

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Токмакова Екатерина Николаевна

ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА В НЕНАСЫЩАЮЩЕМ МАГНИТНОМ ПОЛЕ НА МАГНИТНЫЕ
СВОЙСТВА И ХАРАКТЕР ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ АМОРФНЫХ МАГНИТОМЯГКИХ
СПЛАВОВ

Специальность 2.6.17
«Материаловедение»

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: к.ф.-м.н. Введенский Вадим Юрьевич

Москва – 2024

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы

Аморфные металлические сплавы благодаря отсутствию дальнего порядка в расположении атомов и, как следствие магнитокристаллической анизотропии, демонстрируют уникальный комплекс свойств, нехарактерный для кристаллических материалов. В связи с этим, магнитомягкие аморфные материалы играют решающую роль в обеспечении высокой эффективности различных электрических и электронных устройств [1]. В новейшей эпохе стремительного развития технологий очевидной тенденцией является то, что магнитомягкие материалы становятся более легкими, прочными и энергосберегающими [2]. В связи с этим требуется, чтобы магнитомягкие аморфные сплавы обладали еще более высоким комплексом магнитных свойств [3].

Большинство аморфных магнитомягких материалов, как правило, получаемых в виде лент методом спиннингования расплава по одновалковому способу, можно разделить на сплавы на основе железа (с высокой магнитострикцией насыщения) и сплавы на основе кобальта (с низкой или нулевой магнитострикцией). Для кобальтовых сплавов характерен более высокий уровень магнитомягких свойств (в части низкой коэрцитивной силы и высокой начальной проницаемости), чем для железных сплавов, однако для последних индукция насыщения значительно выше [4].

Для аморфной ленты, полученной методом спиннингования расплава, характерен высокий уровень внутренних закалочных напряжений, поэтому почти всегда для улучшения магнитомягких свойств используется отжиг ниже температуры кристаллизации, но выше температуры Кюри T_C , либо отжиг в магнитном поле при температуре ниже T_C (термомагнитная обработка, ТМО) [4-5].

ТМО аморфных сплавов является эффективным инструментом управления их магнитными свойствами. Во время отжига в магнитном поле вследствие направленного упорядочения индуцируется одноосная магнитная анизотропия с направлением оси легкого намагничивания, соответствующим направлению приложения внешнего магнитного поля. Кроме того, если магнитное поле при отжиге по напряженности превышает поле насыщения аморфного сплава, то отжиг в магнитном поле подавляет стабилизацию границ доменов (поскольку термическая обработка происходит в отсутствие доменной структуры, что делает невозможной ее стабилизацию), следовательно, этот вид термообработки, как правило, увеличивает подвижность доменных границ в аморфном сплаве, что также приводит к улучшению его магнитных свойств [6-7].

В то же время, существует несколько работ, в которых показано, что улучшению магнитомягких свойств аморфных сплавов может происходить в результате отжига и в магнитных полях значительно меньших, чем насыщающее поле [8-10]. Таким образом, актуальным является вопрос возможного энергосбережения при производстве аморфных сплавов за счет применения менее интенсивного магнитного поля во время их термомагнитной обработки с одновременным достижением повышенного уровня магнитомягких свойств. Однако единое понимание влияния малого магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфных магнитомягких сплавов разного химического состава на данный момент отсутствует.

Цель и задачи работы

Цель работы – установление закономерностей влияния отжига в продольном магнитном поле много меньше поля насыщения на магнитные свойства, характер перемагничивания и качество аморфных сплавов на основе железа и кобальта.

Для достижения данной цели требуется решить следующие задачи:

– изучить влияние на магнитные свойства аморфных сплавов отжига в ненасыщающем магнитном поле при варьировании следующих факторов: диаметр образца, скорость охлаждения,

величина прикладываемого поля, время выдержки, температура, момент приложения поля, магнитная подготовка образца (путём размагничивания или предварительного приложения магнитного поля);

- сравнить закономерности формирования магнитных свойств при отжиге в ненасыщающем поле аморфных сплавов разных классов (на основе Fe и Co);
- установить возможность эффективности ТМО в ненасыщающем поле в части улучшения магнитомягких свойств различных аморфных сплавов по сравнению с отжигом без поля;
- изучить влияние комбинированных термических обработок в ненасыщающем магнитном поле (ТМО с предварительным отжигом без поля; двухступенчатая ТМО) на магнитные свойства аморфных сплавов;
- определить оптимальные режимы отжига в ненасыщающем магнитном поле для разных аморфных сплавов для улучшения их магнитомягких свойств;
- с помощью анализа формы и математического моделирования петель гистерезиса, а также изучения кривых намагничивания установить влияние отжига в ненасыщающем магнитном поле на обратимый или необратимый характер перемагничивания и намагничивания аморфных сплавов;
- изучить влияние ТМО в ненасыщающем поле на характеристики качества аморфных магнитомягких сплавов, а именно: временная стабильность магнитных свойств после ТМО, степень релаксации напряжений, степень охрупчивания, отсутствие кристаллических фаз.

Научная новизна

1. Впервые выявлены закономерности влияния отжига в магнитном поле, малом по сравнению с полем насыщения, на магнитные свойства и процессы перемагничивания и намагничивания аморфных сплавов на основе Co и Fe.
2. Впервые показана возможность эффективности (в части значительного улучшения магнитомягких свойств) отжига в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля, и обсуждены условия этой эффективности для аморфных сплавов на основе железа и на основе кобальта.
3. Впервые развиты теоретические представления о механизме влияния малых полей при отжиге на формирование магнитных свойств магнитомягких аморфных сплавов.
4. Впервые предложено применять модель петли гистерезиса с использованием дробно-линейной функции в качестве способа обработки экспериментальных данных для разделения обратимой и необратимой составляющих индукции.

Практическая значимость

1. Показано, что отжиг в ненасыщающем продольном магнитном поле может приводить к более высокому уровню магнитомягких свойств аморфных сплавов на железной и кобальтовой основе по сравнению с отжигом без поля, что в перспективе дает возможность повысить энергоэффективность процесса термомагнитной обработки аморфных сплавов за счет сокращения энергозатрат на создание магнитного поля величиной много меньше поля насыщения.
2. Установлено, что для получения оптимального комплекса магнитных свойств аморфных сплавов при отжиге в ненасыщающем поле требуется проводить кратковременную выдержку (порядка 10 мин), что также характеризует предлагаемую в данной работе обработку как энергоэффективную и более производительную.
3. Продемонстрировано, что для отжига в малом продольном магнитном поле на кольцевых образцах аморфного сплава на основе железа диаметром 26 мм, обеспечивающих низкий уровень исходных изгибных напряжений, характерна более высокая эффективность, чем на образце диаметром 15 мм – по сравнению с отжигом без поля ТМО в ненасыщающем поле на сплаве 2НСП привела к снижению коэрцитивной силы на 23 % и повышению низкополевой и максимальной проницаемости на 245 и 151 %, соответственно. В результате, проведение ТМО в ненасыщающем поле на образце сплава 2НСП большого диаметра обеспечило одновременно получение наиболее

низкой коэрцитивной силы и наиболее высокой низкополевой проницаемости при достаточно высокой максимальной проницаемости среди всех проведенных серий обработок с варьированием различных факторов ТМО.

4. Предложен оригинальный способ улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава на основе кобальта за счет применения двухступенчатого отжига в ненасыщающем магнитном поле с получением низкой коэрцитивной силы (менее 2 А/м), высокой максимальной и низкополевой проницаемости (до 574000 и 55000, соответственно), а также низких потерь на перемагничивание, позволяющий повысить производительность ТМО за счет сокращения времени на обработку на 30 %.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Закономерности влияния различных факторов при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфных сплавов с разным химическим составом.

2. Оптимальные режимы отжига в ненасыщающем магнитном поле, обеспечивающие улучшение магнитомягких свойств аморфных сплавов.

3. Влияние комбинированных термических обработок в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного сплава на основе кобальта.

4. Закономерности влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на характер перемагничивания аморфных сплавов, проявляющегося в изменении соотношения необратимого и обратимого вкладов в магнитную индукцию, а также характерных величин полей окончания намагничивания по разным механизмам. Корреляционные зависимости различных магнитных свойств аморфных сплавов, с одной стороны, и составляющих индукции и параметров кривой намагничивания, зависящих от характера перемагничивания материала, с другой стороны.

Личный вклад автора состоит в анализе литературных источников, проведении термических обработок аморфных магнитомягких сплавов с последующим исследованием их свойств, в моделировании петель гистерезиса, анализе и обсуждении полученных результатов исследований, подготовке научных статей и тезисов конференций, а также непосредственно текста диссертации. Постановка цели и задач исследования, а также выбор материалов и методик осуществлялся совместно с научным руководителем В.Ю. Введенским.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием современного измерительного оборудования. Результаты работы докладывались на международных и всероссийских конференциях, а также были опубликованы в журналах с высоким импакт-фактором, входящих в перечень ВАК и индексируемых в наукометрических базах Scopus и WoS.

Апробация работы и публикации

Основные результаты работы были представлены на следующих конференциях: Международная научная конференция «Приоритетные направления инновационной деятельности в промышленности» (Казань, 30-31 января 2021 г.), XVIII Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Информационные технологии, энергетика и экономика (электроэнергетика, электротехника и теплоэнергетика, математическое моделирование и информационные технологии в производстве)» (Смоленск, 22-23 апреля 2021 г.); V Международная научно-практическая конференция «Инновации в информационных технологиях, машиностроении и автотранспорте» (Кемерово, 19-20 октября 2021 г.); Международная научно-практическая конференция им. Д.И. Менделеева, посвящённая 90-летию профессора Р.З. Магарила (Тюмень, 25-27 ноября 2021 г.); 3-я Международная научно-практическая конференция, посвященная памяти академика А.А. Байкова «Современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов» (Курск, 15 сентября 2022 г.); 3-я международная научно-техническая конференция «Электроэнергетика сегодня и завтра» (Курск, 27 марта 2024 г.).

По теме исследования сделано 10 публикаций, из которых 4 работы опубликованы в изданиях, входящих в базы данных Web of Science и Scopus.

Структура и объем работы

Диссертация изложена на 283 страницах, содержит 108 рисунков и 29 таблиц и состоит из введения, литературного обзора, методической части, результатов экспериментов и их обсуждения, выводов и списка литературы из 144 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертационного исследования, сформулирована его цель и задачи, описаны научная новизна и практическая значимость полученных результатов, а также приведены сведения об апробации результатов, личном вкладе автора и структуре диссертации.

В **первой главе** проведен обзор литературных источников по теме диссертации. Приведены общие сведения об объекте исследования (аморфные магнитомягкие сплавы). Описаны физические процессы, влияющие на магнитные свойства аморфных сплавов при термообработке. Показано, что термоманитная обработка (отжиг в магнитном поле) является эффективным инструментом для управления магнитными свойствами аморфных сплавов. Особое внимание уделяется исследованиям по влиянию напряженности прикладываемого при обработке магнитного поля на магнитные свойства разных аморфных сплавов.

