

Doktori értekezés
Kocsis Bence János

Széchenyi István Egyetem

2022

Kocsis Bence János

Fém-szigetelő kompozitok előállítása járműipari célú
felhasználáshoz

Doktori értekezés

Témavezetők:

Dr. Zsoldos Ibolya
egyetemi tanár
SZE Anyagtudományi és Technológiai
Tanszék

Dr. Varga Lajos Károly
tudományos főmunkatárs
Wigner Fizikai Kutatóközpont

Széchenyi István Egyetem

Infrastrukturális Rendszerek Modellezése és Fejlesztése Multidiszciplináris
Műszaki Tudományi Doktori Iskola

Tartalomjegyzék

1	Bevezetés.....	1
2	Motiváció és célkitűzések	3
3	Irodalmi áttekintés.....	4
3.1	Mágnesesség és veszteségei	5
3.1.1	Mágnesezési folyamat	5
3.1.2	Örvényáramú veszteség.....	7
3.1.3	Hiszterézis veszteség.....	8
3.1.4	Járulékos veszteségek.....	10
3.1.5	Mágneses permeabilitás	10
3.1.6	Mágneses permeabilitás mérés technikai módszerei.....	15
3.2	Gyártástechnológiák.....	17
3.2.1	Fém por előállítási technológiák	17
3.2.2	Porkohászat	21
3.2.3	Additív gyártástechnológia és alapanyagai	27
3.2.3.1	Kötőanyag alapú additív gyártástechnológiák	31
3.2.3.2	Por alapú additív gyártástechnológiák	32
3.2.3.3	Lágy mágneses por alapanyagok	35
4	Kísérleti módszerek.....	40
4.1	Gázatomizációs porlasztás	40
4.2	Porkohászati toroid mintagyártás	42
4.3	Mag-héj szerkezetű SMC-k előállítása	44
4.3.1	Stöber- és módosított Stöber-módszer	44
4.3.2	Vas-foszfát kompozit előállítási módszere	45
4.3.3	Egyéb módszerek ismertetése	46
4.4	Additív gyártástechnológia	52
4.4.1	Módosított porterítési eljárás.....	52
4.4.2	Fe-Si rétegelt kompozit struktúra kialakítása.....	55
4.4.3	Fe-TiN rétegelt kompozit struktúra kialakítása.....	56
4.4.4	Vas - vasfoszfát kompozit 3D nyomtatása	57
4.4.5	Fe-6,5wt%Si 3D nyomtatása.....	58
4.4.6	Egyedi amorf bevonat 3D nyomtatása	60
4.5	Komplex permeabilitás-spektrum mérés.....	61
4.6	Hiszterézis görbe mérés	62

4.7	Röntgendiffrakció.....	63
4.8	SEM és fénymikroszkópos mérések	64
4.9	Komputertomográfia	65
4.10	Koercitív erő mérése	66
5	Eredmények.....	68
5.1	Fe-FePO ₄ mag-héj SMC kompozit	68
5.1.1	I. Tézis.....	72
5.2	Fe-SiO ₂ SMC kompozit	73
5.2.1	Stöber-módszerrel előállított kompozitok	73
5.2.2	II. Tézis.....	77
5.2.3	Hőkezeléssel kialakított kompozitok	78
5.2.4	III. Tézis	82
5.3	3D nyomtatott Fe-6,5wt%Si.....	83
5.4	3D nyomtatott rétegelt SMC kompozitok	87
5.4.1	Egyedi fejlesztésű poradagoló.....	87
5.4.2	Fe-Si gradiens kompozit előállítása	88
5.4.3	IV. Tézis	90
5.4.4	Fe-Ti rétegelt kompozit előállítása.....	91
5.4.5	V. Tézis	94
5.4.6	Fe ₇₆ P ₈ C ₈ B ₅ Si ₂ bevonat 3D nyomtatása	94
5.4.7	VI. Tézis	96
5.5	Egyedi berendezések fejlesztése	97
5.5.1	Gázatomizációs porgyártó berendezés	97
5.5.2	Koerciméter fejlesztés	98
6	További kutatások ismertetése	98
7	Összefoglalás.....	100
8	Summary	102
9	Irodalomjegyzék.....	104

Köszönetnyilvánítás

Doktori tanulmányaim során, bármilyen segítség vagy támogatás esetén készséggel, türelemmel és feltétlen segítőkészséggel álltak hozzám a kollégák, családtagok, barátok. Ezúton szeretnék köszönetet mondani mindazoknak, akik elősegítették dolgozatom elkészülését.

Mindenekelőtt a két témavezetőmnek tartozom köszönettel. Dr. Zsoldos Ibolya a Széchenyi István Egyetem Anyagtudományi és Technológiai Tanszék volt vezetőjének, aki felvett engem a tanszékre 2017 novemberében és a tudományos pályámon elindított. Iránymutatásával és jó tanácsaival minden esetben elősegítette a munkámat. Bizalommal fordulhattam hozzá és legjobb tudása szerint segített is.

Dr. Varga Lajos Károlynak is feltétlen hálával tartozom áldozatos munkájáért. Véletlen sodort össze minket a sors, amelynek eredménye egy nagyon intenzív és konstruktív kutatás lett. Mindössze két és fél év alatt jutottunk el ide, hogy megszülessen a dolgozatom. Mindig támogattam a munkám során és hasznos, jó tanácsokkal látott el. Sokszor éjszakákba nyúlóan ötletelt a problémákon vagy éppen mérte a mintáimat a Wigner Fizikai Kutatóközpontban. Számos konferenciára vitt el magával, ahol állhatatosságával mindig kimozdított a komfortzónámból, amiért utólag nagyon hálás vagyok!

Hálával tartozom a Széchenyi István Egyetem megannyi munkatársának, akik támogattak a kutatásom során. Dr. Hatos Istvánnak és Fekete Imrének az önzetlen munkájukért és a sok jó tanácsukért. Az anyagvizsgáló és CT laboratórium munkatársainak, hogy a dolgozatomhoz szükséges mérések elvégzésében támogattak. A társtanszékek kollégáinak is köszönöm a mérésekben, eszközökben és szakmai tudásban nyújtott támogatásukat.

Köszönettel tartozom a Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft. két munkatársának is, Dr. Vida Ádámnak és Windisch Márknak a közös munkánk során nyújtott szakmai támogatásukért.

Köszönöm a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Anyagtudomány és Technológia Tanszék munkatársainak is a mikroszkópos és mágneses mérések során nyújtott segítőkész munkájukat.

Köszönöm a H-Ion és a Metalloexpert Kft. munkatársainak a mérések és anyagbeszerzések során tanúsított segítőkész hozzáállásukat!

Külön hálával tartozom Szüleimnek, Nagyszüleimnek és Testvéreimnek, akik idáig eljuttattak. Fáradhatatlan odaadásuk és munkájuk nélkül mindez nem valósulhatott volna meg. Ők sarkaltak arra, hogy a műszaki tudományok iránti érdeklődésem kiteljesedhessen a BME iskolapadjaiban és támogatták törekvésem ennek tudományos szintre történő emelésében. Testvéreimnek köszönöm a szakmai angol szavak kivételével nyújtott idegennyelvű lektorálásokat!

Nem utolsó sorban pedig köszönettel és hálával tartozom a családomnak, amiért oly sokszor nélkülözni tudtak otthonról. Szandinak és kisfiamnak, Marcinak. Tudom, hogy nem könnyű egy kutató mellett, aki sokszor éjszakába nyúlóan kísérletezik, majd pedig hajnalba nyúlóan ezt le is írja. Ígérem az elmaradt kisautózások, mesekönyv olvasások mind mind be lesznek pótolva. A támogatások, türelmetek, biztatások és szeretetek minden hullámvölgyön átsegített. Remélem hasonlóképpen foglak tudni támogatni Titeket a céljaitok elérésében!

Köszönöm!

Kivonat

Ahogy a teljesítményelektronika keresi a magas hőmérsékleten működő tranzisztorok új alapanyagait, például a szilícium-karbidot, úgy keresik a megfelelő új, magas hőmérsékleten és nagy frekvencián működő lágymágneses anyagokat (SMM) is. A teljesítményelektronikában és az elektromos motorokban használt eszközök miniatürizálása iránti folyamatos kereslet ösztönözte a lágymágneses kompozitok (SMC) területén végzett kutatások számának növekedését, új anyagok és technikák fejlesztését, mint például a 3D nyomtatás. Ezen mágneses kompozitok fő alkalmazási területei az elektromos autók (AEV – all electric vehicle) és a repülőgépek (MEA – more electric aircraft) lehetnek.

Az elektromágneses alkalmazásokban használt lágymágneses kompozitok ferromágneses porrészeszkékként írhatók le, amelyeket elektromosan szigetelő film vesz körül. Az SMC alkatrészeket általában hagyományos porkohászati (PM) tömörítéssel állítják elő, kombinálva olyan új technikákkal, mint például a fém 3D nyomtatás. Tudomásunk szerint mi publikáltuk először a porágyas additív technológia segítségével készült fém-szigetelő szerkezetű SMC-t. Ezek a kompozit anyagok a legtöbb alkalmazásban számos előnnyel rendelkeznek a hagyományos laminált acélmagokkal szemben. Az egyedülálló tulajdonságok közé tartozik a háromdimenziós (3D) izotróp ferromágneses viselkedés, a nagyon kicsi örvényáram-veszteség, a viszonylag kicsi teljes magveszteség közepes és magas frekvenciákon, a jobb termikus jellemzők lehetőségei, a rugalmas géptervezés és összeszerelés.

Az értekezésemben különböző módszereket és technológiákat mutatok be lágymágneses kompozitok működési frekvenciájának és működési hőmérsékleti határának növelésére. Az effektív permeabilitás csökkentése hatékonyabban növeli az örvényáram frekvencia határát: $\mu_s f = \frac{4\rho}{\pi D^2 \mu}$, mint az ellenállás (ρ) vagy a szemcseméret (D) változtatása. Az N - effektív lemagnesezési tényező szabályozza az effektív permeabilitást: $\mu_{eff} = \frac{\mu_i}{1+N\mu_i}$, míg az effektív N -t a lágymágneses kompozit osztott résszerkezete határozza meg. A hőmérsékleti határértéket növeli, ha a szerves kötőanyagok helyett (üzemi hőmérséklete kisebb, mint 200 C°), szervetlen szigetelő bevonatot használunk. A fém-szigetelő típusú SMC-k előállításához számos új előkészítési technikát, gyártástechnológiát és anyagot alkalmaztunk, beleértve a házilag épített gázporlasztó berendezést vagy egyedi porterítő adaptert is. A fém-szigetelő réteges szerkezet nagyon ígéretes a közepes frekvenciájú motorok alkalmazásához. Disszertációm e rövid kivonatában csak néhány vezérgondolatot fogalmaztam meg. Az eredményeket az Összefoglaló fejezet tartalmazza.

Abstract

Just as power electronics are looking for new raw materials for transistors operating at high temperatures, such as silicon carbide, they are also looking for suitable new soft magnetic materials (SMM) operating at high temperatures and high frequencies. The ongoing demand for miniaturization of devices used in power electronics and electric motors has stimulated the increase of research in areas of soft magnetic composites (SMCs) looking for new materials and new production techniques like additive manufacturing. The main field of application of these magnetic composites can be electric cars (AEV, all electric vehicle) and airplanes (MEA, more electric airplane).

Soft magnetic composites, which are used in electromagnetic applications, can be described as ferromagnetic powder particles surrounded by an electrical insulating film. SMC components are normally manufactured by conventional powder metallurgy (PM) compaction combined with new techniques, such as metal 3D printing. To our knowledge we were first publishing metal-insulator layered structure SMC prepared by powder bed fusion (PBF) technique. These composite materials offer several advantages over traditional laminated steel cores in most applications. The unique properties include three-dimensional (3D) isotropic ferromagnetic behavior, very low eddy current loss, relatively low total core loss at medium and high frequencies, possibilities for improved thermal characteristics, flexible machine design and assembly and a prospect for greatly reduced production costs.

In this thesis different methods and technologies will be presented to increase the frequency and high temperature limit of soft magnetic composites. Decreasing the effective permeability will increase the eddy current frequency limit : $\mu_s f = \frac{4\rho}{\pi D^2 \mu}$, more effectively than by variation of resistivity (ρ) or grain size (D). The effective demagnetizing factor - N controls the effective permeability: $\mu_{eff} = \frac{\mu_i}{1+N\mu_i}$, while the effective N is determined by the distributed gap structure of the soft magnetic composite. The temperature limit is increased by applying inorganic insulator coating on metallic magnetic powder particles instead of organic binder materials with relative low working temperature (200 °C). In order to create metal – insulator type SMCs a number of new preparation techniques and materials have been applied including home built gas - atomization device or unique powder dispenser. The metal - insulator layered structure is very promising for medium frequency motor applications.

In this short abstract some of the leading ideas have been outlined only. The results are enumerated in the Summary chapter.

