



УНИВЕРЗИТЕТ У КРАГУЈЕВЦУ  
ФАКУЛТЕТ ТЕХНИЧКИХ НАУКА У ЧАЧКУ

Боривоје Недељковић, дипл. инж. мет.

**КАРАКТЕРИЗАЦИЈА FeCoV ЛЕГУРЕ  
ДОБИЈЕНЕ ТЕХНОЛОГИЈОМ БРИЗГАЊА  
КОМПОЗИТА ПРАХА СА РАСТОПЉЕНИМ ВЕЗИВОМ**

**ДОКТОРСКА ДИСЕРТАЦИЈА**

Чачак, 2019.

## **ПОДАЦИ О МЕНТОРУ И ЧЛАНОВИМА КОМИСИЈЕ**

### **Ментор:**

**Др Небојша Митровић**, редовни професор,  
Факултет техничких наука у Чачку,  
Универзитет у Крагујевцу

### **Чланови комисије:**

1. **Др Нина Обрадовић**, научни саветник,  
Институт техничких наука САНУ Београд, председник
2. **Др Слободан Ђукић**, редовни професор у пензији  
Факултет техничких наука у Чачку,  
Универзитет у Крагујевцу
3. **Др Небојша Митровић**, редовни професор,  
Факултет техничких наука у Чачку,  
Универзитет у Крагујевцу

### **ДАТУМ ОДБРАНЕ:**

<b>ИДЕНТИФИКАЦИОНА СТРАНИЦА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ</b>	
<i><b>I Аутор</b></i>	
Име и презиме:	<b>Боривоје Недељковић</b>
Датум и место рођења:	09.03.1974. године у Чачку
Садашње запослење:	Асистент, Факултет техничких наука у Чачку, Универзитет у Крагујевцу
<i><b>II Докторска дисертација</b></i>	
Наслов:	Карактеризација FeCoV легуре добијене технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом
Број страница:	100
Број слика:	67
Број библиографских података:	88
Установа и место где је рад израђен:	Универзитет у Крагујевцу, Факултет техничких наука у Чачку
Научна област (УДК):	620.172:2, 620.179:14 (043.3)
Ментор:	Др Небојша Митровић, редовни професор, Факултет техничких наука у Чачку, Универзитет у Крагујевцу
<i><b>III Оцена и одбрана</b></i>	
Датум пријаве теме:	15.01.2016. године
Број одлуке и датум прихватања докторске дисертације:	IV-01-217/13 од 13.04.2016. године
Број одлуке и датум прихватања продужења израде докторске дисертације	4-359/8 од 20.02.2019. године
Комисија за подобност теме и кандидата:	1. др Небојша Митровић, редовни професор, Факултет техничких наука, Чачак, ментор. 2. др Слободан Ђукић, редовни професор, Факултет техничких наука, Чачак 3. др Нина Обрадовић, виши научни сарадник научни саветник, Институт техничких наука САНУ, Београд
Комисија за оцену докторске дисертације:	1. др Нина Обрадовић, научни саветник, Институт техничких наука САНУ, Београд, председник. 2. др Слободан Ђукић, редовни професор у пензији, Факултет техничких наука, Чачак 3. др Небојша Митровић, редовни професор, Факултет техничких наука, Чачак, ментор.
Комисија за одбрану докторске дисертације:	1. др Нина Обрадовић, научни саветник, Институт техничких наука САНУ, Београд, председник. 2. др Слободан Ђукић, редовни професор у пензији, Факултет техничких наука, Чачак 3. др Небојша Митровић, редовни професор, Факултет техничких наука, Чачак, ментор.
Датум одбране дисертације:	

## РЕЗИМЕ

Предмет истраживања у овој докторској дисертацији су узорци легуре  $49\text{Fe}49\text{Co}2\text{V}$  добијени поступком бризгања композита праха са растопљеним везивом (PIM технологија). С обзиром да су легуре FeCoV система најбоље комерцијалне легуре међу магнетним материјалима који задржавају високе вредности магнетне индукције при високим радним температурама, јасно је колики је научни интерес изучавања њиховог добијања применом новијих технологија. Спроведена истраживања се односе на корелацију поступка високотемпературског синтеровања са структурним и мултифункционалним својствима (термичким, механичким и магнетним), чиме се заокружује тетрада синтеза-структура-својства-примене.

Магнетне легуре на бази гвожђа и кобалта су јединствене по изузетној комбинацији високих вредности магнетне индукције засићења и Киријеве температуре. Ове легуре припадају класи гранично магнетно меких материјала, тј. полутврдим магнетним материјалима (semi-hard magnetic materials). Највећи број магнетно меких и магнетно полутврдых материјала поседује вредности Киријеве температуре између  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ , док једино легура VACOFLUX®50 поседује температуру прелаза феромагнетик-парамагнетик чак око  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  што јој даје изузетан значај јер је са овим својством јединствена. Дакле, у односу на остале магнетне материјале FeCoV легуре имају најбољи баланс термичких (Киријева температура изнад  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), магнетних (магнетна индукција засићења изнад 2 Т), механичких (висока тврдоћа) и електричних (специфична електрична отпорност изнад  $30\text{ }\mu\Omega\text{cm}$ ) својстава и то уз повољан однос цена/перформансе.

Легура  $49\text{Fe}49\text{Co}2\text{V}$  се проучава због комбинације добрих магнетних карактеристика и побољшаних механичких и термичких својстава у односу на друге легуре у систему FeCoV. Бинарне легуре Fe-Co система које садрже 33-55 мас. % Co су веома крте због формирања уређене суперрешетке на температурама нижим од  $730\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Додатак од око 2 мас. % V спречава трансформацију у уређену структуру и омогућава релативно високу вредност специфичне електричне отпорности.

Технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом данас је остварена ефикасна производња керамичких или металних делова са сложеним геометријама. Уколико материјали садрже металне елементе производња се обавља

једном од две варијације PIM технологије, тј. бризгањем композита металног праха (PIM/MIM технологија) што је тема ове докторске дисертације.

PIM технологија која се завршава обавезним високотемпературским синтеровањем, омогућила је истовремено задовољење геометријских конструкцијских захтева, потребне магнетне карактеристике и неопходна механичка својства. Оптимизација поступка високотемпературског синтеровања је од изузетне важности и захтева детаљну анализу на основу коорелације постигнутих својстава и температуре синтеровања.

Структурна својства легуре након високотемпературског синтеровања испитана су методама XRD и SEM, а затим и квантитативном стереолошком анализом. Код свих испитиваних узорака, тј. при свим примењеним температурама синтеровања (1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C) регистрована је појава интензивног дифракционог пика као резултат процеса кристализације током које је дошло до формирања кристалне фазе  $\alpha'$ -FeCo. Ова кристална фаза  $\alpha'$ -FeCo поседује изузетно високу вредност Киријеве температуре (чак  $T_c = 1390$  K). Повећање температуре синтеровања доводи до раста дела кристалне фазе и нарочито је изражено при највишим температурама синтеровања од 1430 °C и 1460 °C. Повећање тврдоће  $HV_{10}$  прати пораст кристалног удела и резултат је смањеног кретања дислокација у структури формираној током крајње фазе синтеровања када долази до раста зрна, скупљања отворених пора (и преласка у затворене) те достизања вредности од преко 90 % теоријске густине. Пораст температуре синтеровања прати и смањење DC коерцитивности  $H_{c/DC}$  што је изузетно важно с обзиром да је за многе примене потребно истовремено постићи добра и магнетна и механичка својства.

Узорак синтерован на 1370 °C показује најбољу комбинацију функционалних магнетних својстава, а вредност магнетене индукције засићења достиже  $B_{s10} \approx 1.35$  T, чиме легура Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> постаје интересантна при конструисању електричних направа минијатурних димензија, тј. истовремено се решава проблем ограничене тежине (тј. што мање димензије компоненте) и постизање што виших вредности магнетног флукса.

У оквиру истраживања магнетних својстава од фреквенције (при 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz) евидентно је ширење кривих магнетног хистерезиса са повећањем фреквенције. Са повећањем радне учестаности расту и хистерезисни губитци и губитци услед вихорних струја, што је уобичајено својство свих магнетно меких и магнетно полутврдих материјала.

Анализа фреквентних зависности губитака услед вихорних струја показује да најмање магнетне губитке поседује узорак синтерован на температури 1370 °C, што је у потпуној сагласности са анализама зависности релативне магнетне пермеабилности од магнетног поља. Фреквентне зависности хистерезисних губитака свих испитиваних узорка показују линеарну зависност у складу са Штајнмицовом једначином. Иако су при порасту фреквенције приметне значајне промене облика хистерезисних кривих из класичног R-облика (нпр. 5 Hz, 10 Hz и 20 Hz) у аномални облик (нпр. 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz), слагања мерених и моделованих кривих код узорка синтерованог на температури 1370 °C су одлична при свим испитиваним радним фреквенцијама. Анализа фреквентне зависности коерцитивности  $H_c(f)$  (код истог узорка) спроведена према моделу који укључује и допринос аномалних вихорних струја показује да је допринос аномалних вихорних струја повећању коерцитивности свега 1% на 5 Hz, тј. 5 % на 50 Hz.

Данас се упоредо са класичном технологијом добијања (пресовање-синтеровање) и овде презентоване PIM/MIM технологије, испитују и поступци израде FeCoV легура механохемијским процесима те различитим комбинацијама композита. Интересантно је да су на тај начин достигнута врло специфична магнетна својства, што испитивањима FeCoV легура даје актуелност за будућа истраживања и потпуно нове и специфичне примене у техници и то уз повољан однос цена/перформансе.

**Кључне речи:** FeCoV легуре, технологија бризгања композита праха са растопљеним везивом, рендгеноструктурна анализа, скенирајућа електронска микроскопија, микроструктура, магнетни хистерезис, магнетна пермеабилност, коерцитивна сила, тврдоћа, магнетни губици, вихорне струје, аномалне вихорне струје.

**Уз дужно поштовање, искрено и велико задовољство захваљујем се:**

• **Др Небојши Митровићу**, редовном професору Факултета техничких наука у Чачку, ментору, на изузетном разумевању и помоћи током израде докторске дисертације, правовременом усмеравању ка актуелностима везаним за технологију бризгања композита праха са растопљеним везивом (**РІМ/МІМ** технологија) и коначном избору испитиване легуре. Велико и драгоцено међународно научно искуство које поседује ми је преносио и током техничке припреме испитиваних узорака, приликом обраде резултата мерења, публикавања радова у међународним научним часописима и обликовања текста дисертације, на чему му се искрено захваљујем.

• **Др Слободану Ђукићу**, редовном професору у пензији, Факултета техничких наука у Чачку, који је ме је саветовао у области анализе магнетних мерења и истраживања фреквентних својстава, а личним ангажманом и несебичном помоћи давао значајан допринос приликом обављања експеримената у Лабораторији за савремене материјале САНУ на ФТН Чачак и увек давао подстрек за даљи рад на докторској дисертацији.

• **Др Нини Обрадовић**, научном саветнику Института техничких наука Српске академије наука и уметности, захваљујем се за пажљиву и детаљну анализу теоријског и експерименталног дела докторске дисертације, кроз дате сугестије и корекције везане за процес високотемпературског синтеровања испитиваних узорака.

• **Др Владимиру Павловићу**, научном саветнику Института техничких наука Српске академије наука и уметности, захваљујем се за стручно и педантно обављена истраживања структуре испитиваних узорака на скенирајућем електронском микроскопу.

• **Др Алекси Маричићу**, професору емеритусу и **др Бранки Јордовић** редовном професору у пензији, Факултета техничких наука у Чачку, на сарадњи, уступљеној литератури и корисним саветима током рада на дисертацији.

- **Колегама са Катедре за физику и материјале и руководству Факултета техничких наука у Чачку захваљујем се на сталној подршци која даје посебан значај овоме раду.**

**Највећу захвалност дугујем својој породици, а посебно супрузи Маријани, синовима Јакову и Војину, који су ми дали изузетно значајну подршку да докторску дисертацију са успехом завршим.**



## САДРЖАЈ

1. УВОД.....	1
2. ТЕОРИЈСКИ ДЕО .....	5
2.1. Преглед стања у подручју истраживања легура FeCoV и FeCo .....	5
2.2. Својства легура FeCoV и FeCo добијених технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом PIM/MIM технологија .....	11
3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДЕО .....	16
3.1. Добијање легуре FeCoV применом технологије бризгања композита праха са растопљеним везивом PIM/MIM технологија .....	16
3.2. Мерења магнетних својстава легуре FeCoV .....	29
3.3. Испитивања структурних својстава легуре FeCoV .....	31
3.3.1. Микроскопска испитивања структуре .....	32
3.3.2. Рендгеноструктурна испитивања .....	35
4. РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА .....	38
4.1. Испитивање структурних својстава легуре FeCoV добијене PIM/MIM технологијом .....	38
4.1.1. Испитивање структурних својстава легуре FeCoV методом дифракције X-зрачења- XRD .....	39
4.1.2. Испитивање структурних својстава легуре FeCoV методом скенирајуће електронске микроскопије – SEM .....	41
4.2. Испитивање механичких својстава легуре FeCoV добијене PIM/MIM технологијом .....	52
4.3. Испитивање магнетних својстава легуре FeCoV добијене PIM/MIM технологијом .....	56
4.3.1. Мерења температурске зависности магнетне пермеабилности .....	56
4.3.2. Мерења кривих магнетног хистерезиса .....	57
4.3.3. Криве првобитног магнећења и релативне магнетне пермеабилности .....	66

4.3.4. Одређивање магнетних губитака .....	73
5. ЗАКЉУЧАК .....	85
<i>ЛИТЕРАТУРА</i> .....	92

## **1. УВОД**

Пратећи изузетно динамичан развој технике, савремена истраживања магнетних материјала односе се како на развој нових класа металних легура тако и на нове технолошке поступке којима се унапређују својства већ познатих магнетних система. У последње две деценије смеша прахова са полимерним везивом омогућила је добијање феромагнетних језгара и у комплексним геометријским облицима.

У оквиру ове докторске дисертације детаљно ће се испитати структурна и мултифункционална (магнетна, механичка и електрична) својства FeCoV легуре добијене поступком бризгања композита праха са растопљеним везивом. Очекивани резултати у оквиру предложене докторске дисертације допринеће даљем развоју магнетних материјала и њихове примене у електротехници.

Технологија бризгања композита праха са растопљеним везивом (Powder Injection Moulding – PIM технологија) омогућава серијску производњу керамичких (CIM - Ceramic Injection Moulding) и металних (MIM - Metal Injection Moulding) компонентни комплексних геометријских облика, па је стога постала поуздана и изузетно атрактивна технологија почетком овог века. MIM као и поступак директног ласерског металног синтеровања (Direct Laser Metal Sintering) (где се смеша металних прахова консолидује ласерским снопом у једном производном кораку данас су врло корисне технологије за комерцијалну производњу многих магнетних елемената.

Захваљујући бројним комбинацијама смеша прахова, везива, облика калупа, метода за отклањање везива и температурско/временских профила синтеровања, PIM технологија је погоднија за индустрију магнетних материјала у поређењу са класичним поступцима јер омогућава лакшу производњу језгара комплексних геометријских облика.

Пред савремене магнетне материјале најчешће се постављају захтеви за високим вредностима магнетне индукције засићења, пермеабилности, Киријеве температуре, тврдоће, електричне и корозионе отпорности а истовремено је потребно обезбедити што ниже вредности коерцитивности и магнетних губитака. Један од ретких материјала који задовољава напред наведена својства је 49Fe49Co2V легура па ће се у раду испитивати узорци ове легуре добијени PIM технологијом, тј. истраживаће се корелација поступка синтеровања са структурним и мултифункционалним својствима.

Легуре FeCoV система обично садрже 45-55 мас. % Fe, 45-55 мас. % Co и 1.5 - 2.5 мас. % V. Повећање садржаја ванадијума (4 - 7 мас. %) доводи до изразито добрих механичких својстава али знатно смањује магнетну индукцију засићења  $B_s$ . Могуће је и увођење титанијума у малом проценту (0,4 – 1,4 мас. % Ti) уместо ванадијума за постизање још бољих механичких својстава.

Применом PIM технологије могуће је добити магнетно меке легуре система FeCo без додатка ванадијума при знатно нижим температурама синтеровања (од око 980 °C) у односу на стандардне температуре синтеровања које су обично у опсегу између 1300°C и 1400 °C. Међутим, легуре FeCo система без ванадијума као елемента који омогућава врло добра механичка и погодна електрична својства, се управо због овога не могу користити за многе примене где су високе вредности тврдоће HV неопходне. Легуре FeCoV система са подједнаким учешћем Fe и Co, а са 2 – 5 мас. % V поседују и високу специфичну електричну отпорност (услед додатка ванадијума) чиме су значајно смањени губици услед вихорних струја.

Током израде докторске дисертације коришћене су следеће експерименталне методе у области истраживања савремених мултифункционалних материјала:

- технологија бризгања композита праха са растопљеним везивом,
- високотемпературско синтеровање,
- рендгенско-дифракциона анализа (XRD),
- микроструктурна стереолошка анализа,
- SEM анализа синтерованих узорака,
- испитивање тврдоће по Викерсу (HV10),
- Фарадејева метода за термомагнетна мерења,
- мерење коерцитивне силе,
- мерење кривих магнетног хистерезиса  $B(H)$  при различитом побудним вредностима магнетног поља и радним фреквенцијама до 60 Hz за одређивање енергетских губитака у магнетном језгру.

С обзиром на веома честе примене FeCoV легура за израду минијатурних компоненти у турбопуњачима или радијалним роторима где се током рада формирају веома високе температуре, у дисертацији ће се испитати легура 49Fe49Co2V добијена поступком бризгања композита праха са растопљеним везивом. Након термичког одстрањивања везива спровешће се синтеровање на температурама од 1370 °C до 1460 °C у атмосфери вакуума, током три и по сата. Испитивањем мултифункционалних својстава успоставиће се корелација термичких, структурних и физичких својстава са процесом високотемпературског синтеровања чиме ће се заокружити тетрада синтеза-структура-својства-примене која је основа развоја савремених техничких материјала. На основу добијених резултата анализираће се предности и недостаци примењене технологије и дати предлози за оптимизацију.

Евидентиране карактеристике узорака испитиваних током израде ове докторске дисертације упоредиће се са литературним вредностима FeCoV и FeCo легура добијених алтернативним савременим технологијама, као и са доступним каталожким вредностима комерцијалних легура добијених стандардном

*Карактеризација FeCoV легуре добијене технологијом бризгања композита праха  
са растопљеним везивом*

---

техником која подразумева комбинацију два поступка: пресовање и накнадно синтеровање.

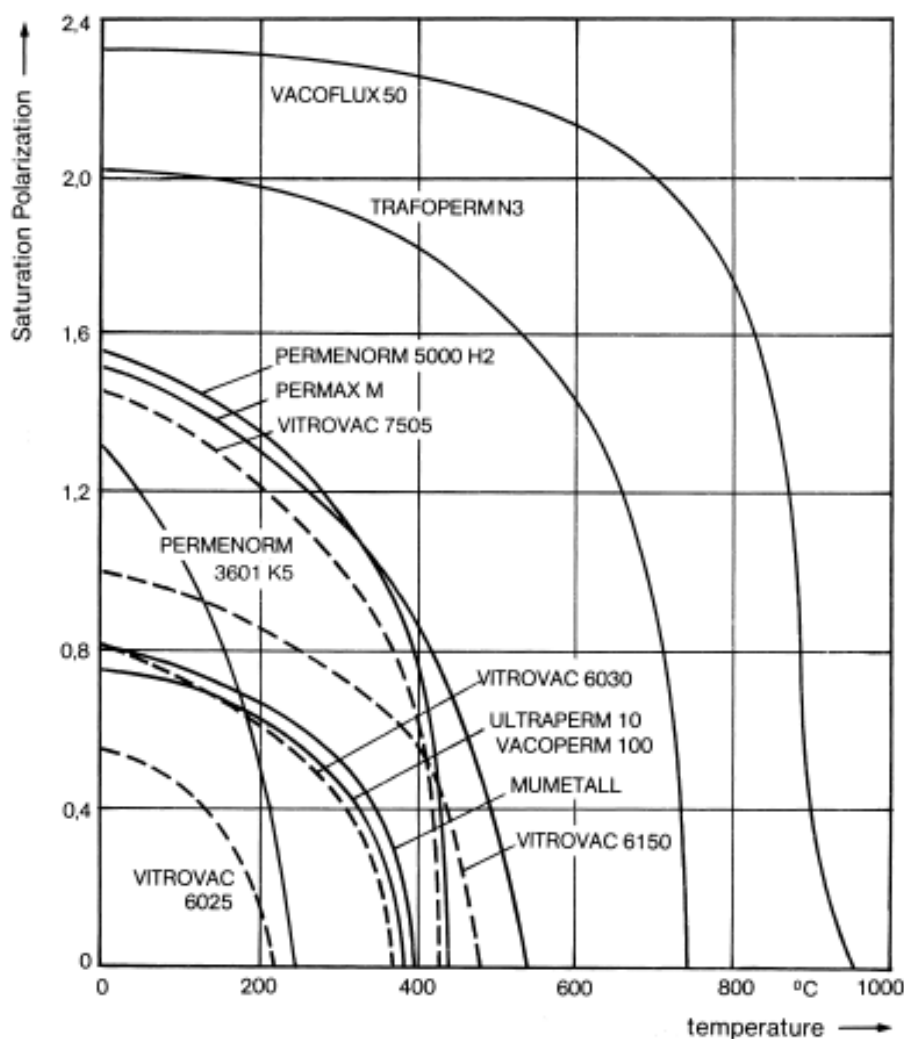
## **2. ТЕОРИЈСКИ ДЕО**

### **2.1. Преглед стања у подручју истраживања легура FeCoV и FeCo**

Пред савремене магнетне материјале најчешће се постављају захтеви за високим вредностима магнетне индукције засићења  $B_s$ , пермеабилности  $\mu_r$ , Киријеве температуре  $T_c$ , тврдоће HV, електричне  $\rho$  и корозионе отпорности а истовремено је потребно обезбедити што ниже вредности коерцитивности  $H_c$  и магнетних губитака  $P_m$ . Један од ретких материјала који задовољава напред наведена својства је легура састава 49Fe49Co2V па су предмет испитивања у овој докторској дисертацији узорци ове легуре добијени PIM технологијом, тј. истраживана је корелација поступка синтеровања са структурним и мултифункционалним (магнетним, механичким и електричним) својствима.

Магнетне легуре на бази гвожђа и кобалта су познате по изузетној комбинацији високих вредности магнетне индукције засићења и Киријеве температуре. На сл. 2.1 је приказана корелација високих вредности магнетне индукције засићења и високе вредности Киријеве температуре комерцијалне легуре VACOFLUX<sup>®</sup> 50 на бази гвожђа и кобалта састава 49Fe49Co2V (компаније VACUUMSCHMELZE GmbH & Co. KG – Germany [1, 2]). Највећи број магнетно меких и магнетно полутврдих материјала поседује вредности Киријеве температуре између 350 °C и 550 °C, док једино легура VACOFLUX 50 поседује температуру прелаза феромагнетик-парамагнетик чак око 950 °C што јој даје изузетан значај јер је са овим својством јединствена. При радним температурама од око 700 °C задржава високе вредности магнетне индукције засићења изнад 2 T а на температурама од око 800 °C вредности магнетне индукције засићења су јој изнад

1,6 Т. Најближа по својствима јој је легура TRAFOPERM N3 са Киријевом температуром око 750 °C и вредношћу магнетне индукције засићења од 1,6 Т при температури око 550 °C. Аморфне магнетно меке легуре са релативно високим вредностима магнетне пермеабилности на бази кобалта [3] VITROVAC 6150 ( $B_s \approx 1$  Т ;  $T_c \approx 480$  °C) или на бази гвожђа [4] VITROVAC 7505 ( $B_s \approx 1,4$  Т ;  $T_c \approx 420$  °C) ипак нису конкурентне за примене при изузетно високим вредностима радних температура.

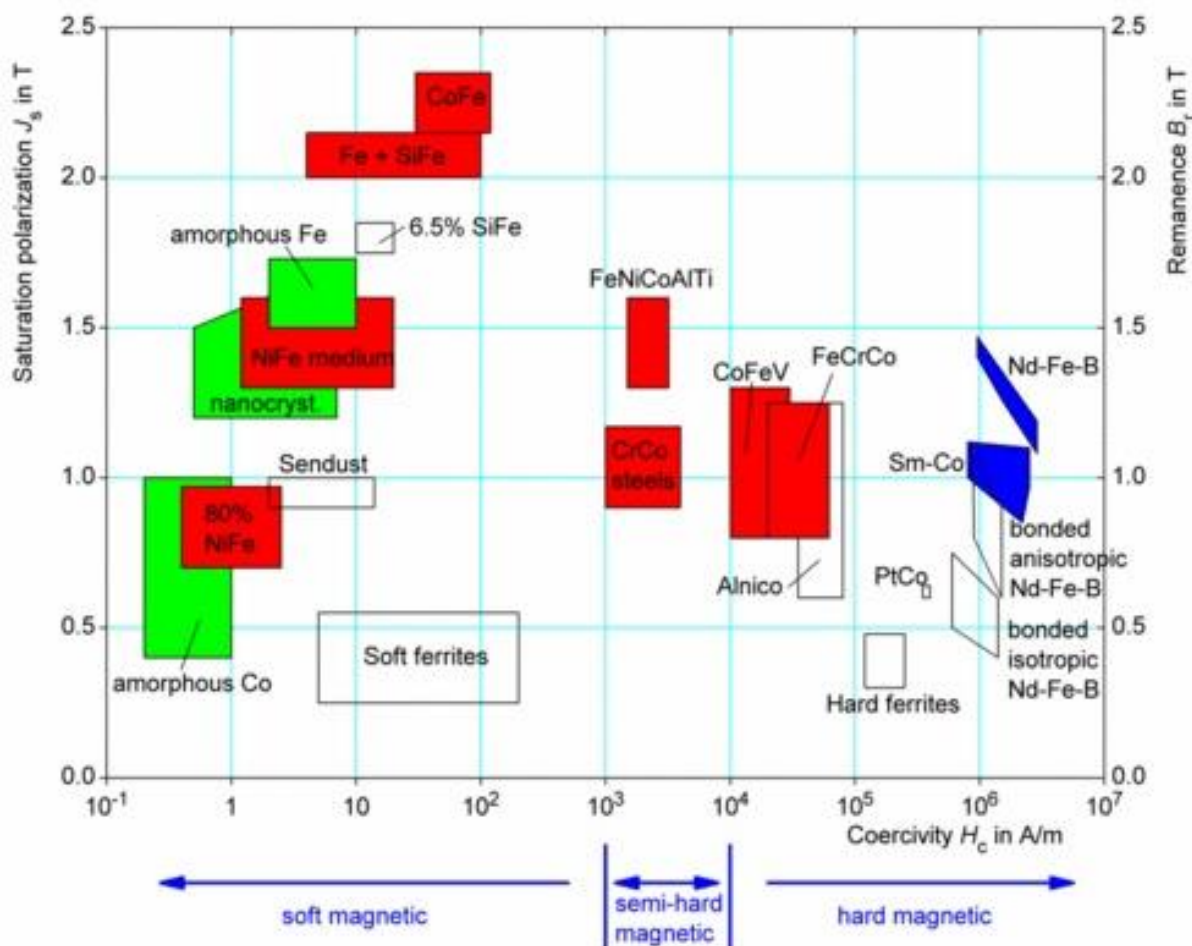


Слика 2.1 Корелација магнетне поларизације засићења  $J_s$  и Киријеве температуре легуре на бази гвожђа и кобалта VACOFLUX 50  $49\text{Fe}49\text{Co}2\text{V}$  у поређењу са осталим магнетно меким и магнетно полутврдим материјалима [2]).

Ове легуре према својим магнетним карактеристикама (коерцитивна сила  $H_c$  између 500 А/м и 3000 А/м, магнетна индукција засићења  $B_s$  изнад 2 Т,

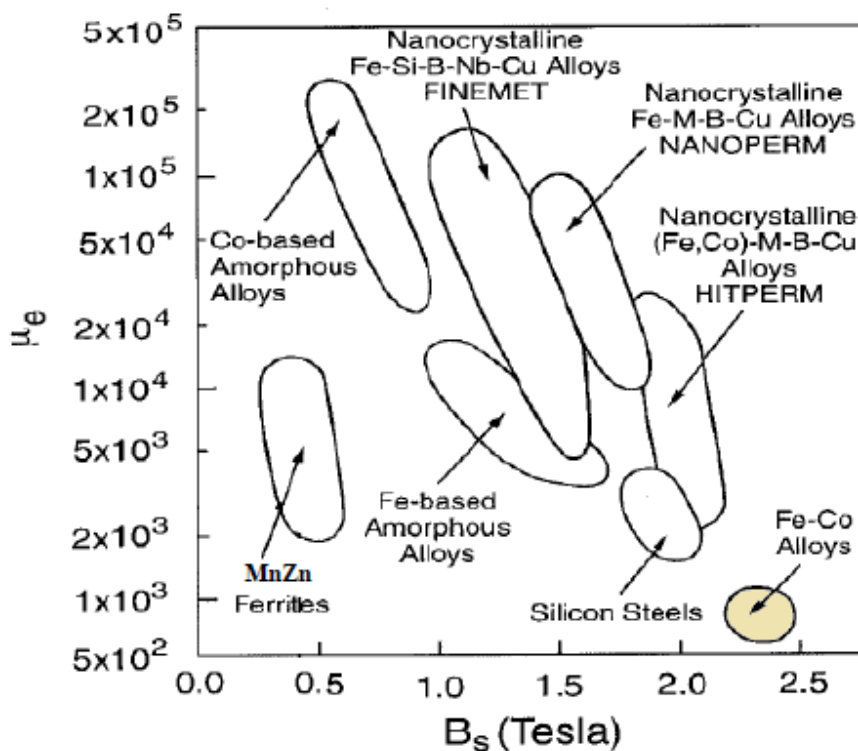


релативна магнетна пермеабилност  $\mu_r$  од 3000 до 9000 (на 1 kHz  $\mu_e$  је испод 1000)) припадају класи гранично магнетно меких материјала, тј. полутврдим магнетним материјалима (semi-hard magnetic materials) сл. 2.2. и сл. 2.3.

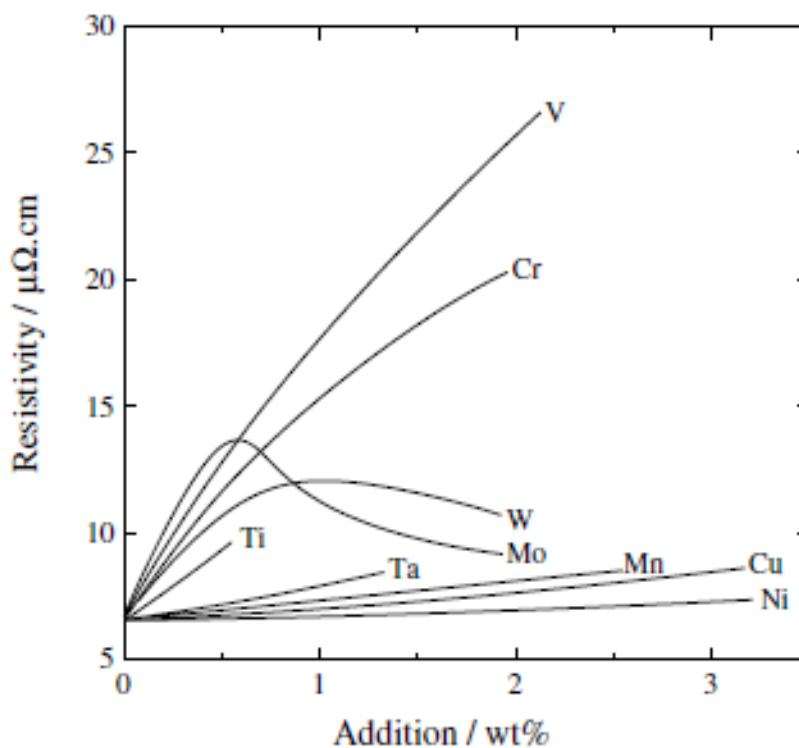


Слика 2.2 Корелација магнетне поларизације засићења  $J_s$  и коерцитивног поља  $H_c$  магнетних материјала (легури на бази гвожђа и кобалта са додатком ванадијума  $CoFeV$  су позиционирани међу полутврдим магнетним материјалима).

Легура  $49Fe49Co2V$  се проучава због комбинације добрих магнетних карактеристика и побољшаних механичких и термичких својстава у односу на друге легуре у систему FeCoV. Бинарне легуре Fe-Co система које садрже 33-55 мас. % Co су веома крте због формирања уређене суперрешетке на температурама нижим од 730 °C. Додатак од око 2 мас. % V спречава трансформацију у уређену структуру и омогућава релативно високу вредност специфичне електричне отпорности (знатно више вредности у односу на остале легирајуће елементе, W, Ti, Mo, Mn, Ta, Cu, Ni,... видети сл. 2.4.).

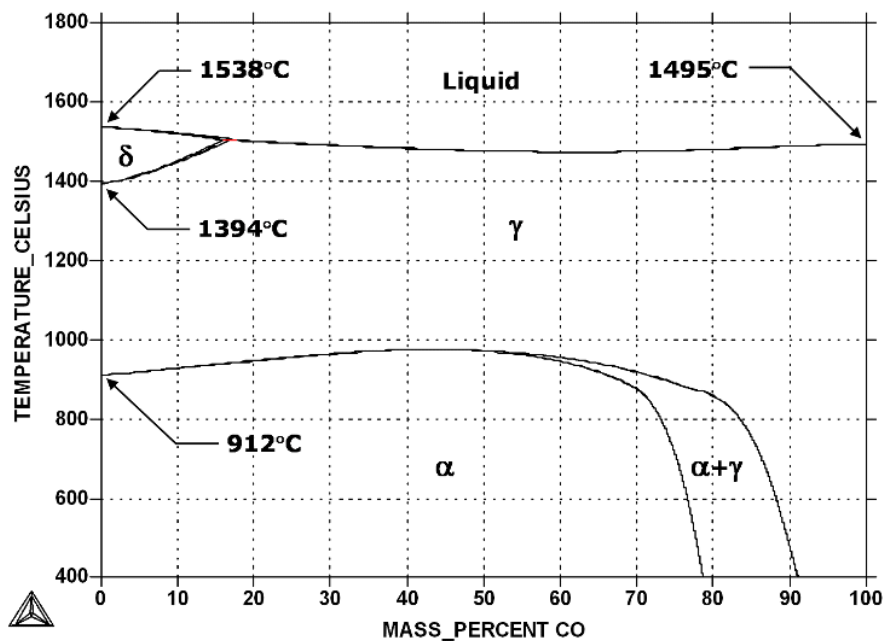
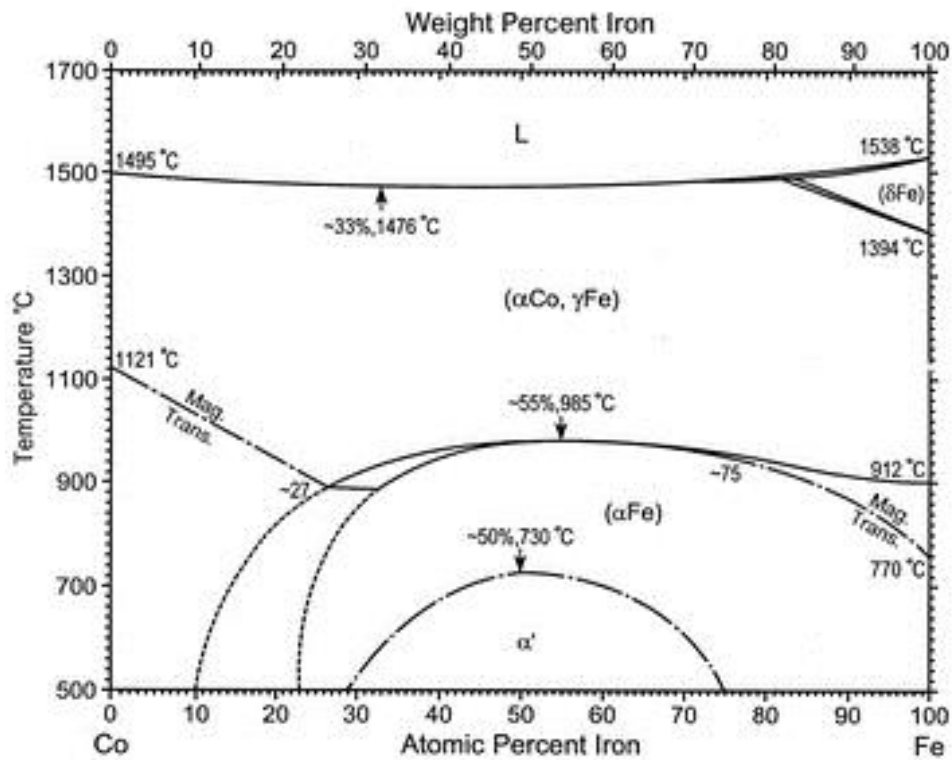


Сл. 2.3. Веза између релативне магнетне пермеабилности и индукције zasiћења магнетно-меких материјала на 1 kHz [5].



