

УДК 621.927.08

# ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ДИСПЕРСНЫЙ СОСТАВ ПРИ ПОМОЛЕ ФЕРРОМАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ В БИЛЬНОЙ МЕЛЬНИЦЕ

© 2013 г. **И. Н. Егоров, С. И. Егорова**

Донской государственный технический университет (ДГТУ), г. Ростов-на-Дону

**И. Н. Егоров** – канд. техн. наук, доцент кафедры физики ДГТУ (344010, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1).  
Тел.: (863) 273-84-40. E-mail: Stork@pi.sfedu.ru.

**С. И. Егорова** – докт. техн. наук, профессор той же кафедры. Тел.: (863) 273-84-40. E-mail: svyegorova@yandex.ru.

Представлены результаты исследования влияния электромагнитного воздействия на качество получаемого порошкового ферромагнитного материала при измельчении в бильной мельнице.

**Ключевые слова:** механическое измельчение, бильная мельница, магнитооживленный слой, порошки ферромагнитных материалов.

The results of the investigation concerning the effect of electromagnetic impact on the quality of powder ferromagnetic material being produced are presented when grinding in a hammer mill.

**Key words:** mechanical grinding, hammer mill, magneto-liquefied layer, powders of ferromagnetic materials.

## ВВЕДЕНИЕ

Основная задача производства ферритовой шихты – получение порошков с заданным комплексом физико-химических, технологических, структурных характеристик. Высокие требования предъявляются к гранулометрическому составу, так как различные классы крупности частиц оказывают неодинаковое влияние, в частности, на технологические свойства ферритовых порошков (текучесть, формуемость, уплотняемость, прессуемость). При заданном химическом составе активность порошков определяется формой, размерами частиц дисперсной среды, внутренними напряжениями и дефектами кристаллической решетки. Рост величины удельной поверхности, независимо от причин, приводит к образованию агрегатов, существенно влияет на процессы спекания и свойства готового изделия [1, 2]. В работе [3] рассмотрена возможность управления процессами формирования микроструктуры гексаферрита стронция с помощью изменения среднего размера частиц порошка и степени однородности их распределения по размерам перед мокрым прессованием в магнитном поле. Один из методов понижения среднего размера частиц дисперсного материала – помол в сухом состоянии или в виде суспензии. Интенсификация процесса сухого помола в бильной мельнице достигается при измельчении ферромагнитных материалов в магнитооживленном слое (МОС) [4].

Целью данной работы является анализ влияния электромагнитного воздействия при измельчении

дисперсной среды ферромагнитных материалов в бильной мельнице на уменьшение среднего размера частиц, повышение однородности распределения частиц по размерам продуктов помола и их активности за счет создания микроискажений кристаллической решетки.

## ЭКСПЕРИМЕНТ

В мельнице измельчение исходного материала – феррита стронция – осуществлялось посредством воздействия на дисперсную среду ударными поверхностями вращающихся с частотой 15 тыс. об/мин бил, имеющих в сечении форму прямоугольной трапеции, нижняя и ударная поверхности которой образуют острый угол. В помольной камере в неоднородном переменном и постоянном магнитных полях, силовые линии которых взаимно перпендикулярны и параллельны плоскости вращения бил, из частиц дисперсного материала за счет их поступательного движения образуется магнитооживленный слой, в котором разрушение частиц происходит за счет ударных нагрузок при взаимодействии частиц с билами и между собой [5]. Интенсивность измельчения в МОС определяется величиной силы, действующей на частицу со стороны бил, частотой ее воздействия и параметрами электромагнитного воздействия.

