

УДК 631.227:681.311

М.А. Зиновик, проф., д-р хим. наук, Е.В. Зиновик, доц., канд. хим. наук
Кировоградский национальный технический университет

О форме петли магнитного гистерезиса тороидальных ферритовых элементов

Исследовано влияние геометрии и микроструктурной неоднородности на форму петли магнитного гистерезиса ферритовых элементов тороидальной формы с размерами $3,1 \times 1,5 \times 1,4$ мм состава (в мол. %): $\text{Fe}_2\text{O}_3 - 37,6$; $\text{MnO} - 38,1$; $\text{MgO} - 9,3$; $\text{ZnO} - 11,7$; $\text{CaO} - 3,3$. Показано, что увеличение отношения внутреннего диаметра тороидов к внешнему сопровождается ростом квадратности петли гистерезиса КПП. Установлено влияние на форму петли гистерезиса и градиентов коэрцитивной силы H_C , вызванных структурными неоднородностями. Неравновесное окисление элементов в процессе охлаждения до температуры закалки приводит к росту H_C в большей степени на поверхности и меньшей – внутри тороидов. В результате верхняя половина ниспадающей ветви петли гистерезиса становится круче, а нижняя – положе. Изотермическая выдержка при температуре закалки уменьшает градиенты H_C и КПП элементов.

феррит, тороидальный элемент, петля магнитного гистерезиса, квадратность петли гистерезиса, коэрцитивная сила, микроструктура, спекание, закалка, отжиг

Область применения ферритов зависит от формы петли магнитного гистерезиса [1]. Ферриты с высокими коэффициентами прямоугольности B_r / B_m и квадратности H_T / H_C петли гистерезиса (рис.1) находят применение в качестве элементов памяти в переключающих и логических устройствах, предназначенных для автоматизированных систем управления различными процессами в промышленности и сельском хозяйстве. Природа спонтанной прямоугольности (ППГ) и квадратности (КПП) петли гистерезиса ферритов хорошо исследована. Подробный литературный обзор по этому вопросу представлен в [2]. Однако влияние геометрии и микроструктурной неоднородности элементов на форму петли гистерезиса, в частности на КПП, изучено недостаточно. Вследствие этого не находит объяснения факт существования элементов с практически вертикальной нисходящей ветвью петли гистерезиса, когда отношение H_T / H_C по существу равно единице.

Восполнение указанного пробела – цель настоящей работы.

Объектом исследования являлись элементы тороидальной формы с размерами $3,1 \times 1,5 \times 1,4$ мм, изготовленные из ферритового материала промышленной марки 0,16 Вт состава (в мол. %): $\text{Fe}_2\text{O}_3 - 37,6$; $\text{MnO} - 38,1$; $\text{MgO} - 9,3$; $\text{ZnO} - 11,7$; $\text{CaO} - 3,3$ [1].

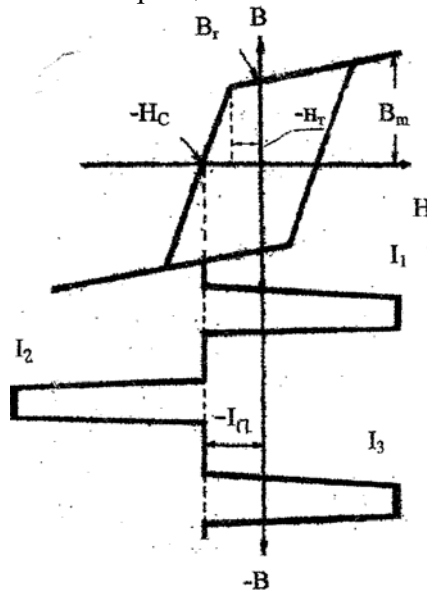
Подготовка образцов и методы исследования. Элементы (образцы) готовили методом порошковой металлургии [1]. Исходными компонентами служили: оксиды железа, магния, цинка и углекислые соли кальция и марганца (ч.д.а.). Компоненты смешивали и мололи в дистиллированной воде с помощью вибромельницы в течение 2 ч. Полученную смесь сушили, а затем 6 ч обжигали на воздухе при 1173 К. В шихту добавляли 12 % 10%-ного водного раствора поливинилового спирта и прессовали образцы при удельном давлении, равном 8 т/см². Спекали образцы на воздухе по подобранному в производстве режиму (1603 ± 20) К, 3 ч [3]. По окончании выдержки печь выключали и охлаждали до заданных температур закалки. Закалку осуществляли путем быстрого перемещения образцов из печи на воздух и охлаждения до комнатной температуры вместе с никелевым противнем.

