

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ
И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 669.1'782:537.623

АТОМНОЕ УПОРЯДОЧЕНИЕ И ЭФФЕКТ ТЕРМОМАГНИТНОЙ
ОБРАБОТКИ В МАГНИТОМЯГКИХ СПЛАВАХ Fe–Si

© 2019 г. В. В. Губернаторов^а, Ю. Н. Драгошанский^а, Т. С. Сычева^а, *

^аИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

*e-mail: sych@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 30.01.2019 г.

После доработки 26.02.2019 г.

Принята к публикации 12.03.2019 г.

Предложен механизм изотропного улучшения магнитных свойств магнитомягких сплавов Fe–Si с ОЦК-решеткой при термомагнитной обработке в знакопеременном магнитном поле. Его суть заключается в том, что приложенное знакопеременное магнитное поле, переориентируя оси пар ближайших атомов кремния (“направленное упорядочение атомов”) в нанокластерах со сверхструктурой FeSi (тип B2), переводит атомы кремния из устойчивого равновесного положения в центрах кубических ячеек в неравновесное. При этом силы связи между ними ослабевают и появляются возможность перемещения их движущимися границами магнитных доменов. В результате происходит разрушение нанокластеров, перераспределение слабосвязанных атомов кремния по объему и изотропное улучшение магнитных свойств железокремнистых сплавов. Объяснена зависимость эффекта термомагнитной обработки в сплавах Fe–Si от напряженности приложенного постоянного магнитного поля (в слабых полях он анизотропен, в сильных – изотропен).

Ключевые слова: магнитомягкие железокремнистые сплавы, кристаллографическая текстура, атомное упорядочение, нанокластеры, термомагнитная обработка, магнитные домены, магнитные свойства

DOI: 10.1134/S0015323019080059

ВВЕДЕНИЕ

Одним из способов энергосбережения является разработка и применение магнитомягких материалов с пониженными удельными магнитными потерями в энергомашиностроении [1, 2]. В настоящее время магнитопроводы генераторов и электродвигателей изготавливают в основном из электротехнической изотропной стали (ЭИС – изотропный магнитомягкий ОЦК сплав Fe – до 4 мас. % Si), а сердечники трансформаторов – из электротехнической анизотропной стали (ЭАС – сплав Fe ~ 3 мас. % Si с кристаллографической текстурой (110)[001]). Авторы обзора [2], перечисляя перспективные направления научно-прикладных исследований по улучшению магнитных свойств (прежде всего по снижению удельных магнитных потерь при перемагничивании P и повышению магнитной индукции B) электротехнических сталей, неоправданно оставляют без внимания проблему термомагнитной обработки (ТМО – термическая обработка материала в присутствии внешнего магнитного поля) этих сталей в знакопеременном (ТМО_~) или постоянном (ТМО₀) магнитных полях. Между тем, несмотря на то что эффекту ТМО посвящено большое чис-

ло работ, некоторые важные детали его формирования в электротехнических сталях до сих пор остаются неясными, что препятствует выбору оптимальных условий его получения и использования. Так пока непонятна установленная в [3] сложная зависимость коэрцитивной силы H_c в ЭИС от величины и характера (постоянного H_- или знакопеременного $H_~$) приложенного магнитного поля (табл. 1). Видно, что H_c уменьшается вдоль и поперек направления действовавшего при ТМО внешнего H_- . Т.е. эффект ТМО_~ изотропен.

Таблица 1. Относительное изменение H_c квадратных образцов (0.35 × 40 × 40 мм) ЭИС при ТМО, измеренной вдоль (||) и поперек (⊥) направления приложенного H_- или $H_~$ [3]

H при ТМО, кА/м	ΔH_c после ТМО _~ , %		ΔH_c после ТМО ₀ , %	
		⊥		⊥
12	–40	–30	–40	+15
48	–44	–45	–44	–18

Примечание: (–) – уменьшение, (+) – увеличение H_c .

