



POLISH ACADEMY OF SCIENCES - MATERIALS SCIENCE COMMITTEE
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY OF GLIWICE
INSTITUTE OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
ASSOCIATION OF ALUMNI OF SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

Conference
Proceedings

11th INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE
ACHIEVEMENTS IN MECHANICAL & MATERIALS ENGINEERING

Własności magnetyczne i struktura nanokrystalicznych materiałów proszkowych magnetycznie miękkich na podstawie kobaltu*

R. Nowosielski^a, L.A. Dobrzański^{b,#}, J. Konieczny^{a,#}

^aZakład Materiałów Funkcjonalnych, Nanokrystalicznych i Zrównoważonych Technologii Proekologicznych, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Politechnika Śląska ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, Poland

^bZakład Technologii Procesów Materiałowych i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Politechnika Śląska ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, Poland

W pracy przedstawiono wpływ izotermicznego wygrzewania oraz parametrów wysokoenergetycznego mielenia szkieł metalicznych na własności magnetyczne oraz strukturę materiału proszkowego. Przeprowadzono proces wysokoenergetycznego mielenia szkła metalicznego $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Mo}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_{13,5}$ w różnych czasach i dokonano pomiaru własności magnetycznych. W pracy wykazano wpływ wysokoenergetycznego mielenia na własności magnetyczne proszku i wielkości ziarn proszku.

1. WPROWADZENIE

Od roku 1988, w którym Yoshizawa i in., opublikowali wyniki swoich prac [1] obserwuje się ciągły wzrost zainteresowania materiałami nanokrystalicznymi otrzymanymi na drodze krystalizacji szkieł amorficznych [2].

Z powodu sposobu przygotowania, nanokrystaliczne materiały metalowe są dostępne tylko w postaci bardzo cienkich taśm. Rozszerzenie stosowania tych materiałów w stanie sypkim jest bardzo interesującym zagadnieniem dla technologii [3, 4, 5].

Otrzymywanie proszkowych materiałów nanokrystalicznych bezpośrednio w wyniku mielenia szkieł metalicznych w wysokoenergetycznym młynku umożliwia prowadzenie prac nad otrzymywaniem nanokompozytów ferromagnetycznych, których kształt i wymiary można dowolnie formować [6, 7, 8, 9].

Celem niniejszej pracy jest wytworzenie proszkowego materiału magnetycznie miękkiego ze szkła metalicznego w procesie wysokoenergetycznego mielenia.

2. PRZEBIEG BADAŃ

* Praca finansowana przez KBN grant PBZ/KBN-013/T08/46

Autorzy uczestniczą w realizacji projektu CEEPUS Nr PL-013/02-03 kierowanego przez prof. L.A. Dobrzańskiego.

Badania wykonano na próbkach ze szkła metalicznego $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Mo}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_{13,5}$ w postaci taśmy o grubości 0,026 mm i szerokości 10,2 mm.

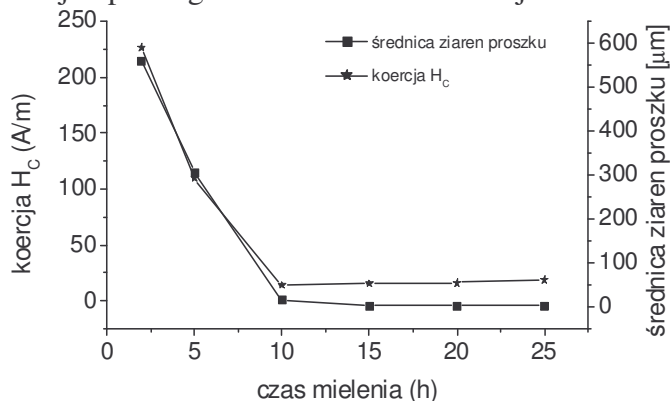
Mielenie taśm w stanie „as quenched” wykonano przy użyciu wysokoenergetycznego młynka 8000 SPEX CertiPrep Mixer/Mill, stosując czas operacji 2, 5, 10, 15, 20, i 25 godzin.

