

# Optimiranje priprave prahov za sintrane magnete Alnico

## Optimizing of Sintered Alnico Magnets Powder Manufacture

B. Šuštaršič<sup>1</sup>, V. Uršič, IMT Ljubljana  
Z. Lengar, U. Bavdek, Magneti Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1997-04-21

Analizirali smo sedanji postopek izdelave prahov za sintrane magnete Alnico vrste Simag 1500. Na osnovi rezultatov preiskav smo predložili izboljšave oziroma optimiranje tehnološkega postopka za stabiliziranje dimenzijskih, mehanskih in magnetnih lastnosti sintranih magnetov. Izdelana je bila tehnološka shema postopka, ki vsebuje vse potrebne kontrolne predpise. Predložene spremembe zahtevajo le delno korekcijo sedanjega postopka in manjše investicije. Te spremembe je možno uvesti takoj. Raziskave so tudi pokazale, da je v redno proizvodnjo možno uvesti ekonomsko, ekološko in tehnološko še ugodnejši postopek (litje v večje kovinske kokile) za izdelavo litih predoblikovalcev. To zahteva celovitejše spremembe v proizvodnji sintranih magnetov, ki so vezane na večje investicije, tržne in druge ekonomske analize ter zato tudi zelo pomembne poslovne odločitve.

Ključne besede: magneti Alnico, izdelava prahov, analiza in optimiranje postopka, inženirske lastnosti prahov Alnico

The procedure of powder preparation for sintered Alnico magnets in the Magneti, Ljubljana, was analysed. On the basis of the results of investigations, suggestions for the improvement of the Alnico powder preparation procedure were proposed. A flow-chart of the complete technological procedure including all control prescriptions and procedures was prepared. The suggested improvements (a homogenization of smaller batches into a larger strictly controlled batch) are related primarily to the current procedure of Alnico powder preparation, and could be carried out directly. In addition, suggestions for global modification of technological powder preparation procedure are also given. These modifications (casting of larger preforms in metal moulds) require further investment and are therefore dependent on market and other commercial analyses, as well as on business decisions.

Key words: Alnico magnets, powder manufacturing, analysis and optimization of powder preparation, engineering properties of Alnico powders

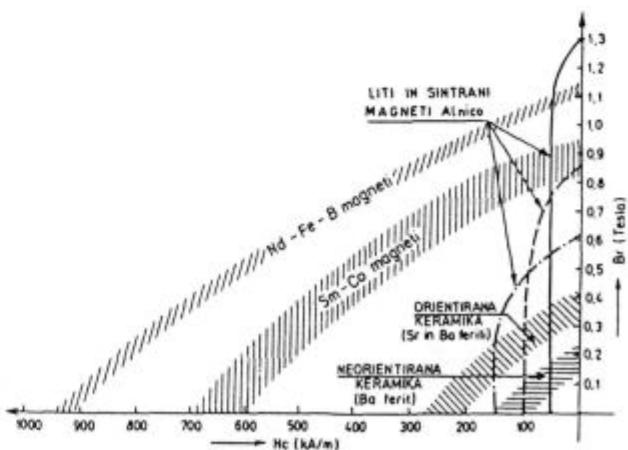
### 1 Uvod

V svetu posvečajo precejšno pozornost trajnim magnetnim materialom, predvsem razvoju novih in izboljšavam tehnologije izdelave tako imenovanih super magnetov na osnovi redkih zemelj. Istočasno pa ne sme biti zanemarjeno tudi izpopolnjevanje tehnologije izdelave tržno še vedno zanimivih konvencionalnih vrst trajnih magnetov. Mednje sodijo poleg trdih Ba- in Sr-feritov tudi magnetne zlitine na osnovi Fe, Co, Ni in Al, ki so znane pod imenom magneti Alnico (slika 1). To velja še posebej za tovarno Magneti Ljubljana, kjer pomenijo litij in sintrani magneti Alnico nad 90% celotnega prihodka tovarne.

Tovarna kovinskih magnetov, Magneti Ljubljana, d.d. proda na tujih trgih, predvsem v Evropski skupnosti, približno 80% vseh svojih magnetov. Glavni kupci so v Nemčiji in Švici. Pomembni kupci magnetov za meriteljne električne energije ("električne števce") so tudi v Turčiji in doma (Iskra števci). Ta tržišča zahtevajo vedno večjo kakovost magnetov pri nespremenjeni ali celo nižji ceni, kar od tovarne Magneti Ljubljana, d.d., zahteva ne-nenovo izboljševanje tehnološkega procesa izdelave. Izvozno najzanimivejši so izdelki iz zlitine Alnico s tržnima imenoma Limag 500 (litiji magneti) in Simag 1500 (sintrani magneti), namenjeni predvsem vgradnji v precizne meriteljne inštrumente, elektromotorje in v zadnjem

obdobju tudi kot različni senzorji (na primer senzor hitrosti za sistem ABS v avtomobilih)<sup>1</sup>.

Sintrani magneti Alnico pomenijo približno 25% celotne proizvodnje v tovarni Magneti Ljubljana, d.d. Priprava oziroma izdelava kovinskih prahov je prva faza v proizvodnji sintranih magnetov (slika 2). Zato je zelo pomembna. Slabe vhodne surovine, nezadovoljiv nadzor procesa in kontrola kovinskega prahu povzročijo prevelika nihanja kvalitete pri stiskanju ter sintrangu, s tem pa nepopravljivo odstopanje od zahtevanih lastnosti, draga prebiranje ali celo izmeček. Priprava prahov je bila



Slika 1: Značilne razmagnetilne krivulje nekaterih najpomembnejših trdomagnetnih materialov

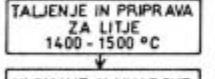
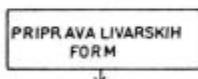
Figure 1: Typical demagnetisation curves of some the most important hard magnetic materials

<sup>1</sup> Mag. Borivoj ŠUŠTARŠIČ  
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije  
Lepi pot 11, 1000 Ljubljana

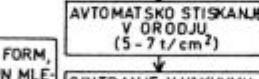
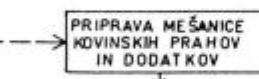
v preteklosti premalo upoštevana. Šele predhodne raziskave vpliva sintranja in termomagnetne obdelave, kasneje pa tudi študij nove direktne priprave prahov z vodno atomizacijo<sup>2,3</sup>, so pokazale, da lahko pravilno izbran in dobro voden proces izdelave prahov odločilno vpliva na kakovost naslednjih faz izdelave magnetov in s tem tudi na njihove magnetne ter mehanske lastnosti. Rezultati predhodnega projekta<sup>3</sup>, ki je natančno opredelil možnosti za uvedbo vodne in delno tudi plinske atomizacije, so pokazali, da je atomizirani prah končne sestave slabo stisljiv in je sedanji način izdelave predzlitin z dodatkom mehkega prahu Fe nujen tudi v tem primeru. Uvedba nove, direktne izdelave prahov, primerne za pripravo magnetov Alnico z atomizacijo, bi zahtevala tudi velika investicijska vlaganja (nabava industrijskega atomizerja s pripadajočim induktivnim talilnim sistemom). Stroški uvedbe nove tehnologije bi še precej narasli pri upoštevanju dodatnih sprememb in prilagoditev celotne proizvodne linije na novo tehnologijo. Zadržek za uvedbo priprave prahov z atomizacijo se je pojavil tudi pri oceni potrebnih količin izdelanega prahu. Te so zaenkrat še premajhne za ekonomično izdelavo z atomizacijo. Čeprav so raziskave pokazale približno 5% izboljšanje lastnosti in približno 20% povečanje izkoristka magnetov za zahtevnejše tuge naročnike, je bilo odločeno, da zaenkrat prehod na novo tehnologijo še ne bi bil racionalen.

