

# 软磁合金 BYR1 热处理工艺及磁性能研究

闫 操, 张 勇

(西安航天发动机厂, 陕西 西安 710100)

**摘 要:** 为了满足液体火箭发动机新型电磁阀更强环境适应能力和工作可靠性的要求, 通过优化软磁合金 BYR1 的热处理制度来确保电磁阀工作的稳定性和可靠性。采用三因素三水平的正交试验对软磁合金的热处理制度进行优化, 并对不同热处理制度下合金的磁性能和金相组织进行对比分析。结果表明: 软磁合金 BYR1 的饱和磁感应强度值较稳定, 基本不随退火温度和保温时间的变化而改变; 而矫顽力对退火温度和保温时间较敏感, 随着退火温度和保温时间的增加, 矫顽力值有明显下降。合金组织的孪晶、晶粒度及析出相均对合金磁性能有一定的影响, 孪晶数量越少、晶粒尺寸越大、晶内析出相越少, 合金的磁性能越好。根据磁性能的试验结果得到了较优的热处理制度:  $1\ 200\ ^\circ\text{C}\times 360\ \text{min}$ , 至  $600\ ^\circ\text{C}$  后的冷却速度为  $150\ ^\circ\text{C}/\text{h}$ 。

**关键词:** 软磁合金; 热处理; 磁性能

**中图分类号:** V463-34 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-9374 (2016) 05-0098-06

## Effects of heat treatment technique on magnetic properties of soft magnetic alloy BYR1

YAN Cao, ZHANG Yong

(Xi'an Space Engine Factory, Xi'an 710100, China)

**Abstract:** In order to meet the requirements of the new electromagnetic valve of the liquid rocket engine, the heat treatment of the soft magnetic alloy BYR1 is optimized to ensure the stability and reliability of the electromagnetic valve. The heat treatment technique for soft magnetic alloy was optimized by orthogonal test, and the magnetic properties and microstructure of the alloy treated with different heat treatment techniques was analyzed. The results show that the saturated magnetic induction intensity of soft magnetic alloy BYR1 is stable, basically does not change with the variation of annealing temperature and temperature holding time, but the coercive force decreases significantly with increase of annealing temperature and temperature holding time. The twin crystal, the grain size and the precipitated phase have a certain effect on the magnetic properties of the alloy. The fewer twin crystals, the larger grains size and the less precipitated phase are, the better magnetic properties of the

收稿日期: 2016-02-18; 修回日期: 2016-05-10

作者简介: 闫操 (1984—), 男, 工程师, 研究领域为材料金相分析

alloy become. According to the experimental results of magnetic properties, the optimized heat treatment was obtained: 1200 ℃×360 min, the cooling rate=150 ℃/h after cooling to 600 ℃.

Keywords: soft magnetic alloy; heat treatment; magnetic property

0 引言

采用软磁合金材料制作的阀芯、挡铁、导向筒及线圈骨架等是火箭发动机电磁阀上的主要零部件,其制造工艺的好坏直接影响电磁阀功能的实现<sup>[1]</sup>。在液体火箭发动机某型号快响应动力系统中,新型电磁阀流量大,阀口直径较大。为了实现线圈结构的小型化,降低产品结构的重量,同时又能提高电磁阀的响应速度,在此系统中的电磁阀使用了具有饱和磁感应强度高、矫顽力小的 BYR1 软磁合金。

在前期的预研工作中,BYR1 软磁合金基本满足了实际的工作需求,但是在产品转型阶段仍存在以下问题需要解决:

1) 产品转型过程中热处理工艺参数的优化。在预研阶段,BYR1 软磁合金采用氢气保护退火工艺,热处理工艺为 1 180 ℃×5 h 退火,之后以 100 ℃/h 速度冷至 700 ℃,再以 400 ℃/h 速度冷至 200 ℃以下出炉。