Фазовий состав образцов контролировали с помощью рентгеновского аппарата ДРОН-3 и микроскопа МИМ-7. Микроструктуру выявляли травлением шлифов 5-15%-ным водным раствором плавиковой кислоты.

Петлю гистерезиса снимали импульсным методом с отдельного сердечника в магнитном поле $H_m = 143$ А/м [4-6]. На рис. 1 представлена идеализированная петля гистерезиса, на которой нанесены параметры, характеризующие ее форму: коэрцитивная сила H_C , поле трогания H_T (начало резкого падения индукции), остаточная B_r и максимальная B_m индукции. Коэрцитивную силу измеряли в режиме токовой программы, приведенной на рис. 1 [4-6]. Постоянный ток подмагничивания изменяли до получения отношения сигнала частичного считывания U_1 от воздействия тока I_1 к сигналу полного считывания U_3 от тока I_3 , равного 0,5. С учетом найденного тока подмагничивания, отвечающего коэрцитивной силе I_n^C , рассчитывали H_C при одновитковой намагничивающей обмотке по формуле [4-6]

$$H_C = 0,4 I_n^C / d_C , \quad (1)$$

где d_C – средний диаметр измеряемого образца.

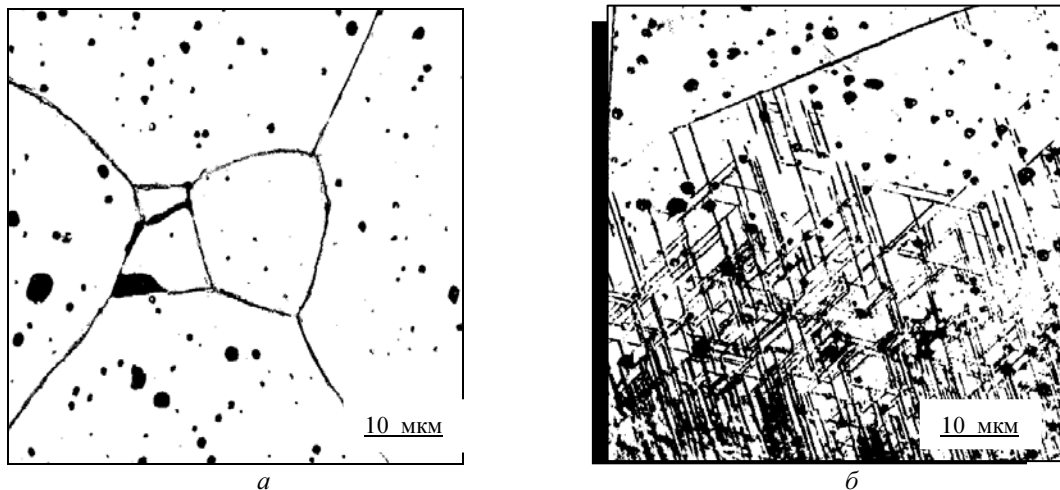


B – магнитная индукция; H – магнитное поле; H_T – поле трогания; B_m , B_r – максимальная и остаточная индукции; I_n – постоянный ток подмагничивания; I_1 , I_2 , I_3 – импульсные токи.

Рисунок 1– Схема петли гистерезиса и токовой программы для измерения коэрцитивной силы H_C .