Слика 2.4. Утицај легитрајућег елемента X на специфичну електричну отпорност код система FeCo-X [6].

Легуре FeCoV система обично садрже 45-55 мас. % Fe, 45-55 мас. % Co и 1,5-2,5 мас. % V. Повећање садржаја ванадијума (4 - 7 мас. %) доводи до изразито добрих механичких својстава али знатно смањује магнетну индукцију засићења  $B_s$ . Могуће је и увођење титанијума у малом проценту (0,4 - 1,4 мас. % Ti) уместо ванадијума за постизање још бољих механичких својстава [7].



Слика 2.5. Фазни дијаграм бинарног система Fe-Co / Co-Fe.

Легуре FeCoV система су најбоље комерцијалне легуре међу магнетним материјалима који задржавају високе вредности магнетне индукције при високим радним температурама (видети слику 2.5. фазног дијаграма бинарног система Fe-Co, крива магнетног прелаза).

Стога су ове легуре најпримењиваније као ламинатни материјали за електричне генераторе авиона (екстремни радни услови, брзине ротације између 50 000 и 70 000 об/мин., радна температура око 500 °C при фреквенцији од 500 Hz), за електромагнетне вентиле дизел мотора, итд ...

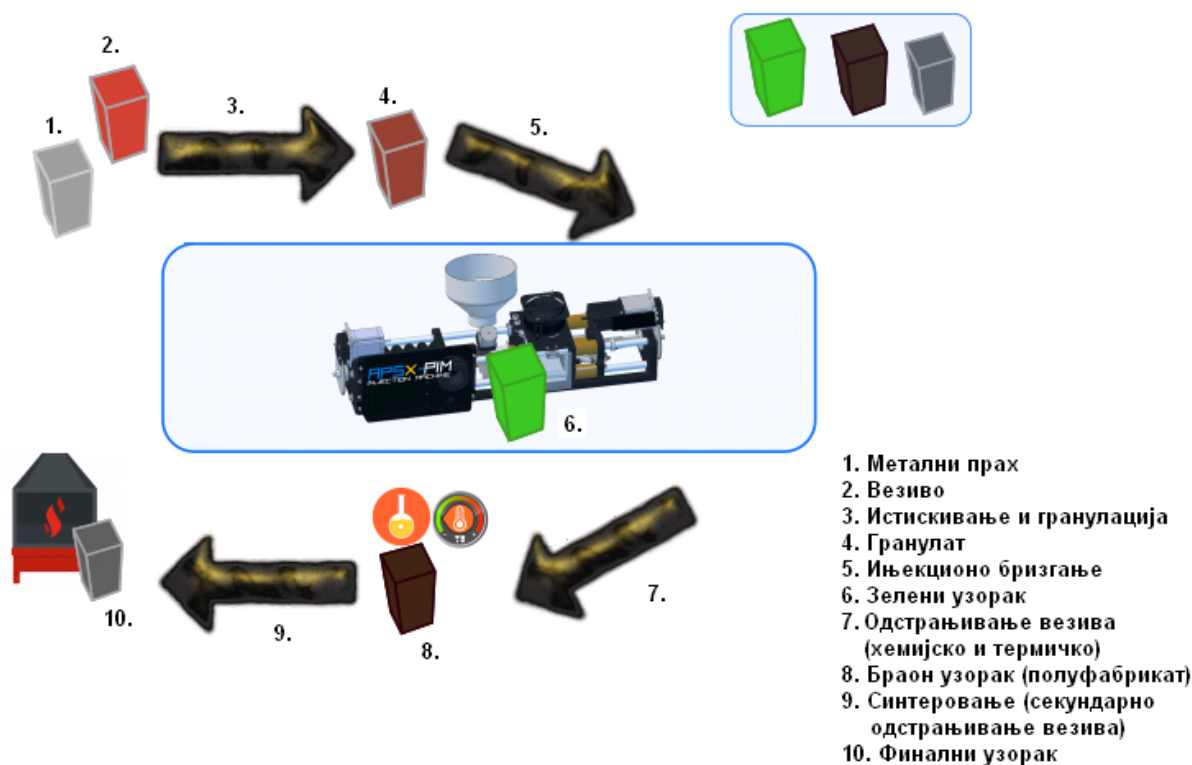
Дакле, у односу на остале магнетне материјале FeCoV легуре имају најбољи баланс термичких (Киријева температура изнад 800 °C), магнетних (магнетна индукција засићења изнад 2 T), механичких (висока тврдоћа) и електричних (специфична електрична отпорност изнад 30  $\mu\Omega\text{cm}$ ) својстава, и то уз повољан однос цена/перформансе.

Поред легура FeCoV система са подједнаким односом атома гвожђа и кобалта са ниским садржајем ванадијума (до око 2 %) чија својства припадају полутврдим магнетним материјалима, значајне су и легуре CoFeV система са знатно увећаним садржајем ванадијума (до око 13 %). И поред тога што повећани садржај ванадијума знатно смањује вредност магнетне индукције засићења  $B_s$ , легура Co<sub>52</sub>Fe<sub>38</sub>V<sub>10</sub> са комерцијалним називом *Vicalloy 1* поседује вредност коерцитивног поља  $H_c$  око 3 kOe (тј. око 24 kA/m) и енергетски производ  $(BH)_{\max} \approx 6.4 \text{ kJ/m}^3$  [8], што је сврстава међу магнетно тврде материјале. Легура са још већим садржајем ванадијума Co<sub>52</sub>Fe<sub>35</sub>V<sub>13</sub> комерцијалног назива *Magnetoflex 35* [9] поседује вредност коерцитивног поља  $H_c$  од око 30 kA/m и енергетски производ  $(BH)_{\max} \approx 12 \text{ kJ/m}^3$ .

## 2.2. Својства легура FeCoV и FeCo добијених технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом PIM/MIM технологија

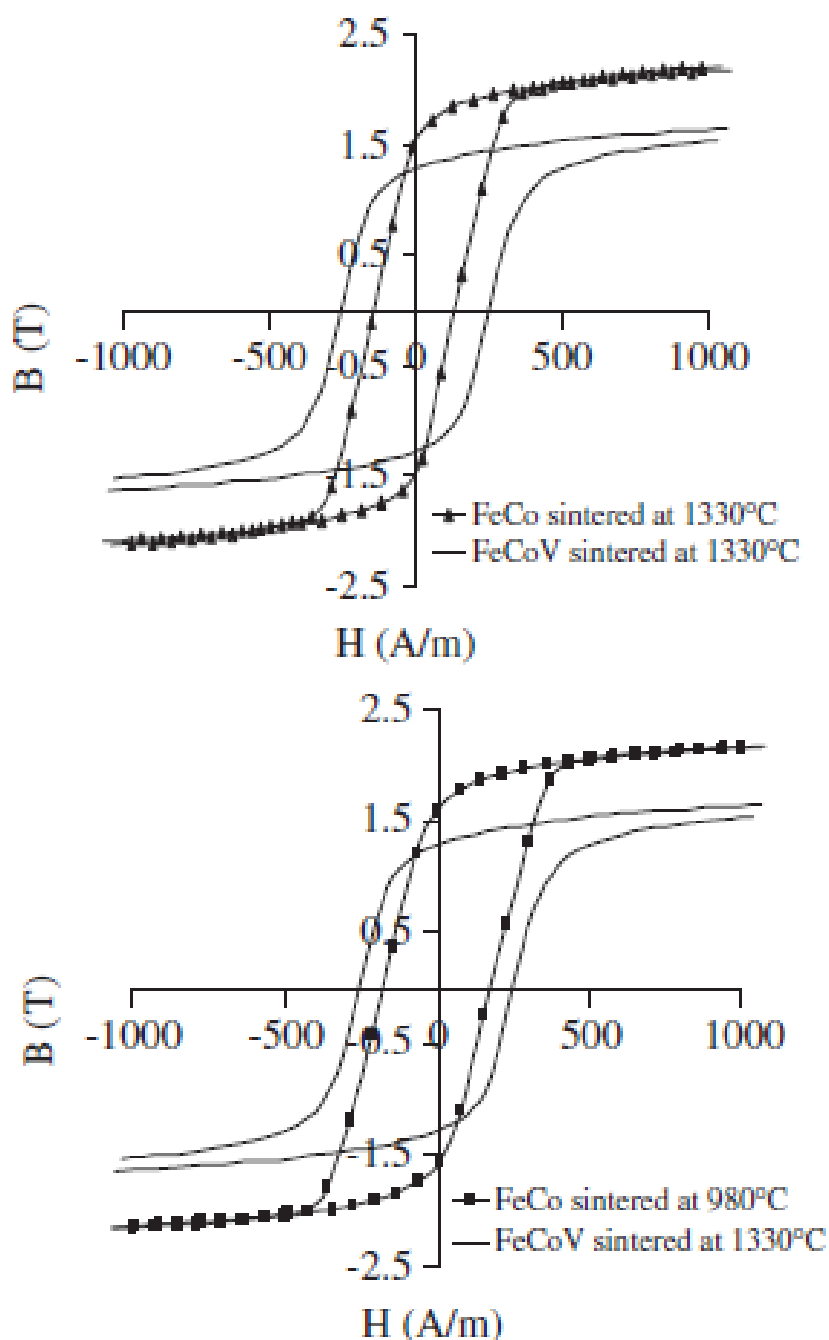
На основу технологије бризгања композита праха са растопљеним везивом данас је остварена ефикасна производња керамичких или металних делова са сложеним геометријама [10-14]. Уколико материјали садрже металне елементе производе се варијацијом PIM технологије, тј. бризгањем композита металног праха (MIM технологија [12, 13]). MIM технологије заједно са технологијом директног ласерског металног синтеровања (DLMS) [15, 16]) је основа комерцијалне производње у бројним сегментима савремене индустрије.

На слици 2.6 је приказан ток развоја прозвода коришћењем PIM технологије. Полазни прах се меша са везивом ради добијања гранулата који се бризгањем ињектује у калуп чиме је произведен тзв. зелени узорак. Одстрањивањем везива из зеленог узорка се добија тзв. браон узорак након чега се синтеровањем стиже до произведене финалне компоненте.



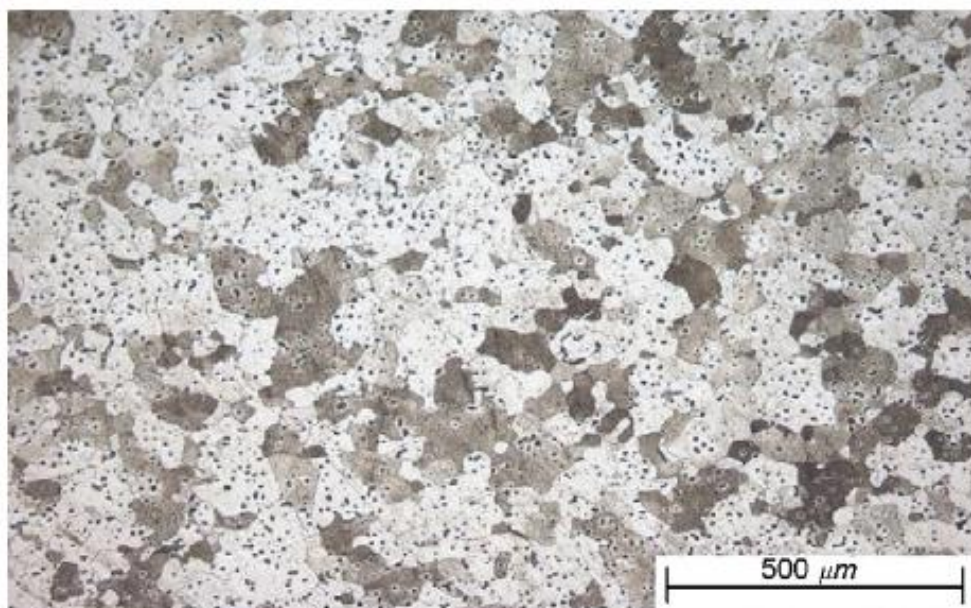
Слика 2.6. Развој прозвода током PIM технологије (прах-везиво-гранулат-зелени узорак-браон узорак-произведени део).

Силва са сарадницима [17] је истраживао легуру Fe50Co50 добијену PIM/MIM поступком и закључио да се потпуном елиминацијом ванадијума могу побољшати магнетно мека својства (повећање релативне магнетне пермеабилности при фреквенцији  $f=0.05$  Hz) и знатно смањити температура синтеровања (980 °C уместо уобичајене температуре синтеровања од 1330 °C; видети слику 2.7. где су упоредно дате криве хистерезиса за оба система легура FeCoV и FeCo).

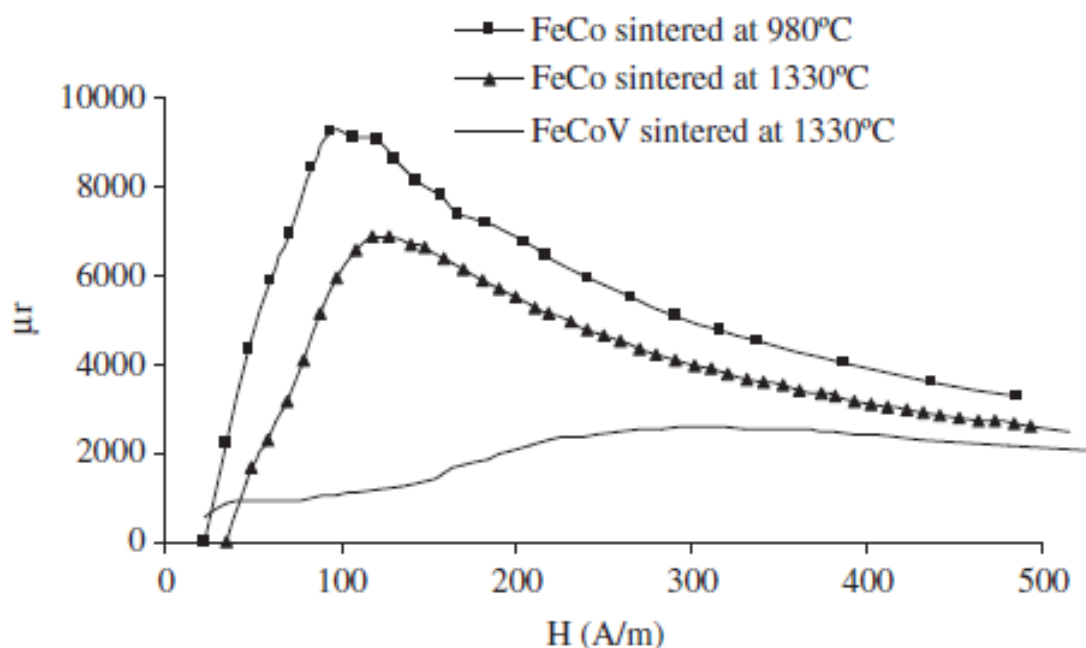


Слика 2.7. Хистерезисне криве FeCoV и FeCo лејуре [17].

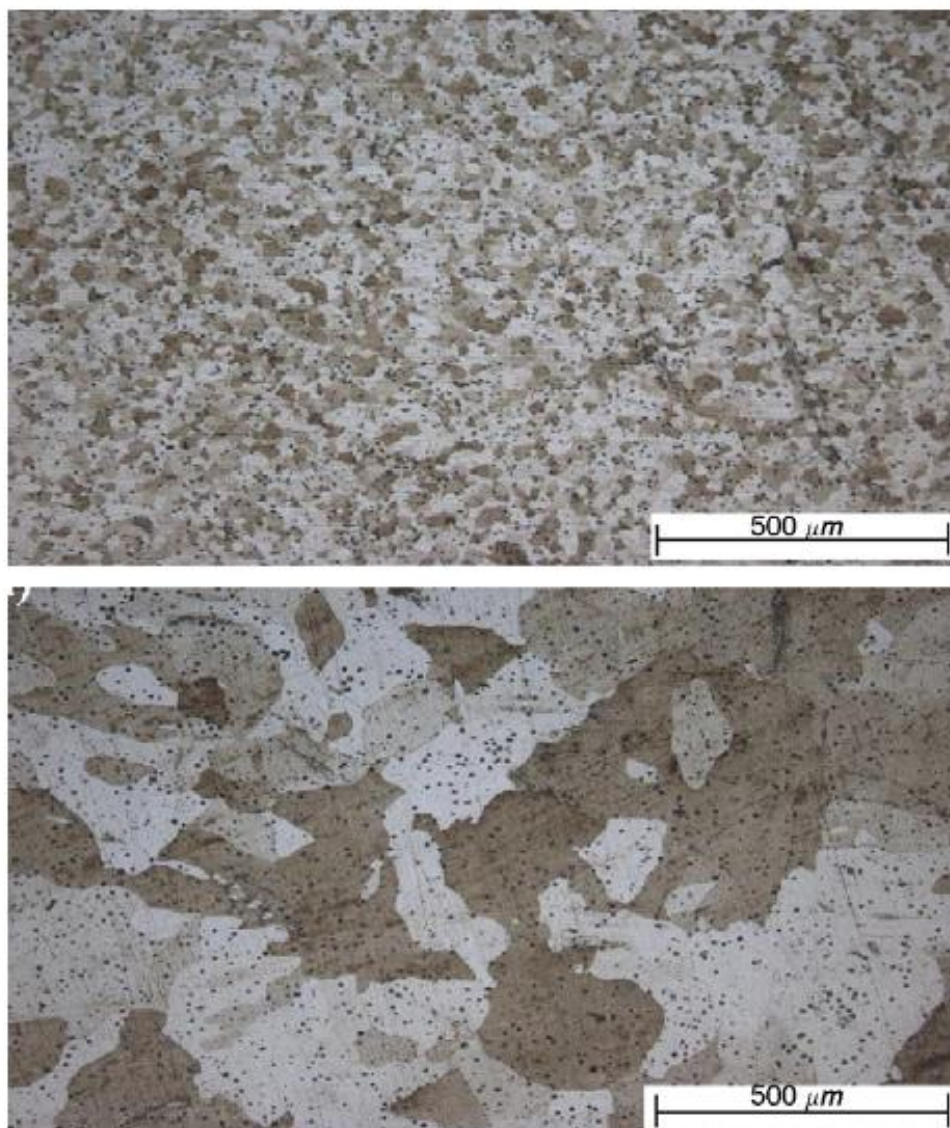
Микроструктура легуре са додатком ванадијума FeCoV (слика 2.8.) показује мању величину кристалног зрна у односу на легуру FeCo без ванадијума (видети слику 2.10.), али микроструктуру легуре FeCoV карактерише повећан број пора које су главне препреке за кретање магнетних домена, а што се манифестује деградацијом магнетно меких својстава, тј. умањеним вредностима релативне магнетне пермеабилности (слика 2.9.).



Слика 2.8. Микроструктура FeCoV легуре синтероване на 1330°C [17].



Слика 2.9. Криве релативне магнетне пермеабилности FeCo и FeCoV легуре [17].



Слика 2.10. Микроструктура FeCo легуре синтероване на а) 980 °C и б) 1330 °C [17].

Међутим, нема података о механичкој карактеризацији узорака без додатка ванадијума добијених оваквим поступком, с обзиром да су FeCo легуре веома крпе [6]. Додатак ванадијума до 2 мас. % повећава снагу и дуктилност, тј. успешна примена мултифункционалних материјала захтева оптималну комбинацију и механичких и магнетних својстава. Поред наведених својстава, легуре на бази гвожђа и кобалта могу имати и високу отпорности на корозију [6, 19, 20].

PIM технологија која се завршава обавезним високотемпературским синтеровањем, омогућила је задовољење геометријских конструкцијских захтева, потребне магнетне карактеристике и неопходна механичка својства.



Оптимизација поступка високотемпературског синтеровања је од изузетне важности и захтева детаљну анализу на основу коорелације постигнутих својстава и температуре синтеровања.

Поред класичне технологије добијања пресовањем и синтеровањем, данас се упоредо са РИМ технологијом испитују технологије израде FeCoV легура поступком механохемијског процесирања, којима је постигнуто формирање наноструктурних прахова, као и различите комбинације формирања композита ради обезбеђивања потребних својстава у бројним применама. Посебно је интересно да су се механохемијским добијањем наноструктурних легура из система FeCoV [21-23], као и различитим варијацијама композита [24-28] достигнута врло специфична магнетна својства.

## **3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ ДЕО**

### **3.1. Добијање легуре FeCoV применом технологије бризгања композита праха са растопљеним везивом PIM/MIM технологија**

Бризгање композита праха са растопљеним везивом (**PIM** технологија) данас је у широкој употреби за производњу компоненти и магнетно меких и магнетно тврдих материјала са сложеном геометријом, било да се ради о керамичким **СIM** (Ceramic Injection Moulding) (нпр. ферити) или металним **MIM** (Metal Injection Moulding) (нпр. легуре на бази Fe, Co или на бази комбинације FeCo, као што је случај са легуром FeCoV) магнетима.

У поређењу са класичним поступцима, применом **MIM** технологије могу се лакше и јефтиније произвести велике серије комплексних феромагнетних језгара на бази FeCoV легура за примену у високотемпературским радним срединама.

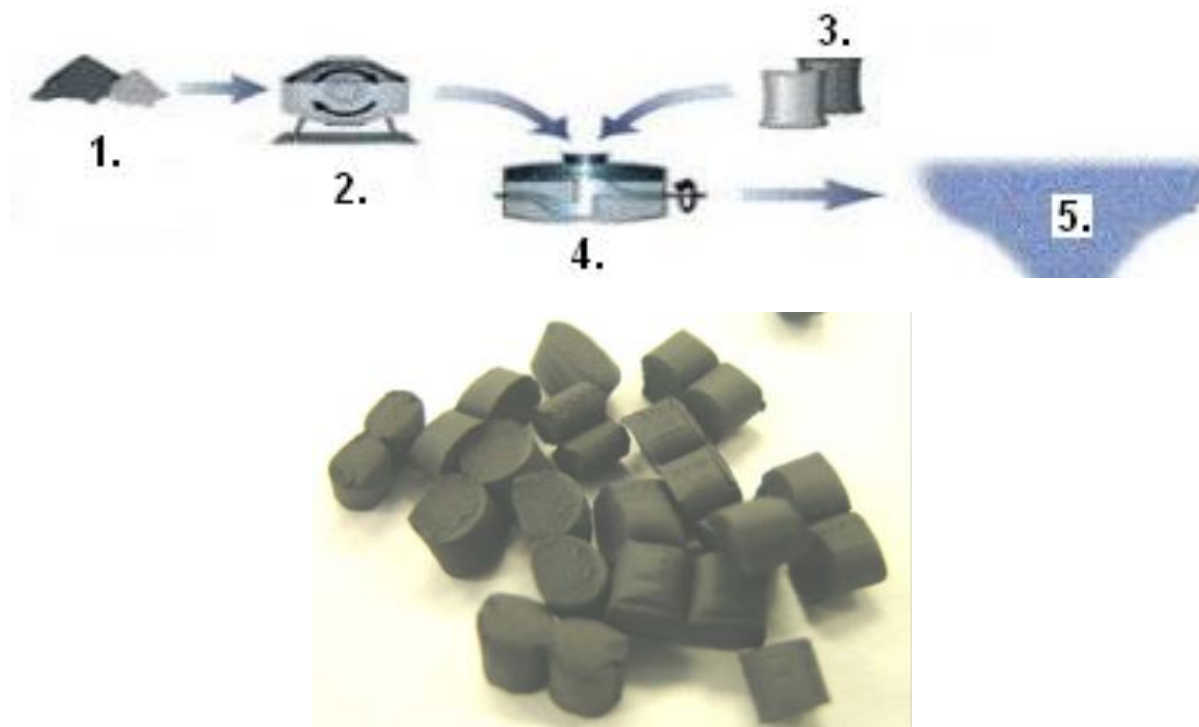
Технологија бризгања композита праха са растопљеним везивом се састоји од четири главна корака [29]:

1. припреме композита,
2. бризгања растопљеног композита (добијање тзв. зелених узорака),
3. одстрањивања везива и
4. процеса синтеровања.



Слика 3.1 Процесни кораци бризгања композита праха са растопљеним везивом  
**РІМ/МІМ** технологија.

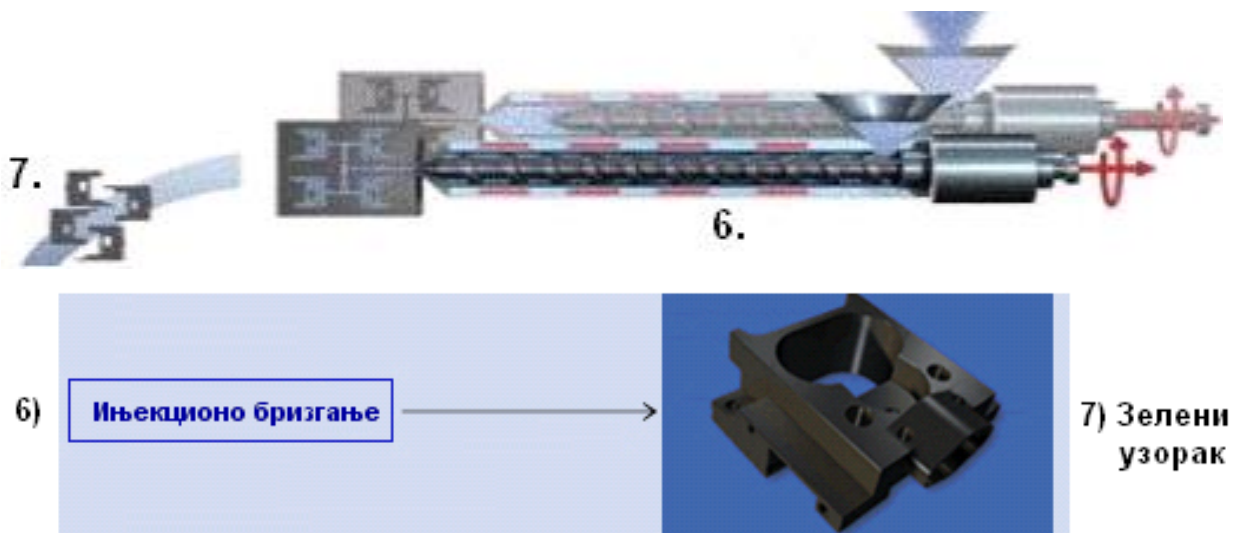
На слици 3.1 су детаљно приказани процесни кораци бризгања композита праха са растопљеним везивом (**РІМ/МІМ** технологија). Почетни материјал за РІМ је хомогена смеша металног/МІМ (или у случају **РІМ/СІМ** технологије керамичког/СІМ) праха и вишеделног везива. Први процесни корак у технологији бризгања композита металног праха са растопљеним везивом је припрема композита током којег се најпре обавља 2\*поступак мешања компоненти полазне легуре тј. 1\*прахова и легирајућих елемената (око две трећине) са 3\*полимерима (око једне трећине), а затим следе 4\*поступци истискивања и гранулације којима се добија тзв. "feeds tock" тј. 5\*полазни гранулат (видети слику 3.2). Дакле, након екструдера се припремљен композит у облику гранула доводи до калуца.



Слика 3.2 Процесни кораци за добијање гранулата и изглед полазног гранулата тзв. "feeds tock" у оквиру PIM/MIM технологије.

Други процесни корак у PIM технологији је <sup>6</sup>инјекционо бризгање композита металног праха са растопљеним везивом у унапред конструисане калупе којим се добија тзв. "green"/ зелени узорак. Након бризгања композита спроведеног најчешће помоћу клипа (када се унутрашњост калупа попуњава и формира облик жељеног елемента) следи хлађење са дефинисаним временом потребним за снижавање температуре и очвршћавање елемента у калупу. Отварањем калупа се довршени узорак-комад избацује чиме је завршено добијање <sup>7</sup>"зеленог узорка" (слика 3.3).

Током развоја технологије за пројектовану компоненту неопходно је оптимизовати све параметре поступка бризгања. У Табели 3.1. су дати технолошки параметри добијања торусних узорака легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> применом PIM/MIM технологије.



Слика 3.3 Процесни корак 6\*ињекционо бризгање за добијање 7\*“зеленог узорка” у оквиру PIM/MIM технологије.

Табела 3.1. Технолошки параметри добијања торусних узорка легуре Fe49Co49V2 применом PIM/MIM технологије.

PIM/MIM параметар		
Температура бризгања	[°C]	150
Температура алата	[°C]	35
Притисак околине	[MPa]	6
Проток смеше	[cm <sup>3</sup> /s]	5
Притисак бризгања	[MPa]	90
Притисак задржавања	[MPa]	70
Време задржавања	[s]	4
Време пуњења	[s]	2
Време хлађења	[s]	40

Трећи процесни корак у PIM технологији је одстрањивање везива из обликованих “зелених узорка” а пре завршног корака синтеровања. Уклањање везива 8\*“дебиндинг” (слика 3.4), је најскупља и дуготрајна фаза у PIM технологији, при чему се у пракси најчешће користе три методе: одстрањивање загревањем,

одстрањивање помоћу растварача или каталитичко одстрањивање. Каталитичким “дебиндингом” се везиво одстрањује у облику паре, тј. испарава.



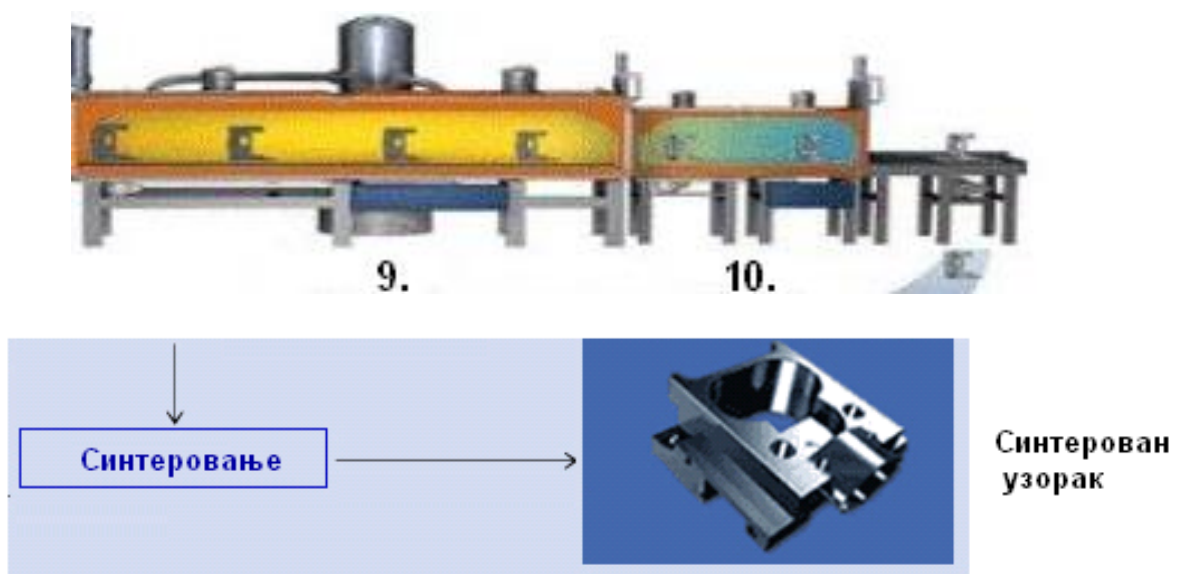
Слика 3.4 Процесни корак уклањања везива 8“дебиндинг” у оквиру PIM/MIM технологије, добијање браон узорка (“brown part”).

Избор једне од три наведене методе зависи од састава везива, а најчешће се користе: PP - полипропилен, POM - олиоксиметилен, PE - полиетилен, PS - полистирен, PVC - поливинил хлорид, PW - парафин, восак, PEC - полиетилен карбонат, PEG - полиетилен гликол и MW - микрокристални восак. Комбинација два везива (један као главни и други као секундарни) у пракси даје најбоље резултате. Често се користе и одговарајући адитиви у циљу побољшања квалитета смеше и саме израде елемента. Независно од методе одстрањивања, део везива често остаје и после завршетка овог корака јер се на овај начин омогућава да узорак задржи облик до почетка синтеровања, а преостали везивни део се уклања током поступка синтеровања.

Фаза током које се везиво-полимер одстрањује (подсетимо да је садржај везива од око једне трећине па и више од укупног садржаја полазног гранулата) може знатно утицати на механичка својства синтерованог узорка. Одстрањивање везива је потребно обавити без изазивања оштећења као што су отицање узорка, појаве површинских пликова или формирања великих пора у структури, које се касније не могу уклонити током завршног синтеровања, чиме би се умањила

потребна густина материјала а самим тим и деградирале механичке карактеристике. Након фазе одстрањивања везива добијени полуфабрикат се обично назива брон узорак ("brown part").

Четврти процесни корак у технологији бризгања композита металног праха са растопљеним везивом је 9\*синтеровање (слика 3.5), током којег се у случају заосталог полимера најпре одиграва његово секундарно одстрањивање а затим и формирање веза између честица праха чиме се обезбеђују потребна функционална својства произведеног дела.

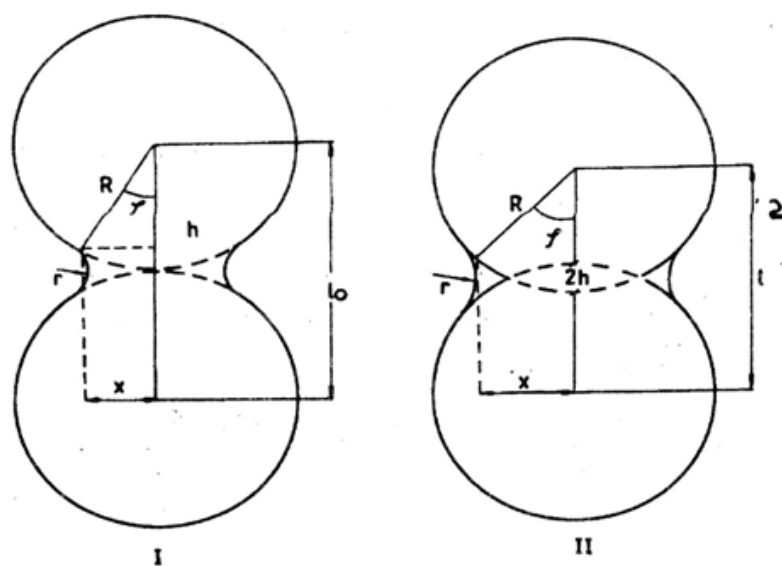


Слика 3.5 Процесни кораци 9\*синтеровања и 10\*хлађења у оквиру PIM/MIM технологије.

Сам процес синтеровања се најчешће дели у две етапе: 1. стапање честица које доводи до нестајања отворених пора и формирања затворених пора одређеног облика, 2. смањење запремине затворених пора под дејством сила површинског напона. Током ових етапа одиграва се велики број сложених и међусобно повезаних процеса који резултују компактирањем дисперзних смеша материјала на температурама које су ниже од температуре топљења једне од основних компоненти. На овај начин цео систем се консолидује и постижу се унапређена физичко-хемијска својстава у односу на стање система пре самог процеса синтеровања.

Транспорт масе и срашћивање честица доводе до измене облика и димензија честица и пора као и до релаксације структурних дефеката, што може иницирати и процес рекристализације и појављивање течне фазе. Процес одпочиње формирањем контактне површине међу честицама праха, праћеног попуњавањем пора на рачун покретљивости градивних елемената кристалне решетке на повишеним температурама. Том приликом долази и до промене димензија тј. скупљања узорка.

Процес синтеровања се обично анализира на основу срастања две сфере приказане на слици 3.6.



Слика 3.6 Срастање две сфере током синтеровања: I - растојање између центара сфера се не мења, II - растојање између центара сфера није константно[30].

Током загревања две сфере (честице синтерованог праха) на довољно високој температури услед повећане покретљивости атома и високог напона пара започиње срастање сфера, настајање и раст врата међу честицама. Том приликом растојање између центара честица може остати непромењено или ће се смањити у зависности од механизма који доминира у процесу срастања сфера и што може довести до смањених димензија синтерованог узорка.

