

PACS: 75.50.Kj, 75.80.+q, 85.70.-w

В.В. Кирильчук, В.К. Носенко, А.П. Кочкубей, В.З. Балан

МАГНИТОМЯГКИЕ АМОРФНЫЕ СПЛАВЫ НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА С ВЫСОКОЙ ЛИНЕЙНОСТЬЮ ПЕТЛИ ГИСТЕРЕЗИСА И ВЫСОКОЙ ИНДУКЦИЕЙ НАСЫЩЕНИЯ

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины
бульв. Акад. Вернадского, 36, г. Киев-142, ГСП, 03680, Украина

Статья поступила в редакцию 24 сентября 2012 года

Изучены температурная стабильность и магнитные характеристики тороидальных магнитопроводов из новых аморфных металлических сплавов (АМС) двух систем: $Co_{72.5-73.0}(Fe, Ni, Mn, Mo)_{4.8-5.8}(Si_{0.21-0.24}B_{0.79-0.76})_{21-22}$ и $Co_{55.7-58.3}(Fe, Ni, Mn)_{21.6-24.2}(Si_{0.2}B_{0.8})_{20.1}$ с высокой индукцией насыщения ($B_s = 0.9-1.1$ Т). Показано, что температура начала первичной кристаллизации T_{ons1} зависит от химического состава сплава и уменьшается от 709 до 665 К при увеличении суммарного содержания никеля, железа и марганца в сплаве. Проанализировано влияние химического состава сплавов и термомагнитной обработки (ТМО) на линейность петли перемангничивания и величину эффективной магнитной проницаемости ленточных магнитопроводов. Установлено, что после ТМО в поперечном поле существенно возрастает линейность петли гистерезиса, новые сплавы характеризуются меньшей эффективной магнитной проницаемостью и большей ее полевой стабильностью в сочетании с низкой коэрцитивной силой H_c (1–3 А/м, 1 кГц). Наведение поперечной магнитной анизотропии в процессе ТМО облегчается при комплексном легировании сплавов добавками Ni, Mn и Mo.

Ключевые слова: аморфный сплав, температура кристаллизации, температура Кюри, термомагнитная обработка, магнитная проницаемость, коэрцитивная сила, индукция насыщения

Вивчено температурну стабільність і магнітні характеристики тороїдальних магнітопроводів з нових аморфних металевих сплавів (ДМС) двох систем: $Co_{72.5-73.0}(Fe, Ni, Mn, Mo)_{4.8-5.8}(Si_{0.21-0.24}B_{0.79-0.76})_{21-22}$ і $Co_{55.7-58.3}(Fe, Ni, Mn)_{21.6-24.2}(Si_{0.2}B_{0.8})_{20.1}$ з високою індукцією насичення ($B_s = 0.9-1.1$ Т). Показано, що температура початку первинної кристалізації T_{ons1} залежить від хімічного складу сплаву і зменшується від 709 до 665 К при збільшенні сумарного вмісту нікелю, заліза та марганцю в сплаві. Проаналізовано вплив хімічного складу сплавів і термомагнітної обробки (ТМО) на лінійність петлі перемангичування й величину ефективної магнітної проникності стрічкових магнітопроводів. Встановлено, що, після ТМО в поперечному полі суттєво зростає лінійність петлі гістерезису, нові сплави характеризуються меншою ефективною магнітною про-

никністю й більшою її польовою стабільністю в поєднанні з низькою коерцитивною силою H_c (1–3 A/m, 1 kHz). Наведення поперечної магнітної анізотропії в процесі ТМО полегшується при комплексному легуванні сплавів добавками Ni, Mn і Mo.

Ключові слова: аморфний сплав, температура кристалізації, температура Кюрі, термомагнітна обробка, магнітна проникність, коерцитивна сила, індукція насичення

1. Введение

Известно, что программы разработки магнитомягких материалов, в том числе АМС, направлены на реализацию петель гистерезиса разного типа с необходимыми свойствами за счет выбора химического состава сплава, вида обработки (термической, термомагнитной, термомеханической), геометрии (I, U, O-типов, с немагнитными зазорами и без них) сердечников. Так, линейные петли, которые характеризуются большой стабильностью эффективной магнитной проницаемости μ_e во всем диапазоне действующих полей возбуждения (токов) и достигают технического насыщения в довольно больших полях (иногда больших, чем 1000 A/m), получают тремя различными способами: разрезают сердечники, создавая немагнитный зазор, который и затрудняет процесс намагничивания (вдоль сердечника); подвергают ленту термомеханической (растяжение + термообработка) или термомагнитной обработке для формирования в ней анизотропии, перпендикулярной оси ленты (т.е. поперечной анизотропии в плоскости ленты) [1]. Наилучший результат дает ТМО в поперечном поле, которая создает наведенную магнитную анизотропию вдоль направления действия внешнего поля [1–3]. Кроме низких значений $\mu_e \sim 1000$ –1300, в промышленных масштабах удастся получать чрезвычайно низкую коерцитивную силу H_c , малые потери в сердечнике, которые не удастся достичь в сердечниках с немагнитным зазором и сердечниках после термомеханической обработки.