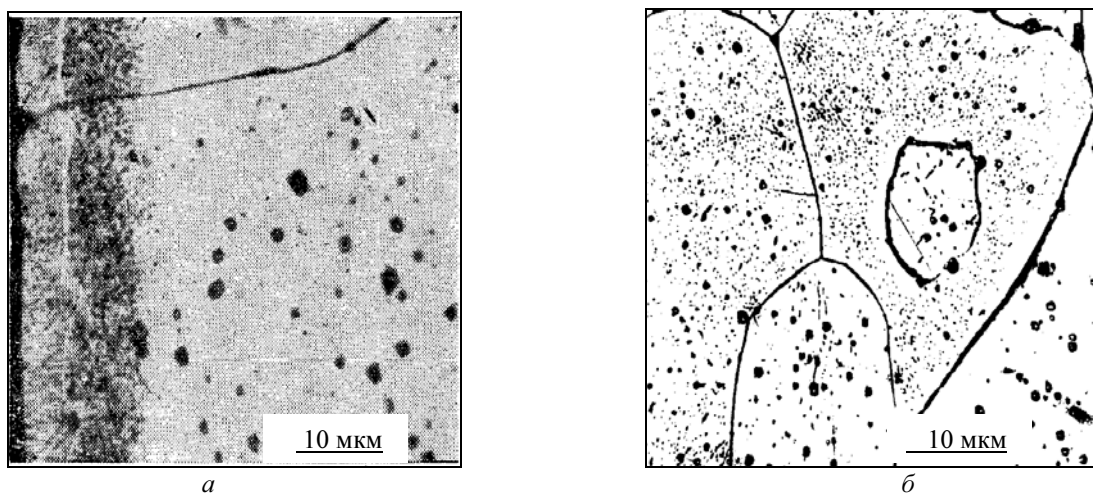
Результаты исследований. Все исследуемые здесь образцы были однофазными и имели кубическую кристаллическую решетку типа шпинели $MgAl_2O_4$. Тем не менее характер микроструктуры образцов в зависимости от режимов термообработки может изменяться. На рис. 2, 3 представлена микроструктура образцов после травления их шлифов 5 %-ным водным раствором плавиковой кислоты в течение 25 минут.

Для образцов, охлажденных от температуры спекания до температуры закалки 1273 К, сохраняется обычная микроструктура с четко выраженными границами зерен (рис.2.а). Однако форма и параметры петли гистерезиса в этом температурном интервале изменяются. Верхняя ветвь петли гистерезиса становится круче, «колени» острее, а нижняя ветвь положе (рис.4,а,б). При этом увеличиваются: H_C , B_r/B_m , H_T/H_C , B_m и B_r (табл. 1).



a - закалка от 1273 – 1603 К; *б* – закалка от 1223 К

Рисунок 2 – Микроструктура однофазных образцов. Спекание на воздухе при 1603 К, 3 ч.



a – закалка от 1473 К; *б* – закалка от 1273 К

Рисунок 3 – Микроструктура однофазных образцов, прошедших отжиг на воздухе при 823 К, 15 ч после закалки. Спекание на воздухе при 1603 К, 3 ч.

Таблица 1. Зависимость параметров петли гистерезиса от температуры закалки.

Спекание на воздухе при 1603 К, 3 ч

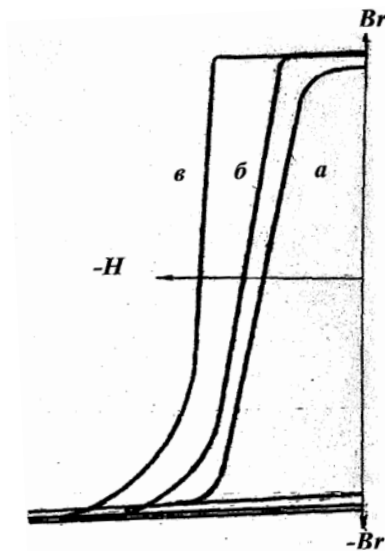
Температура закалки, К	$H_m=143 \text{ А/м}$				
	$H_C, \text{ А/м}$	$B_m, \text{ Тл}$	$B_r, \text{ Тл}$	B_r/B_m	H_T/H_C
1603	11,0	0,220	0,196	0,89	0,79
1473	11,1	0,232	0,213	0,92	0,80
1273	13,5	0,230	0,212	0,92	0,81
1223	15,1	0,199	0,165	0,83	0,74

Примечание. Представленные в табл. значения параметров являются среднеарифметическими величинами десяти измеренных образцов.

Снижение температуры закалки до 1223 К сопровождается образованием на поверхности образцов вторичной сетчатой микроструктуры (рис. 2.б) и резким ухудшением магнитных параметров (табл.1). Вторичная микроструктура формируется без нарушения фазовой однородности образцов и представляет собой участки

шпинельных твердых растворов с повышенным относительно матрицы феррита содержанием катионных вакансий [2]. Она имеет обратимый характер. После повторного спекания и закалки от 1273 – 1603 К вторичная микроструктура исчезает, и все свойства образцов возвращаются к величинам, характерным для данного режима термообработки.

