

АМОРФНЫЕ ПОКРЫТИЯ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Драгошанский Ю. Н., Потапов А. П., Цудов В. И., Шулика В. В.

Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург

Магнитомягкие стали и сплавы на основе кремнистого железа обладают достаточно высокими магнитной индукцией насыщения ($\sim 1,6\text{--}2,4$ Тл) и максимальной магнитной проницаемостью ($\sim 10^3\text{--}10^6$ Гс/Э). Тонкие ленты этих сплавов (~ 100 мкм толщиной, соответствующей минимуму потерь в их зависимости от толщины материала [1, 2]) широко используются в качестве магнитопроводов различных электротехнических преобразователей и устройств в переменных магнитных полях повышенных частот перемагничивания. В этих условиях работы, наряду с увеличением магнитной проницаемости, снижением коэрцитивной силы и магнитострикции, требуется понижение удельных потерь энергии на перемагничивание. В настоящее время это достигается, прежде всего, за счет снижения ширины полосовых магнитных доменов D , определяющей скорость смещения доменных границ в магнитном поле и величину вихрековой составляющей P_s полных магнитных потерь P [3]. Между тем, повышение остроты кристаллографической текстуры в современных электротехнических сталях, увеличивающее магнитную проницаемость, вызывает и нежелательный рост кристаллических зерен, ослабление магнитных полей рассеяния на их границах, переход полосовых доменов в смежные кристаллы, что увеличивает D , P_s и P [4].

Аналогичная проблема большой ширины полосовых доменов и, следовательно, повышенных магнитных потерь, существует также и в тонких слабо анизотропных лентах аморфных ферромагнитных сплавах с преобладанием планарного распределения намагниченности [5]. Отсюда понятна положительная роль текстурирующих воздействий, в частности, наведение одноосной магнитной анизотропии уменьшением суммарного объема доменов с поперечной ориентацией намагниченности, а также и ширины D связанных с ними полосовых магнитных доменов.

Наиболее эффективным способами создания индуцированной одноосной магнитной анизотропии в ферромагнетиках с положительной магнитострикцией являются приложение одноосных растягивающих напряжений и продольная термомагнитная обработка, уменьшающие период полосовой доменной структуры [6, 7] и, соответственно, P_s и P [1, 6–10]. При этом максимальный эффект растяжений в анизотропных материалах достигается при достаточно высокой оптимальной текстуре [8] и в промышленных условиях реализуется за счет использования магнитоактивных электроизоляционных покрытий (ЭИП) с коэффициентом теплового линейного расширения (КТЛР) меньшим, чем КТЛР сплава. Нанесение и формирование их на поверхности ферромагнитной ленты при повышенных температурах, а затем охлаждение до комнатной температуры всего композита металл-керамика вызывает плоскостное растяжение ферромагнетика, которое в анизотропном материале приводит к усилению одноосной магнитной анизотропии [11, 12]. При этом уменьшается объем замыкающих и ширина основных полосовых доменов, вихрековые и полные магнитные потери [13].

Однако современные ЭИП на основе магний-фосфатов, формируемые на магнитных лентах обычной толщины ($\sim 0,3$ мм) методом растворной керамики, содержат промежуточный грунтовый слой, создают зону внутреннего окисления, неоднородное распределение растягивающих напряжений и блокируют положительный эффект последующей термомагнитной обработки. Поэтому такие покрытия лишь незначительно

снижают магнитные потери в стали (на 3–8 % [14]) и не пригодны для многослойных магнитопроводов из тончайших ферромагнитных лент.

Для тончайших ферромагнетиков, используемых в переменных полях повышенной частоты (ленты аморфных сплавов $\text{Fe}_{81}\text{Si}_4\text{B}_{13}\text{C}_2$, $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, $\text{Fe}_{72}\text{Co}_8\text{Si}_5\text{B}_{15}$, $\text{Fe}_{78}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{12}$ толщиной 0,02 мм, поликристаллических сплавов Fe-3 % Si и Fe-7 % Al толщиной 0,08 мм) исследовали магнитоактивные покрытия нового химического состава на основе оксидов и нитридов ряда элементов, радиус ионов которых в растворах замещения меньше, чем у железа (бор, алюминий, титан, хром). Они имели КТЛР от $(4\text{--}5)\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (SiO_2 , AlN, Si_2N_4 , CrO) до $8\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (Al_2O_3 , TiN), существенно меньшие КТЛР= $13\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ кремнистого железа, обеспечивали в магнитопроводе электросопротивление поверхностного слоя $\sim 10^2 \text{ Ом}\cdot\text{см}^2$.

