

Električna izolacija amorfnih Fe-Ni prahov

Electrical Insulation of Amorphous Fe-Ni Powders

Brecelj F.¹, K. Zupan, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Ljubljana

Raziskovali smo možnosti medsebojne električne izolacije prašnih zrn amorfnih in mikrokristaliničnih zlitin 80NiFe in $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$. Površino zrn smo oksidirali v alkalni raztopini KMnO_4 in fosfatirali s H_3PO_4 . Najvišje prebojne napetosti so bile dosežene pri površinski oksidaciji zlitine 80NiFe in so primerljive s temi napetostmi pri izoliranem karbonilnem železu. Občutno nižje prebojne napetosti so bile karakteristične za zlitino $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$.

Ključne besede: kovinska stekla, izolacijska trdnost, magneto-dielektriki

The capabilities of establishing mutual electrical insulation between fine particles of amorphous $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$ and of microcrystalline 80NiFe alloys were investigated. Their surface was oxidated in alkaline solution of KMnO_4 and phosphatated by H_3PO_4 . The highest breakdown voltages were achieved at 80NiFe alloy oxidation. They are comparable to breakdown voltages at isolated carbonyl powders. For the $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$ alloy substantially lower breakdown voltages were significant.

Key words: metallic glasses, insulation breakdown, magnetodielectrics

1. Uvod

Električna izolacija mehkomagnetnih prahov je zanimiva za izdelavo magnetodielektrikov. Magnetodielektriki so zaradi visoke električne upornosti podobno kot feriti visokofrekvenčni magnetni materiali. V svoji osnovi so to skupki, sestavljeni iz bolj ali manj drobnih, mehkomagnetnih kovinskih zrn potopljenih v matrici iz dielektrične snovi. Njihove magnetne lastnosti so odvisne predvsem od lastnosti materiala kovinskih zrn, od njihove velikosti, oblike in medsebojne lege v matrici. Najmanjše faktorje magnetnih izgub imajo magnetodielektriki izdelani iz neprežarjenega karbonilnega železa. Ta lastnost je posledica strukture dielektrika, saj trdih okroglih zrn karbonilnega železa ne moremo stisniti v gmoto z veliko gostoto, ki bi imela majhno efektivno magnetno rezo, verjetno pa tudi zaradi mikrostrukture karbonilnega železa, ki otežuje tvorbo magnetnih domen v zrnih. Neposrednih podatkov o tej lastnosti karbonilnega železa nismo zasledili.

V novejšem času je zelo napredovala tehnologija izdelave RST zlitin z amorfnimi, nano in mikro kristaliničnimi strukturami po postopkih hitrega ohlajanja talin. Magnetne lastnosti teh zlitin so dobro karakterizirane. Njihova glavna sestavina je lahko železo, železo-nikelj ali kobalt in po tem kriteriju jih delimo v tri osnovne skupine, vsaka od njih ima svoje značilnosti. Železove zlitine imajo od vseh npr. največjo gostoto magnet-

nega pretoka v nasičenju, nikelj-železove manjšo koercitivnost in magnetostrikcijo od železovih, kobaltove največjo permeabilnost in najmanjše energijske izgube v VF polju, vendar sorazmerno nizko gostoto magnetnega pretoka v nasičenju in najvišjo ceno. Vsem je skupno, da imajo v primerjavi s kristaliničnimi zlitinami majhne izgube, zato obstoji možnost njihove uporabe v magnetodielektrikih namenjenih za delovanje v VF poljih večjih moči. Pri izdelavi teh zlitin z vodno ali plinsko atomizacijo lahko dobimo z uporabo ustreznih tehnoloških parametrov že pri sintezi prah z želeno granulacijo⁽¹⁾, trakove pa moramo zmlati, kar ni prezahteven postopek, saj so te zlitine krhke.

Tehnološki postopek izdelave magnetodielektrikov zahteva sorazmerno visoke tlake stiskanja zmesi prahov in organskega veziva (nad 0,3 GPa). Ker je vezivo v tej fazi izdelave še tekoče, ne more preprečiti neposrednega stika med kovinskimi zrnami ampak le zapolni vrzeli med njimi in moramo medsebojno izolacijo zagotoviti že v predhodnem postopku, s sintezo dovolj trdne izolacijske plasti okrog vsakega zrna. Znani so postopki izolacije trakov iz amorfnih zlitin pri izdelavi magnetnih jeder⁽²⁾, vendar noben od teh postopkov za izolacijo prahov ni primeren, ker z dodajanjem dielektričnih substanc ne moremo zagotoviti enakomerne izolacije vsakega zrna posebej. Perspektivnejši so postopki, pri katerih se izolacijska plast tvori s kemijsko reakcijo med materialom zrna in dodanim reagentom. Seveda pa mora biti reakcija tako vodena, da se porabi le manjši del kovine in temperatura pri kateri reakcija poteka, mora biti dovolj nizka, da še ne pride do kristalizacije v amorfnih zlitini.

