

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук

На правах рукописи

Вомпе

ВОМПЕ Татьяна Алексеевна

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ НИЗКОКОБАЛЬТОВЫХ
МАГНИТОТВЁРДЫХ Fe-Cr-Co СПЛАВОВ

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание учёной степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

д.т.н. Миляев И.М.

Москва – 2018

Оглавление

Введение.....	3
Глава 1 Сплавы на основе системы Fe-Cr-Co. Обзор литературы.....	10
1.1 Характеристика магнитотвёрдых материалов.....	10
1.2 Диаграмма состояния тройной системы Fe-Cr-Co.....	13
1.3 Формирование высококоэрцитивного состояния.....	21
1.4 Влияние легирующих элементов.....	24
1.5 Механические свойства.....	26
1.6 Область применения.....	27
1.7 Постановка задачи исследования.....	28
Глава 2 Подготовка образцов, методы обработки и исследования.....	30
2.1 Выбор сплавов для исследования.....	30
2.2 Приготовление образцов.....	31
2.3 Методы обработки материалов.....	33
2.4 Методы исследования.....	33
2.5 Измерение магнитных свойств.....	36
2.6 Измерение механических свойств.....	36
2.7 Анализ данных.....	37
Глава 3 Разработка и исследование низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов.....	38
3.1 Исследование фазовых превращений.....	38
3.2 Кинетика выделения σ -фазы.....	46
3.3 Влияние термической обработки на формирование магнитных свойств сплавов.....	47
3.4 Влияние низкотемпературного отпуска на уровень магнитных свойств сплавов.....	121
3.5 Анализ микроструктуры сплавов.....	124
3.6 Механические свойства сплавов.....	127
3.7 Выводы по главе 3.....	129
Глава 4 Влияние легирующих компонентов на магнитные свойства низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов.....	132
4.1 Выводы по главе 4.....	141
Основные выводы.....	142
Список сокращений.....	144
Список литературы.....	145
Приложение А Описание изобретения к патенту.....	155

Введение

Актуальность и степень разработанности темы. Магнитотвёрдые материалы используют для производства постоянных магнитов, в гистерезисных электродвигателях и для магнитной записи. Благодаря сочетанию повышенных магнитных и механических свойств эти материалы занимают особое место среди функциональных материалов.

Постоянные магниты применяют в электронике, робототехнике, навигации, системах безопасности, авиа- и ракетостроении, медицине. По данным консалтинговой компании Infoholic Research (Индия) объем рынка продаж постоянных магнитов в 2016 году составил 15 млрд долларов. По прогнозу он вырастет до 41 млрд долларов к 2022 году [1–3].

Россия входит в число разработчиков и производителей постоянных магнитов. В настоящее время в связи с резким ростом цен на редкоземельные металлы у исследователей и производителей магнитотвёрдых материалов есть интерес к исследованию и разработке новых сплавов без РЗМ.

Магнитотвёрдые материалы на основе системы Fe-Cr-Co отличаются от других магнитотвёрдых материалов высокими значениями механических свойств ($\sigma_b \approx 800 - 1000$ МПа). Значения магнитных свойств Fe-Cr-Co сплавов не уступают значениям магнитных свойств литых сплавов Fe-Ni-Al-Co-Cu. Fe-Cr-Co сплавы обладают высокой коррозионной стойкостью вплоть до температуры 1300 °С и температурно-временной стабильностью магнитных свойств, имеют высокие рабочие температуры эксплуатации до 500 °С, а также поддаются различным видам обработки металлов давлением (прокатка, штамповка и волочение) и лезвийной обработки (точению, фрезерованию и строганию). Основными областями использования Fe-Cr-Co сплавов является производство малогабаритных магнитов и магнитов, работающих в изделиях, которые испытывают высокие динамические и статические нагрузки.

Традиционно Fe-Cr-Co сплавы получают методами литья. Исследования по разработке производства постоянных магнитов методами порошковой металлургии начались в середине 2000-х годов в ИМЕТ РАН. Этот метод позволяет повысить коэффициент использования металла и снизить трудоемкость изготовления магнитов.

Сплавы Fe-Cr-Co с 15 масс. % кобальта и более хорошо изучены и освоены промышленностью. Современные работы направлены на исследование низкокобальтовых сплавов (менее 15 масс. % кобальта), которые изучены недостаточно. Такие сплавы обладают лучшей пластичностью, более медленной кинетикой фазовых превращений, что позволяет улучшить воспроизводимость магнитных и механических свойств.

Создание низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с высоким уровнем магнитных и механических свойств с использованием минимального количества дорогих легирующих компонентов является актуальной научной задачей.

Целью диссертационной работы является разработка новых эффективных экономнолегированных материалов с высоким уровнем магнитных свойств на основе низкокобальтовых магнитотвёрдых сплавов системы Fe-Cr-Co.

Для достижения указанной цели в работе решались следующие **задачи**:

1. выбор легирующих компонентов низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с содержанием кобальта от 7 до 13 масс. %;
2. изучение фазового и структурного состояния низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов;
3. изучение влияния режимов термической обработки на магнитные гистерезисные свойства низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов методом планирования эксперимента;

4. исследование влияния легирующих компонентов Co, Cr, Mo на фазовые и структурные превращения, на магнитные гистерезисные свойства низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов.

Методология и методы исследования.

В ходе выполнения работы были использованы современные методы исследования и испытания материалов: рентгенофлуоресцентный, дилатометрический и рентгеноструктурный анализ, метод нейтронной дифракции, оптическая и просвечивающая электронная микроскопия, измерение магнитных свойств, микротвердости, испытания на сжатие.

Научная новизна.

1. Впервые установлены аналитические зависимости магнитных гистерезисных свойств (остаточной индукции B_r , коэрцитивной силы H_c , максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$) от режимов термомагнитной обработки (температуры обработки в интервале от 630 до 690 °С и критической скорости охлаждения сплава в магнитном поле от 30 до 90 °С/ч) для магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с содержанием кобальта от 7 до 13 масс. %, которые могут быть использованы для определения уровня магнитных свойств сплавов.
2. Установлено, что содержание кобальта влияет на процесс формирования высококоэрцитивного состояния в низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавах, который идет при температурах ниже 500 °С. На сплаве Fe-Cr-Co с 8 масс. % кобальта, легированных 1 и 3 масс. % Mo, процесс продолжается при температурах 460 °С и 420 °С, соответственно.
3. Впервые получены аналитические зависимости влияния содержания Co, Cr, Mo на магнитные гистерезисные свойства магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с 7 – 13 масс. % кобальта в виде регрессионных моделей для выбора химического состава и оценки уровня

магнитных свойств.

4. Экспериментально установлено, что в магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавах с 8 – 10 масс. % кобальта значение коэрцитивной силы повышается до 1,3 раза, а значение максимального энергетического произведения до 1,5 раз после проведения низкотемпературного отпуска после основного режима термической обработки.

Практическая значимость работы.

1. Разработаны новые низкокобальтовые магнитотвёрдые сплавы на основе системы Fe-Cr-Co с содержанием хрома 25 – 31 масс. %, кобальта 7 – 13 масс. %, молибдена 0,5 – 4 масс. % и кремния 0,5 масс. %, режимы термической и термомагнитной обработок, которые обеспечивают высокий уровень магнитных свойств: остаточная индукция B_r до 1,35 Тл, коэрцитивная сила H_c до 48,0 кА/м, максимальное энергетическое произведение $(BH)_{\max} - 35,7$ кДж/м³.
2. Сплавы Fe-(26-30)%Cr-8%Co-(1-3)%Mo-0,5%Si (26X8K3MC, 26X8KMC, 30X8K3MC, 30X8KMC) с остаточной индукцией B_r до 1,3 Тл, коэрцитивной силой H_c до 48,0 кА/м, максимальным энергетическим произведением $(BH)_{\max} - 34,1$ кДж/м³ могут использоваться вместо промышленных сплавов 28X10K, 28X10KA (ГОСТ 24897-81), 52K10Ф (ГОСТ 10994-74) и Arnokrome 3 (Arnold Magnetic Technologies, США) для изготовления постоянных магнитов для гистерезисных электродвигателей.
3. Сплавы Fe-(26-28)%Cr-(10-12)%Co-(1-4)%Mo-0,5%Si (26X12KMC, 28X10K4MC, 28X13K2MC) с остаточной индукцией B_r до 1,34 Тл, коэрцитивной силой H_c до 44,5 кА/м, максимальным энергетическим произведением $(BH)_{\max} - 35,7$ кДж/м³ могут использоваться вместо сплава 25X15KA (ГОСТ 24897-81) для изготовления постоянных магнитов.
4. Полученные аналитические зависимости влияния содержания Co, Cr,

Mo на уровень магнитных гистерезисных свойств магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с 7 – 13 масс. % кобальта в виде регрессионных моделей являются основой для выбора составов и режимов, и могут быть использованы на предприятиях по производству постоянных магнитов (АО «Спецмагнит», ОАО НПО «Магнетон» и др.), в том числе при оптимизации параметров технологического процесса изготовления магнитов.

5. Получен патент РФ № 2557852 на «Способ термической обработки магнитотвёрдых сплавов системы железо-хром-кобальт с содержанием кобальта 8 вес %», позволяющий повышать значения магнитных гистерезисных свойств.

Положения, выносимые на защиту:

1. химические составы новых экономнолегированных магнитотвёрдых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co с 7 – 13 масс. % кобальта;
2. особенности фазового и структурного состояния магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с 7 – 13 масс. % кобальта;
3. определение влияния режимов термомагнитной обработки на магнитные гистерезисные свойства магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов методом планирования эксперимента;
4. особенности влияния низкотемпературного отпуска на процесс формирования высококоэрцитивного состояния и на рост магнитных гистерезисных свойств;
5. влияние содержания легирующих компонентов (Co, Cr, Mo) на фазовые и структурные превращения, уровень магнитных гистерезисных свойств магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов в виде аналитических зависимостей.

Достоверность и надежность полученных результатов основаны на использовании современных методов исследований, проведением измерений на сертифицированном оборудовании, большом количестве

экспериментальных данных, статистической обработке результатов. Результаты работы апробированы и опубликованы в реферируемых журналах, а также представлены на российских и международных конференциях.

Личный вклад автора. Автор принимала участие в постановке задач, проведении экспериментов и анализе результатов. Экспериментальные данные получены лично автором либо с её непосредственным участием. Автор принимала участие в написании статей и в докладах на конференциях.

Апробация работы. Основные результаты работы были представлены на российских и международных конференциях и семинарах: Школа ФГБУ «ПИЯФ» по физике конденсированного состояния (2012, 2013, г. Санкт-Петербург); III Всероссийская молодёжная конференция с элементами молодежной школы «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (2012, г. Москва); Международная научная конференция, посвященная 40-летию КарГУ имени академика Е.А. Букетова (2012, г. Караганда); Международная балтийская школа по физике твердого тела (2012-2013, г. Калининград); Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (2012, 2014, г. Суздаль); Всероссийская молодежная научная школа «Химия и технология полимерных и композиционных материалов» (2012, г. Москва); Всероссийская молодежная научная конференция с международным участием «Инновации в материаловедении» (2013, 2015, г. Москва); V Всероссийская конференция по наноматериалам (2013, г. Звенигород); Международный симпозиум по магнетизму (MISM) (2014, г. Москва); Международные научные чтения им. чл.-корр. РАН И.А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов» (2014, г. Москва); XV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики

конденсированного состояния вещества (2014, г. Екатеринбург); Всероссийская школа-конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Материалы и технологии XXI века» (2014, г. Казань); Национальная молодежная научная школа для молодых ученых, аспирантов и студентов по современным методам исследований наносистем и материалов «Синхротронные и нейтронные исследования» (2015, г. Москва); V Международная научно-практическая конференция «Инновации в материаловедении и металлургии» (2015, г. Екатеринбург); Международный молодежный научный форум «Ломоносов» (2016, г. Москва); Международная научная студенческая конференция МНСК (2016, г. Новосибирск); Международная конференция по постоянным магнитам (2013, 2017, г. Суздаль); Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (2011-2017, г. Москва).

Публикации. По теме диссертации опубликованы 33 научные публикации, в том числе 3 статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ, а также получен патент РФ № 2557852.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов и списка литературы. Работа изложена на 151 страницах, содержит 74 рисунок, 61 таблицу и 38 формул. Список цитированной литературы состоит из 103 наименований.

Глава 1 Сплавы на основе системы Fe-Cr-Co. Обзор литературы

1.1 Характеристика магнитотвёрдых материалов

К магнитотвёрдым материалам (МТМ) относят сплавы, которые намагничиваются до насыщения и перемагничиваются в магнитных полях напряженностью не менее 4 кА/м [4,5]. Энергия, затрачиваемая за один цикл перемагничивания, соответствует площади петли гистерезиса (рисунок 1). Основным параметром, который определяет площадь петли гистерезиса, является коэрцитивная сила H_c [6].

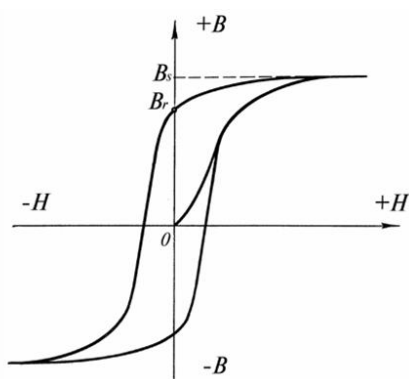


Рисунок 1 – Петля гистерезиса ферромагнетика

Магнитными характеристиками МТМ являются: остаточная индукция B_r (магнитный поток, создаваемый материалом в магнитной цепи), коэрцитивная сила H_c (сопротивляемость данного материала воздействию собственного размагничивающего поля и внешних размагничивающих полей) и максимальное энергетическое произведение $(BH)_{\max}$ (энергия магнитного поля в материале), которые определяют по петле гистерезиса [4,5].

Существуют несколько способов классификации МТМ по разным признакам: по химическому составу, по уровню магнитных свойств и по способу получения [7]. Среди МТМ можно выделить три основных класса

сплавов: литые и деформируемые (сплавы Fe-Ni-Al-Co и Fe-Cr-Co), керамические (бариевые, стронциевые и кобальтовые ферриты) и редкоземельные (сплавы Sm-Co и Nd-Fe-B) [7–9].

Значение магнитных и механических характеристик основных групп промышленно выпускаемых МТМ приведены в таблице 1 на основе анализа данных ГОСТ, патентов, сайтов производителей и поставщиков.

Таблица 1 – Механические и магнитные характеристики МТМ

№	МТМ	H_c , кА/м	σ_b , МПа	Литература
1	BaO·nFe ₂ O ₃	125 ÷ 335	25 ÷ 30	[10]
2	Fe-Ni-Al-Co	24 ÷ 168	30 ÷ 40	[11,12]
3	Sm-Co	356 ÷ 840	45 ÷ 90	[13,14]
4	Nd-Fe-B	680 ÷ 1045	70 ÷ 130	[15,16]
5	Fe-Cr-Co	4 ÷ 119	343 ÷ 883	[17,18]

МТМ заметно отличаются друг от друга по своим магнитным и механическим свойствам, по температурной стабильности магнитных свойств, рабочим температурам эксплуатации, а также стоимости. Общее свойство для всех МТМ, за исключением сплавов на основе системы Fe-Cr-Co, – низкие прочностные и пластические свойства.

Первые исследования сплавов на основе системы Fe-Cr-Co были проведены японскими учеными, которые исследовали высококобальтовый сплав с содержанием 23 – 25 масс. % Co [19–23]. На сплаве было получено значение максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ до 40 кДж/м³, остаточной индукции $B_r = 1,15$ Тл и коэрцитивной силы H_c до 62 кА/м. Сплав оказался высокопластичным, поддавался обработке давлением и обработке лезвийным инструментом, обладал редким сочетанием магнитных свойств с коррозионной стойкостью и пластичностью. Новый сплав в десятки раз превзошел по своим механическим свойствам свойства сплава Алнико 5 (ЮНДК 24).

Себестоимость производства оказалась в 1,5 – 2 раза дешевле [24].

В 1975 г. ученые из лаборатории Белла (США) продолжили работы над новым сплавом на основе системы Fe-Cr-Co. Совместно с Вестерн Электрик они разработали сплавы Chromindur I (Fe-28%Cr-15%Co-0,25%Zr-1%Al) и Chromindur II (Fe-28%Cr-10,5%Co), с пониженным содержанием кобальта [24]. Производство сплавов началось в середине 1980 года [25].

Дальнейшие исследования сплавов Fe-Cr-Co были обусловлены с необходимостью повысить экономическую эффективность производства сплава путем снижения содержания дорогостоящего редкоземельного элемента – кобальта [26]. Начались изучения влияния легирующих элементов на свойства Fe-Cr-Co сплавов [5,27,28], механизма формирования высококоэрцитивного состояния (ВКС) [29–34], спинодального распада в системе [4,19,35,36], исследование структуры [37–43], магнитных и механических свойств [44–46], температурной стабильности магнитных свойств сплавов [47].

При изготовлении сплавов на основе системы Fe-Cr-Co используют классическую металлургическую технологию: выплавка, горячий передел (ковка, прокатка), холодный передел (прокатка, волочение, экструзия) [26,48–50].

Однако при литье велики издержки производства, связанные с большим объемом механической обработки в процессе всего цикла, поэтому появился интерес к изготовлению Fe-Cr-Co сплавов методами порошковой металлургии, в том числе с применением механоактивации порошковой шихты [51].

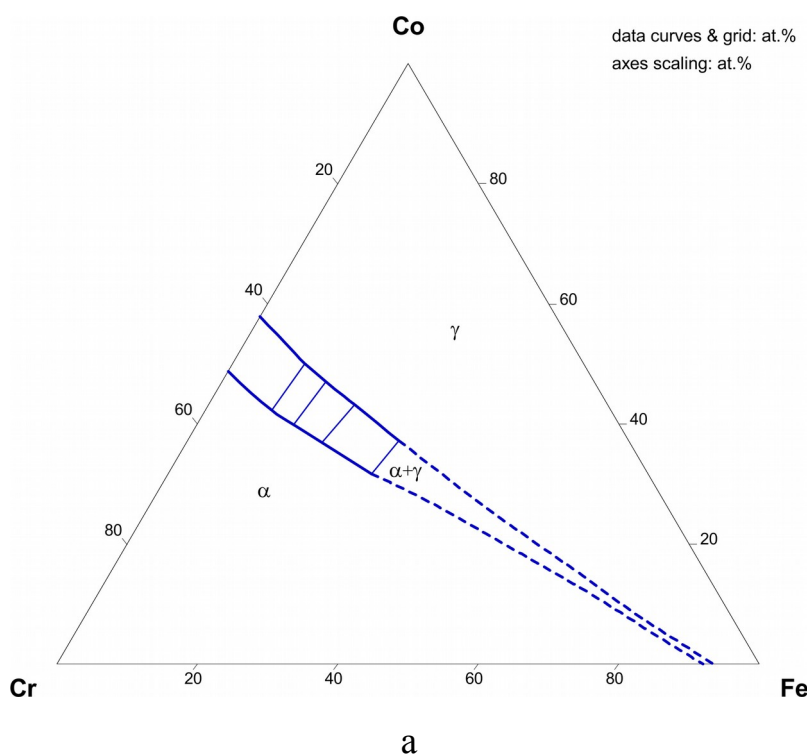
Порошковая технология изготовления имеет ряд преимуществ: повышенный коэффициент использования металла при производстве ПМ, возможность прецизионного регулирования химического состава, изготовление образцов сложной формы. Уровень магнитных свойств ПМ

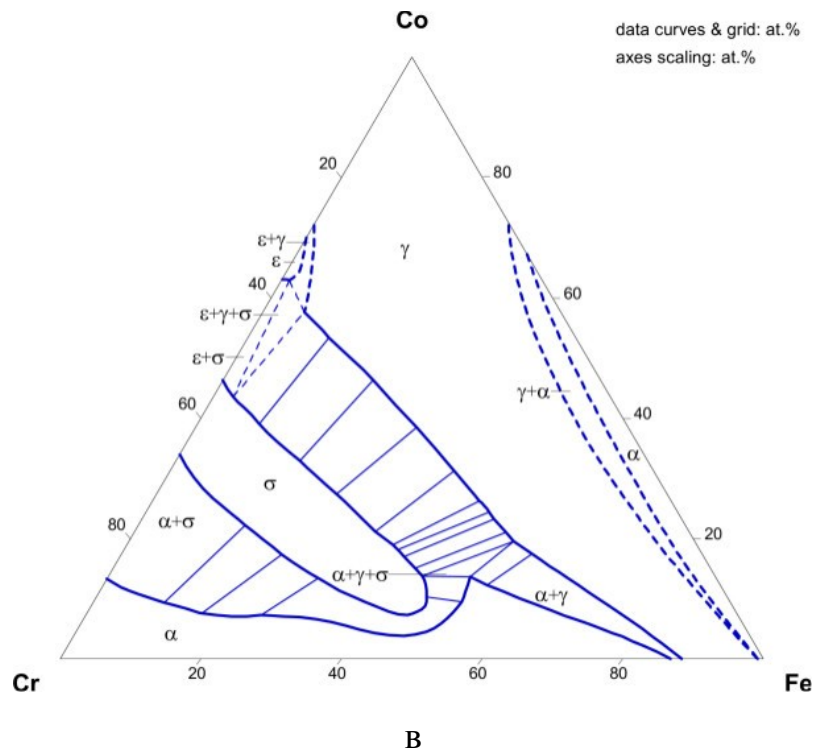
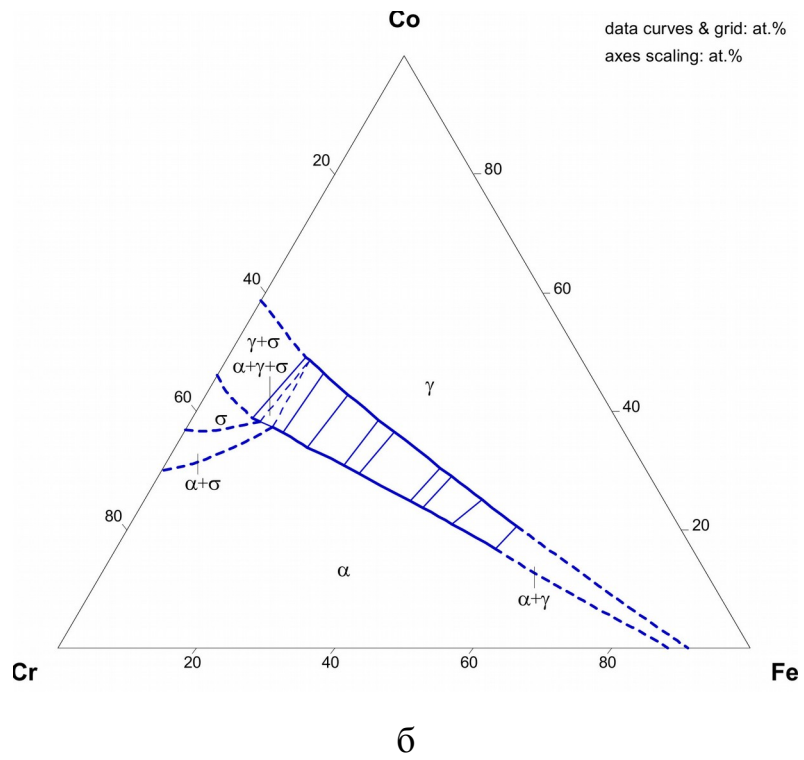
из МТМ Fe-Cr-Co, полученных методами порошковой металлургии, сопоставим с уровнем этих же свойств у магнитов, полученных методами литья [52–58].

1.2 Диаграмма состояния тройной системы Fe-Cr-Co

Изучение фазовых превращений и структурообразования в трехкомпонентных сплавах на основе системы Fe-Cr-Co является достаточно сложным процессом по сравнению с двухкомпонентными конденсированными средами [52,53,59–61]. Не смотря на это, знание трехкомпонентных систем необходимо для изыскания новых сплавов с высокими свойствами, для выбора режимов термической обработки (ТО) сплавов, для исследования физико-химических процессов, высококоэрцитивного состояния (ВКС), а также для решения других металлургических задач.

На рисунке 2 приведены изотермические разрезы диаграммы состояния тройной системы Fe-Cr-Co при температуре 1300 °С, 1200 °С, 900 °С и 600 °С [62].





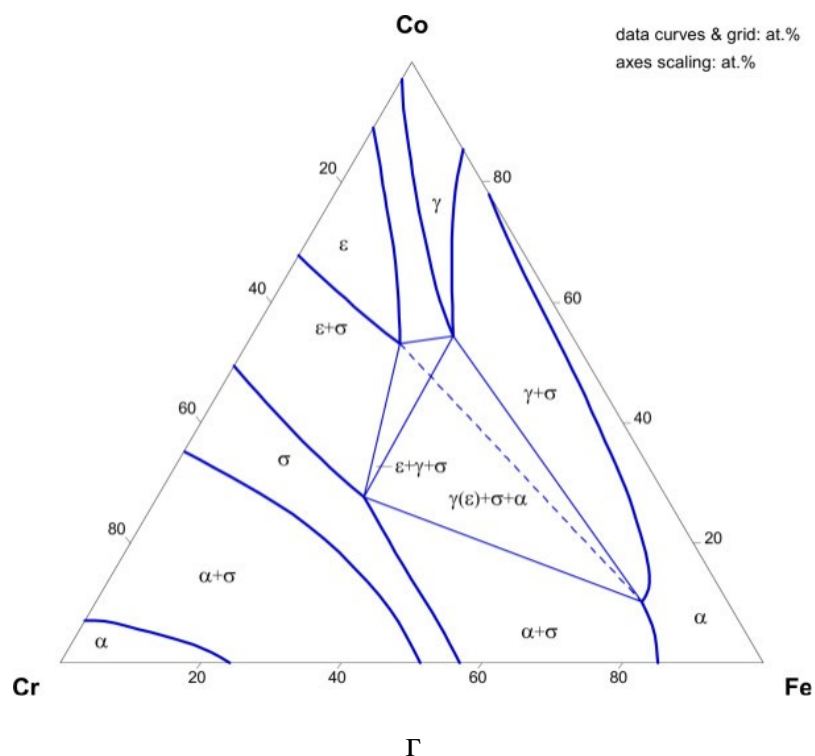


Рисунок 2 – Изотермические разрезы диаграммы состояния системы Fe-Cr-Co при температурах: а) 1300 °С, б) 1200 °С, в) 900 °С, г) 600 °С

При температуре 1300 °С (рисунок 2 а) существует область α - твёрдого раствора с ОЦК решеткой со стороны Fe-Cr, γ - твёрдого раствора с ГЦК решеткой со стороны Fe-Co и небольшая область гомогенной хрупкой σ -фазы, которая имеет сложную тетрагональную решетку с 30 атомами на ячейку типа β -U. Фаза σ образуется на основе α -Fe и Cr.

При температуре 1200 °С (рисунок 2 б) со стороны Cr-Co происходит постепенное расширение σ области и образование двухфазных областей $\gamma+\sigma$ и $\alpha+\sigma$, а также трехфазной области $\alpha+\gamma+\sigma$.

При 900 °С (рисунок 2 в) присутствует ϵ -фаза с гексагональной решеткой, двухфазные $\epsilon+\sigma$, $\epsilon+\gamma$ и трехфазная область $\epsilon+\gamma+\sigma$, со стороны Fe-Co появляется $\alpha+\gamma$ область.

При 600 °С (рисунок 2 г) имеется область непрерывных твердых растворов со структурой σ -фазы, которая простирается от стороны Fe-Cr к

стороне Cr-Co [63,64].

В интервале температур 800-1200 °С имеется аустенитная γ -фаза. Фазовое строение упрощается по мере снижения температуры.

При комнатной температуре область ϵ - твёрдых растворов проникает глубоко в тройную систему [65].

Магнитные свойства Fe-Cr-Co сплавов формируются в результате спинодального распада высокотемпературного α - твёрдого раствора на две изоморфные ОЦК фазы: сильномагнитную α_1 , обогащенную Fe и Co, и слабомагнитную α_2 , обогащенную Cr [66]. Появление γ и σ -фазы при обработке сплавов на ВКС является нежелательным, т. к. снижаются магнитные и механические свойства сплава. Значительное увеличение внутренних напряжений, а следовательно, увеличение макроскопической твердости, обусловлено тем, что σ -фаза имеет больший удельный объем, чем α -фаза. При комнатной температуре γ и σ -фаза неферромагнитны.

Расположение фазовых областей на диаграмме Fe-Cr-Co вводит ограничения на составы сплавов и режимы термической обработки для получения ВКС. Границы области α – твёрдого раствора при высоких температурах ограничивают составы сплавов, которые можно использовать для получения ПМ.

Для двойного сплава Fe-30%Cr температура начала спинодального распада составляет 550 °С и растет до температуры 650 °С для сплава Fe-30%Cr-20%Co [24]. Добавление кобальта в двойной сплав Fe-Cr стимулирует расслоение, расширяя область несмешиваемости и повышая критические температуры распада [26].

Область расслоения α – твёрдого раствора в системе Fe-Cr-Co была построена (рисунок 3, 4) методом измерения твердости сплава и температуры Кюри [47]. Добавление кобальта в двойной сплав повысило температуру расслоения и расширило разницу концентраций между фазами α_1 и α_2 .

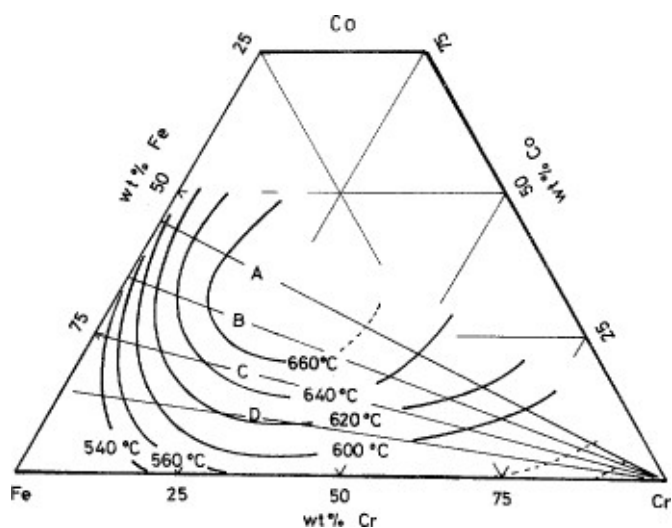


Рисунок 3 – Область расслоения α -фазы в системе Fe-Cr-Co [67]

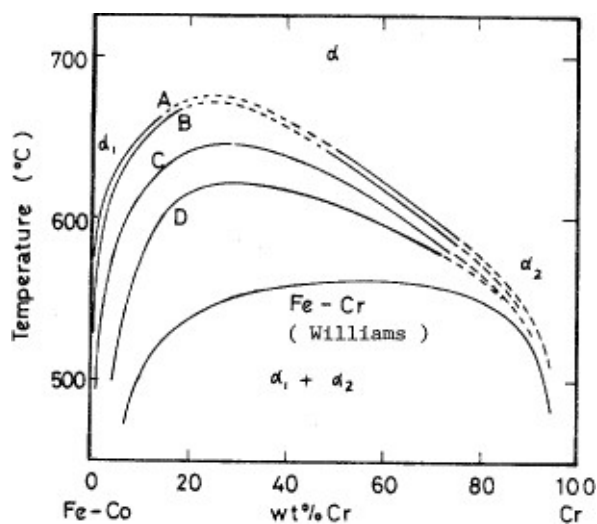


Рисунок 4 – Схема политермического разреза области расслоения α -твёрдого раствора через линии А, В, С и D, показанные на рисунке 3 [67]

Основываясь на термодинамических расчётах, было показано, что область расслоения имеет не параболическую форму, а специфически аномальную форму, с выступом в сторону Fe вдоль изменения температуры Кюри. Выступ получил название «гребень» из-за своей формы, а сплавы, находящиеся в области гребня, стали называться «гребневыми» или от английского – «риджеллоями». Кривые расслоения α – твёрдого раствора являются специфической особенностью сплавов на основе системы Fe-Cr-Co, а вид «гребня» определяет режимы термической обработки (ТО) [67].

Расширение областей существования γ и σ фаз затрудняет проведение ТО сплавов, так как для сохранения α – твёрдого раствора до начала температуры ВКС распада требуются предварительный нагрев до высоких температур и большие скорости охлаждения, которые снижают магнитные свойства сплава.

На рисунке 5 показан политермический разрез CoFe-Cr тройной диаграммы Fe-Cr-Co в области $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$.

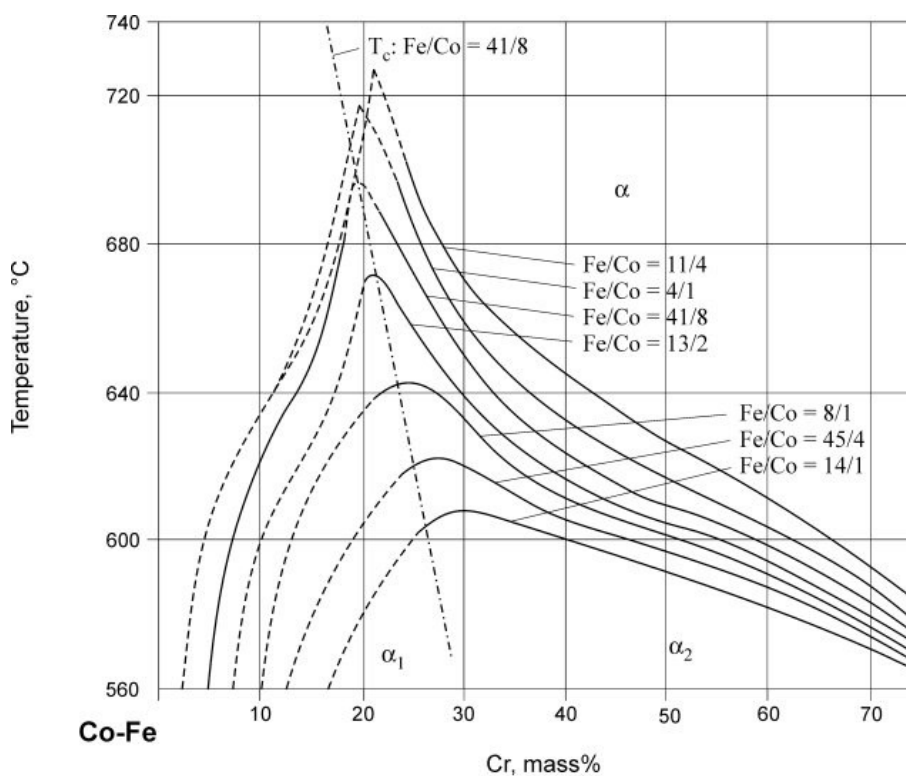


Рисунок 5 – Схема политермического разреза CoFe-Cr тройной диаграммы Fe-Cr-Co в области расслоения α – твёрдого раствора

Вблизи гребня при высоких температурах распад α – твёрдого раствора должен происходить на фазы очень близкие по составу, причем ниже определенной температуры должно происходить изменение состава фаз.

Политермические сечения FeCo-Cr тройной диаграммы Fe-Cr-Co для

сплава Fe-Cr-15%Co показаны на рисунок 6 [68]. Образцы отжигали при температурах 600 – 1200 °С в течение 1 часа и закаливали в воду. Наличие фаз определяли методом рентгеноструктурного анализа.

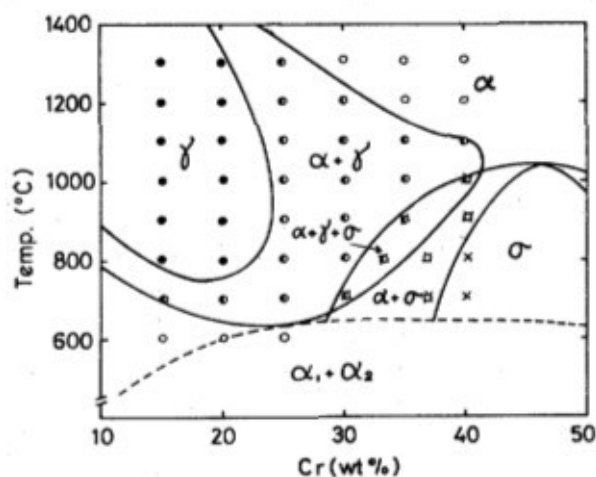


Рисунок 6 – Политермический разрез диаграммы Fe-Cr-Co для сплава Fe-Cr-15%Co [30]

На рисунке 6 показано сечение тройной диаграммы для сплава Fe-Cr-Co с 12 масс. % Co и 20-31 масс. % Cr [30]. Наличие фаз определяли методом рентгеноструктурного анализа и анализа микроструктур.

В сплаве Fe-Cr-12%Co с содержанием 28 масс. % Cr появляется нежелательная σ фаза. С увеличением содержания хрома температура спинодального распада уменьшается с температуры 700 °С до 630 °С. В широком интервале температур в сплаве присутствует α и γ фаза. Граница области высокотемпературной α -фазы простирается от температуры 1100 °С до 1350 °С с уменьшением содержания хрома в сплаве. При этом на сплавах с большим содержанием кобальта (28 масс. %) можно применять закалку от более низких температур (1100 °С), чем на сплавах с меньшим содержанием хрома. Для сплава с 21 масс. % – 1350 °С.

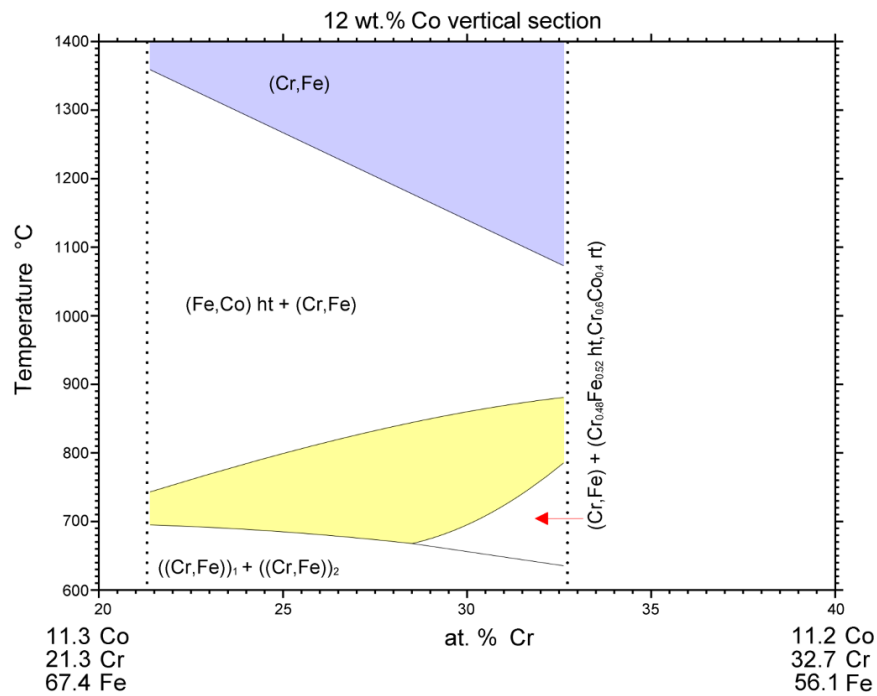


Рисунок 7 – Политермический разрез диаграммы Fe-Cr-Co для сплава Fe-Cr-12%Co [40]

Появление γ и σ -фазы при обработке сплавов на ВКС является нежелательным, т. к. снижаются магнитные и механические свойства сплава. Введение четвёртого компонента в тройную систему Fe-Cr-Co может оказать влияние на температурные интервалы фазовых превращений, а также на уровень магнитных и механических свойств.

