UNIVERZITA PAVLA JOZEFA ŠAFÁRIKA V KOŠICIACH PRÍRODOVEDECKÁ FAKULTA

PRÍPRAVA A MAGNETICKÉ VLASTNOSTI PRÁŠKOVÝCH A KOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV NA BÁZE Ni-Fe

UNIVERZITA PAVLA JOZEFA ŠAFÁRIKA V KOŠICIACH PRÍRODEVEDECKÁ FAKULTA

PRÍPRAVA A MAGNETICKÉ VLASTNOSTI PRÁŠKOVÝCH A KOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV NA BÁZE Ni-Fe

PRÁCA ŠVOČ

Študijný program:

Pracovisko:

Vedúci bakalárskej práce:

Fyzika kondenzovaných látok (II. st., denná forma) ÚFV – Ústav fyzikálnych vied Prof. RNDr. Peter KOLLÁR, DrSc.

Košice 2016

Bc. MILOŠ JAKUBČIN

Pod'akovanie

Touto cestou by som chcel vyjadriť vďačnosť svojmu školiteľovi prof. RNDr. Petrovi Kollárovi, DrSc. za jeho zhovievavosť a cenné odborné rady počas písania práce. Zároveň by som chcel poďakovať Ing. Františkovi Onderkovi, Mgr. Samuelovi Dobákovi a kolektívu.

Abstrakt

Magneticky mäkké kompozitné materiály (z ang. soft magnetic composites-SMCs) sa dajú popísať ako zhluky práškových častíc z magneticky mäkkého feromagnetika obalených tenkou vrstvou izolácie. SMCs sú v súčasnosti skúmané najmä kvôli svojim špecifickým magnetickým vlastnostiam a možnosti praktického využitia pre elektrotechnické aplikácie. V tejto práci boli skúmané magnetické vlastnosti práškových častíc permalloya (Ni₈₁Fe₁₉), ktoré boli jednoosovo lisované do kompozitných vzoriek prstencového tvaru s rôznym obsahom izolácie. Ako izolácia bola použitá fenol-formaldehydová živica s komerčným názvom ATM. Za účelom merania sa vyrobilo päť druhov vzoriek s pridaným 0% hm., 5% hm., 10% hm.,15% hm. a 20% hm. ATM. Na vzorkách sa meral merný elektrický odpor, veľkosť koercivity a frekvenčná závislosť komplexnej permeability v rozsahu frekvencií od 10^2 do 4.10^7 Hz. Experimentálne výsledky potvrdili, že kompozitné vzorky s vyšším obsahom ATM majú značne rozdielne elektrické aj magnetické vlastnosti ako vzorky s nižším obsahom ATM.



Obr. 1 [Prstencové vzorky zoradené zľava doprava podľa stúpajúceho percentuálneho obsahu ATM.]

Obsah

Úvod	l	5
1. M	lagnetické vlastnosti látok	6
1.1	Magnetická permeabilita	6
1.2	Hysterézia vo feromagnetikách	
2. M	lagneticky mäkké kompozitné materiály	
2.1	Vlastnosti práškových materiálov	
2.2	Vlastnosti SMCs	11
3. V	ýrobný proces a príprava vzoriek určených na merania	
3.1	Výroba polykryštalickej permalloyovej pásky	
3.2	Výroba práškových vzoriek mechanickým mletím	
3.3	Výroba vzoriek v tvare prstenca určených na merania	14
3.4	Príprava vzoriek pred experimentálnymi meraniami	15
4. M	Ieranie merného odporu	
4.1	Teoretický úvod	
4.2	Princíp merania	19
4.3	Experimentálne výsledky	20
5. M	Ieranie veľkosti koercivity	
5.1	Teoretický úvod	
5.2	Princíp merania	22
5.3	Experimentálne výsledky	23
6. M	leranie frekvenčnej závislosti permeability	
6.1	Teoretický úvod	
6.2	Princíp merania	26
6.3	Experimentálne výsledky	
Záve	r	
Zozn	am použitej literatúry	

Úvod

Magneticky mäkké kompozitné materiály (SMCs) sú v súčasnosti predmetom výskumu kvôli potenciálne rozsiahlej využiteľnosti v elektrotechnických aplikáciách a to najmä v oblasti vyšších pracovných frekvencií. Ich veľký merný odpor do značnej miery zabraňuje vzniku vírivých prúdov, ktoré sú pri vyšších frekvenciách premagnetovania hlavnou príčinou strát energie vo feromagnetických jadrách elektrotechnických prvkov. Niektoré magnetické vlastnosti feromagnetík sa však pridaním izolačného materiálu do istej miery zhoršia. Z tohto dôvodu bolo hlavným cieľom predkladanej práce pozorovať, ako sa menia vlastnosti permallovových vzoriek v tvare prstencov v závislosti od obsahu izolačnej fenol-formaldehydovej živice ATM v daných vzorkách. V praktickej časti práce sme sa oboznámili s výrobnými procesmi kompozitných vzoriek z magnetický mäkkých práškových častíc permalloya Ni₈₁Fe₁₉ a asistovali sme pri ich príprave. V experimentálnej časti práce sa stanovil merný elektrický odpor vzoriek, veľkosť koercivity, frekvenčná závislosť komplexnej permeability a stratového činiteľa. V úvode práce je teoretická časť venovaná najme magnetizmu látok a popisu magnetizačných procesoch prebiehajúcich vo feromagnetikách pri AC premagnetovaní.

1. Magnetické vlastnosti látok

1.1 Magnetická permeabilita

Elementárnymi nositeľmi magnetických vlastností v látkach sú atómy. Z magnetického hľadiska sú atómy zložité elektrodynamické systémy, ktorých vlastnosti možno dostatočne presne opísať len metódami kvantovej teórie. Vo všeobecnosti možno látky podľa ich magnetických vlastností rozdeliť do piatich základných skupín. Sú to látky diamagnetické, paramagnetické, feromagnetické, antiferomagnetické a ferimagnetické. Z magnetického hľadiska majú spoločný názov magnetiká [1].