¹ Franc Brecelj, dipl. inž. kem. tehn.
Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko
Tolstova 30, 61000 Ljubljana

2. Opis uporabljenih amorfnih prahov

Za izdelavo poskusnih magnetodielektrikov smo si izbrali prah Supermalloya s sestavo 80NiFe izdelan po postopku vodne atomizacije in zlitino $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$, ki je bila v obliki folije. Obe zlitini sta bili izdelani na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije v Ljubljani. Folijo smo zmleli v prah v tresilnem mlinu firme Retsch, s tridimenzionalnim gibanjem jeklenih kroglic. Podobno granulacijo kot jo je imel Supermalloy, to je $<45 \mu\text{m}$ smo dosegli z dvofaznim mletjem. Do granulacije okrog $100 \mu\text{m}$ smo mleli suho, potem pa v amilacetatu.

3. Postopki izolacije prahov

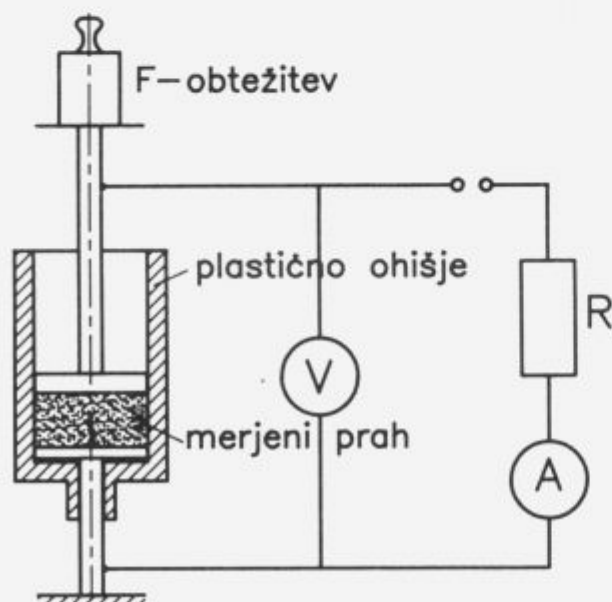
Preizkusili smo dva načina izolacije, fosfatiranje in oksidacijo.

Pri poskusih fosfatiranja smo posnemali postopek, ki ga za svoje prahove iz karbonilnega železa priporoča tovarna BASF⁽³⁾. Fosfatirali smo s 85% H_3PO_4 , razredčeno v acetonu. Količina je bila preračunana na ut.% čiste (100%) kisline. Oksidirali smo s KMnO_4 v alkalnem mediju. Dodajali smo 3 ut.% NaOH in 1% KMnO_4 , oba razredčena v vodi.

Zlitine $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$ po omenjenih postopkih nismo uspeli zadostno izolirati. Opazili pa smo, da po dodatku raztopine NaOH poteka neka kemijska reakcija, katere produkt je plin, ki se izloča iz zmesi. Reakcije še nismo podrobneje raziskali, predvideli pa smo možnost, da reagira amorfni Si v zlitini in posledica je izločanje vodika. Zato smo poskusili, če poteka reakcija tudi v nasičeni raztopini $\text{Ca}(\text{OH})_2$, saj bi na ta način lahko dosegli tvorbo kalcijevih silikatov na površini zlitine. Reakcija v tej raztopini res poteka, vendar je oksidacija šibkejša kot v NaOH, zato nastane pretanka izolacijska plast oksida. Pač pa se nekoliko izboljša izolacijska trdnost fosfatiranega prahu, če ga obdelamo naknadno še v nasičeni raztopini CaO.

4. Metoda merjenja izolacijskih lastnosti prahov

Kvaliteto izolacije smo merili na napravi, ki je shematsko prikazana na sliki 1.

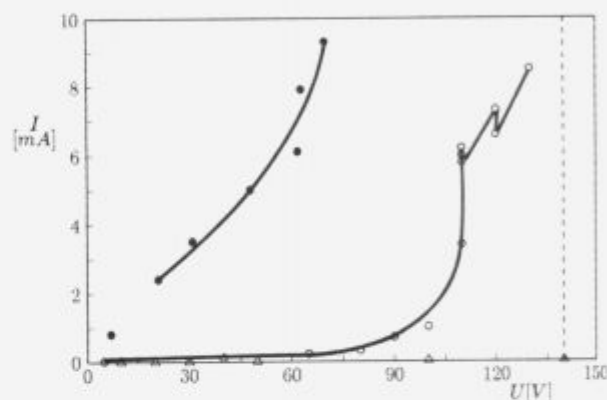


Slika 1: Prikaz meritve prebojne trdnosti prahov
Figure 1: Schematic illustration of powder resistance measurement

Prah je bil med meritvijo stiskan s silo 20N. Generator za napetosti do 300 V je bil usmernik, nad to napetostjo pa kontrolnik izolacije NL 036 0-4000V izdelan v ISKRI. Kontrolnik generira izmenično napetost, pri preboju skozi izolator se avtomatsko izklopi. Omejitveni upor R je bil nujen predvsem pri meritvah z usmernikom.

