

Anna BUKOWSKA<sup>1\*</sup>, Michał SZOTA<sup>1</sup>, Marcin NABIAŁEK<sup>2</sup>,  
Paweł PIETRUSIEWICZ<sup>2</sup>, Katarzyna BŁOCH<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Politechnika Częstochowska, Wydział Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów,  
Instytut Inżynierii Materiałowej, \* e-mail: abukowska@wip.pcz.pl

<sup>2</sup> Politechnika Częstochowska, Wydział Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów, Instytut Fizyki

## Badania strukturalne i magnetyczne kompozytów wytworzonych na bazie stopu $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$ połączonego żywicą epoksydową

**Streszczenie.** W pracy przedstawiono wyniki badań strukturalnych oraz magnetycznych kompozytów otrzymanych na bazie stopu o składzie chemicznym  $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$  i żywicy epoksydowej. Badane próbki miały kształt walców oraz posiadały ten sam udział objętościowy żywicy epoksydowej (klej Epidian 100). Wytworzony stop o składzie chemicznym  $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$  został niskoenergetycznie rozkruszony w moździerzu, a następnie poddany analizie sitowej i podzielony na trzy frakcje: 20-50  $\mu m$ , 50-100  $\mu m$  oraz 100-200  $\mu m$ . Tak otrzymane proszki stopów zostały połączone z żywicą epoksydową. Określono wpływ wielkości cząstek proszku i osnowy na właściwości magnetyczne kompozytów.

STRUCTURAL AND MAGNETIC STUDIES OF COMPOSITES BASED ON ALLOY  $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$  COUPLED WITH EPOXY RESIN

**Summary.** The paper presents the results of the structural and magnetic studies of composites obtained on the basis of the alloy  $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$  and epoxy resin (glue Epidian 100). The resulting alloy with chemical composition  $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$  was low-energy crushed in a mortar, and then subjected to a sieve analysis and divided into three fractions: 20-50 microns, 50-100 microns and 100-200 microns. The thus obtained alloy powders were combined with an epoxy resin. Were identified: powder particle size and the magnetic properties of the matrix composites.

### 1. WSTĘP

Materiały kompozytowe należą do najbardziej rozpowszechnionej grupy materiałów, które znalazły szerokie zastosowanie w przemyśle. Posiadają wiele zalet a mianowicie: łatwość formowania, niski koszt wytwarzania, możliwość przystosowania metod wytwarzania do masowej produkcji i wiele innych. Stosuje się różne wypełniacze kompozytów, lecz najbardziej atrakcyjnymi pod względem właściwości magnetycznych są stopy na osnowie żelaza. Jedyną wadą jest ich kruchość, która znacząco utrudnia ich praktyczne zastosowanie. Stosując procesy technologiczne, a mianowicie wysokoenergetyczne mielenie otrzymuje się proszki stopów magnetycznych, które w różny, dowolny sposób są formowane na wyroby o skomplikowanych kształtach, umożliwiając im przez to wykorzystanie w elektronice i elektrotechnice. Dla tego typu materiałów używa się takich metod spajania jak: spiekanie, prasowanie na gorąco oraz wiązanie z tworzywem sztucznym. Ze względu na rozrost ziaren proszków nanokrystalicznych podczas operacji spiekania czy prasowania na gorąco zaleca się wiązanie proszków z tworzywami termo lub chemoutwardzalnymi. Tak połączone proszki metaliczne można wykorzystać do budowy ekonomicznych rdzeni transformatorów.

Celem pracy było wykonanie kompozytów polimerowych, posiadających różny skład chemiczny o jednokowej zawartości wypełniacza w postaci proszku ferromagnetycznego, ponadto określenie wpływu składu chemicznego otrzymanych kompozytów na właściwości magnetyczne.

