига в мёссбауэровском спектре этих атомов Fe и к снижению эффективного магнитного поля на их ядрах. Показано, что некоторое ( $\sim$  на 15%) увеличение ширины линий в спектрах этих образцов относительно ширины линий исходных порошков связано с ухудшением однородности окружения атомов Fe

вследствие влияния дефектов решетки либо атомов примесей во второй и более дальних координационных сферах.

**2.** Показано, что на мёссбауэровские спектры и магнитные параметры порошковых материалов, полученных по различным технологическим схемам, может оказывать влияние как наличие неконтролируемой примеси в интерфейсных областях, так и существование искаженной приграничной области, в которой атомы железа имеют локальную симметрию ближайшего окружения ниже кубической. Установлен механизм повышения коэффициента прямоугольности петли гистерезиса  $K_H$  исследуемых магнитно-мягких материалов. Показано, что рост показателя  $K_H$  связан с особенностями доменной структуры, обусловленной технологией получения материалов, в частности с формированием внутренних микродеформаций и окислением границ зерен исходных порошков в процессе термического воздействия.

**3.** Впервые показано, что изменение показателя фрактальной размерности поверхности порошковых материалов можно связывать с изменениями намагниченности, вызванными внутренними деформациями и включениями. Установлено, что повышение степени деформационно-термического воздействия приводит к немонотонному изменению величины фрактальной размерности. Сопоставление результатов измерения величины коэрцитивной силы в зависимости от структурного состояния образца с данными об изменении фрактальной размерности «D», показывает, что в схеме: «холодное прессование+спекание» → «холодное прессование+ДГП» → «холодное прессование+ДГП+отжиг» → «холодное прессование+спекание +ДГП+отжиг», величина коэрцитивной силы меняется соответственно в интервале величин: «110-160» → «170-310» → «80-100» → «80-100» А/м в полях напряженностью 330, 860 и 2160 А/м и соответствует темпу и знаку изменения величины «D». Аналогичная картина наблюдается и для показателя максимальной магнитной проницаемости.

**Практическая значимость работы** состоит в возможности использования полученных научных и

технологических результатов для прогнозирования структурного и магнитного состояния в порошковых материалах системы «Fe-P», а также при разработке новых магнитно-мягких материалов и изделий из них. Исследования выполнялись в рамках научно-технической программы «Изучение закономерностей построения физических и информационно-аналитических систем проектирования матричных композитов» Рособразования РФ, а также по хоздоговорам с ИПМ НАН Украины и Украинским научно-техническим центром (г. Киев).

#### **Апробация работы.**

Основные результаты диссертационной работы и отдельные ее разделы были представлены на следующих российских и международных научно-технических конференциях:

1. Научно-технические конференции профессорско-преподавательского состава, сотрудников и студентов ДГТУ в 2008-2010 гг.
2. V Международная конференция «Новые перспективные материалы и технологии их получения (НПМ) – 2010». Волгоград, ВГТУ, 12-14 сентября 2010 г.

**Достоверность основных научных результатов** и выводов подтверждается использованием аттестованного научного оборудования и методик исследований, применением для интерпретации полученных результатов современных положений теории формирования магнитных свойств порошковых материалов, использованием методов математической статистики при обработке экспериментальных результатов.

**Публикации.** Общее количество опубликованных работ по теме диссертации составляет 4 наименования. Из них 2 статьи опубликованы в изданиях из перечня ВАК, 2 - публикации в материалах конференций.

#### **Объем и структура диссертации.**

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Объем работы составляет 132 с., 56 рисунков, 20 таблиц, приложение. Список литературы содержит 124 наименования.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обсуждается актуальность темы диссертации; цель и задачи работы; положения, выносимые на защиту; научная и практическая значимость полученных результатов.

**В первой главе** проведен анализ отечественной и зарубежной литературы, рассмотрены особенности формирования магнитных свойств порошковых материалов. Обоснована необходимость использования в качестве объекта исследования порошкового материала, аналога технического железа, легированного фосфором (система «Fe-P»), а в качестве основного метода консолидации/формообразования – технологии горячей объемной штамповки – динамического горячего прессования порошковой пористой заготовки.

Анализ имеющихся в распоряжении автора литературных источников показал, что представления о механизме влияния добавок фосфора на магнитные характеристики порошковых материалов противоречивы, освещены недостаточно полно и требуют уточнений.

**Во второй главе** приведены описания исходных материалов и образцов; методик исследований, в частности, мёссбауэровской спектроскопии, магнитных измерений, металловедческих исследований, химического и микрорентгеноспектрального анализов, поверхностного наноиндентирования.

**В третьей главе** приводятся результаты исследований комплекса магнитных свойств порошкового материала системы «Fe-P», полученных по следующим технологическим схемам:

- холодное прессование + спекание (схема 1). Это база сравнения – контрольная;
- холодное прессование + горячая объемная штамповка (схема 2);
- холодное прессование + горячая штамповка + отжиг (схема 3);
- холодное прессование + спекание + горячая штамповка + отжиг (схема 4).

Основные кривые намагничивания материалов системы «Fe-P» на основе железного порошка PASC-60, полученных по реализуемым в работе схемам, показаны на рис.1, а их магнитные характеристики суммированы в табл.1.

