

# IZDELAVA PLASTOMAGNETOV NdFeB Z INJEKCIJSKIM BRIZGANJEM

## INJECTION MOULDING OF NdFeB PLASTIC BONDED MAGNETS

**Borivoj Šuštaršič<sup>1</sup>, Spomenka Kobe<sup>2</sup>, Boris Saje<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenija

<sup>2</sup>Inštitut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenija

<sup>3</sup>Magneti Ljubljana, d.d., Ljubljana, Slovenija

*Prejem rokopisa – received: 1998-11-10; sprejem za objavo – accepted for publications: 1998-12-20*

Eden manj znanih postopkov oblikovanja velikih serij manjših izdelkov zahtevnih oblik iz kovinskih ali keramičnih prahov je injekcijsko brizganje. V praksi je sicer že dolgo uveljavljen pri oblikovanju keramičnih materialov (inženirska keramika, feritni magneti). V novejšem času pa se močno uveljavlja tudi pri izdelavi PIM- (angl.: Powder Injection Moulding) izdelkov (predvsem sintranih nerjavnih jeklenih izdelkov). V obeh primerih se rabi dodani polimer le kot vezivo med oblikovanjem v stiskalnici in se v prvi fazi sintranja odstrani. Stiskalnice, ki se uporabljajo za injekcijsko brizganje so praktično enake tistim za brizganje izdelkov iz navadne plastike. Različica tega postopka je uporabna tudi za izdelavo plastomagnetov. Pri tem izdelamo iz mešanice magnetnega prahu in polimera (poliamida) granulata, ki ga v stiskalnici za injekcijsko brizganje v primerem večgnezdnem orodju zabrizgamo v končne izdelke. S prigraditvijo magnetnega polja je možno izdelovati tudi anizotropne magnete. Tako namreč oblikujemo izdelke iz kompozitnega materiala, ki imajo v polimerni matrici delce magnetnega prahu. Uporabnost izdelkov pri povišanih temperaturah je omejena predvsem s temperaturno stabilnostjo polimera. Izdelki te vrste so uporabni v večini primerov do 150°C. V okviru projekta, ki sta ga podprla Ministrstvo za znanost in tehnologijo Republike Slovenije (MZT) in tovarna Magneti Ljubljana, d.d., smo osvajali postopek injekcijskega brizganja. V članku so opisane značilnosti injekcijskega brizganja plastomagnetov NdFeB in njihove lastnosti ter fizikalno-kemijske in mikrostrukturne lastnosti uporabljenih materialov.

Ključne besede: plastomagnetni NdFeB, injekcijsko brizganje, mikrostrukturne in magnetne lastnosti

Injection moulding is one of the less known processes for the large scale production of small complex parts from ceramic or metal powders, despite the fact that the injection moulding of ceramic materials (engineering ceramics, ferrite magnets) was developed a long time ago. Recently, the process has shown considerable promise in the manufacture of small, complex, sintered stainless steel parts. In this procedure the added polymer serves only as a binder during the injection moulding enabling the handling of the resulting green parts with the binder subsequently burned during the first sintering stage. The presses used for this type of injection moulding are practically identical to those used for the injection moulding of conventional plastics. A variation of this forming process is applicable to the manufacturing of plastic bonded magnets. In this case an appropriate granulated mixture of magnetic powder and thermo-plastic polymer (e.g. polyamide) is prepared for the injection moulding. The mixture is then injected into a multi cavity die and moulded into the final product. With the incorporation of a magnetic field in the die cavity anisotropic magnets can be produced. The application of the resulting magnets is limited by the thermal stability of the polymer matrix (150°C). In this project, supported by the Ministry of Science and Technology and Magneti Ljubljana, the injection moulding of plastic bonded magnets has been developed. In this contribution, the main features of the injection moulding process, as well as the physical, chemical and microstructural properties of the resulting NdFeB magnets are presented.

Key words: NdFeB plastomagnets, injection moulding, microstructure and magnetic properties

### 1 UVOD

Eden manj znanih postopkov oblikovanja velikih serij manjših izdelkov zahtevnih oblik iz kovinskih ali keramičnih prahov je injekcijsko brizganje (PIM - angl.: Powder Injection Moulding). V praksi je sicer že dolgo uveljavljeno pri oblikovanju keramičnih materialov (inženirska keramika, feritni magneti). V novejšem času pa se močno uveljavlja tudi pri izdelavi izdelkov zahtevnih oblik (predvsem sintranih nerjavnih jeklenih izdelkov), ki jih ne moremo ekonomično oblikovati s standardnimi postopki metalurgije prahov. Osnove injekcijskega brizganja so dobro znane, saj je postopek soroden tistemu, ki je močno uveljavljen pri izdelavi predmetov iz plastike (termoplastov). V osnovi se razlikujeta v tem, da se pri injekcijskem brizganju kovinskih ali keramičnih prahov uporablja dodani polimer (cca 10-15 mas.%) le kot vezivo za oblikovanje izdelka. Za

dokončno izdelavo predmetov z zahtevnimi lastnostmi je namreč potrebno še sintranje, med katerim se v prvi fazi (do ≈600°C) dodano vezivo odstrani, v drugi pa pride zaradi visokih temperatur do difuzijske vezave kovinskih ali keramičnih delcev in s tem do končnega formiranja izdelkov. Pri brizganju plastike pa že s samim injekcijskim brizganjem dokončno napravimo izdelek. Stiskalnice, ki se uporabljajo za injekcijsko brizganje kovin ali keramike, so praktično enake tistim za brizganje izdelkov iz navadne plastike.

Različica tega postopka je uporabna tudi za izdelavo plastomagnetov. Iz mešanice magnetnega prahu in polimera (poliamida) izdelamo granulata, ki ga v stiskalnici za injekcijsko brizganje v primerem večgnezdnem orodju zabrizgamo v končne izdelke. S prigraditvijo magnetnega polja je možno izdelovati tudi anizotropne magnete. Tako namreč dokončno oblikujemo izdelke iz kompozitnega materiala, ki imajo v polimerni matrici

delce magnetnega prahu. Uporabnost izdelkov pri povišanih temperaturah je omejena predvsem s temperaturno stabilnostjo polimera. Tako so izdelki te vrste uporabni v večini primerov do 150°C.