Полная физическая картина макроскопической анизотропии магнитных свойств АМС пока не получена. Эксперименты свидетельствуют, что основной вклад в магнитную анизотропию аморфных ферромагнетиков вносят магнитоупругая анизотропия и анизотропия упорядоченных по ориентации атомных пар (так называемое направленное упорядочение). Магнитная анизотропия будет наводиться отжигом в магнитном поле тем проще, чем меньшей магнитострикцией характеризуется сплав. Поэтому именно быстрозакаленные сплавы на основе Co, имеющие почти нулевую магнитострикцию λ_s [4], являются подходящими материалами для магнитопроводов, которые работают на высоких частотах. Магнитомягкие материалы, обладающие высокой магнитной индукцией, регулируемой и, главное, стабильной (независимой от поля) проницаемостью, весьма необходимы для практического использования в электронных компонентах, таких как согласующие широкополосные трансформаторы, высокочастотные импульсные (сигнальные) трансформаторы и дроссели высокочастотных фильтров, которые ра-

ботаю в условиях постоянного влияния подмагничивания постоянным током.

Известно, что непосредственно после получения АМС, как правило, демонстрируют низкую проницаемость, величина которой существенно зависит от величины внешнего намагничивающего поля. Хорошо изучено влияние термообработки при температурах T_a выше температуры Кюри T_C и ниже температуры начала кристаллизации T_{ons} на снятие закалочных напряжений, уменьшение коэрцитивной силы H_c и увеличение начальной проницаемости μ_i [5]. В случае, когда сплавы характеризуются $T_C > T_{\text{ons}}$, методика обычного отжига без поля при $T_a < T_C$ не приводит к росту проницаемости (чаще μ_i уменьшается), поскольку наводится локальная магнитная анизотропия [6].

Точные составы сплавов с $\lambda_s = 0$ известны для систем $(\text{FeCoNi})_{80}\text{B}_{20}$ [7] и $(\text{FeCoNi})_{78}\text{Si}_8\text{B}_{14}$ [8]. Для этих и для более простой системы сплавов $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{75}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ показано, что $\lambda_s = 0$, а H_c имеет острый минимум при $\text{Co}/(\text{Co} + \text{Fe}) = 0.94$. Онума и Масумото сообщали [9], что линия нулевой магнитострикции сдвигается с изменением суммарного содержания металлоидов. В [10] систематически изучены составы с нулевой магнитострикцией, магнитные свойства и температуры начала кристаллизации в системе $(\text{Fe}_a\text{Co}_{1-a-b}\text{Ni}_b)_{100-y}(\text{Si}_{0.4}\text{B}_{0.6})_y$ как функции содержания Ni ($0 < b < 0.6$) и металлоидов ($20 < y < 30$). Концентрация железа в композициях с нулевой магнитострикцией в этой системе повышается с уменьшением содержания металлоидов y , увеличением концентрации Ni ($b \leq 0.4$), а также с уменьшением соотношения Si/(Si + B). Зависимость содержания железа от содержания металлоидов для обеспечения $\lambda_s \approx 0$ в сплавах этой системы становится более чувствительной при увеличении концентрации Ni.

Х. Сакакима и др. [11] показали, что в сплавах Co–Mn–B влияние Mn на намагниченность насыщения зависит от содержания B. Присутствие Mn смещает соотношение Co/Fe, необходимое для обеспечения $\lambda_s \approx 0$, к более высокому значению [12]. В этой работе установлено, что добавка соответствующего количества Mn расширяет интервал $T_{\text{ons}}-T_C$ для аморфных сплавов без уменьшения индукции насыщения.

Главным недостатком АМС приведенных выше систем (сплавов с высокой индукцией насыщения ($B_s = 0.8-1.1$ Т) является то, что температура Кюри T_C у них, как правило, выше температуры начала кристаллизации T_{ons} , что существенно осложняет влияние ТМО на форму петли гистерезиса при температурах ниже T_{ons} . Эффективное воздействие на доменную структуру ленты в этом случае может обеспечить ТМО в очень сильном (насыщающем) поле, особенно если речь идет о формировании поперечной магнитной анизотропии [3,13].

Наведенная ТМО анизотропия является одноосной [5]. Энергия такой магнитной анизотропии $E_u(0) = -K_u \cos^2 \theta$ определяется константой наведен-

ной анизотропии K_u и углом θ между вектором намагниченности и осью легкого намагничивания. При этом K_u определяется составом сплава, атомной топологией (уровнем концентрационных градиентов) и качеством ленты (скорость охлаждения, шероховатость поверхности, разнотолщинность). Атомная структура АМС (соответственно K_u) зависит от температуры T_a и времени ТМО. Возникновение магнитной анизотропии в условиях ТМО при температурах ниже T_C связано с термически активируемыми процессами. Причина этого явления – диффузия магнитных атомов. Даже при незначительном изменении межатомных расстояний во время медленного отжига в магнитном поле происходит минимизация суммы псевдодипольного взаимодействия относительно направления спонтанной намагниченности (перпендикулярно поверхности ленты), в результате возникает наведенная одноосная магнитная анизотропия в плоскости ленты.

