

KHẢO SÁT CÔNG NGHỆ CHẾ TẠO HỢP KIM TỪ MỀM Ni-15Fe-4Mo (79HM) TRONG LÒ CẢM ỨNG CHÂN KHÔNG

EXPERIMENTAL STUDY ON THE FABRICATION OF Ni-15Fe-4Mo SOFT MAGNETIC ALLOY (79HM) IN VACUUM INDUCTION MELTING FURNACE

PHÙNG TUẤN ANH^{1*}, TRẦN VĂN NGHĨA¹, NGUYỄN THANH HÙNG¹, LỤC VĂN THƯƠNG²¹Học viện Kỹ thuật Quân sự, Bộ Quốc phòng²Phòng Thí nghiệm trọng điểm Công nghệ Hàn và Xử lý bề mặt, Viện Nghiên cứu Cơ khí, Bộ Công thương*Email liên hệ: phungtuantuanhmta@gmail.com**Tóm tắt**

Bài báo này trình bày khảo sát thực nghiệm công nghệ chế tạo hợp kim từ mềm hệ Ni-Fe-Mo trong lò nấu chảy cảm ứng chân không. Thông qua quá trình tính toán phối liệu, nấu chảy và rót khuôn, nhóm tác giả đã chế tạo được hợp kim từ mềm Ni-15Fe-4Mo có thành phần tương đương mác hợp kim từ mềm permalloy 79HM theo tiêu chuẩn Nga. Nhiệt độ nấu chảy và rót đúc đối với hợp kim này là 1540°C-1560°C. Tổ chức tế vi của hợp kim ở trạng thái đúc mang đặc điểm thiên tích nhánh cây. Sau ủ đồng nhất ở nhiệt độ khoảng 1200°C với thời gian giữ nhiệt 4h, tổ chức tế vi của hợp kim trở nên đồng nhất, cải thiện được nhánh cây. Các kết quả này là cơ sở cho các nghiên cứu tiếp theo nhằm xác định các tính chất của hợp kim từ mềm permalloy 79HM ứng dụng trong kỹ thuật.

Từ khóa: Hợp kim từ mềm Ni-15Fe-4Mo, hợp kim từ mềm permalloy 79HM, nhiệt độ đúc, ủ đồng nhất, tổ chức tế vi, độ cứng, tính chất từ.

Abstract

In this paper, technology for manufacturing soft magnetic alloy of the Ni-Fe-Mo system in the vacuum induction furnace (VIF) was studied. Through the process of calculating ingredient of materials, then melting and pouring into the mold, the authors have manufactured a Ni-15Fe-4Mo alloy with a composition equivalent to the 79HM permalloy soft magnetic alloy according to Russian standards. The melting and pouring temperature for this alloy is in the range from 1540°C to 1560°C. In the cast state, the microstructural features exhibit typical dendrites. After homogenization annealing at a temperature of about 1200°C for a holding time of 4 hours, the alloy has non-dendritic structure. These results

are the basis for further research to determine the properties of 79HM permalloy soft magnetic alloy for engineering applications.

Keywords: Ni-15Fe-4Mo soft magnetic alloy, 79HM permalloy soft magnetic alloy, cast temperature, homogenization annealing, microstructure, hardness, magnetic properties.