Pre indukciu magnetického poľa v akomkoľvek látkovom prostredí platí všeobecný vzťah:

$$\boldsymbol{B}=\mu_0(\boldsymbol{H}+\boldsymbol{M}),$$

kde μ_0 je permeabilita vákua, **B** je indukcia magnetického poľa v látkovom prostredí, **H** je intenzita vonkajšieho magnetického poľa vyvolaná voľnými prúdmi a **M** je vektor magnetizácie látky, ktorého veľkosť sa rovná plošnej hustote viazaných prúdov [1]. Vektor magnetizácie **M** v látke je indukovaný vektorom intenzity vonkajšieho poľa **H**, v súlade s týmto tvrdením bol odvodený vzťah:

$$M=\chi H,$$

pričom χ je bezrozmerný koeficient nazývaný magnetická susceptibilita a vo všeobecnosti je nelineárnou funkciou **H**. Spojením týchto dvoch vzťahov dostávame:

$$\boldsymbol{B}=\mu_0(1+\chi)\boldsymbol{H}.$$

Ak označíme relatívnu permeabilitu $\mu_r = (1 + \chi)$ dostávame, že celková permeabilita vákua bude rovná:

$$\boldsymbol{B}=\mu_0\;\mu_r\boldsymbol{H}.$$

Súčin permeability vákua a relatívnej permeability predstavuje celkovú permeabilitu magnetika µ:

$$\mu_0 \ \mu_r = \mu.$$

Jednoducho povedané, permeabilita je schopnosť materiálu prepúšťať vonkajšie magnetické polia. A definične:

$$\mu = \frac{B}{H}.$$

Z hľadiska magnetických vlastností, môžeme látky rozdeliť na 5 nasledujúcich základných skupín.

<u>Diamagnetiká</u> sú látky, ktoré po vložení do vonkajšieho magnetického poľa s intenzitou H, vytvoria vo svojej štruktúre magnetické pole, ktoré je orientované proti smeru vonkajšieho poľa ($\mu_r < 1$)

<u>**Paramagnetiká</u>** sú látky, vo vnútri ktorých sa nevykompenzované magnetické dipóly, natočia do smeru vonkajšieho poľa a tým ho zosilnia ($\mu_r > 1$).</u>

Feromagnetiká sú podľa Weissovej teórie látky, ktorých špecifické magnetické vlastnosti vznikajú v dôsledku prítomnosti vnútorného magnetického poľa, ktoré má kvantovo mechanický pôvod a nazýva sa výmenná interakcia. Veľká, makroskopická oblasť vo feromagnetiku so súhlasne orientovanými magnetickými dipólovými momentmi sa nazýva magnetická doména. Rozmery domén sú v rozsahu 10⁻⁴ až 10 mm a sú oddelené doménovými stenami [1]. Všetky elementárne momenty v doméne sú usporiadané a vytvárajú jeden relatívne veľký magnetický moment. Po vystavení látky vonkajšiemu poľu sa posúvajú doménové steny a otáča vektor spontánnej magnetizácie tak aby bol smer magnetizácie rovnobežný na pole **H**. Tieto látky sa vyznačujú veľmi vysokou relatívnou permeabilitou ($\mu_r \gg 1$). V technickej praxi sú kvôli svojím špecifickým magnetickým vlastnostiam nenahraditeľné.



Obr. 2 [Schematické znázornenie procesov posuvu doménových stien a otáčania vektora spontánnej magnetizácie do smeru rastúceho vonkajšieho poľa [1].]

<u>Antiferomagnetiká</u> sú látky, v ktorých výmenná väzba spôsobuje antiparalelné zoskupovanie magnetických dipólových momentov atómov.

<u>Ferimagnetiká</u> obsahujú najmenej dve rôzne podmriežky s magnetickými iónmi, v ktorých magnetické momenty dvoch podmriežok majú rôznu veľkosť a sú orientované antiparalelne.

1.2 Hysterézia vo feromagnetikách

Správanie sa feromagnetických materiálov vo vonkajšom premennom magnetickom poli sa dá opísať tzv. hysteréznou krivkou. Ak máme na feromagnetickom prstenci navinuté toroidálne vinutie napojené na zdroj napätia, potom platia nasledujúce úvahy.

Elektrický prúd vytvorí v toroide magnetické pole intenzity H, v dôsledku ktorého vznikne vo feromagnetiku magnetizácia M a tým pádom aj indukcia B. Makroskopické vektory H, B, M sú cirkulárne, preto môžeme uvažovať iba ich absolútne hodnoty. Závislosti B resp. M v látke od indukovaného vonkajšieho poľa H nazývame magnetizačné krivky. Budeme sa zaoberať dvoma známymi magnetizačnými krivkami, z ktorých obe sú silne nelineárne závislosti B = B(H) resp. M = M(H). Všetka nelinearita materiálu sa skrýva v relatívnej permeabilite, ktorá je zložitou funkciou H [1].



Obr. 3 [Príklad krivky prvotnej magnetizácie a hysteréznej slučky [1].]

<u>Krivka prvotnej magnetizácie</u> popisuje zmagnetizovanie feromagnetika, ktoré na začiatku vykazovalo nulovú indukciu. Smernica dotyčnice ku krivke v počiatku súradnicovej sústavy určuje počiatočnú permeabilitu feromagnetika - $\mu_{poč}$. Smernica takej dotykovej priamky ku krivke, ktorá navyše prechádza aj začiatkom súradnicovej sústavy určuje maximálnu permeabilitu feromagnetika - μ_{max} .

<u>Hysterézna slučka</u> je uzavretá krivka závislosti B = B(H), ktorá charakterizuje proces premagnetovania feromagnetika. Z obsahu ohraničeného krivkou sa dajú určiť hysterézne straty energie (pri premagnetovaní v kvazistatickom režime), priesečník krivky B(H) s osou H = 0 v druhom kvadrante určuje veľkosť koercivity a priesečník krivky B(H) s osou B = 0 v prvom kvadrante určuje hodnotu remanentnej magnetickej indukcie vo feromagnetiku.

Hysteréziou sa myslí nejednoznačná závislosť hodnoty *B* resp. *M* na hodnote *H* podľa toho aká je magnetická história feromagnetika. Ak sa zmenšuje veľkosť intenzity vonkajšieho magnetizačného poľa, graficky znázornená závislosť B = B(H) sa nevracia späť po krivke prvotnej magnetizácie. Táto vlastnosť umožňuje napr. vytváranie permanentných magnetov [1].