Как и для кристаллических материалов, для АМС константа K_u растет для сплавов, легированных другими магнитными компонентами. Соответственно, измеряя μ_e и B_s , можно рассчитать K_u для различных сплавов, используя известное выражение $\mu_e = J_s^2 / (2\mu_0 K_u)$, где J_s – намагниченность насыщения, μ_0 – магнитная постоянная.

Основной целью настоящей работы было исследование влияния ТМО в насыщающем поперечном поле на магнитные свойства АМС на основе Со с различным характером их комплексного легирования, а также определение наиболее перспективных композиций сплавов, для которых ТМО позволяет получить минимальные значения коэффициента прямоугольности и эффективной магнитной проницаемости μ_e при максимальном росте ее полевой стабильности.

2. Методика эксперимента

Объектами исследования были аморфные сплавы системы СоFeSiB, легированные добавками Ni, Mn и Mo (табл. 1). Исходные сплавы готовили в индукционной печи в инертной атмосфере He или Ar сплавлением чистых (не хуже 99.95 mass%) компонентов.

Таблица 1

Характерные температуры фазовых превращений исследованных сплавов

№ сплава	Состав сплава	(Co + Ni) / (Co + Ni + Fe + Mn)	T_{ons}	$T_{max}(\mu/\mu_{20})$	T_l	T_{ons1}/T_l
			К			
0	Co _{73.2} Fe _{4.3} Mn _{0.5} (Si _{0.24} B _{0.76}) _{22.0}	0.938	709	718	1372	0.517
1	Co _{72.5} (Fe,Ni,Mo,Mn) _{5.8} (Si _{0.23} B _{0.77}) _{21.7}	0.930	704	706	1345	0.523
2	Co _{73.0} (Fe,Ni,Mo,Mn) _{5.7} (Si _{0.21} B _{0.79}) _{21.3}	0.929	702	696	1347	0.534
3	Co _{73.3} (Fe,Ni,Mo,Mn) _{5.7} (Si _{0.21} B _{0.79}) _{21.0}	0.929	688	698	1346	0.525
4	Co _{58.3} (Fe,Ni,Mn) _{21.6} (Si _{0.2} B _{0.8}) _{20.1}	0.917	669	643	1352	0.507
5	Co _{55.7} (Fe,Ni,Mn) _{24.2} (Si _{0.2} B _{0.8}) _{20.1}	0.910	665	671	1359	0.501

Предложенные композиции сплавов обеспечивали близость к нулю λ_s аморфных лент после их ТМО при температурах ниже температуры начала кристаллизации. Химический состав сплавов можно описать общей формулой $(\text{Co}_{1-a-b-c-d}\text{Fe}_a\text{Ni}_b\text{Mn}_c\text{Mo}_d)_{(100-y)}(\text{Si}_{0.2-0.24}\text{B}_{0.8-0.76})_y$, где $1.4 < a < 6.0$; $0.05 < b < 18.0$; $0.5 < c < 4.1$; $0 < d < 0.2$ и $20 < y < 22$. При этом фактически их можно разделить на две группы: сплавы с низким содержанием Ni ($0.05 < b < 0.2$) и Fe и высоким ($4 < c < 4.1$) содержанием Mn (№ 1, 2, 3); сплавы с высоким содержанием Ni ($14 < b < 18.0$) и низким содержанием Mn (№ 4, 5). Сплав $\text{Co}_{73.2}\text{Fe}_{4.3}\text{Mn}_{0.5}(\text{Si}_{0.24}\text{B}_{0.76})_{22.0}$ (№ 0) с небольшим содержанием Mn и без добавок Mo и Ni выбран в качестве базового с соотношением $\text{Co}(\text{Co} + \text{Fe}) = 0.938$, близким к оптимальному, для обеспечения нулевой λ_s .

Аморфные ленты получены спиннингованием расплава по методу литья плоской струи на закалочной установке открытого типа [14]. Измерение температуры и ее изменение в процессе разлива осуществляли системой цифровой компьютерной регистрации на базе скоростного пирометра «ИМРАС» (4–6 измерений в секунду). Химический состав сплавов, а также приготовленных аморфных лент контролировали методом флуоресцентного рентгеновского анализа.

Структуру образцов изучали методами рентгеноструктурного анализа. Исследования аморфных лент проводили на автоматизированном стандартном рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М с использованием $\text{Mo } K_\alpha$ -излучения (монохроматор – монокристалл LiF на первичном пучке) с шагом сканирования 0.1° в области главного максимума и 0.5° – на других углах рассеяния [15].

Термическую устойчивость АМС и процессы их кристаллизации изучали с помощью дифференциального сканирующего калориметра DSC 404F1 Pegasus Netzsch (ДСК) в защитной атмосфере гелия. Исследования проводили в интервале температур от комнатной до 1573 К в условиях непрерывного нагрева со скоростями 5 и 10 К/мин при исследовании кристаллизации АМС и при определении температур ликвидус исходных сплавов соответственно. Погрешность определения температур начала и максимума тепловыделения на термограммах ДСК составляла ± 1 и ± 0.3 К соответственно.

