

Магнитные свойства композиционных магнитомягких материалов на основе железного порошка с многослойным изоляционным покрытием

Г. А. Говор, А. О. Ларин, О. Ф. Демиденко, А. Л. Желудкевич

Исследованы магнитные свойства композиционных магнитомягких (soft magnetic composite — SMC) материалов на основе порошка железа ABC100.30 в зависимости от толщины изоляционного покрытия на основе оксида фосфора. Обнаружено, что для SMC-материалов с трехслойным покрытием частиц величина магнитного гистерезиса минимальна. В результате потери на перемагничивание для материалов с трехслойным изоляционным покрытием уменьшаются на порядок по сравнению с композитами на основе порошков с однослойным покрытием частиц. Разработанные материалы с магнитной проницаемостью $\mu = 100 - 150$ и индукцией до 1,8 Тл перспективны для использования в частотном диапазоне до 1 МГц при изготовлении различного рода электротехнических устройств.

Ключевые слова: SMC-материал, изоляционное покрытие, намагниченность насыщения, магнитная проницаемость, электромагнитные потери.

DOI: 10.30791/1028-978X-2023-5-66-71

Введение

Магнитомягкие композиционные (SMC) материалы в настоящее время получают все большее распространение благодаря существенным преимуществам по сравнению с традиционными металлическими ламинированными магнитомягкими материалами [1, 2]. Это и изотропность в прохождении магнитного потока, минимальное значение вихревых потерь, технологичность и безотходность производства и ряд других преимуществ. Все это открывает возможность производства с применением компонентов на их основе двигателей с поперечным или осевым потоком, изготовление которых из листов обычного ламинированного железа было бы невозможным или очень дорогим. Возможность создания сложных трехмерных траекторий потока была успешно использована при производстве двигателей с клешневым полюсом и высоким крутящим моментом. Все эти достоинства SMC-материалов в особенности проявляются при переходе на высокочастотный рабочий диапазон [3, 4].

В настоящее время работы по поиску и исследованию функциональных свойств композиционных магнитомягких материалов проводятся в различных научных центрах мира [5, 6]. Наибольшие успехи были достигнуты компанией Hogenas AB, выпускающей коммерческие SMC-материалы, например, Somaloy, получаемые с использованием особо чистых железных порошков и изоляции на основе оксида фосфора [7, 8]. Однако, отдельные параметры, в первую очередь это потери на перемагничивание, а также их высокая стоимость не совсем устраивают потребителей. В этой связи представляет интерес разработка SMC-материалов с использованием недорогих серийных особо чистых железных порошков, например, ABC100.30.

В тоже время одним из важных вопросов, требующих изучения и исследований, является оптимизация толщины изоляционного покрытия частиц порошка основы, которая определяет основные магнитные параметры, такие как, максимальная индукция и потери на перемагничивание.

Цель настоящей работы — разработка технологии получения и исследование свойств маг-

нитомягкого композиционного материала при оптимальном выборе толщины изоляционного покрытия.

Методика эксперимента

Технология изготовления изолированных порошков SMC-материалов и создание из них изделий представляет собой многостадийный процесс, включающий следующие основные операции. На первой стадии проводится операция по реакционному нанесению изоляционных покрытий из газовой фазы при температуре 150 – 200 °С [9]. Для того, чтобы получать капсулированные материалы с хорошими электротехническими характеристиками очень важно, чтобы исходные металлические порошки имели высокую химическую чистоту. Таким требованиям удовлетворяет водно-атомизированный порошок железа ABC100.30, в состав которого входит небольшое количество углерода (0,002 масс. %) и кислорода (0,05 масс. %). Порошок железа переводится во взвешенное состояние в газовой среде, содержащей пары наносимого оксидного материала вместе с парами растворителя. Пары растворителя, в качестве которых использовали этанол, бензин, ацетон, изопропиловый спирт и другие, постепенно откачивают из реактора. В данной работе исследовались композитные материалы на основе особо чистого железного порошка ABC100.30 с размером частиц меньше 100 мкм. На поверхность частиц железа наносили оксид фосфорное изоляционное покрытие. Изоляционное покрытие при этом формировалось в виде одного слоя, двух и трех слоев. Толщина одного слоя изоляционного покрытия в каждом случае определялась исходя из удельной поверхности частиц железа, объема вводимого окислителя, времени нанесения. Толщина однослойного покрытия составляла порядка 1 нм, двухслойного — 2 нм, трехслойного покрытия — 3 нм. Частицы водно-атомизированного железа имеют довольно сложную морфологию иррегулярной формы, что определяет некоторую условность понятия толщины изоляционного покрытия.

