

C9

FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE NÚCLEOS MAGNÉTICOS DE ALEACIONES AMORFAS MEDIANTE RUTA PULVIMETALÚRGICA SIMPLE Y ECONÓMICA

Urban, P.¹ (purban@us.es); Sánchez, E.¹ (esanchez3@us.es); Gómez, F.² (fgcuevas@dqm.uhu.es), Montes, J.M.¹ (jmontes@us.es), Cintas, J.¹ (jcintas@us.es)

¹ TEP123: Metalurgia e Ingeniería de los Materiales. Universidad de Sevilla.

² Dpto. de Química y Ciencia de los Materiales. Universidad de Huelva.

RESUMEN

La fabricación de núcleos amorfos (tanto para motores eléctricos, como transformadores) es una tarea compleja que hasta ahora ha requerido la fabricación del material amorfo en forma de cintas de fino espesor (mediante enfriamiento muy severo, melt spinning) y su posterior apilado y/o plegado para la formación de la pieza final. El proceso puede resultar costoso, y las propiedades de la pieza, a menudo, se resienten por el hecho de poseer demasiadas fronteras. Aunque se han ensayado diversos métodos para obtener materiales amorfos en bloque, ninguno, por el momento, está exento de dificultades y está explotándose industrialmente.

El objeto de esta investigación es mostrar una ruta alternativa de fabricación de núcleos amorfos (o parcialmente nanocristalinos, embebidos en matriz amorfa), que permite obtener bloques de material (no formados por unión de cintas) con la forma definitiva, sustituyendo la técnica de melt spinning por una ruta pulvimetalúrgica consistente en la amorfización del polvo mediante molienda mecánica de alta energía y posterior consolidación rápida por vía eléctrica (técnicas FAST, abreviatura de Field Assisted Sintering Techniques). Esta combinación permite obtener piezas masivas de material amorfo (o parcialmente nanocristalino) con la forma definitiva.

Palabras clave: *núcleos magnéticos, aleaciones amorfas, molienda mecánica.*

ABSTRACT

Manufacturing of amorphous cores (for electric motors and transformers) is a complex task that until now has required the manufacture of amorphous material in the form of thin strips (by very rapid cooling, melt spinning) and subsequent stacking and / or folded to form the final piece. The process can be expensive, and properties of the piece often resent to have too many borders. Although various methods have been tried for amorphous materials block, none, for the moment, is exempt from difficulties and is exploited industrially.

The object of this research is to show an alternative route of manufacture of amorphous cores (or partially nanocrystalline, embedded in an amorphous matrix), giving material blocks (not formed by bonding tape) with the final form, replacing

the technique of melt-spinning consisting of a powder amorphization by mechanical high energy milling and subsequent rapid consolidation by (FAST, Field Assisted Sintering Techniques) powder-metallurgical route. This combination allows to obtain massive pieces of amorphous material (or partially nanocrystalline) with the final form.

Keywords: *magnetic cores, amorphous alloys, mechanical milling*

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

El sistema Fe-Ni posee energías magnetocristalina y magnetostrictiva muy bajas, y por eso presenta mayores permeabilidades a campos bajos que las aleaciones de Fe-Si. El material más conocido de este sistema es el Permalloy (55Fe45Ni). Su aplicación más importante está en el reino de las comunicaciones de alta sensibilidad, en las que el equipo ha de recibir o transmitir señales muy débiles^[1]

La forma amorfa o vítrea de las aleaciones de base Fe-Ni tiene algunas propiedades notables: muy resistente, muy dura aunque con alguna flexibilidad, y muy resistentes a la corrosión. Magnéticamente, son materiales muy blandos y esa es una de las principales razones de su importancia. Consisten esencialmente en combinaciones de los metales ferromagnéticos Fe y Ni con otros elementos como B^[2-6], P^[7-9], Si^[10], etc. En estos materiales, al no haber fronteras de grano ni anisotropía cristalina, las paredes de los dominios se mueven con facilidad, la energía de anisotropía es prácticamente 0, las pérdidas de histéresis son muy pequeñas y poseen una alta permeabilidad. Además, al ser materiales amorfos, su resistividad es alta, por lo que las pérdidas por corrientes parásitas de Foucault son muy pequeñas.