Таблица 1

Магнитные свойства порошковых магнитно-мягких материалов,  
полученных по различным технологическим схемам

Параметр		Фактические значения свойств образцов				
		1	2	3	4	5 (H50П)
Магнитная индукция, В, Тл, не менее, при напряженности поля, Н	200 А/м	0,43	0,16	1,08	1,2	1,27
	300 А/м	0,70	0,32	1,24	1,35	1,35
	500 А/м	0,91	0,63	1,36	1,47	1,43
	1000 А/м	1,06	1,04	1,44	1,57	1,48
	2200 А/м	1,25	1,47	1,48	1,69	1,5
	2500 А/м	~1,29	~1,54	1,50	~1,72	1,5
Коэрцитивная сила $H_c$ , А/м, не более		>~166	>~312	100	103	5,0
Начальная магнитная проницаемость, Гс/Э, не менее		350	250	600	600	4000
Макс. магнитная проницаемость, Гс/Э, не менее (наблюдается в поле, Н)		1850 при Н =250 А/м	1050 при Н=500 А/м	4900 при Н=150 А/м	5400 при Н =150 А/м	61000 при Н=7 А/м

Анализ зависимостей  $B(H)$  показывает, что полученные данные в целом согласуются с современными представлениями об особенностях механизма процесса намагничивания, но указывают на некоторые отличительные особенности изученных материалов. Так, в области слабых магнитных полей не наблюдается линейной зависимости  $B(H)$  и постоянного значения магнитной проницаемости  $\mu_{нач.}$ .



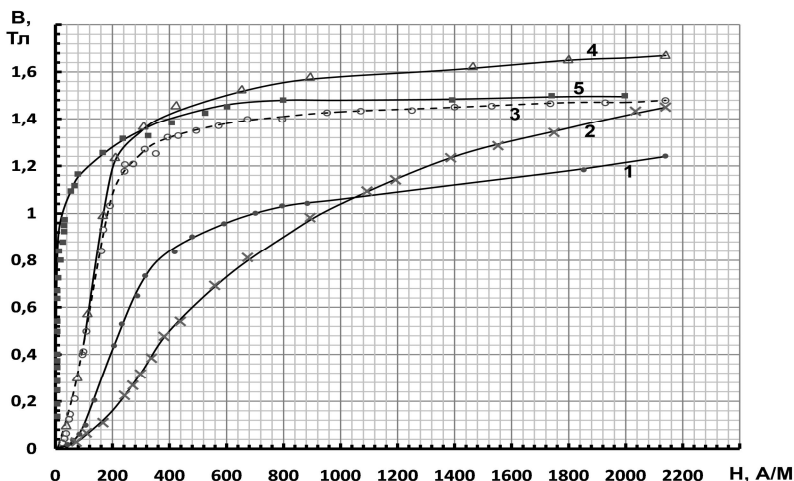


Рис.1. Кривые намагничивания образцов «Fe-P», полученных по различным технологическим схемам

Для всех образцов величина магнитной проницаемости достигает максимума  $\mu_{\text{max}}$  при напряженности поля, примерно в 1,5 раза превышающей коэрцитивную силу материала и соответствующей началу области насыщения. Однако, как следует из полученных данных, уровень магнитных характеристик порошковых материалов «Fe-P» в значительной степени определяется предысторией их получения. Так, образец 1 (без ДГП) характеризуется относительно невысокой магнитной проницаемостью и максимальной индукцией; у холодно-прессованного образца 2, подвергнутого ДГП без последующего отжига, величина индукции из-за снижения пористости возрастает, но максимальная магнитная проницаемость еще снижается (до 1050 Гс/э), а коэрцитивная сила резко увеличивается свыше 300 А/м, что связано с особенностями структуры «Fe-P»-порошковых материалов (пористость + субструктура) и их дефектностью. В то же время применение отжига материалов после ДГП (образцы 3,4) позволяет не только увеличить значения максимальной индукции материала (для

данного  $H_{max}$ ), его остаточной индукции и магнитной проницаемости, но и существенно (до 100 А/м) уменьшить его коэрцитивную силу. Как следует из полученных данных, магнитные свойства спекаемого материала являются структурно-чувствительными и существенно зависят от технологических режимов изготовления образцов, при этом пористость не является важнейшим фактором, определяющим уровень магнитных свойств.

Установлено, что с изменением технологической схемы наблюдается изменение максимальной и остаточной индукции при заданном максимальном поле, коэрцитивной силы материала и показателя прямоугольности петли  $K_p$  (табл.2).

Таблица 2

Параметры частных петель гистерезиса при максимальном магнитном поле  $H_{max}$

Напряженность поля, $H_{max}$ , А/м	Магнитный параметр	Номер образца материала				Образец 5 (Н50П)
		1	2	3	4	
~330	$B_{max}$ , Тл	0,766	0,418	1,265	1,400	1,283**
	$B_r$ , Тл	0,596	0,260	1,218	1,288	0,750
	$H_c$ , А/м	137	175	92	91	5
	$B_r/B_{max}$	0,78	0,62	0,96	0,92	0,58
~860	$B_{max}$ , Тл	1,058	0,970	1,411	1,566	1,427**
	$B_r$ , Тл	0,801	0,648	1,309	1,440	0,750
	$H_c$ , А/м	160	265	100	102	5
	$B_r/B_{max}$	0,76	0,67	0,93	0,92	0,52
~2160	$B_{max}$ , Тл	1,223**	1,432	1,491**	1,676**	1,500**
	$B_r$ , Тл	0,845	0,800	1,345	1,480	0,750
	$H_c$ , А/м	166	312	100	103	5
	$B_r/B_{max}$	0,69	0,56	0,90	0,88	0,50

Примечание: \*\* для этих случаев частные петли гистерезиса близки к предельной.

