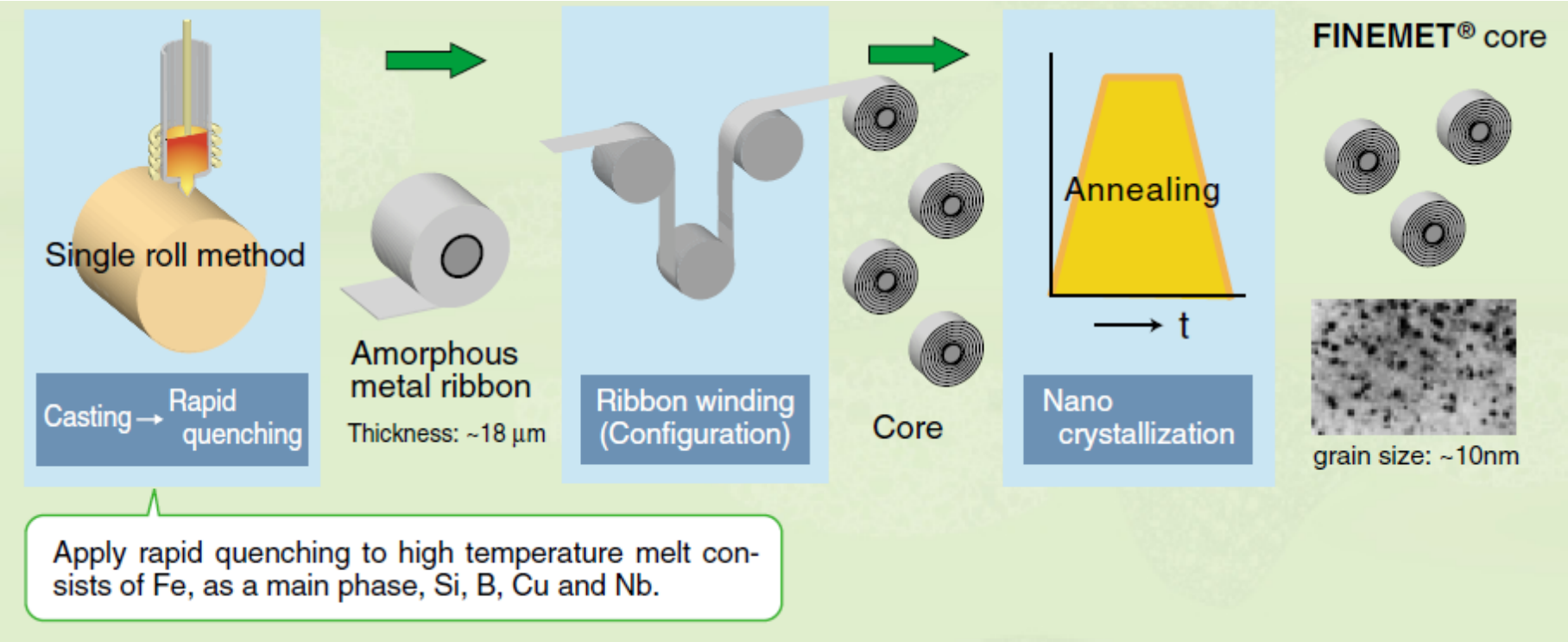
Особенности кристаллизации в сплаве 5БДСР при импульсном отжиге излучением мощного электрического разряда

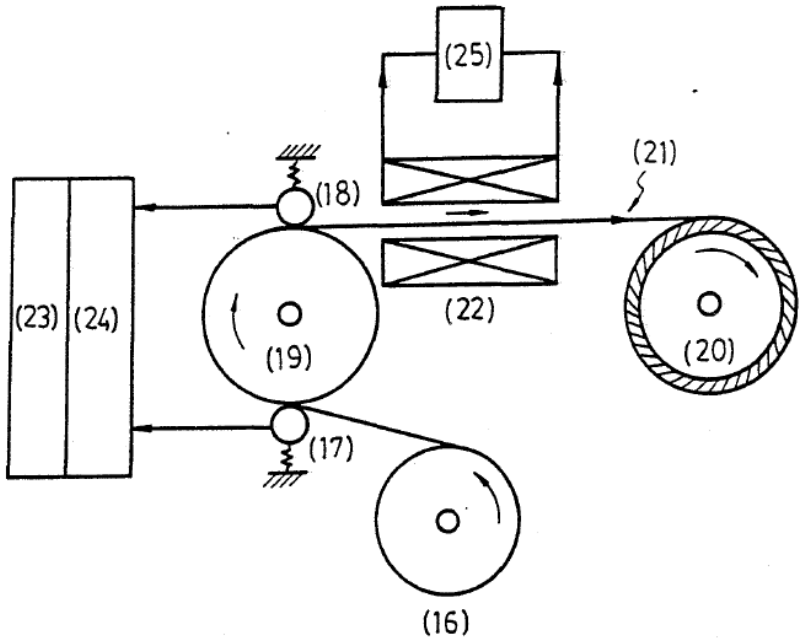
Назипов Р.А., Игнатьев А.А., Зюзин Н.А., Пятаев А.В.
Казанский государственный университет
Физический факультет
Кафедра физики твердого тела
420008, Кремлевкая 18