За одигравање процеса синтеровања смеси прахова је неопходно довести енергију (или топлотну - загревањем или механичку - под високим притисцима). Синтеровање се одиграва у системима који се налазе у стању термодинамичке



неравнотеже услед велике слободне површине система као и постојања тачкастих (тј. равнотежних) и линијских (тј. неравнотежних) дефеката. Услед смањења слободне површине смањује се и укупна слободна енергија система, која је покретач синтеровања.

Према обиму повећања густине система, синтеровање се обично анализира преко три фазе: почетне, средње и завршне (слика 3.7, [31-36]).



Слика 3.7 Промене релативне густине у зависности од температуре током процеса синтеровања

а) У почетном стадијуму одпочиње формирања контактних вратова међу честицама (честице ипак задржавају индивидуалност) при чему густина испресака незнатно расте и на крају овог стадијума достиже тек око 60 % – 75 % теоријске густине (ТГ). Структуру карактерише отворена порозност, поре су неправилног облика, а одиграва се и лом међу зрнима.

б) Другу (интермедијарну) фазу карактерише брзи пораст вратова тако да честице почињу да губе индивидуалност, а честични међупростор значајније мења свој облик. Поре постају правилније уз њихово затварање, што доводи и до осетног повећања густине.

в) Током крајње фазе евидентан је раст зрна, отворене поре се скупљају и прелазе у затворене поре при чему се достижу вредности од 90 % до 93 % ТГ. Финалној фази је својствена и приближно хомогена микроструктура.

При значајно повишеним температурама дифузиона покретљивост атома и напон пара материјала постају довољно велики, па се пораст површине контакта одиграва преко више механизма (вискозни ток, запреминска дифузија, површинска дифузија, испаравање – кондензација и синтеровање под притиском). Ови механизми дифузије материјала омогућавају транспорт материје у чврстом стању услед разлике концентрација на удубљеној и испупченој површини (врат има удубљену површину, а синтероване честице имају испупчену површину).

У зависности од састава легуре, “браон узорци” се синтерују на високим температурама од око 1200 °С до око 1600 °С. У пракси на сам процес синтеровања велики утицај имају технолошки параметри, нпр. чистоћа полазних прахова, величина и облик честица тог праха, притисак пресовања, температура синтеровања, дужина трајања синтеровања, хемијски састав гасне атмосфере у којој се обавља синтеровање, итд ...

Дакле, на овај начин настаје коначни производа чије су димензије обично мање у односу на димензије полазног “браон узорка” пре самог синтеровања. Иако се “браон узорак” током синтеровања смањује он задржава облик калуца коришћеног за добијање “зеленог узорка”. Током постављања свих параметара **РІМ** технологије потребно је узети у обзир ову појаву скупљања током синтеровања, тако да је зелене делове потребно пројектовати са увећаним димензијама у односу на финалне димензије које се добијају након синтеровања. Дакле, приликом пројектовања калуца потребно је проценити укупну промену димензија, тако да финални синтеровани узорак буде што ближи жељеном облику (толеранције које се најчешће прописују су око 0.2 % - 0.3 % од номиналних димензија).

Напред описана четири корака **PIM** технологије веома често не представљају и сам крај производње делова. У случајевима када се захтевају и одређене специфичне карактеристике материјала, неопходно је спровести и додатну (тј. секундарну) обраду произведених делова након самог поступка синтеровања (слика 3.8, нпр. производња тврдих површина нодуларног челика Fe-2Ni и Fe-2Ni синтерованих материјала).

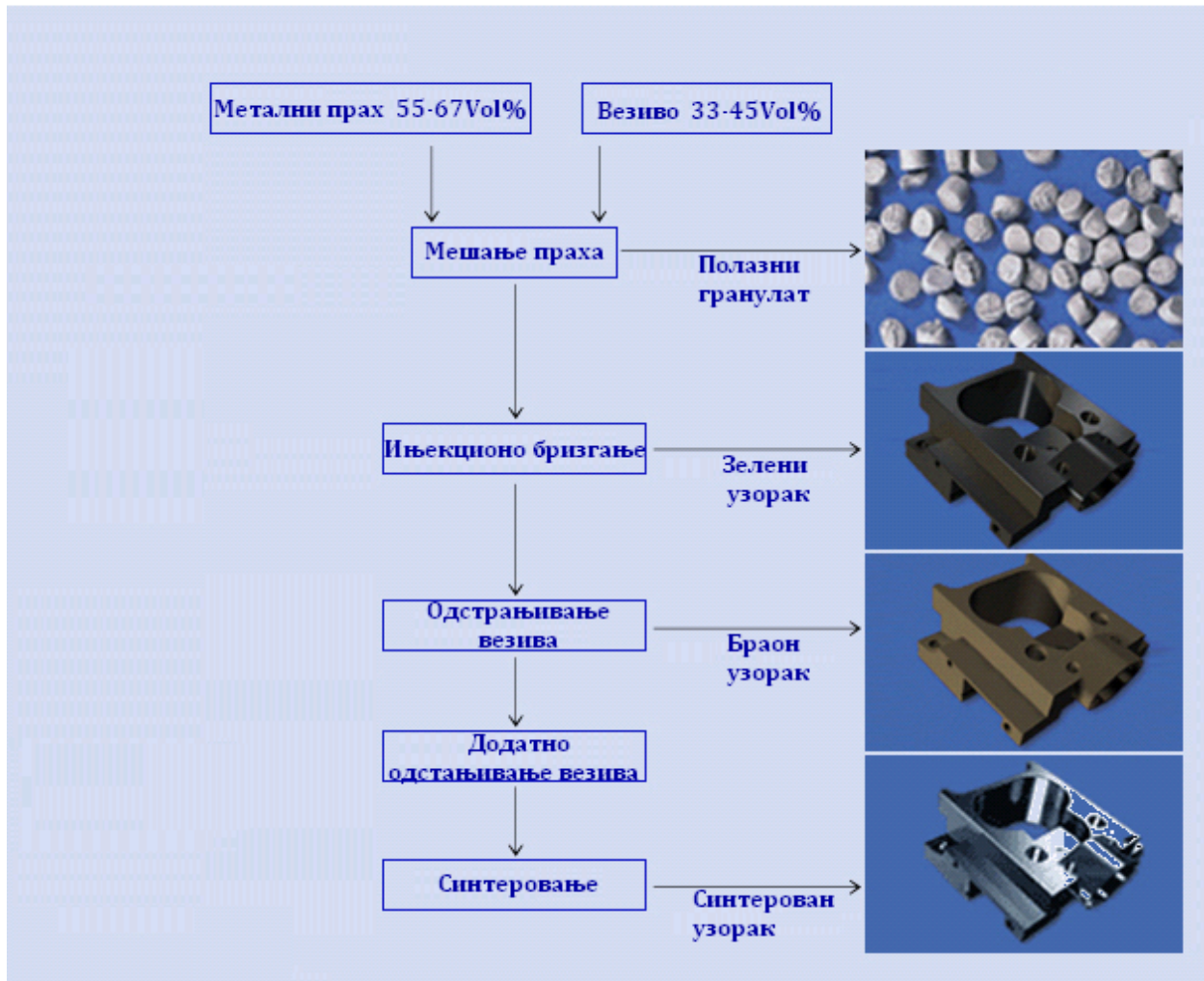


*Слика 3.8 Процесни корак 11\*додатне (секундарне) обраде произведених делова након синтеровања (12\*финални део) у оквиру **PIM/MIM** технологије.*

Из напред наведеног може се закључити да у поређењу са конвенционалним методама производње сама **PIM/MIM** технологија садржи већи број процесних корака. Међутим, многи делови сложених геометријских облика не могу бити произведени без PIM технологије па су сви елементи ове технологије економски оправдани. Поред овога потребно је истаћи и остале предности PIM технологије у односу на друге технологије: велике серије производа, широки спектар доступних материјала, ниски трошкови радне снаге, минимални губици, мали број операција за финалну обраду. На слици 3.9 је приказан процес обликовања производа током PIM процеса.

Недостаци **PIM** технологије су: релативно скупи полазни прахови, високи ниво средстава почетних инвестиције за опрему са могућим високим трошковима одржавања.

## ОПИС ПРОЦЕСА



Слика 3.9 Процес обликовања-израде производа током PIM процеса.

Унапређење PIM технологије се може остварити следећим карактеристикама полазних прахова:

- оптимизација величина честица-зрна ради високе густине паковања
- сферни облик честице
- глатке површине честице за бољи проток
- довољно пријањање између честица ради избегавања изобличење након одстрањивања везива.

Избор праха је ограничен на његову доступност, али растућа потражња је велики стимуланс произвођачима за производњу прахова који испуњавају посебне захтеве PIM технологије .

Комерцијализацију процеса је могуће додатно побољшати уколико особине компоненти могу бити оптимизоване за време PIM процеса, уместо пост-производних корака. Поред класичне технологије добијања пресовањем и синтеровањем, данас се поред PIM технологије испитују и технологије израде легура из система FeCoX поступцима механичког легирања (X= Ni [37], X= Cr [38]), који се комбинују са серијским термичким третманима (FeCo [39, 40]), а не ретко се користе и специфичне технологије обликовања финалних производа ([41, 42]).

Креирање компоненти оквиру PIM технологије је засновано на врсти изабраних материјала [43, 44], типу везива и параметрима технолошког поступка. Током пројектовања електронских и магнетних компоненти може се успешно користити 3D CAD који омогућава ефикасно и прецизно пројектовање најсложенијих облика и различитих димензија. Тродимензионална визуелизација пројектоване компоненте обезбеђује елиминацију могућих проблема везаних за производњу алата за ињекционо бризгање. Коришћењем 3D CAD алата пројектовано је више компоненти за технологију PIM/MIM ињекционог бризгања прахова различитих састава и геометрија. Лабораторијски урађен прототип елемента у форми торусног језгра испитиване легуре 49Fe49Co2V приказан је на слици 3.10.



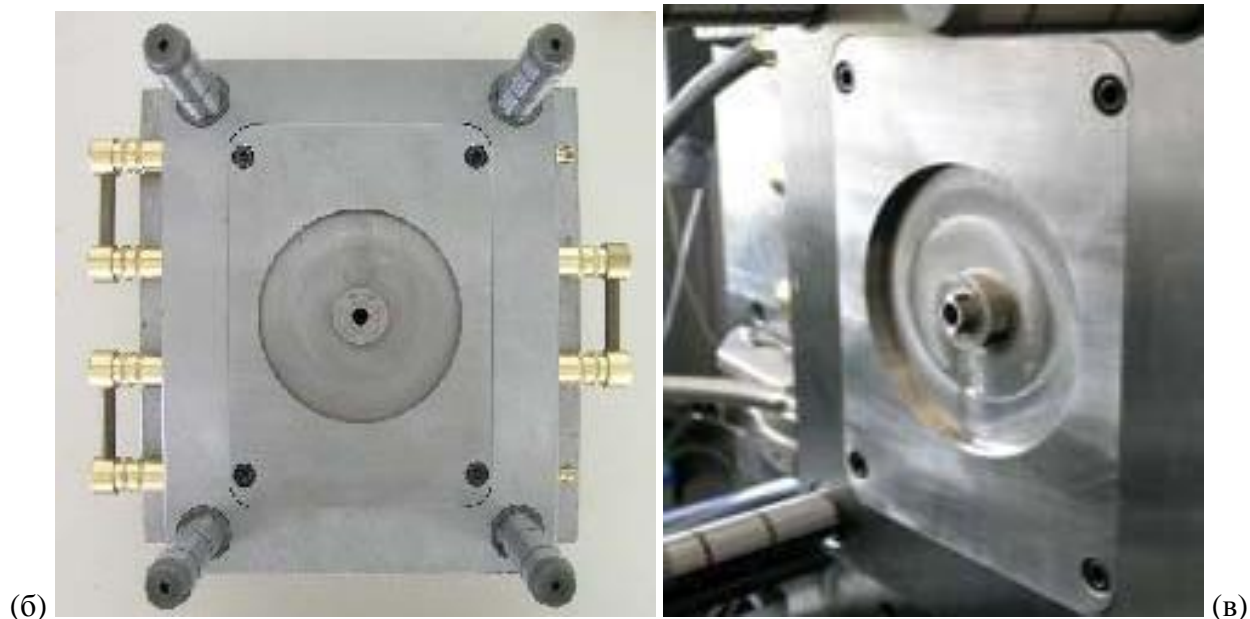
*Слика 3.10 Узорак FeCoV легуре у облику торуса добијен PIM/MIM технологијом ињекционог бризгања након поступка високотемпературског синтеровања.*

За постизање жељених карактеристика неопходна је оптимизација сваког од наведених корака PIM технологије. Код појединих примена је могуће избећи поступак накнадног високотемпературског синтеровања чиме се добија на енергетској ефикасности али су тиме генерално механичка својстава компоненти угрожена. PIM технологија која се завршава обавезним високотемпературским синтеровањем, омогућила је задовољење геометријских конструкцијских захтева, потребне магнетне карактеристике и неопходна механичка својства. Оптимизација поступка високотемпературског синтеровања је од изузетне важности и захтева детаљну анализу на основу коорелације постигнутих својстава и температуре синтеровања.

У овој дисертацији испитивана FeCoV торусна језгра дебљине око 28 mm, спољашњег пречника 18 mm, а унутрашњег пречника 10 mm су произведена PIM/MIM технологијом на хидрауличном уређају Battenfeld HM 600/130 [45] приказаном на слици 3.11.



(a)

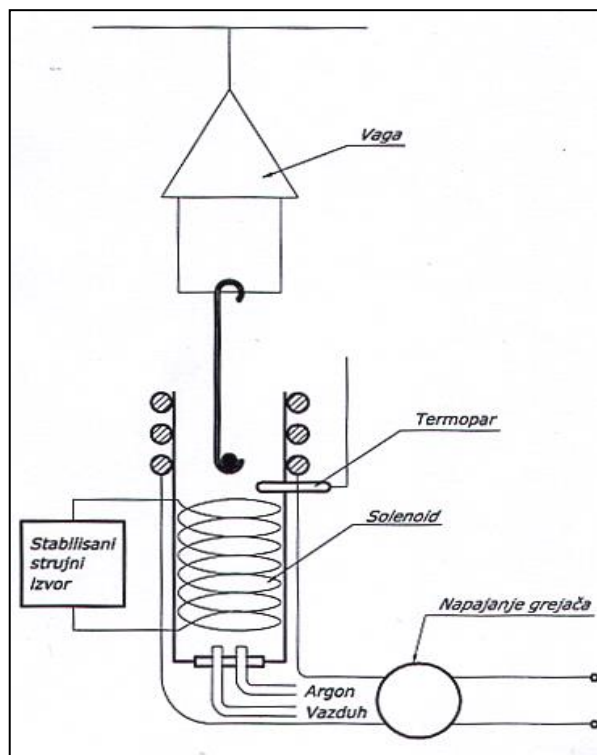


Слика 3.11. Машина за ињекционо бризгање Battenfeld HM 600/130: (а) хидраулична стега, (б) непомични део хидрауличног уређаја, (в) покретни део стеге [45].

### 3.2. Мерења магнетних својстава легуре FeCoV

Магнетна својства испитиване легуре  $49\text{Fe}49\text{Co}2\text{V}$  су одређивана на основу мерења спроведених на Фарадејевој ваги приказаној на слици 3.12., као и мерењима В-Н хистерезисних кривих на торусним узорцима обављених на хистерезиографу приказаном на слици 3.13.

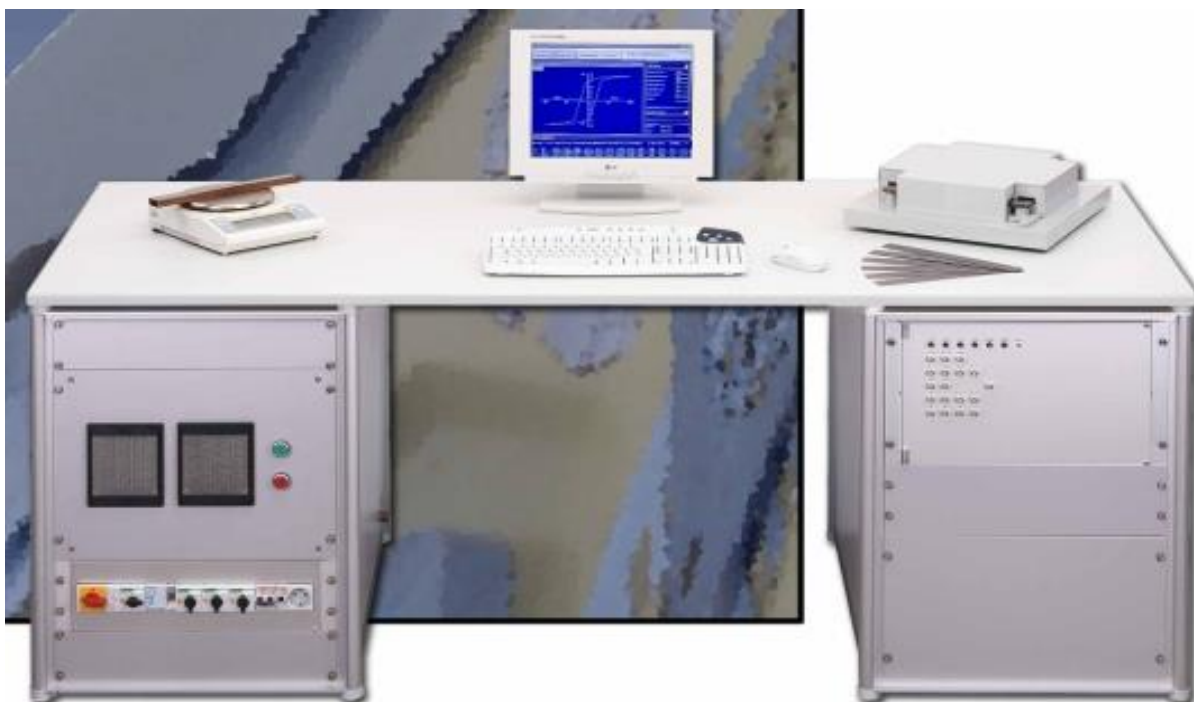
Термомагнетна испитивања су изведена по Фарадејевој методи, базираној на ефекту нехомогеног магнетног поља у које се уноси узорак-магнетног материјала, мерењем магнетне силе која на њега делује [46, 47]. Интензитет магнетног поља које делује на узорак је подешен на вредност од око  $7 \text{ kA /m}$ . Добијена магнетна пермеабилност је поређена са почетним вредностима пермеабилности зеленог узорка на собној температури, тј. праћена је температурска зависност нормализоване магнетне пермеабилности  $\mu(T)/\mu(20 \text{ }^\circ\text{C})$ .



Слика 3.12. а) Фарадејева вага за испитивање магнетних и термомагнетних својстава материјала, б) принципска шема мерења магнетне силе, тј. масе на електронској ваги.

Криве магнетног хистерезиса  $B(H)$  мерене су помоћу хистерезиографа Brockhaus Tester MPG 100 D на узорцима у облика торуса на којима су формиран примарни и секундарни намотај [48-50]. Сва мерења су обављена на собној температури, уз максималну вредност побудног магнетног поља од око  $H_m = 10 \text{ kA/m}$  и при радним фреквенцијама у опсегу од 5 Hz до 60 Hz . На основу ових кривих спроведена је магнетна карактеризација узорака испитиване легуре 49Fe49Co2V (анализа утицаја фреквенције на криву магнетног хистерезиса  $B(H)$ ): коерцитивно поље  $H_c$ , магнетна индукција засићења  $B_s$ , магнетна пермеабилност  $\mu$ , укупни (тотални) губици  $P_{tot}$ , хистерзисни губици  $P_h$  и губитци услед вихорних струја  $P_e$ ).





*Слика 3.13. Хистерезиограф Brockhaus Tester MPG 100 D за снимања B-H хистерезисних кривих на узорцима у облика торуса [51].*

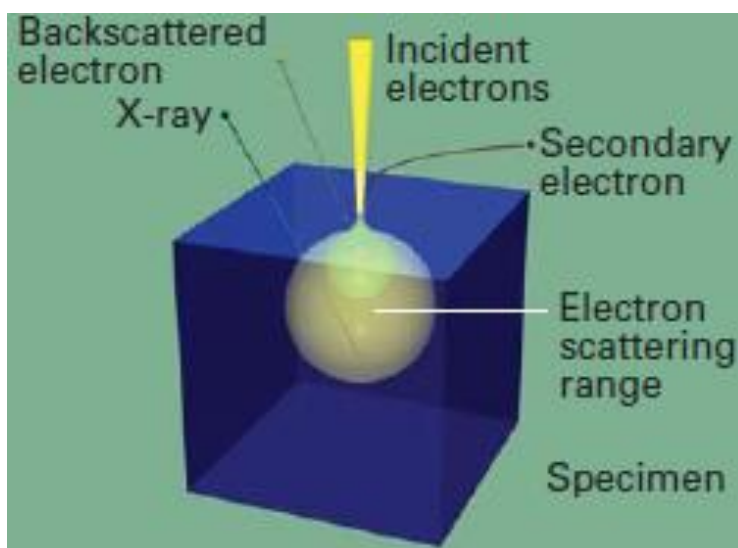
### **3.3. Испитивања структурних својстава легуре FeCoV**

У раду су извршена испитивања **структуре легуре FeCoV следећим** методама: скенирајућом електронском микроскопијом (SEM метода), помоћу оптичког микроскопа (OM) као и рендгеноструктурним испитивањима (XRD анализа).

### 3.3.1. Микроскопска испитивања структуре

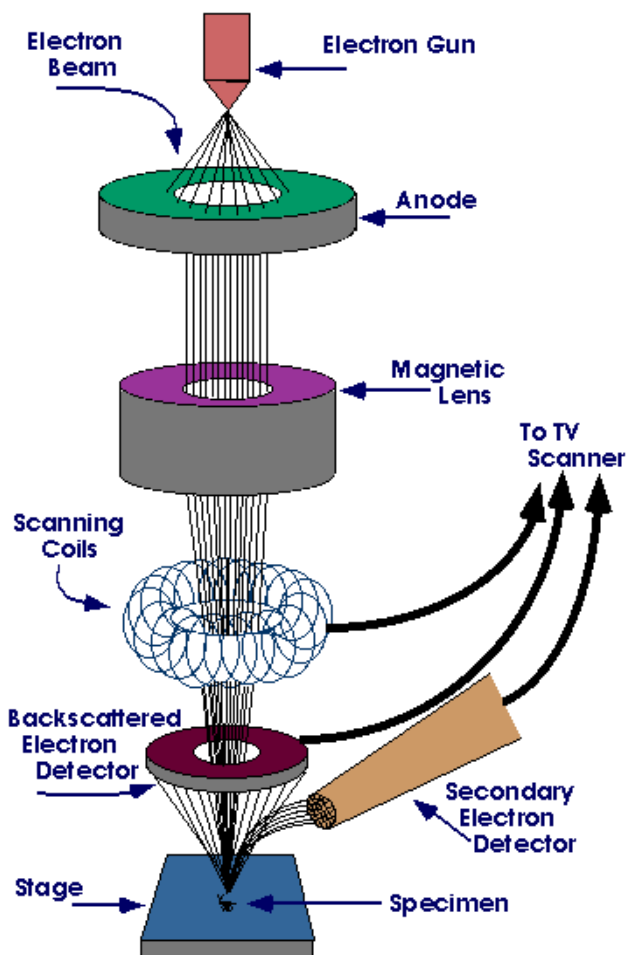
Скенирајућа електронска микроскопија (SEM) једна је од најчешће применљиваних експерименталних метода за испитивање површине материјала. Опсег увећања која се користе код SEM су од  $X 10$  до  $X 5 \cdot 10^5$  а сама микрографија даје информацију о морфологији површине испитиваног узорка. У случају интеграције додатка EDS (Energy Dispersive X-ray Analysis) уређаја у SEM могуће је добити и информације везане за хемијски састав на површини материјала.

Током експеримента сноп примарних електрона се емитује са металне нити (најчешће волфрамове - W) и електромагнетним сочивима објектива се фокусира у спот чији је дијаметар зависан од енергије електрона (око 3 nm при максималној енергији електрона од 30 keV; око 8 nm при енергији електрона од 3 keV [50]). Нееластичним расејањем примарних електрона са електронима мете долази до предаје дела енергије и екситације секундарних електрона мале енергије ( $< 50$  eV) који стога носе информације о материјалу са површинског слоја узорка од свега неколико нанометара. Одиграва се и побуђивање електрона из електронског омотача атома узорка који се потом враћају у основно стање при чему емитују карактеристично X-зрачење тачно одређене таласне дужине и/или се одиграва Ожеов (Auger) ефекат уз емисију електрона (тзв. "Ожеови електрони").



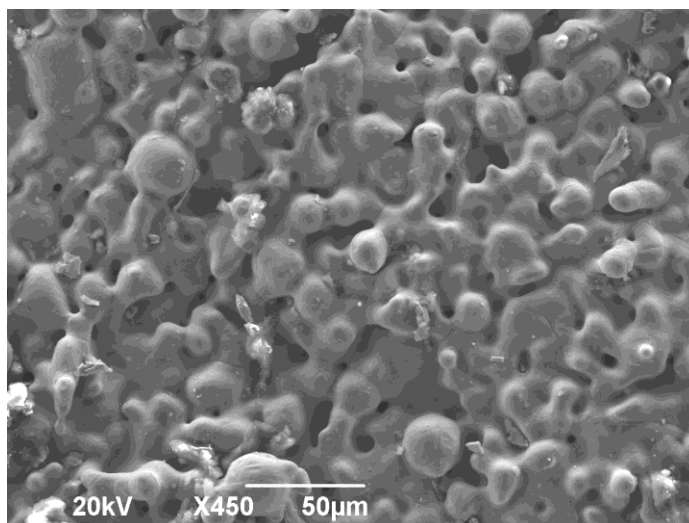
Слика 3.14. Емитована зрачења са испитиваног узорка који формирају SEM слику [52].

Све врсте напред наведеног емитованог зрачења се детектују и формирају SEM слику која је резултанта интеракције испитиваног узорка и примарних електрона. Ако узорци нису електропроводни спроводи се припрема узорка напаравањем метала (најчешће злата) у веома танком слоју тако да се не наруши топологија испитиваног узорка.



Слика 3.15. Структура скенирајућег електронског микроскопа (SEM)

Микроскопска испитивања структуре скенирајућом електронском микроскопијом (SEM) су обављена на микроскопу JEOL JSM-6390 LV. Овај микроскоп ради са енергијом електрона од 0.5 keV до 30 keV и максималним увећањем од  $X 3 \cdot 10^5$  [52]. На слици 3.16 дат је микрографски приказ структуре испитиваног узорка легуре FeCoV синтерованог на 1370 °C.

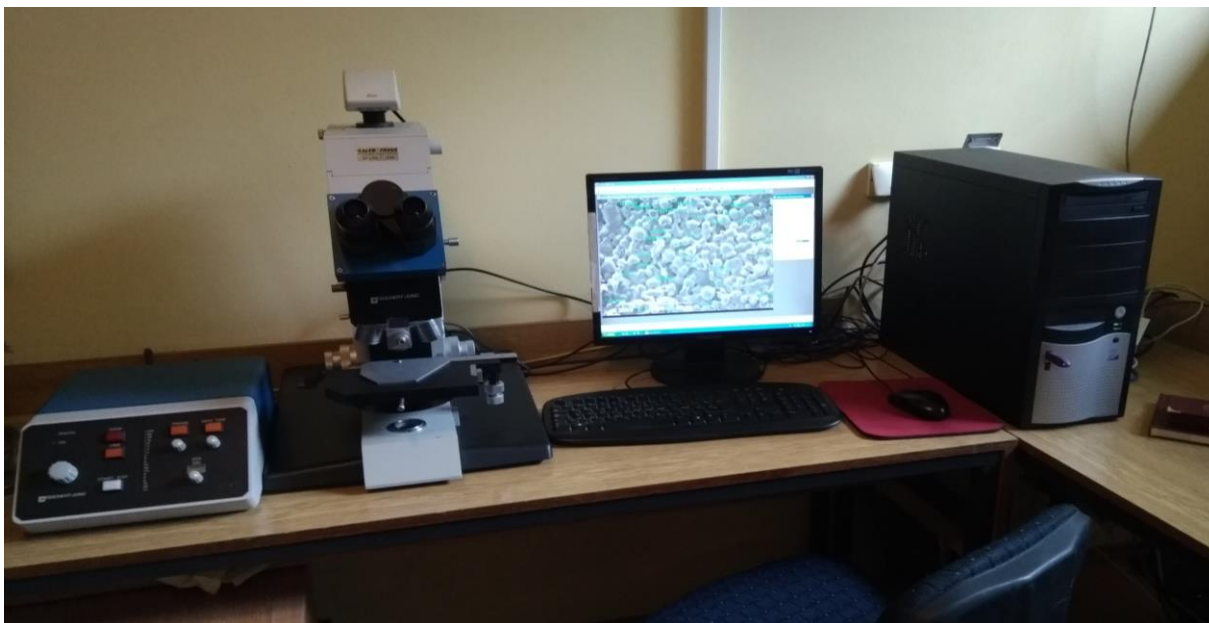


*Слика 3.16 SEM микрографски приказ структуре испитиваног узорка легуре FeCoV синтерованог на 1370 °C са увећањем X 450.*



*Слика 3.17. Скенирајући електронски микроскоп SEM JEOL JSM-6390 LV.*

**Оптичка микроскопија (ОМ)** На слици 3.18. приказан је изглед оптичког микроскопа којим су испитивани синтеровани узорци легуре FeCoV.



Слика 3.18. Оптички микроскоп за испитивање микроструктуре.

За квантитативну (стереолошку) микроструктурну анализу коришћен је аутоматски уређај за анализу слике Q500MC фирме LEICA са софтвером Qwin и оптички микроскоп POLYVAR-MET фирме Reichert (повећање од 16 до 2000 пута).

Линијском методом мерења одсечка које праве тестне линије, мерена је величина зрна,  $L$ , за узорке синтероване на 1370 °C, 1400 °C и 1430 °C. Резултати мерења статистички су обрађени и представљени хистограмима расподеле.

### 3.3.2. Рендгеноструктурна испитивања

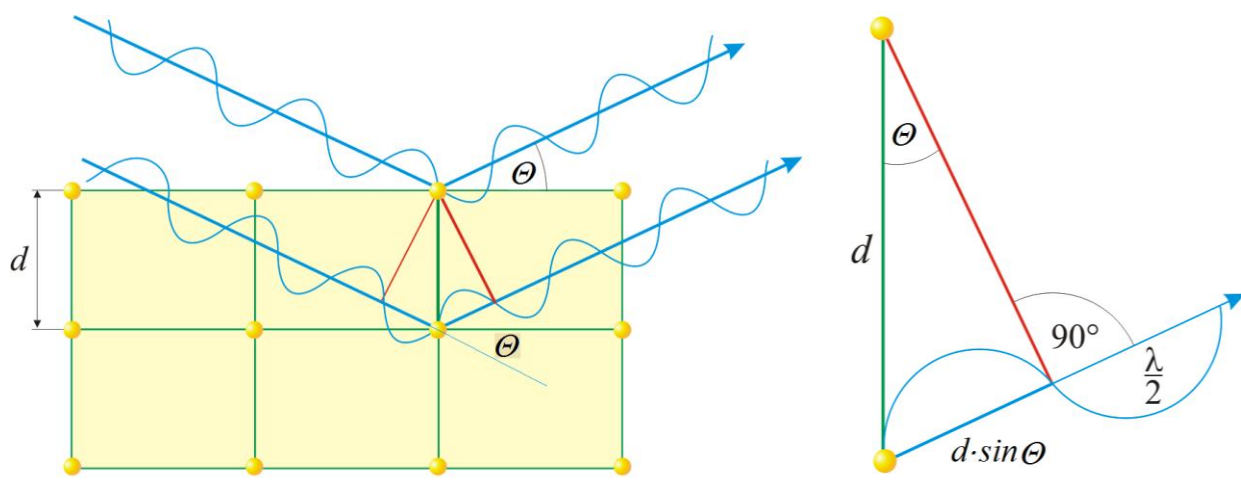
Рендгеноструктурна анализа или рендгенско-дифракциона анализа (XRD) је коришћена за идентификацију кристалних фаза испитиваних узорака, а врши се на основу Bragg – овог принципа дифракције [53], слика 3.19. ,

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \quad (1)$$

где је  $n$  ред дифракције,  $\lambda$  таласна дужина X – зрачења,  $d$  међураванско растојање у кристалној решетци између којих долази до конструктивне интерференције X – зрака расејаних на електронском облаку атома у чворним позицијама,  $\theta$  је карактеристичан угао дифракције дефинисан као угао између упадног X– зрачења и

паралелних кристалографских равни са којих долази до конструктивног расејања зрачења и формирања тзв. интерференционих максимума.

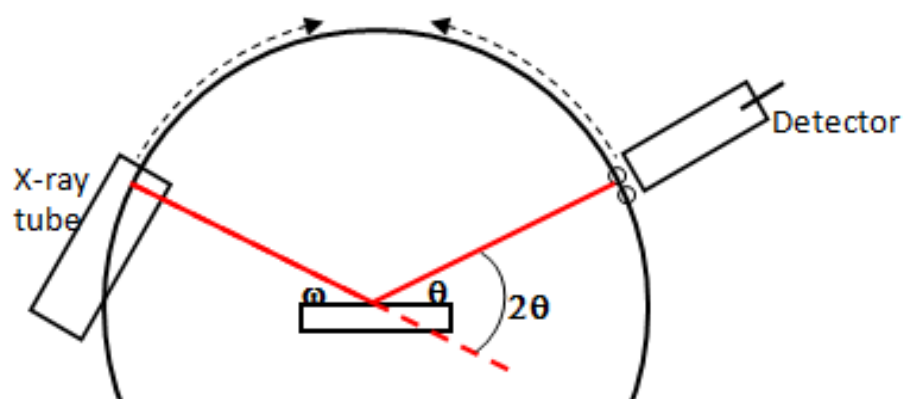
X – зраци које се формирају као резултат интеракције електронског снопа са атомима материјала од које је израђена анода у рендгенској цеви доспевају на испитивани узорак и тада долази до дифракције ових таласа на кристалној решетци узорка.



Сл. 3.19. Bragg - ово принцип конструктивне интерференције дифрактованих таласа [54].

Зрачење које је дифрактовало се региструје у детектору као број дифрактованих зрака у функцији угла дифракције  $2\theta$  између примарног упадног снопа и дифрактованог снопа. Узорак заједно са носачем ротира константном угаоном брзином коју је могуће подешавати према захтеваним условима експеримента [55]. Површина испитиваног узорка треба да буде што је могуће равнија и у равни са назначеним нивоом на носачу узорка.

Рендгеноструктурна XRD анализа испитиваних FeCoV узорка је спроведена на уређају Philips PW 1050 (Bragg Bretano геометрија) са карактеристичним X-зрачењем  $\lambda_{\text{CuK}\alpha}$  линије чија таласна дужина износи 0.154 nm и брзином скенирања од  $0.05^\circ/\text{s}$  (слика 3.20.)



Слика 3.20. Philips PW 1050 систем за XRD анализу, (Bragg Brentano геометрија [56]).

## **4. РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА**

### **4.1. Испитивање структурних својстава легуре FeCoV добијене PIM/MIM технологијом**

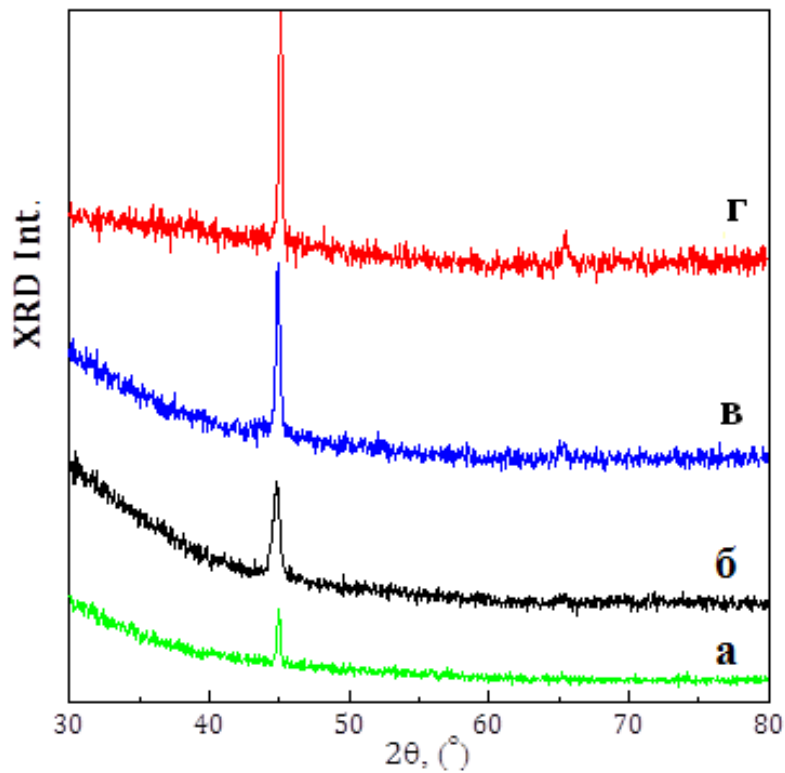
Бризгање композита праха са растопљеним везивом (**PIM** технологија) данас је у широкој употреби за производњу компоненти и магнетно меких и магнетно тврдих материјала са сложеном геометријом, било да се ради о керамичким **СИМ** (Ceramic Injection Moulding) магнетима (нпр. ферити) или металним **МИМ** (Metal Injection Moulding) магнетима (нпр. легуре на бази Fe, Co или на бази комбинације FeCo, као што је случај са легуром FeCoV). Добијени узорци легура имају својства која директно зависе од примењених технолошких параметара. За потпуно разумевање својстава функционалних материјала и процену могућности њихових примена најпре је потребно спровести испитивање структурних својстава а затим кроз више метода анализе добијених резултата уочити корелације у тетради синтеза-структура-својства-примена.