Отжиг в небольшом поле H_{\perp} приводит к уменьшению H_c вдоль и увеличению поперек направления приложенного поля (эффект ТМО_⊥ анизотропен), а в большом – к уменьшению H_c вдоль и поперек приложенного поля (эффект ТМО_⊥ изотропен).

Эффект ТМО в электротехнических сталях, по мнению [4], обусловлен перераспределением направлений легкого намагничивания и стабилизацией магнитной доменной структуры под влиянием индуцированной анизотропии, которая развивается в процессе “направленного упорядочения атомов” [5]. При этом считают, что основную роль в формировании магнитных свойств этих сталей при ТМО играют микронеоднородности со сверхструктурой $B2$ стехиометрического состава FeSi (далее по тексту – нанокластеры). В данной работе предпринята попытка связать изотропность эффекта ТМО в сплавах Fe–Si с поведением нанокластеров под действием внешних магнитных полей.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследованы квадратные образцы ($0.5 \times 50 \times 50$ мм) ЭИС с 1.6% Si и полоски ($0.3 \times 10 \times 100$ мм) ЭАС с 3% Si с текстурой (110)[001] и (110)[1 $\bar{1}$ 0]. Длинная сторона полосок совпадала с направлением легкого [001] или более трудного [1 $\bar{1}$ 0] намагничивания. Образцы вырезали из готовых заводских полос, прошедших заключительный высокотемпературный отжиг после холодной прокатки на конечную толщину. Стороны квадратных образцов и длинные стороны полосок располагали вдоль или поперек направления прокатки. После изготовления они были отожжены при 1200°C в вакууме и охлаждены без магнитного поля. Исходные магнитные свойства образцов соответствовали характеристикам высоких марок: ЭАС – 3408, 3409 и ЭИС – 2214.

Режим ТМО: нагрев образцов до 450°C, включение постоянного или знакопеременного магнитного поля и после 2-х минутной выдержки охлаждение до комнатной температуры со скоростью 20°C/мин в присутствии магнитного поля (для ЭАС – $H = 12$ кА/м, для ЭИС – $H = 48$ кА/м).

Удельные магнитные потери P и коэрцитивную силу H_c образцов до и после ТМО измеряли на магнитоизмерительной установке МК-4Э (ЗАО НПО “Интротест”) с относительной погрешностью (при доверительной вероятности 0.95) по H_c не более 2% и по P – 4%. Магнитные потери измеряли в области низких частот и средних амплитуд индукции, близких к условиям работы трансформаторов малой мощности: $P_{1.5/50}$ и $P_{1.0/60}$, т.е. при индукциях 1.5 и 1.0 Тл и частотах 50

и 60 Гц. Повышенная частота 60 Гц обеспечивала более устойчивый режим перемагничивания образцов ЭАС. Измерение P квадратных образцов ЭИС проводили вдоль и поперек направления приложенного поля при ТМО, а полосок ЭАС – вдоль длинной стороны, вдоль которой было приложено поле при ТМО. В табл. 2 и 3 приводятся средние значения по пяти образцам.

Магнитную доменную структуру образцов исследовали методом магнитопорошковых суспензий. Ориентация кристаллитов определена по виду доменной структуры [6]. С помощью устройства для одновременного оптического мониторинга двух поверхностей плоских твердых тел МП-2 [7] установили, что в кристаллах (110)[001] толщиной 0.3 мм основные 180° полосовые магнитные домены и мелкие узкополосные и каплевидные замыкающие домены являются сквозными. При намагничивании сквозные 180° полосовые домены, намагниченность которых близка к направлению приложенного вдоль [001] внешнего поля, расширяются за счет соседних доменов. При этом границы некоторых 180° доменов перемещаются по объему образца вместе с состыкованными с ними 90° замыкающими доменами, т.е. при намагничивании перемещаются по объему и комплексы 180°–90° магнитных доменов (КМД).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