Влияние низкотемпературного отжига закаленных образцов на их микроструктуру, форму и параметры петли гистерезиса показано на рис. 3, 4 и в табл.2. Видно, что такое влияние тем сильнее, чем ниже температура закалки. В образцах, отожженных при 823 К в течение 15 ч, обнаружена вторичная микроструктура в виде точек. В случае закалки от 1473 К она располагается на поверхности (рис. 3,а), а от 1273 – и внутри образцов (рис. 3,б). Максимальные крутизна верхней ветви петли гистерезиса и значения B_r/B_m , H_T/H_C соответствуют образцам, закаленным от 1273 К и отожженным при 823 К в течение 2 – 4 ч (рис.4,б; табл.2). Выдержка перед закалкой при 1273 К в течение 1 ч существенно снижает коэффициент квадратности H_T/H_C образцов (табл. 2).



а – закалка от 1603 К; б – закалка от 1273 К; в – закалка от 1273 К и отжиг на воздухе при 823 К, 4 ч.

Рисунок 4– Влияние термообработки на форму петли гистерезиса. Спекание на воздухе при 1603 К, 3 ч.

Таблица 2 - Изменение параметров петли гистерезиса в зависимости от температуры закалки и времени отжига на воздухе при 823 К. Спекание при 1603, 3 ч

Температура закалки, К	Время отжига, ч	$H_m=143 \text{ А/м}$				
		H_C , А/м	B_m , Тл	B_r , Тл	B_r/B_m	H_T/H_C
1473	0	11,1	0,232	0,213	0,92	0,80
	4	14,8	0,230	0,211	0,92	0,84
	15	20,3	0,180	0,162	0,90	0,82
1273	0	13,5	0,230	0,212	0,92	0,81
	2	15,2	0,220	0,207	0,94	0,94
	3	17,5	0,225	0,214	0,95	0,96
	4	18,3	0,220	0,209	0,95	0,95
	15	40,5	0,175	0,165	0,94	0,92
1273, 1 ч ²⁾	3	18,1	0,218	0,205	0,94	0,85

Примечания: 1) представленные в табл. значения параметров являются среднеарифметическими величинами десяти измеренных образцов; 2) перед закалкой образцов делали выдержку в течение 1 ч.

Обсуждение результатов. Согласно [2] изменение магнитных свойств, в частности, увеличение H_C образцов при охлаждении от 1603 до 1273 К (табл.1) происходит вследствие протекания окислительного процесса, приводящего к образованию в шпинельном твердом растворе катионных вакансий и их ассоциации до мелких точечных микронеоднородностей, а при меньших температурах закалки и низкотемпературном отжиге в течение 15 ч закаленных образцов (табл.2) – из-за локализации ассоциированных вакансий и формирования крупных магнитных микронеоднородностей. Отжиг до 4 ч приводит к образованию мелких точечных неоднородностей [2]. При перемагничивании образцов на линейных (рис. 2, б) и крупных точечных (рис. 3) неоднородностях возникают большие размагничивающие поля [1, 7], которые резко ухудшают магнитные параметры (табл. 1, закалка от 1223 К и табл. 2, отжиг 15 ч). Мелкие точечные неоднородности [2], напротив, положительно сказываются на H_T/H_C , B_r/B_m и практически не влияют на B_r , B_m в интервале значительных изменений H_C образцов (табл. 2, отжиг 2 - 4 ч). Рассмотрим влияние геометрии образцов и градиентов H_C , обусловленных неравномерным распределением в образцах таких микронеоднородностей на форму и квадратность петли гистерезиса.

На рис. 1 приведена идеализированная петля гистерезиса для случая, когда наклон ниспадающей ветви петли гистерезиса определяется только отношением внутреннего диаметра тороидального образца d к внешнему Φ , то есть геометрией образца. Покажем это.

