УДК 621.762 : 546.54 : 537.62 **DOI** dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2019-4-44-54

Кинетика формирования диэлектрического покрытия на порошки железа для получения композиционных магнитно-мягких материалов

© 2019 г. Б.Г. Гасанов, В.Г. Тамадаев, В.О. Богачев, Е.Р. Махмудова

Южно-Российский государственный политехнический университет (ЮРГПУ–НПИ) им. М.И. Платова, г. Новочеркасск

Статья поступила в редакцию 19.03.19 г., доработана 17.08.19 г., подписана в печать 19.08.19 г.

Обоснованы актуальность и эффективность применения силикатсодержащего неорганического покрытия в качестве электроизолирующего при производстве магнитно-мягких композиционных материалов (ММКМ) из порошков железа. Показано влияние концентрации силиката натрия (Na₂O-SiO₂) в водном растворе на кинетику формирования диэлектрического покрытия на железных порошках разных марок, а также на прирост их массы, среднюю толщину покрытия, физические и технологические характеристики. Экспериментально установлено, что влияние морфологии частиц порошков железа и коэффициента поверхностного натяжения на границе жидкой и твердой фаз на толщину покрытия можно оценить косвенно по показателям смачиваемости, в частности по краевому углу. Рассмотрены особенности структурообразования межслойных границ ММКМ. Элементное картирование с использованием энергодисперсионного микроанализатора показывает, что после прессования образцов при давлении 600 МПа и последующего нагрева в интервале 400-600 °С изменяется толщина покрытия и протекает частичное перераспределения кремния в диэлектрическом слое. Это обусловлено тем, что кремний, отличающийся более высоким сродством к кислороду, чем железо, активно реагирует с адсорбированным на поверхности частиц железа кислородом и (или) восстанавливает оксиды железа, образуя диоксид SiO₂ в виде плотной пленки, которая, с одной стороны, защищает частицы железа от окисления, а с другой – в зоне контакта частиц железа образует диэлектрический слой, влияющий на удельные магнитные потери. Установлено, что отличительной особенностью уплотнения порошков железа с покрытием является преобладание структурной деформации при прессовании, поскольку покрытие снижает внутренний коэффициент трения. Показано, что по своим магнитным характеристикам разработанный ММКМ отвечает современным требованиям, предъявляемым к магнитно-мягким композиционным материалам.

Ключевые слова: магнитно-мягкий композиционный материал, диэлектрик, структурообразование, покрытие, силикат натрия, морфология поверхности частиц, межчастичные контакты.

Гасанов Б.Г. – докт. техн. наук, профессор кафедры «Автомобили и транспортно-технологические комплексы» ЮРГПУ (НПИ) им. М.И. Платова (346428, Ростовская обл., г. Новочеркасск, ул. Просвещения, 132). E-mail: gasanov.bg@gmail.com.

Тамадаев В.Г. – канд. техн. наук, доцент, зав. кафедрой «Технология машиностроения, технологических машин и оборудования» ЮРГПУ (НПИ) им. М.И. Платова. E-mail: TamadaevVG@yandex.ru.

Богачев В.О. – инженер ООО «Криотех» (346410, Ростовская обл., г. Новочеркасск, ул. Комитетская, 48). E-mail: valentin161@yandex.ru.

Махмудова Е.Р. – аспирант кафедры «Международные логистические системы и комплексы» ЮРГПУ (НПИ) им. М.И. Платова.

Для цитирования: Гасанов Б.Г., Тамадаев В.Г., Богачев В.О., Махмудова Е.Р. Кинетика формирования диэлектрического покрытия на порошки железа для получения композиционных магнитно-мягких материалов. Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2019. No. 4. C. 44–54. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2019-4-44-54.

Gasanov B.G., Tamadaev V.G., Bogachev V.O., Makhmudova E.R. Kinetics of dielectric coating formation on iron powders to obtain soft magnetic composite materials