Badania rentgenograficzne przeprowadzono na dyfraktometrze DRON-2 z goniometrem HZG-3 i komputerowym systemem rejestracji promieniowania odbitego, wykorzystując moduł sterujący DRONEK-2 z zastosowaniem lampy o anodzie kobaltowej o napięciu 40 kV i prądzie żarzenia 20 mA. Badania dyfrakcyjne przeprowadzono w zakresie kątów 2θ od 40° do 120° , o długości kroku pomiarowego 0,1° a czas zliczeń impulsów wynosił 3 s.

Badania własności magnetycznych przeprowadzono na próbkach toroidalnych na urządzeniu FERROMETR-1 przy następujących parametrach pomiarowych: $AC=5$ V, $f=50$ Hz, amplituda 1V. Proszek zasypało luźno do toroidalnego karkasu a następnie nawinięto uzwojenie. Liczba zwojów $n_1=n_2=180$.

3. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

Badania magnetyczne proszków $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Mo}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_{13,5}$ wykazały, że proces wysokoenergetycznego mielenia powoduje duży wzrost wartości koercji H_C (rys. 1). Najgorsze własności magnetyczne wykazuje proszek otrzymany po 2 godzinach mielenia amorficznej taśmy ($H_C=226$ A/m). Jednak w miarę wzrostu czasu mielenia wartość koercji maleje i po 10 godzinach mielenia koercja materiału proszkowego wynosi $H_C=14,1$ A/m.



Po dalszym mieleniu koercja wzrasta nieznacznie i po 25 godzinach mielenia wynosi $H_C=19,2$ A/m (Tablica 1).

Wraz ze wzrostem czasu mielenia spada wartość koercji (rys. 1.) jednak równocześnie obniża się wartość magnetyzacji nasycenia B_{\max} z wartości $B_{\max}=0,26$ T dla proszku uzyskanego po 2 godzinach mielenia aż do $B_{\max}=0,062$ T po 10 godzinach mielenia.

Rysunek 1. Wpływ czasu mielenia na wartość koercji H_C i średnicę ziarn proszku

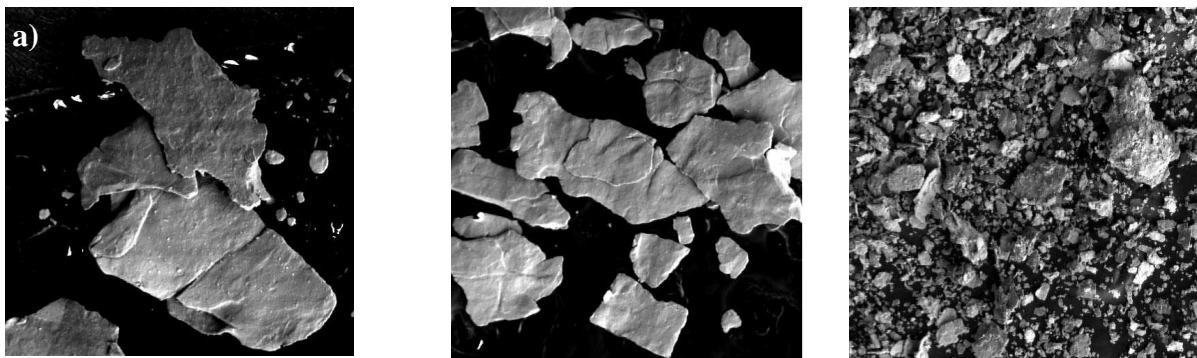
Tablica 1

Własności magnetyczne materiału proszkowego otrzymanego z taśmy typu AEM zmielonej przez 2, 5, 10 i 25 godzin, pomiary przeprowadzono dla $f=50$ Hz

Wielkość	Taśma mielona przez:					
	2h	5h	10h	15	20	25h
H_C [A/m]	226,5	109,8	14,1	15,3	16,5	19,2
B_R [T]	0,031	0,014	≈0	0,003	0,001	≈0
B_{\max} [T]	0,26	0,102	0,062	0,076	0,067	0,066
H_{\max} [A/m]	3205	990	952	872	735	1059

