

УДК 621.762

ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ И ФРАКТАЛЬНОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ПОРОШКОВОГО Fe – P МАТЕРИАЛА – АНАЛОГА ТЕХНИЧЕСКОГО ЖЕЛЕЗА, ПОЛУЧЕННОГО ГОРЯЧЕЙ ОБЪЕМНОЙ ШТАМПОВКОЙ ПОРИСТОЙ ЗАГОТОВКИ

А.Ю. КЕМ

(Донской государственный технический университет)

Установлена связь показателя фрактальной размерности поверхности с особенностями формирования комплекса магнитных свойств порошковых магнитно-мягких материалов системы Fe – P, подвергнутых горячей штамповке.

Ключевые слова: магнитно-мягкие материалы, система Fe – P, магнитная проницаемость, коэрцитивная сила, индукция, фрактальность, поверхность.

Введение. В работах [1-3] показано, что особенности формирования магнитных свойств горячештампованных порошковых магнитно-мягких материалов системы Fe – P обусловлены предысторией их получения, влияющей на дефектность структуры, при этом снижение коэрцитивной силы, повышение максимальной и остаточной индукции и коэффициента прямоугольности петли гистерезиса K_H , связано с окислением границ зерен исходных порошков в процессе термомеханического воздействия при горячей штамповке и формированием текстуры деформации.

В то же время из данных работ [4-6] следует, что аппарат теории фракталов – самоподобных множеств дробной размерности может использоваться для анализа процессов, протекающих в неупорядоченных средах и приводящих к изменению их структуры, например, формированию деформационного рельефа на поверхности порошкового материала. Методики экспериментального определения фрактальной размерности поверхности порового пространства рассмотрены в [7]. Определение фрактальной размерности поверхности порошковых материалов системы Al – Cu с различным содержанием Cu и установление ее связи с процессами спекания проведено в [6]. Однако вопрос о связи магнитных свойств с фрактальными характеристиками поверхности порошковых пористых тел практически не исследован и требует изучения.

Целью настоящей работы является определение фрактальной размерности поверхности и установление ее связи с магнитными свойствами порошковых горячештампованных материалов системы Fe – P, полученных по различным технологическим схемам.

Материалы и методика эксперимента. В качестве исходного материала, используемого в работе для изготовления образцов порошкового материала системы Fe – P, применялся порошок марки PASC 60 производства фирмы «Höganäs» Швеция, представляющий собой смесь порошка марки ASC 100.29 и феррофосфора, при этом массовая доля фосфора в образцах составляла 0,59-0,66% [8]. Образцы материалов для исследования магнитных свойств получали по следующим технологическим схемам:

- образец-тороид 1 получен холодным прессованием PASC 60 с последующим спеканием прессовки при 1150°C, 2 ч;
- образец-тороид 2 получен по технологии образца 1 с использованием горячей штамповки (ДГП) спеченной заготовки, предварительно нагретой до 1100°C (время остывания заготовки 5-7 мин.);
- образец-тороид 3 получен по технологии образца 2 с дополнительным отжигом после ДГП при 1100°C, 2 ч;
- образец-тороид 4 получен холодным прессованием из PASC 60 без спекания, с последующим ДГП при 1100°C (время остывания заготовки 5-7 мин) и отжигом при 1100°C, 2 ч.

Максимальную индукцию B_{max} в полях напряженностью (H) до 2500 А/м, остаточную индукцию B_r , коэрцитивную силу H_c , начальную μ_i и максимальную магнитную проницаемость μ_{max} определяли по ГОСТ 8.377-80. Методика измерений не отличалась от описанной в [8].

Фрактальность поверхности исследовали с помощью сканирующего зондового микроскопа NT-MTD (Зеленоград). Методом вертикальных сечений Мандельброта [4] полученных изображений определяли фрактальную размерность поверхности D . Размер анализируемого участка поверхности во всех случаях не превышал 40×40 мкм. Фрактальную размерность определяли как модуль тангенса угла наклона среднего участка зависимости L/L_0 (L – длина секущей линии, L_0 – расстояние между точками сканирования) от увеличения в двойных логарифмических координатах. Линейная аппроксимация модуля позволяет считать фрактальную размерность интегральной характеристикой поверхности [4-6].

