

UNIVERZITA PAVLA JOZEFA ŠAFÁRIKA V KOŠICIACH
PRÍRODOVEDECKÁ FAKULTA

**VPLYV MECHANICKEJ ÚPRAVY POVRCHU ČASTÍC ŽELEZA
POVLAKOVANÝCH OXIDOM KREMIČITÝM KOMPOZITU NA
STRATY A KOMPLEXNÚ PERMEABILITU**

UNIVERZITA PAVLA JOZEFA ŠAFÁRIKA V KOŠICIACH
PRÍRODOVEDECKÁ FAKULTA

**VPLYV MECHANICKEJ ÚPRAVY POVRCHU ČASTÍC
ŽELEZA POVLAKOVANÝCH OXIDOM KREMIČITÝM
KOMPOZITU NA STRATY A KOMPLEXNÚ
PERMEABILITU**

ŠTUDENTSKÁ VEDECKÁ KONFERENCIA

Študijný program:

Fyzika kondenzovaných látok

Pracovisko:

Katedra fyziky kondenzovaných látok

Ústav fyzikálnych vied

Vedúci práce:

prof. RNDr. Peter KOLLÁR, DrSc.

Čestné vyhlásenie

Čestne vyhlasujem, že túto prácu som vypracoval samostatne, pod odborným vedením vedúceho práce, neporušil som autorský zákon a použitú literatúru uvádzam na príslušnom mieste.

Košice 7.5.2020

.....
podpis

PodĎakovanie

Ďakujem svojmu vedúcemu práce prof. RNDr. Petrovi Kollárovi, DrSc. za jeho zhovievavosť, ochotu a cenné odborné rady počas písania práce, doc. RNDr. Adriane Zeleňákovovej, PhD., Ing. Petrovi Slovenskému a RNDr. Milošovi Jakubčinovi za ich ochotu, pomoc s prípravou vzoriek a venovaný čas.

Abstrakt

Magneticky mäkké kompozitné materiály majú v súčasnosti veľký význam v elektrotechnickom priemysle hlavne vďaka relatívne vysokým hodnotám permeability a elektrického odporu, čo má pozitívny vplyv na energetické straty pri striedavom magnetovaní a umožňuje efektívnejšiu činnosť pri vyšších frekvenciách v porovnaní s konvenčným laminovaným materiálom.

Cieľom tejto práce bolo preskúmať vplyv počtu vrstiev SiO_2 a mechanickej úpravy brúsením povrchu častíc železa na komplexnú permeabilitu a frekvenčnú závislosť celkových energetických strát pri striedavom magnetovaní.

Skúmali sme 5 vzoriek, ktoré boli modifikované rôznym spôsobom dvomi technologickými úpravami: mechanickou úpravou povrchov častíc a nanášaním vrstiev elektroizolačného povlaku.

Výsledky ukázali, že najpriaznivejšie magnetické vlastnosti vykazovala vzorka, ktorá mala mechanicky upravené povrchy častíc prášku a boli na nich pred kompaktovaním nanesené dve vrstvy elektroizolačných povlakov.

Kľúčové slová: magneticky mäkký kompozitný materiál, mechanická úprava brúsením, vysoká permeabilita, energetické straty pri striedavom premagnetovaní

Abstract

Soft magnetic composite materials are currently of great importance in the electrical industry mainly due to the relatively high values of permeability and electrical resistance, which has a positive effect on energy losses at AC magnetic fields and allows more efficient operation at higher frequencies compared to conventional laminated material.

The aim of this work was to investigate the influence of the number of SiO₂ layers and mechanical treatment by grinding of iron particles on the complex permeability and frequency dependence of total energy losses during alternating magnetization.

We examined 5 samples, which were modified in different ways by two technological modifications: mechanical treatment of particle surfaces and application of layers of electrical insulating coating.

The results showed that the most favorable magnetic properties were shown by a sample which had mechanically treated surfaces of powder particles and two layers of electro-insulating coatings were applied to them before compaction.

Keywords: soft magnetic composite material, mechanical treatment, high permeability, specific energy core losses at AC magnetic fields.

Obsah

Obsah	6
Zoznam tabuliek	7
Zoznam ilustrácií	8
Úvod	9
1 Základné magnetické vlastnosti feromagnetických látok	10
1.1 Magnetovanie feromagnetika	10
1.2 Energetické straty pri striedavom premagnetovaní	12
1.2.1 Hysterézne straty	13
1.2.2 Straty spôsobené vnútročasticovými a medzičasticovými vírivými prúdmi	13
1.2.3 Anomálne straty.....	14
1.2.4 Celkové energetické straty.....	14
1.3 Komplexná permeabilita feromagnetík	15
2 Merané vzorky.....	16
2.1 Vzorky	16
2.2 Príprava vzoriek.....	16
2.2.1 Mechanická úprava brúsením	16
2.2.2 Výroba vrstiev oxidu kremičitého	18
2.2.3 Lisovanie.....	18
3 Metódy meraní	19
3.1 Meranie odporu	19
3.2 Meranie hysteréznych slučiek	20
3.2.1 Hysterézne slučky pri kvázistatickom premagnetovaní	20
3.2.2 Hysterézne slučky pri striedavom premagnetovaní	21
3.3 Meranie komplexnej permeability.....	22
4 Výsledky meraní.....	23
4.1 Odpor.....	23
4.2 Straty.....	23
4.3 Komplexná permeabilita	27
Záver	30
Zoznam použitej literatúry	31

Zoznam tabuliek

Tab. 1 Skúmané vzorky.....	16
Tab. 2 Merný odpor jednotlivých vzoriek.....	23
Tab. 3 Koeficienty strát.....	26

Zoznam ilustrácií

Obr.1: Krivka prvej magnetizácie.....	10
Obr.2: Magnetizačná krivka a hysteréza slučka.....	11
Obr.3: .: Závislosť energetických strát za jeden magnetizačný cyklus od frekvencie pre oceľ s orientovaným zrnom pri indukcií 1.7T.....	12
Obr.4: Mlyn Retsch PM100.....	17
Obr.5: Častice železa: nebrúsená, brúsená, obalovaná.....	17
Obr.6: Železný prášok: nebrúsený, brúsený, obalovaný.....	17
Obr.7: Schematické zobrazenie štvorbodovej metódy na prstencovej vzorke.....	19
Obr.8.: DC-hysterézigraf - schéma.....	20
Obr.9: : NF AC hysterézigraf.....	21
Obr.10: AC/DC Permeameter AMH-1K-S.....	21
Obr.11: VF AC hysterézigraf.....	21
Obr.12: Celkové energetické straty vzoriek.....	24
Obr.13: Celkové energetické straty vzorky NB.....	24
Obr.14: Celkové energetické straty vzorky B.....	25
Obr.15: Celkové energetické straty vzorky NB-1V.....	25
Obr.16: Celkové energetické straty vzorky B-1V.....	25
Obr.17: Celkové energetické straty vzorky B-2V.....	26
Obr.18: Reálna a imaginárna časť komplexnej permeability vzoriek.....	27
Obr.19: Reálna časť komplexnej permeability vzoriek.....	28
Obr.20: Imaginárna časť komplexnej permeability vzoriek.....	28
Obr.21: Komplexná permeabilita vzorky NB.....	28
Obr.22: Komplexná permeabilita vzorky B.....	28
Obr.23: Komplexná permeabilita vzorky NB-1V.....	28
Obr.24: Komplexná permeabilita vzorky B-1V.....	28
Obr.25: Komplexná permeabilita vzorky B-2V.....	29

Úvod

Magneticky mäkké kompozitné materiály (SMC) majú v súčasnosti veľký praktický význam v širokom spektre priemyselných odvetví hlavne vďaka relatívne vysokým hodnotám permeability a elektrického odporu, čo má pozitívny vplyv na energetické straty pri striedavom magnetovaní a umožňuje efektívnejšiu činnosť pri vyšších frekvenciách v porovnaní s konvenčným laminovaným materiálom.

