

DOI: 10.26896/1028-6861-2017-83-12-29-33

УДК (UDC) 621.762

ФРАКТАЛЬНАЯ СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МАГНИТОМЯГКОГО ПОРОШКОВОГО МАТЕРИАЛА СИСТЕМЫ ЛЕГИРОВАНИЯ Fe-P

© Александр Юрьевич Кем

Донской государственный технический университет, г. Ростов-на-Дону, Россия; e-mail: akem@donstu.ru

Статья поступила 17 января 2017 г.

Показана возможность использования теории фракталов — самоподобных множеств дробной размерности — для анализа процессов, протекающих в магнитомягких материалах системы легирования Fe-P, получаемых методами порошковой металлургии (ММПМ). Рассмотрены технологические схемы получения ММПМ, отличающиеся степенью деформационно-термического воздействия на консолидируемый порошковый материал. Представлены результаты магнитных измерений, трехмерной реконструкции поверхности ММПМ и обработки сечений сканирования. Для установления связи между длиной линии сканирования в заданном сечении, расстоянием между точками сканирования в том же сечении, параметрами масштабирования и величиной фрактальной размерности топографию поверхности исследовали с помощью сканирующего зондового микроскопа. На основе выявленных особенностей формирования магнитных свойств ММПМ, обусловленных предисторией их получения, сделан вывод о применимости теории фракталов при получении материалов с заданными свойствами. Результаты оценки топографических свойств поверхности и ее геометрических характеристик использовали для исследования связи между технологическими особенностями изготовления, фрактальной структурой и магнитными свойствами ММПМ.

Ключевые слова: магнитно-мягкие материалы; порошковая металлургия; система легирования Fe-P; магнитная проницаемость; коэрцитивная сила; индукция; фрактальная размерность; поверхность; кривая сканирования.

FRactal Structure and Properties of Soft Magnetic Powder Material of the Alloying System Fe-P

© Aleksandr Yu. Kem

Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russia; e-mail: akem@donstu.ru

Submitted January 17, 2017.

The necessity of using theory of fractals — self-similar sets of fractional dimension — for analysis of the processes occurring in soft magnetic powder materials (SMPM) of the Fe-P alloying system which determine a body of their magnetic properties is shown. Flow diagrams for SMPM production, differing in the degree of deformation and thermal impact on the consolidating powder material of the Fe-P alloying system, methodology and results of magnetic measurements are considered. The technique of studying SMPM surface topography with a scanning probe microscope, providing a link between the length of the scan line L in a desired section, distance between the scanning point R in the same section, scaling parameters and fractal dimension D are presented, as well as the results of three-dimensional surface reconstruction and scanning data processing. The revealed features of formation of the magnetic properties of SMPM attributed to the history of their production, the use of proven methods of measuring the magnetic properties of soft magnetic materials obtained by the proved technology used in powder metallurgy, demonstrated the possibility of using theory of fractals in production of the materials with desired properties to form a link between the technological features of the manufacture, fractal structure and magnetic properties of SMPM through determination of the topographic properties and geometric characteristics of the surface.

Keywords: soft magnetic materials; powder metallurgy; Fe-P alloying system; magnetic permeability; coercive force; induction; fractal dimension; surface; scanning curve.

Особенности формирования магнитных свойств магнитомягких материалов системы Fe-P, полученных по технологиям порошковой металлургии (ММПМ) обусловлены предисторией их получения (режимами прессования и спекания, пластической деформации и отжига) [1].

Известно, что совокупная консолидация порошковых пористых систем приводит к изменению их поверхностной структуры [2]. В связи с этим связь между составом, фрактальной структурой и свойствами ММПМ можно выявить путем оценки топографических характеристик поверхности [3, 4].

