

Dominika Gaworska¹, Bogumił Węgliński²

Politechnika Wrocławska, Instytut Maszyn, Napędów i Pomiarów Elektrycznych, ul. Smoluchowskiego 19, 50-372 Wrocław

Mikołaj Szafran³, Paweł Wiśniewski⁴

Politechnika Warszawska, Wydział Chemiczny, Zakład Technologii Nieorganicznej i Ceramiki, ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa

WPLYW RODZAJU I ZAWARTOŚCI DIELEKTRYKU NA WŁAŚCIWOŚCI DIELEKTROMAGNETYKÓW

Dielektromagnetyki są kompozytami proszkowymi, które znajdują coraz szersze zastosowanie jako magnetowody urządzeń elektrycznych. W pracy zaprezentowano podstawowe właściwości dielektromagnetyków wykonanych przy użyciu nowych rodzajów dielektryków, jak np. kompozycje: szkła wodnego i NaOH, Glifosu i NaH_2PO_4 oraz szkła wodnego i NaH_2PO_4 , a także spoiwa: dyspersja Tarflenowa, dyspersja poli(akrylowo-styrenowa), emulsja poli(winylobutyralu) oraz Flumix C, otrzymanych metodą prasowania z użyciem wysokich ciśnień.

Badania właściwości kompozytów prowadzono w dwóch etapach: badania wstępne i badania zasadnicze. W badaniach wstępnych zawartość spoiwa w kompozytach wynosiła 5%. W etapie zasadniczym ilość spoiwa w kompozytach proszkowych zmniejszono do 1% wag. w stosunku do proszku żelaza w celu zbadania wpływu zawartości składników na właściwości magnetowodów.

Badania magnetyczne wykonano na próbkach toroidalnych o wymiarach $\phi 60 \times 50 \times 5$ mm otrzymanych w procesie prasowania ciśnieniem 800 MPa. W badaniach wstępnych wypraski, w zależności od zastosowanego spoiwa, wygrzewano w temperaturze 200°C/0,5 h (próbki PUB-5%, DT-5%, PAS-5%), 600°C/0,5 h (próbki SWNa-5%, PF-5%, Glifos-5%, FLC-5%, SP-Glifos-5%, SPNa-5%). Na podstawie wstępnych badań magnetycznych kompozytów (rys. rys. 1 i 2) do dalszych badań wybrano SWNa, Glifos i SPNa. Następnie wybrane próbki poddano kolejnej obróbce cieplnej w temperaturze 800°C/1 h w celu sprawdzenia wytrzymałości termicznej spoiwa. Niestety zaobserwowano duży wzrost stratności całkowitej badanych próbek, co świadczy o zniszczeniu właściwości dielektrycznych spoiwa na skutek działania zbyt wysokiej temperatury (rys. 2).

W badaniach zasadniczych wypraski wygrzewano w temperaturze 500°C/0,5 h (próbki SWNa-1%, Glifos-1%, SPNa-1%) i poddano badaniom magnetycznym. Wyniki tych badań przedstawiono na rysunkach 3-7. Zmniejszenie ilości spoiwa wpłynęło na poprawę właściwości magnetycznych kompozytów (rys. rys. 5 i 6).

Badania wykazały, że rodzaj i ilość zastosowanego spoiwa ma wpływ na właściwości dielektromagnetyków, a najkorzystniejszymi właściwościami cechował się kompozyt SPNa-1%, charakteryzujący się najniższą stratnością (rys. 7).

Słowa kluczowe: dielektromagnetyki, dielektryki, proszki magnetycznie miękkie, spoiwa, właściwości magnetyczne

INFLUENCE OF A QUANTITY AND DIELECTRIC TYPE ON DIELECTROMAGNETICS PROPERTIES

Dielectromagnetics are powder composites which are more and more widely used as magnetic cores for electric devices. The paper present basic parameters of dielectromagnetics obtained by employment of new kinds of dielectrics i.e. compositions: water-glass-NaOH, Glifos- NaH_2PO_4 , water-glass- NaH_2PO_4 ; and binders: „Tarflen” dispersion, poly(acrylic-styrene) dispersion, poly(vinyl-buthyral) emulsion and Flumix C, obtained as the result of die pressing under high value pressure values.