The paper justifies the significance and effectiveness of silicate-containing inorganic coating usage as an electric insulator in the production of soft magnetic composite materials (SMCM) from iron powders. The study demonstrates the effect of sodium silicate (Na_2O-SiO_2) concentration in the water solution on the kinetics of dielectric coating formation on different iron powder grades, as well as on their weight gain, average coating thickness, as well as physical and process characteristics. It is experimentally established that the influence of iron powder particle morphology and surface tension coefficient at solid-liquid interface on the coating thickness can be assessed indirectly by the wettability indicators, in particular, by the contact angle. The features of SMCM interlayer boundary structure formation are described. Elemental mapping using the energy dispersive X-ray spectrometer shows that after sample pressing at 600 MPa and their subsequent heating within 400–600 °C, the coating thickness changes and silicon is

partially redistributed in the dielectric layer. This is determined by the fact that silicon featuring higher oxophilicity than iron actively reacts with oxygen adsorbed on the iron particle surface and/or reduces iron oxides forming SiO_2 in the form of a dense film, which on the one hand protects iron particles from oxidation, and on the other hand forms a dielectric layer in the zone of iron particle contact that affects specific magnetic losses. It is determined that the distinctive feature of coated iron powder compaction is the structural deformation predominance during pressing since the coating reduces the internal friction coefficient. It is shown that according to its magnetic characteristics, the developed SMCM meets essential contemporary requirements for soft magnetic composite materials.

Keywords: soft magnetic composite material, dielectric, structure formation, coating, sodium silicate, particle surface morphology, interparticle contacts.

Gasanov B.G. – Dr. Sci. (Tech.), prof. of the Department «Automobiles and transport-technological complexes», Platov South Russian State Polytechnic University (Novocherkassk Polytechnic Institute) (NPI) (346428, Russia, Rostov region, Novocherkassk, Prosveshcheniya str., 132). E-mail: gasanov.bg@gmail.com.

Tamadaev V.G. – Cand. Sci. (Tech.), associate prof., head of the Department «Engineering technology, technological machines and equipment», Platov South Russian State Polytechnic University (NPI). E-mail: tamadaevVG@yandex.ru.

Bogachev V.O. – engineer of LLC «Kriotech» (346410, Russia, Rostov region, Novocherkassk, Komitetskaya str., 48). E-mail: valentin161@yandex.ru.

Makhmudova E.R. – graduate student of the Department «International logistics systems and complexes», Platov South Russian State Polytechnic University (NPI).

Citation: *Gasanov B.G., Tamadaev V.G., Bogachev V.O., Makhmudova E.R.* Kinetics of dielectric coating formation on iron powders to obtain soft magnetic composite materials. *Izv. vuzov. Poroshk. metallurgiya i funkts. pokrytiya.* 2019. No. 4. P. 44–54 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2019-4-44-54.

Введение

При производстве сердечников электрических машин и других устройств малой мощности применяют магнитно-мягкие композиционные материалы (ММКМ), представляющие собой изделия из порошков ферро- или ферримагнетиков, частицы которых отделены друг от друга органическими или неорганическими диэлектриками [1-4]. Разработаны различные методы нанесения диэлектрических покрытий на частицы ферромагнитных материалов [5-8]. В большинстве случаев основными требованиями, предъявляемыми к ММКМ, являются: высокая магнитная проницаемость, минимальная коэрцитивная сила и минимальные удельные потери, временная и температурная стабильность электромагнитных параметров [9, 10]. Для получения требуемых свойств частицы порошков ММКМ должны иметь гомогенную структуру с минимальным содержанием примесей и высоким электрическим сопротивлением [11]. Поэтому для получения изделий из ММКМ в основном используют распыленные, электролитические и карбонильные порошки железа, пермаллоя и других сплавов [8, 12-15].

Анализ указанных и других публикаций [16— 23] показывает, что недостаточно изучено влияние технологических параметров нанесения силикатсодержащих покрытий на порошки ферромагнитных материалов и режима термомеханического воздействия на структурообразование и магнитные свойства ММКМ. Цель данной работы — исследование кинетики формирования силикатных покрытий на порошках железа разных марок и изучение влияния режимов прессования и отжига образцов из них на основные магнитные и механические характеристики.

Методика исследований

Для исследований использовали порошки железа марок ПЖРВ 2.200.28 (МЦ «ССМ-Тяжмаш», г. Череповец), АВС 100.30 и NC 100.24 (фирма «Ноganäs», Швеция), силикат натрия Na_2O —SiO₂ (модуль 2,8) в виде щелочного раствора в воде, полученного автоклавным методом в соотношении силиката к воде в диапазоне 1:2 - 1:4. Массу компонентов ММКМ определяли на аналитических весах с точностью 0,002 г. Железный порошок с водным раствором силиката натрия смешивали вручную в ступе или электромеханической мешалке. Полученную смесь сушили в муфельной печи марки E5CN (SNOL, Литва) при температуре 110 °С в течение 5 мин.