Изготовление магнитопровода из нанокристаллического сплава

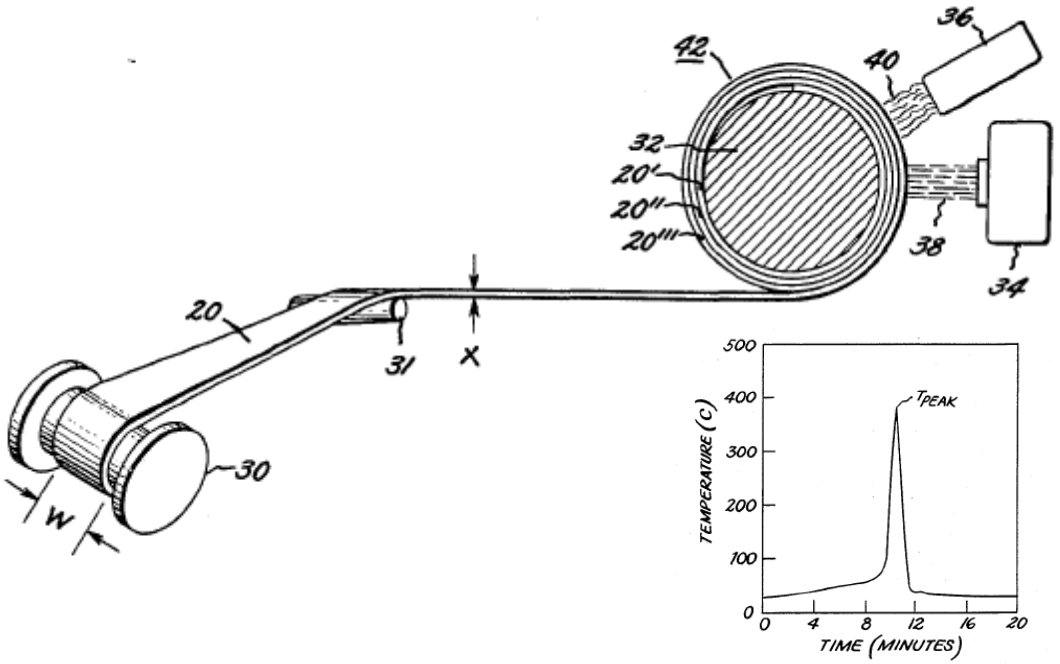


Nanocrystalline soft magnetic materials FINEMET®. Materials Magic. Hitachi Metals. Brochure No. HL-FM10-C. April 2005.

Методы динамического отжига

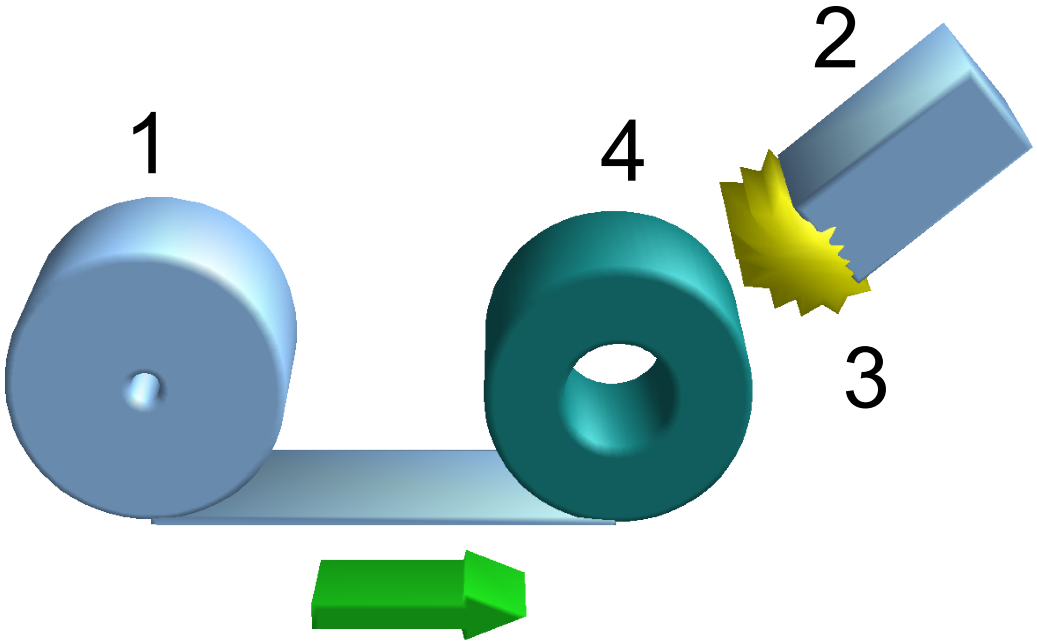


US Patent No.5,069,428. Method and apparatus of continuous dynamic Joule heating to improve magnetic properties and to avoid annealing embrittlement of ferro-magnetic amorphous alloys. 1991.



