



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219825
(11) (B1)

[22] Přihlášeno 21 04 81
[21] (PV 2977-81)

[40] Zveřejněno 30 04 82

[45] Vydáno 15 10 85

(51) Int. Cl.³
C 04 B 35/30
H 01 F 1/10

[75]
Autor vynálezu MIKLÍK JOSEF ing., ŠUMPERK

[54] Způsob tepelného zpracování isostaticky dohutněných feritů

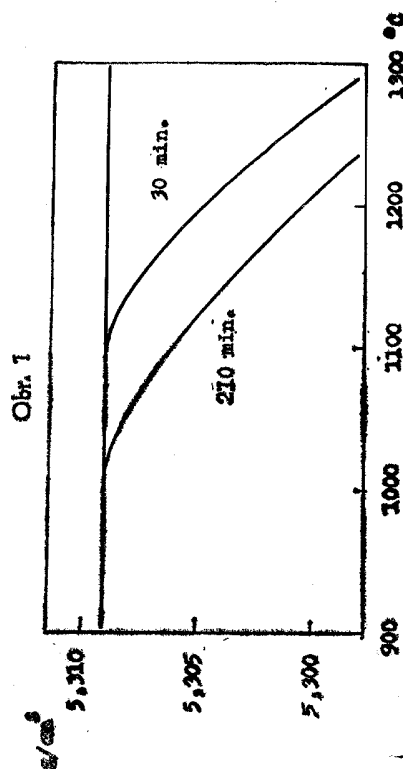
1

Vynález se týká oboru práškové metalurgie a výpočetní techniky.

Vynález řeší způsob tepelného zpracování isostaticky dohutněných feritů nikl-zinek systému, včetně přísad za účelem zlepšení jejich fyzikálně-mechanických a elektromechanických vlastností pro použití v magnetických hlavách.

Podstatou vynálezu je, že žíhání je provedeno při 900 až 1000 °C s výdrží na teplotě alespoň 20 minut, přičemž rychlost nárůstu teploty do 800 °C je do 4 °C/min.

2



Vynález se týká způsobu tepelného zpracování isostaticky dohutněných feritů nikl-zinek včetně přísad za účelem zlepšení jejich fyzikálně-mechanických a elektromagnetických vlastností pro použití v magnetických hlavách.

Horké lisování feritů je proces používaný k dosažení jejich vysoké hustoty. Obecné metody přípravy jsou jednoosé horké lisování kontinuální nebo diskontinuální s razníky a maticí z ohnivzdorných materiálů, nebo isostatické horké lisování s inertním plynem jako médiem přenášejícím tlak přes tenký plynatý povlak u materiálů s otevřenou porositou nebo přímo na povrch feritů. Atmosféra pro přímé isostatické dohutňování feritů může obsahovat i určité množství kyslíku. Ferity dohutňované za přítomnosti kyslíku se dohutní na takovou míru, která odpovídá parciálnímu tlaku inertního plynu, protože kyslík snadno difunduje kyslíčnickovými materiály. Metoda přímého isostatického dohutňování feritů je nejvýhodnější z hlediska ekonomiky a produktivity práce. Materiály určené pro přímé isostatické dohutňování musí být připraveny s uzavřeným typem porosity, jinak k dohutnění nedojde, nebo ve snížené míře. Množství a typ porosity feritů ovlivňují technologické operace jejich přípravy od použitých vstupních surovin až po výpal feritů určených pro isostatické dohutňování. Za uzavřenou porositu se považují ty póry, do kterých v průběhu isostatického dohutňování za tepla nepronikne inertní plyn. Hutné ferity připravené všemi způsoby horkého lisování obsahují vnitřní pnutí. Míra tohoto pnutí a jeho rozložení je závislá na podmínkách a způsobu dohutňování. Přitom vhodně voleným způsobem žíhání lze odstranit nejen pnutí a tím zlepšit fyzikálně-mechanické vlastnosti feritů, ale je možno dále zlepšit sledované elektromagnetické vlastnosti při současném zúžení rozptylu měřených hodnot materiálových vlastností. Jestliže podmínky žíhání pro hutný ferit nejsou vedeny vhodným způsobem, jsou jeho naměřené hodnoty materiálových charakteristik také nerovnoměrné a ve velkém rozptylu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob tepelného zpracování isostaticky dohutněných feritů nikl-zinek systému včetně přísad za účelem zlepšení jejich fyzikálně-mechanických a elektromagnetických vlastností pro použití v magnetických hlavách podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se provádí žíhání při teplotě 900 až 1000 stupňů Celsia s výdrží na teplotě alespoň 20 minut, přičemž rychlost nárůstu teploty do 800 °C je 2 až 4 °C min.