Magnetne lastnosti injekcijsko brizganih magnetov so zaradi relativno majhnega deleža magnetne faze v polimerni matrici precej slabše od hladno stisnjenih, sintranih ali celo z vročo predelavo popolnoma zgoščenih magnetov, vendar so le-te še vedno boljše od magnetnih lastnosti feritnih magnetov. Prednost pa je predvsem v tem, da je možno z injekcijskim brizganjem izdelovati magnetne zahtevnih oblik v velikih serijah.

## 2 OPIS POSTOPKOV

### 2.1 Izdelava prahov NdFeB

Za uspešno injekcijsko brizganje mešanice magnetnih prahov (v našem primeru NdFeB) in polimernega veziva je treba izdelati oziroma izbrati primerne materiale.

Prahovi NdFeB primerne kemijske sestave in lastnosti se lahko izdelujejo na več načinov. Najbolj uveljavljena sta Melt-Spinning in HDDR.

Pri prvem<sup>1,2</sup> raztaljeno zlitino nalivamo na hitro vrteči se valj, na katerem se le-ta oblikuje v tanek ( $\leq 50\mu\text{m}$ ) in ozek (3-5 mm) hitrostrjeni trak. Trakove nato primerno toplotno obdelamo, zdrobimo in zmeljemo na primerno velikost. Zdi se, da je ta postopek izdelave prahov NdFeB relativno enostaven, vendar je zaradi narave elementov, ki sestavljajo zlitino NdFeB (velika afiniteta redkih zemelj do kisika in drugih elementov, visoke temperature tališča zlitin itd.) tehnološko izredno zahteven. Iz takih prahov lahko izdelujemo predvsem izotropne magnetne, ker se zaradi velikih hitrosti ohlajanja ( $\approx 10^6\text{K/s}$ ) in hitrega strjevanja tvorijo trakovi z mešano amorfnano-nanokristalinično mikrostrukturo. S kontrolirano toplotno obdelavo jo nato preoblikujemo v ustrezno nanokristalinično (35-40 nm) monodomensko mikrostrukturo z naključno kristalografsko orientacijo<sup>3</sup>. Iz teh prahov lahko sicer izdelujemo tudi anizotropne magnetne z vročim iztiskovanjem vroče stisnjenih predoblikovancev, pri čemer dosežemo ustrezno magnetno anizotropijo<sup>4</sup>, vendar te dodatne faze postopek močno podražijo.

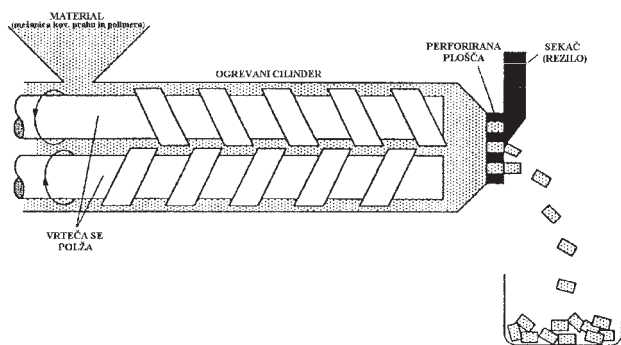
Pri HDDR (angl.: Hydrogenation Disproportionation Desorption and Recombination) postopku izkoriščamo veliko afiniteto te vrste materialov do vodika in njihovo nagnjenost k tvorbi hidridov. Vakuumsko staljene ingote zlitine NdFeB hidriramo pri povišani temperaturi v atmosferi vodika. Nastali kompleksni hidridi imajo v primerjavi z drugimi nezreagiranimi komponentami materiala večjo prostornino. Nastale notranje napetosti povzročijo razpad litih ingotov v droben prah. Z nadaljnjimi postopki ga pretvorimo nazaj v material z ustrezno kemijsko sestavo in magnetnimi lastnostmi.

Najbolj znan in uveljavljen proizvajalec izotropnih (prahovi z oznako MQP) in anizotropnih (HDDR-prah z oznako MQA-T) prahov NdFeB primernih za injekcijsko brizganje, je ameriško-kitajsko podjetje Magnequench. Izdelujejo jih več vrst, glede na magnetne lastnosti. Tako ima na primer prah MQP-A visoko koercitivnost ( $B_r=0,76\text{T}$ ,  $H_c=509\text{ kA/m}$ ), MQP-B pa visoko remanenco ( $B_r=0,82\text{T}$ ,  $H_c=430\text{ kA/m}$ )<sup>5</sup>. Pri obeh je energijski produkt enak ( $(BH)_{\text{max}}=96\text{ kJ/m}^3$ ). Poleg ustreznih magnetnih lastnosti je pomembna tudi oblika, povprečna velikost in velikostna porazdelitev delcev prahu. Pri PIM- postopku se uporabljajo večinoma zelo drobni prahovi ( $<25\mu\text{m}$ ), kar zmanjša nevarnost napak med brizganjem in poveča sinterabilnost. Pri brizganju plastomagnetov se navadno uporabljajo bolj grobi prahovi (100-200 $\mu\text{m}$ ), pri čemer si raziskovalci niso enotni, katera velikost je optimalna<sup>6,7</sup>. Izdelovalci prahov zato prepuščajo izdelovalcem granulotov ali magnetov, da sami dodatno meljejo in sejejo prahove na ustrezno velikost.