Краевой угол смачивания водного раствора с различной концентрацией силиката натрия определяли на плоской поверхности прессовок методом, описанным в работе [24]. Высоту (*h*) и диаметр основания (*d*) капли измеряли на микроскопе МБС-10 (АО «ЛЗОС», г. Лыткарино). Для оценки соѕθ по формуле

$$\cos\theta = \frac{(d/2)^2 - h^2}{(d/2)^2 + h^2} \tag{1}$$

на торец цилиндрического образца капельницей наносили раствор силиката натрия и определяли диаметр и толщину каждой капли.

Для изучения магнитных свойств изготавливали кольцевые образцы 35×25×5 мм. Испытания на растяжение проводили на разрывной машине ТМЭ-10 (Россия) со скоростью нагружения 1 мм/мин. Для этого из приготовленной шихты ММКМ прессовали фигурные образцы в соответствии с ГОСТ 18227-98 [25]. Для рентгенографических исследований изготавливали цилиндрические образцы диаметром 12 мм и высотой 7 мм. Холодное прессование проводили на гидравлическом прессе HPM-60L (MESSER, Германия) в стальных пресс-формах. Давление прессования выбирали таким образом, чтобы пористость образцов не превышала 12—16 %.

Микроструктуру образцов исследовали на металлографическом микроскопе «Neophot-21» (Carl Zeiss Jena, Германия) и на растровом электронном микроскопе фирмы «EDAX» (США). Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализы проводили на дифрактометре ARL X'trA (Thermo Fisher Scientific (Ecublens) SARL, Швейцария) в ЦКП «Нанотехнологии» ЮРГПУ (НПИ). Качественный фазовый анализ выполняли путем сравнения полученных дифрактограмм с эталонами из базы данных ICDD PDF-2 2012, а расчет характеристик пиков — при помощи программного комплекса WinXRD 2.0.8.

Удельную поверхность порошков железа без покрытия и с покрытием определяли методом БЭТ на адсорбционном анализаторе «ChemiSorb 2750» (Micromeritics, США). Сущность метода БЭТ заключается в том, что образец порошка помещается в проточную кварцевую адсорбционную ячейку, где он охлаждается жидким азотом до температуры 77 К, при этом через ячейку пропускается смесь газов, состоящая из 10 % аргона и 90 % гелия. Аргон при охлаждении адсорбируется на твердой поверхности образца, а затем при нагревании ячейки до комнатной температуры полностью удаляется с его поверхности. Объем адсорбированного и десорбированного аргона фиксируется сигналом детектора по теплопроводности (TCD) и рассчитывается с помощью программного комплекса «Micromeritics ChemiSoft TPx V1.03».

Химический и фазовый составы поверхности частиц порошка железа с диэлектрическим покрытием определяли в ЦКП «ЦИМС» Южного федерального университета (г. Ростов-на-Дону) на растровом электронном микроскопе «Vega LMU» (Tescan, Чехия). Для элементного картирования образцов из порошков железа с покрытием использовали энергодисперсионный микроанализатор «INCA Energy 450» (Oxford Instruments, Великобритания).

Результаты исследований и их обсуждение

В табл. 1 показаны результаты измерения удельной поверхности (S_{yg}) порошков железа разных марок по методике, описанной выше. Для порошка ABC 100.30 получили $S_{yg} = 1,3472 \text{ м}^2/\text{г}$, что значительно больше, чем у порошка ПЖРВ 2.200.28 [26]. Это связано с тем, что порошок ABC 100.30 не только мельче, но и имеет более развитую поверхность (рис. 1, *a*).

По-видимому, в процессе нанесения покрытия в электромеханической мешалке конгломераты частиц порошка ПЖРВ 2.200.28, которые показаны на рис. 1, δ , частично разрушаются. Поэтому их удельная поверхность увеличилась с 0,6453 до 0,7575 м²/г, тогда как у порошка ABC 100.30 она уменьшилась с 1,3472 до 0,8490 м²/г (табл. 1).