1. Изменение удельных магнитных потерь под действием ТМО_⊥

Измерения $P_{1.5/50}$ в двух перпендикулярных направлениях квадратных образцов ЭИС до и после ТМО показали, что не только по H_c , но и по P эффект ТМО_⊥ изотропен (табл. 2). $P_{1.5/50}$ уменьшается и вдоль, и поперек направления действовавшего при ТМО внешнего поля H_{\perp} (как и во всех других направлениях в плоскости образца). Некоторая разница в величинах эффекта в продольном и поперечном направлениях (12.5 и 8.4%) связана с неидеальной изотропностью свойств образцов заводской ЭИС, в которой соответствующие величины различались на 17% уже в исходном (до ТМО) состоянии. Неидеальная изотропность образца “изо-

Таблица 2. Величина и снижение удельных магнитных потерь в образцах ЭИС после ТМО_⊥, измеренных вдоль (||) и поперек (⊥) H_{\perp}

$P_{1.5/50}$, Вт/кг					
до ТМО		после ТМО _⊥			
$P_{ }$	P_{\perp}	$P_{ }$	$\Delta P_{ }$, %	P_{\perp}	ΔP_{\perp} , %
4.0	4.8	3.5	12.5	4.4	8.4

Таблица 3. Величина и снижение удельных магнитных потерь в полосках ЭАС двух ориентаций после ТМО_~

Текстура образцов	$P_{1,0/60}$, Вт/кг		ΔP , %
	до ТМО	после ТМО _~	
(110)[001]	0.60	0.57	5
(110)[1 $\bar{1}$ 0]	1.41	1.09	23

тропной” ЭИС может быть обусловлена неоднородным распределением текстурных компонент, внутренних напряжений, неоднородной формой кристаллитов и однонаправленностью холодной прокатки при ее изготовлении.

Эффект ТМО_~ в ЭАС зависит от направления приложенного поля $H_{~}$ (табл. 3). Когда магнитное поле приложено вдоль направления легкого намагничивания [001], он незначителен, и высок, когда поле приложено вдоль направления более трудного намагничивания [1 $\bar{1}$ 0].

Как показывает практика, при низкотемпературном отжиге электротехнических сталей в магнитном поле макро- и микроструктурных превращений не происходит (размер кристаллитов, кристаллографическая текстура и крупные включения, сформировавшиеся при предыдущих высокотемпературных обработках, не меняются); остается полагать, что эффект ТМО_~ связан с изменениями тонкой (атомной) структуры стали, а именно с поведением нанокластеров.

2. Нанокластеры и магнитные свойства сплавов Fe–Si

В электротехнических сталях нанокластеры образуются при деформационном старении на стадии атомного упорядочения [8]. В основе этого процесса лежит взаимодействие атомов кремния со “свежими” дефектами кристаллической решетки, внесенными в сталь ускоренным охлаждением (60–100°С/мин) после заключительного высокотемпературного отжига и переходом стали из парамагнитного состояния в ферромагнитное. Следует отметить, что в сплавах Fe – до 5.5% Si превращение беспорядок (A) → порядок (B2) осуществляется ниже температуры Кюри T_C [9]. Считается [10], что: а) из-за малого содержания кремния в стали нанокластеры состоят в основном из двух элементарных ОЦК-ячеек с атомами кремния внутри (твердый раствор замещения) и, естественно, имеют анизотропную форму; б) атомы кремния могут перемещаться под действием внешнего магнитного поля.

Так как превращение A → B2 протекает ниже T_C , то нанокластеры и оси пар атомов кремния в

них ориентируются в соответствии с самопроизвольной намагниченностью. В квадратных образцах ЭИС они располагаются вдоль трех направлений легкого намагничивания <001>, а в длинных с малым поперечным сечением образцах ЭАС – вдоль одного (из трех возможных) направления легкого намагничивания [001], выделенного формой образца (размагничивающим фактором) [11]. Атомные конфигурации сверхструктур в сплавах Fe–Si обладают высокой стабильностью (устойчивостью по отношению к внешним воздействиям), так как имеют наименьшую конфигурационную энергию и сильное атомное взаимодействие [9].