Спекание без применения ГОШ-ДГП (образец 1) приводит к умеренному значению коэрцитивной силы материала, а также к пониженному значению максимальной и остаточной индукции даже для петли, приближающейся к предельной, что обусловлено высокой пористостью образца. Применение ГОШ-ДГП без последующего отжига и перекристаллизации (образец 2) вследствие уплотнения материала и возникновения значительных механических напряжений в нем сопровождается ростом как максимальной индукции, так и коэрцитивной силы материала, что затрудняет намагничивание образцов в умеренных полях ( $\sim 2200$  А/м) до состояния, приближающегося к предельному. Применение после ГОШ-ДГП высокотемпературного отжига (образцы 3,4) приводит как к дальнейшему росту максимальной и остаточной индукции, так и к резкому снижению коэрцитивной силы материала.

Кроме того, с увеличением степени деформационного и продолжительности термического воздействия на исследуемые

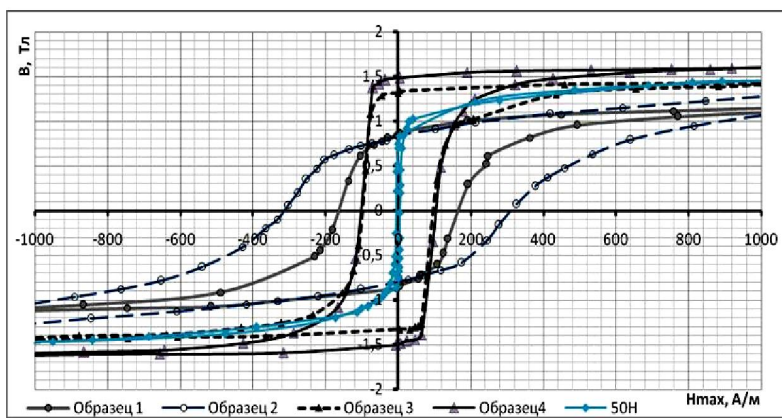


Рис.2. Фрагмент петли гистерезиса образцов «Fe-P» при максимальной напряженности магнитного поля  $\sim 2200$  А/м

материалы, включая нагревы до и после ГОШ-ДГП (образцы 3-4), показатель прямоугольности петли гистерезиса растет, достигая величины  $K_{\Pi}=0,96$  в поле  $H_{\max}=330$  А/м (рис.2).

С увеличением напряженности магнитного поля этот показатель несколько снижается, однако остается достаточно высоким ( $K_{\Pi}=0,88-0,90$  при  $H_{\max}=2160$  А/м).

Представляется, что механизм увеличения прямоугольности петли гистерезиса в исследованных материалах, полученных по различным технологическим схемам, связан с особенностями их кристаллической и доменной структуры. Применение ГОШ-ДГП способствует формированию текстуры деформации, характеризуемой изменением размеров зерна, что должно повышать роль межзеренных границ в торможении движения доменных стенок при перемагничивании и способствовать росту величины  $K_{\Pi}$ . Кроме того, в процессах нагрева и переноса образцов материалов в деформирующий штамп при ГОШ-ДГП возможно окисление границ исходных частиц порошка. Роль кислорода в этом случае является резко негативной, поскольку он, выделяясь в виде неметаллических включений, препятствует перестройке доменной структуры, обусловленной наведением одноосной анизотропии.

Отмеченные нами особенности формирования магнитных свойств подтверждаются результатами мёссбауэровских измерений. Мёссбауэровские спектры исходных порошков ASC 100.29 (образец **00**), PASC 60 (образец **0**) и спеченного образца **1** представлены на рис.3. Спектры образцов **2** и **3** практически тождественны спектру образца **1** и потому на рис.3 не представлены. Результаты обработки всех спектров с использованием программы UnivemMS суммированы в табл.3 (химсдвиги компонентов спектра указаны относительно  $\alpha$ -Fe), где приведены значения параметров для каждой компоненты спектра и сведения о доле атомов Fe, отвечающих за данную компоненту.

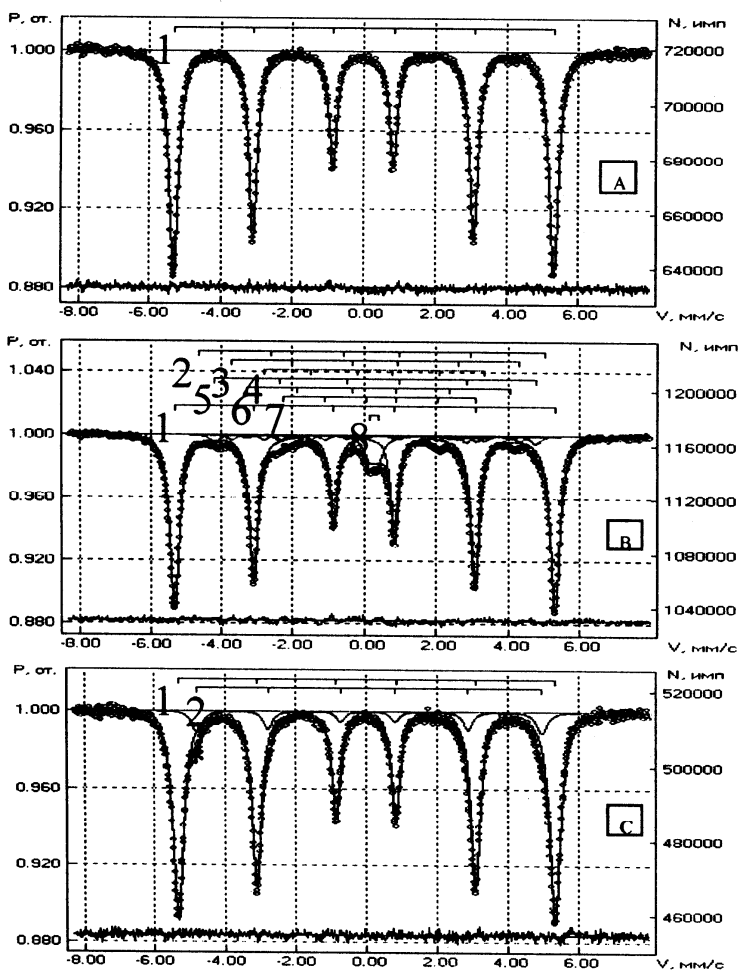


Рис.3. Мёссбауровские спектры образцов, измеренные при комнатной температуре: А – ASC 100.29; В – PASC 60; С – спеченный образец 1. Цифрами у гребенок обозначены системы линий (пояснения в тексте)