Поскольку сигнал теплопроводности образцов из частиц сферической формы изменяется относительно плавно (рис. 2), то, сравнивая характер изменения сигнала детектора теплопроводности (TCD-сигнала) прессовок из порошков железа разных марок, можно сделать заключение, что в процессе нанесения покрытия в электромеханической мешалке под воздействием лапласовских сил их частицы приобретают форму, близкую к сферичес-

Таблица 1. Удельная поверхность порошков железа без покрытия и с диэлектрическим покрытием силикатом натрия

Марка норошка	$S_{ m yg},{ m m}^2/{ m r}$			
Марка порошка	Без покрытия	С покрытием		
ABC 100.30	1,3472	0,8490		
NC 100.24	0,7574	0,6431		
ПЖРВ 2.200.28	0,6453	0,7575		



200 мкм

50 MKM

Рис. 1. Морфология поверхности частиц порошков АВС 100.30 (а) и ПЖРВ 2.200.28 (б)

Отношение силиката натрия к воде	Марка порошка железа	Масса навески порошка, г	Масса покрытия до сушки, г	Масса навески с покрытием после сушки, г	Масса сухого силиката натрия, г	Толщина покрытия, нм
	ABC 100.30	19,832	0,415	20,039	0,207	31,75
1/2	ПЖРВ 2.200.28	19,843	0,407	20,046	0,203	65,07
	NC 100.24	19,823	0,432	20,039	0,216	58,96
	ABC 100.30	19,815	0,421	19,955	0,140	21,49
1/3	ПЖРВ 2.200.28	19,801	0,425	19,942	0,141	45,23
	NC 100.24	19,835	0,417	19,974	0,139	37,92
	ABC 100.30	19,824	0,438	19,933	0,109	16,73
1/4	ПЖРВ 2.200.28	19,837	0,423	19,942	0,105	33,62
	NC 100.24	19,834	0,416	19,938	0,104	28,37

Таблица 2. Влияние концентрации силиката натрия в растворе на массу и толщину покрытия

кой. Особенно это относится к частицам порошка ПЖРВ 2.200.28 (см. рис. 2, в и г).

По изменению массы навески порошков железа разных марок до и после обработки можно оценить влияние концентрации силиката натрия в растворе на среднюю толщину покрытия (табл. 2). Для этого допускаем, что толщина покрытия (δ_п) по всей поверхности частиц порошка железа примерно одинакова. Тогда

$$\delta_{\Pi} = M_1 / (\gamma S_{\text{VA}}), \qquad (2)$$

где M_1 — масса сухого Na₂O—SiO₂, приходящаяся на 1 г порошка Fe (из табл. 2); $\gamma-$ плотность Na_2O-SiO₂ (2,44 г/см³); S_{yg} — удельная поверхность порошков железа.

Поскольку градиент химического потенциала

ентом кривизны профиля контактного перешейка и поверхности частиц, то очевидно, что в вогнутой части поверхности частиц толщина силикатного слоя будет больше, чем на выпуклой. Теоретически или экспериментально оценить кривизну поверхности каждой частицы распыленных порошков железа, морфология которых показана на рис. 1, практически невозможно. Влияние конфигурации поверхности частиц порошков и коэффициента поверхностного натяжения на границе жидкой и твердой фаз на толщину покрытия можно оценить косвенно по показателям смачиваемости, в частности по краевому углу [24]. Результаты расчета экспериментальных данных показаны в табл. 3.

атомов в поверхностном слое определяется гради-



Рис. 2. Временная зависимость сигнала теплопроводности порошков железа разных марок до (*a*, *b*) и после (*б*, *c*) обработки в водном растворе силиката натрия *a*, *б* – порошок ABC 100.30; *в*, *c* – порошок ПЖРВ 2.200.28

Таблица 3. Результаты эксперимента и расчетные значения краевого угла смачивания
поверхности прессовки из порошка АВС 100.30

Концентрация диэлектрика в растворе	Материал подложки	<i>h</i> , мм	$d_{ m och}$, мм	cosθ	$\cos\theta_{cp}$	θ, град
	Образцы из порошка ABC 100.30	0,70	2,70	0,576216	·	
1/4		0,80	3,20	0,6	0,592072	53,7
		0,70	2,80	0,6		
1/3		0,80	2,80	0,507692		
		0,80	2,90	0,533273	0,494914	60,3
		0,90	2,90	0,443777		
1/2		0,90	2,50	0,317176		
		0,80	2,40	0,384615	0,348024	69,6
		0,70	2,00	0,342282		

С повышением содержания силиката натрия в растворе cosθ снижается, а угол смачивания увеличивается (табл. 3), соответственно, возрастает и работа адгезии на границе «твердое тело—жидкость», т.е. порошка железа и водного раствора Na_2O-SiO_2 .

Рентгенофлуоресцентный микроанализ частиц порошков железа с покрытием проводили после





Рис. 3. Морфология поверхности (*a*) и фрагмент спектра (*б*) распределения компонентов на поверхности частиц железа порошка ABC 100.30, покрытых силикатом натрия

ультразвуковой очистки порошка и прессовок в водной среде. Для повышения контрастности на торцевую поверхность прессовок напыляли углерод. В качестве примера на рис. 3 показано распределение компонентов в покрытии порошка ABC 100.30.