Ясно, что наличие анизотропных нанокластеров в стали оказывает существенное влияние на ее магнитные свойства. Так, по данным [8], образцы ЭАС (0.33 × 5 × 100 мм) с текстурой (110)[1 $\bar{1}$ 0] и нанокластерами (обработка – ускоренное охлаждение + деформационное старение) имеют H_c больше на 14%, чем контрольные (обработка – только медленное охлаждение после высокотемпературного отжига). Отрицательное влияние нанокластеров может быть обусловлено стабилизацией магнитной доменной структуры образующимися около них КМД, подобно их образованию на неподвижных включениях и участках локальных напряжений, препятствующих перемещению доменных границ (рис. 1).

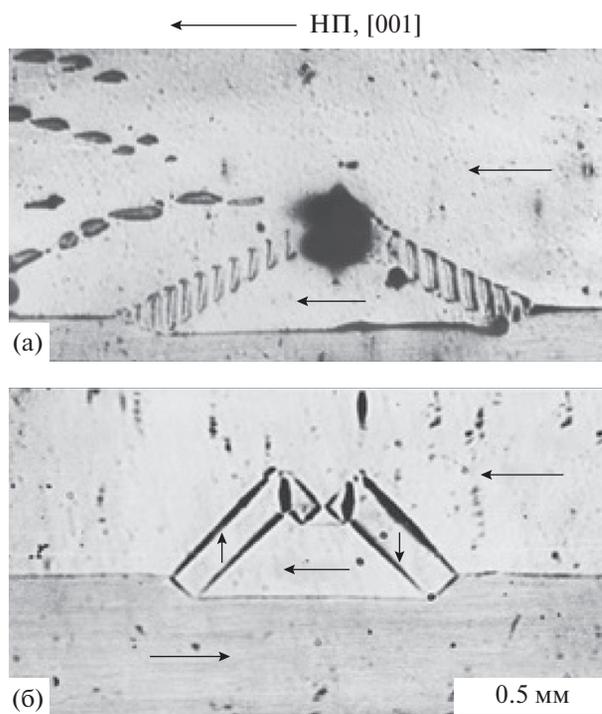


Рис. 1. КМД около включения в кристалле (110)[001] (а) и локального напряжения в кристалле (100)[001] (б). Стрелки указывают ориентацию намагниченности в доменах; НП – направление прокатки.

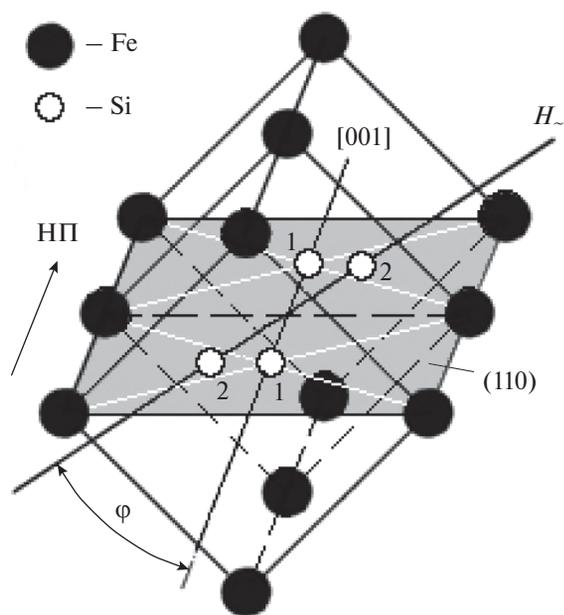


Рис. 2. Положения атомов кремния в нанокластерах в кристалле (110)[001] ЭАС и их изменение под действием направленного под углом φ к [001] H_{\sim} при ТМО.