Вторая стадия представляет собой операцию по нанесению на поверхность изолированных частиц железа смазки на основе восков в количестве не превышающем 0,025 масс. % в реакторе при температуре 150 – 200 °С при постоянной вакуумной откачке до значений давления от 1 до 10 Па. Далее путем гидростатического прессования изолированных порошков изготавливают изделия в специальных пресс-формах под давлением 0,7 –

0,8 ГПа при нормальных условиях. Спрессованные изделия подвергали термообработке для нормализации физических параметров. Отжиг изделий проводили при температуре 600 °С в течение 1 – 1,5 ч в атмосфере азота или на воздухе.

Одним из главных достоинств разработанной технологии является возможность равномерного нанесения изоляционных покрытий и смазки частиц. Кроме того, изделия из композиционного материала по разработанной технологии сохраняют исходные размеры после прессования и последующего отжига.

Для исследования магнитных свойств изготавливали образцы композиционного магнитного материала в виде колец с размерами 24 × 3 × 8 мм из изолированного порошка и затем подвергали отжигу при температуре 600 °С. Плотность готовых изделий была в пределах от 7,4 до 7,45 г/см³.

Измерения магнитных свойств выполняли как на экспресс-магнетометре, так и с помощью калиброванного микровеберметра Ф5050. Величина электромагнитных параметров (электромагнитных потерь, индукции насыщения и магнитной проницаемости) рассчитана из кривых перемагничивания образцов.

Результаты исследований и их обсуждение

На рис. 1 приведены кривые намагничивания SMC-материала на основе железного порошка ABC100.30 с размером частиц меньше 100 мкм и одно-, двух- и трехслойным изоляционным покрытием частиц. Анализ приведённых зависимостей показывает, что увеличение толщины изоляционного покрытия приводит к постепенному снижению величины магнитной индукции. При напряженности магнитного поля 15 кА/м величина индукции составляет 1,75 Тл для композита с однослойным покрытием и 1,5 Тл для композита с трехслойным покрытием частиц железа.

На рис. 2 приведены петли намагничивания SMC-материала с однослойным, двухслойным и трехслойным капсулированием частиц порошка. Видно, что с изменением толщины покрытия наблюдается изменение характера перемагничивания от гистерезисного при капсуляции однослойным покрытием до практически линейного безгистерезисного характера перемагничивания при капсуляции трехслойным изоляционным покрытием.

На рис. 3 приведено изменение величины потерь на перемагничивание в зависимости от магнитной индукции на частоте 1 кГц для SMC-материала на основе капсулированного изоляционным покры-

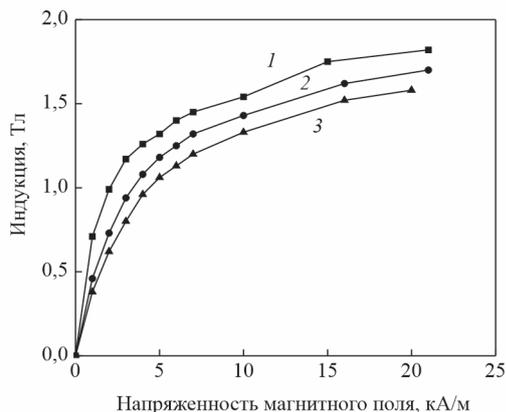


Рис. 1. Кривые намагничивания SMC материала на основе железного порошка ABC100.30 с размером частиц меньше 100 мкм с однослойным изоляционным покрытием частиц на основе оксида фосфора (1), двухслойным покрытием (2) и трехслойным покрытием (3).

Fig. 1. Magnetization curves of SMC-material based on iron powder ABC100.30 with a particle size less than 100 microns for a particles single-layer insulating coating based on phosphorus oxide (1), a two-layer coating (2) and a three-layer coating (3).