1. Đặt vấn đề

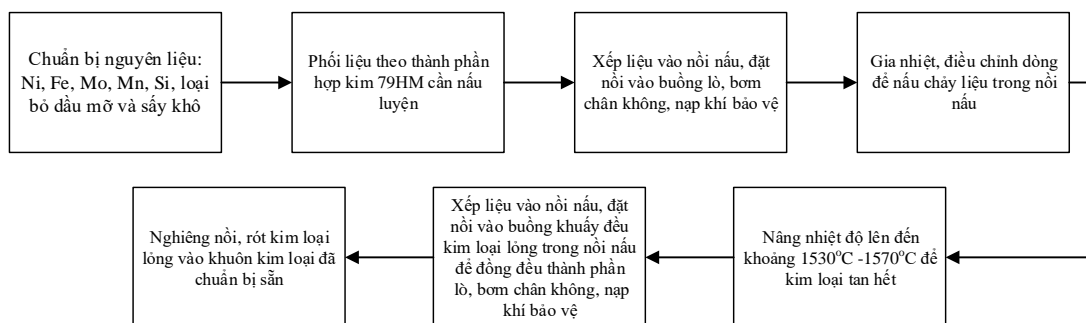
Permalloy là tên gọi chung của các hợp kim của niken và sắt, có thành phần hợp thức là Ni_xFe_{1-x} với giá trị x thay đổi từ 20% đến 85%, được phát minh vào năm 1914 bởi nhà vật lý Gustav Elmen tại Phòng thí nghiệm Điện thoại Bell (Bell Telephone Laboratories, Hoa Kỳ) [1]. Permalloy được đặc trưng bởi tính thấm từ rất cao, nên được sử dụng làm vật liệu lõi từ trong thiết bị điện và điện tử, cũng như trong việc che chắn từ tính để chặn từ trường [2, 3].

Hợp kim từ mềm permalloy 79HM theo tiêu chuẩn Nga là hợp kim trên cơ sở hệ Ni-Fe-Mo. Hợp kim có thể được chế tạo bằng nhiều phương pháp khác nhau như luyện kim bột, hợp kim hóa cơ học, ép phun, nấu chảy bằng laser có chọn lọc hoặc nấu chảy trong các lò điện chân không [4-10].

Cho đến nay, hợp kim permalloy 79HM vẫn được nghiên cứu rộng rãi trên thế giới, tuy nhiên, trong điều kiện Việt Nam, vẫn chưa có các nghiên cứu được công bố rộng rãi về hợp kim này. Bài báo này tiến hành nghiên cứu khảo sát tính toán phối liệu, nấu luyện và ủ đồng nhất hợp kim permalloy 79HM, và trên cơ sở đó sơ bộ khảo sát một số tính chất của hợp kim. Các kết quả thu được là cơ sở khẳng định khả năng chế tạo hợp kim này ở điều kiện trong nước và phục vụ các hướng nghiên cứu tiếp theo trong tương lai.

2. Thực nghiệm

Quá trình nghiên cứu chế tạo hợp kim được thực hiện như sau: 1) Tính toán phối liệu theo thành phần hợp



Hình 1. Sơ đồ quá trình nấu luyện hợp kim từ mềm 79HM

kim từ mềm permalloy 79HM, sau đó tiến hành nấu luyện và đúc thổi trong khuôn kim loại và 2) Trên cơ sở hợp kim đúc thu được, tiến hành nghiên cứu xử lý ủ đồng nhất và xác định một số tính chất của hợp kim này.

Hợp kim được nấu luyện từ các kim loại có độ sạch cao như: Ni 99,94%; Fe 99,95%; Mo 99,95%; Si 99,93% và Mn 99,97%.

Quá trình chế tạo hợp kim được tiến hành như trong sơ đồ Hình 1.

Chế độ nấu luyện hợp kim cụ thể như sau:

- Các kim loại đã tính toán phối liệu được xếp vào trong nồi Al_2O_3 , sau đó đặt nồi Al_2O_3 vào trong nồi graphit và sau cùng đặt toàn bộ 2 nồi đã ghép vào trong nồi SiO_2 . Đưa toàn bộ hệ nồi nấu vào đúng vị trí trong buồng lò, đóng cửa buồng lò và tiến hành bơm chân không. Khi độ chân không đạt $6 \times 10^{-3} Pa$ thì tắt bơm chân không và nạp khí argon (Ar) bảo vệ, áp suất duy trì trong buồng lò khoảng $-0,03 Pa$ đến $-0,02 Pa$.