Испитивање структурних својстава легуре FeCoV добијене PIM/MIM технологијом спроведено је дифракцијом X-зрачења - XRD, скенирајућом електронском микроскопијом – SEM, а квантитативни показатељи испитиваних структура (у зависности од примењених температура синтеровања) су добијени стереолошком анализом.



### 4.1.1. Испитивање структурних својстава легуре FeCoV методом дифракције X-зрачења- XRD

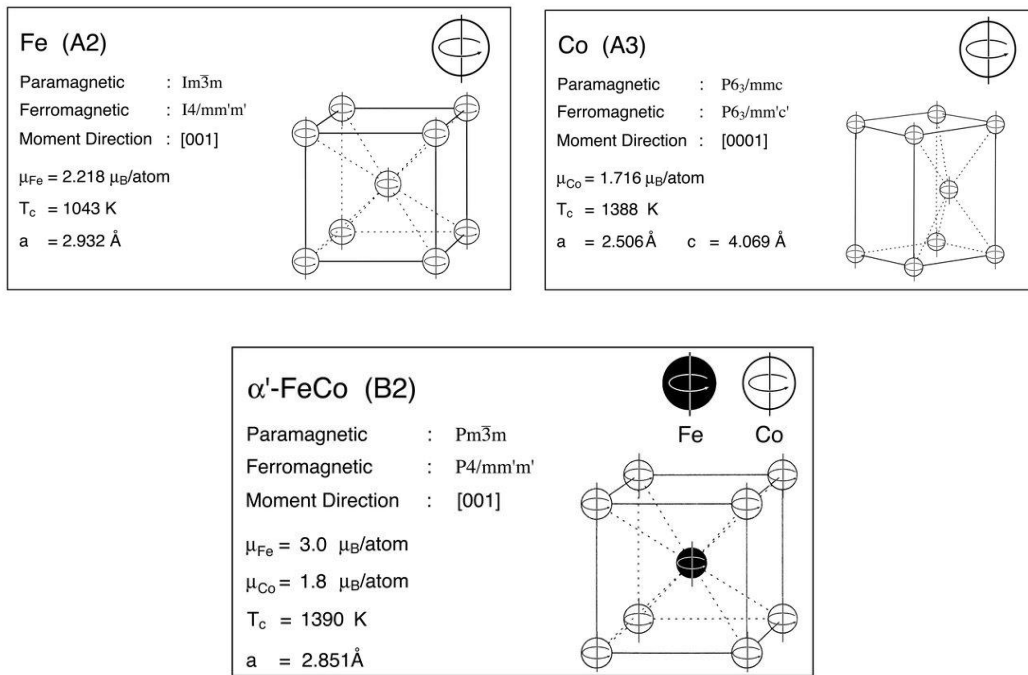
На слици 4.1. су приказани рендгенограми испитиваних узорка легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом, синтерованих у атмосфери водоника током 3,5 сата .



Сл. 4.1. Рендгенограми узорка легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом синтерованих на: а) 1370 °C, б) 1400 °C, в) 1430 °C, г) 1460 °C [48].

Код свих испитиваних узорка, тј. при свим примењеним температурама синтеровања ( 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C) регистрована је појава интензивног дифракционог пика као резултат процеса кристализације током које је дошло до формирања кристалне фазе  $\alpha'$ -FeCo (кристална структура типа B2,

позиционираног при вредностима угла дифракционог максимума од  $2\cdot\Theta \approx 45^\circ$ ). Ову формирану кристалну фазу  $\alpha'$ -FeCo карактерише изузетно висока вредност Киријеве температуре (чак  $T_c = 1390$  K што је нешто више у односу на чист кобалт, видети слику 4.2 [57]) што омогућава Fe-Co легурама јединствено својство задржавања феромагнетних својстава на изузетно високим радним температурама. Такође је приметно у фази  $\alpha'$ -FeCo и увећање магнетизације како атома кобалта тако и атома гвожђа (чак  $3 \mu_B/\text{Fe-атому}$ ) што омогућава Fe-Co легурама друго јединствено својство изузетно високу вредност магнетне индукције засићења, чак изнад 2 T (видети слике 2.1. и 2.2.).

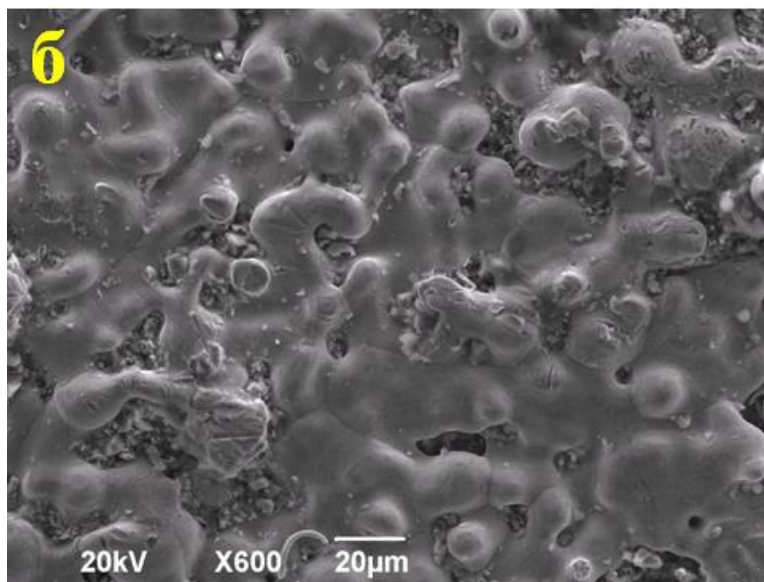
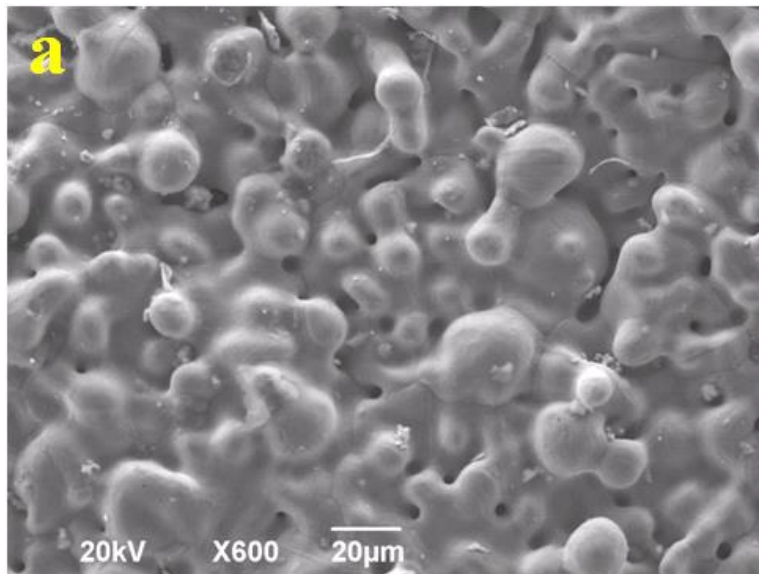


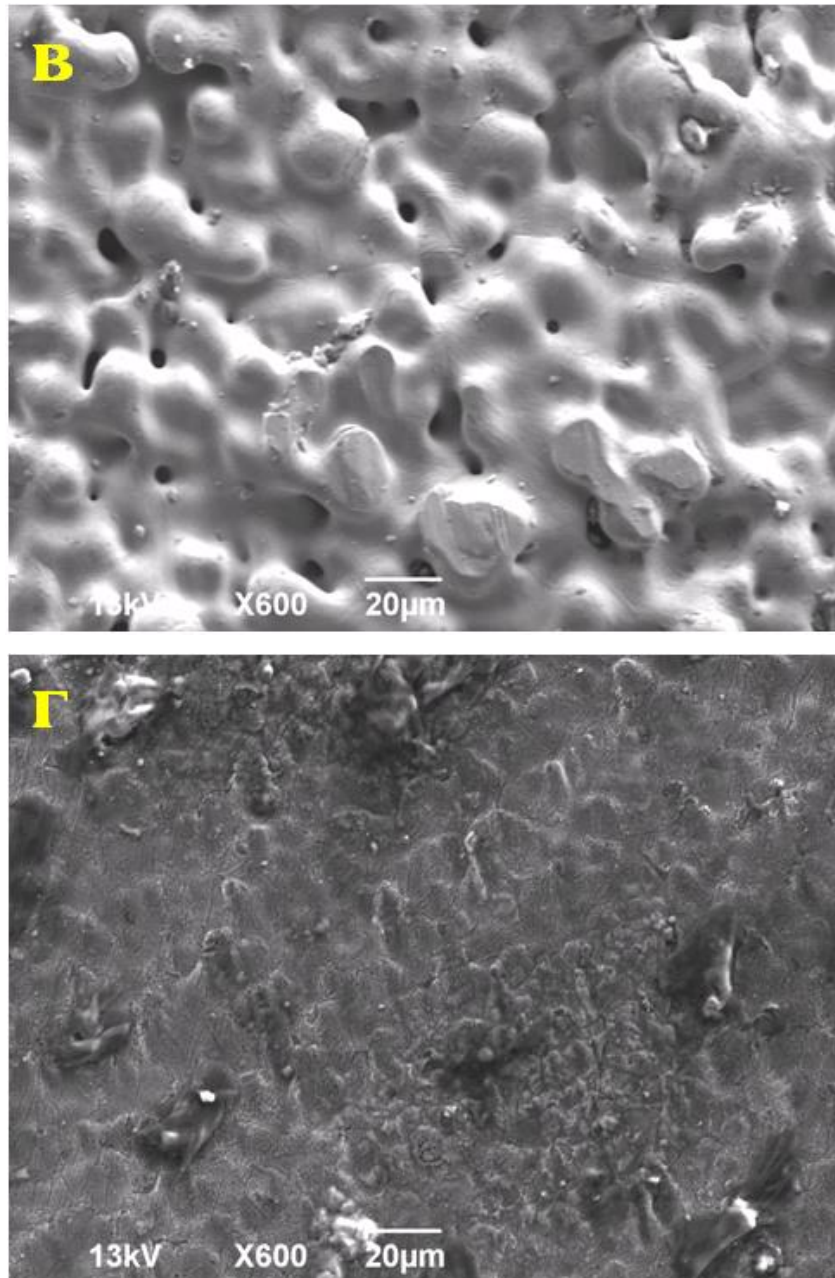
*Сл. 4.2. Типови кристалних структура за гвожђе  $\alpha$ -Fe (A2), кобалт  $\epsilon$ -Co (A3) и фазу  $\alpha'$ -FeCo (B2) са одговарајућим магнетним уређењима [57].*

Повећање температуре синтеровања је константно праћено порастом удела кристалне фазе што је детектовано повећањем интензитета кристалizacionих пикова  $\alpha'$ -FeCo фазе и нарочито долази до изражаја при највишим температурама синтеровања од  $1430$  °C и  $1460$  °C (рендгенограми ц и д приказани на слици 4.1).

#### 4.1.2. Испитивање структурних својстава легуре FeCoV методом скенирајуће електронске микроскопије - SEM

На слици 4.3. су приказане микроструктуре испитиваних узорака легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> произведених PIM/MIM технологијом, синтерованих у атмосфери водоника током 3,5 сата . Микроструктуре су добијене са површина испитиваних узорака помоћу скенирајућег електронског микроскопија - SEM.



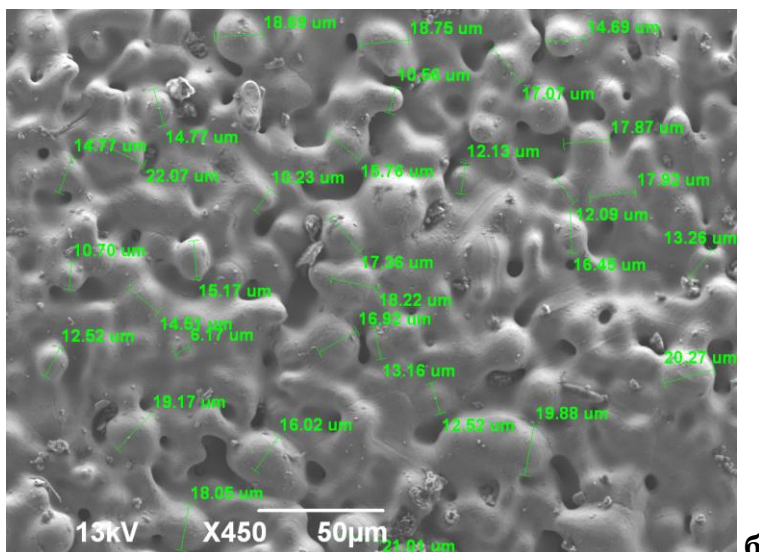
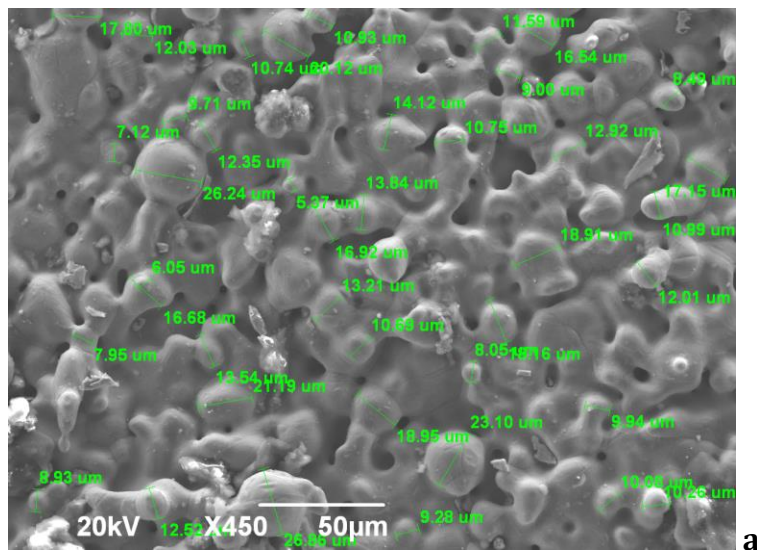


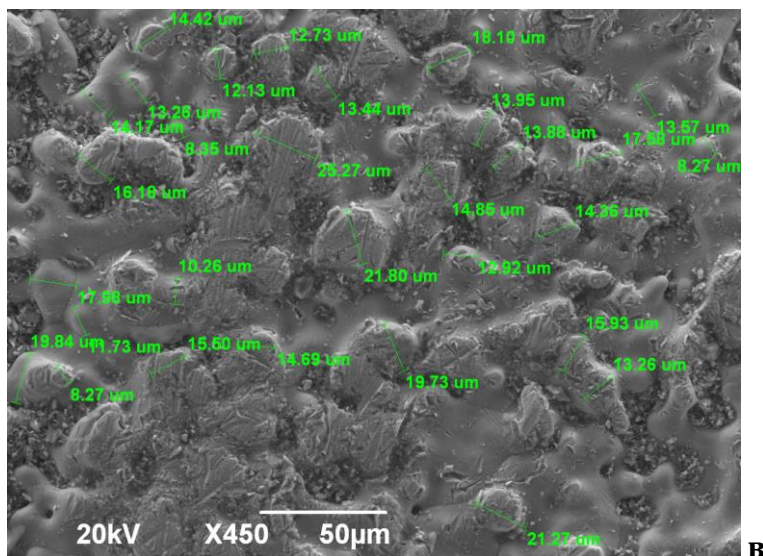
Сл. 4.3. Микроструктуре узорака легуре  $Fe_{49}Co_{49}V_2$  произведених **PIM/MIM** технологијом синтерованих на: а) 1370  $^{\circ}C$ , б) 1400  $^{\circ}C$ , в) 1430  $^{\circ}C$  г) 1460  $^{\circ}C$  [48].

Са приказаних микроструктура се најпре може приметити да је током синтеровања дошло до топљења честица праха које је директно пропорционално температури синтеровања, тј. при вишим температурама је и интензивнија појава раста вратова и губитка индивидуалности честице, а простор међу честицама

значајније мења облик услед затварања пора што доводи и до повећања густине узорка (тзв. интермедијарна фаза синтеровања која се одиграва на температурама 1370 °C, 1400 °C и 1430 °C што је приказано на сликама 4.3.а, б, в). У крајњем стадијуму синтеровања, при највишој температури од 1460 °C честице су потпуно изгубиле индивидуалност услед топљења (слика 4.3.г) а и процес кристализације је најинтензивнији (према рендгенограму приказаном на на слици 4.1.г).

На слици 4.4. су приказани примери секвенци микроструктура коришћених за добијање квантитативних параметара стереолошке анализе узорака легуре синтерованих на: а) 1370 °C, б) 1400 °C и в) 1430 °C (сама анализа је обухватала по 3 секвенце са око 120 узорковања).





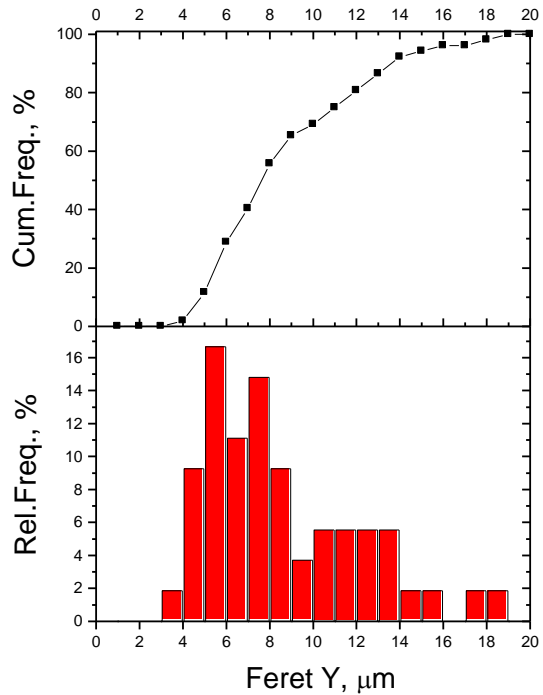
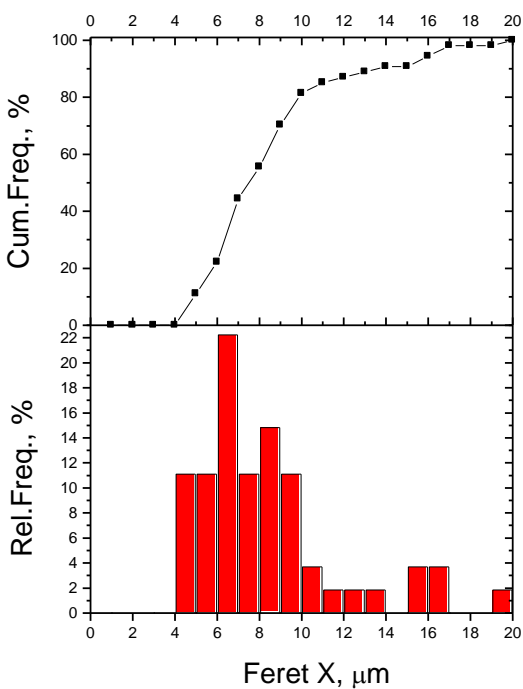
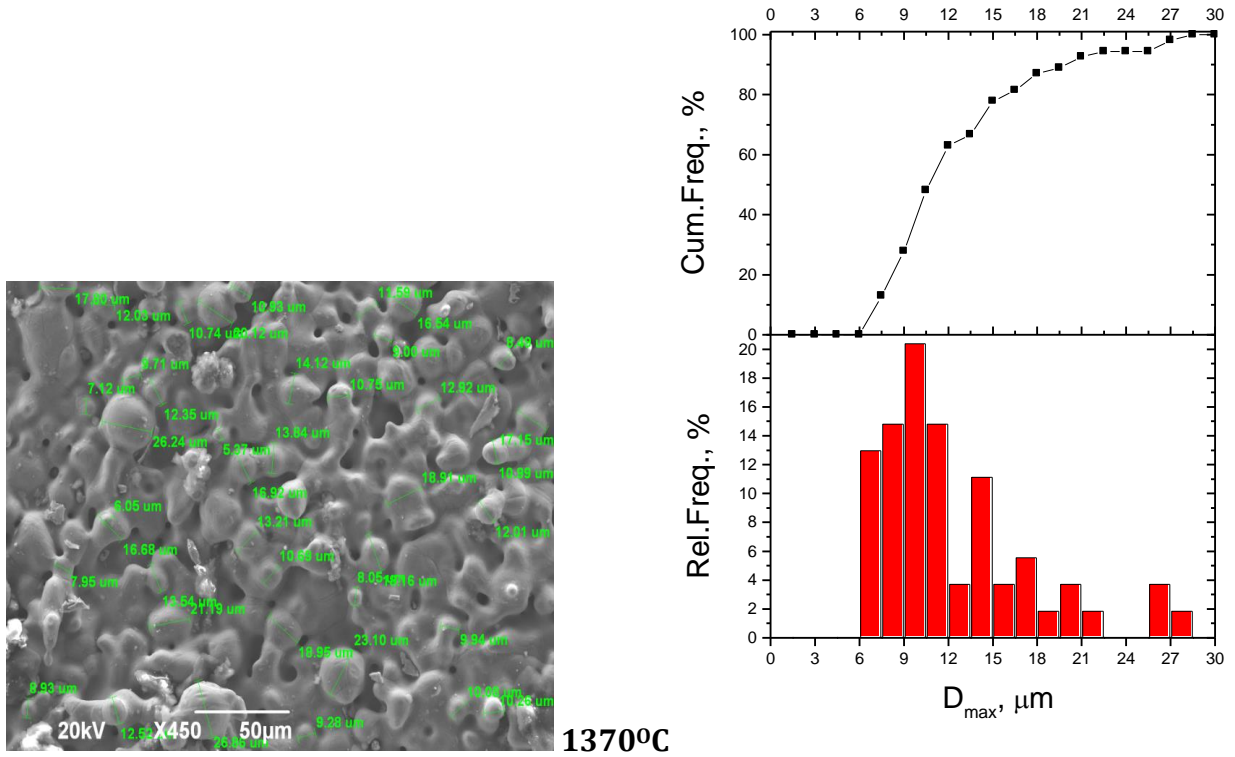
Сл. 4.4. Микроструктуре узорака легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом синтерованих на: а) 1370 °C, б) 1400 °C и в) 1430 °C.

Анализу узорка синтерованог на 1460 °C није могуће спровести јер су честице потпуно изгубиле индивидуалност услед топљења (слика 4.3.г).

Хистограми релативне фреквенције и кумулативне криве расподеле вредности параметара величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y добијени стереолошком анализом узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованог на 1370 °C су приказани на сл. 4.5. У Табели 4.1 су приказане минималне, максималне и средње вредности праћених параметара (величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y) узорка синтерованог на 1370 °C. Највећи број честица има величину од око 6 µm до 17 µm (средња вредност је око 12,4 µm), а за Feret X и Feret Y средње вредности су око 8,3 µm и 9,1 µm респективно.

Табела 4.1 Минималне, максималне и средње вредности праћених параметара (величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y) узорка синтерованог на 1370 °C.

FeCoV- 1370°C	$D_{max}$ , µm	Feret X, µm	Feret Y, µm
MIN	6,33	4,33	3,75
MAX	27,11	19,07	18,52
MEAN	12,42	8,32	9,12



Сл. 4.5. Хистограми и кумулативне криве расподеле вредности параметара величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y узорка легуре Fe49Co49V2 произведене PIM/MIM технологијом, синтерованог на 1370  $^{\circ}\text{C}$ .

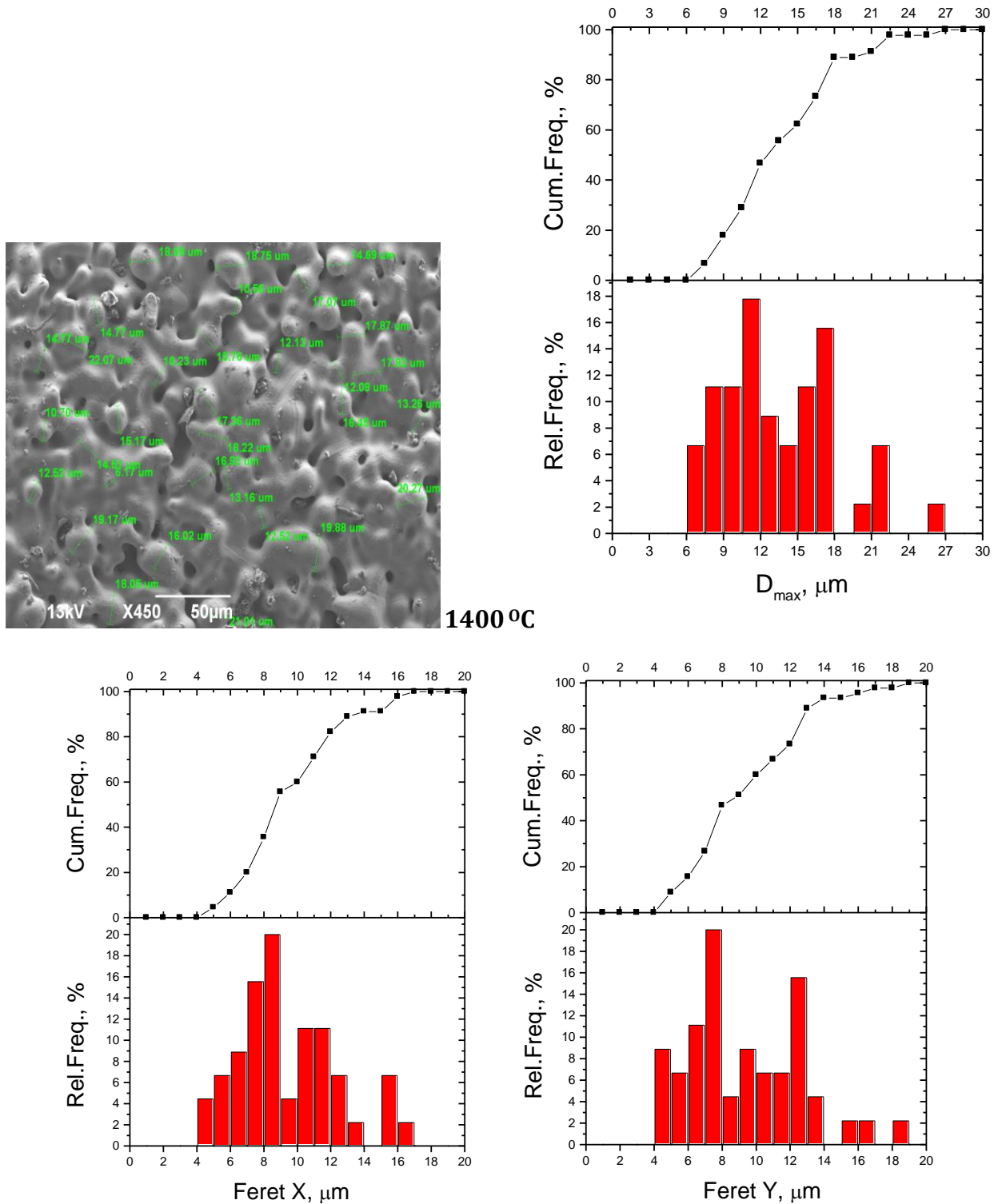
Хистограми релативне фреквенције и кумулативне криве расподеле вредности параметара величине честица  $D_{\max}$ , Feret X и Feret Y добијени стереолошком анализом узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованог на 1400 °C су приказани на слици 4.6, док су у Табели 4.2 приказане минималне, максималне и средње вредности праћених параметара (величине честица  $D_{\max}$ , Feret X и Feret Y) истог испитиваног узорка. Највећи број честица има величину од око 7  $\mu\text{m}$  до 18  $\mu\text{m}$  (средња вредност је око 13,5  $\mu\text{m}$ ), а за Feret X и Feret Y средње вредности су око 9,4  $\mu\text{m}$  и 9,5  $\mu\text{m}$  респективно.

Табела 4.2 Минималне, максималне и средње вредности праћених параметара (величине честица  $D_{\max}$ , Feret X и Feret Y) узорка синтерованог на 1400 °C.

FeCoV- 1400°C	$D_{\max}$ , $\mu\text{m}$	Feret X, $\mu\text{m}$	Feret Y, $\mu\text{m}$
MIN	6,53	4,62	4,62
MAX	26,87	16,17	18,66
MEAN	13,44	9,43	9,46

У односу на резултате стереолошке анализе добијене код узорка синтерованог на 1370 °C приметно је благо повећање сва три праћена параметра након повећања температуре синтеровања за 30 °C. Управо је због овога и извршен избор температура синтеровања са постепеним повећавањем од по само 30 °C да би се оптимизовале микроструктуре а самим тим и сва остала функционална својства синтетизованих узорака легуре Fe49Co49V2 произведене **PIM/MIM** технологијом.





Сл. 4.6. Хистограми и кумулативне криве расподеле вредности параметара величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y узорка легуре Fe49Co49V2 произведене PIM/MIM технологијом синтерованог на 1400  $^{\circ}\text{C}$ .

Хистограми релативне фреквенције и кумулативне криве расподеле вредности параметара величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y добијени стереолошком анализом узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованог на 1430 °C су приказани на сл. 4.7. У Табели 4.3 су приказане минималне, максималне и средње вредности праћених параметара (величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y) истог узорка. Највећи број честица има величину од 10  $\mu\text{m}$  до 20  $\mu\text{m}$  (средња вредност је око 15  $\mu\text{m}$ ), а за Feret X и Feret Y средње вредности су око 10  $\mu\text{m}$  и 11  $\mu\text{m}$  респективно.

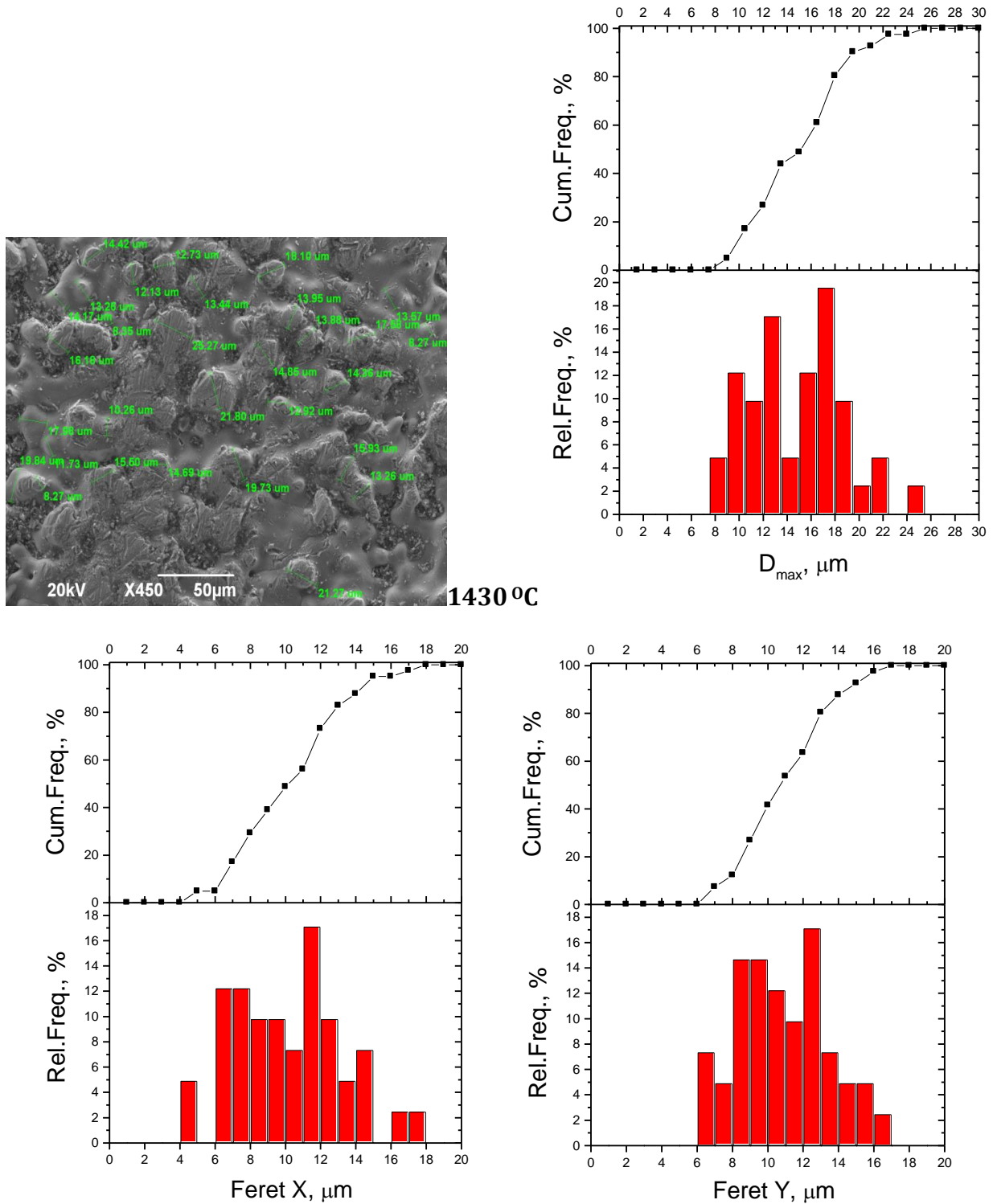
Табела 4.3 Минималне, максималне и средње вредности праћених параметара (величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y) узорка синтерованог на 1430 °C.

<b>FeCoV- 1430°C</b>	$D_{max}$ , $\mu\text{m}$	Feret X, $\mu\text{m}$	Feret Y, $\mu\text{m}$
MIN	8,03	4,91	6,06
MAX	24,11	17,62	16,46
MEAN	14,95	10,23	10,84

У односу на резултате стереолошке анализе добијене код узорака синтерованих на 1370 °C и 1400 °C приметно је даље повећање сва три праћена параметра након даљег повећања температуре синтеровања. У Табели 4.4 су приказане упоредне вредности праћених параметара (величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y) свих испитиваних узорака.

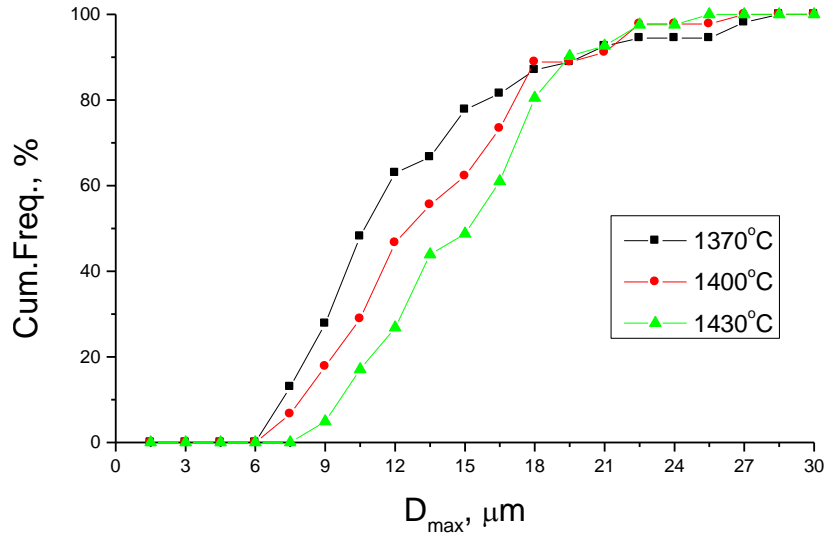
Табела 4.4 Упоредне вредности праћених параметара (величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y) свих испитиваних узорака.