1.3 Формирование высококоэрцитивного состояния

В настоящее время общепринятой теорией формирования высококоэрцитивного состояния (ВКС) в магнитотвёрдых сплавах системы Fe-Cr-Co является распад ОЦК высокотемпературного α – твердого раствора на изоморфные ОЦК α_1 и α_2 твердые растворы, где α_1 обогащен Fe и Co, а α_2 – Cr, протекающий по спинодальному механизму, связанному с формированием концентрационных волн [40]. Слабомагнитные частицы α_2 -фазы периодически расположены в сильномагнитной матрице α_1 -фазы. Наноразмерность сильномагнитных частиц α_1 -фазы обуславливает их однодоменный характер и тем самым высокое значение коэрцитивной силы H_c сплава. Средний размер частиц α_1 -фазы составляет 30 – 50 нм [24,69]. Распад происходит в процессе ТО и последующих отпусков.

Большинство исследований ВКС сплавов посвящены изучению распада α – твердого раствора, который проходит через стадию формирования модулированной структуры, которой предшествует образование сферических зон Гинье-Престона. Отдельное внимание уделяется вопросу образования γ -фазы и σ -фазы в Fe-Cr-Co сплавах [70,71].

За последнее десятилетие появились работы, в которых было показано, что α – твердый раствор на самом деле не является однофазным [72,73]. В нем протекают различного рода превращения порядок-беспорядок, которые можно описать как фазовые превращения первого и второго рода. Перед процессом расслоения протекает процесс упорядочения. Индикатором этого процесса является образование σ -фазы, которая имеет сложную тетрагональную решетку с 30 атомами на ячейку типа β -U.

Формирование магнитных свойств в процессе ТМО и последующих отпусков связано с кривой расслоения. При высоких температурах

α – твердый раствор распадается на две фазы, близкие по составу, а ниже некоторой температуры происходит изменение состава фаз. ТО сплавов Fe-Cr-Co сопровождается постоянным уменьшением температуры Кюри слабомагнитной α_2 -фазы, вследствие обогащения ее хромом.

ТО сплавов на основе Fe-Cr-Co во многом напоминает ТО сплавов на основе Fe-Ni-Al-Co, которая состоит из ТМО и многоступенчатых отпусков.

Сплавы можно разделить на две группы, характеризующиеся изотропным и анизотропным эффектом ТМО. В сплавах с изотропным эффектом магнитные свойства и структура ВКС практически не зависят от кристаллографического направления, вдоль которого приложено магнитное поле. Изотропный эффект является важным достоинством сплавов, так как отпадает необходимость в предварительном текстурировании изделий перед проведением ТО.

Выделяют два вида ТО: «снизу» и «сверху» [74,75]. Первая включает в себя закалку высокотемпературного α – твёрдого раствора, нагрев на температуру отпуска в двухфазную область, выдержку при этой температуре и охлаждение с критической скоростью. Обработка «сверху» отличается тем, что нагрев сплава производят в область α – твёрдого раствора, затем быстрое охлаждение до температуры отпуска.

В промышленности при производстве Fe-Cr-Co сплавов обычно используют двухступенчатую обработку [76]. Она включает: закалку, которая необходима для фиксации высокотемпературного α – твёрдого раствора и предотвращения выделений неферромагнитных γ и σ -фаз, ТМО, в процессе которой происходит распад α – твёрдого раствора и формируется структура из вытянутых вдоль направления магнитного поля частиц сильномагнитной α_1 -фазы, расположенных в α_2 матрице, и заключительный отпуск.

Отпуск сплавов необходим, чтобы обеспечить максимальную степень

дифференциации фаз α_1 и α_2 по составу, делая первую фазу более ферромагнитной, а вторую неферромагнитной при комнатной температуре [77]. Применение магнитного поля при отпуске вытягивает частицы α_1 в направлении поля, увеличивается анизотропия формы частиц, растет значение коэрцитивной силы H_c . Структура сплавов и их магнитные свойства чувствительны к режиму ТО и отпуска. Нарушение оптимального режима ТО приводит к заметному снижению значения коэрцитивной силы H_c сплавов.

Типичная микроструктура сплава Fe-28%Cr-10,5%Co, находящегося в ВКС, обработанного по оптимальному режиму, показана на рисунке 8 [78].

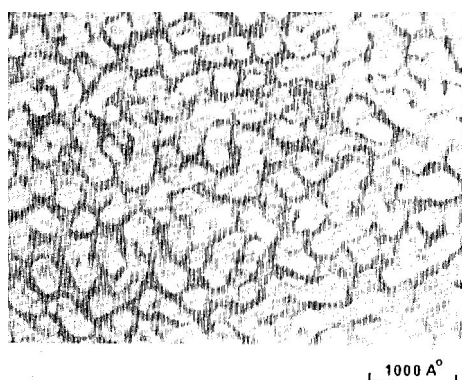


Рисунок 8 – Микроструктура сплава Fe-28%Cr-10,5%Co [71]

Формирование структуры ВКС Fe-Cr-Co сплавов связано с особенностями области расслоения. С добавлением кобальта область расслоения расширяется по концентрации и по температуре, что позволяет получать более грубодисперсную структуру.

Расслоение в сплаве Fe-30,1%Cr-9,9%Co (масс. %), отожженного при температуре 525 °С в течение 485 часов такое же, как наблюдается в двойной системе Fe-Cr [71].

1.4 Влияние легирующих элементов

Легирующие элементы растворяются в основных фазах сплава Fe-Cr-Co (α , γ или σ -фазе). Растворение в α -Fe происходит в результате замещения атомов железа атомами этих элементов. Эти атомы создают в решетке напряжения, которые вызывают изменение ее периода. Изменение периода решетки вызывает изменение свойств феррита – прочность повышается, а пластичность уменьшается.

Для повышения магнитных свойств сплавы Fe-Cr-Co легируют элементами, которые, например, подавляют образования ГЦК γ -фазы и стабилизируют высокотемпературный α - твердый раствор (Al, Nb, Ti), увеличивают разницу параметров решеток фаз α_1 и α_2 (Mo, W, Zr, Ta, V), увеличивают скорость спинодального распада (Mo) [79].

Влияние хрома. Хром относится к группе легирующих элементов, которые сужают γ -область железа, он также является сильным σ -образующим элементом. Как и в обычных нержавеющих сталях хром повышает прочность и твердость феррита, увеличивает коэрцитивную силу H_c сплава. Хром повышает устойчивость против коррозии и окисления, сильно увеличивает износоустойчивость сплава [30,32,80–82].

Влияние кобальта. Добавление кобальта в двойную систему Fe-Cr стимулирует расслоение, расширяя область несмешиваемости и повышая критическую температуру начала высококоэрцитивного распада. Кобальт является активным σ - образующим элементом и при его снижении в сплаве высокотемпературная α - область уменьшается. При уменьшении содержания кобальта в сплаве уменьшается купол области расслоения α - твердого раствора и понижается температура распада [58].

Влияние молибдена. Для повышения магнитных свойств сплавы Fe-Cr-Co легируют молибденом. В процессе термомагнитной обработки (ТМО) и последующих отпусков молибден преимущественно

концентрируется в α_2 -фазе, что увеличивает различие в параметрах кристаллических решеток когерентно сопряженных α_1 и α_2 -фаз, повышает упругую энергию и способствует росту частиц сильномагнитной фазы α_1 вдоль направления $\langle 100 \rangle$ [26]. Легирование Fe-Cr-Co сплава молибденом также повышает склонность сплава к образованию σ - фазы.

В сплавы Fe-Cr-Co с 15 масс. % кобальта обычно добавляют не более 3,5 масс. % молибдена. Увеличение содержания молибдена в сплаве Fe-25%Cr-(9-10)%Co (масс. %) приводит к ухудшению структуры и свойств сплава, несмотря на значительное несоответствие кристаллических решеток α_1 и α_2 -фаз при распаде. Содержание 5 масс. % Mo в сплаве Fe-25%Cr-(9-10)%Co считается оптимальным [83].

Влияние кремния. Кремний относится к ферритообразующим элементам. В Fe-Cr-Co сплавах он резко повышает устойчивость высокотемпературного α – твердого раствора к образованию нежелательной γ - фазы при закалке от высоких температур, сильно понижает критическую скорость охлаждения в процессе формирования ВКС, смещает область существования σ -фазы в сторону более низкого содержания хрома [80,84].

При легировании 2 масс. % кремния низкокобальтого сплава Fe-35%Cr-11%Co кремний концентрируется преимущественно в немагнитной α_2 -фазе, в то время как кобальт распределяется в магнитной α_1 -фазе [85]. А при легировании 1 масс. % кремния повышается ковкость высококобальтого сплава Fe-23%Co-28%Cr [86].

1.5 Механические свойства

Одним из преимуществ МТМ на основе системы Fe-Cr-Co являются высокие прочностные характеристики, что позволяет применять их в условиях высоких статических и динамических нагрузок без разрушения и потери функционального назначения, сохраняя уровень магнитных свойств длительное время.

В различных структурных состояниях сплавы системы Fe-Cr-Co имеют разные механические свойства: в ВКС предел прочности $\sigma_b = 980 - 1000$ МПа, а в закаленном состоянии – 700 МПа, относительное удлинение 20 % [26].

Зависимости механических свойств деформируемого магнитотвёрдого сплава 25X15К приведены на рисунке 9 [87]. Значение прочности и пластичности лучше, чем у сплава ЮНДК24 [85,87], причем уровень магнитных свойств сохраняется.

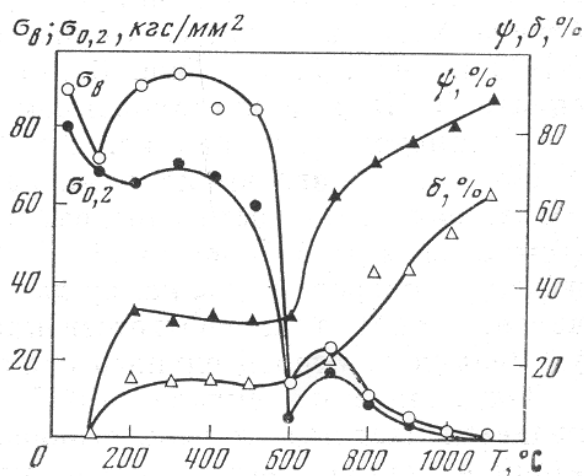


Рисунок 9 – Зависимость механических свойств от температуры для сплава 25X15К

Сплав 25X15К имеет стабильные пластические и прочностные свойства от комнатной температуры до 500 °С. С повышением температуры наблюдается падение прочностных свойств. В температурном

интервале от 200 до 600 °С относительное сужение ψ и удлинение δ не изменяются по величине и находятся в пределах 30 % и 15 %, соответственно. Выше температуры 600 °С происходит заметное повышение как ψ , так и δ , и при 1100 °С ψ достигает 90 %, а $\delta \sim 65$ %.

1.6 Область применения

ПМ на основе системы Fe-Cr-Co широко используются в промышленности [13]. Области применения Fe-Cr-Co сплавов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Области применения Fe-Cr-Co сплавов

№	Марка сплава	Применение	Литература
1	Аrnokrome 3 Fe-(26-30)%Cr-(7-10)%Co	индукторы, сенсоры	[88]
2	25X15КА	постоянные магниты, для роторов ГД	[21,22]
3	26X15КМТ, 21X15К3ФТ	для роторов ГД	[20,89]
4	26X15К2МФСЮ	электроизмерительные приборы	[35]
5	Fe-Cr-Co	магнитный элемент в нейтронной трубке	[77]

Температурная стабильность магнитных свойств и термостойкость Fe-Cr-Co сплавов позволили применить их в теплонагруженных конструкциях.

Благодаря возможности изготавливать детали сложной формы сплавы стали широко использоваться в электротехнической и электронной промышленности, а высокие механические свойства позволили сконструировать высокооборотные электрические и гироскопические

машины, двигатели мощных центрифуг, приборы и системы управления авиационной, космической, судостроительной техники, элементы памяти магнитоуправляемых контактов [90].

Fe-Cr-Co сплавы нашли применение при производстве деталей гистерезисных двигателей (ГД) различной мощности и конструктивного исполнения. ГД используют в системах автоматики, в высокоскоростных механизмах, в приводах прецизионных гироскопических систем ориентации и управления летательными аппаратами, а также морскими судами.

Параметры ГД зависят от характеристик используемого МТМ [51,88,91,92]. Для производства удобно применять универсальный МТМ, т. е. иметь возможность на сплаве одного химического состава получать различные значения коэрцитивной силы H_c путем варьирования режимов ТО.

Для изготовления ротора ГД используют МТМ со значением коэрцитивной силы H_c от 2 до 30 кА/м и петель гистерезиса по форме близкой к прямоугольной.

Промышленно используемым сплавом для производства роторов ГД является сплав Викаллой на основе системы Fe-Co-V, недостаток которого – наличие дорогостоящего ванадия (3 – 14 масс. %) и большое содержание кобальта (52 – 54 масс. %) [89]. Сплав 25X15КА может заменить сплав Викаллой.

1.7 Постановка задачи исследования

Анализ приведенных литературных данных показывает, что разработка и исследование новых эффективных экономнолегированных материалов на основе магнитотвердых сплавов системы Fe-Cr-Co с пониженным содержанием кобальта является актуальной задачей.

Выбранные для исследования низкокобальтовые магнитотвёрдые Fe-

Cr-Co сплавы легировали молибденом в количестве до 4 масс. %, улучшающим магнитные гистерезисные свойства. Кремний вводили как ферритообразующий элемент с целью повышения устойчивости высокотемпературного α – твердого раствора к образованию нежелательной γ - фазы при закалке от высоких температур.

В диссертационной работе были поставлены следующие основные **задачи**:

1. выбор легирующих компонентов низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с содержанием кобальта от 7 до 13 масс. %;
2. изучение фазового и структурного состояния низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов;
3. изучение влияния режимов термической обработки на магнитные гистерезисные свойства низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов методом планирования эксперимента;
4. исследование влияния легирующих компонентов Co, Cr, Mo на фазовые и структурные превращения, на магнитные гистерезисные свойства низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов.

Решение поставленных задач потребовало проведение дополнительных исследований, например, определение фазового состояния сплавов при различных температурах.

Глава 2 Подготовка образцов, методы обработки и исследования

2.1 Выбор сплавов для исследования

На основе анализа литературных данных для исследования были выбраны низкокобальтовые магнитотвёрдые Fe-Cr-Co сплавы с содержанием кобальта до 13 масс. %. В качестве базового сплава выбрали сплав состава Fe-28%Cr-10%Co-2%Mo-0,5%Si (масс. %) (28X10K2MC).

В таблице 3 показан химический состав Fe-Cr-Co сплавов. Значения отсортированы по убыванию содержания хрома, кобальта и молибдена.

В обозначении марок сплавов буквы означают: X – хром, K – кобальт, M – молибден, C – кремний. Цифры, стоящие перед буквами, указывают на процентное содержание элемента по массе.

Таблица 3 – Химический состав Fe-Cr-Co сплавов

Номер сплава	Содержание элементов, масс. %					Обозначение сплава
	Fe	Cr	Co	Mo	Si	
1	ост.	31	10	2,0	0,5	31X10K2MC
2	ост.	30	12	3,0	0,5	30X12K3MC
3	ост.	30	12	1,0	0,5	30X12KMC
4	ост.	30	8	3,0	0,5	30X8K3MC
5	ост.	30	8	1,0	0,5	30X8KMC
6	ост.	28	13	2,0	0,5	28X13K2MC
7	ост.	28	10	4,0	0,5	28X10K4MC
8	ост.	28	10	2,0	0,5	28X10K2MC
9	ост.	28	10	0,5	0,5	28X10KMC
10	ост.	28	7	2,0	0,5	28X7K2MC
11	ост.	26	12	3,0	0,5	26X12K3MC
12	ост.	26	12	1,0	0,5	26X12KMC
13	ост.	26	8	3,0	0,5	26X8K3MC
14	ост.	26	8	1,0	0,5	26X8KMC
15	ост.	25	10	2,0	0,5	25X10K2MC

2.2 Приготовление образцов

Образцы были изготовлены методами порошковой металлургии, по 5 образцов каждого химического состава.

Были использованы промышленные марки высокочистых порошков железа (BC), хрома (ПХС-1), кобальта (ПК-1Н), молибдена (МПЧ) и кремния (Кр00). Порошки смешивали в турбулентном смесителе С 2.0 «Турбула» (Россия) в течение 81 минуты, компактировали на гидравлическом прессе KNUTH P15 (KNUTH Werkzeugmaschinen GmbH, Германия) (одностороннее прессования с использованием стеарата цинка) в разъёмной матрице с внутренним диаметром 13,6 мм при давлении 600 МПа. В результате получались образцы диаметром 13,6 мм и длиной около 20 мм.

Образцы спекали в течение 2,5 часа при температуре 1420 °С в шахтной печи СШВ-1,25/24-И1 в вакууме 10^{-2} Па по режиму, показанному на рисунке 10.

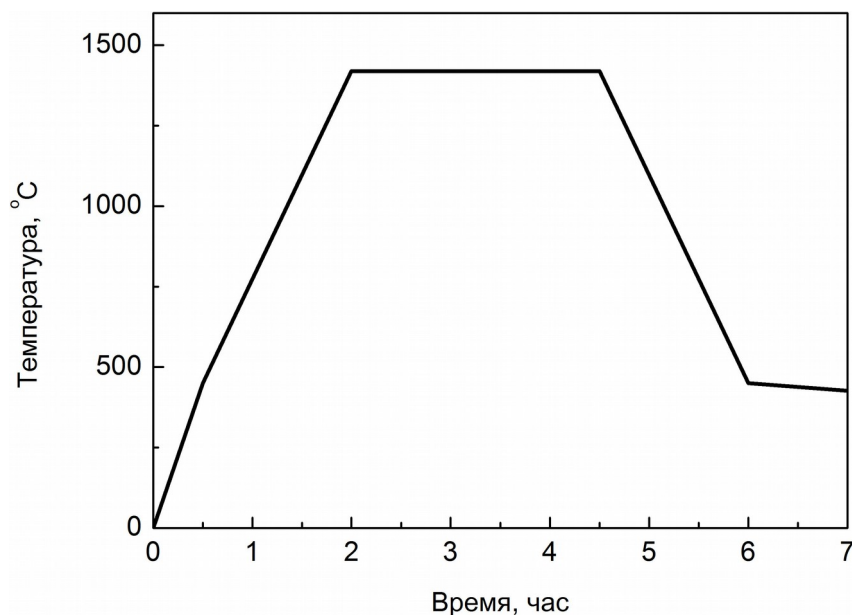


Рисунок 10 – Схема режима спекания образцов Fe-Cr-Co сплава

После спекания образцы охлаждали с печью до комнатной

температуры.

Теоретическую плотность порошковых образцов рассчитывали по формуле 1:

$$\rho_{\text{теор}} = \frac{100}{\frac{a_1}{\rho_1} + \frac{a_2}{\rho_2} + \dots + \frac{a_n}{\rho_n}} \quad (1)$$

где $\rho_1, \rho_2, \dots, \rho_n$ – теоретическая плотность отдельных компонентов смеси, г/см³;

a_1, a_2, \dots, a_n – содержание отдельных компонентов смеси, масс. %.

Для состава 59,5%Fe-28%Cr-10%Co-2%Mo-0,5%Si теоретическая плотность, рассчитанная по формуле 1, составила 7,701 г/см³.

Плотность сформованных и спеченных образцов определяли геометрическими методами. Метод предусматривает измерение объема и массы образца. Линейные размеры замеряли штангенциркулем с точностью $\pm 0,01$ мм. Массу образцов определяли взвешиванием на воздухе с погрешностью не более 0,01 %. Плотность вычисляли делением массы образца на его объем. Плотность полученных образцов к теоретической плотности сплава составила 97,7-99,9 %.

Фотография полученных образцов приведена на рисунке 11.



Рисунок 11 – Фотография изготовленных образцов сплава Fe-Cr-Co

2.3 Методы обработки материалов

Термическая обработка

Нагрев образцов под закалку проводили в высокотемпературной камерной электропечи СНО-4.8.2,5/13-И2 (Россия), отпуск – в лабораторной печи муфельного типа ПЛ 10/12,5 (Россия). Температуру термической обработки (ТО) контролировали платино-родиевой и хромель-алюмелевой термопарой, помещенной непосредственно среди образцов. Регулирование температуры осуществляли с помощью программируемого прибора ПРОТАР 101.

Термомагнитная обработка

ТМО образцов проводили в лабораторной печи с панцирным электромагнитом. Напряженность магнитного поля, создаваемого электромагнитом, была более 240 кА/м. Контроль и поддержание температуры на заданном уровне осуществляли с помощью программируемого ПИД-регулятора ОБЕН ТРМ 251 и хромель-алюмелевой термопары.

2.4 Методы исследования

Рентгенофлуоресцентный анализ

Химический состав полученных образцов исследовали с помощью метода рентгенофлуоресцентного анализа на спектрометре с волновой дисперсией ARL OPTIM'X (Thermo Fisher Scientific, Швейцария) в АО «Гиредмет» ГНЦ РФ.

Дилатометрический анализ

Интервал спинодального распада сплавов определяли с помощью дилатометрического метода на высокотемпературном дилатометре DIL 402 C7G (NETZSCH Geraetebau GmbH, Германия). Образцы нагревали со

скоростью 10 °С/мин в интервале температур от 20 °С до 1300 °С при постоянном продувании аргона со скоростью 75 мл/мин. Температура измерялась платино-платинородиевой термопарой, расположенной в непосредственной близости от образца.

Результаты dilatометрического исследования были получены в виде температурной зависимости относительного удлинения образцов ε :

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0}, \quad (2)$$

где L – длина образца при температуре T ,

L_0 – при температуре начала эксперимента (20 °С).

По dilatометрическим кривым были также определены истинные и средние коэффициенты термического расширения (КТР).

Рентгеноструктурный анализ

Для исследования структуры и фазового состава образцов были проведены рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализы. Рентгеновские исследования были выполнены на порошковых цилиндрических образцах на дифрактометрах Ultima IV (Rigaku, Япония) в CuK_α – излучении и на ДРОН-4 (НПП «Буревестник», Россия) в CoK_α – излучении.

На дифрактометре Ultima IV использовали специальный режим работы детектора (XRF-mode), который позволяет снизить эффекты связанные с дополнительной флуоресценцией и повысить соотношение сигнал/фон.

Нейтронные дифракционные исследования

Исследования проводили на суперпозиционном мультidetекторном

нейтронном дифрактометре ДИСК [93], установленном на горизонтальном экспериментальном канале исследовательского реактора ИР-8 в НИЦ «Курчатовский институт» в диапазоне углов дифракции $1 - 157^\circ$. Образец в виде металлических шайб снимался с вращением 1 час при мощности реактора 5,5 МВт.

Оптическая микроскопия

Микроструктуру образцов после закалки и отпусков изучали методом световой микроскопии при увеличении $\times 50$, $\times 100$, $\times 500$ на микроскопах Neophot (Carl Zeiss, Германия) и Nanofinder S (Tokyo Instruments, Япония). Обработку полученных изображений проводили в программе TourView.

Просвечивающая электронная микроскопия

Электронномикроскопические исследования проводили на фольгах на просвечивающем электронном микроскопе JEM 1400 (Jeol, Япония) в учебно-научном центре «Международная школа микроскопии» НИТУ МИСиС.

Для электронной микроскопии вытачивали стержни диаметром 10 мм, после чего отрезали диски толщиной 0,1 мм (вдоль и поперек направления магнитного поля, приложенного в процессе термомагнитной обработки) на станке электроэрозионной резки АРТА-221.

Для расшифровки электронограмм использовали уравнение 3:

$$Rd_{hkl} = \lambda L, \quad (3)$$

где R – расстоянием от центра микродифракционной картины до соответствующего рефлекса R ;

d_{hkl} – межплоскостное расстояние;

λ – длина волны;

L – расстояние от объекта до микродифракционной картины.

Электроннограммы представляли собой сечение обратной решетки, проходящее через начальный узел (000), в масштабе $L\lambda$.

2.5 Измерение магнитных свойств

Магнитные свойства измеряли в соответствии с ГОСТ 24897-81 [94]. Измерение магнитных свойств (B_r , H_c , $(BH)_{max}$) проводили на гистерезисографе Permagraph L EP-3 (Magnet-Physik, Германия), а намагниченность насыщения $4\pi I_s$ – на автоматизированной лабораторной установке, построенной на основе гистерезисографа УФ.ФИ-400/5-003, снабженной персональным компьютером и многофункциональной картой сбора данных USB NI 6008/6009. Измерение магнитных характеристик проводили в программе PERMA. Коэрцитивная сила H_c является структурно-чувствительным свойством материала.

Погрешность измерений коэрцитивной силы H_c и остаточной индукции B_r составляла 3 %, магнитного произведения $(BH)_{max}$ – 6 %. Перед измерением магнитных свойств поверхность образцов очищали от окалины на наждачном круге.

2.6 Измерение механических свойств

Испытания образцов на твердость проводили по методу Виккерса на твердомере DIGI-TESTOR 930 (Instron, Германия) по ГОСТ 2999-75 [20]. В поверхность образца вдавливалась алмазная четырехгранная пирамидка с углом при вершине 136° . Для определения твердости применяли нагрузку 294 Н. Поверхность образцов была тщательно отшлифована и отполирована. При измерении HV30 для каждого проведенного режима ТО выполняли по 10 измерений, определяли среднее значение и стандартное отклонение (квадратичную ошибку).

Исследование механических свойств образцов на сжатие проводили на установке Instron 3382 (Instron, Германия) по ГОСТ 25.503-97 [95]. Для проведения эксперимента разрывная машина была оснащена плитами для испытаний на сжатие. Испытание материала прекращалось в момент достижения предельной нагрузки установки в 10 тонн на образец.

Дополнительное исследование образцов на сжатие проводили на испытательном прессе ИП-1000-1 (ЗИМ Точмашприбор, Россия) по ГОСТ 10180. Испытание прекращалась после разрушения образца.

Методом инструментального индентирования на динамическом микротвердомере DУН-211S (SHIMADZU, Япония) по ГОСТ Р 8.748-2011 [96] определяли твердость H_{it} , модуль упругости индентирования E_{it} и работу упругой деформации η_{it} .

2.7 Анализ данных

В работе был использован метод планирования эксперимента, который включал в себя получение математической модели (уравнение регрессии), учет взаимодействия всех факторов, проверку модели на адекватность и работоспособность, а также ее интерпретацию [97–102].

Обработку результатов оптимизации проводили в программах Statgraphics Plus 5.1 и Statistica 6.0.

Глава 3 Разработка и исследование низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов

3.1 Исследование фазовых превращений

Температурные интервалы фазовых переходов (ФП) изучали методом дилатометрического анализа в магнитотвёрдых сплавах на основе системы Fe-Cr-Co с пониженным содержанием кобальта. По дилатометрическим кривым определяли температуру начала и конца ФП.

На рисунке 12 а приведена дилатометрические кривая базового сплава 28X10K2MC, снятая при нагреве и охлаждении, а также первая производная этой кривой (рисунке 12 б).

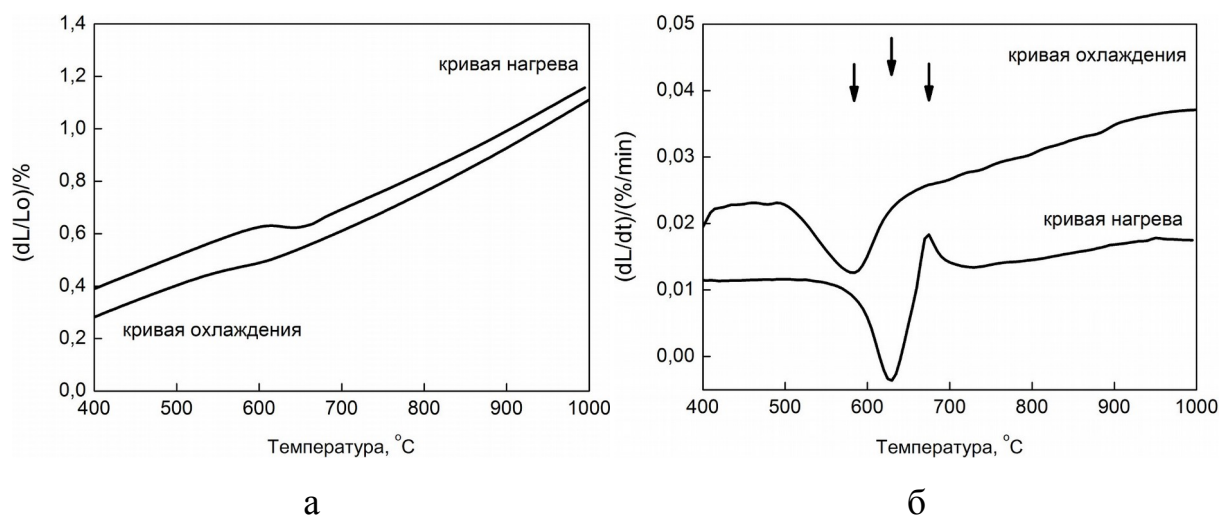


Рисунок 12 – Дилатометрические кривые нагрева и охлаждения сплава 28X10K2MC

При нагреве изменяется объем и линейные размеры образца. Начиная с температуры 530 $^{\circ}\text{C}$, происходит разупорядочение магнитных моментов и растворение α_1 и α_2 -фаз (пик с минимумом при температуре 630 $^{\circ}\text{C}$), наблюдается сжатие образца. При охлаждении, происходит спинодальный распад α – твёрдого раствора на изоморфные ОЦК α_1 и α_2 -фазы (пик с минимумом при температуре 580 $^{\circ}\text{C}$).

Дилатометрические кривые нагрева и охлаждения сплава 30X8K3MC имеет схожие черты с базовым сплавом (рисунок 13).

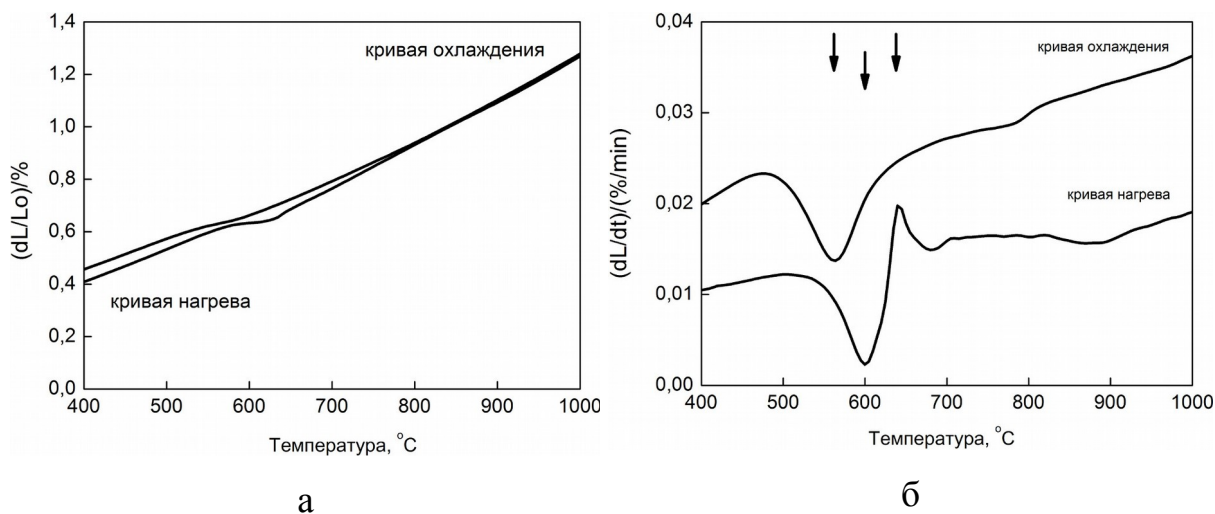


Рисунок 13 – Дилатометрические кривые нагрева и охлаждения сплава 30X8K3MC

Растворение α_1 и α_2 -фаз происходит при температуре 600 °С, а спинодальный распад при температуре 560 °С.

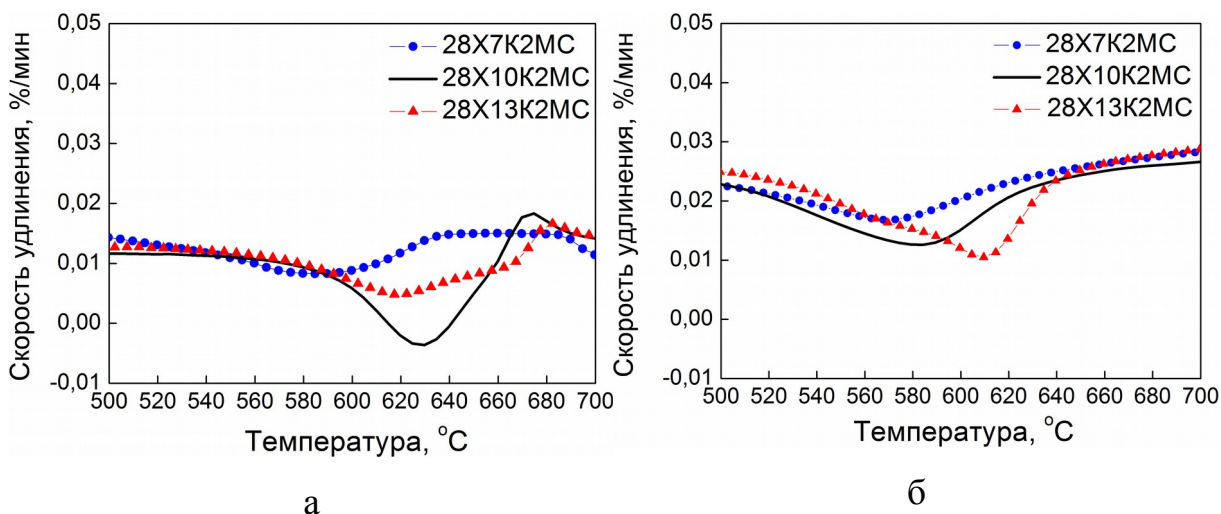


Рисунок 14 – Скорость удлинения образцов из сплавов 28X7K2MC, 28X10K2MC, 28X13K2MC в процессе нагрева (а) и охлаждения (б)

На рисунке 14 показаны дилатометрические кривые нагрева и охлаждения сплавов 28X7K2MC, 28X10K2MC и 28X13K2MC. Видно, что

чем больше содержание кобальта в сплаве, тем выше температура распада $\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$.

В таблице 4 приведены температурные интервалы начала и конца растворения и распада для сплавов 28X7K2MC, 28X10K2MC и 28X13K2MC.

Таблица 4 – Температурные интервалы растворения и распада для сплавов 28X7K2MC, 28X10K2MC и 28X13K2MC

№	Сплав	Интервалы температур, °С	
		растворения	распада
1	30X8K3MC	600 – 640	560 – 640
2	28X13K2MC	635 – 690	610 – 670
3	28X10K2MC	630 – 675	580 – 640
4	28X7K2MC	610 – 675	570 – 630
5	26X8K3MC	590 – 650	580 – 685
6	25X10K2MC	630 – 690	580 – 670

Различие в температурах растворения и распада связано с высокой скоростью нагрева и охлаждения (10 °С/мин) образца.

Спинодальный распад для сплава 28X13K2MC начинается при температуре 670 °С, а для сплава с меньшим содержанием кобальта 28X7K2MC распад начинается при температуре 630 °С. С понижением содержания кобальта в сплавах, температура растворения и распада падает.

По дилатометрическим кривым рассчитаны значения коэффициента термического расширения (КТР). В таблице 5 приведены результаты КТР в интервале температур 20-1200 °С для базового сплава 28X10K2MC.

Таблица 5 – Коэффициент термического расширения сплава 28X10K2MC

Коэффициент термического расширения, $\alpha \cdot 10^6$, 1/К, в интервале температур, °С										
20- 200	20- 300	20- 400	20- 500	20- 600	20- 700	20- 800	20- 900	20- 1000	20- 1100	20- 1200
5,55	9,01	10,32	10,78	10,82	10,23	10,71	11,29	11,93	12,43	12,78

В таблице 6 приведены значения КТР для других сплавов.

Таблица 6 – Коэффициент термического расширения сплавов

№	Марка	Содержание, масс. %			$\alpha \cdot 10^6$, 1/К (20-900 °С)
		Cr	Co	Mo	
1	30X8K3MC	30	8	3	13,15
2	28X10K2MC	28	10	2	11,29
3	28X7K2MC	28	7	2	13,10
4	28X13K2MC	28	13	2	12,59
5	26X8K3MC	26	8	3	13,00
6	25X10K2MC	25	10	2	12,04

Термическую обработку Fe-Cr-Co сплавов проводили выше температуры начала спинодального распада.

С учетом полученных экспериментальных данных можно сделать вывод о том, что начало термической обработки магнитотвёрдых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co с пониженным содержанием кобальта до 7 масс. %, легированных молибденом и кремнием целесообразно начинать в интервале температур 630 – 685 °С для достижения высоких магнитных свойств.

Изучение фазового состояния сплавов в интервале температур 500 – 1300 °С проводили методами рентгеноструктурного анализа, оптической микроскопии и измерением твердости сплавов.

Все образцы рассматриваемых сплавов подвергали закалке на однофазное состояние от температуры 1300 °С в воде и отпускали при различных температурах от 1250 °С до 550 °С в течение 30 минут, после чего закаливали в воде.

Кривая зависимости твердости (HV30) базового сплава 28X10K2MC от температуры отпуска показана на рисунке 15.

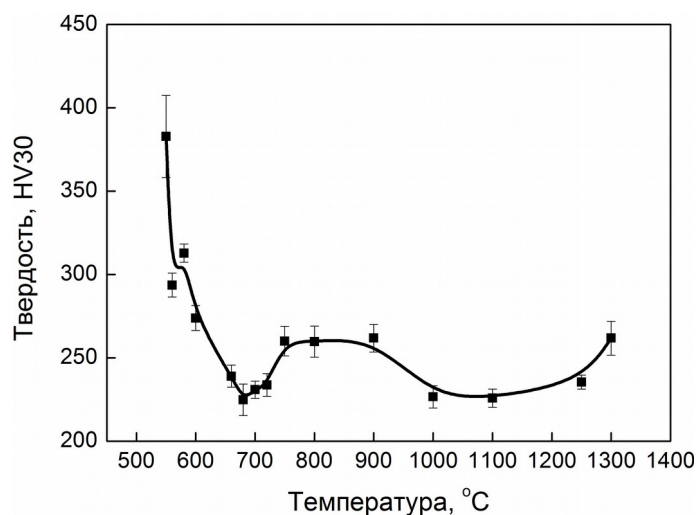


Рисунок 15 – Зависимость твердости сплава 28X10K2MC от температуры отпуска

Можно выделить три температурных интервала, в которых существуют: α - фаза, $\alpha + \gamma$ - фаза и $\alpha_1 + \alpha_2$ - фаза. Твердость после отпуска в интервале температур 550 – 600 °С выше, чем после закалки от температуры 1300 °С из-за протекающего в α - фазе процесса расслоения. Наибольшее значение твердости на сплаве 28X10K2MC достигается при температуре 550 °С в ходе дисперсионного твердения α - фазы, и составляет $HV_{30} = 383 \pm 25$ кгс/мм².