Studies on parameters of the composites were conducted in two stages: initial tests and core tests. In initial tests the binder content was equal 5 wt.%. In core tests, binder content was decreased to 1 wt.% in relation to the iron powder in order to investigate the influence of the components' amount on the properties of magnetic cores.

Magnetic tests were conducted on ring samples with dimensions $\phi 60 \times 50 \times 5$ mm, which were obtained using die pressing method under 800 MPa. In initial tests the samples were heated in temperature of 200°C/0.5 h (samples PUB-5%, DT-5%, PAS-5%), 600°C/0.5 h (samples SWNa-5%, PF-5%, Glifos-5%, FLC-5%, SP-Glifos-5%, SPNa-5%), depending on the kind of binder used.

The initial magnetic tests of composites (Figs 1, 2) resulted in a selection of only the SWNa, Glifos and SPNa samples for further research. Subsequently, samples were heated in 800°C/1 h in order to check thermal strength of the binder and of the dielectric. Unfortunately, high increase of total energy loss was observed, what indicated that insulating properties of the binder had been annihilated because of the influence of high temperature (Fig. 2).

In core tests, samples were heated at 500°C/0.5 h (SWNa-1%, Glifos-1%, SPNa-1%) and they later underwent magnetic tests. Reduction of the binder's amount results in better magnetic parameters (Figs 5, 6).

The research shows that the kind of the binder used and its amount has an effect on dielectromagnetics' parameters and the most beneficial properties were indicated for SPNa-1% composite, which was characterized by the lowest total energy lost (Fig. 7).

Key words: dielectromagnetics, dielectrics, soft magnetic powders, binders, magnetic properties

WPROWADZENIE

W ostatnich latach dielektromagnetyki, będące magnetycznymi kompozytami proszkowymi, cieszą się coraz większym zainteresowaniem i znajdują zastoso-

¹ mgr inż., ^{2,3} prof. dr hab. inż., ⁴ dr inż.

wanie jako materiały magnetyczne do magnetowodów urządzeń elektrycznych. Tego typu materiały w swoim składzie oprócz proszku żelaza zawierają jeszcze dielektryk, pełniący rolę środka izolującego, spoiwa, a także środka poślizgowego [1]. Kompozyty proszkowe formuje się metodą prasowania w formach stalowych pod wysokimi ciśnieniami rzędu 600÷800 MPa, a następnie w zależności od rodzaju spoiwa mogą być utwardzane lub spiekane [2].

Niedostatkami prasowania jest nierównomierność zagęszczenia prasowanych kształtek wzdłuż kierunku przykładanego ciśnienia, będącego wynikiem niejednorodnego rozkładu sił prasujących w prasowanej kształtce. Jest to wynikiem powstawania sił tarcia pomiędzy cząstkami proszku, a także pomiędzy cząstkami proszku a ściankami formy. Problem ten minimalizuje się poprzez dobór odpowiednich materiałów na formy, odpowiednie parametry prasowania oraz przez dobór i optymalizację właściwości reologicznych prasowanych proszków [3].

W przedstawionych badaniach zastosowano różne dielektryki pełniące rolę spoiw, mające przy minimalnej ich ilości nadać odpowiednie właściwości reologiczne proszkom żelaza, aby spowodować zmniejszenie występujących sił tarcia oraz zapewnić dużą gęstość i wytrzymałość wyprasowanych kompozytów w stanie surowym dzięki równomiernemu jego rozprowadzeniu.

CEL BADAŃ

Praca ma charakter interdyscyplinarny i przebiegała w dwóch ośrodkach. Instytut Maszyn, Napędów i Pomiarów Elektrycznych Politechniki Wrocławskiej od lat zajmuje się badaniami magnetycznych kompozytów proszkowych otrzymywanych metodą prasowania, których głównym składnikiem jest magnetycznie miękki proszek żelaza. Z kolei Zespół Ceramiki Specjalnej Wydziału Chemicznego Politechniki Warszawskiej od dawna zajmuje się między innymi projektowaniem i doбором spoiw o różnej budowie chemicznej i składzie dla wielu metod formowania.