METODOLOGÍA

Polvos elementales puros de Fe (pureza > 99.4%) y Ni (pureza > 98.5%) se mezclaron para dar la composición deseada de Fe₆₅Ni₃₅. La mezcla se vertió en una vasija de acero inoxidable 304 cilíndrica, junto con bolas de acero inoxidable 304 y 1,5% en peso de cera (H₃₅C₁₇CONHC₂H₄NHCOC₁₇H₃₅). La cera actúa como agente controlador del proceso (PCA) para equilibrar los procesos de soldadura y de fractura durante la molienda. La mezcla se muele hasta 60 horas en un molino de bolas de alta energía bajo una atmósfera de argón purificado para minimizar la contaminación. La relación en peso de bolas a polvo se fijó a 20:1, la velocidad del rotor era de 500 rpm y la vasija ha sido enfriada con agua a 20º C. Cada cierto tiempo se paró la molienda y se sacó una pequeña cantidad del polvo de la vasija para su análisis. Se han realizado medidas del polvo molido por difracción de rayos X (XRD, Siemens D500) utilizando radiación CuK y microscopía electrónica de transmisión (TEM, Philips CM-200) para determinar la microestructura y una posible formación de fase amorfa de la aleación molida.

Para la fabricación de compactos se ha utilizado una máquina adaptada de soldadura por resistencia tipo prensa, del fabricante español Serra Soldadura S.A., Barcelona. La máquina consta de un transformador monofásico de 100 kVA, un cilindro

neumático capaz de proporcionar una fuerza de 1400 daN (=1400 kgf), y un controlador electrónico que gobierna las secuencias del proceso y permite regular la intensidad de corriente a un valor solicitado. La máquina está instrumentada con sensores de seguimiento de los parámetros relevantes del proceso: recorrido del cabezal móvil, fuerza aplicada y tensión e intensidad eficaces. En todas las experiencias se realizan dos pasos. Por una parte, un prensado inicial a 80 MPa, seguido de la sinterización eléctrica a intensidades, entre 5 y 7 kA, y durante distintos tiempos, entre 40 y 80 ciclos. Se probaron hacer compactos con menos intensidad, sin embargo, la corriente eléctrica no resultó eficaz para intensidades tan bajas. Por otro lado, por encima de las intensidades máximas utilizadas, los compactos se pegaban con las obleas.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Difracción de rayos X

Mediante los estudios de XRD, se comprueba que, para el sistema estudiado, al avanzar la molienda, la intensidad de los picos de difracción del Fe y Ni disminuye, y el ancho de los mismos aumenta como consecuencia de la disminución del tamaño de cristalita (

Figura 2). Para el sistema Fe-Ni, puede estimarse que tras 30 horas de molienda comienza la formación de fase amorfa, situación que no variará hasta el final de la etapa a 60 h. En cualquier caso, el pico característico de la fase amorfa parece mostrar la presencia de parte de estructura cristalina.

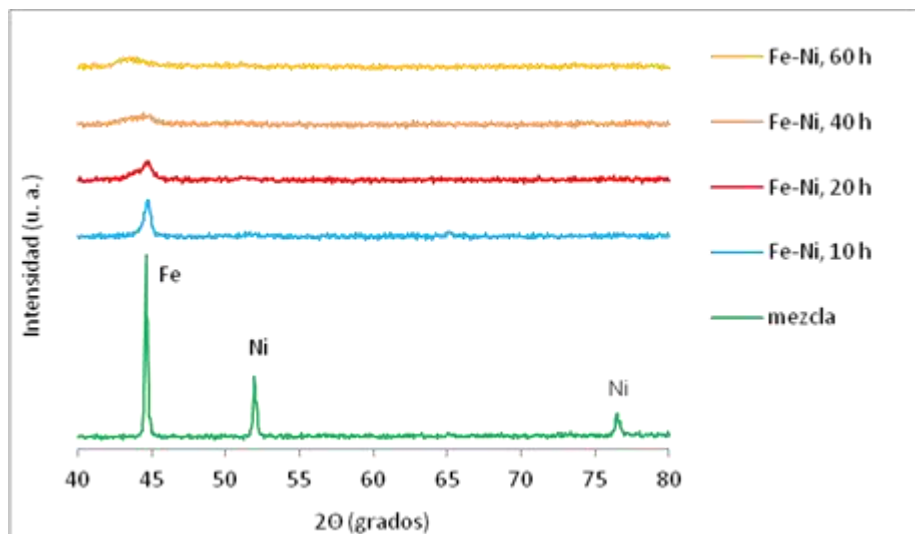


Figura 2: XRD de polvos Fe₆₅Ni₃₅ molidos a diferentes tiempos.