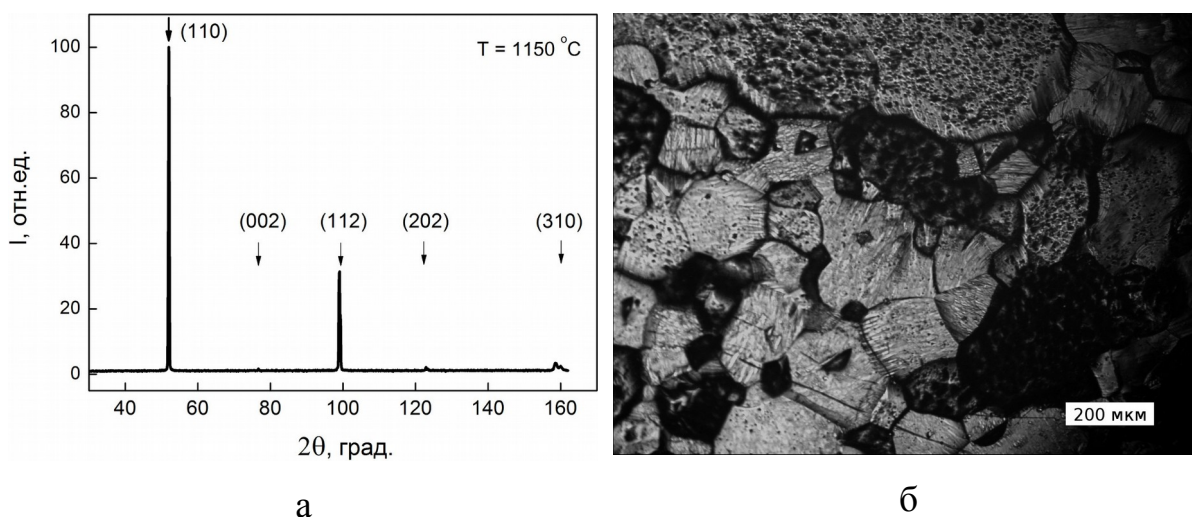


Рисунок 16 – Рентгенограмма (а) и микроструктура (б) сплава 28X10K2МС после отпуска при температуре 1150 °С, 30 минут

В интервале температур 1000 – 1250 °С в сплаве существует ОЦК α – фаза, что подтверждается данными рентгеноструктурного анализа и анализа микроструктуры сплава (рисунок 16 а и б). Период решетки α – твердого раствора на основе Fe составляет $0,2879 \pm 0,0001$ нм.

В температурном интервале 700 – 1000 °С α – фаза сосуществует с немагнитной ГЦК γ – фаза. Ниже температуры 650 °С начинается дисперсионное твердение сплава.

Твердость после отпуска при температуре 500 – 600 °С выше, чем после отпуска при температуре 1300 °С из-за протекающего в α – фазе процесса расслоения.

Кривая зависимости твердости сплава (HV30) 30X8KMC от температуры отпуска (рисунок 17) имеет схожий характер с кривой базового сплава 28X10K2MC.

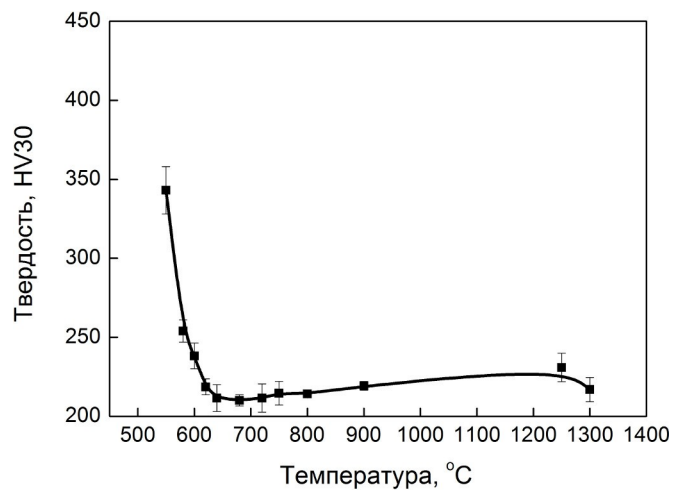
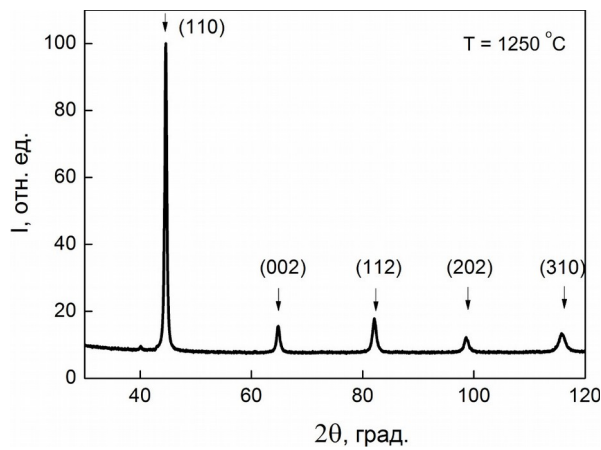
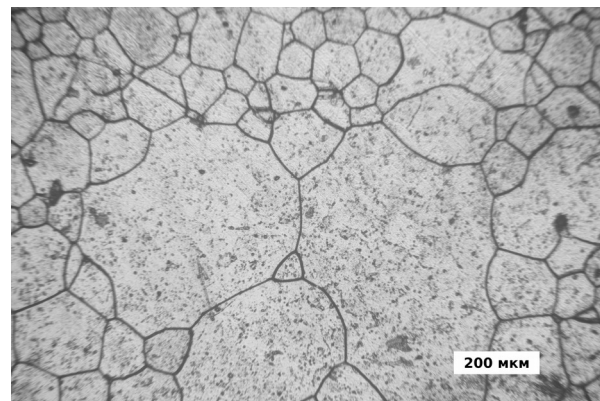


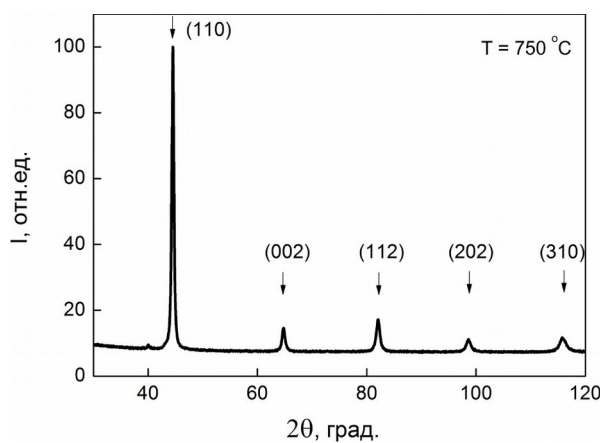
Рисунок 17 – Зависимость твердости сплава 30X8KMS от температуры отпуска



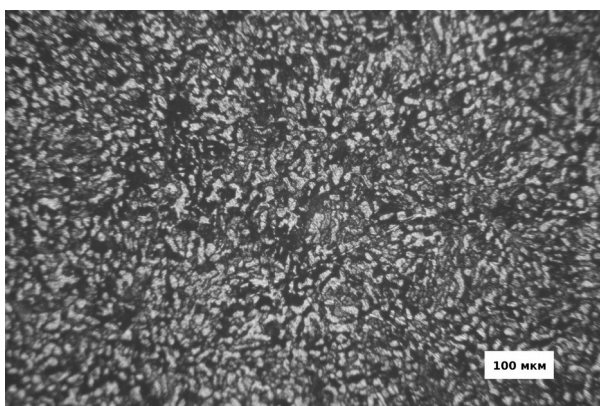
а



б



в



г

Рисунок 18 – Рентгенограмма (а) и микроструктура сплава 30X8KMS (б) после отпуска при температуре 1250 °C и 750 °C, 30 минут

На рисунке 18 показаны рентгенограммы и микроструктуры сплава 30X8KMC после отпуска при температуре 1250 °С и 750 °С течение 30 минут.

На рентгенограмме присутствуют пики от α -Fe. По данные количественного рентгеновского фазового анализа период решетки составляет $0,2877 \pm 0,0001$ нм и $0,2876 \pm 0,0001$ нм для образца после отпуска при температуре 1250 °С и 750 °С, соответственно. Полученный результат хорошо согласуется с результатом анализа микроструктуры.

Кривые зависимости твердости от температуры отпуска хорошо совпадают для рассматриваемых сплавов, что вместе с данными рентгенофазового анализа свидетельствует о совпадении характера и температурных интервалов фазовых превращений в исследуемых сплавах (рисунок 19).

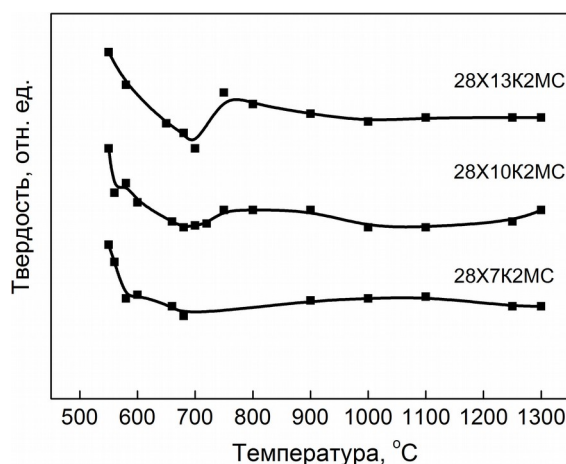


Рисунок 19 – Зависимость твердости от температуры отпуска для сплавов 28X7K2MC, 28X10K2MC и 28X13K2MC

Наличие немагнитной σ -фазы в сплавах после отпуска при разных температурах в течение 30 минут не было обнаружено. Присутствие σ -фазы в сплаве нежелательно, так как резко снижаются магнитные и ухудшаются механические свойства сплава.

На основе полученных экспериментальных данных была выбрана оптимальная для всех сплавов температура закалки – 1250 °С. Данные о температурных интервалах фазовых превращений использованы при выборе режимов ТМО исследуемых магнитотвёрдых сплавов.

3.2 Кинетика выделения σ -фазы

Большинство ферритообразующих элементов, которыми легируют магнитотвердые Fe-Cr-Co сплавы для стабилизации ОЦК твёрдого раствора, смещают область существования σ -фазы в сторону более низкого содержания хрома и увеличивают склонность состава сплава к образованию фазы.

Присутствие σ -фазы в магнитотвердых материалах крайне нежелательно, поскольку данная фаза является очень хрупким и устойчивым соединением, присутствие которой резко ухудшает магнитные и механические свойства. Мелкодисперсные выделения σ -фазы также могут влиять на коэрцитивную силу, оказывая сопротивление движению доменных границ при перемагничивании.

В системе Fe-Cr происходит упорядочение с образованием σ -фазы в температурном интервале от 600 °С до 830 °С. В качестве температур отпуска были выбраны следующие температуры: 650 °С, 700 °С, 750 °С и 800 °С.

Кинетику выделения немагнитной σ -фазы, присутствие в сплаве которой является нежелательным, изучали на сплаве 33X12K2Д с большим содержанием хрома (33 масс. %) и кобальта (12 масс. %) методами рентгеноструктурного фазового анализа и измерениями твердости сплава для выбора оптимального интервала термической обработки сплавов. Процесс выделения σ -фазы в сплаве 33X12K2Д происходит в температурном интервале 650 – 800 °С. Скорость выделения σ -фазы максимальна при 750 °С (рисунок 20). Период решетки σ -фазы в

зависимости от времени отпуска практически не изменяется в пределах ошибки, что, по-видимому, свидетельствует о постоянном химическом составе, выделяющейся σ -фазы. После отпуска в течении 4 часа при температуре 750 °С периоды составили: $a = 0,8772$ нм и $c = 0,4572$ нм.

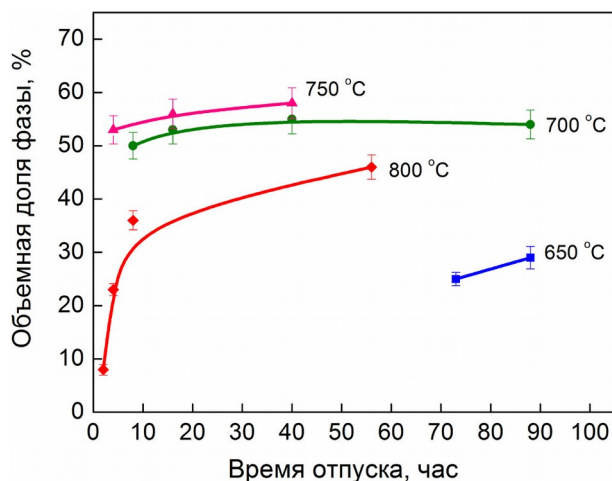


Рисунок 20 – Изменение объемной доли σ -фазы в сплаве 33X12K2Д в процессе старения при разных температурах (цифры у кривых)

Наличие σ -фазы в исследуемых магнитотвёрдых сплавах после отпуска при разных температурах в течение 30 минут не было обнаружено. Данные о температурных интервалах фазовых превращений были использованы при выборе режимов термической (ТО) и термомагнитной обработок (ТМО).

3.3 Влияние термической обработки на формирование магнитных свойств сплавов

В качестве параметров, оказывающих влияние на уровень магнитных свойств во время ТО сплавов, были выбраны: температура начала изотермической термомагнитной обработки T_2 (фактор А) и скорость контролируемого охлаждения v_1 (фактор В).

На рисунке 21 приведена схема режима ТО сплавов. Все образцы

закаливали в воду от температуры 1250 °С (15 минут), затем нагревали до температуры 700-720 °С и охлаждали в магнитном поле с температуры T_2 до 600 °С со скоростью v_1 , далее проводили охлаждение без поля до температуры 500 °С со скоростью 8 °С/ч.

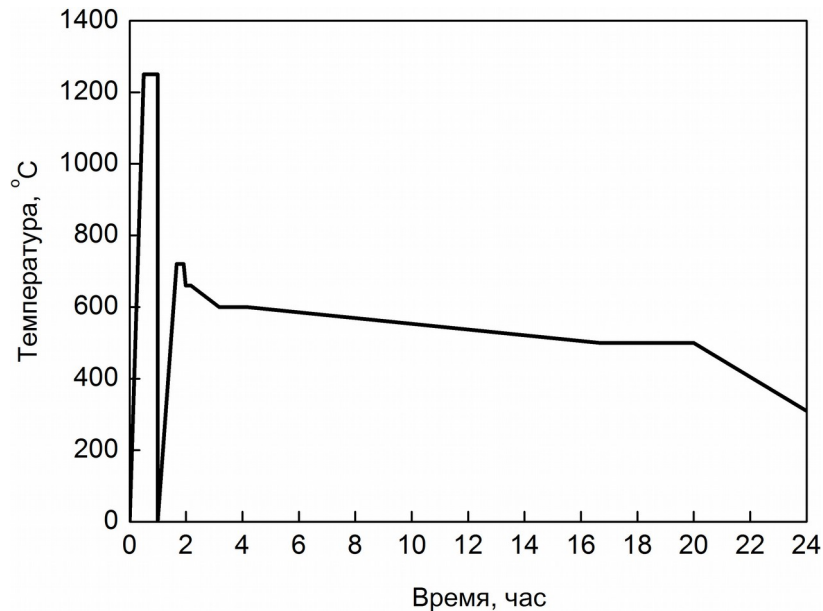


Рисунок 21 – Схема термической обработки Fe-Cr-Co сплавов

Оптимизацию режимов ТО (для получения ВКС) магнитотвёрдых сплавов осуществляли методом планирования эксперимента [97–101].

В таблице 7 приведены уровни варьирования факторов оптимизации.

Таблица 7 – Факторы оптимизации и уровни их варьирования

Факторы	Обозначение	Ед. изм.	Уровни факторов				
			-1,41	-1	0	1	1,41
T_2	A	°С	632	640	660	680	688
v_1	B	°С/ч	32	40	60	80	88

В качестве нулевого уровня эксперимента для всех сплавов принимали температуру начала термообработки $T_2 = 660$ °С и скорость

охлаждения $v_1 = 60 \text{ }^\circ\text{C/ч}$; шаг варьирования T_2 был выбран $20 \text{ }^\circ\text{C}$, а $v_1 \pm 20 \text{ }^\circ\text{C/ч}$.

Матрица планирования эксперимента (таблица 8) для двухфакторной задачи была выбрана в виде рототабельного центрального композиционного плана 2^2 и две звездные точки со значением уровней фактора $-1,41$ и $1,41$. Порядок проведения экспериментов определялся случайным образом.

Таблица 8 – Матрица планирования двухфакторного эксперимента

Номер опыта	Факторы в безразмерной системе координат		Факторы в натуральном масштабе	
	A	B	v_1	T_2
1	0	0	60	660
2	0	0	60	660
3	1	1	80	680
4	-1,41	0	32	660
5	0	1,41	60	688
6	-1	-1	40	640
7	-1	1	40	680
8	1,41	0	88	660
9	0	0	60	660
10	0	-1,41	60	632
11	1	-1	80	640

Для определения ошибки опыта эксперимент на нулевом уровне (0; 0) проводили три раза.

Для всех сплавов с использованием методов регрессионного и дисперсионного анализа получены зависимости магнитных свойств (B_r , H_c и $(BH)_{\max}$) от параметров ТО сплава в виде уравнений регрессии. По диаграммам Парето определена статистическая значимость

коэффициентов уравнения регрессии. Полученная математическая модель проверена на адекватность (соответствие) характеристикам исследуемого процесса. Экспериментальные значения магнитных свойств сравнили со значениями, рассчитанными по полученным уравнениям регрессии. Работоспособность модели проверяли по коэффициенту детерминации (R^2), характеризующего степень совпадения экспериментальных данных с расчетными. С помощью построенных сечений поверхности отклика выбраны оптимальные интервалы режима ТО.

Сплав 31X10K2MC

В таблице 9 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 31X10K2MC после ТО.

Таблица 9 – Магнитные свойства сплава 31X10K2MC

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,11	28,4	17,9
2	60	660	1,11	28,4	17,9
3	80	680	1,05	35,3	17,5
4	32	660	1,08	31,2	17,7
5	60	688	1,03	32,6	15,2
6	40	640	1,08	27,7	12,8
7	40	680	1,07	32,6	16,8
8	88	660	1,04	34,2	17,4
9	60	660	1,11	28,4	17,9
10	60	632	1,04	33,9	15,9
11	80	640	1,02	34,8	16,0

Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 35,3$ кА/м было получено после ТО № 3, $\eta = 0,47$. Максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,11$ Тл и максимального магнитного произведения $(BH)_{\max} = 17,9$ кДж/м³ и $\eta = 0,57$, при $H_c = 28,4$ – после ТО № 9. Петля гистерезиса сплава показана на рисунке 22.

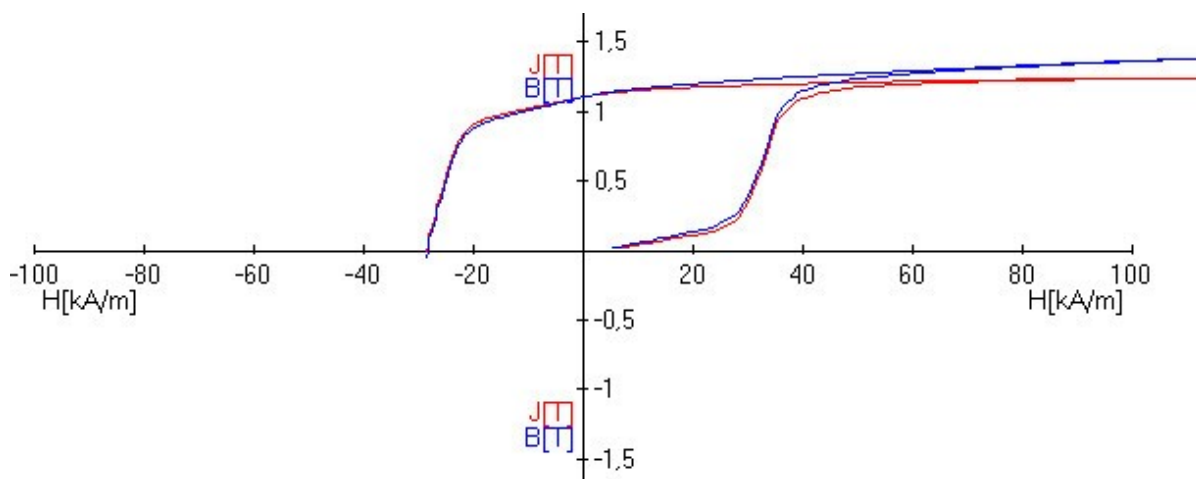


Рисунок 22 – Петля гистерезиса сплава 31X10K2МС после ТО № 9

В таблице 10 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих зависимости B_r , H_c и $(BH)_{max}$ от режимов ТО.

Таблица 10 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 31X10K2МС)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,11	-0,02	0,001	-0,02	0,01	-0,03
H_c	28,4	1,75	0,43	2,04	-1,09	2,3
$(BH)_{max}$	17,9	0,43	0,56	-0,37	-0,6	-1,37

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 23), иллюстрирующим дисперсионный анализ полученных моделей.

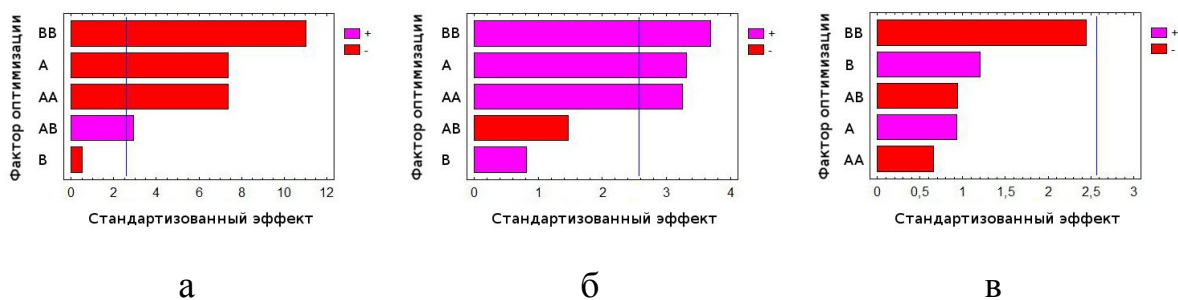


Рисунок 23 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), для H_c (б) и для $(BH)_{\max}$ (в) сплава 31X10K2MC

Для уравнения регрессии остаточной индукции V_r статистически значимы следующие коэффициенты с уровнем значимости P меньше $\alpha=0,05$: линейный коэффициент фактора A ($P = 0,0007$), квадратичные коэффициенты факторов A ($P = 0,0007$) и B ($P = 0,0001$), а также произведение факторов $A \cdot B$ ($P = 0,0323$).

Для уравнения регрессии коэрцитивной силы H_c значимы следующие коэффициенты с уровнем значимости P меньше $\alpha=0,05$: линейный коэффициент фактора A ($P = 0,0211$), квадратичные коэффициенты факторов A ($P = 0,0226$) и B ($P = 0,0142$).

Для уравнения регрессии максимального энергетического произведения $(BH)_{\max}$ все коэффициенты статистически не значимы.

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$V_r = 1,11 - 0,02 \times A - 0,02 \times A^2 + 0,01 \times A \times B - 0,03 \times B^2 \quad (4)$$

$$H_c = 28,4 + 1,75 \times A + 2,04 \times A^2 + 2,3 \times B^2 \quad (5)$$

Из уравнений регрессии (4-5) видно, что наиболее сильное влияние на значение остаточной индукции V_r оказывает парное взаимодействие факторов AB – сочетание температуры начала ТМО и скорости охлаждения сплава. Коэффициенты при A , A^2 , B^2 отрицательные, следовательно, с

уменьшением фактора А и В значение отклика возрастает, а с увеличением – убывает.

На значение коэрцитивной силы H_c (формула 5) наиболее сильное влияние оказывает квадратичный фактор В, он имеет наибольший по абсолютной величине коэффициент. После него по силе влияния на отклик идут: линейный фактор А и квадратичный фактор А. Так как коэффициенты положительны, то с увеличением этих факторов увеличивается отклик, т. е. увеличивается значение коэрцитивной силы H_c .

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии B_r , H_c (4-5), приведены в таблице 11.

Таблица 11 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 31X10K2MC

Номер режима ТО	Эксперимент		Расчет по уравнениям	
	B_r , Тл	H_c , кА/м	B_r , Тл	H_c , кА/м
1	1,11	28,4	1,11	28,4
2	1,11	28,4	1,11	28,4
3	1,05	35,4	1,04	33,9
4	1,08	31,2	1,09	30,0
5	1,03	32,6	1,04	33,7
6	1,08	27,7	1,08	29,5
7	1,07	32,6	1,06	32,6
8	1,04	34,2	1,03	35,0
9	1,11	28,4	1,11	28,4
10	1,04	33,9	1,04	32,4
11	1,02	34,8	1,02	35,2

Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения B_r (формула 4) и H_c (формула 5) составляет 97,6 % и 86,7 %, соответственно. Математическая

модель в виде аналитической зависимости является работоспособной, т.к. R^2 больше 70 % и ее можно использовать для прогнозирования результатов.

На рисунке 24 приведены изображения поверхности отклика остаточной индукции B_r и коэрцитивной силы H_c , а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.

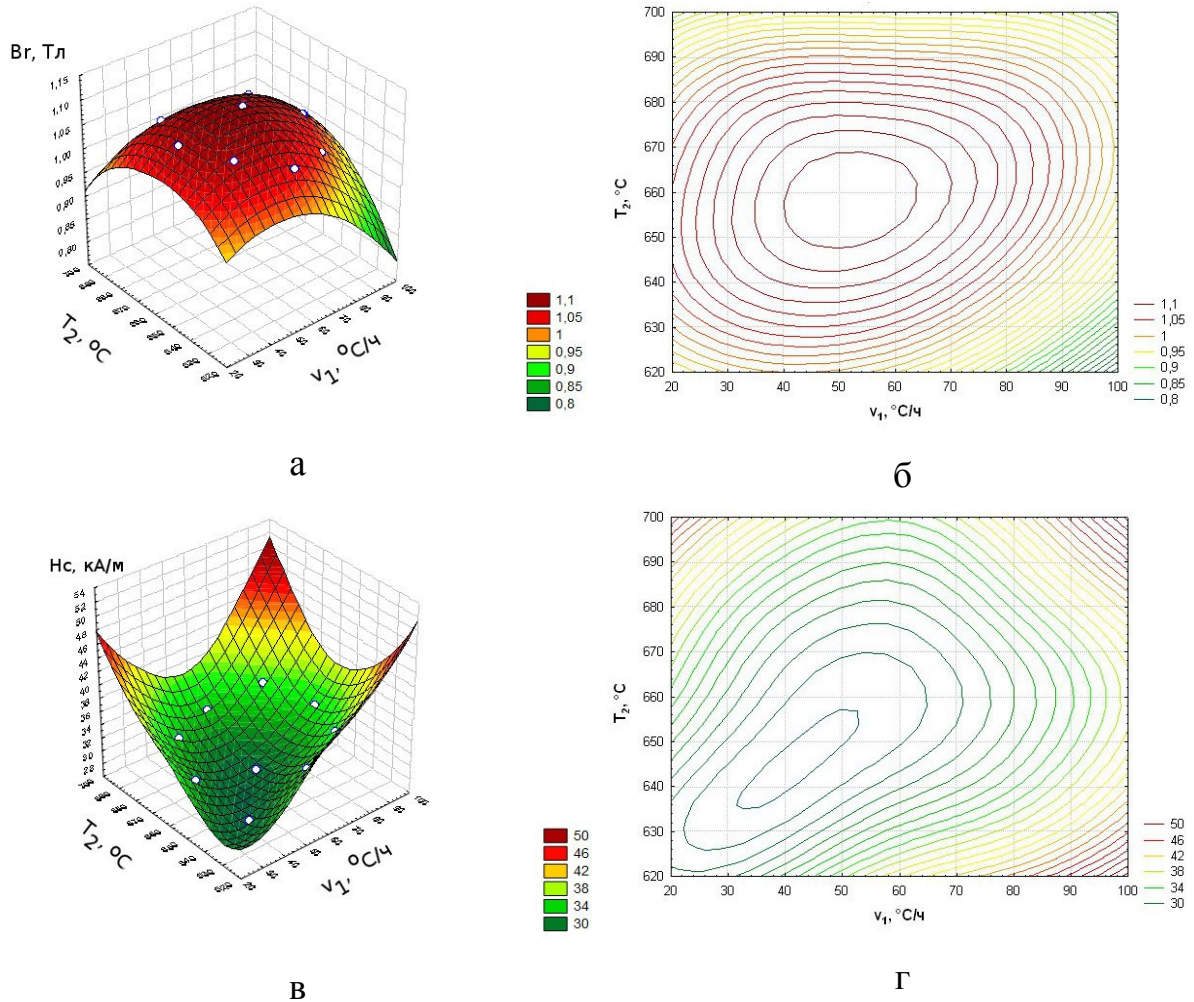


Рисунок 24 – Поверхности отклика и их сечения для B_r (а, б) и для H_c (в, г) сплава 31X10K2MS

Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения B_r является охлаждение сплава в магнитном поле с температуры 650-670 °C со скоростью 40-60 °C/ч, а для получения максимального значения H_c – охлаждение сплава в магнитном поле с температуры 620-630 °C до 600 °C со скоростью 80-90 °C/ч.

Сплав 30X12К3МС

В таблице 12 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 30X12К3МС после ТО.

Таблица 12 – Магнитные свойства сплава 30X12К3МС

Номер режима ТО	v_1 , °С/ч	T_2 , °С	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,09	27,8	15,8
2	60	660	1,09	27,8	15,8
3	80	680	0,98	41,8	17,3
4	32	660	1,07	24,6	11,4
5	60	688	0,99	39,4	16,1
6	40	640	1,06	36,1	17,1
7	40	680	1,00	33,1	13,5
8	88	660	1,05	41,9	21,2
9	60	660	1,09	27,8	15,8
10	60	632	1,06	38,1	18,8
11	80	640	1,19	35,3	24,4

Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 41,9$ кА/м было получено после ТО № 8, при этом значение $B_r = 1,05$ Тл, $(BH)_{\max} = 21,2$ кДж/м³, а $\eta = 0,48$; максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,19$ Тл, $(BH)_{\max} = 24,4$ кДж/м³, а $\eta = 0,58$ – после ТО № 11.

Петля гистерезиса сплава, обработанного по этому режиму, показана на рисунке 25.

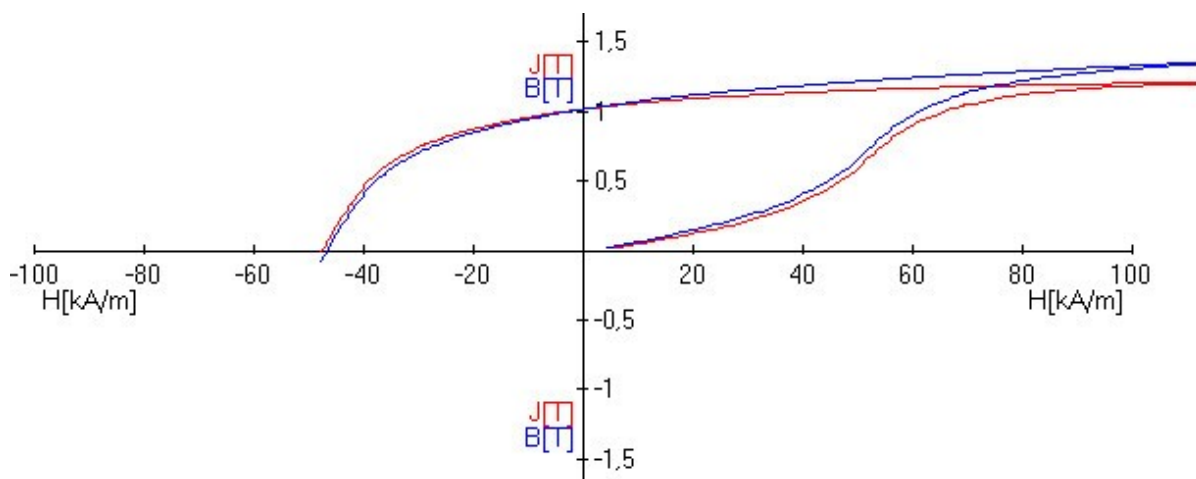


Рисунок 25 – Петля гистерезиса сплава 30X12K3МС после ТО № 11

В таблице 13 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

Таблица 13 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 31X10K2МС)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,09	0,01	-0,05	-0,01	-0,04	-0,03
H_c	27,8	4,06	0,7	2,87	2,38	5,6
$(BH)_{max}$	15,8	3,12	-1,8	0,55	-0,88	1,13

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 26).

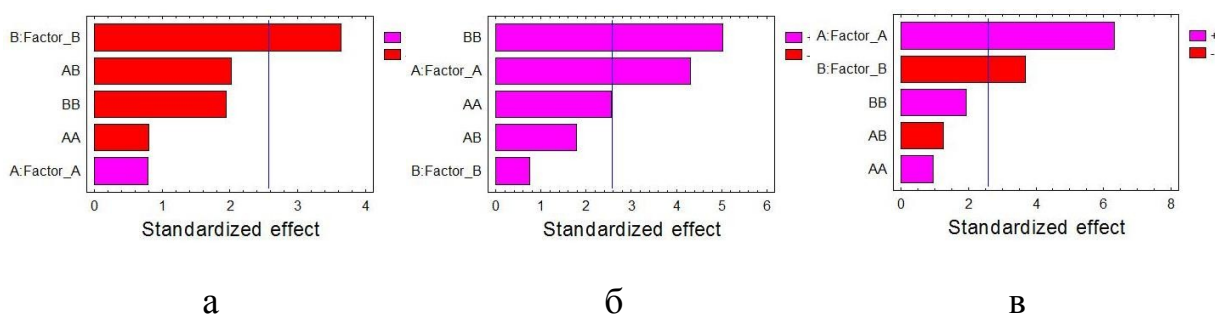


Рисунок 26 – Стандартизованные диаграммы Парето для B_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 30X12K3МС

Для уравнения регрессии B_r значим линейный коэффициент фактора В (уровень значимости Р меньше $\alpha=0,05$ и равен 0,015); для уравнения регрессии H_c значимы линейный коэффициент фактора А ($P = 0,0077$) и квадратичный коэффициент фактора В ($P = 0,004$); для уравнения регрессии $(BH)_{max}$ значимы линейный коэффициент фактора А ($P = 0,0015$) и фактора В ($P = 0,00144$).

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$B_r = 1,09 - 0,05 \times B \quad (6)$$

$$H_c = 27,8 + 4,06 \times A + 5,6 \times B^2 \quad (7)$$

$$(BH)_{max} = 15,8 + 3,12 \times A - 1,8 \times B \quad (8)$$

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии, приведены в таблице 14.

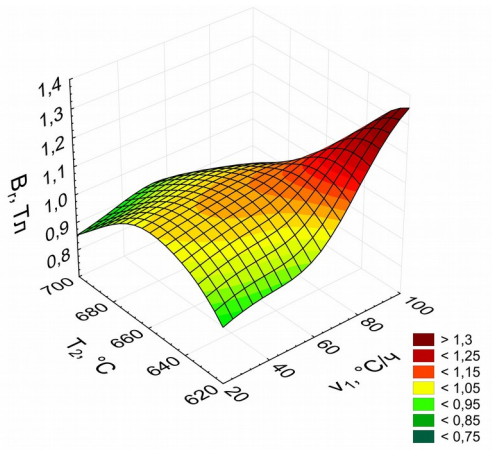
Таблица 14 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 30X12K3MC

Номер режима ТО	Эксперимент			Расчет по уравнениям регрессии		
	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	1,09	27,8	15,8	1,09	27,8	15,8
2	1,09	27,8	15,8	1,05	33,9	15,3
3	0,98	41,8	17,3	1,09	27,8	15,8
4	1,07	24,6	11,4	1,14	37,3	20,2
5	0,99	39,4	16,1	1,03	30,5	13,4
6	1,06	36,1	17,1	1,09	27,8	15,8
7	1,00	33,1	13,5	0,97	40,0	15,5
8	1,05	41,9	21,2	1,05	33,5	20,2
9	1,09	27,8	15,8	1,10	38,1	20,6
10	1,06	38,1	18,8	0,98	43,4	17,9
11	1,19	35,3	24,4	1,08	39,3	21,3

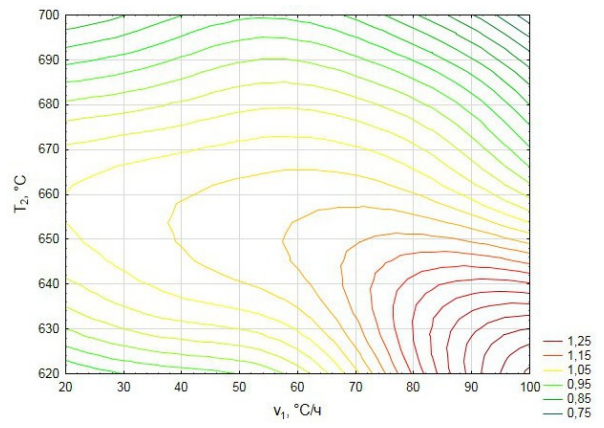
Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициентов детерминации (R^2) для уравнений V_r , H_c и $(BH)_{\max}$ составляет 81,3 %, 90,7 % и 92,2 %, соответственно. Математические модели работоспособны, т. к. R^2 больше 70 %, т. е. их можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 27 приведены поверхности отклика остаточной индукция V_r , коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{\max}$, а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.

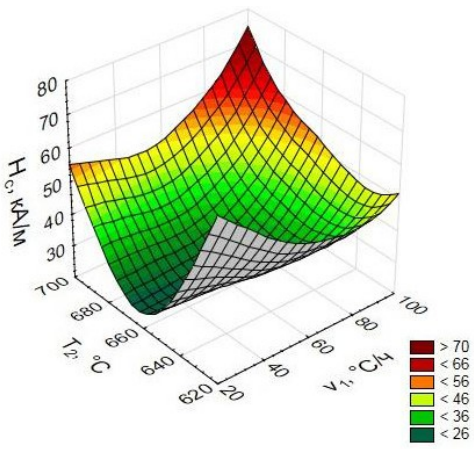
Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения V_r и $(BH)_{\max}$ является охлаждение сплава в магнитном поле с температуры 620-630 °С до 600 °С со скоростью 80-90 °С/ч; для получения максимального значения H_c – охлаждение сплава в магнитном поле с температуры 620-630 °С со скоростью 20-30 °С/ч или охлаждение с температуры 690-700 °С до 600 °С со скоростью 80-90 °С/ч.



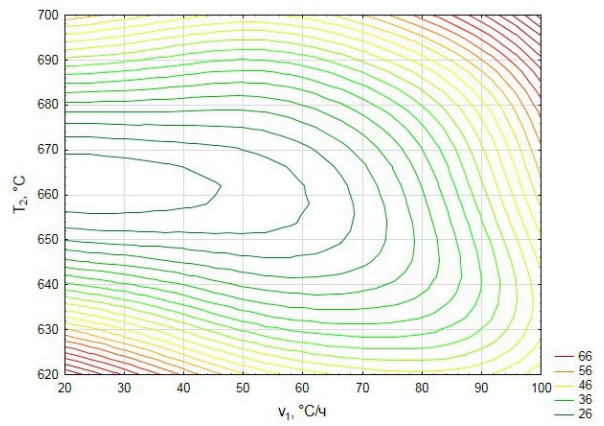
а



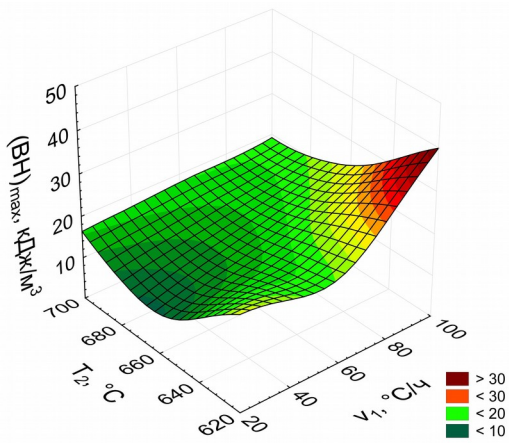
б



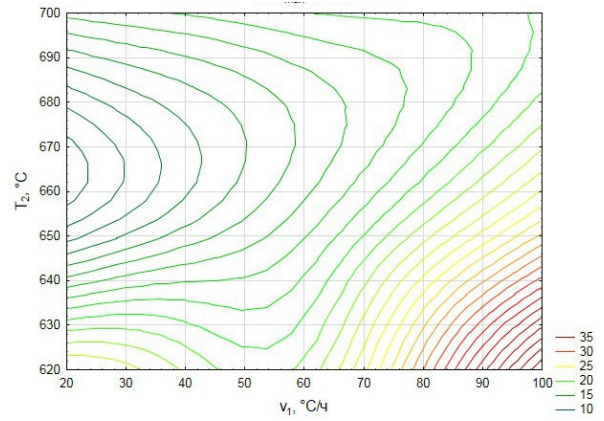
в



г



д



е

Рисунок 27 – Поверхности отклика и их сечения для V_r (а, б), H_c (в, г) и $(ВН)_{max}$ (д, е) сплава 30X12К3МС

Сплав 30X12КМС

В таблице 15 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 30X12КМС после ТО.