Таблица 3

Результаты обработки мёссбауэровских спектров  
исследованных образцов

Образец	Фаза	Номер системы линий	Параметры системы линий				
			$\delta$ , мм/с	$\Delta E_Q$ , мм/с	Нэфф, кЭ	$\Gamma(1,6)$ мм/с	$S$ , %
1	2	3	4	5	6	7	8
ГСО Fe № 3002-83	$\alpha$ -Fe, 100 %	1	0,000(1)	0,003(1)	329,7(1)	0,331(2)	100,0
<b>00</b>	$\alpha$ -Fe, 100 %	1	0,000(1)	0,002(1)	329,9(1)	0,312(2)	100,0
<b>0</b>	$\alpha$ -Fe, 81,7 %	1	0,000(1)	0,003(1)	330,1(1)	0,314(2)	81,7
		2	0,190	0,010	299,0	0,314(2)	0,7
	Fe <sub>3</sub> P, 12,8 %	3	0,300	0,000	249,0	0,314(2)	2,4
		4	0,290	-0,020	191,0	0,314(2)	2,3
		5	0,270	0,060	278,0	0,314(2)	3,6
		6	0,330	0,120	228,0	0,314(2)	1,7
		7	0,440	-0,040	167,0	0,314(2)	2,6
Среднее для Fe <sub>3</sub> P, 5,1 %	8	0,278(4)	0,256(7)	-	0,366 (15)	5,1	
<b>1</b>	$\alpha$ -Fe 90,6 %	1	0,002(1)	0,003(1)	330,5(1)	0,360(2)	90,6
	P: $\alpha$ -Fe 9,4 %	2 *	0,069(4)	0,033(8)	302,0(3)	0,360(2)	9,4
<b>2</b>	$\alpha$ -Fe 90,1 %	1	0,002(1)	0,003(1)	331,1(1)	0,350(2)	90,1
	P: $\alpha$ -Fe 9,9 %	2 *	0,056(4)	0,008(7)	303,3(3)	0,350(2)	9,9
<b>3</b>	$\alpha$ -Fe 90,6 %	1	0,002(1)	0,003(1)	331,0(1)	0,357(2)	90,6
	P: $\alpha$ -Fe 9,4 %	2 *	0,063(3)	0,016(6)	303,0(3)	0,357(2)	9,4

*Примечания:* \* - для твердого раствора фосфора в  $\alpha$ -Fe. Измерения при комнатной температуре, химсдвиг приведен относительно  $\alpha$ -Fe. В скобках приведены погрешности параметров, связанные только со статистической точностью обработки. Реальные погрешности определения химсдвига и величины индукции, учитывающие нестабильности нуля скоростной шкалы спектрометра и цены канала скорости, могут составлять дополнительно  $\pm 0,002$  мм/с и  $\pm 0,3\%$  ( $\pm 0,5... \pm 1$  кГс) соответственно.

Установлено, что для образца **00** (порошок ASC 100.29) мёссбауэровский спектр (секстет 1, рис.3,А) по параметрам вполне тождественен спектру  $\alpha$ -Fe. Более того, линии спектра этого образца несколько уже, чем линии спектра стандарта  $\alpha$ -Fe (ГСО), что указывает на более однородное окружение атомов и меньший уровень дефектности кристаллической решетки железа в ASC 100.29 в сравнении с ГСО  $\alpha$ -Fe. Основной компонентой ( $\approx 82\%$ ) мёссбауэровского спектра образца **0** (PASC 60), в состав которого входят ASC 100.29 и феррофосфор, являются те же узкие линии  $\alpha$ -Fe (секстет 1, рис.3,В), что и в образце ASC 100.29. Однако, как следует из полученных данных, имеется существенное (около 18% общего количества Fe) количество линий парамагнитной фазы (дублет 8) и секстетных линий (2-7) с пониженным значением магнитной индукции, которые естественно связать с наличием примеси феррофосфора. Более наглядно вид мёссбауэровского спектра этой примеси показан отдельно на рис.4,б, полученном "вычитанием" спектра образца **00** из спектра образца **0** при их соответствующей нормировке. Для сравнения укажем, что мёссбауэровские спектры аморфных образцов соединения  $\text{Fe}_3\text{P}$  (рис.4,а) при различной степени кристаллизации весьма напоминают спектр на рис.4,б.