Следует отметить, что микрорельеф поверхности частиц порошков существенно влияет на результаты картирования и в некоторой степени ограничивает точность количественного анализа. Кроме этого, наличие легких элементов и примесей с различной плотностью в покрытиях также исключает точное определение их концентрации. Поэтому содержания кислорода, кремния и натрия, приведенные на рис. 3, δ , и далее следует расценивать как приближенно-количественные. Элементы-примеси с концентрациями менее 0,1 мас.% (V, Ті и др.) не определялись.

Анализ полученных спектров свидетельствует, что на поверхности частиц порошков железа имеются соединения, выделяющиеся значительным контрастом в BSE-электронах и характеризующиеся низкой средней атомной массой компонентов (темный фон на снимке). Результаты анализа показывают заметное отклонение суммарной массы от 100 %, объясняемое, вероятно, низкой плотностью самого покрытия и присутствием пленок воды в микропорах. Однако наличие Si и Na, а также характер их распределения не вызывают сомнений. Было установлено, что на вогнутых поверхностях частиц и в порах концентрация кислорода и натрия несколько больше, чем на выпуклых.

Для изучения кинетической особенности формирования межчастичных связей при прессовании и спекании, а также исследования влияния силикатного покрытия частиц порошка на свойства ММКМ использовали микрошлифы с разных сечений образцов. Элементное картирование с помощью энергодисперсионного микроанализатора показывает, что после прессования образцов при давлении 600 МПа и последующего нагрева в интервале 400—600 °С изменяются толщина покрытия и распределение компонентов в зоне межчастичных контактов (рис. 4).

Как видно из рис. 4, в зоне межчастичных контактов толщина покрытия из силиката натрия значительно меньше, чем на частицах порошка железа до прессования. Особо следует отметить, что при нагреве прессовок выше 450- 500 °С протекает некоторое перераспределения кремния в покрытии. По-видимому, это обусловлено тем, что кремний, отличающийся более высоким сродством к кислороду, чем железо, активно реагирует с адсорбированным на поверхности частиц железа кислородом и (или) восстанавливает оксиды железа, образуя диоксид SiO₂. Поэтому концентрация кремния в межчастичных контактах и на свободной поверхности частиц железа практически не отличается (см. рис. 4). Следовательно, появившаяся плотная пленка SiO₂, с одной стороны, защищает частицы железа от окисления, а с другой — в зоне контакта частиц железа образует диэлектрический слой, влияющий на удельные магнитные потери.

Плотность прессовок из распыленных порошков железа с покрытием при давлении менее 400—450 МПа несколько больше, чем у прессовок без покрытия, в случае, когда в шихту не добавлены пластификаторы (рис. 5). По-видимому, это связано с тем, что покрытие из силиката натрия снижает коэффициент внутреннего и внешнего Наноструктурированные материалы и функциональные покрытия



Рис. 4. Область картирования микрошлифа образца из порошка ABC 100.30 (*a*), фрагменты свободной и контактной поверхности частиц (*б*, *в* и *г*) и распределение кремния на свободной поверхности частиц порошка железа (*d*) прессовок



Рис. 5. Влияние давления прессования на плотность цилиндрических образцов из порошков ABC 100.30 (*a*) и ПЖРВ 2.200.28 (*б*) с покрытием (*1*) и без него (*2*)

трения частиц железа при прессовании давлением 400—450 МПа.

Рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализы поверхности микрошлифов показали, что в процессе прессования материал в большей части уплотняется в результате структурной деформации, т.е. протекает перегруппировка частиц с преобладанием межчастичного скольжения.

У образцов с остаточной пористостью 14—16 % наблюдается незначительный наклеп частиц порошка железа с покрытием по сравнению с величиной наклепа частиц без покрытия. Особенно наглядно это проявляется при сравнении результатов расчета дифрактограмм порошков и прессовок из порошка ABC 100.30 (табл. 4 и 5). Однако по ширине рефлексов это отличие на дифрактограммах практически не заметно (рис. 6).

Микроструктурный анализ показал, что на межчастичных границах толщина слоя из силиката натрия значительно меньше, чем на их свободной поверхности (рис. 7, *a*). Из этого следует, что в результате структурной деформации при прессовании толщина покрытия изменяется. Однако на состав диэлектрика влияет в большей степени режим спекания. Было установлено, что на поверхности частиц железа концентрация кремния несколько больше, чем в силикате натрия, расположенном между частицами (рис. 7, *б* и *в*).