Rövidítésjegyzék

SMC	lágymágneses kompozit (soft magnetic composite)
AEV	all electric vehicle
MEA	more electric aircraft
APTES	(3-aminopropil)-trietoxi-szilán
TEOS	tetraetil-ortoszilikát
ASTM	American Society for Testing and Materials
M	mágnesszettség
m	mágneses momentum
v	térfogat
CAD	számítógéppel segített tervezés (computer-aided design)
MIT	Massachusetts Institute of Technology
STL	standard tessellation language / standard triangle language
BJ	binder jetting
MJ	material jetting
DLP	digitális fényfeldolgozási módszer (digital light processing)
SLA	sztereolitográfia (stereolithography)
NPJ	nanorészecskés 3D nyomtatás (nanoparticle jetting)
EBM	elektronsugaras olvasztás (electron beam melting)
EBAM	elektronsugaras additív gyártástechnológia (electron beam additive manufacturing)
MPD	fémporos 3D nyomtatás (metal powder deposition)
SLM	szelektív lézeres olvasztás (selective laser melting)
DMLS	közvetlen lézeres fémszinterezés (direct metal laser sintering)
LOM	rétegelt modellgyártás (laminated object manufacturing)
MEAM	fémextrúziós additív gyártástechnológia (metal extrusion additive manufacturing)
DED	közvetlen energiával történő rétegzés (direct energy deposition)
DMLM	közvetlen lézeres fémolvasztás (direct metal laser melting)
CVD	kémiai gőzfázisú leválasztás (chemical vapor deposition)
SRO	rövidtávú rend (short range order)
EBSD	visszaszórt elektrondiffrakció (electron backscatter diffraction)
VED	térfogati energiasűrűség (volumetric energy density)

Ábrajegyzék

1. ábra	Porvasmag témakörben megjelent publikációk száma éves bontásban a Web of Science adatbázis alapján.	1
2. ábra	Kemény- és lágymágneses anyagok hiszterézisgörbéi a jellemző értékek jelölésével.	5
3. ábra	Mágnesezési ciklusonként elméleti veszteségi tényezők a frekvencia függvényében.	8
4. ábra	Herzer-diagram: szemcseméret és koercitív erő kapcsolata néhány lágymágneses anyag esetében [18].	10
5. ábra	$\text{Ni}_8\text{Zn}_{1-8}\text{Fe}_2\text{O}_4$ permeabilitásának valós része a frekvencia függvényében a nikkelt különböző koncentrációi esetén [23].	12
6. ábra	$\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ amorf porból készült vasmagok effektív permeabilitásának frekvenciafüggése [47].	15
7. ábra	Porgyártási eljárások rendszerezése [52,53].	19
8. ábra	Szemcseméret definiálása során előforduló lehetséges morfológiák.	22
9. ábra	Gázatomizált tiszta vaspapor szemcseméret eloszlása.	23
10. ábra	Jellemző szemcseformák és azok megnevezései	24
11. ábra	$\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ préselt kompozit toroid minta sűrűségmérési eredménye.	25
12. ábra	Hall-áramlásmérő berendezés (a) és rézsűszög mérési módszerének (b) szematikusan ábrája.	26
13. ábra	Termék bonyolultság és gyártási költség kapcsolata (a), gyártási költség és darabszám relációja additív és hagyományos gyártás esetén (b) [58].	28
14. ábra	Különböző adhéziós kötések szematikusan ábrája.	31
15. ábra	Fém 3D nyomtatási eljárások: extrúziós - EBAM (a), porszórásos-MPD (b), porágyas - PBF (c) és kötőanyag alapú - BJ (d).	32
16. ábra	Fém 3D nyomtatási technológiák piaci részesedése (2019) [90].	34
17. ábra	A szilíciumtartalom vesztesége (a) és permeabilitásra (b) gyakorolt hatása [108,109].	36
18. ábra	Vas-szilícium állapotábra [110].	37
19. ábra	Néhány ötvözőelem koncentrációjának hatása a telítési mágneszettségre [6].	38
20. ábra	Saját építésű gázatomizáló berendezés szematikusan ábrája (a) és a megvalósított berendezés egy részletének fényképe (b).	40
21. ábra	Saját tervezésű porlasztószerszám 3D-s modellje.	41
22. ábra	Toroid prészszerszám fényképe (a), metszeti rajza (b) és a késztermék geometriai méretei (c).	42
23. ábra	Hidegtégelyes berendezés felépítésének szematikusan ábrája.	43
24. ábra	Saját építésű hidegtégelyes berendezés és öntecs.	44
25. ábra	Fe-PO_4 3D nyomtatott (a) és préselt (b) minta fényképe.	46
26. ábra	Lézersóva mérete jelentős (piros keret) és elenyésző (zöld keret) abláció esetén.	47
27. ábra	Mag-héj szerkezetű $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$ 3D nyomtatott kompozit.	48
28. ábra	Mag-héj szerkezetű vas-réz préselt (a) és 3D nyomtatott (b) kompozit szerkezet SEM felvétele.	50
29. ábra	Fe-SiO_2 3D nyomtatott szerkezet SEM felvétele.	51
30. ábra	Lúgozott $\text{Fe}_{35,3}\text{-Al}_{64,7}$ ötvözet pásztázó elektronmikroszkópos felvétele.	52

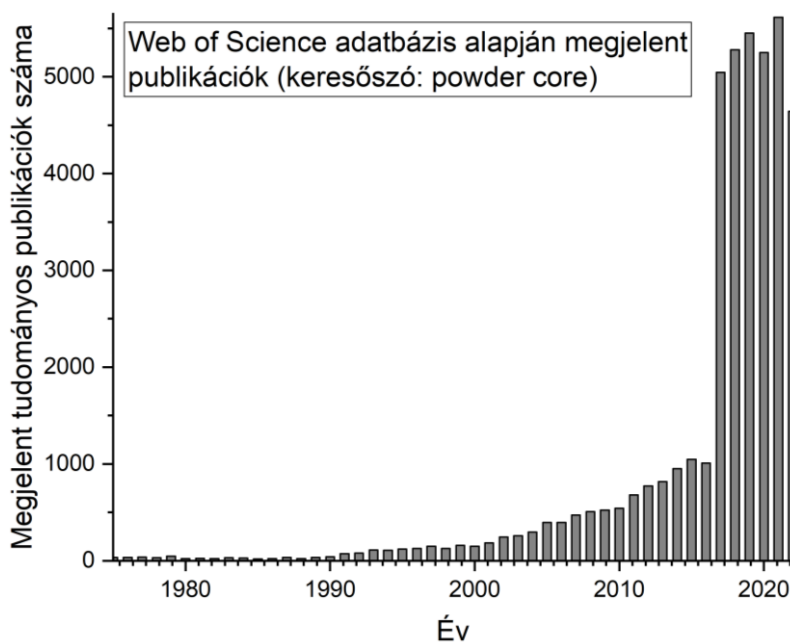
31. ábra	Egyedi porterítő adapter sematikus ábrája (a) és az első tesztverzió a beépítési környezetben (b).	54
32. ábra	Vas-szilícium 3D nyomtatott gradiens ötvözet (a) és az alkalmazott rétegrendek (b) sematikus ábrája.	55
33. ábra	Fe-6,5wt%Si hengeres minták nyomtatási paraméterei.	59
34. ábra	Termoelemmel hűtött egyedi munkaasztal elméleti vázlata.	61
35. ábra	AC magnetométer elméleti felépítése és lemezes minták mérőbefogójának vázlata.	63
36. ábra	Bragg-típusú röntgendiffrakciós berendezés sematikus ábrája.....	64
37. ábra	Gerjesztési és információs mélység SEM vizsgálatok esetén.....	65
38. ábra	Koercitív erő differenciálmódszeres mérésének jellemző pontjai.	67
39. ábra	Koerciméter elvi felépítése.	67
40. ábra	Foszfátalt vasszemcse felületének pásztázó elektronmikroszkóppal készített morfológiai vizsgálata (a) és pontelemzéses összetétel analízise (b).	69
41. ábra	Foszfátalt vasszemcse keresztmetszetének pásztázó elektronmikroszkópos elemtérképe (a) és vonalelemzéssel készült összetételvizsgálata (b).....	69
42. ábra	Pásztázó elektronmikroszkópos felvétel a Fe-FePO ₄ porkohászati úton szinterelt mintáról. Pirossal jelölve az elektromos áramutak kialakulásának lehetséges helyei.	70
43. ábra	Térfogati energiasűrűség (azon belül is a különböző lézerparaméterek) porozításra gyakorolt hatása Fe-FePO ₄ lézerszinterezése esetén.....	71
44. ábra	Porkohászati és lézerszinterezéssel előállított Fe-FePO ₄ kompozit toroid minták komplex permeabilitás-spektruma.	72
45. ábra	3D nyomtatott (a) és préselt (b) vas - vas-foszfát minta SEM felvétele.....	72
46. ábra	Stöber és módosított Stöber- módszerrel kezelt tiszta vasporszemcsék héjréteg összetételvizsgálatának eredményei.....	74
47. ábra	Módosított Stöber-módszerrel 24 óráig kezelt porból 1300 MPa-os nyomással készült toroid minta SEM felvétele.....	75
48. ábra	Kémiai úton előállított Fe-SiO ₂ préselt lágymágneses kompozit toroid minták komplex permeabilitás-spektruma.	76
49. ábra	Fe-Si porszemcsék morfológiai és kémiai összetételvizsgálata pásztázó elektronmikroszkóppal.....	78
50. ábra	Hőkezelési hőmérséklet és időtartam hatása a vastartalomra.	79
51. ábra	Fe-6,9wt%Si összetételű porvasmag különböző hőkezeléseket követő mikroszerkezeti vizsgálata.	80
52. ábra	A hőkezelési hőmérséklet (a), a hőkezelési idő (b) és a védőgáz (c) komplex permeabilitás-spektrumra gyakorolt hatása.	81
53. ábra	Snoek-limit változása a hőkezelési hőmérséklet és időtartam függvényében levegő atmoszférán.	81
54. ábra	Fe-6,5wt%Si 3D nyomtatott hengeres minták optikai mikroszkópos felvétele.....	83
55. ábra	Fe-6,5wt%Si hengeres minták CT metszeti képei.	84
56. ábra	Optikai mikroszkópos felvétel alapján kalkulált porozításértékek.	85
57. ábra	Térfogati energiasűrűség (a,b) és nyomtatási orientáció (c,d) hiszterézisgörbére és komplex-permeabilitásspektrum valós részére gyakorol hatása.....	86
58. ábra	EBSD-vel készített szemcseszerkezeti felvételek, valamint a hiszterézisgörbe mérési elrendezéséhez viszonyított szemcseorientáció sematikus ábrája.....	87

59. ábra	Fe-Si (5-5 réteg) 3D nyomtatott kompozit minta pásztázó elektronmikroszkópos vonal és pontelemzése.....	89
60. ábra	Vas-szilícium (5-3) SMC kompozit rétegvastagságmérése SEM-mel (a) és néhány mintáról készült CT felvétel (b) a porozitásmérés céljából.	90
61. ábra	Fe-Si gradiens ötvözetű toroid minták komplex mágneses permeabilitás-spektruma.	90
62. ábra	Fe-Ti 3D nyomtatott rétegelt kompozit pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatának eredményei.	92
63. ábra	Fe-Ti CT felvétele (a), valamint 3D-s modellje (b), fényképe (c) és fénymikroszkópos metszeti képe (d).....	93
64. ábra	3D nyomtatott Fe-TiN toroid minta komplex permeabilitás-spektruma.	94
65. ábra	Gázatomizált amorf porszemcse (a) és 3D nyomtatott amorf bevonat határfelületi részének (b) SEM felvétele.	95
66. ábra	Különböző energiasűrűséggel nyomtatott amorf bevonatok röntgendiffrakciós spektrogramja.....	96
67. ábra	Különböző energiasűrűséggel nyomtatott amorf bevonatok keménységmérési eredményei.	96
68. ábra	Egyedi építésű koerciméter.....	98

1 Bevezetés

Napjaink műszaki fejlesztéseinek legmeghatározóbb mozgatórugója az energiahatékonyság és fenntarthatóság. Ezen kettős cél mentén igyekszik megújulni szinte az összes mobilitással foglalkozó piaci szereplő. Az évről évre kibocsájtott kutatások is azt prognosztizálják, hogy minden gyártó egyre rövidebb határidővel igyekszik átállni az elektromos vagy más alternatív üzemanyaggal működő járművek bevezetésére. Az Environmental Defense Fund által kibocsájtott 2022. szeptemberi tanulmánya szerint az autó- és akkumulátorgyártók 2030-ig több mint 626 milliárd dollárt költenek csak a közúti elektromos járművek fejlesztésére. Az elektromos hajtásrendszerek fejlesztésének egyik sarkalatos pontja az elektromágneses egységek miniaturizálása a hatékonyság növelése mellett, amely a modern mágneses anyagok használata nélkül elképzelhetetlen. Ezen anyagcsoport egy kis részének lehetséges továbbfejlesztésére tettem kísérletet a dolgozatomban

A '80-as években nagy lendületet kapott az amorf és nanokristályos szalagok fejlesztése a Finemet összetétel felfedezésével, amely egyúttal a porvasmagok fejlesztésének ideiglenes lelassulásához vezetett [1]. Az elektromos autózás térhódításával egyidejűleg ismét megfigyelhető egy igen erőteljes fellendülés a téma kutatottságát illetően. A Web of Science adatbázisának felhasználásával a porvasmag (powder core) kifejezés alapján a következő tendencia figyelhető meg (lásd 1. ábra).



1. ábra Porvasmag témakörben megjelent publikációk száma éves bontásban a Web of Science adatbázis alapján.

A korszerű porvasmagok terén is külön kell kezelni a kemény- és lágymágneses tulajdonságok fejlesztését. Kutatásom során a lágymágneses anyagok tulajdonságainak fejlesztésére fókuszáltam. A porvasmagok a tömbi anyagokkal ellentétben jóval kisebb permeabilitással, ugyanakkor nagyobb rezonanciafrekvenciával rendelkeznek. Ebből kifolyólag alkalmasak lehetnek közepes és nagyfrekvenciás berendezésekben történő huzamos működésre. Célom egy olyan anyagösszetétel és technológia kifejlesztése volt, amely nagy permeabilitással rendelkezik a magasabb frekvenciatartományban (néhány tíz vagy száz MHz) és emellett nagy telítési indukcióval is. A gerjesztőtér frekvenciájának emelkedésével a vasveszteség drasztikusan nőni kezd. Annak érdekében, hogy ez a veszteség minél magasabb frekvenciákon jelenjen csak meg, olyan lágymágneses kompozit szerkezeteket állítottam elő, amelyek mikroszerkezete heterogén jelleget mutatott. A jellemzően kétfázisú mikroszerkezet egy szerves mátrixanyagból és az abban elhelyezkedő ferromágneses részekből áll.

A kutatómunkát a releváns szakirodalom áttanulmányozásával kezdtem. Megvizsgáltam a korszerű lágymágneses anyagok és kompozitok csoportját, különös figyelmet fordítva az additív módon előállított lágymágneses kompozitokra. A korai tanulmányok jelentős része a szerves szigetelőfázisú SMC anyagokra korlátozódott az egyszerűbb és olcsóbb polimer 3D nyomtatási technológiák miatt. A fém, kerámia és egyéb különleges anyagok elegyének kombinált nyomtatása viszonylag ismeretlen területnek bizonyult, így kutatómunkámat főleg erre a területre szűkítettem le.

2 Motiváció és célkitűzések

A mágneses anyagok kutatása az elmúlt több mint 150 év egyik meghatározó és stabil eleme a tudományos világnak. Ennek oka, hogy a második ipari forradalommal megjelenő elektromos berendezések egyre jelentősebb szerepet töltek be az iparosodás és gazdasági fejlődés terén. A disszertációmmal én is hozzá szeretnék járulni a mágnesesség további fejlesztéséhez és e rendkívüli anyagok szélesebb körű alkalmazhatóságához. Hiszem, hogy a mai energiaalapú civilizációnk meghatározó mérnöki anyagai között a lágymágnesek kiemelt szerepet fognak betölteni.