- Bật nguồn điện và tiến hành gia nhiệt nấu chảy kim loại bằng cách điều chỉnh thông số dòng điện. Giá trị dòng điện ban đầu khi bắt đầu gia nhiệt là 3,8A, tiếp tục điều chỉnh dòng điện tăng dần với mức điều chỉnh 0,5A trong khoảng thời gian 5 phút. Khi dòng điện đạt giá trị khoảng 7,2A-7,5A bắt đầu bật chế độ đo nhiệt độ bằng nhiệt kế hồng ngoại.

- Khi các kim loại cơ bản đã tan chảy hết trong khoảng nhiệt độ $1540^{\circ}C$ - $1560^{\circ}C$, dùng que khuấy để khuấy đều hợp kim lỏng trong nồi nấu. Giữ nhiệt thêm khoảng 10 phút, sau đó dùng cơ cấu quay rót kim loại lỏng vào khuôn đồng (được làm mát bằng nước) đã đặt sẵn ngay dưới miệng nồi rót để đúc thành thổi.

Tiếp theo sau quá trình nấu luyện và đúc thổi, hợp kim được cắt ra để tiến hành ủ đồng nhất. Thiết bị nấu luyện là lò nấu chảy cảm ứng chân không VIF-2 (Trung Quốc) như trong Hình 2. Thiết bị ủ đồng nhất là lò Chamber furnace N 61/H của hãng Nabertherm với thiết bị hút chân không và bơm khí argon trong suốt quá trình ủ như trong Hình 3.



Hình 2. Kết cấu lò nấu chảy cảm ứng chân không VIF-2 (Trung Quốc)



Hình 3. Lò Chamber furnace N 61/H (hãng Nabertherm)



Hình 4. Máy đo độ cứng Vickers Wilson Wolpert (Trung Quốc)

Bảng 1. Thành phần hóa học hợp kim từ mềm 79HM (ГОСТ 10994-74)

| Mức hợp kim | Thành phần hóa học, % (Khối lượng) | | | | | | | | | | |
|-------------|------------------------------------|-----------|----------|------|------|-----------|---------|------|------|------|---------|
| | C | Si | Mn | S | P | Ni | Mo | Al | Cu | Ti | Fe |
| 79HM | 0,03 | 0,30-0,50 | 0,6- 1,1 | 0,02 | 0,02 | 78,5-80,0 | 3,8-4,1 | 0,15 | 0,20 | 0,15 | Còn lại |

Bảng 2. Bảng tính toán phối liệu cho mẻ nấu 500g

| Nguyên tố | Si | Mn | Ni | Mo | Fe | Tổng |
|-------------------------|------|------|--------|-------|-------|--------|
| Khối lượng tính toán, g | 2,00 | 4,25 | 396,33 | 19,76 | 77,77 | 500,11 |

Bảng 3. Thành phần hóa học của hợp kim thực nghiệm

| Thành phần hóa học, % (Khối lượng) | | | | | | | | |
|------------------------------------|------|-------|-------|------|------|------|------|-------|
| Si | Mn | P | S | Cr | Mo | Ni | Cu | Fe |
| 0,34 | 0,62 | 0,003 | 0,002 | 0,04 | 3,90 | 79,2 | 0,01 | 15,93 |

**Hình 5. Kính hiển vi quang học Axio Imager A2M (Hãng Carl Zeiss)****Hình 6. Tủ kế mẫu rung VSM US/7407, Lake Shore Cryotronics, Mỹ**

Độ cứng của mẫu hợp kim được xác định trên máy đo độ cứng Vickers Wilson Wolpert (Trung Quốc, Hình 4). Tổ chức tế vi được soi chụp trên kính hiển vi quang học Axio Imager A2M (Hãng Carl Zeiss, Hình 5). Tính chất từ được xác định thông qua thiết bị đo từ kế mẫu rung VSM US/7407, Lake Shore Cryotronics, Mỹ tại Trường Đại học Quốc gia Chungnam (Hàn Quốc) (Hình 6).