Термомагнитную обработку сердечников проводили в очень сильном поперечном магнитном постоянном поле соленоида напряженностью 46 кА/м в защитной атмосфере Ar при температурах 550–680 К в течение 1 ч.

Для изучения магнитных свойств тороидальных ленточных сердечников, подвергнутых ТМО, использовали стандартный индукционно-непрерывный метод измерения. Измерительная система одновременно с осциллографированием динамической петли перемагничивания позволяла измерять показатели напряженности магнитного поля и магнитной индукции с точностью ± 0.002 А/м и ± 0.01 Т соответственно. В процессе исследования измеряли максимальное значение магнитной индукции B_{1300} при напряженности магнитного поля 1300 А/м; эффективную магнитную проницаемость μ_e ; полу-

ширину динамической петли перемагничивания (динамическую коэрцитивную силу H_c) в поле $H = 750$ А/м (при $f = 1$ kHz) и $H = 190$ А/м (при $f = 10$ kHz); коэффициент прямоугловности $K_{sq} = B_r/B_s$, по которому оценивали степень линейности динамических петель гистерезиса сплавов, а также относительное изменение эффективной магнитной проницаемости μ/μ_{20} в процессе непрерывного нагрева с постоянной скоростью 5.7 К/мин, где μ – значение эффективной магнитной проницаемости при температуре измерения, μ_{20} – при комнатной температуре в поле напряженностью 1 А/м, частотой 10 kHz.

Для определения температур Кюри сплавов и характера температурных зависимостей эффективной магнитной проницаемости была использована установка, которая позволяла в процессе непрерывного нагрева с постоянной скоростью измерять падение напряжения (пропорциональное индуктивности) на концах обмотки (намотанной непосредственно на сердечник массой приблизительно 12–15 г) из 5 изолированных в керамическую соломку витков. Ток через обмотку частотой 10 kHz поддерживали постоянным и выбирали из расчета обеспечения минимальной напряженности создаваемого ею магнитного поля $H = 1$ А/м. Величина индуктивности катушки была прямо пропорциональна эффективной магнитной проницаемости сердечника. Температуру T_C для исследованных сплавов определяли из минимумов экспериментальных температурных зависимостей μ/μ_{20} при непрерывном нагреве с постоянной скоростью 5.7 К/мин.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

При получении аморфных лент толщиной 20–30 μm , шириной ~ 10 mm из сплавов на основе Со различного химического состава (табл. 1) установлено, что их литейные свойства существенно зависят от содержания никеля и марганца: сплавы с большим содержанием никеля (№ 4) и меньшим – марганца (№ 5) характеризуются более высокой технологичностью (возможностью воспроизводимого получения качественных лент заданной толщины в полностью аморфном состоянии при варьировании технологических параметров процесса скоростной закалки расплава).

ДСК-исследования, а также приведенные ниже термомагнитные кривые позволили определить совокупность характерных точек и интервалов фазовых превращений (T_{ons} , T_C , $\mu/\mu_{20}(T)$) исследованных АМС (табл. 1). Видно, что комплексное легирование базового сплава довольно существенно уменьшает T_{ons} , при этом максимальной термической стабильностью обладают сплавы № 1–3 с высоким (~ 4 at.%) содержанием Mn ($T_{\text{ons}}/T_l = 0.523\text{--}0.534$).

Попытки получить заметный эффект ТМО в насыщающем постоянном поле для всех исследованных композиций сплавов показали, что это возможно лишь при толщине ленты, меньшей 25 μm . По-видимому, это связано с недостаточной скоростью охлаждения, что стимулирует развитие процес-

сов упорядочения атомной структуры в лентах относительно большой толщины, и с образованием в них стабильной плоскостной анизотропии, которая частично или полностью сохраняется даже после ТМО таких лент. Поэтому для исследований выбирали ленты толщиной 20–25 μm .

Температурные зависимости эффективной магнитной проницаемости для исходных образцов лент (рис. 1) подобны полученным в работе [16]. Их вид характерен для систем, в которых при нагревании происходят процессы стабилизации и дестабилизации доменных границ (ДГ). В каждом случае, за исключением небольшой температурной области (до 330–390 К), величина μ/μ_{20} сначала уменьшается с повышением температуры (стабилизация ДГ), а затем, пройдя минимум, растет (дестабилизация ДГ). Вблизи T_C для всех сплавов наблюдается максимум типа Гопкинсона [17]. Стабилизация ДГ согласно [6] происходит в результате атомного композиционного направленного упорядочения, стимулированного выигрышем магнитной составляющей свободной энергии. Рост μ/μ_{20} при нагреве выше 540–580 К может быть связан со структурной релаксацией, которая сопровождается выходом свободного объема [6].