Disszertációmban a lágymágneses anyagokra és azon belül is a lágymágneses kompozitokra (SMC) fókuszáltam. Évtizedeken át az volt a jellemző, hogy váltakozó árammal MHz-es frekvenciatartományig üzemelő alkalmazásokat fejlesztettek (kapcsolóüzemű tápegységek, inverterek, konverterek, szűrők). A jelenkor kihívásai ezt további szintre emelték és extrém peremfeltételek mellett is hatékonyan üzemelni képes berendezések fejlesztését várják. Gyakran megfogalmazott kritérium a magas működési frekvenciatartomány (GHz), kis mágneses veszteségek mellett, ami az általában káros vagy legalábbis hátrányos melegedés minimális szintre történő szorítását jelenti. Ezen igények kielégítésére az egyik legalkalmasabb anyagcsoport a lágymágneses kompozitok csoportja, amelyben elektromosan vezető és szigetelő részek váltakoznak. A mágneses veszteségek hővé disszipálódása következtében rendszerint huzamosabb ideig fennálló magas hőmérsékletű üzemelésnek vannak kitéve a berendezések. Ezt vagy valamilyen külső hűtési megoldással kell szabályozni vagy a megfelelő anyagválasztás révén a veszteségeket minimalizálni és/vagy a mágneses kompozit hőmérséklet-érzékenységét csökkenteni. A lágymágneses kompozitokkal foglalkozó kutatások jelentős többsége a szerves szigetelőfázissal ellátott rendszerekkel foglalkozik. A veszteségcsökkentés szempontjából kézenfekvő választás az olcsóbb és könnyebben kezelhető szerves szigetelővel ellátott SMC-k gyártása. Én azonban a szervetlen anyagok irányából közelítettem meg a kérdést, így ugyanis egyszerre aknázható ki a mágneses veszteségek csökkentése és a működési hőmérséklet-tartomány kiterjesztése. Az SMC anyagokkal szemben támasztott legjelentősebb követelmények a nagy mágneses permeabilitás, nagy telítési mágnesezettség és kis energiavesztés a lehető legszélesebb frekvenciatartományban. Ezek ismeretében a következő célokat fogalmaztam meg a disszertációmmal fűződő kutatásokkal kapcsolatban:

Kísérleti:

- Porkohászati eljárással előállított mag-héj struktúrájú lágymágneses kompozitok tipikus gyártási paramétereinek megismerése, mikroszerkezetre és mágneses tulajdonságokra gyakorolt hatásuk vizsgálata.
- Részecskék közti szervesetlen szigetelőfázis kialakításának vizsgálata nagy szilícium tartalmú, előötvözött porból készült porvasmag magas hőmérsékletű szinterezése során.
- Mag-héj szerkezetű lágymágneses kompozit fém 3D nyomtatással történő előállíthatóságának vizsgálata.
- Fém-szigetelő rétegelt kompozit szerkezet előállítása fém 3D nyomtatási eljárással.

Elméleti:

- Megvizsgáltam, hogy előállítható-e a jelenkor ismeretei alapján egy elektromosan vezető és szigetelő rétegekből felépülő, kis porozitású, jó mechanikai tulajdonságú, komplex geometriájú lágymágneses kompozit vasmag fém 3D nyomtatási technológiával.

Módszertani:

- Laboratóriumi léptékben fémport előállítani képes gázatomizáló berendezés tervezése és gyártása.
- Kísérleti berendezés készítése többféle alapanyag kezeléséhez porágyas elven működő fém 3D nyomtatási technológiához.
- Hiszterézisgörbe mérésen alapuló koerciméter tervezése és gyártása.

3 Irodalmi áttekintés

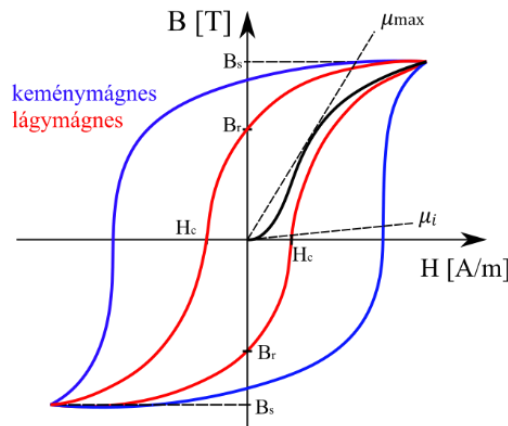
A mágnesességet, mint fizikai tulajdonságot már időszámításunk előtt ismerte és használta az ember. Eleinte természetfeletti erőnek hitték a mágneses köveket, de később fizikai alapokra helyezték és elkezdtek iránytűként használni ezeket. A tulajdonságainak megértésére egészen a XX. század elejéig kellett várni. Az anyagok mágnesessége az elektronok pálya- és spinmomentumától, valamint az atommag mágneses momentumától függnék. Michael Faraday a mágneses anyagok három, Louis Néel később öt csoportját állapította meg. Ezek a ferro-, antiferro-, ferri-, para- és diamágnesek [2]. Továbbiakban csak a számomra releváns ferromágnesességgel kapcsolatos ismereteket fogom részletezni.

3.1 Mágnesesség és veszteségei

Ha egy vasdarabot mágneses térbe helyezünk, akkor maga is mágneses lesz, melynek mértéke függ a külső tér erősségétől. Ferromágneses anyagok esetében a külső gerjesztő tér megszüntetését követően az anyag megőrzi mágnesezettségét. Kvantitatív minősítésére a mágneses momentum (m) és térfogat (v) hányadosa szolgál, amely a mágnesezettség intenzitását (M) adja meg.

$$M = \frac{m}{v}, \quad (1)$$

Mivel a tér megszűnését követően is emlékeznek mágneses előéletükre a ferromágneses anyagok, ezért számolnunk kell a hiszterézis jelenségével. A mágnesezettség és a gerjesztő tér erőssége között nem lineáris kapcsolat van. Ezek kapcsolatát a remanens (M_r) és telítési mágnesezettséggel (M_s), valamint a koercitív erőterrel (H_c) tudjuk leírni (lásd 2. ábra).



2. ábra Kemény- és lágymágneses anyagok hiszterézisgörbéi a jellemző értékek jelölésével.

A telítési energia a hiszterézismentes görbe integráljából adódik. Remanenciáról akkor beszélünk, amikor a külső gerjesztő tér a telítési mágnesezettséget követően megszűnik. Az ekkor mérhető mágnesezettség a remanens mágnesesség. Az anyagban ébredő mágnesezettség leküzdéséhez szükséges külső erő pedig a koercitív erő.

3.1.1 Mágnesezési folyamat

A mágnesezési folyamatok tömbi lágymágneses anyagokban két mikroszkópi szinten végbemenő folyamat révén valósulhatnak meg [3–8]. Ennek megértéséhez a mágneses domén vagy más néven Weiss-tartomány definiálása szükséges. A ferromágneses anyagok szerkezetileg feloszthatók olyan részekre, amelyeken belül a mikroszkopikus momentumok azonos irányba mutatnak, de az anyag egészét tekintve viszont a domének egymáshoz képest eltérő makroszkopikus momentummal rendelkeznek. A doménon belül elhelyezkedő

szomszédos atomok elektronjai között az ún. kicserélődési integrál (J) teremt kapcsolatot. Az elektronok között a kicserélődési energia az alábbi módon írható fel [9]:

$$E_{i,j} = -2J \sum_{i=1}^n S_i \cdot S_j \quad (2)$$

ahol S_i és S_j az i -edik és j -edik spin mágneses nyomatékát jelöli. Amennyiben J értéke pozitív, akkor beszélhetünk ferromágneses anyagokról. Egy lemágnesezett állapotú ferromágneses anyagban olyan irányultságúak a domének momentumai, hogy az anyag makroszkopikus mágnesezettsége nulla vagy közel nulla legyen. Energetikai szempontból megkülönböztetünk könnyű és nehéz irányú mágnesezettséget. A mágnesezési folyamat két lehetséges mikroszkopikus mechanizmusa:

- Doménfallozgatás: Azokban az esetekben, ahol a doménon belüli mágnesezettség egybeesik a külső gerjesztő tér irányával, ott a domének megnőnek a doménfalak mozgása által. Teszik mindezt azon tartományok kárára, amelyek irányultsága nem esik egybe a könnyű mágnesezési iránnyal.
- Mágnesezettség forgása a doménon belül: azokban az esetekben, amikor a domének könnyű mágnesezési iránya nem esik egybe a külső gerjesztőtér eredőjével, akkor a mágnesezés a doménon belüli momentumok elfordulása révén jön létre. A mágnesezés egészen addig tart, míg a mágneses momentumok egyöntetűen beállnak a gerjesztő tér irányába. Ekkor beszélhetünk telítési mágnesezettségről. A mágnesezettség elfordulásához szükséges energia rendszerint jóval nagyobb, mint a doménfallozgatáshoz szükséges energia és az anyag mágneses anizotrópiájával van összefüggésben.

Mindkét mágnesezési folyamat során energiát közlünk az anyaggal, akár kvázi statikus, akár dinamikus mágnesezésről van szó. Ez az energia rendszerint az anyagban előforduló hibák (vakancia, diszlokáció, szemcsehatárok és egyéb folytonossági hibák) leküzdésére fordítódik. A doménfallozgatást és a mágneses momentum átfordulását is akadályozzák ezek az anyaghibák. A mágnesezési folyamatot követően az anyag a mágneses stabilitás érdekében az energiaminimumra törekszik energiadisszipáció révén. Az anyag teljes mágneses energiája:

$$E_S = E_{MAG} + E_{EX} + E_A + E_{ME} + E_Z \quad (3)$$

ahol E_{MAG} a magnetosztatikus, E_{EX} a kicserélődési, E_A az anizotrópia, E_{ME} a magnetoelasztikus és E_Z a Zeeman energia. A disszipálódó energia hő formájában adódik le. Ez kétféleképpen valósulhat meg az anyagban, egyrészt örvényáramok indukálódása révén, ami a vezető és félvezető anyagokra jellemző és töltésszóródás révén valósul meg. Másrészt pedig spin csillapítás révén, ami pedig főként a szigetelő anyagokra jellemző disszipációs folyamat. A kollektíven precesszáló spinek közvetlenül vagy magnon-fonon kölcsönhatás révén tudnak energiát leadni. Esetemben az első energialeadási jelenség a jellemzőbb, így ezt fejtem ki részletesebben a későbbiekben.

3.1.2 Örvényáramú veszteség

Az örvényáramú energia veszteség (P) mennyiségi meghatározását egy egységnyi térfogatban (V), egy mágnesezési ciklusban (f) a következőképpen tudjuk kifejezni:

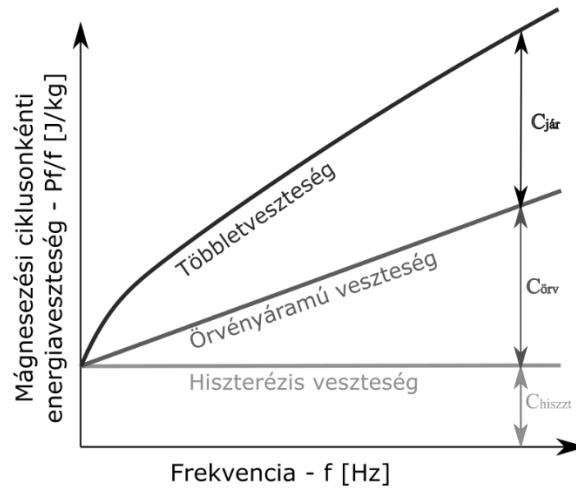
$$\frac{P}{f} = \frac{1}{V} \int_V d^3r \int_0^{1/f} \frac{|j(r,t)|^2}{\sigma} dt \quad (4)$$

ahol σ az anyag elektromos vezetőképessége, $j(r,t)$ pedig az örvényáram sűrűségét jelöli a tér és idő függvényében. *Giorgio Bertotti* írta le a *Hysteresis in Magnetism* című könyvében, miszerint, ha a domináns disszipációs mechanizmus az örvényáramú veszteség és feltételezzük, hogy ismerjük ennek a sűrűségét térben és időben egy adott pillanatban, akkor a fent ismertetett képlettel könnyedén meghatározhatjuk kvantitatív módon [10]. Azonban a $j(r,t)$ függvény ismeretének meghatározása, mérése szinte lehetetlen, rendkívül összetett az anyag mikroszerkezete, a domének struktúrája és maga a mágnesezési folyamat is időben változó folyamat. Ezt a kérdést tisztázta G. Bertotti a fent ismertetett könyvében 1998-ban [10]. A mágnesezési folyamatot és ennek során keletkező veszteségeket statisztikai szempontból vizsgálta, amely szilárd alapot biztosít a mágneses veszteségek kvantitatív értékeléséhez. Az elmélet lényege a veszteségek elkülönítése, amelyet a tér-idő skálán három jól elkülönülő energiadisszipációra bontja. Ez teszi lehetővé, hogy megfelelő statisztikai leírással általánosíthassuk a mágnesezési folyamatot. Ez a megközelítés a következőképpen néz ki:

$$\frac{P}{f} = C_{hiszt} + C_{örv}f + C_{jár}\sqrt{f} \quad (5)$$

ahol C_{hiszt} , $C_{örv}$, $C_{jár}$ a telítési mágnesezettséghez tartozó együtthatók. A veszteségtényezők felosztásának helytállóságát kísérleti úton igazolták és bebizonyították, hogy az így kiválasztott

három skála statisztikailag független módon befolyásolja a mágneses veszteségeket [10,11]. Az egyes veszteségtényezők alakulását a frekvencia függvényében a 3. ábra szemlélteti.



3. ábra Mágnesezési ciklusonként elméleti veszteségi tényezők a frekvencia függvényében.

Az örvényáramú veszteséget kompozit, heterogén anyagszerkezetekben két csoportra tudjuk bontani. Az első a részecskék közötti ($W_{\text{örv}}^{\text{inter}}$), a második a részecskén belüli ($W_{\text{örv}}^{\text{intra}}$) örvényáramú veszteségre. Az előbbi akkor jön létre, ha a ferromágneses részecskék nincsenek egymástól elektromosan megfelelően elszigetelve. Ebben az esetben az áramút hasonlít a kvázi homogén anyag állapotára. Utóbbi esetben pedig az önálló szemcséken belül indukálódnak örvényáramok.

