

Осердя з порошкових матеріалів

Артем Терейковський, директор, ТОВ «НВП АСТЕРА»

E-mail: ferrite@ukr.net

Вважається, але не доведено, що найбільша кількість однакових куль може бути розміщена всередині куба за об'ємноцентричного заповнення [48], за якого щільність пакування досягає 74% (рис. 14). Оскільки форма магнітних частинок магнітно-м'яких порошкових матеріалів (МПМ) рідко буває ідеально сферичною, а частину простору між ними займає діелектрик, відносна густина матеріалу з однорідних частинок виявляється ще меншою.

Сузукі (Suzuki) та співавтори [49] дійшли висновку, що щільність пакування можна збільшити, заповнивши порожнечі між великими елементами за допомогою дрібних елементів. У МПМ додавання дрібних магнітних частинок до основного порошку дає змогу збільшити відносну густину матеріалу. Як «наповнювач» застосовують дрібнодисперсні порошки, наприклад, карбонільне залізо (*Carbonyl Iron Powder, CIP*), а також наночастинки заліза та різних сплавів. МПМ, що складаються з двох або більше різних магнітних матеріалів і одного або більшої кількості діелектриків та сполучних речовин, називають **композитними**. Що більша відносна густина МПМ, то менша величина розподіленого зазору, вища проникність і нижчі втрати.

ЧАСТИНКИ ВЕЛИКІ, ЧАСТИНКИ МАЛЕНЬКІ

У формованих дроселях обмотка розташовується всередині об'єму магнітного матеріалу (рис. 5), що вимагає певних властивостей МПМ. Насамперед, необхідні тиск преса і температура відпалу не повинні пошкоджувати провідники та їхню ізоляцію. Це можливо, якщо вихідний матеріал має високу насипну щільність і високу плинність. Важливо, щоб порошок не намагався «пружинити» і повертати первісний об'єм після зняття тиску.

Недорогий сплав Fe-Si-Cr широко застосовується для виробництва мініатюрних індуктивних елементів, що використовуються в мобільних телефонах, ноутбуках, мережевому обладнанні тощо, але він має «слабку» DCB-характеристику¹ і значні втрати на високих частотах. Вирішити цю проблему допомагають композитні МПМ на основі Fe-Si-Cr.

Залежності характеристик композитних матеріалів від параметрів їхніх компонентів наочно продемонстровано в роботі [50]. Автори порівняли параметри осердь, виготовлених із карбонільного заліза (CIP), «чистого» Fe-Si-Cr і відпаленого Fe-Si-Al, а також з їхніх бінарних сумішей. Порошок Fe-Si-Cr отримали методом водяної атомізації (Water Atomization, WA), тому частинки мали нерегулярну форму. Порошок Fe-Si-Al, отриманий методом газової атомізації (Gas Atomization, GA), піддали спеціальному відпалу за температури 550 °C. Такий відпал сприяє утворенню нанокристалічних структур у частинках, що значно знижує втрати в матеріалі [51]. Частинки карбонільного заліза були фосфатовані (див. розділ Діелектрики) методом «мокрої хімії», описаним у [52]. Після фосфатації дрібні частинки CIP не пошкоджують більші частинки в суміші під час пресування.

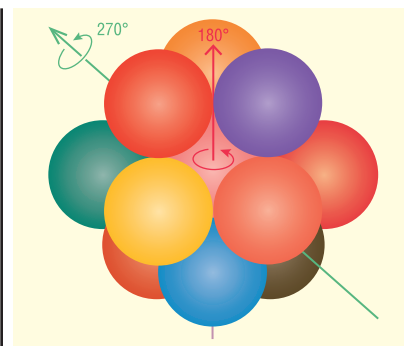


Рис. 14. Схема об'ємноцентричного розташування куль

Середні розміри частинок Fe-Si-Cr, CIP і відпаленого Fe-Si-Al склали 9,4, 4,4 і 9,1 мкм відповідно. У таблиці 1 наведені значення абсолютної та відносної густини МПМ після формування осердь при 600 МПа і відпалі при 150 °C, а також їхня проникність.

Карбонільне залізо не є сплавом, тому має найменшу твердість і легко ущільнюється при стисненні. З цієї причини густина спресованого карбонільного заліза виявилася найвищою. Хоча відпалений Fe-Si-Al має високу плинність (і насипну щільність) завдяки сферичності його частинок, він майже не деформується під час стиснення, перешкоджаючи тим самим механічному зчепленню частинок. В результаті, при знятті тиску преса ефект пружності прагне повернути порошок до первісного стану, зменшуючи тим самим густину і проникність матеріалу. Через цю особливість порошки з нанокристалічними структурами застосовуються здебільшого у складі композитів з іншими сплавами заліза.

¹ DCB-характеристика — Direct Current Bias — стійкість до підмагнічування постійним струмом.

Таблиця 1. Густина, відносна густина і проникність CIP, Fe-Si-Cr і відпаленого Fe-Si-Al

Зразок	Густина (відносна густина)	Проникність
CIP	6.2 г/см ³ (92.4%)	27.3
Fe-Si-Cr	5.9 г/см ³ (87.0%)	31.0
Відпалений Fe-Si-Al	4.9 г/см ³ (79.2%)	23.4

* Продовження. Початок див. CHIP NEWS, № 5 2023, № 1 2024.

Таблиця 2. Густина, відносна густина і проникність МПМ з бінарних сумішей 50:50 в вагових %

Зразок	Густина (відносна густина)	Проникність
СІР і Fe-Si-Cr	6.0 г/см ³ (88.9%)	31.9
СІР і відпалений Fe-Si-Al	6.0 г/см ³ (93.2%)	35.3
Fe-Si-Cr і відпалений Fe-Si-Al	5.8 г/см ³ (89.6%)	34.7

Хоча СІР має найбільшу густину, проникність МПМ з Fe-Si-Cr все ж вища. Це пояснюється тим, що під час пресування в частинках СІР виникає велика кількість розломів, які призводять до значної пластичної деформації та знижують проникність МПМ.

У таблиці 2 наведено значення густини, відносної густини і проникності МПМ з бінарних сумішей СІР, Fe-Si-Cr і відпаленого Fe-Si-Al. Примітно, що найвища відносна густина 93.2% виявилася в суміші карбонільного заліза і відпаленого Fe-Si-Al, кожен з яких окремо поступився Fe-Si-Cr (табл. 1). Це пояснюється хорошою стисливістю карбонільного заліза, завдяки якій частинки СІР ефективно заповнюють проміжки між частинками Fe-Si-Al, що не деформуються.