Na magnetické hlavy jsou kladeny vysoké požadavky, jak z hlediska životnosti, tak technických parametrů. Při použití feritových materiálů je mimo jiné kladen vysoký požadavek na co nejnižší zbytkovou porositu, což umožňuje výrobu úzkých pracov-

ních mezer magnetických hlav s vysokou životností. Porosita feritu negativně ovlivňuje životnost hlavy, protože je příčinou počátků opotřebení pracovní mezery, a tím dojde k celkovému zhoršení parametrů hlavy. Udržení maximální hustoty při tepelném zpracování isostaticky dohutněného feritu je důvodem určení maximální teploty jeho žíhání za atmosférického tlaku, při kterém nedochází k sekundárnímu růstu porosity v hutných feritech, ale dojde k odstranění pnutí, případně zlepšení dalších užitečných vlastností feritu.

Na přiložených výkresech je na obr. 1 grafické znázornění závislosti poklesu hustoty na teplotě a době žíhání, na obr. 2 grafické znázornění závislosti drsnosti leštěných povrchů leštěných po žíhání, na obr. 3 grafické vyjádření vlivu teploty na elektrický odpor, na obr. 4 grafické vyjádření vlivu teploty hodnoty počáteční permeability, na obr. 5 grafické vyjádření vlivu obsahu kyslíku v atmosféře na elektrický odpor feritů žíhaných při 1000 °C a na obr. 6 grafické vyjádření poklesu hustoty ρ_v v závislosti na teplotě žíhání, přičemž pokles hustoty byl potvrzen měřením porosity p u stejných vzorků.

Z diagramu na obr. 1 vyplývá, že při teplotách žíhání nad 1000 °C dochází u isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů k poklesu hustoty, tedy nárůstu sekundární porosity jak ukazuje diagram obr. 6, spojené se změnou rozměrů geometrie feritů. Podle diagramu na obr. 1 je pokles hustoty feritu závislý i na době žíhání. Teplota a čas, kdy dochází k poklesu hustoty isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů nesmí být v žádné technologické operaci zpracování překročen. Při vysokých teplotách žíhání — nad 1200 stupňů Celsia dochází kromě poklesu hustoty, nárůstu porosity, růstu zrna, poklesu tvrdosti i ke změně ostatních vlastností feritu spojených s těmito změnami. Dalším požadavkem na hutné ferity je nutnost jejich dobré obrobitelnosti, tj. možnost výroby dokonale rovných a leštěných ploch při zachování hran. Hutný ferit obsahující pnutí po dohutňování procesu toto reprodukovatelně neumožňuje. Leštěním feritového povrchu dochází k plastickému tečení v povrchové vrstvě a tím ke vzniku pnutí mezi vyleštěnou plochou a hmotou feritu. Vertikální zářez diamantového zrna při leštění do této vrstvy usnadní vylomení feritu. Jestliže je pnutí obsaženo již v samotném nevyžíhaném feritu, dochází k vylamování leštěné plochy nebo hran snadněji, než ve feritu vyžíhaném. V diagramu na obr. 2 je grafické vyjádření drsnosti leštěných ploch téhož Ni-Zn feritu v závislosti na teplotě žíhání feritu před jeho leštěním. Z diagramu na obr. 2 vyplývá, že při teplotách žíhání vyšších než 500 °C drsnost leštěných ploch feritu klesne. Prudký nárůst drsnosti při teplotách žíhání od 1200 °C je zapříčiněn takovým nárůstem sekundární porosity, že se

póry nezáležely a tím došlo ke zvýšení drsnosti leštěných ploch. Porovnáním diagramů z obr. 1 a 2 vidíme, že tepelný interval pro žíhání Ni-Zn feritů z hlediska jejich obrábění a udržení hustoty je poměrně široký 500 až 1100 °C. Provede-li se však měření elektromagnetických vlastností vzorků žíhaných v uvedeném rozsahu teplot, zjistíme velké rozptyly naměřených hodnot, což znamená, že krystalografická mřížka feritu obsahuje ještě pnutí III. řádu. Protože elektrická vodivost je mimořádně citlivá na změny struktury materiálu, byly po určení optimální teploty žíhání měřeny elektrické odpory žíhaných feritů. Na diagramu obr. 3 je grafické vyjádření vlivu teploty žíhání na elektrický odpor isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů. Prudký vzestup elektrického odporu vidíme u vzorků žíhaných při teplotě 1000 °C, z čehož vyplývá, že pnutí krystalografické mřížky isostaticky dohutněných