Zakres badań obejmował badania dielektromagnetyków wykonanych z proszku żelaza z dodatkiem różnych spoiw mających charakter dielektryków. Celem badań było porównanie wybranych właściwości fizykomechanicznych i elektrycznych oraz właściwości magnetycznych dielektromagnetyków wykonanych z zastosowaniem różnych spoiw o właściwościach dielektrycznych.

Porównanie właściwości otrzymanych kompozytów może prowadzić do ich dokładnego projektowania i otrzymania tworzyw o ściśle założonych parametrach, co pozwoli na szersze zastosowanie takich kompozytów, jako magnetowody urządzeń elektrycznych.

PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO BADAŃ

Przedstawiono wyniki badań właściwości dielektromagnetyków wykonanych z magnetycznie miękkiego proszku żelaza (ATOMET 1001HP) i różnych dielektryków. Przebadano kilka rodzajów dielektromagnetyków:

- proszek Fe i kompozycja szkła wodnego z NaOH (ozn. SWNa)
- proszek Fe i spoiwo polifosforanowe (ozn. PF)
- proszek Fe i emulsja wodna poli(winylobutyralu) (ozn. PVB)
- proszek Fe i Glifos (ozn. Glifos)
- proszek Fe i dyspersja tarflenowa (ozn. DT)
- proszek Fe i dyspersja poli(akrylowo-styrenowa) (ozn. PAS)
- proszek Fe i Fluimix C (ozn. FLC)
- proszek Fe i kompozycja NaH_2PO_4 z Glifosem (ozn. SP-Glifos)
- proszek Fe i kompozycja NaH_2PO_4 ze szkłem wodnym (ozn. SPNa)
- proszek Fe bez dielektryku (ozn. 1001HP)

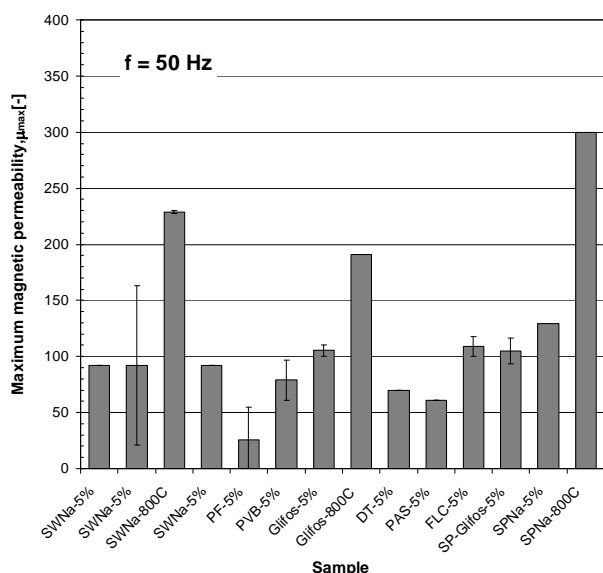
Zastosowane spoiwa były zarówno produktami handlowymi (PF, PVB, Glifos, DT, FLC), jak i specjalnie przygotowywanymi spoiwami (PAS), mającymi również zastosowanie w prasowaniu proszków ferrytowych i tlenku glinu, a także w innych technikach formowania, takich jak tape casting [3, 4], czy kompozycjami opracowanymi specjalnie do otrzymania dielektromagnetyków (SWNa, SP-Glifos, SPNa).

Spoiwo dodawano do proszku w odpowiedniej ilości (5% wag. w badaniach wstępnych i 1% wag. w stosunku do proszku w badaniach zasadniczych), następnie mieszano i ujednorodniono poprzez 5-krotne przetarcie przez sito o prześwicie oczka 0,2 mm. Z tak przygotowanego granulatu przystąpiono do prasowania kształtek.