Незначне збільшення відносної густини суміші Fe-Si-Cr і СІР з 87.0% до 88.9% пояснюється тим, що частинкам карбонільного заліза складно рівномірно заповнити неоднорідні проміжки між частинками Fe-Si-Cr нерегулярної форми.

Хоча розміри частинок Fe-Si-Cr і Fe-Si-Al приблизно однакові, їхня суміш несподівано показала збільшення відносної густини порівняно з кожним із порошків окремо. Ефект пояснюється збільшенням плинності Fe-Si-Al унаслідок відпалу, що дає змогу частинкам Fe-Si-Al краще розподілятися в об'ємі матеріалу і заповнювати проміжки між частинками Fe-Si-Cr під час пресування.

Завдяки різним механічним властивостям порошків, кожна з бінарних сумішей забезпечила вищу відносну густину і проникність МПМ, ніж будь-який із компонентів окремо.

Незважаючи на інтенсивне вивчення обох матеріалів, лише кілька робіт описують параметри композитів Fe-Si-Cr@СІР, наприклад, [53]. Автори досліджували властивості композиту Fe-Si-Cr@СІР (середні розміри частинок — 11 і 3 мкм) з 10%, 20%, 30% і 40% масових часток СІР. Були вивчені ефективна проникність, DCB-характеристика і загальні втрати в МПМ залежно від пропорції компонентів.

Завдяки значній масовій частці заліза, СІР має високу індукцію насичен-

ня. Його питомий опір нижчий, ніж у Fe-Si-Cr, проте сумарні втрати обох матеріалів приблизно однакові через малі розміри частинок СІР. Найбільша проникність композита була зафіксована для СІР з масовою часткою не більше 10%, але найкраще поєднання параметрів відзначалося за 20% і 30%. Додавання 30% забезпечило стабільну ефективну проникність ($\mu_e = 31$) на частотах аж до 1 МГц. DCB-характеристика композиту покращилася на 78%, а загальні втрати знизилися на 15% до значення 1 684 мВт/см³ (за 0.05 Т, 250 кГц) порівняно з «чистим» Fe-Si-Cr.

Хоча за основними параметрами Fe-Si-Cr поступається Fe-Si-Al, у складі композитів він забезпечує потрібний баланс між проникністю, загальними втратами і DCB-характеристикою [54]. Fe-Si-Cr@СІР вважається оптимальним варіантом для виробництва формованих дроселів (рис. 5). На даний час розробляються МПМ на основі Fe-Si-Cr для осердя загального призначення.

У [55] було досліджено композицію нанокристалічного порошку Fe-Si-Cr і наночастинок Fe-Ni. Наночастинки виготовили технологічно простим, екологічно чистим і дуже енергоефективним методом імпульсного випаровування (*Pulsed Wire Evaporation, PWE*). Суть методу полягає в пропущенні імпульсу струму великої сили через провідник, внаслідок чого провідник миттєво випаровується. Унаслідок взаємодії утвореної гарячої плазми та охолоджувального газу формуються наночастинки однакового діаметру в оболонці з оксидів, що значно збільшує їхній питомий опір.

Мікрочастинки Fe-Ni мають низьку коерцитивну силу H_c , але у наночастинок вона істотно вища. При зменшенні розміру до 76 нм і менше, порошок Fe-Ni у слабких магнітних полях пово-

диться як суперпарамагнетик [56, 57], тобто скоріше як однодомenna структура, ніж мультидомenna [58]. Частинки Fe-Si-Cr більші за розміром, їхня коерцитивна сила менша, а намагніченість насичення вища завдяки більшій частці заліза, що входить до складу сплаву. Як і в розглянутих вище прикладах, характеристики композиту Fe-Si-Cr@(Fe-Ni)_{нано} істотно відрізняються від параметрів його компонентів.

Для порівняння були виготовлені зразки осердя із «чистого» Fe-Si-Cr (метод GA, <25 мкм), а також із сумішей 10%, 20%, 30% і 40% масового вмісту наночастинок Fe-Ni (70 нм). Методи GA і PWE забезпечили відмінну сферичність форми частинок обох порошків. Як сполучну речовину застосували епоксидну смолу.

Дійсна частина проникності композиту різко зросла з додаванням 10% наночастинок, однак, зі збільшенням їхньої частки з 10% до 40%, проникність знижувалася (рис. 15б). При 40% вона виявилася навіть нижчою, ніж у «чистого» Fe-Si-Cr. З іншого боку, уявна частина проникності зростала зі збільшенням вмісту наночастинок. Оцінити ефективність силового дроселя можна за допомогою коефіцієнта добротності матеріалу осердя, фізичний сенс якого полягає у відношенні накопиченої в матеріалі енергії до розсіюваної. Іншими словами, коефіцієнт добротності обернено пропорційний тангенсу кута магнітних втрат:

$$Q = \frac{\mu'}{\mu''} = \frac{1}{\tan \delta} \quad (6)$$

У зразків із 30% та 40% наночастинок добротність виявилася меншою, а резонансна частота — вищою завдяки відносно високій μ'' у діапазоні низьких та середніх частот (рис. 15а).

У таблиці 3 наведено характеристики композитів Fe-Si-Cr@(Fe-Ni)_{нано} залежно від вмісту наночастинок².