<b>FeCoV</b>	$D_{max}$ , $\mu\text{m}$	$D_{max}$ , $\mu\text{m}$ MEAN	Feret X, $\mu\text{m}$ MEAN	Feret Y, $\mu\text{m}$ MEAN
<b>1370 °C</b>	6-17	12,42	8,32	9,12
<b>1400 °C</b>	7-18	13,44	9,43	9,46
<b>1430 °C</b>	10-20	14,95	10,23	10,84



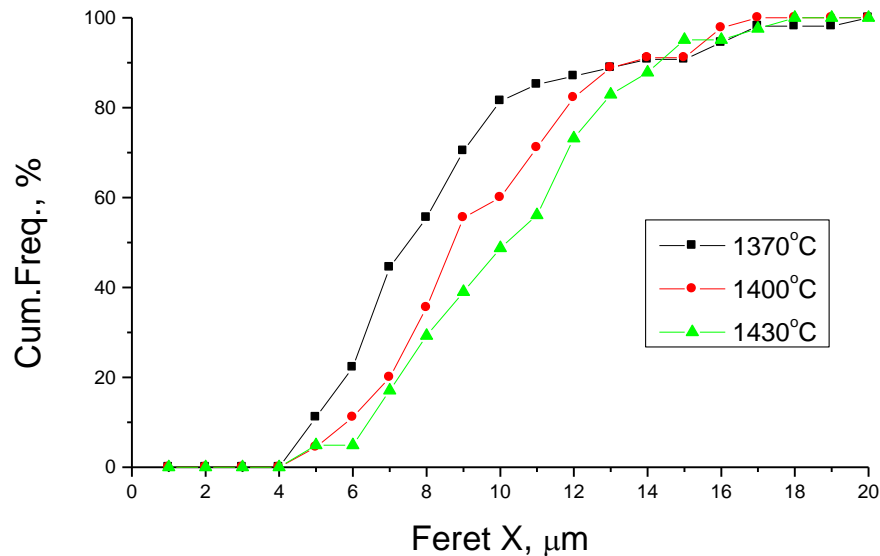
Сл. 4.7. Хистограми и кумулативне криве расподеле вредности параметара величине честица  $D_{max}$ , Feret X и Feret Y узорка легуре Fe49Co49V2 произведене PIM/MIM технологијом синтерованог на 1430  $^{\circ}\text{C}$ .

Поређење кумулативних учесталости параметра величине честица  $D_{max}$ , узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на 1370 °C , 1400 °C и 1430 °C је приказано на сл. 4.8.



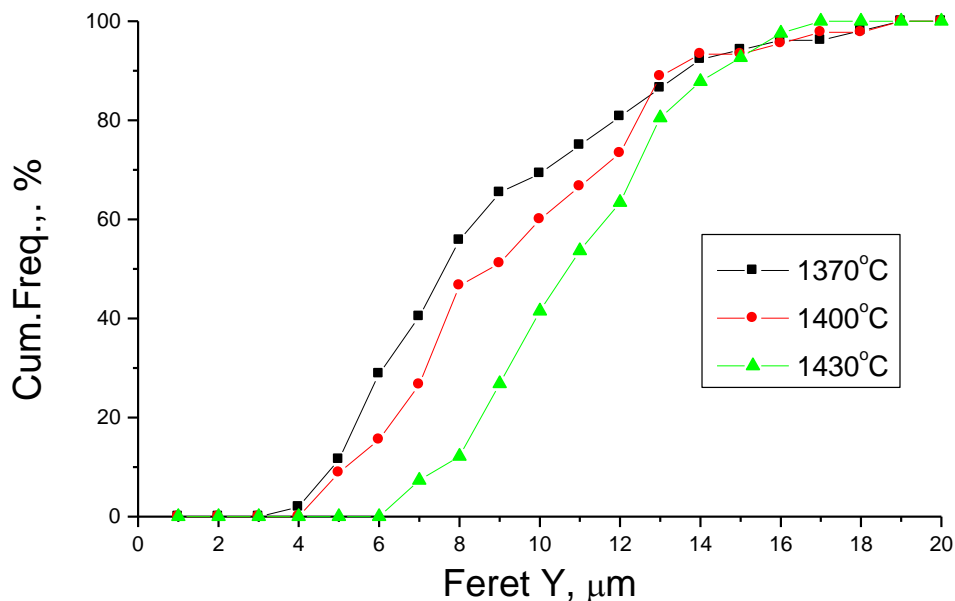
Сл. 4.8. Кумулативне учесталости параметара величине честица  $D_{max}$  узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на 1370 °C , 1400 °C и 1430 °C.

Поређење кумулативних учесталости параметра *Feret X* узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на 1370 °C , 1400 °C и 1430 °C је приказано на сл. 4.9.



Сл. 4.9. Кумулативне учесталости параметра величине честица *Feret X* узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на 1370 °C , 1400 °C и 1430 °C.

Поређење кумулативних учесталости параметра *Feret Y* узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на 1370 °C, 1400 °C и 1430 °C је приказано на сл. 4.10.

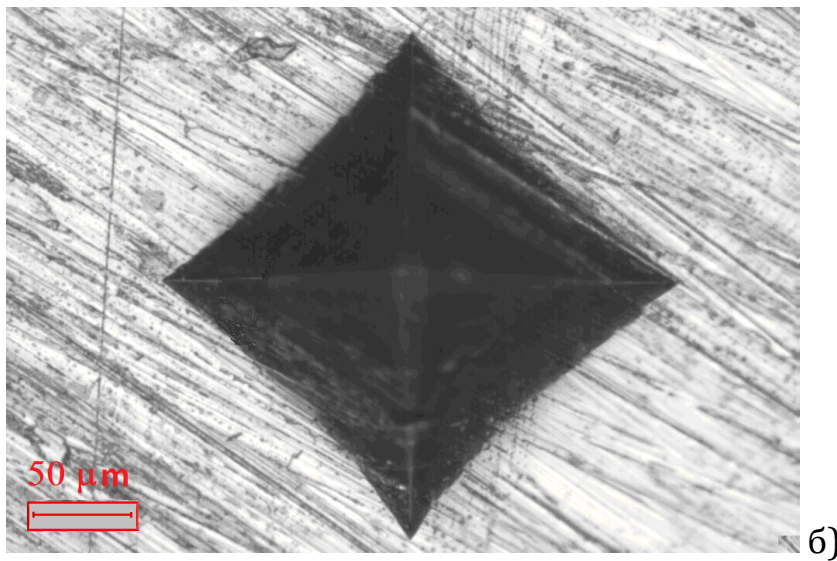
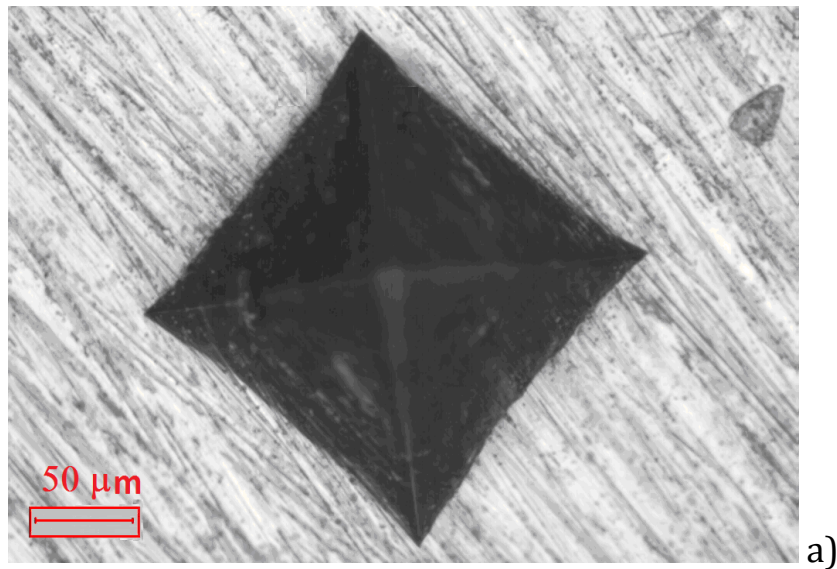


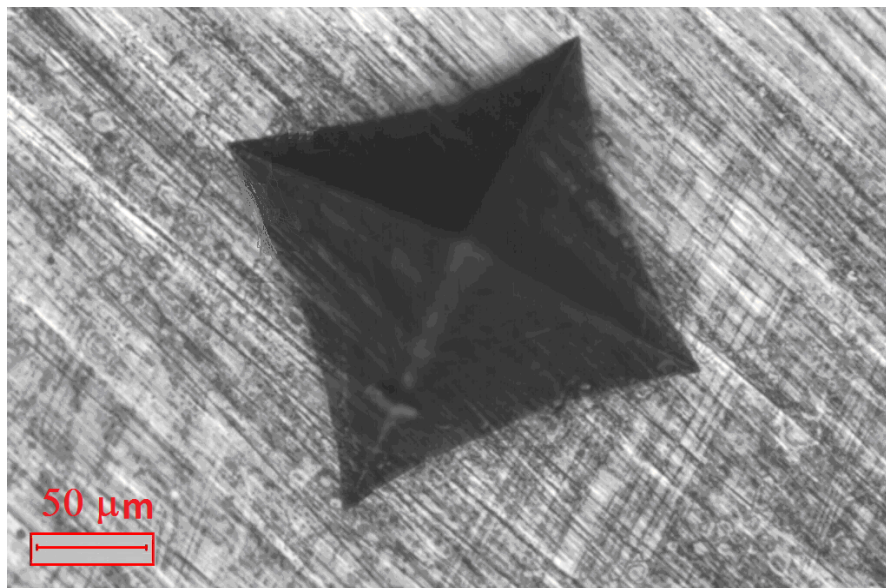
Сл. 4.10. Кумулативне учесталости параметра величине честица *Feret Y* узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на 1370 °C, 1400 °C и 1430 °C.

Са упоредних кривих кумулативних учесталости вредности праћених параметара (величине честица  $D_{max}$ , *Feret X* и *Feret Y*) свих испитиваних узорака, приметно је константно и постепено повећање сва три параметра са повећањем температуре синтеровања од по 30 °C. На овај начин је постепено и оптимизована микроструктура узорака синтерованих на 1370 °C, 1400 °C и 1430 °C, док микроструктура узорка синтерованог на 1460 °C показује да је се овом највишом температуром достигла тачка топљења честица.

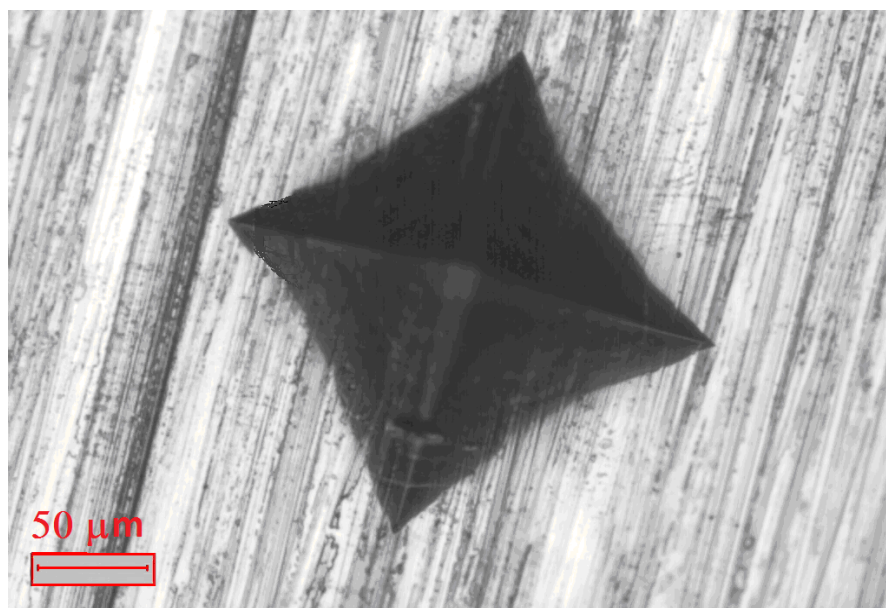
#### 4.2. Испитивање механичких својстава легуре FeCoV добијене PIM/MIM технологијом

На слици 4.11. су приказана испитивања механичких својстава (тврдоће по Викерсу HV<sub>10</sub>) узорака легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> произведених PIM/MIM технологијом, синтерованих у атмосфери водоника током 3,5 сата температурама 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C [58].





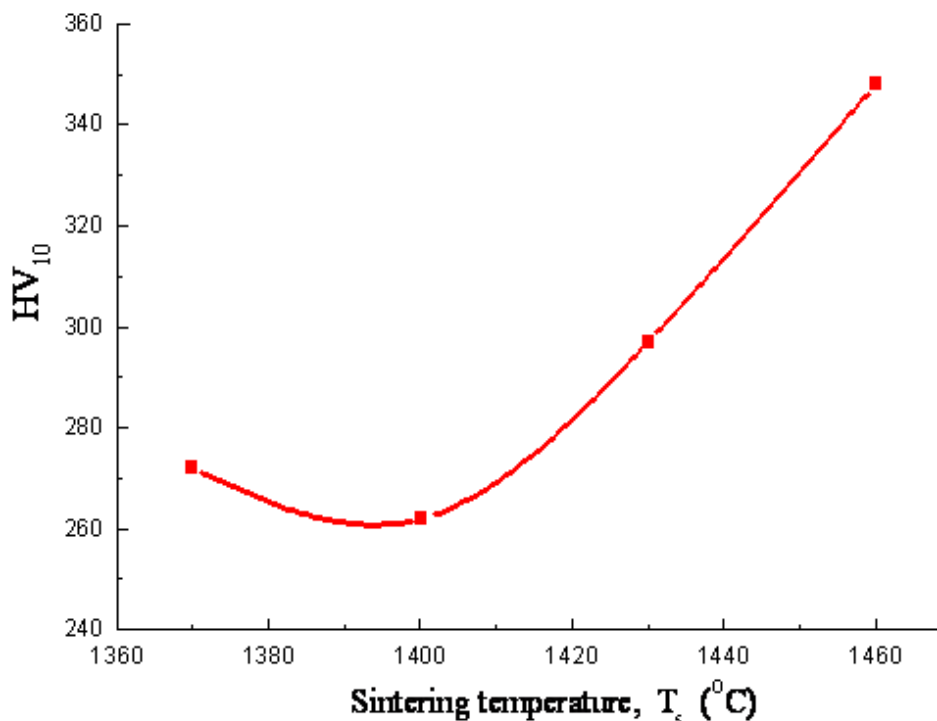
В)



Г)

Сл. . 4.11. Испитивање механичких својстава ( $HV_{10}$ ) узорака легуре Fe49Co49V2 произведених **PIM/MIM** технологијом синтерованих на температурама а) 1370 °C, б) 1400 °C, в) 1430 °C, г) 1460 °C [48].

На слици 4.12 су приказане промене тврдоће  $HV_{10}$  узорака легуре Fe49Co49V2 произведених **PIM/MIM** технологијом у зависности од температуре синтеровања за све испитиване узорке.



**Сл 4.12** Промене тврдоће  $HV_{10}$  узорка легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом у зависности од температуре синтеровања

Најнижа вредност тврдоће је регистрована код узорка синтерованог на 1400  $^{\circ}\text{C}$  и износи 262  $HV_{10}$ , док даљи пораст температуре синтеровања прати повећање тврдоће до максимално измерене вредности 348  $HV_{10}$  при температури синтеровања од 1460  $^{\circ}\text{C}$  (узорци који садрже већи удео кристалне фазе имају и већу тврдоћу: узорак D- 1460  $^{\circ}\text{C}$  за око 33 % има већу тврдоћу у односу на узорак B-1400  $^{\circ}\text{C}$ ).

Повећање тврдоће  $HV_{10}$  је узроковано смањењем кретања дислокација у структури. Наиме, порастом температуре процеса синтеровања прелази се из интермедијарне фазе ка крајњој фази синтеровања када долази до раста зрна, отворене поре се скупљају (и прелазе у затворене) и достижу се вредности од преко 90 % теоријске густине. Финалну фазу карактерише и приближно хомогена микроструктура те је коначно евидентно и смањење кретања дислокација у структури.



Измерене вредности тврдоће HV<sub>10</sub> су у релативно доброј сагласности са литературним подацима:

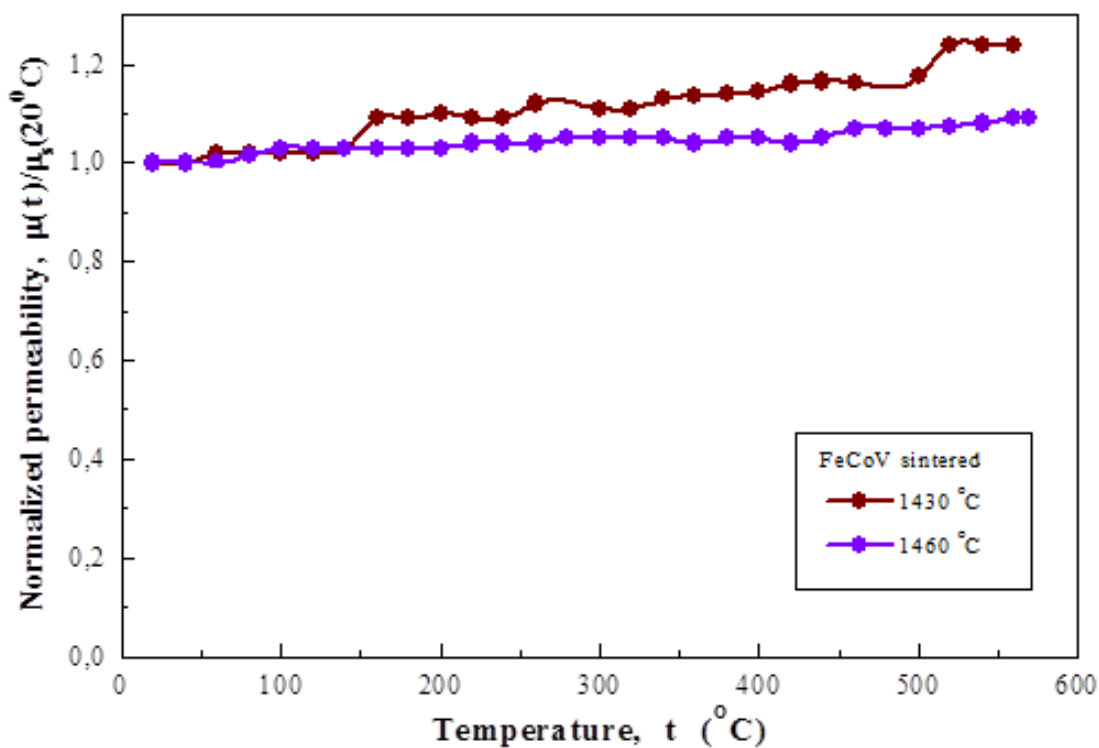
1. За узорке FeCoV добијене стандардном металуршком технологијом индукционо топљење/ливење/хладно ваљање HV је око 450 [59].
2. Код узорака FeCoV где су примењени термички третмани који се завршавају одгревањем на температурама између 800 °C и 900 °C тврдоћа по Роквелу је HRB ≈ 90 (HV≈200) [60].
3. Код узорака базног FeCo система где је додатно легирање спроведено додавањем молибдена (Fe-25%Co-15%Mo) тврдоћа по Роквелу је HRC ≈ 39 (HV ≈ 390) [40], (Fe-20%Co-15%Mo) тврдоћа по Роквелу је HRC ≈ 38 (HV ≈ 370) [61].
4. Код узорака базног FeCo система где је додатно легирање спроведено истовременим додавањем и волфрама и молибдена (Fe-Co-Mo-W) постигнуте су највише вредности тврдоће по Роквелу је HRC ≈ 70 [62].

### 4.3. Испитивање магнетних својстава легуре FeCoV добијене PIM/MIM технологијом

#### 4.3.1. Мерења температурске зависности магнетне пермеабилности

За мерења температурске зависности магнетне пермеабилности узорака легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом коришћена је модификована Фарадејева вага [43, 46]. Добијени резултати су презентовани као промене нормализоване магнетне пермеабилности узорака  $\mu_n = \mu(t) / \mu(20^\circ\text{C})$  у температурском интервалу од собне температуре до максимално могућих  $580^\circ\text{C}$  (јачина примењеног спољашњег магнетног поља које је формирано соленидом износила је  $H_{\text{ex}} = 10 \text{ kA/m}$ ).

Нормализоване магнетне пермеабилности испитиваних узорака легуре Fe49Co49V2 у зависности од температуре синтеровања су приказане на слици 4.13.



Слика 4.13. Температурска зависност нормализоване магнетне пермеабилности узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на  $1430^\circ\text{C}$  и  $1460^\circ\text{C}$ .

Са слике се јасно уочава да испитивани узорци легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> не губе феромагнетна својства до максимално могуће температуре од 580 °C током извођења експеримента. Ово је у потпуној сагласности са рендгенограмима приказаним на слици 4.1г и 4.1д, где је идентификована кристална α'-FeCo фаза са високом вредношћу Киријеве температуре (чак  $T_c \approx 1390 \text{ K} \approx 1120 \text{ }^\circ\text{C}$ ) што омогућава легури Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> примену као феромагнетног материјала на изузетно високим радним температурама.

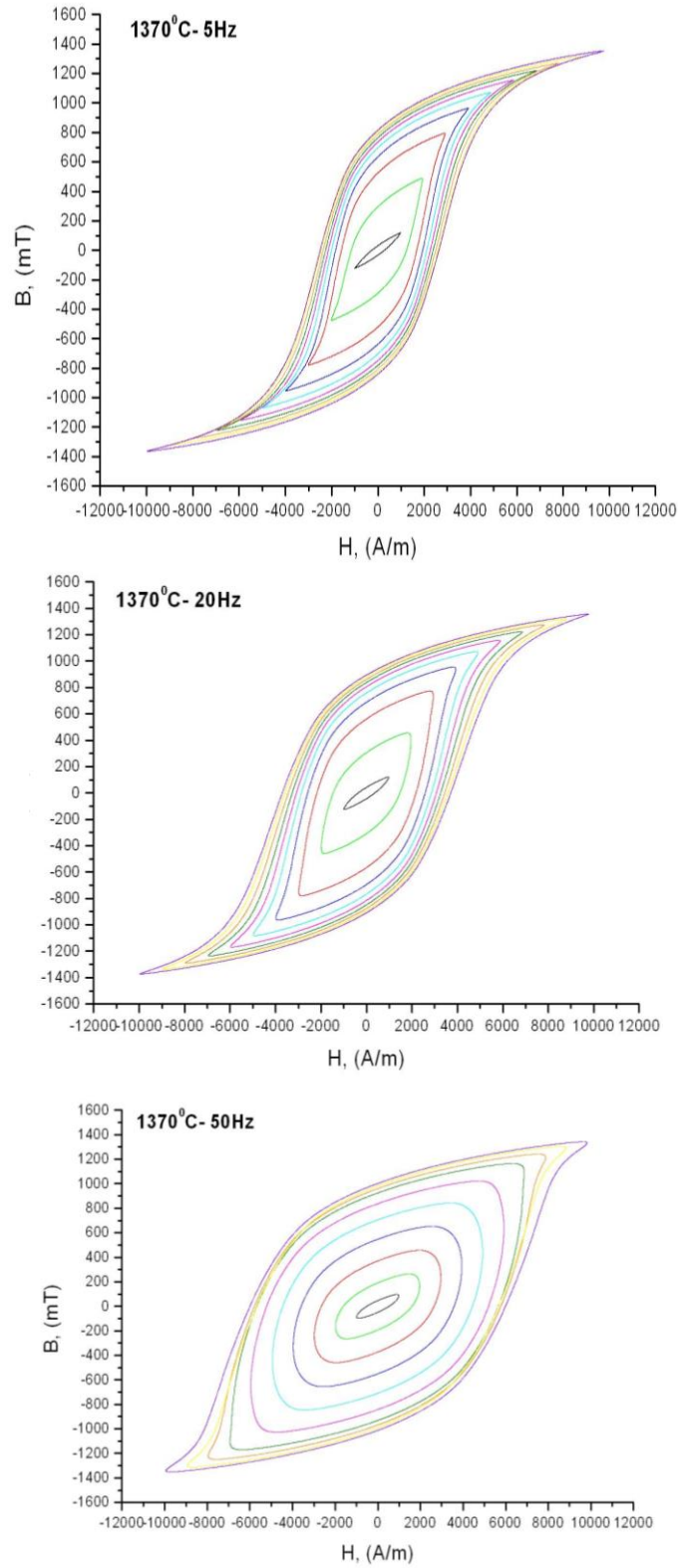
#### **4.3.2. Мерења кривих магнетног хистерезиса**

У оквиру истраживања магнетних својстава узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> спроведена су мерења кривих магнетног хистерезиса B(H), и то најпре при константним вредностима радних фреквенција: 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz (о примењеној методологији видети референцу [44]).

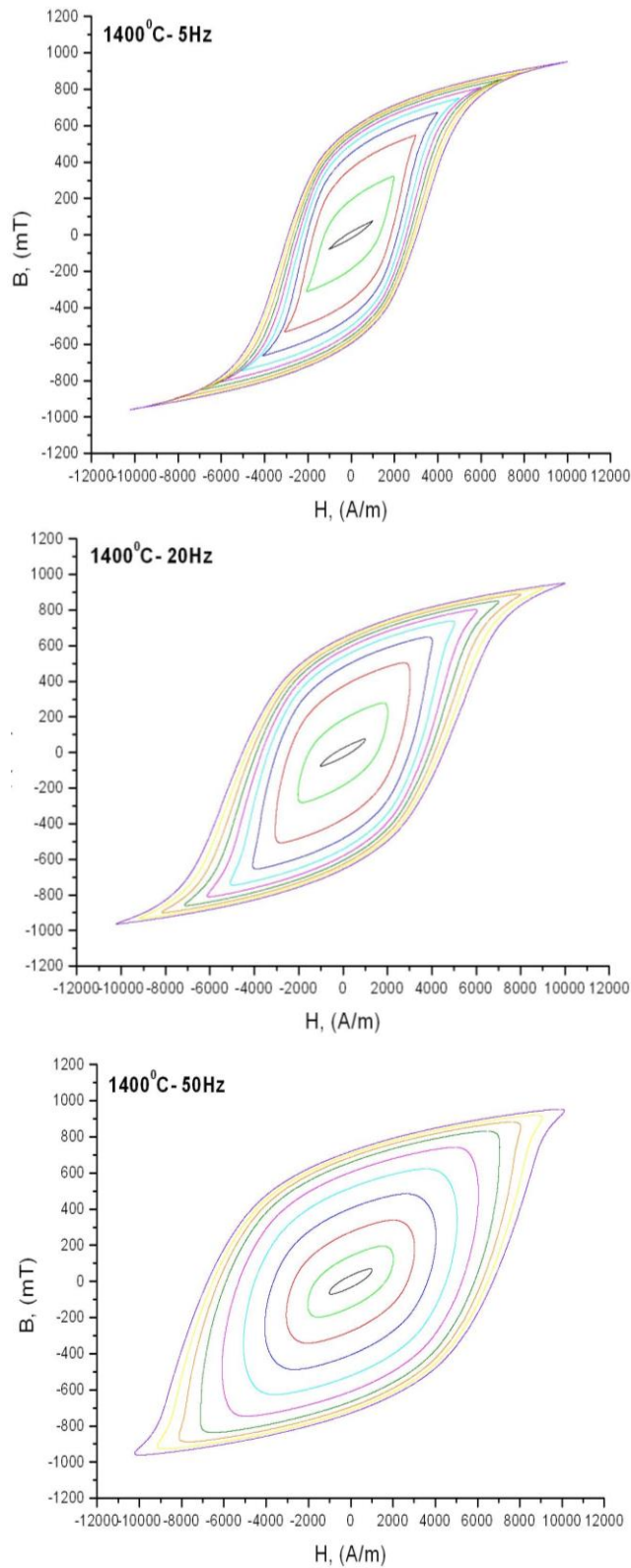
Резултати мерења за узорке синтероване на температурама од 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C су приказани на сликама 4.14, 4.15, 4.16 и 4.17 респективно.

Презентоване су фамилије хистерезисних кривих (по десет кривих) добијених при максималним вредностима спољашњег побудног магнетног поља (од 1 kA/m ÷ до 10 kA/m, са повећањем од по 1 kA/m), и то при радним фреквенцијама: 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.

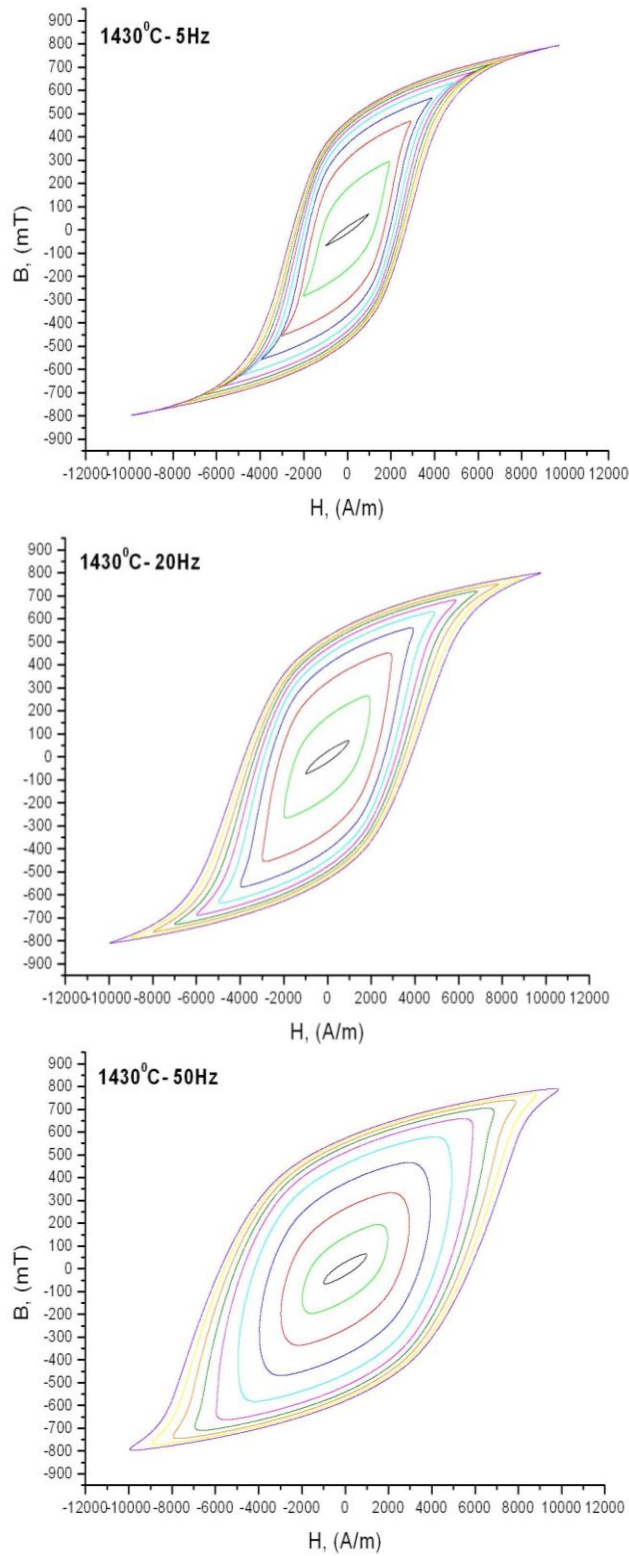
Код свих испитиваних узорака је евидентно ширење кривих магнетног хистерезиса са повећањем фреквенције (од 5 Hz до 50 Hz) услед пораста и хистерезисних губитака и губитака услед вихорних струја са повећањем радне учестаности, што је уобичајено својство свих магнетно меких и магнетно полутврдих материјала.



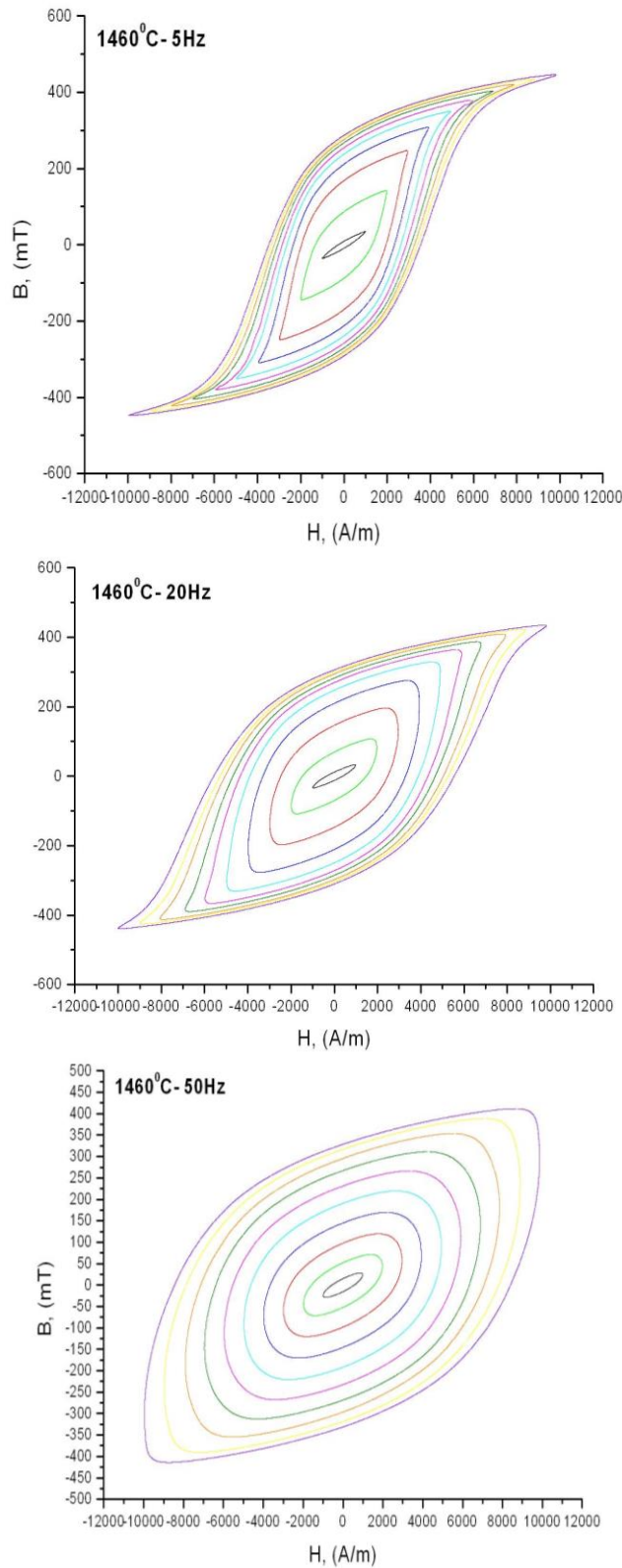
Сл. 4.14 Изглед кривих магнетног хистерезиса узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> синтерованог на температури 1370 °C, радне фреквенције 5 Hz [48], 20 Hz и 50 Hz.



Сл. 4.15 Изглед кривих магнетног хистерезиса узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> синтерованог на температури 1400 °C, радне фреквенције 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.