3. Поведение нанокластеров при ТМО

Зная строение нанокластеров, учитывая их устойчивость и ориентацию осей пар атомов кремния в них, изотропное улучшение магнитных свойств электротехнических сталей при ТМО можно представить следующим образом.

Эффект ТМО_~ в ЭАС, когда внешнее поле H_{\sim} направлено вдоль [001], незначителен (см. табл. 3). Движущиеся границы магнитных доменов не в состоянии что-либо сделать с устойчивыми нанокластерами, в которых оси пар атомов кремния ориентированы в направлении легкого намагничивания [001]. Некоторое (5%) уменьшение удельных магнитных потерь ЭАС связано с тем, что движущиеся границы доменов делают более равномерным распределение подвижных дефектов и примесных атомов в объеме металла. Но если направление поля H_{\sim} расположить в плоскости (110) под углом φ к кристаллографическому направлению [001] (рис. 2), то при достаточной напряженности этого поля и при всех прочих равных условиях в нанокластерах произойдет переориентация осей пар атомов кремния. Она происходит путем перемещения этих атомов из устойчивых равновесных положений в центре элементарной кубической ячейки (положение 1) в неравновесные (положение 2). При этом расстоянии между ними увеличится, силы связи ослабнут [12] и движущиеся границы доменов, благодаря магнитоупругому взаимодействию, могут перемещать отдельные атомы кремния и распределять их более

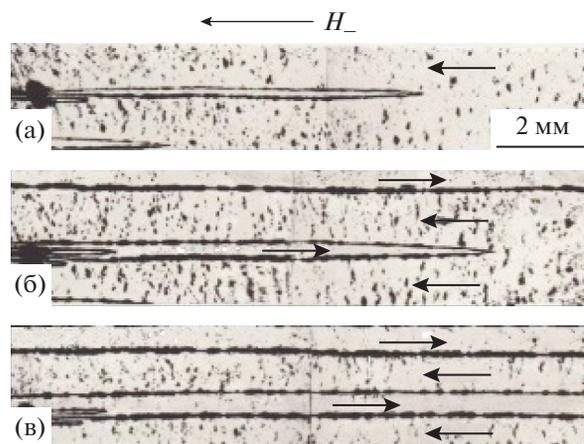


Рис. 3. Формирование новых, более чистых магнитных доменов с обратной намагниченностью в кристалле (110)[001] сплава Fe–3% Si при снижении напряженности намагничивающего поля H_{\sim} (а → б).

равномерно в металле; т.е. происходит разрушение нанокластеров, что и увеличивает эффект ТМО_~. Причем этот эффект станет изотропным, так как в стали не будет нанокластеров, препятствующих движению границ доменов при перемагничивании. Перенос слабосвязанных атомов кремния по объему образца обеспечивается перемещением КМД, который был расположен около нанокластера.

Процесс разрушения нанокластеров, возможно, аналогичен перестройке и откреплению дислокаций от стопоров и перемещению их по образцу на расстояние порядка 10^{-6} м при движении границ магнитных доменов [13], а также процессу исчезновения мелких неоднородностей после прохождения границ магнитных доменов при перемагничивании (рис. 3). На поверхности кристалла (110)[001] сплава Fe–3%Si вблизи состояния магнитного насыщения в домене четко выявляются мелкие магнитные неоднородности, притягивающие частицы магнитной суспензии благодаря своим магнитным полям рассеяния (темные точки на рис. 3а). На этом фоне вблизи крупных неоднородностей (например, немагнитных включений – оксидов кремния и алюминия, нитридов титана) формируются клиновидные зародыши перемагничивания (рис. 3а), снижающие поля рассеяния этого дефекта. С уменьшением напряженности намагничивающего поля возникают новые домены (рис. 3б, сверху), а указанные зародыши с обратной намагниченностью становятся основными полосовыми доменами (рис. 3в). Рост доменов происходит путем смещения их 180° границ в обе стороны (вверх и вниз на снимке). В процессе этого движения границы растущего домена взаимодействуют с неоднородностями в кристалле через магнитоупругие де-