5. Rezultati

Rezultati meritev tokovno napetostnih karakteristik izolirane zlitine $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$ vidimo na sliki 2.

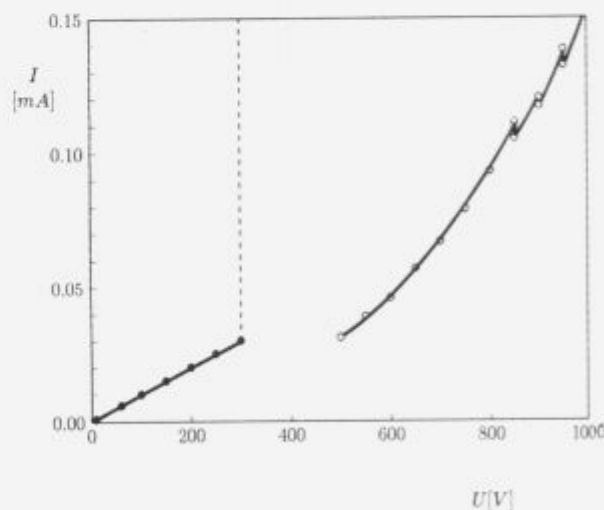


Slika 2: Tokovno-napetostne karakteristike uprašene zlitine $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$

- fosfatirane
- oksidirane s KMnO_4 v NaOH
- △ fosfatirane in dodatno obdelane v nasičeni raztopini $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Figure 2: Current - voltage characteristics of powdered $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{Si}_{14}\text{B}_6$

- phosphated
- oxidized by KMnO_4 in NaOH
- △ phosphated and supplementary treated in saturated $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution



Slika 3: Tokovno-napetostna karakteristika uprašene zlitine Supermalloy 80NiFe

- fosfatirane
- oksidirane s KMnO_4 v NaOH

Figure 3: Current-voltage characteristic of powdered Supermalloy 80NiFe alloy

- phosphated
- oxidized by KMnO_4 in NaOH

Pri izolaciji s fosfatiranjem in oksidaciji s KMnO_4 smo višanje napetosti morali prekiniti, ker se je prah že tako grel, da se je zmeščala stena plastičnega ohišja, v katerem je bil prah stisnjen. Z dodatno obdelavo fosfatiranega prahu v Ca(OH)_2 raztopini (12 ur, da so se nehali pojavljati mehurčki plina v usedlini), pa se je U-I karakteristika popolnoma spremenila. Tok je z napetostjo naraščal zelo počasi in je pri 140 V dosegel šele 0,014mA. Ko je bil na tej napetosti ca 1min. pa je nenadoma prišlo do preboja (črtkana črta na diagramu), tok je v trenutku narasel na 50 mA in ga je omejeval le še predupor v merilnem vezju.

Precej boljšo izolacijo smo dosegli s prahom Supermalloya 80NiFe. Rezultate vidimo na **sliki 3**.

Pri fosfatiranem prahu je tok z naraščanjem napetosti linearno naraščal do 300 V, ko je prišlo do nenadnega preboja, ko se prah praktično še ni nič segrel. Pri oksidiranem prahu je tok z napetostjo naraščal do napetosti 500 V počasi, potem pa vse hitreje in prah se je pričel greti. Pri 1000 V je prišlo do preboja.

Preboj je povzročil trajne posledice in prah je ostal prevoden tudi po ohladitvi in pri nizkih napetostih.

6. Zaključki

Prahove amorfnih zlitin na osnovi Fe-Ni lahko uspešno izoliramo tako po fosfatirnem postopku kot z izolacijo s KMnO_4 v NaOH. Boljše rezultate smo dobili z oksidacijo.

Dodatki Si in B v teh zlitinah bistveno zmanjšajo napetostno trdnost izolacijskih plasti. Razlaga tega pojava in njegova morebitna odprava, je cilj nadaljnjih raziskav na tem področju.

7. Literatura

- ¹ B. Šustaršič, M. Torkar: Izdelava prahov hitroreznih jekel z vodno atomizacijo *Vakuumist* 23-24, 1991, 2-3
- ² C. H. Smith, B. N. Turman, H. C. Harjes: Insulations for metallic glasses in pulse power systems, *IEEE Trans. on electron dev.*, 38, 1991, 4, 750-757
- ³ Carbonyl Iron Powder Specialties for Electronics p.15, BASF AG Marketing Grundchemikalien, D-6700 Ludwigshafen