### 2. MATERIAŁY I METODYKA BADAŃ

Materiał badawczy otrzymano z masywnego stopu o składzie chemicznym  $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$ , który poddano niskoenergetycznemu rozdrobnieniu, następnie poddano analizie sitowej na zestawie sit o gradacji: 20-50  $\mu m$ , 50-100  $\mu m$  oraz 100-200  $\mu m$ . Każda z przesianych frakcji została połączona klejem Epidian 100 o następującym udziale wagowym: 95% proszków szkieł metalicznych oraz 5% żywicy epoksydowej. Przygotowane próbki poddano prasowaniu przy użyciu prasy hydraulicznej o ciśnieniu prasowania 5 MPa w czasie 20 s. W ten sposób otrzymane próbki w postaci walców o średnicy 5 mm i wysokości 3 mm poddano procesowi wygrzewania w temperaturze 160°C w czasie 2h.

Mikrostrukturę wytworzonych kompozytów zbadano przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego BRUKER model ADVANCE D8, który wyposażony był w lampę o anodzie miedzianej. Próbki kompozytowe naświetlano promieniami rentgenowskimi w zakresie kąta  $2\theta$  od 30° do 120° o kroku pomiarowym wynoszącym 0,02° i czasie naświetlania 2s. Zdjęcia powierzchni kompozytów wykonano przy użyciu mikroskopu metalograficznego Axiovert. Właściwości magnetyczne badanych kompozytów przeprowadzono na podstawie analizy pętli histerezy, którą wykonano przy zastosowaniu magnetometru wibracyjnego firmy Lake Shore, który pracował w polu magnetycznym o natężeniu do 2 T.

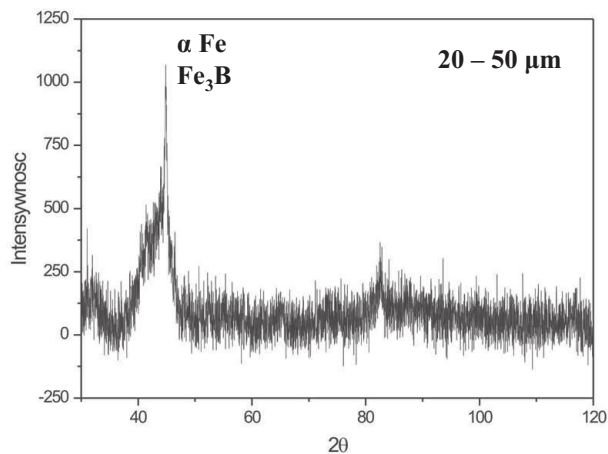
Badania przedstawione w niniejszej pracy przeprowadzono w temperaturze pokojowej dla kompozytów utwardzonych w stosunku wagowym: 95% metaliczne cząstki i 5% żywicy epoksydowej.

### 3. WYNIKI BADAŃ

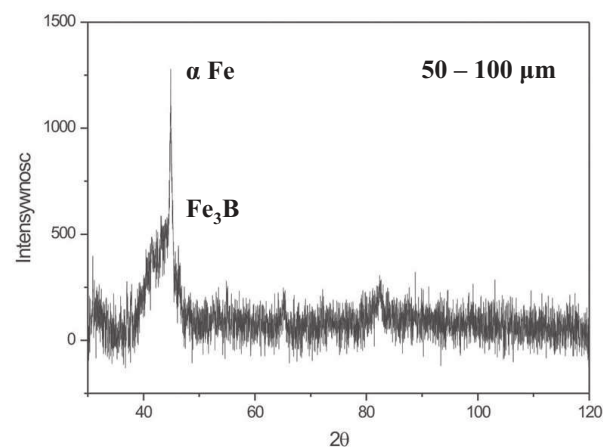
Na rysunkach 1÷3 przedstawiono dyfraktometry rentgenowskie uzyskane dla próbek kompozytowych o następujących frakcjach: 20-50  $\mu m$ , 50-100  $\mu m$  oraz 100-200  $\mu m$ .

Na podstawie uzyskanych dyfraktogramów (Rys. 1÷3) rozpoznano następujące fazy krystaliczne:  $\alpha$  Fe oraz  $Fe_3B$ . Na dyfraktogramach widoczne są piki dla faz krystalicznych. Może to oznaczać, że podczas niskoenergetycznego rozdrabniania masywnych stopów doszło do częściowej bądź całkowitej krystalizacji. Strukturę powierzchni każdej z frakcji otrzymanych kompozytów przedstawiono na rysunkach 4÷6.

