

Исследование технологических особенностей производства порошковых пермаллоев с различными исходными материалами

Работа выполнена Аль-Джебур Х.Х. под руководством канд. техн.наук, доцент кафедр “Материалы и технологии” Шелохвостов В.П.

ТГТУ Кафедра «МиТ»

Аннотация

В работе рассмотрены основные особенности технологического процесса производства пермаллоев из различных порошковых исходных компонентов (карбонильных и электролитических). Исследовано влияние исходных порошковых материалов на параметры техпроцесса, структуру и свойства. Показано, что для карбонильных порошков оптимальным является процесс спекания в атмосфере водорода, для электролитических – спекание в вакууме.

Введение

Для производства магнитопроводов ответственного назначения в приборостроении широко применяется пермаллой типа 50Н. Без сложной термической обработки он позволяет получить наряду с достаточно высокими значениями начальной и максимальной магнитной проницаемости (3,1 мГн/м и 25,0 мГн/м, соответственно) и индукции магнитного насыщения – 1,5 Тл низкую коэрцитивную силу – не более 24 А/м и высокое удельное электросопротивление 55 – 70 мкОм·см [1, 2]. Однако, высокая вязкость и пластичность 50Н усложняет его механическую обработку резанием, что увеличивает ее трудоемкость при изготовлении деталей сложной формы.

Применение технологии порошковой металлургии позволяет снизить трудоемкость, увеличить коэффициент использования материала до 95% [3].

Сплав 50Н имеет однофазную структуру с гранецентрированной решеткой. В его структуре не наблюдается упорядочения, характерного для суперпермаллоев. Поэтому магнитные свойства материала практически не зависят от термической обработки и, главным образом, определяются степенью химической и структурной однородности, достигнутой на всех стадиях его производства [4]. Таким образом, для спеченного 50Н определяющими характеристиками являются пористость, степень загрязненности металла примесями, характер зеренной структуры, уровень микронапряжений.

Пермаллой 50Н имеет в составе два основных компонента (железо и никель). Такие сплавы получают либо из смеси чистых исходных

порошков, либо из предварительно подготовленного сплава – лигатуры нужного состава [4].

Для получения пермаллоев обычно используют карбонильные порошки железа и никеля или порошки нужного состава, полученные совместным разложением смеси карбониллов [5, 6].

Эти порошки отличаются высоким содержанием углерода (особенно железо) и низкой прессуемостью ввиду высокой их дисперсности, сферической формы и малой склонности к пластическому деформированию. Это вызывает необходимость введения пластифицирующих добавок в шихту, обычно также содержащих углерод. Все это обуславливает необходимость спекания деталей в атмосфере водорода для эффективного удаления углерода, резко снижающего магнитные свойства пермаллоя.

Известен опыт получения 50Н из электролитических, восстановленных или распыленных порошков спеканием в вакууме или водороде. Однако, в этом случае для получения высокой плотности материала необходимы или очень высокие температуры спекания, близкие к температуре плавления, или динамические методы прессования, горячая штамповка [7, 8], связанные с применением сложного дорогостоящего оборудования.

Постановка задачи

Целью работы являлись сравнительные анализ и исследование параметров, структуры и свойств пермаллоя 50Н на всех стадиях порошковой технологии при использовании карбонильных и электролитических исходных порошков

Поставлены задачи: исследование исходных материалов (порошков), приготовления шихты, процессов прессования и спекания;

Схема техпроцесса порошковых пермаллоев

Процесс получения компактных изделий из порошков содержит небольшое число операций, представленных на рисунке 1.

