

Глава 15. ОСОБЕННОСТИ МАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК НОВЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ ЖЕЛЕЗА

Говор Г.А., Вечер А.К., Янушкевич К.И.

*Государственное научно-производственное объединение «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь, E-mail:govor@physics.by*

Введение

Развитие высокоэффективных технологий производства электродвигателей, трансформаторов и других изделий электротехнической промышленности базируется на использовании новых магнитно-мягких материалов, в частности материалов со структурой металл-диэлектрик-металл (МДМ-структурой), разработке и исследованию основ которых посвящена настоящая работа.

В работе рассмотрены особенности образования ферромагнитного упорядочения в сплавах с МДМ – структурой – сплавах, имеющих многофазное кристаллическое строение – наличие металлической и диэлектрической ферритной фаз, при однофазном ферромагнитном упорядочении.

Рассмотрены и проанализированы известные методы получения ферритовых покрытий на металлический порошок железа. При этом была показана их неэффективность для получения качественных ферритовых покрытий на поверхности частиц железа. Предложен новый способ получения ферритовых покрытий путем нанесения на поверхность частиц железа соответствующих металлических составляющих с последующем их окислением в процессе синтеза магнитно-мягкого материала с МДМ-структурой.

Исследованы методы синтеза сплавов с МДМ- структурой. При этом показано, что известные тепловые методы – спекание, ИК- нагрев и другие приводят к разрушению ферритового слоя. Как следствие, магнитные характеристики подобного сплава близки к характеристикам объемного магнетика, характеризующегося большими потерями на вихревые токи. В работе исследованы режимы метода ВЧ- синтеза МДМ- структур, который позволяет сохранить тонкую прослойку диэлектрической фазы и увеличить удельное сопротивление сплавов до значений $\rho = 10^{-3}$ Ом.м и, таким образом, свести к минимуму потери на вихревые токи.

1. Тенденции в развитии магнитно-мягких материалов

Разработка фундаментальных основ существования ферромагнитного упорядочения в системе, состоящей из металлического магнетика с прямым обменом и оксидного магнетика с косвенным обменом, базируется на основных достижениях физики и техники магнитных материалов последнего столетия [1,2].

Столетие назад были предложены две равноценные концепции изготовления из магнитно-мягких материалов сердечников электрических машин, трансформаторов и электродвигателей.

Первый подход - слоевой метод, описан в 1880 году Эдисоном, состоял в том, что магнитный материал изготавливался в виде тонких листов, которые впоследствии пакетируются в сердечник заданной формы.

Второй подход к решению проблемы минимизации потерь был предложен в 1886 году Фритсом и состоял в компактировании изолированных частиц железа с образованием в конечном итоге композиционного магнитно-мягкого материала, свойства которого подобны ламинированному сердечнику.

Существенным недостатком слоевого метода Эдисона – метода ламинирования, является возможность его использования только в области низких частот 50-300 Гц.

Если рассмотреть тенденцию развития магнитно-мягких материалов для сердечников трансформаторов, по данным крупнейшего производителя силовых трансформаторов до 100 кВт, то можно видеть, что объем ламинированных сердечников с рабочей частотой 50-60 Гц имеет тенденцию к уменьшению в сравнении с высокочастотными системами. К примеру, трансформаторы для блоков питания мощностью порядка 100 Вт в настоящее время выполняются только высокочастотными с использованием ферритовых сердечников.

Тенденция изготовления статоров и роторов электрических машин методом ламинирования на частоты 50-100 Гц, где низкая магнитная индукция ферритов не позволяет их использовать в области повышенных частот, пока сохраняется.

Дальнейший прогресс метода ламинирования в уменьшении вихревых потерь состоит в дальнейшем уменьшении толщины листа

$$P_c = (\pi B_m f h)^2 / 6\rho,$$

где B_m -магнитная индукция насыщения, f -частота, h -толщина листа, ρ -удельное сопротивление. Изготовление листов из аморфных магнитных материалов толщиной в несколько микрон позволяет создать электрические машины с рекордно низкими потерями. Однако стоимость таких изделий существенно возрастает, что делает их неконкурентноспособными на электротехническом рынке.

Основные магнитно-мягкие материалы, производимые в настоящее время, предназначены для работы в частотном диапазоне 50 Гц.

Сравнение стоимостных показателей указывает на перспективность магнитных материалов на основе порошков железа. Следует учесть, что конечная стоимость изделия в 1,5 - 2 раза выше за счет большого количества отходов - скрапа и сложности процесса производства. Ориентация потребности в материалах с рабочими частотами 1 - 10 кГц и выше требует принципиально новых решений проблемы.

Как уже упоминалось выше, еще в 1886 году Фритс рекомендовал использовать композиционный материал как альтернативу к подходу "листовой сборки" сердечников электрических машин. Он предложил композиционный материал на основе порошка железа с изолирующими слоями на поверхности частиц железа. Когда подобный композиционный порошок был сформован в сердечник для электромашин, то его свойства были близки к ламинированному сердечнику. Изолирующие слои препятствовали частицам железа контактировать друг с другом. Как следствие, магнитные и вихревые потери были также близки к параметрам ламинированных материалов.

Однако, вследствие более высоких значений магнитной индукции ламинированных материалов и отсутствие в то время технологии порошковой металлургии для изготовления сердечников «ламинированный» подход стал основой технологии изготовления электрических машин.

С развитием технологии порошковой металлургии предпринимались многочисленные попытки реализации идей Фритса. Были предложены различные изолирующие материалы, наносимые самыми разными способами. Однако, всем им присущи основные недостатки - низкое значение магнитной индукции, малая плотность или материалы имели высокие потери на перемагничивание или их сочетание.

В середине 80-х годов интенсивными исследованиями проблемы- по какой причине та или иная идея проваливалась и как преодолеть недостатки композиционных магнитных материалов на основе порошков железа- занялись такие известные компании, как GeneralElectric, Hognes AB и ряд других фирм [4,5]. Основные магнитно-мягкие материалы, производимые в настоящее время, предназначены на 50 Гц частотный диапазон. Сравнение стоимостных показателей указывает на перспективность магнитных материалов на основе порошков железа.

Средние мировые цены

Холоднокатанные стали -	0,8-1 \$/кг
Ориентированные стали -	2,5 -3 \$/кг
Аморфные стали -	5 \$/кг
Ферритные компоненты -	20 -25 \$/кг
Порошок железа ASC 100.29 -	1 \$/кг

Ориентация на потребности в материалах с рабочими частотами 1–10 кГц и выше требует принципиально новых решений проблемы.

1.1. Магнитные композиционные материалы

Технология производства композиционных магнитных материалов включает в себя ряд следующих процессов.

1. Очистка исходного порошка железа и покрытие нанометровым изоляционным слоем магнитного оксида.
2. Нанесение на поверхность изолированного порошка железа слоя смазочного материала
3. Технологический процесс прессования подготовленного изолированного порошка в изделия заданной формы
4. Отжиг готовых изделий, окраска при необходимости
5. Исследование магнитных свойств полученных материалов в широком диапазоне изменения частот переметания, магнитных полей и температур.

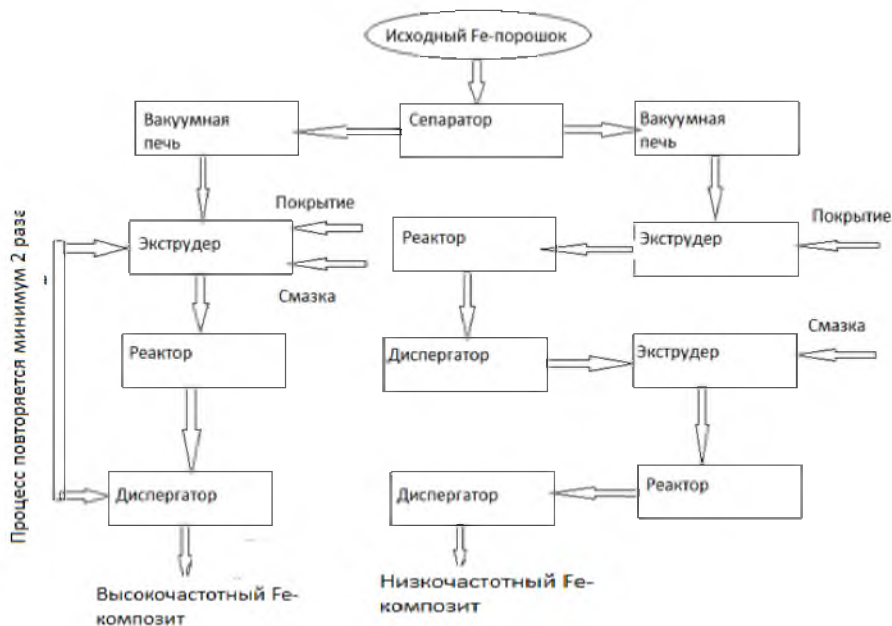


Рисунок 1 – Технологический процесс изоляционного покрытия частиц железа и их смазки

Собственно процессы изоляционного покрытия и смазки поверхности порошка приведены на технологической схеме (рис.1)

В результате обработки порошка и последующего прессования образуется изделие, в котором частицы железа разделены нанометровыми слоями изолирующего покрытия и слоем смазки (рис.2).