### 2.2 Izdelava granulotov NdFeB

Prva faza priprave mase za injekcijsko brizganje je mešanje in granuliranje. Magnetnemu prahu dodano polimerno vezivo mora imeti primerne fizikalno-kemijske lastnosti. Opravljati mora namreč več funkcij: ogret mora omogočati injekcijsko brizganje in vezati delce prahu, po ohlajanju pa mora biti izdelek dimenzijsko stabilen ter imeti primerne mehanske lastnosti. V primerjavi s hladno stiskanimi plastomagneti, ki vsebujejo le malo (0,5-2%) veziva (epoxy), je polimernega veziva v mešanicah za injekcijsko brizganje mnogo več. Zato imajo brizgani plastomagneti slabše magnetne lastnosti. Vendar lahko s hladnim stiskanjem izdelujemo samo plastomagnete enostavnih oblik zaradi slabe stisljivosti prahov. Kot vezivo za izdelavo brizganih magnetov se je uveljavil predvsem za ta namen ustrezno stabiliziran nylon oziroma poliamid (Polyamid 6 in 12)<sup>5,8,9</sup>. Med mešanjem moramo zagotoviti homogeno porazdelitev kovinskih delcev prahu in polimernega veziva. Pri uporabi termoplastičnih mas navadno izvajamo mešanje in granuliranje istočasno pri povišanih temperaturah. V ta namen je najučinkovitejši ogrevani ekstruder z dvojnimi polžem (slika 1), ki zagotavlja zaradi nastopajočih strižnih deformacij tudi deaglomeracijo delcev. Homogenizacijo mase za brizganje in zmanjšanje poroznosti izboljšamo z večkratno ponovitvijo granuliranja (ekstrudiranja). Izdelani granulot moramo vakuumsko pakirati in primerno skladiščiti.

Idealna oblika granulata so okrogle pelete premera 3-6 mm, ki najboljše tečejo in s tem zagotavljajo enakomerno in neprekinjeno polnjenje komore naprave za injekcijsko brizganje. V ekstrudorju z dvojnimi polžem izdelujemo granulot v obliki "valjčkov" ( $\approx \Phi 2-3\text{ mm} \times 2-4\text{ mm}$ ), katerega tekočnost in sposobnost polnjenja je še zadovoljiva. Odpadke injekcijskega brizganja (dolivke, izmetni izdelki) zdrobimo in jih



**Slika 1:** Shematični prikaz ekstrudorja z dvojnimi polžema za pripravo granulata<sup>10</sup>

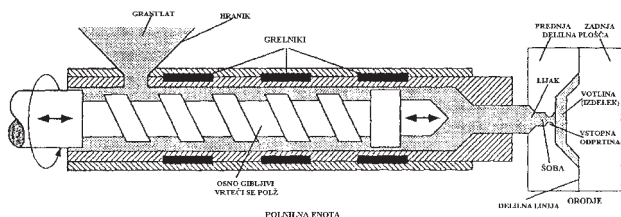
**Figure 1:** Scheme of a twin screw extruder for PIM feedstock preparation<sup>10</sup>

recikliramo v procesu granulacije z dodatkom novega materiala. Navadno naj dodatek odpadnega materiala v novi mešanici ne bi presegal 10-15%.

### 2.3 Injekcijsko brizganje granulotov NdFeB

Injekcijsko brizganje in vitalni deli naprave so shematično prikazani na **sliki 2**. Brizganje plastomagnetov je sestavljeno iz kontinuiranega doziranja granulata v ogrevano polnilno komoro, kjer se le-ta ogreje na temperaturo tališča polimernega veziva. Tekoča masa se nato pod visokim tlakom brizga v votlino večzvezdnega jeklenega orodja. Sledi delno ohlajanje in strjevanje izdelka v orodju, odpiranje orodja in izmetavanje izdelka (brizganca) z dolivkom. Sledi ponovno zapiranje orodja in ciklus brizganja izdelka se ponovi.

Glavni procesni parametri injekcijskega brizganja so temperatura, tlak in hitrost brizganja. Med brizganjem mora biti polnjenje votline orodja enakomerno (progresivno). S tem preprečimo, da bi bil izdelek neenakomerno zgoščen. Nepravilno polnjenje orodja namreč lahko povzroči razmešanje in sedimentiranje kovinskega prahu, nastanek poroznosti ali nezvarjenih plasti. Nesinhroniziranje posameznih faz postopka in nepravilno izbrani procesni parametri brizganja so vzrok za številne napake, ki jih lahko opazimo pri izdelku. Polnjenje orodja je odvisno od geometrije izdelka, tlaka in viskoznosti mase za brizganje. Prepočasno polnjenje povzroči nepopolno zapolnitev votline orodja s tekočo



**Slika 2:** Shematični prikaz vitalnih delov naprave za injekcijsko brizganje<sup>10</sup>

**Figure 2:** Schematic presentation of vital components of injection moulding machine<sup>10</sup>

maso zaradi hitrega strjevanja. Hitrost ohlajanja in strjevanje mase v izdelek sta odvisna od geometrije izdelka (razmerja volumen/površina), specifične toplote in toplotne prevodnosti mase ter temperature mase in orodja. Previsok tlak polnjenja povzroča nastanek "igle" na robovih izdelka in njegovo lepljenje na delilno ploskev orodja. Prehitro polnjenje in slabo pripravljen granulata sta vzroka za nastanek por (ujet zrak). Nepravilna temperatura orodja, poškodbe na orodju ali slaba konstrukcija/izdelava orodja lahko tudi povzročijo težave pri izmetavanju izdelkov. Površina izdelka je zato hrapava in polna poškodb.

Izdelava orodij in naprave za injekcijsko brizganje so nekaj posebnega. Orodja za brizganje plastomagnetov so komplicirana in draga (30.000 do 50.000 DEM). Kakovostno izbiro materialov za orodje, njihovo konstrukcijo, izdelavo in vzdrževanje lahko zagotovi samo izkušena orodjarna in lastna služba za vzdrževanje. To je še posebej pomembno pri brizganju anizotropnih plastomagnetov, kjer je sestavni del orodja tudi sistem za usmerjanje magnetnih delcev prahu v magnetnem polju. Izmetavanje izdelkov iz orodja je lahko izvedeno mehansko ali pnevmatsko. Pri tem je pomembna kakovost površine (poliranje), pravilno izdelana zaokroženost robov in koničnost, ki omogoča nemoteno izmetavanje izdelka. Od kakovosti obdelave površine votline orodja je neposredno odvisna tudi kakovost površine izdelka. Orodje mora vsebovati tudi kanale za pretok sredstva za hlajenje ali segrevanje (olje).

