

КОНТРОЛЬ ДИСПЕРСНОСТИ ФЕРРИТОВЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕХАНИЧЕСКИ ИЗМЕЛЬЧЕННЫХ В ПЛАНЕТАРНОЙ МЕЛЬНИЦЕ

Дорошенко Виктор Алексеевич

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск

E-mail: vad27@tpu.ru

Научный руководитель: Лысенко Елена Николаевна,

доктор технических наук, профессор отделения контроля и диагностики ТПУ

E-mail: lysenkoen@tpu.ru

DISPERSION CONTROL OF FERRITE MATERIALS MECHANICALLY GRINDED IN A PLANETARY MILL

Doroshenko Victor Alekseevich

National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk

Academic supervisor: Lysenko Elena Nikolaevna

Ph.D., Professor, Division for Testing and Diagnostics TPU

Аннотация: работа направлена на контроль с помощью лазерной дифракции дисперсности ферритовых материалов при их механической обработке в планетарной мельнице. В качестве образца был использован никель-цинковый феррит, полученный методом твердофазного синтеза из химически чистых оксидов NiO, ZnO и Fe₂O₃. Синтезированные образцы подвергали механическому измельчению в планетарной шаровой мельнице Retsch при скорости вращения стаканов 500 об/мин и времени 30 мин. Показано, что механическая обработка ферритового порошка приводит к увеличению среднего размера частиц с 4.3 мкм до 22.2 мкм, что связано с активированием порошка в процессе измельчения и, как следствие, образованием крупных агломератов. При этом порошки характеризуются бимодальным распределением по размеру частиц.

Abstract: the work is aimed at controlling the dispersion of ferrite materials by laser diffraction during their machining in a planetary mill. Nickel-zinc ferrite obtained by solid-phase synthesis from chemically pure oxides of NiO, ZnO and Fe₂O₃ was used as a sample. The synthesized samples were subjected to mechanical grinding in a Retsch planetary ball mill at a glass rotation speed of 500 rpm and a time of 30 min. It is shown that mechanical processing of ferrite powder leads to an increase in the average particle size from 4.3 microns to 22.2 microns, which is associated with the activation of the powder during grinding and, as a consequence, the formation of large agglomerates. In this case, the powders are characterized by a bimodal particle size distribution.

Ключевые слова: ферриты; механоактивация; планетарная мельница; лазерная дифракция.

Keywords: ferrites; mechanical activation; planetary mill; laser defraction.

Ферриты представляют собой химические соединения окиси железа Fe₂O₃ с окислами других металлов [1]. Ферриты широко применяются в качестве магнитных материалов в радиотехнике, радиоэлектронике, вычислительной технике, так как в основном они сочетают в себе высокую намагниченность и полупроводниковые или диэлектрические свойства [2].

В большинстве случаев, ферриты – это керамические материалы, темно-серого или черного цвета, очень твердые и хрупкие по структуре. Слово «феррит» происходит от латинского «ferrum», что означает железо. Ферриты в порошковых или тонкопленочных формах могут быть получены высокотемпературным методом твердофазного синтеза, золь-гель-методом, соосаждением, импульсным лазерным осаждением, высокоэнергетическим шаровым измельчением, а также гидротермальной техникой [3].

Технология изготовления ферритов оказывает весьма существенное влияние на их свойства, поэтому нужно не только подобрать правильное ферритовое сырье, но и обработать

его так, чтобы оно обладало необходимыми структурными свойствами, что подразумевает под собой достаточную однородность порошкообразного сырья. Для этого в технологическом процессе применяют методы механического измельчения синтезированных ферритов с целью получения порошков с определенной дисперсностью. При этом, принимает важное значение контроль дисперсности ферритовых материалов при их механической обработке в шаровых мельницах.

В связи с этим, целью данной работы являлось исследование дисперсности никель-цинковых ферритовых материалов при их механической обработке в планетарной шаровой мельнице Retsch. При этом использовались стальные размольные стаканы и шары. Соотношение массы смеси и шаров составляло 1:10. Механическое измельчение проводили при 500 об/мин в течение 30 мин.

Контроль дисперсности синтезированного ферритового образца был произведен как до механического измельчения (см. рисунок 1), так и после измельчения в мельнице (см. рисунок 2).