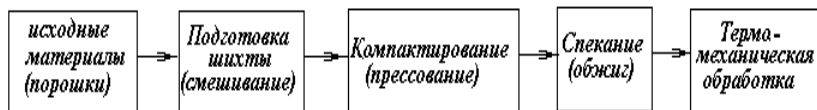


Рисунок 1 Схема процесса получения изделий из порошков

К основным из них относятся: выбор и подготовка порошков, составление шихты, прессование, спекание, термо- и механическая обработка. Каждая из операций базируется на достаточно сложных физико-химических процессах, отличается множеством обязательных для

выдержки режимов и контролируемых параметров. Наиболее сложны процессы формирования из порошковых компонентов компактного материала, на что влияют исходные порошки (состав, структура, активность и т.д.), характер компактирования порошков (прессование), последующая скорость нагрева, время выдержки при промежуточной и окончательной температурах спекания

Исходные материалы и их исследование

В качестве исходных материалов использовались:

- карбонильное железо марки P10 (ГОСТ13610-79), представляющее собой первичное железо в виде высокодисперсного порошка (основная фракция диаметром 10 мкм), состоящее в основном из частиц сферической формы слоистой структуры, состав порошка (масс.%) – углерод (0,8-1,2), азот (0,7-1,0), кислород (0,8-1,2), железо (97,7-96,6);
- карбонильный никель марок ПНЭ-1(ГОСТ 9722-97) и ПНК-1Л5, соответствующий по размерам ГОСТ 9722-97 (основная фракция менее 20мкм).

Исследование порошков производили с использованием традиционных металлографических методик и электронной микроскопии [9].

Проводился отжиг железа марки P10 при температурах 150, 250, 350, 400, 450, 500 и 550⁰С в вакууме. Показано, что в интервале 150 – 200⁰С структура практически не изменяется, при температуре 250 ⁰С исходные частицы частично претерпевают распад, при последующем нагреве вплоть до 550⁰С вся структура состоит из частиц *наноразмерной* величины. Формирование более дисперсной системы связано, по всей видимости, с удалением углерода из внутренних слоев частиц в виде оксидов. За счет этого происходит разделение тонких слоев железа с последующей коагуляцией в сферические частицы. Следует отметить полезность этого процесса, способствующего получению более однородной структуры в реальной технологии.

Исследование приготовления порошковой смеси (шихты)

Подготовленные порошковые компоненты взвешивались с выбранным соотношением, помещались в смесительную установку и всухую производилось смешивание. В качестве установки для смешивания использовалась лабораторная установка с торговой маркой «Турбула». Контейнер в ее роторном устройстве совершает сложные движения, которые характеризуют термином «пьяная бочка». Смешивание проводили в течение 12-14 часов. Режим принят по опыту смешивания других материалов (оксидных терморезисторов).. При этом коэффициент качества смешивания составлял 0,01÷0,005 для карбонильных порошков, 0,2-0,01 – для электролитических.

Для придания карбонильной шихте ПК приемлемого уровня прессуемости в нее вводили пластификатор – 10%-й водный раствор

поливинилового спирта ГОСТ 10775-69 в количестве 12% от веса шихты. После смешивания с пластификатором шихту усредняли протираванием через сито 1,6 мм и подвергали сушке на поддонах слоем 0,01÷0,02 м при 80÷90 °С в течение 1÷1,5 часа. Готовность шихты определяли по отсутствию слипаемости при сжатии пробы. После охлаждения материал просеивали через сито 0,2. Крупную фракцию размалывали в том же смесителе со стальными шарами и повторно просеивали.

Для шихты ПЭ порошки предварительно просеивали через сито 0,063 мм. Крупную фракцию размалывали в шаровой мельнице с соотношением масса шихты/масса стальных шаров = 1:2.

Технологические свойства шихты определяли по ГОСТ 19440-74 (таблица 1).

Таблица 1

Технологические свойства шихты пермаллоя 50Н

Шихта	Насыпная плотность, $\times 10^3$ кг/м ³	Насыпной объем, $\times 10^{-3}$ м ³ /кг	Объем утряски, $\times 10^{-3}$ м ³ /кг	Плотность утряски, $\times 10^3$ кг/м ³
ПК	2,20	0,45	0,34	2,95
ПЭ	2,01	0,50	0,32	3,13

Контроль текучести по ГОСТ 20899-75 показал, что электролитическая шихта практически свободно не течет через калиброванное отверстие, что затрудняет ее использование при прессовании сложных деталей: требуется утряска или виброукладка. Использование более крупных фракций, входящих в ее состав порошков, может улучшить эту характеристику, но при этом усложнилась задача гомогенизации порошкового сплава при спекании.