2. Magneticky mäkké kompozitné materiály

2.1 Vlastnosti práškových materiálov

Vzorky práškového tvaru si treba predstaviť ako prášok zložený zo zŕn zliatin, ktoré boli mechanicky mleté resp. zlievané. Magnetické vlastnosti práškových vzoriek sú kľúčové pre masívne vzorky, ktoré sú z nich vyrobené lisovaním. Od práškových vzoriek sa čakajú výborné magnetické vlastnosti aby bolo perspektívne s nimi ďalej pracovať. Mleté materiály v tvare prášku určené na výrobu masívnych vzoriek by taktiež mali byť homogénne častice s kryštalickou štruktúrou a patričnou fázovou stabilitou.

Jednou z charakteristík dobrých magneticky mäkkých materiálov je ničím neprerušovaný a plynulý pohyb doménových stien pod účinkom vonkajšieho magnetického poľa. To nie je splnené, ak je prášok vzorky príliš jemný alebo je v materiáli veľa nehomogenít.

Vysoká objemová hustota energie magnetostrikčnej deformácie má za následok sťažený pohyb doménových stien. Je daná vzťahom

$$E_{\lambda}=\frac{1}{2}\sigma.\lambda_{s},$$

kde σ je mechanické pnutie materiálu a λ_s je relatívne predlženie. Keďže permalloyové zliatiny s obsahom Ni₈₁Fe₁₉ (%hm.) majú po vložení do vonkajšieho poľa magnetistrikčné predlženie veľmi blízku nule, hustota energie magnetostrikčnej deformácie bude nízka.

Rovnako je nežiaduca prítomnosť rôznych fáz látky v prášku, nevratné procesy posunu doménových stien budú totiž závislé na veľkosti, množstve, tvare a rozdelení častíc týchto fáz.

Ukazuje sa, že mleté materiály z nalámanej pásky na báze Ni-Fe sú vhodné feromagnetické materiály na výrobu masívnych vzoriek lisovaním, hlavne kvôli extrémne malej veľkosti kryštalických zŕn a fázovej stabilite zliatin. Aby sa znížila hodnota mechanických napätí vzniknutých lisovaním, je možné masívne vzorky žíhať. Ako príklad možno uviesť, že žíhanie masívnej vzorky permalloya Ni₈₁Fe₁₉ pri 1100°C

(1 hod.) znižuje celkové straty pri premagnetizovaní až o polovicu oproti nežíhanej vzorke

Vzorky v tvare prášku sú užitočné najmä pre výskumné účely, z praktického hľadiska sú využiteľné masívne kompaktované materiály. Vysokotlakové kompaktovanie práškov vedie okrem zväčšeniu mechanických napätí vo vzorke aj k vytvoreniu lepších magnetických kontaktov medzi práškovými časticami. Tieto magnetické kontakty umožňujú plynulejší pohyb doménových stien. Pri vysokých frekvenciách to ale prestáva byť výhodou, pretože zlepšenie magnetických kontaktov spôsobí väčšie straty energie vírivými prúdmi.

2.2 Vlastnosti SMCs

Zaujímavú aplikáciu majú feromagnetické prášky v tzv. magneticky mäkkých kompozitných materiálov (SMCs). Kompozitné materiály (skrátene kompozity) sú vo všeobecnosti materiály, ktoré vznikli zložením z dvoch alebo viacerých látok s rôznymi vlastnosťami, pričom výsledkom je materiál so špecifickými vlastnosťami. SMCs sú práškové častice z magnetický mäkkých feromagnetických látok, ktoré sú obalené v tenkej anorganickej alebo organickej izolačnej vrstve. Na obrázku (obr.3) sú znázornené práškové častice železa obalené izolačnou vrstvou. SMCs majú zaujímavé vlastnosti, ako napríklad veľmi malé energetické straty spôsobené vírivými prúdmi, značný elektrický odpor, termálnu tepelnú izotropiu, vysokú remanentnú magnetizáciu, relatívne nízku koercivitu, vysokú Curieho teplotu a iné. Boli vynájdené pre aplikáciu do zariadení pracujúcich s vysokou frekvenciou premagnetizovávania ako alternatíva ku nevodivým feritom [5].



Obr. 4 [Jednoduchý model práškového SMC s časticami železa [5].]

3. Výrobný proces a príprava vzoriek určených na merania

3.1 Výroba polykryštalickej permalloyovej pásky

Železo a rovnako aj nikel patria medzi šesť známych prvkov, ktoré sa v chemicky čistej podobe radia do skupiny feromagnetík [1]. Zliatiny na báze Ni-Fe, ktoré sa nazývajú premalloye, vykazujú vynikajúce magnetické vlastnosti, ako magneticky mäkké materiály.

Permalloy disponuje najväčšiou hodnotou počiatočnej permeability pri obsahu niklu okolo 80%. Táto vysoká hodnota permeability je spôsobená vymiznutím magnetostrikčnej anizotropie pri danom pomere prvkov v zliatine [8].

Veľký pokrok v príprave zliatin na báze Ni-Fe priniesla ich výroba metódou rýchleho ochladenia taveniny na rotujúcom valci. Je to metóda, ktorá vo všeobecnosti umožňuje prípravu zliatin vo forme tenkých amorfných pások.

Metóda rýchleho ochladenia taveniny na rotujúcom valci je jedna z metód výroby zliatin vo forme tenkej pásky (desiatky μ m). Spočíva v roztavení látky na taveninu v atmosfére inertného plynu. Tavenina následne tlakom plynu je vytláčaná na povrch rýchlo rotujúceho valca. Valec rotuje rýchlosťou 20-100 ms⁻¹ a je vyrobený z tepelne vodivého materiálu, na ktorom dochádza k prudkému poklesu teploty taveniny (okolo 10^5 K.s⁻¹). Odstredivá sila separuje stuhnutú taveninu od povrchu valca a tým vzniká tenká páska zliatiny [9].

Páska zliatiny je tenká iba niekoľko desiatok μ m a navyše krehká, jej použitie v praxi je preto obmedzené. Tento problém sa dá vyriešiť rozstrihaním pásky na malé kúsky, mletím v mechanických mlynoch na dosiahnutie homogenity práškových zŕn a následným lisovaním za tepla alebo za studena v lisoch požadovaného tvaru, za účelom prípravy masívnych kompaktovaných či kompozitných vzoriek.

