

# Optimizacija sinteze magnetodielektrika na osnovi karbonilnega železa

## Optimization of carbonyl iron based magnetic cores synthesis

F. Breclj, A. Pregelj, K. Zupan, *Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61000 Ljubljana, Slovenija*

*Ugotovili smo, da na magnetne izgube mehkomagnetnega dielektričnega materiala na osnovi kompozita zrn karbonilnega železa v organski matrici, ki deluje v močnem magnetnem polju pri frekvenci 2MHz, močno vpliva struktura kompozita. Z uvedbo izdelavnega postopka prešanja materiala v vakuumu smo izdelali homogen, neporozen material, brez mikrorazpok in lunckerjev in tako te izgube zmanjšali za okrog 50 %.*

*Ključne besede: magnetna jedra, prešanje v vakuumu*

*It was established that the magnetic losses of soft magnetic dielectric material based on carbonyl iron powder depend substantially on the structure of the composite, when it is exposed to the strong magnetic field. The use of a new pressing procedure in vacuum environment enabled us to obtain the homogeneous, non porous material without bubbles or cracks and so the losses were reduced to about 50 %.*

*Key words: magnetic cores, vacuum pressing*

### 1 Uvod

Magnetodielektriki so zaradi visoke ohmske upornosti podobno kot feriti visokofrekvenčni magnetni materiali. Odlikujejo jih stabilne karakteristike, možnost cenene izdelave, možnost preoblikovanja s struženjem in visoka maksimalna induktivnost, ki pa jo lahko dosežemo samo v močnih magnetnih poljih, ker imajo majhno permeabilnost.

V svoji osnovi so to konglomerati sestavljeni iz bolj ali manj drobnih mehkomagnetnih kovinskih zrn obdanih z matrico iz dielektrične snovi. Glavna vloga matrice je povezava med zrci, medtem ko osnovno električno izolacijo med zrnji običajno zagotavlja tanka plast oksida ali fosfata na njihovi površini.

Magnetne lastnosti teh dielektrikov so predvsem odvisne od lastnosti materiala kovinskih zrn, od njihove velikosti in oblike, medsebojne lege, pomembno je tudi količinsko razmerje med magnetnim in dielektričnim materialom.

Vpliv lastnosti kovine iz katere so zrna lahko vidimo, če primerjamo magnetodielektrike izdelane iz prahov zlitin Alsifer, Permalloy ali iz karbonilnega železa (1). Prvi imajo začetno relativno permeabilnost v območju med  $20 \mu_0$  in  $100 \mu_0$  in so zaradi relativno velikega izgubnega faktorja primerni za uporabo do frekvence 100 kHz, pri drugih je možno dosežati permeabilnost do 250

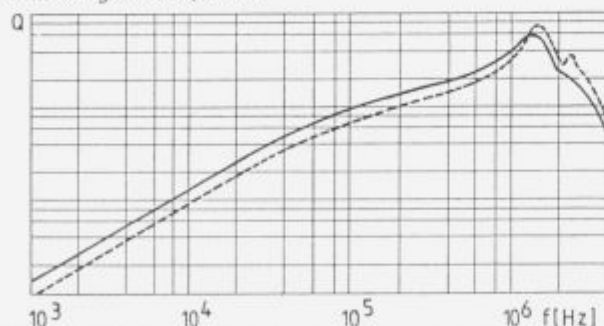
$\mu_0$  in so zaradi manjšega izgubnega faktorja uporabni za podobno frekvenčno območje kot prejšnji, s prahovi iz neprežarjenega karbonilnega železa pa lahko dosežemo relativno permeabilnost največ do  $15 \mu_0$ , vendar imajo najnižje izgubne faktorje in lahko magnetna jedra te vrste uporabljamo tudi v MHz področju.