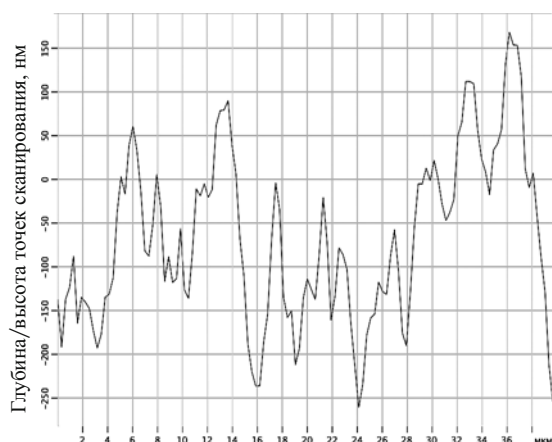


Рис. 1. Типовая кривая рельефа участка поверхности образца ММПИМ

Большой интерес представляет использование теории фракталов — самоподобных множеств дробной размерности — для анализа процессов, протекающих в порошковых пористых системах и приводящих к изменению их поверхностной структуры, например, формированию деформационного рельефа [5 – 7].

Цель работы — исследование взаимосвязи магнитных свойств ММПИМ системы Fe-P и фрактальной размерности их поверхности.

В качестве исходного материала для изготовления образцов ММПИМ использовали порошок марки PASC60 (Швеция), представляющий собой смесь порошка марки ASC 100.29 и феррофосфора (массовая доля фосфора в образцах составляла 0,59 – 0,66 %).

Образцы-тороиды для исследования магнитных свойств получали по следующим технологическим схемам [1]: 1) холодное прессование PASC 60 с последующим спеканием прессовок при 1150 °С в течение 2 ч; 2) горячая штамповка (ДГП) при 1100 °С заготовок, полученных по схеме 1 (время остывания заготовок — 5 – 7 мин); 3) отжиг при 1100 °С в течение 2 ч образцов, полученных по схеме 2; 4) холодное прессование PASC 60 без спекания с последующими ДГП при 1100 °С (время остывания — 5 – 7 мин) и отжигом образцов при 1100 °С (2 ч).

Максимальную индукцию $B_{\max}$ в полях напряженностью H до 2500 А/м, остаточную индукцию B_r , коэрцитивную силу H_c , начальную μ_n и максимальную магнитную проницаемость $\mu_{\max}$ определяли по стандартной методике [1]. Количество образцов, изготовленных по каждой из технологических схем, составляло не менее пяти. Максимальный и минимальный результаты магнитных измерений из дальнейшей обработки исключали. Топографию поверхности исследовали с помощью сканирующего зондового микроскопа NT-MTD (Россия).

Связь между длиной линии сканирования L в заданном сечении, расстоянием между точками сканирования R в том же сечении, масштабом по осям a и

величиной фрактальной размерности D поверхности ММПИМ выражается уравнением [8, 9]

$$L = a(R/a)^D.$$

Очевидно, что

$$\ln(L/a) = D \ln(R/a).$$

На рис. 1 представлена типичная кривая рельефа участка поверхности образца ММПИМ, полученного по технологической схеме 1.

Для определения фрактальной размерности поверхности на основе результатов анализа исследуемых сечений использовали следующее выражение:

$$D = \frac{\ln(L/b)}{\ln(R/a_a)},$$

где b — приведенный коэффициент масштабирования; a_a — масштаб по оси абсцисс.

Вначале по результатам сканирования с помощью курвиметра определяли длину кривой сканирования в заданном сечении. Затем на кривую на диаграмме сканирования накладывали отрезки, соответствующие шагу измерений по оси абсцисс, и определяли их количество n . Приведенный коэффициент масштабирования b находили как отношение высоты ячейки по оси ординат S к ее ширине по оси абсцисс C_n . Величину масштаба M принимали равной 1000. Длину кривой сканирования L_p рассчитывали по формуле

$$L_p = n C_n M.$$

Масштаб по оси абсцисс a_a принимали равным единице. После этого определяли длину кривой сканирования с учетом масштабирования.

Трехмерная реконструкция поверхности образцов исследуемых материалов представлена на рис. 2, а результаты обработки данных сканирования — в табл. 1.