Экспериментально установлено, что поступательное движение частиц феррита стронция мас-

сой 0,015–0,225 г в переменном неоднородном магнитном поле частотой 50 Гц начинается при достижении индукции  $B_v = 0,2$  мТл и градиента индукции  $\partial B_v / \partial y = 8$  мТл/м. При увеличении этих показателей до  $\partial B_v / \partial y = 15$  мТл/м и  $B_v = 0,38$  мТл отдельные частицы в среднем перемещаются на 1 см, а в поле с  $\partial B_v / \partial y = 70 \div 100$  мТл/м и  $B_v = 1,78 \div 2,54$  мТл – на 5 см. Однако на частицу в магнитоожженном слое кроме силы со стороны внешнего магнитного поля и силы тяжести будут действовать силы, обусловленные воздействием магнитных полей частиц, окружающих рассматриваемую, а также силы, действующие со стороны других частиц во время их соударения. Следовательно, величина пути, проходимого частицами ферромагнитных материалов в МОС, зависит от концентрации частиц в этом слое. Так, в магнитных полях: переменном с  $\partial B_v / \partial y = 120$  мТл/м,  $B_v = 3,05$  мТл и постоянном с индукцией  $B_c = 5,7$  мТл – объем порошка феррита стронция со средним размером частиц 0,93 мкм увеличивается в 5 раз. Чем больше возрастание объема, занимаемого магнитоожженным слоем, тем интенсивнее движение частиц и агрегатов. Описанный характер движения частиц в МОС при измельчении в бильной мельнице приводит к интенсивному перемешиванию порошка не только ударными поверхностями вращающихся бил, но и за счет поступательного движения частиц в неоднородном переменном магнитном поле.

Для проведения исследований измельчали дисперсный материал феррита стронция ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) со средним размером частиц  $d_{\text{cp}} = 1558,5$  мкм, максимальным  $d_{\text{max}} = 3100$  мкм, медианой 1477 мкм в бильной мельнице без электромагнитного воздействия и в магнитоожженном слое, который образуется в магнитных полях – постоянном с  $B_c = 15,3$  мТл и переменном с  $B_v = 6,86$  мТл,  $\partial B_v / \partial y = 270$  мТл/м.

Динамику изменения дисперсного состава порошка в зависимости от времени измельчения и электромагнитного воздействия изучали на сканирующем электронном микроскопе «Ziess Supra 25». Рентгеноструктурный анализ порошковых образцов проводили на дифрактометре ДРОН-3М с применением  $\text{CuK}_\alpha$ -излучения анода с длиной волны 1,5406 Å с фокусировкой по Брегу–Брентано ( $\theta$ – $2\theta$ ). Сканирование дифракционных профилей осуществляли в пошаговом режиме (шаг  $0,02^\circ$ ). Время экспозиции на каждом шаге составляло 8 с. Для анализа и уточнения структурных характеристик использована база данных ICSD. Компьютерная обработка дифракционных спектров выполнена с помощью программы Pwsc (версия 2.3), которая основана на методе полнопрофильного уточнения структуры

Ритвелда. Критерием хорошего согласия структурной модели и реального эксперимента было выбрано значение профильного  $R_p$ -фактора.