Podobno kot pri drugih magnetnih materialih, so tudi pri magnetodielektrikih skupne izgube posledica seštevek treh vrst izgub (2): histereznih, zaradi induciranih vrtničastih tokov in dodatnih izgub, katerih skupni vzrok je magnetna nehomogenost materialov (3). V primeru šibkih polj in idealne električne izoliranosti kroglice mehkomagnetnega materiala v dielektrični matrici je izgubni kot zaradi vrtničastih tokov premosorazmeren s kvadratom premera zrn (4). Vendar pa v praksi večkrat uporabljamo magnetodielektrike pri visokih indukcijah, kjer zgoraj naštetih predpostavki nista izpolnjeni in so dejanske izgube lahko za cel razred večje od tako izračunanih, najmanjše so pri neki določeni velikosti delcev. Vidimo, da je pri močnejših obremenitvah struktura dielektrika odločilna za doseganje optimalnih ciljev.

### 2 Opis našega magnetodielektrika za VF prašna jedra

Dielektrik, ki ga mi razvijamo je namenjen predvsem za koncentratore za VF ogrevanje kovin, kjer je izpostavljen vplivu močnih magnetnih polj. Željena je čim višja indukcija, nujne pa dovolj nizke izgube oz. dovolj visoka dobrost Q materiala v VF območju vzbujanja. Zato so izdelana na

osnovi karbonilnega železa. Sinteza tega železa poteka na osnovi pirolize karbonila iz plinske faze pri sorazmerno nizki temperaturi, zato je amorfno. V prerezu vidimo značilno slojevito strukturo okroglih zrn, tako da spominja na čebulo. Edini primesi, ki sta v njem prisotni v večjih količinah sta ogljik in dušik (od 0,5 % do 1,5 %). Posledica te strukture je velika trdota zrn, tako da se kljub velikim tlakom prešanja (1,2 GPa) ne deformirajo, zato lahko s temi prahovi dosežemo le gostote do 5,5 g/cm<sup>3</sup>. Električna upornost jeder je posledica prisotnosti veziva in izolacije vsakega zrna posebej. Za vezivo smo preizkusili različne vrste epoksidnih smol (Araldit D in F tovarne Ciba, EP O33 Kemostik), vendar nismo ugotovili opaznega vpliva na lastnosti jeder. Uporabljali smo karbonilno železo tovarne BASF vrste EW/I z velikostjo delcev med 4 μm in 5 μm, površinsko izoliran po fosfatnem postopku že pri proizvodnjaku. Izbrali smo ga na osnovi podatkov tovarne o dobroti v frekvenčnem območju naše uporabe. Prah smo zmešali z aralditom in stiskali v obliko valjev po naši specifikaciji. Tako izdelana jedra imajo gostoto med 5,1 g/cm<sup>3</sup> in 5,3 g/cm<sup>3</sup>, kar je v skladu s podatki proizvajalca za izbrano vrsto železnega prahu. Izmerili smo njihovo začetno permeabilnost in dobrot Q. Meritve so bile izdelane v tovarni Iskra feriti na toroidnih jedrih (20,4 mm x 12,4 mm x 6 mm). Začetna permeabilnost v merjenem frekvenčnem območju med 10 kHz in 1 MHz je bila 14 μ<sub>0</sub>, odvisnost dobrot od frekvence vidimo na sliki 1, kjer je podana tudi dobrot tujega jedra podobne sestave. Vidimo, da imajo domača jedra do frekvence 1,5 MHz večjo dobrot, torej lahko pričakujemo manjše izgube, pri še višjih frekvencah pa je pri našem jedru dobrot nekoliko nižja. Jedra smo preizkusili tudi neposredno na dveh VF generatorjih, prvi ima maks. moč 6 KW in dela na frekvenci 450 kHz, drugi moč 2 KW in frekvenco 2,1 MHz. Merili smo čas, v katerem se jedro pri maksimalni obremenitvi v VF tuljavi segreje do 60°C. Pri frekvenci 450 kHz smo merili kar valje Φ 32 mm, kakršne smo dobili iz orodja za prešanje, za meritve pri 2,1 MHz pa smo jih prestružili, da smo jih lahko namestili v tuljavo z enim ovojem Φ 3,2 mm.