Заметим, что сплавы  $\text{Fe}_x\text{P}_{100-x}$  при  $x > 50\%$  (в том числе  $\text{Fe}_2\text{P}$ ,  $\text{FeP}$  и  $\text{FeP}_2$ ) при комнатной температуре являются парамагнитными. Их мёссбауэровские спектры представляют собой суперпозиции дублетов (дублет 8 на рис.3, В; рис.4,б) со следующими параметрами парамагнитного дублета:  $\delta = 0,278 \pm 0,004$  относительно  $\alpha$ -Fe,  $\Delta E_Q = 0,256 \pm 0,007$  мм/с (см.табл.3) являются приемлемым усреднением параметров двух дублетов для  $\text{Fe}_2\text{P}$ :

- Fe I:  $\delta = 0,141 \pm 0,006$  (пересчитано от стандарта SNP к  $\alpha$ -Fe),  $\Delta E_Q = 0,201 \pm 0,007$  мм/с.;
- Fe II:  $\delta = 0,545 \pm 0,006$  (пересчитано от стандарта SNP к  $\alpha$ -Fe),  $\Delta E_Q = 0,545 \pm 0,007$  мм/с.

Относительно низкая статистическая точность разностного спектра образцов **0** и **00** (см.рис.4,б) не дает возможности уточнять разложение мёссбауэровского спектра феррофосфора на отдельные системы линий, но в целом обработка мёссбауэровского спектра образца **0** (PASC 60) и разностного спектра образцов **0-00** (добавка феррофосфора в PASC 60) согласуется с имеющимися сведениями

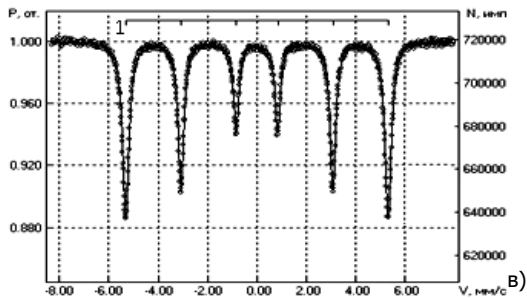
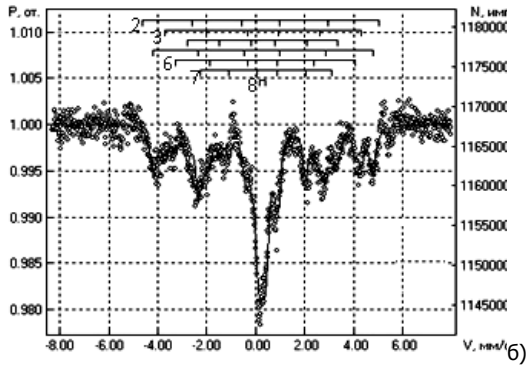
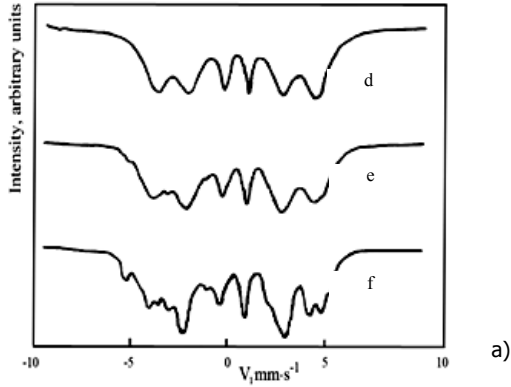


Рис.4. Общий вид мёссбауэровского спектра: аморфного сплава состава  $\text{Fe}_3\text{P}$  (рис.4,а, кривая d); сплава  $\text{Fe}_3\text{P}$  в процессе (рис.4.1,а, кривая e) и после ристаллизации (рис.4,а, кривая f); порошка PASC 60 (рис.4,б); альфа-Fe (рис.4,в)



о системе «Fe-P» и позволяет утверждать, что в составе исследованного образца **0** (PASC 60) около 82% Fe находится в составе  $\alpha$ -Fe (перешло из ASC 100.29); 13% Fe присутствует в составе  $\text{Fe}_3\text{P}$  и 5% Fe - в составе  $\text{Fe}_2\text{P}$  (из феррофосфора).

Мёссбауэровские спектры полученных по различным технологиям образцов (см.рис.3,С) в пределах погрешностей определения параметров для всех трех образцов практически не отличаются (см.табл.3). Какие-либо следы мёссбауэровских спектров богатых фосфором фаз ( $\text{Fe}_3\text{P}$ ,  $\text{Fe}_2\text{P}$  и т.д.) в пределах статистической точности (чувствительность по этим фазам около 2% от общего количества Fe) не выявлено.

Спектры образцов **1-3** представлены суперпозицией двух секстетов. Интенсивный секстет (1) включает  $90,4 \pm 0,3\%$  от общего количества железа и по параметрам соответствует их атомам в  $\alpha$ -Fe, однородность окружения которых в сравнении с исходным порошком нарушена вследствие влияния дефектов решетки либо атомов примесей во второй координационной сфере. На это указывает увеличение примерно на 15% ширины линий резонансов в сравнении со спектром  $\alpha$ -Fe исходного порошка.

Слабый секстет ( $2^*$ ), около 9,5% Fe, следует, по-видимому, связывать с атомами Fe твердого раствора фосфора в  $\alpha$ -Fe, имеющими один атом фосфора в первой координационной сфере, на что указывают результаты сравнения параметров этого секстета (см.табл.3) с результатами исследования соответствующих твердых растворов. Для секстета ( $2^*$ ) в образцах **1-3** увеличение химсдвига относительно секстета (1) составило  $\Delta I_1 = 0,061(8)$  мм/с, а снижение эффективного поля  $\Delta H_1 = 28,1 \pm 0,4$  кЭ, что соответствует литературным данным. Разложение спектра  $\text{Fe}_3\text{P}$  также соответствует имеющимся в нашем распоряжении данным. Средние (по обоим секстетам) значения химсдвига и эффективного поля составляют для образцов **1-3** соответственно  $\bar{I} = (0,0078 \pm 0,0008)$  мм/с и  $\bar{H} = (328,1 \pm 0,4)$  кЭ, т.е. попадают в область массовых содержаний фосфора в сплаве 0,5-0,7%, что не противоречит данным о его составе ( 0,59% ).