Ni-Zn feritů se odstraní při uvedené teplotě žíhání. Toto potvrdily i hodnoty počátečních permeabilit naměřené na vybroušených toroidech z vyžíhaných feritů. Charakter závislosti permeability na teplotě žíhání feritů je stejný s charakterem závislosti elektrického odporu s optimem při 1000 °C, graf na obr. 4. Dosud uvedené diagramy elektromagnetických vlastností isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů byly získány při žíhání ve vzduchové atmosféře. Na diagramu obr. 5, je grafické vyjádření vlivu různého obsahu kyslíku v dusíku při žíhání na teplotě 1000 °C na elektrický odpor dvou isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů s různým složením. Z diagramů vyplývá, že nejvyšších odporů bylo dosaženo při obsahu kyslíku 20 až 50 % objemových. Obecný vliv technologie isostatického dohutnění na vlastnosti Ni-Zn feritů a jeho následného přežíhání je uveden v tabulce 1.

Tabulka 1

Materiálové vlastnosti	výchozí ferit	isostaticky dohutněný ferit	dohutněný ferit po žíhání
hustota (g/cm ³)	5,25	5,3 ^{a)}	5,3
počáteční permeabilita	1300	1600 ^{a)}	2100 ^{b)}
magnetická indukce (H = 10A/cm)	0,300 T	0,310 T	0,310 T
koercitivní síla (A/cm)	0,1 až 0,25	0,06 až 0,13 ^{a)}	0,05 až 0,1 ^{b)}

^{a)} hodnoty projevují zvýšenou závislost na podmínkách dohutňování

^{b)} hodnoty projevují závislost na podmínkách žíhání isostaticky dohutněných feritů

Z tabulky 1 vyplývá, že technologií isostatického dohutňování se získá nejen ferit s vyšší hustotou, ale zlepší se i elektromagnetické vlastnosti feritů, které se dále zlepší tepelným zpracováním bez poklesu teploty. Při zpracování isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů je nutné vyvarovat se tepelných rázů v průběhu zpracování. Žíhání se podle navrhovaného způsobu provádí s řízenou rychlostí nárůstu teploty, výdrže a řízeného snižování teploty. Použitá rychlost nárůstu teploty je ovlivňována hmotností a velikostí žíhaných tvarů. Při použití velké rychlosti nárůstu teploty jsou velké rozptyly naměřených hodnot především u elektrických odporů, permeabilit a koercitivní síly žíhaných feritů způsobené poruchami, které pravděpodobně vznikají tím, že pnutí dohutněného feritu se sečítá s pnutím způsobeným tepelnou roztažností vyvolanou teplotním gradientem ve feritu při je-

ho zahřívání. Při vyšších rychlostech ohřevu nebo tepelných rázech toto pnutí způsobí nevratné poruchy ve feritu, které ovlivňují jeho elektromagnetické vlastnosti, projevující se rozšířením rozptylu naměřených hodnot. Nízká rychlost nárůstu teploty je důležitá především při nízkých teplotách do cca 800 °C. Při teplotách nad 800 °C se rychlost nárůstu teploty může zvýšit na 4 °C/min. Rychlost poklesu teploty z teploty žíhání může být vyšší, protože pnutí ze zhutňovacího procesu již bylo žíháním odstraněno.

Příklad 1

Vzorky isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů o hmotnosti 10 g, se žíhají v peci se vzduchovou atmosférou za normálního tlaku s rychlostí nárůstu teploty 2 °C/min, až na teplotu žíhání při 1000 °C. Žíhání se provádí po dobu 1 hodiny při teplotě 1000 °C. Rychlost chlazení z teploty žíhání je 4 °C/min. Po žíhání isostaticky dohutněných feritů s různým složením byly na vybroušených toroidech naměřeny následující hodnoty — tabulka 2.