Obserwacje mikroskopowe przeprowadzone na mikroskopie skaningowym wykazały, że w wyniku wysokoenergetycznego mielenia amorficznej taśmy $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Mo}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_{13,5}$ po 2

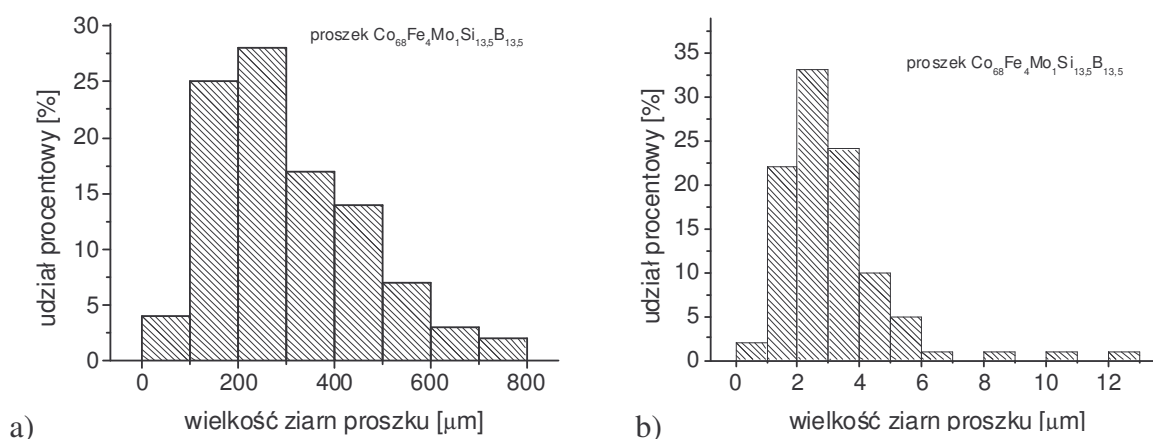
godzinach otrzymano proszek w postaci płatków taśmy („łusek”). Ze wzrostem czasu mielenia kształt ziaren proszku zmienia się, z płatkowego po 2 godzinach mielenia na sferyczny po 10 godzinach mielenia (rys. 2).



Rysunek 2. Obraz ziarn proszku po a) 2 h, b) 5 h, c) 10 h wysokoenergetycznego mielenia; pow. 100 \times , mikroskop skaningowy

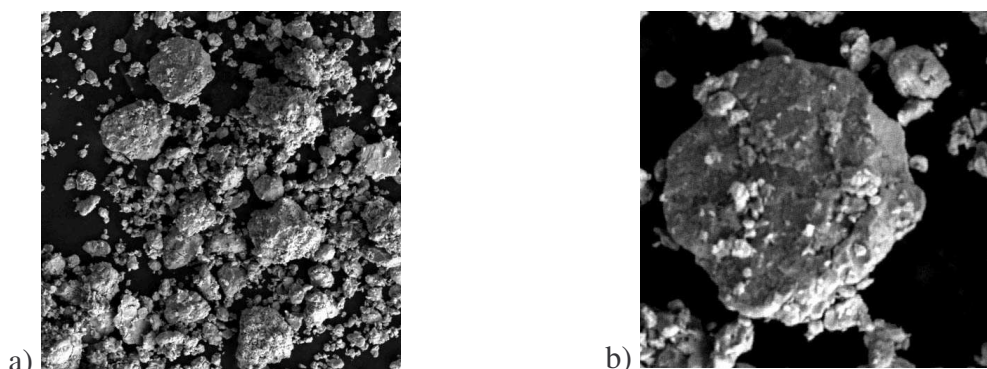
Z przeprowadzonych obserwacji mikroskopowych wynika, że ze zwiększeniem czasu mielenia maleje wartość średniej średnicy ziarn proszku i odchylenie standardowe. W pierwszej fazie procesu proszek w postaci „płatków” taśmy o średniej wielkości 560,5 μm (odchylenie standardowe $s^2=585,3$) uzyskany po 2 godzinach mielenia uległ rozdrobnieniu i po 10 godzinach średnia średnica ziarn proszku wynosi tylko 17 μm (odchylenie standardowe $s^2=28,9$). W drugiej fazie procesu w miarę wzrostu czasu mielenia średnia średnica ziarn proszku nadal maleje jednak nie zachodzi już tak intensywnie (tablica 2).