3.1.3 Hiszterézis veszteség

A hiszterézishurok egy váltakozó nagyságú H [A/m] gerjesztőtérbe helyezett minta mágneses indukcióban B [T] adott válaszáának grafikus leképezése. A hiszterézishurok területe megegyezik a teljes energiavesztéssel, amely egy mágnesezési ciklus során keletkezik egy térfogategységnyi anyagban. Ennek matematikai leírása a következő egyenlettel adható meg:

$$W_T = \oint H dB \quad (6)$$

Általában a teljes energiavesztést három komponens összegéből eredeztetik. A dinamikus veszteségek három részegysége a hiszterézis-, örvényáramú és járulékos veszteségek.

$$W_T = W_{\text{hiszt}} + W_{\text{örv}} + W_{\text{jár}}, \quad (7)$$

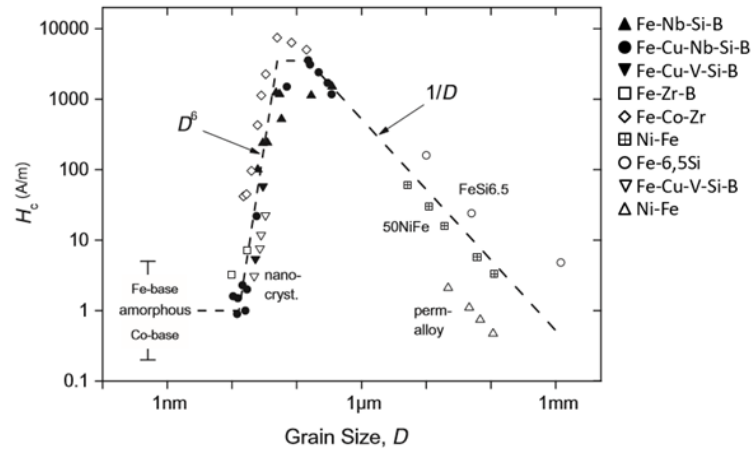
ahol W_{hiszt} a statikus, frekvenciafüggetlen hiszterézis jellegből adódó terület, $W_{\text{örv}}$ az örvényáramú veszteséget jelenti, mely a Maxwell-egyenletekből számítható, valamint a $W_{\text{jár}}$ a

doménfalmozgásból származó járulékos veszteségeket jelöli. Az anyagban fellépő teljesítmény disszipációt az egyenlet f/ρ hányadossal történő beszorzásával kapjuk meg, ahol f – a mágneses tér frekvenciáját, ρ – pedig az anyag sűrűségét jelöli.

Az egyenáramú veszteségek vizsgálata a mágnesezési folyamat ismeretén alapszik. Az egyenáramú disszipációs veszteségek az irreverzibilis doménfalmozgásokból és mágnesezési vektorok forgásából tevődnek össze. Amennyiben frekvenciafüggetlen mennyiségként tekintünk a hiszterézis veszteségre, akkor SMC-k esetén a Steinmetz törvénnyel [12] írható le a B_i telítési indukció és a W_{hiszt} közötti kapcsolat:

$$W_{hiszt} = K_{DC} B_i^x, \quad (8)$$

ahol K_{DC} és x anyagtulajdonságtól, anyagszerkezettől függő paraméterek. Az x paramétert szokás Steinmetz-együtthatónak is nevezni. A Rayleigh-törvényből [6] – amely a kis egyenáramú mágneses terekre alkalmazható – Taylor-sorba fejtéssel adódik a Steinmetz-együtthatója $x=3$ -ra minden ferromágneses vasalapú kompozitra [13]. Kollár és munkatársai azt tapasztalták, hogy a Steinmetz-törvény a $0,3 \text{ T} \leq B_i \leq 1,2 \text{ T}$ tartományban igaz, ahol a hiszterézishurok egyenes karakterisztikát mutat [13]. Ennek oka vélhetően a doménfal-áthelyeződésekből fakadó mágnesezettség dominanciája. Dias és munkatársai a szerves szigetelőkkel készült vasalapú kompozitok hiszterézis veszteségét tanulmányozták [14]. Rávilágítottak, hogy a fajlagos ellenállás – ami a szigetelőanyag-tartalommal és a fémes elem anyagválasztásával áll kapcsolatban – és a hiszterézis veszteség között fordított arány áll fent. A mágnesezési folyamat során keletkező veszteségeket további alcsoportokba tudjuk bontani. A hiszterézis veszteségek esetén például megkülönböztetünk kicsi és nagy indukciós veszteségeket vasalapú SMC-k esetében. A kis mágneses indukcióhoz tartozó disszipációs veszteségek az irreverzibilis doménfalmozgásból származnak. Ezzel szemben a nagy indukciójú veszteségek a mágnesezési vektor forgásából és a doménfalak összeomlásából és keletkezéséből adódnak össze [15,16]. A koercitív erő, mint kitüntetett érték is jelentős hatást gyakorol a hiszterézishurok által közrezárt terület nagyságára. A koercitív erő és a szemcseméret közti fordított arányú kapcsolatot M. Anhalt empirikus eredmények alapján bizonyította [17]. A H_c szignifikáns növekedést mutatott a szemcseméret csökkenésével, amit a kedvezőtlen felület-térfogat aránnyal, valamint a megnövekedett szemcsehatár kapcsolatok és hibák számával indokolt a szerző. A Herzer-diagram ad tájékoztatást néhány lágymágneses ötvözet esetében a szemcseméret és a koercitív erő kapcsolatára (lásd 4. ábra).



4. ábra Herzer-diagram: szemcseméret és koercitív erő kapcsolata néhány lágymágneses anyag esetében [18].

A koercitív erő és ezáltal a hiszterézis veszteség csökkentésére magas hőmérsékletű hőkezelést célszerű alkalmazni. Ennek célja a gyártás során keletkezett belső feszültségek és deformációk csökkentése, relaxációja.

3.1.4 Járulékos veszteségek

A járulékos veszteségek eredete a mozgó doménfalak körül indukálódott mikro-örvényáramokból származik. Ennek becslésére is számos analitikus formula létezik [19–22]. A megközelítés a Maxwell-egyenleteken és egy vagy több szabályosan vagy véletlenszerűen mozgó doménfal sebességének vizsgálatán alapul. A dinamikus mágnesezési folyamat során egy tömbi anyagban ébredő járulékos veszteségek becslésére statisztikai modellt állított fel Bertotti. A modell szerint a frekvencia növelésével lineárisan növekszik az adott térfogatban mozgatható doménfalak száma. A vizsgált keresztmetszetben egyidejűleg mozgatható doménfalak száma és az azok közti távolság kapcsolata pedig fordítottan viszonyul egymáshoz.

3.1.5 Mágneses permeabilitás

A legtöbb lágymágneses anyagtól elvárt egyik fizikai tulajdonság a nagy mágneses permeabilitás. Ez a tulajdonság kifejezetten alkalmas a lágymágneses kompozitok fizikai szempontból történő minősítésére, mivel közvetve két fő mágneses paraméterből származtatjuk [3].

$$\vec{B} = \mu_0 \mu_r \vec{H} \quad (9)$$

ahol μ_0 a vákuum permeabilitása ($4\pi \cdot 10^{-7}$ NAm²), μ_r pedig a relatív permeabilitás, amely egy dimenzió nélküli szám ($\mu_r = \mu / \mu_0$). Különböző meghatározások léteznek a mágneses permeabilitásra. Egyik ilyen a μ_{DC} , amely azt a mennyiséget fejezi ki, amely az egyenáramú H mágnesezőtér egysége által keltett B mágneses indukció hányadosa ad. Figyelembe véve, hogy

a \vec{B} és \vec{H} vektorok párhuzamosak, a továbbiakban skalármennyiségekről lesz szó. A permeabilitásra hatást gyakorol a doménfalak mozgásától kezdve a belső anyagi jellemzők (kémiai összetétel, mikroszerkezet, kristályorientáció, mechanikai igénybevételi állapot) és a környezeti hatások is (hőmérséklet, nyomás).

Az első mágnesezési görbe origóban vett határértéke a vasmag ún. μ_i - kezdeti permeabilitását adja meg. Lágymágneses anyagokra jellemző, hogy μ_i mindig kisebb, mint a nagyobb H mezőkben megfigyelhető permeabilitás. Ennek oka, hogy a mágnesezési görbe nem lineáris, így létezik egy maximális permeabilitás is, amely a $B=0$, $H=0$ és a mágnesezési görbe legnagyobb meredekségét adó pontot köti össze.

$$\mu_i = \lim_{B \rightarrow 0} (B/H) \quad (10)$$

A főként mérnöki alkalmazások esetében alkalmazott AC váltóáramnak kitett vasmagok tekintetében érdemes a komplex permeabilitás fogalmával is megismerkedni. A vasmagok energiaveszteség szempontjából történő minősítésére a komplex permeabilitás-spektrum vizsgálata az egyik legkézenfekvőbb megoldás. A maganyagot ebben az esetben egy $H(t) = H_0 e^{i\omega t}$ időben váltakozó gerjesztő térbe helyezzük, ahol ω a jel körfrekvenciáját jelöli. A gerjesztésre adott válasz (B) a fázisszöggel (δ) arányos csúszásban jelentkezik, amelyet a $B(t) = B_0 e^{i(\omega t - \delta)}$ módon fejezhetünk ki. Ezek ismeretében pedig a permeabilitás a következőképpen fejezhető ki [5]:

$$\mu' = \frac{B}{H} = \frac{B_0 e^{i(\omega t - \delta)}}{H_0 e^{i\omega t}} = \frac{B_0}{H_0} e^{-i\delta} = \frac{B_0}{H_0} \cos\delta - i \frac{B_0}{H_0} \sin\delta \quad (11)$$

$$\mu' = \frac{B_0}{H_0} \cos\delta \quad (12)$$

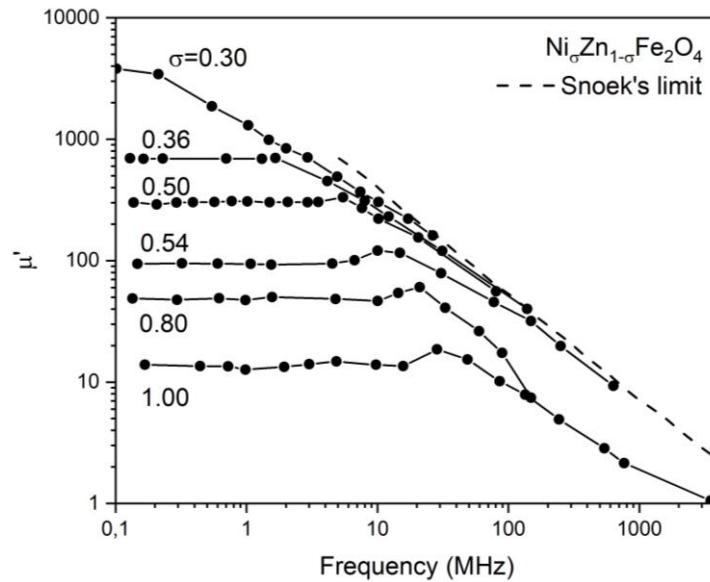
$$\mu'' = i \frac{B_0}{H_0} \sin\delta \quad (13)$$

$$\mu = \mu' - i\mu'' \quad (14)$$

A (11)-es egyenletben szereplő μ' – a permeabilitás valós, μ'' – pedig a permeabilitás képzetes részét jelölik.

Kezdeti permeabilitásnak nevezik a spektrum azon tartományát, amely esetén csak a doménfalak mozgása érvényesül. A rádiófrekvenciás gerjesztések frekvencia növelésével elérhető egy olyan pont, amelyen túl az anyag nem tud a gerjesztés fázisában mozogni és veszteségek lépnek fel. A μ' – permeabilitás valós része a frekvencia növekedésével csökken, míg a μ'' – képzetes rész egy széles rezonancia frekvencia tartományon megy keresztül. A

Snoek-limit a (15 egyenlet alapján meghatározó egy állandó DC permeabilitás és határfrekvencia szorzatot, amely állandó és lényegében korlátozza a nagyfrekvenciás alkalmazások esetében elérhető permeabilitás értékeket. Egy ilyen esetet szemléltet az 5. ábra a $\text{Ni}_\sigma\text{Zn}_{1-\sigma}\text{Fe}_2\text{O}_4$ kompozit esetében.



5. ábra $\text{Ni}_\sigma\text{Zn}_{1-\sigma}\text{Fe}_2\text{O}_4$ permeabilitásának valós része a frekvencia függvényében a nikkeltől különböző koncentrációk esetén [23].

$$\text{Snoek limit} = \mu_s \cdot f_{lim} \quad (15)$$

A különböző mágnesezési folyamatok (doménfalmozgás, mágneses spin rotáció) más és más időtényezővel, ún. relaxációs idővel (τ_r) rendelkeznek, amelyek hatással vannak a mágnesezési folyamat dinamikájára. A relaxációs idő az ún. relaxációs frekvencia ismeretében számítható ki: $\tau_r = 1/(2\pi f_r)$ [24]. Könnyű belátni tehát, hogy eléggé nagy frekvenciák esetén ezek a relaxációs idők nem fogják tudni lekövetni a külső gerjesztő tér váltakozását és bekövetkezik a mágneses permeabilitás diszperziója. Ez a pont akkor jön el, amikor a μ' kezdeti közel konstans értéke drasztikusan elkezd csökkenni és ezzel egyidőben a μ'' pedig nőni. Minden félbemaradt, felfüggesztett mágnesezési folyamat a permeabilitás csökkenéséhez vezet. Megfigyelhető továbbá, hogy a képzetes rész maximuma körülbelül a valós rész kezdeti értékének felére esik.

Egy anyag mágneses permeabilitását a külső tényezőkön (H , f) túl számos belső (intrinsic) tulajdonság befolyásolja. SMC anyagokra leszűkítve az anyag összetételétől (mágneses és szigetelő fázis), kitöltési tényezőtől, e fázisok fizikai kapcsolatának, határfelületeinek milyenségétől, a szemcsemérettől, szemcsék orientációjától és a

hőmérséklettől. A permeabilitás növelésére az SMC anyagok esetében folyamatos fejlesztések zajlanak [25–28]. Alacsonyabb üzemelési frekvenciák esetén kis fajlagos elektromos ellenállású anyagokat alkalmaznak, míg a magasabb tartományban a nagyobb ellenállású anyagokat, hogy csökkentsék az indukálódó örvényáramok mennyiségét. A permeabilitást nagymértékben befolyásolja a mátrixanyag is, amely lehet szerves (epoxik, akrilok, poliészterek, poliuretánok) vagy szervetlen (oxidok, foszfátok, szulfátok) anyag. Ezek a részek gátolják a hosszú áramutak kialakulását, amely szintén az örvényáramú veszteségek minimalizálását szolgálja, ugyanakkor mágneses hézagokat képeznek az anyagban és csökkentik a kompozit telítési mágnesezettségét is. Ebből kifolyólag a szigetelő részarány minimalizálására kell törekedni minden esetben. A szervetlen szigetelők esetében egy lehetséges alternatíva a ferritek alkalmazása, amelyek elektromosan jól szigetelnek, ugyanakkor mágnesesek is, javítva ezáltal a mágneses teljesítményét a magnak. Leggyakrabban alkalmazott ferrit szigetelők a Mn-Zn [29,30] és Ni-Zn [31,32] ferritek. Az SMC-k tekintetében a leggyakrabban alkalmazott ötvözet típusok továbbra is a vasalapúak. Ennek egyik oka a vas nagy telítési mágnesezettsége, a másik pedig az alacsony alapanyagköltség.