тием на основе оксида фосфора порошка однослойным, двухслойным и трехслойным покрытием. Из рис. 3 следует, что однослойное покрытие не обеспечивает качественную изоляцию частиц, что приводит к значительным потерям на перемагничивание. Для обеспечения минимальных потерь на перемагничивание требуется как минимум трехслойное изоляционное покрытие.

Полевые зависимости магнитной проницаемости для SMC-материала на основе железного порошка ABC100.30, капсулированного изоляционным покрытием различной толщины, приведены на рис. 4. Видно, что максимальное значение магнитной проницаемости $\mu_m = 1200$ для материала с капсуляцией однослойным покрытием снижается до величины $\mu_m = 600$ в случае двух- и трехслойного изоляционного покрытия.

Частотные зависимости магнитной проницаемости SMC-материала на основе капсулированного покрытиями различной толщины порошка железа ABC100.30 в диапазоне частот до 1 МГц приведены на рис. 5. Из анализа представленных экспериментальных результатов можно сделать вывод, что величина магнитной проницаемости минимальна для случая капсулирования однослойным покрытием и возрастает до значений $\mu = 120 -$

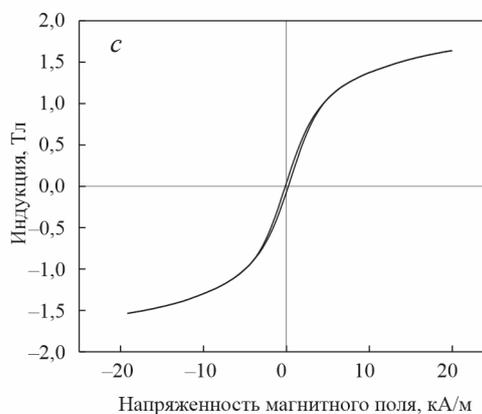
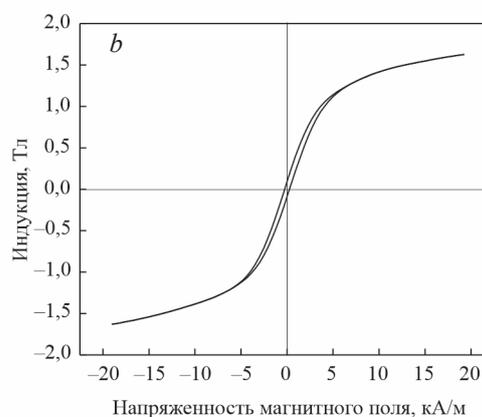
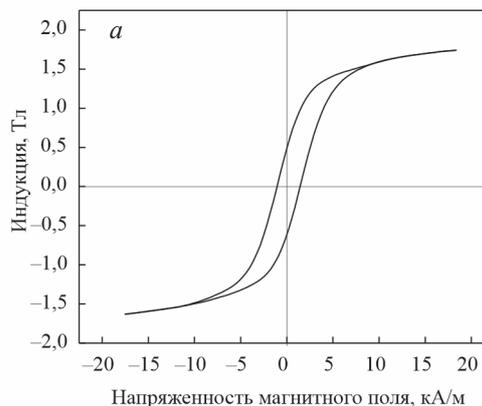


Рис. 2. Петли намагничивания SMC-материала с капсуляцией однослойным (a), двухслойным (b) и трехслойным (c) изоляционным покрытием частиц порошка.

Fig. 2. Magnetization loops of SMC-material with capsulation a single-layer (a), a two-layer (b) and a three-layer (c) insulating coating of powder particles.

130 при капсуляции трехслойным изоляционным покрытием.

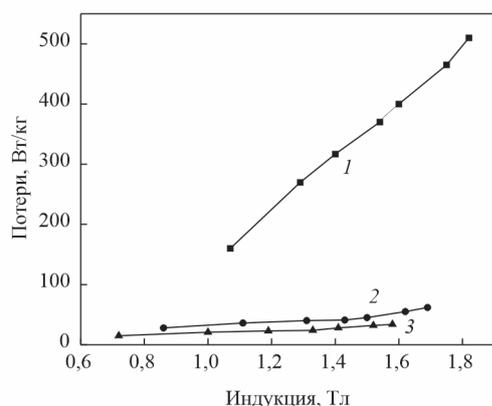


Рис. 3. Изменение величины потерь на перемагничивание в зависимости от величины магнитной индукции на частоте 1 кГц для SMC-материала на основе капсулированного изоляционным покрытием на основе оксида фосфора порошка: 1 — однослойным, 2 — двухслойным, 3 — трехслойным покрытием.