1.2. Процессы намагничивания композиционного магнитного материала на основе частиц железа

Вначале рассмотрим процессы намагничивания ансамбля отдельных частиц, например частиц железа. Порошкообразное железо, к примеру железный порошок фирмы HogenasAB типа ASC 100.29, представляет собой особо чистое малоуглеродное железо со средним размером поликристаллических частиц порядка 100 мкм. В дальнейшем вышеуказанный тип железного порошка ASC 100.29 использован во всех исследованиях по разработке новых магнитно-мягких материалов.



Рисунок 2 – Вид порошков железа в спрессованном состоянии

Удельная энергия активации процесса смещения доменной границы относительно небольшая и лежит в пределах

$$E_a = 1 \text{ до } 100 \text{ Дж/м}^3$$

Из последнего следует, что значение магнитного поля для случая совпадения направлений легкого намагничивания и внешнего магнитного поля окажется равным:

$$H_d = E_a / V_m = 1 - 100 \text{ А/м},$$

где $V_m = 2 \text{ Тл}$ – магнитная индукция насыщения для железа.

Меньшие значения внешнего магнитного поля порядка 1 А/м характерны для намагничивания идеальных частиц железа, близких к монодоменному состоянию с минимумом структурных дефектов. Последнее собственно и определяет высокие значения магнитной проницаемости для чистого железа с отжигом последнего в водородной среде в пределах $\mu_m = 250000 - 300000$. Для технического железа вследствие присутствия большого числа кристаллических дефектов различной природы энергия активации доменной границы в сотни раз выше. Как результат, максимальное значение магнитной проницаемости для технического железа существенно ниже и составляет $\mu_m = 5000 - 7000$.

Более сложный процесс намагничивания железных частиц имеет место, если направление легкого намагничивания $\{100\}$ не совпадает с направлением внешнего магнитного поля. Процесс намагничивания в последнем случае можно разделить на две части. В слабых полях смещение доменных границ приводит к увеличению магнитной индукции в направлении легкого намагничивания $\{100\}$. После насыщения вследствие процесса смещения границ дальнейший ее рост происходит в результате процесса вращения вектора магнитной индукции в направлении внешнего магнитного поля.

Энергия активации процесса вращения вектора магнитной индукции значительно выше, чем процесса смещения доменных границ. Значение этой энергии можно определить из процесса вращения вектора намагничивания. Различие энергий намагничивания в легком и трудном направлениях намагничивания и определяет энергию активации процесса вращения вектора намагничивания. Как следует из приведенных результатов значение энергии активации процесса вращения равно

$$E_r = 10^4 - 10^5 \text{ Дж/м}^3$$

В этом случае для увеличения магнитной индукции на

$$\Delta B = 0,1 V_m = 0,2 \text{ Тл}.$$

Величина магнитного поля окажется равной

$$H_r = E_r / 2 \cdot \Delta B = 25 - 250 \text{ кА/м}.$$

Как результат этого значение магнитной проницаемости для намагничивания железа вследствие вращения вектора намагничивания существенно меньше величины магнитной проницаемости для процесса смещения границ.

Значение магнитной индукции для процесса вращения вектора намагничивания можно определить из выражения:

$$\mu_r = B^2 / 3 \cdot K_1 \cdot \mu_0$$

где $B_m = 2$ Тл – магнитная индукция насыщения для железа, $K_1 = 4,2 \cdot 10^4$ Дж/м³ – константа магнитной анизотропии – энергия поворота вектора намагничивания в трудном направлении – или тоже что энергия активации процесса вращения вектора намагничивания. После подстановки значений величина магнитной проницаемости процесса вращения вектора намагничивания окажется равной:

$$\mu_r = 2^2 / 3 \cdot 4,2 \cdot 10^4 \cdot 4\pi \cdot 10^{-7} = 25.$$

Особенностью процесса намагничивания вследствие вращения вектора намагничивания является постоянство значения магнитной проницаемости в широком интервале изменения магнитных полей. В отличие от этого магнитная проницаемость вследствие процесса смещения границ является нелинейной функцией от внешнего магнитного поля – максимальна в слабых полях и минимальна – с приближением к состоянию насыщения магнитного материала.

Начальная магнитная проницаемость технического железа лежит в пределах от 100 до 200. Последнее означает, что намагниченность технического железа определяется как процессом смещения границ, так и процессами вращения вектора намагничивания.

Процесс намагничивания технического железа, состоящий из отдельных зерен близок к процессу намагничивания отдельных частиц. Структурная граница между зернами, представляющая структурный дефект закрепляет доменную границу. Это и определяет существенное различие в намагничивании отдельного зерна и ансамбля частиц.

Роль магнитной границы закрепленной структурными дефектами – установление ближайших направлений легкого намагничивания в соседних зернах. Как результат, весь объем магнитного материала в этом случае можно рассматривать как одно зерно с единственной осью легкого намагничивания. Процесс намагничивания всего объема магнитного материала в этом случае, несмотря на поликристаллическую его структуру, весьма близок по характеру к процессу намагничивания единичного зерна.

Процесс намагничивания композиционного магнитного материала в отличие от намагничивания металлического магнетика характеризуется отсутствием магнитного взаимодействия между соседними зернами. Последнее приводит к тому, что легкое направление намагничивания устанавливается в соответствии с анизотропией формы зерен и т.п. Произвольный характер ориентации отдельных зерен определяет разориентацию направлений вектора намагниченности отдельных зерен.

Наложение относительно небольших внешних полей вследствие смещения доменных границ, в ближайших к внешнему магнитному полю направлениям, приводит к насыщению магнитного материала. Ориентация векторов магнитной индукции отдельных зерен распределена в угловом диапазоне от $-\pi/2$ до $\pi/2$. В первом приближении можно считать распределение векторов намагничивания в указанном угловом диапазоне равновероятным. Суммарное значение намагниченности насыщения как результат проекции векторов намагниченности отдельных зерен на направление магнитного поля определится:

$$\pi/2$$

$$\langle B \rangle = \int_0^{\pi/2} B_m \cdot \cos\varphi \cdot d\varphi = 2 B_m / \pi = 0,64 B_m$$

$$0$$

$$\text{или } \langle B_m \rangle = 1,3 \text{ Тл.}$$

Дополнительный вклад в намагниченность композиционного материала вследствие поворота вектора намагниченности в направлении внешнего поля приводит к дополнительному увеличению магнитной индукции на 0,1-0,2 Тл.

Из вышеприведенного рассмотрения максимальное значение магнитной индукции композиционного материала не может превысить величину

$$\langle B_m \rangle = 1,4-1,5 \text{ Тл}$$

Обычно максимальное значение магнитной индукции композиционных материалов несколько ниже вследствие наличия немагнитных добавок. К примеру, в [6] показано, что максимально достижимое значение индукции насыщения в полях $H = 12 \text{ кА/м}$ не превышает

$$\langle B_m \rangle = 1,4 \text{ Тл}$$

Максимальное значение магнитной проницаемости при этом не превосходит значений

$$\mu_m = 400-500$$

Таким образом, из приведенного рассмотрения следует, что процесс намагничивания композиционного материала с немагнитными межзеренными границами не может обеспечить значения магнитных параметров, характерных для металлических магнитно-мягких материалов.

1.3. Процесс намагничивания МДМ-сплавов

Отличительной особенностью МДМ-сплавов является образование на границе металлического зерна тонкого слоя ферромагнитного оксидного материала – феррита.

Фундаментальное значение ферритного слоя на поверхности зерна железа может быть рассмотрено с двух позиций.

Высокое удельное сопротивление магнитного оксида определяет общее увеличение сопротивления МДМ-сплава до значений

$$\rho = 10^{-3} \text{ Ом.м.}$$

Последнее ведет к уменьшению вихревых потерь при перемагничивании материала определяемых выражением:

$$P_c = (\pi \cdot B_m \cdot f \cdot h)^2 / 6\rho,$$

где f – частота перемагничивания, h – размер зерна, ρ – удельное сопротивление.

С другой стороны, ферритовый слой на поверхности зерна железа представляет собой закрепленную доменную границу. Роль подобной магнитной границы такая же, как и роль подвижной границы – формирование одноосной взаимной ориентации векторов намагниченности соседних зерен. Как результат, направление векторов магнитной индукции соседних зерен B_1 и B_2 практически совпадает.

Процессы намагничивания подобного МДМ – сплава близки по характеру выше рассмотренному процессу намагничивания электротехнической стали. Первая стадия процесса намагничивания – намагничивание в слабых полях вследствие смещения доменных границ и вторая стадия – намагничивание в результате вращения вектора магнитной индукции в направлении внешнего магнитного поля.