Naprava za injekcijsko brizganje mora omogočati nastavitvev in kontrolo vseh procesnih parametrov brizganja, sinhronizirano gibanje vseh gibljivih delov naprave in orodja, zagotoviti pred začetkom del enostavno montažo orodja na napravo ter enostavno vzdrževanje in ponoven zagon. Današnje moderne naprave so že vse računalniško vodene (angl.: programmable closed-loop control systems), kar zagotavlja optimalno nastavitvev, kontrolo in delovanje.

## 3 PRAKTIČNO DELO

Za naše poskuse in preiskave smo nabavili ustrezne komercialno dosegljive granulata NdFeB pri švicarskem podjetju EMS Chemie<sup>9</sup>. Prvi z oznako Grilamid XE 3584 je granulata, ki vsebuje 10,4 mas.% Polyamida 12 in 89,6 mas.% prahu NdFeB. Drugi izbrani granulata s komercialno oznako Grilamid FE 4326 vsebuje 90 mas.% anizotropnega prahu NdFeB, izdelanega po HDDR-postopku in 10 mas.% Polyamida 12. Granulata sta posebej namenjena za injekcijsko brizganje trajnih magnetov ter imata posebej za to prirejeno osnovno polimerno vezivo (toplotno stabilizirani Grilamid PA12) z odlično tekočnostjo in dobro temperaturno stabilnostjo. Granulata vsebujeta prah NdFeB, izdelan v podjetju Magneqench. Prvi vsebuje izotropni prah z oznako MQP-B in je izdelan po postopku Melt-Spinning, drugi pa anizotropni prah z oznako MQA-T, izdelan po

HDDR-postopku. Zato smo poleg izbranih granulotov pri podjetju Magneqench nabavili tudi vzorce prahov.

Prahove NdFeB smo kemijsko in metalografsko karakterizirali. S sejalno analizo in lasersko granulometrijo smo določili povprečno velikost in velikostno porazdelitev delcev prahu. Določili smo nasipne gostote in tekočnost prahov. Analizirali smo tudi njihovo stisljivost in ugotovili magnetne lastnosti prahu MQP-B v odvisnosti od zgostitve.

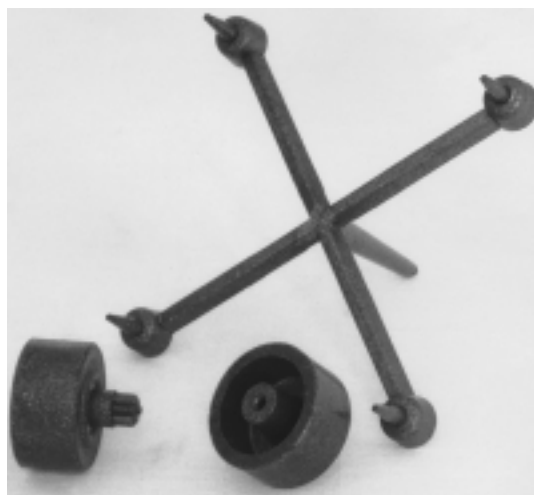
Poskuse injekcijskega brizganja granulotov NdFeB smo izvajali v starejši napravi (Ludwig Engel KG, tip ES 150/160) v tovarni Iskra Feriti, Ljubljana. Uporabili smo obstoječe štirigvezno jekleno orodje, namenjeno za brizganje feritnih plastomagnetov (rotor elektromotorja zunanjih dimenzij cca  $\Phi 22 \times 10$  mm, **slika 3**). Orodje ima vgrajene trajne magnetne SmCo (8 polni magnet), ki med brizganjem omogočajo usmerjanje in magnetenje prahu. Pri izdelanih plastomagnetih smo izmerili gostoto, izrezali primerne vzorce in iz njih pripravili metalografske obruse za preglede pod optičnim mikroskopom. V tovarni Magneti Ljubljana smo izmerili magnetne lastnosti izdelanih plastomagnetov.

## 4 REZULTATI IN DISKUSIJA

### 4.1 Karakterizacija prahov NdFeB

V **tabeli 1** je podana kemijska analiza vzorcev prahov NdFeB. Analiza izdelana na IMT, Ljubljana, izkazuje da prahova vsebujeta relativno malo Al in praktično nič Nb, ki se sicer redno pojavljata kot dodatka pri izdelavi sintranih magnetov NdFeB.

Analiza pokaže relativno visoko vsebnost Co, predvsem pri prahu izdelanem po HDDR- postopku. Vsebnost Nd v prahu MQP-B je  $\approx 11,9$  at.%, v MQA-T pa  $\approx 12,8$  at.%. To je glede na vsebnost Nd v magnetni fazi  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  blizu stehiometrične sestave oziroma rahel prebitok, če poleg Fe upoštevamo še Co. V preteklosti so raziskovalci študirali tako pod-, kot tudi nad-stehiometrične sestave (glede na vsebnost Nd v  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ). Lahko bi rekli, da tako ene kot druge omogočajo (za izbrani namen uporabe), ob pravilni izbiri postopka in dodatkov, izdelavo kakovostnih magnetov. Izbira optimalne sestave je tako prepuščena konkretni izbiri postopka, vendar se zdi, kot je tudi v tem primeru, da imajo prednost sestave z rahlim prebitkom Nd in nadomestitev dela Fe s Co. V novejšem času precej



**Slika 3:** Izgled med preizkusi, z injekcijskim brizganjem NdFeB granulata, izdelanih rotorjev elektromotorja in med brizganjem nastalega dolivka

**Figure 3:** Injection moulded NdFeB rotor of electrical motor and sprue

delajo tudi s sestavami, revnimi z Nd (8-9 at.%Nd), predvsem pri izdelavi nanokristaliničnih prahov z visokim Br<sup>11</sup>.