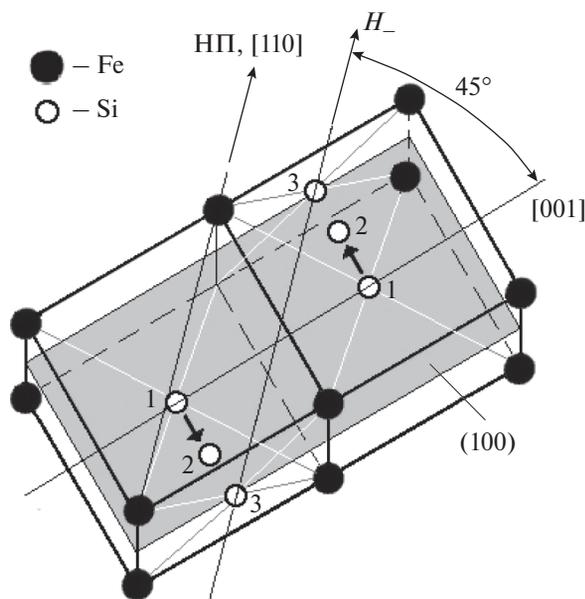


Рис. 4. Положения атомов кремния в наноклстерах в кристалле (100)[110] ЭИС и их изменение при ТМО в поле H_- , отклоненном на угол 45° от направления легкого намагничивания [001]. НП – направление прокатки.

формации, и наиболее подвижные и дисперсные неоднородности перемещаются границей по образцу. В результате, как видно на рис. 3в, плотность этих включений внутри растущих доменов оказывается значительно меньшей, чем по обе стороны от него.

Справедливость приведенных рассуждений подтверждают результаты работ, в которых повысили эффект ТМО₋ в ЭАС, например, приложением растяжения в направлении магнитного поля при ТМО₋ [4] или ионно-лучевой обработкой перед ТМО₋ [14]. Эти внешние дополнительные воздействия на ЭАС, по нашему мнению, нарушают равновесное состояние пар атомов кремния в наноклстерах и создают условия для устранения их движущимися границами магнитных доменов.

Поскольку ЭИС в основном состоит из октаэдрических (111)⟨uvw⟩ и кубических (100)⟨0vw⟩ кристаллитов [2], то при ТМО₋ в первых разрушатся все наноклстеры, так как они отклонены на большой угол от направления поля H_- , а во вторых – сохранятся ориентированные вдоль направления поля H_- наноклстеры. Поэтому и наблюдается некоторая разница в ΔH_c и ΔP , измеренных вдоль и поперек приложенного поля (табл. 1 и 2). При ТМО в слабом поле H_- ориентация осей пар атомов в наноклстерах приближается к направлению поля (1–1 → 2–2, рис. 4), что понижает H_c вдоль поля и повышает ее в попереч-

ном направлении, т.е. эффект ТМО анизотропен. В сильном поле H_- изотропность эффекта ТМО₋ в ЭИС обусловлена тем, что поле, переориентируя отклоненные на большой угол от направления поля оси пар атомов кремния в наноклстерах, переводит атомы кремния в междоузлия (1–1 → 3–3, рис. 4). Эти атомы, обладая хорошей подвижностью, во время ТМО₋ могут диффундировать по объему металла, что приводит к разрушению указанных наноклusters и изотропности эффекта ТМО₋ в ЭИС.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе анализа результатов собственных исследований и литературных данных предложен механизм перестройки и разрушения анизотропных наноклusters со сверхструктурой FeSi (тип В2) в магнитомягких ОЦК-сплавах Fe–Si при ТМО в знакопеременном и сильном постоянном магнитных полях. Его суть заключается в следующем.