На рисунку 16 наведено залежності загальних втрат P_{cv} композиту Fe-Si-

² Виміряно за допомогоюю Hewlett Packard 4294А на частоті 1 МГц

Таблиця 3. Характеристики композитів Fe-Si-Cr@(Fe-Ni)_{нано}

@ 1 МГц	ρ_r , г/см ³	μ' , Гн/м	μ'' , Гн/м	Q
0%	4.646	18.715	0.597	31.362
10%	5.601	26.598	0.737	36.110
20%	5.304	24.758	0.769	32.213
30%	5.100	20.399	6.801	11.848
40%	4.601	17.183	5.124	11.676

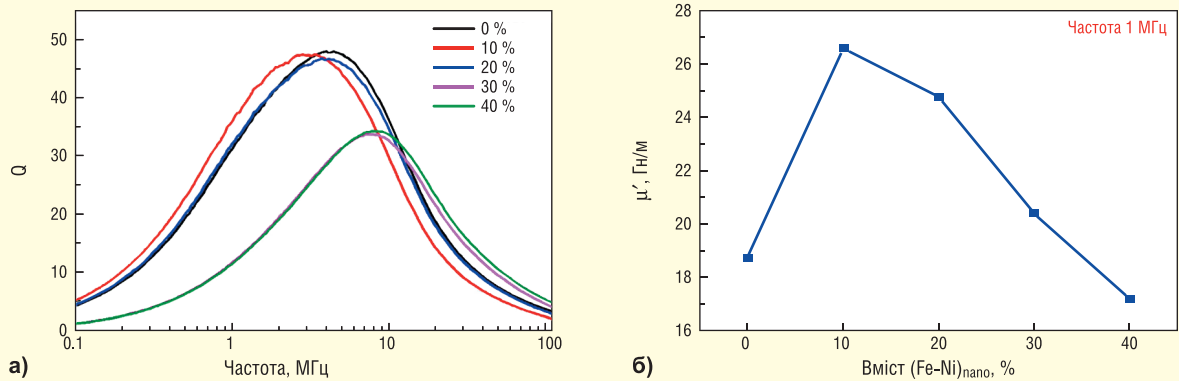


Рис. 15. Залежність добротності композитів Fe-Si-Cr@(Fe-Ni)_{нано} від частоти, діапазон 100 кГц – 100 МГц (а); дійсна частина проникності зразків із різним вмістом (Fe-Ni)_{нано} (б)

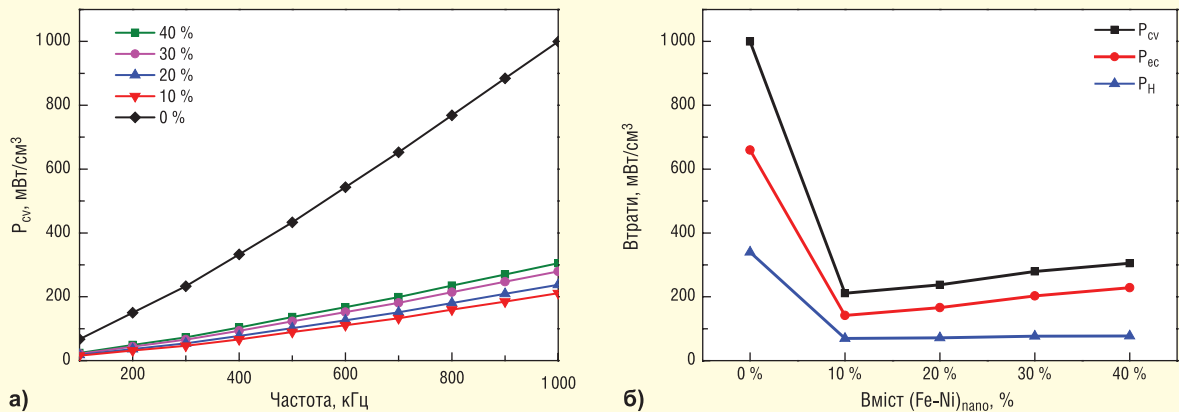


Рис. 16. Залежності загальних втрат P_{cv} композиту Fe-Si-Cr@(Fe-Ni)_{нано} від частоти (а) і залежність складових втрат від масової частки наночастинок (б)

Cr@(Fe-Ni)_{нано} від частоти і залежність складових втрат від масової частки наночастинок.

Найбільша відносна густина (77.24%), найвища проникність на частоті 1 МГц і мінімальні загальні втрати (210.88 мВт/см³) виявилася у зразка із вмістом 10% наночастинок. Порівняно з «чистим» Fe-Si-Cr, втрати зменшилися на 78.91%. Отримані результати підтверджують зворотну залежність втрат від відносної густини та проникності МПМ.

Чжао (Zhao) і співавтори [59] модифікували поверхню сферичних частинок Fe-6.5Si таким чином, щоб забезпечити максимальну адгезію наночастинок Fe-Ni. Завдяки високій плинності, наночастинок ефективно заповнили проміжки між частинками Fe-6.5Si, що забезпечило високу густину матеріалу після пресування. Усі тестові зразки показали значне покращення характеристик композиту Fe-6.5Si@(Fe-Ni)_{нано} порівняно з «чистим» Fe-6.5Si. Найкраще поєднання параметрів відзначено за 15% вмісту наночастинок, за якої μ_e збільшилася на 43.8%, а втрати знизилася на 22.1%.

ДИЕЛЕКТРИКИ

Як випливає з формули (3), чим менша відстань між магнітними частинками в МПМ, тим вища його ефективна проникність μ_e . Простір між магнітними частинками заповнюється діелектриком та/або сполучною речовиною, як правило, з немагнітними властивостями. В ідеальному випадку, об'єм ізоляційного матеріалу зменшується до дуже тонкого шару, що рівномірно покриває кожну магнітну частинку. Для цього діелектрик повинен мати високий питомий опір та високу адгезію до поверхні частинок.

Усе різноманіття застосовуваних діелектриків можна розділити на дві основні групи — органічні та неорганічні.

Органічні діелектрики, завдяки високій плинності, рівномірно покривають частинки порошку, що дає змогу отримувати тонкий шар і високу відносну густину МПМ, але термостійкість таких діелектриків рідко перевищує 500 °С. Більшість МПМ вимагають відпалу осердь за температур від 600 °С і вище, за яких традиційні органічні діелектрики (епоксидні смоли, фенольні смоли, силіконові смо-

ли, парилени та ін.) руйнуються. До того ж, вони мають погану стабільність вище 200 °С, що перешкоджає тривалій роботі осердь при таких температурах.

Загальним недоліком неорганічних діелектриків є їхня схильність до стиснення в процесі відпалу, що може призвести до появи тріщин і навіть до відлущування покриття з поверхні частинок. Тому були розроблені комбіновані органічно-неорганічні діелектрики, наприклад, епоксидні та фенолформальдегідні смоли, модифіковані наночастинами сполук кремнію або бору [60, 61], а також оксиду заліза Fe₃O₄. Ці та інші наповнювачі підвищують механічну міцність діелектрика, забезпечують кращу стабільність форми та лінійних розмірів осердя після відпалу [62].