Полученные для образцов **1-3** данные о вхождении атомов фосфора в состав твердого раствора с  $\alpha$ -Fe не противоречат также сведениям о предельной растворимости фосфора в  $\alpha$ -Fe: 4,52 ат.% при 1048°C; 1,65 ат.% при 745°C, что соответствует 2,57 и 0,87 мас.% соответственно. Из полученных данных следует, что в порошке ASC 100.29 атомы железа в составе  $\alpha$ -Fe имеют однородное окружение и низкий уровень дефектности кристаллической решетки; в феррофосфоре, добавляемом в порошок PASC 60, около 70% атомов железа присутствуют в форме  $\text{Fe}_3\text{P}$  и около 30% - в форме  $\text{Fe}_2\text{P}$ .

В спеченных образцах **1-4** из PASC 60 следов соединений  $\text{Fe}_3\text{P}$  и  $\text{Fe}_2\text{P}$  в пределах чувствительности метода (около 2%) не выявлено. Фосфор в этих образцах находится в виде твердого раствора с  $\alpha$ -Fe, при этом около 9,5% атомов Fe имеют один атом фосфора в первой координационной сфере, что приводит к увеличению химического (изомерного) сдвига в мёссбауэровском спектре этих атомов Fe и к снижению эффективного магнитного поля на их ядрах. Некоторое (на 15%) увеличение ширины линий в спектрах этих образцов относительно ширины линий исходных порошков связано с ухудшением однородности окружения атомов Fe вследствие влияния дефектов решетки либо атомов примесей во второй и более дальних координационных сферах. Особо следует отметить, что в пределах погрешности измерений и статистической обработки во всех случаях линии мёссбауэровского спектра сохраняют свое положение на скоростной шкале и являются симметричными, никаких других компонентов в мёссбауэровском спектре образцов **1-3**, изготовленных по различным технологическим схемам, не выявлено. Единственное наблюдаемое отличие – это небольшое увеличение уширения линий «Г».

Обсуждая результаты ЯГР-измерений, предположим, что на мёссбауэровские спектры и магнитные параметры порошковых материалов, полученных по различным технологическим схемам

могут оказывать влияние поверхность частиц и интерфейсные области, то есть сумма площадей границ зерен и приграничных с ними областей. Очевидно, что их влияние может осуществляться двумя способами: либо сегрегированием примесей в каждую из них, либо эти области имеют особые структурные и, следовательно, особые магнитные свойства. Оценки, сделанные ранее для частиц со средним размером в 40 мкм позволяют утверждать, что влиянием поверхностного слоя на структуру, магнитные свойства и мёссбауэровские спектры порошковых материалов после консолидации можно пренебречь. Следовательно, речь может идти о существовании вблизи границы зерна зоны с искаженной структурой, простирающейся всего на несколько атомных слоев. По-видимому, именно по этой причине в мёссбауэровском спектре появляется слабый секстет в образцах, подвергнутых горячей штамповке (ГОШ-ДГП). Анализируя обнаруженное уширение линий спектра, заметим возможность существования двух причин этого эффекта. Первая – возможное наличие неконтролируемой примеси в интерфейсных областях, вторая – существование искаженной приграничной области, в которой атомы железа имеют локальную симметрию ближайшего окружения ниже кубической. В случае искаженной структуры угол « $\Theta$ » между осью легкого намагничивания  $[100]$  и направлением  $[111]$ , связывающий ближайшие атомы Fe, неконтролируемым образом может быть как больше, так и меньше величины  $54^{\circ}30'$ , что будет менять знак величины анизотропного вклада. В этом случае будет иметь место наблюдаемое симметричное уширение линий мёссбауэровского спектра без изменения их положения по оси скоростей. В рамках настоящей работы не установлено, какая из рассматриваемых причин имеет большую возможность реализации, поэтому предполагается, что обе они имеют равновероятные возможности.

**В четвертой главе** приведены экспериментальные данные по влиянию технологических схем консолидации/формообразования с использованием ГОШ-ДГП на комплекс магнитных свойств. На рис.5 представлены результаты изменения величины максимальной магнитной проницаемости, на рис.6,7 – величины коэрцитивной силы в зависимости от используемой технологической схемы изготовления образцов, а на рис.8,9 – изменение индукции порошковых образцов. Как следует из полученных данных, величина коэрцитивной силы находится на уровне  $\sim 90$  А/м, максимальная магнитная проницаемость составляет 4800-5200 Гс/Э, а максимальная индукция – 1,4-1,6 Тл. Анализ показывает, что полученные результаты по  $H_c$  и  $\mu_{MAX}$  превосходят (100-148 А/м и 3200-3700 А/м соответственно) результаты, представленные в известных нам литературных источниках.