Granulometrija prahu MQP-B je pokazala velik razpon velikosti delcev (10-600 $\mu\text{m}$ ). Vendar se le-ta giblje pretežno med 125 in 315  $\mu\text{m}$  ( $\approx 85\%$ ). Sejalna analiza prahu MQP-B je pokazala, da ima prah povprečno velikost delcev  $d_{50} \approx 210$   $\mu\text{m}$ . Z lasersko granulometrijo ugotovljena povprečna velikost delcev pa je še nekoliko večja ( $d_{50} \approx 250$   $\mu\text{m}$ ). Delci prahu so izrazito nepravilne (pravokotne) oblike, ker je prah izdelan z drobljenjem in mletjem hitrostrjenih trakov. Zato je treba te vrednosti jemati z neko rezervno zaradi relativno velikega razmerja dolžina/debelina ( $l/d \approx 2-6$ ). Pri izdelavi lastnih granulotov iz teh prahov bo potrebno dodatno drobljenje in sejanje za doseg ožje velikostne porazdelitve delcev. Sejalna analiza prahu MQA-T je pokazala, da je po HDDR-postopku izdelan prah nekoliko drobnejši ( $d_{50} \approx 185$   $\mu\text{m}$ ). Velikost delcev se tudi tu giblje pretežno med 125 in 315  $\mu\text{m}$  ( $\approx 75\%$ ). Prah ima za ta postopek značilno oblikovane ovalne delce z ostrimi robovi in površinskimi razpokami. Oba prahova sta slabo tekoča (MQP-B 40-45 s/50g in MQA-T 32-35 s/50g) in imata majhno nasipno gostoto (MQP-B 3,0-3,1

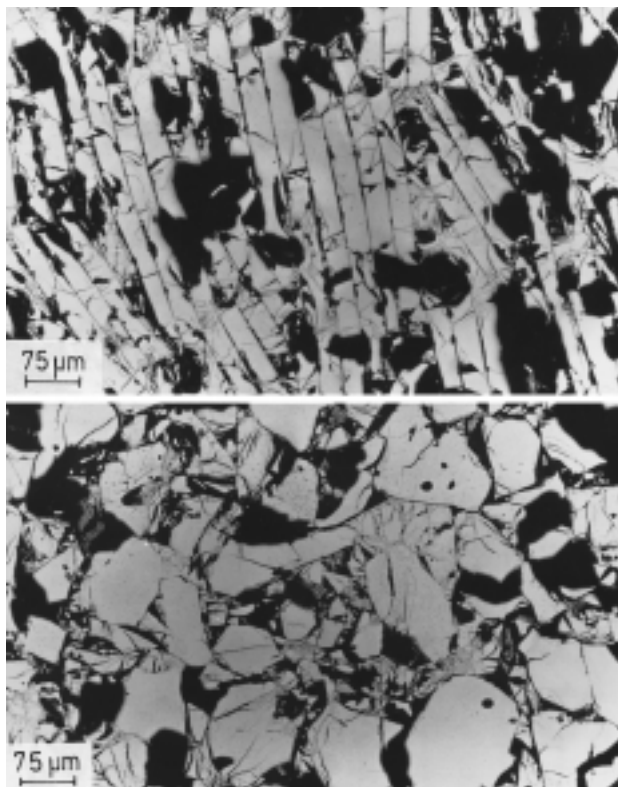
**Tabela 1:** Kemijski sestavi komercialnih prahov NdFeB (Magneqench, ZDA)

**Table 1:** Chemical composition of commercial NdFeB powders (Magneqench, USA)

Oznaka vzorca	B	Fe	Ni	Co	Re*	Al	Zr	Nb	Postopek izdelave
	Masni %								
MQP-B	1,14	65,63	0,044	5,06	26,70	0,066	< 0,1	< 0,005	Melt Spinner
MQA-T	1,42	52,77	0,032	16,00	28,80	0,074	0,1	< 0,005	HDDR

Re\* ... vsota deležev redkih zemelj (pretežno Nd)

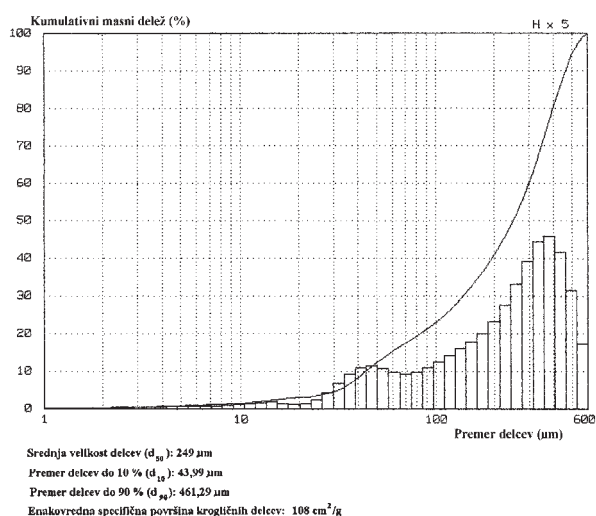




**Slika 4:** Mikrostruktura hladno izostatsko stisnjenih prahov a) MQP-B prah in b) MQA-T prah

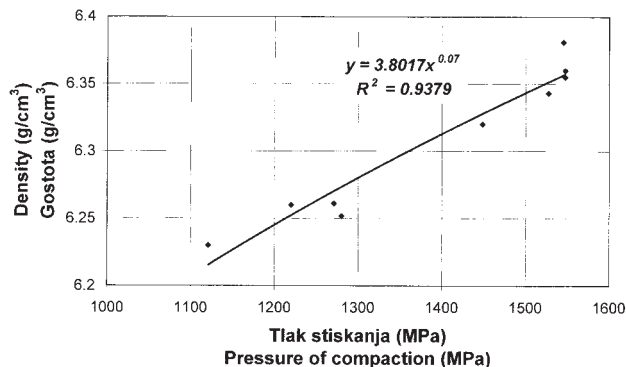
**Figure 4:** Microstructure of cold isostatically pressed powders a) MQP-B powder and b) MQA-T powder

$\text{g/cm}^3$  in MQA-T  $3,5\text{--}3,6 \text{ g/cm}^3$ ). Na slikah 4 a in b sta prikazana metalografska posnetka poliranih hladno stisnjenih vzorcev iz obeh vrst prahov, iz katerih je razvidna tudi značilna oblika delcev. Na sliki 5 je podana velikostna porazdelitev delcev prahu MQP-B, izdelana z laserskim granulometrom.