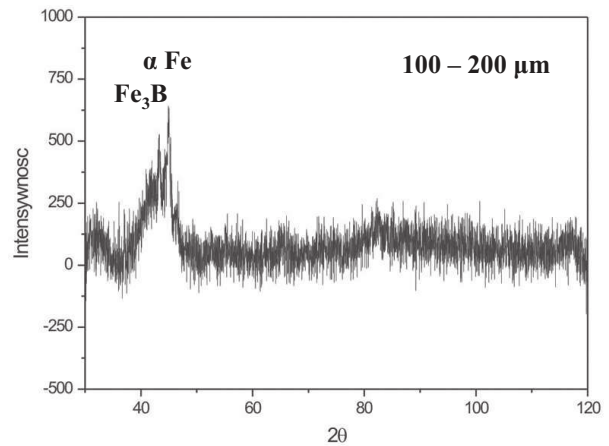
Styczne pętle histerezy magnetycznej zmierzone dla kompozytów składających się z proszków stopu  $Fe_{67}Co_{10}Ni_1W_2B_{20}$  i żywicy Epidian 100 zostały przedstawione na rysunkach 7÷9. Analizując otrzymane pętle histerezy dla badanych kompozytów można było odczytać parametry, które przedstawiono w tabeli 1.



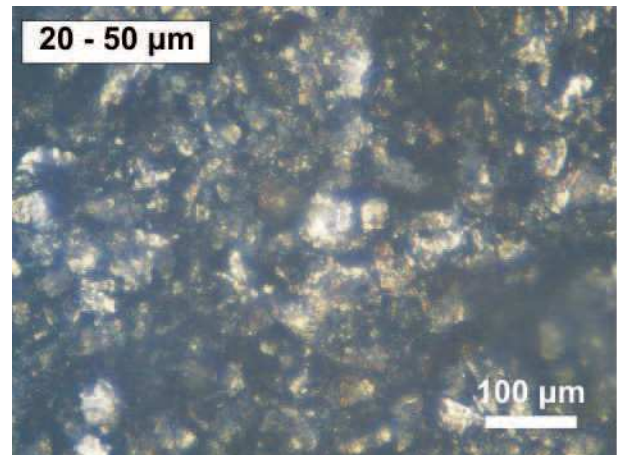
Rys. 1. Obraz dyfrakcji rentgena uzyskany dla badanych kompozytów o frakcji zbrojenia 50-100  $\mu m$



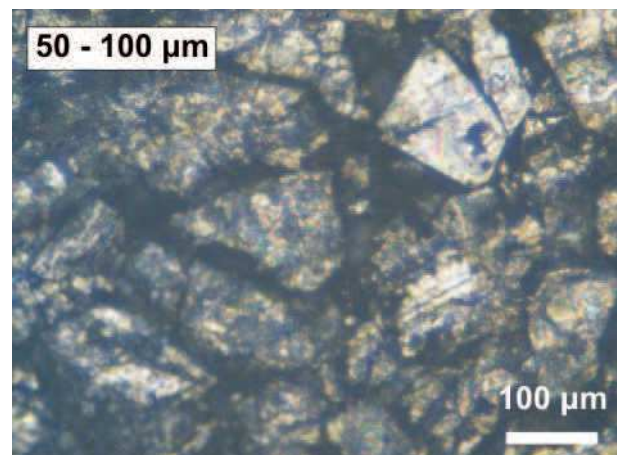
Rys. 2. Obraz dyfrakcji rentgena uzyskany dla badanych kompozytów o frakcji zbrojenia 100-200  $\mu m$



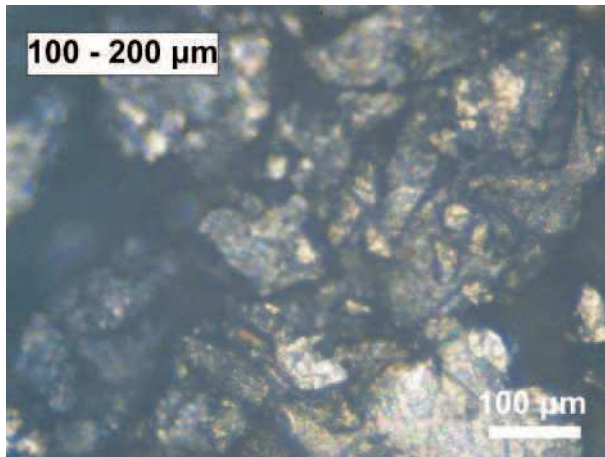
Rys. 3. Obraz dyfrakcji rentgena uzyskane dla badanych kompozytów o frakcji 100-200  $\mu m$