Погрешность измерения $L_{\text{кд}}$ не превышала $\pm 1,0$ мм ($\pm 0,2 - 0,8$ % ее максимальной длины). Итоговая суммарная погрешность определения величины фрактальной размерности D составила около ± 3 % [с учетом погрешности измерения линейных размеров S и C_n (около ± 1 %) и определения количества отрезков, укладываемых на курвидлину (± 1 %)]. Погрешность расчетов длины кривой сканирования не превышала ± 1 %.

Результаты магнитных исследований представлены в табл. 2. Зависимости индукции от напряженности поля для второго квадранта частных петель гистерезиса исследуемых образцов — на рис. 3.

Измерение параметров частных петель гистерезиса обусловлено тем, что полную петлю гистерезиса каждого образца снимали отдельными фрагментами с завершением замкнутого магнитного цикла и фиксацией дрейфа нуля микроверметра после вы-

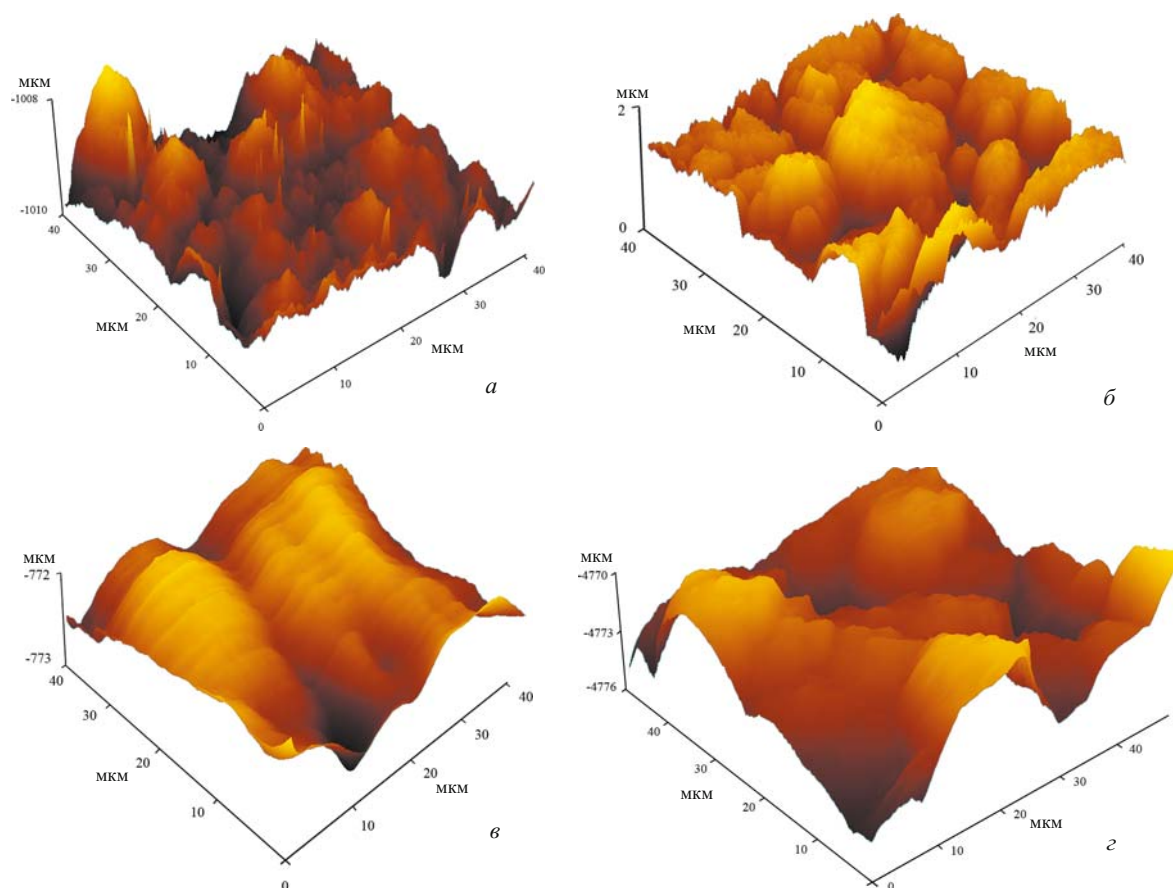


Рис. 2. Реконструкция трехмерного изображения участков поверхности: а – г — образцы, изготовленные по технологическим схемам 1 – 4 соответственно

полнения всего массива измерений для каждого из фрагментов.