В связи с тем, что перемагничивание в любой части образца начинается только после того как магнитное поле достигнет коэрцитивной силы, то с учетом формулы (1) для однородного по H_C тороида можно записать равенство

$$H_C = \frac{0,4I_d}{d} = \frac{0,4I_\Phi}{\Phi} ; \text{откуда } \frac{I_d}{I_\Phi} = \frac{d}{\Phi} \quad (2)$$

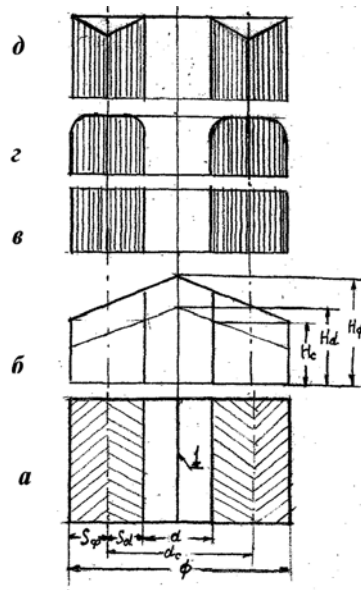
Здесь I_d – ток начала обратного перемагничивания поверхностного слоя, соответствующего внутреннему диаметру тороида, а I_Φ – внешнему.

Поскольку $d < \Phi$, то $I_d < I_\Phi$ и создаваемые ими поля $H_d < H_\Phi$. Справедливость неравенства $H_d < H_\Phi$ вытекает также из рис. 5,б, в. Так как напряженность магнитного поля, создаваемая током, проходящим по размещенному в центре тороида металлическому проводнику, при удалении уменьшается ([8] и рис.5,б), то для получения поля, равного H_C , на расстоянии $\Phi/2$ необходимо большее поле проводника (H_Φ), чем на расстоянии $d/2$ (H_d) (рис.5,б,в). В связи с тем, что I_d , H_d отвечают началу ниспадающей ветви петли гистерезиса, а I_Φ , H_Φ – концу, то их отношение равно отношению d/Φ и характеризует её наклон, а следовательно, форму и КПГ тороида. Из формулы (2) видно, что чем ближе d/Φ к 1, тем круче петля гистерезиса и выше КПГ.

В реальных условиях в образцах микронеоднородности распределены неравномерно, поэтому они обуславливают градиенты коэрцитивной силы, которые влияют на форму петли гистерезиса, делая её отличной от идеальной.

Образцы, закаленные от температуры спекания (окисление отсутствовало), в поверхностных слоях в силу особых условий формирования их структуры имеют меньшую H_C , а внутри – большую ([2] и рис.5, г). Поэтому перемагничивание их начинается при меньших полях, чем в случае однородных по H_C образцов (рис.1), создавая плавный переход от практически горизонтального участка петли гистерезиса к ниспадающему (рис. 4, а)*.

*Такое заключение подтверждается экспериментом – увеличение H_C поверхностного слоя за счет окисления при охлаждении до температуры закалки (1273 К) и последующего низкотемпературного отжига делает «колено» острее (рис. 4, в).



Φ , d – соответственно внешний и внутренний диаметры; S_{ϕ} , S_d – внешняя и внутренняя половина тороида; δ – изменение напряженности магнитного поля; ($\delta - d$) – изменение коэрцитивной силы: δ – однородный по H_C образец (идеальный), δ – закаленный от 1603 К, δ – закаленный от 1273 и отожженный при 823 К, 4 ч.

Рисунок 5 – Схема сечения тороидального образца и характера изменения в нем напряженности магнитного поля и коэрцитивной силы при удалении от проводника тока I в зависимости от термообработки образцов

