

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO FERIT Ba PHA La

NGUYỄN CHÂU¹, ĐỖ HÙNG MẠNH², PHẠM ANH TUẤN³,
NGUYỄN XUÂN PHÚC², LÊ THỊ CÁT TƯỜNG², NGUYỄN HỒNG QUYÊN²,
LÊ VĂN HUÂN², TRẦN ĐÌNH CƯỜNG¹, PHÙNG QUỐC THẠNH²

I. MỞ ĐẦU

Trong số các nam châm vĩnh cửu ferit Ba từ cứng với cấu trúc lục giác được sản xuất khối lượng tăng khá nhanh, năm 1990 toàn thế giới sản xuất tới 0,6 triệu tấn [1]. Điều quan trọng nguyên liệu rẻ tiền, dễ kiếm, công nghệ chế tạo đơn giản, từ tính không thua kém mà lại ổn định từ hơn. Các công trình đầu tiên trên thế giới nghiên cứu ảnh hưởng của hàm lượng lên tính chất của ferit Ba không cho kết quả dương [2, 3]. Lần đầu năm 1971, các tác giả phát hiện ảnh hưởng có lợi của La lên từ tính của ferit Ba song phải trên 10 năm sau, việc nghiên cứu này mới được đẩy mạnh [1, 5].

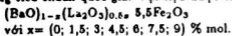
Công trình này trình bày kết quả nghiên cứu chủ yếu về ảnh hưởng của hàm lượng La và điều kiện công nghệ lên một số tính chất vật lý của ferit Ba.

II. THỰC NGHIỆM

Nguyên liệu ban đầu được sử dụng là $Fe_2O_3(PA)$, $BaCO_3(PA)$ của Liên xô và La_2O_3 của Việt Nam. Sau đó sử dụng phổ biến là nguyên liệu Việt Nam: Fe_3O_4 Trại Ca¹ (sau tinh chế nghiên cứu và rửa ~ 98%), $BaCO_3$ của Viện Địa chất và Khoáng sản (~ 97%), La_2O_3 của Viện Vật lý - Viện Khoa học Việt Nam (~ 98%).

Hoạt tính phản ứng được nghiên cứu qua phổ DTA và DTG. Cấu trúc tinh thể, kích thước và thành phần pha được nghiên cứu bằng nhiễu xạ tia X trên máy Philips PM 9920/05 III, ảnh hiển vi điện tử truyền qua (TEM) và ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) thu được trên máy JSH-35.

Các đặc trưng của đường cong khử từ và tích năng lượng của nam châm được xác định bằng Permagraph (Philips 9940/03). Độ cứng được xác định bằng máy đo độ cứng tại Trung tâm Kiểm tra và Tiêu chuẩn quốc gia. Vật liệu được chế tạo theo thành phần:



1. Tính chất nhiệt

Hoạt tính phản ứng ferit hóa được khảo sát trên máy Metler (Viện kỹ thuật nhiệt máy Eurotherm (Viện Nông hóa thổ nhưỡng)). Với ferit thuần Ba, phản ứng ferit hóa xảy ra trong vùng nhiệt độ 650-900°C, giản đồ DTA đặc trưng bằng cực đại nhiệt: 1-ENDO (thuận từ) $T \sim 735^\circ C$ và 2 - EXO (tỏa nhiệt) tại $T \sim 855^\circ C$. Khi pha La ~ 6% mol, vùng nhiệt độ mở rộng ~ 10°C về phía nhiệt độ cao và cực đại ENDO bị tách thành 2 cực đại. Khi pha La ~ 0,8% SiO_2 , vạch EXO xuất hiện ở nhiệt độ thấp hơn ~ 15 - 20°C trong khi 2 vạch ENDO như không thay đổi.

2. Cấu trúc

Hình dạng, kích thước, tổ chức hạt trong ferit liên quan chặt chẽ đến từ tính và từ độ của vật liệu [6].

h TEM cho thấy đa số các hạt ferit sau nghiền rung 24h có dạng hình kim với kích thước $0,2 + 0,4 \mu\text{m}$ và chiều dài $(0,6 + 1) \mu\text{m}$ trong khi phần lớn các hạt ferit sau khi nghiền quay có dạng hình cầu với kích thước $\sim 0,8 \mu\text{m}$.

