

Tomasz Janta¹, Bogumił Węgliński²

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

WPŁYW OBRÓBKI CIEPLNEJ NA STRATNOŚĆ DIELEKTROMAGNETYKÓW

Przedstawiono zmiany stratności dielektromagnetyków, będące wynikiem obróbki cieplnej w zakresie temperatur 180÷1000°C. Zbadano właściwości fizyczne i magnetyczne dielektromagnetyków. Przeprowadzono rozdział strat mocy na straty z histerezy i z prądów wirowych oraz przedstawiono ich zmiany pod wpływem zastosowanej obróbki cieplnej. Celem pracy jest wykazanie, że przeprowadzenie obróbki cieplnej dielektromagnetyków w zakresie temperatury I rekryystalizacji żelaza, to jest około 800°C, korzystnie wpływa na zmniejszenie ich strat z histerezy. Ponieważ stosowane dotychczas dielektryki nie wytrzymują tak wysokich temperatur obróbek cieplnych, zastosowano niekonwencjonalny dielektryk, którym był dyspersyjny proszek tlenku aluminium (Al₂O₃).

INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON DIELECTROMAGNETICS LOSS

Dielectromagnetics find more and more attempts of applications on magnetic cores of electrical devices. Profitable for their uses enlargements is, among other things, diminution of their losses and improvement of other magnetic parameters essential for definite application. Comparison of losses of classical dielectromagnetics and of electrical sheets, at frequencies 50 Hz, is unprofitable for dielectromagnetics. Proportions these of losses change however with frequency. Losses of dielectromagnetics and of electrical sheet become even at frequencies of work of magnetic cores carrying out about 400 Hz.

Research showed, that in case when epoxy resin is used as a dielectric, principle part of a dielectromagnetic losses (about 90%) are hysteresis loss, while eddy current loss are resoluteness lower. Well-founded is so endeavor to diminution, as of essential, loss from hysteresis. On magnitude of these losses, in considerable degree, have influence mechanical stresses introduced into soft magnetic particles during compacting of a magnetic core. Transferring technology of electrical sheets to dielectromagnetics one can accept, that thermal treatment, removing unprofitable results these stresses should drive to diminution of hysteresis loss. Temperature of proposed thermal treatment is connected with temperature of first recrystallization of iron and contains oneself in borders 550÷850°C. Lower temperatures of recrystallization will demand usage of longer times. Unfortunately, dielectrics used at present in dielectromagnetics, are mostly organic (epoxy, phenol resins, etc.) do not hold out temperatures required to recrystallization.

Aim of presented research is to proof that recrystallization treatment drives to profitable diminution of hysteresis loss. Its application requires however use of dielectric resistant to applied temperature of recrystallization. Aluminum oxide (Al₂O₃) in dispersion form was used as dielectric.

Dependence of hysteresis loss on temperature of thermal treatment for different dielectric content is presented in Figure 8. One can observe distinct dependence of hysteresis loss on temperatures of treatment for all examined dielectric contents. Courses of hysteresis loss of dielectromagnetics after thermal treatment have distinct minimum at temperatures about 700°C. This justifies advisability of thermal treatment application for diminution of value of dielectromagnetics losses.

Effect of lowering of hysteresis loss is diminished in relation to what could be reached. This testifies lowering of resistivity executed dielectromagnetics with increase of thermal treatment temperature (Fig. 3). This is probably caused by effect of aluminum diffusion into magnetic particles of iron. Such diffusion drives to changes of structure of iron and in effect to its magnetic hardening, what is univocal with enlargement of hysteresis loss. Two basic effects overlap so on oneself during thermal treatment: diminution of hysteresis loss in consequence of removals of mechanical stress, and enlargement of this loss in consequence of mentioned diffusion leading to magnetic hardening of particles. At first influence of first effect checks the weight, because in temperatures about 700°C steps out minimum of hysteresis loss (Fig. 8). In higher temperatures second effect begins to check the weight and hysteresis loss grows. This is logical, because use of higher temperature than temperature of recrystallization should not to have influence on further magnetic improvement of iron particles, instead intensity of diffusion grows together with increase of temperature. Obtained courses of curves, shown in Figure 8 confirm this reasoning.