O takýchto kompozitných materiáloch môžeme hovoriť, ak počas výrobného procesu obalíme jednotlivé feromagnetické častice prášku povlakom elektroizolačnej látky, ktorá zabezpečí neexistenciu kvalitného vodivého spojenia častíc prášku navzájom. Navyše, vďaka výrobným procesom a povahe použitého materiálu umožňujú konštrukcie zložitejšieho tvaru súčastí zariadení, v ktorých nachádzajú využitie a pri ktorých by bolo použitie klasických materiálov nemožné.

Cieľom tejto práce bolo preskúmať vplyv počtu vrstiev SiO_2 a mechanickej úpravy brúsením povrchu častíc železa na komplexnú permeabilitu a frekvenčnú závislosť celkových energetických strát pri striedavom magnetovaní.

Skúmali sme 5 vzoriek, ktoré boli modifikované rôznym spôsobom dvomi technologickými úpravami: mechanicou úpravou brúsením povrchov častíc a nanášaním vrstiev elektroizolačného povlaku oxidu kremičitého SiO_2 .

Takýmto vhodným zvolením meraných vzoriek sme docielili to, že dokážeme porovnať jednotlivé druhy úprav a ich vplyv na magnetické vlastnosti magneticky mäkkého kompozitného materiálu.

1 Základné magnetické vlastnosti feromagnetických látok

1.1 Magnetovanie feromagnetika

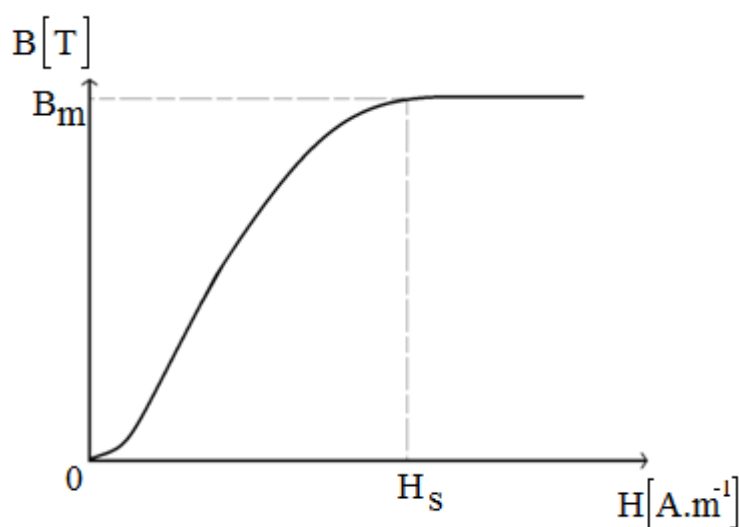
Keď teleso z feromagnetickkej látky, ktoré bolo dokonale odmagnetované, vystavíme pôsobeniu magnetického poľa, ktorého intenzita sa bude zvyšovať počínajúc od nulovej hodnoty, bude sa jeho magnetizácia, ako aj jeho indukcia zvyšovať pozdĺž magnetizačnej krivky, nazývanej krivkou prvotnej magnetizácie. [5]

Priebeh indukcie magnetického poľa môžeme formálne zapísať vzťahom

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M(H) \quad (1.1)$$

kde μ_0 je permeabilita vákua. Je zrejmé, že magnetická indukcia má nelineárny charakter.

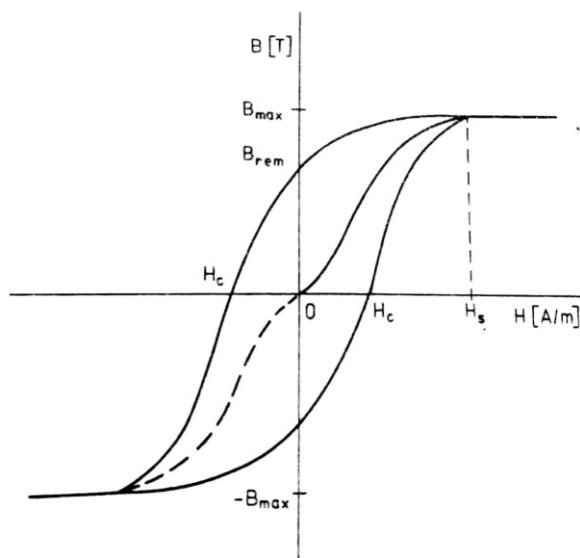
Pri istej hodnote intenzity poľa H_s sa dosiahne magnetická saturácia (nasýtenie) vzorky, ktorá sa prejaví tak, že indukcia B stúpa už len veľmi pomaly, čo je zapríčinené len rastom člena $\mu_0 H$, teda materiál vzorky k navyšovaniu hodnoty indukcie už neprispieva. [1] (obr.1)



(obr.1: Krivka prvotnej magnetizácie)

Ak sa v procese magnetovania začne magnetické pole zmenšovať, indukcia nebude klesať po krivke prvotnej magnetizácie, ale po tzv. hysteréznej slučke (obr.2), až kým pri nulovej intenzite magnetického poľa dosiahne hodnotu indukcie B_{rem} , ktorá sa nazýva remanentnou indukciou.

Po zmene smeru poľa H sa dosiahne bod, kde je magnetická indukcia nulová pri intenzite H_c , ktorá sa nazýva koercivita. [4]



(obr.2: Magnetizačná krivka a hysterézná slučka) [4]

Magnetovanie ďalej pokračuje po hysteréznej slučke, ako je to znázornené na (obr.2) a vracia sa naspäť do bodu, kde sme začali prvýkrát znižovať pole. Ako vidno, hysterézná krivka je dvojznačná funkcia, ktorá sa nazýva hysteréznou slučkou.

Tvar hysteréznej slučky závisí od maximálnych hodnôt B , H a aj od materiálu vzorky. Hysterézne slučky magneticky tvrdých materiálov sú široké a hysterézne slučky magneticky mäkkých materiálov sú úzke.

1.2 Energetické straty pri striedavom premagnetovaní

Pri striedavom magnetovaní vznikajú straty, tj. zdroj magnetizačného prúdu dodáva energiu, ktorá sa v magnetovanom materiáli mení na teplo. [2]

Straty vznikajú procesmi prebiehajúcimi vo feromagnetiku pri zmenách magnetických domén a aj vírivými prúdmi v materiáli.

Pri jednom magnetizačnom cykle (pri jednom obehu po uzatvorenej dynamickej hysteréznej slučke) sa stráca v jednotkovom objeme materiálu (v 1 m^3) energia

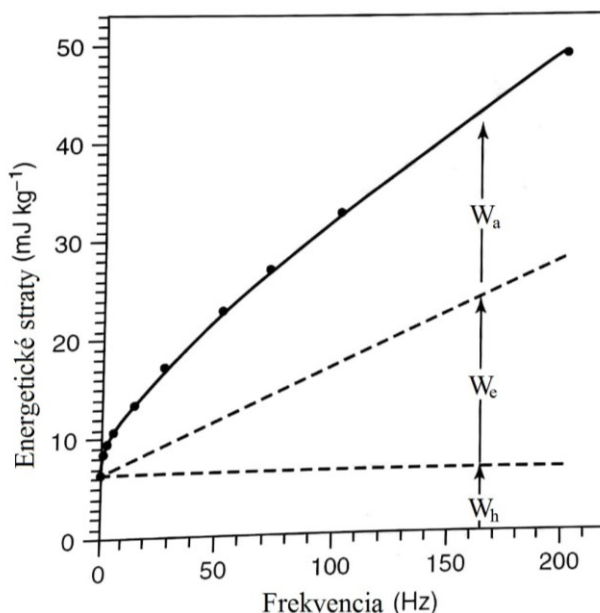
$$W = \oint H_s dB_s \quad (1.2)$$

kde W je merná energia poľa vo feromagnetiku [$\text{J} \cdot \text{m}^{-3}$], H_s je súradnica určitého bodu dynamickej hysteréznej slučky [$\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$] a B_s je druhá súradnica toho istého bodu dynamickej hysteréznej slučky. [2]

Vzťah

$$\oint H_s dB_s = S_s \quad (1.3)$$

vyjadruje plochu uzavretej dynamickej hysteréznej slučky, ale nie v jednotkách plochy, ale so zohľadnením osí B a H v jednotkách [$\text{J} \cdot \text{m}^{-3}$]. Teda plocha hysteréznej slučky S_s udáva mernú energiu W pre jeden magnetizačný cyklus a pre jednotkový objem materiálu 1 m^3 . [2]



(Obr.3.: Závislosť energetických strát za jeden magnetizačný cyklus od frekvencie pre ocel' s orientovaným zrnom pri indukcií 1.7T) [6]

Je zaužívané rozdeliť celkové straty na tri časti: hysterézne straty, straty spôsobené vírivými prúdmi a na anomálne straty, pričom platí vzťah

$$W_c = W_h + W_e + W_a \quad (1.4)$$

kde W_h sú hysterézne straty, W_e sú straty spôsobené vírivými prúdmi a W_a sú anomálne straty.