Толщина доменной стенки для железа в первом приближении тогда определится выражением:

$$\delta = \pi \sqrt{J \cdot S^2 / K \cdot a},$$

где $J = 2,2 \cdot 10^{-21} \text{ Дж}$ – значение магнитной обменной энергии, $S = 1$ – общий магнитный момент на решетку, $K = 4,2 \cdot 10^4 \text{ Дж}$ – константа анизотропии, $a = 3 \cdot 10^{10} \text{ м}$ – параметр решетки. После подстановки значений толщина доменной стенки в железе определится

$$\delta = 0,05 \text{ мкм.}$$

Для ферритного граничного слоя толщина стенки в несколько раз больше и находится в пределах $\delta = 0,1 - 0,2 \text{ мкм}$

Размер магнитного домена в железе в отсутствии магнитного поля приближается к значению

$$d = 5 \text{ мкм.}$$

Таким образом, вышеприведенное рассмотрение показывает, что магнитные параметры МДМ-сплава будут близки к параметрам магнитно-мягких сталей в случае, если толщина ферритного слоя в МДМ-сплаве будет в пределах $\delta = 0,1 - 0,2 \text{ мкм}$.

1.4. Разработка методов пассивации поверхности частиц железа для уменьшения диффузии кислорода в железо

Одна из основных технологических проблем при получении оксидного магнитного слоя на поверхности частиц железа состоит в пассивации поверхности путем образования различных оксидов, в частности фосфидных, боридных и т.д. Для решения указанной технологической задачи разработан и изготовлен макетный образец установки для нанесения защитных покрытий.

Поскольку последующий процесс ферритизации поверхности частиц железа неразрывно связан с процессом пассивации и представляет практически единый технологический процесс, то его результаты будут приведены в следующем разделе.

2. Разработка и исследование методов ферритизации поверхности частиц железа

2.1. Анализ известных методов ферритизации поверхности частиц железа

Проблема ферритизации поверхности частиц так или иначе связана с широко известными технологиями получения ферритов [6].

Из известных методов получения ферритов для ферритизации поверхности частиц железа можно выделить такие наиболее перспективные методы, как механическое легирование поверхности частиц с образованием ферритного слоя, формирование оксидных слоев осаждением из жидкости с последующим процессом спекания и метод формирования ферритовых покрытий на поверхности из газовой фазы.

Основные требования к ферритовым покрытиям можно сформулировать следующим образом:

- слой ферритового покрытия должен быть сплошным и однородным по толщине;
- удельное сопротивление ферритного слоя должно быть максимальным;
- магнитные параметры ферритового слоя также должны быть максимально возможными.

Эти столь противоречивые требования обуславливают всю сложность выполнения поставленной задачи.

В настоящей работе нами приведено исследование возможности применения указанных известных методов получения ферритов для нанесения ферритного слоя на поверхность частиц железа, приведены результаты использования известных методов получения ферритов для создания на поверхности частиц железа тонкослойных ферритовых покрытий и разработки нового способа ферритизации поверхности частиц железа

2.1.1. Получение ферритовых покрытий методом механического легирования

В методе механического легирования частицы железа совместно с ферритовым составом обрабатываются в шаровой мельнице длительное время до формирования на поверхности частиц железа ферритового слоя.

В настоящей работе было выполнено исследование указанного метода для получения покрытий марганец-цинкового феррита на поверхности порошка железа ASC 100.29. В качестве смесителя использовалась шаровая планетарная мельница. Количество ферритовой фазы принималось из расчета образования на поверхности железа слоя в пределах 0,1–0,2 мкм. Длительность процесса взаимного перемешивания обычно составляла от одного до четырех часов.

Изучение полученных в результате механического легирования порошков железа показало, что ферритовые слои на поверхности частиц железа имеют однородную структуру.

При этом было показано, что наряду с присутствием частиц железа в результате механического легирования всегда дополнительно образуется мелкодисперсная ферритовая фаза, отделить которую не представляется возможным.

Кроме того, длительное механическое вращение в результате нагрева порошка железа приводит к дополнительному окислению частиц железа с образованием с образованием наряду с ферритом ряда свободных оксидов железа FeO-Fe₂O₃.

Компримирование и последующий синтез образцов из полученных в результате механического легирования порошков железа показал их относительно низкие значения магнитной индукции и магнитной проницаемости при низком удельном электросопротивлении – результат прямого контакта частиц железа.

В результате всех проведенных исследований было показано, что метод механического легирования при совместном механическом перемешивания частиц железа и феррита не может быть применен для образования на поверхности частиц железа ферритового слоя.

2.1.2. Формирование ферритовых покрытий на поверхности частиц железа из жидкой фазы

В методе получения ферритовых покрытий из жидкости методом термического разложения солей обычно используют водо-растворимые соли серной, азотной, соляной и других кислот. Серноокислые соли обычно содержат прочно связанную кристаллизационную воду и поэтому для производства исходные компоненты берутся в виде кристаллогидратов металлов,

Сущность метода состоит в предварительном совместном перемешивании порошка с добавлением водо-растворимых солей и последующем термическом разложении солей до оксидов и образованием на поверхности железа ферритовых покрытий. Метод термического разложения солей хорошо известен и широко используется в практике для получения особо качественных ферритов, например высокочастотных [7].

Для исследования возможности применения метода термического разложения солей разработана установка, включающая вращающийся вакуумный барабан, в котором производилось совместное перемешивание железного порошка ASC 100.29 совместно с заданным количеством водного раствора солей металлов.

Температура порошка с раствором солей металлов в барабане постепенно повышалась до 200°C. Вращение проводилось до полного испарения воды. Для уменьшения окисления порошка железа при испарения растворы солей обычно готовились на спиртоводной основе.

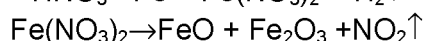
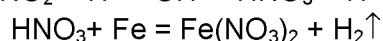
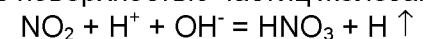
В результате после испарения частицы железа покрываются тонким слоем солей серной или азотной кислот требуемого состава.

Процесс ферритизации внешних слоев поверхности частиц железа проводился при температуре 600 °С и пониженном атмосферном давлении. Процесс ферритизации включал собственно процесс декомпозиции сульфатов и нитратов с образованием на поверхности частиц железа оксидов заданного состава. Температура процесса декомпозиции сульфатов и нитратов металлов на соответствующие оксиды металлов зависела от заданного состава и обычно составляла от 400 до 600 °С.

Следующей стадией метода был процесс формирования ферритового покрытия заданного состава на поверхности частиц железа. Указанный процесс формирования ферритового покрытия проводился при температуре в интервале от 600 до 700 °С и пониженном атмосферном давлении.

Позитивной стороной и достоинством вышеназванного процесса получения ферритовых покрытий путем разложения водо-растворимых солей является его относительная простота и низкая стоимость.

Однако, при исследовании этого метода было выявлено ряд негативных сторон, в частности, появление неконтролируемого количества оксида железа, как результат взаимодействия паров кислот с поверхностью частиц железа:



Неконтролируемое количество оксидов железа, не имеющих магнитного упорядочения, на поверхности порошка железа определяет низкие магнитные свойства

образцов после спекания – низкое значение магнитной индукции и магнитной проницаемости, а также низкое удельное электросопротивление.

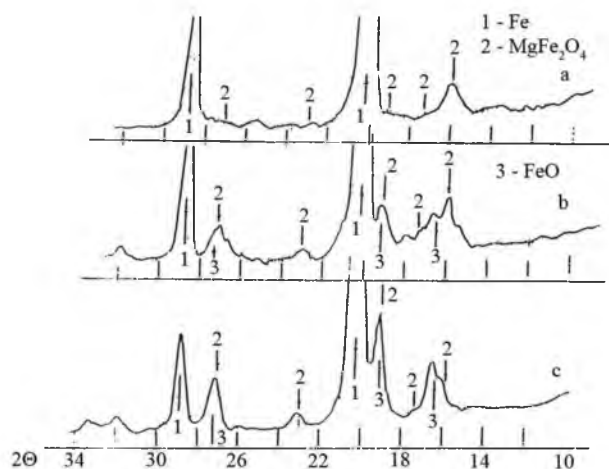


Рисунок 3 – Рентгенограммы синтезированных при различных температурах образцов на основе порошка железа ASC100.29, покрытого магниевым ферритом MgFe_2O_4

На рисунке 3 приведены рентгенограммы синтезированных при различных температурах образцов на основе порошка железа ASC100.29, покрытого магниевым ферритом MgFe_2O_4 и на рисунке 4 рентгенограммы тех же образцов при капсулировании порошка железа простым железным ферритом FeFe_2O_4 . Из приведенных результатов видно, что на всех указанных рентгенограммах видно наличие оксида железа FeO , определяющего низкие магнитные свойства термически синтезированных образцов.

Из рассмотрения приведенных рентгенограмм также следует, что повышение температуры синтеза свыше $1000\text{ }^\circ\text{C}$ приводит к дополнительному образованию оксидов, не имеющих магнитного упорядочения, вследствие диффузии кислорода с поверхности частицы железа.