On mentioned earlier these two effects overlaps greater magnetic charge of iron particles at greater content of dielectric. It causes increase of hysteresis loss due to higher magnetic induction in iron particles. In effect hysteresis loops have greater surface, what is univocal with greater hysteresis loss. Obtained results justify investigative works leading to elaboration of dielectric which could be able to withstand, without destruction and influences on magnetic particles, temperatures of recrystallization of used magnetic powder, for iron this is about 700°C.

WPROWADZENIE

Dielektromagnetyki, będące jednym z typów magnetycznie miękkich kompozytów proszkowych, składające się z proszków magnetycznie miękkich zaizolowanych i związanych dielektrykiem znajdują coraz więcej prób

zastosowań na magnetowody urządzeń elektrycznych.

Efektom tego jest szereg prac naukowych dotyczących technologii prowadzących do polepszenia właściwości tych kompozytów.

¹ dr inż., ² prof. dr hab. inż.

Korzystne dla zwiększenia zastosowań dielektromagnetyków byłoby, między innymi, zmniejszenie ich stratności i polepszenie innych parametrów magnetycznych istotnych dla określonych zastosowań. Porównanie stratności klasycznych dielektromagnetyków i blach elektrotechnicznych przy częstotliwości 50 Hz jest niekorzystne dla dielektromagnetyków. Proporcje tych strat zmieniają się jednak z częstotliwością i stratności dielektromagnetyków i blach elektrotechnicznych stają się porównywalne przy częstotliwości pracy magnetowodu wynoszącej około 400 Hz. Powyżej tej częstotliwości stratności magnetowodów wykonanych z dielektromagnetyków są niższe niż tych wykonanych z blach elektrotechnicznych. Wynika to z korzystniejszego współczynnika strat z prądów wirowych w przypadku dielektromagnetyków.

Badania wykazały, że w przypadku gdy dielektrykiem jest żywica epoksydowa, zasadniczą część stratności w dielektromagnetykach (ok. 90%) stanowią straty z histerezy, zaś straty z prądów wirowych są zdecydowanie niższe [1]. Uzasadnione jest zatem dążenie do zmniejszenia, jako istotnych, strat z histerezy. Na wielkość tych strat w znacznym stopniu wpływ mają wprowadzone w trakcie prasowania naprężenia mechaniczne występujące w cząstkach magnetycznie miękkich [2].

Dielektromagnetyki składają się z ziaren proszku magnetycznie miękkiego (najczęściej proszku żelaza) oraz dielektryku izolującego i łączącego te ziarna. Właściwości izolacyjne dielektryku oraz jakość utworzonych przez niego powłok na ziarnach magnetycznych mają zasadniczy wpływ na wartość strat z prądów wirowych. Na ich wartość wpływają oczywiście również, podobnie jak grubość blachy w przypadku blach elektrotechnicznych, wielkości ziaren zastosowanego proszku, co nie jest tematem niniejszego opracowania.

Podstawową operacją w technologii dielektromagnetyków jest prasowanie wysokimi ciśnieniami, w wyniku którego uzyskuje się konsolidację proszku i finalny kształt magnetowodu.

Prasowanie proszku magnetycznego powoduje, w wyniku jego odkształcenia, powstanie wewnętrznych naprężeń powodujących pogorszenie właściwości magnetycznych, w tym głównie strat z histerezy. Transferując technologię blach elektrotechnicznych do dielektromagnetyków można przyjąć, że obróbka cieplna, usuwająca niekorzystne skutki tych naprężeń, powinna prowadzić do zmniejszenia strat z histerezy.