Охлаждение образцов от температуры спекания (1603 К) сопровождается их окислением [2, 7]. Закалку образцов от 1473 К и ниже осуществляли в процессе охлаждения, поэтому окисление протекало в неравновесных условиях. В связи с этим степень окисления, а следовательно микронеоднородности и H_C , после закалки и отжига будут максимальными на поверхности* и минимальными внутри образцов. Будем считать в первом приближении, что они изменяются по линейному закону. Тогда характер изменения H_C в сечении тороидального образца будет соответствовать показанному на рис. 5, д. Видно, что при удалении от центра тороида по мере снижения напряженности магнитного поля коэрцитивная сила вначале также уменьшается, а затем увеличивается. Поэтому внутренняя половина тороида перемагнитится при меньшем перепаде напряженности поля ΔH , чем внешняя. В результате нисходящая ветвь верхней половины петли гистерезиса закаленных от 1273 К, а затем отожженных при 823 К образцов круче (больше H_T/H_C)**, а нижняя положе (рис.4, в) чем у образцов, закаленных от температуры спекания 1603 К (рис.4,а). При снижении температуры закалки эта закономерность усиливается (рис. 4, а, б), по-видимому, потому, что у образцов, закаленных от 1273 К, степень окисления, а следовательно H_C во внутренней половине тороида изменяется по мере удаления от центра по зависимости более близкой к зависимости для магнитного поля, чем у образцов, закаленных например от 1473 К. Об этом может свидетельствовать характер распределения вторичной микроструктуры – у первых она распространена по всему объему, а у последних – только на поверхности (рис. 3). Для образцов отдельных технологических партий указанные зависимости могут настолько сближаться, что их коэффициент квадратности H_T/H_C становится близким к единице.

*Для нивелирования влияния торцевых поверхностей их удаляли шлифовкой

** Это заключение также подтверждается экспериментом – изотермическая выдержка при температуре закалки уменьшает градиент H_C и отношение H_T/H_C (табл.2).

Несмотря на то, что такие элементы обладают самой высокой квадратностью (высоким качеством) [4, 6] при разбраковке в режиме действующей на практике токовой программы (рис.1) значительная их часть оказывается в браке. Это происходит потому, что их сигнал частичного считывания U_I от воздействия тока I_I (рис.1) может изменяться только из-за самопроизвольного колебания токов программы от значений, соответствующих бракованным образцам, до значений, отвечающих годным. Избежать такую парадоксальную ситуацию и повысить выход годных элементов удастся преднамеренным снижением H_T/H_C путем изотермической выдержки образцов при температуре закалки (табл. 2).

Увеличение остроты «колена» петли гистерезиса при снижении температуры закалки хотя в меньшей степени наблюдается и для закаленных образцов, не подвергнутых последующему отжигу. Этим можно объяснить тот факт, что применяемые на практике температуры закалки ферритов всегда ниже температур их спекания.

Выводы. Увеличение отношения внутреннего диаметра тороидального образца к внешнему сопровождается ростом квадратности петли гистерезиса. В отсутствие окисления поверхностные слои элементов имеют меньшую H_C , чем внутренние. Поэтому перемагничивание их начинается при меньших полях, создавая плавный переход от горизонтального участка петли гистерезиса к ниспадающему. Неравновесное окисление элементов в процессе охлаждения до температуры закалки, напротив, приводит к росту H_C , в большей степени на поверхности и меньшей – внутри тороидов. В результате верхняя половина ниспадающей ветви петли гистерезиса становится круче, а нижняя – положе. Изотермическая выдержка при температуре закалки уменьшает градиенты H_C и квадратность петли гистерезиса элементов.

Список литературы

1. Рабкин Л.И. Ферриты / Рабкин Л.И., Соскин С.А., Эпштейн Б.Ш. – Л.: Энергия, 1968.–384 с.
2. Зиновик М.А. Ферриты с прямоугольной и квадратной петлей гистерезиса / Зиновик М.А., Зиновик Е.В. // Порошковая металлургия. – 2005. – №1/2. – С. 80-89.
3. Зиновик М.А. Влияние термообработки на магнитные свойства ферритов с прямоугольной петлей гистерезиса / Зиновик М.А., Щепеткин А.А., Чуфаров Г.И.// Электронная техника. Серия 14. Материалы. – 1968. – Вып.6. – С.144-156.
4. Нормаль радиоэлектроники и электронной техники НО.030.003. Ферриты с прямоугольной петлей гистерезиса. – Введ. 1963.
5. Ферриты и магнитодиэлектрики: справ./ под ред. Н.Д. Горбунова и Г.А. Матвеева.– М.: Советское радио, 1969.–152 с.
6. Нормаль электронной промышленности НПО.707.007. Ферриты с прямоугольной петлей гистерезиса. – Введ.1967.
7. Зиновик М.А. К вопросу о структурных неоднородностях в ферритах и их влиянии на форму петли гистерезиса// Электронная техника. Серия Материалы. – 1974. – Вып. 3. – С. 16-22.
8. Бардиж В.В. Магнитные элементы цифровых вычислительных машин // . – М.: Энергия, 1974. – 488 с.