Zaradi teh ugotovitev smo pričeli razmišljati, da bi podobne, vendar ekonomsko ugodnejše učinke morda dosegli s sistematično analizo sedanjega postopka

#### LITI MAGNETI Alnico



#### SINTRANI MAGNETI Alnico



priprave prahov in na njeni osnovi izvedli optimizacijo. Zato je IMT, Ljubljana ob podpori tovarne predložil predlog projekta, ki naj bi ugotovil vpliv posameznih faz priprave prahov na lastnosti sintranih magnetov Alnico. Predlog je bil sprejet in ta prispevek pomeni povzetek opravljenega dela ter rezultatov projekta, ki ga je finančno podprt tudi MZT in tovarna Magneti Ljubljana, d.d.

## 2 Eksperimentalno delo

V okviru projekta smo izvajali naslednje praktično delo: analizirali smo sedanji tehnološki postopek priprave prahov (taljenje, ulivanje v forme, ohljanje, razbijanje in čiščenje form, drobljenje, mletje in sejanje), izvajali smo poskuse za določitev vpliva hitrosti ohljanja form, poskuse litja v kovinske kokile, ugotovili smo inženirske lastnosti mešanic Alnico in analizirali njihovo nihanje v redni proizvodnji.

## 3 Rezultati in diskusija

### 3.1 Analiza sedanjega postopka priprave prahov

Pri spremeljanju izdelave prahov smo ugotovili, da je v skladu z veljavnimi tehnološkimi predpisi. Uvesti pa bi bilo treba nekaj novih proizvodnih in kontrolnih postopkov za zagotovitev večjega nadzora in stabilnosti procesa, kar bo povedano v nadaljevanju.

Analize porazdelitve elementov na mikroanalizatorju v ulitih predoblikovancih so pokazale nekatere nehomogenosti in večjo množino vključkov. Predvsem so problematični Nb, Al, Ca, S, Mn in Mg. Očitna je relativno visoka vsebnost MnS in alumosilikatnih vključkov. Podobno je z relativno velikimi izločki Nb karbonitrida po mejah zrn. Zato bo treba pretehati količino in način dodajanja Nb ter Mg in Al med pripravo taline ter poostreno kontrolirati kemijsko sestavo osnovnih surovin. Alumosilikatni vključki izvirajo predvsem iz obzidave peči, žlindre in form. Sedanja tehnologija je iz tega stališča problematična. Zato je bilo treba razmisli o smotrnosti spremembe tehnologije za pripravo prahov. Tu se pokaže predvsem dve možnosti:

- neposredna izdelava prahov z atomizacijo
- litje v večje kovinske kokile (ingoti, gredice, debelejše palice)

Zadržki za uvedbo atomizacije so bili navedeni že uvodoma. V nadaljevanju pa navajamo rezultate litja v kovinske kokile.

### 3.2 Preizkusi litja v kovinske kokile

Preliminarne preizkuse litja v kovinske kokile smo izvedli z namenom, da bi potrdili osnovne predpostavke o prednostih te tehnologije in ugotovili možnosti za njeni uveljavljivi v redno proizvodnjo. Izdelane so bile kovinske kokile ( $\phi 45 \times 80$  mm), v katere smo pri standardnih pogojih taljenja in litja vlinili predzlitino Alnico

Slika 2: Shematični prikaz poteka izdelave litih in sintranih izotropnih in anizotropnih magnetov Alnico

Figure 2: Flow-chart of the manufacturing steps of cast and sintered isotropic and anisotropic Alnico magnets

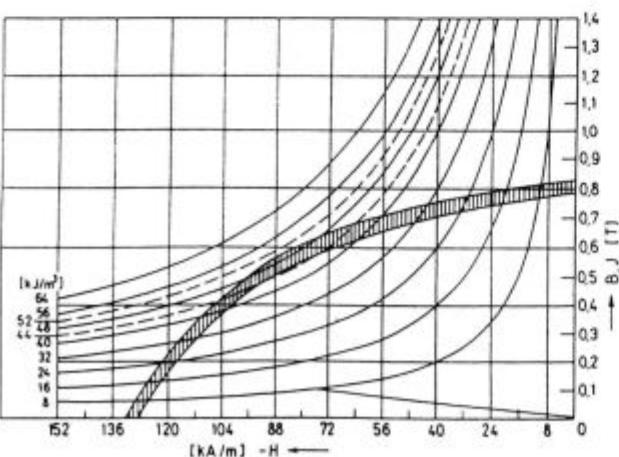
1500 CoTiAl. Ulite predoblikovance smo ročno, s kladičom razbili v drobne koščke, primerne za mletje. Le-to smo izvedli v krogličnem mlinu na IMT. Sledilo je še odsejanje pregrabe frakcije na 125 µm situ. Nato smo mleti in presejani predzlitini dodali po standardnem postopku predpisano količino komercialnih prahov ter v turbulentnem mešalniku pripravljeno mešanico, stisnili v surove.

Te smo v tovarni sintrali, jih termomagnethno in mehansko obdelali po standardnem postopku, predpisanim za material Simag 1500, ter izmerili magnetne lastnosti izdelanih magnetov (velikosti  $\phi 8 \times 8$  mm). Te magnetne lastnosti (remanenca  $B_r = 800-850$  mT, koercitivnost  $H_{CB} = 128-132$  kA/m in energijski produkt  $(BH)_{max} = 44-50$  kJ/m<sup>3</sup>; glej tudi **sliko 3**) so za preliminarne preizkuse več kot zadovoljive.

Preiskusi so pokazali, da prehod na litje v večje kovinske kokile ni problematičen, kar se tiče magnetnih lastnosti, in da je po tem postopku možno izdelati kakovostne sintrane magnete. Prehod na litje v kovinske kokile ima tudi druge pozitivne učinke (manjša ekološka obremenitev okolja in predvidoma enostavnnejši ter zato cenejši postopek).

### 3.3 Določitev vpliva hitrosti ohlajanja form

Na potek drobljenja in mletja ulitih predoblikovancev vplivajo njihove trdnostne lastnosti (predvsem trdota in tlačna trdnost). Le-te pa so odvisne pri dani kemični sestavi le od hitrosti ohlajanja. Zložaj peščenih form tvori grozd ulitkov, ki se ohlajajo po višini in preseku z zelo različno hitrostjo. Pri prehodu na litje v kovinske forme (kokile) se bo le-ta nedvomno povečala in izenačila pri pravilni izbiri velikosti in razporeda kovinskih kokil. Zato smo analizirali tudi vpliv razmer pri ohlajanju zložaja form na drobljenje in mletje. Izbrali smo tri možne načine ohlajanja: hitro (ohlajanje form z vodo



Slika 3: Raztros razmagnetilnih krivulj magnetov Alnico Simag 1500, izdelanih po postopku litja predzlitine v kovinske kokile

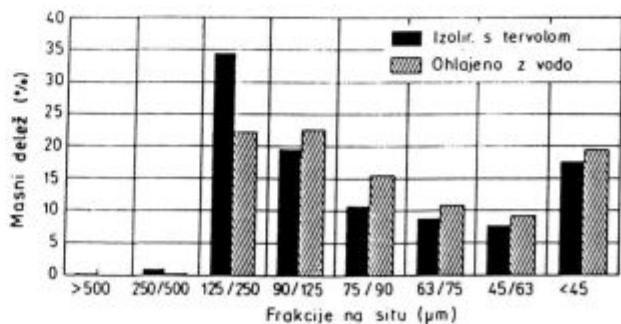
Figure 3: Dissipation of demagnetisation curves of Alnico magnets, type Simag 1500, manufactured by casting of larger preforms in metal moulds

nim curkom, takoj po ulivanju), normalno (sedanji postopek) in počasi (izolacija form s tervolom).