**Slika 5:** Velikostna porazdelitev delcev MQP-B prahu dobljena z laserskim granulometrom HR 850-B Cilas Alcatel

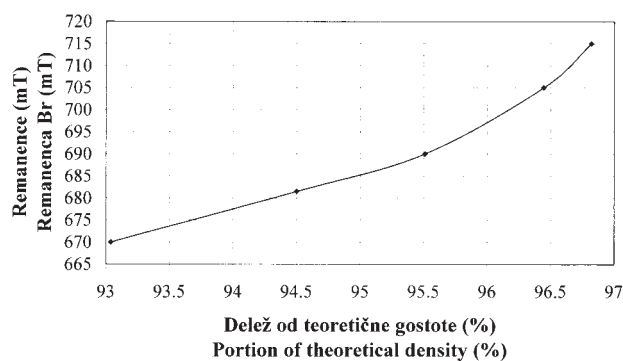
**Figure 5:** Particle size distribution of MQP-B powder determined by the laser granulometer (HR 850-B Cilas Alcatel)



**Slika 6:** Stisljivost MQP-B prahu

**Figure 6:** Compressibility of MQP-B powder

Pri naših raziskavah smo analizirali stisljivost prahu MQP-B in dosežene magnetne lastnosti v odvisnosti od tlaka stiskanja oziroma dosežene gostote. Magnetnemu prahu smo dodali cca 2 mas. % polimerne veziva in ga stiskali v valjčke  $\Phi 12 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ . Analize so pokazale, da je stisljivost prahu slaba. Za doseganje velikih gostot in odličnih magnetnih lastnosti smo potrebovali mnogo višje tlake, kot jih navaja literatura. Potrebni tlaki za analizirani prah so bili nad 1000 MPa. Na sliki 6 je prikazana stisljivost prahu MQP-B, na sliki 7 pa dosežena remanenca v odvisnosti od relativne zgotitve. Z naraščajočo gostoto raste remanenca  $B_r$  od 0,67 do 0,72 T in ustrezno tudi energijski produkt  $(BH)_{\max}$  od 71 do  $81 \text{ kJ/m}^3$ , medtem ko je koercitivnost praktično neodvisna od gostote ( $iH_c \approx 700 \text{ kA/m}$ ). Oba prahova smo tudi hladno izostatsko stiskali v gumijastih modelih pri tlaku 700 MPa brez dodatka polimerne veziva. Tudi te preiskave so pokazale, da sta oba prahova slabo stisljiva, saj med stiskanjem ni prišlo do hladnega zvarjanja trdih in krhkih delcev prahu. Dosežena je le 70% (MQP-B) do 72% zgotitev (MQA-T), dobro pa je vidna odprta poroznost in poškodbe delcev prahu MQA-T (sliki 4 a in b). Ugotovljena slaba stisljivost prahov potrjuje, da sta oba manj primerna za hladno stiskanje. Za njuno oblikovanje



**Slika 7:** Remanenca hladno enoosno stisnjenih magnetov v odvisnosti od gostote (mešanica MQP-B prahu in 2 mas.% polimerne veziva)

**Figure 7:** Remanence of cold uni-axially compacted magnets vs. density (mixture of MQP-B powder and 2 mas.% of a polymer binder)

sta zato primerna predvsem injekcijsko brizganje in toplo/vroče stiskanje.

#### 4.2 Analiza injekcijskega brizganja in izdelanih plastomagnetov

Preizkusi brizganja zahtevajo kontinuirno delo naprave. Za uspešno delo in optimiziranje procesa je treba najmanj 5-10 kg granulata. Le-ti so zelo higroskopični in jih je treba sušiti, če je vsebnost vlage v njih večja od 0,1% (6-12 ur v suhem zraku ali vakuumu pri 80°C). Za sam postopek brizganja je ugodno tudi to, da zalogovnik naprave napolnimo s predgretim granulatom. Sušenje naših granulotov je potekalo čez noč v dveh manjših laboratorijskih sušilnikih pri 120°C. Po pregledu orodja, korekcijah in njegovi montaži na napravo smo nastavili začetne procesne parametre brizganja. Pri ročnem upravljanju naprave smo te parametre počasi optimizirali. Pri tem smo si lahko pomagali le z vizualnim pregledom brizgancev, njihovim tehtanjem in merjenjem gostote. Ko so bili izbrizgani izdelki brez vidnih napak, smo prešli v avtomatski način delovanja in procesne parametre še rahlo korigirali. V **tabeli 2** so podane vrednosti za osnovne procesne parametre brizganja po optimizaciji postopka, ki so bili pri obeh granulatih približno enaki. Preizkusi injekcijskega brizganja izbranih granulotov so potekali uspešno tudi pri večkratnem ustavljanju in ponovitvah. Bistvene razlike med sposobnostjo obeh granulotov za brizganje nismo opazili. Nekoliko lepše se brizga

granulat Grilamid XE3584, ki vsebuje nekaj več poliamida. Temperaturo posameznih con in orodja smo dodatno kontrolirali s kontaktnim termometrom NiCr-Ni. Poleg temperatur po posameznih conah polnilne enote je zelo pomembna tudi temperatura orodja. Za dano konstrukcijo orodja je treba vzdrževati določeno temperaturno razliko med fiksno in gibljivo ploščo orodja, če hočemo da bo po brizganju prišlo do izmetavanja izdelkov. V primeru, da sta temperaturi enaki, pride do lepljenja izdelkov na fiksno ploščo. Zato smo gibljivo ploščo kontrolirano hladili z vodo, fiksno pa ogrevali z oljem na 50-55°C.