При ТМО₋ в ЭИС и ЭАС происходит переориентация осей пар ближайших атомов кремния в наноклстерах (“направленное упорядочение атомов”) и переход этих атомов из устойчивого равновесного положения в центрах кубических ячеек в неравновесное и создание возможности их перемещения по объему металла движущимися границами магнитных доменов. Отсутствие наноклusters и более равномерное распределение атомов кремния обуславливают изотропность эффекта ТМО₋ в электротехнических сталях.

При ТМО в сильном постоянном магнитном поле в ЭИС происходит разрушение только тех наноклusters, в которых оси пар ближайших атомов кремния отклонены от направления приложенного поля на большой угол. Это приводит к изотропности эффекта ТМО₋ в ЭИС.

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема “Магнит”, № АААА-А18-118020290129-5) при частичной поддержке УрО РАН (проект № 18-10-2-5).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Молотилев Б.В. Проблемы разработки и производства прецизионных и специальных электротехнических сталей // Сталь. 2017. № 2. С. 59–62.
2. Редикольцев А.А., Цырлин М.Б. Производство электротехнических сталей: вчера, сегодня, завтра // Черная металлургия. 2013. № 1. С. 44–63.
3. Шулика В.В., Старцева И.Е., Шур Я.С. Термоманитная обработка трансформаторной стали в переменном магнитном поле // ФММ. 1975. Т. 40. № 2. С. 296–303.
4. Зайкова В.А., Старцева И.Е., Филиппов Б.Н. Доменная структура и магнитные свойства электротехнических сталей. М.: Наука, 1992. 271 с.

5. *Тикадзуми Т.* Физика ферромагнетизма: Магнитные характеристики и практические применения. Пер. с англ. М.: Мир, 1987. 420 с.
6. *Драгошанский Ю.Н., Есина Н.К., Зайкова В.А.* Влияние совершенства кристаллографической текстуры (110)[001] на величину электромагнитных потерь в трансформаторной стали // ФММ. 1978. Т. 45. № 4. С. 723–728.
7. *Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И.* Устройство для оптического мониторинга поверхностей твердых тел // Патент РФ № 174673. Бюл. № 30 от 25.10.2017.
8. *Губернаторов В.В., Сычева Т.С., Драгошанский Ю.Н.* Формирование свойств ферромагнитных сплавов при термомагнитной и термомеханической обработках // ФММ. 2004. Т. 98. № 1. С. 31–37.
9. *Глезер А.М., Молотиллов Б.В.* Упорядочение и деформация сплавов железа. М.: Металлургия, 1984. 168 с.
10. *Кузнецов А.Р., Горностырев Ю.Н., Ершов Н.В., Лукишина В.А., Черненко Ю.П., Федоров В.И.* Атомные смещения и ближний порядок в магнитомягком сплаве FeSi: эксперимент и результаты *ab initio* расчетов // ФТТ. 2007. Т. 49. Вып. 12. С. 2184–2191.
11. *Зусман А.И., Арцишевский М.А.* Термомагнитная обработка железоникелевых сплавов. М.: Металлургия, 1984. 94 с.
12. *Карнаухов И.Н., Погорелов А.Е., Чернолевский М.С.* Направленный массоперенос под действием внешнего импульса // Металлофизика и новые технологии. 2012. Т. 34. № 2. С. 159–174.
13. *Чеботкевич Л.А., Урусовская А.А., Ветер В.В.* Движение дислокаций под действием магнитного поля // Кристаллография. 1965. Т. 10. № 5. С. 688–691.
14. *Губернаторов В.В., Сычева Т.С., Драгошанский Ю.Н., Овчинников В.В., Ивченко В.А.* Влияние бомбардировки ускоренными ионами на эффекты термомагнитной обработки ферромагнетиков // ДАН. 2006. Т. 410. № 2. С. 194–196.