3.2 Výroba práškových vzoriek mechanickým mletím

Častice určené na mechanické mletie majú formu malých čiastočiek, pilín alebo triesok zo zliatin alebo chemicky čistých prvkov.

Mechanické mletie je proces, pri ktorom sa melú častice zložené z rovnorodého materiálu. Častice látky drvia tak, že sa rozdelia na menšie zložky, pričom nedochádza k transportu látky.

Pri mletí v mlyne mlecie gule odovzdávajú značnú časť svojej kinetickej energie časticiam látky, čo následne častice látky láme, plasticky deformuje alebo zvára (obr. 4). Parametre ovplyvňujúce proces mletia sú nasledujúce: Typ mlyna, Rýchlosť mletia a teplota mletia, veľkosť mlecích gúľ, pomer hmotnosti mlecích gúľ ku mletému prášku (BPR), doba mletia a kontaminácia vzoriek.



Obr. 5 [Zrážka dvoch gulí s práškovými časticami pri procese mechanického mletia v mlyne [10].]

Na Obr. 5 je vyznačený prechod od nanokryštalickej pásky ku práškovej zlatine NiFe.



Obr.6 [Prechod od polykryštalickej pásky Ni-Fe ku práškovým časticiam]

3.3 Výroba vzoriek v tvare prstenca určených na merania

Páska použitá na výrobu vzoriek sa vyrobila metódou rýchleho ochladenia taveniny na rotujúcom z taveniny zloženia Ni₈₁Fe₁₉ (%hm.), aby vymizol jav magnetostrikcie. Páska sa nastrihala na rovnomerné malé kusy, ktoré bolo možné dať do planetárneho mlynu na 6 hodín (5hod. efektívny čas mletia + 1 hod. prestávky, aby nedošlo ku prehriatiu práškov) s hmotnostným pomerom mlecích gulí voči mletej páske BPR-9:1 (z ang. ball to powder ratio). Mlyn sa otáčal rýchlosťou 200 r.p.m. a mlecie gule boli vyrobené z tvrdenej ocele aby sa eliminoval vplyv kontaminácie. Jedným mletím sa získalo cca 30g prášku s pomerne homogénnou veľkosťou zŕn.

Výrobný proces prstencových vzoriek s obsahom 0% hm., 5% hm., 10% hm.,15% hm.,20% hm. Izolačného materiálu nazvaného ATM (fenol-formaldehydová živica s prídavkom minerálneho plniva) je rozdielny pre čistú vzorku NiFe (0% hm ATM) a kompozitné vzorky (5% hm,10% hm,15% hm,20% hm).

1. <u>Proces výroby prstencových kompozitných vzoriek Ni₈₁Fe₁₉ s obsahom 5% hm.,10% hm.,15% hm.,20% hm. ATM :</u>

Najskôr prebeho žíhanie kovových častic prášku pri teplote 800°C dobu 1hod. Tento proces odstránil z práškových častíc povrchové vrstvy oxidov a uvoľnil mechanické napätia naindukované počas mletia. Zároveň táto teplota nebola dostatočná na to aby spekala jednotlivé častice dokopy.

Fenol-formaldehydová živica bola mletá ,aby mala požadovanú granulometriu a rozpustená vo vysokočistom acetóne kvôli lepšej priľnavosti na práškové častice. Následne sa častice kovového prášku spolu s požadovaným hmotnostným percentom ATM vložili do REZODYN mixéra (akusticky rezonančny mixer), kde zmes ostala až do odparenia acetónu cca 5 minút. Proces rezonančného mletia zaručoval dostatočnú homogenitu zmesi.

Vzniknutá zmes sa lisovala jednoosovo pri tlaku 800MPa (na cca 15 sekúnd) v hydraulickom lisovacom zariadení v zápustke tvaru prstenca. Nakoniec sa vzorky vložili do pece a na 165 °C na 1 hod. v atmosfére vzduchu, kvôli uvoľneniu vnútorných napätí (vyššia teplota nebola prípustná, kvôli znehodnoteniu ATM).

2. <u>Proces výroby prstencových kompozitných vzoriek Ni₈₁Fe₁₉ s obsahom 0% hm. ATM:</u>

Z mletého prášku boli taktiež, za rovnakých podmienok, v procese žíhania vo vodíku odstránené zvyškové mechanické napätia a zároveň odstránene oxidy, ktoré sa naviazali v procese mletia na prášok. Zmes sa lisovala rovnako, jednoosovo, pri tlaku 800MPa (približne 15 sekúnd) na hydraulickom lisovacom zariadení v zápustke do tvaru prstenca. Rozdiel vo výrobe bol ten, že po lisovaní sa vzorka spekala v rúrovej peci CARBOLITE v atmosfére argónu s definovaným pretlakom. Proces spekania prebiehal nasledovne. V prvej fáze sa teplota zvyšovala 1°C/min až na teplotu 400°C, kde vydržala vzorka 30 min. (prebehlo odstránenie oxidov z povrchu vzorky). V druhej fáze teplota rástla 2°C/min, až na teplotu 1180°C, vzorka ostala pri tejto teplote 1 hod a prebiehalo spekanie práškových častíc dokopy. V poslednej fáze sa teplota vzorky lineárne znižovala v peci zhruba 6 hod až na teplotu 40°C, pri ktorej sa z pece vybrala.

Vyrobené boli 2 série vzoriek s rovnakým percentuálnym zastúpením 0% hm., 5% hm., 10% hm.,15% hm.,20% hm. ATM a to pre prípad, keby sa niektoré zo vzoriek poškodili či znehodnotili pri procese výroby. Vzorky, ktoré boli hore popísanými spôsobmi vyrobené sú odfotené na Obr. 1.