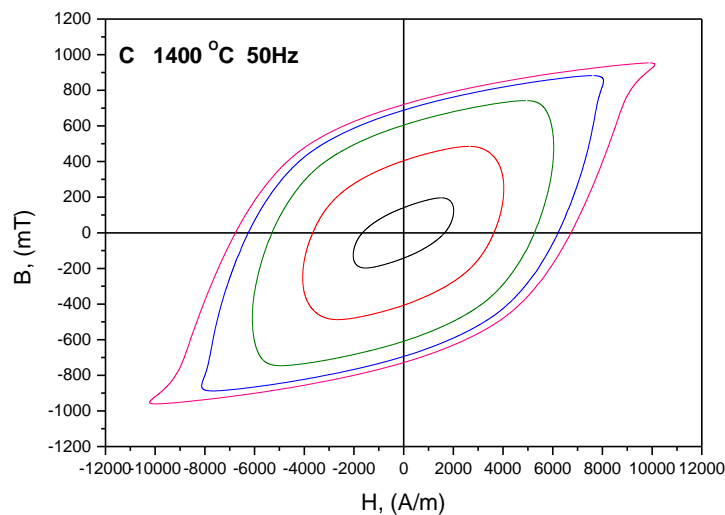
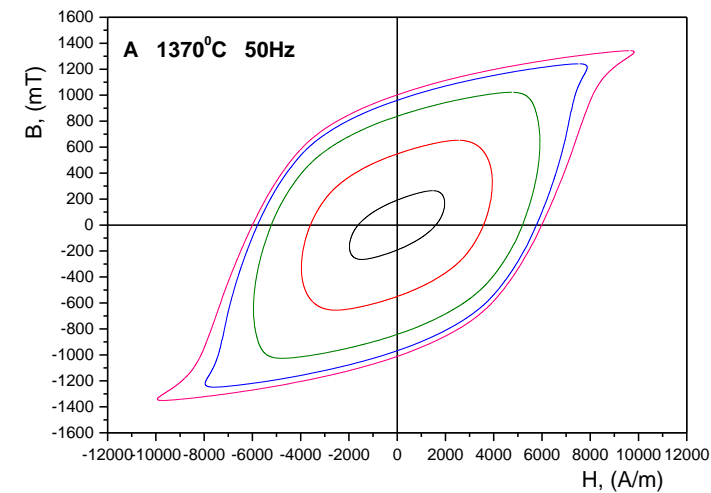
Сл. 4.16 Изглед кривих магнетног хистерезиса узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> синтерованог на температури 1430 °C, радне фреквенције 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.



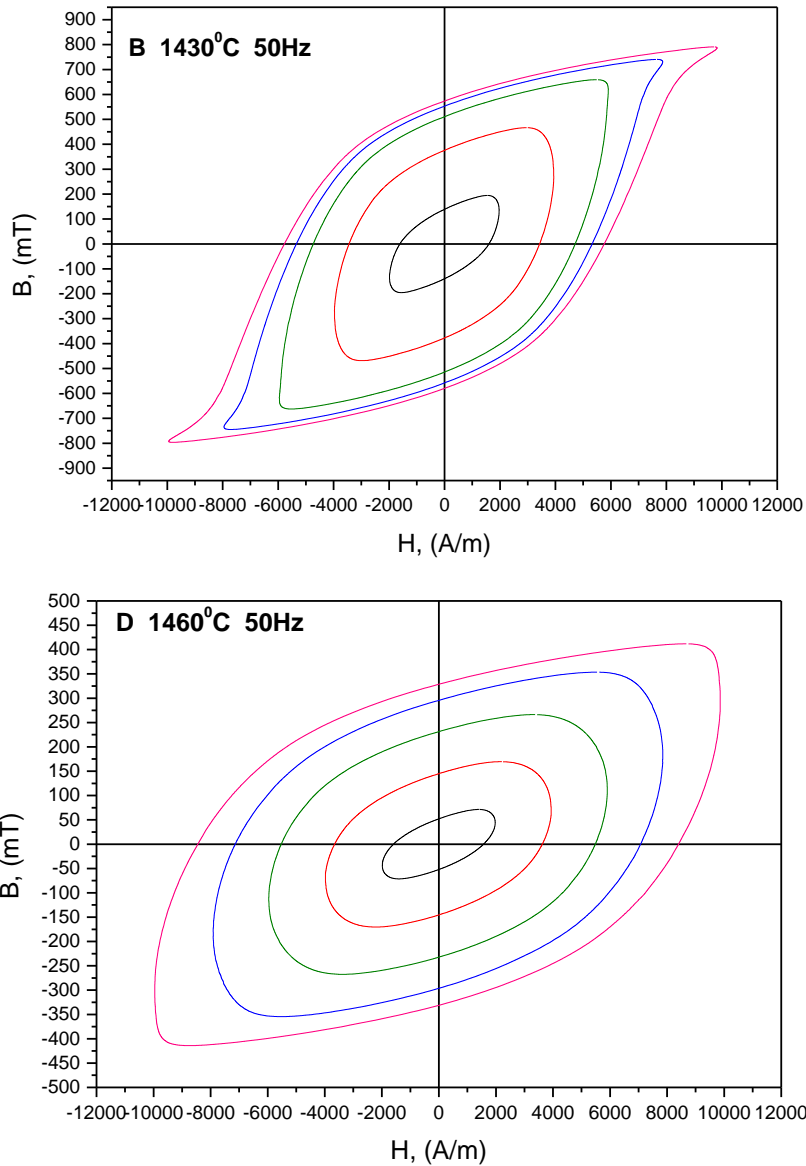
Сл. 4.17 Изглед кривих магнећној хистерезиса узорка лејуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> синћерованој на шемћерајћури 1460 °C, радне фреквенције 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.

Наиме, у магнетном колу се најчешће разматрају два типа губитака : губици услед хистерезиса  $P_h$  и губици услед вихорних струја  $P_e$  (мада се у најновијим истраживањима у моделовање често уводе и тзв. додатни губици услед анормалних микро вихорних струја као последица кретања зидова магнетних домена, неуниформног магнећења и нехомогености унутар узорка [63]).

С обзиром да се рад великог броја електричних уређаја одвија на стандардној мрежној фреквенцији од 50 Hz, резултати мерења кривих магнетног хистерезиса на овој радној фреквенцији за узорке синтероване на температурама од 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C су приказани на слици 4.18. Презентоване су фамилије хистерезисних кривих добијених при максималним вредностима спољашњег побудног магнетног поља (2 kA/m ÷ 10 kA/m, повећање по 2 kA/m).



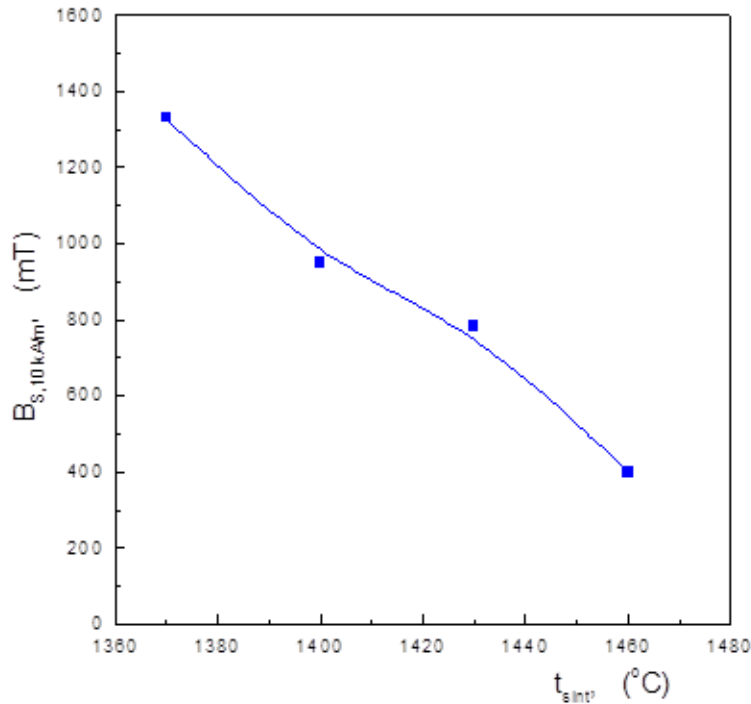




Сл. 4.18 Изглед кривих магнетног хистерезиса узорака легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом, синтерованих на температурама а) 1370 °C б) 1400 °C ц) 1430 °C д) 1460 °C, радна фреквенција 50 Hz [48].

Наведене фамилије кривих магнетног хистерезиса искоришћене су за анализу промене магнетне индукције засићења  $B_{s10}$  (магнетна индукција достигнута при максималном спољашњем побудном магнетном пољу од 10 kA/m) у зависности од температуре синтеровања, а која је приказана на слици 4.19. Евидентно је смањење магнетне индукције засићења као последица отежаних процеса померања доменских

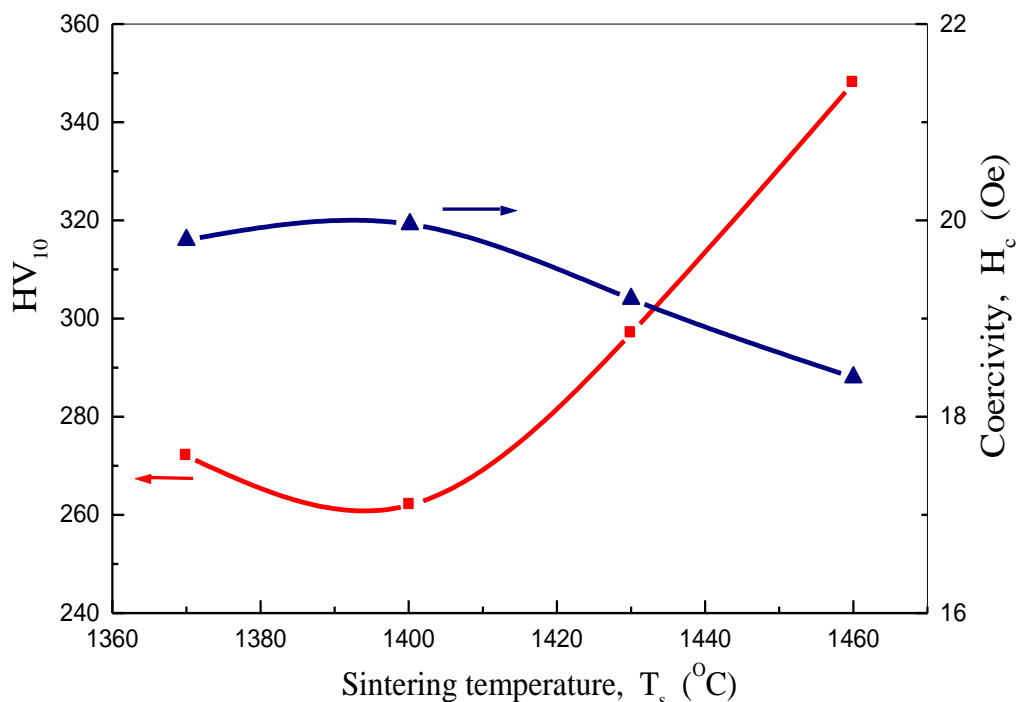
зидова и ротације вектора магнетизације унутар формираних магнетних домена. При анализи рендгенограма је већ уочен повећан садржај кристалне фазе и димензије кристалних зрна при повећању температуре синтеровања, а које узрокују повећање ефекта магнетног пиннинга на зидовима магнетних домена узрокујући пораст вредности коерцитивног поља  $H_{c10}$ .



Сл. 4.19. Промене магнетне индукције засићења  $B_{s10}$  узорака легуре Fe49Co49V2 произведених **PIM/MIM** технологијом, синтерованих на температурама 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C, радна фреквенција 50 Hz.

Најбољу комбинацију функционалних магнетних својстава (што веће  $B_{s10}$  и што ниже  $H_{c10}$ ) поседује узорак синтерован на 1370 °C код којег вредност магнетне индукције засићења износи  $B_{s10} \approx 1.35$  T. Ово чини испитивану легуру Fe49Co49V2 као најбољу опцију за израду језгара трансформатора и/или пригушница минијатурних димензија, тј. свуда где се пред конструкторе електричних направа поставља проблем ограничене тежине и што мањих габарита компоненте а с циљем постизања што виших вредности магнетног флуksа  $\Phi$  ( $\Phi = \vec{B} \cdot \vec{S}$ ).

С обзиром на неопходност истовременог достизања добрих и магнетних и механичких својстава извршено је поређење вредности коерцитивног поља  $H_{C/DC}$  и тврдоће  $HV_{10}$  које је приказано на слици 4.20.



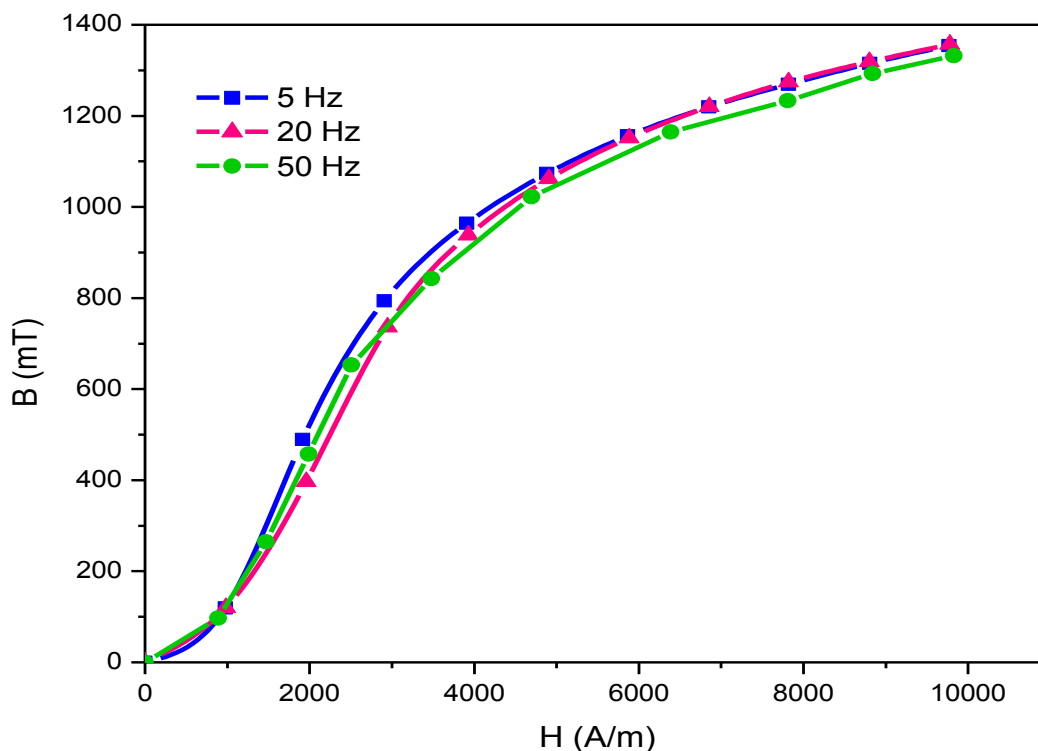
Сл. 4.20. Упоредни приказ тврдоће  $HV_{10}$  и DC коерцитивности  $H_{C/DC}$  узорака легуре  $Fe_{49}Co_{49}V_2$  произведених **PIM/MIM** технологијом, синтерованих на температурама  $1370^{\circ}C$ ,  $1400^{\circ}C$ ,  $1430^{\circ}C$  и  $1460^{\circ}C$ .

Са дијаграма се запажа да повећање тврдоће са порастом температуре синтеровања прати и смањење DC коерцитивности  $H_{C/DC}$ . Наиме, крајњу фазу синтеровања карактерише и приближно хомогена микроструктура и достижу се вредности теоријске густине изнад 90 % чиме се успорава кретање дислокација. Дислокације се код магнетних материјала понашају као центри пининга магнетних домена и нису пожељне када се желе постићи магнетно мека својства феромагнетика. Смањење кретања дислокација у структури (које узрокује повећање тврдоће  $HV_{10}$  [60]) истовремено доводи до олакшаног померања зидова магнетних домена што коначно има за последицу смањење коерцитивне силе [43].

Ранија истраживања FeCoV наночестица са садржајем од 1,8 % ванадијума које су пресоване на 725 °C / 1 сат показују коерцитивност од 39 Oe [64], што је скоро двоструко више од измерених вредности испитиваних узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> произведених PIM/MIM технологијом, које се крећу од 20 Oe тј. 1600 A/m (1400 °C) до 18,4 Oe тј. 1500 A/m (1460 °C) приказаних на слици 4.20.

#### 4.3.3. Криве првобитног магнећења и релативне магнетне пермеабилности

Са експериментално измерених кривих магнетног хистерезиса су одређене вредности магнетног поља H и магнетне индукције B за добијање кривих првобитног магнећења. Криве првобитног магнећења узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> синтерованог на температури од 1370 °C, при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz, приказане су на слици 4.21.

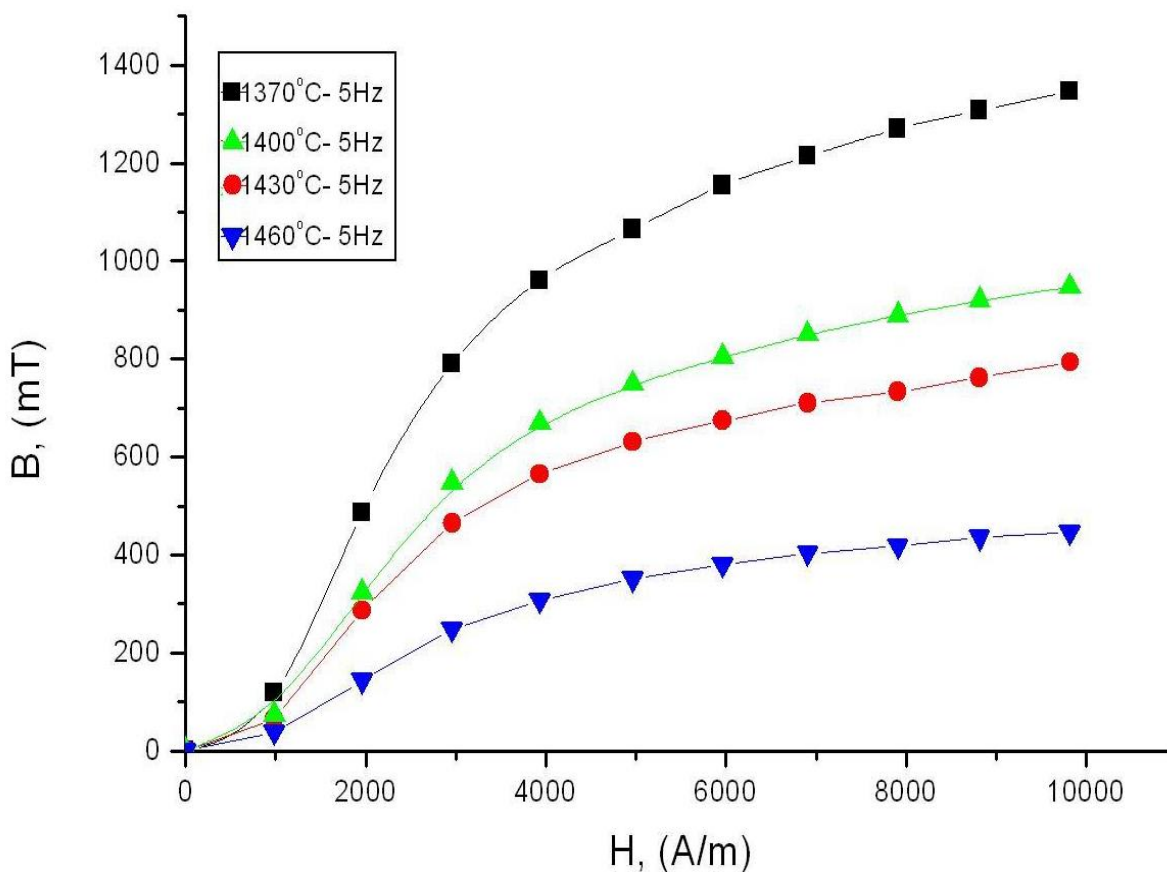


Сл. 4.21 Криве првобитног магнећења узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> синтерованог на температури 1370 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.

Ова криве су једне од најосновнијих карактеристика магнетних материјала [65-67]. При повећању радне фреквенције у испитиваном опсегу запажене су

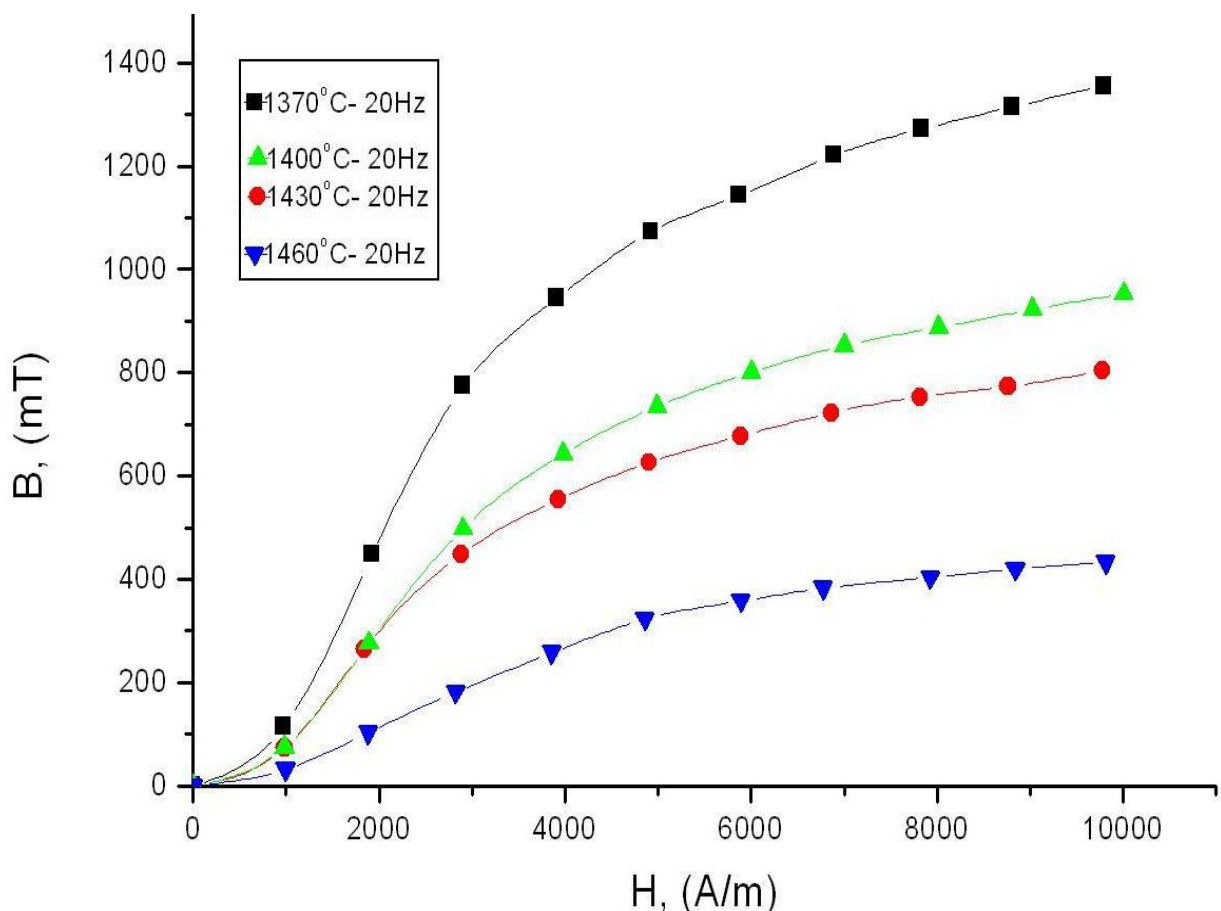
незнатне промене кривих првобитног магнећења, а при максимално могућем магнетном пољу од 10 kA/m достигнута је магнетна индукција од око 1,35 T.

Упоредни приказ кривих првобитног магнећења мерене до  $H_m=10$  kA/m, свих испитиваних узорака легуре Fe49Co49V2 при фреквенцијама 5 Hz и 20 Hz, приказан је на сликама 4.22 и 4.23 респективно.



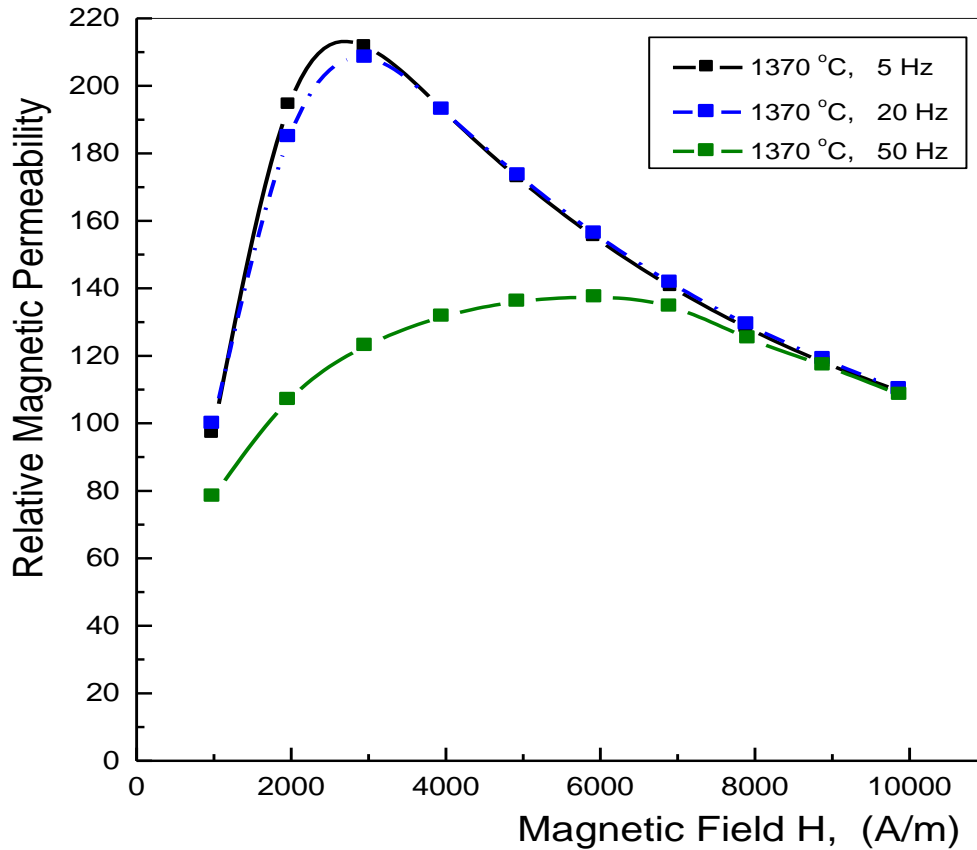
Сл. 4.22 Криве првобитног магнећења узорака легуре Fe49Co49V2 синтерованих на температурама 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C, радна фреквенција 5 Hz.

Овај упоредни приказ кривих првобитног магнећења такође потврђује да најбоља магнетна својства поседује узорак синтерован на температури од 1370 °C, јер се при истим вредностима побудног магнетног поља достижу највише вредности магнетне индукције.



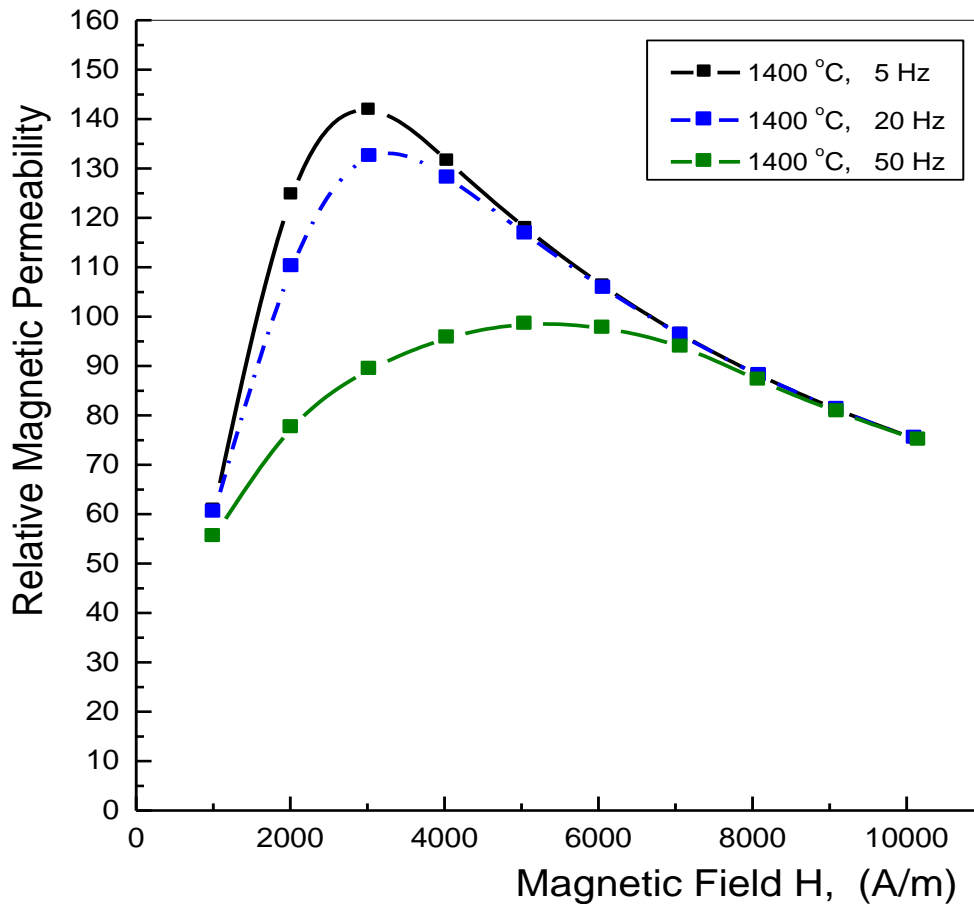
Сл. 4.23 Криве првобитног магнећења узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованих на температурама 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C, радна фреквенција 20 Hz.

С обзиром на напред приказане резултате, на слици 4.24 су приказане зависности  $\mu_r(H)$ , тј. промене релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2, синтерованог на температури 1370 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz. Највећа остварена релативна магнетна пермеабилност је око 210 при магнетној побуди од 3 kA/m и фреквенцији од 5 Hz, која се незнатно смањује (свега око 2 %) на фреквенцији од 20 Hz. При фреквенцији од 50 Hz највећа релативна пермеабилност износи око 135 али при двоструко увећаној вредности побудног магнетног поља од 6 kA/m.



Сл. 4.24 Зависност релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2 произведеног PIM/MIM технологијом, синтерованог на температури 1370 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz [48].

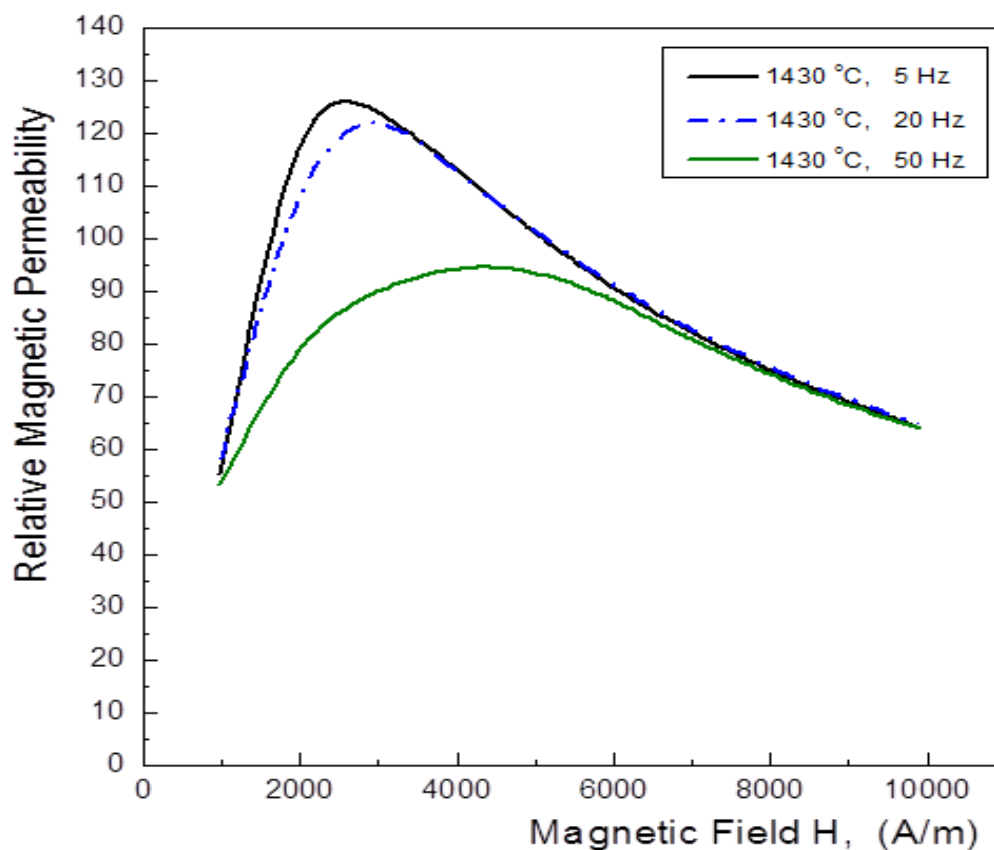
На слици 4.25 су приказане зависности релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2, синтерованог на температури 1400 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz. Највећа остварена релативна магнетна пермеабилност је око 140 при магнетној побуди од 3 kA/m и фреквенцији од 5 Hz, која се смањује (око 5 %) на фреквенцији од 20 Hz. При 50 Hz највећа релативна пермеабилност износи око 95 али при увећаној вредности побудног магнетног поља од 5 kA/m.



Сл. 4.25 Зависност релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2 произведеног PIM/MIM технологијом, синтерованог на температури 1400 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.

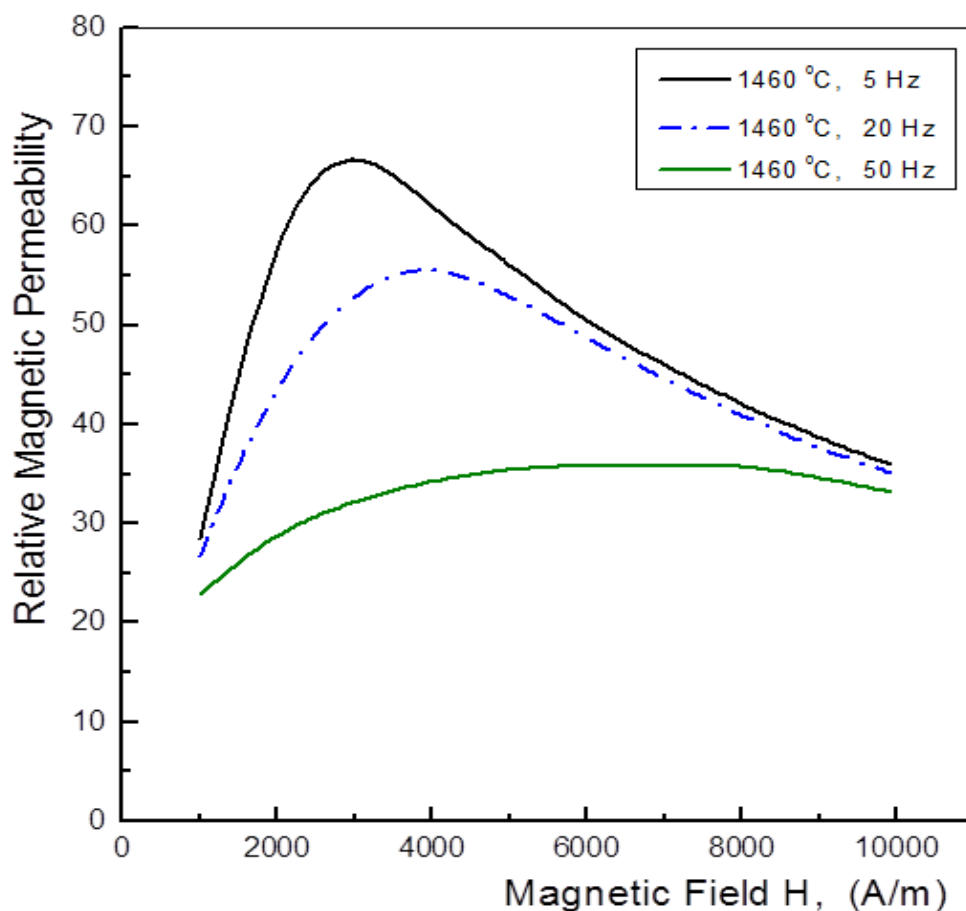
На слици 4.26 су приказане зависности релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2, синтерованог на температури 1430 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz. Највећа остварена релативна магнетна пермеабилност је око 125 при магнетној побуди од 3 kA/m и фреквенцији од 5 Hz, која се смањује (око 3 %) на фреквенцији од 20 Hz. При 50 Hz највећа релативна пермеабилност износи око 90 али при увећаној вредности побудног магнетног поља од 5 kA/m.





