



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22C 30/00 (2024.01); H01F 1/14708 (2024.01); C22B 9/20 (2024.01)

(21)(22) Заявка: 2024104224, 20.02.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.02.2024Дата регистрации:
12.08.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 20.02.2024

(45) Опубликовано: 12.08.2024 Бюл. № 23

Адрес для переписки:

308015, г.Белгород, ул. Победы, 85, НИУ
"БелГУ", Крылова Анна Сергеевна

(72) Автор(ы):

Семенов Анастасия Олеговна (RU),
Жеребцов Сергей Валерьевич (RU),
Степанов Никита Дмитриевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

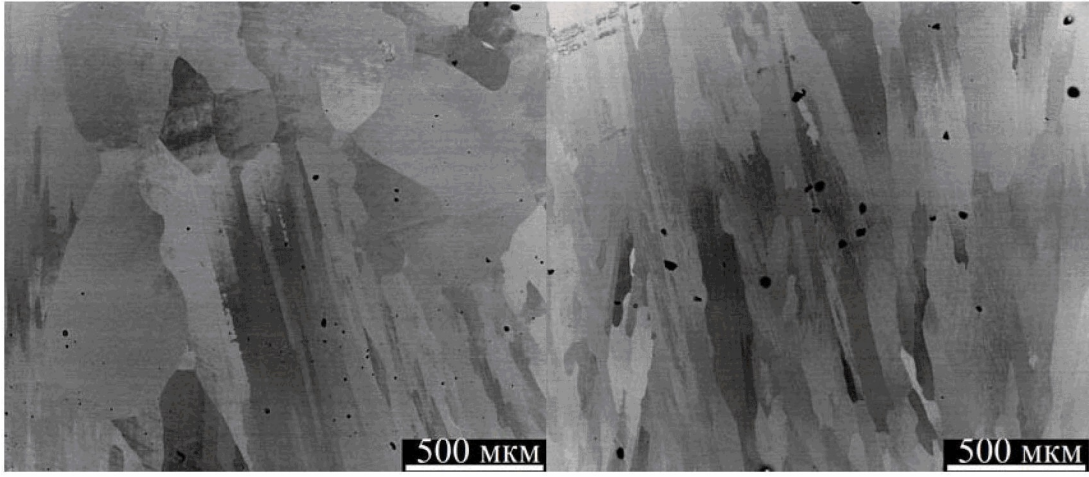
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Белгородский государственный
национальный исследовательский
университет" (НИУ "БелГУ") (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: Chaudhary V. Magnetic and
mechanical properties of additively manufactured
Alx(CoFeNi) complex concentrated alloys. Scripta
Materialia. 224(2023), 115149. RU 2566140 C1,
20.10.2015. RU 2731924 C1, 09.09.2020. CN
110373557 A, 25.10.2019. US 20190040500 A1,
07.02.2019. CN 106048380 A, 26.10.2016.

(54) Магнитомягкий высокоэнтروпийный сплав

(57) Реферат:

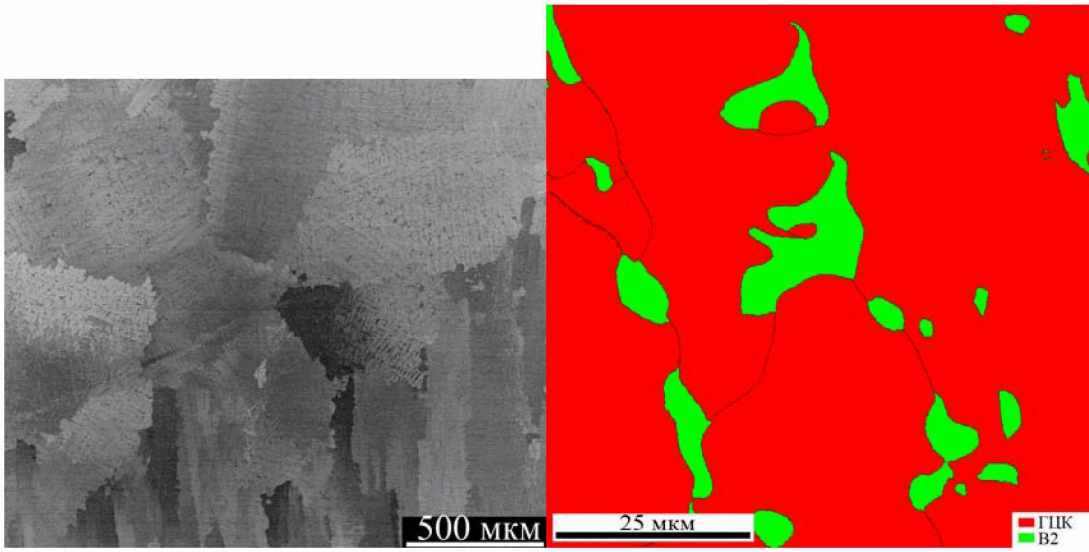
Изобретение относится к металлургии, а именно к магнитомягким высокоэнтропийным сплавам. Предложен магнитомягкий высокоэнтропийный сплав $(\text{CoFeNi})_{100-2n}\text{Al}_n\text{Ti}_n$,