Temperatura proponowanej obróbki cieplnej związana jest z temperaturą I rekrytalizacji żelaza i zawiera się w granicach 550÷850°C. Niższe temperatury obróbki odprężającej wymagają stosowania dłuższych czasów [2]. Niestety, stosowane obecnie w dielektromagnetykach dielektryki, głównie organiczne (żywice epoksydowe, fenolowe itp.), nie wytrzymują wymaganych do rekrytalizacji temperatur. Zastosowanie tych temperatur powoduje, że dielektryk ulega degradacji, tracąc swoje

właściwości izolacyjne i wiążące. Utrata właściwości wiążących może nie być istotna w niektórych zastosowaniach, zwłaszcza, że pod wpływem temperatury rekrytalizacji dochodzi do częściowego spiecenia cząsteczek żelaza i wytrzymałość mechaniczna takich kompozytów nie ulega istotnemu pogorszeniu. Utrata właściwości izolacyjnych powoduje zmianę charakteru kompozytu i tym samym zwiększenie jego strat z prądów wirowych, co z punktu widzenia dielektromagnetyków jest nie do przyjęcia.

W różnych ośrodkach badawczych prowadzone są prace zmierzające do wykonania izolacji cząsteczek żelaza, umożliwiającej przeprowadzenie obróbki cieplnej w temperaturach powyżej 500°C [3].

Celem prezentowanych badań jest wykazanie, że obróbka rekrytalizacyjna prowadzi do korzystnego zmniejszenia strat z histerezy.

Ze względu na wyżej wspomnianą degradację stosowanych obecnie dielektryków w badaniach zastosowano niekonwencjonalny dielektryk, którym był tlenek aluminium (Al_2O_3) w formie dyspersji. Jego wysoka odporność cieplna umożliwiła przeprowadzenie założonej obróbki cieplnej bez utraty właściwości izolacyjnych.

Zastosowanie tego dielektryku nie jest optymalne ze względu słabą zdolność tworzenia warstw izolacyjnych na ziarnach cząstek magnetycznych, a także na prawdopodobieństwo dyfuzji aluminium do cząstek magnetycznych w stosowanych temperaturach odprężania, co powodowałoby magnetyczne utwardzenie materiału, a tym samym pogorszenie jego właściwości magnetycznych. Nie znaleziono jednak dotychczas innego, nieposiadającego powyższych wad, dielektryku umożliwiającego przeprowadzenie założonych badań.

Ze względu na to, że zastosowany dielektryk nie jest w formie rozpuszczalnej, co umożliwiłoby uzyskanie ciągłych i cienkich warstw na powierzchni cząstek magnetycznych, zaistniała potrzeba zastosowania go w ilości większej niż konwencjonalnego dielektryku.

TECHNOLOGIA PRÓBEK

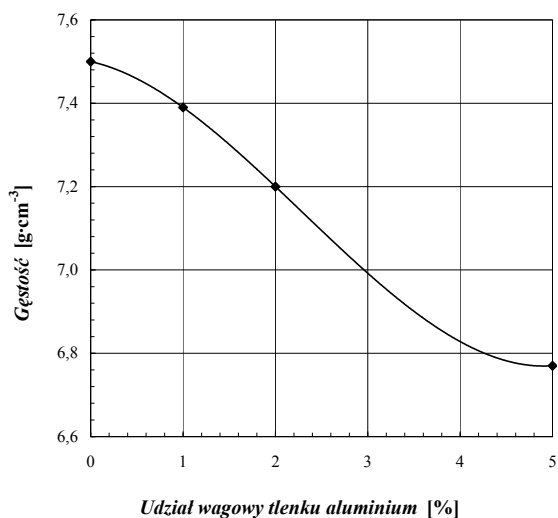
Prezentowane badania przeprowadzono na standardowych, do badań magnetycznych, próbkach toroidalnych o wymiarach $\phi 60 \times \phi 50 \times 5$ mm. Do wykonania badanych dielektromagnetyków zastosowano magnetycznie miękki proszek żelaza (Fe) o dużej czystości chemicznej oraz, jako dielektryk, proszek tlenku aluminium (Al_2O_3) w ilości 1, 2 oraz 5% w stosunku wagowym. Jako próbki odniesienia użyto kompozytu wykonanego bez dodatku dielektryku (0%). Badania wstępne wykazały, że izolacja wykonana z tlenku aluminium ulega pogorszeniu w wyższych temperaturach, najprawdopodobniej w wyniku procesów dyfuzyjnych. Stąd zaistniała konieczność zastosowania większych ilości dielektryku (do 5%).