在初始生产阶段采用真空充气退火工艺,产品在 1 200 ℃退火后按照 150 ℃/h 速度降温至 600 ℃充气快冷,冷至 200 ℃以下出炉。为了探索产品转型过程中热处理工艺参数变化对 BYR1 磁性能的影响,同时使产品具有更稳定可靠的磁性能数据,因此需要对 BYR1 软磁合金的热处理工艺进行优化。同时对新型软磁合金 BYR1 的耐蚀性进行考察是电磁阀工作的要求,有必要对合

金在不同热处理制度下的耐蚀性进行研究。

2) 新型软磁合金 BYR1 较常规软磁合金磁性能有较大的提高。因此,有必要通过磁性能检测试验确定热处理工艺参数改变带来的磁性能变化,以保证测试结果的准确性和稳定性。

3) BYR1 合金组织对磁性能变化的影响。材料性能的改变不仅受到热处理、加工过程等的影响,也受到材料金相组织变化的影响。因此,有必要考察经不同退火温度及不同保温时间后 BYR1 软磁合金金相组织的变化。

1 试验材料及方法

试验用软磁合金 BYR1 由北冶功能材料有限公司提供,合金的主要化学成分及主要技术指标如表 1 和表 2 所示。

试验中采用的热处理工艺主要考虑退火温度、保温时间及冷却速度等因素对磁性能测试结果的影响,退火温度可选 1 150 ℃,1 200 ℃及 1 250 ℃,保温时间可选 240 min,300 min 及 360 min,至 600 ℃后的冷却速度可选 100 ℃/h、150 ℃/h 及 200 ℃/h,因此设计三因素三水平的正交试验,采用正交表  $L_9(3^3)$  进行试验,如表 3 所示。

试验采用 VGQA-300 型真空处理炉对 BYR1 软磁合金进行热处理,采用 NIM-2000S 型软磁材料磁性能检测仪对材料磁性能进行检测,用 LEICA MEF4M 型倒置金相显微镜进行金相组织分析。

表 1 软磁合金材料 BYR1 化学成分  
Tab. 1 Chemical components of soft magnetic alloy BYR1

										%
C	S	P	Si	Mn	Ni	Mo	Co	La	Ce	Fe
≤0.03	≤0.015	≤0.015	≤1.0	≤0.5	21.5~22.5	2.8~3.2	35.5~37.0	≤0.1	≤0.1	余

表 2 软磁合金材料 BYR1 主要技术指标

Tab. 2 Main technical indexes of soft magnetic alloy BYR1				
磁感应强度 $B/T$	饱和磁感应强度 $B_s/T$	矫顽力 $H_c/(A \cdot m^{-1})$	居里温度/ $^{\circ}C$	晶型
1.21~1.29	1.6~1.7	16~20	570	$\gamma$

表 3  $L_9(3^3)$ 正交试验表

Tab. 3 $L_9(3^3)$ orthogonal test design			
试验号	退火温度/ $^{\circ}C$	保温时间/min	冷却速度/ $(^{\circ}C \cdot h^{-1})$
系列 1	1 150	240	100
系列 2	1 150	300	150
系列 3	1 150	360	200
系列 4	1 200	300	100
系列 5	1 200	360	150
系列 6	1 200	240	200
系列 7	1 250	360	100
系列 8	1 250	240	150
系列 9	1 250	300	200

2 试验结果及分析

2.1 热处理工艺对磁性能各参数的影响

根据表 3 的试验方案进行磁性能数据的检

测，可得到表 4 的试验结果。

对 9 组正交试验的 3 个磁性能参数进行对比分析，对所有矫顽力值均取以 10 为底的对数后进行分析，结果见图 1。

表 4 正交试验磁性能检测结果

Tab. 4 Magnetic properties detected in orthogonal test			
试验号	$B_{240}/T$	$B_{3200}/T$	矫顽力/ $(A \cdot m^{-1})$
系列 1	1.251	1.611	18.24
系列 2	1.287	1.615	15.85
系列 3	1.274	1.610	15.56
系列 4	1.276	1.615	13.40
系列 5	1.294	1.613	13.18
系列 6	1.281	1.608	13.65
系列 7	1.264	1.590	9.91
系列 8	1.275	1.594	10.96
系列 9	1.272	1.612	13.49
平均值	1.275	1.608	13.80
极差	0.043	0.025	8.33