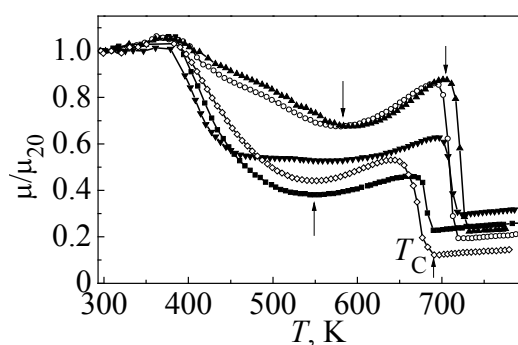


Рис. 1. Температурная зависимость относительной эффективной магнитной проницаемости для сплавов в исходном состоянии: \blacktriangle – сплав № 1, \circ – 2, \blacktriangledown – 3, \diamond – 4, \blacksquare – 5; $f = 10$ kHz, $H = 1$ A/m, $V_{\text{heat}} = 5.7$ K/min

Несмотря на одинаковый характер кривых μ/μ_{20} , очевидны следующие различия: при росте температуры от 370–390 до 570–590 К спад магнитной проницаемости меньше, а температура минимума больше для сплавов с увеличенным содержанием Mn (№ 1) и низким содержанием Ni (№ 2), что может свидетельствовать об относительной трудности композиционного упорядочения при нагреве данных сплавов. Это подтверждается рентгеноструктурными исследованиями, в ходе которых установлено, что после отжига в указанном интервале температур для лент этих сплавов не удается обнаружить изменения картины рассеяния рентгеновских лучей – все диффузные максимумы остаются на своих положениях при неизменной их высоте. Показано, что отжиг при 580 К в течение 30 min практически не изменяет параметров атомной структуры сплавов, содержащих около 4 at.% марганца (№ 1–3), а в базовом сплаве происходят лишь незначительные ее изменения (высота первого максимума структурного фактора $i(s_1)$ увеличивается на 5%). Также незначительно после термообработки изменяется структура высоколегированных сплавов (№ 4, 5) – получасовой отжиг при относительно

низкой температуре 550 К приводит к 4%-ному росту $i(s_1)$ для ленты сплава № 5 и к почти 7%-ному росту площади под первым максимумом структурного фактора для ленты сплава № 4.

После достижения максимума происходит резкий спад зависимости μ/μ_{20} , что свидетельствует о приближении к парамагнитному состоянию системы (достижению температуры Кюри). Такое резкое падение относительной магнитной проницаемости, как это раньше отмечалось авторами [18] для намагниченности насыщения сплава $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_4\text{B}_{16}$ с $T_C > T_{\text{ons}}$, может быть связано с развитием процессов первичной кристаллизации. Сопоставление значений T_{ons} и положений максимумов на кривых μ/μ_{20} , полученных различными методами (ДСК и магнитометрией соответственно), свидетельствует о том, что для всех сплавов (за исключением сплавов № 2 и 4) T_{ons} заметно меньше температуры максимума термомагнитной зависимости. При этом температура первого максимума ДСК T_{peak} для всех АМС превышает $T_{\text{max}(\mu/\mu_{20})}$ на 5–40 К. Это позволяет с уверенностью утверждать, что падение магнитной проницаемости в исследованных сплавах определяется в том числе протеканием первичной кристаллизации.

Следует отметить, что кристаллизация изученных систем сплавов происходит в две стадии: на первой образуются кристаллы твердого раствора на основе Co, на второй – бориды Co_2B и Co_3B .

Установление температурных интервалов кристаллизации и температур Кюри, а также хода температурных зависимостей μ/μ_{20} позволяет выбрать температуры обработок сплавов разных химических составов для обеспечения максимальной эффективности ТМО. Для каждого сплава оптимальными для проведения ТМО были температуры, при которых начиналось увеличение отношения μ/μ_{20} после прохождения его минимума, т.е. при температурах, когда начинается дестабилизация ДГ.

Термическая обработка сердечников в поперечном магнитном постоянном поле в условиях начала дестабилизации ДГ способна привести к относительно простому наведению одноосной магнитной анизотропии вдоль силовых линий внешнего магнитного поля, т.е. поперечно оси ленты.

Из полученных результатов исследования термической стабильности и температурной зависимости μ/μ_{20} можно было ожидать самого легкого наведения поперечной магнитной анизотропии (минимизации μ_e) именно для сплавов № 1, 2 и 4 с высоким содержанием марганца, которые характеризуются более высокими значениями T_{ons} и T_C и термообработка которых возможна при более высоких температурах (при более высокой подвижности атомов) без образования первичных кристаллов. Однако эксперименты показали, что легче поперечная анизотропия наводится в сплавах № 4 и 5 с высоким содержанием никеля и железа, что, вероятно, связано с более сложными процессами перераспределения компонентов в ленте, которые определяются химическим взаимодействием атомов, обменной энергией и электронной структурой сплавов.