М. Зиновік, О. Зиновік

Про форму петлі магнітного гістерезису тороїдальних феритових елементів

Досліджено вплив геометрії і мікроструктурної неоднорідності на форму петлі магнітного гістерезису феритових елементів тороїдальної форми з розмірами $3,1 \times 1,5 \times 1,4$ мм складу (в мол. %): Fe_2O_3 – 37,6; MnO – 38,1; MgO – 9,3; ZnO – 11,7; CaO – 3,3. Показано, що збільшення відношення внутрішнього діаметру тороїдів до зовнішнього супроводжується ростом квадратності петлі гістерезису КППГ. Встановлено вплив на форму петлі гістерезису і градієнтів коерцитивної сили H_C , що викликані структурними неоднорідностями. Нерівноважне окислення елементів у процесі охолодження до температури гарту призводить до росту H_C в більшій мірі на поверхні і меншій – всередині тороїдів. В

результаті верхня половина спадаючої гілки петлі гістерезисну стає крутіша, а нижня – більш полого. Ізотермічна витримка при температурі гарту зменшує градієнти H_C і КПГ елементів.

M. Zinovik, E. Zinovik

On the form of magnetic hysteresis loop of toroid ferrite elements

We have studied influence of geometry and microstructure in homogeneity upon the form of magnetic hysteresis loop ferrite elements of toroidal form having dimensions $3,1 \times 1,5 \times 1,4$ mm of composition (in mol. %): Fe_2O_3 – 37,6; MnO – 38,1; MgO – 9,3; ZnO – 11,7; CaO – 3,3. It was shown that increase of attitude of inner diameter of toroids to outer is accompanied by growth of quadratic loop of hysteresis (KLN). Influence upon the form of hysteresis loop and gradients of coercive force H_C caused by structural heterogeneity was determined. Under absence of oxidation element blankets have smaller H_C than inner. So their magnetic reversal starts under smaller fields, creating smooth transition from horizontal part of the loop of hysteresis with respect to falling. Nonequilibrium conditions of elements oxidation during cooling process up to hardening T° contrarily leads to growth of H_C more on the surface and less inside toroids. As a result upper half of the falling branch of hysteresis loop grows more abrupt while lower – more inclined. Isometric exposure under the hardening temperature reduces gradients H_C and KLN elements.

Получено 01.03.12

УДК 621.891

В.В. Аулін, проф., канд. фіз.-мат. наук, В.В. Слонь, асп., О.В. Кузик, магістр
Кіровоградський національний технічний університет

Зміна фізико-хімічних показників моторної оливи дизелів автосамоскидів в процесі експлуатації

В статті виявлено вплив умов експлуатації на зміну фізико-хімічних показників базових моторних оливи дизелів автосамоскидів, наведена схема причинно-наслідкових зв'язків цієї зміни. Дано результати досліджень зміни коксівності, густини оливи від терміну експлуатації, показано зміну концентрації хімічних елементів в ній. Встановлено, що ресурсом кар'єрних автосамоскидів можна управляти та збільшувати інтервал ТО, здійснюючи модифікуючий вплив на моторну оливу додаванням присадок та обробкою фізичним полем.

пуск-зупинка, моторна олива, коксівність, густина, присадка, фізичне поле

Проблема надійності дизелів продовжує залишатися проблемою номер один у сфері технічної діяльності людини і, актуальність її залишається надзвичайно високою через значне ускладнення технічних систем і вимог, що пред'являються до них в процесі ефективної експлуатації [1].

Система кар'єрного автотранспорту - це одна з найбільш складних і динамічних технічних систем гірничого виробництва, від надійного функціонування якої залежить не лише його робота, але і суміжних виробництв - збагачувальних фабрик, перевантажувальних пунктів і ін.

Враховуючи істотну спрямованість в економіці народного господарства країни гірничодобувної промисловості і те, що значна частка її зосереджена у центральних регіонах, при інтенсивному залученні до видобутку невеликих по розмірах родовищ корисних копалини, кар'єрний автотранспорт буде на найближчі 10-15 років залишатися одним з найперспективніших [2,3].

© В.В. Аулін, В.В. Слонь, О.В. Кузик, 2012