W wyniku analizy wielkości ziarn proszku stwierdzono, że w miarę wzrostu czasu mielenia maleje wartość odchylenia standardowego średniej średnicy ziarn proszku co świadczy o ujednorodnieniu ich wielkości (rys. 3a, rys. 3b).



Rysunek 3. Histogram wyników pomiaru średnicy ziarn proszku otrzymanego z amorficznej taśmy $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Mo}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_{13,5}$ poddanej wysokoenergetycznemu mieleniu przez a) 5 godzin, b) 20 godzin

W końcowej fazie eksperymentu po 25 godzinach wysokoenergetycznego mielenia ziarna proszku charakteryzują się równoosiowym kształtem (rys. 4).



Rysunek 4. Obraz ziarn proszku po 25 godzinach wysokoenergetycznego mielenia; a) pow. 500×, b) pow. 2000× mikroskop skaningowy

Tablica 2

Wyniki pomiaru średnicy ziarn proszku uzyskanych w wyniku wysokoenergetycznego mielenia z taśmy $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Mo}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_{13,5}$ w zależności od czasu mielenia

wielkość	czas mielenia [h]					
	2	5	10	15	20	25
średnia [μm]	560,5	306,1	17	3,82	3,06	2,85
odchyl. standardowe	585,3	158	28,9	2,82	1,74	1,1
wartość maksymalna [μm]	2230	784,5	207	21,98	12,3	7,26
wartość minimalna [μm]	43,3	67,1	3,39	1,1	0,92	1,2

4. PODSUMOWANIE

Badania magnetyczne proszków $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Mo}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_{13,5}$ otrzymanych w wyniku wysokoenergetycznego mielenia wykazały, że proces ten powoduje znaczne obniżenie własności magnetycznych.

Z przeprowadzonych badań wynika, że w miarę wzrostu czasu mielenia zmienia się kształt ziaren proszku z płatkowego w początkowym etapie procesu na sferyczny oraz zmniejsza się średnia średnica ziarn proszku oraz zmniejsza się wielkość odchylenia standardowego dla mierzonych średnich wartości średnicy ziarna. Świadczy to o tym, że w miarę wzrostu czasu mielenia proszku i rozdrabniania jego ziarn ich wielkości są podobne.

LITERATURA

1. Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi, J. Appl. Phys. 64 (1988) 6044.
2. Z. Bałaga, Z. Nitkiewicz, XXIX Szkoła Inż. Mater. Kraków-Wisła 2-5.X.2001., 159-164
3. T. Yu. Mochalova, S. D. Kaloshkin, I. A. Tomilin, E. V. Obrucheve, B. V. Jalnin, Mater. Sci. Forum, vol. 225-227 (1996) s. 353
4. E. Fehova, J. Kovac, P. Kollar, J. Fuzer, Mater. Sci. Forum, vol. 360-362 (2001) s.577
5. H. Chiriac, A.E. Moga, M. Urse, F. Necula, J.M.M.M., 203 (1999) s. 159
6. P.G. Bercoff, H.R. Bertorello, J.M.M.M., 187 (1998) s. 169
7. B. Daniel, J. Materials Proc. Technology 54 (1995) s. 60
8. D. Nuetzel, G. Rieger, J. Wecker, J. Petzold, M. Mueller, J.M.M.M., 196-197 (1999) s. 323
9. M. Mueller, A. Novy, M. Brunner, R. Hilzinger, J.M.M.M., 196-197 (1999) s. 357