Hạt ferit sau khi đánh bóng và sử lý, bề mặt được quan sát bằng SEM. Tất cả các hạt trong đồng hướng và dị hướng đều có dạng lục giác rất rõ rệt, biên hạt thể hiện rõ ràng. Phần hạt có kích thước $< 1 \mu\text{m}$, xen kẽ là một số hạt kích thước đa đômên. Qua ảnh SEM thấy mẫu ferit Ba dị hướng, các hạt như những đĩa lục giác dẹt sắp xếp chồng lên nhau.

Kết quả nhiễu xạ Ronghen cho thấy các ferit là đơn pha và có cấu trúc lục giác. Với các hàm La pha vào ferit Ba, hằng số mạng thay đổi không đáng kể và có giá trị $a \approx 5,88 \text{ \AA}$, $c \approx$ do đó tính được mật độ Ronghen cho các ferit $d_R = 5,31 \text{ g/cm}^3$.

Ảnh nhiễu xạ Ronghen chụp trên mặt ferit khối Ba La dị hướng cho thấy các hạt trên mặt mẫu có hình dạng rõ rệt. Mặt mẫu vuông góc với trục c nên các vạch (001) có cường độ áp đảo so với các vạch khác, đồng thời so với mẫu bột, vị trí vạch nhiễu xạ dịch chuyển đáng kể về phía góc bé. Điều chứng tỏ các hạt ferit ở mặt mẫu có cấu trúc biến dạng theo hướng dẫn nở mạng.

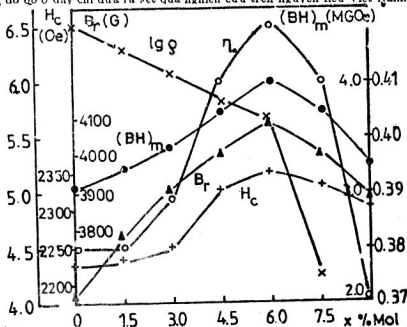
Kết quả xét này phù hợp với kết quả của công trình [7] quan sát thấy sự dịch chuyển vạch nhiễu xạ về phía góc lớn khi định hướng mặt mẫu song song với trục c. Mặt khác, dấu hiệu tăng cường độ các vạch (006) và (008) quan sát được trên các bột ferit Ba pha La chứng tỏ các hạt có hình đĩa dẹt, phù hợp với quan sát trên ảnh kính hiển vi điện tử quét.

Độ cứng

Việc đo độ cứng được thực hiện trên các họ mẫu đồng hướng khi thiêu kết ở 1220 và 1230°C . Kết quả đo 5 mũi dò trên máy đo độ cứng dùng thang Hv 30 tại Trung tâm Đo lường Quốc gia. Kết quả đo cho thấy các ferit chế tạo có độ cứng rất cao, lớn hơn nhiều so với kết quả trong [4], đồng thời giảm nhanh theo hàm lượng La từ $x \approx 6\% \text{ mol}$.

Các tính chất điện từ

Việc nghiên cứu về tính chất điện từ của họ ferit Ba - La trong các chế độ công nghệ khác nhau rất phong phú. Trong khuôn khổ một bài báo ngắn, chúng tôi chỉ dẫn ra 1 số kết quả. Về mặt định tính, các kết quả nghiên cứu trên nguyên liệu nước ngoài và trong nước là tương tự nhau, do đó ở đây chỉ đưa ra kết quả nghiên cứu trên nguyên liệu Việt Nam.



Hình 1. Sự phụ thuộc các đặc trưng điện từ vào hàm lượng La_2O_3 trong ferit Ba pha La

Hình 1 cho thấy các đặc trưng cơ bản của ferit từ cứng là H_c , B_r , $(BH)_{max}$ và hệ số tăng theo hàm lượng La_2O_3 và đạt giá trị cực đại với $x = 6\%$ mol, sau đó giảm khi tăng.