Proszki mieszano w mieszalniku typu V przez jedną godzinę. Zastosowano, typowe w technologii kompozytów proszkowych, ciśnienie prasowania wynoszące 800 MPa. Wykonano obróbki cieplne w zakresie temperatur 180-1000°C, to jest do temperatury znacznie przekraczającej temperaturę I rekrystalizacji żelaza. Obróbki cieplne w temperaturach powyżej 400°C przeprowadzono w redukującej atmosferze wodorowej, w piecu rezystancyjnym o dużej bezwładności cieplnej. Studzenie dielektromagnetyków prowadzono wraz z piecem bez żadnego wymuszenia chłodzenia. Przeciętna szybkość studzenia wynosiła około 100°C/godzinę.

Jako porównawcze przyjęto parametry dielektromagnetyków utwardzanych w temperaturze 180°C, ponieważ temperatura ta jest temperaturą typową dla utwardzania dielektryków tradycyjnych.

WYNIKI BADAŃ

Na rysunku 1 przedstawiono zmiany gęstości wykonanych dielektromagnetyków w zależności od ilości zastosowanego dielektryku (tlenku aluminium). Ze wzrostem ilości dielektryku występuje istotne zmniejszenie gęstości badanych dielektromagnetyków. Dielektryk dodawano w proporcji wagowej. Proszek tlenku aluminium jest bardzo lekki i stanowi w wykonanych dielektromagnetykach istotny udział objętościowy. Udział ten jest większy niż wynikałoby to z udziału wagowego, np. 5% dodatek wagowy powoduje około 15% udział objętościowy.

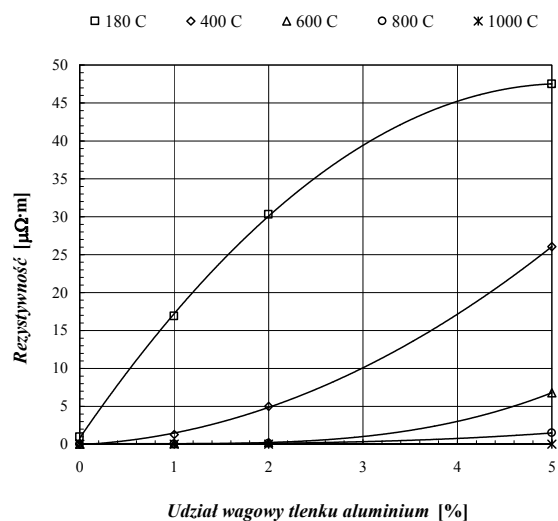


Rys. 1. Gęstości dielektromagnetyków w funkcji zawartości dielektryku

Fig. 1. Dependence of dielectromagnetics density on dielectric content

Na rysunku 2 przedstawiono rezystywności wykonanych dielektromagnetyków w zależności od udziału wagowego proszku tlenku aluminium zarówno po utwardzeniu w 180°C, jak i po obróbkach cieplnych w wyższych temperaturach, natomiast na rysunku 3

zależność rezystywności od temperatury obróbki cieplnej.