Результаты и их обсуждение. Трехмерная реконструкция поверхности образцов представлена на рис.1, а линии сканирования участков поверхности – на рис.2. Результаты обработки сечений сканирования приведены в табл.1.

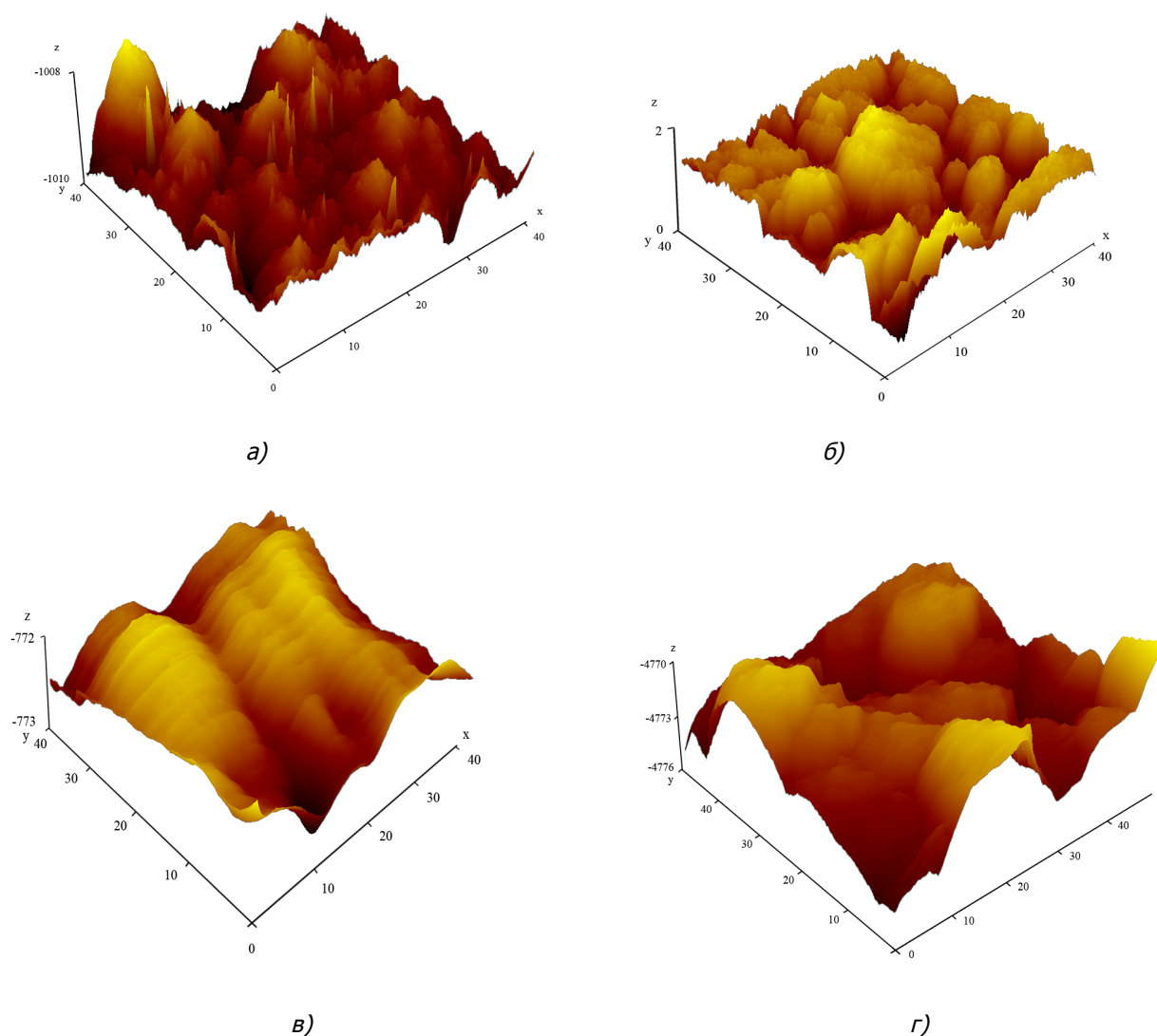


Рис.1. Реконструкция трехмерного изображения участков поверхности:
а, б, в, г – образцы-тороиды 1, 2, 3, 4 соответственно