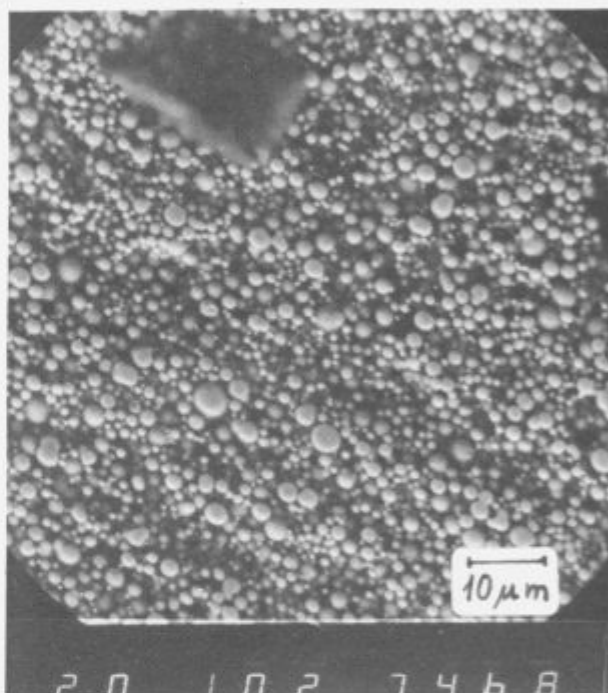
Slika 1 : Primerjava dobrot domačih magnetnih jeder z jedri tujega proizvajalca

Figure 1 : Comparison of quality factor of our and commercial magnetic cores

Pri frekvenci 450 kHz se podobno kot primerjalni vzorec, tudi naši vzorci niso segrevali do te temperature. Razliko pa smo ugotovili pri meritvah pri 2,1 MHz. Primerjalni vzorec se je do 60°C segreval v 15 s, pri nas izdelani pa v 9 s.

Pri iskanju vzrokov za to razliko smo opazovali strukturo vzorcev na elektronskem mikroskopu in ugotovili praktično enako zrnatost karbonilnega železa, vendar pa so

bila zrna na primerjalnem vzorcu (slika 2) bolj enakomerno razporejena, predvsem pri njem nismo opazili drobnih razpok, ki so se pri naših vzorcih redno pojavljale (slika 3). Opazili smo tudi, da se pri pisanju s flowmastrom po njih črnilo hitro vpija v podlago, medtem ko se pri primerjalnem vzorcu ne, da so torej porozni. Poroznosti smo se poskusili izogniti tako, da smo povečali dodatek araldita s 5,5 % na 7 %. Vendar je na ta način nismo odpravili, ker je del araldita še preden se je strdil, iztekel iz vzorca. Pri še večjem dodatku araldita (10 %) se je pojavila še nova napaka; zmes prahu in araldita je postala že tako tekoča, da zrak v masi med stiskanjem ni našel izhoda iz nje in nastali so lunke.



Slika 2: Prerez primerjalnega magnetnega jedra

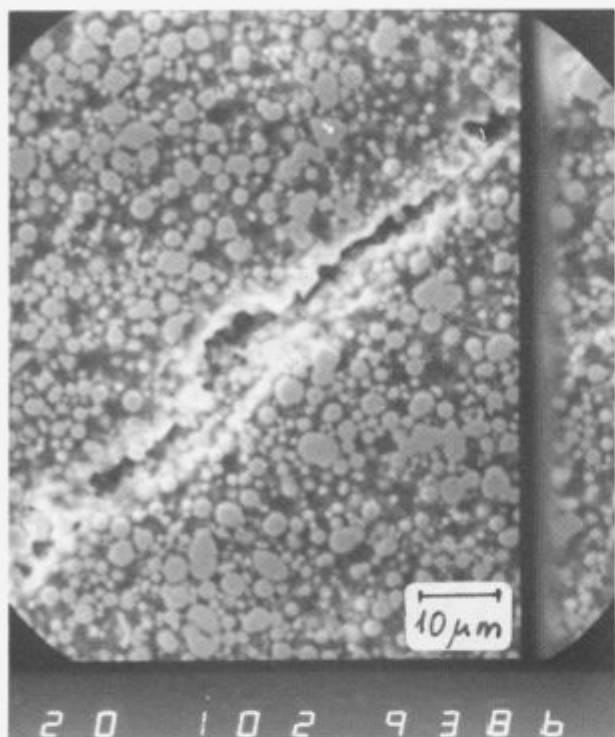
Figure 2: Cross-section of comparative magnetic core