Таблица 15 – Магнитные свойства сплава 30X12КМС

Номер режима ТО	v_1 , °С/ч	T_2 , °С	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,17	28,5	19,4
2	60	660	1,17	28,5	19,4
3	80	680	1,12	41,9	25,7
4	32	660	1,18	29,1	18,8
5	60	688	1,12	39,7	23,0
6	40	640	1,12	38,1	21,6
7	40	680	1,17	31,6	20,1
8	88	660	1,15	37,5	25,9
9	60	660	1,17	28,5	19,4
10	60	632	1,15	37,6	24,5
11	80	640	1,14	39,2	25,7

Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 41,9$ кА/м было получено после ТО № 3, при этом $B_r = 1,12$ Тл, $(BH)_{\max} = 25,7$ кДж/м³, $\eta = 0,55$. Максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,18$ Тл – после ТО № 4, $H_c = 29,1$ кА/м и $(BH)_{\max} = 18,8$ кДж/м³, $\eta = 0,55$. Максимальное значение максимального магнитного произведения $(BH)_{\max} = 25,9$ кДж/м³ и $\eta = 0,60$ было после ТО № 8, петля гистерезиса сплава показана на рисунке 28.

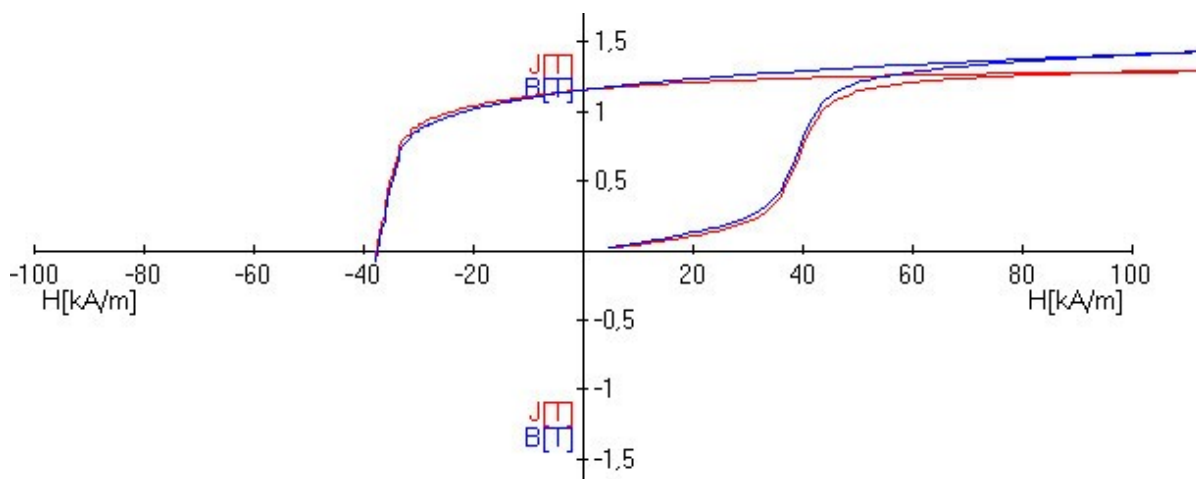


Рисунок 28 – Петля гистерезиса сплава 30X12КМС после ТО № 8

В таблице 16 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

Таблица 16 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 30X12КМС)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,17	-0,007	-0,003	-0,0007	-0,02	-0,02
H_c	28,5	2,9	-0,11	2,84	2,3	5,48
$(BH)_{max}$	19,4	2,47	-0,45	1,53	0,38	2,23

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 4).

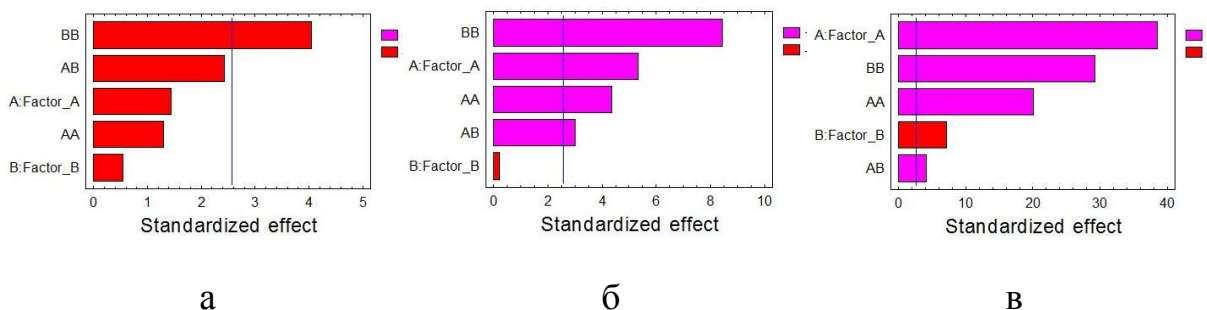


Рисунок 29 – Стандартизованные диаграммы Парето для B_r (а), для H_c (б) и для $(BH)_{max}$ (в) сплава 30X12КМС

Для уравнения регрессии B_r статистически значим квадратичный коэффициент фактора B (уровень значимости P меньше $\alpha=0,05$ и равен $0,0175$); для уравнения регрессии H_c значимы коэффициенты: A ($P = 0,003$), A^2 ($P = 0,007$), B^2 ($P = 0,0004$) и произведение AB ($P = 0,0299$); для уравнения регрессии $(BH)_{\max}$ все коэффициенты значимы, уровень значимости $0,0001$ для коэффициентов A , A^2 , B^2 , для B и $AB - 0,009$.

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$B_r = 1,17 - 0,02 \times B^2 \quad (9)$$

$$H_c = 28,5 + 2,9 \times A + 2,84 \times A^2 + 2,3 \times A \times B + 5,48 \times B^2 \quad (10)$$

$$(BH)_{\max} = 19,4 + 2,47 \times A - 0,45 \times B + 1,53 \times A^2 + 0,38 \times A \times B + 2,23 \times B^2 \quad (11)$$

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии, приведены в таблице 17.

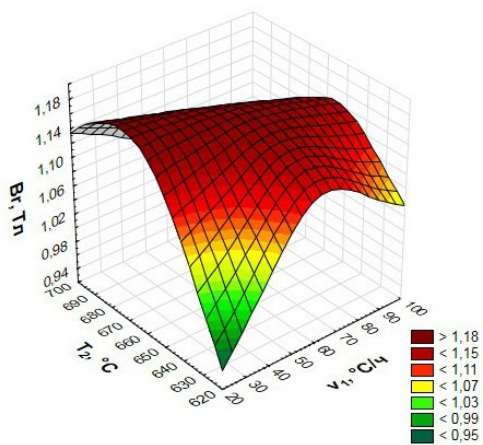
Таблица 17 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 30X12КМС

Номер режима ТО	Эксперимент			Расчет по уравнениям регрессии		
	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	1,17	28,5	19,4	1,17	28,5	19,4
2	1,17	28,5	19,4	1,17	28,5	19,4
3	1,12	41,9	25,7	1,12	41,9	25,6
4	1,18	29,1	18,8	1,17	30,0	19,0
5	1,12	39,7	23,0	1,13	39,4	23,2
6	1,12	38,1	21,6	1,14	36,3	21,5
7	1,17	31,6	20,1	1,17	31,5	19,9
8	1,15	37,5	25,9	1,15	38,3	26,0
9	1,17	28,5	19,4	1,17	28,5	19,4
10	1,15	37,6	24,5	1,13	40,0	24,5
11	1,14	39,2	25,7	1,15	37,6	25,7

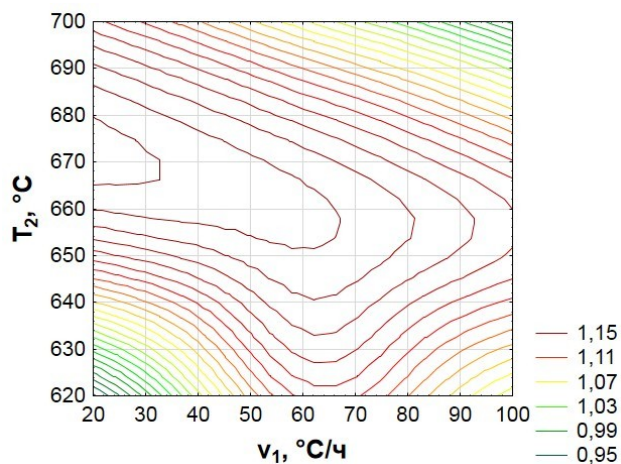
Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения V_r , H_c и $(BH)_{max}$ составляет 81,3 %, 95,8 % и 99,8 %, соответственно. Математическая модель работоспособна, т. к. R^2 больше 70 %, и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 30 приведены поверхности отклика остаточной индукция V_r , коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$, а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.

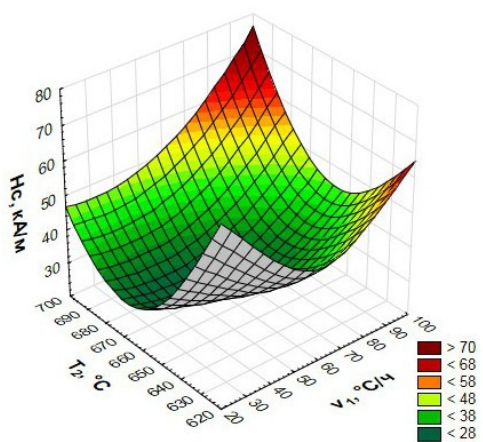
Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения H_c и $(BH)_{max}$ является охлаждение в магнитном поле с температуры 685-695 °С до 600 °С со скоростью 85-95 °С/ч; для получения максимального значения V_r – охлаждение в магнитном поле с температуры 650-670 °С до 600 °С со скоростью 50-70 °С/ч.



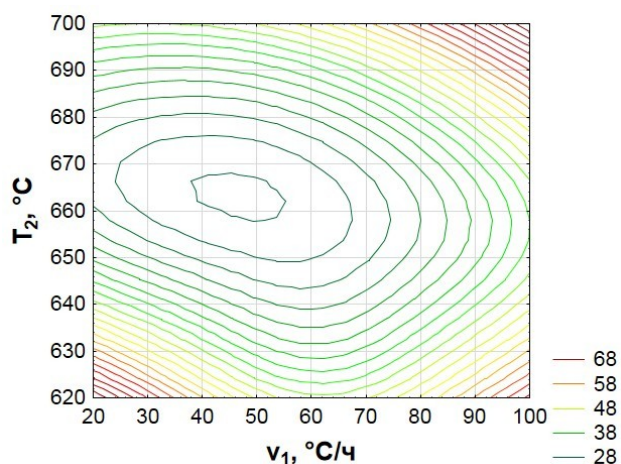
а



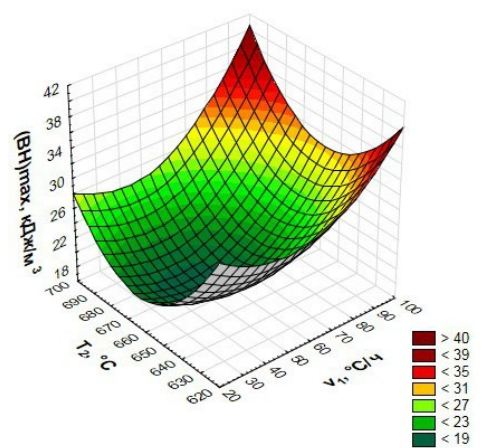
б



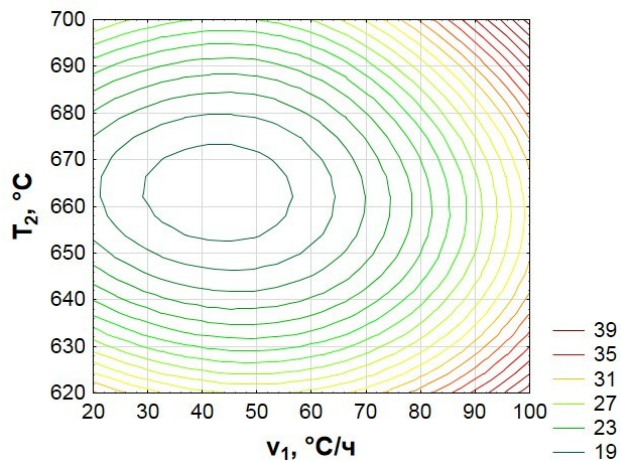
в



г



д



е

Рисунок 30 – Поверхности отклика и их сечения для B_r (а, б), для H_c (в, г) и для $(BH)_{max}$ (д, е) сплава 30X12КМС

Сплав 30X8K3MC

В таблице 18 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{max}$ сплава 30X8K3MC после ТО.

Таблица 18 – Магнитные свойства сплава 30X8K3MC

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,07	25,5	13,5
2	60	660	1,07	25,5	13,5
3	80	680	1,10	25,2	14,9
4	32	660	1,01	30,1	14,9
5	60	688	1,13	24,4	12,7
6	40	640	1,11	27,1	13,9
7	40	680	1,12	29,3	14,9
8	88	660	1,07	24,7	13,7
9	60	660	1,07	25,5	13,5
10	60	632	0,99	21,6	14,9
11	80	640	1,05	22,3	11,2

Максимальные значения $H_c = 30,1$ кА/м, $(BH)_{max} = 14,9$ кДж/м³ было получено после обработки № 4, вид петли представлен на рисунке 31.

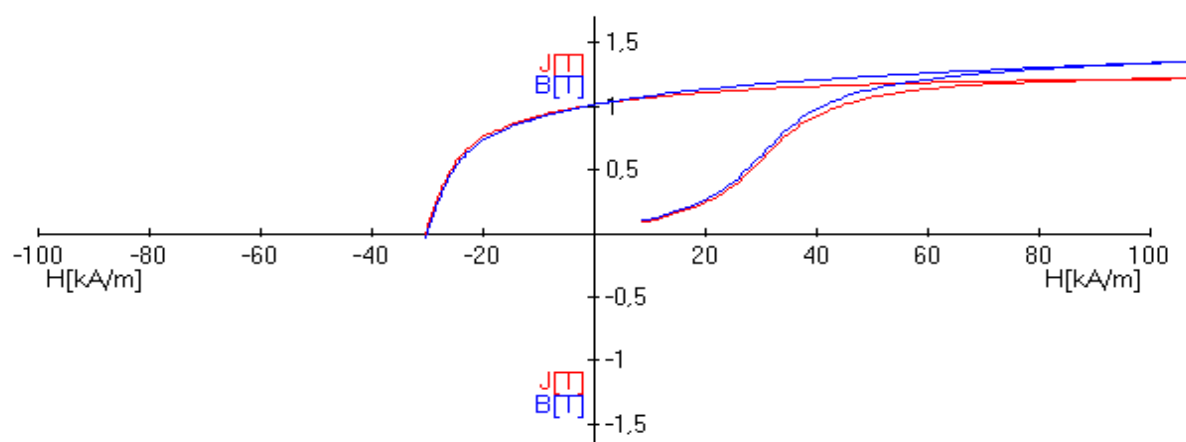


Рисунок 31 – Петля гистерезиса сплава 30X8K3MC после ТО № 4

В таблице 19 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих V_r , H_c и $(BH)_{\max}$.

Таблица 19 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 30X8K3MC)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
V_r	1,07	0	0,03	-0,004	0,01	0,006
H_c	25,5	-2,07	1,13	1,14	0,18	-1,06
$(BH)_{\max}$	13,5	-0,54	0,15	0,3	0,7	0,1

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 32).

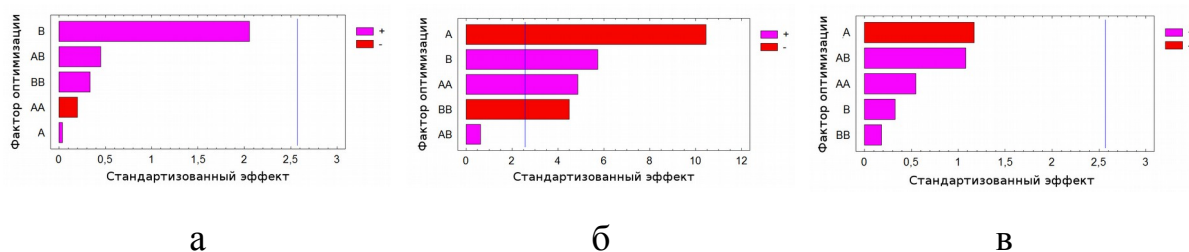


Рисунок 32 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(BH)_{\max}$ (в) сплава 30X8K3MC

Для уравнения V_r и $(BH)_{\max}$ все коэффициенты статистически не значимы. Все коэффициенты, кроме AB для уравнения регрессии H_c значимы (соответствующие уровни значимости P меньше $\alpha=0,05$ и равны соответственно: 0,0001, 0,0023, 0,0046, 0,0065);

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$H_c = 25,5 - 2,07 \times A + 1,13 \times B + 1,14 \times A^2 - 1,06 \times B^2 \quad (12)$$

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных

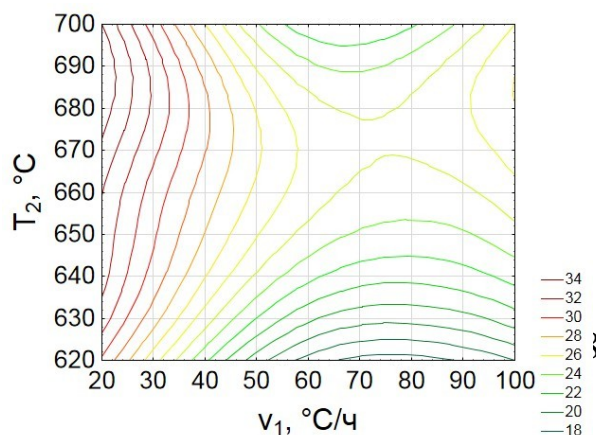
по уравнениям регрессии, приведены в таблице 20.

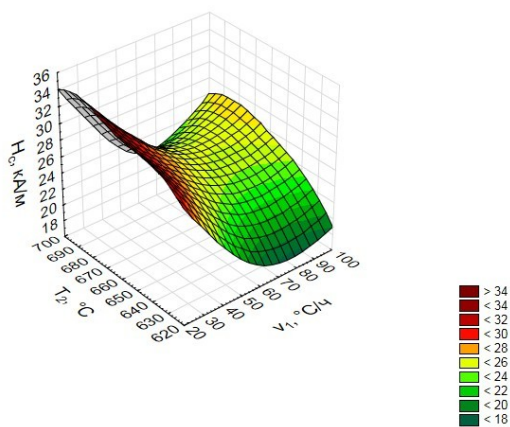
Таблица 20 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 28X10K4MC

Номер режима ТО	Эксперимент	Расчет по уравнению регрессии
	H_c , кА/м	H_c , кА/м
1	25,5	25,5
2	25,5	25,5
3	25,2	24,6
4	30,1	30,7
5	24,4	25,0
6	27,1	26,5
7	29,3	28,8
8	24,7	24,8
9	25,5	25,5
10	21,6	21,8
11	22,3	22,4

Уравнение регрессии (12) адекватно описывает экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний режимов ТМО. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения H_c составляет 95,2 %. Математическая модель является работоспособными и её можно использовать для прогнозирования результатов.

На рисунке 33 приведены поверхности отклика (геометрический образ уравнений функций) H_c , а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.





а

Рисунок 33 – Поверхность отклика H_c (а, б) сплава 30X8K3MS

Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения H_c является охлаждение сплава в магнитном поле с температуры 670-690 °C со скоростью 20-30 °C/ч.

Сплав 30X8KMС

В таблице 21 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 30X8KMС после ТО.

Таблица 21 – Магнитные свойства сплава 30X8KMС

Номер режима ТО	v_1 , °С/ч	T_2 , °С	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,13	21,3	9,0
2	60	660	1,19	25,3	18,0
3	80	680	1,16	29,2	20,0
4	32	660	1,16	28,3	20,0
5	60	688	1,15	21,5	10,1
6	40	640	1,20	26,9	15,6
7	40	680	1,15	28,0	19,9
8	88	660	1,19	25,7	17,9
9	60	660	1,19	25,3	18,0
10	60	632	1,09	8,0	2,8
11	80	640	1,22	21,6	14,7

Максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,22$ Тл было получено после ТО № 11, $H_c = 21,6$ кА/м, $(BH)_{\max} = 14,7$ кДж/м³, $\eta = 0,56$; максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 29,2$ кА/м и $(BH)_{\max} = 20,0$ кДж/м³, при $\eta = 0,59$ после ТО № 3; максимальное значение $(BH)_{\max} = 20,0$ кДж/м³, при $\eta = 0,61$ после ТО № 4; а максимальное значение $\eta = 0,62$ после ТМО № 7.

Петля гистерезиса сплава, обработанного по режиму ТО № 7 приведена на рисунке 34.

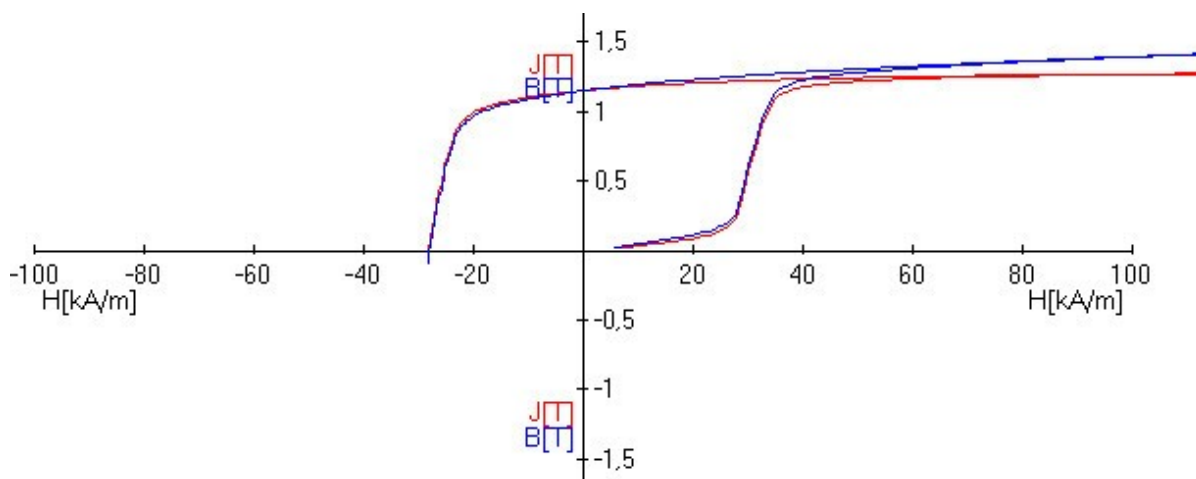


Рисунок 34 – Петля гистерезиса сплава 30X8KMS после ТО № 7

В таблице 22 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

Таблица 22 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 30X8KMS)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,09	0,01	-0,05	-0,01	-0,04	-0,03
H_c	27,8	4,06	0,7	2,87	2,38	5,6
$(BH)_{max}$	15,8	3,12	-1,8	0,55	-0,88	1,13

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 35).

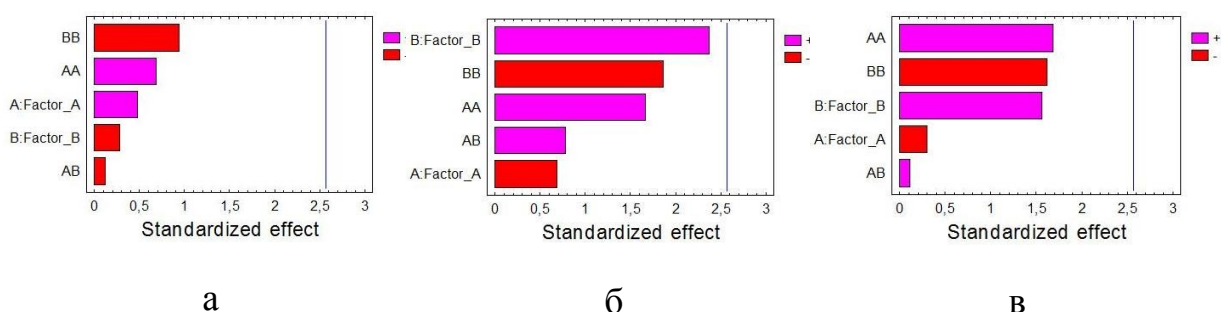


Рисунок 35 – Стандартизованные диаграммы Парето для B_r (а), для H_c (б) и для $(BH)_{max}$ (в) сплава 30X8KMS

Из диаграмм Парето видно, что все коэффициенты уравнения регрессии статистически не значимы. Это может быть обусловлено следующими причинами: базовый режим ТО находится около экстремума, т. е. в оптимальной области; выбран недостаточный интервал варьирования; не учтены флуктуации неконтролируемых переменных; коэффициенты имеют нулевое значение.

На сплаве 30X8KMС можно получить магнитные свойства не ниже, чем значения: остаточной индукции B_r 1,1 Тл, коэрцитивной силы H_c 27,8 кА/м и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ 15,8 кДж/м³.

Сплав 28X13K2MC

В таблице 23 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{max}$ сплава 28X13K2MC после ТО.

Таблица 23 – Магнитные свойства сплава 28X13K2MC

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,19	34,8	21,0
2	60	660	1,19	34,8	21,0
3	80	680	1,22	35,0	24,4
4	32	660	1,19	23,1	13,6
5	60	688	1,22	29,8	19,4
6	40	640	1,20	34,4	21,5
7	40	680	1,21	27,1	17,1
8	88	660	1,20	36,0	23,5
9	60	660	1,19	34,8	21,0
10	60	632	1,20	33,8	22,8
11	80	640	1,18	39,7	24,9

Максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,22$ Тл было получено после ТО № 3 ($\eta = 0,57$) и ТО № 5 ($\eta = 0,53$); максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 39,7$ кА/м и $(BH)_{\max} = 24,9$ кДж/м³ после ТО № 11, при $\eta = 0,53$.

Петля гистерезиса сплава (ТО № 3) с максимальной прямоугольностью показана на рисунке 36.

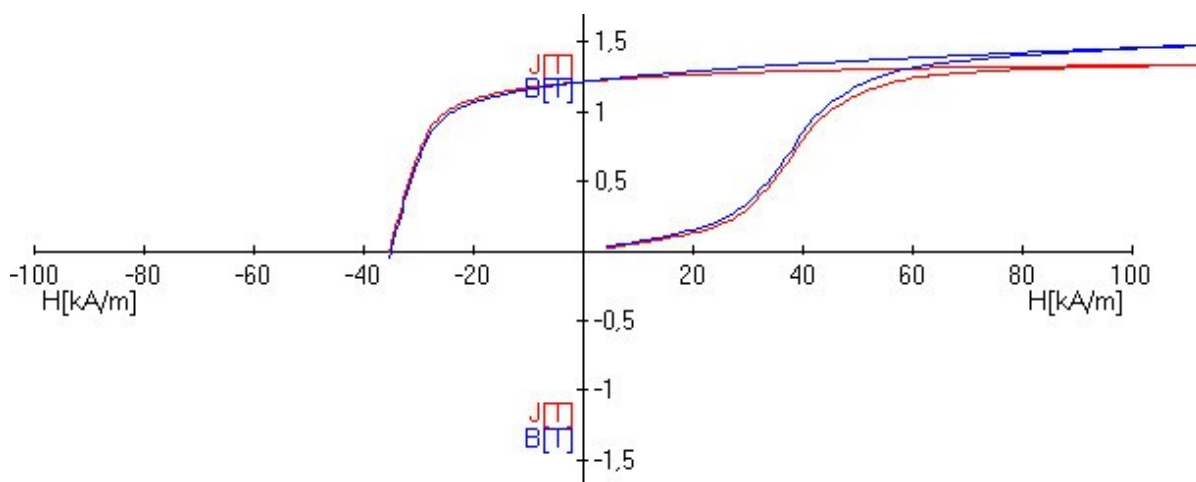


Рисунок 36 – Петля гистерезиса сплава 28X13K2MC после ТО № 3

В таблице 24 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{\max}$.

Таблица 24 – Коэффициенты уравнения регрессии (сплав 28X13K2MC)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,19	-0,001	0,008	0,001	0,009	0,007
H_c	34,8	3,93	-2,29	-1,8	0,64	-0,67
$(BH)_{\max}$	21,0	3,09	-1,21	-0,69	0,98	0,59

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 37).

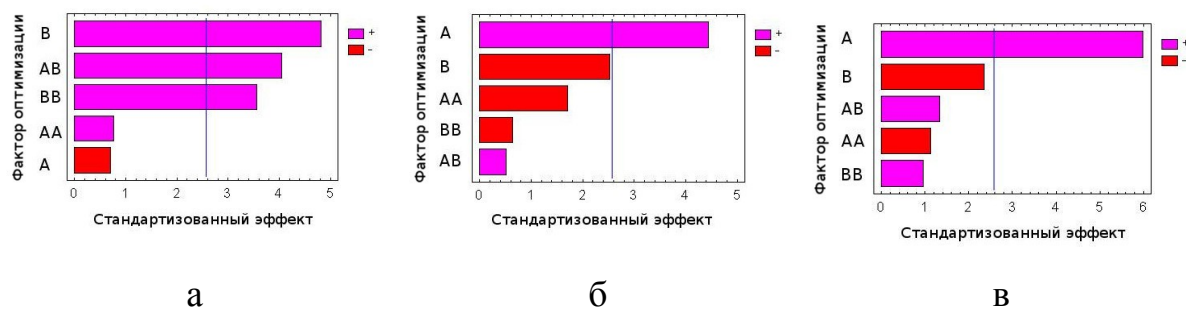


Рисунок 37 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 28X13K2MC

Для уравнения регрессии V_r статистически значим линейный коэффициент фактора В (уровень значимости P меньше $\alpha=0,05$ и равен 0,0048), парное взаимодействие АВ ($P = 0,0099$) и квадратичный коэффициент фактора В ($P = 0,0161$); для уравнения регрессии H_c и $(BH)_{max}$ значим линейный коэффициент фактора А: P равен 0,0068 и 0,0019, соответственно.

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$Br = 1,19 + 0,008 \times B + 0,009 \times A \times B + 0,007 \times B^2 \quad (13)$$

$$Hc = 34,8 + 3,93 \times A \quad (14)$$

$$(BH)_{max} = 21 + 3,09 \times A \quad (15)$$

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии, приведены в таблице 25.

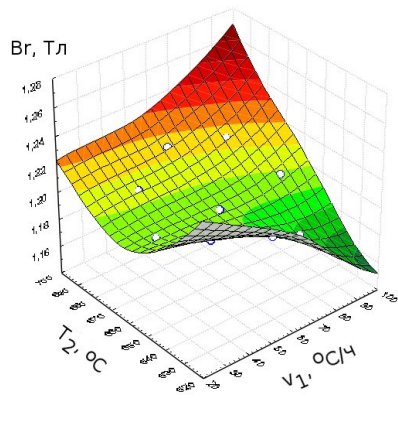
Таблица 25 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 28X13K2MC

Номер режима ТО	Эксперимент			Расчет по уравнениям (13-15)		
	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	1,19	34,8	21,0	1,19	34,8	21,0
2	1,19	34,8	21,0	1,19	34,8	21,0
3	1,22	35,0	24,4	1,21	34,6	23,8
4	1,19	23,1	13,6	1,19	25,7	15,3
5	1,22	29,8	19,4	1,22	30,2	20,5
6	1,20	34,4	21,5	1,20	31,3	20,0
7	1,21	27,1	17,1	1,20	25,5	15,6
8	1,20	36,0	23,5	1,19	36,8	24,0
9	1,19	34,8	21,0	1,19	34,8	21,0
10	1,20	33,8	22,8	1,19	36,7	23,9
11	1,18	39,7	24,9	1,18	37,9	24,2

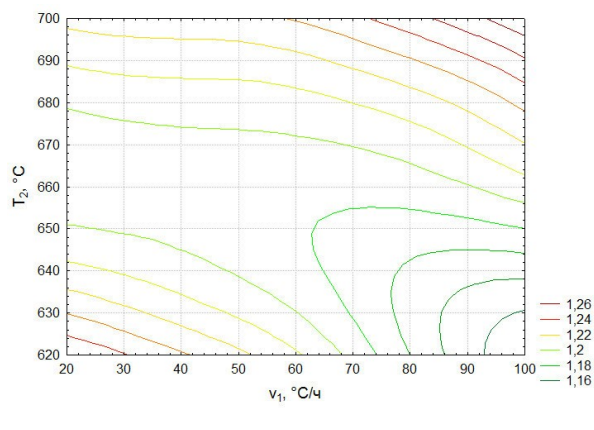
Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения B_r , H_c и $(BH)_{\max}$ составляет 91,4 %, 85,4 % и 90,3 %, соответственно. Математическая модель работоспособна, т. к. R^2 больше 70 %, и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 38 приведены поверхности отклика остаточной индукции B_r , коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{\max}$, а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.

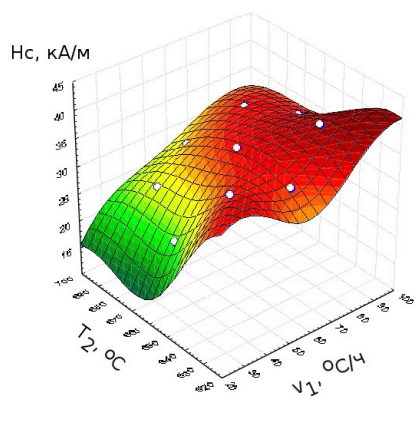
Оптимальным режимом ТО для получения максимальных значений магнитных свойств является охлаждение в магнитном поле с температуры 685-695 °С до 600 °С со скоростью 55-65 °С/ч.



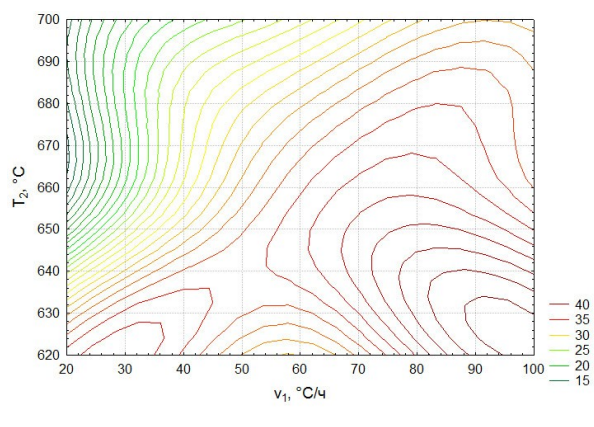
а



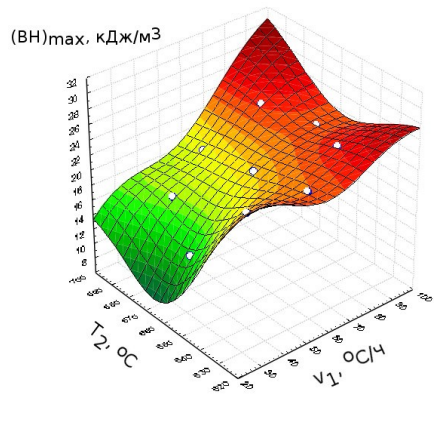
б



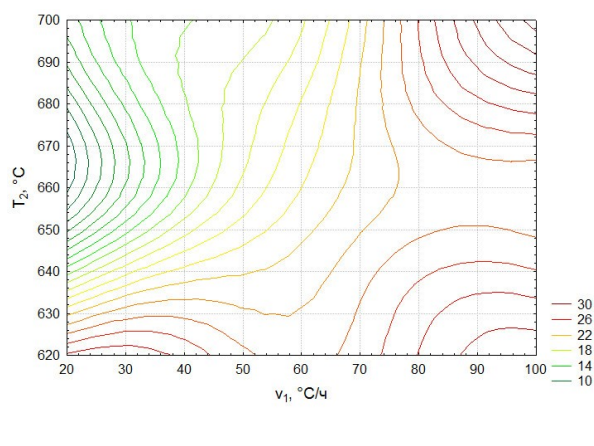
в



г



д



е

Рисунок 38 – Поверхности отклика и их сечения для B_r (а, б), для H_c (в, г) и для $(BH)_{max}$ (д, е) сплава 28X13K2MC

Сплав 28X10K4MC

В таблице 26 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 28X10K4MC после ТО.

Таблица 26 – Магнитные свойства сплава 28X10K4MC

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,13	36,3	17,7
2	60	660	1,13	36,3	17,7
3	80	680	1,11	35,4	15,8
4	32	660	1,09	35,8	16,7
5	60	688	1,10	23,3	8,2
6	40	640	1,07	41,2	18,2
7	40	680	1,09	31,6	17,3
8	88	660	1,16	22,9	9,7
9	60	660	1,13	36,3	17,7
10	60	632	1,13	40,7	20,4
11	80	640	1,11	44,5	22,8

Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 44,5$ кА/м и $(BH)_{\max} = 22,8$ кДж/м³ было достигнуто после ТО № 11, при этом $B_r = 1,11$ Тл, $\eta = 0,46$; максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,16$ Тл – после ТО № 8, $H_c = 22,9$ кА/м и $(BH)_{\max} = 9,7$ кДж/м³, $\eta = 0,37$; максимальное значение $\eta = 0,50$ – после ТО № 7, $B_r = 1,09$ Тл, $H_c = 31,6$ кА/м и $(BH)_{\max} = 17,3$ кДж/м³. Петля гистерезиса сплава, обработанного по режиму № 7, приведена на рисунке 39.