BADANIA WSTĘPNE

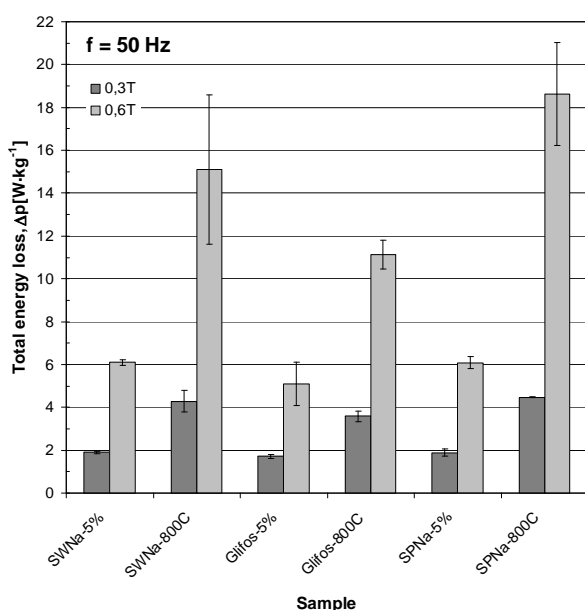
W celu sprawdzenia właściwości fizykomechanicznych oraz elektrycznych i magnetycznych przeprowadzono badania wstępne dla wyżej wymienionych kompozytów z 5% wag. zawartością spoiwa w stosunku do proszku żelaza (ozn. SWNa-5%, PF-5%, PVB-5%, Glifos-5%, DT-5%, PAS-5%, FLC-5%, SP-Glifos-5%, SPNa-5%).

Badania wykonano na próbkach toroidalnych o wymiarach $\phi 60\phi 50 \times 5$ mm, otrzymanych w procesie prasowania ciśnieniem 800 MPa. Następnie wypraski w zależności od użytego spoiwa wygrzewano w temperaturze 200°C przez 1 h (próbki: PVB-5%, DT-5%, PAS-5%) lub w 600°C przez 0,5 h (próbki: SWNa-5%, PF-5%, Glifos-5%, FLC-5%, SP-Glifos-5%, SPNa-5%).



Rys. 1. Maksymalna przenikalność magnetyczna kompozytów wykorzystanych w badaniach wstępnych

Fig. 1. Maximum magnetic permeability of composites used in preliminary study (99% confidence limits of mean value are indicated)



Rys. 2. Straty całkowite badanych kompozytów

Fig. 2. Total energy loss of examined composites (99% confidence limits of mean value are indicated)

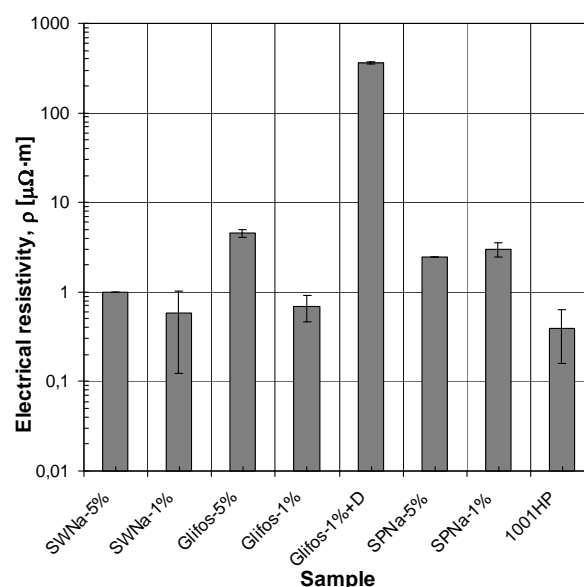
Badania magnetyczne wykonano na komputerowym systemie do badań właściwości magnetycznych MAG TD200 w częstotliwości 50 Hz. Maksymalną przenikalność badanych kompozytów przedstawiono na rysunku 1. Ze względu na słabe właściwości magnetyczne badanych kompozytów (rys. 1) do dalszych badań wybrano jedynie próbki: SWNa, Glifos, SPNa. Próbki te poddano kolejnej obróbce cieplnej w temperaturze 800°C przez 1 h w celu sprawdzenia wytrzymałości termicznej spoiwa (SWNa-800C, Glifos-800C, SPNa-800C). Otrzymano znaczną poprawę przenikalności magnetycz-

nej (rys. 1), jednak zaobserwowano również wzrost strat całkowitych badanych próbek (rys. 2). Świadczy to o zniszczeniu właściwości dielektrycznych spoiwa na skutek działania zbyt wysokiej temperatury.