Análisis microestructural mediante TEM

Al analizar las micrografías de campo claro de los polvos Fe-Ni producidos con 60 horas de molienda, se puede constatar que la microestructura del polvo está compuesta por zonas amorfas (Figura 3, Imagen 1) junto con zonas nanocristalinas embebidas en una matriz amorfa (Figura 3, Imagen 3). Lo anterior se puede confirmar en las micrografías de difracción de electrones, donde aparecen zonas sin anillo correspondiente a la fase amorfa (Figura 3, Imagen 2) y zonas con anillos difusos determinando restos de fase nanocristalina (Figura 3, Imagen 4).

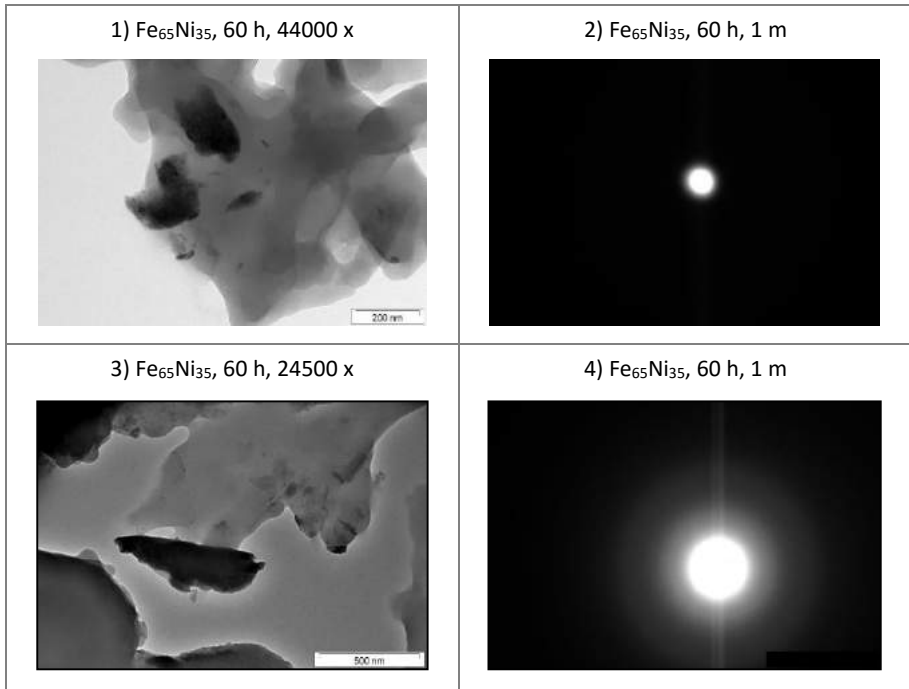


Figura 3: TEM de polvos $\text{Fe}_{65}\text{Ni}_{35}$ molidos durante 60 horas.

Resistividad eléctrica de los compactos

A continuación se muestran los resultados de las medidas de la resistividad eléctrica de los compactos de Fe-Ni sinterizados eléctricamente (entre 5 y 8 kA y entre 40 y 80 ciclos) a partir de los polvos en estado de recepción y de los molidos durante 60 horas (Figura 4).

En los compactos sinterizados a partir de polvo en estado de recepción, contrariamente a lo que podría esperarse, la resistencia eléctrica disminuye a

medida que aumenta la porosidad final. El aumento de la resistividad eléctrica, a pesar de la disminución de la porosidad final, se debe a que a una mayor energía suministrada al sistema hay un mayor flujo de difusión a través del material y los átomos de Fe, Ni y B pueden formar con más facilidad una solución sólida sustitucional e intersticial. El aumento de la resistividad eléctrica debido a la formación de la solución sólida presente en el compacto es factor más importante que la disminución de la resistividad eléctrica debida a la disminución de la porosidad.