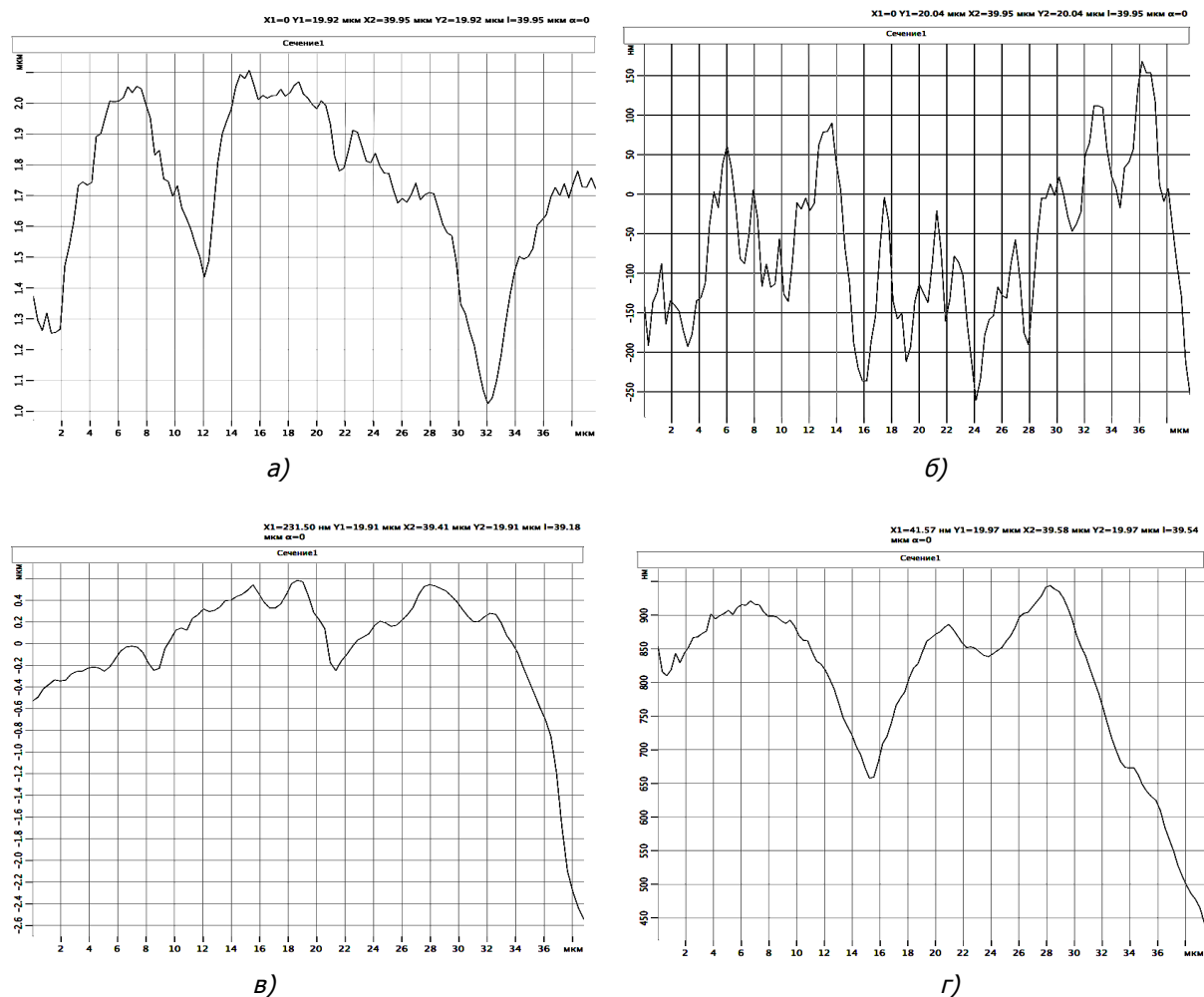


Рис. 2. Линии сканирования участков поверхности: а, б, в, г – образцы-тороиды 1, 2, 3, 4 соответственно