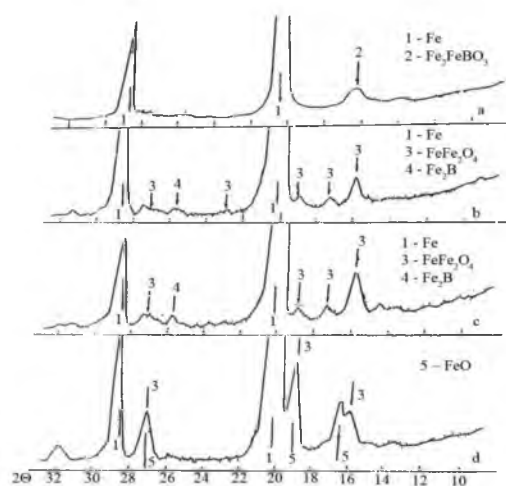


Рисунок 4 – Рентгенограммы синтезированных при различных температурах образцов на основе порошка железа ASC100.2 при капсулировании порошка железа простым железным ферритом FeFe_2O_4

Указанный процесс проиллюстрирован на рисунке 5. С повышением температуры синтеза происходит диффузное распределение кислорода с образованием обширных переходных областей. При этом количество оксида железа FeO , не имеющего магнитного упорядочения, в указанных переходных областях возрастает с существенным снижением магнитных свойств МДМ-сплава.

Для исключения дополнительного неконтролируемого образования оксида железа при покрытии железа ферритом в результате разложения нитратов и сульфатов металлов в состав последних вводилось определенное количество лимонного аммония, позволяющего частично адсорбировать пары азотной и серной кислот. Однако, в результате реакции паров кислот с лимонным аммонием в присутствии железа возникает дополнительное количество веществ с неупорядоченным магнитным состоянием, которые при синтезе образцов приводят к понижению магнитных свойств.

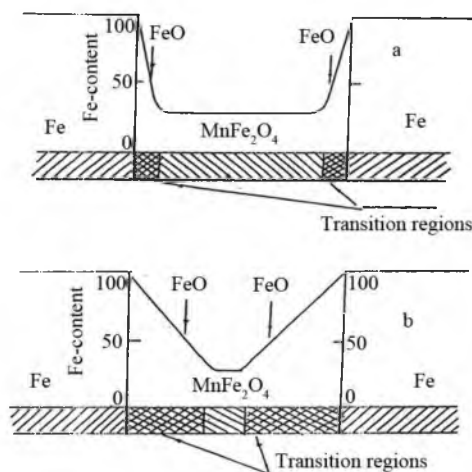


Рисунок 5 – Изменение концентрации железа в переходной области на границе при температуре синтеза 100С – а и температуре синтеза 1200С – б

Все вышеуказанные негативные явления образования неконтролируемого количества оксидов с неупорядоченным магнитным состоянием не позволяют использовать относительно простой метод получения ферритовых покрытий в результате термического разложения сульфатов и нитратов металлов.

2.1.3. Формирование ферритовых покрытий из газовой фазы

Формирование ферритовых покрытий из газовой фазы представляет собой процесс нанесения оксидов путем их испарения и последующим газотранспортом и осаждением последних в зоне железного порошка.

Для реализации указанного метода капсуляции железного порошка ферритовым покрытием из газовой фазы разработана и изготовлена экспериментальная установка, включающая двух зонную печь с вращающимся в ней вакуумным барабаном специальной конструкции (рис.6).

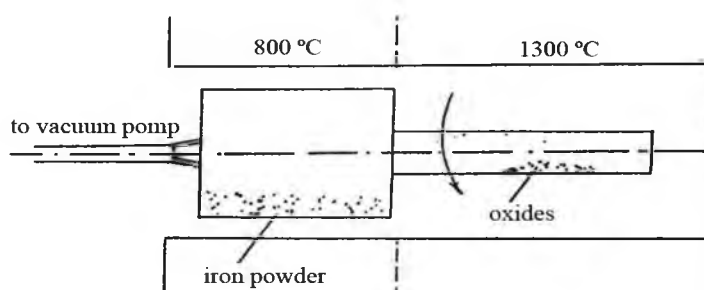


Рисунок 6 – Принципиальная схема конструкции установки по нанесению ферритовых покрытий на порошок из газовой фазы

Температура высокотемпературной зоны составляла от 1000 до 1300 °С в зависимости от типа оксида металла, используемого для покрытия. К примеру, для оксида марганца температура высокотемпературной зоны приближалась к 1100 °С.

Температура низкотемпературной зоны с порошком железа обычно составляла 600–700С.

В качестве примера для определения возможности использования метода покрытия из газовой фазы были приготовлены порошки на основе железа ASC 100.29 с покрытием Mn-Zn-ферритом. Исследование качества ферритовых покрытий подтвердило их однородность и равномерность по толщине.

Однако, вышеуказанный метод получения покрытий из газовой фазы требует достаточно высоких температур и поддержания их в течение длительного времени - от одного до нескольких часов для обеспечения покрытий толщиной в десятые доли микрона. Низкая эффективность метода и, как следствие высокая стоимость железного порошка, основная причина по которой метод получения покрытий из газовой фазы не может быть использован для получения ферритовых покрытий на порошке железа.

2.2. Новый способ покрытия порошка железа ферритовым слоем.

Как следует из приведенного выше рассмотрения известные методы капсулирования порошка железа тонким ферритовым слоем, а именно механическим наплавлением ферритового слоя, формированием ферритового слоя в результате разложения сульфатов и нитридов металлов и формированием ферритового слоя из газового оксидного слоя создают некачественное покрытие и являются малоэффективными.

В связи с этим был разработан новый патентно-чистый способ получения ферритовых покрытий на поверхности частиц железа. Предложенный метод основан на комбинированном использовании вышеперечисленных известных способов.

В предложенном способе порошок железа размещается в специальной камере смешения с использованием окислительной атмосферы - обычно воздух с давлением в интервале от 0.1 до 1 атм. Одновременно с порошком вводится дополнительно металлы в соотношении, соответствующему их пропорции в требуемом феррите. При совместной обработке порошка железа с металлами в интервале температур 500 -600 °С происходит первоначально в результате диффузии переход металлов на поверхность порошка железа с последующим образованием в результате взаимодействия с кислородом атмосферы тонкого ферритного слоя.

Предварительные исследования показали, что предложенный метод позволяет получать ферритные слои хорошего качества в интервале изменения толщины от 10 до 1000 нм.

Предложенный метод капсулирования порошка железа ферритовым слоем является высокоэкономичным методом, практически не изменяющим стоимость последнего, и с позиций получения заданного состава с заданными магнитными параметрами и удельным сопротивлением может быть широко использован в практике для получения МДМ-сплавов с особыми магнитными и электрическими свойствами.

2.3. Методы реакционного синтеза металлооксидных сплавов с применением электронного, СВЧ - нагрева и других методов

В настоящей работе были предприняты разработка бездиффузионных методов синтеза МДМ- структур - методов синтеза, при которых диффузионные процессы, обуславливающие разрушение ферритовой фазы на межзеренной границе, практически не происходят.

В качестве таких методов использовался ИК- нагрев, электронный разогрев компримированных образцов, СВЧ - нагрев и ВЧ - синтез МДМ- структур.

В результате было показано, что сокращение времени нагрева от комнатной температуры до 500 °С от 30 минут при обычном разогреве до 3-5 минут при ИК- электронном или СВЧ – нагреве приводит к росту значений магнитной индукции в магнитном поле $H=6$ кА/м от $B_m=1,1$ Тл до значений $B_m=1.3$ Тл.

Если сравнить указанные значения магнитной индукции для магнитно-мягких композиционных материалов, полученных в результате разогрева компримированных образцов в течении нескольких минут, с металлическими магнетиками, то для последних эти значения существенно выше и составляют $B_m=1,5-1,6$ Тл. При этом,

существенно большие значения потерь на перемагничивание композиционных материалов ставят под сомнение возможность их широкого использования в технике. Отдельные их применения широко известны, Так, например, фирма Дженерал Моторс с использованием указанных композиционных материалов производит катушки зажигания для автомобилей [5]. В последнем применении магнитные параметры материала не играют существенной роли. Однако, двигатели и трансформаторы на указанном композиционном материале имеют параметры, существенно уступающие параметрам устройств на металлических магнитно-мягких материалах.

Дальнейшее улучшение свойств магнитно-мягкого материала на основе порошков железа покрытых ферритовым слоем было достигнуто за счет применения ВЧ – синтеза МДМ – структур. Принципиальное отличие ВЧ- синтеза МДМ- структур от ранее вышеприведенного метода быстрого теплового спекания состоит в формовке МДМ-структур. Процесс формовки тонкослойных МДМ – структур с образованием канальных эффектов на границах раздела рассмотрен в [8].

В данном случае при воздействии на МДМ – структуру высокочастотного излучения, для которого глубина скин – слоя сравнима с размерами образца, в ферритовом слое, разделяющем зерна железа (рис.7), образуются каналы проводимости. Размер каналов обычно составляет от одного до нескольких микрон.