Tabulka 2

Složení			
Obsah Fe_2O_3 % mol	49,5	49,5	49,5
NiO	17,2	19,2	23
ZnO	33,3	31,3	27,5
Naměřené vlastnosti:			
— permeabilita při			
0,2 MHz	2100	1200	670
1 MHz	1700	1186	630
3 MHz	764	810	750
5 MHz	540	550	560
— magnetická indukce			
(při $H = 10\text{A/cm}$)	0,32 T	0,39 T	0,42 T
— koercitivní síla (A/cm)	0,1	0,15	0,2
— elektrický odpor (Ohm.cm)	10^3	10^3	10^3
— hustota (g/cm^3)	5,31	5,31	5,31
— porosita (%)	0,1	0,1	0,1
— Curieho teplota ($^{\circ}\text{C}$)	100	150	250

Žíhání se podle popsaného programu provádí ze studené stacionární pece nebo v průběžné peci s takovou rychlostí posuvu feritu, která odpovídá předepsané rychlosti nárůstu teploty vzhledem k teplotnímu průběhu pece. Žíháním isostaticky dohutněných Ni-Zn feritů s hustotou větší než $5,3 \text{ g/cm}^3$ se podle popsaného způsobu žíhání zlepši materiálové vlastnosti feritu bez nárůstu sekundární porosity při současném zlepšení jejich obrobiteľnosti. Permeabilita uvede-

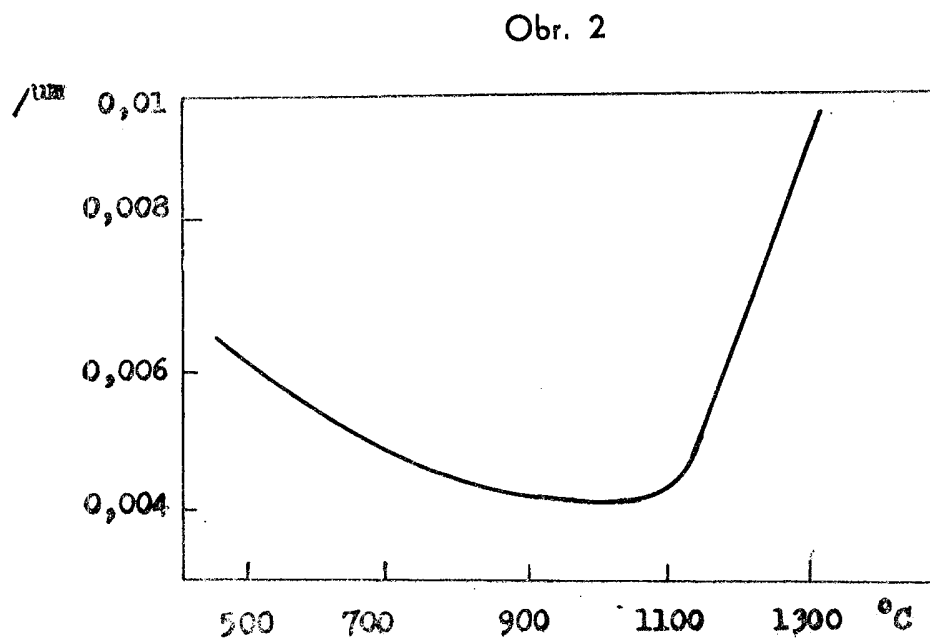
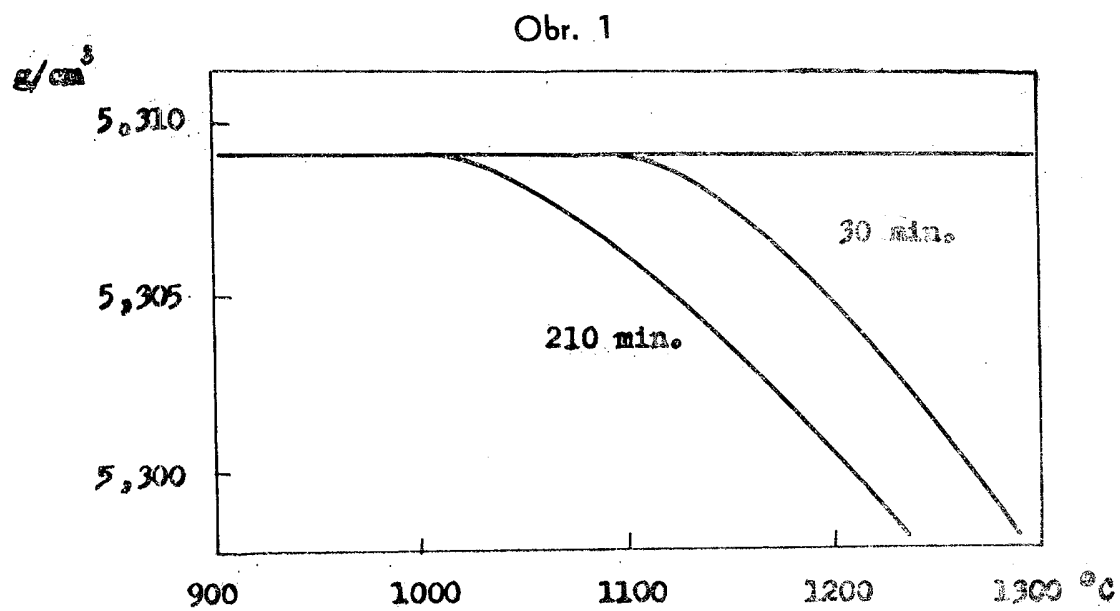
ným žíháním vzroste o cca 20 %, koercitivní síla klesne o cca 20 %, drsnost leštěných ploch R_a klesne pod $0,01 \mu\text{m}$ při dostatečné soudržnosti hran pro obrábění. Rozptyl kontrolovaných elektromagnetických vlastností vsázky, kromě elektrického odporu, klesal po tomto žíhání pod $\pm 5 \%$. Popsané podmínky žíhání platí i pro isostaticky dohutněné Ni-Zn ferity, obsahující malá množství přísad pro zvýraznění materiálových charakteristik.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