Таблица 1
Численные результаты обработки сечений сканирования поверхности порошковых образцов

Номер образца-тороида	Номер сечения	Курвидлина, мм, в сечении	Цена отрезка по оси сканирования, мкм	Коэффициент масштабирования по осям	Длина кривой сканирования с учетом масштабирования, нм	Базовая длина участка сканирования, мкм	Величина фрактальной размерности, D	Среднее значение, D
1	1	600	2	1,74	105,20	38	1,280	1,340608
	2	533	2	1,35	120,77	38	1,318	
	3	1030	2	1,75	177,68	38	1,424	
2	1	724	2	1,78	122,51	38	1,322	1,302624
	2	532	2	1,39	115,11	38	1,305	
	3	429	2	1,22	105,76	38	1,281	
3	1	424	2	2,25	55,97	38	1,106	1,151201
	2	316	2	1,49	62,99	38	1,139	
	3	335	2	1,23	81,03	38	1,208	
4	1	259	2	0,96	80,36	38	1,206	1,216276
	2	279	2	0,96	85,48	38	1,223	
	3	259	2	0,91	84,62	38	1,220	

Результаты магнитных исследований представлены в табл. 2, а также в виде зависимостей $B(H)$ для второго квадранта частных петель гистерезиса образцов исследуемых материалов (рис.3). Выбор второго квадранта обусловлен тем, что полная петля гистерезиса каждого образца снималась отдельными фрагментами с завершением замкнутого магнитного цикла и фиксацией дрейфа нуля микроверметра после выполнения массива измерений для каждого из фрагментов.

Таблица 2

Результаты измерения частных петель гистерезиса образцов

Образец-тороид 1		
$w_1=20, I_{\max} \approx 1.53 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 327 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 4.01 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 867 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 10.07 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 2155 \text{ A/м}$
Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 2288 \pm 25 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 0,763 \pm 0,038 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 3167 \pm 30 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,058 \pm 0,053 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 3660 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,223 \pm 0,060 \text{ Тл}$
Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1792 \pm 20 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 0,600 \pm 0,030 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 2398 \pm 25 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 0,801 \pm 0,040 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 2528 \pm 25 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 0,845 \pm 0,042 \text{ Тл}$
Коэрцитивная сила $H_c, \text{ A/м}$ 137-165 Начальная магнитная проницаемость не менее 350 Максимальная магнитная проницаемость не менее 1850		
Образец-тороид 2		
$w_1=20, I_{\max} \approx 1,60 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 340 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 4,06 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 860 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 10,07 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 2138 \text{ A/м}$
Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 1045 \pm 10 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 0,418 \pm 0,022 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 2420 \pm 25 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 0,968 \pm 0,050 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 3580 \pm 38 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,432 \pm 0,070 \text{ Тл}$
Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 650 \pm 7 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 0,260 \pm 0,013 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1620 \pm 20 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 0,648 \pm 0,032 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 2000 \pm 20 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 0,800 \pm 0,040 \text{ Тл}$
Коэрцитивная сила $H_c, \text{ A/м}$ 175-315 Начальная магнитная проницаемость не менее 250 Максимальная магнитная проницаемость не менее 1050		
Образец-тороид 3		
$w_1=20, I_{\max} \approx 1,56 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 331 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 4,05 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 860 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 10,06 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 2136 \text{ A/м}$
Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 3480 \pm 35 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,265 \pm 0,063 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 3880 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,411 \pm 0,070 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 4100 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,491 \pm 0,075 \text{ Тл}$
Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 3350 \pm 35 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1,218 \pm 0,060 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 3600 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1,309 \pm 0,065 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 3700 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1,345 \pm 0,070 \text{ Тл}$
Коэрцитивная сила $H_c, \text{ A/м}$ 92-100 Начальная магнитная проницаемость не менее 600 Максимальная магнитная проницаемость не менее 4900		
Образец-тороид 4		
$w_1=20, I_{\max} \approx 1,54 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 327 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 4,05 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 859 \text{ A/м}$	$w_1=20, I_{\max} \approx 10,07 \text{ A},$ $H_{\max} \approx 2137 \text{ A/м}$
Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 3500 \pm 30 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,400 \pm 0,07 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 3915 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,566 \pm 0,078 \text{ Тл}$	Максимальная индукция * $\Phi_{\max}(H_{\max}) = 4190 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\max}(H_{\max}) = 1,676 \pm 0,080 \text{ Тл}$
Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 3220 \pm 30 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1,288 \pm 0,064 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 3600 \pm 36 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1,440 \pm 0,072 \text{ Тл}$	Остаточная индукция * $\Phi_{\text{ост}}(H_{\max}) = 3700 \pm 40 \text{ мкВб}$ $B_{\text{ост}}(H_{\max}) = 1,480 \pm 0,074 \text{ Тл}$
Коэрцитивная сила $H_c, \text{ A/м}$ 91-103 Начальная магнитная проницаемость не менее 600 Максимальная магнитная проницаемость не менее 5400		