### 3 Izboljšava izdelavnega postopka

Iz opisane zadrege smo si pomagali z odločitvijo, da izvedemo stiskanje mase v vakuumu. V ta namen smo si izdelali poseben vakuumski recipient, kot ga vidimo na sliki 4. Mase pred stiskanjem nismo gosto natlačili v šablono kot prej, ko smo stiskali na zraku, ampak smo jo le natresli, da se je lahko bolj učinkovito razplinila. Recipient smo priključili na enostopenjsko rotacijsko črpalko, za kontrolo vakuuma smo uporabljali mehanski vakuummeter. V nekaj minutah smo dosegli polni odklon manometra, to je tlake nekaj mbar, kar pomeni, da z razplinjevanjem mase do stopnje, ki je za naš namen pomembna, ni bilo težav. Do dodatnih razplinjevanj tudi ni prihajalo med samim stiskanjem, zato črpalke ni bilo potrebno prenašati k stiskalnici.

### 4 Sklepi

Po opisanem postopku stisnjeni vzorci s 7 % araldita niso

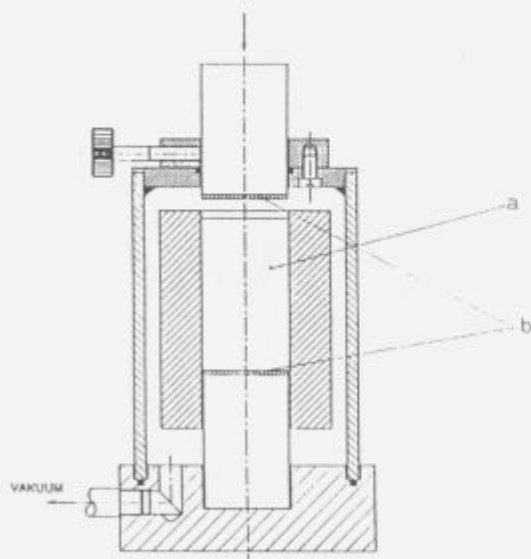


Slika 3: Prerez domačega magnetnega jedra  
 Figure 3: Cross-section of our magnetic core

modela je potrebna bistveno manjša sila, ker ne prihaja do strjevanja izcejenega araldita med valjčkom in plaščem orodja, zato je orodje manj obremenjeno. Možna je poljubna izbira razmerja med vezivom in kovinskim prahom, ker ni več vzroka za nastajanje lunckerjev. Izgube v VF polju so se pri nespremenjeni začetni permeabilnosti zmanjšale na raven primerjalnega vzorca.

## 5 Viri

- <sup>1</sup> B.M.Tareev, Electrical and radio engineering materials, Mir, Moskva (1980)
- <sup>2</sup> C.Heck, Magnetische Werkstoffe und ihre technische Anwendung, A.Huthig Verl. (1967)
- <sup>3</sup> G.Bertotti, F.Fiorillo, G.P.Soardo, Progress in magnetic loss measurements interpretation and prediction, L'Energia Elettrica No.10 (1990), str.439-46
- <sup>4</sup> V.A.Troickij, A.J.Rolik, Magnitodielektriki v silovoj elektroniki, Tehnika (1983)



Slika 4: Posoda za stiskanje v vakuumu a - masa, ki jo stiskamo,  
 b - tesnilna guma

Figure 4: Recipient for pressing in vacuum a - material to be pressed, b - tightening rubber

bili več porozni, ker se zaradi gumijastih vložkov na valjčkih araldit ni mogel izcediti iz stiskanca. Ker v masi ni bilo zraka smo lahko stiskanje opravili hitro, ne kot prej, ko smo morali čakati, da je zrak odtekel skozi ozko špranjo v orodju. Za izstiskanje strjenega izdelka iz