Po razbijanju zložaja smo vzeli vzorce za analize iz njegove sredine in roba. Drobili in mleli smo jih po ustaljenem postopku tovarne Magneti Ljubljana, d.d. in v krogličnem mlinu na IMT. Pri prahovih smo ugotovili velikostno porazdelitev delcev s sejalno analizo, tekočnost in nasipno gostoto. Pri predoblikovancih pa smo ugotovili trdotno in tlačno trdnost ter izdelali vzorce za metalografski pregled in kemično analizo (porazdelitve elementov) z mikroanalizatorjem. Meritve trdot so pokazale, da so najtrši izolirani vzorci. Ti so imeli v povprečju tudi največjo tlačno trdnost. Najmehkejši so bili hitro (vodno) ohlajeni, vzeti z roba forme. V povprečju pa je trdota hitro in normalno ohlajenih vzorcev enaka. Razlog za to je verjetno, da je bilo med preizkusi težko zagotoviti povsem enake razmere ohlajanja površine in sredice forme z vodnim curkom. Razlike v trdoti in tlačni trdnosti so bile med vzorci, vzetimi z roba, in tistimi iz sredine relativno velike, kar kaže na strukturno in kemijsko nehomogenost materiala po preseku zložaja. Velik raztres trdote in tlačne trdnosti je verjetno posledica velikih razlik v hitrostih ohlajanja med robom in sredino.

Iz meritve trdot in tlačne trdnosti lahko sklepamo, da so se pri mletju v Magnetih Ljubljana, d.d., najugodnejše mleli hitro ohlajeni vzorci, kar so pokazale tudi sejalne analize (**slika 4**), saj smo pri le-teh dobili največji delež fine frakcije ( $\leq 45$  µm) in najmanjši delež grobe frakcije (125-250 µm).

Kljud relativno očitnim razlikam trdote in tlačne trdnosti pa metalografski pregled vzorcev na optičnem mikroskopu ni pokazal bistvenih in pričakovanih mikrostrukturnih razlik med vzorci, ki so bili ohlajeni na različne načine. Očitno je, da so bile te razlike vidne šele pri večjih povečavah, za kar pa bi bilo potrebno opraviti tudi analize z vrstičnim in presevnim elektronskim mikroskopom. Povprečna velikost zrn je bila pri vseh vzorcih približno enaka (200 do 300 µm). Lita struktura je bila monofazna z že opaznimi izločki Nb karbonitrida in



Slika 4: Sejalna analiza drobljenih in mletih predoblikovancev iz predzlitine Alnico PL 1500 CoTiAl v odvisnosti od hitrosti ohlajanja zložaja peščenih form

Figure 4: Sieving analysis of Alnico powders prepared by milling and grinding of PL 1500 CoTiAl preforms for different cooling conditions of sets of sand moulds

vkљučki. Pri hitro ohlajenih vzorcih smo opazili tudi največ razpok po mejah med zrni in preko njih zaradi hitrega ohlajanja z vodo. Tudi analiza porazdelitve elementov z mikroanalizatorjem ni pokazala bistvenih razlik med vzorci. Povsod so se pojavljali že omenjeni vključki in izločki Nb karbonitrida po mejah zrn.

Iz analiz lahko sklepamo, da bi bil najugodnejši način hitro ohlajanje form za povečanje učinkovitosti mletja. Vendar razlike niso tako očitne, da bi se izplačalo opustiti sedanji način ohlajanja. Večjo hitrost ohlajanja in s tem večji vpliv hitrega ohlajanja na učinek drobljenja (in tudi kemično homogenost) lahko pričakujemo pri litiju v manjše kovinske kokile. Še večji učinek pa ima postopek izdelave prahov z atomizacijo, kjer se delci ohlajajo s hitrostjo do  $10^6$  K/s.

Analiza je tudi pokazala, da je granulometrična sestava mletih predzlitin očitno odvisna od razmer pri ohlajanju. V redni proizvodnji ni nujno, da so vedno enake (različna velikost zložaja, nihanje temperature litja, trajanje odstajanja zložajev po litju oziroma čas od litja do razbijanja zložaja form ni vedno enak, način razbijanja zložaja ni vedno enak, različne klimatske razmere pri ohlajanju v delavnici - zima/poletje itd.). Iz tega sledi, da bo treba tudi takšne, navidez malenkostne podrobnosti v tehnološkem postopku ovrednotiti s predpisi in dejansko izvajanje postopkov v redni proizvodnji tudi strogo nadzorovati.

### 3.4 Določitev inženirske lastnosti mešanic

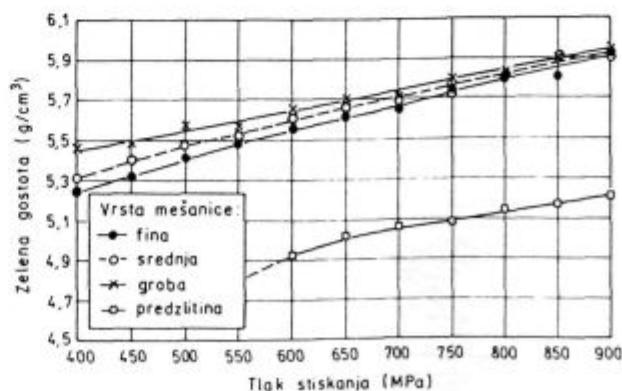
Inženirske lastnosti mešanice so uporabne (tehnološke) lastnosti, ki nam povedo, kako se bo prah kot celota vedel med nadaljnjo obdelavo (transport, zgoščevanje), in so odvisne predvsem od velikosti in oblike delcev. To pa je definirano z izdelavo prahu. V različno velikih delcih se ponavadi skriva tudi mikrostruktura in kemijska nehomogenost. Ker velikost delcev ni konstantna, temveč imamo pri realnih prahovih vedno opravka z neko velikostno porazdelitvijo govorimo o granulometrični sestavi mešanice. Ugotovitev optimalne (ne pa tudi v vseh ozirih najboljše) granulometrične sestave mešanic pomeni iskanje kompromisa znotraj možnega. To pa so v našem primeru sedanje razmere pri izdelavi prahu. Ugotovili smo, da imamo na razpolago zelo malo maneverskega prostora, saj je v končni mešanici le približno 50% prahu, ki ga izdelujemo v tovarni. Tega deleža praktično tudi ne moremo bistveno povečati, ker bi lahko korenito zmanjšali stisljivost mešanice. Preostane nam torej le, da poizkušamo ugotoviti vpliv granulometrične sestave na osnovne inženirske lastnosti mešanice, da ugotovimo, ali so le-te v okviru splošnih PM meril za dober prah, ter poizkušamo v sedanjem postopku zagotoviti zoženje nihanja vsebnosti posameznih frakcij v celokupni granulometrični sestavi mešanice. Poleg te je seveda pomembna tudi oblika delcev. Vpliv le-te na inženirske lastnosti je splošno znan in smo ga za primer prahov Alnico obdelali že v naših predhodnih raziskavah<sup>2,3</sup>. Sedanji postopek

drobljenja in mletja daje prahove z ostrorobimi delci nepravilnih oblik z ravнимi ploskvami, ki so praviloma dobro stisljivi. Slabo stisljivi plinsko atomizirani prahovi imajo delce skorajda idealno kroglične oblike. Vodno atomizirani delci pa so nepravilne oblike, z zaobljenimi in močno oksidiranimi površinami. Stisljivost le-teh je praviloma nekje med mletimi in plinsko atomiziranimi. Kljub tem razlikam pa smo pri naših raziskavah vplivni parameter oblike zanemarili, saj v sedanjem postopku lahko obliko delcev privzamemo kot konstantno.