Примечание: * – типичные абсолютные погрешности измерения потока (определяются погрешностью микроверметра) и индукции (определяются погрешностями измерения потока и площади сечения образца); $w_1=20$ – число витков намагничивающей обмотки.

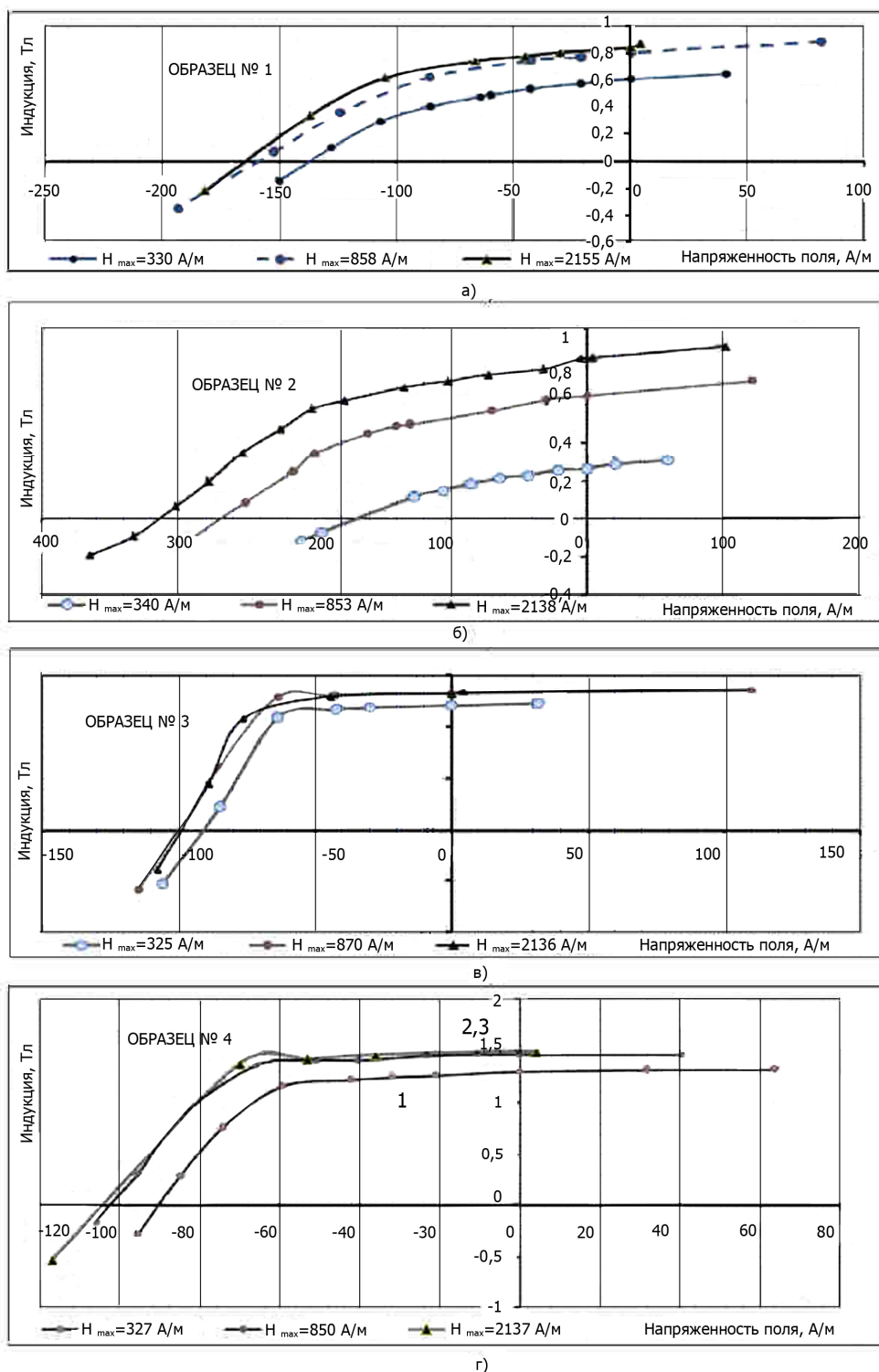


Рис. 3. Второй квадрант частных петель гистерезиса при различных значениях $H_{\max}$:
а, б, в, г – образцы-тороиды 1, 2, 3, 4 соответственно

Подробный анализ влияния предыстории получения образцов исследуемых магнитно-мягких материалов на уровень их магнитных характеристик проведен в работах [1-3, 8], здесь же отметим следующее. Образец-тороид 1, не подвергавшийся горячей штамповке, обладает относительно невысоким уровнем магнитной проницаемости и максимальной индукции; у холоднопрес-

сованного образца-тороида 2, подвергнутого горячей штамповке без последующего отжига, величина индукции возрастает, величина максимальной магнитной проницаемости достигает значений примерно 1050 Гс/э, коэрцитивная сила также увеличивается, достигая значений примерно 300 А/м, что связано с особенностями структуры (Fe – P)-порошковых материалов (пористость+субструктура) и их дефектностью [8].

В то же время применение высокотемпературного отжига материалов после горячей штамповки (образцы-тороиды 3,4) позволяет не только увеличить значения максимальной индукции материала (для данного $H_{\max}$), его остаточной индукции и магнитной проницаемости, но и существенно (до 100 А/м) уменьшить коэрцитивную силу.

Установлено, что с изменением технологической схемы наблюдается изменение максимальной и остаточной индукции при заданном максимальном поле, а также коэрцитивной силы материала (см. табл. 2). Спекание холоднопрессованного материала (образец-тороид 1) приводит к умеренному значению коэрцитивной силы материала, а также к пониженному значению максимальной и остаточной индукции даже для петли, приближающейся к предельной, что обусловлено высокой пористостью образца. Горячая штамповка без последующего отжига и перекристаллизации (образец-тороид 2) вследствие уплотнения материала и возникновения в нем значительных механических напряжений обуславливает увеличение не только максимальной индукции, но также и коэрцитивной силы, что затрудняет намагничивание образцов в умеренных полях (~2200 А/м) до состояния, приближающегося к предельному. И только использование высокотемпературного отжига (образцы-тороиды 3,4) приводит как к существенному росту значений максимальной и остаточной индукции, так и к значительному снижению величины коэрцитивной силы материалов. Из полученных результатов следует, что магнитные свойства порошкового материала являются структурно-чувствительными и существенно зависят от технологических режимов изготовления образцов, при этом пористость не является основным фактором, определяющим уровень магнитных свойств.