1.2.1 Hysterézne straty

Ako vidno z obrázku (obr.3), hysterézne straty za jeden magnetizačný cyklus sú frekvenčne nezávislé. Empiricky sa zistilo, že závisia od zloženia materiálu, veľkosti zŕn, textúry, nečistôt v jeho zložení a vnútorného mechanického napätia. Hysterézne straty sa dajú určiť ako plocha hysteréznej slučky pri kvázistatickom premagnetovaní a môžeme ich zapísať vzťahom

$$W_h = C_h \quad (1.5)$$

Tieto straty sú spôsobené tým, že doménové steny sú ukotvené na štruktúrnych defektoch materiálu. Veľmi čisté materiály majú relatívne malé hysterézne straty.

1.2.2 Straty spôsobené vnútročasticovými a medzičasticovými vírivými prúdmi

Energetické straty spôsobované vírivými prúdmi v magneticky mäkkom kompozitnom materiále sú spôsobované prúdmi vo vnútri častice prášku vzorky a prúdmi medzi časticami. Vnútročasticové vírivé prúdy sú typické pre vzorky s dobre obaľovanými časticami elektroizoláciou a medzičasticové vírivé prúdy sú typické pre vzorky s porušenou, alebo žiadnou elektroizoláciou.[10] Do celkových strát môžu prispievať oba druhy vírivých prúdov.

Straty spôsobené medzičasticovými vírivými prúdmi môžeme zapísať vzťahom

$$W_e^m = \frac{(d_{ef} B_{max} \pi)^2}{\beta \rho_R} f \quad (1.6)$$

kde ρ_R je merný odpor vzorky, d_{ef} je efektívny rozmer pre vírivé prúdy a β je geometrický koeficient. Vzorky, ktoré sme skúmali mali obdĺžnikový prierez a β pre takéto vzorky je

$$\beta = \frac{6}{1 - 0,633(w/h) \tanh(1,58/w)} \quad (1.7)$$

kde w je šírka a h je výška obdĺžniku.[10]

Za predpokladu sínusového priebehu indukcie magnetického poľa a častíc tvaru gule môžeme straty spôsobené vnútročasticovými vírivými prúdmi popísať vzťahom

$$W_e^v = \frac{(dB_{max}\pi)^2}{20\rho_{RFe}} f \quad (1.8)$$

kde d je priemer vzorky a ρ_{RFe} je merný odpor železa.[10]

Pre aplikácie materiálov vo vyšších frekvenciách je dôležité čo najviac zredukovať tieto straty. [7]

Celkový príspevok vírivých prúdov k celkovým energetickým stratám sa dá zapísať vzťahom

$$W_e = W_e^m + W_e^v = C_e f \quad (1.9)$$

1.2.3 Anomálne straty

Anomálne straty môžeme zapísať vzťahom

$$W_a = \frac{8,8 \sqrt{SB_{max}^3 G \sigma V_0}}{\rho} = C_a \sqrt{f} \quad (1.10)$$

kde $G = 0,1356$ je bezrozmerný koeficient, V_0 je parameter závislý od magnetizácie a od materiálu, ρ je merný odpor vzorky a S je plocha prierezu vzorky [10].

1.2.4 Celkové energetické straty

Dosadením a upravením vzťahov (1.5), (1.9) a (1.10) do vzťahu (1.4) môžeme celkové energetické straty vyjadriť vzťahom

$$W_c = C_h + C_e f + C_a \sqrt{f} \quad (1.11)$$

1.3 Komplexná permeabilita feromagnetík

Komplexná relatívna permeabilita μ je komplexné číslo určené vzťahom

$$\mu = \frac{1}{\mu_0} \frac{B_1}{H_1} = \mu' - j\mu'' \quad (1.12)$$

kde B_1 je prvá harmonická zložka magnetickej indukcie B , vyjadrená časovým vektorom (jej absolútna hodnota udáva efektívnu hodnotu) $[T]$,

H_1 je prvá harmonická zložka intenzity poľa H , vyjadrená časovým vektorom (jej absolútna hodnota udáva efektívnu hodnotu) $[A \cdot m^{-1}]$,

μ' reálna časť komplexnej relatívnej permeability,

– μ'' imaginárna časť komplexnej relatívnej permeability.[2]

Komplexná permeabilita popisuje nielen veľkosť magnetickej indukcie, ale aj jej fázový posun voči intenzite poľa.[2]

Reálna časť komplexnej permeability μ' sa získava meraním indukčnosti cievky navinutej na vzorke. Je dôležitá pre výpočet indukcie cievky navinutej na jadre z daného materiálu.

Imaginárna časť komplexnej permeability $-\mu''$ sa získava meraním stratového odporu cievky navinutej na vzorke a udáva náhradný stratový odpor, ktorý vyjadruje straty pre prvú harmonickú zložku prúdu v jadre cievky. Imaginárna časť komplexnej permeability je vždy záporná, záporné znamienko vyjadruje skutočnosť, že hysterézia a aj vírivé prúdy vždy spôsobujú oneskorenie indukcie oproti intenzite poľa. Zvyčajne sa udáva kladná hodnota μ'' . [2] .

Zdanlivá permeabilita μ_{zd} je absolútnou hodnotou komplexnej permeability $|\mu|$

$$|\mu| = \sqrt{\mu'^2 + \mu''^2} = \mu_{zd} \quad (1.13)$$

Stratový uhol σ udáva oneskorenie prvej harmonickej zložky magnetickej indukcie vzhľadom na prvú harmonickú zložku intenzity magnetického poľa a zapisuje sa vzťahom

$$\sigma = \arctg \frac{\mu''}{\mu'} \quad (1.14)$$

2 Merané vzorky

2.1 Vzorky

Merania prebiehali na piatich vzorkách: neobaľovanej vzorke z nebrúseného železného prášku, neobaľovanej vzorke z brúseného železného prášku, obaľovanej vzorke z nebrúseného železného prášku, obaľovanej vzorke z brúseného železného prášku, dvakrát obaľovanej vzorke z nebrúseného železného prášku. (tab.1)

Tab. 1 Skúmané vzorky

Vzorka	Brúsenie	Obaľovanie
NB	nie	nie
B	áno	nie
NB-1V	nie	1 vrstva
B-1V	áno	1 vrstva
B-2V	áno	2 vrstvy

Takýmto vhodným zvolením meraných vzoriek sme docielili to, že dokážeme porovnať jednotlivé druhy úprav a ich vplyv na magnetické vlastnosti magneticky mäkkého kompozitného materiálu.