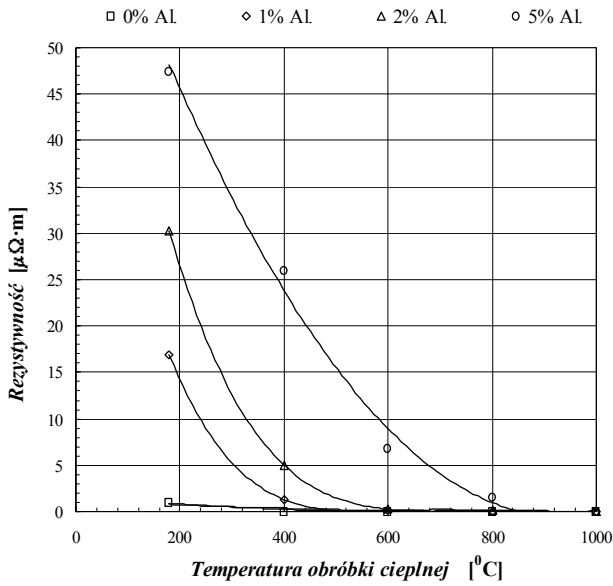


Rys. 2. Rezystywności dielektromagnetyków w funkcji zawartości dielektryku

Fig. 2. Dependence of dielectromagnetics resistivity on dielectric content

Jest oczywiste, że rezystywność dielektromagnetyków rośnie ze wzrostem ilości zastosowanego dielektryku. Zauważyć można negatywny wpływ temperatury obróbki cieplnej na wartość tej rezystancji, mimo iż tlenek aluminium wytrzymuje temperatury powyżej 1000°C. Wartość rezystywności maleje z temperaturą bardzo istotnie. W temperaturze 800°C przy 1% zawartości dielektryku rezystywność dielektromagnetyku maleje do 0,06 μΩm, a przy 5% dielektryku do 1,7 μΩm. Zmniejszenie rezystywności wynika najprawdopodobniej z procesów dyfuzyjnych aluminium do żelaza. Na skutek dyfuzji aluminium wnika w cząsteczki żelaza osłabiając, między innymi, izolację. Między innymi świadczy o tym fakt, że przy dużej zawartości tlenku aluminium izolacja wytrzymuje wyższe temperatury, gdyż niecałe aluminium dyfunduje do żelaza. Dalsze konsekwencje tej dyfuzji opisano przy analizie stratności z histerezy. W celu zachowania wystarczającej rezystywności w najwyższej stosowanej temperaturze obróbki konieczne było zastosowanie dielektryku (Al₂O₃) w ilości 5%.

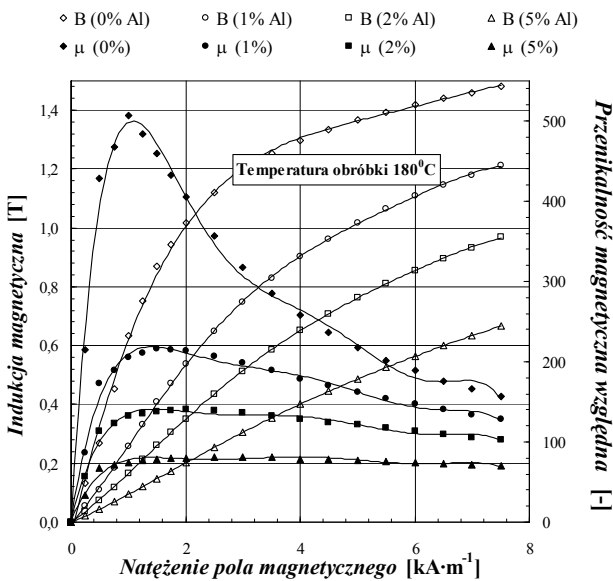
Właściwości magnetyczne wykonanych dielektromagnetyków zmierzono za pomocą komputerowego systemu pomiarowego do badania właściwości magnetycznych kompozytów proszkowych oraz blach elektrotechnicznych MAG-RRJ-1.1. Zastosowany system pomiarowy pozwala na pomiar właściwości magnetycznych z błędem nieprzekraczającym 1%. Rozdział strat na straty z prądów wirowych oraz z histerezy przeprowadzono na podstawie pomiarów strat w 50 oraz 100 Hz.