US Patent No.4,512,824. Dynamic annealing method for optimizing the magnetic properties of amorphous metals. 1985.

Динамический импульсный отжиг



1. Аморфная лента.
2. Устройство генерирующее излучение.
3. Источник излучения.
4. Изделие.

Излучатели:

- Электроразряд большой мощности (сильноточная искра).
- Импульсная лампа (ИФП, ИФК и т.д.).

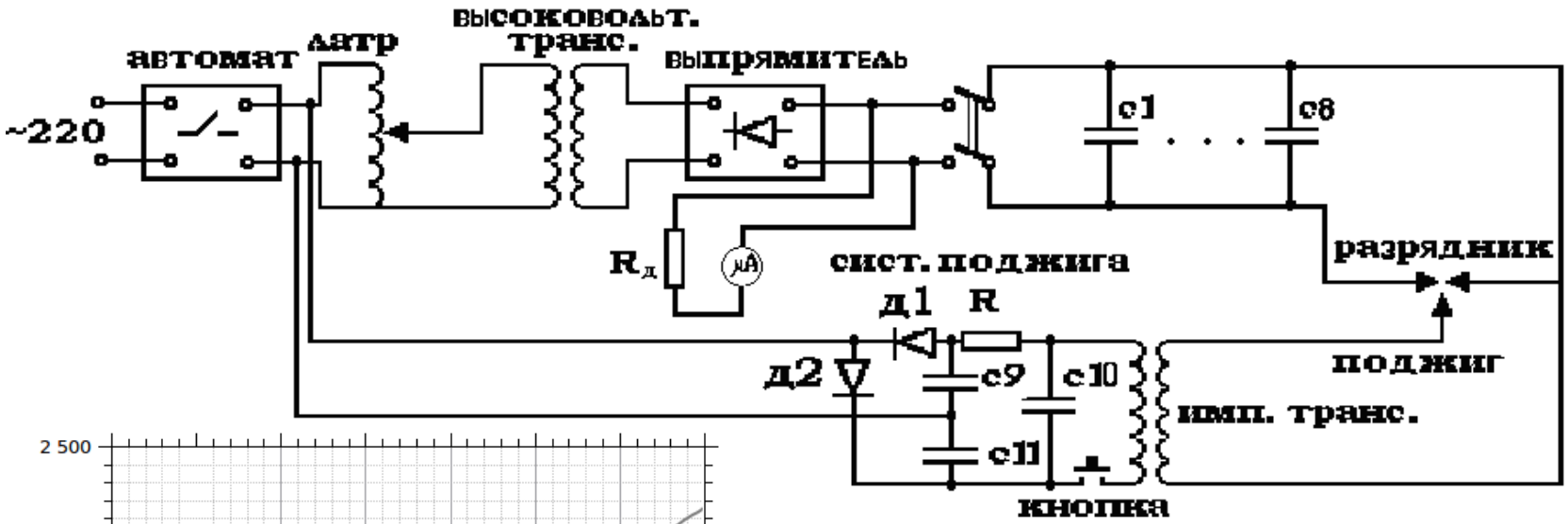
Назипов Р.А., Митин А.В., Зюзин Н.А., Сидорук В.А., Новиков Г.А. Воздействие ультрафиолетового облучения и плазмы электрического разряда на свойства аморфного сплава $Fe_{78}Si_{18}B_{1,5}P_{2,5}$. Сборник трудов ISVTE-4, ISTFE-12, ISPM-7, Харьков, 2001, с.443-446.