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Khảo sát thành phần hóa học

Thành phần hóa học của hợp kim từ mềm 79HM

được cho trong Bảng 1. Kết quả tính toán phối liệu với các kim loại Ni, Fe, Mo, Si và Mn nguyên chất cho mẻ nấu 500g được cho trong Bảng 2. Theo tham khảo các tài liệu đã được công bố, các hợp kim permalloy tương đương mức hợp kim 79HM có nhiệt độ rót đúc khoảng 1550°C. Do vậy, nhiệt độ rót đúc được lựa chọn là 1540°C-1560°C. Thành phần hóa học hợp kim thực nghiệm thu được sau nấu luyện xác định bằng phương pháp quang phổ phát xạ được cho trong Bảng 3.

Có thể thấy, so với hợp kim tiêu chuẩn trong Bảng 1, hợp kim thực nghiệm (Bảng 3) có thành phần tương ứng với mức hợp kim từ mềm permalloy 79HM theo tiêu chuẩn Nga (ГОСТ 10994-74).

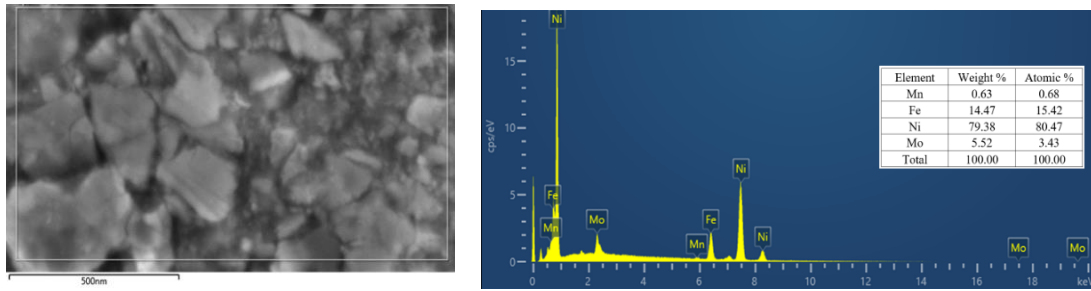
3.2. Phân tích EDX

Phân tích EDX được sử dụng để mô tả thành phần nguyên tố của hợp kim thử nghiệm. Ảnh EDX của hợp kim thực nghiệm ở trạng thái ủ đồng nhất được cho trên Hình 7. Thành phần các nguyên tố chính là Ni (78,38%), Fe (14,47%), Mo (5,57%), Mn (0,63%) cho thấy đây chính là thành phần hóa học của hợp kim tiêu chuẩn permalloy 79HM.

3.3. Khảo sát tổ chức tế vi

Tổ chức tế vi của hợp kim ở trạng thái đúc được cho trên Hình 8. Có thể thấy, ở trạng thái đúc, hợp kim có tổ chức tế vi mang đặc điểm thiên tích nhánh cây điển hình với độ cứng trung bình đạt 200HV5.

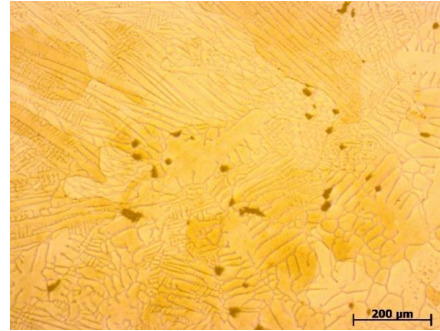
Theo một số tài liệu đã được công bố, nhiệt độ ủ đồng nhất thường chọn trong khoảng 1100°C-1250°C [11-15]. Trong công trình này, nhằm phục vụ khảo sát ủ đồng nhất đối với hợp kim từ mềm permalloy 79HM chế tạo được, nhiệt độ ủ đồng nhất được lựa chọn là 1200°C. Tổ chức tế vi của các mẫu được ủ theo các thời gian khác nhau được cho trên các hình từ Hình 9 đến Hình 13.