3.4 Príprava vzoriek pred meraniami

Prstencové vzorky získané lisovaním sa dôsledne vybrúsili aby povrchové nerovnosti neovplyvnili následné fyzikálne merania. Po vybrúsení sa stanovili geometrické rozmery vzoriek a ich hmotnosť. V nasledujúcej tabuľke sú vypísané presné hodnoty piatich vybraných vzoriek určených na ďalšie magnetické merania.

vzorky Fe-Ni	<i>h</i> (mm)	d_{vonk} (mm)	$d_{vn \mathrm{\acute{u}} t}$ (mm)	<i>m</i> (g)
0% ATM	2,47	23,92	17,61	3,38
5% ATM	2,29	25,12	17,95	3,35
10% ATM	3,12	24,19	17,82	3,22
15% ATM	3,31	25,29	18,15	3,24
20% ATM	3,51	25,14	17,91	2,98

Po odmeraní rozmerov a hmotností sa meral elektrický odpor vzoriek a následne koercivita vzoriek, kde si vzorky nevyžadovali špeciálnu úpravu. Po získaní údajov sme vzorky prelepili tenkou vrstvou izolácie, aby nedošlo ku skratovaniu vinutia cez vodivú vzorku a tým k znehodnoteniu merania. Ako izolácia poslúžila papierová lepiaca páska. Pred meraním permeability sme na všetky vzorky navinuli rovnaký počet 21 závitov izolovaného vodiča.

4. Meranie merného odporu

4.1 Teoretický úvod

Pri skúmaní elektrických aj magnetických vlastností látok je často potrebné experimentálne stanoviť veličinu zvanú merný elektrický odpor látky. Merný elektrický odpor látky je fyzikálna veličina vyjadrujúca elektrický odpor vodiča dĺžky 1m, ktorý má prierez 1m². Rozdiel medzi elektrickým odporom a merným elektrickým odporom je ten, že merný el. odpor je materiálová konštanta. Merný elektrický odpor látky má takisto vplyv na rôzne iné fyzikálne veličiny súvisiace s elektromagnetizmom a to napríklad na straty energie vírivými prúdmi aj anomálne straty energie pri vložení materiálu do premenného magnetického poľa.

V nasledujúcej tabuľke sú uvedené hodnoty merného el. odporu pri izbovej teplote pre niektoré vodivé látky:

Látka	ρ [10 ⁻⁸ Ω.m]
Meď	1,75
Železo	13
Hliník	3,3

Hodnotu merného elektrického odporu vzorky v tvare valca je možné teoreticky určiť nasledujúcou úvahou. Pre veľkosť intenzity elektrického poľa a prúdovej hustoty platia vzťahy:

$$E = \frac{U}{L}$$



U - napätie

Obr.7 [Schéma valcovej vzorky pretekanej elektrickým prúdom.]

Pre prúdovú hustotu platí všeobecný vzťah:

$$J = \frac{I}{S}.$$

Merný elektrický odpor je definovaný ako podiel intenzity elektrického poľa a prúdovej hustoty:

$$\rho = \frac{E}{J} = \frac{\frac{U}{L}}{\frac{I}{S}}.$$

Zohľadnením Ohmovho zákona dostávame:

$$\rho = R \frac{S}{L}.$$

Z tohto vzťahu sa dá určiť celkový odpor valčeka dĺžky L a prierezu S:

$$R = \rho \frac{L}{S}.$$

Je vidieť, že čím má vodič tenší prierez, tým väčší ohmický odpor vodič predstavuje. Na zistenie merného odporu vzorky v tvare valca či hranolu stačí odmerať ohmický odpor vzorky v obvode a poznať jej geometrické rozmery.

Prstencové vzorky majú často najvýhodnejší tvar pre meranie magnetických vlastností látok, je však o to problematickejšie určiť ich merný elektrický odpor. Na meranie merného elektrického odporu vzoriek v tvare prstenca sa najčastejšie používajú dve experimentálne metódy, ktoré sa dajú použiť pre rôznorodé geometrické tvary vzoriek.

1.Štvorbodová metóda 2.Metóda Van der Pauwa

Pri meraní merného odporu magneticky mäkkých kompozitov v tvare prstencov s malými rozmermi sa však ani jedno z týchto meraní nejavilo ako dôveryhodné a to najmä kvôli vysokým relatívnym chybám merania, ktoré boli často viac ako 100%. Rovnako meranie na prístroji tzv. teraohmmeter nedávalo dostatočne presné výsledky. Dá sa predpokladať, že to bol dôsledok lokálnej nehomogenity v rozložení dielektrického plastu a vodivého permalloya.

Metóda ktorú sme zvolili pre meranie odporu vyplývala priamo z definície merného odporu.

$$\rho = R \frac{S}{L}.$$

4.2 Princíp merania

Keďže štandardné merania boli problémové z hľadiska priveľkej nehomogenity povrchu vzoriek, naša meracia metóda spočívala v silnom pritlačení jedného kúsku alobalu na celú vrchnú časť povrchu vzorky a druhého kúsku alobalu na celú spodnú časť povrchu vzorky (stykové plochy boli medzikružia). Na merania je potrebné mať zdroj jednosmerného napätia, ampérmeter, voltmeter, alobal, zverák. Bolo nutné poznať geometrické rozmery vzoriek. Citlivosť všetkých prvkov bola uspôsobená pre potreby experimentu.

Na konce alobalu, pritlačené na vzorku zhora aj zdola, sme napojili zdroj napätia. Kusy alobalu sme od seba odizolovali tak, aby prúd pretekal iba cez vzorku. Počas merania sme sa snažili stabilizovať zdroj napätia tak aby prúd pretekajúci vzorkou bol 0,1A. Následne sme voltmetrom merali úbytky napätí na vzorke. Podľa Ohmovho zákona sme vypočítali reálny odpor vzorky a zo vzorca pre merný odpor materiálu bolo jednoduché určiť merný odpor. Týmto spôsobom sme potlačili vplyv povrchových či vnútorných nehomogenít materiálu, keďže elektrický kontakt bol rozložený rovnomerne na veľkú časť povrchu vzorky. Od vodivých vzoriek, kde hral pri meraní významnú rolu aj úbytok napätia na alobale (0% ATM, 5% ATM), sme hodnotu tohto úbytku vo výpočtoch zohľadnili.

4.3 Experimentálne výsledky

Graf (Graf 1) znázorňuje experimentálne výsledky merania odporu , pričom jednotlivé hodnoty sú určené priemernou hodnotou z desiatich meraní.



Graf 1 [Hodnoty merného elektrického odporu vzoriek z oboch výrobných sérií.]