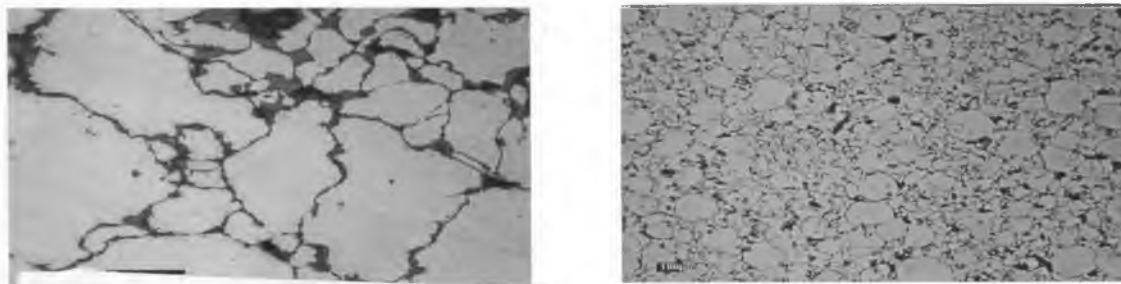


Рисунок 7 – Металлографическое исследование структуры МДМ-сплава

В результате образования каналов проводимости в ферритовых границах между зернами железа в двухфазной кристаллической системе образуется единая электронная структура, которой соответствует ферромагнитное упорядочение во всей системе.

Для сравнения на рисунке 8 приведены частотные зависимости начальной магнитной проницаемости и на рисунке 9 кривые намагничивания для композиционного магнитного материала СМС-500 фирмы Höganas, Швеция (1) и магнитно-мягкого МДМ – сплава (2). Из приведенных результатов видно, что магнитные параметры измерений МДМ – сплавов существенно превышают параметры композиционных материалов.

3. Технология нанесения на поверхность частиц железа смазывающего слоя

Технология нанесения смазочного слоя на поверхность изолированных частиц железа, состоит в смешивании в течение 15- 20 минут изолированного порошка железа или сплава на его основе и порошковой смазки в шаровых мельницах или смесителях различного типа [19]. В качестве изолированных порошков железа используют порошки, например, Somaloy®500 и Somaloy®700, выпускаемые компанией Höganas AB, Швеция [20]. В качестве смазки используют порошковые первичные и вторичные амиды насыщенных или ненасыщенных жирных кислот, например стеарамид, эруциловый стеарамид, стеарат цинка, кенолоб и некоторые другие органические смазочные вещества, которые испаряются при температурах выше комнатной температуры и ниже температуры разложения неорганического электроизолирующего покрытия или слоя.

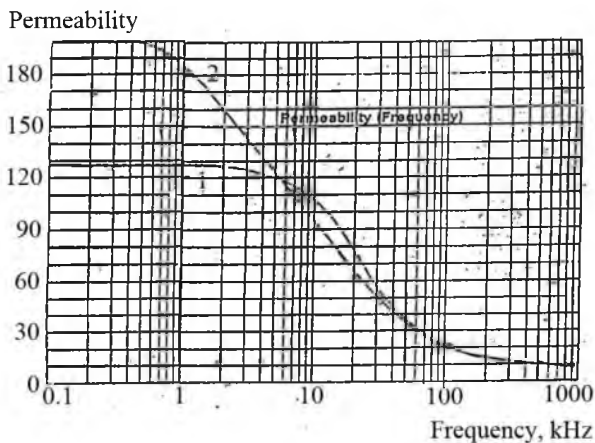


Рисунок 8 – Сравнительные данные по частотным зависимостям начальной проницаемости композиционных материалов СМС-500 и разработанного низкочастотного материала на основе ASC100.29

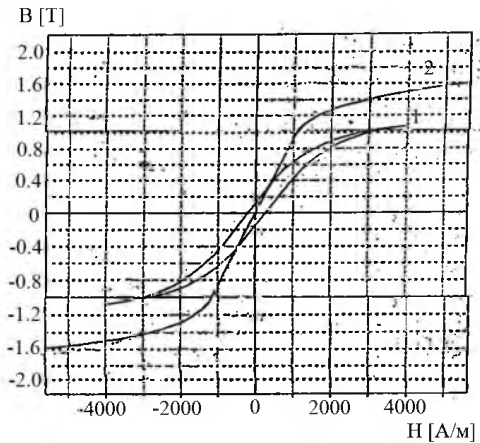


Рисунок 9 – Сравнительные данные по кривым намагничивания композиционных материалов СМС-500 и разработанного низкочастотного материала на основе ASC100.29

Недостатком известного способа нанесения смазывающих покрытий является низкая эффективность перемешивания, приводящая к неравномерному распределению смазки в материале. Последнее приводит к снижению плотности изделий и, как следствие, понижению магнитных параметров получаемого изделия

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому методу является способ получения композиционного магнитно-мягкого материала состоящий во введении смазки путем ее перемешивания с изолированным порошком железа в шаровых мельницах и других смесителях [21]. Количество используемой смазки может варьироваться и обычно составляет 0,05-1,5%, предпочтительно – 0,05-1,0%. Недостатком указанного способа получения магнитно-мягкого композиционного материала является, то, что наличие смазки менее 0,05% дает неэффективное функционирование смазки и может привести к появлению дефектов на поверхности выталкиваемого изделия и стенок пресс-формы, а также к более низкому электрическому сопротивлению прессованного изделия, в основном из-за поврежденного изолирующего слоя на поверхности изделия. В дополнение к этому, изделия с поцарапанными поверхностями проявляют повышенный уровень закупоренных поверхностных пор, которые, в свою очередь, препятствуют свободному испарению смазки. Таким образом, результатом этого будет низкая прочность, а также низкое удельное электросопротивление, неприемлемо низкие магнитную индукцию и магнитную проницаемость.

Для того, чтобы снизить содержания смазки в композиционном магнитно-мягком материале до 0,1-0,5%, позволяющее уменьшить пористость изделий после прессования, и тем самым повысить магнитную индукцию и магнитную проницаемость изделий, предложена технология, состоящая в смешении смазки, например стеарата цинка, кенолюба, стеарамида или других порошковых смазок, с изолированным порошком на основе железа в шаровых мельницах и других смесителях[22]. После смешения композиционный материал помещают во вращающийся вакуумируемый барабан с давлением 10^{-2} - 10^{-3} мм.рт. ст., нагреваемый до температуры расплавления смазки 150-200 °С и обработку проводят до получения равномерного распределения смазки в материале в течение 15-30 минут, при этом содержание смазки в композиционном материале составляет от 0,01 до 0,1%

Сущность разработанной технологии поясняется рис.10, на котором приведена установка по нанесению смазки на поверхность частиц железа, включающая электропривод вакуумного насоса 1, соединительную муфту 2, вакуумный насос 3, подвижный вакуумный разъем 4, барабан с размещенным в нем композиционным магнитно-мягким материалом 5, датчик температуры 6, нагреватель 7, механическая разъемная муфта 7 и электропривод реактора 8.

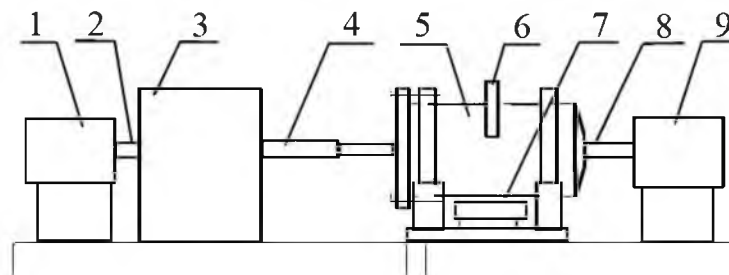


Рисунок 10 – Блок-схема установки по нанесению смазки на поверхность изолированных частиц железа

На первом этапе, как и в прототипе, смазка вводится путем смешения ее с изолированным железным порошком в шаровых мельницах или других смесителях. Приготовленный со смазкой композиционный материал помещается внутрь барабана 5. После этого включается вакуумный насос 3, понижающий давление воздуха внутри барабана с материалом до 10^{-2} - 10^{-3} мм.рт.ст. По достижению требуемого вакуума включается нагрев барабана 7 до температуры 150 -200 °С. Процесс обработки порошка продолжается в течение 15 -30 минут. Охлаждение магнитно-мягкого материала происходит после выключения нагрева при сохранении вакуума.

Преимуществом данного способа по сравнению с известными является снижение содержания смазки до 0,01 -0,1%, позволяющее получить высококачественные спрессованные изделия из магнитно-мягкого композиционного материала с плотностью 7,5 -7,55 г/см³ и, как следствие, высокими магнитными характеристиками.

4. Исследование магнитных свойств полученных материалов в широком диапазоне изменения частот перемагничивания, магнитных полей и температур.

Измерение магнитных свойств композиционных материалов в широком диапазоне изменения магнитных полей, частот перемагничивания и температур производились на разработанном в ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению» и изготовленном экспресс-магнетометре. Предварительно для нормировки магнетометра производится измерение магнитных свойств на сертифицированном флаксометре. Для нормировки магнетометра использовался микровеберметр Ф5050. На рисунке 11 показано фото основных блоков экспресс – магнетометра, созданного в лаборатории физики магнитных материалов ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению».