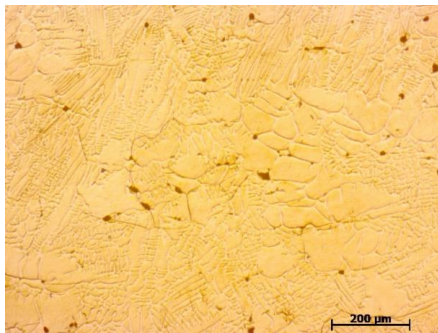
Hình 7. Ảnh EDX của hợp kim thực nghiệm



Hình 8. Tổ chức tế vi của hợp kim 79HM ở trạng thái đúc, x100



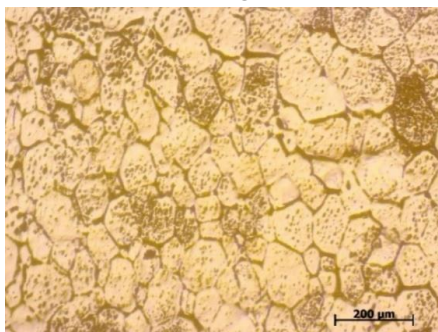
Hình 9. Tổ chức tế vi của hợp kim 79HM sau ủ ở 1200°C trong 1h, x100



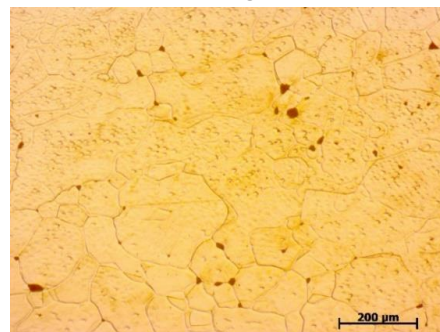
Hình 10. Tổ chức tế vi của hợp kim 79HM sau ủ ở 1200°C trong 2h, x100



Hình 11. Tổ chức tế vi của hợp kim 79HM sau ủ ở 1200°C trong 3h, x100



Hình 12. Tổ chức tế vi của hợp kim 79HM sau ủ ở 1200°C trong 4h, x100



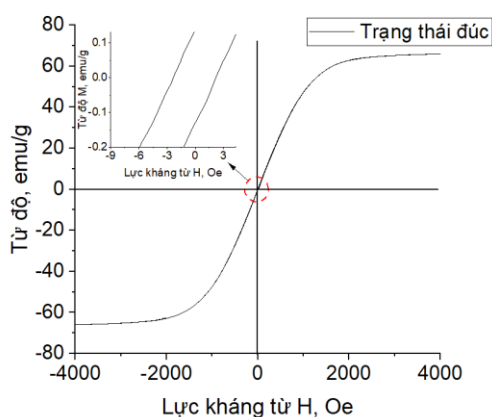
Hình 13. Tổ chức tế vi của hợp kim 79HM sau ủ ở 1200°C trong 5h, x100

Với thời gian ủ ngắn (Hình 9), tổ chức tế vi của mẫu gần như ít thay đổi, đặc trưng nhánh cây vẫn rất rõ rệt. Khi tăng thời gian ủ, đặc điểm thiên tích nhánh cây điển hình giảm dần và mất hẳn khi thời gian ủ là 4h (Hình 12) với độ cứng đạt trung bình 187HV5. Tiếp

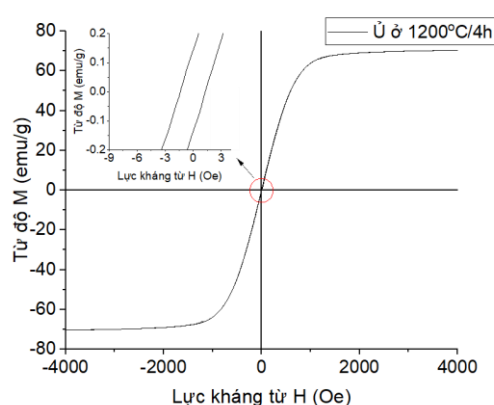
tục tăng thời gian ủ đồng nhất, kích thước hạt càng trở nên thô to hơn (Hình 13).