可见饱和磁感应强度数值的极差最小, 软磁合金 BYR1 的饱和磁感应强度值较稳定, 基本不随热处理参数的变化而有大幅改变; 矫顽力的极差最大, 说明矫顽力对退火温度和保温时间较敏感, 在退火温度和保温时间均增加时矫顽力有明显降低。

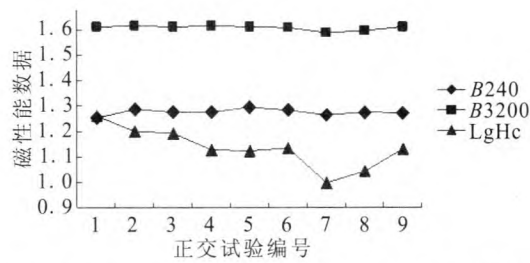


图 1 9 组正交试验的 3 个磁性能参数测试结果对比

Fig. 1 Tested results of three magnetic performance parameters obtained in orthogonal test of 9 groups

2.2 磁性能结果对软磁合金金相组织的影响

正交试验中的 9 组试样金相组织依次见图 2~10 所示。BYR1 合金组织为具有面心立方晶格的单相固溶体, 软磁材料的矫顽力对微观结构十分敏感, 应力的增加、晶粒的细化等均可增大矫顽力, 而饱和磁感应强度主要取决于合金的成分<sup>[2]</sup>。BYR1 软磁合金成分中含有较多的 Co 元素, 还有 Ni, Si 及稀土元素。Co 元素的加入可显著提高软磁材料的饱和磁感应强度。Ni 及稀土元素的加入可细化晶粒或亚晶粒, 使材料的综合力学性能得到优化。而 Si 元素有助于合金在酸性介质浸蚀下形成抵抗腐蚀的保护膜<sup>[3]</sup>。

研究表明<sup>[4]</sup>, 当在 1 100 ℃ 以上温度退火时, 随着退火温度的升高及保温时间的延长, 晶粒发生显著长大, 且晶内孪晶数量减少, 孪晶尺寸变大, 磁畴也变大, 畴壁减少, 与晶界、孪晶界接触的几率减少, 晶界对畴壁移动的阻力减小, 畴壁一般不能穿越晶粒边界<sup>[5]</sup>, 晶粒充分长大后, 在晶内相对比较“干净”的地方, 畴壁可移动的距离比较大。因此, 磁化时随着磁化场  $H$  的增强, 磁感应强度  $B$  值迅速增加<sup>[6]</sup>。从软磁合金磁化机理来分析, 温度升高, 磁畴取向度降低, 饱和磁感应强度显示为下降, 但畴壁的位移和磁畴的反转变得容易, 表现为矫顽力略有下降<sup>[7]</sup>。

比较 9 组试验结果, 系列 4, 5, 7, 8 及 9 试样的热处理保温时间均在 300 min 和 360 min, 而金相组织上, 这 5 个系列都具有较大的晶粒尺寸, 相同面积内的晶界最少, 晶粒的完整性相对较好。从理论上讲, 保温时间越长, 越有利于晶粒的充分长大和杂质的彻底排除, 晶体内缺陷减少, 对畴壁的钉扎作用减弱, 畴壁移动容易, 因而磁性能提高<sup>[8]</sup>。系列 7 具有试验组最高的热处理温度和最长的保温时间, 晶粒的长大和晶内杂质的消除越充分。因此, 系列 7 具有最小的矫顽力。

