

Streszczenie

Rozprawa doktorska koncentruje się na opracowaniu i optymalizacji stopów nanokrystalicznych typu Fe-Co-B, modyfikowanych dodatkami Nb i P, przeznaczonych do pracy w wysokoczęstotliwościowych układach energoelektronicznych. W ramach badań zaprojektowano i otrzymano serie stopów $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{20}\text{B}_{13}$ oraz $\text{Fe}_{84,5-x}\text{Co}_x\text{Nb}_5\text{B}_{8,5}\text{P}_2$ ($x = 0, 5, 10, 15, 20$ at.%) o kontrolowanym składzie chemicznym, wytworzonych metodą topienia indukcyjnego w atmosferze ochronnej, a następnie odlewanych do postaci cienkich taśm metodą melt-spinning. Proces ten wymagał opracowania parametrów topienia stopu wstępnego oraz szybkości chłodzenia w celu zapewnienia jednorodności chemicznej i uzyskania struktury niezbędnej do formowania kontrolowanej struktury krystalicznej na etapie obróbki cieplnej.

Zastosowana obróbka cieplna i cieplno-magnetyczna, prowadzona w piecu rurowym, w polu magnetycznym o różnym natężeniu (85–140 kA/m), pozwoliła na uzyskanie jednoosiowej anizotropii magnetycznej w płaszczyźnie wygrzewanych taśm. Dzięki wytworzeniu w taśmach ze stopów $\text{Fe}_{84,5-x}\text{Co}_x\text{Nb}_5\text{B}_{8,5}\text{P}_2$ (dla $x = 0, 5, 10, 15, 20$ at.%) kierunku łatwego magnesowania, możliwe było kontrolowanie kształtu charakterystyk dynamicznych materiału. Wykorzystanie ultraszybkiej obróbki taśm (URA/cURA) stopu $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{20}\text{B}_{13}$ umożliwiło prowadzenie kontrolowanej krystalizacji, pomimo braku pierwiastków wpływających na szybkość zarodkowania oraz ograniczających nadmierny rozrost ziaren.

Analiza termiczna dla stopów $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{20}\text{B}_{13}$ oraz $\text{Fe}_{84,5-x}\text{Co}_x\text{Nb}_5\text{B}_{8,5}\text{P}_2$ ($x = 0, 5, 10, 15, 20$ at.%) wykonana metodami DSC i DTA pozwoliła na wyznaczenie temperatur początku i końca krystalizacji, określenie energii aktywacji metodą Kissingera oraz optymalizację parametrów obróbki cieplnej. Badania gęstości właściwej umożliwiły weryfikację jakości uzyskiwanych w czasie odlewu taśm oraz uzyskanie wartości strat mocy dla każdego z badanych stopów w szerokim zakresie częstotliwości.

Charakterystyka struktury obejmowała dyfrakcję rentgenowską, dzięki której monitorowano stopień krystalizacji oraz zidentyfikowano fazy $\alpha\text{-Fe}(\text{Co})$, oraz transmisyjną mikroskopię elektronową *in-situ*, umożliwiającą analizę zarodkowania i wzrostu krystalitów. Badania te uzupełniono spektroskopią Mössbauera, która dostarczyła informacji o polu nadsubtelnym, rozkładzie faz i wpływie dodatku kobaltu na uporządkowanie magnetyczne w skali atomowej. Dodatkowo wyznaczono temperatury Curie, co pozwoliło określić granice stabilności magnetycznej badanych stopów.

Istotną część pracy własnej stanowiły obserwacje struktury domenowej z wykorzystaniem mikroskopii Kerra, które pozwoliły bezpośrednio ocenić wpływ pola zewnętrznego w czasie wygrzewania na układ domen magnetycznych i potwierdziły skuteczność indukowania anizotropii.

Badania dynamicznych właściwości magnetycznych obejmowały pomiary pętli histerezy w szerokim zakresie częstotliwości do 400 kHz oraz pomiary przenikalności zespolonej do 110 MHz. Dzięki temu możliwe było wyznaczenie częstotliwości granicznej pracy dla badanych stopów oraz analiza strat w funkcji częstotliwości. Wyniki wykazały, że możliwe jest jednoczesne uzyskanie dużej indukcji nasycenia ($\geq 1,8$ T) w stopach $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{20}\text{B}_{13}$ oraz wysokiej częstotliwości granicznej od $3,5 \cdot 10^5$ do $1,8 \cdot 10^6$ Hz w stopach $\text{Fe}_{84,5-x}\text{Co}_x\text{Nb}_5\text{B}_{8,5}\text{P}_2$ ($x = 0, 5, 10, 15, 20$ at.%), co ma kluczowe znaczenie dla projektowania elementów pracujących w kilkudziesięciu i kilkuset kHz.

W pracy opracowano pełną metodykę – od projektowania składu chemicznego $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{20}\text{B}_{13}$ oraz $\text{Fe}_{84,5-x}\text{Co}_x\text{Nb}_5\text{B}_{8,5}\text{P}_2$ (dla $x = 0, 5, 10, 15, 20$ at.%), poprzez wytwarzanie i obróbkę cieplną, aż po zaawansowaną charakterystykę strukturalno-magnetyczną – umożliwiającą kontrolowane sterowanie właściwościami magnetycznymi. Otrzymane wyniki potwierdzają, że możliwe jest uzyskanie materiałów o parametrach przewyższających właściwości obecnie dostępnych stopów komercyjnych, a zastosowana metodologia stanowi podstawę do dalszego rozwoju materiałów nanokrystalicznych dla energoelektroniki.

Udowodniono, tezę badawczą, że odpowiedni dobór składu chemicznego oraz parametrów obróbki cieplnej umożliwia wytworzenie materiałów magnetycznie miękkich nowej generacji, które spełniają wymagania wysokoczęstotliwościowego przetwarzania dużych mocy.

W części wdrożeniowej, zrealizowano serię rdzeni opartych na stopie $\text{Fe}_{64,5}\text{Co}_{20}\text{Nb}_3\text{B}_{8,5}\text{P}_2$ wdrożonych w prototypowej serii nagrzewnic indukcyjnych w firmie ENRX. Wstępne obliczenia uzyskane dla stopu $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{20}\text{B}_{13}$ potwierdziły aplikacyjne właściwości w obszarze silników elektrycznych. W próbach prowadzenia szybkiej obróbki cieplnej na rdzeniach uzyskano indukcję 1,99 T i koercję na poziomie 51 A/m.