Во **второй главе** описаны объекты исследования – аморфные магнитомягкие сплавы (АММС) на основе Fe (марки сплавов 2НСП и 10НСП) и Co (марка сплава 84КХСП). Представлена методика проведения отжига в ненасыщающем продольном магнитном поле (термоманитной обработки, ТМО) посредством навивки намагничивающей обмотки на тороидальные образцы аморфных сплавов и пропускания постоянного тока от источника питания через нее. Приведены факторы, потенциально влияющие на магнитные свойства аморфных сплавов в процессе отжига в ненасыщающем поле (рисунок 1).



Рисунок 1 – Факторы, потенциально влияющие на магнитные свойства АММС при ТМО

Рассмотрены методики определения степени релаксации напряжений и охрупчивания аморфных лент в процессе обработки, необходимые для изучения влияния отжига в ненасыщающем поле на процессы структурной релаксации. Описаны методы измерения магнитных свойств образцов в статическом и динамическом режимах. Приведена методика анализа начальных участков статических кривых намагничивания (рисунок 2), использованная для исследования влияния ТМО на характер намагничивания аморфных сплавов.

Представлена методика проверки аморфности образцов аморфных сплавов до и после термической обработки посредством рентгеновской дифракции.

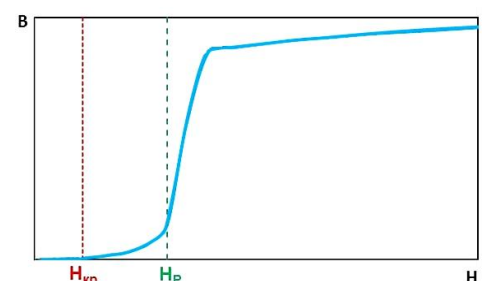


Рисунок 2 – Схема определения значений характерных полей $H_{кр}$ и H_p по кривой намагничивания ферромагнетика

Описана математическая модель петли гистерезиса (ПГ) с использованием дробно-линейной функции для описания необратимой составляющей индукции и функции Ланжевена для описания обратимой составляющей индукции, которая применялась в данной работе для разделения обратимого и необратимого вкладов в индукцию и изучения влияния ТМО в ненасыщающем поле на характер перемагничивания (обратимый или необратимый) аморфных сплавов.

Приведена методика парного корреляционного анализа, использованная для подтверждения и обобщения закономерностей влияния различных количественных факторов ТМО на магнитные свойства и характер перемагничивания АММС.

В **третьей главе** приведены экспериментальные результаты исследования и их обсуждение. В **разделе 3.1** представлены результаты исследования приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы структурной релаксации (релаксация напряжений, охрупчивание) и кристаллизации аморфных сплавов. Исследования проводились путем сравнения кривых релаксации и охрупчивания, а также дифракционных спектров аморфных сплавов после ТМО в ненасыщающем поле и отжига без поля. Установлено, что приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге аморфных сплавов на основе Fe и Co не оказывает влияния на процессы релаксации напряжений и охрупчивания: влияние ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процесс релаксации напряжений в сплавах 84КХСР, 2НСР и 10НСР не значимо, поскольку различия между точками кривых после ТМО и отжига без поля меньше, чем погрешность определения параметра релаксации напряжений γ ; в случае параметра охрупчивания ε_f различия экспериментальных кривых после отжига и ТМО также отсутствовали. Как после ТМО, так и после отжига без поля при максимальных в настоящей работе температурах исследования в образцах сплавов сохранялась рентгено-аморфная структура, т.е. отжиг в ненасыщающем поле не приводил к кристаллизации так же, как и отжиг без поля при аналогичных условиях обработки.

В процессе экспериментов для аморфных сплавов были определены характерные значения температур обработок, использованные при последующем обсуждении результатов исследований: для исследуемых в данной работе сплавов вплоть до максимальных в настоящей работе температур термической обработки (около 430 °С) в лентах сохраняется полностью аморфная структура, т.е. все показанные далее изменения магнитных свойств АММС не связаны с протеканием кристаллизационных процессов. При этом процесс релаксации напряжений начинается при температуре около 200 °С и практически заканчивается при 400 °С. По результатам испытаний на изгиб при температурах выше 300 °С при времени выдержки 10 мин аморфные ленты переходят в охрупченное состояние.

В **разделе 3.2** рассмотрено влияние различных факторов ТМО в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР (в соответствии с перечнем на рисунке 1). Серии ТМО с варьированием различных факторов проводились при трех температурах $T_{обр} = 150, 240$ и 400 °С, отвечающих разным состояниям аморфного сплава. Обе температуры 150 и 240 °С ниже $T_C = 260$ °С, но при 150 °С отжиг не приводит к развитию релаксации напряжений, однако обеспечивает протекание диффузионных процессов, вследствие чего при указанной температуре должны протекать должен протекать процесс стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения (НУ), приводящий к деградации магнитомягких свойств АММС. В то же время при 240 °С релаксация напряжений уже протекает, а процессы стабилизации ГД вследствие НУ развиты в значительной степени в соответствии с данными, приведенными в работе [11]. При температуре 400 °С, которая значительно выше T_C , процесс релаксации напряжений практически завершен (на 95 %), а процессы стабилизации не оказывают значительного влияния на формирование магнитных свойств.

Показано, что все перечисленные на рисунке 1 факторы влияют на формирование магнитных свойств при обработке, однако степень этого влияния неодинакова – к наиболее значительным изменениям магнитных свойств АММС приводит варьирование следующих факторов: напряжённость прикладываемого поля, температура обработки и диаметр образца.

Отмечено, что увеличение диаметра кольцевого образца и напряженности продольного магнитного поля при ТМО приводят к монотонному изменению магнитных свойств сплава, что подтверждено результатами парного корреляционного анализа для этих факторов ТМО и различных магнитных свойств АММС при разных температурах обработки: в случае увеличения диаметра образца с 12 мм до 26 мм за счет снижения магнитоупругой анизотропии и повышения подвижности границ доменов (ГД) происходит уменьшение коэрцитивной силы (H_c) на 8-27 % и повышение низкополевой проницаемости (μ_{np}) в 2,3-3,6 раз (величина поля измерений μ_{np} выбиралась так, чтобы она всегда была меньше поля максимальной проницаемости $H_{\mu_{max}}$ и соответствовала начальному участку необратимого намагничивания скачками Баркгаузена, что делало возможным при исследованиях использовать низкополевую проницаемость в качестве альтернативы начальной проницаемости). В то же время, увеличение напряжений изгиба приводит к возникновению эффекта Виллари [12], выражающегося в том, что более высокая проницаемость (в том числе и максимальная) характерна для образцов с меньшим диаметром [13-14]. В связи с этим, снижение уровня изгибных напряжений вследствие увеличения диаметра образца до 26 мм привело к уменьшению на 9-35 % максимальной проницаемости (μ_{max}), а также на 4-8 % проницаемости μ_5 , измеренной в поле 5 А/м, в котором намагничивание осуществляется преимущественно за счет вращения намагниченности. Увеличение диаметра образца вне зависимости от температуры обработки способствовало снижению удельных потерь на перемагничивание при частоте 50 Гц и повышению потерь при 400 Гц. Стоит отметить, что среди всех рассмотренных факторов диаметр образца оказался единственным, при варьировании которого изменялась (возрастала с увеличением диаметра) измеренная в поле 800 А/м максимальная индукция B_m аморфного сплава 84КХСР (на 9-12 %).

При изменении напряженности прикладываемого при ТМО продольного поля с 0 до 115 А/м происходило повышение коэффициента прямоугольности ПГ (K_p), а значит, и увеличение доли продольно намагниченных областей в ферромагнетике с сопутствующим повышением μ_{max} , μ_5 и снижением $H_{\mu_{max}}$. Приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге всегда приводило к уменьшению величины поля максимальной проницаемости АММС на основе Со, которая по сравнению с отжигом без поля была тем меньше, чем больше напряженность прикладываемого поля, в связи с чем возникали нарушения «классического» соотношения $H_{\mu_{max}} / H_c \approx 1,4-1,6$ (при $T_{обр} < T_C$ H_c , как правило, снижалась с ростом поля ТМО, а при $T_{обр} > T_C$ – незначительно возрастала; при этом ТМО в небольших полях (до 10 А/м) при $T_{обр} < T_C$ могла приводить к росту H_c , т.е. эффект от повышения напряженности поля при ТМО по влиянию на коэрцитивную силу не был таким однонаправленным, как по влиянию на поле максимальной проницаемости).

При этом после обработок при $T_{обр} < T_C$ приложение ненасыщающего магнитного поля с напряженностью 46-115 А/м, превышающей поле насыщения остаточной индукции сплава в быстрозакаленном состоянии (поле насыщения остаточной индукции $H_{rs} = 40$ А/м определялось по полевой зависимости остаточной индукции как поле для частной петли магнитного гистерезиса, выше которого остаточная магнитная индукция последующих частных петель перестает изменяться), способствовало значительному снижению H_c (до 49 % по сравнению с отжигом без поля) и повышению μ_{np} (до 4 раз), что является положительным эффектом от ТМО и связано с повышением подвижности ГД из-за их дестабилизации и упрощения доменной структуры при усилении продольной магнитной текстуры. В то же время, при $T_{обр} > T_C$ отжиг в ненасыщающем магнитном поле становится менее эффективной обработкой для снижения H_c и повышения низкополевой проницаемости по сравнению с обычным отжигом без поля: с увеличением напряженности продольного поля с 0,6 до 115 А/м H_c также возрастает на 3-25 %; при этом низкополевая проницаемость μ_{np} падает на 19-70 %. Подобные закономерности изменения указанных свойств хорошо описываются в рамках модели двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [13]. Высказано предположение, что наблюдаемый рост H_c с сопутствующим падением μ_{np} с увеличением поля ТМО обусловлен высокой степенью

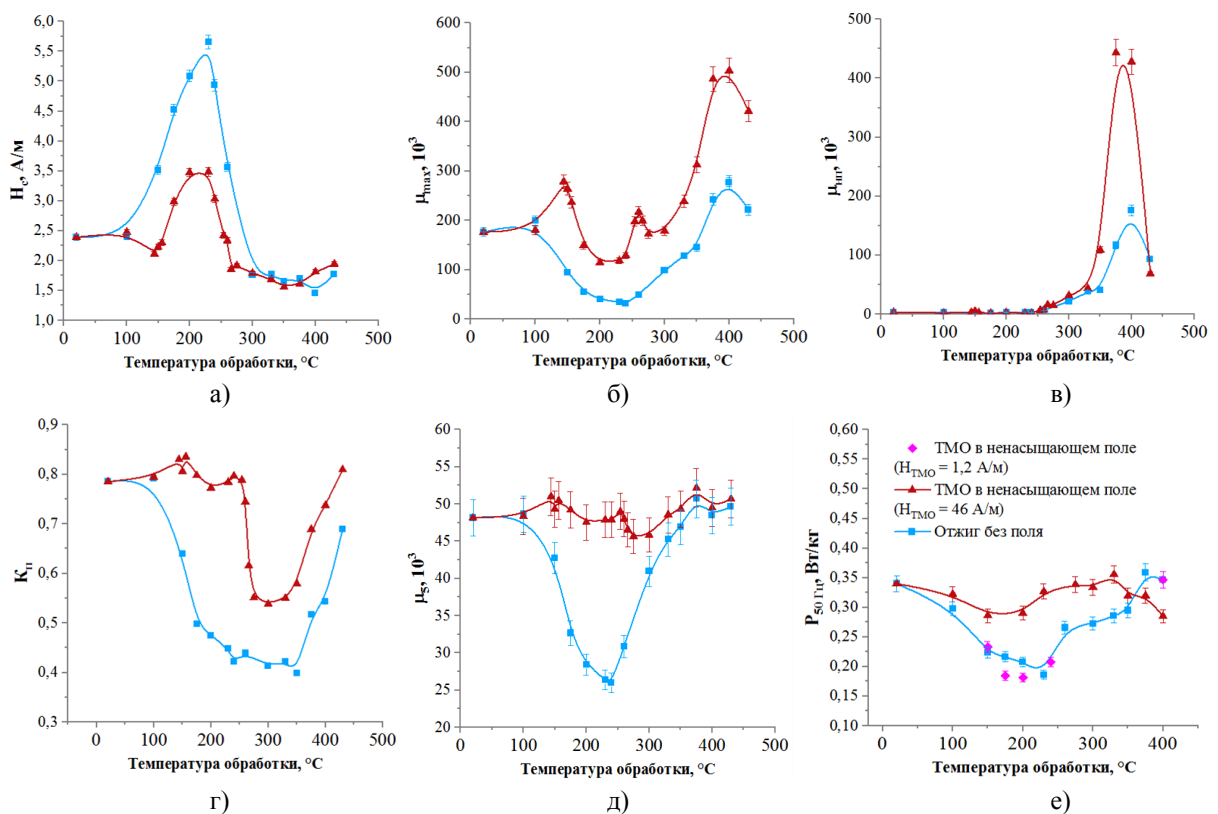
продольной магнитной текстуры в аморфной ленте со значениями K_n , большими, чем в точке минимума H_c для данного сплава.