Подробный анализ влияния предыстории получения образцов ММПМ на их магнитные характеристики проведен в [1 – 10].

Образцы, полученные по технологической схеме 1 (не подвергавшиеся горячей штамповке), имели относительно невысокие уровни магнитной проницаемо-

сти и максимальной индукции (см. табл. 2). Для холодно-прессованных образцов, подвергнутых горячей штамповке без последующего отжига (схема 2), величина индукции возрастала, максимальная магнитная проницаемость достигала примерно 1050, коэрцитивная сила также росла (около 300 А/м), что связано с особенностями структуры (Fe-P)-порошковых материалов и их дефектностью [10]. В то же время высоко-

Таблица 1. Результаты обработки данных сканирования поверхности исследуемых материалов (цена отрезка по оси сканирования C_ϕ — 2, базовая длина участка сканирования R — 38 мкм)

Технологическая схема	Длина кривой сканирования в заданном сечении $L_{\text{кд}}$, мм	Высота ячейки по оси ординат S , мм	Ширина ячейки по оси абсцисс C_Π , мм	Приведенный коэффициент масштабирования b	Количество отрезков, укладываемых на $L_{\text{кд}}$ ($L_{\text{кд}}/C_\Pi$)	Расчетная длина кривой сканирования L_p , мкм ($C_\phi n$)	Длина кривой сканирования с учетом масштабирования L , мкм	Величина фрактальной размерности D	Среднее значение D
1	600	11,4	6,55556	1,74	91,53	183,051	105,20	1,280	1,341
	533	8,8182	6,5385	1,35	81,52	163,034	120,77	1,318	
	1031	11,625	6,625	1,75	155,47	310,943	177,68	1,424	
2	724	11,8	6,64	1,78	109,04	218,072	122,51	1,322	1,303
	532	9,222	6,65	1,39	80,00	160,0	115,11	1,305	
	429	8,111	6,65	1,22	64,51	129,023	105,76	1,281	
3	424	15,15	6,7333	2,25	62,97	125,941	55,97	1,106	1,151
	316	10,0	6,7333	1,49	46,93	93,862	62,99	1,139	
	335	8,286	6,7222	1,23	49,83	99,670	81,03	1,208	
4	259	6,462	6,7143	0,96	38,57	77,149	80,36	1,206	1,216
	297	6,5	6,8	0,96	41,03	82,059	85,48	1,223	
	259	6,1	6,7273	0,91	38,50	77,0	84,62	1,220	