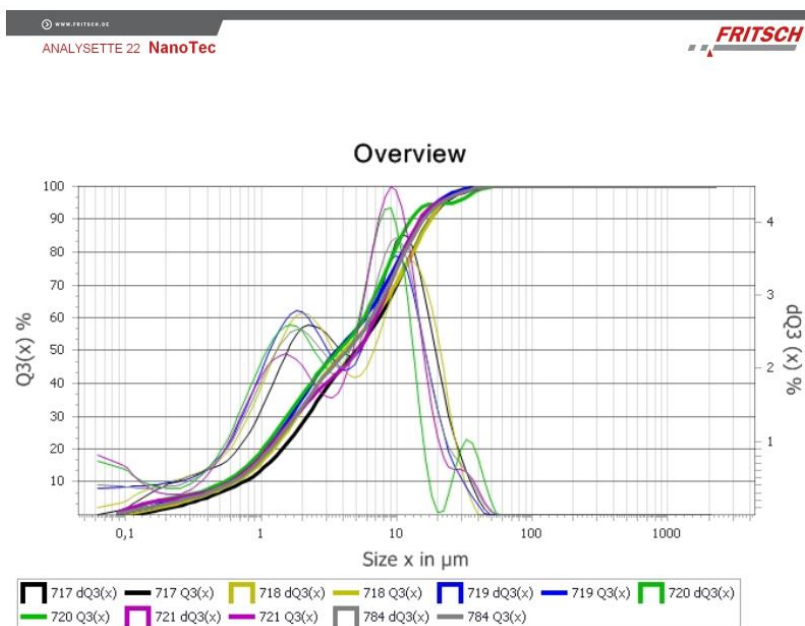


Рисунок 1 – Объемное дифференциальное и интегральное распределение частиц по размерам исходного синтезированного порошка

Каждый из образцов был проконтролирован в шести произвольно выбранных местах, что дает возможность судить о дисперсности всего готового продукта. Многократный контроль порошка также важен, чтобы оценить погрешность измерения среднего размера частиц. Повторяющаяся форма кривых на графике указывает на примерно одинаковое распределение по размеру частиц по всему объему порошка.

График, показанный на рисунке 2, представляет зависимость размера частиц по отношению их отдельных масс к общей массе всего порошка.

Анализируя графики можно сказать, порошки характеризуются бимодальным распределением. Средний размер частиц измельченного порошка находится в интервале от 20 мкм до 24 мкм (в зависимости от образца), что значительно выше среднего размера частиц 3,6–5 мкм исходного порошка. Таким образом, во время механического измельчения в шаровой мельнице произошло агломерирование частиц.

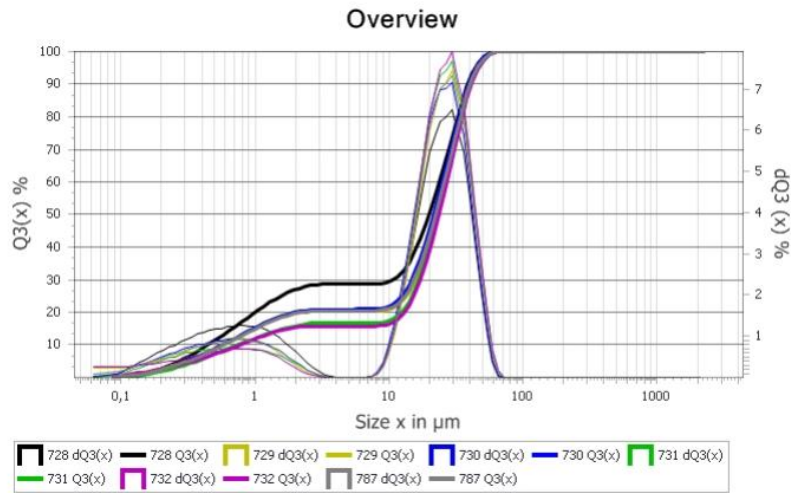


Рисунок 2 – Объемное дифференциальное и интегральное распределение частиц по размерам ферритового образца после обработки в планетарной шаровой мельнице

Известно, что агломераты могут получиться в процессе механического воздействия на материал в виду того, что измельчение идёт с образованием новой поверхности, сопровождающееся появлением электрических зарядов (знак и величина которых зависит от природы измельчаемого вещества и размера частиц). Электрический потенциал частиц возрастает по мере измельчения настолько, что происходит их самопроизвольное агрегирование (т.е. слипание) с увеличением комковатости и неоднородности продукта и уменьшением удельной поверхности [4, 5].

