

Влияние режимов вибропомола порошков гексаферрита стронция на свойства магнитов на их основе

**В. Г. Костишин, В. Г. Андреев, Д. Н. Читанов, А. В. Тимофеев,
А. Ю. Адамцов, А. А. Алексеев**

Исследовано влияние длительности сухого измельчения в вибрационной мельнице порошка гексаферрита стронция на степень дезагрегации порошка и свойства изделий на его основе. Показано, что увеличение частоты вибрации вибромельницы с 25 до 50 Гц при сохранении амплитуды вибрации в пределах 3 – 4 мм, позволяет примерно в 5 раз снизить время измельчения, обеспечивающее полноту дезагрегации порошков. Повышение энергии удара шаров с увеличением частоты вибрации усиливает активность порошков за счет создания микроискажений кристаллической решетки. Рост степени дезагрегации порошка приводит к формированию при спекании плотной мелкозернистой микроструктуры, обеспечивающей возрастание максимального энергетического произведения $(BH)_{\max}$ магнитов на 15 – 20 %.

Ключевые слова: гексаферрит стронция, агрегированность частиц, измельчение в вибрационной мельнице.

Введение

Стронциевые ферритовые магниты находят широкое применение в различных устройствах электрооборудования и радиоэлектроники благодаря целому ряду преимуществ перед металлическими магнитами на основе сплавов “Альнико”, прежде всего — высоким значениям электросопротивления и коэрцитивной силы в сочетании с относительно низкой стоимостью, малым удельным весом и простотой технологии изготовления [1]. Уровень магнитных параметров гексаферрита стронция, достигаемая на промышленных образцах, значительно ниже их теоретических значений. Одной из главных причин, определяющих уровень магнитных свойств, является плотность магнитов. Низкая плотность магнитов во многом обусловлена недостаточной степенью дезагрегации порошков при их измельчении. Агрегаты формируются в процессе синтеза ферритовых порошков и их прочность во многом определяется процессами припекания частиц во время синтеза. Размеры агрегатов на порядок превышают размеры частиц и их разрушение при

измельчении порошков часто затруднено из-за их высокой прочности.

Крупные межагрегатные поры, как правило, не исчезают при спекании сырых заготовок магнитов, что является основной причиной их пористости. Длительное многочасовое измельчение порошков с целью их дезагрегации приводит к снижению производительности мельниц. Поэтому весьма актуальны исследования по повышению степени дезагрегации в сочетании с малым временем измельчения.

Цель данной работы — оценка возможности управления процессами дезагрегации порошков гексаферрита стронция в процессе сухого измельчения в вибрационной мельнице.

Образцы и методы исследования

Исследования проводили на промышленных порошках гексаферрита стронция производства ОАО “Олкон” — полуфабрикатов при получении ферритовых магнитов. Дезагрегацию порошков гексаферрита стронция осуществляли в процессе

сухого измельчения в вибрационной мельнице М-200 со стальными шарами диаметром 20 мм при двух частотах вибрации корпуса мельницы — 25 и 50 Гц. Амплитуда вибрации при этом не изменялась и составляла 3 – 4 мм. Поскольку в вибромельнице использовали стальные шары и стальной барабан, основа которых — железо, и железо является основой порошка гексаферрита стронция, то намол примесей в процессе вибропомола был ничтожным и практически зарегистрировать его не удалось. Для приготовления суспензии перед мокрым прессованием проводили перемешивание измельченного порошка в атриторе “Бекас” в течение 30 минут. Удельную поверхность порошков $S_{уд}$ измеряли на газовом хроматографе ЛХМ-8МД. Распределение частиц и агрегатов по размерам изучали на седиментографе фирмы Sedema.

Мокрое прессование заготовок выполняли на гидравлическом прессе 06-ФФГ в магнитном поле 700 кА/м при давлении 200 МПа. Пресс-заготовки после сушки на воздухе в течение 3 суток спекали в туннельной печи “Ель” при температуре 1200 – 1220 °С. Микроструктуру образцов изучали на оптическом микроскопе “Эпивал” с фотонасадкой ФН-П. Коэрцитивную силу H_c , остаточную магнитную индукцию B_r и максимальное энергетическое произведение $(BH)_{max}$ измеряли на гистерезисографе ЭМ8-10.

Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ исследуемых образцов проводили на дифрактометрах “ДРОН-3М” (CuK_{α} -излучение, графитовый монохроматор) и “Гайгерфлекс” фирмы Rigaku. В последнем случае в качестве источника рентгеновского излучения использовали трубку с железным анодом (рабочий ток — 25 мА, напряжение — 25 кВт). Длина волны излучения $\lambda = 0,193728$ нм. При регистрации спектров образцов использовался фильтр из Mn. Фокусировку осуществляли по методу Брэгга – Бретано с двумя щелями Соллера. Измерения проводили при комнатной температуре.

Результаты и их обсуждение

Рентгено-дифракционные исследования показали, что образцы поликристаллические, однофазные и представляли собой гексагональный феррит стронция.

На рис. 1 и 2 представлены распределение частиц по размерам исходного порошка и микроструктура спеченного (на его основе) феррита. Неоднородное распределение частиц по размерам исходного порошка, обусловленное наличием агрегатов, является причиной аномального роста зерен, характерного для вторичной рекристаллизации [2].

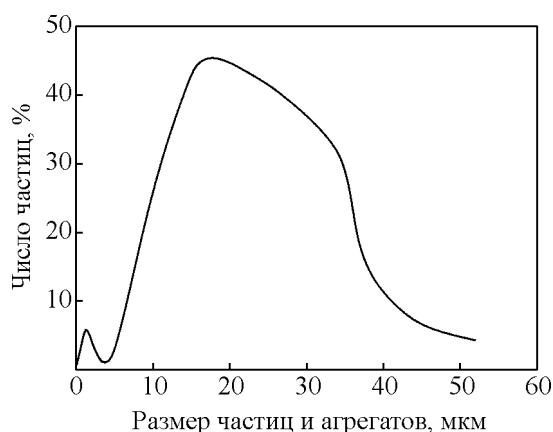


Рис. 1. Распределение частиц исходного порошка гексаферрита стронция по размерам

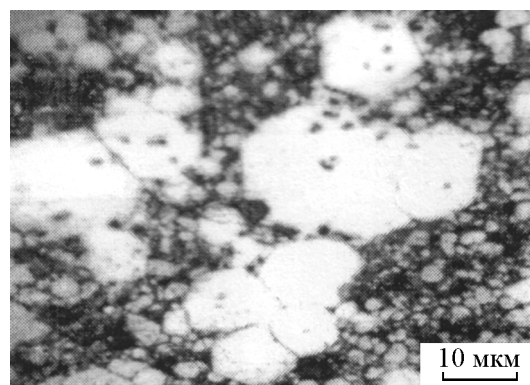


Рис. 2. Микроструктура феррита, спеченного из исходного порошка гексаферрита стронция, где светлые области — зерна гексаферрита стронция, а темные — его поры.

Получение высокоплотных изделий с требуемым уровнем механических и электромагнитных параметров препятствует агрегированности частиц ферритизованного порошка, так как крупные каналные поры между агрегатами не удаляются на операциях прессования и спекания. Размеры агрегатов на порядок превышают размеры первичных частиц, что подтверждается данными на рис. 1, где малый пик кривой соответствует среднему размеру первичных частиц — около 2 мкм, а 2-й пик — среднему размеру агрегатов около 20 мкм. Рекристаллизация внутри агрегата протекает значительно раньше, чем вне его. Спеченные заготовки сохраняют сквозную межагрегатную пористость, тогда как пористость внутри агрегата мала. Разрушение агрегатов зависит от их прочности и, как правило, обеспечивается длительным измельчением ферритизованного порошка [1]. При этом уменьшаются не размеры первичных частиц, а размеры агрегатов, что приводит к повышению однородности частиц по размерам.