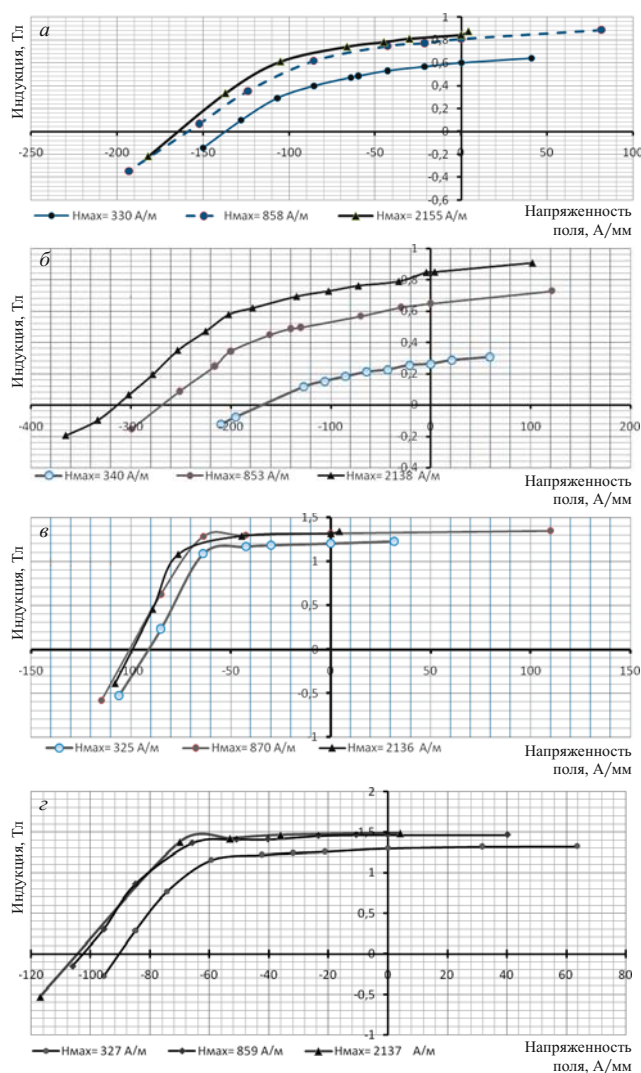


Рис. 3. Второй квадрант частных петель гистерезиса при различных значениях $H_{\max}$ для образцов, полученных по технологическим схемам 1 – 4 (а – г)

температурный отжиг после горячей штамповки (схемы 3, 4) позволяет не только увеличить максимальную индукцию материала (для данного $H_{\max}$), его остаточ-

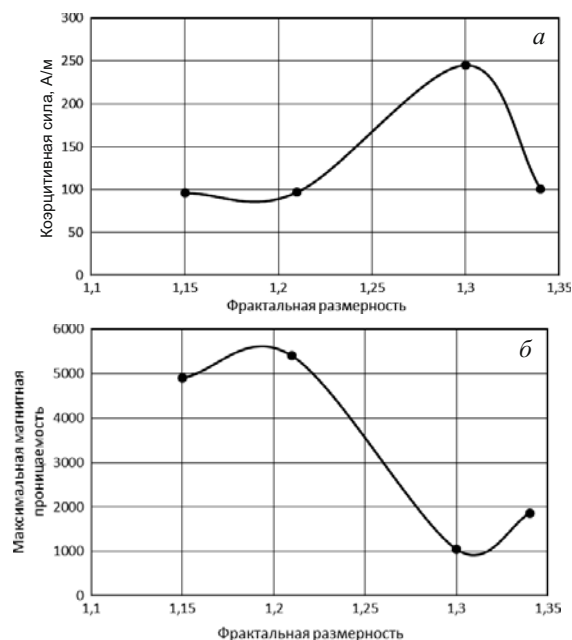


Рис. 4. Зависимость коэрцитивной силы (а) и максимальной магнитной проницаемости (б) от фрактальной размерности

ную индукцию и магнитную проницаемость, но и существенно (до 100 А/м) уменьшить коэрцитивную силу.

С изменением технологической схемы максимальная и остаточная индукция при заданном максимальном поле, а также коэрцитивная сила материала менялись. Так, спекание холоднопрессованного материала (схема 1) приводит к умеренному значению коэрцитивной силы и пониженным значениям максимальной и остаточной индукций даже для петли гистерезиса, приближающейся к предельной, что обусловлено высокой пористостью образца. Горячая штамповка без последующего отжига и рекристаллизации (схема 2) вследствие уплотнения материала и возникновения значительных механических напряжений обуславливает рост максимальной индукции и коэрцитивной силы, что затрудняет намагничивание образцов в уме-

Таблица 2. Результаты измерений магнитных свойств образцов ММПИМ (число витков намагничивающей обмотки $w_1 = 20$)