Непогані результати отримали Х. Лу (H. Lu) і співавтори [63], застосувавши арилацетиленову смолу (PSA), що містить полісилікон, яка є гібридною органічно-неорганічною сполукою. PSA забезпечує високий опір, відмінну температурну стабільність і високу адгезію. Для порівняння параметрів діелектриків зразки осердь були виготовлені з Fe-Si-Al

(метод GA, 45 мкм) з додаванням епоксидної смоли, силіконової смоли та PSA. В усіх випадках PSA продемонструвала значну перевагу перед іншими смолами.

Що вища температура відпалу (до певної межі), то менше осередків залишкових мікронапружень у МПМ і тим нижчі втрати на гістерезис. Термостійкість PSA дала змогу провести відпал при більш високій температурі, ніж допускають епоксидна і силіконові смоли, внаслідок чого проникність осердь незначно збільшилася. Така зміна пояснюється частковим руйнуванням PSA, внаслідок якої зменшилася частка немагнітної складової МПМ.

Зі збільшенням масової частки немагнітного діелектрика **ефективна проникність** МПМ незначно знизилась, але покращилась частотна стабільність параметрів. Додавання 2% PSA і відпал осердя при 700 °C протягом 1 години забезпечили найкращі в групі зразків характеристики: $P_{cv} = 184$ мВт/см³ (за 0.1 Т, 50 кГц), $\mu_e = 96$.

Фосфатні покриття забезпечують оптимальний баланс необхідних параметрів, але вони також руйнуються при температурах вищих за 500 °C [64, 65]. Зазвичай фосфатування проводять методом занурення або розпилення агента, в якості якого виступає фосфорна кислота H_3PO_4 або фосфат цинку $Zn_3(PO_4)_2$. Останній забезпечує товстий ізоляційний шар. Для покращення параметрів фосфатів у них вводять додаткові елементи, наприклад, катіони Mg^{2+} , Y^{3+} , Sr^{2+} [66]. Хуанг (Huang) і співавтори [67], а також Копелович (Kopeliovich) [68] описали методи нанесення фосфатних покриттів на порошки хімічно чистого заліза та Fe-Si-Al. У другому випадку в покритті переважав $AlPO_3$, який легко розпадається до Al_2O_3 під час відпалу. Заміщення фосфатів оксидами сприяє подальшому зростанню опору діелектрика.

Деякі порошкові матеріали з фосфатним покриттям частинкою потребують високого тиску преса при формуванні осердь, до 2000 МПа і більше, що ускладнює застосування фосфатованих МПМ при масовому виробництві осердь.

Порівняно з фосфатами, **оксиди** мають кращу температурну стабільність. Покриття з оксидів наносяться методами як сухої, так і мокрої хімії [69]. Застосовуються в основному SiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , Cr_2O_3 , TiO_2 , MgO та оксиди заліза. Для нанесення SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 та MgO використовують відносно простий золь-гель метод [70]. Діоксид кремнію SiO_2 широко застосовується як діелектрик завдяки високому питомому опору та значній механічній міцності. Оксид алюмінію Al_2O_3 , отриманий золь-гель методом з прожарюванням за 1100 °C, забезпечує високі значення електричного опору, теплопровідності та термостійкості, тому дедалі більше виробників порошків осердь розробляють власні технології нанесення Al_2O_3 на поверхні магнітних частинок МПМ [71].

Дисульфід молібдену MoS_2 , широко відомий як присадка до моторних мастил, виявився чудовим діелектриком для магнітних частинок завдяки стійкості до корозії та окислення, а також високому питомому опору і відмінним змащувальним властивостям [72, 73]. Особливістю цього напівпровідникового матеріалу є будова кристалічної решітки. Атоми S-Mo-S, що чергуються, утворюють шари з міцним зв'язком між атомами, але слабким зв'язком між шарами [74], завдяки чому шари легко розділяються. Подрібнення MoS_2 дає порошок у вигляді мікроскопічних лусочок завтовшки всього кілька нм, які легко прилипають до поверхні магнітних частинок і покривають їх рівномірним шаром.

С. Дж. Чжу (S.J.Zhu) і співавтори [75] досліджували властивості композиту Fe-Si-Al@ MoS_2 . Початкову сировину MoS_2 подрібнили до лусочок з розміром близько 14 мкм за допомогою

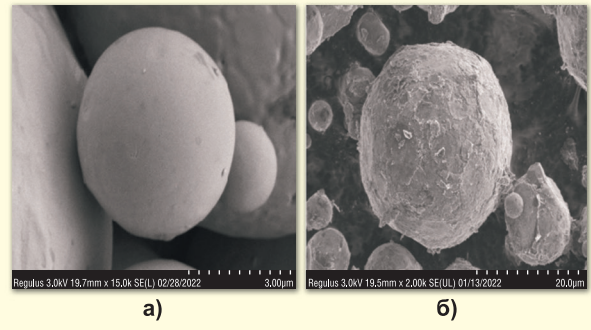


Рис. 17. Частинка порошку Fe-Si-Al, отриманого методом газової атомізації (GA) (а); частинка Fe-Si-Al, вкрита «пластівцями» MoS_2 (1% маси) (б)

високошвидкісного кульового млина, після чого суміші Fe-Si-Al (метод GA, 20 мкм) з домішками 1%, 2% і 3% масової частки MoS_2 піддали додатковому обробленню в низькошвидкісному кульовому млині. Дослідження поверхонь отриманих частинок показало рівномірне покриття Fe-Si-Al пластівцями MoS_2 і відсутність хімічної реакції між ними (рис. 17б). Як зв'язувальну речовину додали 0.7% масової частки модифікованої силіконом епоксидної смоли. Зразки сформували за тиску 1800 МПа і відпалили у вакуумній печі за 710 °C.

Зі збільшенням вмісту MoS_2 з 1% до 3% ефективна проникність МПМ знижувалася, але залишалася досить високою за рахунок низьких втрат на гістерезис. Динамічні втрати композиту знизилися приблизно на 25% порівняно з контрольним зразком без MoS_2 , а частота релаксації перевищила 1 МГц, що дає змогу застосовувати матеріал на високих частотах.