Da bi ugotovili, kako vpliva granulometrična sestava predzlitin in mešanic končne sestave na inženirske lastnosti (stisljivost, zelena trdnost, sinterabilnost itd.), smo iz redne proizvodnje vzeli povprečni vzorec (cca 5 kg) mešanice končne sestave. Vzorec smo presejali na posamezne frakcije in nato iz njega naredili tri mešanice z različno granulometrično sestavo (groba, srednja in fina). Groba oziroma fina mešanica naj bi predstavljala zgornjo oziroma spodnjo mejo granulometričnih sestav, ki se pojavljajo v redni proizvodnji (analiza šarž, izdelanih v zadnjih dveh letih), srednja pa neko povprečje. Naj opozorimo, da smo tu storili napako, saj smo razsejali mešanico končne sestave, ne pa predzlitine (na katere granulometrično sestavo lahko vplivamo). To je kasneje vplivalo tako, da so imele mešanice različno končno kemijsko sestavo. Zato smo v drugem letu poizkusile ponovili.

Izbrane mešanice smo stisnili pri tlakih od 400 do 900 MPa v preizkusne valjčke velikosti  $\approx \phi 11,5 \times 12$  mm ter izmerili njihovo zeleno gostoto in trdnost. Valjčke smo nato sintrali v standardnih razmerah, ugotovili sintrano gostoto ter jih termomagnetno in mehansko obdelali. Končno je sledila še ugotovitev njihovih magnetnih lastnosti.

Poleg standardnih sejalnih analiz smo zato, da bi natančneje ugotovili velikostno porazdelitev delcev znotraj najfinje frakcije ( $\leq 45 \mu\text{m}$ ), izdelali tudi veli-



Slika 5: Odvisnost dosežene zelene gostote od tlaka stiskanja za vzorce, izdelane iz izbranih mešanic končne sestave Alnico 1500 CoTiAl in predzlitine PL1500

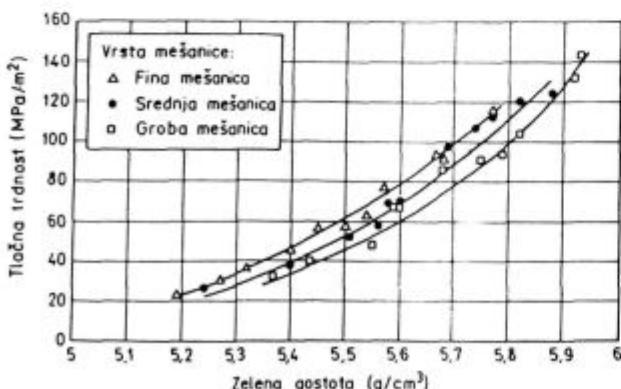
Figure 5: Obtained green densities vs. compaction pressure for powder mixtures of Alnico 1500 CoTiAl with final chemical composition and prealloyed powder mixtures of PL1500

kostne porazdelitve izbranih mešanic z laserskim granulometrom (HR 850, Cilas-Alcatel).

Največja zelena gostota je bila dosežena pri grobi mešanici (**slika 5**) pri vseh preizkusnih tlakih stiskanja, iz česar bi lahko sklenili, da je stisljivost grobe mešanice najboljša. Vendar moramo stisljivost mešanice obravnavati tudi v luči dosežene zelene trdnosti, ki pa je najvišja pri fini mešanici (**slika 6**). Z naraščajočim tlakom stiskanja se razlike med mešanicami v doseženi gostoti in trdnosti zmanjšujejo. Tako lahko ugotovimo, da je potreben minimalen tlak stiskanja za doseganje primerne zelene gostote (nad  $5.8 \text{ g/cm}^3$ ) 750 MPa ( $7.5 \text{ t/cm}^2$ ). Vse tri izbrane mešanice imajo namreč v teh razmerah stiskanja zadovoljivo zeleno gostoto in trdnost.

Na diagramu **slike 5** je podana tudi zelena gostota v odvisnosti od tlaka stiskanja za samo predzlitino Alnico PL 1500. Vidimo, da je stisljivost predzlitine izredno slaba, enako velja tudi za njeno zeleno trdnost (šele vzorci, stisnjeni pri tlakih nad 650 MPa, se zadovoljivo držijo skupaj) in samo dodatek drobnih komercialnih prahov (CoTiAl, Ni in predvsem mehko Hoegenaes Fe) daje mešanicam primerno zeleno gostoto in trdnost. Te ugotovitve je potrebno upoštevati pri pripravi zlitin končnih sestav. Kljub mnogim prednostim, ki bi jih dala priprava takšnih zlitin, je njihova uporabnost omejena s slabo zeleno gostoto in predvsem trdnostjo.

Pri obravnavanju inženirskih lastnosti izbranih mešanic je treba upoštevati že omenjeno "lepotno" napako, nastalo s pripravo mešanic. Fina mešanica vsebuje namreč večji delež dodanih komercialnih prahov, groba pa manjši, saj so dodani prahovi praviloma finejši od mlete predzlitine. To se je pokazalo pri zahtevani končni kemični sestavi, ki je bila ugotovljena pozneje, po sintranju vzorcev. Posledično so bile tudi magnetne lastnosti nezadovoljive, kar je razumljivo z ozirom na velika odstopanja v kemični sestavi.



Slika 6: Odvisnost dosežene zelene trdnosti od zelene gostote za vzorce, izdelane iz izbranih mešanic končne sestave Alnico 1500 CoTiAl

Figure 6: Green density vs. green strength of samples prepared from selected powder mixtures of Alnico 1500 CoTiAl with final chemical composition

Ugotavljanje odvisnosti sintranih gostot od tlaka stiskanja (zelene gostote) za vse tri izbrane mešanice je pokazalo, da je dosežena končna sintrana gostota le malo odvisna od izhodne zelene gostote. To dejstvo nas je presenetilo, saj smo pričakovali njen izrazitejši vpliv na končno sintrano gostoto pri danih (standardnih) razmerah sintranja. Vendar je kljub navidezno majhnemu vplivu zelena gostota zelo pomembna. Višje zelene gostote namreč pomenijo manjše skrčke in zato lažje držanje dimenzijskih toleranc izdelkov v redni proizvodnji. Visoke zelene gostote pa seveda zahtevajo bolj zmogljive stiskalnice in kvalitetna orodja. Obstojnost orodij je zato krajša. Višje zelene gostote imajo tudi neposreden vpliv na mikrostrukturo in s tem na magnetne lastnosti. Kljub navidezno enaki končni sintrani gostoti je pri vzorcih z večjo zeleno gostoto pričakovati bolj enakomerno, drobnznrato mikrostrukturo z enakomerno porazdelitvijo drobnih por.

Najvišje sintrane gostote so bile dosežene pri tlakih med 700 in 850 MPa. Fina in srednja mešanica sta dosegali zadovoljive nivoje sintranih gostot, medtem ko so bile sintrane gostote grobe mešanice absolutno prenizke. To lahko pripisemo že prej omenjenemu dejству, da je delež dodanih komercialnih prahov pri grobi mešanici najnižji. Tako se je pri fini, kot tudi pri srednji mešanici pojavljal pri tlaku 650 MPa (pri grobi pa pri 550 MPa) rahel padec sintrane gostote. Tega pojava zaenkrat ne znamo razložiti. Zato bi bile potrebne dilatometrične in DTA-preiskave sintranja. Pri tlakih stiskanja nad 850 MPa smo ponekod opazili že rahel padec sintrane gostote. Za to je verjeten vzrok visok tlak, ki poveča možnost pojavljanja plastnih razpok. Zato v redni proizvodnji tudi s previsokimi tlaki ne gre pretiravati.