Отмеченные нами особенности формирования магнитных свойств удовлетворительно согласуются с результатами атомно-силовых исследований изменения состояния поверхности образцов материалов методом сканирующей зондовой микроскопии. Установлено, что повышение степени деформационно-термического воздействия на испытываемые образцы приводит к немонокотонному изменению величины фрактальной размерности (см. табл. 1). Сопоставление результатов измерения величины коэрцитивной силы в зависимости от технологической схемы изготовления образца с данными об изменении фрактальной размерности, показывает, что в схеме: холодное прессование + спекание → холодное прессование + ДГП → холодное прессование + ДГП + отжиг → холодное прессование + спекание + ДГП + отжиг, величина коэрцитивной силы меняется соответственно по схеме: 110-160 → 170-310 → 80-100 → 80-100 А/м в полях напряженностью 330, 860 и 2160 А/м и соответствует темпу и знаку изменения величины D . Аналогичная картина наблюдается и для величины максимальной магнитной проницаемости, также являющейся структурно-чувствительной характеристикой.

Таким образом, анализ результатов исследований сечений поверхностей образцов позволяет сделать вывод о существовании областей поверхностей, обладающих фрактальными свойствами. Это подтверждается дробными значениями размерности по всем исследованным сечениям поверхности порошковых образцов. Отметим при этом, что значения фрактальной размерности сечений удовлетворяют условию $1 \leq D \leq 2$. Наличие минимальных значений D определяется, по-видимому, погрешностью используемых алгоритмов обработки изображения и может интерпретироваться как приближение показателя фрактальной размерности к топологической размерности линии.

Изменение показателя фрактальной размерности поверхности образцов с различной технологической наследственностью нужно, по-видимому, связывать с изменениями намагниченности, вызванными внутренними деформациями и включениями, что полностью согласуется с теоретическими положениями [9].

Заключение. Показана возможность использования топологии поверхности порошковых материалов в качестве функции отклика процессов, ответственных за ее формирование. Концептуально использование теории фракталов позволяет прогнозировать изменение уровня магнитных свойств (коэрцитивной силы и максимальной магнитной проницаемости) порошковых материалов, однако, для инженерного использования требуется наработка массива экспериментального материала и совершенствование методик оценки показателя фрактальной размерности.

Библиографический список

1. Кем А.Ю. Мёссбауэровские и магнитные исследования горячештампованного порошкового магнитно-мягкого материала Fe – P / А.Ю. Кем, Чан Мань Тунг, В.В. Китаев // Вестн. Донск. гос. ун-та. – 2010. – №5. – С.700-712.
2. Кем А.Ю. Формирование магнитных свойств порошковых магнитно-мягких (Fe – P) материалов, аналогов технического железа / А.Ю. Кем, Чан Мань Тунг, В.В. Китаев // Новые перспективные материалы и технологии их получения (НПМ-2010): сб. тр. 5-й междунар. науч. конф. – Волгоград: Изд-во ВГТУ, 2010. – С. 252-254.
3. Кем А.Ю. Об особенностях эволюции петли гистерезиса порошковых магнитно-мягких материалов системы (Fe – P) / А.Ю. Кем, Чан Мань Тунг, В.В. Китаев // Тр. РГУПС. – 2010. – №3(12). – С. 49-53.
4. Иванова В.С. Синергетика и фракталы в материаловедении / В.С. Иванов. – М.: Наука, 1994. – 383 с.
5. Севостьянова И.Н. Фрактальные характеристики поверхности пластически деформированного композита карбид вольфрама – железомарганцевая сталь / И.Н. Севостьянова, С.Н. Кульков // ЖТФ. – 2003. – Т. 73, вып. 2. – С. 81-86.
6. Кем А.Ю. Процессы спекания и фрактальность порошковых материалов на основе алюминия / А.Ю. Кем, Л.А. Арестова // ФиХОМ. – 2010. – №6. – С. 51-56.
7. Мосолов А.Б. Фракталы, скейлы и геометрия пористых материалов / А.Б. Мосолов, О.Ю. Динариев // ЖТФ. – 1988. – Т. 58, вып. 2. – С. 157-163.
8. Чан Мань Тунг. Особенности формирования комплекса магнитных свойств порошкового Fe – P материала – аналога технического железа, полученного горячей объемной штамповкой пористой заготовки: автореф. дисс... канд. техн. наук. – Ростов н/Д, 2010. – 25 с.
9. Киттель К. Физическая теория доменной структуры ферромагнетиков / К. Киттель // УФН. – 1950. – Т. XL1, вып. 4. – С. 453-544.