Szemcseméretre vonatkozóan alapvetően elmondható, hogy a nagyobb átlagos átmérő esetén kevesebb mágneses hézag, légrés lesz a szerkezetben, ami nagyobb permeabilitást predesztinál. Ezt a feltételezést az elmúlt évtizedekben több anyagkombináció esetében kísérletekkel is bizonyították [33–36]. Szemcsék érintkezése és határfelületi állapota is jelentős mértékben befolyásolja a permeabilitást. Mazaleyrat és munkatársai dolgoztak ki elsőként a tér mindhárom dimenzióját figyelembe vevő modellt, amellyel orientált lemezekből álló minta permeabilitását tudták megbecsülni nagy pontossággal [37]. Cry és munkatársai is kidolgoztak egy formulát, amely valós mikroszkópos vizsgálatok alapján determinált egy mikroszerkezeti struktúrát és ezt hozza összefüggésbe az ekvivalens homogén anyag makroszkopikus mágnesezettségével. Ez a modell már figyelembe veszi a ferromágneses szemcsék méreteloszlását és alakizotropiáját, a szigetelő inhomogenitását és a kompozit szerkezet porozitását [38]. Ito és munkatársai pedig a korábbi valós képek alapján alkotott részecskemodellről függetlenül determinált egy mágneses áramköri modellt, amely az SMC szerkezetben periodikusan ismétlődő egységcellákat feltételez [39]. Mindegyik modell kimutatta a szemcsék közti mágneses kapcsolatok jelentős hatását a makroszkopikus permeabilitásra.

A lágymágneses kompozit makroszkopikus mágneses tulajdonságaira a fázisarány is jelentős hatást gyakorol [40,41]. Sokesetben ezen tulajdonságokat épp a fázisarány pontos

beállításával szabályozzák. A permeabilitás maximalizálása érdekében a mátrixanyag minimalizálására törekednek a legtöbb esetben. A kevés mátrixanyag nagy képlékenységet és préselési erőt feltételez annak érdekében, hogy egy tömör, kis porozitású mintát kapjunk. Különböző kenőanyagok alkalmazása révén csökkenthető a belső valamint a szemcsék és a szerszám fala közti súrlódás. A szerszám előfűtése, valamint nyomás alatt történő mátrixanyag térhálósítás is pozitívan befolyásolhatja a mágneses tulajdonságokat. A gyártás során bevitt belső feszültségek relaxációja érdekében alacsony hőmérsékletű hőkezelést szoktak alkalmazni.

A vasalapú lágymágneses kompozitok a MHz-es tartományban mágneses rezonanciát mutatnak, amelyet a ferromágneses rezonancia és az anizotrópia diszperzió okoz. A kompaktálás során alkalmazott erő növelése, valamint a szigetelőanyag koncentrációjának csökkentése a rezonanciafrekvencia csökkenéséhez vezet [41]. Ezzel egyidőben a permeabilitás valós része is növekszik, ami a Snoek összefüggéssel magyarázható [42].

$$(\mu_s - 1)f_r = \frac{4}{3}\gamma M_s \quad (16)$$

ahol f_r - a rezonanciafrekvencia (vagy működésifrekvencia), γ - a giromágneses arány, M_s - a telítési mágneszettség.

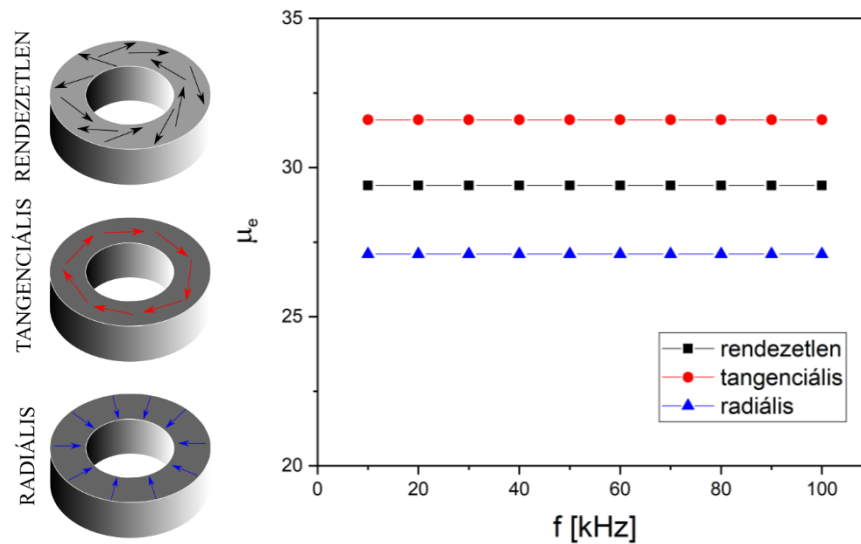
Az effektív mágneses permeabilitásra az összetevők keverési arányából következtethetünk, amelyre vonatkozóan számos irodalmi ajánlást találhatunk. Ezek közül a Maxwell-Garnett és a Burggeman képletek a legismertebbek [43].

$$\text{Maxwell - Garnett} \quad \mu_{eff} = \mu_1 + \frac{\xi \mu_1 (\mu_2 - \mu_1)}{\mu_1 + N(1 - \xi)(\mu_2 - \mu_1)} \quad (17)$$

$$\text{Burggeman} \quad (1 - \xi) \frac{\mu_1 - \mu_{eff}}{\mu_1 + \mu_{eff}} + \xi \frac{\mu_2 - \mu_{eff}}{\mu_2 + \mu_{eff}} = 0 \quad (18)$$

ahol μ_1 - a szigetelő, μ_2 - a ferromágneses anyag, μ_{eff} - az effektív permeabilitását jelöli, ξ - a kitöltési tényező, N - lemágnesezési tényező (amely gömb esetén $N=1/3$).

Permeabilitást befolyásoló belső tulajdonság a szemcseorientáció is. Nagymértékben függ a befektetett energia hasznosulása attól, hogy a gerjesztőtérhez képest milyen elrendeződést mutatnak a mágnesezhető szemcsék, szigetelők. Ez elsősorban a gömbszerű morfológiától eltérő porok esetén számottevő. Ezekben az esetekben ugyanis jelentősen eltérhet a lemágnesezési tényező a különböző irányokban. Számos kutatás foglalkozott a rendezett és rendezetlen szerkezet közti mágneses tulajdonságok kimutatásán [44–47]. Egy ilyen kutatási eredményt mutat be az 6. ábra.



6. ábra $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ amorf porból készült vasmagok effektív permeabilitásának frekvenciafüggése [47].

A szimulációs és mérési eredmények is azt igazolták, hogy a rendezett szemcseszerkezet növeli az effektív permeabilitás értékét. Ennek oka, hogy az orientálódott szemcsék könnyű mágnesezési iránya párhuzamos a külső gerjesztőtér irányvektorával, ezáltal kevesebb belső zavaró mágneses tér indukálódik a szemcsék körül. Zheng és munkatársai amorf lemezekből készült vasmagok effektív permeabilitásra gyakorolt hatását vizsgálták három különböző orientáció esetén. A gerjesztőtér irányában orientálódott szemcsék esetében (tangenciális) jelentős javulást, míg a külső térre merőlegesen beállított amorf lemezek esetében (radiális) jelentős romlást tapasztaltak a permeabilitásban.

Az utolsó peremfeltétel a hőmérséklet, amelynek a permeabilitásra gyakorolt hatását meg kell említeni. Figyelembe kell venni, hogy a gyártási és üzemelési körülmények között fellépő hőmérsékletnövekedés is befolyásolja a tulajdonságokat. Kutatások kimutatták, hogy a hőmérséklet kismértékben befolyásolja a mágneses momentumok dinamikus tulajdonságait, amely a relaxációs időeloszlás kiszélesedésében nyilvánul meg. Ennek hatását általában a belső feszültségek relaxációja és a mágneses anizotrópia hatására emelt hőmérsékleten bekövetkező szerkezeti változások okozzák [41,48].

3.1.6 Mágneses permeabilitás mérés technikai módszerei

A lágymágneses kompozitok komplex permeabilitás-spektrumának mérésére kétfajta mérés technikai módszert különböztetünk meg. Az első és általam is használt eljárás az impedancia spektroszkópia, a második pedig egy ún. fluxusmetriai eljárás.

Az impedancia spektroszkópiát gyűrű alakú próbatestek komplex impedanciájának meghatározására használják [24,49]. A mérési elrendezés során a toroid alakú mintára egy huzalt tekerünk fel a váltakozó mágneses tér alkalmazása érdekében. A mérés elvi háttere, hogy egy szinuszos (feszültség, áramgenerátoros) gerjesztőjelet hajtunk át egy tekercsen, amelyben a fizikai minta jelmódosulást okoz. A változást két paraméterrel, az amplitúdó változásával és a fáziseltolódással definiálhatjuk. A gerjesztőjel változásának komplex formában történő felírása egyszerűbb matematikai levezetést és könnyebb kifejezéseket eredményez. Az áram és feszültség komplex amplitúdóit használva a következőképpen írhatjuk fel az impedancia amplitúdóját:

$$\bar{Z} = \frac{\bar{U}}{\bar{I}} \quad (19)$$

, ahol \bar{Z} – a komplex impedancia amplitúdóját, \bar{U} – a komplex feszültség amplitúdóját, \bar{I} – a komplex áram amplitúdóját jelöli.

A bemenő és kimenő jel közti fáziseltolást, valamint az anyagon mérhető impedancia fázisát a következőképpen határozhatjuk meg:

$$\varphi_Z = \varphi_U - \varphi_I, \quad (20)$$

ahol φ_Z – az impedancia fázisa, φ_U – a mért feszültség fázisa, φ_I – pedig az áram fázisa.

A mag komplex impedanciáját induktivitások és ellenállások ekvivalens soros áramkörének tekintjük, a komplex permeabilitás komponenseit pedig az ekvivalens soros áramkör alapján az alábbi összefüggésekből számítjuk:

$$\mu' = \frac{L_s}{L_0} \quad (21)$$

$$\mu'' = \frac{R_s - R_{DC}}{\omega L_0}, \quad (22)$$

ahol ω az áramkörre vonatkozó körfrekvencia, L_s – az egyenértékű induktivitás R_s – a toroid mag ekvivalens ellenállása, R_{DC} – a tekercs egyenáramú ellenállása, L_0 – pedig a tekercs ellenállása. Utóbbi meghatározható egy négyszög keresztmetszetű minta jellemző méreteiből és a tekercs menetszámából az alábbi módon:

$$L_0 = \frac{\mu_0}{2\pi} N^2 h \ln\left(\frac{D}{d}\right), \quad (23)$$

ahol N – a tekercselés menetszáma, h – a toroid vastagsága, D – a minta külső, d – pedig a belső átmérőjét jelöli.

A komplex permeabilitás-spektrum másik lehetséges meghatározási módját Fiorillo dolgozta ki, amely a hiszterézis hurkok mérésén alapul egy meghatározott csúcsindukciónál, amelynél az anyag kvázi elliptikus karakterisztikát mutat [50]. Ebben az esetben az alábbi egyenletekbe az adott hiszterézis-hurokhoz a megfelelő értékeket behelyettesítve kapjuk meg a komplex permeabilitás értékeit:

$$W_T(B_s, f) = \pi B_0^2 \frac{\mu''(B_s, f)}{|\mu(B_s, f)|^2}, \quad (24)$$

ahol W_T – az egységnyi térfogatra vetített teljes fajlagos energiaveszteség egy mágnesezési ciklusban, B_s – pedig a telítési indukció.

$$|\mu(B_s, f)| = \sqrt{\mu'^2(B_s, f) + \mu''^2(B_s, f)} = \frac{B_s}{H_s}, \quad (25)$$

ahol $|\mu(B_s, f)|$ – a komplex permeabilitás moduluszát, H_s – pedig a gerjesztőtér maximumát jelöli. A komplex permeabilitás valós és képzetes része a következő képletek alapján számítható:

$$\mu' = \sqrt{\left(\frac{B_s}{H_s}\right)^2 - \mu''^2} \quad (26)$$

$$\mu'' = \frac{W_T}{\pi H_s^2} \quad (27)$$

3.2 Gyártástechnológiák

3.2.1 Fémpor előállítási technológiák

Számos por előállítási technológia létezik, mivel szinte minden szilárd halmazállapotban előforduló anyag előállítható por formában is. Jelen fejezetben csak a fémporok és néhány karbid, illetve oxid szintézisét részletezem. Megannyi technológiai megoldás létezik porok tömeges mennyiségben történő, minőségi előállítására. A porszemcsék fizikai és kémiai tulajdonságainak megértéséhez fontos ismernünk a különböző gyártástechnológiai eljárásokat is [51,52]. Sok esetben a porkohászati úton történő gyártás termelékenyebb, költséghatékonyabb, mint például az öntés vagy kovácsolás. Ez csak abban az esetben lehetséges, ha az alapanyagelőállítás is gazdaságosan megvalósítható. Egy tömbi anyag elporításához vagyis a fajlagos felületének rendkívüli mértékben történő

megnöveléséhez sok energia befektetésére van szükség. Ezért fontos a különféle gyártástechnológiák pontos ismerete. Négy alcsoportot különböztetünk meg:

- Mechanikai
- Fizikai – mechanikai
- Kémiai
- Fizikai – kémiai

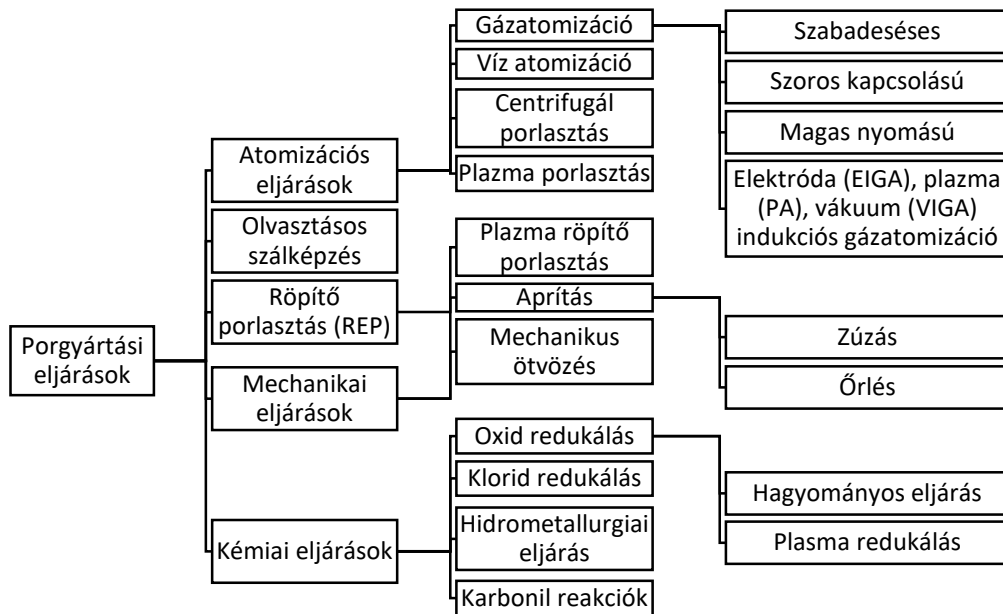
A mechanikai porítás esetén az aprózódást leszámítva az anyagunk kémiai és fizikai tulajdonságai nem változnak meg. Jellemzően valamilyen zúzó, aprító malmot használnak ezen eljárások során.