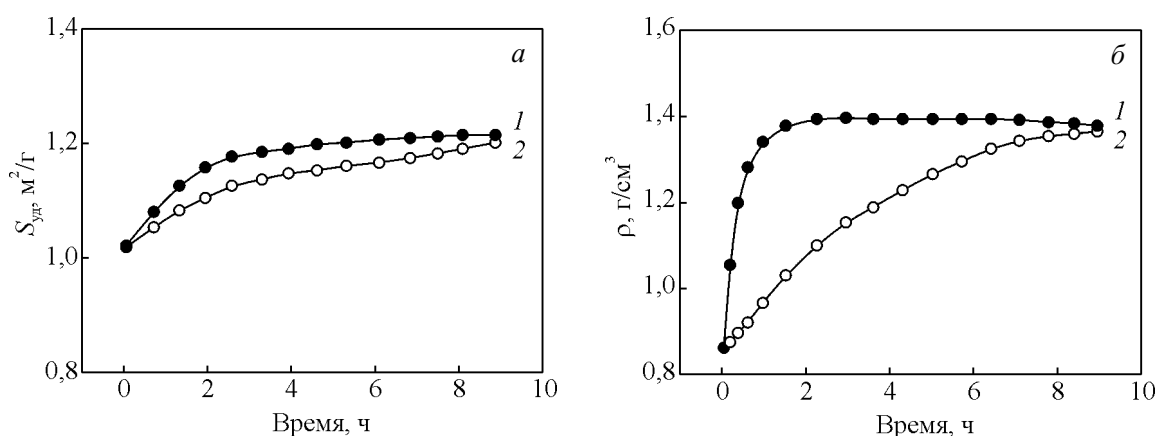


Рис. 3. Влияние длительности дополнительного измельчения в вибромельнице на: а – удельную поверхность, б – насыпную плотность, порошков гексаферрита стронция: 1 – частота вибрации 50 Гц; 2 – частота вибрации 25 Гц.

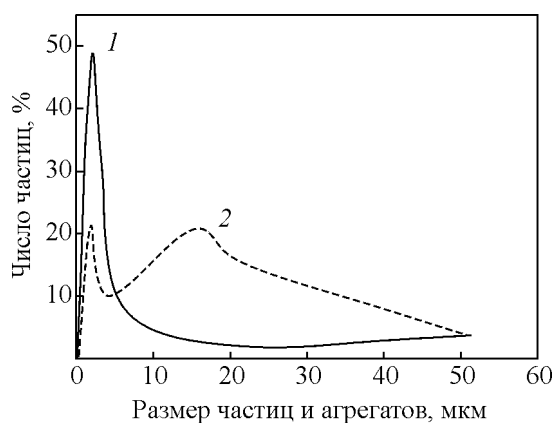


Рис. 4. Распределение частиц порошка гексаферрита стронция по размерам после дополнительного измельчения 1 ч в вибромельнице: 1 – частота вибрации 50 Гц; 2 – частота вибрации 25 Гц.

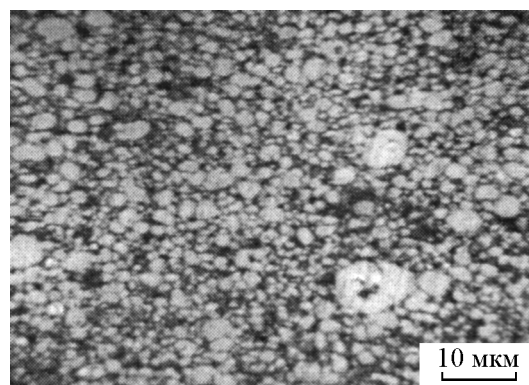


Рис. 5. Микроструктура магнита гексаферрита стронция после дополнительного измельчения порошка 1 ч в вибромельнице с частотой вибрации 50 Гц, где светлые области зерна гексаферрита стронция, а темные – его поры.

Из данных, приведенных на рис. 3а видно что, длительность измельчения порошков гексаферрита стронция в вибромельнице незначительно влияет на величину удельной поверхности порошков. В то же время увеличивается насыпная плотность порошков ρ (рис. 3б), что подтверждает их дезагрегацию.