Шихта ПК выгодно отличается от ПЭ, ее текучесть составляла 5,38, что удовлетворяет требованиям технологии.

Исследование процессов прессования порошкового пермаллоя

Для исследований прессуемости различных вариантов шихты пермаллоя использовали прессформу типа «кольцо» с размерами ϕ 32х ϕ 26х5 мм. Подготовка прессформы включала смазку 10%-й спиртовой суспензией стеарата цинка.

Прессование карбонильной шихты проводили на гидравлическом прессе П-50 с односторонним прессованием при давлении 500 МПа как наиболее оптимальном с точки зрения однородности усадки и уровня пористости при последующем спекании. Для учета вариаций плотности при компактировании деталей сложной формы также применяли давление 400 МПа и 600 МПа.

Электролитические порошки отличаются более высокой микротвердостью, поэтому для шихты ПЭ использовали диапазон

давлений прессования 600 МПа÷1000 МПа. Результаты контроля прессуемости приведены в таблице 2.

Таблица 2
Прессуемость карбонильной шихты пермаллоя 50Н

Давление прессования, Мпа	Плотность $\times 10^3$, кг/м ³	Пористость, %	Коэффициент уплотнения
400	5,59	33,1	3,39
500	5,86	29,8	3,56
600	6,20	25,7	3,69

В изученном диапазоне давлений в прессовках из шихты ПК расслоев, сколов и раскрашиваний не наблюдалось.

Шихта ПЭ давала более плотную поверхность и лучшую прочность прессовок, что показано в таблице 3.

Таблица 3
Прессуемость электролитической шихты пермаллоя 50Н

Давление прессования, Мпа	Плотность $\times 10^3$, кг/м ³	Пористость, %	Коэффициент уплотнения
600	6,49	22,3	3,23
800	6,54	21,7	3,25
1000	6,68	20,1	3,32

Упругое последствие прессовок из шихты ПК и ПЭ отличалось мало и составляло 0,4÷0,5%.

Исследование процессов спекания порошкового 50Н

Для пермаллоя 50Н, не подвергающегося специальной термической обработке, спекание является наиболее ответственной операцией, формирующей его структуру и свойства. Известно, что оптимальную плотность детали из карбонильной шихты получают при спекании в водороде по режиму: нагрев до 750 °С в течение 2 часов, выдержка при 750 °С во влажном водороде с точкой росы 20 °С в течение 2 часов для полного удаления из материала углерода, дальнейший нагрев до 1300 °С за 2 часа и выдержка в течение 10 часов с последующим охлаждением с печью.

В первые 3-5 часов выдержки продолжают процессы очистки материала от примесей. Поэтому используется атмосфера увлажненного водорода. Усадка деталей завершается уже в процессе нагрева. Дальнейшая выдержка необходима для роста и формирования равновесной зеренной структуры. Последние 5 часов выдержки проводят в атмосфере осушенного водорода с точкой росы – 40 °С.

Спекание прессовок из карбонильной шихты проводили в колпаковой водородной печи СГН 2.3/13. Водород предварительно подвергали очистке.

При спекании по выше описанной технологии на магнитных свидетелях-кольцах, прессованных при 500 МПа, получены следующие значения линейной усадки: радиальная – 10,1%, по высоте детали – 10,0%. Коробление, которое определяли по отношению диаметров, измеренных в двух перпендикулярных направлениях, не превышало 1÷2% (таблица 4).

Таблица 4

Влияние давления прессования на усадку деталей из карбонильной шихты

Давление прессования, МПа	Плотность, $\times 10^3$ кг/м ³	Усадка, %	
		по высоте детали	радиальная
400	7,85	12,1	12,8
500	7,87	10,0	10,1
600	7,88	8,7	9,1

Контроль магнитных свойств показал, что в изученном диапазоне давлений прессования они меняются и составляют для давления 500 МПа максимальную магнитную проницаемость 25,1 мГн/м, индукцию технического насыщения $B_{48} = 1,5$ Тл и коэрцитивную силу $H_c = 23$ А/м. Детали из электролитической шихты ПЭ спекали как в водороде (печь СГН 2.3/13), так и в вакууме (печь СШВ 1.2,5/25-И1). Такая шихта отличается пониженной активностью по сравнению с карбонильной, что вызывает необходимость более высокой температуры спекания. После спекания в течение 10 часов при 1300 °С детали имели довольно высокую пористость 10-12%. Контроль магнитных свойств показал, что магнитная проницаемость не превышала 8÷9 мГн/м для спекания в вакууме и 12,0÷14,0 мГн/м – в водороде при довольно высоком уровне коэрцитивной силы 45÷50 А/м.