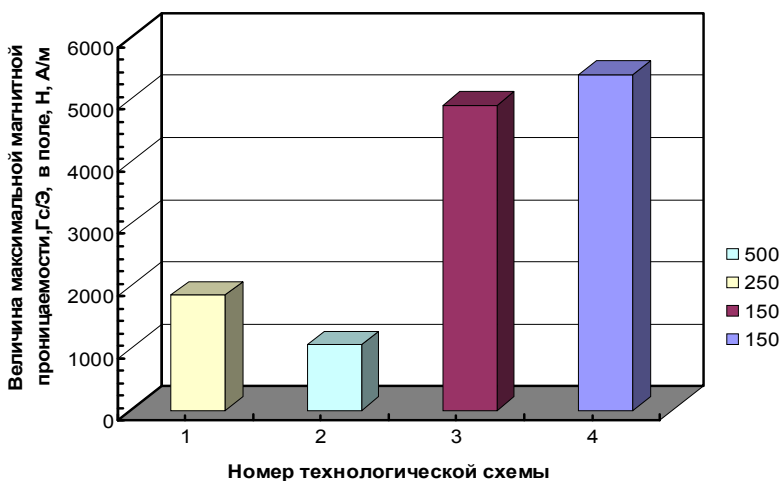


Рис. 5. Зависимость максимальной магнитной проницаемости от технологии изготовления при заданной напряженности магнитного поля  $H$ , А/м

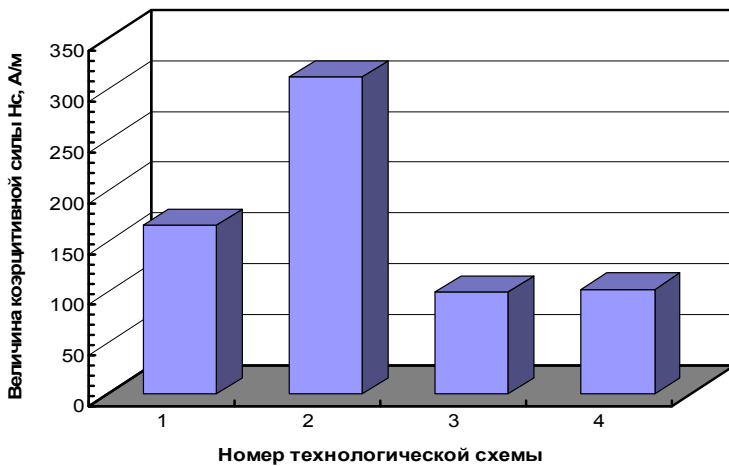


Рис. 6. Зависимость коэрцитивной силы,  $H_c$ , А/м, от технологии изготовления образцов

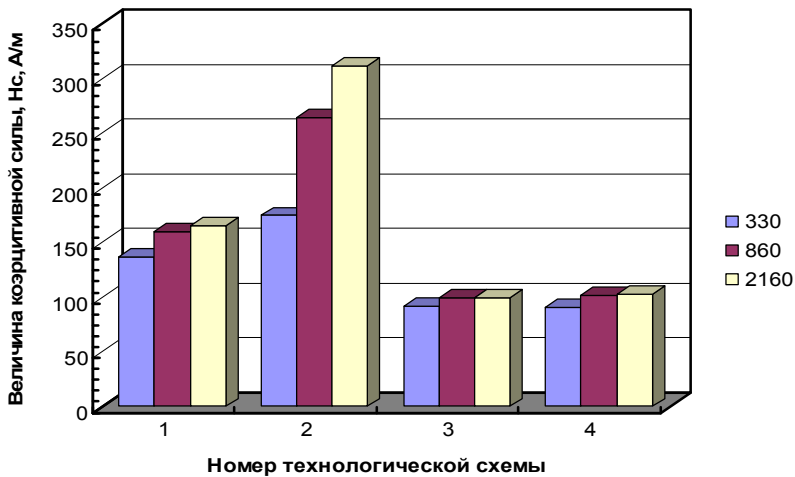


Рис.7. Зависимость коэрцитивной силы в максимальных магнитных полях от технологии изготовления образцов и напряженности магнитного поля  $H$ , А/м

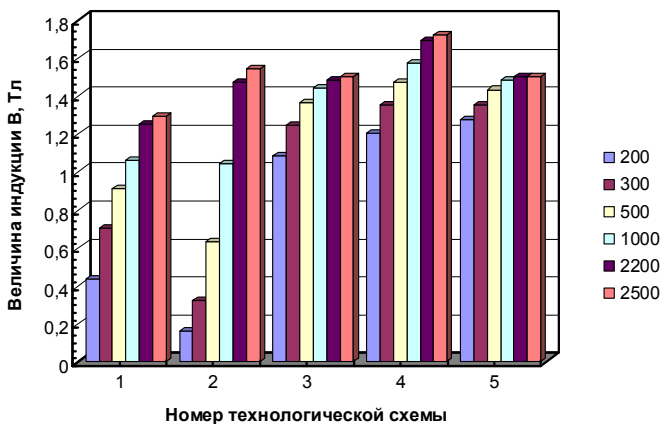


Рис.8. Зависимость индукции от технологии изготовления при различной напряженности магнитного поля  $H$ , A/m

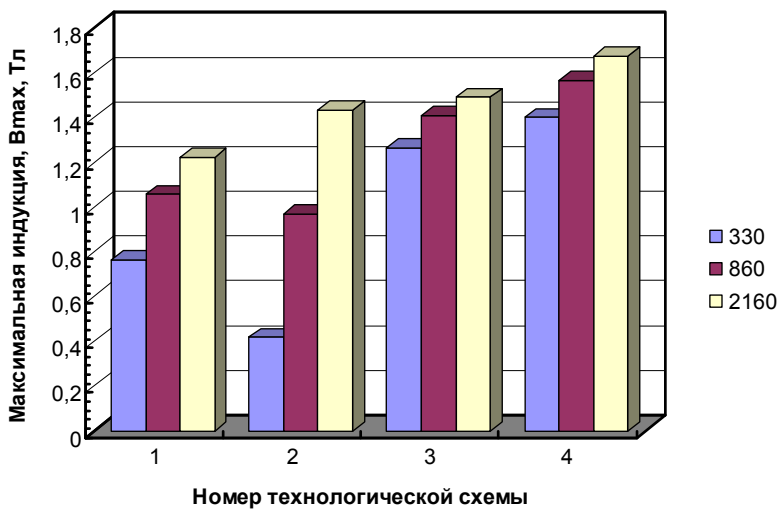


Рис.9. Зависимость максимальной индукции в максимальном магнитном поле от технологии изготовления образца и напряженности магнитного поля  $H$ , A/m

Полученные результаты были использованы при разработке технологии изготовления деталей микродвигателя при выполнении работ по заданию ИПМ НАН Украины и Украинского научно-технического центра (г. Киев).