Методика эксперимента

Покрытия наносили на ленту методом ионно-плазменного осаждения в заданных газовых средах с помощью установки типа «Булат», используя различные способы теплоотвода для варьирования температуры образца при осаждении покрытия, а также приложение к ленте продольных растягивающих напряжений $\sim 3\text{--}10 \text{ МПа}$. Для сравнения эффективности различных типов покрытий на ферромагнитную ленту наносили также известные ранее ЭИП на основе фосфатов магния методом растворной керамики по обычной технологии [14].

После нанесения ЭИП ленту ферромагнитного сплава подвергали термообработке на снятие внутренних напряжений при различных температурах или указанный отжиг совмещали с последующей термомагнитной обработкой (ТМО) – нагрев до 300–450 °С, выдержка 5–15 мин и охлаждение до комнатной температуры в переменном магнитном поле напряженностью 2 кА/м и частотой 50–600 Гц [6].

Измерение полных магнитных потерь вдоль оси лент магнитомягких сплавов выполняли ваттметровым методом на полосках длиной 100 мм в замкнутой магнитной цепи или торах средним диаметром 40 мм при натяжении катушки 40 МПа. Гистерезисную составляющую магнитных потерь определяли по площади квазистатических петель гистерезиса, вихретоковую – по разности между полными и гистерезисными потерями.

Величину растягивающих напряжений σ , создаваемых в материале покрытием, рассчитывали с учетом радиуса кривизны g и стрелы прогиба b ленты с покрытием, нанесенным на одну ее сторону, по формулам:

$$\sigma = E \cdot \delta \text{ кг/мм}^2, \quad \delta = h/2r, \quad r = (b^2 + l^2/4)/2b,$$

где E – модуль упругости, δ – деформация, h – толщина ленты сплава (мм), l – длина по хорде (мм).

Изменения кристаллической решетки при нанесении покрытия исследовали методом рентгеновской дифракционной топографии на отражение в рефlekсах (220) и (220) $K\alpha$ –излучения.

Результаты и их обсуждение

Анализ результатов измерений изгибной деформации односторонне покрытых лент магнитомягких сплавов показывает, что нитридно-оксидные покрытия $\sim 1 \text{ мкм}$ толщиной, наносимые ионно-плазменным осаждением, как и ранее известные покрытия на основе магний-фосфатов толщиной 2–3 мкм, наносимые методом растворной керамики, после охлаждения материала до комнатной температуры создают значительные продольные растягивающие напряжения ($\sim 0,5\text{--}1,0 \text{ кг/мм}^2$). При этом обнаружено,

что конкретная величина σ , индуцируемая покрытием, зависит не только от интервала температур охлаждения, толщины и КТЛР сплава и покрытия, но в значительной мере определяется адгезионной способностью покрытия к металлу и характером распределения вызываемых напряжений по объему образца. Эти факторы удается варьировать в широких пределах за счет выбора способа нанесения покрытий, режимов обработки и условий подготовки поверхности материала.

Из рентгеновских дифракционных изображений приповерхностных слоев отдельных кристаллов Fe-Si, Fe-Al и Fe-Si-Al видно, что с помощью нитридно-оксидных покрытий при оптимальных условиях их формирования методом ионно-плазменного осаждения, достигается достаточно монотонная картина однородного почернения топограмм, нарушаемая лишь редкими изображениями отдельных субграниц. Изображение аналогично картине исходного, предварительно отожженного состояния этих кристаллов.

В случае же магний-фосфатных покрытий, наносимых на ленту методом растворной керамики, полученное дифракционное изображение того же кристалла Fe-3%Si имеет пятнистый черно-белый контраст, полностью экранирующий структуру кристалла. Такой контраст связан с локальностью сцепления покрытия с лентой сплава, обусловленного процессами парообразования при сушке водных растворов и спекания покрытия. Это указывает на неравномерное распределение деформации в приповерхностных объемах ферромагнетика, прилегающих к покрытию, и приводит к деградации магнитных свойств материала (к снижению магнитной проницаемости, росту гистерезисных потерь).

Однородное почернение полученных рентгеновских топограмм, наблюдаемое при оптимальных режимах формирования покрытия методом ионно-плазменного осаждения, обусловленное однородностью сцепления композита металл-покрытие, обеспечивает значительную величину продольного растяжения ленты ($\sim 1,0$ кг/мм²), снижение ширины полосовых доменов, вихретовых и полных магнитных потерь. Это состояние однородного растяжения ленты положительно сказывается и на реализации эффекта дополнительного снижения потерь термообработкой материала в переменном магнитном поле [6], достигаемого за счет однородного движения доменных границ и их дестабилизации.