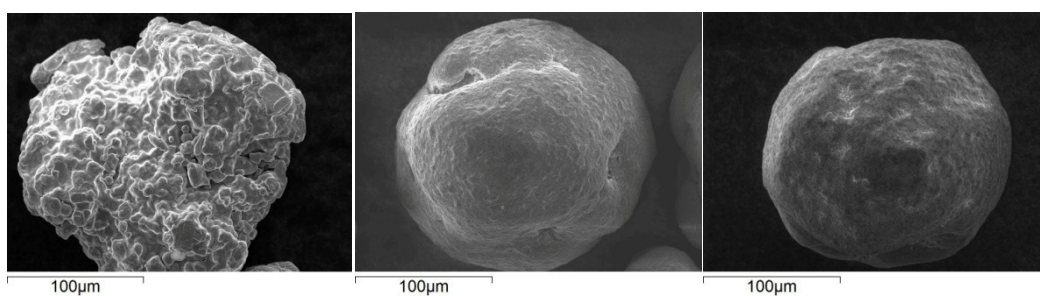
2.2 Príprava vzoriek

2.2.1 Mechanická úprava brúsením

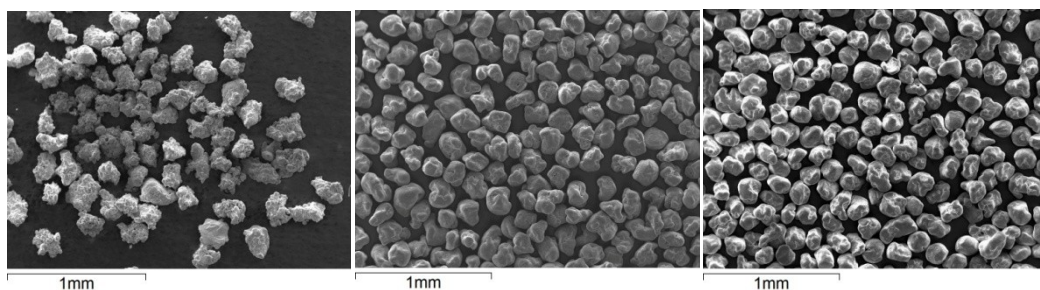
Železný prášok sa presieval na veľkosť častíc medzi $160\ \mu\text{m}$ a $212\ \mu\text{m}$ a následne sa vložil do mlyna Retsch PM100, z ktorého boli odstránené gule a z vnútornej strany mlecej nádoby bol vlepý brúsny papier so zrnitosťou (polomer zrna $5\ \mu\text{m}$). Prášok sa obrusoval 270 minút pri 450 otáčkach za minútu, pričom smer otáčania sa každú minútu menil. Po ukončení brúsenia sa prášok za pomoci trvalého magnetu vybral z mlyna a ešte raz sa presieval. Následne bol opakovane čistený acetónom.



(obr.4: Mlyn Retsch PM100)



(obr.5: Častice železa: nebrúsená, brúsená, obaľovaná)



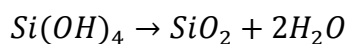
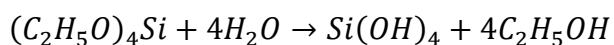
(obr.6: Železný prášok: nebrúsený, brúsený, obaľovaný)

Fotografie sú z elektrónového mikroskopu FEI XL30 SEM.

2.2.2 Výroba vrstiev oxidu kremičitého

Železný prášok sa za zmiešal s izopropyl alkoholom za pomoci mechanického miešania po dobu 600 sekúnd pri teplote 20°C. Následne sa pridal tetraetyl orthosilikát ($\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$) a po 7 hodinovom miešaní sa prášok opakovane preplachoval izopropyl alkoholom a nechal sa vyschnúť pri teplote 20°C. V prípade dvakrát obaľovanej vzorky sa tento postup vykonal ešte raz.

Proces vzniku požadovaného povlaku oxidu kremičitého popisujú chemické rovnice



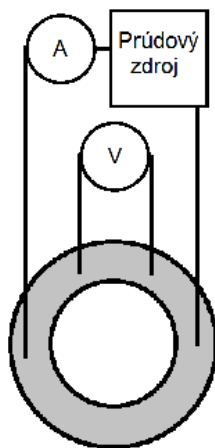
2.2.3 Lisovanie

Všetky vzorky boli pripravené zlisovaním zodpovedajúcich práškov do tvaru prstencov pri tlaku 700 MPa, pri teplote 400°C v argónovej atmosfére po dobu 300 sekúnd.

3 Metódy meraní

3.1 Meranie odporu

Merný odpor vzoriek sme merali štvorbodovou metódou. Tá spočíva v meraní úbytku napätia medzi dvoma bodmi vzorky, ktorých vzájomnú vzdialenosť poznáme, pričom vzorkou preteká prúd (obr.7).



(obr.7: Schematické zobrazenie štvorbodovej metódy na prstencovej vzorke)

Merný odpor sa definuje vzťahom

$$\varrho = \frac{E}{J} \quad (3.1)$$

kde E je intenzita elektrického poľa a J je prúdová hustota.

Prúdovú hustotu môžeme vyjadriť vzťahom

$$J = \frac{\frac{I}{2}}{S} = \frac{\frac{I}{2}}{\frac{(D-d)h}{2}} = \frac{I}{(D-d)h} \quad (3.2)$$

kde I je prúd vo vzorke, S je plocha prierezu vzorky, D je vonkajší priemer vzorky, d je vnútorný priemer vzorky a h je hrúbka vzorky.

Intenzitu elektrického poľa vo vzorke môžeme vyjadriť vzťahom

$$E = - \frac{U}{l} \quad (3.3)$$

kde U je úbytok napätia medzi bodmi, na ktorých je pripojený voltmeter a l je ich vzdialenosť.

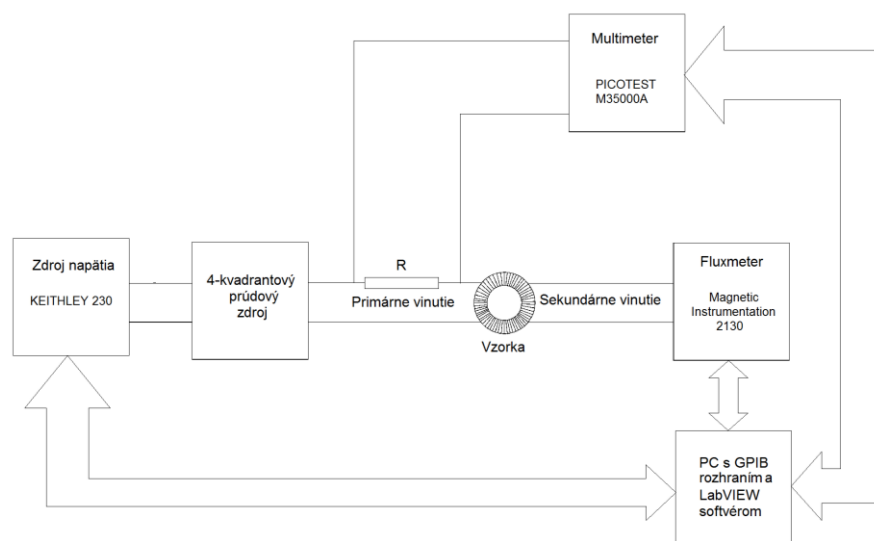
Potom pre merný odpor vzorky získame vzťah

$$\varrho = \frac{-\frac{U}{l}}{\frac{I}{(D-d)h}} = - \frac{U (D-d)h}{l I} \quad (3.4)$$

3.2 Meranie hysteréznych slučiek

3.2.1 Hysterézne slučky pri kvázistatickom premagnetovaní

Meranie hysteréznych slučiek prebiehalo na meracej aparatúre, nazývanej DC-hysterézigraf, zobrazenej na schématickej ilustrácii (obr.8).



(obr.8: DC-hysterézigraf - schéma)

Štvorkvadrantový prúdový zdroj s maximálnym prúdom 5A, ktorý je riadený napäťovým zdrojom, napája primárne (magnetizačné) vinutie vzorky. Veľkosť magnetického poľa vytváraného prvotným vinutím je vypočítavaná z napätia na rezistore R, ktoré meria multimeter.

Hodnota magnetickej indukcie vo vzorke sa získava fluxmeterom, ktorý integruje napätie indukované v sekundárnom vinutí.

Hysterézne slučky pri kvázistatickom premagnetovaní (DC) sú merané komutačnou metódou.