Ker smo pri prvih poskusih ugotovili, da se je s presejavanjem mešanice končne sestave in tvorbo novih mešanic z različno granulometrično sestavo močno spremenila kemična sestava, smo v drugem letu projekta poskuse ponovili. Na novo smo pripravili tri granulometrične sestave mešanic (grobo, srednjo in fino), ki pa so temeljile na presejavanju predzlitine in formirjanju treh vrst mešanic (predzlitin z različno granulometrično sestavo, ki pomenijo skrajne meje in neko povprečje granulacij), ki se v tovarni pojavljajo v redni proizvodnji prahov predzlitin. Tako smo dobili tri nove mešanice z različno granulometrično sestavo. V primerjavi s prejšnjimi so imele le-te manjše povprečne velikosti delcev in so se glede na njihovo velikostno porazdelitev tudi medsebojno manj razlikovale (**slika 7**). To potrjuje našo trditev, da lahko s spremenjanjem granulometrične sestave predzlitine le delno (relativno malo) vplivamo na končno granulometrično sestavo mešanice. Potrjene so tudi naše predhodne ugotovitve, da dodatek komercialnih prahov zmanjša povprečno velikost delcev, kar vpliva na zvišanje nasipne gostote in poslabšanje tekočnosti. Na **sliki 8** podajamo samo za predstavo histogram velikostne porazdelitve srednje mešanice končne sestave, dobljene z laserskim granulometrom. Dobro je vidna nepravilna

("večgrba") oblika krivulje velikostne porazdelitve delcev, ki je posledica mešanja prahov z različno velikostno porazdelitvijo in različno povprečno velikostjo delcev.

Pripravljene mešanice smo zopet stisnili v preizkusne valjčke ter določili njihovo zeleno gostoto in tlačno trdnost. Valjčke smo nato sintrali v standardnih razmerah ter jih termomagnetno in mehansko obdelali v standardnih razmerah v tovarni. Končno je sledila še določitev njihovih magnetnih lastnosti. Razmere pri stiskanju izbranih mešanic so bile enake kot pri prvih preizkusih. Stisljivost teh mešanic je bila kljub nekoliko drugačni kemični in granulometrični sestavi mešanic po absolutni vrednosti podobna stisljivosti tistih, ki smo jih pripravili za izvedbo prvih preizkusov. Zopet je imela najvišjo gostoto pri vseh tlakih stiskanja groba mešanica, najvišjo zeleno trdnost pa fina. Tlačno trdnost surovcev smo ugotovili za vse izbrane tlake stiskanja in dobili nelinearno odvisnost. Obe odvisnosti se dobro ujemata s splošnimi literurnimi podatki<sup>4-6</sup> o vplivu velikosti delcev na zeleno gostoto in trdnost. Iz zgornjega lahko sklenemo, da stisljivost in tlačno trdnost surovcev določa dodatek komercialnih prahov (predvsem mehkega Fe Hoegenaes), sprememba granulometrične sestave predzlitine pa jo v okviru nihanj proizvodnega postopka (groba  $\Leftrightarrow$  fina) le rahlo modificira.

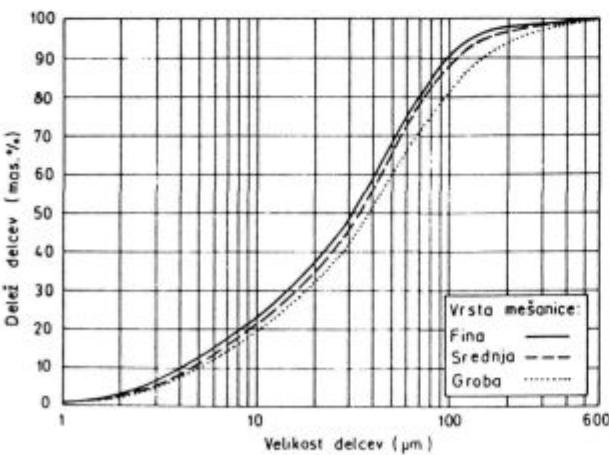
Tako kot je z zgornjimi preiskavami postalo očitno, da spremembe (v okviru sedanjega postopka) granulometrične sestave mešanice relativno malo vplivajo na njene inženirske lastnosti, pa je po meritvah magnetnih lastnosti magnetov postalo jasno, da je pravilna kemična sestava znotraj relativno ozkih meja odločilen faktor za dobre magnetne lastnosti. Do tega sklepa smo prišli na osnovi dejstva, da so bile magnetne lastnosti magnetov, izdelanih iz vseh treh mešanic, ponovno slabe, tudi pri tistih magnetih, ki so bili stisnjeni na predpisano zeleno gostoto. Zopet smo izvedli kemično analizo magnetov in

ugotovili, da pri vseh mešanicah le-ta odstopa od predpisa. Zastavili smo si dve možni vprašanji: ali je bila korekcija kemične sestave izvedena nepravilno (napaka pri zatehtavanju dodatka komercialnih prahov), ali pa je že samo razsejanje predzlitin, podobno kot v prvem primeru, pripeljalo do nedopustnega odstopanja od predpisane kemične sestave.

Analiza je pokazala, da za nepravilno kemijsko sestavo ni bilo krivo nihanje sestav po posameznih frakcijah predzlitine, temveč premalo natančno izvedena korekcija na končno sestavo. Šele v tretje nam je uspelo s pravilno korekcijo izdelati mešanice, ki so po sintranju dale tudi željene oziroma zahtevane končne magnetne lastnosti ( $B_r = 0,82-0,85$  T,  $B_{Hc} = 132-136$  kA/m in  $(BH)_{max} = 49-52$  kJ/m<sup>3</sup>). S tem smo potrdili ugotovitve, da je za dobre magnetne lastnosti kot izhodišče odločilna pravilna kemijska sestava mešanice v zelo ozkih tolerancah. Kako ozke so te tolerance, pa bo potrebno ugotoviti s sistematičnimi laboratorijskimi preizkusi spremenjanja osnovne kemijske sestave in dodatkov.

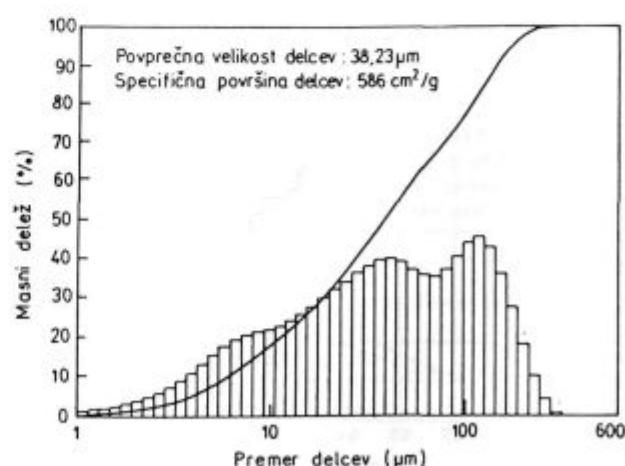
Iz zgornjega lahko povzamemo:

- mešanic končne sestave ne smemo sezati na posamezne frakcije in jih potem združevati ter tako tvoriti zeleno granulometrično sestavo mešanice. Posamezne komponente mešanice (Ni, Fe, CoTiAl ali TiH prah oziroma predzlitina) imajo namreč vsaka posebej drugačno velikostno porazdelitev delcev. Najbolj grob dodatek k predzlitini je Fe Hoegenaes ( $d_{50} \approx 45$  µm), medtem ko sta CoTiAl ( $d_{50} \approx 17$  µm) in Ni ( $d_{50} \approx 11$  µm) zelo drobna.
- sestava predzlitine se po posameznih frakcijah bistveno ne razlikuje po kemijski sestavi in bi lahko samo predzlitino pripravljali s sejanjem v zeleno granulometrično sestavo. Ker pa je v mešanici končne sestave predzlitine le cca 50%, je to presejanje relativno neučinkovito. Razen rahlega nihanja