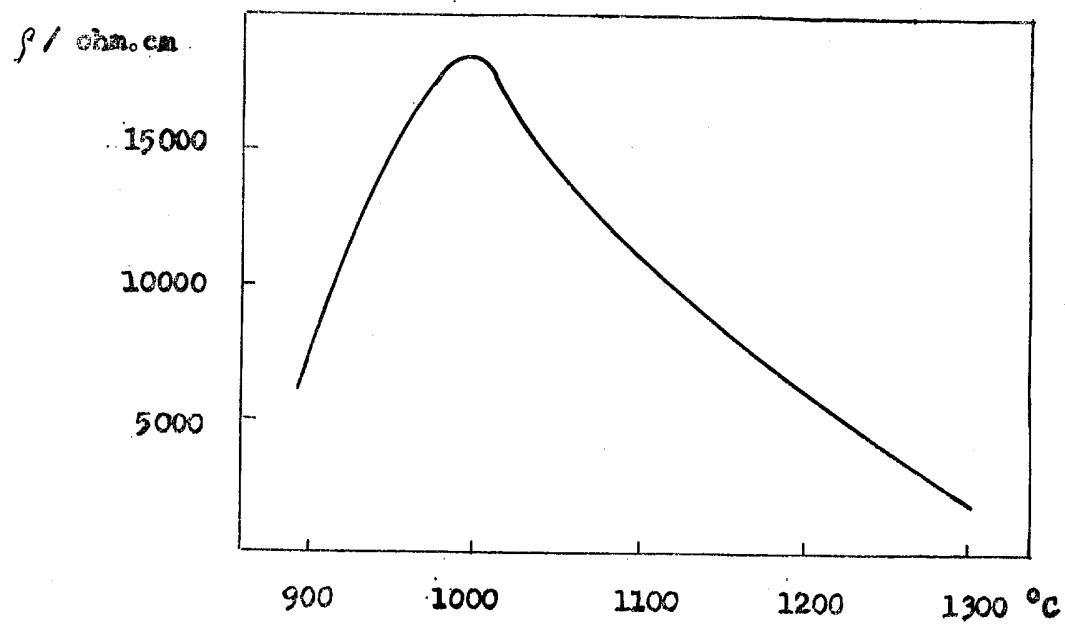
Způsob tepelného zpracování isostaticky dohutněných feritů nikl-zinek včetně přísad za účelem zlepšení jejich fyzikálně-mechanických a elektromagnetických vlastností pro použití v magnetických hlavách, vy-

značený tím, že se provádí žíhání při teplotě 900 až 1000 $^{\circ}\text{C}$ s výdrží na teplotě alespoň 20 minut, přičemž rychlost nárůstu teploty do 800 $^{\circ}\text{C}$ je 2 až 4 $^{\circ}\text{C/min}$.