Táto metóda ponúka možnosť merať každý bod hysteréznej krivky nezávisle od predošlého merania v rámci jedného magnetizačného cyklu. Postup merania spočíva v nastavovaní magnetického poľa v nasledujúcom poradí: stav pozitívneho nasýtenia, meranie bodu na zostupnej časti hysteréznej krivky, stave negatívneho nasýtenia a merania bodu na vzostupnej časti hysteréznej krivky. Magnetické pole je v každom bode konštantné po dobu 4 sekúnd, potom sa odčíta hodnota z fluxmetra. Hodnota magnetickej indukcie každého bodu zo zostupnej časti krivky je počítaná ako pokles

magnetickej indukcie zo saturácie, v prípade vzostupnej časti je počítaná ako nárast. Tento postup umožňuje úplne eliminovať vplyv driftu fluxmetra. [9]

Meracia aparatúra je ovládaná počítačom, za pomoci prostredia LabVIEW, s GPIB rozhraním, ktorý aj zaznamenáva výsledky.

3.2.2 Hysterézne slučky pri striedavom premagnetovaní

Meranie hysteréznych slučiek pre frekvencie do 50Hz prebiehalo na NF AC hysterézigrafe (obr.9).



(obr.9: NF AC hysterézigraf)



(obr.10:AC/DC Permeameter AMH-1K-S)

Meranie hysteréznych slučiek pri frekvenciách vyšších než 50Hz prebiehalo na meracej aparatúre AC/DC Permeameter AMH-1K-S, ktorá umožňuje meranie celkových energetických strát až do frekvencie 1kHz (obr.10). Meranie je ovládané počítačom so špecializovaným softvérom.

Meranie hysteréznych slučiek pri frekvenciách prevyšujúcich 1kHz prebiehalo na meracej aparatúre VF AC hysterézigraf (obr.11), ktorá slúži na meranie hysteréznych slučiek pri premagnetovaní v striedavých magnetických poliach s frekvenciami od 1kHz do 300kHz . Meranie je ovládané počítačom so špecializovaným softvérom.



(obr.11: VF AC hysterézigraf)

3.3 Meranie komplexnej permeability

Meranie komplexnej permeability prebiehalo na impedančnom analyzátore HP 4194A.

Komplexnú impedanciu feromagnetickej vzorky s vinutím môžeme uvažovať ako komplexnú impedanciu náhradného sériového obvodu pozostávajúceho iba z odporu a indukčnosti. [8]

Reálnu časť komplexnej permeability môžeme vyjadriť vzťahom

$$\mu' = \frac{L_s}{L_0} \quad (3.5)$$

kde L_s je indukcia vzorky s vinutím a L_0 je indukcia cievky bez jadra, ktorá je ekvivalentná vinutiu na vzorke.

Imaginárnu časť komplexnej permeability môžeme vyjadriť vzťahom

$$\mu'' = \frac{R_s - R_{DC}}{\omega L_0} \quad (3.6)$$

kde R_s je odpor vzorky s vinutím a R_{DC} je odpor vinutia.

L_0 sa dá vypočítať zo vzťahu

$$L_0 = \frac{\mu_0}{2\pi} N^2 h \ln\left(\frac{D}{d}\right) \quad (3.7)$$

kde N je počet závitov vinutia, h je hrúbka vzorky, D je vonkajší priemer vzorky a d je vnútorný priemer vzorky. [8]

Všetky merania komplexnej permeability prebiehali za izbovej teploty.

4 Výsledky meraní

4.1 Odpor

Meraním štvorbodovou metódou sme za pomoci vzťahu (3.4) zistili merný odpor vzoriek NB, B, NB-1V, B-1V, B-2V. Hodnoty merného odporu jednotlivých vzoriek sme zapísali do tabuľky (tab.2).

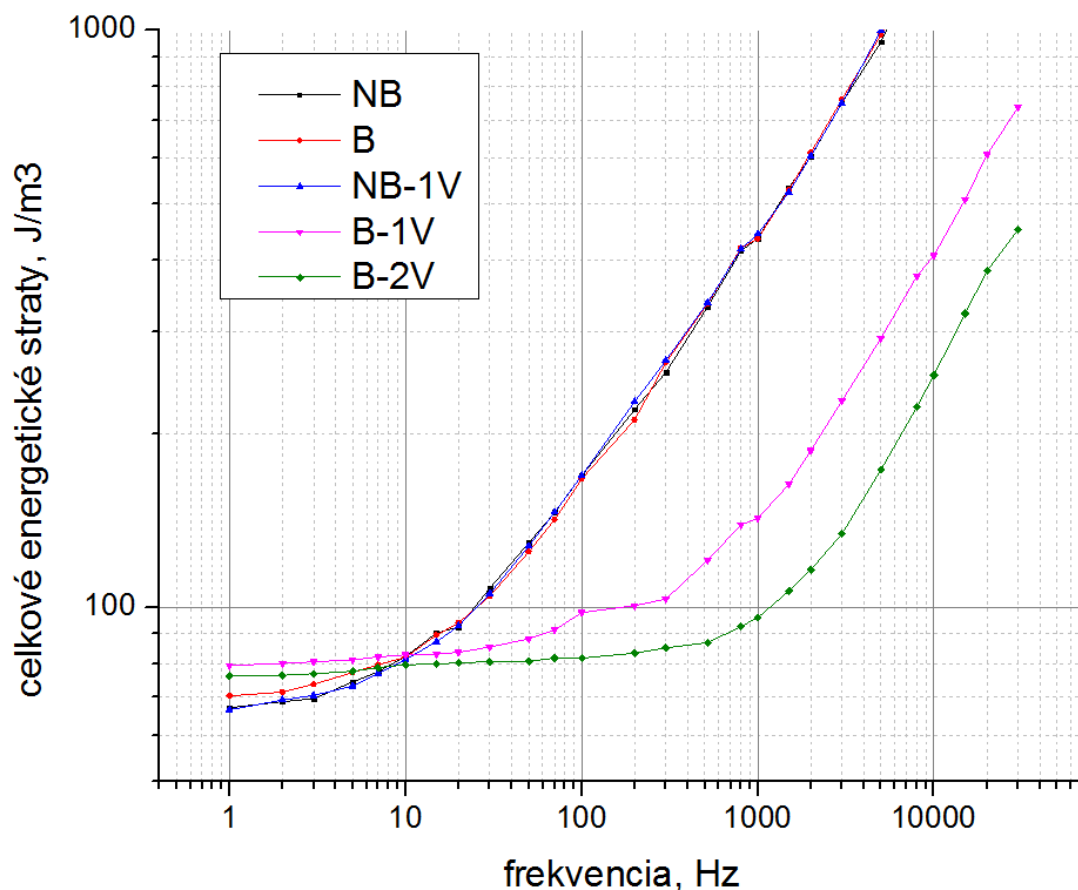
Tab. 2 Merný odpor jednotlivých vzoriek

Vzorka	Merný odpor [$\mu\Omega\ m$]
NB	0,17 $\pm$ 0,02
B	0,15 $\pm$ 0.01
NB-1V	0,19 $\pm$ 0.01
B-1V	3.0 $\pm$ 0.4
B-2V	10 $\pm$ 4

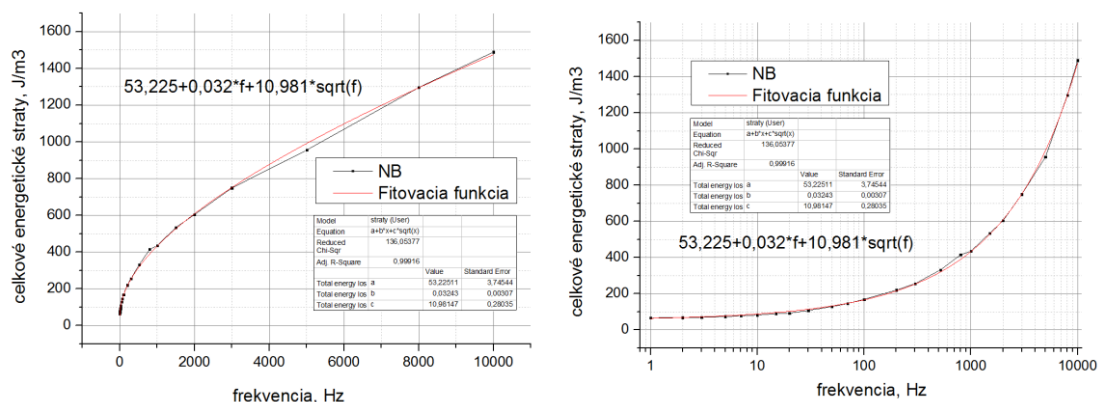
Z výsledkov meraní vyplýva, že obaľovanie častíc železa vzorky elektroizolačnými povlakmi výrazne zvyšuje merný odpor výsledného kompozitu a je očakávateľný pokles strát spôsobených medzičasticovými vírivými prúdmi tečúcimi prierezom feromagnetika.