Rys. 4. Obraz mikroskopowy powierzchni kompozytu o frakcji zbrojenia 20-50  $\mu m$ , pow.  $\times 200$



Rys. 5. Obraz mikroskopowy powierzchni kompozytu o frakcji zbrojenia 50-100  $\mu m$ , pow.  $\times 200$

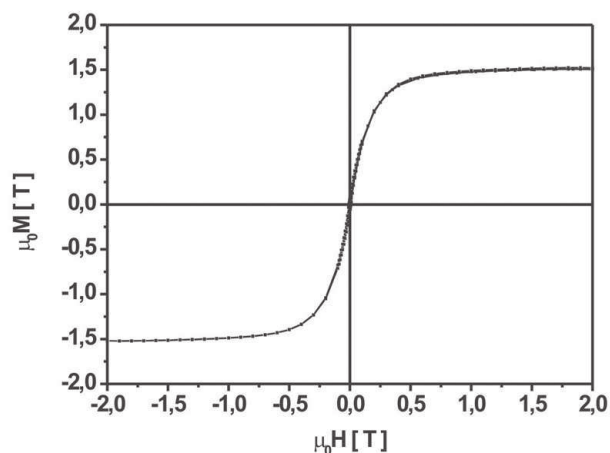


Rys. 6. Obraz mikroskopowy powierzchni kompozytu o frakcji zbrojenia 100-200  $\mu\text{m}$ , pow.  $\times 200$

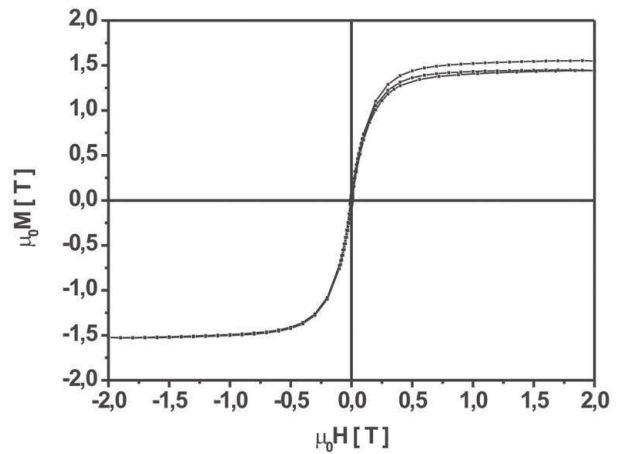
Tab. 1. Zestawienie parametrów magnetycznych wyznaczonych ze statycznych pętli histerezy

Nr	Próbka	$\mu_0 M_s$ [T]	$H_c$ [A/m]
1	Kompozyt o frakcji 20-50 $\mu\text{m}$	1,51	5240,07
2	Kompozyt o frakcji 50-100 $\mu\text{m}$	1,54	4606,45
3	Kompozyt o frakcji 100-200 $\mu\text{m}$	1,70	4284,07

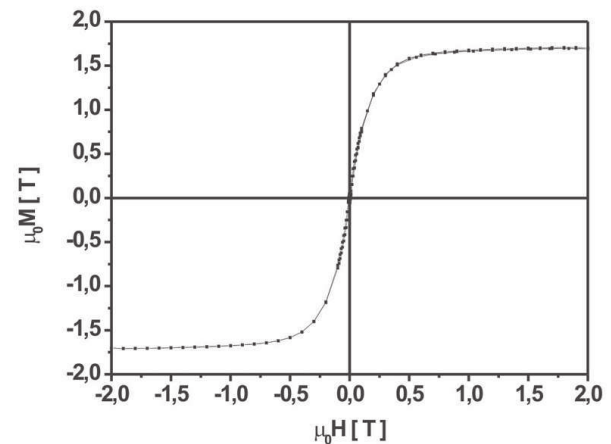
Na podstawie danych zebranych w tabeli 1 można zauważyć, że nastąpił wzrost wartości magnetyzacji nasycenia wraz ze wzrostem frakcji z 1,51 T dla kompozytu o frakcji zbrojenia 20-50  $\mu\text{m}$  do 1,70 T dla kompozytu o frakcji zbrojenia 100-200  $\mu\text{m}$ . Również zaobserwowano obniżenie wielkości pola koercji wraz ze zwiększeniem wielkości frakcji zbrojeń kompozytów. Dla kompozytu o najmniejszej frakcji zbrojenia (20-50  $\mu\text{m}$ ) pole koercji wynosi 5240,07 A/m, natomiast dla kompozytu o frakcji 100-200  $\mu\text{m}$  wynosi 4284,07 A/m.