Rys. 3. Rezystywności dielektromagnetyków dla różnych zawartości dielektryku w funkcji temperatury obróbki cieplnej

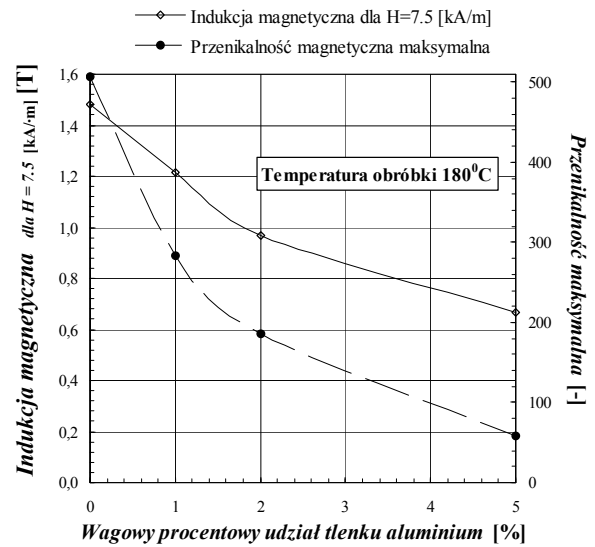
Fig. 3. Dependence of resistivity of dielectromagnetics with various dielectric content on temperature of thermal treatment

Na rysunku 4 przedstawiono przykładowo przebiegi krzywych magnesowania dynamicznego oraz względnej przenikalności magnetycznej wykonanych dielektromagnetyków przy różnych ilościach dielektryku po obróbce cieplnej w temperaturze 180°C, a na rysunku 5 zależność indukcji przy natężeniu pola magnetycznego wynoszącego 7,5 kA · m⁻¹ oraz przenikalności maksymalnej tych dielektromagnetyków w funkcji zawartości dielektryku.



Rys. 4. Przebiegi krzywych magnesowania dynamicznego oraz względnej przenikalności magnetycznej dielektromagnetyków Fe-Al₂O₃ przy różnych ilościach dielektryku po obróbce cieplnej w 180°C

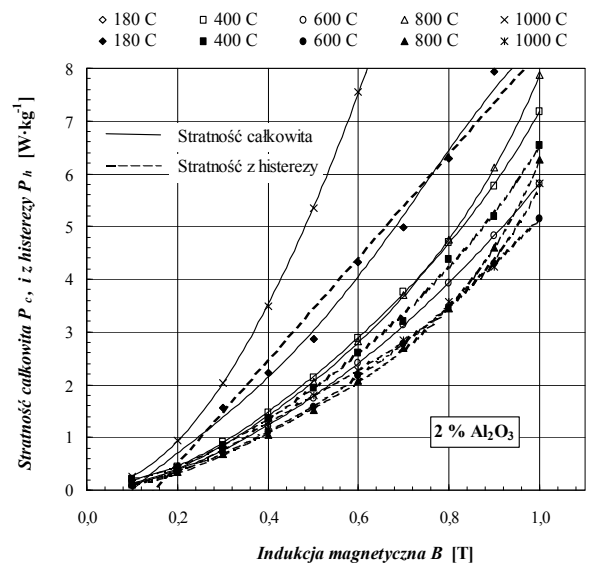
Fig. 4. Runs of dynamic curves of magnetization, and relative magnetic permeability of Fe-Al₂O₃ dielectromagnetics with various dielectric content after thermal treatment in temperature 180°C



Rys. 5. Zależność indukcji magnetycznej B dla H = 7,5 kA · m⁻¹ oraz przenikalności maksymalnej dla różnych zawartości dielektryku w funkcji temperatury obróbki cieplnej

Fig. 5. Dependence of magnetic induction B at H = 7.5 kA · m⁻¹, and maximum relative magnetic permeability of dielectromagnetics with various dielectric content on temperature of thermal treatment

Przeprowadzone obróbki cieplne nie wpływają w sposób istotny na przebiegi przedstawione na rysunkach 4 i 5, chociaż zauważyć można, że wzrost temperatury przeprowadzonych obróbek cieplnych powoduje niewielki, korzystny wzrost indukcji występującej przy tym samym natężeniu pola magnetycznego.