Fig. 3. Change in the magnitude of the remagnetization losses depending on the magnitude of magnetic induction at a frequency of 1 kHz for a SMC-material based on a powder encapsulated by an insulating coating based on phosphorus oxide: 1 — single-layer, 2 — two-layer, 3 — three-layer coating.

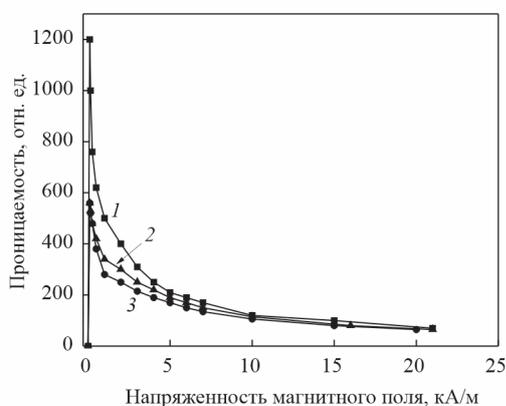


Рис. 4. Полевые зависимости магнитной проницаемости для SMC-материала на основе железного порошка ABC100.30 с однослойным (1), двухслойным (2) и трехслойным покрытием (3).

Fig. 4. Field dependences of magnetic permeability for SMC material based on iron powder ABC100.30 with single-layer (1), two-layer (2) and three-layer coating (3).

Полученные результаты исследований влияния толщины изоляционного покрытия на величину максимальной индукции, коэрцитивной силы, магнитной проницаемости и потерь на перемагничивание полученного SMC-материала на осно-

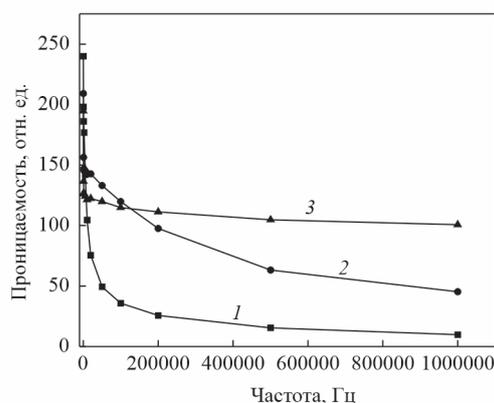


Рис. 5. Частотные зависимости магнитной проницаемости SMC-материала на основе железного порошка ABC100.30 в диапазоне частот до 1 МГц при капсуляции однослойным (1), двухслойным (2) и трехслойным покрытием (3).

Fig. 5. Frequency dependences of magnetic permeability of SMC material based on iron powder ABC100.30 in the frequency range up to 1 MHz for capsulation with a single-layer (1), two-layer (2), and three-layer coating (3).

ве железного порошка ABC100.30 представлены в табл. 1.

Анализ приведенных в табл. 1 результатов исследований основных характеристик SMC-материала на основе капсулированного изолирующим покрытием порошка железа ABC100.30 показыва-

Таблица 1

Основные электромагнитные характеристики SMC-материала на основе железного порошка ABC100.30 в зависимости от толщины изоляционного покрытия частиц

Table 1

The main electromagnetic characteristics of the SMC material based on the iron powder ABC100.30 depending on the thickness of the insulating coating of the particles

Характеристики	Толщина изоляционного покрытия		
	1 слой	2 слоя	3 слоя
Плотность, ρ , г/см ³	7,5	7,45	7,4
Максимальная индукция, B_m , Тл	2,1	1,9	1,8
Коэрцитивная сила, H_c , А/м	100	20	5
Максимальная проницаемость, μ_m	1200	600	600
Проницаемость 1 МГц, μ	10	45	110
Потери, 1 Тл/1 кГц, L , Вт/кг	150	30	20
	1,5 Тл/1 кГц	300	40
			30

ет, что в результате нанесения изоляционного слоя на металлические частицы происходит существенное изменение характера обменного взаимодействия между отдельными железными частицами.