где $n = 3, 5$ или 7 ат.%, при этом он получен методом вакуумно-дугового переплава. Сплав обладает высокими механическими и магнитными свойствами. 3 ил., 3 пр.



а

б



в

г

Фиг. 1

RU 2824638 C1

RU 2824638 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22C 30/00 (2006.01)
H01F 1/147 (2006.01)
C22B 9/20 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C22C 30/00 (2024.01); H01F 1/14708 (2024.01); C22B 9/20 (2024.01)

(21)(22) Application: **2024104224, 20.02.2024**

(24) Effective date for property rights:
20.02.2024

Registration date:
12.08.2024

Priority:

(22) Date of filing: **20.02.2024**

(45) Date of publication: **12.08.2024** Bull. № 23

Mail address:

**308015, g.Belgorod, ul. Pobedy, 85, NIU "BelGU",
Krylova Anna Sergeevna**

(72) Inventor(s):

**Semeniuk Anastasiia Olegovna (RU),
Zherebtsov Sergei Valerevich (RU),
Stepanov Nikita Dmitrievich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia "Belgorodskii gosudarstvennyi
natsionalnyi issledovatel'skii universitet" (NIU
"BelGU") (RU)**

(54) **SOFT MAGNETIC HIGH-ENTROPY ALLOY**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to metallurgy, namely to magnetically soft high-entropy alloys. Disclosed is a soft magnetic high-entropy alloy $(\text{CoFeNi})_{100-2n}\text{Al}_n\text{Ti}_n$, where $n = 3, 5$ or 7 at.%, wherein

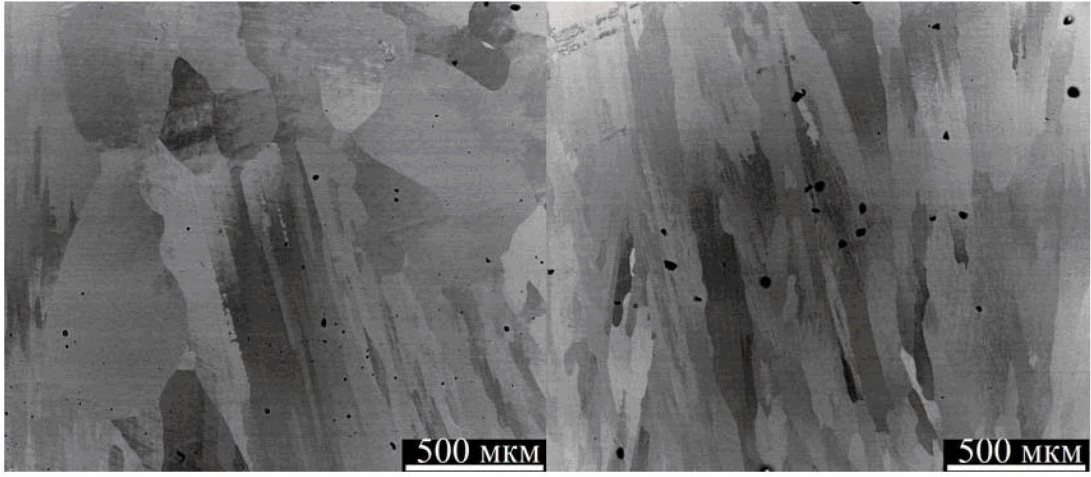
it is produced by vacuum arc remelting.

EFFECT: alloy has high mechanical and magnetic properties.