Назначение магнетометра.

Экспресс-контроль магнитных свойств материалов – измерение в широком частотном диапазоне кривых перемагничивания образцов, магнитной проницаемости и суммарных потерь, как при перемагничивании, так и при одностороннем намагничивании.

Основные параметры.

Измерение на тороидальных образцах – 24x13x10 мм или других размеров

Частотный диапазон работы магнетометра - 50 Гц – 10 кГц

Напряженность магнитного поля - 0 - 30 кА/м

Форма импульсов тока – близка к синусоидальной

Время измерения в одной точке – 1 секунда

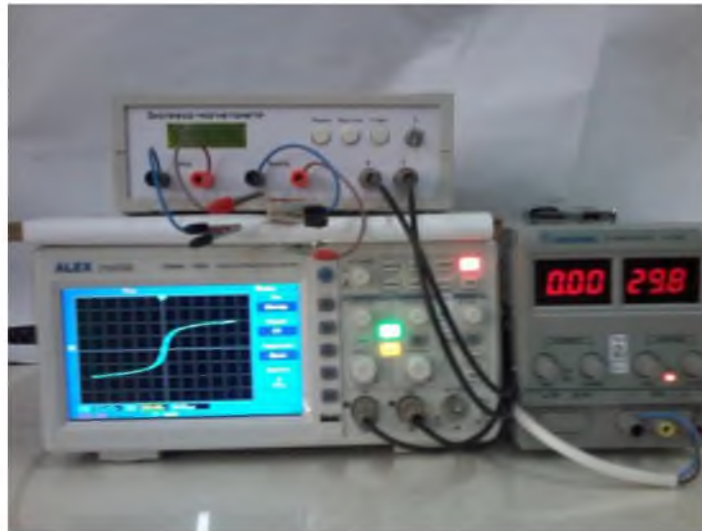


Рисунок 11 – Фото узлов магнетометра

В комплект экспресс флаксметра-магнетометра входит также программное обеспечение для обработки результатов измерений на персональном компьютере.

Ориентировочная цена – 25 000 долларов без учета стоимости входящего в комплект цифрового осциллографа и источника питания. В странах СНГ подобного прибора нет, а цена иностранного стационарного прибора для измерения магнитных свойств от 150000 до 500000 долл.США.

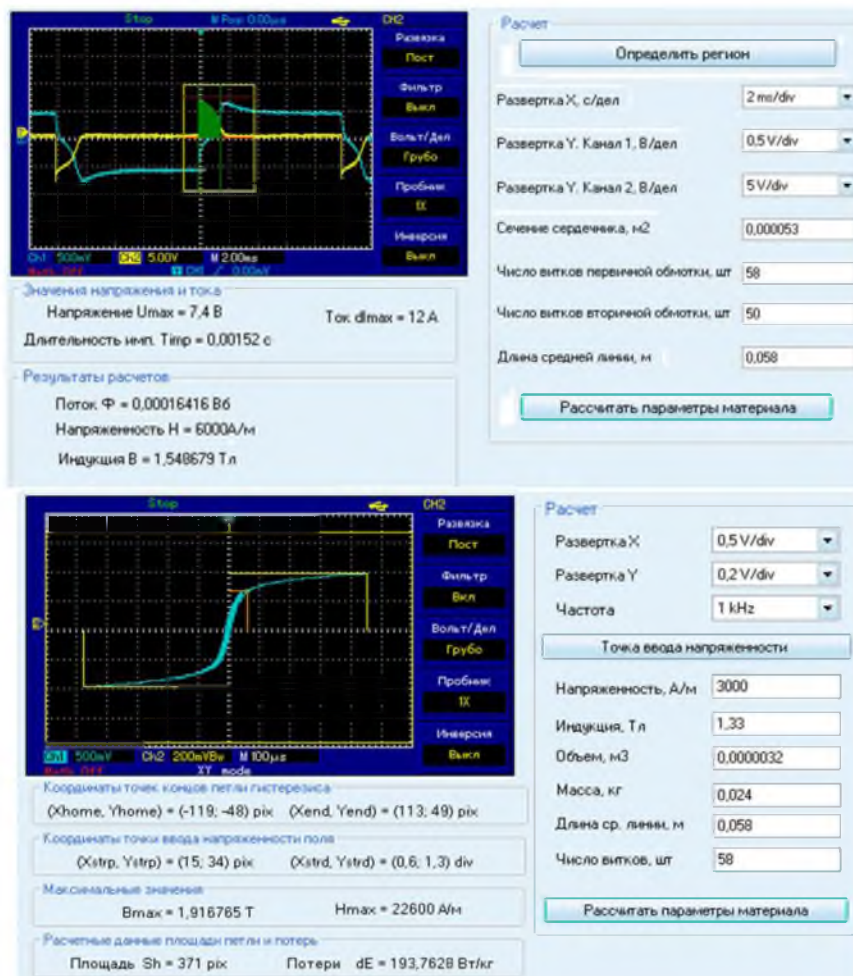


Рисунок 12 – Отображение на мониторе результатов обработки данных в режиме экспресс- флаксметра и экспресс-магнетометра

5. Исследование основных магнитных характеристик композиционных магнитно-мягких материалов

Исследования основных магнитных характеристик композиционных магнитных материалов с использованием порошков железа ASC100.29 (Китай, Hognas) проведены в сравнении с аналогичными параметрами для электротехнической стали Э320. С этой целью изготовлены сердечники 24x13x10 мм из ленточной стали и композиционных магнитных материалов плотностью $\rho=7,6 \text{ г/см}^3$, исследованы статические и динамические магнитные характеристики и гистерезисные потери. Образцы из композиционного магнитного материала были подвергнуты отжигу в вакууме при температуре 400С в течение 3 часов. Статические характеристики исследовались с использованием микровеберметра Ф5050, а динамические характеристики и потери – флаксометром и экспресс-магнетометром в частотном диапазоне до 10 кГц и магнитных полей до 30 кА/м. Приведены также сравнительные испытания композиционных материалов с использованием водно- и воздуходисперсионных железных порошков различных производителей.

5.1. Обсуждение результатов исследования магнитных характеристик низкочастотного композиционного материала на основе железного порошка ASC100.29

На рисунке 12 приведены динамические кривые намагничивания и композиционного магнитного материала на основе железного порошка ASC100.29 (кривая 1) и электротехнической стали (кривая 2), измеренные на частоте 1 кГц. Из рисунка видно, что магнитная индукция композиционного материала превосходит значение для электротехнической стали практически во всем диапазоне магнитных полей и только в слабых полях индукция электротехнической стали несколько выше. Магнитная индукция при напряженности $H=25 \text{ кА/м}$ для композиционного магнитного материала равна $B_m=1,95\text{-}2,0 \text{ Т}$, а для стали – $B_m=1,7 \text{ Тл}$ при плотности образцов $\rho=7,6 \text{ г/см}^3$. На рисунке 14 приведены кривые динамического перемангничивания низкочастотного композиционного материала на основе ASC100.29 на частоте 1 кГц.

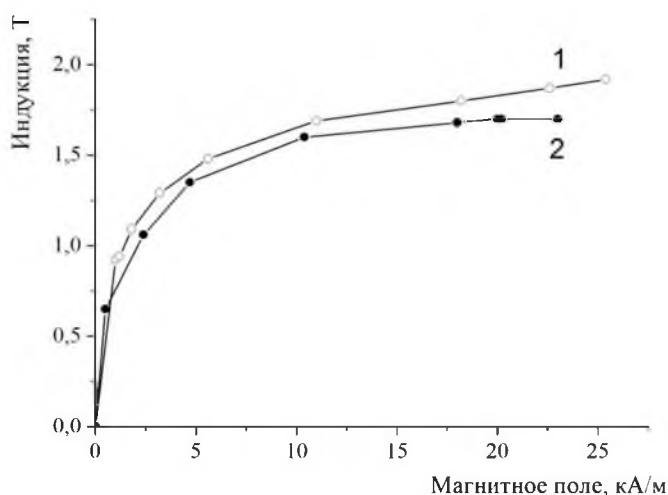


Рисунок 13 – Динамические зависимости намагничивания композиционного магнитного материала на основе железного порошка ASC100.29 -1 и электротехнической стали Э320 -2 на частоте 1 кГц

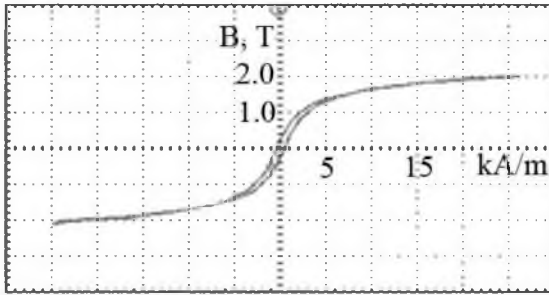


Рисунок 14 – Зависимости динамического перемангничивания низкочастотного композиционного материала на основе ASC100.29 на частоте 1 кГц