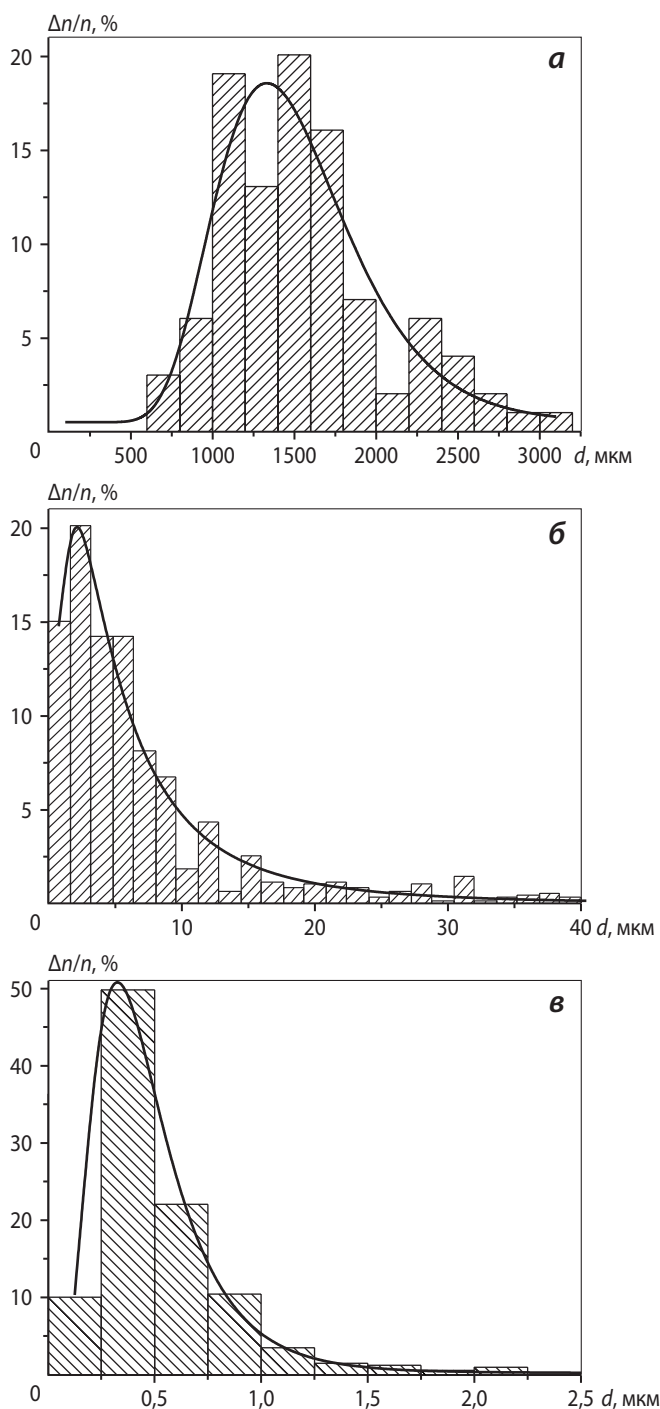
## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Общую характеристику гранулометрического состава порошка дает средний размер частиц. При измельчении в мельнице в течение 120 мин без электромагнитного воздействия получали  $d_{\text{cp}} = 9,26$  мкм, а в магнитоожженном слое – 0,55 мкм, т. е. степень измельчения возрастает в 16,8 раз, что свидетельствует об интенсификации помола в МОС. Повышение эффективности помола достигается за счет удержания дисперсной среды в зоне вращающихся бил и самоизмельчения частиц в результате их соударений друг с другом при поступательном движении в неоднородном переменном магнитном поле.

Поскольку порошки являются полидисперсными системами, то качество порошка определяется степенью однородности частиц по размерам. Для оценки качества порошка феррита стронция, полученного при измельчении, изучали статистические характеристики гранулометрического состава порошковых проб, гистограммы распределения частиц по размерам и аппроксимирующие их кривые логарифмически нормального распределения. Результаты экспериментальных исследований приведены на рис. 1, 2. Если для исходного порошка максимальное число частиц имеет  $d = 1312$  мкм (см. рис. 1, а), то после измельчения в течение 120 мин без электромагнитного воздействия максимум смещается на размер 2,4 мкм (см. рис. 1, б), а при обработке в МОС у большинства частиц  $d = 0,34$  мкм (см. рис. 1, в).

Из сопоставления представленных на рис. 1, б и в кривых распределения частиц по размерам следует, что помол в МОС обеспечивает более мелкий и однородный по фракционному составу порошок.