1 cl, 3 dwg, 3 ex

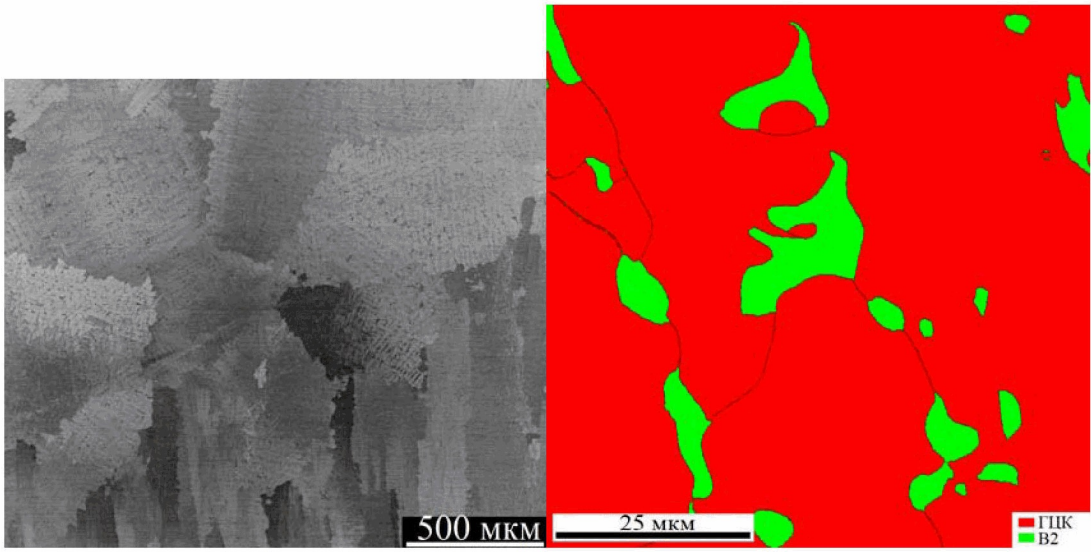
RU 2 824 638 C1

RU 2 824 638 C1



а

б



в

г

Фиг. 1

RU 2824638 C1

RU 2824638 C1

Предлагаемое изобретение относится к области металлургии и к разработке магнитомягких сплавов. Сплав на основе CoFeNi, легированный Al и Ti, обладающий высокими механическими и магнитными свойствами, благодаря чему может быть использован в качестве магнитомягкого материала.

5 С быстрым развитием технологий и высокоточных электрических приборов в современном мире необходимы разработка и создание новых магнитомягких материалов, которые будут превосходить по свойствам, а также будут дешевле и менее энергозатратны при производстве, используемых в настоящее время сплавов. Магнитомягкие материалы обладают большой магнитной проницаемостью и малой
10 коэрцитивной силой, быстро намагничиваются и быстро теряют магнитные свойства при снятии магнитного поля. Такие материалы на сегодняшний день широко применяются в различных областях. Основные сферы использования магнитомягких материалов являются выработка электроэнергии, преобразование и адаптация мощности, энергосбережение, передача сигналов в широком диапазоне частот,
15 экранирование магнитного поля, а также создание носителей информации, квантовых устройств и многих других технических приборов [Zhao Y.W., Zhang X.K., Xiao J.Q., Submicrometer laminated Fe/SiO₂ soft magnetic composites-an effective route to materials for high-frequency applications, *Advanced Materials*, 17, (2005), pp. 915-918]. Чаще всего в качестве основного элемента в магнитомягких сплавах используют железо и его
20 соединения с кобальтом, никелем, кремнием и другими металлами, которые обладают высокими магнитными свойствами [Silveyra J.M., Ferrara E., Huber D.L., Monson T.C., *Soft magnetic materials for a sustainable and electrified world*, *Science*, 362 (2018), p. 6413]. Однако низкое удельное сопротивление может приводить к большим потерям в сердечнике при вихревых токах, что ограничит их применение в условиях переменного тока или токах
25 высокой частоты.