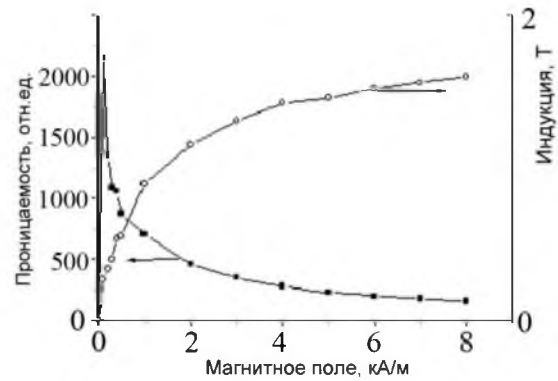


Рисунок 15 – Полевые зависимости проницаемости и магнитной индукции для низкочастотного композиционного материала на основе ASC100.29

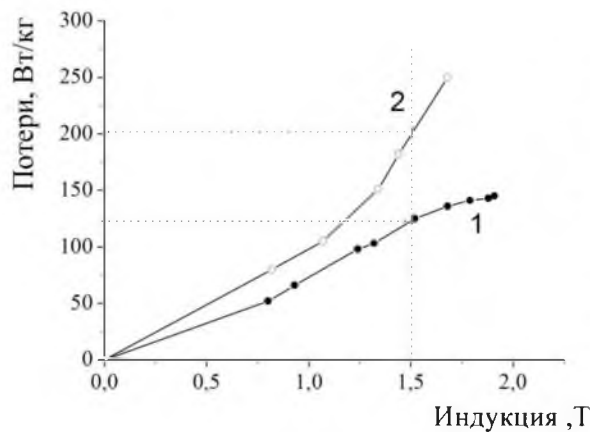
Статические характеристики – кривая намагничивания и полевая зависимость магнитной проницаемости, композиционного магнитного материала на основе порошка ASC100.29, приведены на рисунке 15

На рисунке 16а приведены полевые зависимости гистерезисных потерь при перемангничивании по полной петле для композиционного материала на основе ASC100.29 (кривая 1) и электротехнической стали Э320 (кривая 2). Как видно из приведенных графиков, потери в стали Э320 квадратично возрастают при увеличении магнитной индукции. Потери в электротехнической стали во многом определяются вихревыми токами [7]:

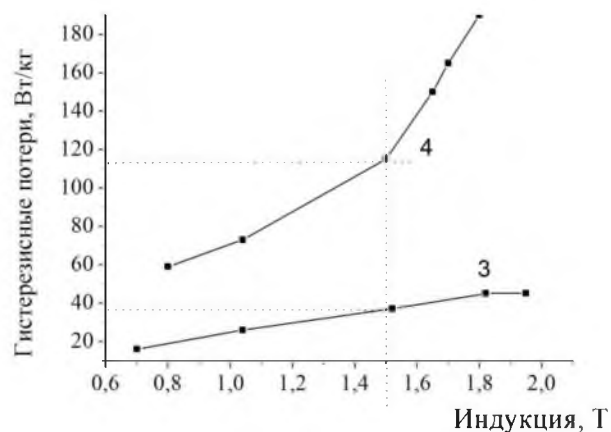
$$P_c = (\pi \cdot B_m \cdot f \cdot h)^2 \cdot \delta \cdot \rho$$

f – частота перемангничивания, h – размер зерна, ρ – удельное сопротивление, B_m – магнитная индукция. В тоже время, в композитах потери на вихревые токи практически отсутствуют, остаются только магнитные потери, которые возрастают линейно с индукцией до величины порядка 1,5 Тесла.

Полевые зависимости гистерезисных потерь при намагничивании по частной петле от нулевого значения для композиционного материала и стали Э320 показаны на рисунке 16,б, соответственно кривые 3 и 4. Видно, что потери на частоте 1 кГц при намагничивании по частной петле для композиционного материала при индукции $B=1,5$ Тл составляют $P=40$ Вт/кг, а для электротехнической стали примерно $P=120$ Вт/кг. Существенно меньшие потери для композиционного материала при намагничивании в сравнении с потерями при перемангничивании определяются коэрцитивной силой композиционного материала порядка, равной $H_c=150-200$ А/м.



(а)



(б)

Рисунок 16 – Зависимость гистерезисных потерь от индукции на частоте перемангничивания 1 кГц для полного цикла (а) и частного для намагничивания от нулевой точки (б) композиционного материала на основе ASC100.24 (кривые 1,3) и электротехнической стали (кривые 2,4)

Полевые зависимости намагниченности и потерь на частоте 1 кГц для низкочастотного образца на основе порошка ASC100.29 при отжиге в вакууме при температуре 350 °С в течение 3 часов, приведены на рисунке 17. Из рисунка видно, что сохраняется линейная зависимость в изменении магнитной индукции и величины потерь.

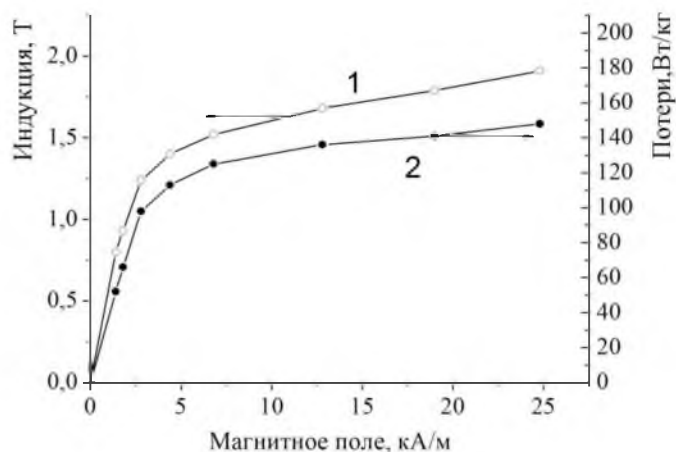


Рисунок 17 – Полевые зависимости намагниченности и потерь на частоте 1 кГц для композиционного материала на основе ASC100.29

Проведены сравнительные исследования композиционных материалов на основе железных порошков, распыленных воздухом и водой. К примеру, в таблице 1 приведены сравнительные данные по потерям для композиционных материалов на основе железных порошков распыленных воздухом (поз.1 и 2 в табл.1) и водно-распыленных (поз 3-5 в табл.1)

Таблица 1 – Сравнительные данные по потерям для композиционных материалов на основе железных порошков распыленных воздухом (и водно-распыленных)

	Тип железного порошка	Отн. потери в поле 2кА/м	Отн. потери в поле 10кА/м
1	ПЖВ2 (Россия)	1,33	1,27
2	LaiwuTaidon (Китай)	1,25	1,5
3	ASC10.29 (Китай)	1,01	1,12
4	ASC100.29 (Швеция)	1,06	1,17
5	ABC100.30 (Швеция)	1	1

Таблица 2 – Состав распыленного воздухом порошка LaiwuTaidongPowder (Китай) и распыленного водой порошка ASC100.29 (Швеция)

	Fe	Mn	Si	C	P
LaiwuTaidongPowder (Китай)	98,69	0,35	0,1	0,022	0,028
ASC100.29 (Швеция)	99,5	0,08	0,04	0,08	0,01

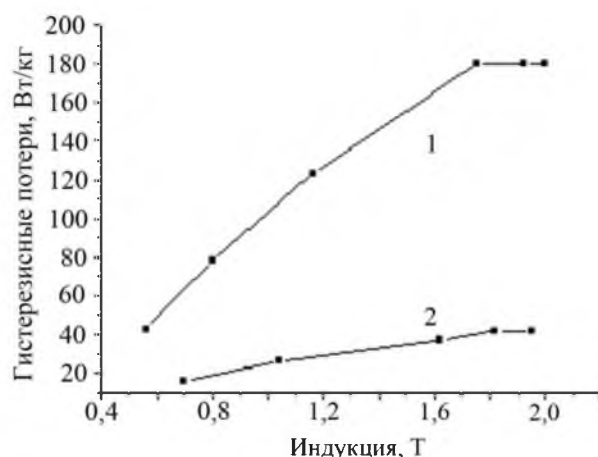


Рисунок 18 – Зависимость потерь от величины индукции для низкочастотного композиционного материала на основе ASC100.29 при перемагничивании по полному циклу -1 и по частному от нулевой точки -2 на частоте 1 кГц

Исследование потерь при перемагничивании композиционных материалов показало, что гистерезисные потери на 25-30% выше для композитов на основе порошков, распыленных воздухом, по сравнению с потерями для композитов на основе порошков, распыленных водой.

В целом сравнительные исследования магнитных композиционных материалов показали некоторое преимущество в величине потерь на перемагничивание более чистых порошков железа, полученных водно-распылительным методом в сравнении с порошками, распыленными воздухом.

Преимущества композиционного магнитного материала перед электротехнической сталью, несомненно, обеспечат самое широкое их применение в электрических машинах повышенной удельной мощности, в особенности с высокой скоростью вращения, где электротехнические стали имеют большие потери.