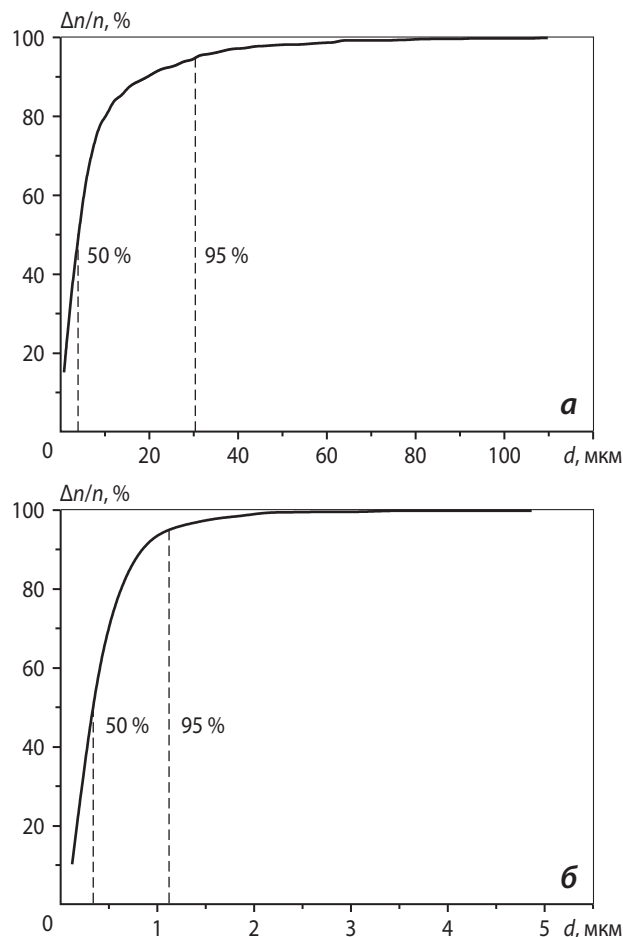
Более полную характеристику гранулометрического состава дает кумулятивная кривая распределения размера частиц порошка (см. рис. 2). Каждая точка такой кривой соответствует суммарному содержанию частиц, которые меньше данного размера. Из рис. 2, а следует, что после измельчения без электромагнитного воздействия у 95 % частиц  $d < 30,3$  мкм и у 50 % –  $d < 4,2$  мкм, после помола в МОС (см. рис. 2, б) 95 и 50 % частиц имеют размеры менее 1,1 и 0,36 мкм соответственно. Таким образом, в результате обработки в МОС у 94 % частиц  $d < 1$  мкм, а при помол без электромагнитного воздействия таких частиц всего 15 %. Получение порошка малой дисперсии по размерам достигается



**Рис. 1.** Гистограммы распределения частиц по размерам порошка феррита стронция и аппроксимирующие их кривые логарифмически нормального распределения  
**а** – исходный порошок; **б, в** – после измельчения в мельнице в течение 120 мин без электромагнитного воздействия (**б**) и при образовании магнитоожигенного слоя (**в**)

за счет удержания дисперсной среды в зоне измельчения билами и принудительного перемешивания в магнитоожигенном слое.

Измельчение дисперсной среды приводит не только к разрушению частиц, но и к активации их

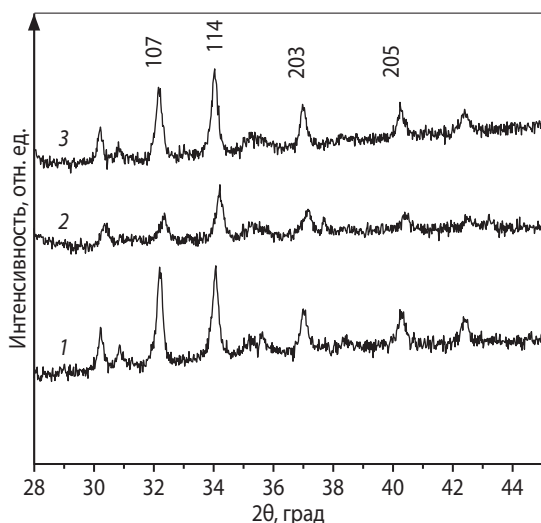


**Рис. 2.** Кумулятивные кривые распределения частиц порошка феррита стронция по размерам после измельчения в мельнице в течение 120 мин  
**а** – без электромагнитного воздействия  
**б** – в магнитоожигенном слое

поверхности за счет микродеформации кристаллической решетки. С целью определения структурных изменений порошковых образцов после помола применяли рентгеновский дифракционный метод, основанный на анализе уширения и формы отдельных дифракционных пиков [6–9].