Одним из перспективных классов современных материалов являются высокоэнтропийные сплавы, в которых нет «базового» элемента, а все составляющие (5 и более элементов) находятся в равных атомных долях или близки к ним [Cantor et
30 al. *Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys*, *Materials Science and Engineering A*, 2004, v. 375-377, p. 213-218]. Ранее были получены сплавы с улучшенными механическими свойствами, такими как высокая твердость, износостойкость, высокотемпературная прочность, коррозионная стойкость, привлекательные магнитные свойства. Особый интерес стали привлекать системы, в состав которых входят 3 или 4
35 элемента. Уже известно, что магнитомягкие тройные сплавы CoFeNi обладают высокой намагниченностью насыщения и низким коэрцитивным полем, благодаря чему способны применяться основными элементами электромагнитных устройств, таких как шаговые двигатели, трансформаторы, головки магнитной записи и магнитные датчики [Mardani R., Asrar A., Ershadifar H., *The effect of surfactant on the structure, composition and magnetic properties of electrodeposited CoFeNi/Cu microwire*, *Materials Chemistry and Physics*, v. 211,
40 (2018), pp. 160-167]. Все составляющие его атомы проявляют ярко выраженные ферромагнитные свойства, что позволяет сплавам на их основе демонстрировать высокие значения намагниченности насыщения и низкие значения коэрцитивной силы.

В работе (С.И. Касаткин, Н.П. Васильева, А.М. Муравьев. Тонкопленочные многослойные магниторезистивные элементы // Тула. Гриф. 2001. 186 с.) сообщается
45 о магнитомягких тонких пленках из FeNiCo, что может послужить основой данного сплава для рассмотрения. Основным недостатком является сложный процесс получения пленок. Например, в патенте RU 2794924 C1 (дата публикации 25.04.2023) описан способ изготовления пленок из тройного сплава CoFeNi путем их осаждения в гальванической

ванне для элементов интегральных микросистем, концентрирующих или экранирующих магнитное поле. Однако полученные пленки имеют ограниченный размер и могут быть применены в качестве покрытия, а не основного материала.

Известен патент RU 2566140 C1 (дата публикации 20.10.2015), в котором рассматривается магнитный наноструктурированный порошок частиц системы CoFeNi. Однако содержание элементов находится не в равновесном состоянии, а именно каждая частица порошка содержит, мас. %: никель 10-20, кобальт 10-50, остальное железо.

Известен патент RU 2269174 C2 (дата публикации 21.01.2006), в котором рассматривали получение магнитомягкого материала на основе железа, тем не менее данный сплав имеет сложный состав и длительный путь получения готового материала.

Известен патент RU 2794652 C1 (дата публикации 24.04.2023), в котором разработали аморфный материал на основе железа и никеля с содержанием элементов в ат. %: Fe 31,6-47,4; Ni 31,6-47,4; В 10-14; Р 3-7; Si 2-4; С 0,5-1,5. Данный сплав получают путем подачи расплава на вращающийся медный диск и формированием тонкой ленты, которая так же ограничивает размеры конечного изделия. Однако в описании отсутствуют конкретные данные о механических свойствах.

В научной статье [Chaudhary V. et al. Magnetic and mechanical properties of additively manufactured $Al_x(\text{CoFeNi})$ complex concentrated alloys //Scripta Materialia. - 2023. - Т. 224. - С. 115149] сообщается, что добавление Al к сплаву CoFeNi, полученного методом прямого энергетического осаждения (direct energy deposition - DED), способствует достижению хороших магнитомягких свойств и высокой микротвердости. Было обнаружено, что эти свойства многократно изменяются из-за состава (содержание алюминия) и сложности микроструктуры. Тем не менее отсутствуют конкретные данные о механических характеристиках сплава.

Технической задачей изобретения является разработка и получение высокоэнтропийного сплава в качестве магнитомягкого материала (отвечающего свойствам магнитомягких сплавов).

Технический результат заключается в получении системы сплавов с соотношением элементов $(\text{CoFeNi})_{100-2n}Al_nTi_n$ (подстрочные индексы указывают содержание элементов в ат. % $n = 3, 5$ и 7), которая имеет привлекательную комбинацию высоких механических характеристик (предел текучести в интервале 234 МПа - 775 МПа, предел прочности: 519 МПа - 1018 МПа, относительное удлинение в интервале 62-18 %) и хорошие магнитомягкие характеристики (намагниченность насыщения находилась в интервале от 124 emu/g до 81 emu/g, коэрцитивная сила в интервале 34-13 Oe) в литом состоянии.

Технический результат достигается путем изготовления магнитомягких высокоэнтропийных сплавов $(\text{CoFeNi})_{100-2n}Al_nTi_n$ (где $n = 3, 5$ и 7 ат. %).