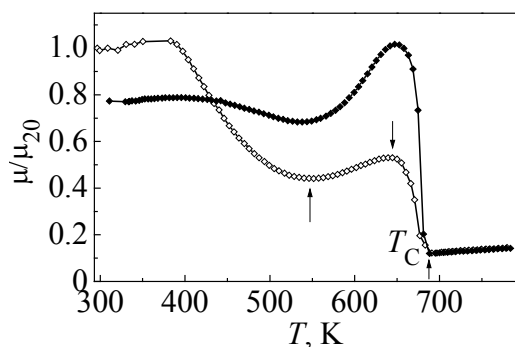


Рис. 2. Температурная зависимость относительной эффективной магнитной проницаемости для сплава № 4 в исходном состоянии (\diamond) и после предварительной ТМО при 600 К 1 h (\blacklozenge); $f = 10$ kHz, $H = 1$ A/m, $V_{\text{heat}} = 5.7$ K/min

На рис. 2 приведены температурные зависимости μ/μ_{20} для ленточных сердечников сплава № 4 в исходном состоянии и после ТМО при 600 К. Видно, что в исходном состоянии спад относительной магнитной проницаемости более крутой, чем у отожженного в магнитном поле образца, а глубина «провала» зависимостей для этих образцов отличается почти в шесть раз. Резкий рост μ/μ_{20} для сердечника (после ТМО) при нагревании выше 550 К, очевидно, связан с процессами разрушения наведенной магнитной анизотропии (опять же с дестабилизацией ДГ). Магнитная проницаемость в результате такого разупорядочения магнитной и соответственно атомной структур при температуре максимума повышается до значения, характерного для исходной (без ТМО) ленты. Следует отметить, что для большинства комплексно легированных сплавов T_C не изменяется в результате ТМО. При исследовании сердечников, которые прошли ТМО в поперечном поле, обнаружено, что для всех исследованных сплавов характерны уменьшение эффективной магнитной проницаемости и ее практически постоянный температурный ход до 430–450 К.

При этом установлено, что при нагревании и кратких выдержках при $T_a = 473$ –493 К (до точки минимума зависимости μ/μ_{20} (рис. 2)) магнитная проницаемость сердечников, прошедших ТМО, характеризуется абсолютной обратимостью, т.е. гистерезис μ_e не наблюдается.

Эти результаты коррелируют с полученными ранее данными [11,19] по зависимости временного спада начальной проницаемости от термических и термомагнитных обработок. Было показано, что ТМО аморфных лент в поперечном поле уменьшает как магнитную проницаемость, так и ее временной спад.

В результате изучения влияния ТМО было установлено, что основные магнитные свойства сердечников существенно зависят от химического состава сплава и температуры ТМО. В табл. 2 представлены основные результаты исследований магнитных характеристик сердечников после проведения их оптимальных ТМО (для каждого сплава подбирали свою оптимальную температуру отжига в области 573–613 К).

Из определенных для каждого сплава значений μ_e , K_{sq} и H_c можно сделать следующие выводы: магнитные характеристики улучшаются в результате ТМО тем больше, чем значительно уменьшается T_C сплава при легировании

Таблица 2

Основные магнитные характеристики аморфных сплавов после оптимальной термомагнитной обработки

№ сплава	μ_e	B_{1300} , Т	Поле постоянной μ_e , А/м	K_{sq}	H_c , А/м		T_c , К
					$f = 1$ kHz	$f = 10$ kHz	
0	2500 ± 500	1.000	< 100	0.09–0.11	> 16,6	> 32,6	731
1	1700 ± 400	0.930	450	0.03–0.06	10–16.5	23–32.2	732
2	1300 ± 80	1.066	550	0.01–0.06	3.4–12.8	9.8–22.1	720
3	1000 ± 40	0.965	650	0.01–0.043	1.3–9.8	6.1–17.7	723
4	670 ± 30	0.940	1100	0.003–0.02	1.3–6.4	5.7–10.4	690
5	550 ± 20	0.840	1300	0.002–0.02	1.0–12.6	4.5–17.7	690

(например, с ростом содержания никеля), что свидетельствует об облегчении процесса наведения поперечной анизотропии; линейность петли перемагничивания монотонно растет, как и стойкость μ_e к подмагничиванию, с увеличением количества легирующих компонентов в сплаве. Установлено, что повышение содержания железа в сплавах не приводит к желаемому увеличению индукции насыщения B_s – она остается на уровне 0.9–1.0 Т (соответственно $B_{1300} = 0.84–0.94$ Т).

При этом, как видно из табл. 1 и 2, рост магнитной анизотропии наблюдается для сплавов при уменьшении концентрационного параметра $(Co + Ni)/(Co + Ni + Fe + Mn)$ от 0.938 до 0.910, термической стабильности T_{ons} от 709 К (для базового сплава) до 665 К (для сплава № 5) и температуры $T_{max(\mu/\mu_{20})}$ от 718 К (для сплава № 0) до 643 К (для сплава № 4).

Наиболее линейные петли (рис. 3,а) получены после оптимальных ТМО для высоколегированных сплавов Ni (№ 4, 5). Эти сплавы характеризуются рекордно низкими значениями K_{sq} и H_c . В то же время для низколегированного базового сплава практически не удается получить более-менее стабильную полевою зависимость μ_e .

С точки зрения практического использования сплавы № 2 и 3 с магнитной проницаемостью после ТМО соответственно 1300 и 1000 также имеют хорошие перспективы. Именно такие композиции сплавов могут успешно конкурировать с разрезными магнитопроводами с высокой полевой стабильностью μ_e в измерительных трансформаторах тока электронных счетчиков электроэнергии.

