## MATERIALS.

## **TECHNOLOGIES.**

DESIGN

УДК 621.785.532 Р.А.С.S. 81.65.-b

DOI 10.54708/26587572\_2022\_42830

## INVESTIGATION OF THE STRUCTURE OF A TWO-PHASE MAGNETIC MATERIAL BASED ON SILICON ELECTRICAL STEEL

Flyur Rashitovich Ismagilov, Vyacheslav Evgenievich Vavilov, Alexey Anatolyevich Zherebtsov, Roman Sergeevich Esipov, Alexey Alexandrovich Nikolaev, Egor Andreevich Pronin \*

Ufa State Aviation Technical University, Karl Marx str. 12, Ufa, 450008, Russia \* pronin.ea@ugatu.su

## ABSTRACT

Further development of electrical machines is impossible without the development and implementation of new promising materials with new properties. One of these materials is a two-phase magnetic material, which contains both magnetic and non-magnetic phases, and allows you to control the direction of the magnetic flux. The article presents the results of a study of the structure of a two-phase magnetic material based on silicon electrical steel 2421, obtained by ion-plasma nitriding. The article briefly describes the approach used and the progress of the work. The selection of parameters of the vacuum medium is presented with an indication of the quality of the result of processing, depending on the selected parameters of the vacuum medium, and the optimal parameters of the gas medium are determined, at which successful processing of the surface of the samples occurs during long exposure. The results of processing samples of electrical silicon electrical steel 2421 using ion-plasma nitriding with separation into magnetic and non-magnetic phases are presented. The structure of the samples was checked using an X-ray diffractometer with the determination of the composition of the surface layer of the treated samples. Determination of the thickness of the treated layer was carried out using an optical microscope. It has been established that with an increase in the exposure time, both the thickness of the treated layer and the content of the non-magnetic phase in the treated area increase. It is noted that, in addition to the formation of the treated layer, it contains various phases: in addition to the formation of a non-magnetic phase, the formation of compounds that are a magnetic phase was noted.

### **KEYWORDS**

Two-phase magnetic materials; ion-plasma nitriding; electrical machines; electrical steel; vacuum heat treatment.

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ДВУХФАЗНОГО МАГНИТНОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ КРЕМНИСТОЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ СТАЛИ

Флюр Рашитович Исмагилов, Вячеслав Евгеньевич Вавилов, Алексей Анатольевич Жеребцов, Роман Сергеевич Есипов, Алексей Александрович Николаев, Егор Андреевич Пронин \*

Уфимский государственный авиационный технический университет, Россия, 450008, Уфа, ул. Карла Маркса, 12 <sup>\*</sup> pronin.ea@ugatu.su

**30** 2022, T. 4, № 2 (8)

## АННОТАЦИЯ

Дальнейшее развитие электрических машин невозможно без разработки и внедрения новых перспективных материалов с новыми свойствами. Одним из таких материалов является двухфазный магнитный материал, который содержит как магнитную, так и немагнитную фазы, и позволяет управлять направлением магнитного потока. Представлены результаты исследования структуры двухфазного магнитного материала на основе кремнистой электротехнической стали 2421, полученной при помощи ионно-плазменного азотирования. Кратко описан используемый подход и ход работы. Представлен подбор параметров вакуумной среды с указанием качества получаемого результата обработки в зависимости от подобранных параметров вакуумной среды и определены оптимальные параметры газовой среды, при которой происходит удачная обработка поверхности образцов при длительной выдержке. Представлены результаты обработки образцов электротехнической кремнистой электротехнической стали 2421 с помощью ионно-плазменного азотирования с разделением на магнитную и немагнитную фазы. Проверка структуры образцов проводилась при помощи рентгеновского дифрактометра с определением состава поверхностного слоя обработанных образцов. Определение толщины обработанного слоя проводилось с использованием оптического микроскопа. Установлено, что при увеличении времени выдержки, увеличивается как толщина обработанного слоя, так и содержание немагнитной фазы в обработанном участке. Отмечено, что помимо образования обработанный слой содержит различные фазы: помимо образования немагнитной фазы замечено образование соединений, являющихся магнитной фазой.

## КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Двухфазные магнитные материалы; ионно-плазменное азотирование; электрические машины; электротехническая сталь; вакуумная термообработка.