Щоб досягти необхідної густини деяких МПМ, наприклад, на основі Fe-6.5Si, необхідно розвивати тиск преса 1200–2000 МПа. Особливості кристалічних решіток SiO_2 , Al_2O_3 , MgO та їхня крихкість призводять до деформації покриття частинок за високого тиску, що робить ці діелектрики малопридатними для ізоляції Fe-6.5Si. З часом і під впливом експлуатаційних чинників властивості перелічених вище та інших немагнітних діелектриків, наприклад, ZrO_2 , AlN , Cr_2O_3 , TiO_2 , поступово деградують, що призводить до погіршення параметрів осердь (ефект старіння). Немагнітні діелектрики знижують проникність МПМ і максимальну індукцію в матеріалі. Тому найперспективнішими вважаються неорганічні діелектрики, що мають магнітні властивості, та такі, які формуються безпосередньо на поверхні частинок МПМ методом оксидації або селективної азотизації. Залежно від методу оксидації, одним з отриманих оксидів буде Fe_2O_3 або Fe_3O_4 . За необхідності, обидва ці оксиди легко перетворюються на ферит.

Згадані вище оксиди SiO_2 , Al_2O_3 мають чудові діелектричні властивості. У оксидів заліза ці властивості гірші, але залізо, що входить до їхнього складу, є феромагнетиком. В [76] описано технологію, яка дає змогу використовувати корисні властивості всіх трьох сполук одночасно. Автори досліджували залежність параметрів композиту Fe-Si-Al@ Fe_2O_3 від масової частки Fe_2O_3 . На першому етапі суміш порошків було піддано 8-годинній обробці в кульовому млині. Контрольні знімки зафіксували рівномірне покриття магнітних частинок наночастинками Fe_2O_3 . Після відпалу за методом SPS (*Spark Plasma Sintering*, іскро-плазмове спікання) [77, 78], композит Fe-Si-Al@ Fe_2O_3 трансформувався в частки, вкриті подвійною «шкаралупою», внутрішній шар якої складався із силіциду заліза Fe_3Si з домішкою Fe_3O_4 , а зовнішній — з Al_2O_3 і SiO_2 .

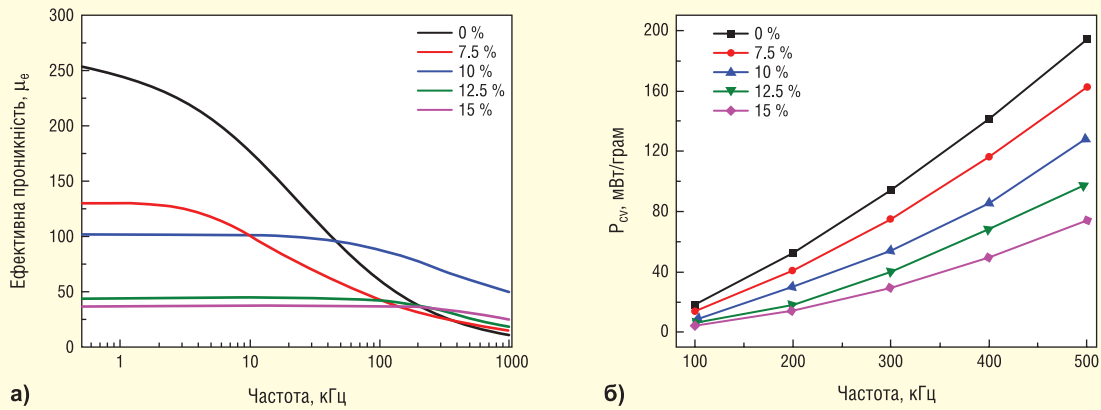


Рис. 18. Залежність ефективної проникності $\text{Fe}_3\text{Si@Al}_2\text{O}_3$ від вмісту Fe_2O_3 і частоти (а); залежність загальних втрат $\text{Fe}_3\text{Si@Al}_2\text{O}_3$ від вмісту Fe_2O_3 і частоти (б)

Зі збільшенням частки Fe_2O_3 товщина обох шарів збільшувалася завдяки утворенню додаткових кількостей Al_2O_3 і Fe_3Si . Немагнітний Al, вступаючи в реакцію з Fe_2O_3 , вивільняє атоми заліза, яке переходить у фазу Fe_3Si . Частина Fe_2O_3 , що залишилася, реагує з Si з утворенням SiO_2 і вільного заліза, яке значно покращує основні магнітні характеристики МПМ. Хоча Al_2O_3 та SiO_2 трохи знижують намагніченість насичення і збільшують коерцитивну силу МПМ, феромагнітні властивості Fe_3Si і Fe компенсують вплив оксидів. Як видно з рисунку 18 загальні втрати в композиті та його проникність знижуються зі збільшенням масової частки Fe_2O_3 , при цьому покращується частотна стабільність параметрів. Додавання 10% Fe_2O_3 забезпечує відносно високу проникність МПМ у широкому діапазоні частот.

У розглянутому вище прикладі оксид заліза було додано як один із компонентів МПМ, але його можна сформувати безпосереднім окисдуванням поверхонь магнітних частинок. У [79] було отримано композитне покриття частинок Fe-6.5Si, що складається із силікату залі-

за Fe_2SiO_4 і наночастинок заліза, з використанням методу SPS [77]. На першому етапі на поверхні частинок Fe-6.5Si в результаті реакції між Fe і $\text{H}_2\text{O}/\text{O}_2$ формується рівномірна оксидна плівка Fe_2O_3 , товщина якої пропорційна тривалості реакції. Після спікання оксидна плівка трансформується в композитне покриття, яке складається з Fe_2SiO_4 , що має прекрасні діелектричні властивості, і наночастинок заліза. Однак, надлишкове окислення призводить до зменшення максимальної індукції в МПМ і до зростання динамічних втрат внаслідок зниження питомого опору. За оптимальної товщини шару Fe_2O_3 вдалося забезпечити індукцію насичення 1.66 Т і загальні втрати близько 644 мВт/см^3 (за 0.1 Т, 50 кГц).

Простий, ефективний і екологічний спосіб покращення параметрів осердя з порошкового заліза (*Iron Powder*) запропонували Дж. Лі (J. Li) та співавтори [80]. На першому етапі порошок відновленого заліза (75 мкм) піддали відпалу за температури 250–300 °C у повітряному середовищі, внаслідок чого на поверхні частинок сформувалася

міцна «шкаралупа» з оксиду Fe_3O_4 . Замість зв'язувальної речовини до отриманого композиту $\text{Fe@Fe}_3\text{O}_4$ додали невелику кількість антиадгезійного агента (стеарату цинку). Осердя сформували під тиском 800...1200 МПа і відпалили при різних температурах 400–650 °C в азотному середовищі. Найкраща стабільність проникності та задовільні втрати виявилася у зразків, відпалених за 450 °C з порошку, який був окисдований за 250 °C. На рисунку 19 наведено частотні залежності початкової проникності та загальних втрат у МПМ із порошків, відпалених за різних температур.