Rys. 7. Statyczna pętla histerezy dla kompozytu w postaci pastylki o frakcji zbrojenia 20-50  $\mu\text{m}$



Rys. 8. Statyczna pętla histerezy dla kompozytu w postaci pastylki o frakcji zbrojenia 50-100  $\mu\text{m}$



Rys. 9. Statyczna pętla histerezy dla kompozytu w postaci pastylki o frakcji zbrojenia 100-200  $\mu\text{m}$

### 3. WNIOSKI

Wytworzone materiały kompozytowe złożone z proszków stopu  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{10}\text{Ni}_1\text{W}_2\text{B}_{20}$  oraz osnowy z żywicy Epidian 100 nie gwarantują dobrych właściwości magnetycznych, które są wymagane od materiałów wykorzystywanych do budowy energooszczędnych rdzeni transformatorowych. Jednak pomimo tego należy przeprowadzić szereg badań nad tą grupą materiałów, ponieważ cechują się niskim kosztem wytwarzania oraz łatwością formowania. Dalsze badania prowadzone na zaproponowanym składzie stopu będą poszerzone o zmianę zawartości wagowej metalicznego proszku i żywicy epoksydowej.

Na podstawie badań rentgenowskich dla materiałów kompozytowych o różnych frakcjach wypełniacza wykryto następujące fazy:  $\alpha\text{-Fe}$  oraz  $\text{Fe}_3\text{B}$ . Pomimo zastosowania metody wtlaczania, która polega na wtlaczaniu ciekłego stopu do miedzianej formy chłodzonej wodą, w której zazwyczaj otrzymuje się stopy amorficzne,

umożliwiającej wytworzenie szkieł metalicznych będących wypełniaczem analizowanych kompozytów, nie udało się uzyskać struktury amorficznej.

Na podstawie badań magnetycznych kompozytów o różnych frakcjach można stwierdzić, że wraz ze wzrostem wielkości frakcji proszku następuje wzrost magnetyzacji nasycenia. W przypadku pola koercji badanych materiałów można zaobserwować, iż wraz ze wzrostem wielkości frakcji zbrojenia kompozytów zmniejsza się pole koercji.

#### LITERATURA

- [1] Nabałek M., Właściwości magnetyczne i mikrostruktura kompozytów wytworzonych na bazie amorficznego stopu  $Fe_{60}Co_{10}Y_8Zr_1B_{20}$  spajanego żywicą epoksydową, *Przetwórstwo Tworzyw Sztucznych* 1, 2014.
- [2] Ziębowicz B., Szewieczek D., Nanokompozyty polimerowe z udziałem nanokrystalicznych proszków stopów o osnowie Fe magnetycznie miękkich, *Przetwórstwo Tworzyw Sztucznych* 6, 2011.
- [3] Nowosielski R., Griner S., Wnuk I., Sakiewicz P., Gramatyka P., Ferromagnetyczne kompozytowe rdzenie nanokrystaliczne, 12th International Scientific Conference Achievements in Mechanical&Materiale Engineering, Gliwice.
- [4] Ławecka M., Leonowicz M., Kopcewicz M., Ślawska-Waniewska A., Kozubowski J., Dzhardimalieva G. I., Rpsneberg A. S., Pomogailo A., Struktura kompozytu polimer-nanocząstka o właściwościach ferromagnetycznych, *Kompozyty*, Nr 2, 2002.