Metóda ktorú sme zvolili pre meranie odporu bola síce nekonvenčná, no výsledky najviac odpovedali teoretickým predpokladom a relatívna odchýlka merania z desiatich meraní vzoriek bola vždy menšia ako 10%.

Predmetom častých úvah bola najmä vzorka z prvej série s 20% ATM, ktorá mala extrémne nízku hodnotu merného odporu. Zaujímavý bol tiež fakt, že odpor tejto vzorky bol zhuba päťnásobne nižší ako odpor vzorky z prvej série s 15% ATM.

Pre magnetické merania sme si vybrali vzorky, ktoré mali vyššie hodnoty merného odporu a boli čo najhomogénnejšie.



Graf 2 [Hodnoty merného elektrického odporu vybraných vzoriek, ktoré boli určené na ďalšie merania.]

5. Meranie veľkosti koercivity

5.1 Teoretický úvod

V kapitole 1.2 sme rozobrali podrobnejšie jav hysterézie v silnomagnetických materiáloch. Veľkosť koercivity je jeden z dôležitých technických parametrov materiálu. Pri v nasledujúcom texte, definujeme pojmy koercivita a koercítívne pole.

<u>Koercivita</u> - intenzita magnetického poľa, ktorú je potreba naložiť na materiál zmagnetizovaný do bodu nasýtenia tak, aby jeho magnetická polarizácia klesla z J_{max} na nulovú hodnotu. V ďalšom texte budeme túto konštantu značiť H_{cj} . H_{cj} je materiálová konštanta.

Pozn. 1 - z historického hľadiska sa pre tento parameter používajú aj názvy ako koercitívna sila resp. koercitívna intenzita.

Pozn .2– oficiálny slovenský spisovný názov tohto parametra je koercitivita.
 Pojem "koercivita" sa prebral z anglického slova "coercivity".

<u>Koercitívne pole</u> – intenzita magnetického poľa, ktorú treba naložiť na zmagnetizovaný materiál (materiál nie je zmagnetizovaný do bodu nasýtenia) aby jeho magnetizácia klesla na nulovú hodnotu. Veľkosť koercitívneho poľa je závislá na tom ako je materiál zmagnetizovaný pred demagnetovaním.

5.2 Princíp merania

Na merania koercivity vzoriek sme použili prístroj Koerzimat 1.097 H_{cj} značky Foerster. Vo vnútri prístroja sa nachádzala cievka s veľkým počtom vinutí a sondy na meranie magnetickú indukciu resp. magnetizáciu feromagnetika. Cievka veľkým magnetickým pulzom najskôr nasýtila feromagnetikum do hodnoty magnetickej saturácie. V ďalšom kroku prístroj znižoval intenzitu magnetického poľa v cievke a tým aj magnetizáciu vzorky, pričom magnetizáciu vzorky aj zaznamenával. Keď magnetizácia vzorky dosiahla nulovú hodnotu, určil riadiaci počítač koercivitu H_{cj}. Vzorky sa merali v dvoch rôznych symetrických polohách vzhľadom na nulovú polohu. Pre určenie hodnoty H_{cj} pristroj vyhodnotil štatistický priemer zo štyroch meraní. Takéto meranie sme opakovali 3 krát a vzorky sme priebežne otáčali vzorkou, kvôli zisteniu vplyvu štrukturálnych nehomogenít na koercivitu. Meranie sa dá považovať za presné, chyba merania bola menšia ako 4%. Čas magnetizačného pulzu (magnetizačný čas) u elektricky vodivých vzoriek, ktoré boli magneticky mäkké, bol nastavený na väčšie hodnoty, aby nedochádzalo ku vzniku vírivých prúdov, ktoré by mali nežiaduci efekt, kvôli vzniku protipoľa. Počas merania bolo treba dávať pozor, aby sa elektronika neprehriala čo frekvenciu meraní dosť obmedzovalo.

5.3 Experimentálne výsledky

V grafoch (graf 3, graf 4) sú znázornené experimentálne určené hodnoty, ktoré boli vypočítané ako priemer z dvanástich meraní.



Graf 3 [Veľkosť koercivity vzoriek z oboch výrobných sérií.]

Z výsledkov vyplýva, že vzorka bez pridaného ATM (0% ATM) má približne desaťnásobne nižšiu koercivitu ako vzorky s pridaným ATM. Priebeh koercivity s množstvom pridaného ATM nejaví možnosť popísať ho jednoduchou úvahou. Pre

takýto popis by bolo vhodné urobiť viacero vzoriek so širším a hustejším spektrom obsahu pridaného ATM.



Graf 4 [Veľkosť koercivity vybraných vzoriek, ktoré boli určené na ďalšie merania]

6. Meranie frekvenčnej závislosti permeability

6.1 Teoretický úvod

Magnetická permeabilita definovaná vzťahmi z kapitoly 1.1 popisuje magnetikum nachádzajúce sa v statickom magnetickom poli. V striedavých magnetickým poliach je však situácia zložitejšia. Zohľadnením vplyvov premenného poľa na vzorku sa dopracujeme ku veličine zvanej komplexná permeabilita.

Relatívna permitivita stacionárneho poľa, je bezrozmerné číslo. Je definovaná ako podiel:

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0}$$

Ak na vzorku pôsobí striedavé pole:

$$H(t) = H_0 \cdot \cos(\omega t).$$

Relaxačné procesy v reálnom materiály majú za následok, že sa magnetická indukcia v magnetiku sa omešká za poľom *H* o fázový uhol δ , teda:

$$B(t) = B_0 \cdot \cos(\omega t - \delta).$$

Pomocou komplexnej symboliky prepíšeme vzťahy na:

$$H(t) = H_0 \cdot e^{j\omega t}.$$
$$B(t) = B_0 \cdot e^{j(\omega t - \delta)}.$$

Magnetická permeabilita je definovaná ako:

$$\mu = \frac{B(t)}{H(t)} = \frac{B_0 \cdot e^{j(\omega t - \delta)}}{H_0 \cdot e^{j\omega t}}.$$

Po úprave:

$$\mu = \frac{B_0}{H_0} e^{-j\delta}.$$

Zohl'adnením Eulerovej formuly:

$$\mu = \frac{B_0}{H_0} \cos\delta - j \frac{B_0}{H_0} \sin\delta = \mu' - i\mu'',$$

kde $\mu' = \frac{B_0}{H_0} cos\delta$ je reálna zložka komplexnej permeability, ktorá zodpovedá tej časti magnetickej indukcie, ktorá sa mení vo fáze s vonkajším poľom *H* a $\mu'' = \frac{B_0}{H_0} sin\delta$ je imaginárna zložka, ktorá zodpovedá časti *B* posunutej o $\frac{\pi}{2}$ vzhľadom na *H* a charakterizuje straty energie vznikajúce v magnetickom v materiáli.