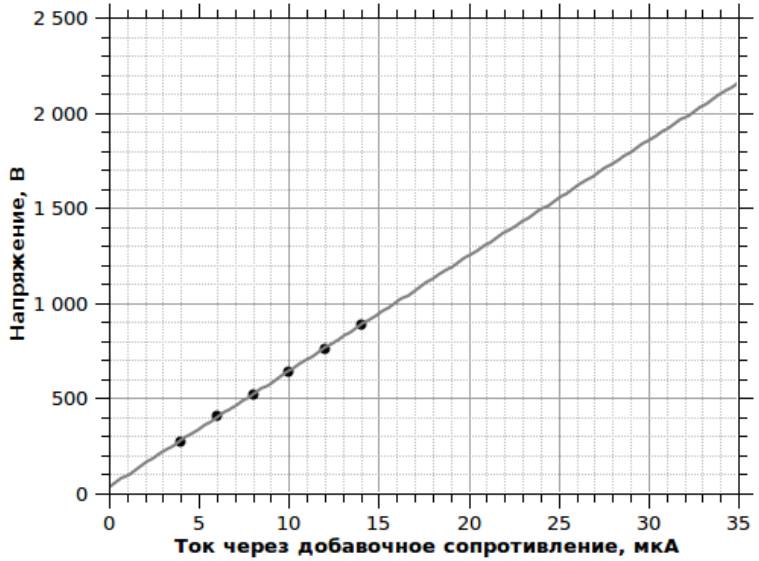
- Импульсный плазмотрон.

Ю.Н. Тюрин, О.В. Колисниченко, И.М. Дуда. УПРОЧНЕНИЕ ПРОКАТНЫХ ШАЙБ И РОЛИКОВ ПРИВАЛКОВОЙ АРМАТУРЫ ПРОВОЛОЧНОГО СТАНА 150. Ин-т электросварки им. Е.О.Патона НАНУ, Украина. Препринт.

Ю.Н. Тюрин, М.Л. Жадкевич, Н.Г. Цыганков, О.В. Колисниченко. ИМПУЛЬСНО-ПЛАЗМЕННОЕ УПРОЧНЕНИЕ МЕТАЛЛООБРАБАТЫВАЮЩЕГО ИНСТРУМЕНТА. Препринт.

Установка для импульсного отжига оптическим излучением





подводимая электрическая энергия

$$E_e = \frac{CU^2}{2}$$ C=1179 мкФ (8 шт. ИМ5-150)

приблизительная оценка мощности излучения

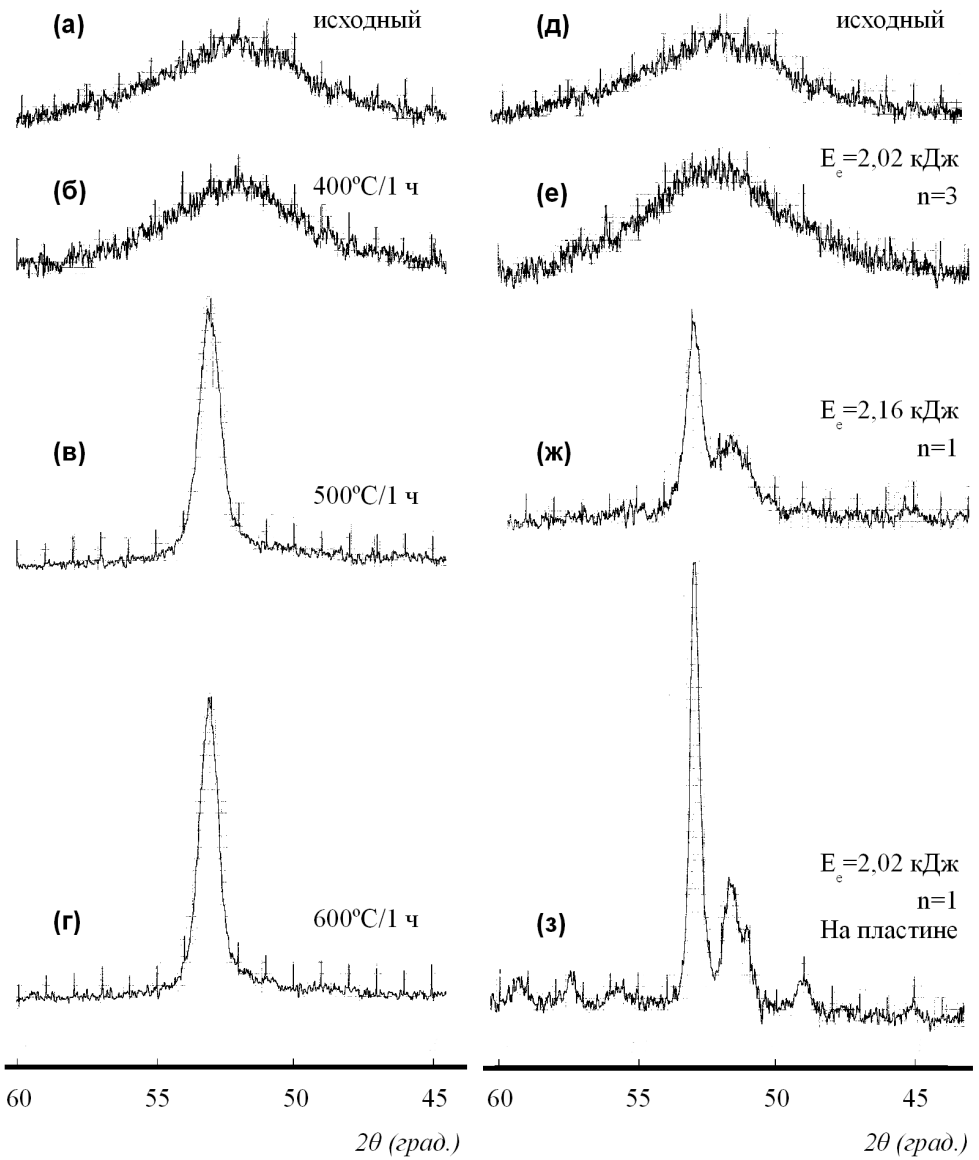
$$W_s = \frac{CU^2}{8\pi R^2 t} \cdot \eta$$ R=15 мм