Таким образом, в процессе ТМО при $T_{обр} < T_C$ для достижения высокой эффективности обработки в части улучшения магнитомягких свойств сплава 84КХСР целесообразно прикладывать поле напряженностью больше H_{rs} ; при этом в случае температуры, отвечающей относительно невысокой, но ненулевой константе наведенной магнитной анизотропии K_i (в данном случае, отвечающей 150 °С), не имеет смысла прикладывать при отжиге продольное магнитное поле напряженностью значительно выше поля H_{rs} (если не ставится задача получения наиболее высоких значений μ_{max}), поскольку дальнейшее увеличение поля при отжиге приведет к еще большим затратам электроэнергии без полезного эффекта.

По результатам анализа влияния различных факторов на эффективность ТМО в ненасыщающем поле было установлено их оптимальное сочетание – в процессе отжига необходимо прикладывать поле величиной не менее H_{rs} (выбрана напряженность 46 А/м); в качестве длительности выдержки при обработке следует выбирать кратковременную выдержку 10 мин (такого времени достаточно для достаточно полной степени протекания релаксации напряжений при данной температуре, а также при таком времени выдержки снижается подвижность не слишком большого количества ГД, так как направленное упорядочение успевает протекать лишь в части объема ферромагнетика); для достижения более высоких значений максимальной проницаемости и более полного подавления стабилизации ГД прикладывать поле к образцу нужно на протяжении всей обработки; охлаждение образцов после выдержки требуется проводить с умеренной скоростью (на воздухе); после предшествующих термообработке измерений исходных магнитных свойств целесообразно проводить размагничивание образца.

После определения оптимального сочетания всех параметров при термической обработке, при различных температурах была проведена серия ТМО в ненасыщающем магнитном поле, а также отжигов без поля для оценки эффективности предлагаемой в данном исследовании обработки.

Изменения магнитных свойств сплава 84КХСР при увеличении температуры обработки были немонотонными (рисунок 3).



а) H_c ; б) μ_{max} ; в) μ_{min} ; г) K_n ; д) μ_s ; е) $P_{50 \text{ Гц}}$ ($B_m = 0,3 \text{ Тл}$).

Рисунок 3 – Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля

После отжига без поля из-за стабилизации ГД вследствие НУ (при $T_{обр} < T_C$), а также роста магнитострикции насыщения λ_s наблюдалась деградация магнитомягких свойств аморфного сплава (прохождение H_c через максимум, провал K_p , μ_{max} и μ_5). При этом вследствие частичной или полной дестабилизации ГД после ТМО в ненасыщающем поле для сплава 84КХСР был характерен значительно более высокий комплекс магнитомягких свойств.

В случае удельных потерь на перемагничивание при частоте 50 Гц $P_{50 \text{ Гц}}$ при температурах обработки до 350 °С потери на перемагничивание после ТМО в поле 46 А/м на 8-76 % больше, чем после отжига без поля. После обработок при температурах свыше 350 °С, когда на основании ранее полученных результатов, в исследуемом сплаве протекает смена знака магнитострикции, ТМО приводит к получению более низких потерь на перемагничивание при частоте 50 Гц, чем отжиг (положительный эффект составил 11-18 %). В то же время, после ТМО в поле 1,2 А/м удельные потери на перемагничивание либо примерно одинаковые с таковыми после отжига, либо несколько меньше (при температурах 175 и 200 °С на 13-15 %). Полученные результаты согласуются с данными, представленными в работах [15-16].

Установлены оптимальные режимы ТМО, отвечающие наибольшей ее эффективности по сравнению с отжигом без поля: после ТМО вне зависимости от температуры обработки получены более высокие проницаемости μ_{max} и μ_5 (в 1,8-4,5 раза и 0,9-1,9 раза, соответственно); наибольший положительный эффект от ТМО по μ_{max} получен при $T_{обр} = 260$ °С, а по μ_5 – при 240 °С. В результате ТМО при $T_{обр} < T_C$ получена значительно более низкая H_c (на 39 % при $T_{обр} = 240$ °С), чем после отжига. ТМО при температурах 350-400 °С способствовала значительному повышению низкополевой проницаемости (до 3,8 раз по сравнению с отжигом). Таким образом, можно констатировать, что температуры отжига в ненасыщающем поле, соответствующие наиболее значительному улучшению различных магнитомягких свойств (проницаемости в разных полях, коэрцитивной силы) по сравнению с отжигом без поля, различны, что говорит о том, что на формирование указанных магнитных свойств в наибольшей степени оказывают влияние разные физические процессы. В связи с этим невозможно определить единственный режим ТМО, обеспечивающий ее максимальную эффективность в части улучшения сразу всех магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР. Однако были подобраны такие температурные режимы ТМО, при которых возможно одновременное снижение H_c и повышение μ_{np} и μ_{max} по сравнению с отжигом без поля (для сплава 84КХСР – температура ниже T_C).

В разделе 3.3 изучено влияние комбинированных обработок в ненасыщающем магнитном поле – ТМО с предварительным отжигом без поля и двухступенчатой ТМО – на магнитные свойства сплава 84КХСР (схемы обработок приведены на рисунке 4).

Комбинированные обработки заключались в проведении без приложения поля предварительной высокотемпературной ступени, обеспечивающей практически полное снятие напряжений, а также низкотемпературной ступени (после предварительного подстуживания в случае двухступенчатой ТМО или с отдельного нагрева в случае ТМО с предварительным отжигом) в ненасыщающем магнитном поле напряженностью 46 А/м при температуре ниже T_C для создания нужного типа анизотропии. Предположение о возможной эффективности двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле было сделано на основании работы [17].

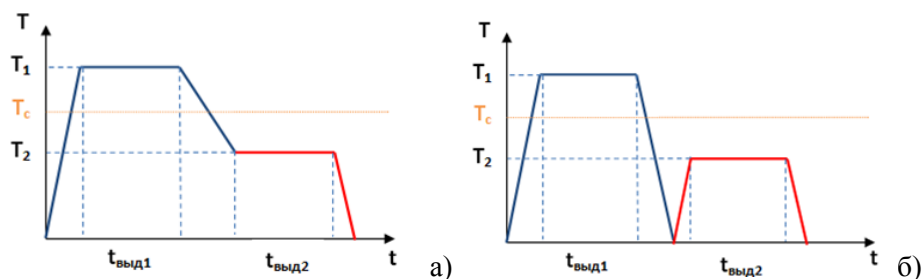
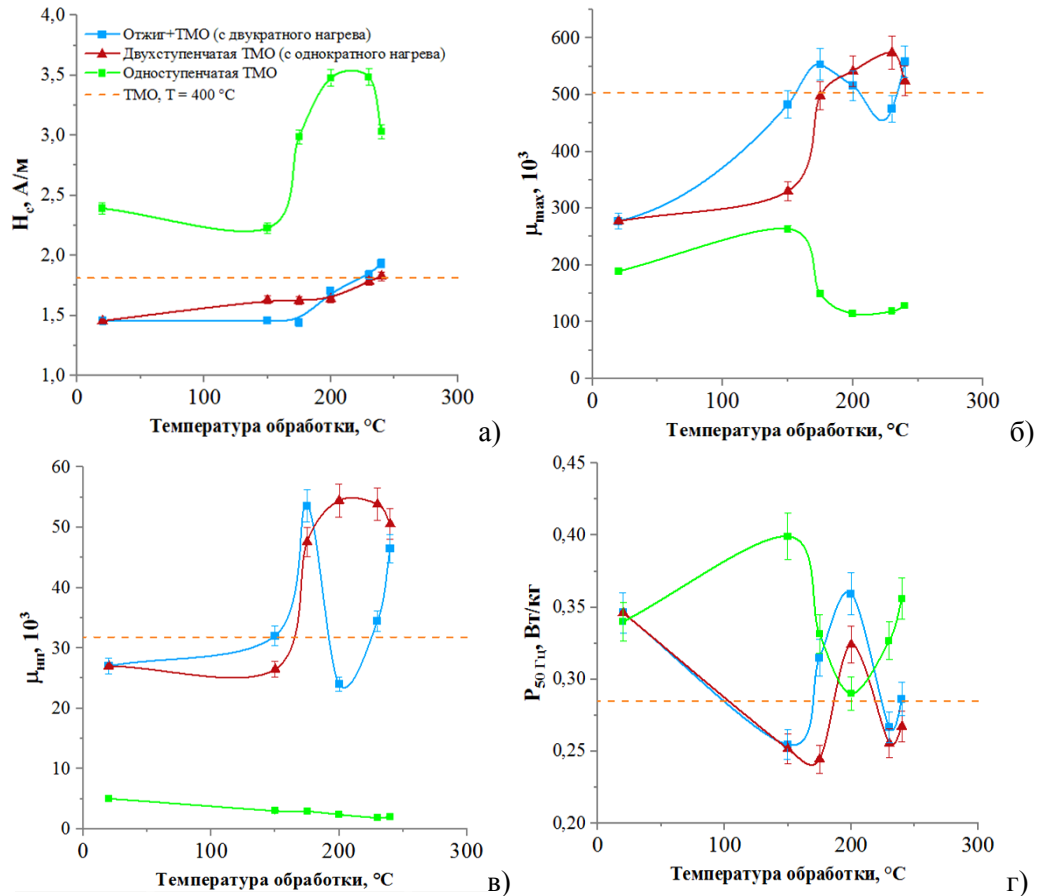


Рисунок 4 – Схема двухступенчатой ТМО с однократным нагревом (а) и ТМО с предварительным отжигом с двукратным нагревом (б) (красным цветом на схемах ТО отмечены ее этапы, проводимые в ненасыщающем магнитном поле)

Для изучения влияния комбинированной ТМО была выбрана температура первой ступени без поля $T_1 = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, при этом температура второй ступени T_2 варьировалась от 150 до 240 $^{\circ}\text{C}$. Выдержка на первой ступени обработки составляла $t_{\text{выд1}} = 10$ мин, на второй – $t_{\text{выд2}} = 5$ мин.