### Введение

Электрические машины (ЭМ) широко внедряются как в авиационную [1-5], так и в автотранспортную [6-10] промышленность. С развитием промышленности сильно возрастает интерес к энергоэффективным и надежным устройствам, а также ставятся серьезные требования к массогабаритным и удельным выходным показателям ЭМ [11, 12]. Строгие требования существенно усложняют процесс проектирования ЭМ, поэтому необходимо искать новые перспективные решения, позволяющие удовлетворить жесткие требования. Одним из таких перспективных решений является применение двухфазного магнитного материала в конструкции ЭМ [13, 14], который позволяет существенно улучшить технические характеристики различных типов ЭМ.

Двухфазный магнитный материал представляет собой материал, обладающий различными магнитными свойствами на выбранных участках. Открывающаяся возможность выборочного контроля магнитной проницаемости определенных участков дает возможность управлять магнитным потоком в ЭМ и предоставляет инструмент для решения ряда ныне известных недостатков конструкций различных ЭМ, а также открывает простор для реализации новых проектировочных решений для ряда топологий ЭМ [14–20].

В данной статье описывается получение двухфазного магнитного материала из кремнистой электротехнической стали 2421 при насыщении поверхности стали азотом с помощью тлеющего разряда и проведен анализ структуры полученных образцов. В разде-

ле 2 описываются используемые материалы и оборудование. В разделе 3 приводится описание хода работы. В разделе 4 определяется оптимальный режим обработки стали 2421. В разделе 5 проводится обработка и анализ структуры образцов при оптимальных параметрах газовой среды. В разделе 6 приводится заключение о проделанной работе и полученных результатах.

### 1. Используемые материалы и оборудование

В качестве исследуемого материала выбраны листы кремнистой электротехнической стали 2421. Состав: Fe – 96%, Si – от 2,4 до 3,8%, примеси – остальное. Структура стали – феррит (α-Fe).

Обработка кремнистой электротехнической стали заключалась в насыщении поверхности азотом с помощью тлеющего разряда. Азотирование в тлеющем разряде проводилось на электронно-лучевой установке ЭЛУ-5М (рис. 1).



Рис. 1. Фотография установки ЭЛУ-5М

Fig. 1. Photo of the ELU-5M equipmen

Поскольку установка ЭЛУ-5М не предназначена для проведения высокотемпературной обработки, предварительно была проведена модернизация, заключающаяся в установке более длинного токоввода с керамической изоляцией.

### 2. Описание хода работы

В общем виде получение двухфазного магнитного материала из кремнистой электротехнической стали на установке ЭЛУ-5М заключается в следующем:

выбор зон с будущими магнитными и немагнитными характеристиками;

вакуумный нагрев до заданной температуры;

 термическая обработка в течение необходимого времени;

– охлаждение.

Однако из-за отсутствия достоверных данных по режимам обработки кремнистых электротехнических сталей первым делом проводится серия экспериментальных запусков (рис. 2) с целью определения оптимальных параметров вакуумной среды для длительной успешной обработки образцов.

Затем на основе подобранных оптимальных параметров вакуумной среды произведена обработка 5 образцов листов кремнистой электротехнической стали с различной длительностью выдержки. Изначально для каждого образца поддерживаются одинаковые параметры вакуумной среды. Однако для двух образцов введена дополнительная часовая обработка при другом процентном содержании компонентов газовой среды. Сделано это для оценки зависимости образования нитрида железа Fe<sub>4</sub>N в обрабатываемом слое от состава газовой смеси.

После проведено изучение структуры каждого из образцов при помощи рентгеновского дифрактометра с определением состава поверхностного слоя обработанных образцов и выявлением немагнитной фазы и оптического микроскопа.



**Рис. 2.** Установленный образец на катод: *а – перед азотированием; б – процесс обработки на установке ЭЛУ-5М* 

**Fig. 2.** Mounted sample on the cathode: a - before nitriding; 6 - processing at the ELU-5M equipment

# 3. Подбор оптимального режима обработки

Для определения оптимального режима обработки кремнистой электротехнической стали в установке ЭЛУ-5М с помощью тлеющего разряда проведена серия из 6 экспериментальных запусков с параметрами, представленными в табл. 1. При каждом запуске применялся одинаковый постоянный состав газовой смеси, состоящий из 90% N<sub>2</sub> и 10% Ar. Давление газовой смеси, температура выдержки и длительность выдержки являлись варьируемыми параметрами.