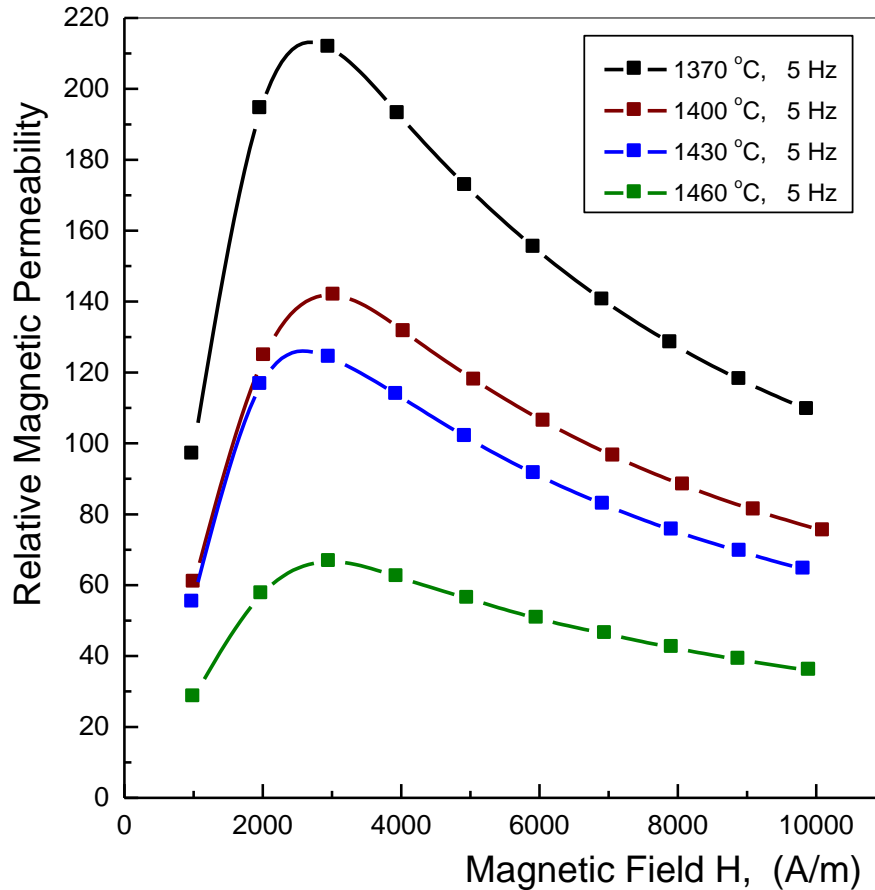
Сл. 4.26 Зависност релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2 произведеног PIM/MIM технологијом, синтерованог на температури 1430 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.

На слици 4.27 су приказане зависности релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2, синтерованог на температури 1460 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz. Највећа остварена релативна магнетна пермеабилност је око 65 при магнетној побуди од 3 kA/m и фреквенцији од 5 Hz, која се смањује (око 14 %) на фреквенцији од 20 Hz. При 50 Hz највећа релативна пермеабилност износи око 35 али при знатно увећаној вредности побудног магнетног поља од 7 kA/m.



Сл. 4.27 Зависност релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2 произведеног PIM/MIM технологијом, синтерованог на температури 1460 °C при фреквенцијама 5 Hz, 20 Hz и 50 Hz.

На слици 4.28 је дат упоредни приказ зависност релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом, синтерованих на температурама 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C при фреквенцији  $f = 5$  Hz. Највеће вредности релативне магнетне пермеабилности при  $f = 5$  Hz ( $\mu_r \approx 210$ ) поседује узорак синтерован на температури 1370 °C што је у доброј сагласности са вредношћу релативне магнетне пермеабилности од неколико стотина (видети слику 3.3 [5]). Оптимална вредност побудног магнетног поља при којој су добијене максималне вредности релативне магнетне пермеабилности код свих испитиваних узорка износи 3 kA/m.



Сл. 4.28 Упоредни приказ зависност релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од магнетног поља  $H$ , узорка легуре Fe49Co49V2 произведених PIM/MIM технологијом, синтерованих на температурама 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C при  $f = 5$  Hz [48].

#### 4.3.4. Одређивање магнетних губитака

За примену магнетних материјала као магнетних језгара у бројним компонентама једна од најважнијих карактеристика јесу енергетски губици, а нарочито губици при цикличном магнећењу.

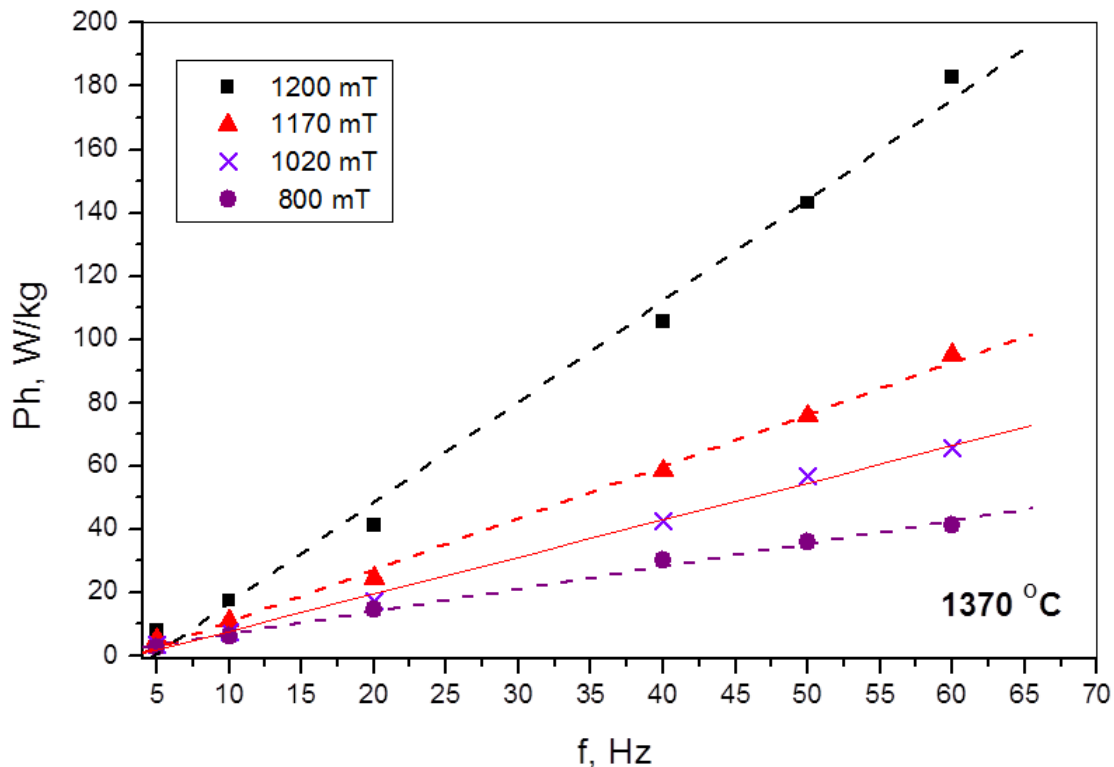
Укупни губитке у магнетном колу  $P_{tot}$  најчешће анализирамо као губитке услед хистерезиса и губитке услед класичних (макро) вихорних струја, тј. укупни губици представљају збир хистерезисних губитака  $P_h$  и губитака услед класичних вихорних струја  $P_e$ .

Енергетски губици материјала у магнетном пољу, који су сразмерни површини хистерезисне петље називају се губици услед магнетног хистерезиса [68] и најчешће се описују помоћу једначине:

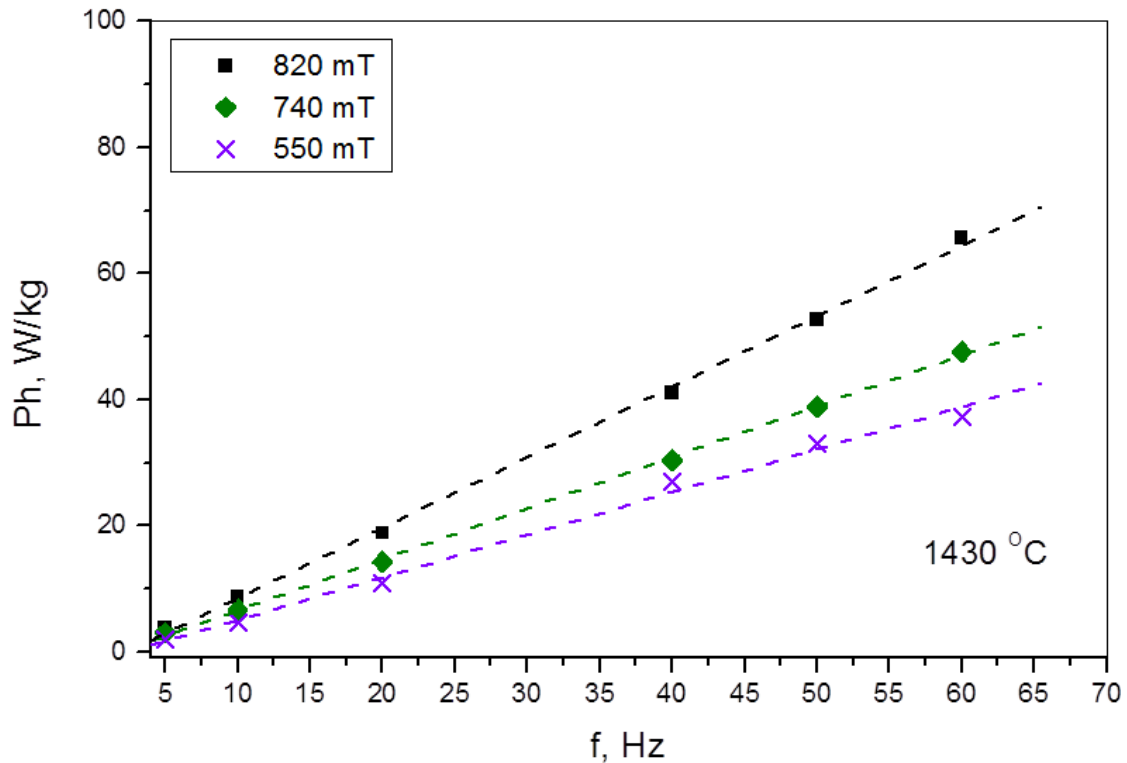
$$P_h = \eta \cdot B_m^2 \cdot m \cdot f \quad (2)$$

где су:  $\eta$  - хистерезисни (Штајнмицов) сачинилац,  $f$  - фреквенција магнећења магнетног кола,  $B_m$  - максимална вредност магнетне индукције достигнута приликом магнећења,  $m$  - маса магнетног кола. Хистерезисни (Штајнмицов) сачинилац  $\eta$  зависи од врсте магнетног материјала [69, 70].

На сликама 4.29 и 4.30 су дате је фреквентне зависност хистерезисних губитака (по јединици масе)  $P_h$  (W/kg) узорака легуре Fe49Co49V2 произведених МИМ технологијом, синтерованих на температурама 1370 °C и 1430 °C за радне фреквенције 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz.



Сл. 4.29 Фреквентне зависности хистерезисних губитака узорка легуре Fe49Co49V2 произведеног ПИМ/МИМ технологијом, синтерованог на температури 1370 °C.



Сл. 4.30 Фреквентне зависности хистерезисних губитака узорка легуре Fe49Co49V2 произведеног PIM/MIM технологијом, синтерованог на температури 1430 °C.

Јасно се уочава линеарна зависност хистерезисних губитака у складу са Штајнмицовом једначином (2).

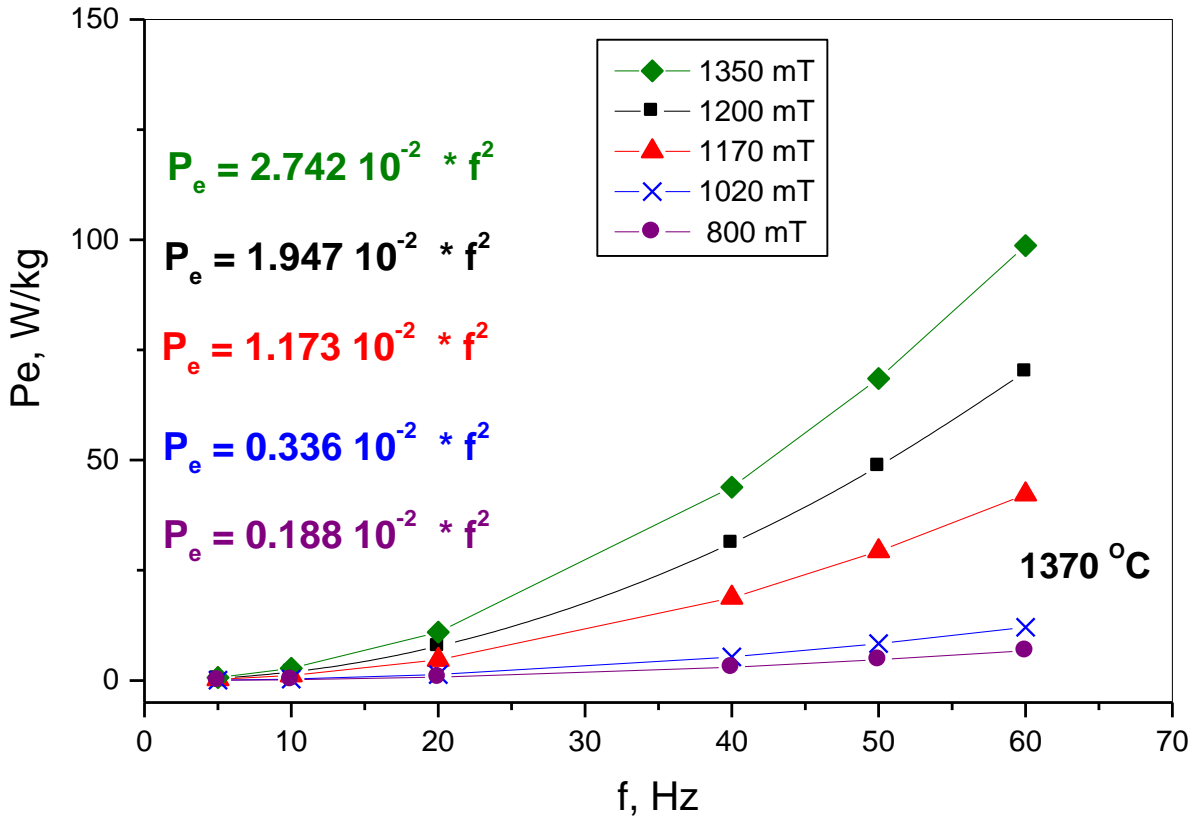
Када се материјал налази у променљивом магнетном пољу, у њему се индукује електрично поље затворених линија. Такво електрично поље проузрокује појаву електричних струја унутар материјала познатих као вихорне струје [71] или Фукоове струје [72]. Губици енергије услед клаичних вихорних струја се најчешће описују помоћу обрасца [68]:

$$P_e = \sigma \cdot B_m^2 \cdot m \cdot f^2 \quad (3)$$

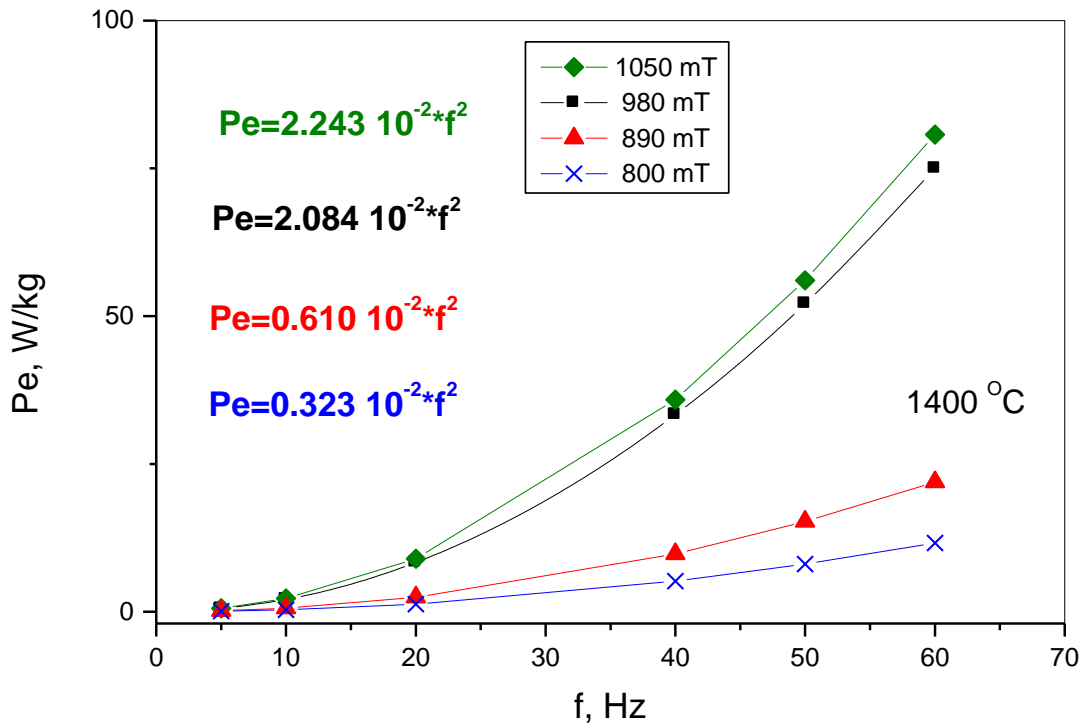
где је  $\sigma$  - сачинилац вихорних струја који такође зависи од врсте магнетног материјала, односно димензија и електричних особина материјала.

На сликама 4.31, 4.32, 4.33 и 4.34 су приказане фреквентне зависности губитака услед вихорних струја (по јединици масе)  $P_e$  (W/kg) свих испитиваних

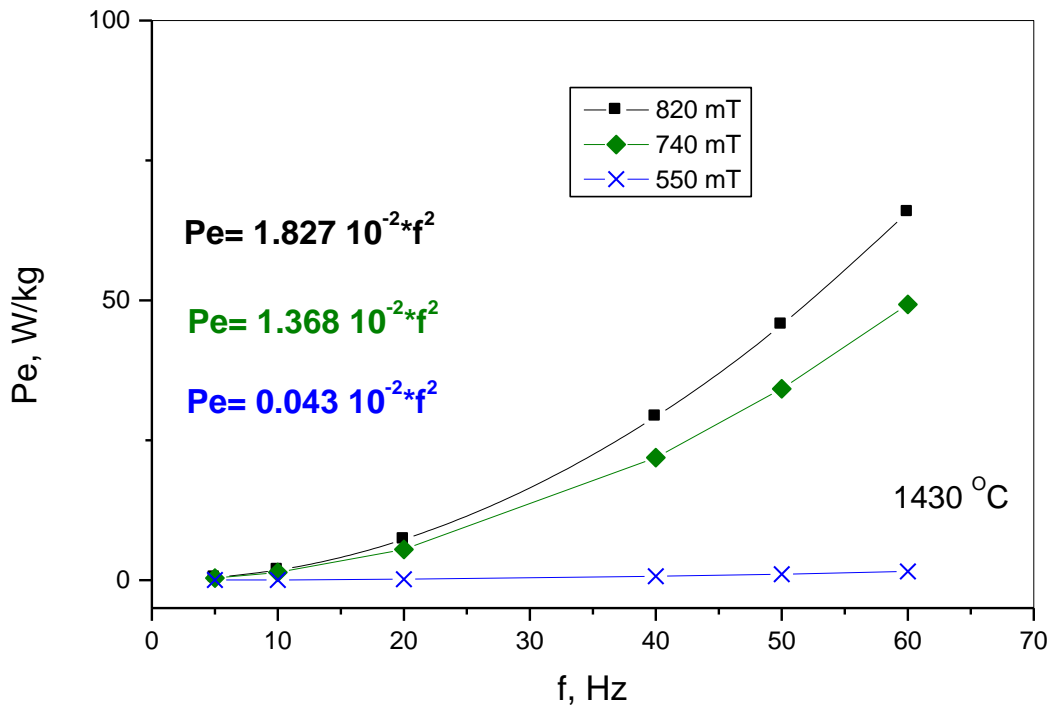
узорка легуре Fe49Co49V2 произведених MIM технологијом, за радне фреквенције 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz. Сlike 4.31, 4.32, 4.33, и 4.34 показују да најмање магнетне губитке поседује узорак синтерован на температури 1370 °C, а што је у потпуној сагласности са напред презентованим анализама зависности релативне магнетне пермеабилности од магнетног поља.



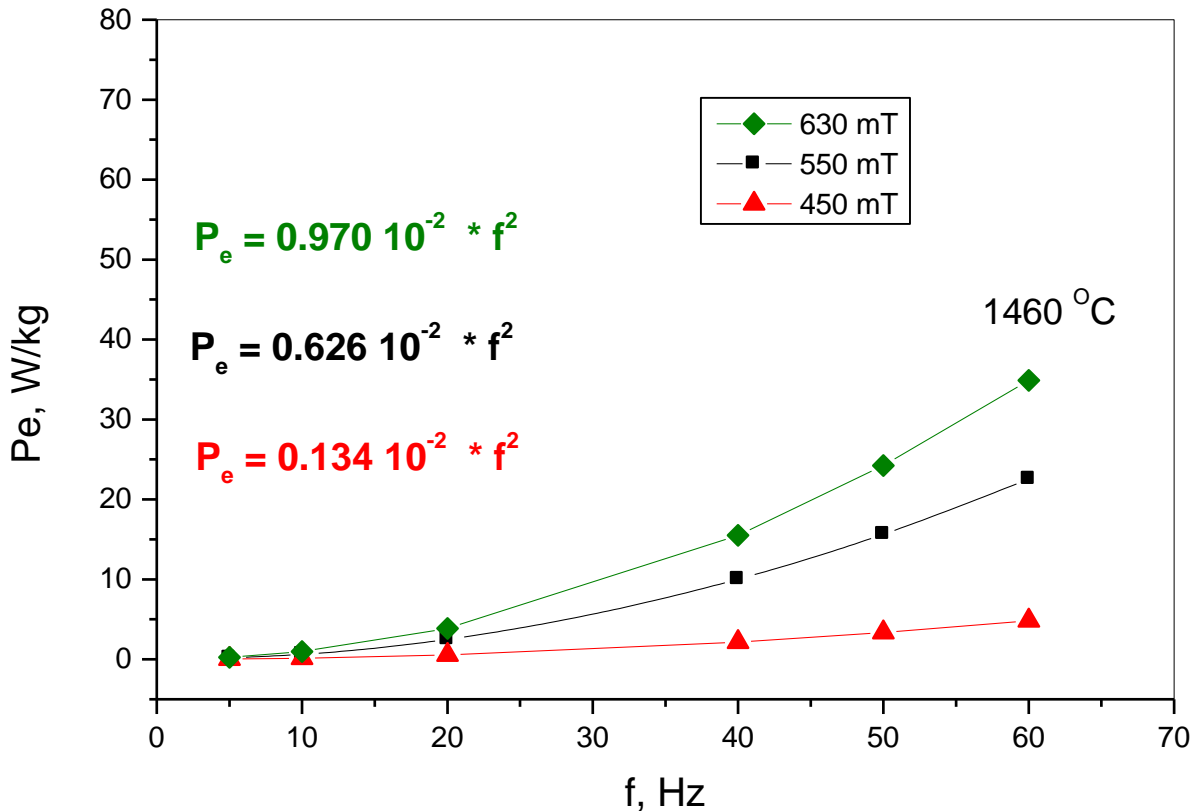
Сл. 4.31 Фреквентне зависности губитака услед вихорних струја узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованог на температури 1370 °C.



Сл. 4.32 Фреквентне зависности губитака услед вихорних струја узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованог на температури 1400 °C.



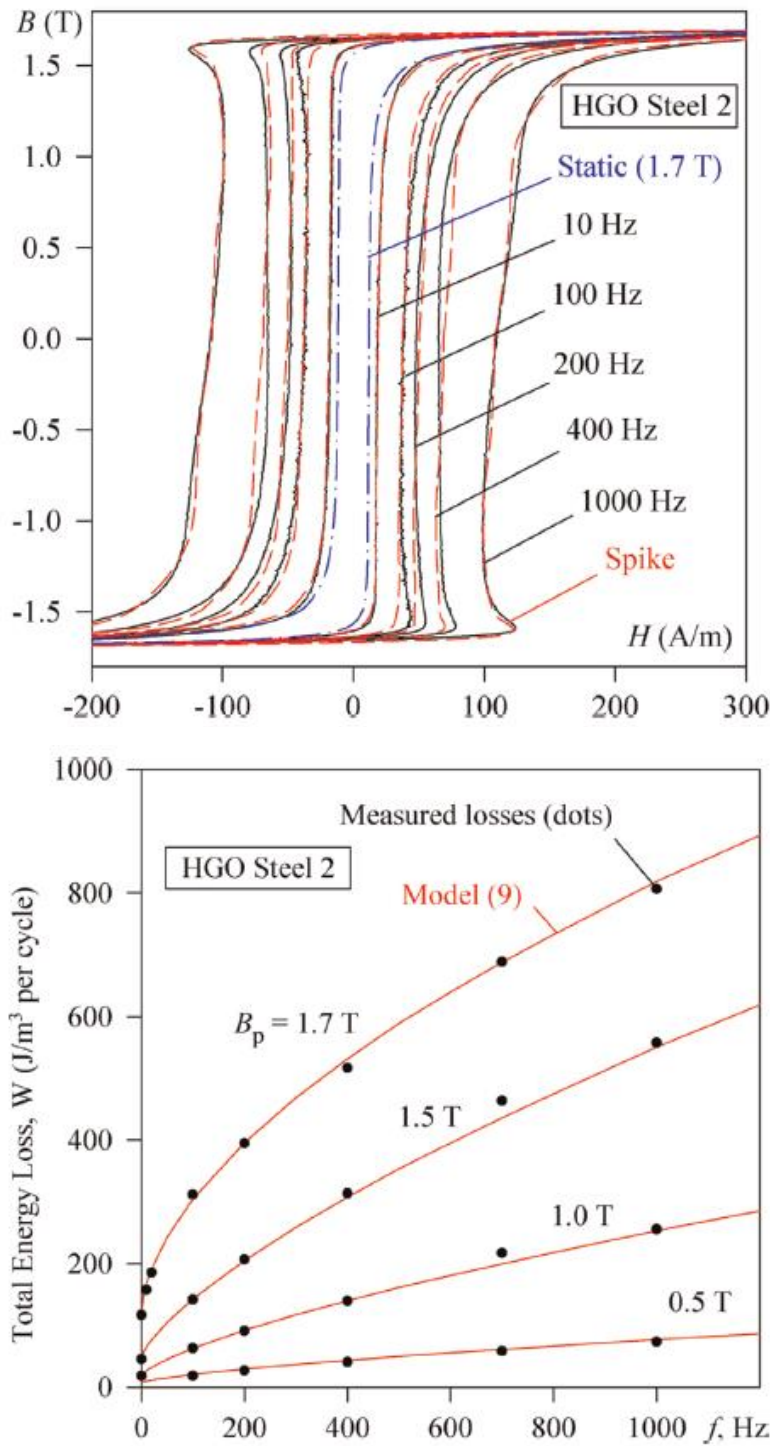
Сл. 4.33 Фреквентне зависности губитака услед вихорних струја узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованог на температури 1430 °C.



Сл. 4.34 Фреквентне зависности губитака услед вихорних струја узорка легуре Fe49Co49V2 синтерованог на температури 1460 °C.

Поред наведених губитака при појединим анализама у обзир су узимани и додатни губици услед анормалних вихорних струја  $P_{an}$  који су значајни код магнетних материјала чије криве хистерезиса имају велики реманентни однос ( $B_r/B_s \approx 1$ , тзв. Z - криве хистерезиса) где је процес магнећења скоро потпуно дефинисан механизмом померања доменских зидова, а нарочито при високим радним фреквенцијама [73-75]. На слици 4.35 је приказана фреквентна зависност кривих магнетног хистерезиса (Z-облик кривих) за трафо лим HGO2 и нормализовани укупни губици  $P_{tot}/f$  при различитим вредностима магнетне индукције приликом примене наведеног модела збира сва три типа магнетних губитака  $P_{tot} = P_h + P_e + P_{an}$  [76].





Сл. 4.35 Фреквентне зависности Z-киривих магнетног хистерезиса за трафо лим HGO2 и нормализовани укупни губици  $P_{tot}/f$  при различитим вредностима магнетне индукције приликом анализе збира сва три типа губитака  $P_{tot} = P_h + P_e + P_{an}$  [76].

Детаљним истраживањима доменске структуре показано је да су ови додатни губици  $P_{an}$  повезани са нехомогеним процесом магнећења у области магнетног засићења [76-78], тј. са појавом микро вихорних струја у близини зидова магнетних домена.

С обзиром да су у нашим експериментима мерења вршена у области ниских радних фреквенција (до максималних 60 Hz), као и да су достигнуте вредности магнетене индукције најчешће биле тек нешто изнад 1 T и испод ове вредности, у спроведеној анализи је коришћен модел укупних магнетних губитака са збиром хистерезисних губитака  $P_h$  и губитака услед вихорних струја  $P_e$  [79-81]. Приказана фреквентна анализа магнетних губитака је потврдила оправданост коришћења оваквог модела. Такође је и анализа фреквентне зависности коерцитивности  $H_c$  (према моделу из референце [63] а приказана у Табели 4.5)) показала да је сасвим оправдано за ниске радне учестаности користити модел без додатних губитака услед анормалних вихорних струја  $P_{an}$ .

За потребе компјутерске симулације функционисања савремених електронских уређаја у којима је предвиђено коришћење магнетних материјала неопходно је да софтвери садрже и опцију моделовања компоненти са магнетним језгрима (како магнетно-меких тако и магнетно-тврдих материјала). С обзиром на константно подизање вредности радних фреквенција, савремени софтвери треба да омогуће симулацију хистерезисних петљи и магнетних губитака и при овим фреквентним опсезима [82]. Компјутерски програм PSPICE базиран на **Jiles-Atherton**-овом моделу феромагнетног хистерезиса је данас најкоришћенији софтвер за симулацију електронских компоненти [83]. Коришћеним моделом су успешно описане температурски зависне карактеристике магнетних језгара [84]. Међутим, испитивања су показала да у овом моделу примењена теорија анхистерезисне и хистерезисне магнетизације не даје увек коректне резултате у случају фреквентно зависне симулације [85], тако да су веома актуелна истраживања посвећена проширењу **Jiles-Atherton**-овог модела са опцијом побољшаног моделовања динамичких губитака [86].

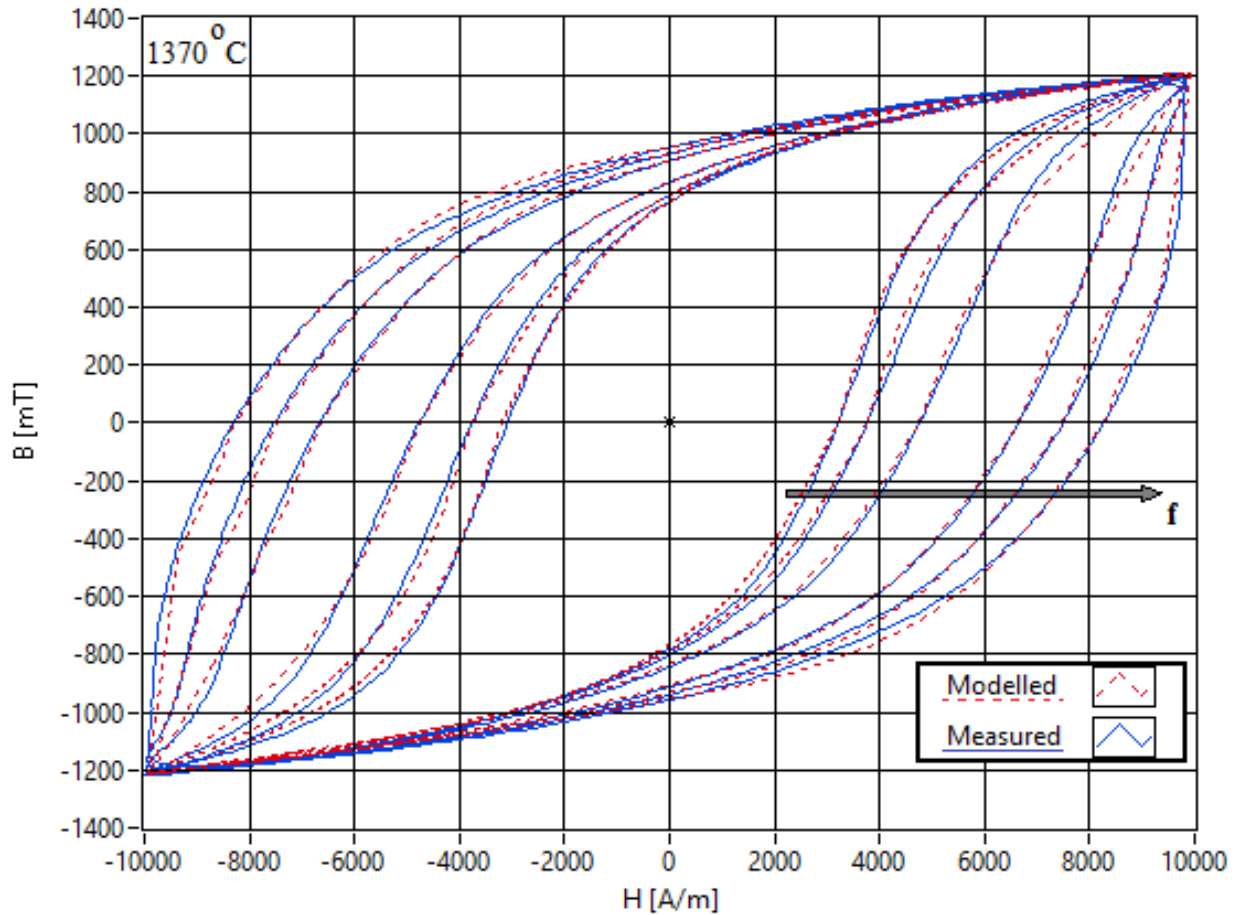
За правилно моделовање фреквентне зависности кривих магнетног хистерезиса неопходно је обавити реална мерења ових кривих на торусним узорцима испитиваног магнетног материјала. Након тога потребно је нумеричком обрадом добијених експерименталних резултата добити моделоване криве које се могу поуздано користити за синтезу и тестирање пројектованих електричних компоненти.

На слици 4.36 су приказане хистерезисне криве испитиваног торусног узорка Fe49Co49V2 синтерованог на температури од 1370 °C при повећању побудне фреквенције од 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz до 60 Hz (за максимално спољашње магнетно поље од  $H_m = 10 \text{ kA/m}$ ). Експериментално измерене криве на хистерезиографу су на дијаграму дате пуном линијом а моделоване криве испрекиданом линијом. Моделовање криве хистерезиса је спроведено коришћењем програма **LabVIEW** на основу засебног нумеричког задавања узлазне и силазне криве магнећења на бази *arctg* функције [48, 87], с обзиром да хистерезисна крива има сигмоидални облик (по аналогији са грчким словом сигма).

Са слике 4.36 се види да је код свих унутрашњих петљи (од 5 Hz до 50 Hz) као и код спољашње петље (на 60 Hz) одлично слагање између мерених и моделованих хистерезисних кривих. Приметне су и промене облика хистерезисних кривих из класичног R-облика (нпр. 5 Hz, 10 Hz и 20 Hz) у аномални облик (нпр. 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz) али су слагања мерених и моделованих кривих одлична при свим испитиваним радним фреквенцијама и поред значајне промене облика кривих хистерезиса.