Podiel imaginárnej a reálnej zložky komplexnej permeability nazývame stratový činiteľ, ktorý určuje straty energie pri premagnetovaní. [4]

$$tg\delta = \frac{\mu''}{\mu'}.$$

Pri nízkych frekvenciách sú straty energie veľmi malé teda $\mu'' \rightarrow 0$ a komplexná permeabilita sa zredukuje na statickú permeabilitu. Dôležitý je tiež poznatok, že ak poznáme frekvenčný priebeh jednej zložky komplexnej permeability, vieme vypočítať aj druhú zložku. Je to spôsobené faktom, že reálna a imaginárna časť komplexnej permeability nenadobúdajú navzájom nezávislé hodnoty. [4]

6.2 Princíp merania

Aparatúra na meranie permeability bola pomerne zložitá. Impedančný analyzátor HP 4194A meral parametre elektronického prvku, prstencovej vzorky SMC s vinutím 21 závitov, ktorý vnímal ako odpor so sériovo zapojenou indukčnosťou (Obr.9). Meral sa úbytok napätia na tejto súčiastke a zaznamenávala sa celková impedancia vzorky s vinutím pri rôznych frekvenciách. Meranie prebiehalo pri malých vstupných napätiach (0,5V) čo stačilo na vytvorenie iba malých polí aby sa zachytili procesy prebiehajúce v tzv. Rayleigho oblasti.



Obr. 8 [Vzorka oblepená izolačnou papierovou páskou s navinutými 21 závitmi, pripravená na meranie frekvenčnej závislosti permeability]



Obr. 9 [Sériovo zapojený odpor a indukčnosť]

Úbytok napätia na takejto súčiastke sa dá vyjadriť ako:

$$u = R_{dc}i + N\frac{d\phi}{dt},$$

kde R_{dc} je odpor vinutia, i je prúd pretekajúci obvodom, N je počet závitov cievky a ϕ je magnetický indukčný tok vo vnútri toroidálneho vinutia.

Pre harmonické vlnenie poľa rovnica prejde do komplexného tvaru:

$$u = R_{dc}i + jN\omega\phi.$$

Magnetický indukčný tok sa dá vypočítať ako:

$$\phi = \iint B(r) dS.$$

Po aproximácii prierezu vzorky ideálnym obdĺžnikom a preintegrovaní cez celý prierez vzorky S, sa dá dopracovať k výsledku:

$$\phi = \frac{(\mu' - j\mu'')\mu_0 Nih}{2\pi} ln \frac{d_{vonk}}{d_{vnut}}.$$

Po dosadení do vzťahu pre napätie:

$$u = i \left(R_{dc} + \frac{\omega \mu'' \mu_0 N^2 h}{2\pi} ln \frac{d_{vonk}}{d_{vnut}} + j \frac{\omega \mu' \mu_0 N^2 h}{2\pi} ln \frac{d_{vonk}}{d_{vnut}} \right)$$

Z tohto vyplýva, že celková impedancia vzorky s vinutím je:

$$Z(\omega) = R_{dc} + R_{fer}(\omega) + j\omega L_s(\omega),$$

kde R_{DC} je ohmický odpor drôtu použitého na vinutie , R_{fer} je zložka odporu, za ktorú je zodpovedné feromagnetikum vo vnútri cievky a induktancia súčiastky je daná posledným členom wL_s . Na vzorku sme navinuli jedno vinutie s 21 závitmi čo je kompromis medzi skutočnosťami, že sme pri výpočtoch zanedbali zložku ohmického odporu vinutia, ktorá sa s rastúcou frekvenciou mení napr. kvôli skin efektu, a presnosťou merania v čo najväčšej škále frekvencií. Program potom určí μ' a μ'' podľa vzťahov.

$$\mu' = L_s \frac{2\pi}{\mu_0 N^2 h \ln \frac{d_{vonk}}{d_{vnut}}},$$
$$\mu'' = R_{fer} \frac{2\pi}{\omega \mu_0 N^2 h \ln \frac{d_{vonk}}{d_{vnut}}}$$

kde L_0 je indukčnosť prázdnej cievky vypočítaná z počtu vinutí a geometrických rozmerov cievky a ω je kruhová frekvencia v Hz. Získané hodnoty sa zapísali do textového súboru a neskôr vykreslia do grafu. Program na meranie frekvenčnej závislosti bol navrhnutý Mgr. Samuelom Dobákom z KFKL v prostredí Labview.

6.3 Experimentálne výsledky

Meranie komplexnej permeability prebiehalo vo frekvenčnom rozsahu od 100 Hz do približne 40 MHz. Pri nižších frekvenciách boli dáta často skreslené vplyvom šumov a nedostatočného magnetického indukčného toku vnútri kompozitných vzoriek (veľký podiel šumu ku signálu). Z meraní permeability kompozitných vzoriek 5%,10%,15%,20% sme preto vylúčili frekvencie nižšie ako 1000 Hz z nameraných dát ako neobjektívne hodnoty. Pri grafe vzorky 0% ATM je viditeľný dôsledok relaxačných procesov pri frekvenciách vyšších ako 10⁴ Hz. V dôsledku veľkej elektrickej vodivosti vzorky a indukovaných vírivých prúdov je posuv doménových stien pri týchto frekvenciách takmer nemožný, čo sa prejaví na znížení reálnej zložky permeability.

Užitočným technickým parametrom je aj stratový činiteľ resp. stratový tangens, ktorý súvisí s energetickými stratami vzorky v striedavom magnetickom poli. V grafe (Graf 5) sú vykreslené hodnoty stratového činiteľa pre jednotlivé vzorky.