t=5×10-4 сек., η ≈ 3%.

Э.Ф. Запечельнюк, Р.Б. Тагиров, Б.С. Михайлов, И.Г. Сайткулов. Агрегаты питания некоторых импульсных источников света большой интенсивности. Деп. №304-81. ВИНИТИ, 1981. — 28 с.

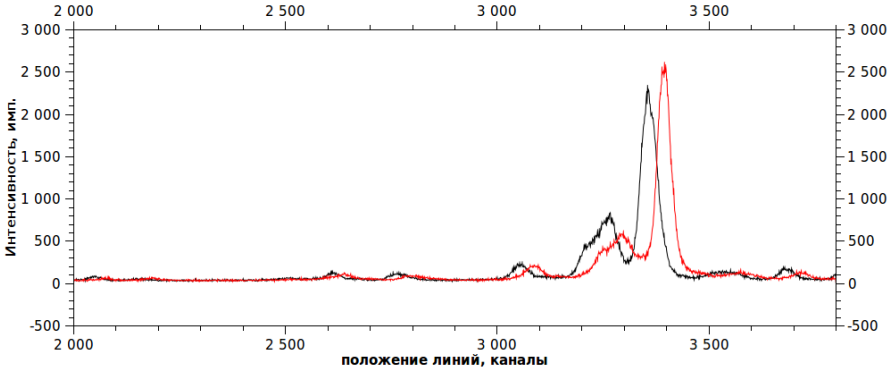
Р.Б. Тагиров, Н.И. Кессель, Н.М. Шувалова, Н.И. Куксинский. Роль фотодиссоциации в десорбции молекул воды с поверхности стекла при импульсном облучении. Деп. №1798-78. ВИНИТИ, 1981. — 12 с.