Наночастинки феритів мають кращі, ніж у оксидів, діелектричні та магнітні властивості, тому їх дедалі частіше застосовують як покриття магнітних частинок МПМ. Вонг (Wang) і співавтори [81], застосувавши гідротермальний метод, синтезували нанокристали трьох різновидів шпінельних феритів — CoFe_2O_4 , NiFe_2O_4 і MnFe_2O_4 . Найвищу температурну, хімічну і механічну стабільність продемонстрував CoFe_2O_4 . Чудові властивості цього функціонального матеріалу дають змогу застосову-

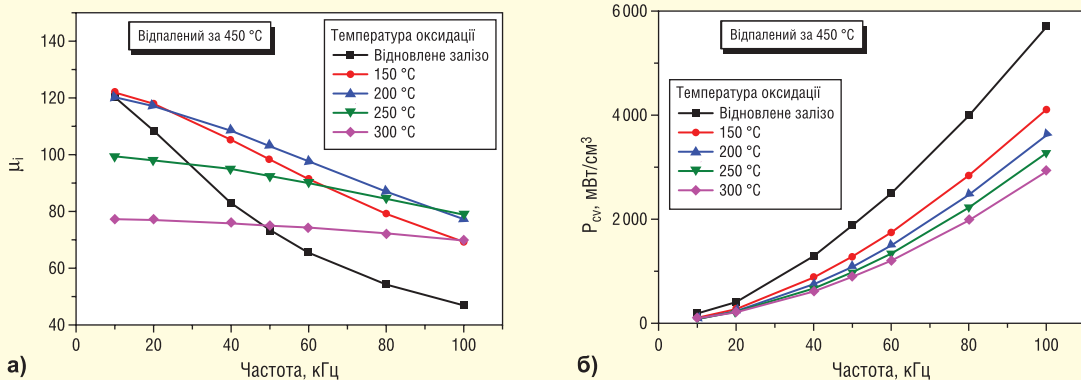


Рис. 19. Залежність початкової проникності МПМ з $\text{Fe@Fe}_3\text{O}_4$ від частоти (а); залежність сукупних загальних втрат у МПМ з $\text{Fe@Fe}_3\text{O}_4$ від частоти (б)

вати його в найрізноманітніших сферах [82, 83], але нас насамперед цікавлять електричні та магнітні характеристики. В [84] описано технологію рівномірного покриття частинок МПМ шаром нанокристалів CoFe_2O_4 , що формуються безпосередньо на поверхні частинок МПМ методом оксидації. Суть методу полягає в тому, що за допомогою води, хлориду кобальту й аміаку на поверхні частинок порошку заліза (метод WA, 57 мкм) формується шар нанокристалічного CoFe_2O_4 . Як зв'язувальну речовину було використано модифіковану силіконом епоксидну смолу. Отриманий МПМ мав високу амплітудну проникність $\mu_o = 110$, стабільність параметрів у діапазоні частот аж до 170 кГц і низькі загальні втрати — всього 253.6 мВт/см³.

Наночастинки феритів, як і оксидів, можуть бути виготовлені окремо від магнітних частинок, наприклад, методом співосадження (*coprecipitation*) [85]. Наночастинки мають високу адгезію до частинок порошку і забезпечують чудові характеристики МПМ, однак, через складність технологічних процесів забезпечити рівномірне й однорідне покриття частинок МПМ наночастинками феритів або оксидів вдається не завжди.

ДВА КРАЩЕ ЗА ОДИН

Нещодавні дослідження показали, що два шари різнорідних матеріалів здатні усувати дефекти одношарового покриття магнітних частинок і значно підвищувати питомий опір діелектриків. Чжонг (Zhong) і співавтори [86] досліджували властивості Fe-Si-Al з подвійним покриттям частинок, фосфатним і з силіконом та смоли. Отриманий МПМ мав високий питомий опір 820 мОм·см, добротність 55.6 на частоті 5.4 МГц і динамічні втрати $P_{ec} = 196.3$ мВт/см³ на частоті 500 кГц. Ще кращі характеристики забезпечила високотемпературна селективна азотизація та окислення алюмінію, що входить до складу сплаву. У результаті відпалу за температури 1100 °С у середовищі чистого азоту на поверхні частинок сформувалася рівномірний і міцний шар з AlN і невеликої кількості Al_2O_3 , який утворився внаслідок реакції із залишковим киснем. Завдяки високому опору «шкаралупи» з AlN- Al_2O_3 , отриманий МПМ мав стабільність проникності аж до 25 МГц і добротність 32.7 на частоті 3.9 МГц.

Тагхваей (Taghvaei) [87] дослідив властивості МПМ з подвійним фосфат-

ним/поліепоксидним покриттям і довів, що тонкий шар нанокристалічного/аморфного фосфату PO_4^{3-} рівномірно покриває частинки, усуває дефекти поверхонь і знижує динамічні втрати матеріалу більш ніж на 50%. Однак, вплив товщини кожного з шарів на характеристики МПМ ще належить дослідити. Занадто тонкий зовнішній шар діелектрика може недостатньо мірою заповнити проміжки між частинками, а надто товстий шар посилює ефект магнітного розбавлення [88]. Тому оптимізація товщини кожного з шарів має першочергове значення.

Академічна література та патентознавство описують величезну кількість різноманітних діелектриків для магнітних частинок МПМ. Властивості склоподібних сполук, до яких відносяться, зокрема, силікати та оксид бору B_2O_3 , заслуговують на ретельне вивчення. Склоподібні речовини здатні ефективно заповнювати дефекти в частинках, підвищуючи тим самим механічну міцність осердя. Відмінна температурна стабільність дає змогу проводити відпал і експлуатувати осердя за високих температур без погіршення їхніх параметрів. З іншого боку, надмірно високі температури спричиняють розм'якшення склоподібних речовин, що за недостатньої адгезії може призвести до їхнього відпливу та появи контактів між частинками. Заобігти відтоку може попереднє покриття частинок шаром іншого діелектрика, здатного виконати функцію адгезійного агента. Євангеліста (Evangelista) і співавтори [89] встановили, що оксид цинку ZnO значно збільшує опір і підвищує адгезію B_2O_3 до поверхні частинок. Синергія властивостей обох діелектриків дозволила знизити динамічні втрати приблизно на 78% і на порядок збільшити питомий опір МПМ.