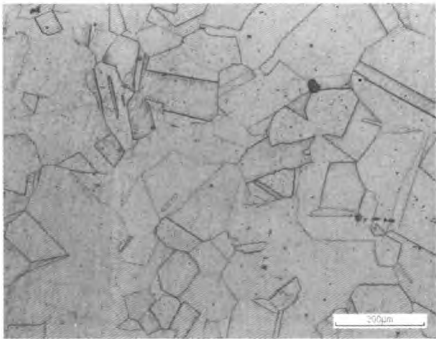


图 2 系列 1 金相组织形貌

Fig. 2 Microstructure of Series 1

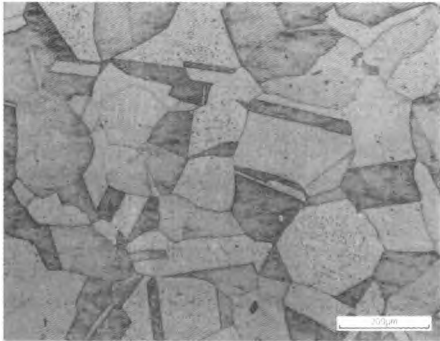


图 3 系列 2 金相组织形貌

Fig. 3 Microstructure of Series 2

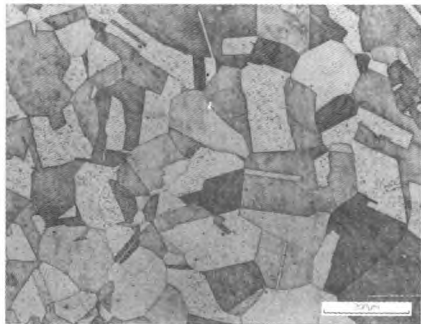


图 4 系列 3 金相组织形貌

Fig. 4 Microstructure of Series 3



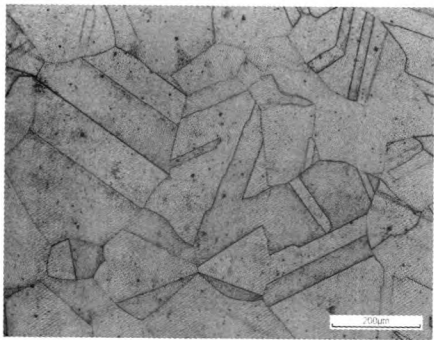


图 5 系列 4 金相组织形貌  
Fig. 5 Microstructure of Series 4

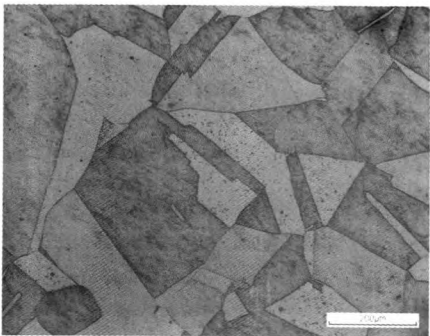


图 9 系列 8 金相组织形貌  
Fig. 9 Microstructure of Series 8

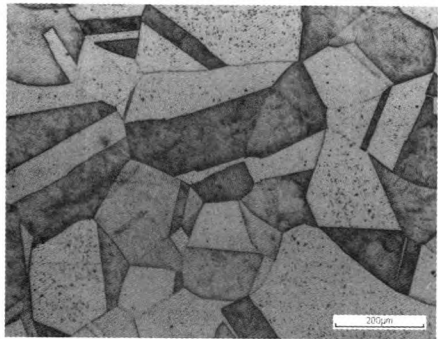


图 6 系列 5 金相组织形貌  
Fig. 6 Microstructure of Series 5

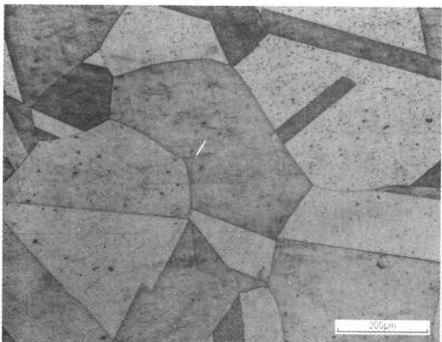


图 10 系列 9 金相组织形貌  
Fig. 10 Microstructure of Series 9

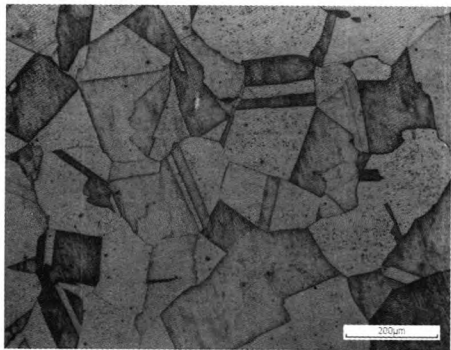


图 7 系列 6 金相组织形貌  
Fig. 7 Microstructure of Series 6

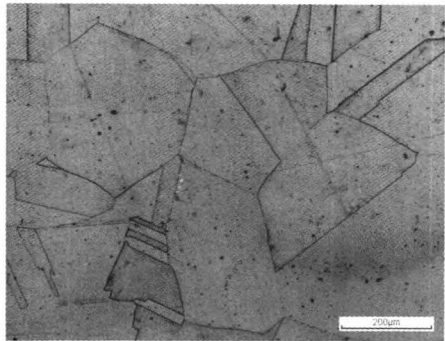


图 8 系列 7 金相组织形貌  
Fig. 8 Microstructure of Series 7