Таблица 1. Зависимость магнитных свойств аморфного сплава – ленты Fe₈₁Si₄B₁₃C₂ после различных видов обработок

Обработка	μ_{\max}	$P_{1/100} = P_{\Gamma} + P_{\text{В}}$ (Вт/кг)
ТО	72000	2,66 = 1,40+1,26
ТО+σ+ЭИП	54000	1,94 = 1,21+0,73
ТО+ТМО	142000	2,02 = 1,08+0,94
ЭИП+ТО+ТМО	94000	1,65 = 0,95+0,70

Покрытие TiO+TiN, метод ионно-плазменный.

Таблица 2. Зависимость магнитных свойств поликристаллического сплава Fe-3%Si после различных видов обработок

Обработка	$\lambda \cdot 10^6$	$P_{1,7/50} = P_{\Gamma} + P_{\text{В}}$ (Вт/кг)
ТО	1,5–2,2	1,57 = 0,90+0,67
ЭИП ₁ +ТО+ТМО	0,2–0,6	1,16 = 0,74+0,42
ТО	1,7–2,3	1,54 = 0,88+0,66
ЭИП ₂ +ТО+ТМО	2,4–3,2	1,43 = 0,91+0,52

Покрытие ЭИП₁ – CrO+CrN, метод ионно-плазменный. Покрытие ЭИП₂ – MgO+P₂O₅, метод растворной керамики.

В представленных в табл. 1 и 2 результатах, в качестве примера приведены величины магнитной проницаемости μ_{\max} , магнитострикции λ , полных магнитных потерь P и их гистерезисной P_H и вихретоковой P_v составляющих для тончайших лент аморфных и поликристаллических ферромагнетиков ($\text{Fe}_{81}\text{Si}_4\text{B}_{13}\text{C}_2$ и $\text{Fe}-3\% \text{Si}$, соответственно).

Из табл. 1 видно, что в ленте аморфного сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_4\text{B}_{13}\text{C}_2$ толщиной 20 мкм в результате формирования на ее поверхности электроизоляционного покрытия из оксида и нитрида титана имеет место значительное снижение магнитных потерь (на 25–35 %), происходящее, в основном, за счет уменьшения (на 42 %) их вихретоковой составляющей. Существенное снижение магнитных потерь достигается и в результате ТМО ленты в продольном переменном магнитном поле, создавая суммарный эффект комбинированной (ЭИП+ТМО) обработки в 35–45 %. Аналогичные результаты получены и на других исследованных аморфных сплавах на основе железа.

Значительный эффект снижения магнитных потерь получен и на лентах поликристаллических сплавов FeSi и $\text{Fe}-\text{Al}$ с использованием магнитоактивных покрытий из нитрида хрома, осажденного на ленты ионно-плазменным методом и при последующей ТМО в переменном магнитном поле. При этом гистерезисные, вихретоковые и полные магнитные потери снижаются (в сплаве $\text{Fe}-3\% \text{Si}$, табл. 2) на 18, 32 и 26 %, соответственно. В лентах тех же сплавов покрытия на основе фосфатов магния, нанесенные методом растворной керамики, лишь незначительно снижают полные магнитные потери (на 5–9 %) за счет уменьшения их вихретоковой составляющей.

Из приведенных выше результатов видно, что положительный эффект – уменьшение магнитных потерь, повышение магнитной проницаемости (на 15–30 % – см. табл. 1) и индукции в средних полях, снижение магнитострикции (практически до нуля – см. табл. 2) наблюдается в состояниях, когда магнитоактивное ЭИП создает однородно распределенные растягивающие напряжения с преимущественной ориентацией вдоль оси ферромагнитной ленты. Причиной этого является существенное увеличение исходной одноосной магнитной анизотропии, приводящее к сужению ширины полосовых магнитных доменов.

Таким образом, ионно-плазменное осаждение безгрунтовых аморфных электроизоляционных покрытий на основе нитридов и оксидов титана и хрома создают, при микронной толщине покрытия, значительные по величине и достаточно однородные по распределению растягивающие напряжения, существенно улучшая магнитные характеристики тончайших лент магнитомягких сплавов на основе железа. Последующая термомагнитная обработка в переменном магнитном поле за счет дестабилизации и увеличения подвижности доменных границ усиливает эффект магнитоактивных покрытий.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты №№ 05-02-17704, 06-02-17082, 07-02-96032) и УрО РАН (проект № 22).