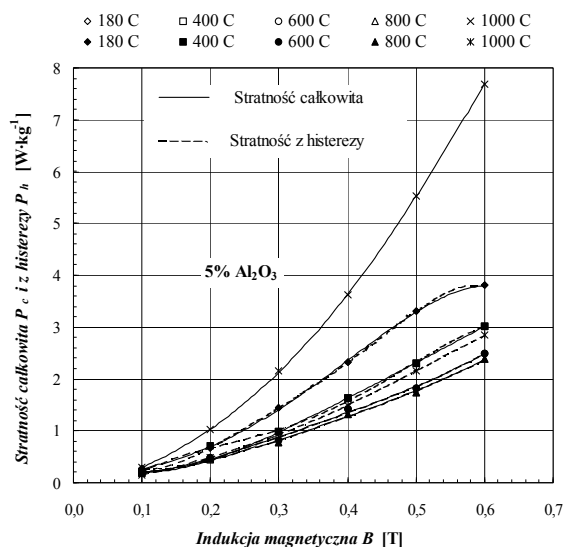


Rys. 6. Stratność całkowita oraz z histerezy dielektromagnetyków o zawartości 2% Al₂O₃ po obróbce cieplnej w różnych temperaturach

Fig. 6. Total and hysteresis loss of dielectromagnetics with 2% Al₂O₃ content after thermal treatment at various temperatures

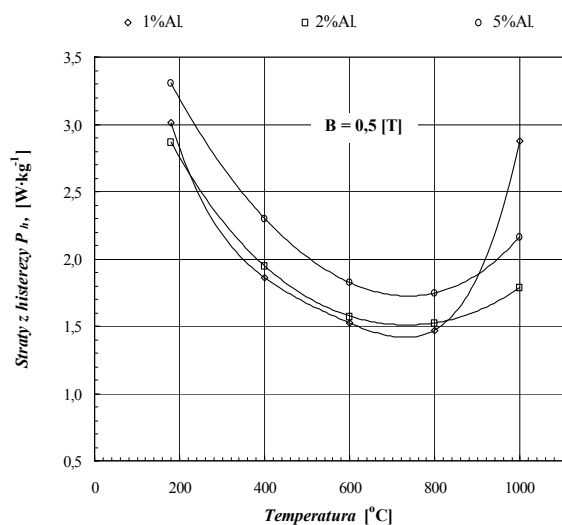
Temperatura przeprowadzonych obróbek cieplnych wpływa natomiast w sposób istotny na stratności wykonanych dielektromagnetyków. Na rysunkach 6 i 7 przedstawiono zmiany stratności całkowitej i z histerezy die-

lektromagnetyków przy dodatku dielektryku w ilości 2% (rys. 6) oraz w ilości 5% (rys. 7) zawartości dielektryku.



Rys. 7. Stratność całkowita oraz z histerezy dielektromagnetyków o zawartości 5% Al_2O_3 po obróbce cieplnej w różnych temperaturach

Fig. 7. Total and hysteresis loss of dielectromagnetics with 5% Al_2O_3 content after thermal treatment at various temperatures



Rys. 8. Zależność stratności z histerezy dielektromagnetyków dla różnych zawartości dielektryku w funkcji temperatury

Fig. 8. Dependence of hysteresis loss of dielectromagnetics with various dielectric content on temperature

Na rysunku 8 przedstawiono zależność stratności z histerezy od temperatury dla różnych zawartości dielektryku. Zaobserwować można wyraźną zależność tej stratności od temperatury obróbki dla wszystkich zbadanych zawartości dielektryku. Przebiegi stratności z histerezy dielektromagnetyków po obróbce cieplnej mają wyraźne minimum w temperaturach około 700°C . Uzasadnia to celowość przeprowadzania obróbki cieplnej w celu zmniejszenia wartości stratności dielektromagnetyków.