### Общие выводы по работе

1 Установлено, что особенности формирования магнитных свойств горячештампованных порошковых магнитно-мягких материалов системы «Fe-P» обусловлены предысторией их получения, влияющей на дефектность и напряженность структуры. Показано, что снижение коэрцитивной силы и повышение максимальной индукции обусловлено дефектностью и напряженностью структур деформации, а также возможным окислением границ частиц и зерен исходных порошков в процессе термомеханического воздействия при горячей штамповке.

2. Показано, что определяемые магнитные свойства являются структурно-чувствительными, и потому отражают влияние технологических режимов изготовления образцов материалов на особенности их доменной структуры и, следовательно, на эволюцию петли гистерезиса. С увеличением степени деформационного и продолжительности термического воздействия показатель прямоугольности петли гистерезиса растет, достигая величины  $K_H=0,96$  в поле  $H_{MAX}=330$  А/м. В то же время с увеличением напряженности магнитного поля этот показатель монотонно снижается, достигая величины  $K_H=0,9$  при  $H_{MAX}=2160$  А/м.

3. Отмечено, что изменение технологии изготовления образцов исследованных материалов не приводит к каким-либо существенным изменениям в мёссбауэровском спектре. Во всех случаях линии мёссбауэровского спектра сохраняют свое положение на скоростной шкале и являются симметричными. Наблюдаемое уширение крайних линий может быть объяснено возможным наличием неконтролируемой примеси в интерфейсных

областях, либо существованием искаженной приграничной области, в которой атомы железа имеют локальную симметрию ближайшего окружения ниже кубической. По-видимому, именно по этой причине в мёссбауэровском спектре появляется слабый секстет ( $2^*$ ) в образцах, подвергнутых горячей штамповке.

4. Установлено, что в рамках теории включений для анализа структурно-чувствительных характеристик порошковых материалов, в частности, коэрцитивной силы, использование такой величины, как размер поры, не оправдано. В действительности необходимо учитывать роль размагничивающей энергии, связанной с изменениями намагниченности, обусловленными не только наличием включений, но и вызванными внутренними деформациями. Впервые показана возможность использования теории фракталов для установления взаимосвязей между особенностями строения порошковых материалов и их магнитными свойствами. Доказано, что топология поверхности порошковых материалов может рассматриваться как функция отклика процессов, ответственных за ее формирование; концептуально использование теории фракталов позволяет прогнозировать изменение уровня магнитных свойств (коэрцитивной силы и максимальной магнитной проницаемости) порошковых материалов, однако для инженерного использования требуется наработка массива экспериментального материала и уточнение методик оценки показателя фрактальной размерности.

5. Применение методов порошковой металлургии при изготовлении магнитопроводов в наиболее полной мере отвечает требованиям современного массового производства и является перспективным вариантом сокращения отходов электротехнической стали. Применение технологии горячей штамповки как спеченной, так и неспеченной порошковой пористой заготовки, в сочетании с последующим высокотемпературным отжигом позволяет получать магнитомягкие материалы с высокими магнитными параметрами: коэрцитивная сила и максимальная индукция в полях напряженностью 330-2160 А/м составляют соответственно 75-90 А/м и 1,4-1,7 Тл; при этом величина максимальной магнитной проницаемости в поле напряженностью 150 А/м составляет около 6000 Гс/Э.



## **ПУБЛИКАЦИЯ НАУЧНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ**

1. Кем А.Ю. Мёссбауэровские и магнитные исследования горячештампованного порошкового магнитно-мягкого материала Fe-P / А.Ю. Кем, Чан Мань Тунг, В.В. Китаев. – Вестник ДГТУ. – Т.10. – №5. – 2010. – С. 695-701.

2. Люлько А.В. Исследование поровой структуры и свойств упрочненной матрицы композиционных материалов на основе железных порошков / А.В. Люлько, В.В. Гриценко, Чан Мань Тунг и др. // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2008. – №7. – С. 34-38

3. Кем А.Ю. Формирование магнитных свойств порошковых магнитно-мягких (Fe-P) материалов, аналогов технического железа / А.Ю. Кем, Чан Мань Тунг, В.В. Китаев / ВГТУ. Материалы V Международной конференции «Новые перспективные материалы и технологии их получения (НПМ) – 2010». – Волгоград, 2010. – С. 27-29.

4. Кем А.Ю. Особенности эволюции петли гистерезиса порошковых магнитно-мягких материалов системы Fe-P / А.Ю. Кем, Чан Мань Тунг, В.В. Китаев / ВГТУ. Материалы V Международной конференции «Новые перспективные материалы и технологии их получения (НПМ) – 2010». – Волгоград, 2010. – С. 30-32.

---

В печать 27.08.10.

Объем 1,5 усл.п.л. Офсет. Бумага тип № 3.

Формат 60x84/16. Заказ № 440. Тираж 100 экз.

---

Отпечатано в издательском центре ДГТУ

Адрес университета и полиграфического предприятия:

344000, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1.