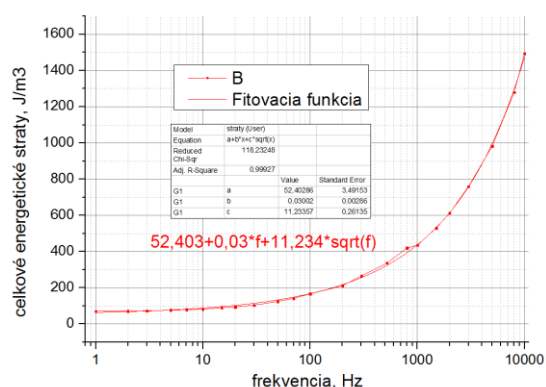
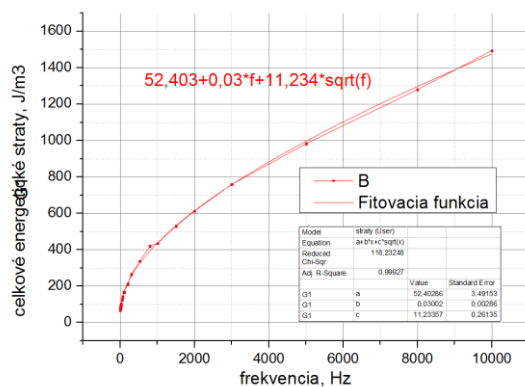
4.2 Straty

Merné energetické straty boli vypočítané z hysterézných slučiek nameraných pri kvazistatickom premagnetovaní a pri rôznych frekvenciách striedavého magnetického poľa a zobrazené do grafov.

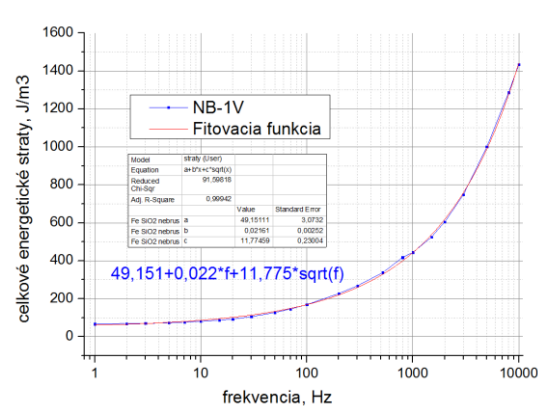
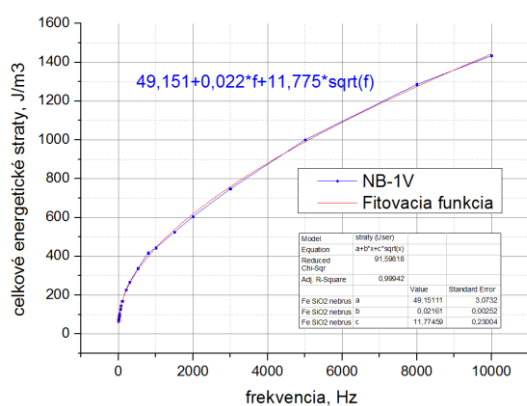


Bola vykonaná lineárna regresia podľa vzťahu (1.11). Výsledky lineárnej regresie každej vzorky sme spolu s vypočítanými koeficientami znázornili do nasledujúcich grafov (obr.13) až (obr.17), pričom koeficienty jednotlivých fitovacích funkcií sme zapísali do tabuľky (tab.3).

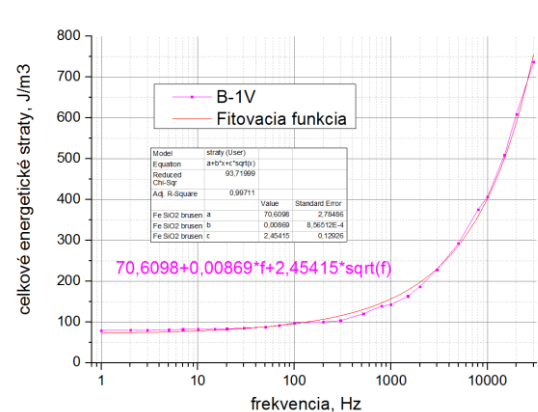
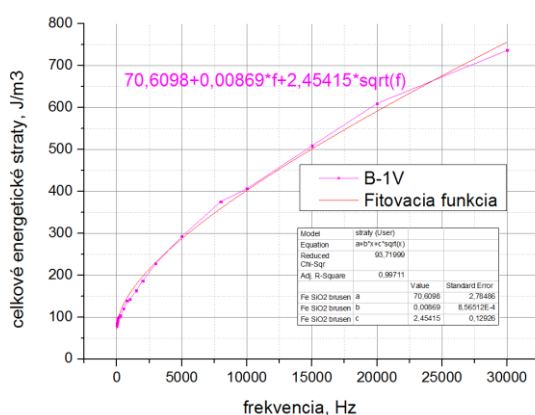




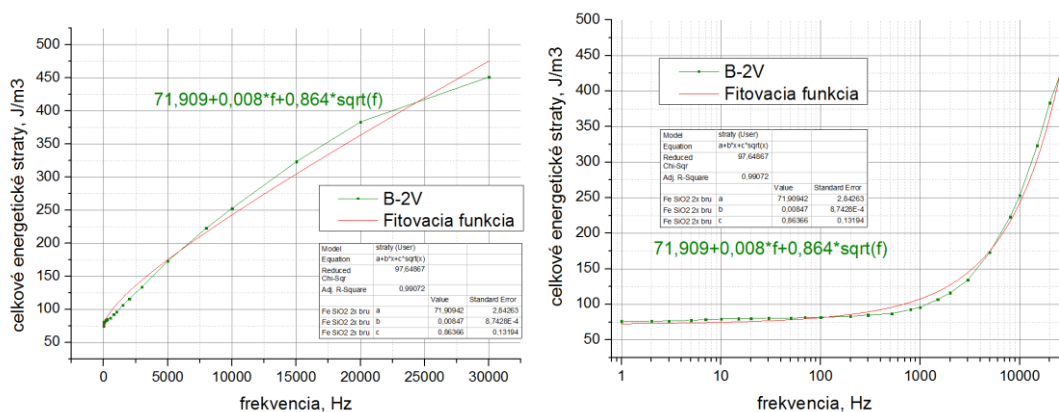
(obr.14: Celkové energetické straty vzorky B)



(obr.15: Celkové energetické straty vzorky NB-1V)



(obr.16: Celkové energetické straty vzorky B-1V)



(obr.17: Celkové energetické straty vzorky B-2V)