В композиционном магнитомягком материале возможны два вида взаимодействия магнитных частиц друг с другом. Во-первых, обменное взаимодействие, возникающее между двумя ферромагнетиками, разделенными немагнитным диэлектрическим барьером. Во-вторых, рассматривая систему частиц, обладающих магнитными моментами и пространственно разнесенными на некотором расстоянии друг относительно друга, нельзя не принимать во внимание и диполь-дипольное взаимодействие. Можно в этом случае рассматривать капсулированный однослойным покрытием композиционный материал с большим числом каналов проводимости между частицами как магнетик с прямым обменным взаимодействием. Для композиционного материала на основе порошка с трехслойным изоляционным покрытием частиц, где число каналов проводимости минимально, характерно диполь-дипольное взаимодействие.

Выводы

Разработана технология нанесения изоляционных покрытий на частицы металлических порошков с целью создания нового класса магнитомягких материалов с улучшенными характеристиками. Синтезированы SMC-материалы на основе порошков железа ABC100.30 с размером частиц меньше 100 мкм, капсулированных изолирующим покрытием на основе оксида фосфора. Условия синтеза SMC-материалов позволили варьировать толщину покрытия частиц железа путем повторения процесса нанесения несколько раз. Плотность прессованных композитов из SMC-материалов составляла от 7,4 до 7,45 г/см³.

Установлено, что максимальное значение магнитной проницаемости снижается от $\mu_m = 1200$ при однократном нанесении покрытия до $\mu_m = 600$ для трехкратно нанесенного изоляционного покрытия, а потери в поле 1,5 Тл при частоте 1 кГц снижаются в 10 раз. Синтезированные материалы рекомендуются для использования при разработке различного рода высокочастотных электродвигателей, генераторов, дросселей, магнитопроводов и электродов для ВЧ сварки и других применений.

Работа выполнена при поддержке республиканского фонда фундаментальных исследований (договор с БРФФИ № T22M-058 от 08.07.2022).

Литература/References

1. Yan An, Shuai Feng, Guoqing Shao, Wanli Yuan, Kai S Xiaofeng Li, Runhua Fan. Influence of the annealing process on magnetic performance of iron based soft magnetic composites. Eng. Sci., 2020, v. 11, pp. 85 – 91.
2. Wanli Yuan, Kai Sun, Jiahong Tian, Yaping Li, Zongxiang Wang, Boyang Liu, Runhua Fan. Improved magnetic properties of iron-based soft magnetic composites with a double phosphate-SiO₂ shells structure. J Mater Sci: Mater Electron., 21 July 2021, v. 32(16), pp. 21472–21482.
3. Timoshkov Y.V., Govor GA, Vecher AK, Larin AO. Optimization of the properties of low-frequency composite magnetic soft material based on iron powders. 4th International Conference on Materials Science and Engineering, 2020, v. 2, p. 53.
4. Li J., Yu J., Li W., Che S., Zheng J., Qiao L., Ying Y. The preparation and magnetic performance of the iron-based soft magnetic composites with the Fe@Fe₃O₄ powder of in situ surface oxidation. J. Magn. & Magn. Mater., 2018, v. 454, pp. 103 – 109.
5. Говор Г.А., Ларин А.О. Магнитные свойства низкочастотного композиционного магнитомягкого материала. Перспективные материалы, 2018, № 7, с. 43 – 48.
- Govor G.A., Larin A.O. The magnetic properties of a magnetically soft composite material for use in the low-frequency range. Inorganic Materials: Applied Research, 2019, v.10, no. 2, pp. 387 – 390.
6. Говор Г.А., Михневич В.В. Композиционные магнито-мягкие материалы на основе порошков железа. Неорган. Материалы, 2007, т. 43, № 7, с. 805 – 807.
- Govor G.A., Mikhnevich V.V. Soft-magnetic composites from insulated iron powder and their potential technological applications. Inorg. Mater., 2007, v. 43, pp. 711 – 713.
7. Skorman B., Chzhou E., Jansson P. Магнитомягкие композиционные материалы RF Patent 2389099, 2010.
- Skorman B., Chzhou E., Jansson P. Magnitomyagkiye kompozitsionnye materialy [Magnetically soft composite materials]. RF Patent 2389099, 2010.
8. Jansson P., Advance in soft magnetic composites. Symp. on Soft Magnetic Materials 98, Barcelona, 1998, no. 7.
9. Говор Г.А., Митюк В.И., Тамонов А.В. Способ изготовления композиционного магнито-мягкого материала. Патент РФ №2465669. Опубл. 27.10.2012.
- Govor G.A., Mityuk V.I., Tamonov, A.V. Sposob izgotovleniya kompozitsionnogo magnitno-myagkogo materiala [Method for manufacturing a composite magnetically soft material]. RF Patent 2465669, 2012.