Новизна и изобретательский уровень заключается в разработке системы сплавов с соотношением элементов $(\text{CoFeNi})_{100-2n}Al_nTi_n$ (где $n = 3, 5$ и 7 ат. %), в которых достигается баланс высоких механических характеристик (предел текучести в интервале 234 МПа - 775 МПа, предел прочности: 519 МПа - 1018 МПа, относительное удлинение в интервале 62-18 %) и хорошие магнитомягкие свойства (намагниченность насыщения находилась в интервале от 124 emu/g до 81 emu/g, коэрцитивная сила в интервале 34-13 Oe) в литом состоянии.

Изобретение иллюстрируется следующими материалами:

фиг. 1. Микроструктуры сплавов (а) $(\text{CoFeNi})_{94}Al_3Ti_3$, (б) $(\text{CoFeNi})_{90}Al_5Ti_5$, (в) $(\text{CoFeNi})_{86}Al_7Ti_7$ в литом состоянии и (г) фазовая карта сплава $(\text{CoFeNi})_{86}Al_7Ti_7$;

фиг. 2. График зависимости напряжения от деформации сплавов $(\text{CoFeNi})_{100-2n}Al_nTi_n$

(где $n = 3, 5$ и 7 ат. %);

фиг. 3. Таблица 1. Значения механических и магнитных свойств сплавов $(\text{CoFeNi})_{100-2n}\text{Al}_n\text{Ti}_n$ (где $n = 3, 5$ и 7 ат. %).

Изобретение осуществляют следующим образом

Пример 1

Высокоэнтропийный магнитомягкий сплав $(\text{CoFeNi})_{94}\text{Al}_3\text{Ti}_3$ был получен методом вакуумно-дугового переплава чистых элементов (99,9 ат. %) в виде слитка весом 40 гр. следующего состава: Co - 13,049; Fe - 12,369; Ni - 12,996; Al - 0,572; Ti - 1,015 (содержание элементов в вес. %). Для достижения однородного распределения элементов слиток переплавляли не менее 5 раз.

Литой сплав имел крупнозернистую бездендритную структуру с размером зерен до 300 мкм (фиг. 1а).

Механические испытания проводятся на испытательной машине фирмы Instron 5882 в атмосфере воздуха в соответствии с ГОСТ 1497-84 (ИСО 6892-84, СТ СЭВ 471-88). Металлы. Методы испытаний на растяжение. Сплав обладает пределом текучести 234 МПа, пределом прочности 519 МПа и удлинением до разрушения 62 %.

Намагниченность насыщения составляла 124 emu/g, а коэрцитивность 34 Oe.

Пример 2

Сплав $(\text{CoFeNi})_{90}\text{Al}_5\text{Ti}_5$, полученный по примеру 1, следующего состава: Co - 12,677; Fe - 12,013; Ni - 12,626; Al - 0,967; Ti - 1,716 (содержание элементов в вес. %). После литья сплав (фиг. 1б) имел однофазную крупнозернистую структуру (средний размер зерен ~ 300 мкм). Предел текучести сплава составил 450 МПа, предел текучести 828 МПа, удлинение до разрушения 54 %. Намагниченности насыщения была равна 107 emu/g, а коэрцитивность 32 Oe.

Пример 3

Сплав $(\text{CoFeNi})_{86}\text{Al}_7\text{Ti}_7$, полученный по примеру 1, следующего состава: Co - 12,295; Fe - 11,647; Ni - 12,245; Al - 1,374; Ti - 2,438 (содержание элементов в вес. %).

Литой сплав имел крупнозернистую дендритную структуру с размером зерен до 300 мкм (фиг. 1в). В междендритном пространстве происходило выделение второй фазы, которая была идентифицирована как В2 (фиг. 1г).

Данный сплав показал хорошую комбинацию механических и магнитных свойств. предел текучести 775 МПа, предел прочности 1018 МПа, относительное удлинение – 18 %, а также хорошие магнитомягкие характеристики: намагниченность насыщения - 81 emu/g, коэрцитивную силу - 13 Oe.

Результаты механических испытаний представлены на графике зависимости напряжения от деформации (фиг. 2).

А также, в таблице на фиг. 3, где представлены значения механических и магнитных свойств системы.

Приведенные примеры подтверждают, что заявленный технический результат достигнут - разработана система сплавов $(\text{CoFeNi})_{100-2n}\text{Al}_n\text{Ti}_n$ (где $n = 3, 5$ и 7 ат. %), в которых достигается баланс высоких механических характеристик (предел текучести в интервале 234 МПа - 775 МПа, предел прочности: 519 МПа - 1018 МПа, относительное удлинение в интервале 62-18 %) и хорошие магнитомягкие свойства (намагниченность насыщения находилась в интервале от 124 emu/g до 81 emu/g, коэрцитивная сила в интервале 34-13 Oe) в литом состоянии.