En los compactos sinterizados a partir del polvo amorfizado (molido durante 60 horas) aumenta la resistividad con el aumento de la porosidad. Este comportamiento es el contrario al observado en los compactos cristalinos ya que en los compactos amorfos el desorden es inherente desde el principio y no se ve afectado por la mayor o menor difusión de impurezas, pero sí por la reducción de porosidad que mejora la sección de transferencia promedio para el flujo eléctrico.

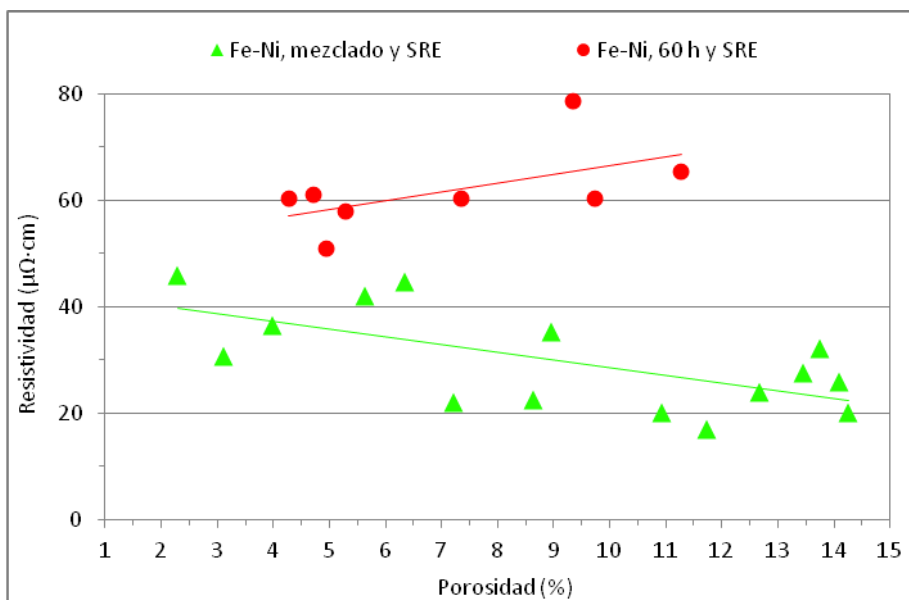


Figura 4: Resistividad eléctrica de los compactos $\text{Fe}_{65}\text{Ni}_{35}$ sinterizados por resistencia eléctrica.

Coercitividad magnética de los compactos

Por último, se determinaron algunas propiedades magnéticas, como la coercitividad (H_c) de los compactos Fe-Ni sin moler y Fe-Ni molidos durante 60 horas.

Se observan medidas muy favorables de la coercitividad magnética de los compactos Fe-Ni amorfos/nanocristalinos. La baja coercitividad (Figura 5) es un valor importante, por ejemplo, para diseñar las bobinas de autoinducción o choque.

Coercitividad, campo coercitivo o fuerza coercitiva, H_c , es la intensidad del campo magnético que se debe aplicar a ese material para reducir su magnetización a cero luego de que la muestra ha sido magnetizada hasta saturación. Por lo tanto la coercitividad mide la resistencia de un material a ser desmagnetizado. Los materiales magnéticamente blandos tienen la coercitividad baja.

La coercitividad de las aleaciones Fe-Ni está en la Figura 5. La barra del hierro puro tiene una coercitividad de 80 A/m. Coercitividades mejoradas tienen los compactos del Fe-Ni sin moler con un rango entre 53 y 58 A/m. Las mejores coercitividades la presentan los compactos del Fe-Ni molido durante 60 horas con intervalo entre 45 y 49 A/m. Como disminuye la intensidad de la SRE, disminuye la coercitividad magnética.