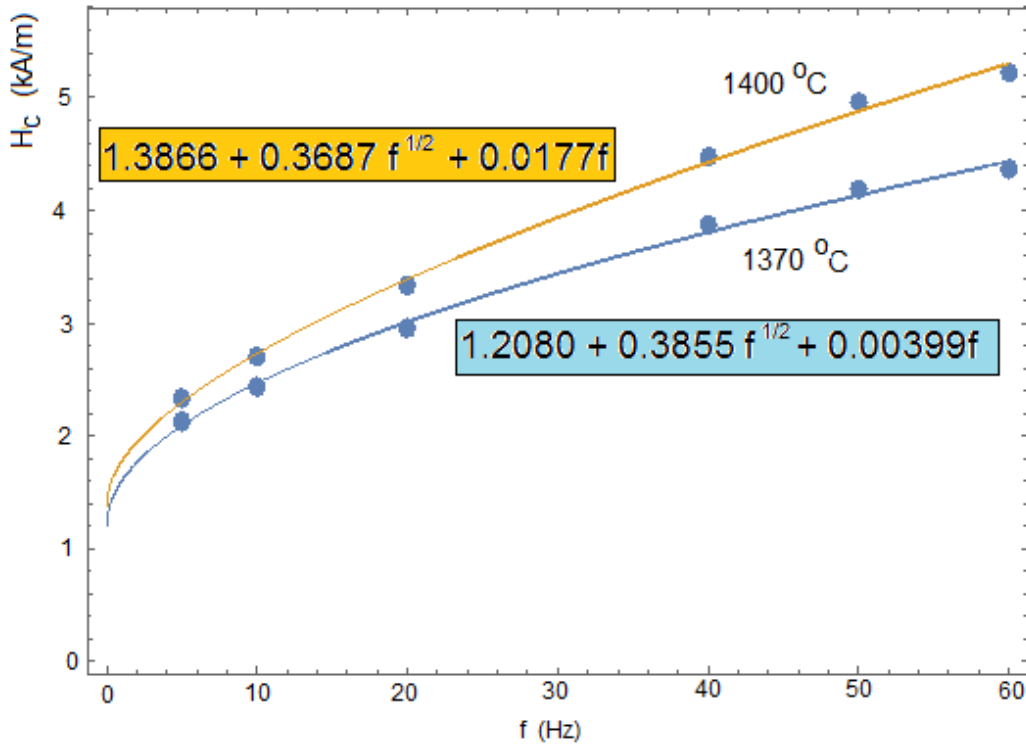
Коначно, спроведена је и нумеричка анализа фреквентне зависности коерцитивности  $H_c(f)$  према моделу доступном из литературе који су применили Grössinger и др [63]:

$$H_c(f) = a + b \cdot f^{1/2} + c \cdot f \quad (4)$$



Сл. 4.36 Ширење кривих хистерезиса  $B(H)$  за узорак  $Fe_{49}Co_{49}V_2$  произведен **PIM/MIM** технологијом синтерован на  $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$  при повећању побудних фреквенција од 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz до 60 Hz ( $H_m = 10\text{ kA/m}$ ), (експерименталне криве су дате пуном линијом а моделоване криве испрекиданом линијом) [48].

Коефицијенти  $a$ ,  $b$  и  $c$  се односе на коерцитивност при нултој фреквенцији, те допринос класичних - макро вихорних струја и аномалних - микро вихорних струја, респективно. Резултати нумеричке анализе (за узорке синтероване на температурама од  $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) добијени према подацима са кривих хистерезиса (мерених при побуди спољашњег магнетног поља  $H_m = 6\text{ kA/m}$  и при радним фреквенцијама од 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz) су приказани на слици 4.37.



Сл. 4.37 Зависност коерцитивног поља  $H_c$  од фреквенције  $f$  за узорке легуре Fe49Co49V2 произведене PIM/MIM технологијом, синтероване на 1370 °C и 1400 °C [49, 88].

Допринос аномалних вихорних струја повећању коерцитивности код узорка синтерованог на температури 1370 °C је свега 1% на 5 Hz, тј. 5 % на 50 Hz (видети податке приказане у Табели 4.5).

Табела 4.5 Реманентни однос и удео аномалних – микро вихорних струја у коерцитивности при фреквенцијама 5 Hz и 50 Hz за узорке легуре Fe49Co49V2 синтероване на 1370 °C и 1400 °C [88].

	$a \cong H_{co}$ (kA/m)	$H_c$ (kA/m)	$B_r/B_s$	$H_{can}(f) / H_c(f)$
1370 °C	1,208	2,091 (5 Hz)	0.636	1 % (5 Hz)
1400 °C	1,387	2,299 (5 Hz)	0.672	3.9 % (5 Hz)
1370 °C	1,208	4,133 (50 Hz)	0.767	5 % (50 Hz)
1400 °C	1,387	4,880 (50 Hz)	0.792	18 % (50 Hz)

Удео анормалних вихорних струја  $H_{c\ an}(f) = c \cdot f$  у повећању коерцитивности је знатно већи код узорка синтерованог на температури од 1400 °C (3.9 % на 5 Hz, тј. 18 % на 50 Hz). Код овог узорка су евидентиране више вредности коерцитивности  $H_c$ , што је у сагласности са уоченим порастом удела кристалне фазе са повећањем температуре синтеровања, као и са нешто вишим вредностима реманентног односа ( $B_r/B_s$ ).

## **5. ЗАКЉУЧАК**

Пред савремене магнетно меке и магнетно полутврде материјале се постављају захтеви ка високим вредностима магнетне индукције засићења  $B_s$ , пермеабилности  $\mu_r$ , Киријеве температуре  $T_c$ , тврдоће HV, електричне  $\rho$  и корозионе отпорности (тј. ниског корозионог потенцијала  $E_{kor}$ ), што ниже вредности коерцитивности  $H_c$  и магнетних губитака  $P_m$ .

Предмет испитивања у овој докторској дисертацији су узорци легуре састава 49Fe49Co2V, добијени технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом (PIM/MIM технологијом), тј. истраживана је корелација поступка синтеровања са структурним и мултифункционалним (магнетним и механичким) својствима. Легуре FeCoV система су најбоље комерцијалне легуре међу полутврдим магнетним материјалима (semi-hard magnetic materials) који задржавају високе вредности магнетне индукције при високим радним температурама. Највећи број магнетно меких и магнетно полутврдих материјала поседује вредности Киријеве температуре између 350 °C и 550 °C, док једино легура из система FeCoV - VACOFLUX®50 поседује температуру прелаза феромагнетик-парамагнетик чак око 950 °C.

Додатак од око 2 мас. % ванадијума V у бинарне легуре Fe-Co система спречава формирање уређене структуре, омогућава оптималну комбинацију механичких, електричних и магнетних својстава уз високу отпорности на корозију. Стога су ове легуре најпримењиваније као ламинатни материјали за електричне генераторе авиона (екстремни радни услови: радне температуре око 500 °C, велике брзине ротације,...), за електромагнетне вентиле дизел мотора, итд...

Дакле, у односу на остале магнетне материјале FeCoV легуре имају најбољи баланс термичких (Киријева температура изнад 800 °C), магнетних (магнетна индукција засићења изнад 2 Т), механичких (висока тврдоћа HV<sub>10</sub> ~ 300-400) и електричних (специфична електрична отпорност изнад 30 μΩcm) својстава, и то уз повољан однос цена/перформансе.

Бризгање композита праха са растопљеним везивом (PIM технологија) данас је у широкој употреби за производњу компоненти и магнетно меких и магнетно тврдих материјала са сложеном геометријом, било да се ради о керамичким CIM (нпр. ферити) или металним MIM (нпр. легуре система FeCoV) магнетима. У поређењу са конвенционалним методама производње сама PIM/MIM технологија садржи већи број процесних корака. Међутим, многи делови комплексних геометријских облика у великим серијама се могу лакше и јефтиније произвести путем MIM технологије, па постоји изражен интерес испитивања добијања феромагнетних језгара на бази FeCoV легуре за примену у високотемпературским радним срединама.

Конкретно, у овој дисертацији MIM технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом су произведени “браон узорци” FeCoV торусних језгара дебљине око 28 mm, спољашњег пречника 18 mm и унутрашњег пречника 10 mm. Затим су узорци синтеровани на 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C у атмосфери водоника током 3,5 сата. Добијени узорци имају својства која директно зависе од примењених технолошких параметара. За процену могућности примене најпре су спроведена испитивања микроструктуре а затим је путем више анализа функционалних својстава уочена корелација у тетради синтеза-структура-својства-примена.

Испитивање структурних својстава добијених узорка легуре FeCoV спроведено је дифракцијом X-зрачења - XRD, скенирајућом електронском микроскопијом – SEM, а квантитативни показатељи испитиваних микроструктура (у зависности од примењених температура синтеровања) су добијени стереолошком анализом.

Кристална фаза α'-FeCo (структура типа B2) је регистрована при свим температурама синтеровања ( 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C). Ову кристалну



фазу  $\alpha'$ -FeCo карактерише висока вредност Киријеве температуре ( $T_c = 1390$  K, чак нешто више и у односу на чист кобалт) што омогућава Fe-Co легурама јединствено својство задржавања феромагнетних својстава на изузетно високим радним температурама. Фазу  $\alpha'$ -FeCo карактерише увећање магнетизације како атома кобалта тако и атома гвожђа (чак  $3 \mu_B/\text{Fe-атому}$ ) што омогућава Fe-Co легурама друго јединствено својство међу магнетним материјалима: високу вредност магнетне индукције засићења изнад 2 T.

Повећање температуре синтеровања је константно праћено порастом удела кристалне фазе што је детектовано повећањем интензитета кристализационих пикова  $\alpha'$ -FeCo фазе и нарочито је изражено при највишим температурама синтеровања од  $1430$  °C и  $1460$  °C.

На микроструктурама испитиваних узорака добијених помоћу скенирајућег електронског микроскопа - SEM се може приметити да је током синтеровања дошло до топљења честица праха које је директно пропорционално температури синтеровања. При вишим температурама је интензивнији раст вратова и губитак индивидуалности честице, а простор међу честицама значајно мења облик услед затварања пора што доводи и до повећања густине узорка (тзв. интермедијарна фаза синтеровања се одиграва при температурама  $1370$  °C,  $1400$  °C и  $1430$  °C). У крајњем стадијуму синтеровања, при највишој температури од  $1460$  °C честице потпуно губе индивидуалност услед топљења.

Најнижа вредност тврдоће је регистрована код узорка синтерованог на  $1400$  °C ( $262 \text{ HV}_{10}$ ) док даљи пораст температуре синтеровања прати повећање тврдоће. Узорци који садрже већи удео кристалне фазе имају и већу тврдоћу: нпр. узорак D-  $1460$  °C ( $348 \text{ HV}_{10}$ ) има за око 33 % већу тврдоћу у односу на узорак A-  $1370$  °C. Повећање тврдоће  $\text{HV}_{10}$  је узроковано смањењем кретања дислокација у структури. Наиме, при порасту температуре, процес синтеровања прелази из интермедијарне фазе у крајњу фазу синтеровања када долази до раста зрна, отворене поре се скупљају (и прелазе у затворене) и достижу се вредности од преко 90 % теоријске густине. Финалну фазу карактерише и приближно хомогена микроструктура те је коначно евидентно и смањење кретања дислокација у структури.

Измерене вредности тврдоће HV<sub>10</sub> су у релативно доброј сагласности са литературним подацима:

1. узорци FeCoV добијени стандардном металуршком технологијом индукционо топљење/ливење/хладно ваљање HV је око 450,
2. узорци FeCoV након примењених термичких третмана одгревања на температурама између 800 °C и 900 °C тврдоћа HV ≈ 200.
3. узорци базног FeCo система где је легирање спроведено додавањем молибдена (Fe-25%Co-15%Mo HV ≈ 390), (Fe-20%Co-15%Mo HV ≈ 370).
4. Код узорака базног FeCo система где је додатно легирање спроведено истовременим додавањем и волфрама и молибдена (Fe-Co-Mo-W) постигнуте су највише вредности тврдоће по Роквелу је HRC ≈ 70.

С обзиром на неопходност истовременог достизања добрих и магнетних и механичких својстава извршено је поређење вредности коерцитивног поља H<sub>C/DC</sub> и тврдоће HV<sub>10</sub>. Уочено је да повећање тврдоће са порастом температуре синтеровања прати и смањење DC коерцитивности H<sub>C/DC</sub>. Дислокације се код магнетних материјала понашају као центри пининга магнетних домена и нису пожељне када се желе постићи магнетно мека својства феромагнетика. Смањење кретања дислокација у структури (које узрокује повећање тврдоће HV<sub>10</sub> истовремено доводи до олакшаног померања зидова магнетних домена што коначно има за последицу смањење коерцитивне силе H<sub>C/DC</sub>.

Најбољу комбинацију функционалних магнетних својстава (што веће B<sub>s10</sub> и што ниже H<sub>c10</sub>) поседује узорак синтерован на 1370 °C код којег вредност магнетене индукције засићења износи B<sub>s10</sub> ≈ 1.35 T. Ово чини испитивану легуру Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> као најбољу опцију за израду језгара трансформатора и/или пригушница минијатурних димензија, тј. где се при конструисању електричних направа јавља проблем ограничене тежине и што мањих габарита компоненте а с циљем постизања што виших вредности магнетног флукса .

Истраживања FeCoV наночестица са садржајем од 1,8 % ванадијума које су пресоване на 725 °C / 1 сат показују коерцитивност од 39 Oe што је скоро двоструко више од измерених вредности испитиваних узорака легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub>

произведених PIM/MIM технологијом, које се крећу од 20 Oe тј. 1600 A/m (1400 °C) до 18,4 Oe тј. 1500 A/m (1460 °C).

У оквиру истраживања магнетних својстава узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> спроведена су мерења кривих магнетног хистерезиса В(Н), и то најпре при константним вредностима радних фреквенција: 5 Hz, 10 Hz, 20 Hz, 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz.

Анализом зависности релативне магнетне пермеабилности  $\mu_r$  од побудног магнетног поља Н, узорака синтерованих на температурама 1370 °C, 1400 °C, 1430 °C и 1460 °C уочено је да највеће вредности релативне магнетне пермеабилности ( $\mu_r \approx 210$  при фреквенцији  $f = 5$  Hz) поседује узорак синтерован на температури 1370 °C, што је у доброј сагласности са литературним вредностима. При 50 Hz највећа релативна пермеабилност износи око 135 али при двоструко увећаној вредности побудног магнетног поља од 6 kA/m. Оптимална вредност побудног магнетног поља при којој су добијене максималне вредности релативне магнетне пермеабилности код свих испитиваних узорака износи 3 kA/m.

Код свих испитиваних узорака је евидентно ширење кривих магнетног хистерезиса са повећањем фреквенције услед пораста и хистерезисних губитака и губитака услед вихорних струја са повећањем радне учестаности, што је уобичајено својство свих магнетно меких и магнетно полутврдих материјала. Наиме, у магнетном колу се најчешће разматрају два типа губитака : губитке услед хистерезиса  $P_h$  и губитке услед вихорних струја  $P_e$  (мада се у најновијим истраживањима у моделовање често уводе и тзв. додатни губици услед аномалних микро вихорних струја као последица кретања зидова магнетних домена, неуниформног магнећења и нехомогености унутар узорка.

С обзиром да су у изведеним експериментима мерења вршена у области ниских радних фреквенција (до максималних 60 Hz), као и да су достигнуте вредности магнетене индукције најчешће биле тек нешто изнад 1 Т и испод ове вредности, у спроведеној анализи је коришћен модел укупних магнетних губитака са збиром хистерезисних губитака  $P_h$  и губитака услед вихорних струја  $P_e$ .

Анализа фреквентних зависности губитака услед вихорних струја (по јединици масе)  $P_e$  (W/kg) свих испитиваних узорка легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub>

произведених MIM технологијом показују да најмање магнетне губитке поседује узорак синтерован на температури 1370 °C, а што је у потпуној сагласности са напред презентованим анализама зависности релативне магнетне пермеабилности од магнетног поља. Фреквентне зависности хистерезисних губитака узорака легуре Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> произведеног MIM технологијом показују линеарну зависност хистерезисних губитака у складу са Штајнмицовом једначином.

Моделовање криве хистерезиса за узорак синтерован на температури 1370 °C, је спроведено коришћењем програма **LabVIEW** на основу засебног нумеричког задавања узлазне и силазне криве магнећења на бази *arctg* функције, с обзиром да хистерезисна крива има сигмоидални облик. Иако су приметне значајне промене облика хистерезисних кривих из класичног R-облика (нпр. 5 Hz, 10 Hz и 20 Hz) у аномални облик (нпр. 40 Hz, 50 Hz и 60 Hz), слагања мерених и моделованих кривих су одлична при свим испитиваним радним фреквенцијама.

Спроведена је и анализа фреквентне зависности коерцитивности  $H_c(f)$  према литературном моделу који укључује и допринос аномалних вихорних струја код узорака синтерованих на температурама 1370 °C и 1400 °C (према подацима са кривих хистерезиса при побуди спољашњег магнетног поља  $H_m = 6$  kA/m). Допринос аномалних вихорних струја повећању коерцитивности код узорка синтерованог на температури 1370 °C је свега 1% на 5 Hz, тј. 5 % на 50 Hz. Допринос аномалних вихорних струја повећању коерцитивности је знатно већи код узорка синтерованог на температури 1400 °C (3.9 % на 5 Hz, тј. 18 % на 50 Hz). Код овог узорка су евидентиране више вредности коерцитивности  $H_c$  (што је у сагласности са уоченим порастом удела кристалне фазе са повећањем температуре синтеровања) као и нешто више вредности реманентног односа ( $B_r/B_s$ ).

Поред класичне технологије добијања пресовањем и синтеровањем, данас се упоредо са PIM/MIM технологијом испитују технологије израде FeCoV легура поступком механохемијског процесирања, којима је постигнуто формирање наноструктурних прахова, као и различите комбинације формирања композита ради обезбеђивања потребних својстава у бројним применама. Посебно је интересантно да су се механохемијским добијањем наноструктурних легура из

система FeCoV, као и различитим варијацијама композита достигнута врло специфична магнетна својства. па ће се и на даље спроводити испитивања FeCoV легура.

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] [http://www.vacuumschmelze.com/fileadmin/Medienbiliothek\\_2010/Downloads/HT/Soft\\_Magnetic\\_CoFe\\_Alloys\\_05\\_2016.pdf](http://www.vacuumschmelze.com/fileadmin/Medienbiliothek_2010/Downloads/HT/Soft_Magnetic_CoFe_Alloys_05_2016.pdf)
- [2] <http://www.vacuumschmelze.com/fileadmin/documents/broschueren/htbro-sch/Pb-pht-1.pdf>
- [3] M. Kurniawan, V. Keylin, and M. E. McHenry, "Alloy substituents for cost reduction in soft magnetic materials", *Journal of Materials Research*, vol. 30 (8), pp. 1072-1077, 2015.
- [4] Н. Митровић, "Утицај структурних трансформација на својства аморфних магнетних материјала значајних за примену у електротехници", докторска дисертација и у њој наведене референце за аморфне легуре на бази гвожђа, Технички факултет Чачак, 1999.
- [5] A. Makino, K. Suzuki, A. Inoue, and T. Masumoto, "Nanocrystalline soft magnetic Fe-M-B (M=Zr, Hf, Nb) alloys produced by crystallization of amorphous phase", *Mater. Trans. JIM*, Vol. 36, pp. 924-938, 1995. / M. E. McHenry, M. A. Willard, D. E. Laughlin, "Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets", *Progress in Materials Science*, Vol. 44 (1999) pp. 291-433.
- [6] T. Sourmail, "Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties", *Progress in Materials Science*, vol. 50. pp. 816-880, 2005.
- [7] C. W. Chen, "Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials", Amsterdam, Nort Holland Publishing Company, 1977.
- [8] R. Bozorth, "Ferromagnetism", Wiley-IEEE Press, New York, ISBN: 978-0-7803-1032-2, 1993.
- [9] <https://www.vacuumschmelze.com/en/products/materials-parts/semi-hard-magnetic/cofev-alloys/magnetoflex-magnetic-properties.html>

## ЛИТЕРАТУРА

- [10] N. H. Loh, S. B. Tor, K. A. Khor, "Production of metal matrix composite part by powder injection molding", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 108, pp. 398-407, 2001.
- [11] B. Zlatkov, N. Mitrović, M-V. Nikolić, A. Maričić, H. Danninger, O. Aleksić, E. Halwax, "Properties of MnZn ferrites prepared by powder injection molding technology", *Materials Science and Engineering B-Advanced Functional Solid-state Materials*, vol. 175, pp. 217-222, 2010.
- [12] H. Shokrollahi, K. Janghorban, "Soft magnetic composite materials (SMCs)", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 189, pp. 1-12, 2007.
- [13] P. Setasuwon, A. Bunchavimonchet, S. Danchaiwijit, "The effects of binder components in wax/oil systems for metal injection molding", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 196, pp. 94-100, 2008.
- [14] H. Ye, X. Y. Liu, H. Hong, "Fabrication of metal matrix composites by metal injection molding-A review", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 200, pp. 12-24, 2008.
- [15] Z. Ebersold, N. Mitrović, S. Đukić, B. Jordović, A. Peulić, "Defectoscopy of direct laser sintered metals by low transmission ultrasonic frequencies", *Science of Sintering*, vol. 44, p. 177-185, 2012.
- [16] J. J. Beaman, J. W. Barlow, Bourell, D.L., Crawford, R.H., Marcus, H. L. K.P McAlea, "Solid Freeform Fabrication: A New Direction in Manufacturing with Research and Applications in Thermal Laser Processing", Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1997.
- [17] A. Silva, J. A. Lozano, R. Machado, J. A. Escobar, P. A.P. Wendhausen, "Study of soft magnetic iron cobalt based alloys processed by powder injection molding", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 320, pp. e393-e396, 2008.
- [18] S. Zlatkov, M. V. Nikolić, O. S. Aleksić, H. Danninger, E. Halwax, "A study of magneto-crystalline alignment in sintered barium hexaferrite fabricated by powder injection molding", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 321, pp. 330-335, 2009.
- [19] D. W. Clegg, R. A. Buckley, "The disorder-order transformation in iron-cobalt-based alloys", *Metal Science Journal*, vol. 7, pp. 48-54, 1973.

## ЛИТЕРАТУРА

- [20] G. B. Chon, K. Shinoda, S. Suzuki and B. Jeyadevan, "Order-disorder transformation in Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub> particles synthesized by polyol process", *Materials Transactions*, vol. 51, pp. 707-711, 2010.
- [21] A. Behvandi, H. Shokrollahi, B. Chitsazan, M. Ghaffari "Magnetic and structural studies of mechanically alloyed nano-structured Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> powder", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 322, pp. 3932–3937, 2010.
- [22] B. Chitsazan, H. Shokrollahi, A. Behvandi, O. Mirzaee, "Characterization and magnetic coercivity of nanostructured (Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>)<sub>100-x</sub>V<sub>x=0,2,4</sub> powders containing a small amount of Co<sub>3</sub>V intermetallic obtained by mechanical alloying", *Powder Technology*, vol. 214, pp. 105–110, 2011.
- [23] B. Chitsazan, H. Shokrollahi, A. Behvandi, M. Ghaffari, "Magnetic, structural and micro-structural properties of mechanically alloyed nano-structured Fe<sub>48</sub>Co<sub>48</sub>V<sub>4</sub> powder containing inter-metallic Co<sub>3</sub>V", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 323, pp. 1128–1133, 2011.
- [24] B. Weidenfeller, M. Anhalt, W. Riehemann, "Variation of magnetic properties of composites filled with soft magnetic FeCoV particles by particle alignment in a magnetic field", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 320, pp. e362–e365, 2008.
- [25] Y. Pittini-Yamada, E.A. P´erigo, Y. de Hazan, S. Nakahara, "Permeability of hybrid soft magnetic composites", *Acta Materialia*. vol. 59, pp. 4291–4302, 2011.
- [26] M. Anhalt, "Systematic investigation of particle size dependence of magnetic properties in soft magnetic composites", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 320, pp. e366–e369, 2008.
- [27] M. Anhalt, B. Weidenfeller, J. L. Mattei, "Inner demagnetization factor in polymer-bonded soft magnetic composites", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 320, pp. e844–e848, 2008.
- [28] M. Anhalt, B. Weidenfeller, "Magnetic properties of hybrid-soft magnetic composites", *Materials Science and Engineering B*, vol. 162, pp. 64–67, 2009.
- [29] J. González-Gutiérrez, G. Beulke Stringari, Igor Emri, "Powder injection molding of metal and ceramic parts", in *Some Critical Issues for Injection Molding*, ed. J. Wang, ISBN: 978-953-51-0297-7, pp. 65-88. IntechOpen, 2012.



## ЛИТЕРАТУРА

- [30] J. Frankel, "Viscous flow of crystalline bodies under action of surface tension", Journal of Physics vol. 9 (5), pp. 385 – 391, 1945.
- [31] G. C. Kuczynski, "Science of Sintering", The Serbian Academy of Sciences and Arts, Monographs Vol. DIX, No. 17, The Section for Technical Sciences, Belgrade, 1978.
- [32] R. L. Coble, "Sintering - Theory and Practice", ed. D. Kolar, S. Pejovnik, M. M. Ristić, Material Science Monography, Vol. 14, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1982.
- [33] Я. Е. Гегузин, "Физика спекания", Наука, Москва, 1984.
- [34] В. А. Иненсен, "Феноменология спекания и некоторые вопросы теории", Metallurgia, Москва, 1985.
- [35] М. М. Ристић, З. С. Николић, "Теорија дијаграма синтеровања са основама физике синтеровања", САНУ, Посебна издања, DLXXIV, Одељење техничких наука, Књига 27, Београд, 1987
- [36] R. M. German, "Sintering Theory and Practice", John Wiley & Sons, Inc., New York, 1996.
- [37] H. Ahmadian Baghbaderani, S. Sharafi, M. Delshad Chermahini, "Investigation of nanostructure formation mechanism and magnetic properties in Fe<sub>45</sub>Co<sub>45</sub>Ni<sub>10</sub> system synthesized by mechanical alloying", Powder Technology vol. 230, pp. 241–246, 2012.
- [38] S. Farabi Khaneghahi, S. Sharafi, "Magnetic and structural properties of nanostructured (Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub>)<sub>100-x</sub>Cr<sub>x</sub> (x = 0, 10) powders prepared by mechanical alloying process", Advanced Powder Technology, vol. 25, pp. 211–218, 2014.
- [39] M. Delshad Chermahini, M.R. Rahimpour, A.H. Pakseresht, "Microstructure and magnetic properties of nanostructured Fe–Co powders prepared by series of milling and annealing treatments", Advanced Powder Technology, vol. 25, pp. 462–466, 2014.
- [40] M. Delshad Chermahini, S. Sharafi, H. Shokrollahi, M. Zandrahimi, A. Shafyei, "The evolution of heating rate on the microstructural and magnetic properties of milled nanostructured Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub> (x = 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 and 0.7) powders", Journal of Alloys and Compounds vol. 484, pp. 54–58, 2009.

## ЛИТЕРАТУРА

- [41] X. Xu, J. Qiu, Y. Wen, P. Li, H. Chen, X. Liu, "Zero-biased magnetoelectric effects in five-phase laminate composites with FeCoV soft magnetic alloy", IEEE Transactions on Magnetics, vol. 51, Article number 7123637, 2015.
- [42] H. Mostaan, M. Shamanian, S. Hasani, J. A. Szpunar, "Response of structural and magnetic properties of ultra-thin FeCoV foils to high-energy beam welding processes", International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials vol. 22, pp. 1190, 2015.
- [43] H. Danninger, C. Gierl, N. Mitrović, "Magnetic and mechanical properties of sintered Fe-Co-Mo/W precipitation hardened alloys", Euro PM2011 Congress, Barcelona, Spain, 9-12th October 2011, European Powder Metallurgy Association EPMA, ISBN-10: 1899072233, Paper No. 144 Proceedings Vol. 1 pp. 279-285.
- [44] N. Mitrović, S. Djukić, S. Randjić, Z. Ristanović, H. Danninger, "Soft magnetic properties of MnZn ferrites prepared by powder injection molding technology", Science of Sintering, vol. 44, pp. 355-364, 2012.
- [45] <http://infraportal.fotec.at/Portal/Device/Index/14>, Spritzgießmaschine HM 600/130.
- [46] B. L. Morris, A. Wold, "Faraday balance for measuring magnetic susceptibility", Review of Scientific Instruments vol. 39, pp.1937-1941, 1968.
- [47] B. Čukić, N. Mitrović, A. Maričić, "Effect of heat treatment on structure and magnetic properties of Fe<sub>65.5</sub>Cr<sub>4</sub>Mo<sub>4</sub>Ga<sub>4</sub>P<sub>12</sub>C<sub>5</sub>B<sub>5.5</sub> bulk amorphous alloy", China Foundry vol. 14, pp. 59-63, 2017.
- [48] B. Nedeljković, N. Mitrović, J. Orelj, N. Obradović, V. Pavlović, "Characterization of FeCoV alloy processed by PIM/MIM route", Science of Sintering vol. 49, pp. 299-309, 2017.
- [49] Б. Недељковић, Н. Митровић, Ј. Орел, Б. Копривица, "Магнетна својства FeCoV легуре добијене PIM/MIM технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом", Зборник 62. Конференције за електронику, телекомуникације, рачунарство, аутоматику и нуклеарну технику, ЕТРАН 2018, 11. до 14. јуна 2018, Палић, Србија, ISBN: 978-86-7466-752-1, стр. 349-354, 2018.
- [50] N. Blaž, A. Marić, G. Radosavljević, N. Mitrović, I. Atassi, W. Smetana, Lj. Živanov, "Determination of electric and magnetic properties of commercial LTCC

## ЛИТЕРАТУРА

- soft ferrite material", Journal of Microelectronics and Electronic Packaging, vol. 8,, pp. 1-9, 2011.
- [51] <https://brockhaus.com/wp-content/uploads/Messtechnik/Prospekte/Englisch/Electrical-Steel-Tester-MPG-100.pdf>
- [52] <https://www.yumpu.com/en/document/read/22621820/jsm-6390la-jsm-6390a-jsm-6390lv-jsm-6390>
- [53] W. L. Bragg, "The diffraction of short electromagnetic waves by a crystal", Proceedings of the Cambridge Philosophical Society, vol. 17, pp. 43–57, 1912.
- [54] E.Generalic, <https://glossary.periodni.com/glosar.php?hr=rendgenska+difrakcija>
- [55] B. D. Cullity, "Elements of X-Ray Diffraction", Addison-Wesley, Menlo Park, 1978.
- [56] E. J. Mittemeijer, U. Welzel, "Modern Diffraction Methods ", Wiley VCH, Weinheim, 2013.
- [57] D. E. Laughlin, M. A. Willard, and M. E. McHenry, "Magnetic Ordering: Some Structural Aspects", Vol: Phase Transformations and Evolution in Materials, TMS Annual Meeting Conference, January 2000. Nashville, Tennessee.
- [58] Б. Недељковић, Н. Митровић, В. Павловић, М. Поповић, М. Луковић, С. Ђукић, Х. Данингер, "Карактеризација FeCoV легуре добијене технологијом бризгања композита праха са растопљеним везивом", Зборник 59. Конференције за електронику, телекомуникације, рачунарство, аутоматику и нуклеарну технику, ЕТРАН 2015, 8. до 11. јуна 2015, Сребрно Језеро, Србија, ISBN: 978-86-80509-72-3, рад НМ 1.4, стр. 1-4, 2015.
- [59] R. Boll, K. J. Overshoot (ed.), "Sensors, Magnetic Sensors", ISBN: 3-527-26771-9, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, Germany, 1989.
- [60] <http://www.hightempmetals.com/techdata/hitempPermendurdata.php>
- [61] H. Danninger, C. Harold, C. Gierl, H. Ponemayr, M. Daxelmüller, F. Simancik and K. Izdinsky, "Powder metallurgy manufacturing of carbon-free precipitation hardened high speed steels", Acta Physica Polonica A, Vol. 117, pp. 825-830, 2010.

## ЛИТЕРАТУРА

- [62] M. I. Karpov, V. I. Wnukov, N. V. Medved, and H. Danninger, "PM Technology for tool steels with intermetallic hardening", Proceedings PM'98 Powder Metallurgy World Congress Granada, Spain, EPMA, Shrewsbury, ISBN:1899072098 (1998) Vol.3, p. 519-524.
- [63] R. Grössinger, N. Mehboob, D. Suess, R. Sato Turtelli, and M. Kriegisch, "An eddy-current model describing the frequency dependence of the coercivity of polycrystalline galfenol", IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 48, pp. 3076-3079, 2012.
- [64] Z. Turgut, R. T. Fingers, H. R. Piehler, and M. E. McHenry, "Microstructural and magnetic observations of compacted FeCoV nanoparticles", IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 36, pp. 3024-3025, 2000.
- [65] C. Heck, "Magnetic Materials and Their Applications", Elsevier, ISBN: 978-1-4831-0317-4, reprint 2013.
- [66] R. Boll, "Soft Magnetic Materials", Vacuumschmelze GmbH & Co, KG, Heyden, ISBN-10: 0855012633, 1978.
- [67] S. Chikazumi, "Physics of Magnetism", ed. R.E. Krieger, Wiley series on the science and technology of materials, ISBN-10: 0882756621, reprint 1986.
- [68] Б. Митраковић, "Трансформатори", Научна књига, Београд, 1985.
- [69] Ch. P. Steinmetz, "On the law of hysteresis", reprint, Proc IEEE, Vol. 72, pp. 197-221, 1984.
- [70] E. C. Snelling, "Soft Ferrites, Properties and Applications", 2<sup>nd</sup> Ed. London, U.K.: Butterworth, ISBN-10: 0408027606, 1988.
- [71] Б. Поповић, "Електромагнетика", Грађевинска књига, Београд, 1990.
- [72] F. Fiorillo, "Measurement and Characterization of Magnetic Materials", Elsevier, Academic Press, ISBN 0-12-257251-3, 2004.
- [73] A. H. Taghvaei, H. Shokrollahi, K. Janghorban, H. Abiri, "Eddy current and total power loss separation in the iron-phosphate-polyepoxy soft magnetic composites", Materials and Design Vol. 30, pp. 3989-3995, 2009.
- [74] G. Bertotti, "Hysteresis in Magnetism", Academic Press; San Diego, ISBN-10: 9780120932702, 1998.

## ЛИТЕРАТУРА

- [75] S. Flohrer, R. Schafer, J. McCord, S. Roth, L. Schultz, F. Fiorillo, W. Günther, G. Herzer, "Dynamic magnetization process of nanocrystalline tape wound cores with transverse field-induced anisotropy", *Acta Materialia* Vol. 54, pp. 4693–4698, 2006.
- [76] S. E. Zirka, Y. I. Moroz, S. Steentjes, K. Hameyer, K. Chwastek, S. Zurek, R. G. Harrison, "Dynamic magnetization models for soft ferromagnetic materials with coarse and fine domain structures", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 394, pp. 229-236, 2015.
- [77] S Flohrer, R Schafer, J McCord, S Roth, L Schultz, G Herzer, "Magnetization loss and domain refinement in nanocrystalline tape wound cores", *Acta Materialia* Vol. 54, pp. 3253–3259, 2006.
- [78] S. E. Zirka, Y. I. Moroz, P. Marketos, A. J. Moses, "Evolution of the loss components in ferromagnetic laminations with induction level and frequency", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, pp. e1039-e1043, 2008.
- [79] H. Gavrilă, V. Ionita, "Crystalline and amorphous soft magnetic materials and their applications – status of art and challenges", *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* Vol. 4, pp. 173 – 192, 2002.
- [80] S. Flohrer, G Herzer, "Magnetization loss of nanocrystalline soft magnets", *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 144, 012075, 2009.
- [81] S. Djukić, V. Maričić, A. Kalezić-Glišović, L. Ribić-Zelenović, S. Randjić, N. Mitrović, "The effect of temperature and frequency on magnetic properties of the Fe<sub>81</sub>B<sub>13</sub>Si<sub>4</sub>C<sub>2</sub> amorphous alloys", *Science of Sintering* Vol.43, pp. 175-182, 2011.
- [82] S. Motoasca, "LabVIEW modeling of frequency dependence of power losses in soft magnetic materials", *Proceedings of the 13<sup>th</sup> International Conference on Optimization of Electrical and Electronic Equipment*, Brasov, Romania, May 2012, pp. 42-47, 2012.
- [83] D. C. Jiles, D. L. Atherton, "Theory of ferromagnetic hysteresis," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 61, pp. 48-60, 1986.
- [84] P. Wilson, J. Neil Ross, A. D. Brown, "Simulation of magnetic component models in electric circuits including dynamic thermal effects", *IEEE Transactions on Magnetics* Vol. 17, pp. 55 – 65, 2002.

## ЛИТЕРАТУРА

- [85] S. Cundeva, M. H. J. Bollen, "PSPICE modelling and experimental results of the magnetic behavior of a primary side phase controlled transformer", Proceedings of International Conference on Power Systems Transients, IPST97, Seattle, USA, June 1997, pp. 99-104, 1997.
- [86] A. P. S. Baghel, S. V. Kulkarni, "Dynamic loss inclusion in the Jiles–Atherton (JA) hysteresis model using the original JA approach and the field separation approach", IEEE Transactions on Magnetics Vol. 50, pp. 369 – 372, 2014.
- [87] J. Orelj, N. Mitrović, "Analytical method for hysteresis modelling of magnetic materials applying LabVIEW software package", to be published.
- [88] B. Nedeljković, B. Koprivica, N. Mitrović, "Frequency dependence of the coercivity of FeCoV alloy prepared by PIM/MIM technology", The Seventh Serbian Ceramic Society Conference »Advanced Ceramics and Application«, New Frontiers in Multifunctional Material Science and Processing, September 17-19, 2018, Belgrade, ISBN: 978-86-915627-6-2, Book of Abstracts p. 97.