(57) Формула изобретения

Магнитомягкий высокоэнтропийный сплав $(\text{CoFeNi})_{100-2n}\text{Al}_n\text{Ti}_n$, где $n = 3, 5$ или 7 ат.%, при этом он получен методом вакуумно-дугового переплава.

5

10

15

20

25

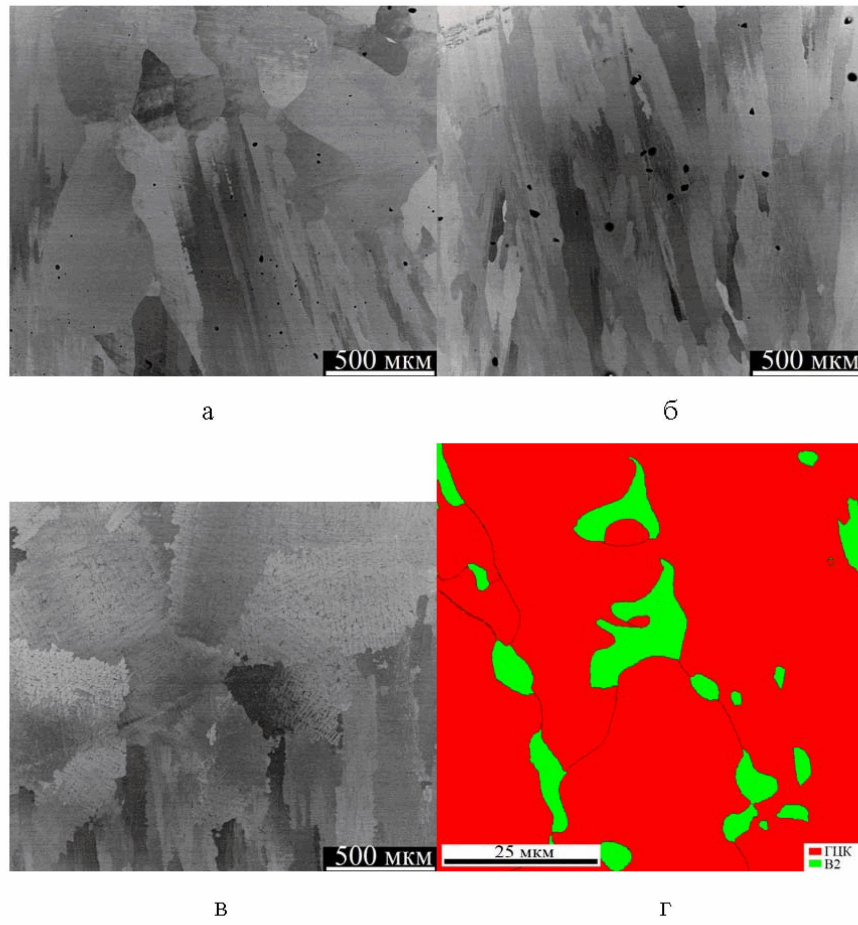
30

35

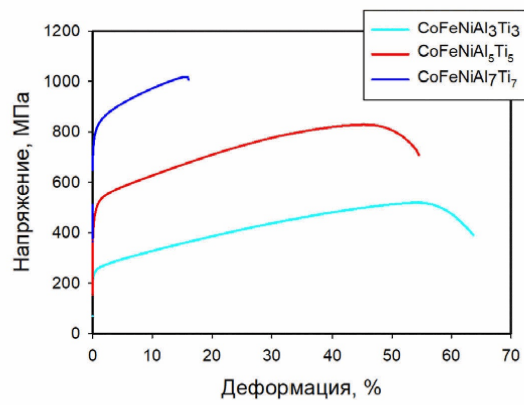
40

45

1



Фиг. 1



Фиг. 2

2

Сплав	0,2, МП а	в, МП а	, %	Микротв ердость, НV	Намагнич енность насыщения, emu/g	Ко эрцити вн ость, Oe
(CoFeNi) ${}_{94}\text{Al}_3\text{Ti}_3$	34	19	2	180	124	34
(CoFeNi) ${}_{90}\text{Al}_5\text{Ti}_5$	50	28	4	280	107	32
(CoFeNi) ${}_{86}\text{Al}_7\text{Ti}_7$	75	018	8	400	81	13

Фиг. 3