BADANIA ZASADNICZE

Słabe wyniki magnetyczne badanych wyprasek mogą wynikać ze zbyt dużej zawartości spoiwa w kompozytach. W związku z tym, w celu zbadania wpływu ilości zastosowanego spoiwa, wykonano i zbadano wybrane proszki z 1% wag. zawartością spoiwa w kompozytach (SWNa-1%, Glifos-1%, SPNa-1%). Dodatkowo wykonano również kompozyt Glifos-1% z 0,5% dodatkiem dielektryku w postaci żywicy termoutwardzalnej (Glifos-1%+D). Ze względu na właściwości zastosowanej żywicy (EPIDIAN 101) obróbkę cieplną kompozytu Glifos-1%+D przeprowadzono w temperaturze 200°C przez 1 h. Na podstawie badań wstępnych temperaturę obróbki cieplnej obniżono do 500°C/0,5 h, natomiast zachowano ciśnienie prasowania wynoszące 800 MPa.

W celach porównawczych zbadano również właściwości próbki wykonanej z czystego proszku żelaza, który stanowił bazę otrzymanych kompozytów (1001HP). Rezystywność i wytrzymałość mechaniczną na zginanie badanych próbek przedstawiono na rysunkach 3 i 4.

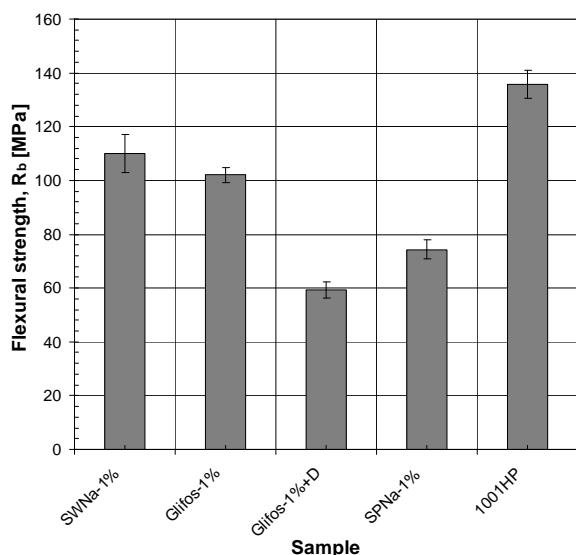


Rys. 3. Rezystywność badanych kompozytów

Fig. 3. Resistivity of examined composites (99% confidence limits of mean value are indicated)

Zauważyć można, że wprowadzenie spoiwa do kompozytu proszkowego spowodowało pogorszenie wytrzymałości mechanicznej magnetowodów. Zaskakująca jest najniższa wytrzymałość kompozytu z dodatkiem żywicy.