Для оценки влияния состава раствора и покрытия на магнитные характеристики ММКМ из исследуемых порошков железа, покрытых силикатом натрия, получали кольцевые образцы при давлении прессования 600 МПа. Для снятия наклепа

20, град	Индекс Миллера	Межплоскостное расстояние, Å	Абсолютная интенсивность (CPS)	Полуширина	Интегральная интенсивность
44,6317	110	2,0273	524	0,0793	90,1
64,9851	200	1,4335	65	0,0405	13,4
82,3030	211	1,1704	78	0,1441	31,1

Таблица 4. Результаты расчета дифрактограмм порошка железа АВС 100.30 с покрытием

Таблица 5. Результаты расчета дифрактограмм прессовки из порошка железа АВС 100.30 с покрытием

20, град	Индекс Миллера	Межплоскостное расстояние, Å	Абсолютная интенсивность (CPS)	Полуширина	Интегральная интенсивность
44,7137	110	2,0229	784	0,1479	232,9
65,0719	200	1,4304	127	0,1641	76,7
82,3726	211	1,1679	200	0,2216	93,4



Рис. 6. Дифрактограммы (штрихграммы) порошков (*a*) и прессовки (*б*) из порошков железа ABC 100.30, покрытых силикатом натрия



Рис. 7. Микроструктура прессовки (*a*) и спектры состава диэлектрика на поверхности пор (*б*) и межчастичных контактах (*в*)

Наноструктурированные материалы и функциональные покрытия

Образец ММКМ	Максимальная магнитная проницаемость µ _{max}	Магнитная индукция <i>В</i> ₅ , Тл	Удельные магнитные потери <i>W</i> _{5уд} , Вт/кг	Прочность на разрыв σ _в , МПа
Порошок ABC 100.30 с покрытием из силиката натрия	470	1,11	6,2	83
Порошок ПЖРВ 2.200.28 с покрытием из силиката натрия	288	0,84	9,1	95
Порошок NC 100.24 с покрытием из силиката натрия	380	1,1	6,9	87
Somaloy 500 [2, 27]	360	1,07	5,9	81





Рис. 8. Зависимость магнитной проницаемости (1), магнитной индукции (2) и удельных магнитных потерь (3) от напряженности магнитного поля MMKM из порошков ABC 100.30, покрытых силикатом натрия

образцы нагревали при t = 500 °C в течение 30 мин в камерной печи без защитной среды.

Экспериментальные исследования показали, что у образцов из порошка ABC 100.30 с покрытием из силиката натрия после прессования и спекания при t = 500 °C в течение 0,5 ч максимальная магнитная проницаемость $\mu_{max} = 470$, магнитная индукция в поле напряженностью H = 5 кА/м составляла B = 1,11 Тл, удельные магнитные потери при H = 5 кА/м и частоте 50 Гц были равны $W_{5ya} =$ = 6,2 Вт/кг (рис. 8). В табл. 6 показаны основные свойства ММКМ из порошков железа, покрытых силикатом натрия.

Предел прочности на растяжение с увеличением концентрации силиката натрия в растворе с 0,25 до 0,5 возрастает с 41 до 48 МПа после нагрева образцов из порошка ABC 100.30 при t = 400 °C с выдержкой 1 ч. Если повысить температуру нагрева до 700 °C, то предел прочности составляет 83 МПа. В целом по механическим и магнитным характеристикам MMKM из порошков железа марок ABC 100.30, ПЖРВ 2.200.28 и NC 100.24, покрытых силикатом натрия, не уступают известным материалам с другими диэлектриками [3, 5, 17, 19, 28 и др.].

Выводы

1. Экспериментально обоснована эффективность применения водного раствора силиката натрия для получения диэлектрического покрытия при производстве ММКМ из распыленных порошков железа и установлено, что на химический состав и структурообразование покрытий влияют гранулометрический состав и морфология распыленных порошков железа, концентрация Na₂O— SiO₂ в водном растворе и параметры технологии нанесения покрытий.

2. Выявлено, что при нагреве прессовок из порошков железа с покрытием из силиката натрия выше 400—450 °С активируется процесс возврата (отдых и полигонизация) в частицах железного порошка, а кремний реагирует с кислородом, адсорбированным на поверхности частиц железа, и (или) восстанавливает оксиды железа, образуя диоксид SiO_2 как на межчастичных границах порошков, так и на их свободной поверхности, что влияет на коррозионную стойкость и диэлектрические свойства покрытия.