正交试验的金相组织结果显示，各组试样的组织中均存在一定的析出相，但析出相均呈弥散分布的细小颗粒状，未在晶粒内部对晶粒的连续性和完整性造成“阻隔”作用，因此不会对畴壁的移动和磁畴的反转造成太大的影响作用。从金相学角度来说，BYR1 合金的磁性能主要受晶粒尺寸和孪晶数量的影响。

对比各系列的金相组织形貌，系列 1，系列 4 和系列 7 具有单一的相组成，且试验状态均为冷至 600 ℃后的冷却速度为 100 ℃/h。从 Fe-Co 二元相图分析，Co 含量为 35%左右的 BYR1 软磁合金在缓慢冷却时（冷却速度为 100 ℃/h）会在室温下形成单一的有序相—FeCo ( $\alpha_1$ )，有序化转变对合金的磁性能产生显著的影响。研究表明，含 25%~65%Co 的合金有形成有序组织的趋势<sup>[9]</sup>，与无序状态的 Fe-Co 合金相比，有序 Fe-Co 合金具有较低的矫顽力<sup>[10]</sup>。但有序相的存在会使合金的磁感应强度  $B(240)$  值显著下降，同时考虑缓慢冷却带来生产成本的增加，因此对其冷速

也要加以控制。但冷却速度过大, 又会增加合金的热应力, 使矫顽力增加<sup>[11]</sup>, 综合考虑冷速最好控制在 150 °C/h~200 °C/h。

### 2.3 热处理制度的优化

为了使电磁阀工作更加稳定可靠, 将试验结果的优化选择条件设定为:  $B_{240}$  大于均值,  $B_{3200}$  大于均值,  $H_c$  小于均值, 结合表 4 的结果可得到, 系列 4 和系列 5 试验具有较好的综合磁性能数据。根据金相组织的对比结果, 系列 4, 5, 7, 8 和 9 具有较大的晶粒尺寸和较少的孪晶数量; 同时单一有序的  $\alpha_1$  相会使软磁合金的矫顽力下降, 但却会使磁感应强度下降, 单一的  $\alpha_1$  相需要较低的冷却速度, 必然会带来产品制造周期的延长, 使生产成本增加, 因此, 系列 4 和系列 7 中单一有序的  $\alpha_1$  相无需刻意追求。相比较而言, 系列 5 中的磁性能数据具有试验组最高的磁感应强度, 而矫顽力也处于较低的水平, 同时考虑节约生产成本带来的经济效益, 可选择系列 5 的热处理制度。