Таблица 1. Определение оптимальных параметров вакуумной среды

Table 1. Determination of the optimal parameters of the vacuum environment

№ образца / No. sample	Состав газовой смеси / The composition of the gas mixture	Давление газовой смеси, Па / Gas mixture pressure, Pa	Температура выдержки, °C / Holding temperature, °C	Длительность выдержки, ч / Holding time, h	Результат обработки / Processing result	
1	90% N <sub>2</sub> , 10% Ar	300	800	1	Перегрев катода / Overheating of the cathode	
2		200	850	1	Перегрев катода, расплавление катода / Cathode overheating, cathode melting	
3		200	900	1	Неудовлетворительное качество поверхности, запыленная поверхность, перегрев катода / Unsatisfactory surface quality, dusty surface, cathode overheating	
4		200	900	3	Неудовлетворительное качество поверхности, запыленная поверхность, перегрев катода / Unsatisfactory surface quality, dusty surface, cathode overheating	
5		950–970	930	3	Успешная обработка / Successful processing	
6				9	Успешная обработка / Successful processing	

Как видно из табл. 1, успешная обработка образцов кремнистой электротехнической стали при длительности выдержки от 3 часов осуществляется при давлении газа 950–970 Па и температуре выдержки 930 °С. При меньших давлениях газовой смеси наблюдается перегрев катода и/или неудовлетворительное качество обработанной поверхности с наличием запыления.

# 4. Обработка и анализ структуры экспериментальных образцов

Перед азотированием 5 экспериментальных образцов в тлеющем разряде на каждом образце выборочно локализованы ожидаемая магнитная фаза (маскированная зона) и немагнитная фаза (немаскированная зона).

Во время проведения обработки каждого из образцов поддерживаются одинаковые давления и температуры, определенные ранее как оптимальные. Различается длительность выдержки, а также для двух образцов введена дополнительная обработка в течение одного часа при другом соотношении компонентов газовой смеси и при другом подведенном напряжении. Параметры обработки 5 экспериментальных образцов представлены в табл. 2.

По завершению обработки экспериментальных образцов на оптическом микроскопе отчетливо видны зоны, обладающие магнитными и немагнитными свойствами (рис. 3). Замаскированные участки поверхности, являющиеся магнитной фазой, остались блестящими, а участки поверхности, подвергнутые насыщению азотом с помощью тлеющего разряда, приобрели темный оттенок и немагнитные свойства. Два образца (образец 3 и образец 5), подвергнутые дополнительной часовой обработке при другом составе газовой смеси, также успешно обработаны.

#### Таблица 2. Параметры обработки экспериментальных образцов

 Table 2. Processing parameters for experimental samples

№ образца / No. sample	Состав газовой смеси / The composition of the gas mixture	Давление газовой смеси, Па / Gas mixture pressure, Pa	Температура выдержки, °C / Holding temperature, °C	Длительность выдержки, ч / Holding time, h	Напряжение, В / Voltage, V
1	90% N <sub>2</sub> ,	950	930	3	745±5
2	10% Ar			6	745±5
3	90% N <sub>2</sub> , 10% Ar (70% N <sub>2</sub> , 30% Ar)			6 (+1)	745±5 (+720±5)
4	90% N <sub>2</sub> , 10% Ar			9	745±5
5	90% N <sub>2</sub> , 10% Ar (70% N <sub>2</sub> , 30% Ar)			9 (+1)	745±5 (+720±5)



Рис. 3. Фотографии поперечного шлифа образца № 3

Fig. 3. Photos of the transverse section of sample No. 3

Для изучения структуры образцов после обработки проводили исследования на рентгеновском дифрактометре *Rigaku Ultima IV* с фокусировкой гониометра по Брегту – Брентано с неподвижной рентгеновской трубкой, вращающимся образцом и счетчиком. На областях интенсивной рентгеновской дифракции съемки проводили с шагом 0,02° и длительностью накопления рефлексов 10 с, а для областей фонового шума 0,1° и длительностью 5 с.