Из полученных результатов следует, что полевая стабильность сильно зависит от химического состава и величины эффективной магнитной проницаемости μ_e (табл. 2) и возрастает с уменьшением значения ее средней величины (рис. 3,б).

Магнитопроводы из сплавов № 4 и 5 с самой низкой эффективной магнитной проницаемостью (670 и 550 соответственно) и $0.002 < K_{sq} < 0.02$ превосходят известные сплавы VC 6200 F и VC 6125 F [20,21] и с успехом могут использоваться как в дросселях фильтров силовых импульсных блоков питания,

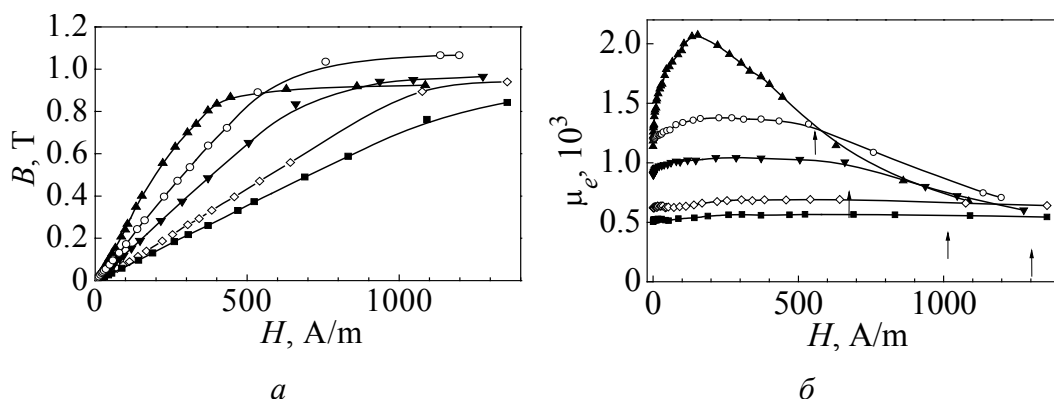


Рис. 3. Зависимость индукции (а) и эффективной магнитной проницаемости (б) от напряженности магнитного поля после оптимальной термообработки сплавов: ▲ – сплав № 1, ○ – 2, ▼ – 3, ◇ – 4, ■ – 5; $f = 1$ kHz

так и в согласующих минитрансформаторах телекоммуникационных систем, которые должны обеспечивать высокую эффективность и точность передачи сигналов, в том числе импульсов высокой частоты при наличии постоянного подмагничивания.

Таким образом, в результате проведенных экспериментальных исследований были определены наиболее перспективные композиции сложнолегированных сплавов на основе кобальта с близкой к нулю магнитоотрицательностью, для которых процесс формирования наведенной магнитной анизотропии осуществляется наиболее легко, а эффективная магнитная проницаемость остается постоянной в широком диапазоне полей подмагничивания.

Выводы

1. Установлено, что температура начала кристаллизации T_{ons} зависит от химического состава аморфных лент и уменьшается от 709 до 665 К для сплавов с повышенным суммарным содержанием никеля, железа и марганца.

2. Показано, что процесс наведения магнитной анизотропии при отжиге образцов в сильном постоянном поперечном поле облегчается при комплексном легировании базового сплава Ni, Mn и Mo, которое сопровождается также заметным уменьшением температуры Кюри.

3. Обнаружено, что при увеличении содержания никеля в сплавах величина эффективной магнитной проницаемости магнитопроводов после ТМО уменьшается от 2000–3000 (для базового сплава) до 550 и соответственно остается постоянной в более широком (до 1300 A/m) диапазоне напряженности магнитного поля. Коэффициент прямоугольности ленточных магнитопроводов уменьшается от ~ 0.1 (для базового сплава) до 0.002–0.02 (для новых композиций сплавов). При этом уменьшение количества металлоидов и увеличение содержания железа в сплавах не приводит к желаемому повышению индукции насыщения (она остается на уровне $B_s = 0.9$ –1.0 Т).

4. При измерении температурной зависимости магнитной проницаемости магнитопроводов после их ТМО показано, что разрушение наведенной поперечным полем магнитной анизотропии и соответственно рост магнитной проницаемости начинаются при температурах 520–530 К, которые фактически и определяют уровень термической стабильности этих перспективных АМС.