На рисунке 19 показаны отдельные образцы изделий из композиционного материала на основе железного порошка ASC100.29.

Преимущества в сравнении с ламинированной сталью:
примерно в два раза сокращение в потреблении меди



Ротор и статор из композита



Высокочастотный трансформатор 5 кВт



Статор и ротор из композиционного материала



Статор из композиционного материала



Рисунок 19 – Отдельные образцы изделий из композиционного материала на железного порошка ASC100.29

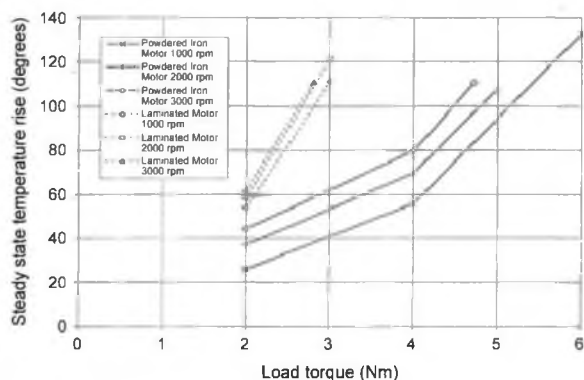


Рисунок 20 – Сравнительный нагрев электродвигателей на композиционном материале и электротехнической стали в зависимости от крутящего момента



Рисунок 21 – Преимущество двигателей на композиционном материале в сравнении с ламинированным

5.2. Высокочастотный композиционный материал на основе железного порошка ASC100.29

В отличие от низкочастотного магнитного композиционного материала, для которых толщина магнитных оксидных покрытий в среднем составляет 0,3-0,5 нм, толщина изоляционных покрытий для высокочастотного композиционного материала составляет несколько нанометров. Последнее определяет снижение максимальной плотности изделий до значений 7,1-7,2 г/см³ и максимальной магнитной индукции до $B_m = 1,7-1,8$ Тесла

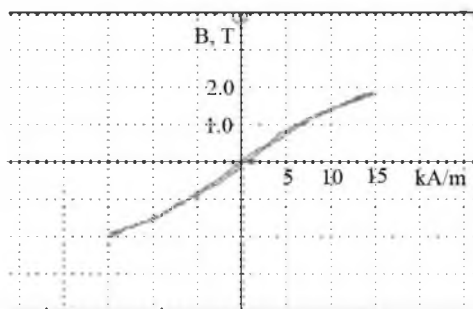


Рисунок 22 – Зависимости динамического перемagnичивания высокочастотного композиционного материала на основе ASC100.29 на частоте 1 кГц

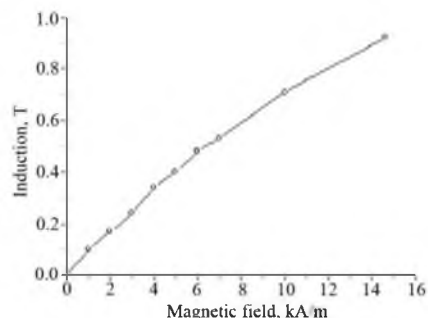


Рисунок 23 – Динамическая полевая зависимость магнитной индукции от напряженности магнитного поля на частоте перемagnичивания 1 кГц

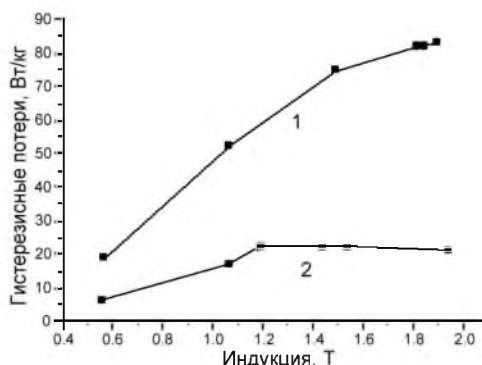


Рисунок 24 – Потери на перемagnичивание высокочастотного композиционного материала на основе порошка ASC100.29 по полной петле -1 и частной петле от нулевого значения индукции-2 на частоте 1 кГц



Рисунок 25 – Сердечник для трансформатора диаметром 50мм и высокочастотный трансформатор мощностью 5 кВт на основе композиционного материала



Рисунок 26 – Сварочный аппарат с блоком питания на основе новых высокочастотных композиционных материалов.

На рисунках 25-26 показаны отдельные образцы изделий с применением высокочастотного композиционного материала на основе железного порошка ASC100.29.

Заключение

Разработана и запатентована технология синтеза новых композиционных материалов практического назначения. Полученные результаты по изучению изменения зависимостей магнитных характеристик в широких диапазонах частот, магнитных полей и температур имеют фундаментальное значение

Результаты испытаний композиционного низкочастотного магнитно-мягкого материала на основе ASC100.29, синтезированного по разработанной нами методике, показали на следующие его преимущества:

1. Низкочастотный магнитный материал на основе ASC100.29 и LiuAn имеют практически идентичные зависимости $B=f(H)$, однако потери на перемагничивание существенно ниже чем для LiuAn, соответственно, $P=90$ Вт/кг и $P=120$ Вт/кг на частоте 1 кГц.

2. Гистерезисные потери на цикл для нового композиционного материала на основе ASC100.29 не зависят от частоты и составляют $p=0,08$ Дж/цикл.

3. Уменьшение толщины изоляционных покрытий приводит к росту величины индукции при 20 кА/м от $B_m=1,7$ Тесла до $B_m=1,85$ Тесла и к соответствующему увеличению гистерезисных потерь от $P=80$ Вт/кг до $P=90$ Вт/кг на частоте 1 кГц.

4. Увеличение плотности образцов изделий на основе ASC100.29 до $p=7,5$ г/см³ в сравнении с наибольшей плотностью для материала Somalloy 500 (HoganasAB) $p=7,32$ г/см³ создаёт условия для увеличения прочностных и магнитных характеристик материала.

5. Низкочастотный композиционный материал предпочтительно использовать в устройствах при работе без перемагничивания по частной петле гистерезиса, поскольку гистерезисные потери в этом случае существенно меньше и соответственно равны, $P=22$ Вт/кг для частной петли и $P=90$ Вт/кг для полной петли на частоте 1 кГц.

Список литературы:

1. Фиш Г.Э. Магнитно-мягкие материалы. ТИИЭР, т.78, №6 (1990) 60 -86 с.
2. Джонс В.Д. Свойства и применение порошковых материалов. Изд-во "Мир"М. (1965) 79 – 123 с.
3. H. Warlimont. IEEE Trans. Magnetic. V.26 (1990) 1313 -1321 p.
4. Abraham T. Powder Metallurgy/ Abraham T., Intern. J.; V.31 (1995) 133 - 136 p.
5. Gay D.E. Powder Metallurgy / Gay D.E., Intern. J.; V.32 (1996) p.13 -251.
6. Левин Б.Б. Физико-химические основы получения, свойства и применения ферритов/ Левин Б.Б., Третьяков Ю.Д., Летюк Л.М.-М; Металлургия, 1979.- 471с.

7. Летюк Л. М. Технология производства материалов магнитноэлектроники/ Л. М. Летюк, А. М. Балбашов, Д. Г. Крутогин – М; Металлургия (1994) 415 с.
8. Дирнлей Дж. Электрические явления в аморфных пленках окислов/ Дирнлей Дж., Стоунхэм, А. Морган Д. ; УФН, т.112 (1974) 83 -128 с.
9. Persson M. Soft magnetic composition materials - Use for electrical machine/ Persson M., Jansson P., Jack A.G., Mercow B.C., Seventh Int.Conf.on Electrical Machines IEEE Conf. Publ. No 412 , Durham, (1995) , 242 -246 p.
10. Jack A.G. PM World Congress Special Interest Seminar (1998)
11. Gelinas C. PM World Congress Special Interest Seminar (1998)
12. Krause R. Soft Magnetic Materials 98, Barcelona (1998) 17 p.
13. Mercow B.C., Jack A.G., Evans S.A. Int. Conf. on Electrical Machines. Istanbul (1998)
14. Ковалев Н. «Выбор сердечников...» Компоненты и технологии, №1, 2005 16-18 с.
15. Говор Г.А. «Достижения и перспективы в использовании магнитно-мягких материалов» Материалы международной научно-технической конференции «Соединение и резка материалов», Минск, 2006, 96-98 с.
16. Говор Г.А. Композиционные магнитно-мягкие материалы на основе порошков железа и перспективы их применения в технике/ Говор Г.А., Михневич В.М. Неорганические материалы 2007, т.43 805-807 с.
17. Говор Г.А. Магнитно-мягкие материалы на основе изолированных частиц железа/ Говор Г.А., Добрянский В.М. Вестник ГГТУ.2003. №4 19-23с.
18. Патент США №6181576 H02M 003/335
19. Патент US 6 485 579, B22F1/02, выдан 18.01.2000
20. Патент US 6 348 265, B22F 1/00, выдан 21.08.1998
21. Патент RU 2 389 099, H01F1/24, выдан 20.07.2009
22. Патент RU 2 465 669. H01F1/24, выдан 12.08. 2011