Силікат натрію Na_2SiO_4 , відомий як «рідке скло», може слугувати недорогою сировиною для синтезу шару аморфного SiO_2 в результаті реакції з вуглекислим газом. Х.-І.Сянь (H.-I.Hsiang) та інші [90] покрили частинки Fe-Si-Cr (10 мкм) шаром SiO_2 завтовшки всього 20...50 нм. Отриманий МПМ мав помірні втрати, відмінну ДСВ-характеристику і високу корозійну стійкість. Товщина шару і характеристики матеріалу можуть регулюватися кількістю діелектрика.

Зазвичай, МПМ, які виготовлені з порошоків з частинками сферичної форми, найефективніші на частотах до 100 кГц, при цьому їхня проникність обмежена діапазоном 26...110. Розширити ці діапазони можна за рахунок використання

порошку пласкої форми та/або такого, що має, принаймні частково, аморфну чи нанокристалічну структуру.

Далі буде

Більш детальну інформацію щодо застосування осердь із МПМ та їх придбання можна отримати, звернувшись до компанії ТОВ «НВП АСТЕРА»:

**61072, Україна, м. Харків,
вул. Тобольська, 42, оф. 222,
факс: (+38) 057-728-1808,
тел.: (+38) 057-757-2859,
(+38) 050-323-3763,
(+38) 067-575-4440,
(+38) 068-616-7777,
e-mail: ferrite@ukr.net,
www.ferrite.com.ua**

Література:

48. Н.Дж.А. Слоэн. Упаковка шарів. В мире науки: Scientific American, 1984. № 3. С. 72–82.
49. Y. Aikawa, M. Suzuki, D. Atarashi, E. Sakai. Fundamental theory of void fraction of cohesive spheres with logarithmic normal size distribution. Journal of the Ceramic Society of Japan 120 [10] 417–419, 2012.
50. H.-I. Hsiang, L.-F. Fan. Magnetic Properties of the Soft Magnetic Composites Prepared Using Mixtures of Carbonyl Iron, FeSiCr, and FeSiAl Alloy Powders. Materials, 2023, 16, 6033.
51. H.-I. Hsiang, L. C. Wu, C. C. Chen, W. H. Lee. Power molding inductors prepared using amorphous FeSiCr alloy powder, carbonyl iron powder, and silicone resin. Materials 2022, 15, 3681.
52. H.-I. Hsiang, L.-F. Fan, J. J. Hung. Phosphoric acid addition effect on the microstructure and magnetic properties of iron-based soft magnetic composites. J. Magn. Mater. 2018, 447, 1–8.
53. M. Gong, Y. Dong, J. Huang, L. Chang, Y. Pan, F. Wang, A. He, J. Li, X. Liu, X. Wang. The enhanced magnetic properties of FeSiCr powder cores composited with carbonyl iron powder. J Mater Sci: Mater Electron, 2021, 32:8829–8836.
54. H.-I. Hsiang, L.-F. Fan, K.-T. Ho. Relationship between the microstructure and magnetic properties of Fe-Si-Cr powder cores. IEEE Trans. Magn. 2018, 54, 2000407.
55. Y. J. Choi, M. Y. Lee, B. W. Lee. Magnetic Property Improvement and Core-Loss Reduction of Fe-Si-Cr-Based Soft Magnetic Composites with Addition of Fe-50Ni Nanopowder. Journal of the Minerals, Metals & Materials Society. January 2023.