Из экспериментальных рентгенограмм порошковых образцов по эффективным размерам областей когерентного рассеяния (ОКР) оценивали плотность дислокаций [6–8]. Для расчета максимальных значений микронапряжений [9] (остаточные напряжения 2-го рода) использован рефлекс 114.

На рис. 3 в качестве иллюстрации приведены фрагменты дифрактограмм (выбранный диапазон включает наиболее интенсивные рефлексы) образцов порошка  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ , полученных после измельчения в течение 120 мин в мельнице без электромагнитного воздействия (образец 1) и в магнитоожигенном слое (обр. 2), а также после отжига при



**Рис. 3.** Фрагменты дифрактограмм порошковых образцов после 120 мин измельчения в бильной мельнице без электромагнитного воздействия (1) и в магнитоожигенном слое (2), а также после отжига при  $t = 850^\circ\text{C}$  после обработки в магнитоожигенном слое (3)

$t = 850^\circ\text{C}$  в течение 2 ч после помола в МОС (обр. 3). При сравнении рентгенограмм обр. 1 и 2 наблюдается уширение отражений в последнем случае, что свидетельствует об уменьшении ОКР, а также о возникновении в образцах дополнительных микродеформаций ( $\Delta d/d_{hkl}$ , где  $\Delta d$  – среднее по величине изменение межплоскостного расстояния  $d_{hkl}$  обусловленное наличием дефектов решетки). Для обр. 2 значение плотности дислокаций  $3,12 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$  и величина микродеформаций  $4,15 \cdot 10^{-3}$  выше, чем для обр. 1, на  $0,67 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$  и  $0,55$  соответственно. Как и следовало ожидать, после отжига (обр. 3) значения плотности дислокаций и микродеформаций уменьшились до  $2,45 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$  и  $3,63 \cdot 10^{-3}$  соответственно.

Полученный результат возрастания величины микродеформации в большей степени можно объяснить интенсификацией помола в магнитоожигенном слое.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Из приведенных результатов следует, что измельчение исходного дисперсного ферромагнитного материала в бильной мельнице в магнитоожигенном слое в режиме перемешивания порошка и удержания его в зоне вращающихся бил позволило значительно интенсифицировать процесс обработки, существенно улучшить качество порошка гексаферрита стронция: повысить однородность распределения частиц по размерам и снизить их средний размер с 9,26 до 0,55 мкм.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Скорход В. В. Реологические основы теории спекания. Киев: Наук. думка, 1972.
2. Бальшин М. Ю. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна. М.: Металлургия, 1972.
3. Андреев В. Г., Канева И. И., Подгорная С. В., Тихонов А. Н. // Матер. электрон. техники. 2010. № 2. С. 43.
4. Пат. 2306180 (РФ). Способ измельчения магнитных материалов и устройство для его осуществления / И. Н. Егоров, Ю. М. Вернигоров, С. И. Егорова. 2007.
5. Егорова С. И. // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2009. № 4. С. 12.
6. Гинье А. Рентгенография кристаллов. М.: Физматлит, 1961.
7. Бублик В. Т., Дубровина А. Н. Методы исследования структуры полупроводников и металлов. М.: Металлургия, 1978.
8. Кривоглаз М. А. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах. Киев: Наук. думка, 1983.
9. Горелик С. С., Расторгуев Л. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: Металлургия, 1970.

### Уважаемые авторы и читатели!

Предлагаем вам подписаться на журнал

### «Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия»

Оформить подписку можно в местных отделениях связи по каталогам АО «Роспечать» (индекс **80752**) и АПР, т. 1 (индекс **44337**), а также непосредственно в редакции

Журнал выходит 4 раза в год

Стоимость подписки на полугодие составляет **2000 руб.**

Справки по тел./факс: (495) 638-45-35

E-mail: [izv.vuz@misis.ru](mailto:izv.vuz@misis.ru)