综上可知, 较优的热处理制度为: 1 200 °C×360 min, 至 600 °C 后的冷却速度为 150 °C/h。

经过优化的热处理制度处理的 BYR1 软磁合金已经在液体火箭发动机内置先导电磁阀、高压磁自锁阀、电动气阀等多种阀门中应用。其中某些已完成多轮地面研制试验、高低温循环试验、力学环境试验、地面试车、高模试车及整机热试车等考核, 使用优化热处理工艺的 BYR1 材料制造的电磁阀均可靠工作, 性能稳定。

## 3 结论

1) 软磁合金 BYR1 的饱和磁感应强度值较稳定, 基本不随退火温度和保温时间的变化而改变; 矫顽力对退火温度和保温时间较敏感, 随着退火温度和保温时间的增加, 矫顽力值有明显下降。

2) 在不同的热处理制度下, 晶粒尺寸越大, 晶内孪晶数量越少, 软磁合金 BYR1 的矫顽力越

小; 退火降温至 600 °C 以下温度缓慢冷却时, 可使合金的矫顽力显著下降, 磁感应强度降低。合金元素 Co 的加入使得合金的饱和磁感应强度增大。

3) 通过综合分析试验结果, BYR1 软磁合金的较优热处理方案为 1 200 °C×360 min, 至 600 °C 后的冷却速度为 150 °C/h。

### 参考文献:

- [1] 王昌辉. 电磁阀用软磁合金热处理工艺[J]. 金属加工, 2012 (13): 43-44.
- [2] 田世龙. 高温退火对高饱和磁感应强度 Fe-Co 合金磁性能的影响[J]. 功能材料, 2012, 43(S1): 81-83.
- [3] 周磊. 铁钴基软磁材料合金化的研究进展[J]. 金属功能材料, 2006, 13(6): 37-41.
- [4] 曹光明.  $\text{Ni}_{36.1}\text{Fe}_{63}\text{Si}_{0.3}\text{Mn}_{0.6}$  合金的最大磁导率及其温度稳定性[J]. 金属功能材料, 1997, 4(5): 205-207.
- [5] 陈国钧. 金属软磁材料及其热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 1956.
- [6] 曹光明. 退火对软磁合金的最大磁导率影响的机理研究[J]. 潍坊高等专科学校学报, 2000 (1): 41-42.
- [7] 韩劲. 高强度 FeCo 软磁合金高温性能研究[J]. 金属功能材料, 2012, 19(4): 1-3.
- [8] 刘天佐. 热处理工艺对 Fe-79%Ni 软磁合金磁性能的影响[J]. 磁性材料及器件, 2006, 2(37): 26-28.
- [9] 莫洛季洛娃[苏]著. 简光沂译. 精密合金手册[M]. 北京: 北京科技出版社, 1989.
- [10] 胡权霞. Fe-Co 软磁合金磁性能及机械性能的研究[J]. 金属功能材料, 2005, 12(5): 24-27.
- [11] 胡权霞. 热处理对 Fe-Co 合金磁性能的影响[J]. 电工材料, 2005, (2): 25-28.
- [12] 朱耀龙, 李护林, 郭国长, 等. 液体火箭发动机工艺与过程关键特性研究[J]. 火箭推进, 2014, 40(6): 64-67.  
ZHU Yaolong, LI Hulin, GUO Guochang, et al. Research on key features of liquid rocket engine manufacturing technique and process[J]. Journal of rocket propulsion, 2014, 40(6): 64-67.

(编辑: 马 杰)