Анализ рентгенограмм (рис. 4) показал, что после азотирования в тлеющем разряде при 930 °С в течение 3–10 часов на поверхности кремнистой электротехнической стали формируется модифицированный слой, состоящий из смеси фаз  $\gamma$ '-Fe<sub>4</sub>N,  $\gamma$ -Fe и  $\alpha$ -Fe (остаточный феррит). Установлено, что с увеличением времени выдержки обработки увеличивается содержание  $\gamma$ -Fe фазы.  $\gamma$ -Fe – это аустенит, является немагнитной фазой. При этом уширенные рефлексы аустенита свидетельствуют о том, что он легирован азотом. Азот в этом случае является стабилизатором аустенита. В большей степени в модифицированном слое образуется нитрид железа Fe<sub>4</sub>N, который является магнитной фазой. Таким образом, на поверхности кремнистой электротехнической стали образуется смесь магнитных (азотистый аустенит) и немагнитных (нитрид железа) фаз.



Рис. 4. Дифрактограммы поверхности образцов: в исходном состоянии и после обработки при различных режимах

Fig. 4. Diffractograms of the sample surface: in the initial state and after processing under various modes

С целью определения толщины модифицированных слоев проведены исследования образцов в поперечном сечении на оптическом микроскопе. Шлифы предварительно травили в растворе азотной кислоты. Анализ оптических фотографий шлицов (рис. 5) показал, что наибольшая толщина азотированного слоя получена у образца № 5 и составляет около 40–45 мкм.



Рис. 5. Оптическая фотография поперечного шлифа образца № 5: *а – увеличение 20 крат; б – 50 крат* 

**Fig. 5.** Optical photograph of a transverse section of sample No. 5:  $a - magnification \ 20x; \ 6 - 50x$ 

Как отмечено ранее, из-за наибольшей длительности обработки, среди всех образцов содержание немагнитной γ-Fe фазы у образца № 5 также самое высокое. При толщине пластины равной 180 мкм осталось около 100–120 мкм необработанного материала. Красным линиями отмечены границы азотированного слоя.

### Заключение

В данной статье представлены результаты исследования структуры двухфазного магнитного материала на основе кремнистой электротехнической стали 2421, полученного в ходе ионно-плазменного азотирования. Проведена серия экспериментальных запусков при различных параметрах среды обработки и определены параметры среды, при которых возможна успешная обработка образцов. После проведена обработка 5 образцов с различной длительностью, чтобы определить различия результатов обработки.

Наилучшим по совокупности параметров толщины слоя и наибольшего содержания немагнитной фазы является образец № 5, который прошел самую длительную обработку. В поверхностной зоне кремнистой электротехнической стали в результате азотирования в тлеющем разряде при температуре 930 °C в течение 10 часов образуется слой толщиной 40-45 мкм и имеющий структуру, содержащую различные фазы. Преимущественно слой состоит из нитрида железа Fe<sub>4</sub>N и азотистого аустенита γ-Fe и небольшого количества остаточного феррита α-Fe. Отмечено, что с увеличением времени выдержки обработки увеличивается содержание γ-Fe фазы.

По полученным результатам и анализам диаграммы состояния железо-азот было установлено, что подобранный состав газовой смеси с содержанием большого количества азота приводит к формированию преимущественно нитридов железа.

Планируются дальнейшие исследования, в ходе которых будет увеличена толщина обработанного слоя, предотвращен процесс образования нитрида железа Fe<sub>4</sub>N, и исследованы электромагнитные и прочностные характеристики двухфазных магнитных материалов на основе кремнистой электротехнической стали 2421.

### Благодарности / Acknowledgments

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, проект № 21-19-00454.

*This work was supported by Russian Science Foundation, project No. 21-19-00454.* 

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Electrical machines and power electronics for starter-generators in more electric aircrafts: A technology review / J. K. Nøland et al. // IECON 2019, 45th Annual Conference of the IEEE Industrial Electronics Society, 2019. V. 1, p. 6994–7001. DOI: 10.1109/ IECON.2019.8926789.

2. High-power machines and starter-generator topologies for more electric aircraft: A technology outlook / J. K. Nøland et al. // IEEE access. 2020. V. 8. P. 130104–130123. DOI: 10.1109/ACCESS.2020.3007791.

3. Review of electric machines in more-/hybrid-/ turbo-electric aircraft / E. Sayed et al. // IEEE Transactions on Transportation Electrification. 2021. V. 7, Iss. 4. P. 2976–3005. DOI: 10.1109/TTE.2021.3089605.