Рентгеноструктурные исследования

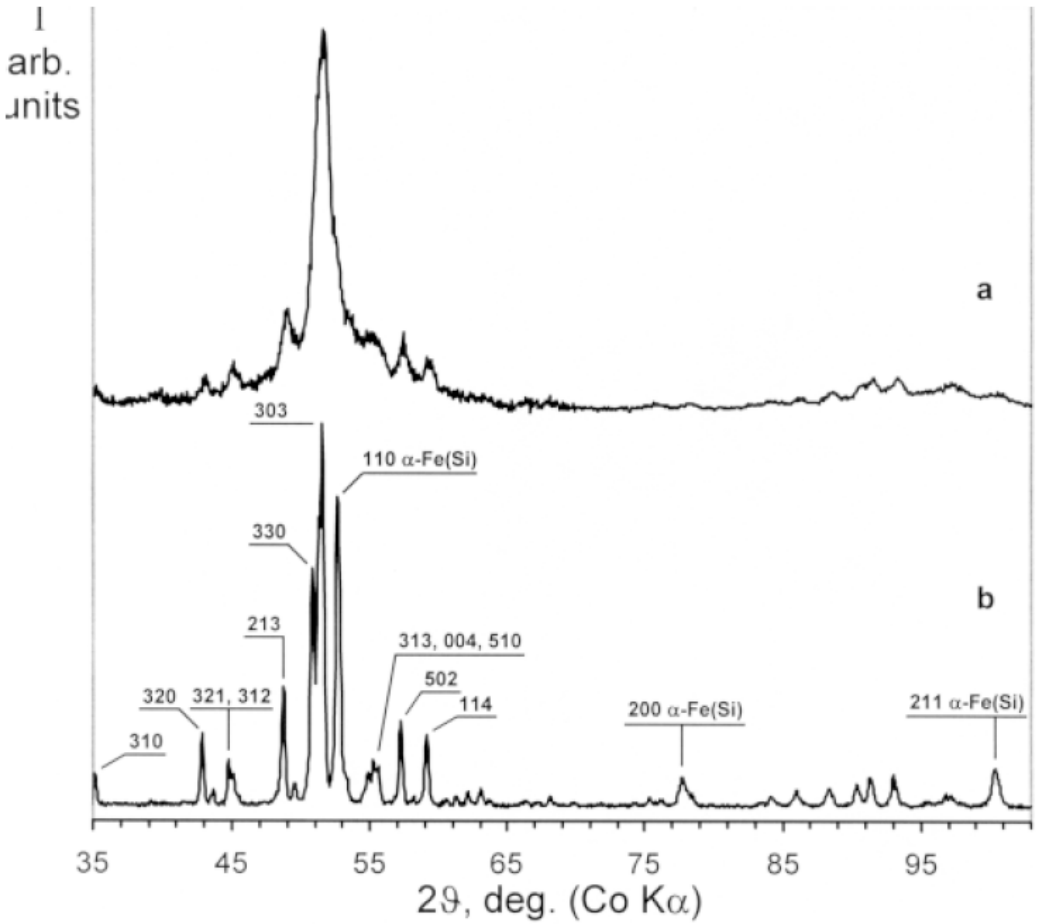


Дифрактометр рентгеновский ДРОН 2.0, на излучении Co-K_α фильтрованном от K_β-излучения, с регистрацией дифрактограммы на аналоговый самописец.

Минидифрактометр МД-10 «ЭФА», на излучении Fe-K_α, монохроматизированном с использованием монокристалла LiF.



Гексагональная Н-фаза



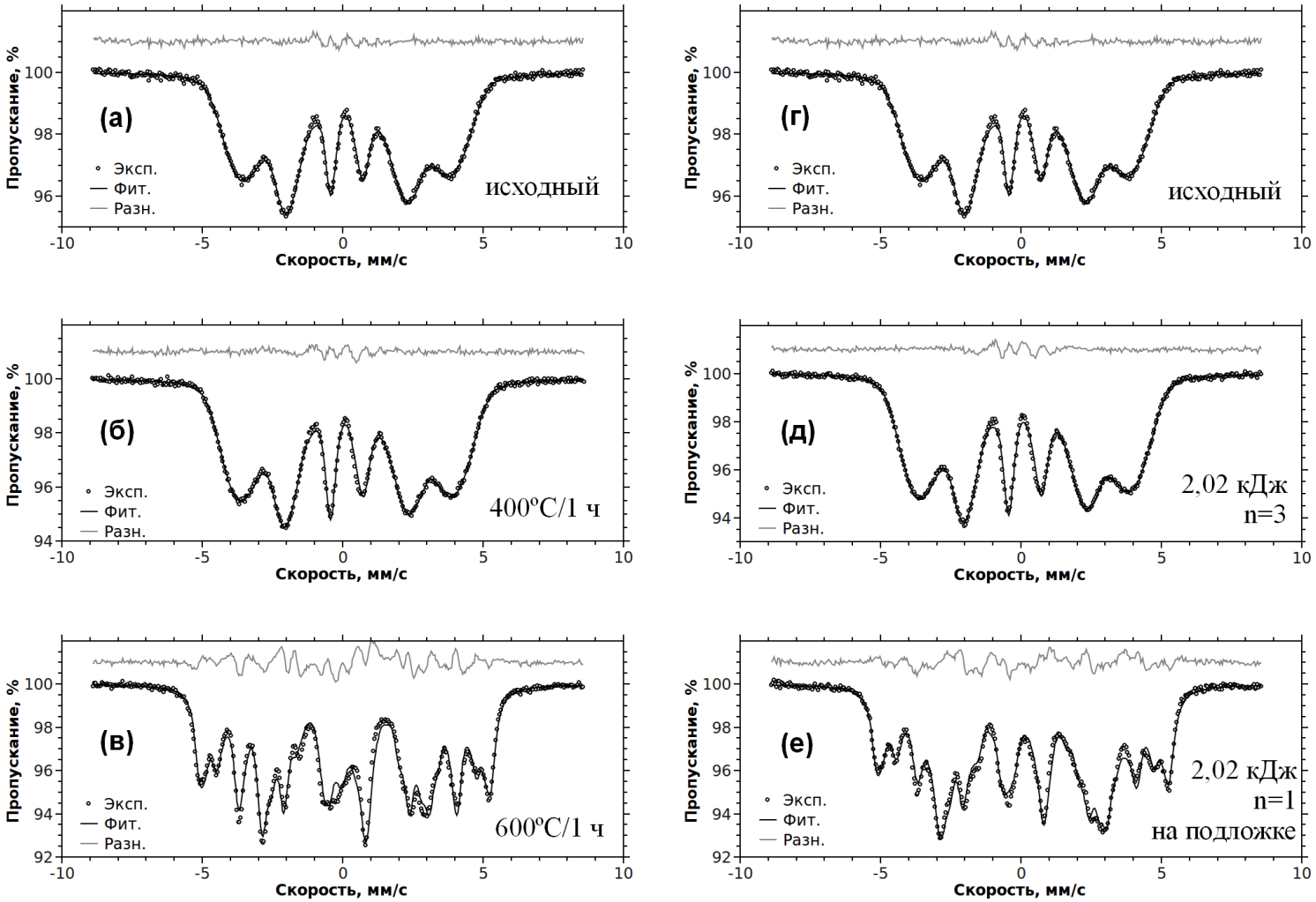
I.V. Lyasotskii, N.B. Dyakonova, E.N. Vlasova, D.L. Dyakonov, M.Yu. Yazvitskii. Metastable and quasiperiodic phases in rapidly quenched Fe–B–Si–Nb(Cu) alloys. // Phys. stat. sol. (a). 2006. V..No 2. p.259–270.