Należy zaznaczyć, że zwiększenie użytego dielektryku w postaci tlenku aluminium w sposób istotny polepsza proces prasowania. Siła niezbędna do wypychania wypraski z formy zmniejsza się i poprawia się płynność ruchu stempla.

WNIOSKI

Wymuszone zastosowanie, jako dielektryku, tak dużej ilości tlenku aluminium spowodowało oczywiste zmniejszenie indukcji nasycenia wykonanych dielektromagnetyków. Można to uzasadnić tym, że zwiększenie ilości dielektryku zmniejsza czynny przekrój magnetyczny próbki, powodując większe obciążenie magnetyczne cząstek żelaza przy zachowaniu stałego natężenia pola magnetycznego. W efekcie indukcja wypadkowa w przekroju próbki maleje ze wzrostem ilości zastosowanego dielektryku (rys. 5). Ogranicza to, między innymi, stosowanie tego dielektryku. Niemniej jednak zastosowany dielektryk pozwolił na osiągnięcie postawionego celu badań.

Efekt obniżenia strat z histerezy jest zmniejszony w stosunku do możliwych do osiągnięcia. Świadczy o tym obniżenie rezystywności wykonanych dielektromagnetyków ze wzrostem temperatury obróbki cieplnej. Jest to prawdopodobnie spowodowane efektem dyfuzji aluminium w magnetyczne cząstki żelaza. Taka dyfuzja prowadzi do zmian struktury żelaza i w efekcie do jego magnetycznego utwardzenia, co jest jednoznaczne ze zwiększeniem strat z histerezy. W czasie obróbki cieplnej nakładają się więc na siebie dwa podstawowe efekty: zmniejszenie stratności na skutek usunięcia naprężeń spowodowanych prasowaniem dielektromagnetyku oraz zwiększenie strat z histerezy na skutek wspomnianej wyżej dyfuzji prowadzącej do magnetycznego utwardzenia cząstek. Początkowo wpływ pierwszego efektu przeważa, gdyż w temperaturach rzędu 700°C występuje minimum strat z histerezy (rys. 8). W temperaturach wyższych efekt drugi zaczyna przeważać i stratność z histerezy rośnie. Jest to logiczne, gdyż zastosowanie temperatury wyższej od temperatury rekrytalizacji nie powinno mieć wpływu na dalsze polepszanie magnetyczne ziaren, natomiast intensywność dyfuzji rośnie wraz ze zwiększeniem temperatury obróbki. Uzyskane przebiegi krzywych, pokazane na rysunku 8, potwierdzają to rozumowanie.

Na wspomniane wcześniej dwa efekty nakładają się większe obciążenie magnetyczne cząstek żelaza przy wzroście ilości dielektryku. Powoduje ono wzrost strat z histerezy, gdyż w cząstkach magnetycznych indukcja jest wyższa, a zatem pętle histerezy mają większą powierzchnię, co jest jednoznaczne z większymi stratami z histerezy.

Uzyskane wyniki uzasadniają prace badawcze prowadzące do opracowania dielektryku wytrzymałego

bez destrukcji i oddziaływania na cząstki magnetyczne temperatury rekrytalizacji zastosowanego proszku magnetycznego, dla żelaza jest to około 700°C.

LITERATURA

- [1] Węgliński B., Soft Magnetic Powder Composites - Dielectromagnetics and Magnetodielectrics, Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics 1990, 4, 2, 79-154.
- [2] Reinboth H., Technologia i zastosowanie materiałów magnetycznych, WNT, Warszawa 1964.
- [3] Hodgson S.N.B., Atafirat S., Mascia L., Janta T., Weglinski B., Dielectromagnetic Composites Based on Organic Polymer-SiO₂ Hybrids, Conference PRA Coatings Technology, Organic - Inorganic Hybrids, University of Surrey, Guildford 2000, Paper 12, 1-10.

Recenzent
Katarzyna Pietrzak