V grafe (graf 6) sú vykreslené frekvenčné závislosti reálnej aj imaginárnej zložky komplexnej permeability vzoriek. Z pohľadu na experimentálne výsledky je jasné, že zmena permeability s rastúcim obsahom ATM vo vzorke je omnoho výraznejšia pri vzorkách s menším obsahom tejto izolácie (0% hm., 5% hm.) Pri vzorkách s vyšším obsahom ATM (15% hm., 20% hm.) je zmena permeability minimálna.



Graf 5 [Frekvenčná závislosť stratového činiteľa]

Závislosť komplexnej permeability od frekvencie sa nazýva aj magnetické spektrum. [4] Z grafov (graf 6) vyplýva, že pridanie ATM má veľký vplyv aj na priebeh magnetických spektier jednotlivých vzoriek a to hlavne pri vzorkách s 0% hm. a 5% hm. pridaného ATM.



Graf 5 [Závislosť reálnej a imaginárnej zložky permeability vzoriek na meniacej sa frekvencii]

Záver

Cieľom predkladanej práce bolo získať poznatky o technológii výroby kompozitných vzoriek Ni₈₁Fe₁₉ v tvare prstencov a neskôr aj skúmať elektrické a magnetické vlastnosti týchto kompozitných vzoriek v tvare prstenca s rôznym obsahom fenol-formaldehydovej živice ATM. Potvrdilo sa, že merný odpor vzoriek rastie s množstvom obsahu živice vo vzorke. Zaujímavosťou bola výnimka, kedy merný odpor vzorky vyrobenej v prvej sérii s obsahom ATM 20% hm. bol takmer pätnásť násobne nižší ako vzorky s tým istým obsahom ATM, ktorá bola vyrobená v druhej sérii a tiež nižší ako oba vzorky s obsahom 15% hm. ATM. Tento poznatok je cenný, pretože v súčasnosti neexistuje ucelená predstava o detailnom technologickom postupe pri výrobe takýchto vzoriek. Z hľadiska magnetických vlastností bolo zaujímavé zistenie, že koercivita kompozitných vzoriek bola síce omnoho vyššia ako vzorky s 0% hm. ATM, ale táto veličina nejavila jednoznačnú závislosť od percentuálneho obsahu izolácie. Po premeraní frekvenčnej závislosti komplexnej permeability sme z priebehu imaginárnej a reálnej zložky permeability získali celistvejšiu predstavu o relaxačných procesoch pri pohybe doménových stien v materiáloch. Permeabilita vzorky bez pridaného ATM bola neporovnateľne vyššia ako permeabilita vzoriek s obsahom ATM. Paradoxne hodnota permeability u vzoriek s obsahom 15% hm. a 20% hm. izolácie sa líšila len nepatrne. Veľkosť stratového činiteľa bola pri vzorkách 5% hm., 10% hm., 15% hm., 20% hm. nepriamo úmerná množstvu plastu vo vzorkách. Relatívna odchýlka merania merného odporu bola menšia ako 10%. Pri meraniach koercivity a frekvenčnej závislosti permeability bola relatívna odchýlka vždy menšia ako 5%. Pre lepšie pochopenie vnútorných magnetizačných procesov pri kvázistatickom premagnetovaní sú na týchto vzorkách naplánované aj DC merania anhysteréznych kriviek.

Zoznam použitej literatúry

[1] Tirpák, A. *Elektromagnetizmus*. Bratislava: Univerzita Komenského, 2009. ISBN 80-88780-26-8.

[2] Hajko, V.- Potocký, L. *Fyzika magnetických javov*. Košice: Rektorát UPJŠ, 1973. ES-UPJŠ 10/64/73

[3] Halliday, D.- Resnick, R.- Walker, J., *Fyzika 2*. Brno: VUT v Brne, 2008. ISBN 978-80-214-4123-1.

[4] Hajko, V.- Potocký, L.- Zentko, A. *Magnetizačné procesy*. Bratislava: ALFA, 1982. 63-119-82

[5] Shokrollahi, H. – Janghorban, K. Soft magnetic composite materials (SMCs), In *Journal of Materials Processing Technology*. 2007, 189, pp 1-12

[6] Olekšáková, D.- Kollár, P. - Füzer, J.-Roth,S. Components of the core losses under low frequency magnetic field of bulk Ni-Fe compacted powder material, In *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2013, 333, pp 18-21

[7] Green, A. 150 Years Of Industry & Enterprise At Enderby's Wharf. <http://atlantic-cable.com/Article/EnderbyAG/index.htm>

[8] Kollár, P. - Olekšáková, D. - Füzer, J. - Roth,S. AC magnetic properties of the bulk Fe-Ni and Fe-Ni-Mo soft magnetic alloys prepared by warm compaction, In *Journal of Alloys and Compounds*. 2009, 483, pp 557-559

[9] Olekšáková, D. Dizertačná práca. Košice: PF UPJŠ, 2006.

[10] Suryanarayana, C. Mechanical alloying and milling, In *Progress in Materials Science*. 2001, 46, pp 1-184

[11] Švec, T. et al., Structure and magnetic properties of powder permalloy Fe-Ni, In *Czechoslovak Journal of Physics*. 2004, 54

[12] Kusý, M. - Kollár, P. - Olekšáková, D. - Füzer, J. Structure and Magnetic Properties of Hot Pressed NiFe Powder, *In Acta Physica Polonica A*. 2008, 113

[13] Kollár, P. - Füzer, J. - Zeleňáková, A. - Olekšáková, D. Základné fyzikálne praktikum II. Košice: PF UPJŠ, 2006. ISBN 80-7097-656-X.

[14] Bednarčík, J. - Füzer, J. - Olekšáková, D. - Kollár, P. Soft magnetic materials in a bulk from prepared by powder compaction, In *Czechoslovak Journal of Physics*. 2004, 54

[15] Kollár, P. - Olekšáková, D. - Füzer, J. - Roth,S. Soft magnetic properties
of NiFe compacted powder alloys, In *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*.
2006, 304, e730-e732

[16] Šternberg, J. Úvod do magnetismu pevných látek. Praha: SPN, 1979.

[17] Bozorth, R. M. *Ferromagnetism*, third edition. IEEE Press, Piscataway, NJ, 1993

[18] Bertotti, G. *Hysteresis in Magnetism*. Academic Press, San Diego, May 1998