I.V. Lyasotsky, N.B. Dyakonova, D.L. Dyakonov, E.N. Vlasova, M.Yu. Jazvitsky. METASTABLE PHASES AND NANOSTRUCTURING OF Fe-Nb-Si-B BASE RAPIDLY QUENCHED ALLOYS. // Rev.Adv.Mater.Sci. 2008. .18. p.695-702.

Рентгенодифракционные параметры фазы α-Fe-Si

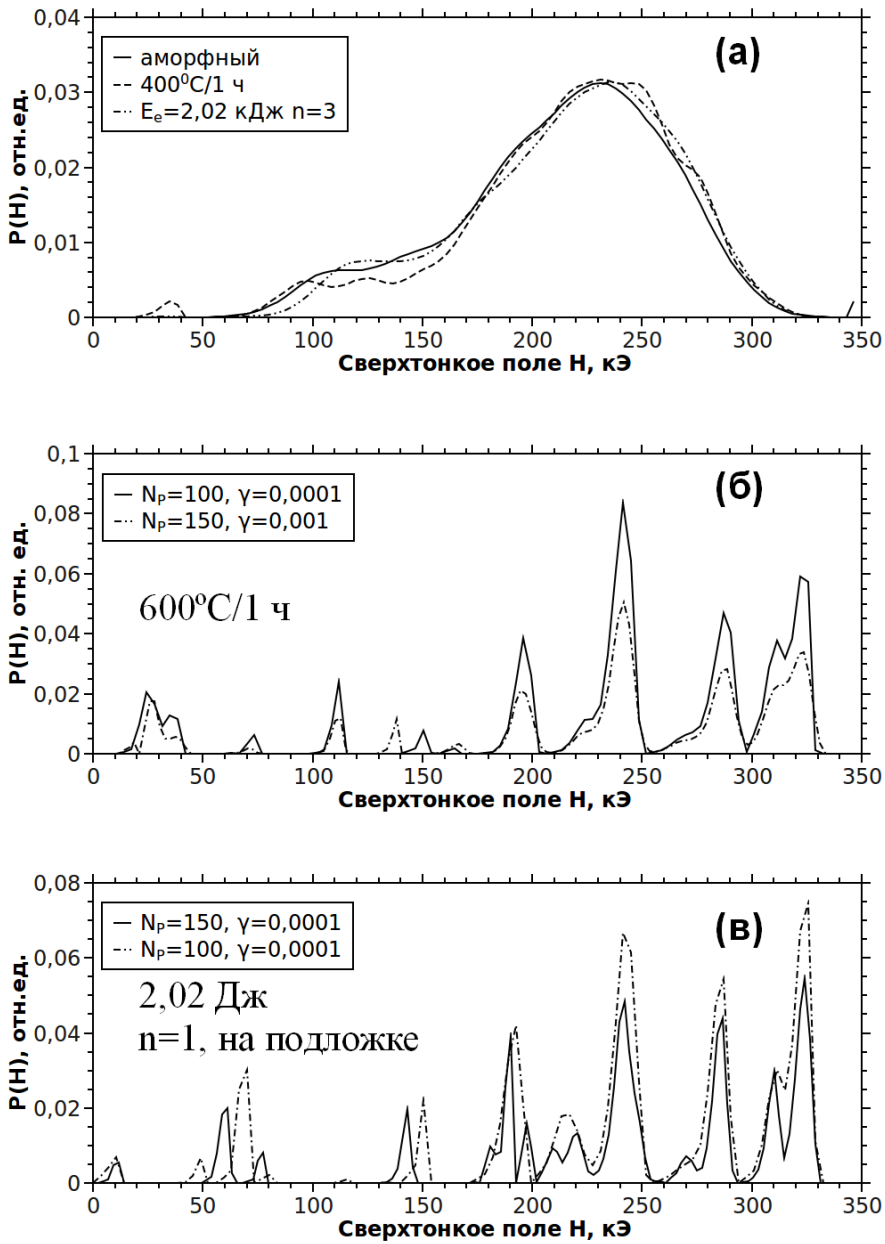
Образец	Параметр решетки α-Fe-Si, a Å	Концентрация кремния, C_{Si} ат.%	Ширина линии (110) на половине высоты, Δ2θ рад.
порошок корунда (калибровочный образец)	-	-	$5{,}81\times10^{-3}$ линия (113)
5БДСР E_e=2,16 кДж (W_S≈4,59 кВт/см^2) свободно-закрепленный	2,844	≈17	11×10^{-3}
5БДСР E_e=2,02 кДж (W_S≈4,29 кВт/см2) на пластине	2,845	≈17	$7{,}27\times10^{-3}$
5БДСР 500ºС	2,837	≈20	16×10^{-3}
5БДСР 600ºС	2,837	≈20	14×10^{-3}