На рисунке 5 показаны зависимости магнитных свойств сплава 84КХСР после ТМО с предварительным отжигом (отжиг+ТМО с двукратного нагрева) и двухступенчатой ТМО (с однократного нагрева). Для сравнения на графиках также приведены зависимости магнитных параметров от температуры одноступенчатой низко- и высокотемпературной ТМО.



а) H_c ; б) μ_{max} ; в) μ_{min} ; г) $P_{50 \text{ Гц}}$ ($B_m = 0,3 \text{ Тл}$).

Рисунок 5 – Магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР в зависимости от температуры второй ступени ТМО в ненасыщающем поле

Комбинированные обработки с приложением ненасыщающего магнитного поля позволяют значительно улучшить магнитомягкие свойства аморфного сплава 84КХСР по сравнению с состояниями как после отжига без поля (высокотемпературный отжиг при 400 $^{\circ}\text{C}$), так и после ТМО без отжига (одноступенчатая ТМО), что выражается в пониженных значениях коэрцитивной силы и удельных потерь на перемагничивание, а также в повышенных значениях максимальной и низкополевой проницаемости.

Показано, что показателем эффективности двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле (с одного нагрева) по сравнению с ТМО с предварительным отжигом (с двух нагревов) может служить разность ($T_c - T_{\text{ТМО}}$): если она мала, то для обеспечения высокого комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава целесообразно применять именно двухступенчатую ТМО с одного нагрева; напротив, если эта разность велика, то более эффективной становится ТМО с предварительным отжигом с двух нагревов. Подобная закономерность объяснена в терминах степени развития процессов НУ – в случае большой разности ($T_c - T_{\text{ТМО}}$) образец в процессе подстуживания может достаточно долго находиться при $T < T_c$ (при высокой K_i) без приложения магнитного поля, вследствие чего процессы стабилизации ГД вследствие НУ в нем будут значительно развиты, что приведет к ухудшению магнитных свойств. Напротив, при низкой температуре ТМО с отдельного нагрева после предварительного отжига (при низкой K_i) не

приводила к сильному развитию стабилизационных процессов, в результате чего, ненасыщающего магнитного поля напряженностью 46 А/м было достаточно для их подавления. Обратная ситуация характерна для такой температуры второй ступени обработки, при которой разница ($T_C - T_{ТМО}$) мала.

По сравнению с одноступенчатой ТМО при $T_{обр} < T_C$ двухступенчатая ТМО при практически всех рассматриваемых температурах второй ступени приводит к более низким потерям на перемагничивание при 50 Гц (положительный эффект составил 22-37 %). По сравнению с ТМО после предварительного отжига двухступенчатая ТМО при любой температуре низкотемпературной ступени приводит к дополнительному уменьшению $R_{50 Гц}$ на величину до 22 %. Наиболее низкие удельные потери на перемагничивание наблюдаются для образца после двухступенчатой ТМО при температуре второй ступени 175 °С.

Также показана возможность получения достаточно высокого уровня магнитных свойств сплава 84КХСР путем проведения двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле с первой ступенью при температуре 300 °С, в результате которой не происходит охрупчивание аморфной ленты: более низкой коэрцитивной силы и потерь на перемагничивание при 50 Гц и более высокой низкополевой проницаемости, чем после отжига без поля при 300 °С или одноступенчатой ТМО при 300 °С, а также после одноступенчатой ТМО при $T_{обр} < T_C$, а также более высокой максимальной проницаемости, чем после отжига без поля при 300 °С или одноступенчатой ТМО.

В заключении данного раздела рассмотрен возможный эффект от двухступенчатой ТМО с точки зрения энергосбережения. Установлено, что положительный эффект от сокращения времени обработки составляет примерно 30 % (по сравнению со временем, затрачиваемым на ТМО с предварительным отжигом), что в совокупности с крайне благоприятным комплексом магнитных свойств, получаемым за счет применения двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле, а также возможностью получения достаточно хороших магнитомягких свойств без охрупчивания аморфной ленты, говорит о перспективности применения на практике рассматриваемой обработки.

В разделе 3.4 рассмотрено влияние различных факторов ТМО в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфного сплава 2НСР. Серии ТМО с варьированием различных факторов проводились при трех температурах 300, 350 и 405 °С, отвечающих разным состояниям аморфного сплава в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте, которая для сплава на основе железа с высокой λ_s играет определяющую роль в формировании магнитных свойств. Все три выбранные температуры ниже $T_C = 420$ °С. При этом если обработки при 300 °С обеспечивают достаточно слабую степень завершенности процессов релаксации напряжений (порядка 50 %), то ТМО при 405 °С достигается практически полностью релаксированное состояние; соответственно, при 350 °С наблюдается промежуточное состояние.

Также как и для сплава 84КХСР, для сплава 2НСР показано, что все факторы, перечисленные на рисунке 1, влияют на формирование магнитных свойств при ТМО в ненасыщающем поле. Наиболее сильные изменения магнитных свойств аморфного сплава происходили при варьировании следующих факторов: напряжённость прикладываемого поля, температура обработки и диаметр образца.

Отмечено, что закономерности влияния различных факторов ТМО на магнитные свойства сплава 2НСР, в целом, аналогичны обсужденным ранее для сплава 84КХСР. Однако установлено, что в условиях достаточно сильной стабилизации ГД и слабой релаксации напряжений (при высоких K_σ и K_i) увеличение напряженности прикладываемого ненасыщающего магнитного поля при отжиге при 300 и 350 °С с 0 до 160 А/м приводило к достаточно слабым изменениям H_c (на 10-15 %, а после обработок при 300 °С даже наблюдался незначительный восходящий тренд для H_c с увеличением поля ТМО $H_{ТМО}$, связанный с возникновением после отжига без поля перетянутости ПГ) при достаточно сильной прямой зависимости низкополевой проницаемости от $H_{ТМО}$ (положительный эффект от ТМО по сравнению с отжигом без поля составил 83 % при 350 °С и 156 % при 300 °С) (рисунок 6). При этом отсутствие эффекта от ТМО при 300 и 350 °С в ненасыщающем поле в части снижения H_c может быть также связано с тем, что при относительно

низкой степени релаксации внутренних напряжений в аморфной ленте, дестабилизация ГД не приводит к улучшению коэрцитивной силы сплава, поскольку уровень внутренних напряжений, как было показано в других разделах, очень часто оказывает определяющее влияние именно на формирование H_c , что особенно проявилось для АММС на основе Fe.

При этом при более низких значениях K_σ и K_i , отвечающих $T_{обр} = 405^\circ\text{C}$, повышение интенсивности прикладываемого при ТМО поля с 0 до 160 А/м приводит к заметному снижению H_c (до 30 % по сравнению с отжигом без поля) с сопутствующим снижением $\mu_{нп}$ (на 33 %).

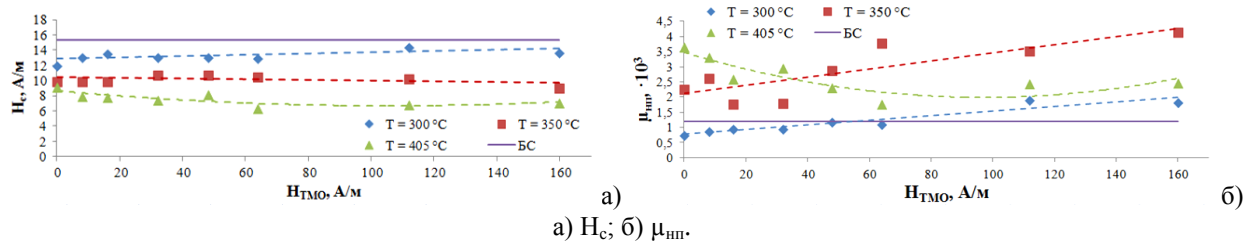


Рисунок 6 – Магнитные свойства аморфного сплава 2HCP в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

Примечательно, что снижение низкополевой проницаемости с ростом поля ТМО наблюдалось лишь при $T_{обр} = 405^\circ\text{C}$: высказано предположение, что при более низких температурах эффект от дестабилизации ГД, способствующий повышению $\mu_{нп}$, перевешивает эффект от восстановления продольной магнитной текстуры, присутствовавшей в аморфной ленте после быстрой закалки (в исходном состоянии $K_n = 0,64$), приводящий к снижению $\mu_{нп}$; при высокой температуре 405°C в условиях пониженной K_i (и, как следствие, слабой стабилизации ГД) и малой доли несрелаксировавших изгибных напряжений в ленте определяющим фактором в формировании низкополевой проницаемости становится именно степень продольной магнитной текстуры, которая чем больше, тем ниже $\mu_{нп}$. Закономерности изменения низкополевой проницаемости для разных температур обработки также согласуются с данными, обсужденными для сплава 84KXCP, а также с моделью двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [13], в соответствии с которой начальная проницаемость изменяется по кривой с максимумом, соответствующим значению $K_n < 0,5$, при котором наблюдается наибольшая дисперсность ДС и, как следствие, высокая удельная площадь ГД. В результате, следует ожидать более высокие значения начальной (и низкополевой) проницаемости в результате обработок при 300 и 350°C по сравнению с 405°C . В соответствии с упомянутой моделью можно также ожидать рост коэрцитивной силы с усилением продольной магнитной текстуры, что и наблюдалось при увеличении поля ТМО с 64 до 160 А/м при $T_{обр} = 405^\circ\text{C}$, что связано с увеличением удельной энергии 180-градусных ГД и ее производных по координате.

Также как и для сплава 84KXCP, для сплава 2HCP показано, что достижение наибольшей эффективности отжига в ненасыщающем магнитном поле также как и для кобальтового АММС достигается при интенсивности этого поля, превышающей поле насыщения остаточной индукции $H_{рс}$: для сплава 2HCP наблюдалось двухступенчатое насыщение остаточной индукции (в полях 65 и 150 А/м), при этом ТМО при разных температурах в поле 64-160 А/м позволяла добиться значительного улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава.

По аналогии со сплавом 84KXCP использование при термообработке образцов из сплава 2HCP большого диаметра позволяет значительно улучшить магнитные свойства аморфного сплава: снизить коэрцитивную силу, увеличить низкополевую проницаемость и максимальную индукцию. При этом, однако, увеличение диаметра приводит к уменьшению доли продольно намагниченных областей в доменной структуре (ДС), что вызывает снижение μ_{max} . ТМО в ненасыщающем поле при 380°C на образце диаметром 26 мм позволяет получить наиболее высокую $\mu_{нп}$ и низкую H_c при достаточно высокой μ_{max} , в связи с чем была предпринята попытка получения одновременно высокой $\mu_{нп}$ и низкой H_c путем варьирования поля ТМО при 380°C , которая проводилась на образцах большого диаметра.