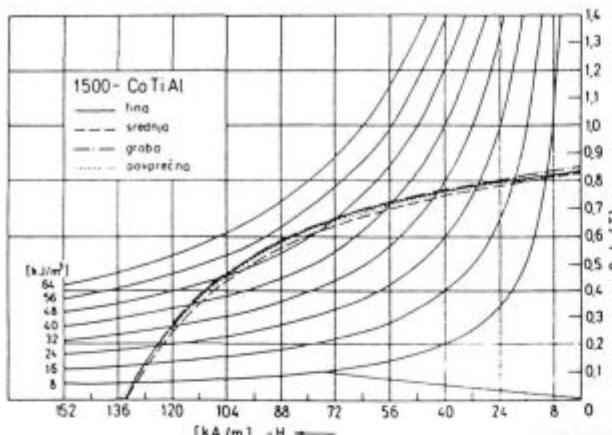
Slika 7: Krivulje kumulativnih velikostnih porazdelitev delcev grobe, srednje in fine mešanice končne sestave Alnico 1500 CoTiAl, dobljena z laserskim granulometrom

Figure 7: Cumulative powder particle size distributions of rough, middle ad fine powder mixture of Alnico 1500 CoTiAl with final chemical composition, determined with laser particle size analyzer



Slika 8: Histogram in krivulja kumulativne velikostne porazdelitve delcev srednje mešanice končne sestave Alnico 1500 CoTiAl, dobljena z laserskim granulometrom

Figure 8: Histogram and cumulative powder particle size distribution of "middle" Alnico 1500 CoTiAl powder mixture with final chemical composition, determined with laser particle size analyzer



**Slika 9:** Razmagnetilne krivulje magnetov Alnico Simag 1500, izdelanih iz fine, srednje in grobe mešanic Alnico 1500 CoTiAl. Mešanica s povprečno granulometrično sestavo pa pomeni povprečje v proizvodnji izdelanih mešanic

**Figure 9:** Demagnetisation curves of sintered Alnico magnets type Simag 1500, manufactured from fine, middle, rough and average powder mixture of Alnico 1500 CoTiAl. Average powder mixture means mixture with the average granulometric composition obtained in the production

vsebnosti Ni in Ti pri drobnejših frakcijah ni opaznih razlik v kemijski sestavi.

- magnetne lastnosti so zelo malo odvisne od granulometrične sestave predzlitine oziroma mešanice (slika 9).

V tovarni Iskra Feriti, Ljubljana so pred kratkim nabavili relativno dragi, a izredno koristno napravo za polavtomatsko določevanje inženirskeih lastnosti keramičnih in kovinskih prahov za center za testiranje prahov (model PTC-02DT<sup>7</sup>). S to moderno napravo lahko v 10 minutah dobijo celo vrsto podatkov in diagramov, ki opisujejo lastnosti prahu, prašne mešanice ali granulata. Naprava omogoča meritev nasipne in stresane gostote, tekočnosti (nasipnega kota), koeficiente kompaktibilnosti, drsnega koeficiente, radialnega in aksialnega koeficiente ekspanzije, tlačno trdnost surovca in njegovo kohezivnost. Z napravo je mogoče torej ugotoviti celo vrsto lastnosti tako kot s konvencionalnimi standardiziranimi postopki<sup>8</sup> in tudi takšnih (ekspanzijski koeficient po višini, drsnii koeficient, kohezivnost itd.), ki jih ni možno ugotoviti brez dodatne vgraditve senzorjev na stiskalnico in orodje za stiskanje, ker se le te določajo neposredno med stiskanjem surovca v orodju. Tako smo se odločili,

da v okviru našega projekta izkoristimo novo možnost testiranja prašnih mešanic in dobljene rezultate tudi primerjamo s tistimi dobljenimi na konvencionalni način.

Na novi napravi smo testirali mešanice (grobo, srednjo in fino), pripravljene v zadnji seriji preizkusov. V tabeli 1 so zbrane povprečne vrednosti rezultatov, dobljene za posamezne lastnosti v centru za testiranje prahov na modelu PTC-02DT-X. Rezultati se dobro ujemajo s tistimi, dobljenimi na konvencionalni način. Ugotavljam, da tudi te preiskave kažejo največjo zeleno gostoto  $\rho_{od}$  pri grobi mešanici in največjo zeleno trdnost  $\sigma_s$  pri fini (glej tudi diagrama na slikah 10 in 11).

Nasipne in stresane gostote ( $\rho_n$  in  $\rho_s$ ) so v okviru tistih, ki smo jih ugotovili s standardiziranim postopkom. Vrednosti tudi ne odstopajo od podatkov, ki jih navaja literatura<sup>4</sup> za Fe-Co-Ni prahove z nepravilno oblikovanimi delci.

Kot merilo tekočnosti se z napravo določa nasipni kot  $\beta$ , ki je največji pri grobi mešanici. Prava tekočnost (merjenje časa pretakanja 50 g prahu skozi lijak z definiranim premerom ustja<sup>8</sup>) je pri vseh mešanicah končne sestave enaka neskončno, saj nobena od mešanic ne teče skozi lijak. Kot nasipanja  $\beta = 0^\circ$  pomeni idealno tekočnost, kot  $\beta = 90^\circ$  pa, da imamo opravka s trdnim telesom (popolna nezmožnost tečenja). Prahove s kotom nasipanja  $\beta \leq 30^\circ$  smatramo kot dobro tekoče. Iz tega lahko sklenemo, da so naše mešanice Alnico slabo tekoče in zato manj primerne za transport ter polnjenje orodja med stiskanjem.

Drsni koeficient  $\eta$  je merilo za trenje med delci prahu in steno orodja med stiskanjem ter je rahlo odvisen od zelene gostote<sup>9</sup>. Giblje se v območju med vrednostima  $\eta = 0$  (neskončno veliko trenje) in  $\eta = 1$  (ni trenja). Prahove z drsnim koeficientom  $\eta \geq 0,7$  (polirano orodje WC-H15/TD#1) smatramo kot dobre in zaželene. Od tod sledi, da je drsnii koeficient naših mešanic dober za predpisano vrsto materiala in kvaliteto obdelave (hrapavost) orodja.

Koeficient kompaktibilnosti (stisljivosti)  $\alpha$  je materialna konstanta in nam pove, kakšna je sposobnost prahu za zgoščevanje<sup>9</sup>. Dejansko je merilo za interakcijo med prašnimi delci med stiskanjem. Prahovi z visokim  $\alpha$  so mehki in jih lahko stiskamo do visokih gostot pri relativno majhnih tlakih. Na  $\alpha$  neposredno vpliva vrsta prahu ter oblika in velikost delcev. Naše mešanice imajo  $\alpha = 0,13$ , kar pomeni, da so trde in zanje potrebujemo relativno visoke tlake, zato da jih zgostimo.

**Tabela 1:** Inženirske lastnosti mešanic Alnico Simag 1500 CoTiAl, določene v centru za testiranje prahov na modelu PTC-02DT-X

**Table 1:** Engineering properties of Alnico Simag 1500 CoTiAl powder mixtures determined with Powder Testing Centre, model PTC-02DT-X

Vrsta in oznaka mešanice	$\rho_n$	$\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_{gd}$	$\rho_{od}$	Drsni koef. $\eta$	Koefic. komp. $\alpha$	Kohez. C	$\sigma_s$ (MPa)	Ekspanz. (%) $e_r$	Nasip. kot $\beta$ $e_a$
Fina	3,48	4,04	5,82	5,52	0,794	0,127	2,07	58	0,74	3,88
Srednja	3,47	4,19	5,84	5,56	0,778	0,131	2,03	55	0,70	3,70
Groba	3,59	4,26	5,86	5,58	0,786	0,128	2,16	51	0,66	3,54

Kohezivnost surovca C je razmerje med njegovo zeleno trdnostjo in maksimalno silo trenja, nastalo med stiskancem in steno orodja. Je neposredno merilo za nagnjenost stiskancev k tvorbi plastnih in drugih razpot med njihovim izmetavanjem iz orodja. Če je  $C \leq 1$  (sila trenja je večja, kot je zelena trdnost surovca) potem bo surovec med izmetavanjem razpokal. Za naše mešanice Alnico smo ugotovili, da je  $C \geq 2$ . Od tod sledi, da imajo mešanice Simag 1500 CoTiAl dobro kohezivnost ter niso problematične pri izmetavanju surovcev iz orodja ter nadaljnjem ravnjanju z njimi (prelaganje, transport).