3. Установлено, что отличительной особенностью уплотнения порошков железа с покрытием является преобладание структурной деформации при прессовании, поскольку покрытие снижает внутренний коэффициент трения.

4. Показано, что по своим магнитным и механическим свойствам ММКМ из порошков железа, покрытых силикатом натрия по предложенной технологии, отвечают требованиям, предъявляемым к магнитно-мягким композиционным материалам.

Литература/References

1. *Троицкий В.А., Ролик А.И., Яковлев А.И*. Магнитодиэлектрики в силовой электротехнике. Киев: Техніка, 1983.

Troitskii V.A., Rolik A.I., Yakovlev A.I. Magnetodielectric materials in power electronics. Kiev: Tekhnika, 1983 (In Russ.).

- Enescu E., Lungu P., Marinescu S., Dragoi P. The effect of processing conditions on magnetic and electric properties of composite materials used in nonconventional magnetic circuits. J. Optoelectr. Adv. Mater. 2006. Vol. 8. No. 2. P. 745–748.
- Magnetic materials and their characteristics. URL: https:// coefs.uncc.edu/mnoras/files/2013/03/Transformer-and-Inductor-Design-Handbook_Chapter_2.pdf (accessed: 17.08.2019).
- Власова О.В., Панасюк О.А., Миницкий А.В., Апининская Л.М., Вергелес Н.М., Затовский В.Г., Грипачевский А.Н., Куровский В.Я. Порошковые магнитомягкие материалы для электротехнической промышленности. Электр. контакты и электроды. 2012. No. 11. С. 101– 107.

Vlasova O.V., Panasyuk O.A., Minitskii A.V., Apininskaya L.M., Vergeles N.M., Zatovskii V.G., Gripachevskii A.N., Kurovskii V.Ya. Powder magnetic materials for electrical industry. Elektricheskie kontakty i elektrody. 2012. No. 11. P. 101–107 (In Russ.).

 Скорман Б., Чжоу Е., Янссон П. Магнитно-мягкие композиционные материалы: Пат. 2389099 (РФ). 2010. *Scorman B., Zhou E., Yansson P.* Soft magnetic composite materials. Pat. 2389099 (RF). 2010 (In Russ.). Ритсо А.Э., Летман В.Я., Сетмар Р.А., Лаансоо А.А. Влияние способа изолирования частиц на характеристики магнитомягких композиционных материалов. Тр. Таллинского политехн. ин-та. 1984. No. 506. C. 22—26.

Ritso A.E., Letman V.Ya., Setmar R.A., Laansoo A.A. Isolating particles method influence on the characteristics of soft magnetic composite materials. *Trudy Tallinskogo polytechnicheskogo instituta.* 1984. No. 506. P. 22–26 (In Russ.).

 Янссон П., Ларссон Л.-О. Порошок с фосфатным покрытием и способ его изготовления: Пат. 2176577 (РФ). 2001.

Yansson P., Larsson L.-O. Phosphate coated powder and its manufacturing method: Pat. 2176577(RF). 2001 (In Russ.).

- Zhou Ye. The effect of manufacturing processes on the properties of multi-layer coated SMC components. URL: https://www.epma.com/publications/euro-pmproceedings/product/ep16-3294440 (accessed: 17.08.2019).
- Корицкий Ю.В., Пасынков В.В., Тареев Б.М. Справочник по электротехническим материалам. Л.: Энергоатомиздат, 1988.

Koritskii Yu.V., Pasynkov V.V., Tareev B.M. Handbook of electrical materials. Leningrad: Energoatomizdat, 1988 (In Russ.).

- ГОСТ 23618-79. Изделия из ферритов и магнитодиэлектриков. Термины и определения. GOST 23618-79. Products made from ferrites and magnetodielectric materials. Terms and definitions (In Russ.).
- Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами: Учеб. для вузов. М.: Металлургия, 1989.

Kekalo I.B., Samarin B.A. Physical metallurgy of precision alloys. alloys with special magnetic properties. Moscow: Metallurgiya, 1989 (In Russ.).