Технологическая схема	Сила тока $I_{\max}$, А	Напряженность поля $H_{\max}$, А/м	Магнитный поток, мкВб		Индукция, Тл		Коэрцитивная сила, А/м	Магнитная проницаемость	
			Max	Ост	Max	Ост		Нач	Max
1	1,53	327	2288 ± 25	1792 ± 20	$0,763 \pm 0,038$	$0,60 \pm 0,03$	137 – 165	Не менее 350	Не менее 1850
	4,01	867	3167 ± 30	2398 ± 25	$1,058 \pm 0,053$	$0,801 \pm 0,040$			
	10,07	2155	3660 ± 40	2528 ± 25	$1,223 \pm 0,060$	$0,845 \pm 0,042$			
2	1,60	340	1045 ± 10	650 ± 7	$0,418 \pm 0,022$	$0,260 \pm 0,013$	175 – 315	Не менее 250	Не менее 1050
	4,06	860	2420 ± 25	1620 ± 20	$0,968 \pm 0,050$	$0,648 \pm 0,032$			
	10,07	2138	3580 ± 38	2000 ± 20	$1,432 \pm 0,070$	$0,800 \pm 0,040$			
3	1,56	331	3480 ± 35	3350 ± 35	$1,265 \pm 0,063$	$1,218 \pm 0,060$	92 – 100	Не менее 600	Не менее 4900
	4,05	860	3880 ± 40	3600 ± 40	$1,411 \pm 0,070$	$1,309 \pm 0,065$			
	10,06	2136	4100 ± 40	3700 ± 40	$1,491 \pm 0,075$	$1,345 \pm 0,070$			
4	1,54	327	3500 ± 30	3220 ± 30	$1,400 \pm 0,07$	$1,288 \pm 0,064$	91 – 103	Не менее 600	Не менее 5400
	4,05	859	3915 ± 40	3600 ± 36	$1,566 \pm 0,078$	$1,440 \pm 0,072$			
	10,07	2137	4190 ± 40	3700 ± 40	$1,676 \pm 0,080$	$1,480 \pm 0,074$			

ренных полях (~2200 А/м) до состояния, близкого к предельному. И только высокотемпературный отжиг (схемы 3, 4) приводит к существенному увеличению максимальной и остаточной индукций и значительно уменьшению коэрцитивной силы. Из полученных данных следует, что магнитные свойства порошкового материала структурно зависимы, т.е. в большой степени зависят от технологических режимов его изготовления.

Выявленные особенности формирования магнитных свойств удовлетворительно согласуются с результатами исследования поверхности образцов методом сканирующей зондовой микроскопии. Установлено, что повышение степени деформационно-термического воздействия (холодное прессование + штамповка → спекание + отжиг) приводит к немономонному изменению величины фрактальной размерности (см. табл. 2).

На рис. 4 для исследуемых образцов представлены зависимости коэрцитивной силы и максимальной магнитной проницаемости от фрактальной размерности.

Таким образом, результаты исследований топографии поверхностей образцов ММПМ показывают, что существуют области поверхности, обладающие фрактальными свойствами, а фрактальные характеристики можно использовать в качестве функции отклика процессов, ответственных за ее (поверхности) формирование. Это подтверждается дробными значениями размерности по всем сечениям. При этом значения фрактальной размерности 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. В то же время изменение показателя D , вероятно, связано с изменениями намагниченности, вызванными незавершенностью процессов совокупной консолидации (прессование + спекание + горячая штамповка + высокотемпературный отжиг). В этом случае процессы обработки сопровождаются образованием напряжений и выделением включений, понижающих уровень магнитных свойств [11].

ЛИТЕРАТУРА

1. Кем А. Ю., Китаев В. В. Исследование свойств порошковых материалов системы Fe-P методами статистических магнитных измерений / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. Т. 82. № 11. С. 57 – 62.