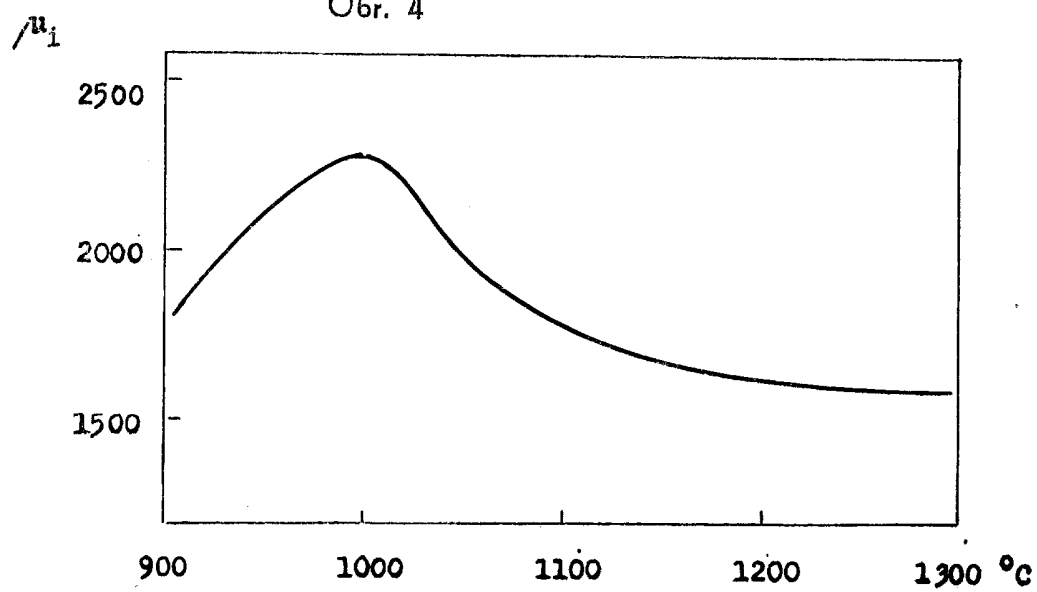
3 listy výkresů



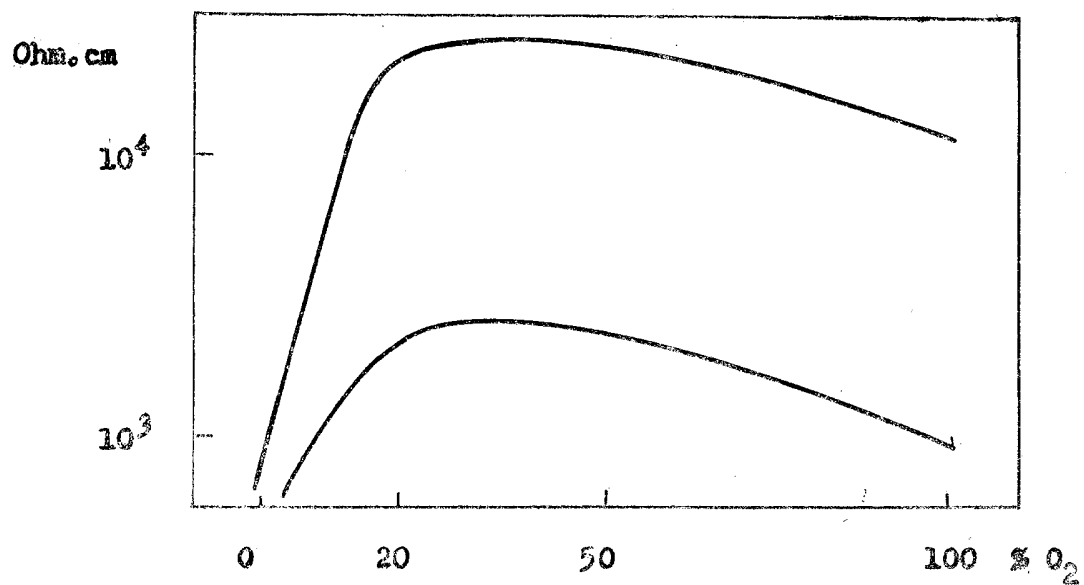
Obr. 3



Obr. 4



Obr. 5



Obr. 6