*Статья поступила в редакцию — 26.10.2022 г.
после доработки — 02.12.2022 г.
принята к публикации — 05.12.2022 г.*

Говор Геннадий Антонович — Государственное научно-производственное объединение “Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению” (220072, Минск, ул. П. Бровки, 19), доктор физико-математических наук, профессор, ведущий научный сотрудник, специалист в области материаловедения и физики магнитных материалов. E-mail: govor@physics.by.

Ларин Артём Олегович — Государственное научно-производственное объединение “Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению” (220072, Минск, ул. П. Бровки, 19), научный сотрудник, специалист в области материаловедения и физики магнитных материалов. E-mail: larin@physics.by.

Демиденко Ольга Федоровна — Государственное научно-производственное объединение “Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению” (220072, Минск, ул. П. Бровки, 19), ведущий научный сотрудник, специалист в области материаловедения и физики магнитных материалов. E-mail: orion_minsk@tut.by.

Желудкевич Александр Ларионович — Государственное научно-производственное объединение “Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению” (220072, Минск, ул. П. Бровки, 19), заведующий лабораторией физики магнитных материалов, специалист в области материаловедения и физики магнитных материалов. E-mail: zheludkevich27@gmail.com.

Magnetic properties of SMC materials based on iron powder with multilayer insulating coating

G. A. Govor, A. O. Larin, O. F. Demidenko, A. L. Zheludkevich

Magnetic properties of composite magnetically soft (SMC) materials based on iron powder ABC100.30 depending on the thickness of the insulating coating based on phosphorus oxide are investigated. It was found that for SMC materials with a three-layer coating of particles, the magnitude of magnetic hysteresis is minimal. As a result, the remagnetization losses for a materials with three-layer insulating particles coating are reduced by an order of magnitude in comparison with composites based on powders with a single-layer coating. The developed materials with magnetic permeability $\mu = 100 - 150$ and induction up to 1.8 T are promising for use in the frequency range up to 1 MHz in the manufacture of various types of electrical devices.

Keywords: SMC material, insulating coating, saturation magnetization, magnetic permeability, electromagnetic losses.

Govor Gennadii — State Scientific and Production Association “Scientific and Practical Center of the National Academy of Sciences of Belarus for Materials Science” (220072, Minsk, P. Brovki str., 19), Dr Sci (Phys-Math), professor, leading Researcher. Specialist in the field of materials science and physics of magnetic materials. E-mail: govor@physics.by.

Larin Artem — State Scientific and Production Association “Scientific and Practical Center of the National Academy of Sciences of Belarus for Materials Science” (220072, Minsk, P. Brovki str., 19), researcher, specialist in the field of materials science and physics of magnetic materials. E-mail: larin@physics.by.

Demidenko Olga — State Scientific and Production Association “Scientific and Practical Center of the National Academy of Sciences of Belarus for Materials Science” (220072, Minsk, P. Brovki str., 19), leading researcher, specialist in the field of materials science and physics of magnetic materials. E-mail: orion_minsk@tut.by.

Zhaludkevich Aliaksandr — State Scientific and Production Association “Scientific and Practical Center of the National Academy of Sciences of Belarus for Materials Science” (220072, Minsk, P. Brovki str., 19), head of laboratory of Physics of magnetic materials, specialist in the field of materials science and physics of magnetic materials. E-mail: zheludkevich27@gmail.com.