2. Кем А. Ю., Арестова Л. А. Процессы спекания и фрактальность порошковых материалов на основе алюминия / ФиХОМ. 2010. № 6. С. 51 – 56.
3. Иванова В. С. Синергетика и фракталы в материаловедении. — М.: Наука, 1994. — 383 с.
4. Севостьянова И. Н., Кульков С. Н. Фрактальные характеристики поверхности пластически деформированного композита карбид вольфрама — железомарганцевая сталь / ЖТФ. 2003. Т. 73. Вып. 2. С. 81 – 86.
5. Кульков С. Н., Миронов Ю. П. Фрактальная размерность поверхности при деформационном мартенситном превращении в никелиде титана / ЖТФ. 2004. Т. 74. Вып. 4. С. 129 – 132.
6. Мосолов А. Б., Динариев О. Ю. Фракталы, скейлы и геометрия пористых материалов / ЖТФ. 1988. Т. 58. Вып. 2. С. 157 – 163.
7. Кем А. Ю. Современные приложения теории фракталов. Ч. 1. Общие положения концепции фрактала. — Ростов-на-Дону. Деп. в ВИНТИ 28.04.09. 2009. № 265. — 60 с.
8. Олемской А. И., Флат А. Я. Использование концепции фрактала в физике конденсированной среды / Успехи физических наук. 1993. Т. 163. № 12. С. 1 – 50.
9. Смирнов Б. М. Фрактальные кластеры / Успехи физических наук. 1986. Т. 149. № 2. С. 177 – 219.
10. Чан Мань Тунг. Особенности формирования комплекса магнитных свойств порошкового Fe-P материала — аналога технического железа, полученного горячей объемной штамповкой пористой заготовки: автореферат дисс. ... канд. техн. наук. — Ростов-на-Дону, 2010. — 25 с.
11. Киттель К. Физическая теория доменной структуры ферромагнетиков / УФН. 1950. Т. XLI. Вып. 4. С. 453 – 544.

REFERENCES

1. Kem A. Yu., Kitaev V. V. Methods of measurement of static magnetic properties of powder materials of Fe-P / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2016. Vol. 82. N 11. P. 57 – 62 [in Russian].
2. Kem A. Yu., Arestova L. A. Processes of sintering and fractal properties of powder materials based on aluminum / FiKhOM. 2010. N 6. P. 51 – 56 [in Russian].
3. Ivanova V. S. Synergetics and fractals in materials science. — Moscow: Nauka, 1994. — 383 p. [in Russian].
4. Sevost'yanova I. N., Kul'kov S. N. Fractal characteristics of the surface of plastically deformed composite tungsten carbide — iron-manganese steel / Zh. Teor. Fiz. 2003. Vol. 73. Issue 2. P. 81 – 86 [in Russian].
5. Kul'kov S. N., Mironov Yu. P. The fractal dimension of the surface during deformation of martensitic transformation in titanium nickelide / Zh. Teor. Fiz. 2004. Vol. 74. Issue 4. P. 129 – 132 [in Russian].
6. Mosolov A. B., Dinariyev O. Yu. Fractals, scale and geometry of porous materials / Zh. Teor. Fiz. 1988. Vol. 58. Issue 2. P. 157 – 163.
7. Kem A. Yu. Modern applications of the theory of fractals. Part 1. General provisions of the concept of a fractal. — Rostov-na-Donu, 2009. — 60 p. [in Russian].
8. Olemskoi A. I., Flat A. Ya. The use of the concept of the fractal in the physics of condensed matter / Usp. Fiz. Nauk. 1993. Vol. 163. N 12. P. 1 – 50 [in Russian].
9. Smirnov B. M. Fractal clusters / Usp. Fiz. Nauk. 1986. Vol. 149. N 2. P. 177 – 219 [in Russian].
10. Chan Man Tung. Features of formation of the complex magnetic properties of the powder Fe-P material — technical analogue of iron obtained by hot die forging of porous billets. Author's abstract of candidate's thesis. — Rostov-na-Donu, 2010. — 25 p. [in Russian].
11. Kittel' K. Physical theory of the domain structure of ferromagnets / UFN. 1950. Vol. XLI. Issue 4. P. 453 – 544 [in Russian].