Увеличение температуры спекания до 1350-1360 °С можно было реализовать лишь в вакуумной высокотемпературной печи СШВ 1.2,5/25. Спекание в вакууме дало следующие результаты: плотность спеченного пермаллоя $7,91 \times 10^3$ кг/м³, радиальная усадка 6,6%, усадка по высоте 6,9%, магнитная индукция технического насыщения 1,47 Тл, максимальная магнитная проницаемость 12,1 мГн/м, коэрцитивная сила 31 А/м.

Металлографический анализ спеченного пермаллоя не выявил заметной разницы в структуре образцов, спеченных из шихты ПК и ПЭ. Для последней характерно более мелкое зерно (50-55 мкм и 35-40 мкм, соответственно).

По-видимому, недостаточно высокий уровень свойств деталей из шихты ПЭ обусловлен влиянием окисленности порошка, которая не устраняется при спекании деталей в вакууме.

Таким образом, необходимый уровень магнитных свойств удастся получить лишь при спекании прессовок из карбонильных порошков никеля и железа в атмосфере водорода.

Выводы

Проведен сравнительный анализ двух вариантов технологии производства порошкового пермаллоя 50Н. Показано, что оптимальным комплексом магнитных свойств обладает спеченный в водороде сплав из карбонильных порошков железа и никеля.

Список используемых источников

1. Физическое металловедение / Под ред. Р.Кана.- Вып.1.-М.: Мир, 1967-333 с.
2. Минаев Е.М. Получение спеченных пермаллоев // Порошковая металлургия: Межвуз.сбор.- Куйбышев: КАИ.- 1977.- Вып.3. – С.117-123
3. Куклин А.А. Технология и экономика порошковой металлургии //А.А.Куклин, Е.С.Мичкова, В.Я.Буланов и др./ М.: Наука, 1989 -223 с.
4. Анциферов В.Н. Порошковая металлургия и напыленные покрытия // В.Н. Анциферов, Г.В. Бобров, Л.К. Дружинин и др./ М.: Металлургия, 1987. – 792 с.
5. Минаев Е.М. Получение спеченных пермаллоев // Порошковая металлургия: Межвуз.сбор.- Куйбышев: КАИ.- 1977.- Вып.3. – С117-123
6. Белозерский Н.А. Получение материалов и изделий с высокими магнитными свойствами из карбонильных легированных порошков // Н.А. Белозерский, В.Г. Майков, Г.В. Иванова и др. / Труды Всесоюз. научно-технич. конференции по металлокерамическим материалам.- Ереван: Изд. ЕПИ.- 1982.- С.238-244
7. Мантарошин А.П. Магнитные свойства и тонкая структура материалов, полученных из смеси порошков / А.П. Мантарошин, В.Ф. Филимонов, А.И. Гришина и др. // Металловедение и прочность материалов.- Волгоград: ВПИ.- 1983.- С.75-80
8. Попова Т.В. Применение легированных порошков для получения порошковых пермаллоев // Т.В. Попова, Л.К. Оржицкая, А.В. Бабец/ Порошковая металлургия: Труды XVI Всесоюз. научно-технич. конференции. 17-19 мая 1989г.- Свердловск: УПИ, 1989.- ч.1.- С.30-31
9. Аль-Сарраджи, Весам Рахим Флаех. Методика подготовки объектов для электронной микроскопии ультрадисперсной системы WC-Fe-Ni-Cu// Аль-Сарраджи Весам Рахим Флаех, В.П. Шелохостов/ в сб.трудов «Актуальные проблемы энергосбережения и энергоэффективности в технических системах» 23-25 апреля 2014. – 24-26 с.].