Radialna in aksialna ekspanzija surovca ( $e_r$  in  $e_a$ ) nam povesta, kakšna je njegova elastična (sprostivena) deformacija po razbremenitvi. Iz znanih podatkov lahko izračunamo, kakšna je bila gostota stiskanca v orodju  $\rho_{pd}$ , če poznamo zeleno gostoto surovca zunaj orodja  $\rho_{od}$  ( $\rho_{pd} = \rho_{od} \cdot e_r^2 \cdot e_a$ ). Iz rezultatov za naše mešanice (tabela 1) je razvidno, da se stiskanci pri izmetavanju iz orodja

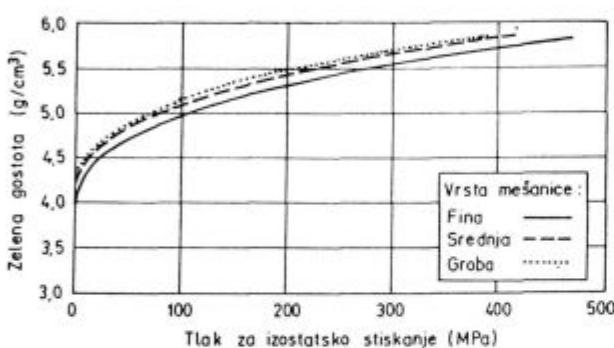
relativno malo raztegnejo po premeru in bistveno bolj po višini. To kaže na relativno veliko anizotropijo, nastalo zaradi sile stiskanja.

Na osnovi izvedenih preiskav in analiz smo podali predlog kontrolnih predpisov za osnovne inženirske lastnosti predzlitine 1500 CoTiAl ter mešanice končne sestave. Vse preiskave so standardizirane po ameriškem standardu MPIF<sup>8</sup> ter tudi po ISO in DIN.

### 3.5 Nihanje inženirskega lastnosti prahov v redni proizvodnji

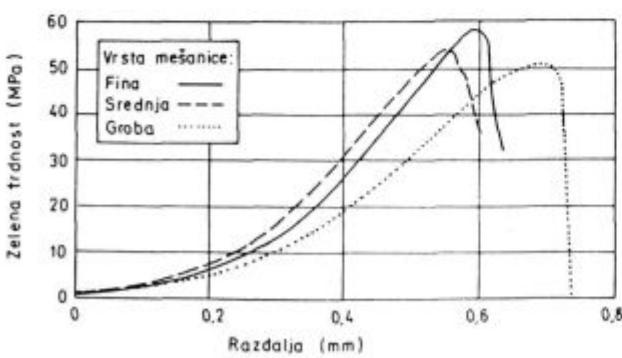
V okviru projekta smo analizirali nihanje inženirskega lastnosti prahov (predzlitin in mešanic končne sestave), izdelanih v redni proizvodnji v zadnjih dveh letih. Analize so nam omogočile vpogled v dejansko stanje in so nam rabile tudi za pripravo predloga kontrolnih predpisov za morfološke lastnosti (delež posameznih frakcij, tekočnost, nasipna gostota, povprečna velikost delcev itd.) sejanih predzlitin in mešanic. Iz zbranih in statistično obdelanih podatkov smo ugotovili precej velik raztres po drobljenju in mletju ter njegovo zmanjšanje po dodatku ( $\approx 50\%$ ) finejših komercialnih prahov na račun povečanega deleža raztresa najdrobnejše frakcije ( $\leq 45 \mu\text{m}$ ). Po dodatku komercialnih prahov se je zmanjšala tekočnost in rahlo povečala nasipna gostota. Nihanje nasipne gostote mešanic od  $4,35$  do  $4,45 \text{ g/cm}^3$  pomeni v proizvodnji nihanje končne višine izdelkov (pri stiskanju na konstantno gostoto) oziroma nihanje zeleno gostote stiskancev (pri stiskanju na konstantno višino izdelka) pod 2,5% (preračunano na stisnjene izdelke z zeleno gostoto  $5,85 \text{ g/cm}^3$ ). Navadno je dejanski proces stiskanja nekje vmes, zaradi elastične deformacije orodja (pestičev) in elasto/plastične deformacije prahu. Tako tudi kombinacija obeh procesov ne daje nihanja obih vrednosti, ki bi presegla to vrednost. V metalurgiji prahov so dimenzijske tolerance pod 3% nekaj navadnega. Za bolj zahtevne izdelke pa so le-te pod 1%. V tem primeru lahko ugotovimo, da je sedanje nihanje nasipnih gostot preveliko. Tu bi se izrazito pokazalo zmanjšanje nihanja kvalitete ob uvedbi homogenizacije v večjo šaržo. Homogenizacija v večjo (naprimjer 800 kg) šaržo bi povečala tudi homogenost kemijske sestave. Vsebnost komercialnih prahov za korekcijo do končne sestave je cca 50 mas.%. Iz tega je razvidno, da na končno granulometrično sestavo mešanice lahko s sedanjim postopkom izdelave prahov vplivamo samo delno. Pomemben je zato tudi nadzor nad granulometrično sestavo in morfologijo komercialno dobavljenih surovin (prahov). Uvedba stalne kontrole in statistična obdelava gibanja morfoloških lastnosti predzlitin in mešanic ter povratno ukrepanje v proizvodnji pa se zdi nujna.

Analiza zaporedno kontrolirane šarže (drobljenje  $\Rightarrow$  mletje  $\Rightarrow$  sejanje) kaže, da je po drobljenju povprečna velikost delcev  $\approx 400 \mu\text{m}$ , delež delcev pod  $125 \mu\text{m}$  je 20%, delež delcev večjih od  $650 \mu\text{m}$ , pa tudi  $\approx 20\%$ . Zato je bila predložena uvedba standardnega 500/750



Slika 10: Ovisnosti zeleno gostote od izostatskih tlakov stiskanja za vzorce, izdelane iz izbranih mešanic končne sestave Alnico 1500 CoTiAl, dobljene v centru za testiranje prahov, na modelu PTC-02DT-X

**Figure 10:** Green density vs. isostatic pressure of compaction for samples prepared from selected mixtures with final chemical composition Alnico 1500 CoTiAl, determined with Powder Testing Centre, model PTC-02DT-X



Slika 11: Ovisnosti zeleno trdnosti od pomika (σ-ε diagram za surovce), dobljene v centru za testiranje prahov, na modelu PTC-02DT-X, pri stiskanju vzorcev, izdelanih iz izbranih mešanic končne sestave Alnico 1500 CoTiAl

**Figure 11:** Green density vs. distance (deformation; σ-ε diagram for green parts), determined with Powder Testing Centre, model PTC-02DT-X, obtained during compaction of samples of selected powder mixtures with final chemical composition Alnico 1500 CoTiAl

um sita za drobilnikom. To bi omogočalo takojšnje vračanje pregrube frakcije v drobilnik in nadzor kakovosti drobljenja (redno vzdrževanje drobilnika).

Iz zgornjega sledi, da v sedanjemu postopku priprave prahov niso potrebne večje spremembe. Priporočamo uvedbo homogenizacije v večje šarže, vhodno kontrolo lastnosti dobavljenih komercialnih prahov, uvedbo dodatnega kontrolnega sita za drobljenjem in končno kontrolo kvalitete prahu pred uporabo v oddelku stiskanja.