3.4. Khảo sát tính chất từ

Đường cong từ trễ của các mẫu hợp kim sau đúc



Hình 14. Đường cong từ trễ của mẫu hợp kim 79HM ở trạng thái đúc



Hình 15. Đường cong từ trễ của mẫu hợp kim 79HM sau ủ ở 1200°C trong 4h

Bảng 4. Các thông số từ của mẫu đúc và mẫu ủ đồng nhất

| Trạng thái mẫu | Từ độ bão hòa, emu/g | Lực kháng từ, A/m |
|---------------------|----------------------|-------------------|
| Mẫu sau đúc | 68,32 | 184 |
| Mẫu sau ủ đồng nhất | 70,25 | 120 |

và sau ủ đồng nhất được xác định bằng phương pháp từ kế mẫu rung (VSM) được cho trong Hình 14, Hình 15 và Bảng 4. Ở trạng thái đúc, từ độ bão hòa và lực kháng từ của hợp kim đạt giá trị lần lượt là 68,32emu/g và 184A/m (Hình 14). Sau ủ đồng nhất ở 1200°C trong 4h, từ độ bão hòa và lực kháng từ của hợp kim thay đổi đạt 70,25emu/g và 120A/m, tương ứng (Hình 15).

4. Kết luận

Trên cơ sở nghiên cứu thực nghiệm, nhóm tác giả đã chế tạo được mác hợp kim từ mềm Ni-15Fe-4Mo tương ứng hợp kim permalloy 79HM theo tiêu chuẩn Nga với một số đặc trưng sau:

- Nhiệt độ nấu chảy và rót đúc hợp kim nằm trong khoảng 1540°C-1560°C với độ cứng sau đúc khoảng 200HV5.

- Nhiệt độ ủ đồng nhất thoi đúc khoảng 1200°C, thời gian giữ nhiệt 4h và làm nguội theo lò với độ cứng sau ủ đồng nhất khoảng 187HV5.

- Từ độ bão hòa và lực kháng từ của hợp kim sau đúc đạt 68,32emu/g và 184A/m và sau ủ đồng nhất đạt 70,25emu/g và 120A/m.

Các kết quả này là cơ sở cho các nghiên cứu tiếp theo trong khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến tính chất của hợp kim permalloy 79HM ứng dụng trong kỹ thuật.

Lời cảm ơn

Công trình này được hỗ trợ bởi Quỹ hỗ trợ NCKH của Học viện Kỹ thuật Quân sự theo mã số **2021.Q.02** (Quyết định số 2243/QĐ-HV ký ngày 6/11/2021).

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] G.W. Elmen, H. D. Arnold (1923). *Permalloy, A New Magnetic Material of Very High Permeability*. Bell System Tech. J. USA: American Tel. & Tel. Vol.2 (3), pp.101-111.
<https://doi.org/10.1002/j.1538-7305.1923.tb03595.x>.
- [2] David C (1998). *Jiles. Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*. CRC Press, 2nd edition, 570 pages, p.354. ISBN 978-0-412-79860-3.
- [3] Sun, Z., Reisner, M., Fierlinger, P., Schnabel, A., Stuibler, S., Li, L (2016). *Dynamic modeling of the behavior of permalloy for magnetic shielding*. Journal of Applied Physics, Vol.119(19), 193902.
<https://doi.org/10.1063/1.4949516>.
- [4] Denisa Oleksakova, Peter Kollar, Jan Fuzer (2017). *Structure and magnetic properties of powdered and compacted FeNi alloys*. Journal of Electrical Engineering, Vol. 68, No.2, 163-166.
<https://doi.org/10.1515/jee-2017-0024>.
- [5] Vahdati Parastoo, Ghasemi Ali, Sharifi Ehsan Mohammad (2018). *Magnetic and mechanical properties of cold-rolled permalloy*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol.468, pp.155-163.
<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.07.088>.
- [6] Ma Jidong, Qin Mingli, Zhang Lin, Zhang Ruijie, Tian Lusha, Zhang Xiaofeng, Li Xingquan, Qu