На рисунке 7 показаны зависимости различных магнитных свойств сплава 2НСП от величины поля ТМО. При ТМО в ненасыщающем поле при 380 °С с ростом прикладываемого при отжиге поля с 35 до 86 А/м наблюдалось монотонное улучшение магнитных свойств сплава 2НСП: H_c снизилась на 10-19 %, проницаемости $\mu_{нп}$ и μ_{max} увеличились на 23-52 % и 25-47 %, соответственно.

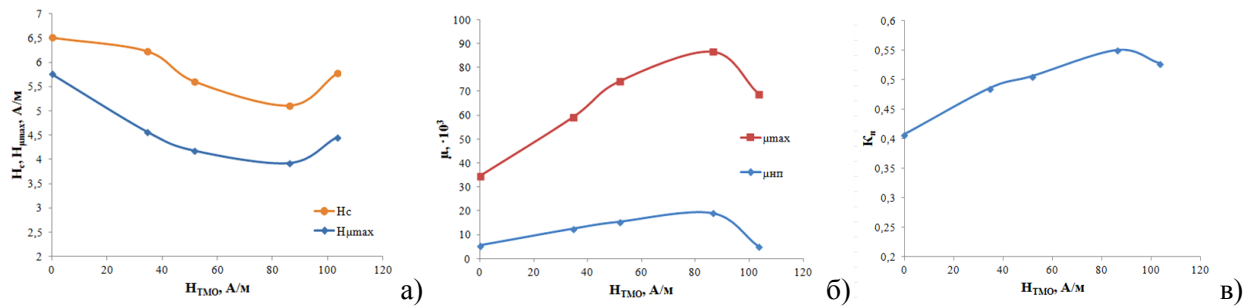


Рисунок 7 – Магнитные свойства аморфного сплава 2НСП после ТМО в ненасыщающем поле при 380 °С в зависимости от прикладываемого при ТМО поля на кольцевых образцов диаметром 26 мм

В результате, после ТМО при температуре 380 °С с выдержкой 10 мин, охлаждением на воздухе и приложением поля напряженностью 86 А/м при выдержке и охлаждении образца была достигнута наиболее высокая низкополевая проницаемость, составившая почти 19000, что более чем в 4 раза выше, чем $\mu_{нп}$ после ТМО при этой же температуре на образце диаметром 15 мм, а также в 3,5 раза выше, чем после отжига без поля на образце диаметром 26 мм. Также по сравнению с отжигом без поля коэрцитивная сила на образце после ТМО по указанному режиму сократилась на 22 %, а максимальная проницаемость выросла на 151 %.

Высказано предположение, что полученный положительный эффект от ТМО можно связать с протеканием сразу нескольких процессов: во-первых, применение образца большого диаметра приводит к снижению уровня изгибных напряжений в аморфном сплаве и уменьшению константы магнитоупругой анизотропии, что облегчает процесс перемагничивания (и уже заведомо позволяет получить низкую H_c и высокую $\mu_{нп}$); во-вторых, приложение ненасыщающего магнитного поля величиной больше, чем поле насыщения остаточной индукции (для образца диаметром 26 мм в быстрозакаленном состоянии оно составило 80 А/м), приводит к дестабилизации ГД с последующим увеличением доли продольно намагниченных областей в ДС, перемагничивающихся путем смещения легкоподвижных 180-градусных доменных стенок (что подтверждается монотонным снижением $H_{\mu max}$ и монотонным возрастанием K_p и способствует дополнительному повышению $\mu_{нп}$ и снижению H_c); наконец, выбранная температура ТМО также обеспечивает определенное (достаточно низкое) соотношение констант K_i и K_σ , при котором за счет снятия значительной доли внутренних напряжений в ленте уже возможно достижение высокого комплекса магнитомягких свойств, однако создание ярко выраженной продольной магнитной текстуры с низкой удельной площадью ГД при завершившейся лишь на 90 % релаксации напряжений не реализуется, что позволяет сохранить высокую низкополевую проницаемость.

Таким образом, применение при ТМО в ненасыщающем поле образцов большого диаметра на аморфном сплаве 2НСП обеспечивает одновременное получение наиболее низкой коэрцитивной силы и наиболее высокой низкополевой проницаемости среди всех проведенных серий обработок с варьированием различных факторов ТМО, что в сочетании с достаточно высокими значениями максимальной проницаемости демонстрирует высокую эффективность предлагаемого технологического приема.

По результатам анализа влияния различных факторов на магнитные свойства при ТМО в ненасыщающем поле для сплава 2НСП также было установлено их оптимальное сочетание, которое совпадало с таковым для сплава 84КХСП за исключением величины прикладываемого при ТМО поля, которая составила 112 А/м. После определения оптимального сочетания всех

параметров при термической обработке, на сплаве 2НСР при различных температурах была проведена серия ТМО в ненасыщающем магнитном поле, а также отжига без поля для оценки эффективности ТМО.

Изменения магнитных свойств сплава 2НСР при увеличении температуры обработки были немонотонными. При этом их характер значительно отличался по сравнению со сплавом 84КХСР (рисунок 8). Для фиксации проницаемости в большом поле была выбрана μ_{30} , измеренная в поле 30 А/м, в котором для сплава 2НСР намагничивание осуществляется преимущественно за счет вращения намагниченности.

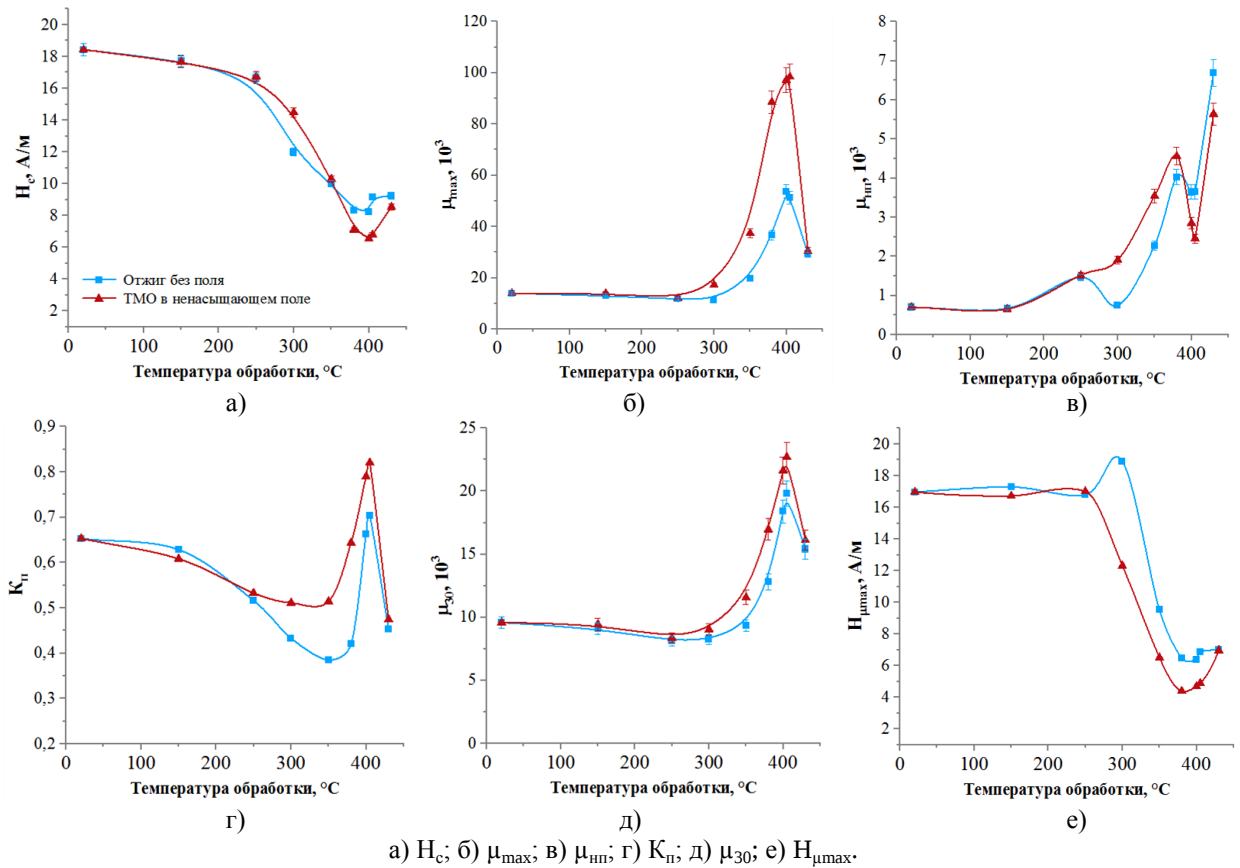


Рисунок 8 – Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 2НСР от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля

При температурах обработки от 380 до 430 °С эффективность отжига в ненасыщающем магнитном поле в части снижения коэрцитивной силы образцов аморфного сплава оказалась выше, чем отжига без поля – на 8-26 % при разных температурах. Наибольший эффект от отжига в ненасыщающем магнитном поле для снижения H_c был достигнут при температуре 405 °С, в практически полностью релаксированном состоянии аморфной ленты (не срелаксировало менее 3 % от исходного уровня изгибных напряжений в ленте). Положительное влияние приложения продольного ненасыщающего поля при отжиге на коэрцитивную силу сплава 2НСР можно объяснить в терминах дестабилизации ГД, а также повышения подвижности ГД за счет последующего создания продольной магнитной текстуры с высокой степенью, приводящего к упрощению ДС и снижению H_c .

Положительный эффект от ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля в части снижения коэрцитивной силы для сплава 2НСР наблюдался лишь при значительной доле срелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте (при $\gamma < 0,1$). На рисунке 9 представлена зависимость от параметра релаксации напряжений γ величины $(H_{c \text{ отжиг}} - H_{c \text{ ТМО}}) / H_{c \text{ отжиг}}$ при некоторой $T_{\text{обр}}$, характеризующей эффект от ТМО по сравнению с отжигом в части снижения H_c . Т.е., если при некотором γ данная величина положительна, то ТМО при данной степени релаксации приводит к дополнительному снижению H_c по сравнению с отжигом без поля.

В то же время, можно говорить о различающейся эффективности ТМО при температуре 380 °С для образцов диаметрами 26 мм (рисунок 7) и 15 мм (рисунок 8): по сравнению с отжигом без поля ТМО на образце большого диаметра привела к снижению H_c на 23 % и повышению $\mu_{\max}$ и $\mu_{\text{нп}}$ на 151 и 245 %, соответственно. При этом ТМО на образце диаметром 15 мм по сравнению с отжигом способствовала снижению H_c на 15 % и повышению $\mu_{\max}$ и $\mu_{\text{нп}}$ на 142 и 25 %, соответственно. Таким образом, эффективность ТМО в ненасыщающем поле для сплавов на основе Fe с высокой магнитострикцией определяется не только уровнем внутренних напряжений в аморфной ленте при данной температуре, но и характером их распределения, определяющимся, в том числе, диаметром кольцевого образца.

Зависимость $H_{\mu\max}$, в целом, качественно совпадает с зависимостью H_c как после отжига без поля, так и после отжига в ненасыщающем магнитном поле. При этом при температуре 300 °С наблюдается прохождение $H_{\mu\max}$ через максимум после отжига без поля, в то время как после ТМО наблюдается монотонное снижение данного параметра в диапазоне температур 250-380 °С; в то же время, поведение H_c после обработок при данной температуре не различается (прохождения коэрцитивной силы через экстремум отсутствовало). Также важно отметить, что если для коэрцитивной силы есть определенный интервал температур ТМО, в котором отжиг без поля более эффективен в части снижения H_c , то для поля максимальной проницаемости при любой из рассматриваемых температуре обработки $H_{\mu\max}$ после ТМО меньше или равно значениям данного параметра после отжига без поля, что также было характерно для сплава 84КХСР, в результате чего вновь наблюдались нарушения соотношения $H_{\mu\max} / H_c \approx 1,4-1,6$.