Kết quả này phù hợp khá tốt với các kết luận của các tác giả [4, 1, 5] khi nghiên cứu các nguyên liệu tinh khiết.

Khi thay thế các ion Ba^{2+} bằng La^{3+} , để đảm bảo điều kiện điều kiện trung hòa điện ferit, rõ ràng có sự chuyển hóa trị tương ứng của Fe^{3+} thành Fe^{2+} dẫn đến sự phân bố ion Fe^{2+} , Fe^{3+} trong các vị trí 2a, 12k, 4f₂ ở phân mạng bát diện và các vị trí 4f₁ và 2b mạng tứ diện.

Ion Fe^{2+} thường nằm ưu tiên ở vị trí 2a, tạo nên đóng góp dương lớn vào K_1 vì nó có tính thể địa phương trùng với hướng của trục c trong mạng tinh thể lục giác, điều đó giúp tăng trạng thái từ của ferit.

Chính việc tạo thành các ion Fe^{2+} đã đưa đến việc giảm diện trở suất của ferit theo hàm lượng La_2O_3 (Hình 1).

Các ferit với $x = 6\%$ mol đã được nghiên cứu kỹ lưỡng. Khi tăng nhiệt độ thiêu kết từ 1200 đến 1280°C, cũng giống như với ferit với $x = 0$, xu hướng chung là lúc đầu B_r , η và $(BH)_{max}$ giảm, sau đó từ 1260°C $(BH)_{max}$ giảm còn H_c giảm nhanh.

Nghiên cứu ảnh hưởng của từ trường định hướng khi ép đến tính chất của ferit B cho thấy khi H tăng thì B_r ($BH)_m$ và hệ số lõi tăng rõ rệt, trong khi H_c thay đổi không nhiều và khi $H = 10^4 Gs$, các thông số này đạt giá trị giới hạn với η đạt tới 50%.

III. KẾT LUẬN

1. Đã phát hiện ảnh hưởng rõ rệt của việc pha La_2O_3 vào ferit Ba. Chế tạo ferit B nguyên liệu trong nước vượt qua $(BH)_{max} = 3MGOe$ là khó khăn, trong khi bổ xung La_2O_3 tạo ra ferrit với $(BH)_{max} > 3,5 MGOe$ là dễ dàng. Ferit BaLa với $x = 6\%$ mol với điều kiện công nghệ thích hợp cho chất lượng khá cao với $(BH)_{max} = 4,2MGOe$, $B_r = 4500 Gs$ và $H_c = 200 Oe$.

2. Tùy theo yêu cầu sử dụng, với một năng lượng từ cho trước có thể dễ dàng điều chỉnh công nghệ để nhận được vật liệu có ưu thế về B_r hoặc H_c .

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Порошковые магнитные материалы. Киев, ИПМ, (1987).
2. Sumergard, Ebanks J. Phys. Chem. Sol. **132**, 2 (1957).
3. A. Deschamp, E. Dor tant. C. R. Acad. Sci. Paris, **244**, 3069 (1957).
4. И. Н. Францевич, Л. Н. Тульчинский: Порошковая металлургия, №2, 63 - 69 (1971).
5. Э. А. Бабич, Б. М. Улановский: Технология производства ферритов и радиокерамики "школа", Москва, (1984).
6. K. Krommuller. Proc. of Int. Conf. Mag. Mater., Tokyo, p. 17 (1987)
7. S. Ram, D. Bakudur, D. Chakravorty. J. MMM, **71**, 359 (1988).

Nguyen Chau et al - PREPARATION AND INVESTIGATION OF Ba-La FERRITES WITH A SMALL AMOUNT OF La

The Ba ferrites with different additions of La_2O_3 are prepared. The structure examinations, magnetic and electric properties of materials are presented. The highest magnetic energy of one of these ferrites is 4,2 MGOe.

1. Bộ môn VLCR - ĐHTH Hà nội
2. Viện VL - Viện KHVN

Nhận ngày 12.7.1991