A fizikai – mechanikai eljárások esetében az anyagnak csak a kémiai tulajdonságai állandósultak, a fizikai tulajdonságai átmenetileg vagy tartósan módosulhatnak. Ide sorolhatók például az atomizációs elven működő eljárások, amikor is az alapötvegetet megolvastják és valamilyen közeg vagy energiabehatás segítségével apró cseppekre szakítják, majd lehűtik azt.

A kémiai eljárások során már az alapanyag összetétele is módosul. Ilyen eljárás például a kolloid oldat készítése a fémoxidok redukálásához.

Az utolsó osztályba pedig a fizikai – kémiai eljárásokat soroljuk, ahol az alapanyag mindkét csoportba tartozó tulajdonságai megváltoznak. Ezen eljárások közül a legismertebb az elektrolízis révén történő porleválasztás.

A gyártástechnológiai eljárásokat két részben tárgyalom, mivel más eljárások vonatkoznak a mikrométeres és a nanométeres mérettartományba eső szemcsék előállítására. A porgyártási eljárások egy lehetséges gyártástechnológiai csoportosítás mutatja be a 7. ábra.



7. ábra Porgyártási eljárások rendszerezése [52,53].

A következő fejezetben bemutatásra kerülő technikák a mikronos vagy a feletti mérettartományba eső porok gyártástechnológiáit mutatja be. A nanométeres porszemcsék gyártását dolgozatomban nem taglalom.

o Mechanikai porgyártási eljárások

Két fő típusát különböztetjük meg, az aprítást és az őrlést. Mindkét esetben a kiindulási anyag elaprózódása megy végbe a kémiai összetétel és a fázisszerkezet átalakulása nélkül. Aprításról akkor beszélünk, ha a folyamat végén még a milliméteres tartományba eső darabokat kapunk, őrlésről pedig, ha ez alatti szemcseméretet kapunk. Ez az egyik legrégebbi eljárás, amelyet már az ókor embere is használt. Jellemzően rideg anyagok, kerámiák, bizonyos fémek, ötvözetek, intermetallikus vegyületek aprítására szolgál. Az alapanyagot egy tégelybe helyezve, azzal valamilyen módon kinetikus energiát közlünk, amelynek hatására a kristályrácsban először repedések, majd törések mennek végbe, ezáltal kialakítva újabb felületeket. Malmokban az energiaközlésre általában valamilyen keményfém golyót használnak, míg az attritorokban erre egy speciális kialakítású rudat. A kinetikus energia lehet nyomó, nyíró, ütő vagy koptató jellegű. A technológiának méretkorlátjai vannak. Jellemzően néhány száz nanométeres szemcseméretig alkalmazható. Ez alatt olyan energiabevitelre van szükség, amely már nem a szemcsék kifáradását, képlékeny alakváltozását és repedésterjedését szolgálják, hanem a szemcsék összehegedését. Így tehát egy ponton szemcseméret növekedéssel találkozhatunk. A módszer gazdaságosan alkalmazható a milliméteres

tartományban, ez alatt célszerű nagy energiájú golyósmalmokat használni. A mechanikai úton előállított porok morfológiája durva, szabálytalan. Nagymértékben függ az alapanyag fizikai tulajdonságaitól. Egy rideg anyag éles felületekkel határolt szemcséket, míg egy szívósabb anyag elkent élű, amorf, szabálytalan részecskéket eredményez. A mechanikus aprításról általánosságban elmondható, hogy nagyon kis hatásfokú eljárás. A bevitt energia nagyon nagy százaléka disszipálódik hőként. Az oxidáció elkerülése végett szokás inertgáz alatt őrölni. A gép kialakításától függően akár közepes mennyiségű (néhány kg) por is előállítható vele egyidejűleg. Nagyenergiájú őrlések révén lehetséges a mechanikai ötvözés megvalósítása is. Ilyenkor a homogén fém mátrixba egyenletesen próbálunk meg bevinni további alkotóelemeket, ötvözőket. Nagyenergiájú őrléssel előállíthatók amorf, metastabil anyagok vagy akár fém-kerámia nanokompozit rendszerek is [54,55].

- Fizikai – mechanikai módszerek

Mai napig a legjelentősebb porgyártási eljárások a fizikai-mechanikai módszerek, melynek során a kémiai összetétel változatlan marad. Ebbe a kategóriába tartoznak az olvadékporlasztásos vagy másnéven atomizációs eljárások. Ezen eljárások közös tulajdonsága, hogy a porlasztandó anyagot olvadt állapotba hozva valamilyen fluidum segítségével dezintegrálják. A mikronos mérettartományba eső porok előállítására leggyakrabban alkalmazott módszer. Ennek oka, hogy a folyamatparaméterek révén jól szabályozhatók a por fizikai és kémiai tulajdonságai továbbá, hogy nagy hatásfokkal, magas kihozatalra képesek ezek a technológiák.

- Fizikai – kémiai módszerek

A legjelentősebb módszer ebben a kategóriában az elektrolízis. Minden olyan fém leválasztható elektrolízissel, amelynek kicsi a reakcióképessége az oxigénnel. Az eljárás során elektrolitba vagy sóoldatban merített anód és katód párt kötünk egyenáramú tápfeszültségre. Az anód olyan fémből kell, hogy készüljön, mint az elektrolitban jelen lévő ionok. A polarizációs feszültség elérésénél indul el a leválasztási folyamat, vagyis az anódon (+) az elektronegatív elemek oxidációja (elektronleadása) zajlik, míg a katódon (-) az elektropozitív elemek redukciója. Tehát a folyamat végén a hasznos alkotók a katódon levált szemcsék, tömbök lesznek. Bizonyos esetekben az elektrolízist követően egy plusz őrlési lépést is be kell iktatni a megfelelő szemcseméret elérése érdekében. Az elektrolitos folyamatok egészen alacsony, szobahőmérséklethez közeli állapotban is lezajlanak, szemben a sóoldatos folyamatokkal, melyek csak néhány száz °C-on reakcióképesek. A folyamat előnye a nagy tisztaságú por előállítása, jó alakíthatóság, préselhetőség, amelyek nagy szilárdságú szinterelt terméket eredményeznek. Az elektrolízissel gyártott porok közös tulajdonsága, hogy porózus

vagy dendrites szemcsealak jellemzi. Ennek hátránya, hogy a szemcsékben maradt elektrolit eltávolítása plusz mosási folyamatot igényel. Ezen kívül néha szükség van további őrlési folyamatra is. A kémiai folyamat elektromos energiaigénye jelentős, így relevanciája csak a nagy tisztaságú elemi porok előállításánál van.

3.2.2 Porkohászat

A porkohászati gyártástechnológiát már az ókori inkák is ismerték és alkalmazták nemesfém ékszerek előállítása céljából, ám tömegtermelési céllal csak a 19. században jelent meg [56]. A porkohászat egy olyan gyártástechnológiai eljárás, melynek során fémporból állítanak elő fél- vagy készterméket nagy méretpontossággal. Nagy előnye, hogy olyan ötvözetek és anyagpárok (pl.: fémes és nem fémes) felhasználására is alkalmas, amelyek egyéb gyártástechnológiai eljárásokkal nem feldolgozhatók. Jellemzően két fő lépésből tevődik össze a folyamat: (I) fémpor hidegen történő sajtolása, majd (II) az ezt követő szinterelő hőkezelés, melynek során az anyag zsugorodik, ezáltal csökken a termék porozitása és javulnak a mechanikai tulajdonságai. Az alapanyag tulajdonságai minden gyártástechnológiai folyamat esetén hatással vannak a késztermék tulajdonságaira. Ezért tehát fontos megvizsgálunk bizonyos kémiai, fizikai és technológiai tulajdonságokat, mielőtt az adott összetételű port felhasználnánk porkohászati gyártáshoz.

Kémiai tulajdonságok

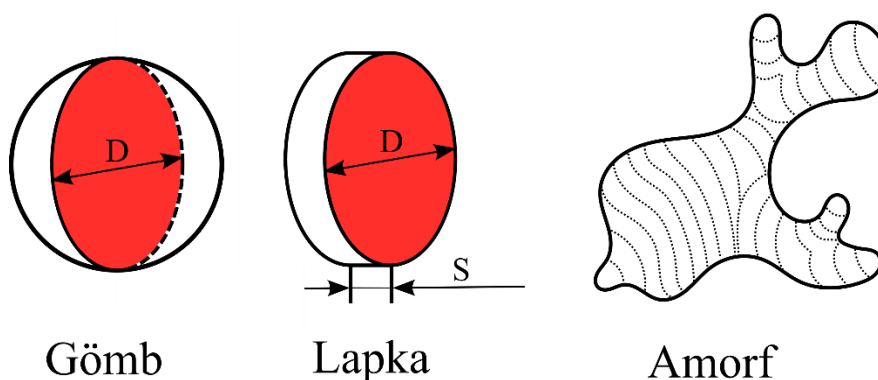
Az első csoportba tartoznak a kémiai tulajdonságokkal kapcsolatos jellemzők vizsgálata. A kémiai összetétel ellenőrzése egy rendkívül sarkalatos pont, mivel minden további kémiai tulajdonságot ez határoz meg. A por anyagösszetétele függ a kiindulási anyagok tisztaságától, az alkalmazott por előállítási technológiájától, az alkatrész gyártástechnológiájától és egyéb utókezelésektől. A nagy fajlagos felületű porok különösen érzékenyek a szennyeződésekre, így tehát a szemcseméret csökkenésével egyre szigorúbb gyártási előírásokat kell előírni. A szennyeződések megkötése történhet abszorpcióval vagy kemisorpcióval. A porok esetében a morfológiai tulajdonságokból adódóan a felületek általában szennyezettebbek, mint a belső tömbi részek. Leggyakoribb szennyező a felületi oxidációért felelős O_2 . A legtöbb esetben ennek káros hatásai mutatkoznak meg, például a préselhetőségi tulajdonságok romlásában, a gyors szerszámkopásban vagy a késztermék rossz mechanikai tulajdonságaiban. Bizonyos esetekben viszont előnyeit is kiaknázhathatjuk az oxidációs hajlamnak, ezáltal létrehozva a préselt struktúrában egy szigetelőréteget a szemcsehatárok mentén [57]. A kémiai összetétel pontos elemzésére különféle hevítésen vagy oldáson alapuló módszert szoktak használni. Ezen felül természetesen mikroszkópos, pl.

energiadiszperzív spektroszkópiával is meghatározható kis hibával az adott porszemcse anyagösszetétele. Érdekes ilyen esetekben külön vizsgálni a porszemcse felületi és metszeti képe esetén mért összetételeket. A kémiai tulajdonságok közé soroljuk a fémporok piroforos sajátosságait is. A levegőn történő öngyulladás a fém kémiai aktivitása, diszperziós foka, a szemcse mérete, alakja, felületének tisztasága is befolyásolja. A porok többsége nem piroforos, főként a nagyobb (néhány μm -es) mérettartományban, de például a nagy tisztaságú, finom szemcseméretű Fe, Co, W és Zr hajlamos az öngyulladásra. Ezekben az esetekben a légköri atmoszférában történő alkalmazás előtt passzíválni kell a porszemcsék felületét vagy szigorú előírásoknak megfelelő inert atmoszférás környezetet kell biztosítani. A fémporok toxicitása is a kémiai tulajdonságok közé sorolható. Kivétel nélkül mindegyik fémpor toxikus, ezek mértékében van csak különbség.

Fizikai tulajdonságok

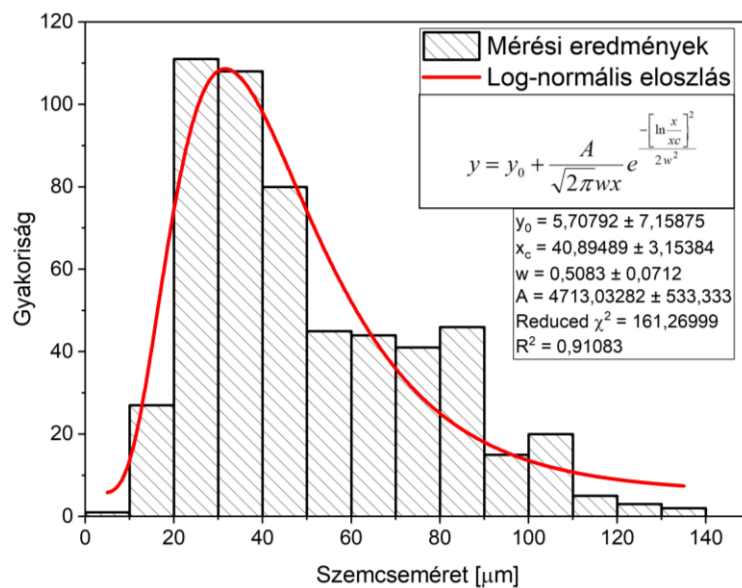
Ebbe a csoportba tartozik a szemcseméret, ennek eloszlása, a fajlagos felület, a morfológia, a sűrűség valamint a mikrokeménység vizsgálata.