Максимум $H_{\mu\max}$ после отжига без поля при 300 °С может являться маркером протекания процессов стабилизации ГД вследствие НУ, поскольку именно при данной температуре наблюдалось возникновение перетянутости ПГ (возникновение перминварной ПГ), обусловленной стабилизацией доменов вблизи 90-градусных ГД и увеличением вклада обратимого смещения 90-градусных ГД. Таким образом, в отличие от H_c , поле $H_{\mu\max}$ для аморфных сплавов на основе железа может служить показателем самого факта и степени протекания стабилизационных процессов, а также демонстрировать дестабилизацию ГД, которая имеет место при ТМО.

Наибольшая эффективность ТМО в части повышения проницаемостей $\mu_{\max}$ и μ_{30} наблюдалась при температуре 380 °С, отвечающей малой доле несрелаксировавших напряжений в аморфной ленте (повышение $\mu_{\max}$ составило 142 %, μ_{30} – 32 %). При этом наибольший эффект от ТМО в ненасыщающем поле в части повышения $\mu_{\text{нп}}$ достигнут при температуре 300 °С, соответствующей наиболее сильному развитию процессов стабилизации ГД вследствие НУ, которые подавляются при ТМО.

ТМО при 380 °С за счет оптимального соотношения констант K_σ и K_i позволяет одновременно повысить $\mu_{\text{нп}}$, $\mu_{\max}$ и μ_{30} и снизить H_c по сравнению с отжигом без поля. При этом также как и для сплава 84КХСР, для сплава 2НСР не представляется возможным определить такой режим ТМО, при котором одновременно будет достигнуто максимально возможное улучшение всех его магнитомягких свойств по сравнению с отжигом без поля.

В разделе 3.5 изучено влияние содержания никеля в АММС на основе Fe на эффективность ТМО в ненасыщающем поле. На рисунке 10 представлены зависимости магнитных свойств сплава 10НСР от температуры ТМО в поле 101 А/м (больше поля H_{rs} для сплава 10НСР в быстрозакаленном состоянии) и отжига без поля.

Известно, что частичная замена железа на никель в системе Fe-Ni-Si-B приводит к снижению T_c , λ_s и намагниченности насыщения, а также к повышению магнитной проницаемости [18-20].

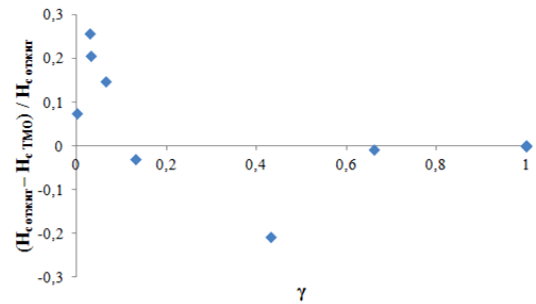


Рисунок 9 – Зависимость эффективности ТМО в ненасыщающем поле в части снижения H_c от параметра релаксации напряжений γ для аморфного сплава 2НСР

Кроме того, повышенное содержание Ni в АММС на основе Fe способствует росту константы магнитной анизотропии аморфного сплава [21].

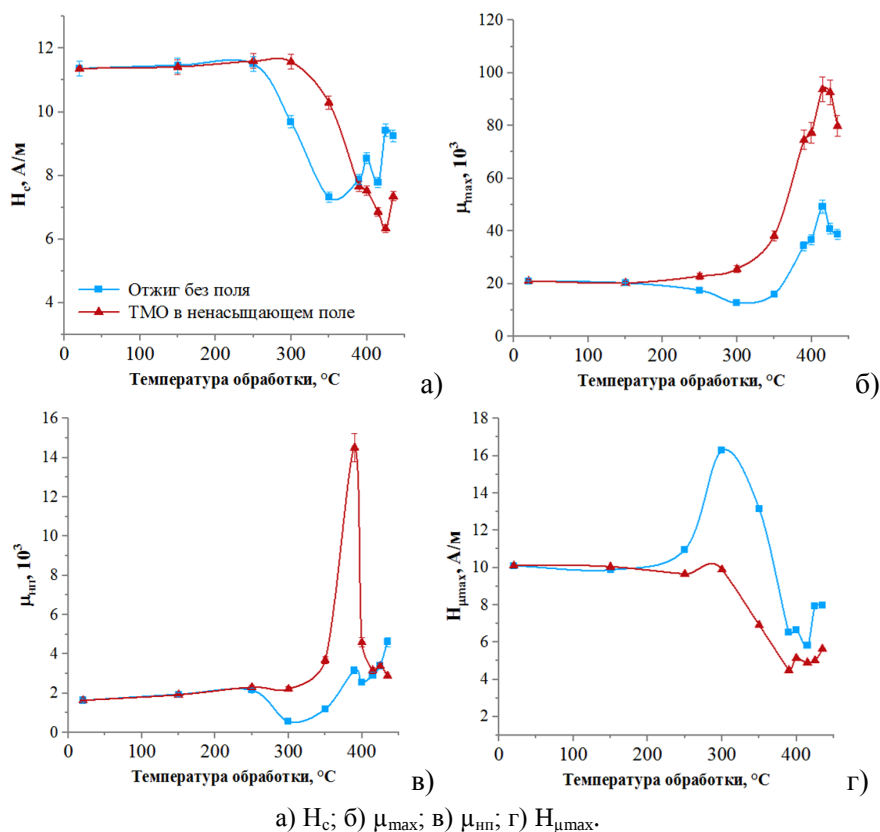


Рисунок 10 – Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 10НСП от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля

Из сравнения данных рисунков 8 и 10 следует, что процессы стабилизации ГД вследствие НУ, которые наиболее активно протекают в сплавах 2НСП и 10НСП при температурах около 300–350 °С (что следует из наблюдаемого максимума на зависимости $H_{\mu\max}(T)$), для сплава 10НСП с повышенным содержанием никеля приводят к более сильной деградации магнитных свойств, в частности, проницаемостей $\mu_{\max}$ и μ_{np} , которая проявляется в более широком интервале температур. При этом ТМО, приводящая к дестабилизации ГД, способствует восстановлению $\mu_{\max}$ и μ_{np} . Более сильный положительный эффект в виде восстановления μ_{np} при ТМО в ненасыщающем поле характерен для сплава 10НСП (359 % для 10НСП и 157 % для 2НСП) при практически одинаковом эффекте для обоих сплавов по $\mu_{\max}$ (около 140 %).

В части дополнительного снижения H_c по сравнению с отжигом без поля ТМО на сплаве 10НСП также оказалась более эффективной обработкой, чем на сплаве 2НСП (эффект составил 33 и 26 %, соответственно). При этом для обоих сплавов на основе Fe ТМО наиболее сильно снижала H_c в практически полностью релаксированном состоянии.

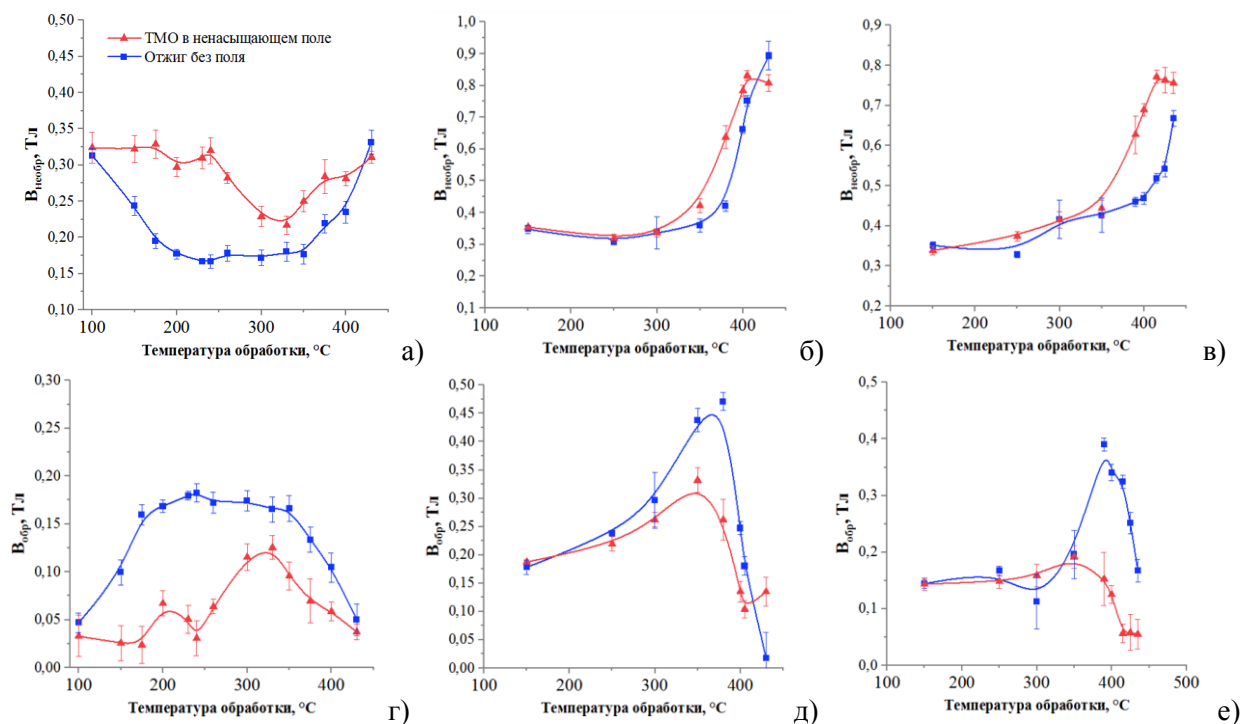
В качестве интерпретации полученных данных высказано предположение, что за счет повышенного содержания никеля в сплаве 10НСП на формирование магнитных свойств в большей степени оказывает влияние наведенная магнитная анизотропия, а не магнитоупругая анизотропия, в связи чем, процессы дестабилизации ГД, происходящие при приложении ненасыщающего поля при ТМО, приводят к более значительному улучшению магнитомягких свойств (в частности, снижению коэрцитивной силы, повышению максимальной и низкополевой проницаемости), чем процессы, приводящие к снижению константы магнитоупругой анизотропии (например, релаксация напряжений, выход избыточного свободного объема и др.). Для сплава 2НСП с более низким содержанием Ni характерна обратная ситуация. То есть, ТМО в ненасыщающем поле обладает большей эффективностью на АММС на основе Fe с большим содержанием никеля и, как следствие, более высокой константой наведенной магнитной анизотропии.

По сравнению с отжигом без поля одновременное снижение коэрцитивной силы, повышение максимальной и низкополевой магнитной проницаемости в результате отжига в ненасыщенном магнитном поле обоих сплавов системы Fe-Ni-Si-B возможно при некоторых промежуточных температурах ($T_{обр} = 380-390\text{ }^{\circ}\text{C}$), обеспечивающих оптимальное соотношение констант магнитоупругой анизотропии и наведенной магнитной анизотропии при достаточно низких, но ненулевых величинах обеих.