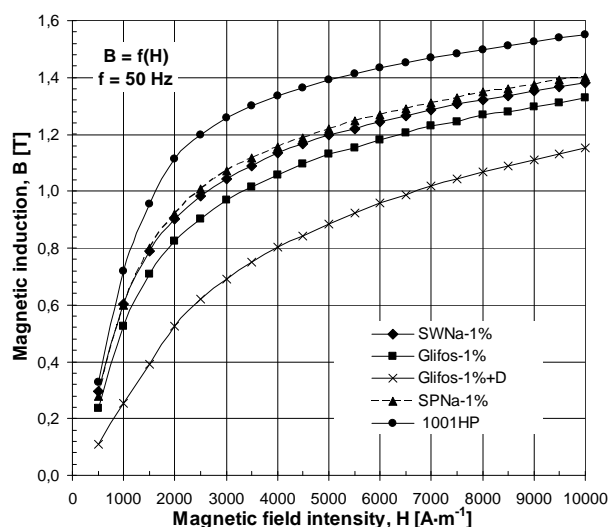
Może być to związane ze zbyt niską temperaturą obróbki cieplnej, uniemożliwiająca pełne wykorzystanie właściwości wiążących spoiwa Glifos. Wówczas elementem spajającym ziarna proszku jest jedynie żywica, której 0,5% zawartość może być zbyt mała, aby zapewnić wysoką wytrzymałość magnetowodu. Najwyższa wartość wytrzymałości otrzymana dla 1001HP wynika z powstawania trwałych połączeń między zianami na skutek działania wysokiej temperatury podczas obróbki cieplnej.



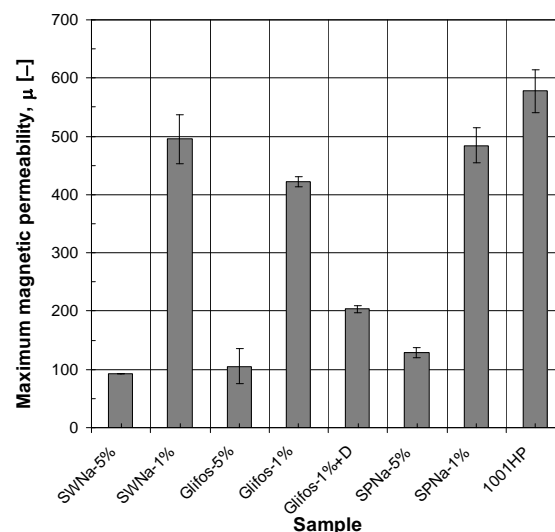
Rys. 4. Wytrzymałość na zginanie kompozytów z 1% zawartością spoiwa
Fig. 4. Flexural strength of composites with 1% binder content (99% confidence limits of mean value are indicated)

Zmniejszenie ilości spoiwa wpłynęło na znaczną poprawę właściwości magnetycznych badanych magnetowodów (rys. rys. 5 i 6). Najbardziej zbliżone właściwości do bazowego proszku żelaza (1001HP) otrzymano dla kompozytów SWNa-1% oraz SPNa-1%. Najgorszą przewodnością magnetyczną charakteryzuje się natomiast kompozyt z dodatkiem żywicy. Można również zauważyć, że zmniejszenie ilości spoiwa do 1% poprawiło przenikalność magnetyczną ponad 4-krotnie. Wynika to z większego objętościowego udziału fazy przewodzącej strumień w magnetowodzie. Mała zawartość spoiwa powoduje, iż ziarna żelaza są bliżej siebie, a nawet mogą łączyć się ze sobą, tworząc mostki przewodzące, co zmniejsza reluktancję obwodu i ułatwia proces magnesowania. Jednak zmniejszenie ilości fazy dielektrycznej (spoiwa) w obwodzie pogarsza izolację międzyziarnową (rys. 3), co może skutkować wzrostem strat z prądów wirowych. Jak wiadomo, wielkość strat z prądów wirowych jest wprost proporcjonalna do kwadratu średnicy powierzchni, przez którą przepływa prąd indukowany poprzez zmienny strumień magnetyczny. Słaba izolacja ziaren żelaza oraz ich połączenia powodują zwiększenie się powierzchni przepływu prądów wirowych, a tym samym zwiększenie się strat.

Dlatego też próbki wykonane z kompozytów o mniejszej zawartości spoiwa charakteryzują się wyższymi stratami niż próbki z badań wstępnych, których straty, ze względu na dobrą izolację ziaren, wynikają głównie z dużego udziału strat z histerezy spowodowanych wewnętrznymi naprężeniami wprowadzanymi podczas prasowania (rys. 7). Należy zwrócić uwagę, iż najniższe straty wśród badanych próbek z 1% zawartością spoiwa otrzymano dla kompozytu SPNa-1%. Są one około dwa razy niższe od strat otrzymanych dla próbki wykonanej z czystego żelaza.