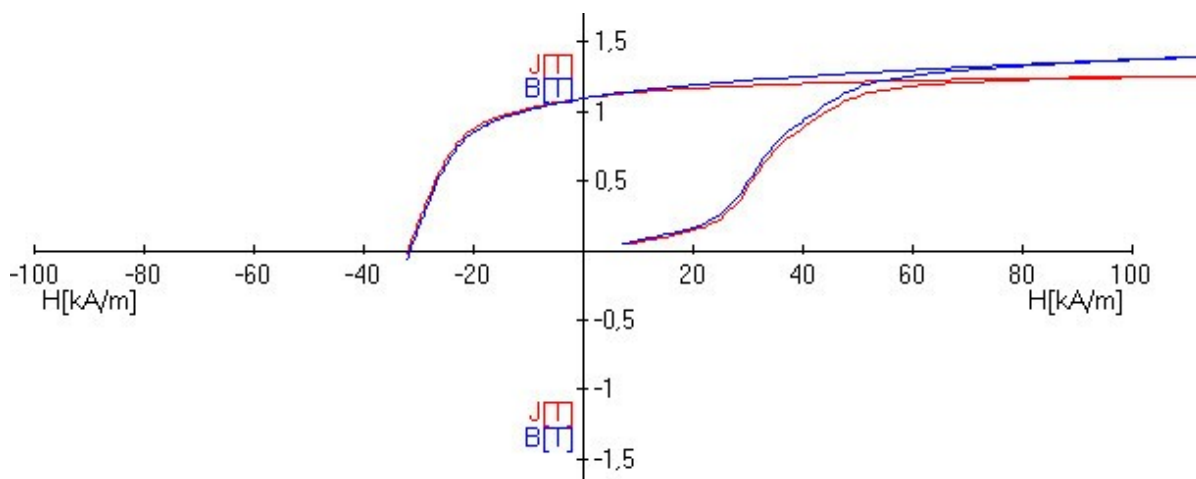


Рисунок 39 – Петля гистерезиса сплава 28X10K4МС после ТО № 7

В таблице 27 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

Таблица 27 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 28X10K4МС)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,13	0,02	-0,003	-0,008	-0,007	-0,01
H_c	36,3	-1,4	-5,4	-1,6	0,1	-0,3
$(BH)_{max}$	17,7	-0,8	-3,1	-1,05	-1,5	-0,5

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 41).

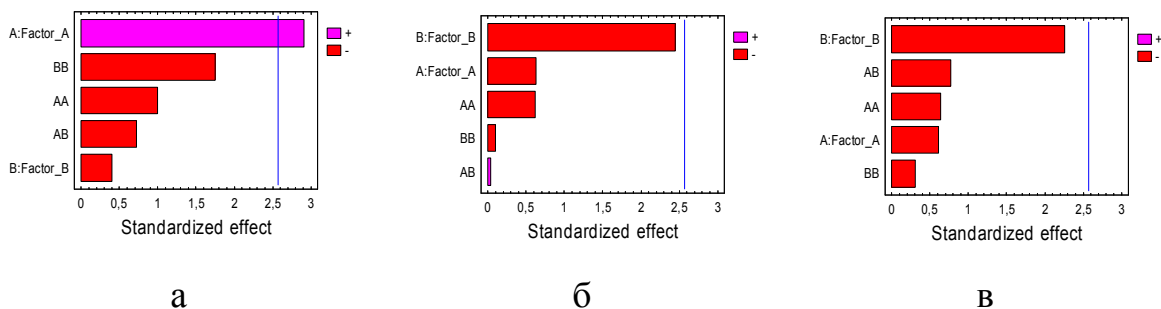


Рисунок 40 – Диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(VH)_{\max}$ (в) сплава 28X10K4MC

Для уравнения регрессии V_r статистически значим только линейный коэффициент фактора А (уровень значимости P меньше $\alpha=0,05$ и равен $0,0333$). Для уравнения регрессии H_c и $(VH)_{\max}$ все коэффициенты не значимы.

Уравнение регрессии, включающее только значимые коэффициенты, имеет вид:

$$V_r = 1,13 + 0,02 \times A \quad (16)$$

С увеличением коэффициента А увеличивается отклик, т. е. увеличивается значение V_r .

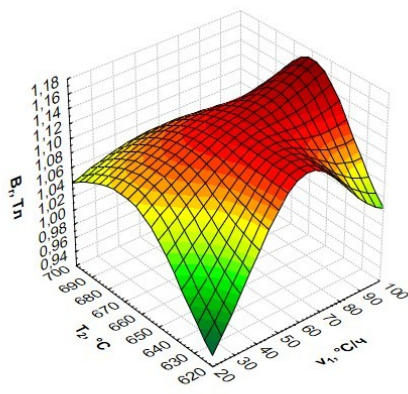
Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии, приведены в таблице 28.

Таблица 28 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 28X10K4MC

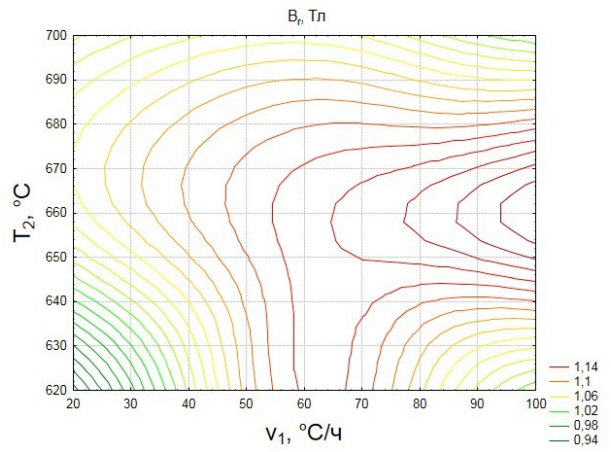
Номер режима ТО	Эксперимент	Расчет по уравнению регрессии
	B_r , Тл	B_r , Тл
1	1,13	1,13
2	1,13	1,13
3	1,11	1,11
4	1,09	1,08
5	1,10	1,10
6	1,07	1,08
7	1,09	1,09
8	1,16	1,14
9	1,13	1,13
10	1,13	1,10
11	1,11	1,13

Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения B_r составляет 71,4 %. Математическая модель работоспособна, т. к. R^2 больше 70 %, и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 41 приведены поверхности отклика остаточной индукции B_r , а также поперечные сечения этих поверхностей, в фазовых пространствах.



а



б

Рисунок 41 – Поверхность отклика и его сечение для V_r (а, б) сплава 28X10K4MC

Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения V_r на сплаве 28X10K4MC является охлаждение в магнитном поле с температуры 650-660 °C до 600 °C со скоростью 70-80 °C/ч.

Сплав 28X10K2MC

В таблице 29 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 28X10K2MC после ТО.

Таблица 29 – Магнитные свойства сплава 28X10K2MC

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,16	35,5	22,6
2	60	660	1,16	35,5	22,6
3	80	680	1,23	30,4	21,2
4	32	660	1,19	31,2	20,5
5	60	688	1,22	24,5	14,2
6	40	640	1,23	35,4	24,7
7	40	680	1,18	30,0	19,4
8	88	660	1,22	28,1	18,6
9	60	660	1,16	35,5	22,6
10	60	632	1,13	20,1	11,1
11	80	640	1,19	33,5	22,5

Максимальное значение $B_r = 1,23$ Тл было получено после ТО № 3 и № 6; максимальное значение $(BH)_{\max} = 24,7$ кДж/м³, при $\eta = 0,57$ – после ТО № 6, а максимальное значение $H_c = 35,5$ кА/м, при $\eta = 0,55$ после ТО № 9.

Петля гистерезиса сплава, обработанного по режиму № 6, показана на рисунке 42.

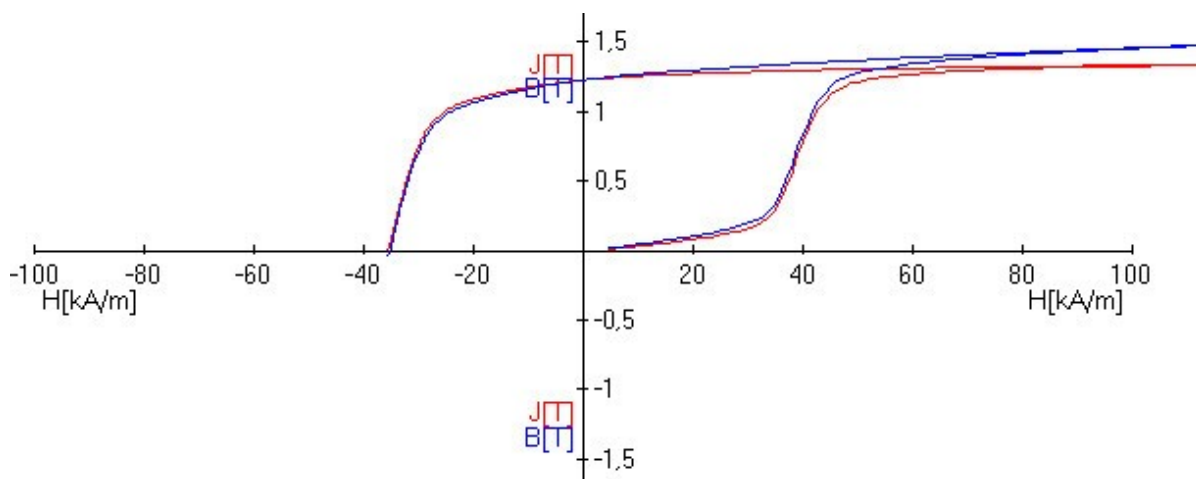


Рисунок 42 – Петля гистерезиса сплава 28X10K2МС после ТО № 6

В таблице 30 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

Таблица 30 – Коэффициенты уравнения регрессии (сплав 28X10K2МС)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,16	0,007	0,01	0,03	0,02	0,01
H_c	35,5	-0,74	-0,29	-1,3	0,56	-5,0
$(BH)_{max}$	22,6	-0,39	-0,28	-0,06	1	-3,5

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 43).

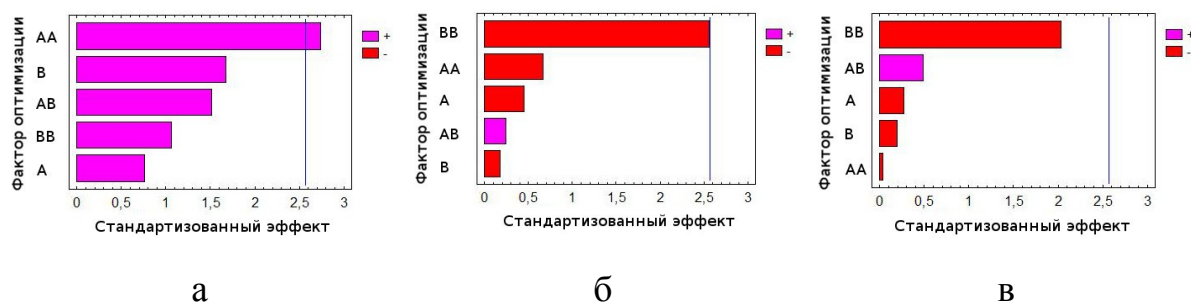


Рисунок 43 – Стандартизованные диаграммы Парето для B_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 28X10K2МС

Коэффициент A^2 для уравнения регрессии B_r значим (уровень значимости P меньше $\alpha=0,05$ и равен $0,0411$); для уравнения $H_c (BH)_{\max}$ все коэффициенты статистически не значимы.

С учетом значимых коэффициентов уравнение регрессии для B_r :

$$B_r = 1,16 + 0,03 \times A^2 \quad (17)$$

Согласно полученному уравнению регрессии (17) наибольшее влияние на B_r оказывает квадратичный фактор A .

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнению регрессии (17), приведены в таблице 31.

Таблица 31 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 28X10K2MC

Номер режима ТО	Эксперимент	Расчет по уравнению
	B_r , Тл	B_r , Тл
1	1,16	1,16
2	1,16	1,16
3	1,23	1,24
4	1,19	1,21
5	1,22	1,19
6	1,23	1,20
7	1,18	1,18
8	1,22	1,23
9	1,16	1,16
10	1,13	1,16
11	1,19	1,18

Уравнение регрессии (17) адекватно описывает экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента

детерминации (R^2) составляет 72,5 %. Математическая модель является работоспособной и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 44 показана поверхность отклика остаточной индукция B_r , а также поперечное сечение этих поверхности в фазовом пространстве.

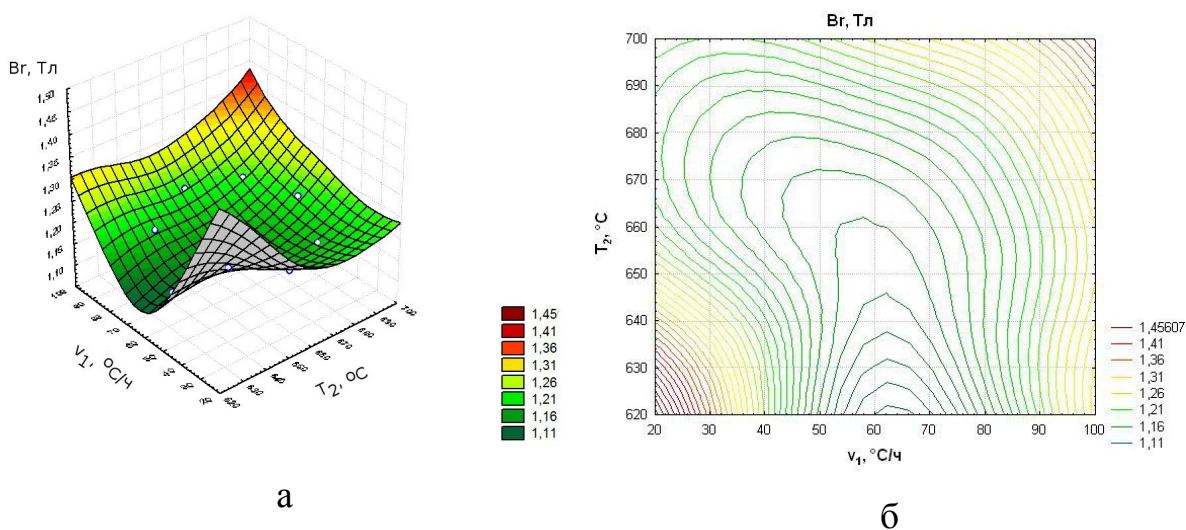


Рисунок 44 – Поверхность отклика и его сечение для B_r (а, б) сплава 28X10K2МС

Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения B_r на сплаве 28X10K2МС является охлаждение в магнитном поле с температуры 660-670 °С до 600 °С со скоростью 40-50 °С/ч.

Сплав 28X10КМС

В таблице 32 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 28X10КМС после ТО.

Таблица 32 – Магнитные свойства сплава 28X10КМС

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,14	32,1	21,5
2	60	660	1,18	22,1	14,8
3	80	680	1,30	24,7	19,8
4	32	660	1,18	30,7	21,9
5	60	688	1,24	29,5	21,5
6	40	640	1,29	24,6	16,0
7	40	680	1,17	28,0	17,0
8	88	660	1,26	25,4	18,2
9	60	660	1,27	28,3	20,0
10	60	632	1,19	22,9	14,6
11	80	640	1,26	33,1	25,3

Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 33,1$ кА/м и $(BH)_{\max} = 25,3$ кДж/м³ было достигнуто после ТО № 11, при этом $B_r = 1,26$ Тл, $\eta = 0,60$. Максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,3$ Тл и $\eta = 0,62$ было получено после ТО № 3. Петля гистерезиса сплава, обработанного по этому режиму, приведена на рисунке 45.

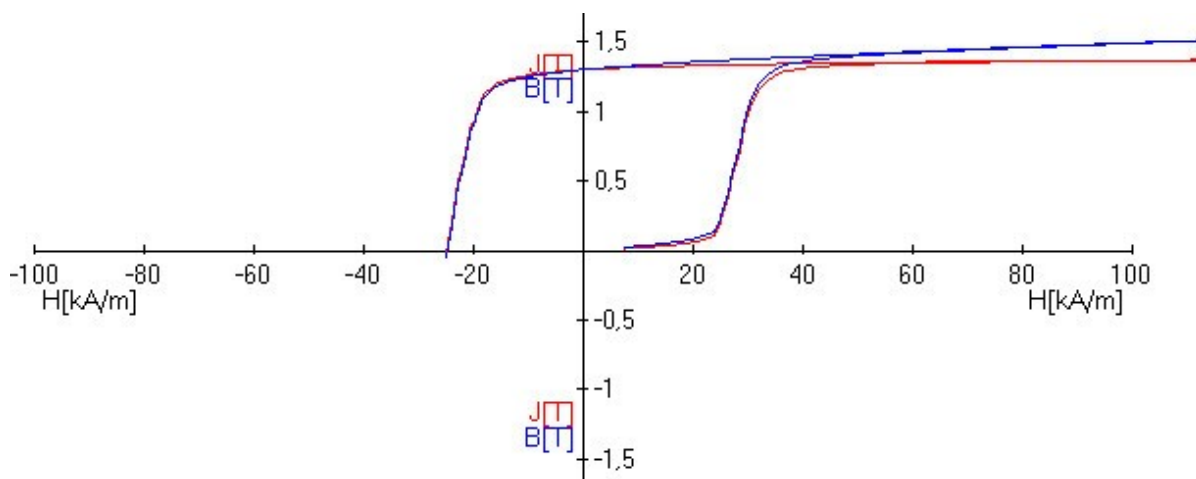


Рисунок 45 – Петля гистерезиса сплава 28X10КМС после ТО № 3

В таблице 33 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

Таблица 33 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 28X10КМС)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,14	0,026	-0,00003	0,05	0,04	0,05
H_c	32,1	-0,29	0,54	-1,89	-2,9	-2,8
$(BH)_{max}$	21,5	0,86	0,66	-0,6	-1,6	-1,6

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 46).

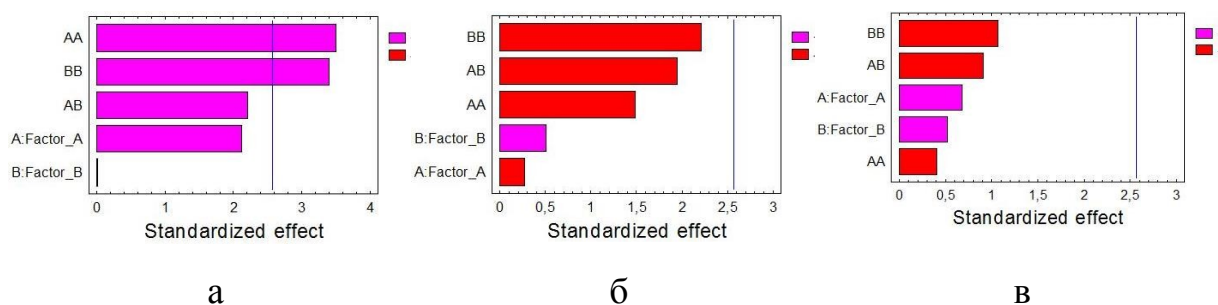


Рисунок 46 – Стандартизованные диаграммы Парето для B_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 28X10КМС

Для уравнения регрессии B_r статистически значим квадратичный коэффициент фактора А (уровень значимости Р меньше $\alpha=0,05$ и равен 0,0172) квадратичный коэффициент фактора В (Р = 0,0193). Для уравнения регрессии H_c и $(BH)_{\max}$ все коэффициенты не значимы.

Уравнение регрессии для остаточной индукции B_r в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеет вид:

$$B_r = 1,14 + 0,026 \times A - 0,00003 \times B + 0,05 \times A^2 + 0,04 \times A \times B + 0,05 \times B^2 \quad (18)$$

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии, приведены в таблице 34.

Таблица 34 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 28Х10КМС

Номер режима ТО	Эксперимент	Расчет по уравнениям регрессии
	B_r , Тл	B_r , Тл
1	1,14	1,14
2	1,18	1,25
3	1,30	1,14
4	1,18	1,22
5	1,24	1,17
6	1,29	1,14
7	1,17	1,24
8	1,26	1,20
9	1,27	1,24
10	1,19	1,30
11	1,26	1,27

Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью,

соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения V_T составляет 84,7 %. Математическая модель работоспособна, т. к. R^2 больше 70 %, и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 48 приведены поверхности отклика остаточной индукции V_T , а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.

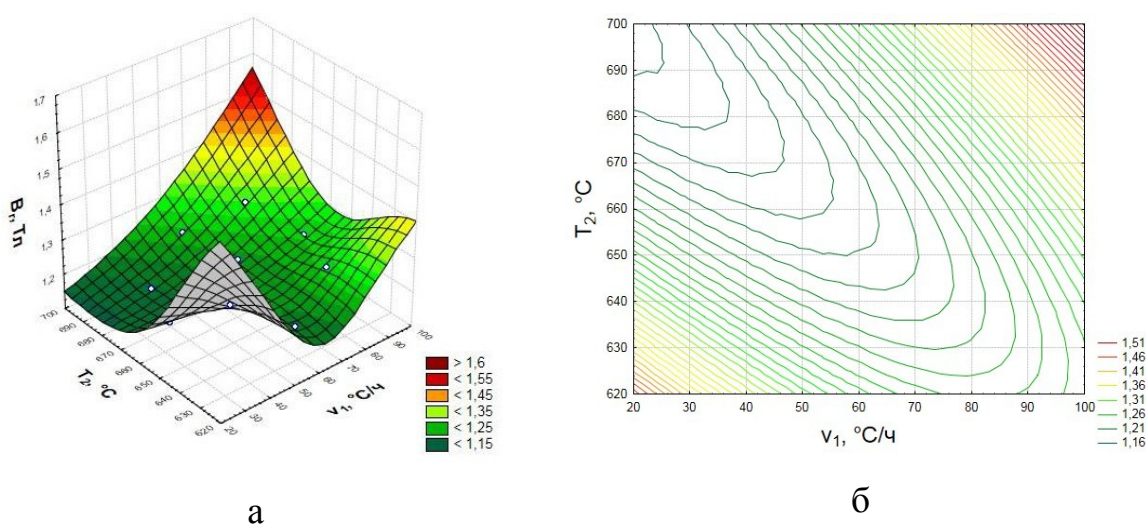


Рисунок 47 – Поверхность отклика и его сечение для V_T (а, б) сплава 28X10KMS

Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения V_T на сплаве 28X10KMS является охлаждение в магнитном поле с температуры 685-695 °C до 600 °C со скоростью 85-95 °C/ч.

Сплав 28X7K2MC

В таблице 35 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 28X7K2MC после ТО.

Таблица 35 – Магнитные свойства сплава 28X7K2MC

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	0,93	8,9	2,4
2	60	660	1,02	13,9	4,7
3	80	680	0,89	5,7	1,3
4	32	660	1,04	12,9	4,0
5	60	688	0,26	1,2	0,1
6	40	640	0,76	3,9	0,7
7	40	680	0,97	9,8	2,4
8	88	660	0,64	3,7	0,6
9	60	660	1,05	15,1	6,4
10	60	632	0,72	3,6	0,7
11	80	640	0,51	2,9	0,4

Максимальные значения магнитных свойств были получены после ТО № 9: $B_r = 1,05$ Тл, $H_c = 15,1$ кА/м, $(BH)_{\max} = 6,4$ кДж/м³, коэффициент выпуклости петли гистерезиса $\eta = 0,40$. Вид петли представлен на рисунке 48.

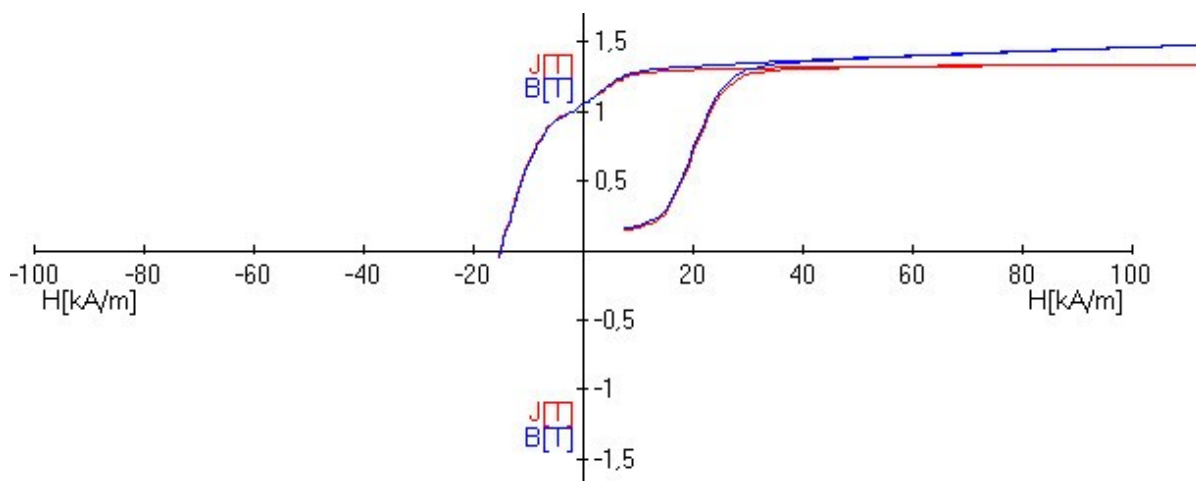


Рисунок 48 – Петля гистерезиса сплава 28X7K2MC после ТО № 9

В таблице 36 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

Таблица 36 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 28X7K2MC)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	0,99	-0,11	-0,008	-0,05	0,04	-0,23
H_c	12,7	-2,26	0,67	-2,11	-0,75	-5,08
$(BH)_{max}$	4,5	-0,78	0,22	-1,14	-0,2	-2,09

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 49).

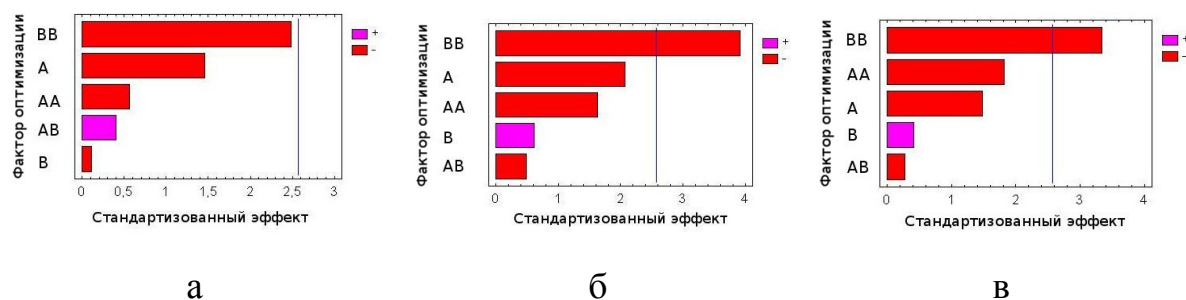


Рисунок 49 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 28X7K2MC

Коэффициенты B^2 для уравнений регрессии H_c и $(BH)_{max}$ значимы (соответствующие уровни значимости P меньше $\alpha=0,05$ и равны соответственно: 0,0112; 0,0206); для уравнения V_r все коэффициенты статистически не значимы.

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$H_c = 12,7 - 5,08 \times B^2 \quad (19)$$

$$(BH)_{max} = 4,5 - 2,09 \times B^2 \quad (20)$$

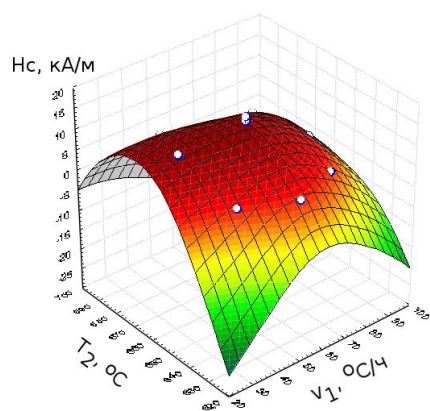
Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии, приведены в таблице 37.

Таблица 37 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 28X7K2MC

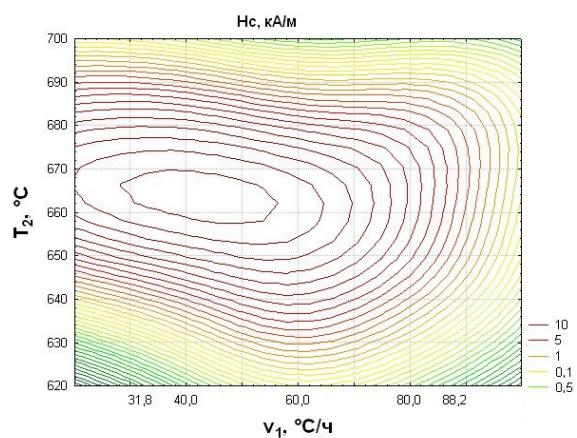
Номер режима ТО	Эксперимент		Расчет по уравнениям	
	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	8,9	2,4	12,7	4,5
2	13,9	4,7	12,7	4,5
3	5,7	1,3	3,1	0,5
4	12,9	4,0	11,6	3,3
5	1,2	0,1	3,5	0,7
6	3,9	0,7	6,3	1,6
7	9,8	2,4	9,1	2,5
8	3,7	0,6	5,3	1,1
9	15,1	6,4	12,7	4,5
10	3,6	0,7	1,6	0,5
11	2,9	0,4	3,3	0,5

Уравнения регрессии (19-20) адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний режимов ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения H_c и $(BH)_{max}$ составляет 80,4 % и 74,1 % соответственно. Математические модели являются работоспособными и их можно использовать для прогнозирования результатов. Наибольшее влияние на значение H_c и $(BH)_{max}$ оказывает квадратичный фактор В.

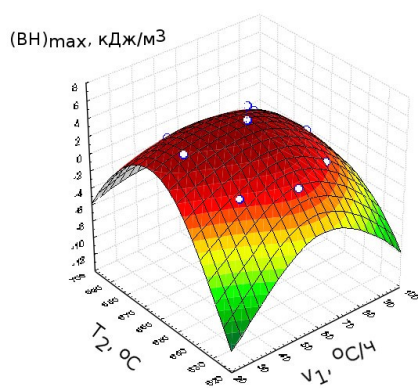
На рисунке 50 приведены изображения поверхностей отклика (геометрический образ уравнений функций) H_c и $(BH)_{max}$, а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.



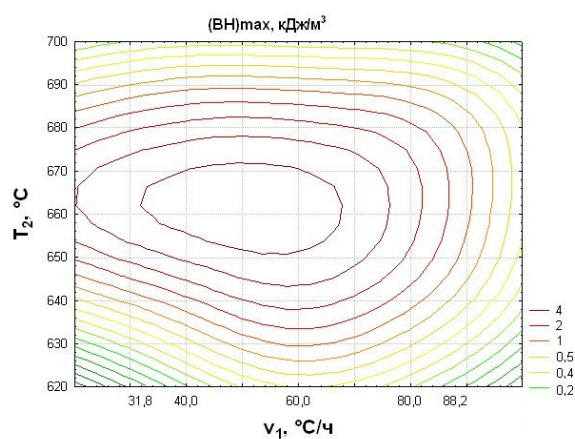
а



б



в



г

Рисунок 50 – Поверхность отклика и его сечение для H_c (а, б) и $(BH)_{\max}$ (в, г) сплава 28X7K2MC

Оптимальными режимами ТО для получения максимального значения H_c и $(BH)_{\max}$ на сплаве 28X7K2MC является охлаждение в магнитном поле с температуры 660-670 °C до 600 °C со скоростью 40-50 °C/ч.

Сплав 26Х12К3МС

В таблице 38 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 26Х12К3МС после ТО.

Таблица 38 – Магнитные свойства сплава 26Х12К3МС

Номер режима ТО	v_1 , °С/ч	T_2 , °С	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,23	41,1	27,0
2	60	660	1,23	41,1	27,0
3	80	680	1,22	45,0	29,9
4	32	660	1,22	40,5	25,8
5	60	688	1,25	33,0	20,4
6	40	640	1,24	41,4	26,8
7	40	680	1,23	37,4	23,6
8	88	660	1,21	41,9	25,2
9	60	660	1,22	41,6	25,6
10	60	632	1,25	35,3	22,3
11	80	640	1,22	35,4	20,0

Максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,25$ Тл было получено после ТО № 5; максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 45,0$ кА/м и $(BH)_{\max} = 29,9$ кДж/м³, при $\eta = 0,54$ – после ТО № 3.

На рисунке 51 показана петля гистерезиса исследованного сплава, обработанного по режиму № 3.

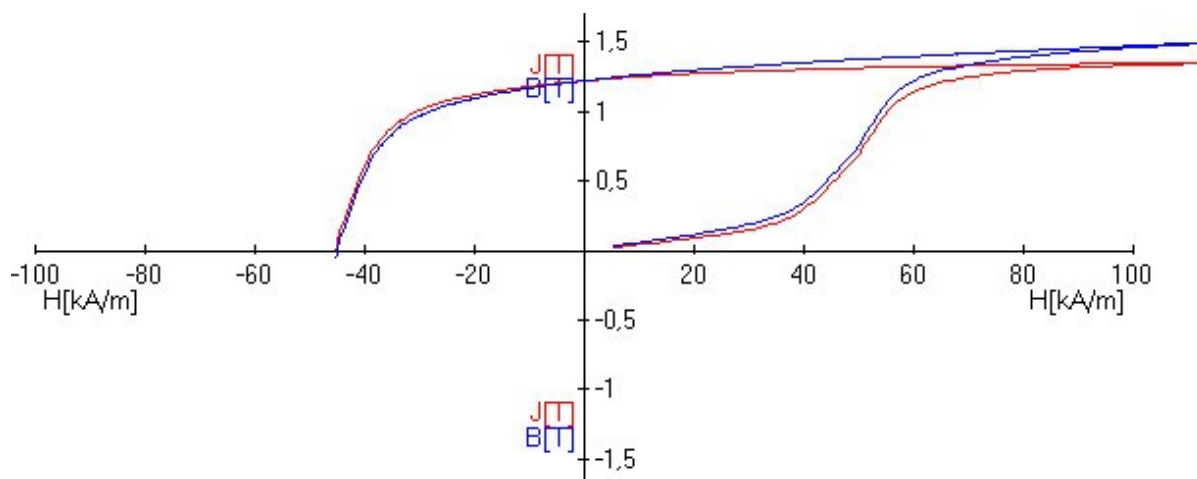


Рисунок 51 – Петля гистерезиса сплава 26X12K3MC после ТО № 3

В таблице 39 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих зависимости B_r , H_c и $(BH)_{max}$ от режимов ТО.

Таблица 39 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 26X12K3MC)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,23	-0,004	-0,001	-0,008	0,003	0,01
H_c	41,3	0,5	0,3	0,5	3,4	-3,04
$(BH)_{max}$	26,5	-0,2	0,5	-0,1	3,3	-2,2

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 52), иллюстрирующим дисперсионный анализ полученных моделей.

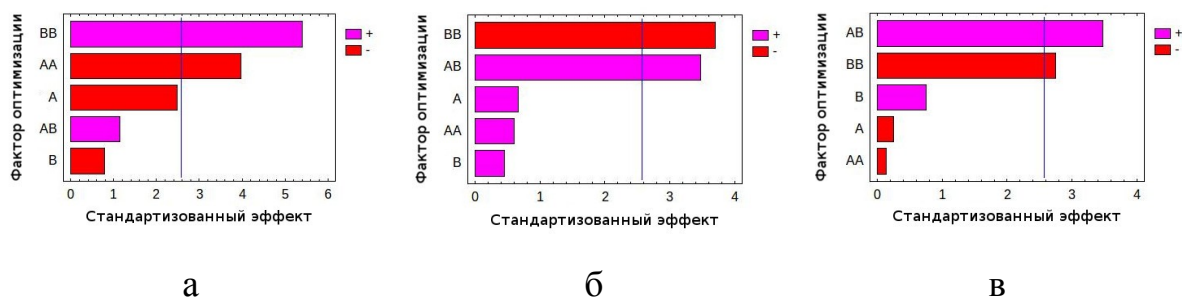


Рисунок 52 – Стандартизованные диаграммы Парето для B_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 26X12K3MC

Для уравнения регрессии B_r статистически значимы следующие коэффициенты (уровень значимости P меньше $\alpha=0,05$): квадратичный коэффициент фактора A ($P = 0,0105$) и B ($P = 0,0029$). Для уравнения регрессии H_c значимы: квадратичный коэффициент фактора ($P = 0,0139$) и коэффициент фактора AB ($P = 0,0178$). Для уравнения регрессии $(BH)_{max}$ значимы: коэффициент фактора AB ($P = 0,0178$) и квадратичный коэффициент фактора ($P = 0,0405$).

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$B_r = 1,23 - 0,008 \times A^2 + 0,01 \times B^2 \quad (21)$$

$$H_c = 41,3 + 3,4 \times A \times B - 3,04 \times B^2 \quad (22)$$

$$(BH)_{max} = 26,5 + 3,3 \times A \times B - 2,2 \times B^2 \quad (23)$$

Наиболее сильное влияние на значение остаточной индукции B_r оказывает факторов B^2 – скорость охлаждения сплава. Коэффициент при A^2 отрицательный, следовательно, с уменьшением фактора A значение отклика убывает.

На значение коэрцитивной силы H_c и $(BH)_{max}$ наиболее сильное влияние оказывает сочетание факторов AB – сочетание температуры начала ТМО и скорости охлаждения сплава. Коэффициент при B^2 отрицательный, следовательно, с уменьшением фактора B значение

отклика убывает.

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии (B_r , H_c и $(BH)_{max}$), приведены в таблице 40.

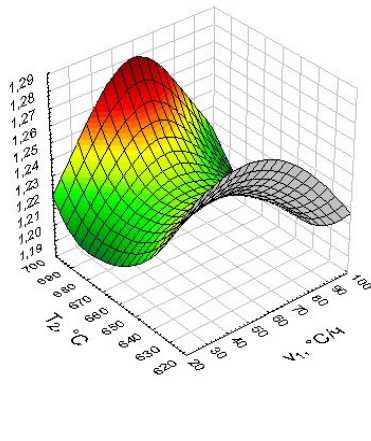
Таблица 40 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 26X12K3MC

Номер режима ТО	Эксперимент			Расчет по уравнениям (21-23)		
	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	1,23	41,1	27,0	1,23	41,3	26,5
2	1,23	41,1	27,0	1,23	41,3	26,5
3	1,22	45,0	29,9	1,23	43,0	27,8
4	1,22	40,5	25,8	1,22	41,6	26,6
5	1,25	33,0	20,4	1,24	35,7	22,8
6	1,24	41,4	26,8	1,24	41,4	27,2
7	1,23	37,4	23,6	1,23	35,2	21,6
8	1,21	41,9	25,2	1,20	43,0	26,0
9	1,22	41,6	25,6	1,23	41,3	26,5
10	1,25	35,3	22,3	1,25	34,8	21,4
11	1,22	35,4	20,0	1,22	35,6	20,2

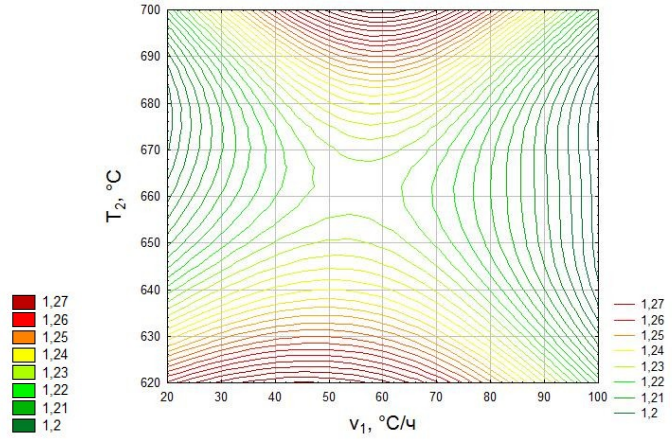
Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнений составляет 93,4 %, 85,5 % и 80,6 %, соответственно. Математическая модель работоспособна (R^2 больше 70 %) и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 53 приведены изображения поверхностей отклика: остаточной индукции B_r , коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$, а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.

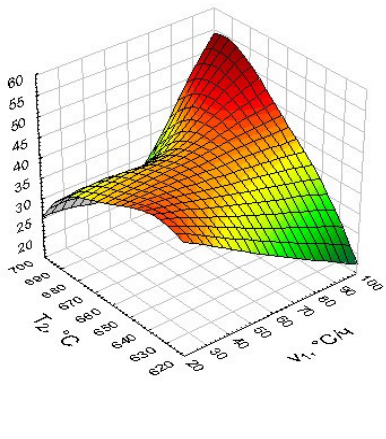
Для получения максимального значения V_r сплав 26X12K3MC необходимо охлаждать в магнитном поле с температуры 620-630 °C до 600 °C со скоростью 40-60 °C/ч, для получения максимального значения H_c – с температуры 680-690 °C до 600 °C со скоростью 80-90 °C/ч, а для получения максимального значения $(BH)_{max}$ – с температуры 680-690 °C до 600 °C со скоростью 80-90 °C/ч.