Список литературы

1. Драгошанский Ю.Н., Потапов А.П., Глазер А.А.. Магнитные потери тонких магнитомягких ферромагнетиков при повышенных частотах перемагничивания. // Изв. АН СССР, 1982, сер. физич., Т. 46, №4, С. 626.
2. Драгошанский Ю.Н., Соколов Б.К.. Управление доменной структурой как средство оптимизации магнитных свойств анизотропной электротехнической стали. // Изв. АН СССР, 1989, сер. физич., Т. 53, №4, С. 610.
3. Pry R.H., Bean C.P.. Calculation of the energy loss in magnetic sheet materials using a domain model. // J. Appl. Phys., 1958, Т. 29, №3, P. 532.
4. Драгошанский Ю.Н., Есина Н.К., Зайкова В.А. Влияние совершенства кристаллографической текстуры (110)[001] на величину магнитных потерь в трансформаторной стали. // ФММ, 1978, Т. 45, №4, С. 723.

5. Livingston J.D. SEM studies of magnetic domains in amorphous ribbons. // IEEE Trans. Magn., 1981, Т. 17, №6, Р. 2624.
6. Драгошанский Ю.Н. Способ термомагнитной обработки магнитомягких материалов. // Патент РФ №2025504, Бюл. изобр. №24, 1994.
7. Драгошанский Ю.Н. Физические механизмы динамического измельчения доменной структуры электротехнических материалов. // ФММ, 1994, Т. 77, №1, С. 106.
8. Драгошанский Ю.Н., Зайкова В.А., Хан Е.Б. Влияние кристаллографической ориентации и упругой деформации на магнитные потери монокристаллов кремнистого железа. // Международная конференция по магнетизму МКМ-73, М.: "Наука", 1974, Т. 4, С.518.
9. Nozawa T., Yamamoto T., Matsuo Yu., Ohya Yo.. Relationship between total losses under tensile stress in 3%Si-Fe single crystals and their orientations near (110)[001]. // IEEE Trans. Magn., 1978, Т. 14, №4, Р. 252.
10. Shilling J.W., Morris W.G., Osborn M.L., Rao P.. Orientation dependence of domain wall spacing and losses in 3%Si-Fe single crystals. // IEEE Trans. Magn., 1978, Т. 14, №3, Р. 104.
11. Драгошанский Ю.Н., Шейко Л.М. Влияние плоскостных растяжений на доменную структуру и магнитные свойства кремнистого железа. // Изв.АН СССР, 1985, сер. физич., Т. 49, №8, С. 1568.
12. Глазер А.А., Драгошанский Ю.Н., Потапов А.П., Шейко Л.М. Влияние одноосных и двухосных напряжений на магнитные свойства лент электротехнических сплавов Fe-Si и Fe-Si-B. // Республиканская конференция "Мягкие магнитные материалы и их применение в технике". // Свердловск: "Полиграфист", 1985, С. 36.
13. Драгошанский Ю.Н., Ханжина Т.А.. Аморфная электротехническая сталь с электроизоляционным покрытием. // Научно-техническая конференция "Управление структурой и свойствами магнитомягких материалов". Свердловск: "Полиграфист", 1988, С. 25.
14. Драгошанский Ю.Н., Корзунин Г.С., Мельников М.Б., Пятагин А.И., Чистяков В.К.. Влияние растягивающих напряжений на магнитные характеристики современной анизотропной электротехнической стали. //ФММ, 2006, т.101, № 4, С.

УДК 669.017: 666.018

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМОВ ДИФФУЗИИ АТОМОВ ВБЛИЗИ ГРАНИЦ ЗЕРЕН НАКЛОНА В ИНТЕРМЕТАЛЛИДЕ $NI_{3}AL$ МЕТОДОМ КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ

Синяев Д. В., Ракитин Р. Ю.*, Старостенков М. Д.*, Коваленко В. В.,
Громов В. Е.

Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк

** Алтайский государственный технический университет, Барнаул,*

Границы зерен являются неотъемлемой частью структуры металлов и сплавов, представляющих, в основном, поликристаллы. Границы зерен (ГЗ) образуются в процессах кристаллизации, при рекристаллизационном отжиге и в процессах деформации [1], оказывают определяющее влияние на многие физические и физико-механические свойства материалов, такие как пластичность, диффузия, высокотемпературная и структурная ползучесть, разрушение, плавление и другие [2]. Несмотря на большой объем исследований ГЗ, в настоящее время остаются не ясными многие проблемы, связанные со структурой и со структурными изменениями, происходящими вблизи них в процессах температурно-силового воздействия на материал.