Rys. 5. Krzywe magnesowania kompozytów z 1% zawartością spoiwa
Fig. 5. Magnetization curves of composites with 1% binder content (99% confidence limits of mean value are indicated)

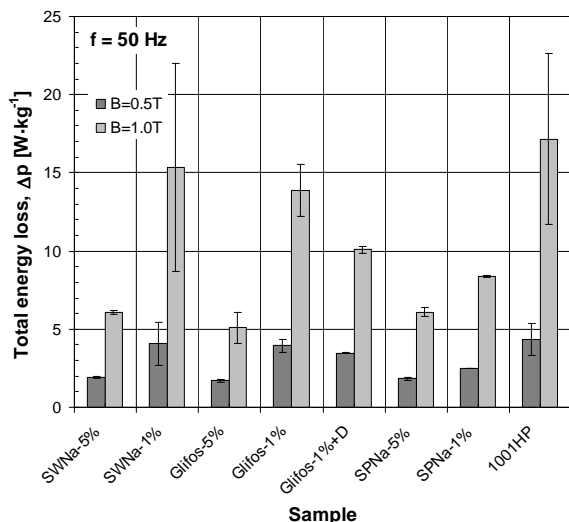


Rys. 6. Porównanie maksymalnej przenikalności magnetycznej badanych kompozytów

Fig. 6. Comparison of maximum magnetic permeability of examined composites (99% confidence limits of mean value are indicated)

Niestety wielkości strat pozostałych próbek są zbliżone do strat próbki wykonanej z czystego żelaza. Moż-

na zatem przypuszczać, iż 1% udział spoiwa SWNa oraz Glifosu jest niewystarczający, by zminimalizować wielkość indukowanych prądów wirowych. Dodanie dodatkowego dielektryku do kompozytu Glifos zmniejszyło co prawda wielkość strat, jednak jednocześnie pogorszyło znacznie permeancję obwodu.



Rys. 7. Porównanie stratności całkowitej badanych kompozytów

Fig. 7. Comparison of total energy loss of examined composites (99% confidence limits of mean value are indicated)

Poza tym należy zwrócić uwagę na duży słupek błędów dla próbek SWNa-1%, Glifos-1% oraz 1001HP. Może to świadczyć o dużych aglomeracjach połączonych ziaren żelaza, których wielkość może być zróżnicowana w poszczególnych próbkach.

PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badania wykazały, że rodzaj i ilość zastosowanych spoiw wpływają na właściwości otrzymanych kompozytów proszkowych. Z wykonanych pomiarów wynika, iż wśród przebadanych kompozytów najlepszy jest SPNa-1%. Zapewnia on dobre właściwości magnetyczne (wysoka przenikalność magnetyczna) przy stosunkowo niskiej stratności. Dalsze badania skoncentrować należy na określeniu najwyższej dopuszczalnej temperatury obróbki cieplnej w celu maksymalnego zmniejszenia strat z histerezy. Ponadto dokładniej należy zbadać zależność procentowej zawartości spoiwa SPNa na właściwości magnetyczne kompozytu.

LITERATURA

- [1] Janta T., Węgliński B., Wpływ rodzaju dielektryku na właściwości dielektromagnetyków, *Kompozyty (Composites)* 2003, 3, 7, 165-171.
- [2] Janta T., Węgliński B., Wpływ obróbki cieplnej na stratność dielektromagnetyków, *Kompozyty (Composites)* 2002, 2, 3, 91-96.
- [3] Szafran M., Rokicki G., Wiśniewski P., Wodorozcieńczalne spoiwa polimerowe w procesie prasowania proszków ceramicznych, *Polski Biuletyn Ceramiczny, Ceramika* 2000, 60, 229-233.
- [4] Szafran M., Rokicki G., Effect of acrylic-styrene copolymer chemical structure on properties of ceramic tapes obtained by tape casting, *Journal of the American Ceramic Society* 2001, 84, 6, 1231-1235.

Recenzent
Marcin Leonowicz