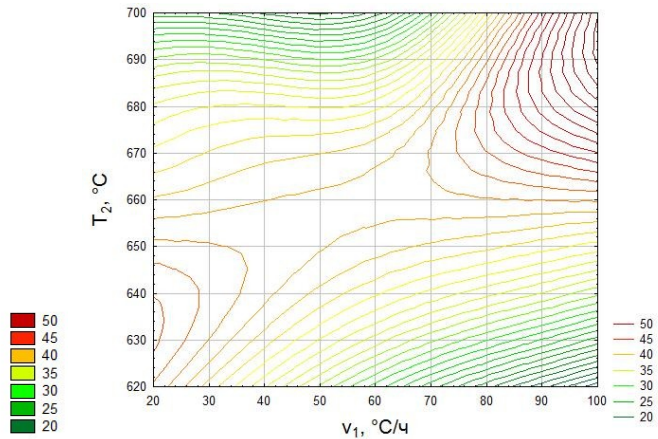
а



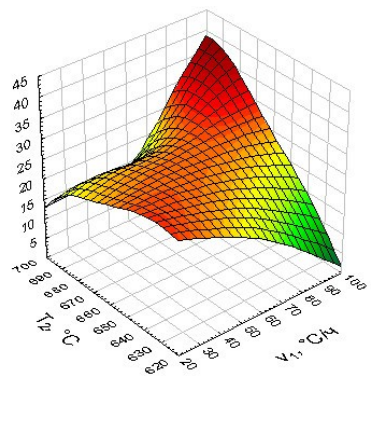
б



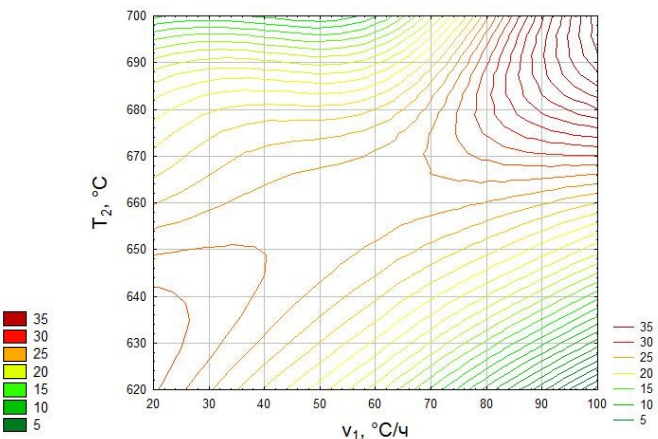
в



г



д



е

Рисунок 53 – Поверхности отклика и их сечения для B_r (а, б), для H_c (в, г) и для $(BH)_{max}$ (д, е) сплава 26X12К3МС

Сплав 26X12КМС

В таблице 41 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 26X12КМС после ТО.

Таблица 41 – Магнитные свойства сплава 26X12КМС

Номер режима ТО	v_1 , °С/ч	T_2 , °С	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,32	40,2	32,6
2	60	660	1,32	40,2	32,6
3	80	680	1,33	38,0	33,4
4	32	660	1,31	37,3	30,0
5	60	688	1,31	37,2	31,0
6	40	640	1,32	42,5	34,7
7	40	680	1,32	41,4	35,7
8	88	660	1,34	34,5	31,0
9	60	660	1,32	40,2	32,6
10	60	632	1,32	36,7	27,8
11	80	640	1,34	33,2	27,0

Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 42,5$ кА/м было получено после ТО № 6, при этом $B_r = 1,32$ Тл, $(BH)_{\max} = 34,7$ кДж/м³, $\eta = 0,62$. Максимальное значение максимального магнитного произведения $(BH)_{\max} = 35,7$ кДж/м³ на ТО № 7, $H_c = 1,32$ Тл, а $\eta = 0,65$.

Максимальное значение остаточной индукции $B_r = 1,34$ Тл и $\eta = 0,67$ было получено после ТО № 8, $H_c = 34,5$ Тл, $(BH)_{\max} = 31,0$ кДж/м³. Петля гистерезиса сплава, обработанного по режиму № 8, приведена на рисунке 54.

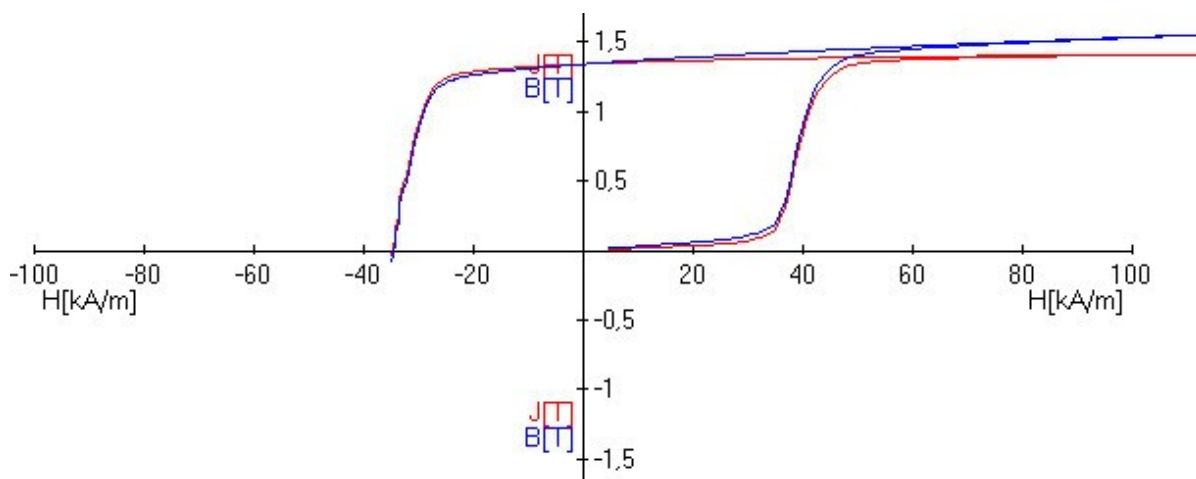


Рисунок 54 – Петля гистерезиса сплава 26X12КМС после ТО № 6

В таблице 42 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих зависимости B_r , H_c и $(BH)_{max}$ от режимов ТО.

Таблица 42 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 26X12КМС)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,32	0,009	-0,002	0,004	-0,003	-0,0002
H_c	40,2	-2,1	0,55	-1,59	1,48	-1,05
$(BH)_{max}$	32,6	-1,07	1,49	-0,36	1,35	-0,9

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 49), иллюстрирующим дисперсионный анализ полученных моделей.

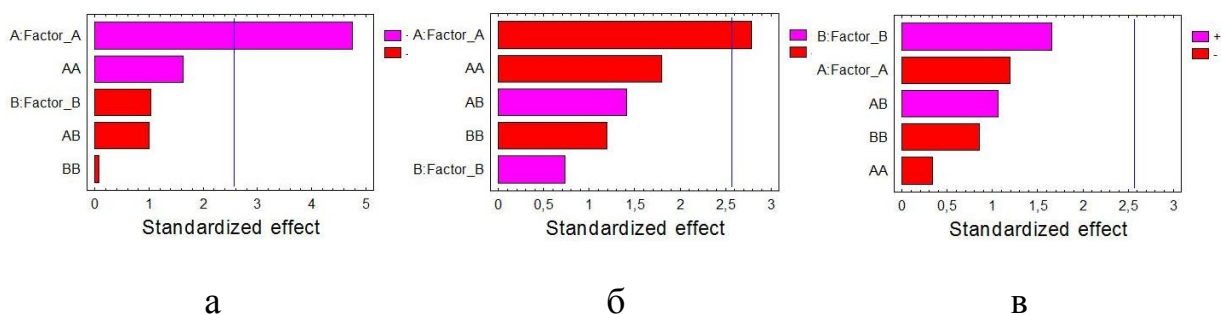


Рисунок 55 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 26X12KMС

Для уравнения регрессии V_r и H_c значимы линейные коэффициенты фактора А (уровень значимости Р меньше $\alpha=0,05$) с уровнем значимости 0,0051 и 0,0385, соответственно. Для уравнения регрессии $(BH)_{max}$ все коэффициенты статистически не значимы.

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$V_r = 1,32 + 0,009 \times A \quad (24)$$

$$H_c = 40,2 - 2,1 \times A \quad (25)$$

На значение остаточной индукции V_r влияние оказывает фактор А – температура начала ТМО, при любом значении А значение отклика возрастает. На значение коэрцитивной силы H_c влияние оказывает фактор А – температура начала ТМО, при любом значении А значение отклика убывает.

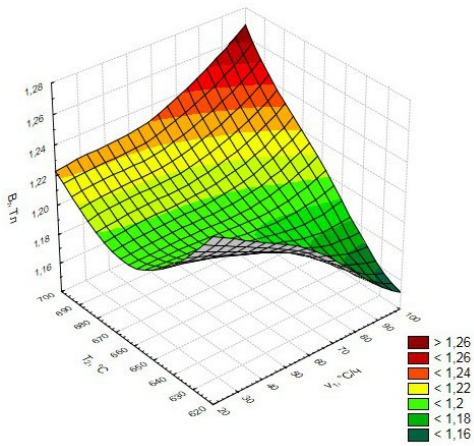
Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии (V_r , H_c), приведены в таблице 43.

Таблица 43 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 26Х12КМС

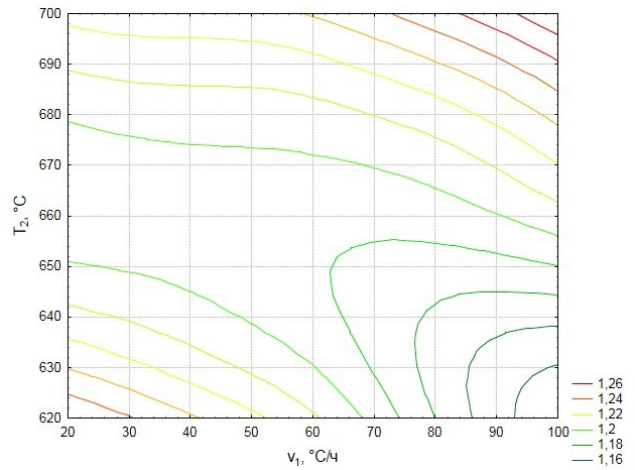
Номер режима ТО	Эксперимент		Расчет по уравнениям регрессии	
	B_r , Тл	H_c , кА/м	B_r , Тл	H_c , кА/м
1	1,32	40,2	1,32	40,2
2	1,32	40,2	1,32	40,2
3	1,33	38,0	1,33	37,5
4	1,31	37,3	1,31	40,0
5	1,31	37,2	1,31	38,9
6	1,32	42,5	1,31	40,6
7	1,32	41,4	1,31	38,7
8	1,34	34,5	1,34	34,1
9	1,32	40,2	1,32	40,2
10	1,32	36,7	1,32	37,4
11	1,34	33,2	1,34	33,5

Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения B_r и H_c составляет 84,7 % и 73,7 %, соответственно. Математическая модель работоспособна (R^2 больше 70 %) и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

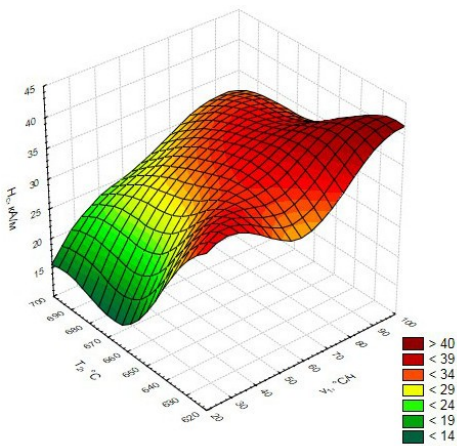
На рисунке 56 приведены изображения поверхностей отклика остаточной индукции B_r и коэрцитивной силы H_c , а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.



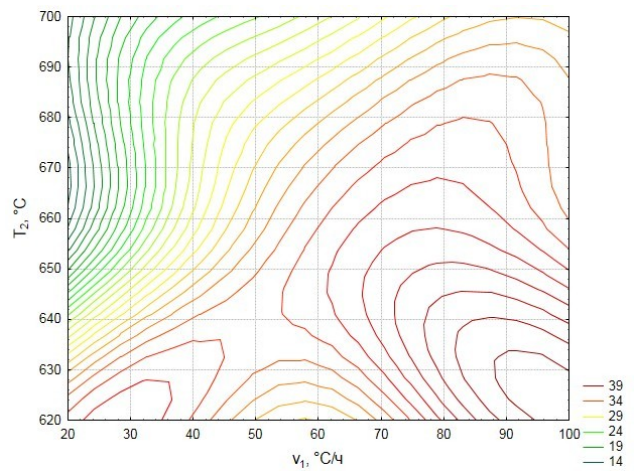
а



б



в



г

Рисунок 56 – Поверхности отклика и их сечения для V_r (а, б) и H_c (в, г) сплава 26X12КМС

Для получения максимального значения V_r и H_c сплав необходимо охлаждать в магнитном поле с температуры 690-700 °С до 600 °С со скоростью 80-90 °С/ч.

Сплав 26Х8К3МС

В таблице 44 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 26Х8К3МС после ТО.

Таблица 44 – Магнитные свойства сплава 26Х8К3МС

Номер режима ТО	v_1 , °С/ч	T_2 , °С	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,12	11,2	3,7
2	60	660	1,12	11,2	3,7
3	80	680	1,05	8,2	2,5
4	32	660	1,22	12,9	6,0
5	60	688	1,10	9,4	3,0
6	40	640	1,22	12,7	4,8
7	40	680	0,99	7,6	2,0
8	88	660	0,99	9,8	2,7
9	60	660	1,12	11,2	3,7
10	60	632	0,96	7,8	2,1
11	80	640	0,66	3,6	0,7

Максимальные магнитные свойства сплава были получены в результате обработки № 4: $B_r = 1,22$ Тл, $H_c = 12,9$ кА/м, $(BH)_{\max} = 6,0$ кДж/м³ при $\eta = 0,53$ – после ТО № 11.

Петля гистерезиса сплава, обработанного по режиму № 4, показана на рисунке 57.

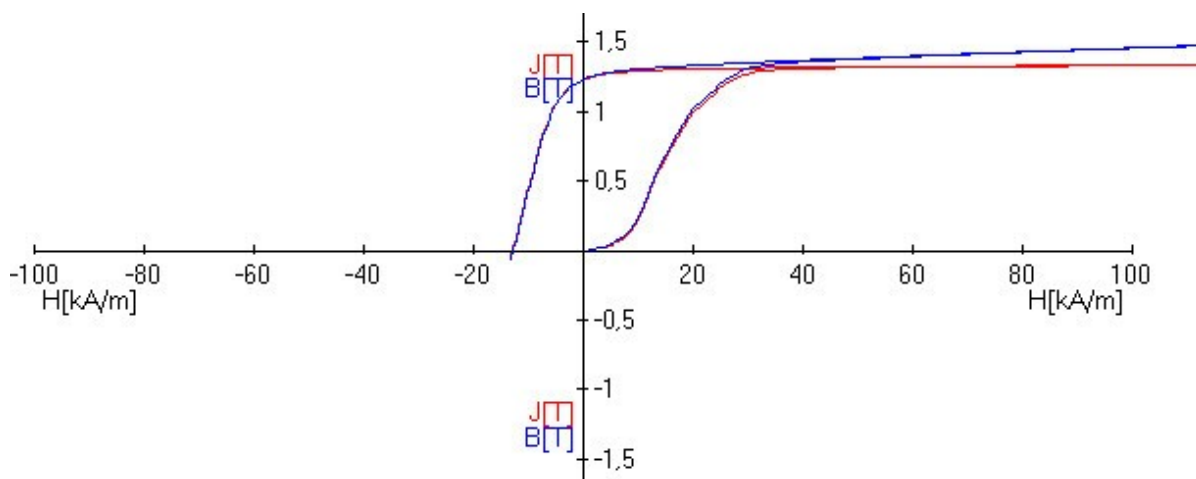


Рисунок 57 – Петля гистерезиса сплава 26X8K3MS после ТО № 11

В таблице 45 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих зависимости B_r , H_c и $(BH)_{max}$ от режимов ТО.

Таблица 45 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 26X8K3MS)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,12	-0,103	0,04	-0,03	0,16	-0,07
H_c	11,2	-1,6	0,2	-0,4	2,4	-1,8
$(BH)_{max}$	3,7	-1,03	0,03	0,09	1,15	-0,8

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 58), иллюстрирующим дисперсионный анализ полученных моделей.

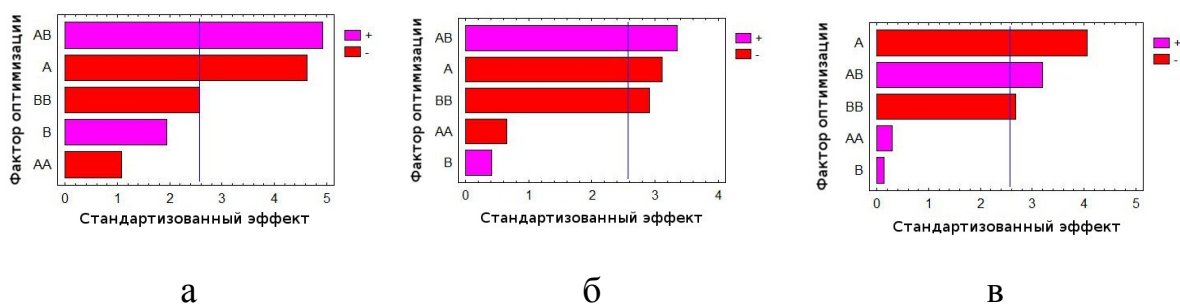


Рисунок 58 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 26X8K3MC

Из диаграмм Парето видно, что статистически значимыми коэффициентами уравнений регрессии (27) и (28) являются линейный коэффициент A, квадратичный коэффициент фактора B и коэффициент фактора AB, а для уравнения (26) – линейный коэффициент фактора A и коэффициент фактора AB.

Для уравнения регрессии V_r значимы коэффициенты (уровень значимости P меньше $\alpha=0,05$): линейный коэффициент фактора A ($P = 0,0057$) и сочетание факторов AB ($P = 0,0044$). Для уравнения регрессии H_c значимы: линейный коэффициент фактора A ($P = 0,0265$), сочетание факторов AB ($P = 0,0203$), квадратичный коэффициент фактора B ($P = 0,00335$). Для уравнения регрессии $(BH)_{max}$ значимы: линейный коэффициент фактора A ($P = 0,0097$), сочетание факторов AB ($P = 0,0242$), квадратичный коэффициент фактора B ($P = 0,0438$).

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$V_r = 1,12 - 0,103 \times A + 0,16 \times A \times B \quad (26)$$

$$H_c = 11,2 - 1,6 \times A + 2,4 \times A \times B - 1,8 \times B^2 \quad (27)$$

$$(BH)_{max} = 3,7 - 1,03 \times A + 1,15 \times A \times B - 0,8 \times B^2 \quad (28)$$

Результаты экспериментальных и рассчитанных значений магнитных свойств сплава приведены в таблице 46.

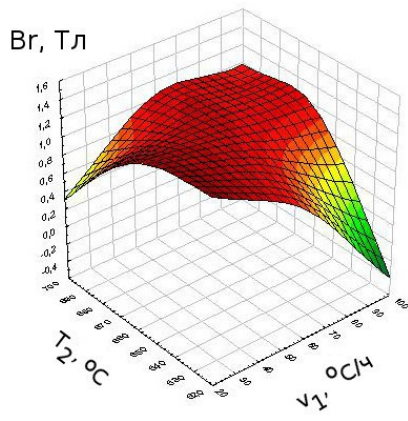
Таблица 46 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 26Х8К3МС

Номер режима ТО	Эксперимент			Расчет по уравнениям (26-28)		
	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	1,12	11,2	3,7	1,12	11,2	3,7
2	1,12	11,2	3,7	1,12	11,2	3,7
3	1,05	8,2	2,5	1,12	10,0	3,1
4	1,22	12,9	6,0	1,21	12,6	5,3
5	1,10	9,4	3,0	1,04	7,9	2,2
6	1,22	12,7	4,8	1,25	12,8	5,1
7	0,99	7,6	2,0	1,01	8,4	2,9
8	0,99	9,8	2,7	0,92	8,1	2,4
9	1,12	11,2	3,7	1,12	11,2	3,7
10	0,96	7,8	2,1	0,93	7,3	2,1
11	0,66	3,6	0,7	0,72	4,8	0,8

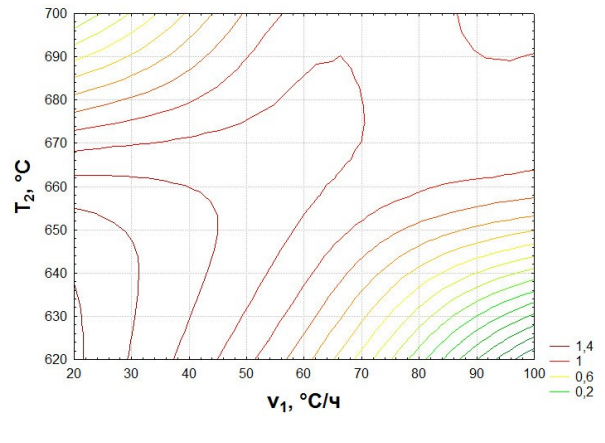
Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнений составляют 91,8 %, 85,5 % и 87,5 %, соответственно. Математическая модель работоспособна (R^2 больше 70 %) и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 59 приведены поверхности отклика остаточной индукции B_r , коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$, а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах.

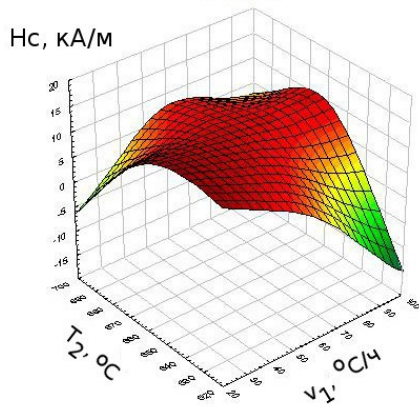
Для получения максимальных значений магнитных свойств оптимальной ТО является охлаждение в магнитном поле с температуры 650-670 °С до 600 °С со скоростью 40-60 °С/ч.



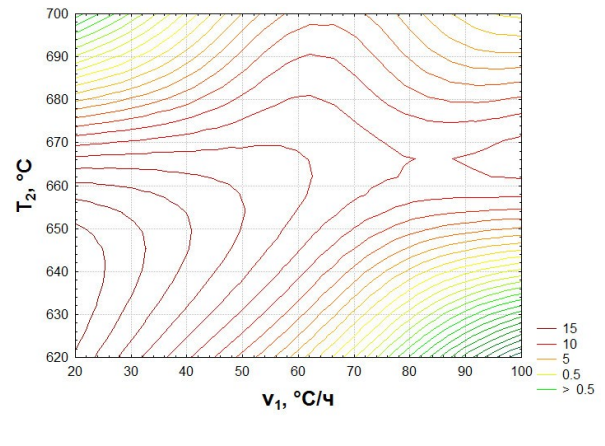
а



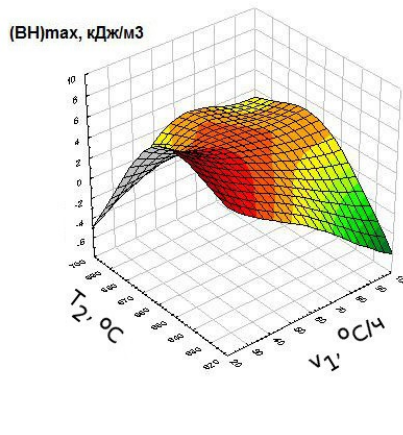
б



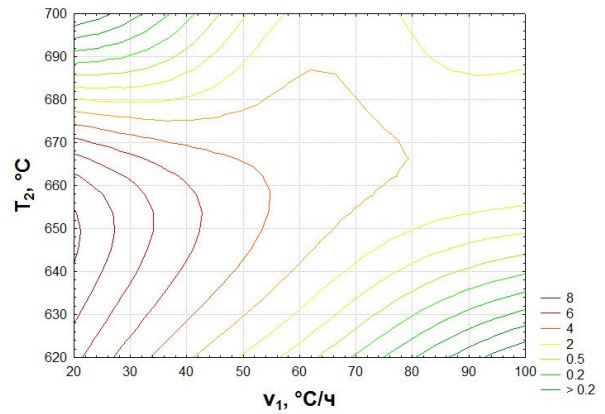
в



г



д



е

Рисунок 59 – Поверхности отклика и их сечения для B_r (а, б), H_c (в, г) и $(BH)_{\max}$ (д, е) сплава 26Х8К3МС

Сплав 26Х8КМС

В таблице 47 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 26Х8КМС после ТО.

Таблица 47 – Магнитные свойства сплава 26Х8КМС

Номер режима ТО	v_1 , °С/ч	T_2 , °С	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	0,75	3,8	0,7
2	60	660	0,75	3,8	0,7
3	80	680	0,69	2,8	0,5
4	32	660	1,16	12,3	5,3
5	60	688	1,20	28,0	18,1
6	40	640	1,15	7,7	2,9
7	40	680	1,05	6,6	2,2
8	88	660	0,71	2,7	0,5
9	60	660	0,75	3,8	0,7
10	60	632	0,49	1,9	0,2
11	80	640	0,66	2,9	0,5

Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 28,0$ кА/м было получено после ТО № 5, при этом $B_r = 1,2$ Тл, $(BH)_{\max} = 18,1$ кДж/м³, $\eta = 0,54$. Петля гистерезиса сплава приведена на рисунке 60.

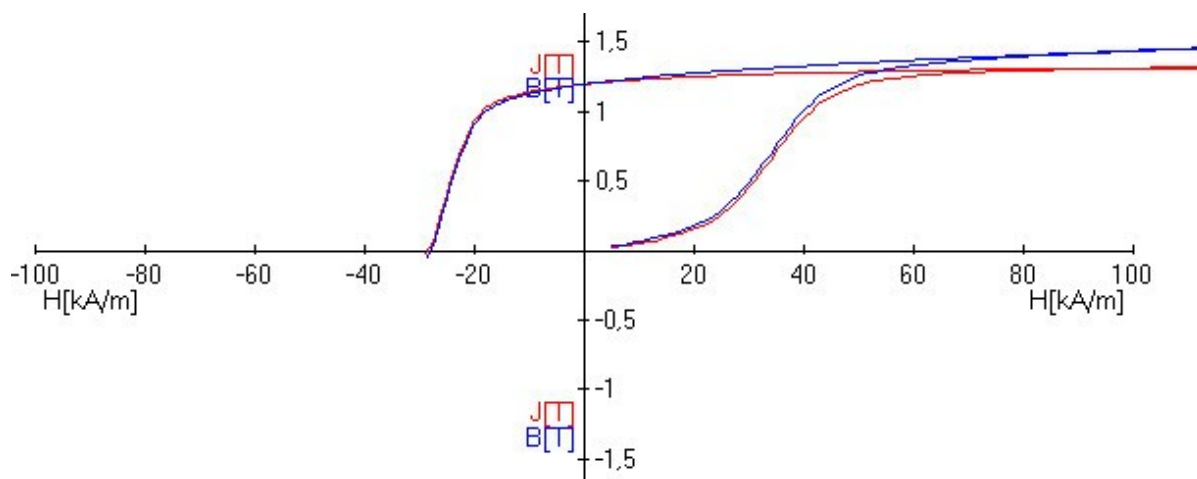


Рисунок 60 – Петля гистерезиса сплава 26X8KMC после ТО № 5

В таблице 48 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих зависимости B_r , H_c и $(BH)_{\max}$ от режимов ТО.

Таблица 48 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 31X10K2MC)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	0,8	-0,18	0,11	0,09	0,03	0,05
H_c	3,8	-2,77	4,5	0,3	0,3	4,03
$(BH)_{\max}$	0,7	-1,36	3,08	-0,03	0,2	3,1

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 3), иллюстрирующим дисперсионный анализ полученных моделей.

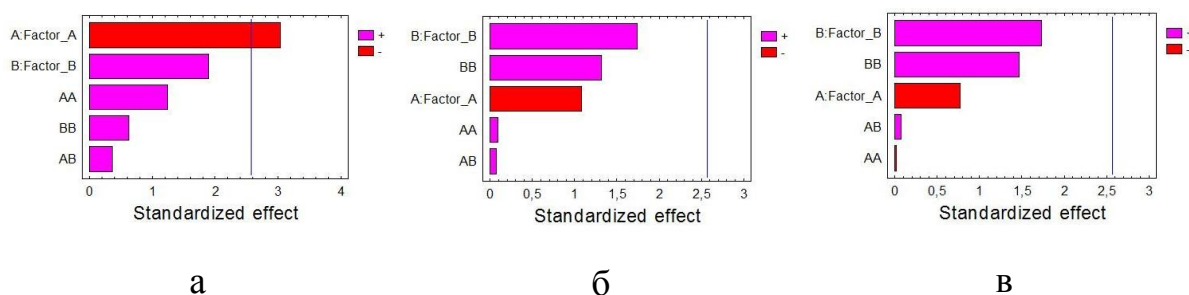


Рисунок 61 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 26Х8КМС

Для уравнения регрессии V_r значим линейный коэффициент фактора А ($P = 0,0287$). Для уравнения регрессии H_c и $(BH)_{max}$ все коэффициенты статистически не значимы.

Уравнение регрессии в кодированных переменных, включающее только значимые коэффициенты, имеет вид:

$$Br = 0,8 - 0,18 \times A \quad (29)$$

При любом значении фактора А значение отклика убывает, т. е. значение остаточной индукции. Фактор В не влияет на V_r .

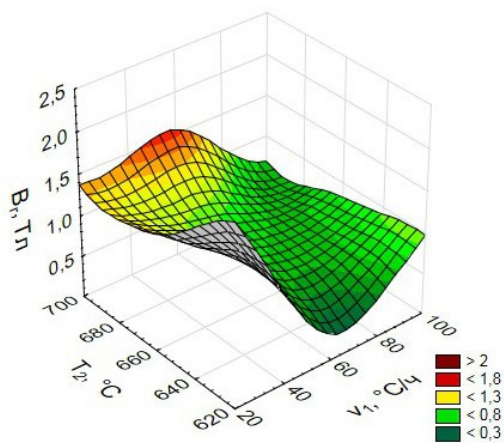
Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнению регрессии V_r приведены в таблице 49.

Таблица 49 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 26Х8КМС

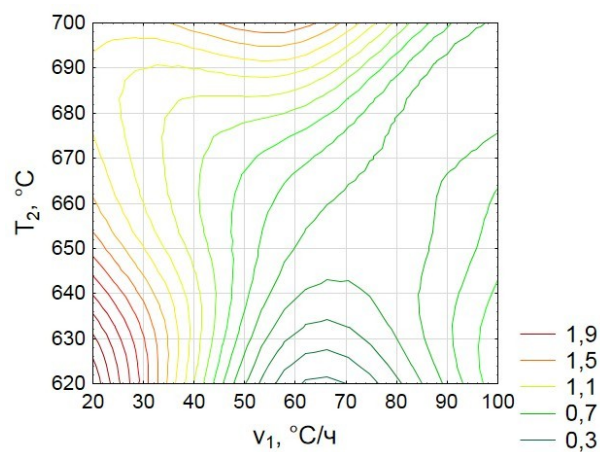
Номер режима ТО	Эксперимент	Расчет по уравнениям регрессии
	B_r , Тл	B_r , Тл
1	0,75	0,75
2	0,75	0,75
3	0,69	0,85
4	1,16	1,20
5	1,20	1,00
6	1,15	0,99
7	1,05	1,16
8	0,71	0,67
9	0,75	0,75
10	0,49	0,68
11	0,66	0,55

Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения B_r составляет 74,5 %. Математическая модель работоспособна (R^2 больше 70 %) и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

На рисунке 63 приведена поверхность отклика и поперечное сечение этой поверхности в фазовых пространствах для остаточной индукции B_r .



а



б

Рисунок 62 – Поверхности отклика и их сечения для V_r (а, б) сплава 26Х8КМС

Для получения максимального значения V_r на сплаве 26Х8КМС необходимо проводить охлаждение в магнитном поле с температуры 690-700 °С до 600 °С со скоростью 50-60 °С/ч.

Сплав 25X10K2MC

В таблице 50 приведены экспериментальные значения магнитных свойств B_r , H_c , $(BH)_{\max}$ сплава 25X10K2MC после ТО.

Таблица 50 – Магнитные свойства сплава 25X10K2MC

Номер режима ТО	v_1 , °C/ч	T_2 , °C	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	60	660	1,35	28,1	18,9
2	60	660	1,35	28,1	18,9
3	80	680	1,30	21,6	11,9
4	32	660	1,31	30,8	20,1
5	60	688	1,27	19,6	10,6
6	40	640	1,33	27,8	14,4
7	40	680	1,24	30,0	17,5
8	88	660	1,20	17,8	8,6
9	60	660	1,35	28,0	18,9
10	60	632	1,21	14,9	6,0
11	80	640	1,28	19,5	9,9

Максимальные магнитные свойства были достигнуты после ТО № 4:
 $B_r = 1,31$ Тл, $H_c = 30,8$ кА/м, $(BH)_{\max} = 20,1$ кДж/м³, $\eta = 0,5$.

Петля гистерезиса сплава показана на рисунке 63.

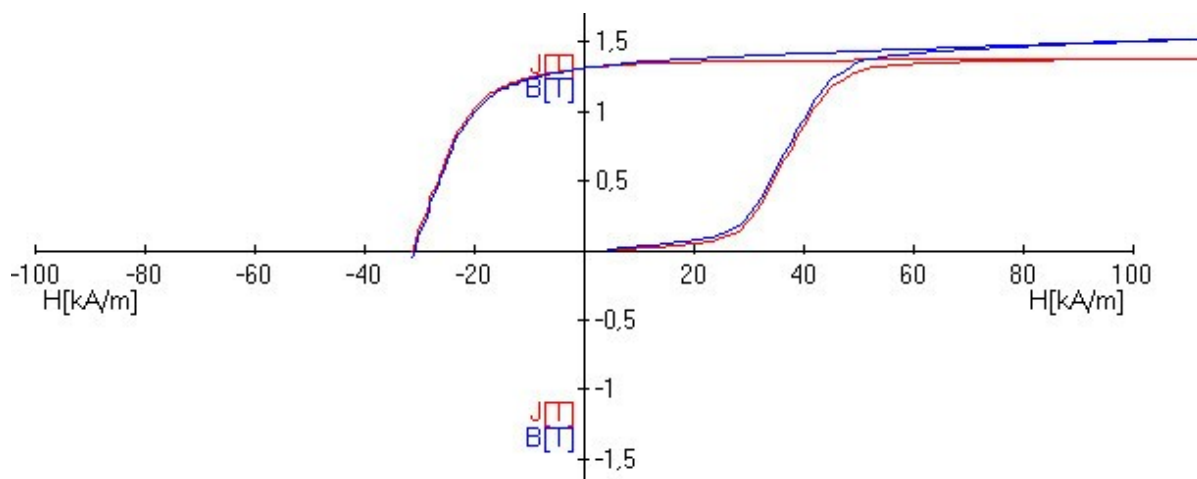


Рисунок 63 – Петля гистерезиса сплава 25X10K2MC после ТО № 4

В таблице 51 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих зависимости B_r , H_c и $(BH)_{max}$, от режимов ТО.

Таблица 51 – Коэффициенты уравнений регрессии (сплав 25X10K2MC)

Коэффициент	x_0	A	B	A^2	AB	B^2
B_r	1,35	-0,02	0,001	-0,04	0,03	-0,04
H_c	28,1	-4,4	1,38	-0,92	-0,015	-4,4
$(BH)_{max}$	18,9	-3,3	1,45	-1,75	-0,28	-4,78

Статистическую значимость коэффициентов уравнений регрессии определяли по диаграммам Парето (рисунок 3), иллюстрирующим дисперсионный анализ полученных моделей.

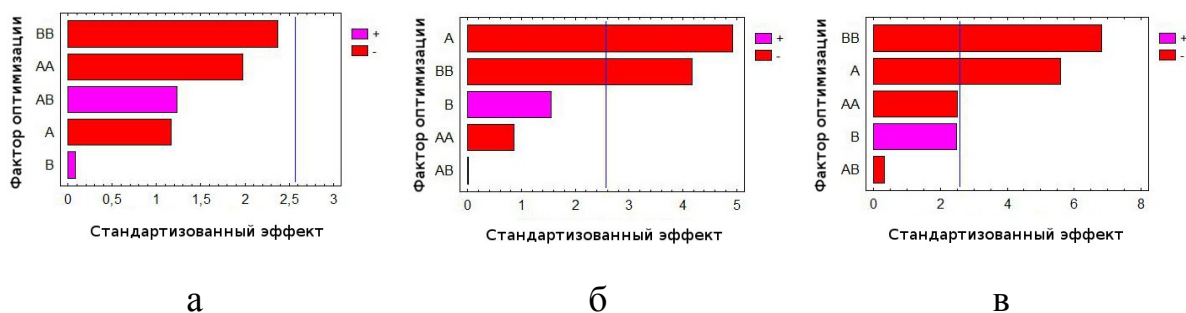


Рисунок 64 – Стандартизованные диаграммы Парето для V_r (а), H_c (б) и $(BH)_{max}$ (в) сплава 25X10K2MC

Для уравнения регрессии V_r все коэффициенты статистически незначимы. Для уравнения регрессии H_c значимы: линейный коэффициент фактора А ($P = 0,0044$) и квадратичный коэффициент фактора В ($P = 0,0087$). Для уравнения регрессии $(BH)_{max}$ значимы: линейный коэффициент фактора А ($P = 0,0025$) и квадратичный коэффициент фактора В ($P = 0,0010$).

Уравнения регрессии в кодированных переменных, включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$H_c = 28,1 - 4,4 \times A - 4,4 \times B^2 \quad (30)$$

$$(BH)_{max} = 18,9 - 3,3 \times A - 4,78 \times B^2 \quad (31)$$

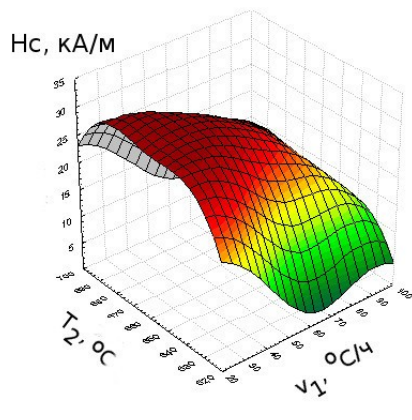
Результаты экспериментальных и рассчитанных значений магнитных свойств сплава приведены в таблице 52.