В разделе 3.6 рассмотрено влияние ТМО в ненасыщающем поле на характер процессов перемагничивания и намагничивания аморфных сплавов. С помощью математического моделирования петель гистерезиса АММС изучено влияние наиболее значимых факторов ТМО (напряженности поля ТМО, диаметра образца и температуры ТМО) на обратимую $B_{обр}$ и необратимую $B_{необр}$ составляющие индукции. Показано, что приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге приводит к снижению обратимой составляющей и росту необратимой составляющей индукции. Повышение напряженности поля при ТМО за счет увеличения доли ферромагнетика, перемагничивающейся необратимым смещением дестабилизированных 180-градусных ГД, приводит к всё более сильному росту $B_{необр}$ и снижению $B_{обр}$, что способствует улучшению магнитомягких свойств исследованных аморфных сплавов.

Увеличение диаметра образца способствует монотонному повышению обратимого вклада и снижению необратимого вклада в индукцию. При этом повышение обратимого вклада более значимо, чем снижение необратимого вклада, в результате чего для образцов большого диаметра наблюдалась повышенная максимальная индукция. Снижение уровня изгибных напряжений приводит к снижению доли доменов с продольным направлением намагниченности и, соответственно, повышению доли поперечных доменов, перемагничивающихся по механизму обратимого вращения намагниченности, что и приводит к снижению $B_{необр}$ и росту $B_{обр}$.

Зависимости $B_{необр}$ и $B_{обр}$ от температуры ТМО и отжига без поля для сплавов 84КХСР, 2НСР и 10НСР показаны на рисунке 11. После ТМО при практически любой из рассматриваемых температур для всех трех сплавов обратимый вклад в индукцию был ниже, а необратимый – выше, чем после отжига без поля.



а), б), в) $B_{необр}$; г), д), е) $B_{обр}$.

Рисунок 11 – Зависимости $B_{необр}$ и $B_{обр}$ от температуры ТМО и отжига без поля для сплавов 84КХСР (а, г), 2НСР (б, д), 10НСР (в, е)

Результаты парного корреляционного анализа для серии отжигов без поля и отжигов в ненасыщающем поле при различных температурах показали высокую степень связи для коэффициента прямоуглольности ПГ и составляющих индукции.

Для сплава 84КХСР наиболее низкий, практически нулевой $B_{обр}$ (и высокий $B_{необр}$) получен после ТМО при $T_{обр} = 150-175^\circ\text{C}$, при промежуточных, достаточно низких значениях K_i , что согласуется с высокой эффективностью ТМО в части снижения H_c при этих температурах.

Для сплавов 2НСР и 10НСР зависимости вкладов в индукцию от температуры качественно схожи. При температурах $T_{обр} = 380-390^\circ\text{C}$, отвечающих одновременной эффективности ТМО в части улучшения всех магнитомягких свойств АММС на основе Fe, после ТМО наблюдалось резкое увеличение $B_{необр}$ с сопутствующим снижением $B_{обр}$ по сравнению с отжигом без поля. При этом после ТМО при температурах $380-390^\circ\text{C}$ $B_{обр}$, имеет низкую (ниже, чем после обработок при 300 или 350°C), но не предельно низкую величину по сравнению с другими температурами ТМО (а $B_{необр}$, соответственно, не максимален). В терминах процессов перемагничивания ТМО при $380-390^\circ\text{C}$ приводит к формированию такой ДС ферромагнетика, которая обеспечивает его преимущественное перемагничивание смещением легкоподвижных доменных стенок, однако при этом сохраняется некоторая доля поперечно намагниченных областей, перемагничивающихся вращением намагниченности. Более высокий $B_{необр}$ и низкий $B_{обр}$ (при температурах выше 400°C) приводят к формированию острой продольной доменной текстуры, которая хотя и обеспечивает эффективность ТМО в части снижения коэрцитивной силы и повышения максимальной проницаемости, однако приводит к снижению низкополевой проницаемости.

Также с помощью математической модели петли гистерезиса с использованием дробно-линейной функции, позволяющей разделять обратимую и необратимую составляющие индукции, показана возможность определения характерных полей, в которых происходит смена доминирующего механизма перемагничивания с необратимого на обратимый.

В разделе также изучалось влияние ТМО на форму ПГ АММС. Для железных сплавов приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге при этих температурах приводило к устранению перетянутости ПГ вследствие стабилизации 90-градусных ГД (перминварный эффект), однако в зависимости от величины $H_{ТМО}$ на восходящей ветви (в четвертом квадранте) могли оставаться искажения, приводящие к асимметрии ПГ, а также к сохранению ее смещения по оси поля (после ТМО в малых полях асимметрия и смещение присутствовали, а в больших – устранялись). В то же время, ТМО на сплаве 2НСР приводила к возникновению перетянутости в виде сжатия ветвей ПГ в области коэрцитивной силы, обеспечивающего рекордно низкое значение H_c данного аморфного сплава (рисунок 12).

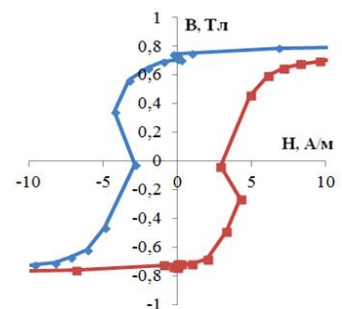


Рисунок 12 – Петля гистерезиса сплава 2НСР после ТМО в ненасыщающем поле при 410°C

Был проведен анализ влияния ТМО в ненасыщающем поле на характер намагничивания АММС: путем изучения кривых намагничивания установлено, что по сравнению с отжигом без поля ТМО приводит к снижению работы намагничивания, а также уменьшению полей H_r и $H_{кр}$, отвечающих окончанию намагничивания малыми скачками Баркгаузена (по квадратичному закону Рэлея) и окончанию обратимого намагничивания смещением ГД, соответственно (типичный вид кривых намагничивания, демонстрирующих различия в процессах намагничивания АММС после отжига и ТМО приведен на рисунке 13; схема определения полей H_r и $H_{кр}$ показана на рисунке 2). При этом эффект от приложения ненасыщающего поля при отжиге в части уменьшения H_r более значителен и однозначен, чем в части снижения $H_{кр}$.

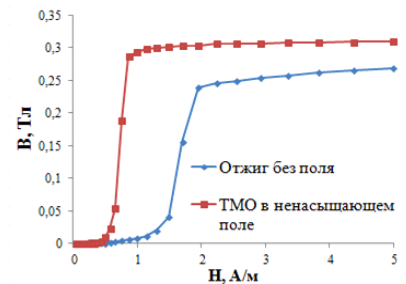


Рисунок 13 – Кривые намагничивания сплава 84КХСР после обработок при 150°C

Показано, что для поля H_r для всех рассмотренных АММС после различных обработок характерна прямая сильная корреляционная связь с полем $H_{\mu\max}$, исходя из чего высказано предположение, что, поскольку ТМО за счет повышения подвижности ГД способствует однозначному снижению как поля $H_{\mu\max}$, так и поля H_r , то положительный эффект от ТМО в части улучшения магнитомягких свойств разных аморфных сплавов, по-видимому, достигается, в том числе, за счет облегчения смещения тех малоподвижных доменных стенок, которые после отжига без поля в условиях значительно проявляющейся стабилизации ГД, участвуют в необратимом намагничивании по квадратичному закону Рэлея. Кроме того, по сравнению с отжигом без поля после ТМО значения поля $H_{кр}$, в целом, также ниже, т.е. приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге приводит к уменьшению критического поля окончания обратимого смещения 180-градусных ГД, однако в данном случае нет такого однонаправленного эффекта от ТМО, который характерен для поля H_r .

В разделе 3.7 изучена стабильность во времени магнитных свойств аморфных сплавов после ТМО в ненасыщающем поле. Для сплавов 84КХСР и 10НСР в части коэрцитивной силы, максимальной проницаемости, низкополевой проницаемости и коэффициента прямоугольности ПГ наблюдается достаточно высокая стабильность этих магнитных параметров после отжига в ненасыщающем магнитном поле: в течение 6 месяцев вылеживания H_c , $\mu_{\max}$, μ_{np} и K_p изменялись незначительно по сравнению с состоянием сразу после термообработки. Сохранение максимальной проницаемости и коэффициента прямоугольности на одном уровне свидетельствует о стабильности магнитной текстуры, сформировавшейся в образце при отжиге в ненасыщающем магнитном поле.

По сравнению со сплавом 10НСР для сплава 2НСР характерно более заметное устранение наведенной в процессе ТМО продольной магнитной анизотропии с сопутствующим падением $\mu_{\max}$ и K_p и повышением низкополевой проницаемости. Для сплава 2НСР исследования временной стабильности магнитных свойств после ТМО в ненасыщающем поле дополнительно были проведены на образце диаметром 26 мм, на котором ранее было получено наиболее благоприятной сочетание низкой коэрцитивной силы и высокой низкополевой проницаемости. Для образца аморфного сплава большого диаметра параметры $\mu_{\max}$ и K_p оказались более стабильны во времени, чем на образце диаметром 15 мм. Как для образца сплава 2НСР диаметром 15 мм, так и 26 мм коэрцитивная сила с увеличением времени выдержки при комнатной температуре практически не изменялась.

ВЫВОДЫ

1 Установлены закономерности влияния на формирование магнитных свойств аморфных сплавов в процессе отжига в ненасыщающем магнитном поле следующих факторов: температура, напряженность прикладываемого поля, время выдержки, скорость охлаждения, момент приложения поля, магнитная подготовка, диаметр кольцевого образца.

2 Отжиг в ненасыщающем магнитном поле может быть эффективной обработкой для улучшения магнитомягких свойств аморфных сплавов на основе железа и кобальта. Показано существование условий проведения обработки, обеспечивающих дополнительное снижение коэрцитивной силы и удельных потерь на перемагничивание, а также повышение значений проницаемости в разных полях по сравнению с отжигом без поля.

3 Установлено, что достижение наибольшего положительного эффекта от приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге для разных магнитомягких свойств возможно только в результате обработок с разными режимами по причине различий в механизмах формирования различных магнитных параметров. Для сплавов на основе Со и Fe установлены оптимальные режимы отжига в ненасыщающем поле, которые обеспечивают одновременное понижение коэрцитивной силы и повышение магнитной проницаемости в разных полях по сравнению с отжигом без поля.

4 Показано, что закономерности влияния различных факторов ТМО в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфных сплавов разных классов (на основе Fe и Co), в целом, аналогичны. Наибольший положительный эффект от ТМО как для железных, так и для кобальтового сплавов наблюдается при температурах обработки ниже точки Кюри, обеспечивающих определенное соотношение констант магнитоупругой и наведенной магнитной анизотропии, при приложении поля, напряженность которого не меньше, чем поле насыщения остаточной индукции для сплава в быстрозакаленном состоянии. Эффективность отжига в ненасыщающем поле зависит от уровня и характера распределения внутренних напряжений в аморфной ленте.