Ugotovljene povprečne magnetne lastnosti brizganih plastomagnetov so podane v **tabeli 3**, za oba granulata in na dveh različnih mestih (izrezan obroč in izrezana ploščica na magnetnem polu). Za primerjavo so podane okvirne specifikacije proizvajalcev. V **tabeli 3** so podane tudi dosežene gostote brizgancev. Magnetne meritve so pokazale, da smo se z granulatom Grilamid XE 3584 približali vrednostim, ki jih specificirajo tuji proizvajalci. Dosežene magnetne lastnosti plastomagnetov, izdelanih iz granulata FE4326, pa so slabe tudi za izotropne magnetne. Vzroka za to sta lahko: neustrezne izhodne lastnosti prahu NdFeB ali njihova degradacija med pripravo granulata (granulat je pri proizvajalcu še v razvoju). Poleg tega je magnetno polje na obstoječem orodju za brizganje namenjeno usmerjanju feritov in je v splošnem preslabo za usmerjanje prahov NdFeB. Zato bi bilo med brizganjem anizotropnih magnetov treba

**Tabela 2:** Procesni parametri brizganja granulotov NdFeB

**Table 2:** Process parameters of injection moulding of NdFeB granulates

Temperatura taljenja (°C)	Temperature polnilne komore in orodja (°C)					Tlak (bar)	Čas (s)	
	Cona 1	Cona 2	Cona 3	orodje	prirobnica		brizganja	zadržev.
240-280	270	270	300	50-55	50	100	10	10

**Tabela 3:** Dosežene magnetne lastnosti pri sobni temperaturi pri injekcijsko brizganih granulatih NdFeB v primerjavi s specifikacijami proizvajalcev

**Table 3:** The obtained room temperature magnetic properties of injection moulded NdFeB magnets in comparison with the specifications of some commercial producers

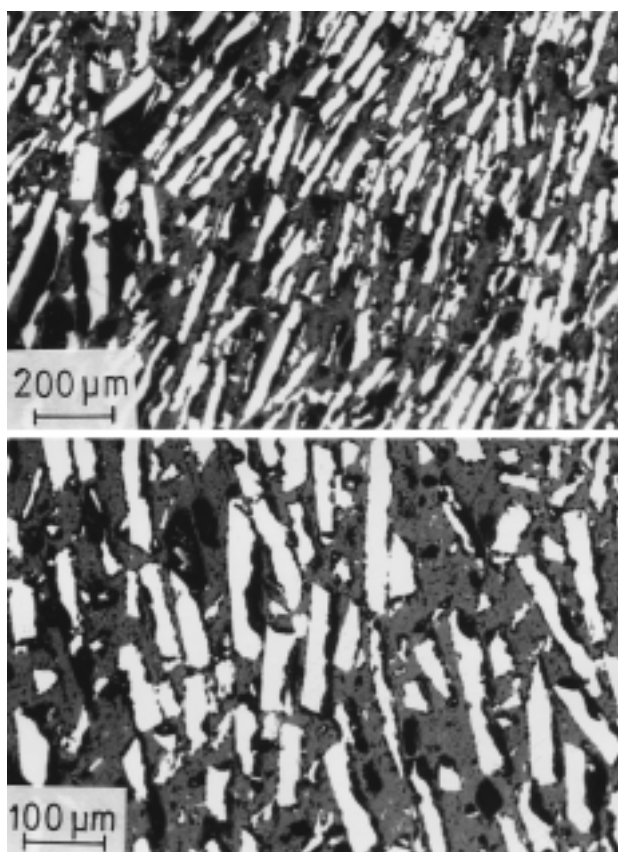
Oznaka materiala	Merilno mesto (specifikacija proizvajalca)	Remanenca Br (mT)	Koercitivnost (kA/m)		Energijski produkt (BH) <sub>max</sub> (kJ/m <sup>3</sup> )	Gostota (g/cm <sup>3</sup> )
			iH <sub>c</sub>	BH <sub>c</sub>		
Grilamid XE 3584	MS Chemie	480	730	320	38	4,52
	Russel <sup>(3)</sup>	500	557	303	39	4,40
	na obroču	450	≈760		35	4,38
	na polih	460	830		37	4,33 <sup>(2)</sup>
Grilamid FE 4326)	Magneqench <sup>(1)</sup>	610	995		68	6,0
	Russel <sup>(4)</sup>	600	717	446	48	4,9
	na obroču	350	≈1000			4,6
	na polih	340	960	260	23,1	4,38 <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> hladno stiskan (manj veziva, mnogo višja gostota)

<sup>(2)</sup> dolivek

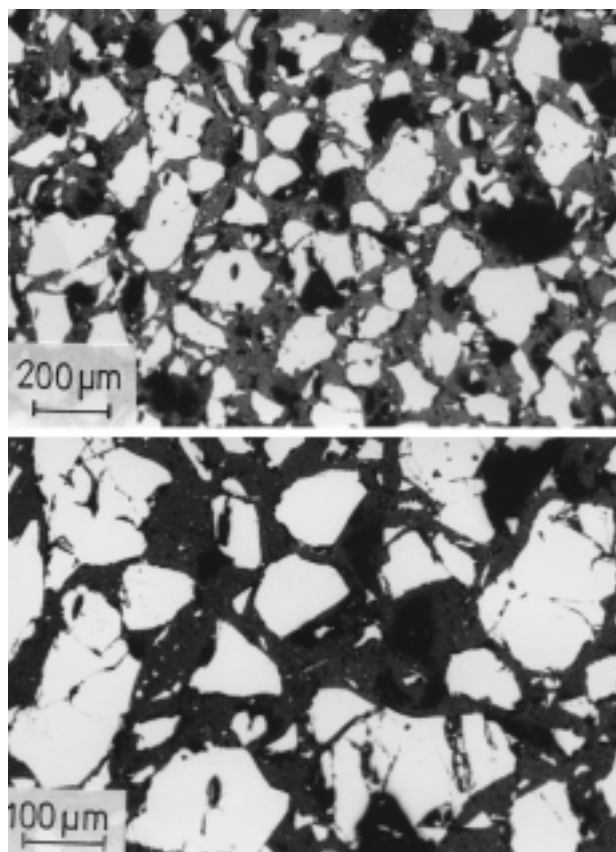
<sup>(3)</sup> material RMP-HN-120N

<sup>(4)</sup> material RMP-HN-090N



**Slika 8:** Mikrostruktura injekcijsko brizganega granulata Grilamid XE3584 pri a) 50- in b) 100-kratni povečavi

**Figure 8:** Microstructure of injection moulded Grilamid XE3584 at different magnifications: a) 50× and b) 100×



**Slika 9:** Mikrostruktura injekcijsko brizganega granulata Grilamid FE4326 pri a) 50- in b) 100-kratni povečavi

**Figure 9:** Microstructure of injection moulded Grilamid FE4326 at different magnifications: a) 50× and b) 100×

uporabiti kombinacijo redkozemeljskih magnetov ter impulznega magnetenja.