#### 4 Sklepi

- Analizirali smo sedanji postopek izdelave prahov za sintrane magnete Alnico tipa Simag 1500. Na osnovi rezultatov preiskav smo predložili izboljšave oziroma optimiranje sedanjega tehnološkega postopka za stabiliziranje dimenzijskih, mehanskih in magnetnih lastnosti sintranih magnetov.
- Analiza nihanja granulometrične sestave in drugih lastnosti mešanic, izdelanih v redni proizvodnji, kaže, da je po sedanjem postopku možno stiskati magnete z dimenzijskimi tolerancami pod 3%.
- Zoženje toleranc (na cca 1%) lahko dosežemo z združevanjem talilniških (mlevskih) šarž v večje homogene enote, ki pa jih je treba pred uporabo v redni proizvodnji kontrolirati po predpisih.
- Presejanje mešanic končne sestave v posamezne velikostne razrede in tvorba mešanice z novo granulometrično sestavo povzroči nedopustno velike spremembe kemične sestave in s tem tudi močno poslabšanje končnih magnetnih lastnosti.
- Ugotovljena je bila zveza med granulometrično sestavo mešanic in njihovimi inženirskimi lastnostmi.
- Prvič so bile ugotovljene nekatere inženirske lastnosti mešanic Alnico, ki opisujejo njihovo vedenje med stiskanjem in v njihovi luči je obravnavana kakovost mešanic.
- Izdelana je bila tehnološka shema postopka, ki vključuje vse potrebne kontrolne predpise.
- Preiskusi so pokazali, da hitrost ohlajanja predoblikovancev vpliva na njihovo mlevnost. Najboljše se meljejo hitro ohlajeni/strjeni predoblikovanci.

- Zaradi litja v peščene forme je v predoblikovancih in posledično tudi v sintranih magnetih povečana vsebnost alumosilikatnih vključkov ter drugih nečistoč. Zato svetujemo prehod na litje predoblikovancev v kovinske kokile.

- Preiskusi so pokazali, da je z litjem v kovinske kokile možno izdelati kakovostne sintrane magnete.
- Pred začetkom uvajanja tehnologije litja v kovinske kokile je treba še: izbrati najprimernejši material za izdelavo kokil, ugotoviti maksimalno velikost in maso kokile, ki bi še omogočala drobljenje ulitkov v sedanjem drobilniku, pretehati obremenjenost in iz tega izhajajočo obstojnost kovinskih kokil, ugotoviti možnosti izdelave polautomatskega sistema za litje v kovinske kokile in cenovno ovrednotiti potrebno investicijo za uvedbo tega postopka, kakor tudi primerjalno izračunati ceno 1 kg izdelane litine po novem in sedanjem postopku.

#### 5 Literatura

- <sup>1</sup> M. Hanada et al.: Development of a PM sensor ring for use in an ABS (Antiblock Brake System), *Metal Powder Report*, oktober 1989, 695-698
- <sup>2</sup> B. Šuštaršič: Lastnosti kovinskih prahov, izdelanih z vodno atomizacijo, *magistrsko delo*, FNT, Univerza v Ljubljani, april 1993
- <sup>3</sup> B. Šuštaršič et al.: Razvoj atomiziranih prahov za Alnico magnete, *poročila IMT Ljubljana, zaključno poročilo o delu na RR projektu RP 42-6102-92/93*, december 1993, 1-41
- <sup>4</sup> E. Klar et al., *Metal Handbook*, 9th Edition, Powder Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, USA, 7, 1984
- <sup>5</sup> R. M. German: *Powder Metallurgy Science*, MPR Publishing services, Shrewsbury, 1989
- <sup>6</sup> R. M. German: *Particle Packing Characteristics*, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, USA, 1992
- <sup>7</sup> Karol Z. Korczak: *Powder Testing Center, Model PTC-02DT-X*, opis naprave in navodila za uporabljanje naprave pri določevanju morfoloških lastnosti kovinskih in keramičnih prahov, KZK Powder Technologies Corp., Cleveland, Ohio, USA, 1996
- <sup>8</sup> MPIF: *Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products*, Metal Powder Industries Federation, Edition 1985/1986, Princeton, New Jersey, USA
- <sup>9</sup> S. Gasiorek, K. Z. Korczak, K. K. Kaminski: Compressibility of metal powders, *Advances in Powder Metallurgy*, 1, 1989, 1-10

# THE IUVSTA PRIZE

## Purpose

To recognize and encourage outstanding internationally-acclaimed research in the fields of interest to the International Union for Vacuum Science, Technique and Applications (IUVSTA).

## Eligibility

The nominee must have accomplished outstanding experimental and/or theoretical research in vacuum science, technique or applications within the ten years preceding the year in which the award is made. Special consideration will be given to nominees currently engaged in an active career of research. Neither nominees nor nominators are required to be members of IUVSTA member societies. The award will normally be given to an individual; however, in exceptional cases involving team research, multiple awards may be given. The prize will be granted without further restriction except that current officers and members of the Executive Council and Standing Committees are not eligible. Judges for the Prize will be a committee appointed by the IUVSTA President and chaired by the IUVSTA Scientific and Technical Director. The decision of this panel is final.

## Nature of the Prize

The Prize consists of a cash award, a struck medal and a certificate setting forth the reasons for the award. The Prize will be conferred at intervals of not less than three years. Reasonable travel expenses of the awardee to the meeting at which the Prize is presented shall be agreed upon and reimbursed. Endowment for the Prize is provided by generous donations from ANELVA; Balzers and Leybold Holding AG; Intevac; Physical Electronics; ULVAC; TAV; Varian Associates; VAT.

## Submission Procedure

Complete package should be mailed to:

Dr. M. -G. Barthes-Labrousse  
IUVSTA Scientific Secretary  
Centre d'Etudes de Chimie-Metallurgique  
15, rue Georges Urbain,  
F-94407 Vitry, Cedex, France

Deadline for submission: All nominations and supporting letters must be postmarked on or before January 31, 1998 and received by February 15, 1998.

For further information, please contact:

Dr. MG BARTHES  
CNRS-CECM  
15 rue Georges Urbain  
94407 Vitry cedex - France

**Nomination Letter.** The letter nominating an individual for the Prize must describe the work for which the award is proposed, and indicate the role the work has played in solving particular scientific or technological problems. The significance of these problems and the impact of the nominee's accomplishments on the field should be discussed. If the work was performed in collaboration with others the contributions of the nominee should be clearly stated. A proposed citation, i.e., a one-sentence synopsis of the reason for selecting the nominee, and a list of individuals sending supporting letters should also be included. The nominating letter should not exceed two pages in length, but be as detailed as possible to allow judges who are expert in other fields to evaluate the nominee's contributions. *For any one award cycle, an individual can submit only one nomination or supporting letter.*

**Description of Research Highlights.** A summary of research accomplishments citing key papers and patents must be included (maximum of two pages). The purpose is to document the scope of a nominee's technical career, placing in context the specific work being cited in the nomination.

**Biographical Materials.** A Curriculum Vitae or biographical sketch of the nominee and a list of publications and patents must be given.

**Supporting Letters.** A minimum of three and a maximum of five supporting letters must be arranged by the nominator. *The supporting letters must be written by individuals in at least three different countries.* Typically they should not exceed one page. Their main purpose is to endorse the nomination and to provide additional evidence of the nominee's accomplishments. The supporting letters should be written by individuals at institutions other than that of the nominee.

**Endorsement letter from President of National Society.** Since IUVSTA is a union of societies, we require that a letter signed by a IUVSTA member society President or Chairperson must accompany the nomination packet. Multiple nominations endorsed by a single society are allowed.

email: barthes@glvt-cnrs.fr  
Fax: 33 1 46 75 04 33  
Tel: 33 1 46 87 35 93