Причем, увеличение частоты вибрации вибромельницы значительно ускоряет дезагрегацию. Если при частоте вибрации мельницы 25 Гц требуется почти 8-ми часовое измельчение, то при частоте 50 Гц достаточно 1 часа измельчения. Это можно объяснить возрастанием энергии вибрирующих шаров и силы

Таблица

Результаты измерений магнитных свойств исследованных образцов, спеченных при 1220 °С

Характеристика порошков	Насыпная плотность порошков, ρ , г/см ³	Остаточная магнитная индукция, B_r , Тл	Коэрцитивная сила, H_c , кА/м	Максимальное энергетическое произведение, $(BH)_{max}$, кДж/м ³
Исходный	4,71	0,328	223	27
Дополнительное измельчение 1 час при частоте 25 Гц	4,78	0,331	224	28
Дополнительное измельчение 1 час при частоте 50 Гц	4,86	0,338	225	32

их соударения. Известно [3], что энергия колеблющихся частиц пропорциональна произведению амплитуды на квадрат частоты колебания. Следовательно, при увеличении частоты вибрации мельницы от 25 до 50 Гц в 4 раза увеличивает силу взаимного соударения металлических шаров.

На рис. 4 приведены кривые распределения частиц по размерам, после измельчения в вибрационной мельнице. Из данных видно, что измельчение порошка в течение 1 часа при частоте вибрации 50 Гц позволяет исключить пик, обусловленный наличием агрегатов. Микроструктура магнитов, полученных из этого порошка (рис. 5), отличается однородностью зерен.

Результаты измерений магнитных свойств исследованных образцов, спеченных при 1220 °С, приведены в табл. 1. Дополнительное измельчение порошков позволяет повысить плотность и магнитные свойства стронциевых ферритов.

Свойства стронциевых ферритов, полученных по разным режимам дополнительного измельчения в вибромельнице М-200.

Выводы

Показано, что дополнительное измельчение порошка гексаферрита стронция в вибромельнице позволяет повысить качество порошков путем снижения степени их агрегации.

Увеличение частоты вибрации вибромельницы значительно ускоряет дезагрегацию. Если при частоте вибрации мельницы 25 Гц требуется почти 8-ми часовое измельчение, то при частоте 50 Гц достаточно 1 ч измельчения, что объясняется возрастанием энергии вибрирующих шаров и силы их соударения.

Показано, что дополнительное измельчение порошков позволяет повысить плотность и магнитные свойства стронциевых ферритов.

Работа выполнена в рамках Задания № 11.2502.2014/К от 17.07.2014 г. на выполнение научно-исследовательской работы в рамках проектной части государственного задания в сфере научной деятельности (тема № 3219022).

Литература

1. Анциферов В.Н., Летюк Л.М., Андреев В.Г. Проблемы порошкового материаловедения. Часть V. Екатеринбург: УрО РАН, 2005, 183 с.
2. Горелик С.С., Бабич Э.А., Летюк Л.М. Формирование микроструктуры и свойств ферритов в процессе рекристаллизации. М.: Metallurgiya, 1984, 108 с.
3. Блехман И.И. Вибрационная механика. М.: Машиностроение, 1994, 398 с.

References

1. Antsiferov V.N., Letyuk L.M., Andreev V.G. *Problemy poroshkovogo materialovedeniya. Chast 5. Tekhnologiya proizvodstva poroshkovykh ferritovykh materialov* [Problems of powder materials sciences. Part 5. Obtaining of powder ferritic materials], Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 2005, 408 p.
2. Gorelik S.S., Babich E.A., Letyuk L.M. *Formirovanie mikrostrukury i svoystv ferritov v protsesse rekrystalizatsii* [Formation of microstructure and properties of ferrite under recrystallization]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1984, 108 p.
3. Blekhan I.I. *Vibratsionnaya mekhanika* [Vibration mechanics]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1994, 398 p.