Tab. 3 Koeficienty strát

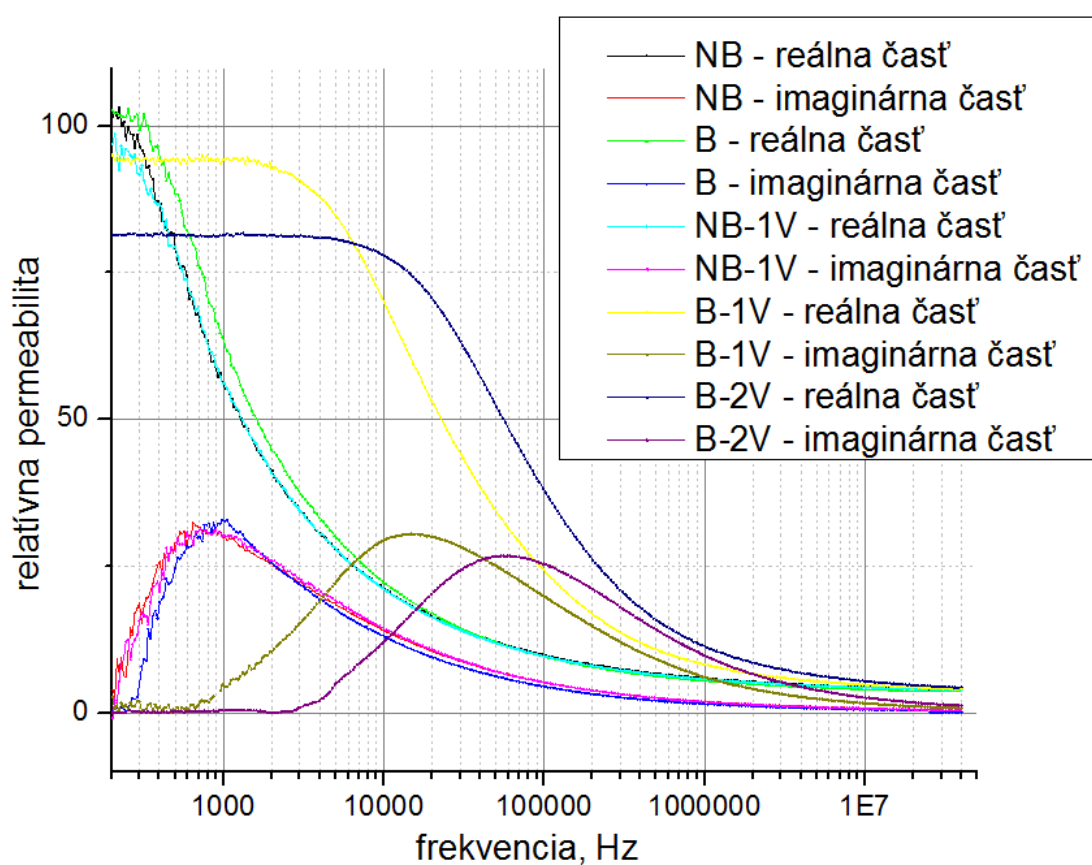
Vzorka	C_h	C_e	C_a
NB	53,225	0,032	10,981
B	52,403	0,030	11,234
NB-1V	49,151	0,022	11,775
B-1V	70,610	0,009	2,454
B-2V	71,909	0,008	0,864

Z tabuľky (tab.3) je vidieť, že mechanická úprava brúsením a následným obaľovaním povrchov častíc spôsobuje v prípade obaľovaných vzoriek mierne zvýšenie koeficientu pri časti celkových strát spôsobovaných hysteréznymi stratami, čo môže byť spôsobené buď vznikom dodatočných záchytných centier pre posun doménových stien v povrchovej vrstve feromagnetika prostredníctvom mechanických defektov vzniknutých pri brúsení vzhľadom na vysokú magnetostrikciu železa, alebo oslabovaním magnetickej väzby medzi časticami prášku, ktoré je spôsobené lepším obalením častíc elektroizolačným povlakom. Elektroizolačný povlak na feromagnetických časticiach s tvarom bližším k tvaru gule spôsobuje vyššiu hodnotu merného odporu kompozitného materiálu, čo má za následok zníženie koeficientu strát vírivými prúdmi a anomálnymi stratami až o rád v porovnaní s mechanicky neupravenou vzorkou, pričom druhá vrstva elektroizolantu spôsobila pokles koeficientu C_a o ďalší rád. Z grafu (obr.12) vidno, že vzorky B-1V a B-2V si aj pri relatívne vysokých frekvenciách udržiavajú celkové straty nízke, čím sú vhodnejšie na aplikácie v

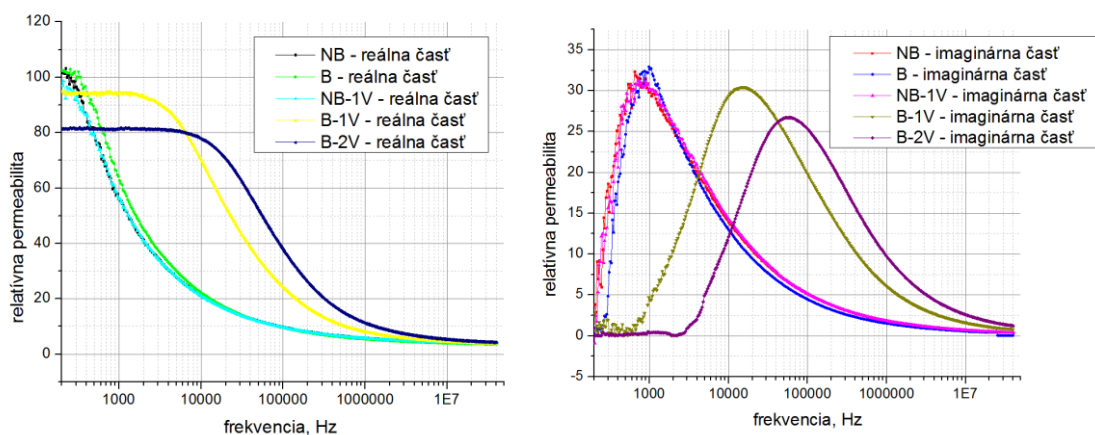
takýchto frekvenciách než vzorky NB, B a NB-1V, ktoré ale vykazujú pri kvázistatickom premagnetovaní a pri pomaly sa meniacich poliach nižšie straty, čo ich robí vhodnejšími na nízko-frekvenčné aplikácie.

4.3 Komplexná permeabilita

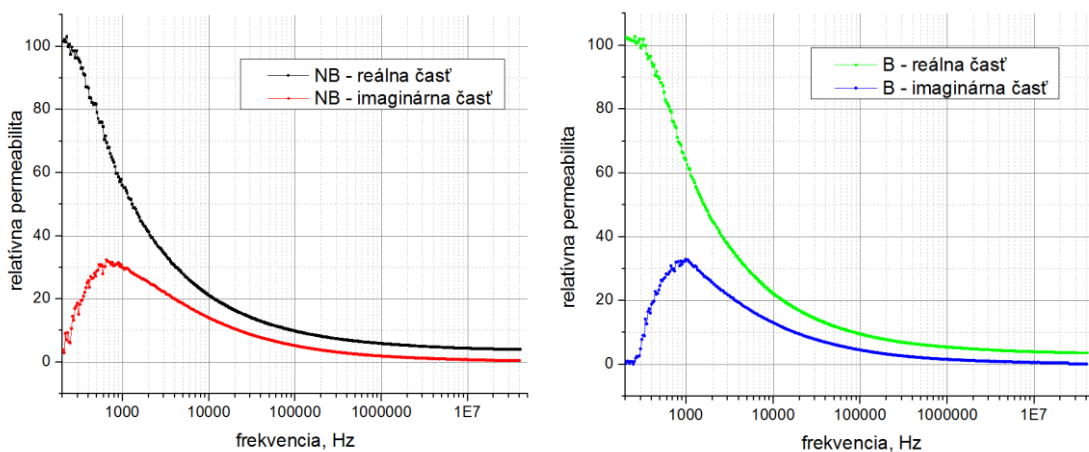
Výsledky z merania frekvenčnej závislosti relatívnej komplexnej permeability sme zobrazili do grafov.