Материал поступил в редакцию 28.12.10.

References

1. Kem A.Y. Messbauerovskie i magnitnye issledovaniya goryacheshtampovannogo poroshkovogo magnitno-myagkogo materiala Fe – P / A.Y. Kem, Chan Man' Tung, V.V. Kitaev // Vestn. Donsk. gos. un-ta. – 2010. – №5. – S. 700-712. – In Russian.
2. Kem A.Y. Formirovanie magnitnykh svoystv poroshkovykh magnitno-myagkikh (Fe – P) materialov, analogov tehniceskogo jeleza / A.Y. Kem, Chan Man' Tung, V.V. Kitaev // Novye perspektivnye materialy i tehnologii ih polucheniya (NPM-2010): sb. tr. 5-i mejdunar. nauch. konf. – Volgograd: Izd-vo VGTU, 2010. – S. 252-254. – In Russian.
3. Kem A.Y. Ob osobennostyakh evolyucii petli gisterezisa poroshkovykh magnitno-myagkikh materialov sistemy (Fe – P) / A.Y. Kem, Chan Man' Tung, V.V. Kitaev // Tr. RGUPS. – 2010. – №3(12). – S. 49-53. – In Russian.
4. Ivanova V.S. Sinergetika i fraktaly v materialovedenii / V.S. Ivanov. – M.: Nauka, 1994. – 383 s. – In Russian.
5. Sevost'yanova I.N. Fraktal'nye harakteristiki poverhnosti plasticheski deformirovannogo kompozita karbid vol'frama – jelezomargancevaya stal' / I.N. Sevost'yanova, S.N. Kul'kov // JTF. – 2003. – T. 73, vyp. 2. – S. 81-86. – In Russian.
6. Kem A.Y. Processy spekaniya i fraktal'nost' poroshkovykh materialov na osnove alyuminiya / A.Y. Kem, L.A. Arestova // FiHOM. – 2010. – №6. – S. 51-56. – In Russian.
7. Mosolov A.B. Fraktaly, skeily i geometriya poristykh materialov / A.B. Mosolov, O.Y. Dinariev // JTF. – 1988. – T. 58, vyp. 2. – S. 157-163. – In Russian.
8. Chan Man' Tung. Osobennosti formirovaniya kompleksa magnitnykh svoystv poroshkovogo Fe – P materiala – analoga tehniceskogo jeleza, poluchennogo goryachei ob'emnoi shtampovkoi poristoi zagotovki: avtoref. diss... kand. tehn. nauk. – Rostov n/D, 2010. – 25 s. – In Russian.
9. Kittel' K. Fizicheskaya teoriya domennoi struktury ferromagnetikov / K. Kittel' // UFN. – 1950. – T. XLI, vyp. 4. – S. 453-544. – In Russian.

SURFACE MAGNETIC PROPERTIES AND FRACTALITY OF Fe-P POWDER MATERIAL – IRON ANALOGUE RECEIVED BY POROUS WORKPIECE FORGING

A.Y. KEM

(Don State Technical University)

Connection of the surface fractality factor with formation features of the magnetic properties of powder soft-magnetic materials of Fe-P system under hot-stamping is shown.

Keywords: soft-magnetic materials, Fe-P system, magnetic conductivity, coercitive force, induction, fractality, surface.