В работе был произведен расчет случайной погрешности определения размера частиц феррита. Для расчета погрешности использовались размеры относительно d50 (см. таблица 1).

Таблица 1 – Результаты расчета случайной погрешности определения размера частиц феррита

№ измерения	Размер частиц по d50 (мкм) X_i	Среднее значение результатов измерений $\Delta X_i = X_i - X_{ср} $
1	5	0,7
2	4,1	0,2
3	3,6	0,7
4	3,7	0,6
5	5,1	0,8
6	4,3	0

Средний размер частиц: $X_{ср} = 4,3$ мкм.

Среднеквадратичное отклонение определили по формуле:

$$\sigma_{ср} = \sqrt{\frac{\sum \Delta X_i^2}{n(n-1)}} = 0,5477$$

Коэффициент Стьюдента определяли для 6 измерений при помощи таблицы.

$$t_{cm}(0.95,6) = 2.571$$

Случайная погрешность равна:

$$\Delta X_{сл} = t_{cm} * \sigma_{ср} = 1,4 \text{ мкм}$$

Аналогично был произведен расчет случайной погрешности размера частиц феррита после измельчения. Для расчета погрешности также использовались размеры относительно d50 (см. таблица 2).

Таблица 2 – Результаты расчета случайной погрешности размера частиц феррита после измельчения

№ измерения	Размер частиц по d50 (мкм) X_i	Среднее значение результатов измерений $\Delta X_i = X_i - X_{cp} $
1	20	2,17
2	22,7	0,53
3	21,5	0,67
4	23,1	0,93
5	23,5	1,33
6	22,2	0,03

Средний размер частиц: $X_{cp} = 22,2$ мкм.

В данном случае среднеквадратичное отклонение равно:

$$\sigma_{cp} = \sqrt{\frac{\sum \Delta X_i^2}{n(n-1)}} = 1.033$$

Коэффициент Стьюдента для 6 измерений при помощи таблицы:

$$t_{cm}(0.95,6) = 2.571$$

Случайная погрешность равна:

$$\Delta X_{сл} = t_{cm} * \sigma_{cp} = 2,65 \text{ мкм}$$

Выводы:

Показано, что механическая обработка ферритового порошка в планетарной мельнице при 500 об/мин в течение 30 минут приводит к увеличению среднего размера частиц в связи с агломерированием частиц. При этом порошки характеризуются бимодальным распределением по размеру частиц.

Произведена оценка случайной погрешности определения среднего размера частиц по результатам лазерной дифракции.

Список литературы

1. Ферриты [Электронный ресурс] // ХиМиК.ру: [сайт]. – URL: <https://xumuk.ru/bse/2866.html> (дата обращения 3.10.2023).
2. Большая советская энциклопедия. Ферриты [Электронный ресурс] // Научная библиотека: [сайт]. – URL: <http://niv.ru/doc/encyclopedia/bse/articles/11451/ferrity.htm?ysclid=lbu7lirqdn532020299> (дата обращения 5.10.2023).
3. Chapter 1. Introduction, types and applications of ferrites [Электронный ресурс] / Birajdar A.A. // Shodhganga: a reservoir of Indian theses. – URL: https://shodhganga.inflibnet.ac.in:8443/jspui/bitstream/10603/77661/4/04_chapter%201.pdf (дата обращения: 10.10.2023).
4. Молчанов В.И. Активация минералов при измельчении / В.И. Молчанов, О.Г. Селезнева, Е.Н. Жирнов. – М.: Недра, 1988. – 208 с.
5. Анализ распределения частиц по размерам [Электронный ресурс] // Microtrac.com: [сайт]. – URL: <https://www.microtrac.com/ru/knowledge/page-particle-size-distribution/> (дата обращения 10.10.2023).