Статья поступила в редакцию 30.12.2014 г.

Костишин Владимир Григорьевич — НИТУ “МИСЦ” (119049, г. Москва, В-49, Ленинский проспект, 4), доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой, специалист в области физики и технологии магнитных материалов. E-mail: drvgkostishyn@mail.ru.

Андреев Валерий Георгиевич — Кузнецкий институт информатики и управленческих технологий (Филиал Пензенского государственного университета) (442530, Пензенская область, г. Кузнецк, ул. Маяковского, д. 57а), доктор технических наук, профессор, специалист в области ферромагнетизма. E-mail: ilem58@mail.ru.

Читанов Денис Николаевич — НИТУ “МИСЦ” (119049, г. Москва, В-49, Ленинский проспект, 4), кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией кафедры. E-mail: denchitanov@mail.ru.

Тимофеев Андрей Владимирович — НИТУ “МИСиС” (119049, г. Москва, В-49, Ленинский проспект, 4), инженер 1-й категории. E-mail: andtim2011@gmail.com.

Адамцов Артем Юрьевич — НИТУ “МИСиС” (119049, г. Москва, В-49, Ленинский проспект, 4), инженер 1-й категории. E-mail: aay1990@gmail.com.

Алексеев Альберт Александрович — НИТУ “МИСиС” (119049, г. Москва, В-49, Ленинский проспект, 4), инженер. E-mail: snakes_92@mail.ru.

Influence of vibration grinding of strontium hexaferrite powders on properties of magnets on their basis

**V. G. Kostishyn, V. G. Andreev, D. N. Chitanov, A. V. Timofeev,
A. Yu. Adamtsov, A. A. Alekseev**

Influence of the duration of dry milling in a vibratory mill strontium hexaferrite powder, produced by JSC “Alcon” on the degree of disaggregation of the powder and properties of products based on them are considered. It is shown that frequency of vibration from 25 to 50 Hz and maintaining vibration amplitude 3 – 4 mm range, allowed approximately five times reduce the grinding time ensuring completeness of powders disaggregation. The increase of balls impact energy with simultaneous increase of vibration frequency increases the activity of the powders by creating micro-distortions in crystal lattice. Increasing the disaggregation of the powder results in the formation during sintering dense fine grained microstructure ensuring increase the maximum energy product (BH) max of the magnets 15 – 20 %.

Keywords: strontium hexaferrite, particles aggregation, comminuting in vibrating mill

***Kostishyn Vladimir** — National University of Science and Technology MISIS (119049, Moscow, B-49, Leninskiy prospekt, 4), Dr Sci (Phys-Math), head of department Technology of electronics materials, expert in physics and technology of magnetic materials. E-mail: drvgkostishyn@mail.ru.*

***Andreev Valeriy** — Kuznetsk Institute of Information and Administrative Technologies (Branch of Penza State University, 442530, Penza region, Kuznetsk, Mayakovskiy str., 57a), Dr Sci (Eng), professor, expert in ferrimagnetism. E-mail: ilem58@mail.ru.*

***Chitanov Denis** — National University of Science and Technology MISIS (MISIS, 119049, Moscow, B-49, Leninskiy prospekt, 4), PhD (Phys-math), head of laboratory of department Materials technology electronics. E-mail: denchitanov@mail.ru.*

***Timofeev Andrey** — National University of Science and Technology MISIS (MISIS, 119049, Moscow, B-49, Leninskiy prospekt, 4), engineer 1st category of department Materials technology electronics. E-mail: andtim2011@gmail.com.*

***Adamtsov Artem** — National University of Science and Technology MISIS (MISIS, 119049, Moscow, B-49, Leninskiy prospekt, 4), engineer 1st category of department Materials technology electronics. E-mail: aay1990@gmail.com.*

***Alekseev Al'bert** — National University of Science and Technology MISIS (MISIS, 119049, Moscow, B-49, Leninskiy prospekt, 4), engineer 1st category of department Materials technology electronics. E-mail: snakes_92@mail.ru.*