- Kvist S.Å. Magnetic properties of Höganäs PASC powders. Höganäs PM Powder Information No. PM 75-10. 1975. P. 35–38.
- Deepak Bhalla, Singh D.K., Swati Singh, Dipti Seth. Material processing technology for soft ferrites manufacturing. URL: http://article.sapub.org/pdf/10.5923.j.materials. 20120206.01.pdf (accessed: 17.08.2019).
- Tadayuki Tsutsui. Recent technology of powder metallurgy and applications. URL: https://www.hitachi-chem. co.jp/english/report/054/54_sou2.pdf (accessed: 17.08.2019).
- 15. Francis G. Hanejko, Howard G. Rutz, Christopher G. Oliver. Effects of processing and materials on soft magnetic

performance of powder metallurgy parts. URL: https:// www.gknpm.com/globalassets/downloads/hoeganaes/ technical-library/technical-papers/test-papers/19.effects-of-processing-and-materials-on-soft-magneticperformance-of-powder-metallurgy-parts.pdf (accessed: 17.08.2019).

- Takuya Takashita, Naomichi Nakamura, Yukiko Ozaki. Influence of microstructure on hysteresis loss of pure iron powder core. URL: https://www.epma.com/publications/ euro-pm-proceedings/product/ep16-3292881 (accessed: 17.08.2019).
- Satomi Sato, Hirofumi Hojo, Hiroyuki Mitani, Hironori Suzuki. Influence of heat treatment temperature on core loss of iron soft magnetic composite cores, for low frequency applications. URL: https://www.epma.com/publications/ euro-pm-proceedings/product/ep16-3292842 (accessed: 17.08.2019).
- Tatsuya Saito, Hijiri Tsuruta, Asako Watanabe, Tomoyuki Ueno, Koji Yamada. Influence of the surficial iron-oxide of pure-iron-based soft magnetic powder cores on the magnetic properties. URL: https://www.epma.com/publications/euro-pm-proceedings/product/ep16-3292915 (accessed: 17.08.2019).
- Shokrollahi H., Janghorban K. Soft magnetic composite materials (SMCs). J. Mater. Process. Technol. 2007. Vol. 189. P. 1–12.
- Kalathur S. Narasimhan, Shelton Clisby, Francis G. Hanejko. Soft magnetic insulated iron powder in electromagnetic applications. URL: https://www.epma.com/publications/ euro-pm-proceedings/product/world-pm2010-pm-functional-materials (accessed: 17.08.2019).
- Dougan M.J. High Performance sintered soft magnetic materials. URL: https://www.epma.com/publications/ euro-pm-proceedings/product/world-pm2010-pmfunctional-materials (accessed: 17.08.2019).
- 22. YouGuang Guo, Jian Guo Zhu. Application of soft magnetic composite materials in electrical machines: A re-

view. URL: https://opus.lib.uts.edu.au/bitstream/10453/ 4194/3/2006005080.pdf (accessed: 17.08.2019).

- Дорофеев Ю.Г., Михайлов В.В., Бабец А.В., Кривощеков В.О. Магнитно-мягкий композиционный материал: Пат. 2469430 (РФ). 2011.
 Dorofeev Yu.G., Mikhailov V.V., Babets A.V., Krivoshchekov V.O. Magnetic soft composite material: Pat. 2469430(RF). 2011 (In Russ.).
- 24. *Начинкин О.И*. Полимерные микрофильтры. М.: Химия, 1985.

Nachinkin O.I. Polymer microfilters. Moscow: Chemistry, 1985 (In Russ.).

- ГОСТ 18227-98. Материалы порошковые. Методы испытания на растяжение.
 GOST 18227-98. Powder materials. Methods of tensile testing (In Russ.).
- ГОСТ 9849-86. Порошки железные. Технические условия.

GOST 9849-86. Iron powders. Technic specifications (In Russ.).

 Дорофеев Ю.Г., Михайлов В.В., Кривощеков В.О. Сравнительный анализ магнитно-мягких композиционных материалов на основе порошка железа для применения в переменных магнитных полях. URL: http://electromeh.npi-tu.ru/assets/files/archive_1_2012. pdf (дата обращения: 17.08.2019).

Dorofeev Yu.G., Mikhailov V.V., Krivoshchekov V.O. The comparative analysis of magnetic-soft composite materials on the basis of the powder of iron for application in alternating magnetic fields. URL: http://electromeh. npi-tu.ru/assets/files/archive_1_2012.pdf (accessed: 17.08.2019) (In Russ.).

 Rajkumar S., Sedhuraman K., Purimetla Santhi, A. Joycy Faustina Lourdes. Design and analysis of high speed switched reluctance motor for two different materials. URL: http://www.ijeetc.com/index.php?m=content&c=index &a=show&catid=175&id=1055 (accessed: 17.08.2019).