56. <https://uk.wikipedia.org/wiki/Суперпарамагнетизм>
57. A. С. Дорошенко, І. С. Чекман. Магнітні наночастинки: властивості і біомедичне застосування. Укр. Мед. ЧАСО-ПИС, 4(102) – VII/VIII. 2014.
58. Q. Li, Ch. W. Kartikowati, Sh. Horie, T. Ogi, T. Iwaki, K. Okuyama. Correlation between particle size/domain structure and magnetic properties of highly crystalline Fe₃O₄ nanoparticles. *Scientific reports*, 2017.
59. R. Zhao, J. Huang, Y. Yang, L. Jiao, Y. Dong, X. Liu, Zh. Liu, Sh. Wu, X. Li, A. He, J. Li. The influence of FeNi nanoparticles on the microstructures and soft magnetic properties of FeSi soft magnetic composites. *Advanced Powder Technology*, August 2022.
60. C. Martín, J.C. Ronda, V. Cadiz. Boron-containing novolac resins as flame retardant materials. *Polym. Degrad. Stab.* 91, 2006, 747–754.
61. Y. Liu, J. Gao, R. Zhang. Thermal properties and stability of boron-containing phenol-formaldehyde resin formed from paraformaldehyde. *Polym. Degrad. Stab.* 77, 2002, 495–501.
62. C. Kaynak, C. Cem Tasan. Effects of production parameters on the structure of resol type phenolic resin/layered silicate nanocomposites. *European Polymer Journal*, Vol. 42, Iss. 8, August 2006, 1908–1921.
63. H. Lu, Y. Dong, X. Liu, Zh. Liu, Y. Wu, H. Zhang, A. He, J. Li, X. Wang. Enhanced Magnetic Properties of FeSiAl Soft Magnetic Composites Prepared by Utilizing PSA as Resin Insulating Layer. *Polymers* 2021, 13, 1350.
64. W. Li, X. Zhou, Y. Kang, T. Zou, W. Li, Y. Ying, et al. Microstructure and magnetic properties of the FeSiAl soft magnetic composite with a NiFe₂O₄-doped phosphate insulation coating. *J Alloys Compd.* 2023; 960:171010.
65. M. Kabátová, E. Dudrová, H. Brunckova. The effect of calcination on morphology of phosphate coating and microstructure of sintered iron phosphated powder. *Surf Interface Anal* 2013; 45: 166–73.
66. S. Tajima, T. Hattori, M. Kondoh, H. Kishimoto, M. Sugiyama, T. Kikko. Properties of High-Density Magnetic Composite. Fabricated from Iron Powder Coated With a New Type Phospahte Insulator. *IEEE Trans. Magn.* 2005, 41, 3280–3282.
67. M. Huang, Ch. Wu, Y. Jiang, M. Yang. Evolution of phosphate coatings during high-temperature annealing and its influence on the Fe and FeSiAl soft magnetic composites. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, 644, pp. 124–130.
68. D. Kopeliovich. 2013. Phosphate coating, *Substances & Technologies*. Available at: http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=phosphate_coating
69. R.H. Althomali, W.A. Adeosun. Wet chemically synthesized metal oxides nanoparticles, characterization and application in electrochemical energy storage: An updated review. *Synthetic Metals*, Volume 298, Sept.–Oct. 2023, 117424.
70. M. Walczak, K. Drozd. Production of oxide coatings by sol-gel method and electrophoresis. *Curr. Issues Pharm. Med. Sci.*, 2017, Vol. 30, No. 1, pp 16–19.
71. Y. Peng, Y. Yi, L. Li, J. Yi, J. Nie, C. Bao. Iron-based soft magnetic composites with Al₂O₃ insulation coating produced using sol-gel method. *Mater. Des.* 109, 2016, pp 390–395.
72. W. Zhang, X. Zhang, H. Wu, H. Yan, S. Qi. Impact of morphology and dielectric property on the microwave absorbing performance of MoS₂-based materials. *J. Alloy. Compd.* 751, 2018, pp 34–42.
73. Q. Su, B. Wang, C. Mu, K. Zhai, A. Nie, J. Xiang, F. Wen. Polypyrrole coated 3D flower MoS₂ composites with tunable impedance for excellent microwave absorption performance. *J. Alloy. Compd.* 888, 2021, 161487.
74. X. Li, H. Zhu. Two-dimensional MoS₂: Properties, preparation, and applications. *Journal of Materiomics* 1, 2015, pp 33–44.
75. S.J. Zhu, F. Duan, J.L. Ni, S.J. Feng, X.S. Liu, Q. R.Lv, X.C. Kan. Soft Magnetic Composites FeSiAl/MoS₂ with high magnetic permeability and low magnetic loss. *Engineering Technology Research Center of Magnetic Materials of Anhui Province, School of Materials Science and Engineering, Anhui University, Hefei 230601, China.*
76. F. Luo, X. Fan, Z. Luo, W. Hu, J. Wang, Z. Wu, G. Li, Y. Li, X. Liu. Influences of Fe₂O₃ content on structure and magnetic performances of FeSiAl soft magnetic composites. *Mater. Res. Express* 6, 2019, 116106.
77. <https://www.cfps.mpg.de/2018851/sps>
78. H. G. Mohammed, T. M. B. Albarody, M. Mustapha, N.M. Sultan, H.K.M. Al-Jothery. Investigate the effect of process parameters of magnetic inductively assisted spark plasma sintering (SPS) of iron oxide (Fe₃O₄) on microstructure behaviour — Part I. *Materials Today: Proceedings*, Volume 42, Part 5, 2021, pp 2106–2112.
79. Z. Luo, Zh. Yang, Sh. Jiang, W. Wu, G. Li, X. Fan. High-performance Fe-Si soft magnetic composites with controllable silicate/nano-Fe composite coating. *Journal of Materials Research and Technology* 27, 2023, pp 6264–6274.
80. J. Li, J. Yu, W. Li, Sh. Che, J. Zheng, L. Qiao, Y. Ying. The preparation and magnetic performance of the iron-based soft magnetic composites with the Fe@Fe₃O₄ powder of in-situ surface oxidation. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 454, 2018, pp 103–109.
81. W. Wang, Z. Ding, X. Zhao, S. Wu, F. Li, M. Yue, J. Ping Liu. Microstructure and magnetic properties of MFe₂O₄ (M = Co, Ni, and Mn) ferrite nanocrystals prepared using colloid mill and hydrothermal method. *J. Appl. Phys.* 2015, 117, 17A328.
82. N.W. Li, M.B. Zheng, X.F. Chang, G.B. Ji, H.L. Lu, L.P. Xue, L.J. Pan, J.M. Cao. Preparation of magnetic CoFe₂O₄-functionalized graphene sheets via a facile hydrothermal method and their adsorption properties. *J. Solid State Chem.* 2011, 184, pp 953–958.
83. L.L. Gao, J.Q. Deng, T. Li, K. Qi, J.D. Zhang, Q. Yi. A facial strategy to efficiently improve catalytic performance of CoFe₂O₄ to peroxy monosulfate. *J. Environ. Sci.* 2022, 116, pp 1–13.
84. Sh. Li, X. Wang, F. Ouyang, R. Liu, X. Xiong. Novel Functional Soft Magnetic CoFe₂O₄/Fe Composites: Preparation, Characterization, and Low Core Loss. *Materials*, 2023, 16, 3665.
85. S. Patil, S. Jagadale. Solution Methods for Metal Oxide Nanostructures. Co-precipitation methods for the synthesis of metal oxide nanostructures. *Metal Oxides*, 2023, pp 39–60.
86. X. Zhong, J. Chen, L. Wang, B. Li, L. Li. Properties of FeSiAl-based soft magnetic composites with AlN/Al₂O₃ and hybrid phosphate-silane insulation coatings. *J. Alloys Compd.* 2018, 735, pp 1603–1610.
87. A.H. Taghvaei, H. Shokrollahi, K. Janghorban, H. Abiri. Eddy current and total power loss separation in the iron-phosphate-polyepoxy soft magnetic composites. *Mater. Des.* 2009, 30, pp 3989–3995.
88. Z. Wu, C. Xian, J. Jia, X. Liao, H. Kong, K. Xu. Formation Process of the Integrated Core (Fe-6.5wt.%Si)@Shell(SiO₂) Structure Obtained via Fluidized Bed Chemical Vapor Deposition. *Metals* 2020, 10, 520.
89. L.L. Evangelista, A.I.R. Filho, B.S. Silva, G. Hammes, C. Binder, A.N. Klein, V. Drago. Magnetic properties optimization of an iron-based soft magnetic composite coated by nano-ZnO and boron oxide. *J. Magn. Magn. Mater.* 2021, 539, 168319.
90. H.-I. Hsiang, S.-K. Wang, Ch.-Ch. Chen. Electromagnetic properties of FeSiCr alloy powders modified with amorphous SiO₂. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 514, 2020, 167151. **CN**