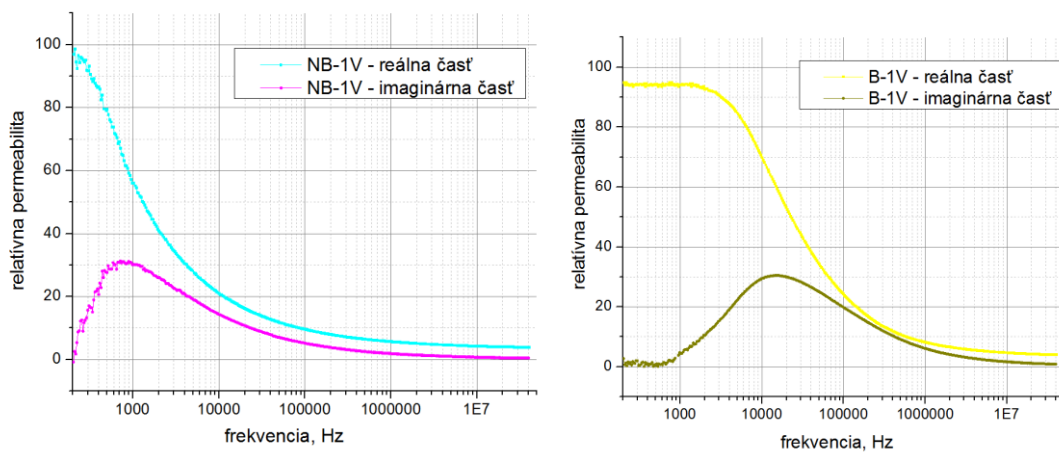
(obr.18: Reálna a imaginárna časť komplexnej permeability vzoriek)



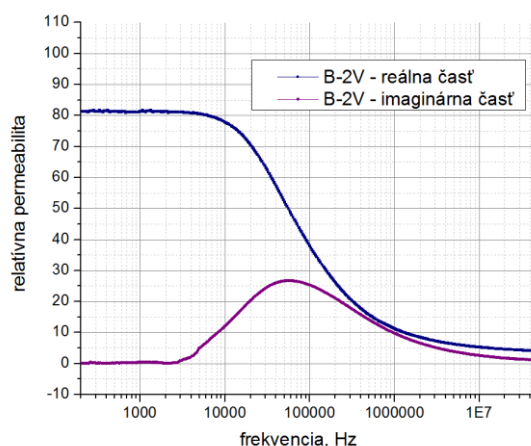
(obr.19 a 20: Reálna časť komplexnej permeability vzoriek, Imaginárna časť komplexnej permeability vzoriek)



(obr.21 a 22: Komplexná permeabilita vzorky NB, Komplexná permeabilita vzorky B)



(obr.23 a 24: Komplexná permeabilita vzorky NB-1V, Komplexná permeabilita vzorky B-1V)



(obr.25: Komplexná permeabilita vzorky B-2V)

Analýzou výsledkov meraní reálnej časti relatívnej komplexnej permeability sme zistili, že mechanická úprava brúsením spôsobuje vo všeobecnosti výrazne pomalší pokles reálnej časti relatívnej komplexnej permeability v závislosti od frekvencie, pričom tento efekt je výrazne viditeľný v prípade obaľovaných vzoriek, ktoré si dokážu zachovať takmer konštantnú veľkosť reálnej časti relatívnej komplexnej permeability do frekvencií rádovo 10^3 až 10^4 Hz. čo umožňuje výrazne efektívnejšiu činnosť pri vyšších frekvenciách v porovnaní s nebrúsenými vzorkami, ktoré ale vykazujú vyššie hodnoty reálnej časti relatívnej komplexnej permeability pri meraniach pri relatívne nízkych frekvenciách, ktoré však s narastajúcou frekvenciou rýchlo klesajú. Počet vrstiev elektroizolačného povlaku na časticiach železného prášku rozširuje pásmo frekvencií, pri ktorých reálna časť relatívnej komplexnej permeability klesá veľmi pomaly, ale zároveň spôsobuje jej nižšiu maximálnu hodnotu.

Z výsledkov meraní imaginárnej časti relatívnej komplexnej permeability je vidieť, že mechanická úprava povrchu železných častíc brúsením aj samostatne aj v kombinácii s obaľovaním častíc elektroizolantom spôsobuje pomalší nárast imaginárnej časti relatívnej komplexnej permeability a aj jej nižšie maximálne hodnoty.

Záver

Cieľom tejto práce bolo preskúmať vplyv počtu vrstiev SiO₂ a mechanickej úpravy brúsením povrchu častíc železa na komplexnú relatívnu permeabilitu a frekvenčnú závislosť celkových energetických strát pri striedavom magnetovaní.

Skúmali sme 5 vzoriek, ktoré boli modifikované rôznym spôsobom dvomi technologickými úpravami: mechanickou úpravou povrchov častíc a nanášaním vrstiev elektroizolačného povlaku.

Z výsledkov meraní odporu je zrejmé, že mechanická úprava brúsením spôsobuje v prípade obaľovaných vzoriek žiadaný nárast odporu o jeden rád, pričom druhá vrstva obaľovania zvýši nárast odporu o ďalší rád.

Z výsledkov meraní energetických strát je vidieť, že mechanická úprava brúsením spôsobuje v prípade obaľovaných vzoriek veľmi mierne zvýšenie koeficientu pri časti celkových strát spôsobovaných hysteréznymi stratami, ktoré je ale spôsobené lepším obalením v elektroizolačnom povlaku spôsobeným viac sférickým tvarom častíc feromagnetického prášku vzorky, a zníženie koeficientu strát vírivými prúdmi a anomálnymi stratami až o rád v porovnaní s mechanicky neupravenou vzorkou.

Analýzou výsledkov meraní relatívnej komplexnej permeability sme zistili, že mechanická úprava brúsením spôsobuje vo všeobecnosti pomalší pokles permeability, pričom tento efekt je výrazne viditeľný v prípade obaľovaných vzoriek, čo umožňuje efektívnejšiu činnosť pri vyšších frekvenciách.

Výsledky ukázali, že najpriaznivejšie magnetické vlastnosti vykazovala vzorka, ktorá mala mechanicky upravené povrchy častíc prášku a boli na nich pred kompaktovaním nanesené dve vrstvy elektroizolačných povlakov.

Zoznam použitej literatúry

- [1] TIRPÁK, A. 1999. Elektromagnetizmus. Tretie vydanie. Bratislava: IRIS, 2012. 716 s. ISBN 978-80-89256-92-1
- [2] DUFEK, M. - HRABÁK, J. - TRNKA, Z. 1964. Magnetická měření. Prvé vydanie. Praha: SNTL. 404 s. ISBN neuvedené
- [3] KOLLÁR, P. - BIRČÁKOVÁ, Z. - FÜZER, J. - BUREŠ, R. - FÁBEROVÁ, M. 2013. Power loss separation in Fe-based composite materials. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 327 (2013) 146-150
- [4] ČIČMANEC, P. 1980. VŠEOBECNÁ FYZIKA 2 Elektrina a magnetizmus. Prvé vydanie. Bratislava: ALFA, 1980. 568 s. ISBN neuvedené
- [5] HAJKO, V. - POTOCKÝ, L. 1973. Fyzika magnetických javov. Prvé vydanie. Košice: Rektorát Univerzity P.J. Šafárika v Košiciach, 1973. 496 s. ISBN neuvedené
- [6] KRONMÜLLER, H. - PARKIN, S. 2007. Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials. Volume 4: Novel Materials. Prvé vydanie. Chichester: John Wiley & Sons, 2007. 3064 s. ISBN 978-0470022177
- [7] CHIKAZUMI, S. - 2005. Physics of Ferromagnetism. Second edition. New York: Oxford University Press, 1997. 655 s. ISBN 0-19-851776-9
- [8] FÜZER, J. - DOBÁK, S. - KOLLÁR, P. 2015. Magnetization dynamics of FeCuNbSiB soft magnetick ribbons and derived powder cores. Journal of Alloys and Compounds 628 (2015) 335-342
- [9] KOLLÁR, P. - BIRČÁKOVÁ, Z. - FÜZER, J. - KUŹMIŃSKI, M. 2017. DC Magnetic Properties of Amorphous Vitrovac Ribbon. ACTA PHYSICA POLONICA A Vol.131 (2017) 10.12693/APhysPolA.131.675
- [10] OLEKŠÁKOVÁ, D. - KOLLÁR, P. - FÜZER, J. 2017. Low Frequency Core Losses Components of FeNiMo Powder Compacted Materials. ACTA PHYSICA POLONICA A Vol.133 (2017) 10.12693/APhysPolA.133.639