- Xuanhui, Khan Dil Faraz (2013). *Magnetic properties of Fe-50%Ni alloy fabricated by metal injection molding*. Materials & Design, Vol.51, pp.1018-1022.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.05.017>.
- [7] I. Chicinas, V. Pop, O. Isnard (2004). *Synthesis of the superalloy powders by mechanical alloying*. J. Mater. Sci. 39, pp.5305-5309.
<https://doi.org/10.1023/B:JMSS.0000039234.58490.78>.
- [8] N. C. Ghosha, H. N. Das, M. A. Gafur, A. K. M. Akther Hossain (2014). *Formation and magnetic properties of nanocrystalline 78.5 permalloy by mechanical alloying*. 10th International Conference on Mechanical Engineering, ICME 2013, Procedia Engineering 90, pp.136-139.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.11.826>.
- [9] S.D. Kaloshkin, V.V. Tcherdyntsev, I.A. Tomilin, Yu.V. Baldokhin, E.V. Shelekhov (2001). *Phase transformations in Fe-Ni system at mechanical alloying and consequent annealing of elemental powder mixtures*. Physica B, Vol.299, pp.236-241.
[https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(01\)00473-2](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(01)00473-2).
- [10] Florin Popa, Ionel Chicinas, Olivier Isnard, Viorel Pop (2012). *Heat-treatment influence on Ni-Fe-Cu-Mo nanocrystalline alloy obtained by mechanical alloying*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol.110(1), pp.295-299.
<https://doi.org/10.1007/s10973-012-2289-3>.
- [11] Armand A. Lykens (1962). *Cooling Rate Effect on Initial Permeability of 4-79 Molybdenum Permalloy*. Journal of Applied Physics, Vol.33, No.3, pp.1232-1233.
<https://dx.doi.org/10.1063/1.1728673>
- [12] LI Xiaoming, BAI Taotao, CUI Yaru, YANG Wentao, CHENG Xuegui (2015), WANG Kegong. *Factors Affecting Magnetic Property of High Nickel Soft Magnetic Alloy*. Hot Working Technology. Vol.44. No.2, pp.32-36.
<https://link.oversea.cnki.net/doi/10.14158/j.cnki.1001-3814.2015.02.009>.
- [13] Bo Li, Wangqi Fu, Haisheng Xu, Bo Qian, Fuzhen Xuan (2020). *Additively manufactured Ni-15Fe-5Mo Permalloy via selective laser melting and subsequent annealing for magnetic-shielding structures: Process, microstructural and soft-magnetic characteristics*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol.494, p.165754.
<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.165754>.
- [14] Chenghui Lei, Bing Wang, Yue Chen (2012). *Effect of heat treatment on ac and dc magnetic properties of high permeability soft magnetic alloys 1J85*. Procedia Engineering, Vol.27, pp.652-657.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.12.501>.
- [15] Peter Slovenský, Peter Kollár, Miloš Jakubčín, Ján Fúzer, Denisa Olekšáková, Mária Fáberová, Radovan Bures (2020). *Characterization of Structure and Magnetic Properties of Warm Compacted Ni-Fe-Mo Soft Magnetic Alloy*. Acta Physica Polonica Series A, Vol.137(5), pp.876-878.
<https://dx.doi.org/10.12693/APhysPolA.137.876>.

| | |
|--------------------|------------|
| Ngày nhận bài: | 07/12/2024 |
| Ngày nhận bản sửa: | 25/12/2024 |
| Ngày duyệt đăng: | 09/01/2025 |