Мёссбауэровские исследования



Мёссбауэровский спектрометр СМ2201, в геометрии пропускания, с Мёссбауэровским источником Co^{57}, в матрице хрома, активностью 50 мКи

Распределения P(H)



N_p — количество точек в распределении P(H), γ — параметр гладкости.

Вид распределения P(H) характерен для сплавов типа α-Fe-Si, с упорядочением $D0_3$.

Содержание фазы Fe_2B в образце сплава 5БДСР, термически отожженном при 600ºC/1ч выше, чем при импульсном отжиге.

Параметры Мёссбауэровских спектров с фазовым расслоением

Компоненты спектра	Изомер. сдвиг Is, мм/с	Квадруп-е расщ-е, Qs, мм/с	Сверхт-е поле, H, кЭ	Относит. площадь, S, %	Позиции атомов железа в α-Fe-Si и других фазах
Изотермический отжиг в течении 1 ч, при температуре около 600ºС, ширина линий секстетов 0,3830 мм/с, χ^2=3,644.					
Секстет 1	0,047	0,001	323,5	16,18	D0, A8
Секстет 2	0,043	0,070	310,9	13,00	D1-D6, A7
Секстет 3	0,091	0,007	286,0	16,12	A6
Секстет 4	0,177	0,026	243,0	19,86	A5, Fe2B
Секстет 5	0,114	-0,015	233,1	11,51	Fe2B
Секстет 6	0,268	0,029	191,4	12,94	A4
Дублет 1	0,027	0,000	-	11,27	Остаточная граничная фаза

Параметры Мёссбауэровских спектров с фазовым расслоением

Компоненты спектра	Изомер. сдвиг Is, мм/с	Квадруп-е расщ-е, Qs, мм/с	Сверхт-е поле, H, кЭ	Относит. площадь, S, %	Позиции атомов железа в α-Fe-Si и других фазах
Облучение импульсным электроразрядом с E_e=2,02 кДж (W_S≈4,29 кВт/см^2), образец на подложке, ширина линий всех секстетов 0,3948 мм/с, χ^2=4.04.					
Секстет 1	0,043	0	323,4	16,68	D0, A8
Секстет 2	0,075	0	310,7	9,83	D1-D6, A7
Секстет 3	0,103	0	287,1	11,87	A6
Секстет 4	0,129	-0,071	277,0	5,32	H-фаза ?
Секстет 5	0,187	0	244,8	15,40	A5, Fe2B
Секстет 6	0,135	-0,006	232,8	9,91	Fe2B
Секстет 7	0,102	-0,028	205,6	9,31	H-фаза ?
Секстет 8	0,212	0	185,1	5,49	A4
Секстет 9	-0,067	-0,241	170,4	7,19	H-фаза ?
Дублет 1	0,115	0,985	-	9,00	Остаточная граничная фаза

Выводы

•В результате импульсного отжига мощным некогерентным оптическим излучением от импульсного электроразряда, в сплаве 5БДСР не происходит формирование нанокристаллической структуры идентичной той, которая формируется при обычном изотермическом отжиге около 550ºС в течении часа.

•Отличие импульсного отжига от обычного изотермического отжига заключается в том, что формирование Н-фазы происходит одновременно с появлением фазы α-Fe-Si, при этом кристаллиты фазы α-Fe-Si имеют размер больший чем необходимо для достижения оптимальных магнитомягких свойств.

•Кристаллиты α-Fe-Si в сплаве 5БДСР сформированные после импульсного отжига аморфного сплава имеют пониженное содержание кремния (~ 17 ат.%). Тогда как в сплаве 5БДСР, после изотермического отжига до 600ºС, содержание кремния в кристаллитах может достигать 20 ат.%. Однако, следует отметить, что концентрация кремния почти не меняется от подводимой электрической энергии, тогда как в образце изотермически отожженном при температуре выше 800ºС содержание Si падает до 14 ат.% [17].

•В связи с этим мы прогнозируем, что после импульсного отжига аморфных сплавов системы Fe-Nb-Cu-Si-B типа FINEMET, не будут обладать теми же магнитомягкими свойствами, что сплав этого же состава подвергнутый обычной термической обработке.