A szemcseméret egy kiemelten fontos tulajdonság a por alapanyagból dolgozó gyártástechnológiák esetében. A fémporok jelentős többségében az 1 μm és a néhány száz μm -es tartományba esnek. Ez a tartomány jól kezelhető, deformációra hajlamos még, nem jellemző rájuk a piroforikus tulajdonság. Az ASTM B214-07 szabvány vonatkozik a fémporok száraz szitálásos szegmentálására 45 – 850 μm -es tartományban. A 45 μm -es mérettartomány alatt már csak az ún. nedves szitálásos eljárás hatásos. Ennek alsó méretkorlátja kb. 5 μm -ig terjed. A részecskék morfológiája az előállítási módjuktól erősen függő tulajdonság. A közel ideális gömbtől, a lemezesen vagy pikkelyesen át, a teljesen szabálytalan alakig, minden előfordulhat (lásd 8. ábra). Éppen ezért a szemcsék méretének definiálása egy rendkívül összetett és bonyolult feladat.



8. ábra Szemcseméret definiálása során előforduló lehetséges morfológiák.

A gyakorlatban egy gyártási egységből származó, szitálással szegmentált porminta szemcseméret eloszlását szokás megadni, amely statisztikailag jól reprezentálja az egész por mennyiséget. Az eredmények szemléltetése grafikus ábrázolás útján történik. A 9. ábra egy saját mérési eredményeken alapuló, tiszta vasporra vonatkozó szemcseméret vizsgálat adatainak gyakorisági eloszlását mutatja. Szokás még a kumulatív eloszlásértékeket ábrázolni, de többségében a gyakorisági eloszlást alkalmazzák a porgyártók is. A szemcseméret eloszlás meghatározásához egy kombinált szitaanalízis – mikroszkópos vizsgálat kettősét alkalmaztam. A szitaanalízis előnye, hogy nem igényel bonyolult és drága berendezést, gyors eljárás. Hátránya, hogy a szita szemnagyságában nagy szórás lehet, nem gömbszerű szemcsék esetén jelentős mérési hiba tapasztalható, nem megfelelően megválasztott pormennyiség, szitálási időtartam és rázási frekvencia esetén szintén torz eredményt kaphatunk. Pásztázó elektronmikroszkópos mérésekkel ellenőrizni tudtam az adott frakció méretét és a porminta morfológiáját.



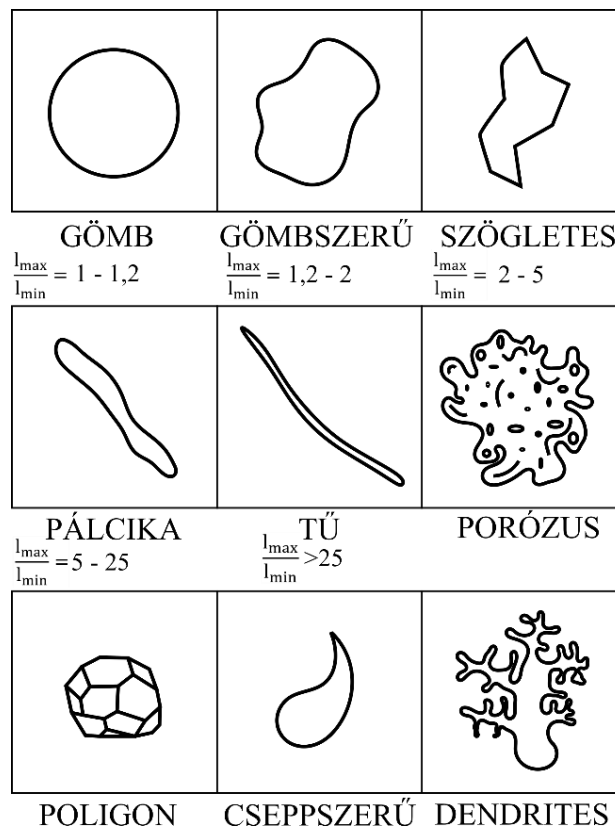
9. ábra Gázatomizált tiszta vaspor szemcseméret eloszlása.

Az esetek döntő többségében gázatomizált porokkal dolgoztam, amelyekre jellemző a gömbszerű geometria, így a szitaanalízis ideálisnak bizonyult az eloszlás vizsgálatához.

A porminta fajlagos felülete a következő fontos fizikai tulajdonság, amelyről mindenféleképpen szót kell ejteni. A fajlagos felület nagysága a felületi energia növekedése révén rendkívül gyors oxidációt eredményezhet, amely a piroforos tulajdonságot okozza, de előnyös is lehet a porminta szinterelésekor, ahol gyors hegedést és szemcseméret növekedést eredményez. A fajlagos felület a porszemcse jellemző méretének négyzetével arányos.

Mértékegysége $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, amely nanométeres tartományba eső porok esetén akár $100 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ is lehet.

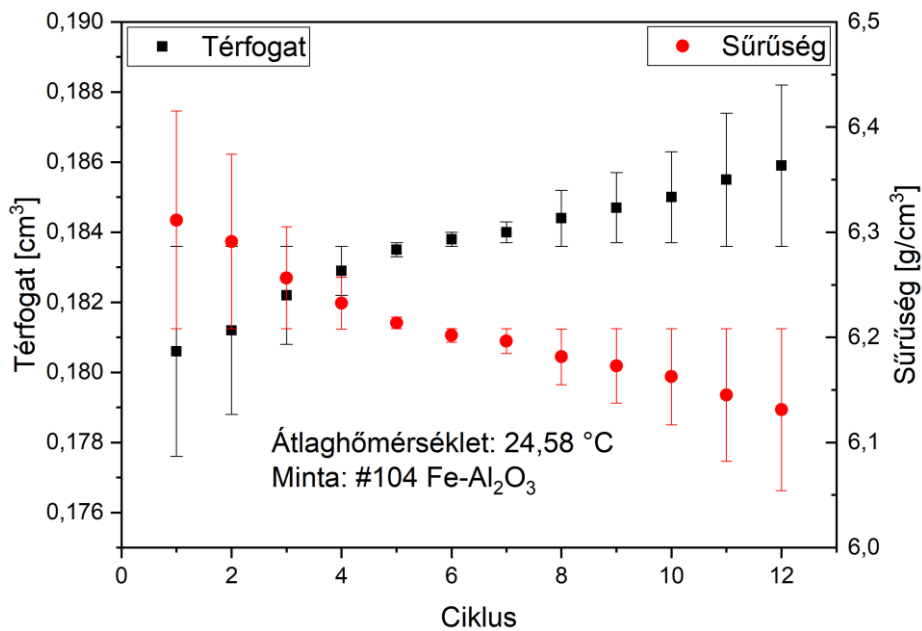
A szemcsealak vagy morfológia szintén egy kiemelt fontosságú fizikai tulajdonsága a portechnológiákban használt alapanyagoknak. A szemcsék alakját elsősorban azok előállítási technológiája határozza meg. Léteznek különféle módszerek a felületük, alakjuk utólagos kezelésére, de ezek igen költséges és időigényes plusz lépések. A gyártás során alkalmazott hőmérsékleti és áramlási viszonyok, mechanikai hatások, hűtési sebességek mind-mind befolyásolják a szemcsék alakját. A legkisebb felülettel rendelkező szemcsék a közel gömbszerűek, míg a nagy fajlagos felületű, tagolt, lemezes szemcsék jó mechanikai tulajdonságot eredményeznek a préstermékeknek. A szemcsék leírására általánosan alkalmazott mérőszám az ún. „aspect ratio” vagyis a szemcse legnagyobb és legkisebb lineáris méretének aránya. Néhány jellemző szemcseformát mutat be a 10. ábra Jellemző szemcseformák és azok megnevezései



10. ábra Jellemző szemcseformák és azok megnevezései

Az anyagok sűrűsége szintén a fizikai tulajdonságok csoportjába sorolandó tulajdonság. Porok esetében az alapanyagformában valamint a porózus szerkezeti fázisban mért sűrűségértékekben eltérést tapasztalhatunk, ezért többféle sűrűségértéket különböztetünk meg.

Létezik elméleti, tömörítetlen valamint rázott sűrűségérték. Esetemben a piknométeres sűrűségmérési módszert alkalmaztam a minták méréséhez. A mérés elméleti háttere igen egyszerű, egyrészt mérjük a mintánk tömegét, másrészt pedig a kalibrálóedényt üres és mintával töltött állapota közti gáz térfogatának különbségét. A gáz, amellyel az edényt feltöltöttem hélium volt. A piknométeres mérés a belső zárt porozitásokat nem tudja figyelembe venni, így az elméleti sűrűségnél nagyobb értéket kaphatunk. Egy piknométeres mérésből származó saját adatok alapján elkészített eloszlás diagramot mutat be a 11. ábra.



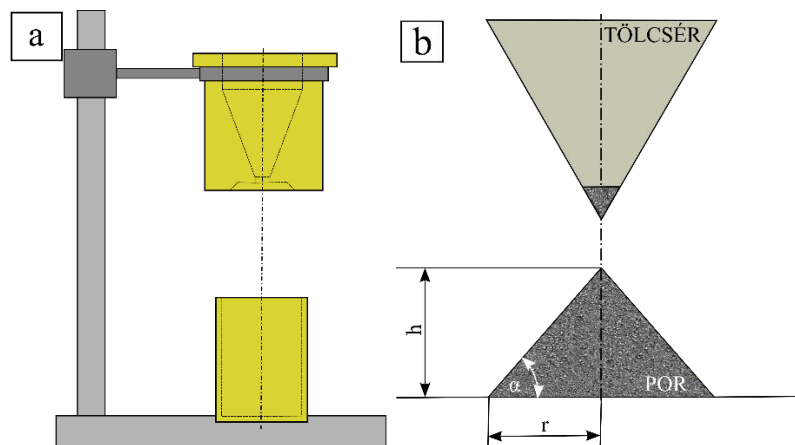
11. ábra Fe-Al₂O₃ préselt kompozit toroid minta sűrűségmérési eredménye.

A mikrokeménység a porok alapanyagvizsgálatának szerves és elengedhetetlen részét képezi. A mikrokeménységből következtethetünk az alapanyag préselés során tapasztalható alakváltozó képességére, ami a préselhetőséget nagymértékben meghatározza. A mikrokeménységből becsülhető meg előzetesen számos technológiai paraméter is (présgép teljesítmény, tömörödés mértéke, késztermék szilárdsága... stb.).

Technológiai tulajdonság

A megfelelő kémiai és fizikai tulajdonságokkal rendelkező alapanyagok nem minden esetben alkalmasak porkohászati célú felhasználásra. Léteznek bizonyos technológiai tulajdonságok, melyek megfelelése híján a por a folyamat végén nem fog összetapadni, nem alakul ki semmiféle szerkezeti integritás. Ilyen a préselhetőség és az azt befolyásoló fizikai paraméterek, amelyekről az előző fejezetben röviden utalást tettem. A technológiai paraméterek

közül a folyóképesség fontosságát szeretném most kiemelni. Mindkét általam alkalmazott gyártástechnológia (porkohászati, 3D lézerszinterelés) esetében alapvető fontosságú tulajdonságról beszélünk. Présszerszámok gyors, egyenletes megtöltéséhez elengedhetetlen tulajdonságról beszélünk. Fém 3D nyomtatás esetében a folyóképesség a porterítési folyamat során szavatolja az egyenletes rétegben történő terítést. Nem megfelelő folyóképességű por a présszerszámot nem tölti ki egyenletesen, ennek következtében üreges, hiányos lesz a késztermék, esetleg nem épül fel a megfelelő nyomás és nem áll össze a betöltött por. 3D nyomtatás során a nem megfelelő folyóképességű alapanyag esetén foltos, egyenetlen réteget terít ki a porterítő, drasztikusabb esetben akár az alsóbb rétegekből is képes eltolni az anyagot, így gödröket, lyukakat létrehozva a munkatéren belül. Ez a nyomtatási folyamat előrehaladtával anyaghányhoz vezethet. A folyóképesség mérésére az ún. Hall-áramlásmérő berendezést szokás használni (lásd 12. ábra). A mérés pontos menetét az MSZ EN ISO 4490:2018 szabvány rögzíti.



12. ábra Hall-áramlásmérő berendezés (a) és rézsűszög mérési módszerének (b) sematikus ábrája

A folyóképességet a morfológia, a kémiai összetétel, a fajlagos felület valamint a felületi érdesség befolyásolja elsősorban. A fajlagos felület és a felületi érdesség növekedése is kisebb folyóképességet eredményez. A felületi érdeségből és fajlagos felületből adódó súrlódási indexre vonatkozóan kapunk információt az úgynevezett nyugalmi vagy rézsűszögből, amely a por egy kupacba történő kiöntésekor keletkezik.

$$\mu = \operatorname{tg} \alpha = \frac{h}{r}, \quad (28)$$

ahol μ - a súrlódási tényező, α – a nyugalmi szög, h – a porkupac magassága, r – pedig a kupac alapkörének sugara.

A préselhetőségi tulajdonságok minősítésére a szakemberek bevezettek egy tömörödési koefficiens, amely egy szabványosított mérés eredményéből számítható ki. Általában valamilyen hengeres vagy hasáb alakú szerszámba, meghatározott mennyiségű port töltenek, amelynek ismert a kiindulási térfogata vagy sűrűsége, majd ezt egy előre definiált nyomással kompaktálják. Az így kapott térfogatból kiszámítható a préselt termék sűrűsége, ezt nyers sűrűségnek szokás hívni és az angol „green density” kifejezésből származik. A tömörödési koefficiens – C_T – az alábbi módon számítják:

$$C_T = \frac{V_B}{V_A} = \frac{\rho_B}{\rho_A}, \quad (29)$$

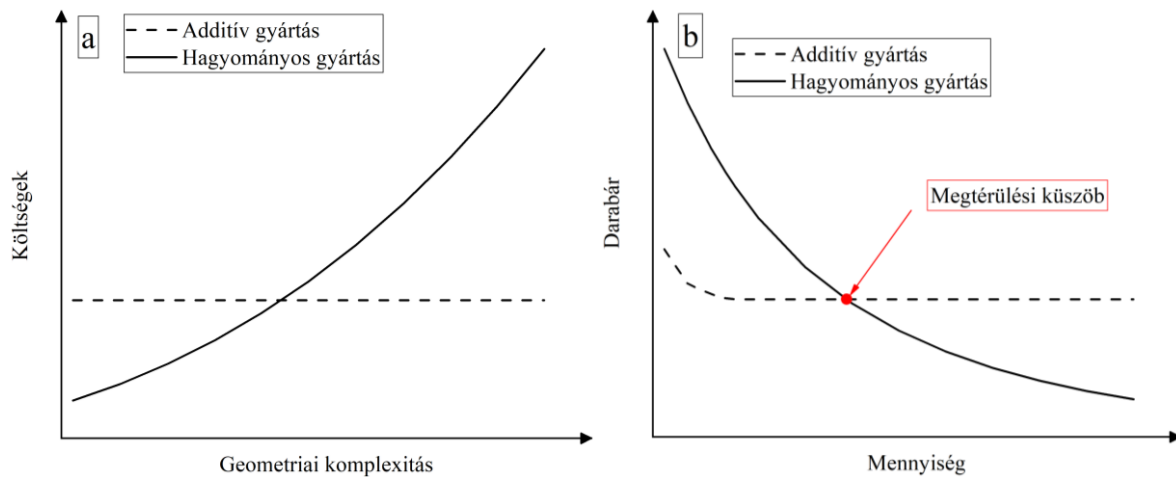
, ahol V_B – a tömörítés előtti, V_A – a tömörítés utáni térfogatot jelöli, míg ρ_B – a nyers sűrűséget, ρ_A – pedig a kompaktált minta sűrűségét jelöli.