Kot je razvidno iz **tabele 3**, smo pri naših preizkusih dosegli gostote od 4,33 do 4,38 g/cm<sup>3</sup>, kar pomeni približno 95 do 96% teoretične gostote. Posledica tega so nekaj slabše magnetne lastnosti plastomagnetov, izdelanih iz granulata Grilamid XE3584, kot jih navajajo tuji proizvajalci. Mikrostrukturne preiskave injekcijsko brizganih rotorjev NdFeB so potrdile, da se med delci magnetne faze in polimernega veziva nahajajo tudi pore (**sliki 8 in 9**). Pri izotropnem granulatu, ki vsebuje delce prahu MQP-B opazimo geometrijsko anizotropijo delcev, ki je verjetno bolj posledica njihove oblike kot usmerjanja v magnetnem polju. Pri brizgancih, izdelanih iz granulata, ki vsebuje HDDR prah, te anizotropije ni opaziti, saj so delci bolj pravilne oblike. Velikostna porazdelitev delcev prahu v granulatih ni tako velika kot pri naših vzorcih prahov, nabavljenih pri podjetju Magnetench. To kaže, da za izdelavo granulotov pri EMS Chemie uporabljajo frakcijo z ožjo velikostno porazdelitvijo delcev.

Nadaljnje izboljšanje magnetnih lastnosti injekcijsko brizganih plastomagnetov NdFeB je možno z zmanjšanjem poroznosti. Preveliko poroznost lahko pripišemo

predvsem prenizkemu tlaku brizganja. Pri nabavi nove stiskalnice bi morali zato upoštevati, da je za brizganje NdFeB granulotov 100 barov spodnja meja delovnega tlaka, ki pa je na obstoječi stiskalnici največji dosegljivi tlak.

## 5 SKLEPI

Iz zgornjega opisa in ugotovitev lahko sklenemo, da nam je uspelo na polindustrijskem nivoju osvojiti osnovne principe tehnologije brizganja komercialno dosegljivih granulotov NdFeB v relativno oblikovno zahteven izdelek. Na osnovi izvedenih preizkusov smo sposobni izbrati ustrezno opremo, izdelati preizkusna orodja, izbrati dobavitelje materialov, jih primerno karakterizirati in izdelati tehnološko ter kontrolno dokumentacijo. V tovarni Magneti Ljubljana se zato že pospešeno pripravljajo na začetek proizvodnje injekcijsko brizganih plastomagnetov NdFeB in s tem povečanje svoje konkurenčnosti ter gospodarske rasti.

Magnetne meritve so pokazale, da smo se z granulatom Grilamid XE 3584 približali vrednostim, ki jih specificirajo tuji proizvajalci. Upravičeno lahko pričakujemo, da bomo z optimiziranjem postopka in

kontinuirnim delom postopek brizganja in postopke za kontrolo lastnosti brizganih plastomagnetov še bistveno izboljšali. Za brizganje granulato NdFeB je najnižji delovni tlak 100 barov, kar bo treba upoštevati pri nabavi nove naprave. Magnetno polje na obstoječem orodju za brizganje je preslabo in bi bilo pri izdelavi anizotropnih magnetov treba uporabiti kombinacijo redkozemeljskih in elektromagnetov z impulznim magnetenjem.

## ZAHVALA

Avtorji prispevka se zahvaljujejo MZT Slovenije in tovarni Magneti Ljubljana, d.d., ki sta finančno podprla RR delo na projektu ter sodelavcem iz tovarne Iskra Feriti, ki so omogočili izvajanje industrijskih preizkusov injekcijskega brizganja na njihovih napravah in opremi.

## 6 LITERATURA

- <sup>1</sup> C. J. Yang, R. Ray: Fe-Nd-B Permanent Magnets via Advanced Melt Spinning Technology, *Metal Powder Report*, januar **1989**, 54-58
- <sup>2</sup> S. Kobe, B. Šuštaršič, B. Saje et al.: Izdelava prahov NdFeB za trajne magnete s hitrim strjevanjem zlitine in HDDR postopkom, *Za-ključno poročilo o rezultatih raziskovalne-ga projekta MZT Slovenije*, junij **1998**
- <sup>3</sup> H. Davies: Melt Spinning Makes Better Magnetic Alloys, *Materials World*, 3 (**1995**) 11, 534-536
- <sup>4</sup> C. J. Yang, R. Ray: Fe-Nd-B Magnets via the Hot Extrusion of Amorphous Powders, *Journal of Magnetism*, september (**1989**) 42-45
- <sup>5</sup> Magnequench; komercialni katalog, MO961-MII5M, Anderson, Indiana, ZDA, **1997**
- <sup>6</sup> A. Z. Lui et al.: Fabrication and Measurements on Polymer Bonded NdFeB Magnets, *Materials Processing Technology*, 56 (**1996**) 571-580
- <sup>7</sup> D. Rodrigues et al.: Process and Magnetic Properties of Cold Pressed NdFeB Magnets, *Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Workshop on RE Magnets and their Application*, Sao Paolo, Brazilija, september **1996**, 580-589
- <sup>8</sup> Russell Plastic Moulding Limited, komercialni katalog, Burton on Trent, Anglija
- <sup>9</sup> EMS-Chemie AG, Grilamid EMS, komercialni katalog, Dormat/Ems, Švica
- <sup>10</sup> F. Thümmel, R. Oberacker: Introduction to Powder Metallurgy, The Institute of Materials, The University Press, Cambridge, Anglija, **1993**
- <sup>11</sup> A. Manaf, R. A. Buckley, H. A. Davies: New Nanocrystalline High-Remanence Nd-Fe-B Alloys by Rapid Solidification, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 128 (**1993**) 302-306