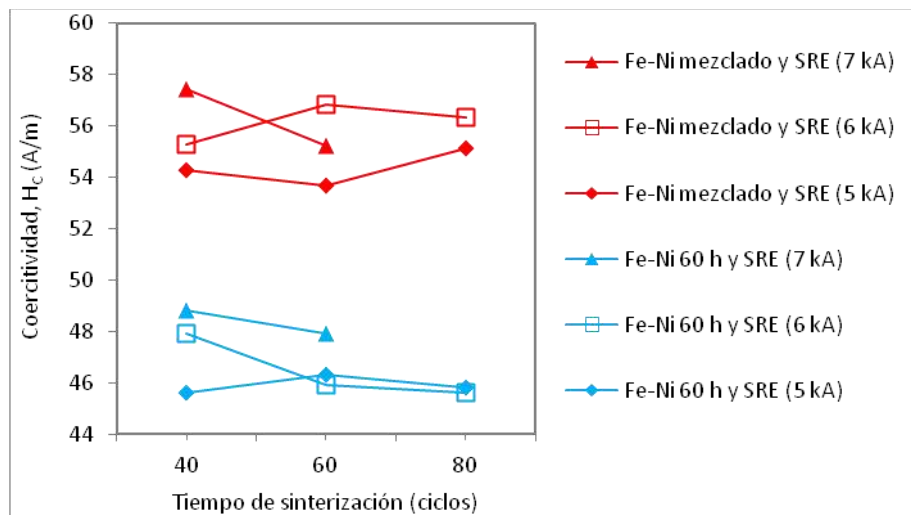


Figura 5: Coercitividad magnética de los compactos $Fe_{65}Ni_{35}$ sinterizados por resistencia eléctrica.

CONCLUSIONES

En el sistema Fe-Ni la amorfización parcial con restos de fase nanocristalina se produce después de 60 horas de molienda.

Las aleaciones de base hierro se sinterizan eléctricamente con mucha facilidad, ya que la capa de óxido que envuelve a las partículas de hierro no es tan resistiva

(eléctricamente hablando) como la del aluminio, por ejemplo. En este caso, se comprueba que la porosidad de los compactos consolidados eléctricamente disminuye con el aumento de tiempo e intensidad hasta un mínimo del 2.3%, que se consigue para las aleaciones sin moler, y del 4.3%, alcanzado para los polvos amorfizados mecánicamente.

Las propiedades eléctricas y magnéticas son en general muy favorables: baja coercitividad magnética (~ 45 A/m) y excelente resistencia eléctrica ($79 \Omega\text{m}\cdot 10^{-8}$). Las propiedades magnéticas mejoran a medida que aumenta la cantidad de fase amorfa en el material y conforme disminuye la intensidad y el tiempo de sinterización por resistencia eléctrica.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la asistencia experimental a los técnicos J. Pinto, M. Madrid y M. Sánchez.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] HASEGAWA R. (2004). Applications of amorphous magnetic alloys. *Materials Science and Engineering A* 375-377, 90-97
- [2] MENDIK M., FRAIT Z. y WACHTER P. (1992). A comparative study of FMR and Brillouin light scattering on FeNiB alloys. *Solid State Communications* 84, (10). 951-955
- [3] GONSER U., BAUER H.J. y WAGNER H.G. (1987). Amorphous and microcrystalline structures obtained from fast quenching of FeNiB melts. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 70, 419-420
- [4] FRAITOVA D. y FRAIT Z. (1991). Characterization of amorphous and nanocrystalline ferromagnets by ferromagnetic resonance and antiresonance. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 101, 29-31
- [5] GROSSINGER R., HAUSBERGER S., KIRCHMAYER H., SASSIK H., SCHOTZKO C., VEIDER A. y WIESINGER G. (1984). Magnetic and magnetoelastic properties of selected FeNiB amorphous alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 41, 101-104
- [6] PILIPCZUK E. y KOPCEWICZ M. (1991). Magnetic and structural order in in amorphous FeNiB alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 102, 47-50
- [7] LIEBS M. y FAHNLE M. (1996). Are amorphous FeNiB system non-collinear magnets?. *Journal of Physics: Condens. Matter* 8, 3207-3213
- [8] DERIGLAZOV V., ECKERLEBE H., DE JONG M., KAMPMANN R., MALTSEV E., OKOROKOV A., RUNOV V., TOPERVERG B. y WAGNER R. (1997). Precise

measurements of spin-wave parameters in ferromagnets by polarized neutrons. *Physica B* 234-236, 752-753

[9] GERLING R., SCHIMANSKY F.P. y WAGNER R. (1987). Restoration of the ductility of thermally embrittled amorphous alloys under neutron-irradiation. *Acta Metall.* 35, (5). 1001-1006

[10] CHANG C., SHEN B. y INOUE A. (2006). FeNi-based bulk glassy alloys with superhigh mechanical strength and excellent soft-magnetic properties. *Applied Physics Letters* 89, 1-3