Таблица 52 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств сплава 25X10K2MC

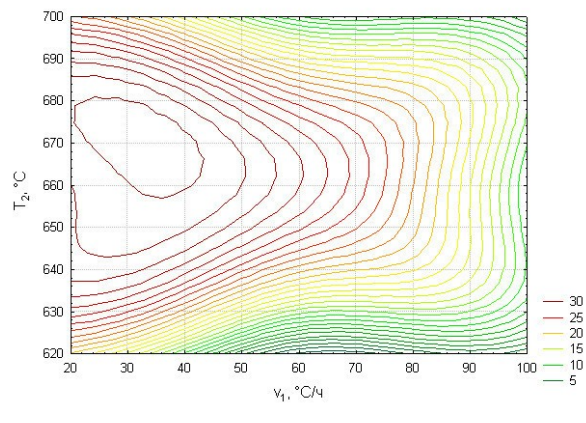
Номер режима ТО	Эксперимент		Расчет по уравнениям	
	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³	H_c , кА/м	$(BH)_{\max}$, кДж/м ³
1	28,1	18,9	28,1	18,9
2	28,1	18,9	28,1	18,9
3	21,6	11,9	19,7	10,2
4	30,8	20,1	32,5	20,1
5	19,6	10,6	21,3	11,4
6	27,8	14,4	25,8	13,9
7	30,0	17,5	28,6	17,4
8	17,8	8,6	20,1	10,8
9	28,0	18,9	28,1	18,9
10	14,9	6,0	17,4	7,4
11	19,5	9,9	17,0	7,9

Уравнения регрессии адекватно описывают экспериментальные данные в пределах выбранных колебаний параметров ТМО с точностью, соизмеримой с точностью измерения. Значение коэффициента детерминации (R^2) для уравнения H_c и $(BH)_{\max}$ составляет 89,9 % и 94,4 %, соответственно. Математическая модель работоспособна (R^2 больше 70 %) и ее можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

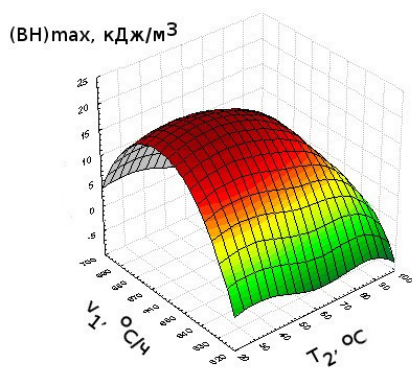
На рисунке 65 приведены изображения поверхностей отклика и поперечные сечения этих поверхностей для коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{\max}$.



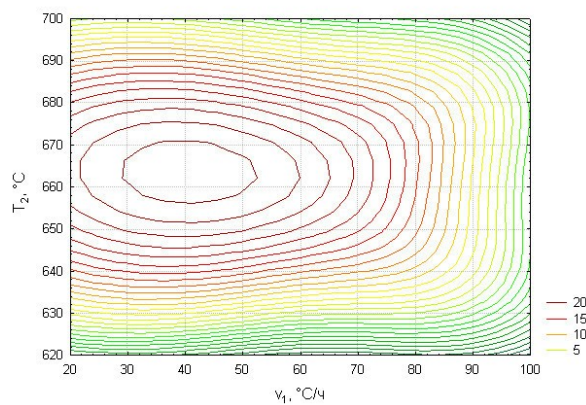
а



б



в



г

Рисунок 65 – Поверхности отклика и их сечения для B_r (а, б) и $(BH)_{max}$ (в, г) сплава 25X10K2MC

Для получения максимального значения B_r и $(BH)_{max}$ сплав необходимо охладить в магнитном поле с температуры 660-670 °С до 600 °С со скоростью 30-40 °С/ч.

3.4 Влияние низкотемпературного отпуска на уровень магнитных свойств сплавов

Влияние дополнительного низкотемпературного отпуска на уровень магнитных свойств сплавов изучали с целью определения возможности повышения значений коэрцитивной силы H_c и максимально магнитного произведения $(BH)_{max}$ на Fe-Cr-Co сплавах с пониженным содержанием кобальта до 13 масс. %, легированных Mo и Si.

После ТО, включающей в себя, закалку в воду от температуры 1250 °С (15 минут), нагрев до температуры 700-720 °С, охлаждение в магнитном поле с температуры T_2 до 600 °С со скоростью v_1 , дальнейшее охлаждение без поля до температуры 500 °С со скоростью 8 °С/ч, проводили отпуск, последовательно снижая температуру с 500 °С до 420 °С, при этом температура последующей ступени была меньше на 20-30 °С, чем температура предыдущей ступени отпуска. Выдержка при каждой температуре составляла 20 – 60 часов.

Для сплавов 30X8KMC и 30X8K3MC графики зависимости значений коэрцитивной силы H_c от температуры отпуска показаны на рисунке 66.

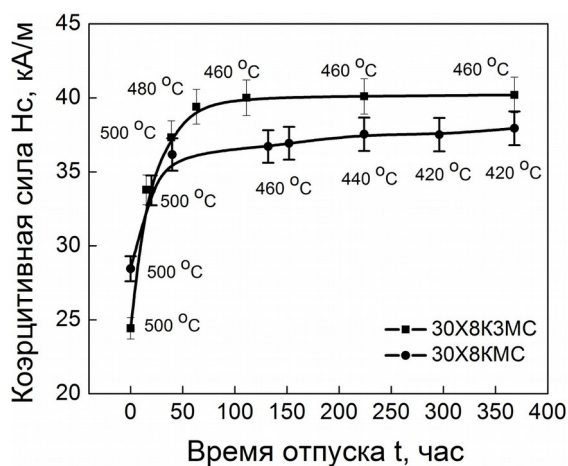


Рисунок 66 – Зависимость коэрцитивной силы от времени отпуска для сплавов 30X8KMC и 30X8K3MC при разных температурах

С понижением температуры отпуска, значение H_c растет. Это связано с процессом дальнейшего расслоения α - твёрдого раствора.

Значение H_c на сплаве 30X8K3MC с содержанием 3 масс. % молибдена выше, чем на сплаве 30X8KMC, а процесс формирования высококоэрцитивного состояния продолжается при температуре 420 °С для сплава 30X8KMC.

В таблице 53 приведены значения магнитных свойств сплавов после ТО и после дополнительного отпуска.

Таблица 53 – Магнитные свойства Fe-Cr-Co сплавов

№	Обозначение сплава	Магнитные свойства								
		После ТО			После ТО + отпуск			Повышение (во сколько раз)		
		B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	B_r	H_c	$(BH)_{max}$
1	30X8K3MC	1,1	24,4	12,7	1,1	40,0	23,9	-	1,6	1,9
2	30X8KMC	1,1	31,7	21,6	1,1	44,4	31,8	-	1,4	1,5
3	28X10K4MC	1,1	31,6	17,3	1,1	39,2	21,0	-	1,2	1,2
4	28X10K2MC	1,2	35,4	24,7	1,2	40,8	28,3	-	1,1	1,1
5	26X12K3MC	1,2	37,4	23,6	1,3	42,6	26,2	1,1	1,1	1,1
6	26X12KMC	1,3	41,4	35,7	1,3	44,0	37,8	-	1,1	1,1
7	26X8K3MC	1,1	12,9	6,0	1,3	23,2	14,1	1,2	1,8	2,4
8	26X8KMC	1,2	28,0	18,1	1,2	32,1	20,9	-	1,1	1,2
9	25X10K2MC	1,2	30,0	17,5	1,2	39,1	28,8	-	1,3	1,6

После дополнительного низкотемпературного отпуска значение коэрцитивной силы H_c в среднем повышается в 1,3 раза, а значение максимально магнитного произведения $(BH)_{max}$ возрастает в 1,5 раза (рисунок 67). Наибольший рост значений H_c и $(BH)_{max}$ наблюдается на сплавах с меньшим содержанием кобальта. С увеличением содержания

молибдена в сплаве значения свойств также увеличиваются. Значение остаточной индукции B_r формируется на первом этапе ТО и остается практически постоянной при последующих ступенях низкотемпературного отпуска.

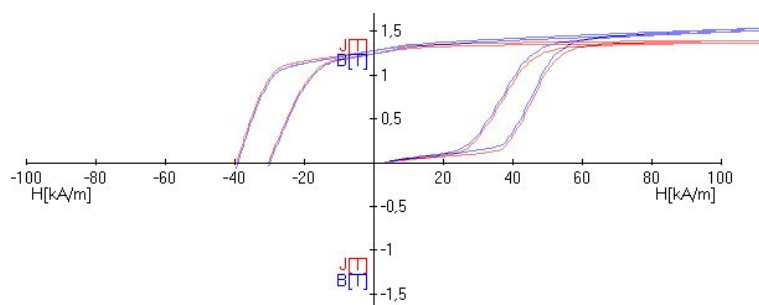


Рисунок 67 – Петли гистерезиса сплава 25X10K2MC после термической обработки и после низкотемпературного отпуска

Дополнительный многоступенчатый отпуск при более низких температурах, чем температура основного отпуска, может решить проблему, возникающую при использовании Fe-Cr-Co сплавов для производства деталей ротора ГД. Существует проблема изменчивости (нестабильности) уровня магнитных свойств при колебаниях температуры при использовании Fe-Cr-Co сплавов в ГД [97–102]. Коэрцитивная сила H_c растёт при нагреве ротора до температуры 100 – 160 °С. Это приводит к выходу двигателя из режима синхронности.

Благодаря применению дополнительных низкотемпературных ступеней отпуска (после ТО) при температурах от 500 °С до 420 °С и выдержки в течение 20 – 60 часов при каждой температуре проблема температурной нестабильности магнитных свойств Fe-Cr-Co сплавов устранена.

Предложенный способ термической обработки Fe-Cr-Co сплавов, включающий в себя низкотемпературный отпуск, был запатентован: патент

2557852 Российская Федерация, МПК С21D, С22F. Способ термической обработки магнитотвёрдых сплавов системы железо-хром-кобальт с содержанием кобальта 8 вес. % / М.И. Алымов, И.М. Миляев, А.Б. Анкудинов, Т.А. Вомпе, В.А. Зеленский, В.С. Юсупов; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН). – № 2014102868/02; заявл. 29.01.2014; опубл. 27.07.2015, Бюл. № 21. – 5 с.

3.5 Анализ микроструктуры сплавов

Исследование микроструктуры магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов в высококоэрцитивном состоянии, которое возникало в результате спинодального распада высокотемпературного α – твёрдого раствора на две изоморфные α_1 и α_2 ОЦК фазы, проводили с помощью методов рентгеноструктурного, нейтронного и электронномикроскопического анализа.

Фазы α_1 и α_2 имеют близкие значения параметров решетки и когерентно связаны между собой, их кристаллическая решетка не нарушается на границе раздела фаз [78]. Методами рентгеноструктурного анализа не удастся обнаружить две фазы α_1 и α_2 и рассчитать их параметры решеток, поэтому в работе был использован нейтронный метод исследования. Нейтроны обладают большей чувствительностью к разным сортам атомов, расположенными относительно близко в периодической системе химических элементов, чем рентгеновские лучи, так как они взаимодействуют с ядрами атомов, а не рассеиваются на их электронных оболочках [103]. Нейтроны могут давать информацию о внутренней структуре материала.

На рисунке 68 показана рентгенограмма и нейтронограмма сплава 30X8KMC.

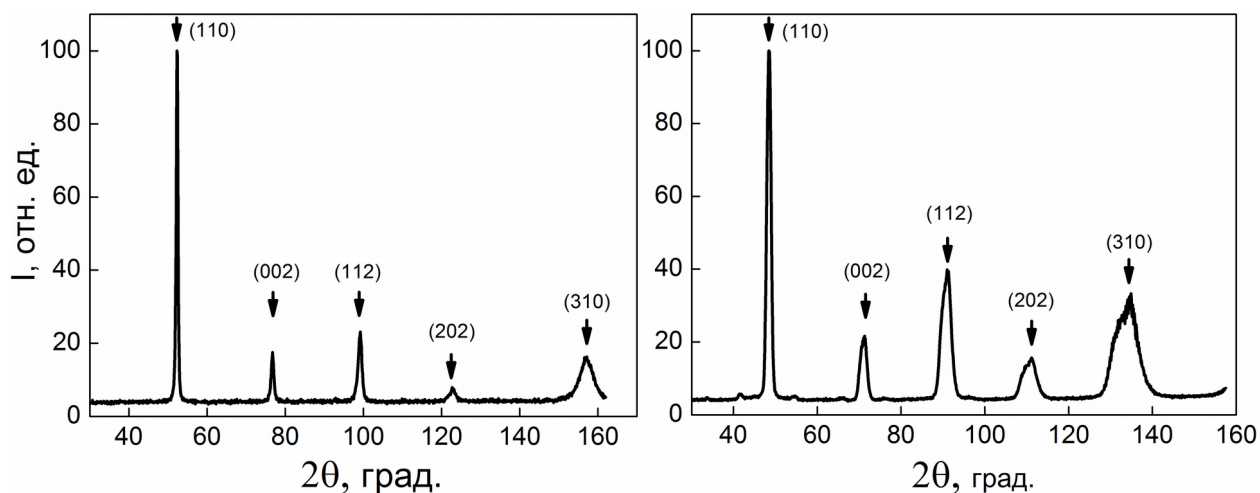
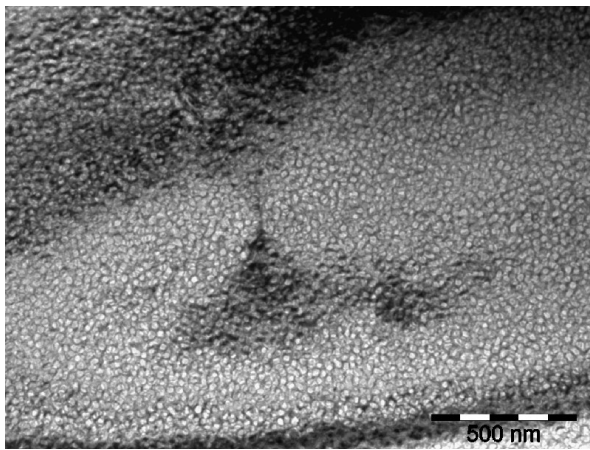


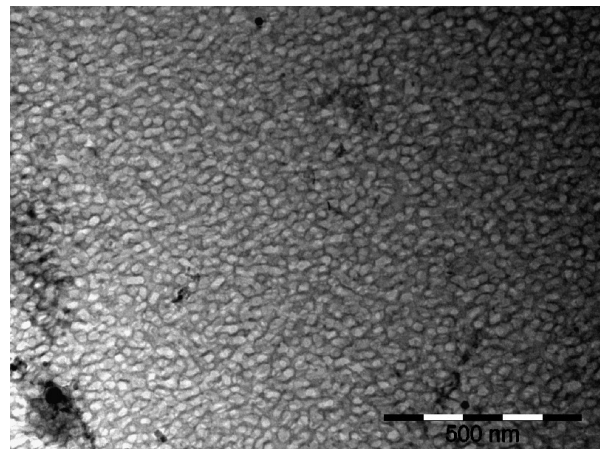
Рисунок 68 – Рентгенограмма (а) и нейтронограмма (б) сплава 30X8KMS после термической обработки и низкотемпературного отпуска

На рентгенограмме сплава 30X8KMS видны пики α -Fe. Параметр решетки составляет $a = 0,2876 \pm 0,0001$ нм.

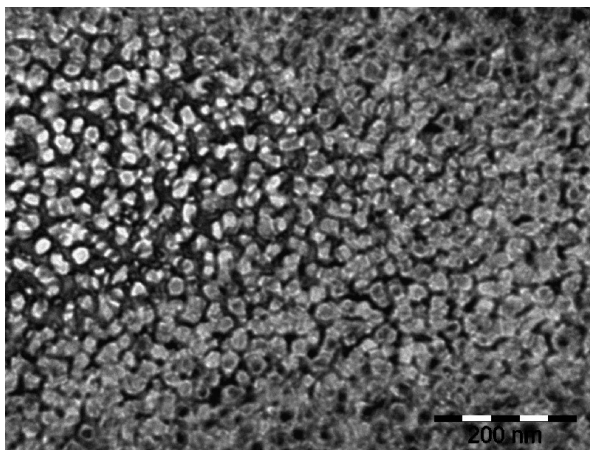
На рисунке 69 приведены фотографии микроструктуры сплава 30X8K3MS в ВКС. Видны светлые выделения α_1 -фазы разделенные темными слоями α_2 -фазы. Выделения α_1 -фазы имеют сферическую форму и характеризуются средним размером 20-40 нм. Рассчитанные индексы отражения плоскостей НКЛ (110), (211), (420), (310) соответствуют ОЦК-решётке. Микроструктура сплава 30X8KMS соответствует структуре ВКС.



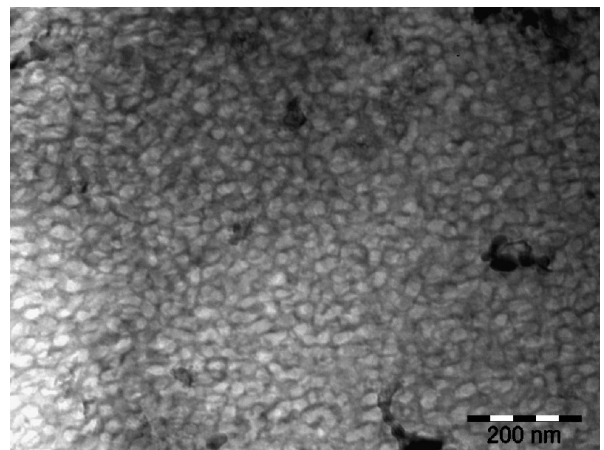
а



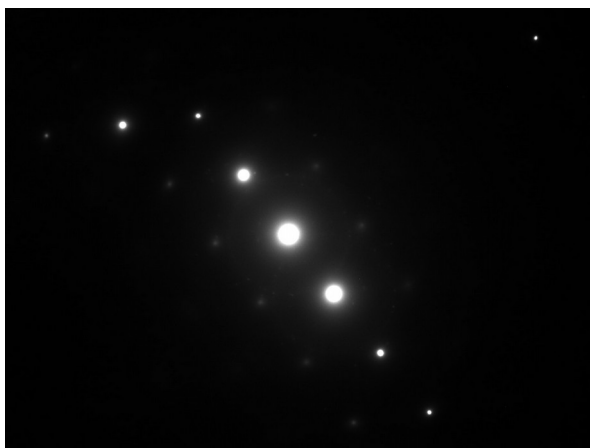
б



в



г



д



е

Рисунок 69 – Микроструктура сплава 30X8K3MS в ВКС: светлое поле (а-г), картина дифракции (д-е)

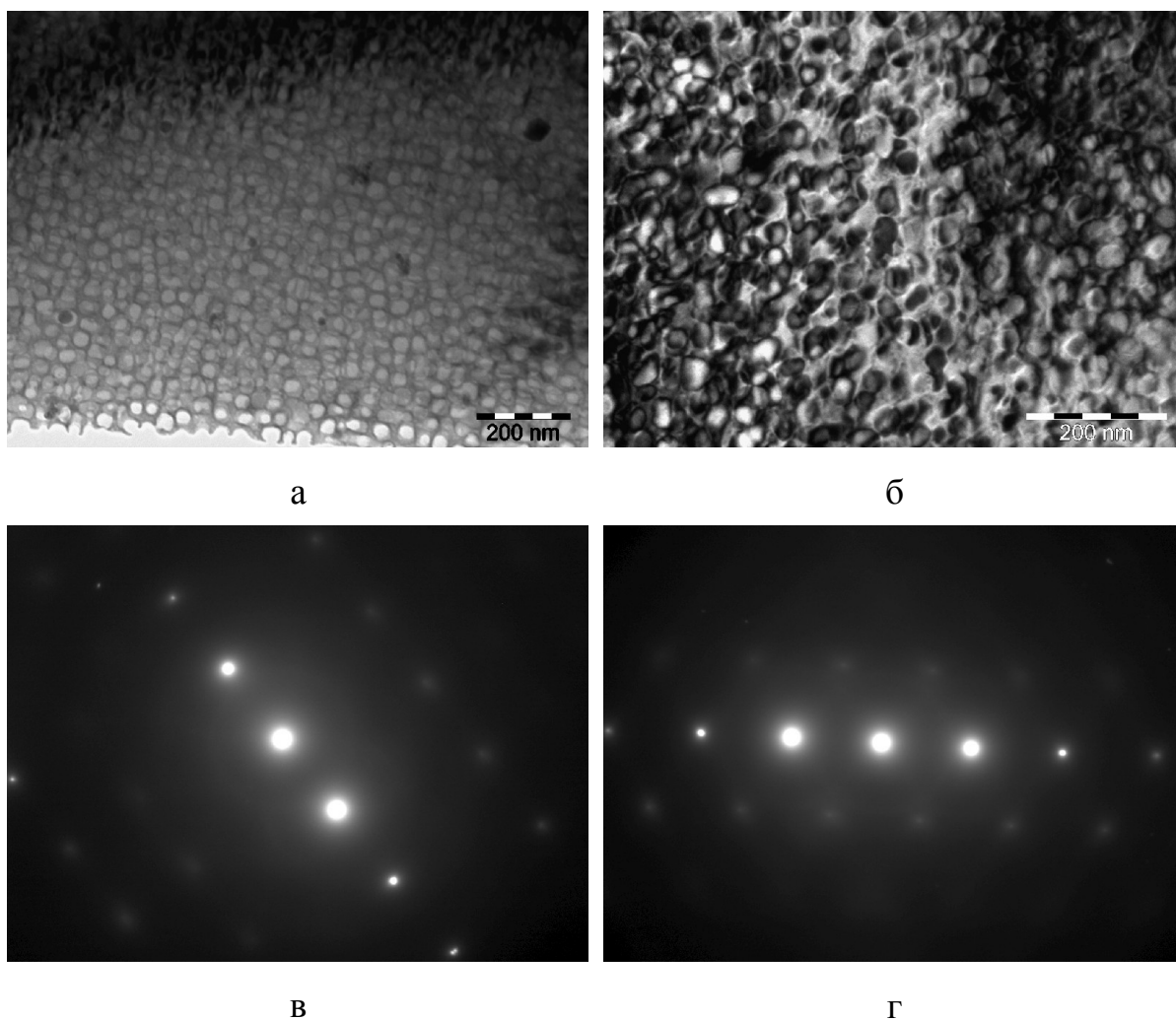


Рисунок 70 – Микроструктура сплава 30X8K3MC в ВКС: светлое поле (а-б), картина дифракции (в-г)

На рисунке 70 приведены фотографии микроструктуры сплава 30X8K3MC в высококоэрцитивном состоянии.

3.6 Механические свойства сплавов

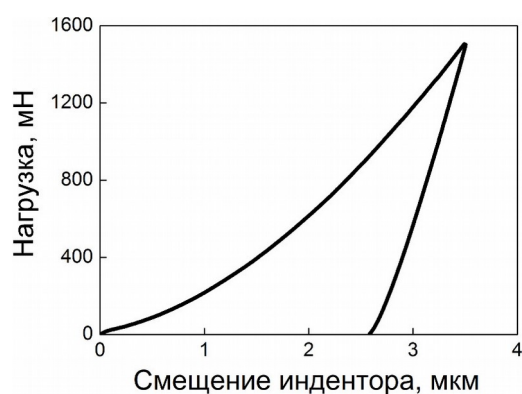
Принимая во внимание то, что магнитотвёрдые сплавы на основе системы Fe-Cr-Co с содержанием кобальта более 15 масс. % обладают высокими значениями механических свойств по сравнению с другими МТМ [104], это утверждение было проверено для низкокобальтовых Fe-Cr-Co сплавов с содержанием кобальта до 13 масс. %, на которых были получены максимальные магнитные свойства.

Сплав 30X12КМС после спекания при температуре 1420 °С имеет следующие механические свойства: предел прочности $\sigma_{\text{в}}^{\text{сж}} = 789$ МПа при твердости HV30 285. После закалки от температуры 1250 °С в воде сплав обладает высокими прочностными свойствами: $\sigma_{\text{в}}^{\text{сж}} = 783$ МПа при твердости HV30 243, а после отпуска при температуре 1000 °С в течение 30 мин: $\sigma_{\text{в}}^{\text{сж}} = 788$ МПа при твердости HV30 234.

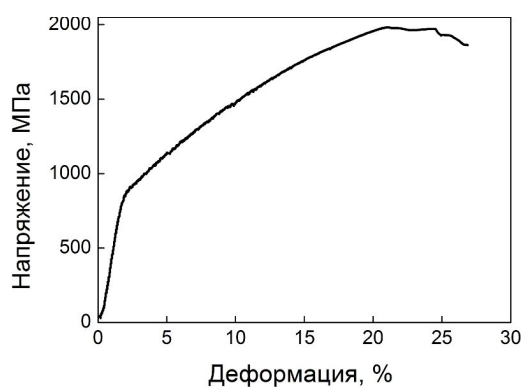
Исследование механических свойств сплавов 30X8КМС и 30X8К3МС в ВКС проводили путем испытаний на сжатие и методом инструментального индентирования по ГОСТ Р 8.748-2011 [47]. Результаты испытаний приведены в таблице 54 и на рисунке 71.

Таблица 54 – Механические свойства сплавов 30X8КМС и 30X8К3МС

№	Марка сплава	E_{it} , ГПа	H_{it} , ГПа	HV	η_{it} , %	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{\text{т}}$, МПа
1	30X8КМ	120 ± 2	$5,2 \pm 0,1$	490 ± 10	$27,0 \pm 0,4$	1935 ± 20	805 ± 8
2	30X8К3М	130 ± 2	$7,1 \pm 0,1$	668 ± 10	$29,8 \pm 0,4$	1980 ± 20	840 ± 8



а



б

Рисунок 71 – Механические свойства сплава 30X8К3МС: инструментальное индентирование (а), испытание на сжатие (б)

На сплаве 30X8КМС были получены следующие магнитные свойства: $H_c = 44,4$ кА/м, $B_r = 1,18$ Тл, и $(BH)_{\text{max}} = 31,8$ кДж/м³, а на сплаве 30X8КМС – $H_c = 48,0$ кА/м, $B_r = 1,13$ Тл и $(BH)_{\text{max}} = 34,1$ кДж/м³.

3.7 Выводы по главе 3

В таблице 55 приведены значения максимальных магнитных свойств B_r , H_c и $(BH)_{max}$, полученных на сплавах на основе системы Fe-Cr-Co с пониженным содержанием кобальта 7-13 масс. %, легированных Mo и Si.

Таблица 55 – Максимальные магнитные свойства Fe-Cr-Co сплавов

Номер сплава	Марка	Содержание элементов, масс. %					Максимальные магнитные свойства		
		Fe	Cr	Co	Mo	Si	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	31X10K2MC	ост.	31	10	2,0	0,5	1,11	35,3	17,9
2	30X12K3MC	ост.	30	12	3,0	0,5	1,19	41,9	24,4
3	30X12K1MC	ост.	30	12	1,0	0,5	1,18	41,9	25,9
4	30X8K3MC	ост.	30	8	3,0	0,5	1,10	30,1	14,9
5	30X8K1MC	ост.	30	8	1,0	0,5	1,22	29,2	20,0
6	28X13K2MC	ост.	28	13	2,0	0,5	1,22	39,7	24,9
7	28X10K4MC	ост.	28	10	4,0	0,5	1,16	44,5	22,8
8	28X10K2MC	ост.	28	10	2,0	0,5	1,23	35,5	24,7
9	28X10KMC	ост.	28	10	0,5	0,5	1,30	33,1	25,3
10	28X7K2MC	ост.	28	7	2,0	0,5	1,05	15,1	6,4
11	26X12K3MC	ост.	26	12	3,0	0,5	1,25	45,0	29,9
12	26X12KMC	ост.	26	12	1,0	0,5	1,34	42,5	35,7
13	26X8K3MC	ост.	26	8	3,0	0,5	1,22	12,9	6,0
14	26X8KMC	ост.	26	8	1,0	0,5	1,20	28,0	18,1
15	25X10K2MC	ост.	25	10	2,0	0,5	1,35	30,8	20,1

Уровень полученных магнитных свойств B_r , H_c и $(BH)_{max}$ сравнивали с уровнем свойств промышленных сплавов на основе системы Fe-Cr-Co, Fe-Co-V и Fe-Ni-Al-Co, применяемых в производстве ПМ и ГД (таблица 56).

Таблица 56 – Магнитные свойства промышленных Fe-Cr-Co, Fe-Co-V и Fe-Ni-Al-Co сплавов

№	Марка сплава	Магнитные свойства			Литература
		B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	
1	Arnokrome 3	0,9-1,2	4,0-23,9	3,2-9,5	[93]
2	28X10K	0,8	20,0	7,0	[21]
3	28X10KA	1,1	38,0	26,0	
4	25X15K	0,9	24,0	10,0	
5	25X15KA	1,2	40,0	32,0	
6	ЮНДКИ	0,75-0,9	48,0-55,0	12,0-19,4	[20]
7	ЮНДК	1,11-1,25	40,0-52,0	36,0-44,0	
8	52K10Ф	0,65-1,2	4,8-32,0	16,0-24,0	[105]
9	52K11Ф				
10	52K12Ф				
11	52K13Ф				

Максимальное значение остаточной индукции B_r было получено на сплаве 25X10K2MC и составляет 1,35 Тл, что выше значения для промышленного сплава 25X15KA с большим содержанием Co (15 масс. %). Максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 45,0$ кА/м на сплаве 26X12K2MC превышает значение H_c на промышленном сплаве 25X15KA.

На магнитотвёрдых сплавах с 8 масс. % кобальта (26X8KMC и 26X8K3MC, 30X8KMC и 30X8K3MC) получены магнитные гистерезисные свойства: остаточная индукция B_r до 1,3 Тл, коэрцитивная сила H_c до 48,0 кА/м, максимальное энергетическое произведение $(BH)_{max} - 34,1$ кДж/м³, а на сплавах с 10 – 13 масс. % кобальта (28X10K4MC, 26X12KMC и 28X13K2MC): B_r до 1,34 Тл, H_c до 44,5 кА/м, $(BH)_{max} - 35,7$ кДж/м³. Магнитные свойства сплавов сравнимы с промышленными аналогами.

В работе было обнаружено, что процесс формирования высококоэрцитивного состояния в магнитотвёрдых сплавах на основе

системы Fe-Cr-Co с содержанием кобальта от 8 масс. %, дополнительно легированных молибденом от 1 до 3 масс. % и кремнием 0,5 масс. % продолжается при температуре 460 °С, при чем с уменьшением содержания молибдена в сплаве температура падает до 420 °С.

Глава 4 Влияние легирующих компонентов на магнитные свойства низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов

Для исследования влияния легирующих компонентов Co, Cr и Mo на магнитные свойства B_r , H_c , $(BH)_{max}$ низкокобальтовых магнитотвёрдых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co использовали метод планирования эксперимента [13].

В качестве факторов, влияющих на магнитные свойства, было выбрано содержание элементов в сплаве (масс. %): хрома (фактор A), кобальта (фактор B) и молибдена (фактор C).

В таблице 57 приведены уровни варьирования факторов оптимизации.

Таблица 57 – Факторы оптимизации и уровни их варьирования

Факторы	Обозначение	Ед. изм.	Уровни варьирования				
			$\alpha = -1,68$	-1	0	+1	$\alpha = +1,68$
Cr	A	масс. %	25	26	28	30	31
Co	B	масс. %	7	8	10	12	13
Mo	C	масс. %	0,5	1	2	3	4

Общее количество сплавов, необходимых для исследования, рассчитано по формуле (32):

$$N = N_0 + 2 \cdot k + n_0, \quad (32)$$

где N_0 – число опытов полного факторного эксперимента 2^k ,

k – число факторов;

n_0 – количество опытов в центре плана.

Всего необходимо исследовать 15 сплавов. В качестве нулевого выбран сплав 28X10K2MC. Шаг варьирования содержания хрома и кобальта равен 2 масс. %, а молибдена – 1 масс. %.

Матрица планирования эксперимента для трехфакторной задачи показана в таблице 58. Был выбран рототабельный центральный композиционный план 2^3 плюс «звездные точки».

Таблица 58 – Матрица планирования трехфакторного эксперимента

Номер опыта	Факторы в безразмерной системе координат			Факторы в натуральном масштабе		
	A	B	C	Cr	Co	Mo
1	1,68	0	0	31	10	2,0
2	1	1	1	30	12	3,0
3	1	1	-1	30	12	1,0
4	1	-1	1	30	8	3,0
5	1	-1	-1	30	8	1,0
6	0	1,68	0	28	13	2,0
7	0	0	1,68	28	10	4,0
8	0	0	0	28	10	2,0
9	0	0	-1,68	28	10	0,5
10	0	-1,68	0	28	7	2,0
11	-1	1	1	26	12	3,0
12	-1	1	-1	26	12	1,0
13	-1	-1	1	26	8	3,0
14	-1	-1	-1	26	8	1,0
15	-1,68	0	0	25	10	2,0

В таблице 59 приведены экспериментальные значения максимальных магнитных свойств.

Таблица 59 – Максимальные значения магнитных свойств сплавов

Номер сплава	Марка	Содержание элементов, масс. %					Магнитные свойства		
		Fe	Cr	Co	Mo	Si	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	31X10K2MC	ост.	31	10	2,0	0,5	1,11	35,3	17,9
2	30X12K3MC	ост.	30	12	3,0	0,5	1,19	41,9	24,4
3	30X12KMC	ост.	30	12	1,0	0,5	1,18	41,9	25,9
4	30X8K3MC	ост.	30	8	3,0	0,5	1,10	30,1	14,9
5	30X8KMC	ост.	30	8	1,0	0,5	1,22	29,2	20,0
6	28X13K2MC	ост.	28	13	2,0	0,5	1,22	39,7	24,9
7	28X10K4MC	ост.	28	10	4,0	0,5	1,16	44,5	22,8
8	28X10K2MC	ост.	28	10	2,0	0,5	1,23	35,5	24,7
9	28X10KMC	ост.	28	10	0,5	0,5	1,30	33,1	25,3
10	28X7K2MC	ост.	28	7	2,0	0,5	1,05	15,1	6,4
11	26X12K3MC	ост.	26	12	3,0	0,5	1,25	45,0	29,9
12	26X12KMC	ост.	26	12	1,0	0,5	1,34	42,5	35,7
13	26X8K3MC	ост.	26	8	3,0	0,5	1,22	12,9	6,0
14	26X8KMC	ост.	26	8	1,0	0,5	1,20	28,0	18,1
15	25X10K2MC	ост.	25	10	2,0	0,5	1,35	30,8	20,1

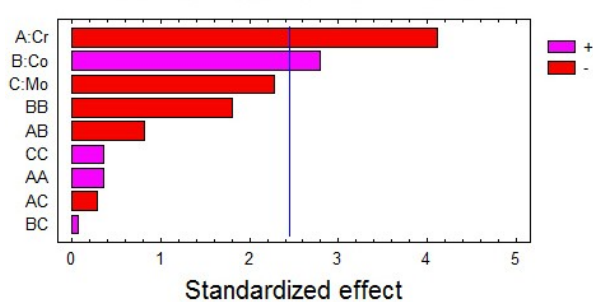
Из полученных экспериментальных данных видно, что максимальное значение остаточной индукции B_r сплаве 25X10K2MC составляет 1,35 Тл; максимальное значение коэрцитивной силы $H_c = 45$ кА/м получено на сплаве 26X12K3MC; максимальное значение максимального энергетического произведения $(BH)_{max} = 35,7$ кДж/м³ – на сплаве 26X12KMC.

В таблице 60 приведены рассчитанные значения коэффициентов уравнений регрессии, описывающих B_r , H_c и $(BH)_{max}$.

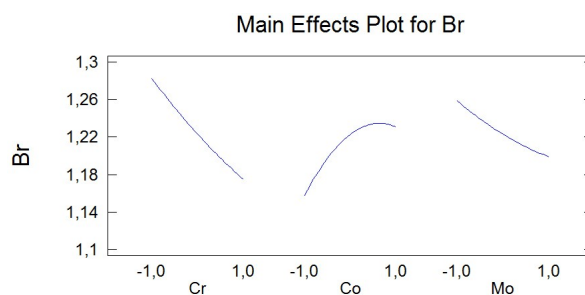
Таблица 60 – Коэффициенты уравнений регрессии

	B_r	H_c	$(BH)_{max}$
x_0	1,22	35,3	22,8
A	-0,05	1,6	-0,6
B	0,04	8,2	6,4
C	-0,03	0,5	-2,1
A^2	0,006	-0,6	-0,9
AB	-0,01	-2,8	-3,3
AC	-0,005	1,7	1,4
B^2	-0,03	-2,6	-2,0
BC	0,001	2,1	1,2
C^2	0,006	1,5	0,9

На рисунке 72 приведены стандартизованные диаграммы Парето и графики влияния главных факторов (для A, B и C). Значимость коэффициентов уравнений регрессии, в том числе их положительный или отрицательный эффект, определены по диаграммам Парето. Эффекты оценок отсортированы по убыванию. Граница их статистической значимости показана вертикальной линией.



а



б

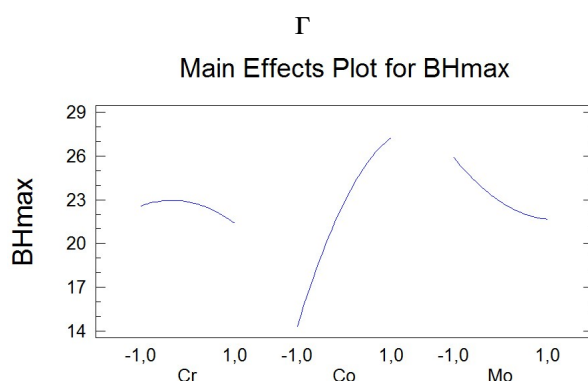
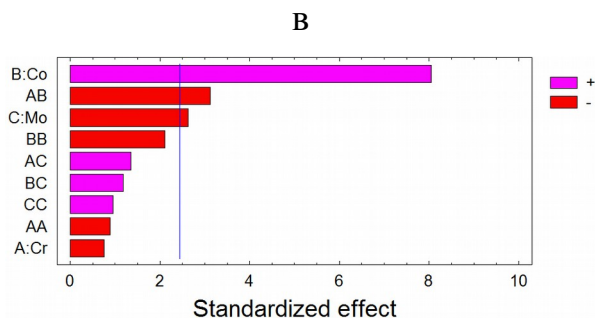
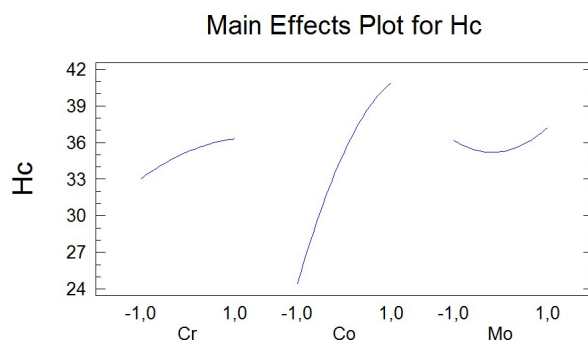
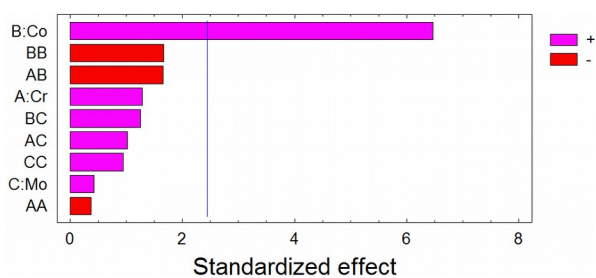


Рисунок 72 – Диаграммы Парето и графики влияния главных факторов для остаточной индукции V_r (а, б), коэрцитивной силы H_c (в, г) и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ (д, е)

Для уравнения регрессии V_r статистически значим линейный коэффициент фактора А (уровень значимости P меньше $\alpha=0,05$ и равен $0,0063$) и фактора В ($P = 0,0315$), т. е. линейный член содержания хрома и кобальта в сплаве; для уравнения регрессии H_c значим линейный коэффициент фактора В ($P = 0,0006$) – содержания кобальта; для уравнения регрессии $(BH)_{max}$ значимы линейный коэффициент фактора В ($P = 0,0002$), линейный коэффициент фактора С ($P = 0,00392$), а также сочетание факторов А и В ($P = 0,0206$), т. е. содержания хрома и кобальта. Зависимость V_r и H_c от выбранных факторов варьирования носит линейный характер, а для $(BH)_{max}$ – нелинейный.