4. Electric/hybrid-electric aircraft propulsion systems / P. Wheeler et al. // Proceedings of the IEEE. 2021. V. 109, Iss. 6. P. 1115–1127. DOI: 10.1109/JPROC.2021.3073291.

5. Electrical and electronic technologies in moreelectric aircraft: A review / K. Ni et al. // IEEE Access. 2019. V. 7. P. 76145–76166. DOI: 10.1109/AC-CESS.2019.2921622.

6. Cinti L., Bianchi N. Hybrid-excited pm motor for electric vehicle // Energies. 2021. V. 14, Iss. 4. Article number 916. DOI: 10.3390/en14040916.

7. A review on machine topologies and control techniques for low-noise switched reluctance motors in electric vehicle applications / C. Gan et al. // IEEE Access. 2018. V. 6. P. 31430–31443. DOI: 10.1109/AC-CESS.2018.2837111.

8. El-Refaie A., Osama M. High specific power electrical machines: A system perspective // CES Transactions on Electrical Machines and Systems. 2019. V. 3, Iss. 1. P. 88–93. DOI: 10.30941/CESTEMS.2019.00012.

9. Agamloh E., Von Jouanne A., Yokochi A. An overview of electric machine trends in modern electric vehicles // Machines. 2020. V. 8, Iss. 2. Article number 20. DOI: 10.3390/machines8020020.

10. Thakar D. U., Patel R. A. Comparison of Advance and Conventional Motors for Electric Vehicle Application // 3rd International Conference on Recent Developments in Control, Automation & Power Engineering (RDCAPE), 2019. P. 137–142. DOI: 10.1109/RDCAPE47089.2019.8979092.

11. Technical and environmental assessment of allelectric 180-passenger commercial aircraft / A. R. Gnadt et al. // Progress in Aerospace Sciences. 2019. V. 105. P. 1–30. DOI: 10.1016/j.paerosci.2018.11.002.

12. Sarlioglu B., Morris C. T. More electric aircraft: Review, challenges, and opportunities for commercial transport aircraft // IEEE transactions on Transportation Electrification. 2015. V. 1, Iss. 1. P. 54–64. DOI: 10.1109/ TTE.2015.2426499.

13. Ramesh P., Lenin N. C. High power density electrical machines for electric vehicles – Comprehensive review based on material technology // IEEE Transactions on Magnetics. 2019. V. 55, Iss. 11. P. 1–21. DOI: 10.1109/TMAG.2019.2929145.

14. El-Refaie A. Role of advanced materials in electrical machines // CES Transactions on Electrical Machines and Systems. 2019. V. 3, Iss. 2. P. 124–132. DOI: 10.30941/CESTEMS.2019.00018.

15. El-Refaie A. M., Jahns T. M. Application of bistate magnetic material to automotive offset-coupled IPM starter/alternator machine // 38th IAS Annual Meeting on Conference Record of the Industry Applications Conference, 2003. P. 584–591. DOI: 10.1109/IAS.2003.1257559.

16. El-Refaie A. M., Jahns T. M. Application of bistate magnetic material to an automotive IPM starter/ alternator machine // IEEE Transactions on Energy Conversion. 2005. V. 20, Iss. 1. P. 71–79. DOI: 10.1109/ TEC.2004.841512.

17. Design of synchronous reluctance motor utilizing dual-phase material for traction applications / P. B. Reddy et al. // IEEE Transactions on Industry Applications. 2017. V. 53, Iss. 3. P. 1948–1957. DOI: 10.1109/TIA.2017. 2661719.

18. Performance testing and analysis of synchronous reluctance motor utilizing dual-phase magnetic material / P. B. Reddy et al. // IEEE Transactions on Industry Applications. 2018. V. 54, Iss. 3. P. 2193–2201. DOI: 10.1109/TIA.2018.2801264.

19. Hemmati R., Vahid S., Ayman E. L. R. Comparison of Designs Utilizing Dual Phase Magnetic Material in High Specific Power Electrical Machines for Aerospace Applications // 2020 International Conference on Electrical Machines (ICEM), 2020. V. 1, p. 2399–2405. DOI: 10.1109/ICEM49940.2020.9270746.

20. Hemmati R., Vahid S., Ayman E. L. R. A Novel Design for a High Specific Power Interior Permanent Magnet Machine for Aerospace Applications // IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE), 2020. P. 1735–1742. DOI: 10.1109/ECCE44975.2020.9235961.