1. *C. Miguel, A. Zhukov, J.J. del Val, J. Gonzalez*, J. Magn. Magn. Mater. **294**, 245 (2005).
2. *C. Appino, C. Beatrice, E. Ferrara, F. Fiorillo*, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials **6**, 511 (2004).
3. *F. Johnson, C.Y. Um, M.E. McHenry, H. Garmestani*, J. Magn. Magn. Mater. **297**, 93 (2006).
4. *O. Kohmoto, K. Ohya, N. Yamaguchi, H. Fujishima, T. Ojima*, J. Appl. Phys. **50**, 5054 (1979).
5. Физическое материаловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами, И.Б. Кекало, Б.А. Самарин (ред.), Металлургия, Москва (1989).
6. *И.Б. Кекало, В.Ю. Цветков*, ФММ **59**, 490 (1985).
7. Магнетизм аморфных систем, Р. Леви, Р. Хасегава (ред.), Металлургия, Москва (1981).
8. Аморфные металлические сплавы, Ф.Е. Люборский (ред.), Металлургия, Москва (1987).
9. *S. Ohnuma, K. Watanabe, T. Masumoto*, Phys. Status Solidi **A44**, K151 (1977).
10. *O. Kohmoto, K. Ohya, N. Yamaguchi, H. Fujishima, T. Ojima*, J. Appl. Phys. **51**, 4342 (1980).
11. *H. Sakakima, H. Senno, Y. Yanagiuchi, E. Hirota*, J. Appl. Phys. **52**, 2480 (1981).
12. *V.R.V. Ramanan*, J. Appl. Phys. **53**, 7822 (1982).
13. *C. Beatrice, C. Appino, E. Ferrara, F. Fiorillo*, J. Magn. Magn. Mater. **160**, 302 (1996).
14. *А.П. Шпак, В.В. Маслов, В.К. Носенко*, Наука та інновації **1**, № 3, 92 (2005).
15. Аморфные металлические сплавы, В.В. Немошкаленко (ред.), Наукова думка, Киев (1987).
16. *И.Б. Кекало, В.Л. Столяров, В.Ю. Цветков*, ФММ **55**, 235 (1983).
17. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения, С. Тикадзуми (ред.), Мир, Москва (1987).
18. *Y. Makino, K. Aso, S. Uedaira, M. Hayakawa, Y. Ochiai, H. Hotai*, J. Appl. Phys. **52**, 2477 (1981).
19. *P.R. Ohodnicki, D.E. Laughlin, M.E. McHenry, V. Keylin, J. Huth*, J. Appl. Phys. **105**, 07A322 (2009).
20. *J. Petzold*, J. Magn. Magn. Mater. **242–245**, 84 (2002).
21. *G. Herzer*, Acta Mater. **61**, 718 (2013).

V.V. Kyrylchuk, V.K. Nosenko, O.P. Kochkubei, V.Z. Balan

SOFT MAGNETIC CO-BASED AMORPHOUS ALLOYS WITH HIGH HYSTERESIS LOOP LINEARITY AND HIGH SATURATION INDUCTION

Amorphous alloys of two systems of $\text{Co}_{72.5-73.0}(\text{Fe,Ni,Mn,Mo})_{4.8-5.8}(\text{Si}_{0.21-0.24}\text{B}_{0.79-0.76})_{21-22}$ and $\text{Co}_{55.7-58.3}(\text{Fe,Ni,Mn})_{21.6-24.2}(\text{Si}_{0.2}\text{B}_{0.8})_{20.1}$ with high saturation induction ($B_s \geq 0.9$ T) were developed. When studying thermal stability and magnetic characteristics of toroidal magnetic cores made of these alloys, it was found that onset temperature of primary crystallization T_{ons1} depends on the chemical composition of the alloy and decreases when total nickel, iron and manganese content in the alloy increases.

Induction of transverse magnetic anisotropy in the course of heat-magnetic treatment (HMT) becomes easier at complex Ni, Mn and Mo doping of alloys that is accompanied by noticeable Curie temperature decrease and results in reduction of the effective magnetic permeability and higher field stability combined with low coercive force H_c .

Thermal stability levels of promising amorphous metal alloys (AMA) corresponding to onset of destruction of magnetic anisotropy induced by transverse field were established.

For the most promising alloy compositions, the value of effective magnetic permeability decreases compared to known alloys down to 550–670 units and remains constant in the wide magnetic field strength range of 1100–1300 A/m. The maximum remagnetization loop linearity is achieved after the optimum HMT in AMAs with high Ni content, which are characterized by low squareness ratio values $K_{\text{sq}} = 0.002-0.02$ and $H_c = 1.0$ A/m.

Keywords: amorphous alloy, crystallization temperature, Curie temperature, thermo-magnetic treatment, magnetic permeability, coercive force, saturation induction

Fig. 1. Temperature dependence of reduced effective magnetic permeability for as-cast alloys: \blacktriangle – alloy № 1, \circ – 2, \blacktriangledown – 3, \diamond – 4, \blacksquare – 5; $f = 10$ kHz, $H = 1$ A/m, $V_{\text{heat}} = 5.7$ K/min

Fig. 2. Temperature dependence of reduced effective magnetic permeability for alloy № 4 in as-cast state (\diamond) and after preliminary heat-magnetic treatment at 600 K for 1 h (\blacklozenge); $f = 10$ kHz, $H = 1$ A/m, $V_{\text{heat}} = 5.7$ K/min

Fig. 3. Magnetic field dependence of induction (a) and effective magnetic permeability ($\bar{\mu}$) after optimum heat treatment of the alloys: \blacktriangle – alloy № 1, \circ – 2, \blacktriangledown – 3, \diamond – 4, \blacksquare – 5; $f = 1$ kHz