Уравнения регрессии в кодированных переменных (А, В и С), включающие только значимые коэффициенты, имеют вид:

$$Br = 1,22 - 0,05 \times A + 0,04 \times B \quad (33)$$

$$Hc = 35,3 + 8,2 \times B \quad (34)$$

$$(BH)_{max} = 22,8 + 6,4 \times B - 2,1 \times C - 3,3 \times A \times B \quad (35)$$

С увеличением содержания кобальта в сплаве растет значение остаточной индукции B_r и коэрцитивной силы H_c . Содержание хрома отрицательно влияет на значение остаточной индукции B_r , с его увеличением значение остаточной индукции падает, а значение максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ растёт. Содержание молибдена в Fe-Cr-Co сплаве влияет только на значение максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$, с его увеличением значение $(BH)_{max}$ падает.

Преобразовав уравнения, окончательно получаем их вид в виде натуральных переменных:

$$Br = 0,02 \times C_{Co} - 0,025 \times C_{Cr} + 1,72 \quad , \quad (36)$$

$$Hc = 4,1 \times C_{Co} - 6 \quad , \quad (37)$$

$$(BH)_{max} = 8,25 \times C_{Cr} + 26,3 \times C_{Co} - 2,1 \times C_{Mo} - 0,825 \times C_{Cr} \times C_{Co} - 236 \quad , \quad (38)$$

где C_{Co} , C_{Cr} , C_{Mo} – содержание в масс. % кобальта, хрома и молибдена, соответственно.

Результаты экспериментальных значений и значений, рассчитанных по уравнениям регрессии, приведены в таблице 61.

Таблица 61 – Экспериментальные и рассчитанные значения магнитных свойств Fe-Cr-Co сплавов

Номер сплава	Марка	Эксперимент			Расчет по уравнениям		
		B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³	B_r , Тл	H_c , кА/м	$(BH)_{max}$, кДж/м ³
1	31X10K2MC	1,11	35,3	17,9	1,14	35,0	22,8
2	30X12K3MC	1,19	41,9	24,4	1,21	43,2	23,8
3	30X12KMC	1,18	41,9	25,9	1,21	43,2	28,0
4	30X8K3MC	1,10	30,1	14,9	1,13	26,8	17,6
5	30X8KMC	1,22	29,2	20,0	1,13	26,8	21,8
6	28X13K2MC	1,22	39,7	24,9	1,29	48,8	33,6
7	28X10K4MC	1,16	44,5	22,8	1,22	35,0	19,3
8	28X10K2MC	1,23	35,5	24,7	1,22	35,0	22,8
9	28X10KMC	1,30	33,1	25,3	1,22	35,0	26,3
10	28X7K2MC	1,05	15,1	6,4	1,15	21,2	12,0
11	26X12K3MC	1,25	45,0	29,9	1,31	43,2	30,4
12	26X12KMC	1,34	42,5	35,7	1,31	43,2	34,6
13	26X8K3MC	1,22	12,9	6,0	1,23	26,8	11,0
14	26X8KMC	1,20	28,0	18,1	1,23	26,8	15,2
15	25X10K2MC	1,35	30,8	20,1	1,30	35,0	22,8

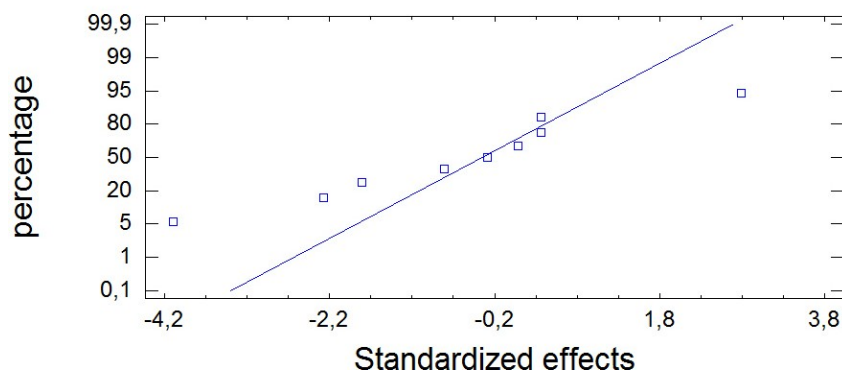
По данным полученных уравнений регрессии (36-38) на магнитотвёрдых сплавах на основе системы Fe-Cr-Co с пониженным содержанием кобальта 7-13 масс. % можно получать магнитные свойства в пределах: остаточная индукция $B_r = (1,13 \div 1,31)$ Тл, коэрцитивная сила $H_c = (21,2 \div 48,8)$ кА/м и максимальное энергетическое произведение $(BH)_{max} = (11,0 \div 34,6)$ кДж/м³.

Полученные уравнения регрессии (36-38) адекватно описывают экспериментальные данные в области варьирования выбранных химических составов с точностью, соизмеримой с точностью измерения.

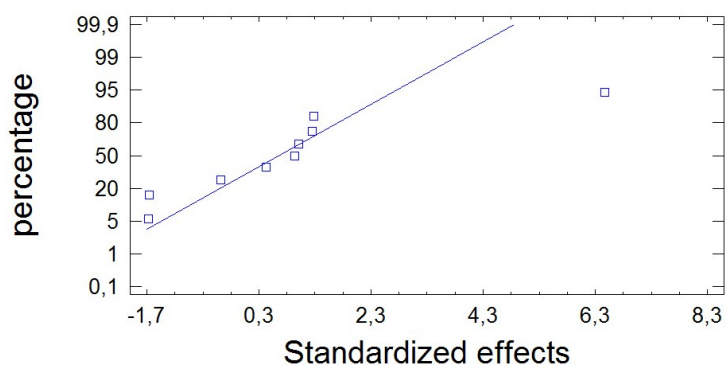
Значение коэффициентов детерминации (R^2) для уравнений B_r , H_c и

$(BH)_{\max}$ составляют 85,6 %, 90,2 % и 94,0 %, соответственно. Математические модели работоспособны (R^2 больше 70 %), т. е. их можно использовать для прогнозирования результатов эксперимента.

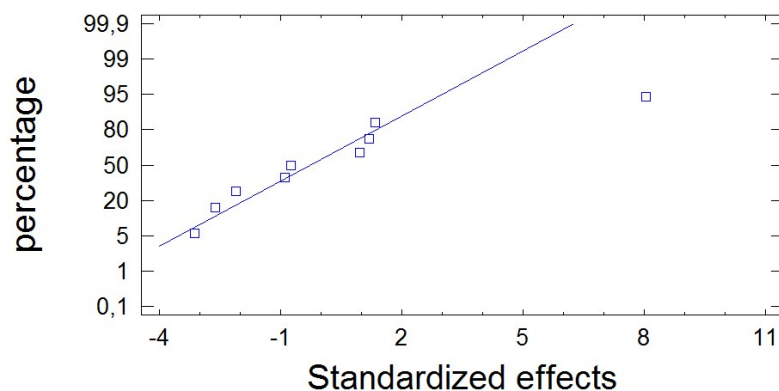
На рисунке 73 показаны графики нормальной вероятности распределения для магнитных свойств сплавов.



а



б



в

Рисунок 73 – Нормальная вероятность распределения магнитных свойств B_r (а), H_c (б), $(BH)_{\max}$ (в)

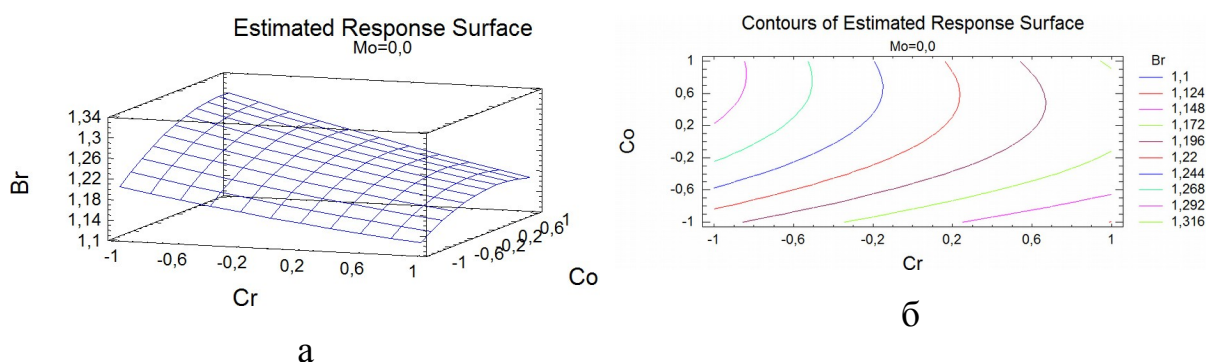
Чем дальше и чем правее от линии расположения точек с нормальной вероятностью распределения для исследуемых условий располагается значение фактора, тем сильнее действие фактора на значение B_r , H_c , $(BH)_{max}$.

На рисунке 74 приведены изображения поверхностей отклика: остаточной индукции B_r , коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$, а также поперечные сечения этих поверхностей в фазовых пространствах (фактор $C = 0$).

Сечения поверхностей отклика позволяют визуально оценить уровень магнитных свойств Fe-Cr-Co сплавов в зависимости от их состава.

Полученные данные важны для разработки технологии изготовления магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с пониженным содержанием кобальта.

Статистическая обработка данных таблицы 59 показала, что на Fe-Cr-Co сплавах с содержанием кобальта 12-13 масс. % и хрома 24,6 – 29,3 масс. % можно стабильно получить следующие максимальные свойства: $B_r = 1,41$ Тл, $H_c = 52,4$ кА/м, $(BH)_{max} = 42,3$ кДж/м³. При этом с увеличением содержания Мо в сплаве (до 3 масс. %) значение коэрцитивной силы H_c растёт.



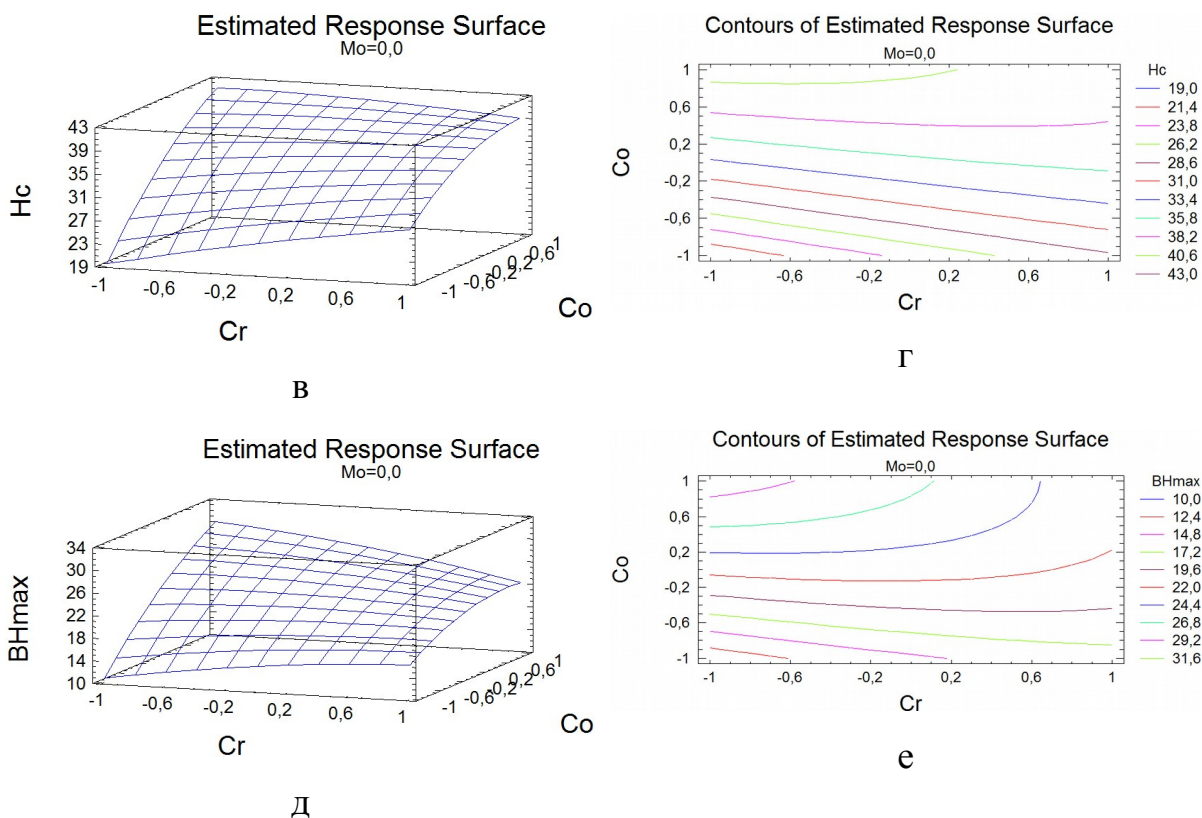


Рисунок 74 – Поверхности отклика и их сечения (фактор $C = 0$) остаточной индукция B_r (а, б), коэрцитивной силы H_c (в, г) и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ (д, е) сплавов Fe-(25-31)%Cr-(7-13)%Co-(0,5-4,0)%Mo-0,5%Si

4.1 Выводы по главе 4

Изучено влияние легирующих компонентов в формировании магнитные гистерезисные свойств низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с содержанием кобальта от 7 до 13 масс. %, дополнительно легированных молибденом от 0,5 до 4 масс. % и кремнием 0,5 масс. %. Получены аналитические зависимости для магнитных свойств (B_r , H_c и $(BH)_{max}$) для сплавов с различным содержанием Cr, Co и Mo.

С увеличением содержания кобальта в Fe-Cr-Co сплаве значение остаточной индукции B_r и коэрцитивной силы H_c растёт. С увеличением содержания хрома в сплаве значение остаточной индукции B_r падает, а значение максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ растёт. Содержание молибдена влияет только на рост значения $(BH)_{max}$.

Основные выводы

1. Исследованы новые низкокобальтовые магнитотвёрдые сплавы на основе системы Fe-Cr-Co с содержанием хрома 25 – 31 масс. %, кобальта 7 – 13 масс. %, молибдена 0,5 – 4 масс. % и 0,5 масс. % кремния. Разработаны режимы термической и термомагнитной обработки для создания новых эффективных экономнолегированных материалов с высоким уровнем магнитных свойств.
2. Для магнитотвёрдых сплавов с 8 масс. % кобальта (26X8KMC и 26X8K3MC, 30X8KMC и 30X8K3MC) достигнуты оптимальные значения магнитных гистерезисных свойств: остаточная индукция B_r до 1,3 Тл, коэрцитивная сила H_c до 48,0 кА/м, максимальное энергетическое произведение $(BH)_{max} - 34,1$ кДж/м³, а для сплавов с 10 – 13 масс. % кобальта (28X10K4MC, 26X12KMC и 28X13K2MC): B_r до 1,34 Тл, H_c до 44,5 кА/м, $(BH)_{max} - 35,7$ кДж/м³, сравнимые с промышленными марками с большим содержанием кобальта.
3. Показано, что с увеличением содержания кобальта от 7 масс. % до 13 масс. % температура спинодального распада повышается с 630 °С до 670 °С в исследуемых сплавах.
4. Скорость образования немагнитной σ -фазы для сплава 33X12K2D максимальна при 750 °С. Присутствие σ -фазы в исследуемых экономнолегированных низкокобальтовых магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавах после отпуска в течение 30 минут при разных температурах не было установлено.
5. Методом регрессионного анализа построены поверхности отклика и получены аналитические зависимости магнитных гистерезисных свойств от температуры термомагнитной обработки (в интервале от 630 до 690 °С) и критической скорости охлаждения сплава (в интервале от 30 до 90 °С/ч) в магнитном поле для исследуемых низкокобальтовых экономнолегированных магнитотвёрдых Fe-Cr-Co

сплавов.

6. Получены аналитические зависимости остаточной индукции B_r , коэрцитивной силы H_c , максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ от содержания хрома 25 – 31 масс. %, кобальта 7 – 13 масс. % и молибдена 0,5 – 4 масс. % в магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавах. Увеличение кобальта на 1 масс. % приводит к росту магнитных свойств: H_c на 4,1 кА/м, B_r на 0,02 Тл, а $(BH)_{max}$ на 1,55 кДж/м³. Легирование сплавов молибденом от 1 до 3 масс. % снижает значение $(BH)_{max}$ сплава на 4,2 кДж/м³.
7. Установлено, что в сплавах 30X8KMС и 30X8K3MС, легированных молибденом от 1 до 3 масс. %, процесс формирования высококоэрцитивного состояния продолжается при температуре 460 °С и 420 °С, соответственно.
8. Показано, что после термомагнитной обработки низкотемпературный отпуск в интервале температур от 500 °С до 420 °С приводит в среднем к росту коэрцитивной силы до 1,3 раза, а максимального энергетического произведения до 1,5 раз в экономнолегированных магнитотвёрдых Fe-Cr-Co сплавов с 8 – 10 масс. % кобальта.

Список сокращений

ПМ – постоянные магниты;

МТМ – магнитотвёрдые материалы;

ТО – термическая обработка;

ВКС – высококоэрцитивное состояние;

ГД – гистерезисный электродвигатель;

КТР – коэффициента термического расширения;

ТМО – термомагнитная обработка.

Список литературы

1. Permanent Magnet Market by Type (Neodymium Iron Boron Magnet, Ferrite Magnet, Samarium Cobalt Magnet), End-Use Industry (Consumer Electronics, General Industrial, Automotive, Medical Technology, Environment & Energy) - Global Forecast to 2021. 2017.
2. Permanent Rare Earth Magnets Market - Drivers, Opportunities, Trends and Forecasts: 2015-2022. 2016. 130 p.
3. Чередниченко И.В. et al. Материалы для постоянных магнитов (обзор) // Новости материаловедения. Наука и техника. 2016. Vol. 4, № 22. P. 43–57.
4. Захаров В.М., Либман М.А., Эстрин Э.И. О роли атомного упорядочения в формировании высококоэрцитивного состояния в сплавах системы железо-кобальт-ванадий // Физика металлов и материаловедение. 2012. Vol. 113, № 1. P. 47–51.
5. Sherwood R.C. et al. Field heat treatment of chromindur alloys // IEEE Trans. Magn. 1979. Vol. MAG-15, № 6. P. 1774.
6. Казаджан Л.Б. Магнитные свойства электротехнических сталей и сплавов / ed. Дурнева В.Д. М.: ООО “Наука и технологии,” 2000. 224 p.
7. Вонсовский С.В. Физика магнитных материалов // Успехи физических наук. 1966. Vol. 90, № 3. P. 491–511.
8. Альтман А.Б., Герберг А.Н., Гладышев П.А. Постоянные магниты. 2–е изд., ed. / ed. Пятин Ю.М. Москва: Энергия, 1980. 488 p.
9. Сергеев В.В., Булыгина Т.И. Магнитотвердые материалы. Москва: Энергия, 1980. 224 p.
10. Чередниченко И.В. et al. Экономические аспекты производства постоянных магнитов (обзор) // Новости материаловедения. Наука и техника. 2016. Vol. 4, № 22. P. 58–76.
11. ГОСТ 24063-80. Ферриты магнитотвердые. Марки и основные параметры. Москва, 1980.
12. Полимагнит. Спеченные постоянные магниты. Ферриты [Electronic

- resource]. URL:
<http://amtc.ru/upload/properties/doc00491020150127124627.pdf>
(accessed: 03.09.2017).
13. ГОСТ 17809-72. Материалы магнитотвердые литые. Марки. Москва: ИПК Издательство стандартов, 2001. Р. 5.
 14. Полимагнит. Постоянные магниты Альнико [Electronic resource]. URL: <http://amtc.ru/upload/properties/doc00490920150127124549.pdf>
(accessed: 03.09.2017).
 15. ГОСТ 21559-76. Материалы магнитотвердые спеченные. Марки. Москва, 1976.
 16. Полимагнит. Спеченные постоянные магниты SmCo [Electronic resource]. URL:
<http://amtc.ru/upload/properties/doc00490820150127124523.pdf>
(accessed: 02.09.2017).
 17. ГОСТ Р 52956-2008. Материалы магнитотвердые спеченные на основе сплава неодим-железо-бор. Классификация. Основные параметры. Москва, 2008.
 18. Полимагнит. Спеченные постоянные магниты NdFeB [Electronic resource]. URL:
<http://amtc.ru/upload/properties/doc00490720150127124446.pdf>
(accessed: 02.09.2017).
 19. Бурханов Г.С., Миляев И.М., Юсупов В.С. Современное состояние и тенденции развития магнитотвёрдых материалов // Перспективные материалы. 2011. № 11. Р. 208–215.
 20. ГОСТ 24897-81. Материалы магнитотвердые деформируемые. Марки, технические требования и методы контроля. Москва, 1981.
 21. Arnokrome 3 [Electronic resource] // Rev. 2011. URL:
[http://www.arnoldmagnetics.com/Portals/1/CatalogLiterature/Material Specifications/ARNOKROME 3 Specification 110114.pdf?ver=2015-09-21-165356-447](http://www.arnoldmagnetics.com/Portals/1/CatalogLiterature/Material%20Specifications/ARNOKROME%203%20Specification%20110114.pdf?ver=2015-09-21-165356-447) (accessed: 14.07.2017).
 22. Arnokrome 3 Rod and Wire [Electronic resource] // Rev. 01-13-11. 2011. Р. 1. URL:

<http://www.arnoldmagnetics.com/Portals/1/CatalogLiterature/Material Specifications/ARNOKROME 3 Rod Specification.pdf?ver=2015-09-21-165356-510> (accessed: 14.07.2017).

23. Jin S. Article comprising a magnetic component consisting essentially of an alloy comprising Fe, Cr and Co: pat. EP 0024686 (A2) USA. US, 1981.
24. Kaneko H., Homma M., Nakamura K. New Ductile Permanent Magnet of Fe-Cr-Co System // AIP Conf. Proceedings. Magn. Magn. Mater. 1971. № 5. P. 1088–1092.
25. Chin G.Y., Plewes J.T., Wonsiewicz B.C. New ductile Cr-Co-Fe permanent magnet alloys for telephone receiver applications // J. Appl. Phys. 1978. Vol. 49, № 3. P. 2046–2048.
26. Chin G.Y. New Magnetic Alloys // Science. 1980. Vol. 208, № 4446. P. 888–894.
27. Green M.L. et al. Low cobalt CrCoFe and CrCoFe-X permanent magnet alloys // IEEE Trans. Magn. 1980. Vol. MAG-16, № 5. P. 1053–1055.
28. Миляев А.И. et al. Магнитные свойства деформируемого магнитотвердого FeCrCo сплава с 8 масс.% кобальта // Физика и химия обработки материалов. 2003. № 3. P. 86–88.
29. Chin T., Chang C., Wu T. The effect of carbon on magnetic properties of an Fe-Cr-Co permanent magnet alloy // IEEE Trans. Ind. Appl. 1982. Vol. MAG-18, № 2. P. 781–788.
30. Kaneko H. et al. Fe-Cr-Co permanent magnet alloys containing Nb and Al // IEEE Trans. Magn. 1975. Vol. MAG-11, № 5. P. 1440–1442.
31. Ahmad Z. et al. Influence of Ti content on magnetic and microstructural properties of Fe-28Cr-15Co-3.5Mo permanent magnets // J. Magn. Magn. Mater. 2003. Vol. 257. P. 397–402.
32. Ahmad Z. et al. Effect of Mo addition on magnetic properties of Fe-28Cr-15Co hard magnets // Phys. B Condens. Matter. 2002. Vol. 321, № 1–4. P. 96–103.
33. Chin T.-S. et al. Effect of alloying on magnetic properties of Fe-Cr-12 wt% Co permanent magnet alloys // J. Magn. Magn. Mater. 1984. Vol. 42. P. 207–216.

34. Kaneko H., Homma M., Minowa T. Effect of V and V+ Ti additions on the structure and properties of Fe-Cr-Co ductile magnet alloys // IEEE Trans. Magn. 1976. Vol. MAG-12, № 6. P. 977–979.
35. Либман М.А., Боруца В.С. О механизмах формирования магнитных свойств в Fe-Cr-Co-сплавах для роторов гистерезисных электродвигателей // ФММ. 1992. Vol. 10. P. 78–82.
36. Миляев И.М., Миляев А.И., Юсупов В.С. О механизме формирования высококоэрцитивного состояния в наноструктурированных магнитотвердых сплавах системы Fe-Cr-Co и Fe-Ni-Al-Co-Cu // Металлы. 2009. № 3. P. 83–86.
37. Run W., Jufang C., Shouzeng Z. Spinodal decomposition and magnetic hardening of Fe-23Cr-15Co-2Mo-0.5Ti permanent magnets // J. Appl. Phys. 1984. Vol. 55, № 6. P. 2109–2111.
38. Tahara R. et al. Mössbauer study of spinodal decomposition in Fe-Cr-Co alloy // Phys. Stat. Sol. 1977. Vol. 41. P. 451–458.
39. Alleg S., Bouzabata B., Greneche J.M. Kinetics study of the spinodal decomposition in the Fe-30.8 Cr-12.2 Co alloy by Mössbauer spectrometry // J. Alloys Compd. 1999. Vol. 282. P. 206–212.
40. Chin T.-S., Wu T.-S., Chang C.Y. Spinodal decomposition and magnetic properties of Fe-Cr-12Co permanent magnet alloys // J. Appl. Phys. 1983. Vol. 54, № 8. P. 4502–4511.
41. Zhu F., Haasen P., Wagner R. An atom probe study of the decomposition of FeCrCo permanent magnet alloys // Acta Metall. 1986. Vol. 34, № 3. P. 457–463.
42. Mukhamedov B.O., Ponomareva A.V., Abrikosov I.A. Spinodal decomposition in ternary Fe-Cr-Co system // J. Alloys Compd. 2017. Vol. 695. P. 250–256.
43. Brenner S.S. et al. Phase separation and coarsening in Fe-Cr-Co alloys // Acta Metall. 1984. Vol. 32, № 8. P. 1217–1227.
44. Okada M. et al. Microstructure and magnetic properties of Fe-Cr-Co alloys // IEEE Trans. Magn. 1978. Vol. 14, № 4. P. 245–252.
45. Vodopivec F., Breskvar B. Influence of spinodal decomposition on

- magnetic properties of Fe₂₈Cr₁₆Co // J. Magn. Magn. Mater. 1996. Vol. 152, № 1–2. P. 213–218.
46. Sun X.Y. et al. Microstructure and magnetic properties of Fe–25Cr–12Co–1Si alloy thermo-magnetically treated in intense magnetic field // J. Magn. Magn. Mater. 2004. Vol. 283, № 2–3. P. 231–237.
 47. Jin S., Mahajan S., Brasen D. Mechanical properties of Fe-Cr-Co ductile permanent magnet alloys // Metall. Mater. Trans. A. 1980. Vol. 11A, № January. P. 69–76.
 48. Борута В.С., Винтайкин Б.Е. Способ определения температурной и временной стабильности магнитных систем с постоянными магнитами // Наука и образование. 2011. № 11. P. 1–11.
 49. Перминов А.С. et al. Методика определения параметров температурной стабильности магнитных свойств сплавов Fe-Cr-Co // Перспективные материалы. 2011. P. 290–294.
 50. Mccaig M. Stability of chromium-iron-cobalt permanent magnet alloys // IEEE Trans. Magn. 1975. Vol. MAG-11, № 5. P. 1443–1445.
 51. Либман М.А. Магнитно-твердые сплавы на основе системы железо-хром-кобальт (обзор) // Материаловедение. 2010. № 9. P. 58–64.
 52. Green M.L., Sherwood R.C., Wong C.C. Powder metallurgy processing of CrCoFe permanent magnet alloys containing 5–25 wt. % Co // J. Appl. Phys. 1982. Vol. 53, № 3. P. 2398–2400.
 53. Ряпосов И.В., Шацов А.А. Особенности легирования, структура и свойства порошкового магнитотвердого сплава с повышенными эксплуатационными характеристиками // Перспективные материалы. 2009. № 1. P. 57–61.
 54. Алымов М.И. et al. Механоактивация порошковой шихты магнитотвердого Fe-Cr-Co-сплава // Металлы. 2014. № 4. P. 61–67.
 55. Bentayeb F.Z. et al. Study of alloying mechanisms of ball milled Fe–Cr and Fe–Cr–Co powders // J. Magn. Magn. Mater. 2005. Vol. 288. P. 282–296.
 56. Shatsov A.A. Powder materials of the Fe-Cr-Co system // Met. Sci. Heat Treat. 2004. Vol. 46, № 3–4. P. 152–155.

57. Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling // Prog. Mater. Sci. 2001. Vol. 46, № 1–2. P. 1–184.
58. Khaneghahi S.F., Sharafi S. Magnetic and structural properties of nanostructured $(\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35})_{100-x}\text{Cr}_x$ ($x=0, 10$) powders prepared by mechanical alloying process // Adv. Powder Technol. The Society of Powder Technology Japan, 2013. Vol. 25, № 1. P. 211–218.
59. Белозеров Е.В. et al. Высокопрочные магнитотвердые сплавы на основе Fe-Cr-Co с пониженным содержанием хрома и кобальта // Физика металлов и металловедение. 2012. Vol. 113, № 4. P. 339–346.
60. Устюхин А.С., Алымов М.И., Миляев И.М. Магнитные гистерезисные свойства Fe-26Cr-16Co порошковых магнитотвердых сплавов // Письма о материалах. 2014. Vol. 4, № 1. P. 59–61.
61. Алымов М.И. et al. Влияние легирования и режима спекания на магнитные гистерезисные свойства Fe-Cr-Co порошкового сплава // Физика и химия обработки материалов. 2011. № 3. P. 34–37.
62. Лилеев А.С., Малютина Е.С., Столяров В.Л. Трехкомпонентные диаграммы фазового равновесия. Часть 1. Москва: Издательский Дом МИСиС, 2010. 22 p.
63. Ghosh G. Iron Systems, Part 2 / ed. Effenberg G., Ilyenko S. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008. Vol. 11D2.
64. Raghavan V. Co-Cr-Fe (cobalt-chromium-iron) // J. Phase Equilibria. 1994. Vol. 15, № 5. P. 524–525.
65. Лякишев Н.П., Банных О.А., Рохлин Л.Л. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник в трех томах. Москва: Машиностроение, 1997. № т. 2. 1024 p.
66. Банных О.А., Дриц М.Е. Диаграммы состояния двойных и многокомпонентных систем на основе железа: справочник. Metallurgia, 1986.
67. Kaneko H. et al. Phase diagram of Fe-Cr-Co permanent magnet system // IEEE Trans. Magn. 1977. Vol. MAG-13, № 5. P. 1325–1327.
68. Винтайкин Б.Е. et al. Малоугловое рассеяние нейтронов в распадающихся сплавах Fe-Cr-Co // Физика металлов и

- металловедение. 1996. Vol. 82, № 3. P. 142–149.
69. Cahn J.W. Magnetic Aging of Spinodal Alloys // J. Appl. Phys. American Institute of Physics, 1963. Vol. 34, № 12. P. 3581–3586.
70. Belli Y. et al. Microstructure and magnetic properties of Fe-Cr-Co-V alloys // J. Appl. Phys. 1978. Vol. 49, № 3. P. 2049–2051.
71. Jin S., Chin G.Y. Fe-Cr-Co magnets (invited) // IEEE Trans. Magn. 1987. Vol. MAG-23, № 5. P. 3187–3192.
72. Szymura S., Sojka L. Gamma phase in Fe-28Cr-24Co-1Si Materials (wt. %) hard magnetic materials // Phys. Scr. 1989. Vol. 39. P. 401–402.
73. Cieslak J., Tobola J., Reissner M. Magnetic properties of sigma-phase FeCrX (X=Co, Ni) alloys: Experimental and theoretical study // Acta Mater. Elsevier Ltd, 2017. Vol. 123. P. 35–43.
74. Устиновщиков Ю.И. et al. Расслоение и упорядочение сплава Fe₅₀Cr₅₀: термодинамика, морфология, электронная структура // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2004. № 2. P. 82–88.
75. Устиновщиков Ю.И., Пушкарев Б.Е. Упорядочение, расслоение и фазовые превращения в сплавах Fe-M // Успехи физических наук. 2006. Vol. 176, № 6. P. 611–621.
76. Sugimoto S. et al. Improvements of the magnetic properties of equiaxed Fe-Cr-Co-Mo hard magnets by two-step thermomagnetic treatment // IEEE Trans. Magn. 1987. Vol. MAG-23, № 5. P. 3193–3195.
77. Ковнеристый Ю.К. et al. Влияние холодной пластической деформации на магнитные свойства магнитотвердых сплавов системы Fe-Cr-Co // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). 2007. № 12. P. 245–254.
78. Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое материаловедение прецизионных сплавов. Москва: Металлургия, 1989.
79. Danoix F., Auger P. Atom Probe Studies of the Fe-Cr System and Stainless Steels Aged at Intermediate Temperature // Mater. Charact. 2000. Vol. 44, № 1–2. P. 177–201.

80. Чередниченко И.В. et al. Влияние содержания молибдена и термомагнитной обработки на структуру и магнитные свойства магнитотвердых Fe-Cr-Co сплавов // Физика и химия обработки материалов. 2011. № 3. P. 78–86.
81. Беляков Н.А., Винтайкин Б.Е. Исследование влияния энергии упругих деформаций когерентно сопряженных фаз на фазовое равновесие в сплавах системы Fe-Cr-Co методами термодинамического моделирования // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. “Естественные науки.” 2012. P. 65–74.
82. Zhukova E.K. et al. Effect of Tungsten Additive on Structural Transformations in Alloys of the Fe – Cr – Co – Ti System // Met. Sci. Heat Treat. 2015. Vol. 57, № 3–4. P. 138–142.
83. Арабей А.Е. Влияние легирующих элементов на структуру и анизотропию магнитных свойств сплавов Fe-Cr-Co. МИСиС, 1983. 178 p.
84. Малинина Р.И., Ушакова О.А. Анизотропные нанокристаллические сплавы системы Fe-Cr-Co-Mo для постоянных магнитов // Перспективные материалы. 2011. P. 247–251.
85. Миляев И.М. Развитие физико-химических основ разработки новых деформируемых магнитотвёрдых сплавов системы железо - хром - кобальт и технология их промышленного производства. ИМЕТ РАН, 2008. 228 p.
86. Uemori R., Mukai T., Tanino M. AP-FIM Analysis of Partitioning of Alloying Elements between Spinodally-decomposed Phases in Fe-Cr-Co-Si Alloys // Tetsu-to-Hagane. 1991. Vol. 77, № 11. P. 2060–2067.
87. Павлов И.М. et al. Механические свойства сплавов системы Fe-Cr-Co в литом и деформируемом состоянии // Сборник «Пластическая обработка металлов и сплавов» АН СССР Институт металлургии им. А.А.Байкова. Москва: Изд-во “Наука,” 1979. P. 208–213.
88. Артамонов Е.В., Либман М.А., Рудановский Н.Н. Современные магнитно-твёрдые материалы для роторов синхронных гистерезисных электродвигателей // Сталь. 2007. Vol. 6. P. 65–68.
89. Гарганеев А.Г., Падалко Д.А., Черватюк А.В. Перспективы развития

- мехатронных систем с синхронно-гистерезисными электрическими машинами // Доклады ТУСУРа. 2014. Vol. 2, № 32. P. 308–314.
90. Долгов Н.А. et al. Ускорительная газонаполненная нейтронная трубка: pat. RU1590019С USA. 1988.
 91. Молотилов Б.В. Прецизионные сплавы: справочник. Металлургия, 1974. 446 p.
 92. Дормидонтов А.Г., Лукин А.А., Сергеев К.Л. Постоянные магниты для приборостроения // Металловедение и термическая обработка металлов. 2014. Vol. 11. P. 4–9.
 93. ГОСТ 10994-74 Сплавы прецизионные. Москва, 1974. P. 27.
 94. Glazkov V.P. et al. Superpositional many-detector systems and neutron diffraction of microsamples // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. North-Holland, 1988. Vol. 264, № 2–3. P. 367–374.
 95. ГОСТ 2999-75. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу. 1975.
 96. ГОСТ 25.503-97. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытания на сжатие. Минск, 1997.
 97. Налимов В.В., Чернова Н.А. Статистические методы планирования экстремальных экспериментов. 1965. 340 p.
 98. Сорокин В.К., Колосова Т.М. Факторное планирование экспериментов: основы теории и задачи. Нижний Новгород: НГТУ, 2008. 24 p.
 99. Вуколов Э.А. Основы статистического анализа. Практикум по статистическим методам и исследованию операций с использованием пакетов STATISTICA и EXCEL: учебное пособие. 2–е изд., ed. Москва: ФОРУМ, 2008. 464 p.
 100. Мельниченко А.С. Анализ данных в материаловедении. Часть 1: учеб. пособие. Москва: Издательский Дом МИСиС, 2013. 72 p.
 101. Мельниченко А.С. Анализ данных в материаловедении. Часть 2.

- Регрессионный анализ: учеб. пособие. Москва: Издательский Дом МИСиС, 2014. 87 p.
102. DOE Wizard – Response Surface Designs [Electronic resource] // STATGRAPHICS – Rev. 2009. P. 1–24. URL: <http://www.statgraphics.com/design-of-experiments> (accessed: 28.06.2017).
103. Винтайкин Б.Е. et al. Физическое моделирование получения наноструктур в сплавах с высокой демпфирующей способностью на основе системы Fe – Cr // Инженерный журнал наука и инновации. 2015. Vol. 40, № 4. P. 1–12.
104. Бэкон Д. Дифракция нейтронов. М.: Издательство иностранной литературы, 1957. 256 p.
105. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002). Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний. 2011.

Приложение А Описание изобретения к патенту

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) **RU** (11) **2 557 852** (13) **C1**

(51) МПК
C21D 1/04 (2006.01)
C22F 1/00 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014102868/02, 29.01.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.01.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.01.2014

(45) Опубликовано: 27.07.2015 Бюл. № 21

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2305710 C1, 10.09.2007. RU 2238996 C1, 25.03.2003. US 4253883 A, 03.03.1981. US 4246049 A, 20.01.1981. ЧЕРЕДНИЧЕНКО И.В., Формирование высококоэрцитивного состояния и магнитные свойства сплавов Fe-Cr-Co-Mo, Автореферат, Москва, 2010

Адрес для переписки:

119991, Москва, Ленинский пр-кт, 49, ИМЕТ
РАН

(72) Автор(ы):

Алымов Михаил Иванович (RU),
Миляев Игорь Матвеевич (RU),
Анкудинов Алексей Борисович (RU),
Вомпе Татьяна Алексеевна (RU),
Зеленский Виктор Александрович (RU),
Юсупов Владимир Сабитович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) (RU)

(54) СПОСОБ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ МАГНИТОТВЕРДЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ ЖЕЛЕЗО-ХРОМ-КОБАЛЬТ С СОДЕРЖАНИЕМ КОБАЛЬТА 8 ВЕС.%

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии, в частности к термической обработке магнитотвердых сплавов системы железо-хром-кобальт, используемых при производстве постоянных магнитов. Способ термической обработки магнитотвердых сплавов системы железо-хром-кобальт с содержанием кобальта 8 вес. % включает гомогенизацию,

закалку, термомагнитную обработку с последующим многоступенчатым отпуском, при этом отпуск на последней ступени проводят при температуре 420°C. Повышаются значения магнитных гистерезисных свойств, в том числе коэрцитивной силы H_{CB} и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ табл.

RU 2 557 852 C 1

RU 2 557 852 C 1