5 Среди аморфных сплавов на основе Fe с добавлением Ni стабилизационные процессы протекают в более широком интервале температур и приводят к более сильной деградации магнитомягких свойств сплавов с более высоким содержанием никеля. Увеличение содержания никеля в железных аморфных сплавах повышает эффективность восстановления магнитных свойств при отжиге в ненасыщающем магнитном поле.

6 С помощью математического моделирования петель гистерезиса разработана методика разделения индукции на обратимую и необратимую составляющие. Изучено влияние отжига в ненасыщающем магнитном поле на характер перемагничивания аморфных сплавов. Показано, что приложение ненасыщающего поля при отжиге приводит к уменьшению обратимой составляющей (за счёт вращения намагниченности) и повышению необратимой составляющей (за счёт смещения доменных стенок) индукции, что подтверждает имеющиеся теоретические представления о механизме улучшения магнитомягких свойств аморфных сплавов при отжиге в малом поле, связанном с повышением подвижности доменных стенок за счет частичной или полной дестабилизации 180-градусных границ доменов, а также наведения продольной магнитной анизотропии в части объема ферромагнетика.

7 Путем анализа кривых намагничивания аморфных сплавов установлено, что отжиг в ненасыщающем поле способствует облегчению намагничивания, а также снижению напряженности критического поля, отвечающего постоянству проницаемости на кривой намагничивания, и поля, вплоть до которого выполняется квадратичный закон намагничивания Рэлея. В части эффекта на форму петли гистерезиса отжиг в ненасыщающем магнитном поле приводит к устранению перетянутости петли гистерезиса, образовавшейся вследствие стабилизации 90-градусных границ доменов при отжиге без поля, однако может также способствовать возникновению искажений формы петли гистерезиса в области нулевой индукции, обеспечивающих экстремально низкую коэрцитивную силу аморфного сплава.

8 ТМО в ненасыщающем поле с применением при обработке кольцевых образцов большого диаметра, способствующих уменьшению магнитоупругой анизотропии, позволила одновременно получить наиболее низкую коэрцитивную силу и наиболее высокую низкополевую проницаемость аморфного сплава 2НСР среди всех проведенных серий обработок с варьированием различных факторов ТМО, что в сочетании с достаточно высокими значениями максимальной проницаемости, а также проницаемости в большом поле продемонстрировало высокую эффективность предлагаемого технологического приема.

9 Применение двухступенчатого отжига в ненасыщающем магнитном поле, включающего в себя высокотемпературную ступень без поля и низкотемпературную ступень (при $T < T_C$) в малом поле, обеспечивает значительное улучшение магнитомягких свойств аморфного сплава на основе кобальта по сравнению с одноступенчатой обработкой, а также может позволить получить несколько более высокие свойства по сравнению с термомагнитной обработкой в малом поле, проведенной после предварительного высокотемпературного отжига без поля при условии, что температура второй ступени обработки будет близка к T_C , что в совокупности с сокращением времени на проведение термической обработки (примерно на 30 %) демонстрирует перспективы практического применения двухступенчатого отжига в малом магнитном поле.

10 Приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге не оказывает влияния на процессы кристаллизации, релаксации напряжений и охрупчивания исследованных аморфных

сплавов. Магнитные свойства (коэрцитивная сила, максимальная и низкополевая проницаемость) аморфного сплава на основе кобальта после отжига в ненасыщающем магнитном поле продемонстрировали высокую стабильность во времени. В то же время, среди сплавов на железной основе большая стабильность свойств характерна для сплава с повышенным содержанием никеля.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Стародубцев Ю.Н., Белозеров В.Я. Магнитные свойства аморфных и нанокристаллических сплавов. – Екатеринбург: Из-во Урал. ун-та, 2002. – 384 с.
- 2 Magnetic Materials and Devices for the 21st Century: Stronger, Lighter, and More Energy Efficient / O. Gutfleisch, M.A. Willard, E. Brück e.a. // *Adv. Mater.* – 2011. – V. 23. – P. 821-842.
- 3 Jiles D.C. Recent advances and future directions in magnetic materials // *Acta Mater.* – 2003. – V. 51. – № 19. – P. 5907-5939.
- 4 Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы. – М.: Металлургия, 1987. – 328 с.
- 5 The effects of magnetic field annealing on the magnetic properties and microstructure of $\text{Fe}_{80}\text{Si}_9\text{B}_{11}$ amorphous alloys / C.X. Wang, Z. Wu, X. Feng e.a. // *Intermetallics*. – 2020. – V. 118. – P. 106689.
- 6 Qin F., Peng H.-X. Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials // *Prog. Mater. Sci.* – 2013. – V. 58. – № 2. – P. 183-259.
- 7 Кекало И.Б. Аморфные магнитные материалы: Курс лекций. Часть 1. – М.: МИСиС, 2001. – 276 с.
- 8 Yoshizawa Y., Yamauchi K. Effects of magnetic field annealing on magnetic properties in ultrafine crystalline Fe–Cu–Nb–Si–B alloys // *IEEE Trans. Magn.* – 1989. – V. 25. – № 5. – P. 3324-3326.
- 9 Введенский В.Ю., Нуждин Г.А., Шуваева Е.А. Изменение магнитных свойств аморфного сплава под действием отжига в ненасыщающем магнитном поле // *Контроль. Диагностика*. – 2013. – № 1. – С. 51-54.
- 10 The effects of magnetic field intensity on the magnetic properties of $\text{Fe}_{80}\text{Si}_9\text{B}_{11}$ amorphous alloys during magnetic annealing / Y. Zhang, Y. Yang, Z. Wu e.a. // *Intermetallics*. – 2021. – V. 134. – P. 107200.
- 11 Кекало И.Б., Могильников П.С. Влияние изотропного композиционного ближнего упорядочения на гистерезисные магнитные свойства аморфного сплава на основе кобальта с близкой к нулю магнитострикцией // *Перспективные материалы*. – 2015. – № 6. – С. 37-47.
- 12 Стародубцев Ю.Н. Магнитомягкие материалы. Энциклопедический словарь-справочник. – М.: Техносфера, 2011. – 664 с.
- 13 Введенский В.Ю., Кекало И.Б. Анализ влияния магнитной анизотропии на начальную проницаемость аморфных сплавов с близкой к нулю магнитострикцией // *ФММ*. – 1996. – Т. 81. – № 1. – С. 73-83.
- 14 Зусман А.И., Соснин В.В. Магнитные свойства витых тороидов из аморфных сплавов // *Аморфные прецизионные сплавы*. – М.: Металлургия, 1981. – С. 13-21.
- 15 Li D., Li S., Lu Z. The effects of post-processing on longitudinal magnetostriction and core losses of high saturation flux density FeSiBC amorphous alloy ribbons and cores // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2021. – V. 538. – P. 168272.
- 16 Piotrowski L., Chmielewski M., Augustyniak B. On the correlation between magnetoacoustic emission and magnetostriction dependence on the applied magnetic field // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2016. – V. 410. – P. 34-40.
- 17 Иванов О.Г. Особенности формирования физических свойств и разработка новых аморфных магнитомягких сплавов на основе кобальта: автореферат дисс... канд. техн. наук. – Калуга, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2004. – 16 с.

18 Стародубцев Ю.Н. Физические свойства и применение магнитомягких материалов. – М.: Горячая линия – Телеком, 2020. – 384 с.

19 Masumoto T., Watanabe K., Mitera M., Ohnuma S. High magnetic permeability amorphous alloys of the Fe-Ni-Si-B system // *Amorphous Magnetism II*. Eds. R.A. Levy, R. Hasegawa. – New York: Plenum Press, 1977. – P. 369-377.

20 O'Handley R.S. Magnetostriction of metallic glasses // *Amorphous Magnetism II*. Eds. R.A. Levy, R. Hasegawa. – New York: Plenum Press, 1977. – P. 379-392.

21 Luborsky F.E., Walter J.L. Magnetic anneal anisotropy in amorphous alloys // *IEEE Trans. Magn.* – 1977. – V. 13. – P. 953-956.

СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ

Статьи BAK/Scopus:

1. Vvedenskiy V.Yu., Tokmakova E.N. Model of the hysteresis loop of soft-magnetic amorphous alloys with the usage of a modified linear fractional function // *Letters on Materials*. – 2021. – V. 11. – № 2. – P. 158-163.

2. Tokmakova E.N., Vvedenskiy V.Yu. Effect of annealing in unsaturated magnetic field on the magnetic properties of an amorphous alloy $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$ // *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. – 2023. – V. 34. – P. 1509.

3. Tokmakova E.N., Vvedenskiy V.Yu. Magnetic properties of the amorphous Co-Fe-Cr-Si-B alloy after annealing in unsaturated magnetic field // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2024. – V. 594. – P. 171893.

4. Tokmakova E.N., Vvedenskiy V.Yu. The effect of Ni content in amorphous soft magnetic Fe-Ni-Si-B alloys on magnetic properties and efficiency of unsaturated magnetic field annealing // *Letters on Materials*. – 2024. – V. 14. – № 2. – P. 130-135.

Тезисы международных и всероссийских конференций:

1. Токмакова Е.Н., Введенский В.Ю. Изучение математической модели петли гистерезиса аморфных магнитомягких сплавов с использованием дробно-линейной функции // *Приоритетные направления инновационной деятельности в промышленности: сборник научных статей международной конференции (30-31 января 2021 г.)*. – Казань: ООО «Конверт», 2021. – С. 145-147.

2. Токмакова Е.Н., Введенский В.Ю. Влияние термоманитной обработки на магнитные свойства аморфного сплава на основе железа // *Информационные технологии, энергетика и экономика. Сб. трудов XVIII-ой Межд. науч.-техн. конф. студентов и аспирантов в 3 т.* – Т. 1. – Смоленск, 2021. – С. 266-268.

3. Токмакова Е.Н., Введенский В.Ю., Токмакова Т.В., Маликов С.Б. Влияние малого магнитного поля при отжиге на динамические магнитные свойства магнитно-мягкого аморфного сплава 2НСР // *Инновации в информационных технологиях, машиностроении и автотранспорте: сборник материалов V Международной научно-практической конференции (19-20 октября 2021 г.)*. – Кемерово: Кузбас. гос. техн. ун-т им. Т.Ф. Горбачева, 2021. – С. 442-444.

4. Токмакова Е.Н., Введенский В.Ю., Токмакова Т.В. Влияние низкотемпературной термоманитной обработки в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного магнитомягкого сплава $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$ // *Сборник научных статей 3-й Международной научно-практической конференции, посвященной памяти академика А.А. Байкова. Отв. редактор Е.В. Агеев*. – Курск, 2022. – С. 170-173.

5. Токмакова Е.Н. Влияние условий термической обработки на трудность процесса намагничивания аморфного магнитомягкого сплава на основе железа // *Материалы международной научно-практической конференции им. Д.И. Менделеева, посвящённой 90-летию профессора Р.З. Магарила. Том 2. Машиностроение, материаловедение. Стандартизация, метрология и управление качеством. Разработка и эксплуатация нефтяных и газовых месторождений / отв. ред. А.Н. Халин*. – Тюмень: ТИУ, 2022. – С. 165-167.

6. Токмакова Е.Н., Введенский В.Ю. Влияние напряженности ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ // Электроэнергетика сегодня и завтра: сборник научных статей 3-й Международной научно-технической конференции (27 марта 2024 года), Курский ГАУ. – Курск: Изд-во ЗАО «Университетская книга», 2024. – С. 350-353.