A préselhetőség biztosítása érdekében a következő feltételeknek kell teljesülnie. Jó folyóképességgel és alakstabilitással kell rendelkeznie a pornak. Továbbá a nyers por minél nagyobb sűrűségű legyen és kis nyomással is nagy sűrűsége növekedést lehessen elérni. A jó préselhetőség, vagyis a megfelelő sűrűség kialakulása még nem biztosítja az alapanyag minden kétséget kizáró technológiai alkalmazhatóságát. A „nyers” szilárdság szintén egy fontos mechanikai tulajdonság, mely ahhoz kell, hogy a minta a préselés és szinterelés között ne essen szét. Az alakstabilitás előzetes vizsgálatát a keresztirányú törési szilárdság mérésével végzik, amely egy hajlítóvizsgálat.

3.2.3 Additív gyártástechnológia és alapanyagai

Az additív gyártástechnológiai eljárások általánosan használt megnevezése a 3D nyomtatás. Alapanyagtól és technológiai eljárástól függetlenül közös tulajdonságuk ezeknek a gyártási módszereknek, hogy egy szoftveresen megtervezett 3D CAD modell alapján készített szeleteket rétegről-rétegre egymásra építve alakítják ki a készterméket. Ezek a technológiák felépítő eljárások, tehát anyag hozzáadása révén állítják elő a terméket, erre utal az angol „additive” kifejezés. Ezzel szemben a legtöbb hagyományos gyártástechnológiai módszer ún. szubsztraktív eljárás, amely anyag leválasztásával és jelentős mennyiségű hulladék keletkezése révén éri el a kívánt geometriát. További előnyük a 3D nyomtatási eljárásoknak, hogy egy termék legyártásához nincs szükség készülékezésre, szerszámozásra. A gyártási költséget a termék bonyolultsága, összetettsége jelentős mértékben nem befolyásolja, jellemzően az alkatrész térfogata az, ami leginkább számít. A 13. ábra (a) diagramja a termék bonyolultságának és gyártási költségének relációját szemlélteti hagyományos és additív gyártástechnológia esetében. Egy termék gyártásának megtervezése során a darabszám is fontos

szerepet játszik a megfelelő technológia kiválasztásában. Jellemzően kisszériás gyártás esetén van relevanciája az additív gyártásnak, ugyanis a szerszám és készülék költség ilyen esetekben csak néhány részre osztható a hagyományos megmunkálási technológiák során. Ezt a kapcsolatot szemlélteti a 13. ábra (b) diagramja.



13. ábra Termék bonyolultság és gyártási költség kapcsolata (a), gyártási költség és darabszám relációja additív és hagyományos gyártás esetén (b) [58].

A számítógép és az additív gyártóberendezés között az STL fájlformátum teremt kapcsolatot. Az STL kiterjesztés egy szöveges fájlformátum, amely a termék felületét háromszögelemekkel közelíti. A fájl a háromszögelemek csúcskoordinátáit (x,y,z), valamint az ezekhez definiált, felületből kifelé mutató normálvektort rögzíti. A nyomtató szoftvere ez alapján határozza meg a nyomtatandó keresztmetszetet. A nyomtatási folyamat megkezdése előtt ezt a modellt elhelyezzük a megfelelő helyen és orientációban egy virtuális munkatérben. A nyomtató felbontóképessége alapján pedig szeletekre bontjuk a modellt [59]. Az első szabadalmaztatott 3D nyomtatási eljárás Charles W. Hull nevéhez fűződik (3D Systems Ltd.), aki az MIT-n fejlesztette ki a sztereolitográfia elvén működő 3D nyomtatási eljárást [60]. Kezdetben prototípusgyártási feladatok ellátására használták a technológiát, így terjedt el a gyors prototípusgyártó eljárás kifejezés (RP és RPT - Rapid Prototyping) a szakirodalomban, de a későbbiekben már kis és közepes szériák késztermékeinek gyártására is alkalmassá vált [61–65].

A 3D nyomtatásoknak ma már számos eljárása létezik, amelyeket különböző szempontok szerint szoktak csoportosítani. Legelterjedtebb csoportosítási elv az alapanyag szerinti kategorizálás. Napjainkban a polimerek és fémek nyomtatása mellett megjelentek kerámia, papír, beton vagy éppen étel nyomtatására alkalmas technológiák is. A domináns területek a polimer és fém alapanyaggal dolgozó technológiák. Bizonyos esetekben párhuzam

vonható a két anyagtípust alkalmazó technológiák között. A polimerek 3D nyomtatásában számos fronton zajlik a fejlesztési verseny a gépgyártók között. Ilyenek például a nyomtatási sebesség és térfogat, felhasználható alapanyagok száma, mechanikai tulajdonságok javítása, kompozit struktúrák 3D nyomtatása [66–71].

Technológiai korlátok

A továbbiakban csak a fém és kerámia 3D nyomtatási technológiákat részletezem. Kutatásom szempontjából a fém-szigetelő kompozitok megalkotásához e két anyagtípus additív gyártástechnológiájának keresztezése lenne szükség. A lágymágneses fém-szigetelő kompozit gyártását egy technológia alkalmazásával le kell tudni gyártani, annak érdekében, hogy piacképes terméket kapjunk. Mivel a vékony rétegek váltakozása kis örvényáramú veszteséget eredményez (pl. transzformátor vasmag), ezért a rétegről rétegre történő, felépítő eljárások alkalmasnak bizonyulhatnak erre a célra. Alapvető probléma, hogy a fémek és kerámiák megolvasztásához, szinterezéséhez szükséges lézer hullámhosszok egy nagyságrenddel eltérnek egymástól. Kerámiák szelektív lézeres olvasztással történő nyomtatásához 1 mm körüli hullámhosszúságú szilárdtest lézereket szoktak használni [72,73]. Ezzel szemben a fémes anyagok megolvasztásához 1 μm körüli hullámhosszúságú lézerforrásra van szükség [74,75]. Jelenleg a kereskedelmi forgalomban kapható, több lézerforrással szerelt berendezések azt a célt szolgálják, hogy gyorsítsák a szinterelési folyamatot, nem pedig a felhasználható anyagok spektrumát kívánják ezáltal szélesíteni. Az 1. táblázat néhány oxid, karbid, valamint két acél fényelnyelőképességét foglalja össze.

Anyag	Abszorpció (Nd-YAG lézer, $\lambda = 1,06 \mu\text{m}$)	Abszorpció (CO ₂ lézer, $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$)
ZnO	0,02	0,94
Al ₂ O ₃	0,03	0,96
SiO ₂	0,04	0,96
BaO	0,04	0,92
SnO	0,05	0,95
CuO	0,11	0,76
SiC	0,78	0,66
Cr ₃ C ₂	0,81	0,7
TiC	0,82	0,46
WC	0,82	0,48
Anyag	Abszorpció (Nd-YLF lézer, $\lambda = 1,053 \mu\text{m}$)	Abszorpció (SHG lézer, $\lambda = 0,53 \mu\text{m}$)

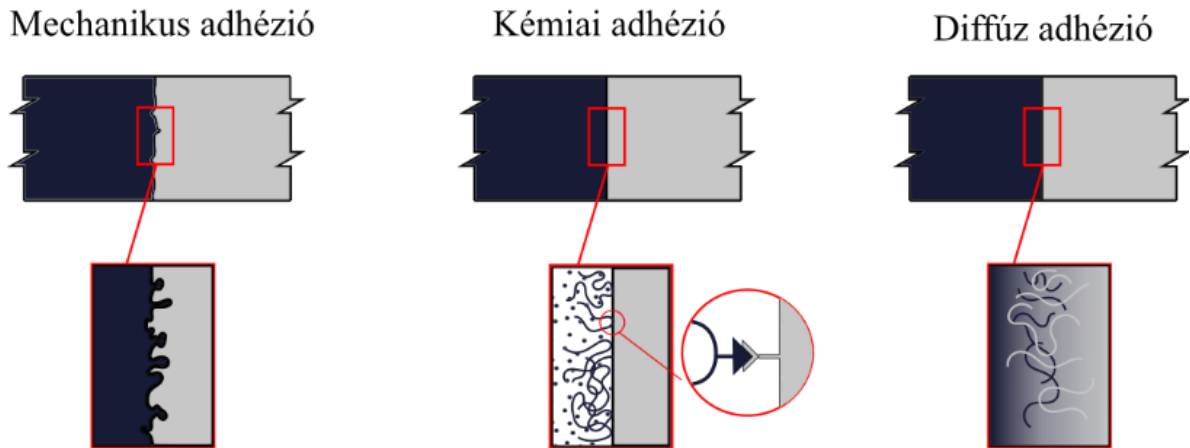
1.0037	0,88	0,91
1.4301	0,56	0,65

1. táblázat Elektromágneses sugárzás elnyelődésének képessége néhány oxid és karbid esetében [76,77].

Jól látható a táblázat adatai alapján is, hogy a kisebb hullámhosszúságú lézer, mely inkább alkalmas a fémek olvasztására, nem hatékony a kerámiák szinterezéséhez és fordítva. A különböző anyagok megolvasztása pedig peremfeltétele a kompozit szerkezet szinterezett szerkezetének kialakítása során. A fém-szigetelő anyagok határfelületén valamilyen adhéziós kapcsolatot célszerű kialakítani a nyomtatási folyamat során. Ez elengedhetetlen feltétele annak, hogy a szerkezeti integritás fennálljon a nyomtatási folyamat során és azt követően is. Ez az adhéziós kapcsolat lehet:

- mechanikus
- kémiai
- diszperz
- diffúz
- elektrosztatikus

Esetemben a mechanikai, kémiai és diffúziós adhézió a releváns elsősorban. Az anyaghasználat korlátozottsága miatt a többi esetnek egyelőre nincs alapja. A mechanikai adhézió kialakítására példa a szigetelő fázisból kialakított strukturált felület, amelybe egy kisebb energiasűrűséggel beleolvasztjuk a fémes anyagot, ezáltal létrehozva egy mechanikus kapcsolódást. A fémes anyag szinterezésekor a szigetelőanyag nem olvad meg, annak pórusaiba a fém befolyik és a megszilárdulást követően mechanikai kapcsolat alakul ki a két anyag között. Kémiai adhéziós kötés vegyületképződés esetén alakul ki. A harmadik kötéstípus pedig a diffúziós adhézió, amely akkor megy végbe, ha a két anyag jól oldódik egymásban és olvadt állapotban nagy diffúziós sebességgel rendelkeznek. Fém és kerámia anyagok egyesítésekor a két anyag hevítése révén ezt a fajta kötést alakítják ki a határfelületen [78,79].



14. ábra Különböző adhéziós kötések sematikus ábrája.

A mechanikus adhézió előnye, hogy a két anyag nem keveredik, alakkal történő zárás hozunk létre, így az elektromosan vezető és szigetelő anyag funkciója nem változik meg a feldolgozás során. A kémiai és diffúziós adhézió során viszont már figyelembe kell venni az átmeneti réteg kialakulását. A határfelülethez közeli rétegek esetében megváltozik az anyag kémiai összetétele, amely befolyásolhatja annak elektromos és mágneses tulajdonságait. Ebből kifolyólag vizsgálnunk kell a határfelületi tulajdonságokat is a kompozitok előállításakor.

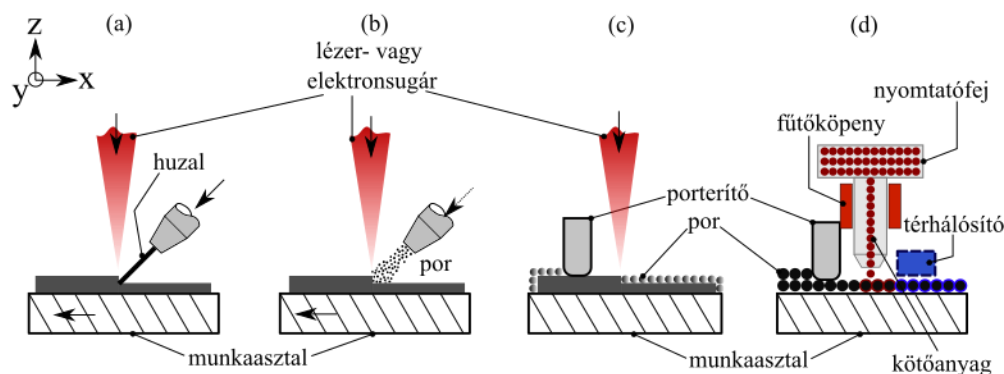
Tekintve, hogy nem állt rendelkezésemre olyan hibrid berendezés alkalmazása vagy építése, amely alkalmas lett volna fém-kerámia kompozit réteges gyártására, más megoldás után kutattam. A gyors és költséghatékony gyártást szem előtt tartva arra jutottam, hogy minimum két különálló lépésből kell a fém-szigetelő kompozitot legyártani. Mégpedig oly módon, hogy két fémes anyag réteget nyomtatás után valósítom meg a szükséges rétegrendben, majd egy külön technológiai lépésben, valamilyen módon megváltoztatom az egyik fémes anyag összetételét. Ez történhet hőkezelés vagy elektrokémiai eljárás révén.

A technológia szabta korlátok megértéséhez elengedhetetlen ezen gyártási folyamatok megismerése. A következőkben a kerámia és fémes anyagok 3D nyomtatására alkalmas eljárásokat ismertetem.

3.2.3.1 Kötőanyag alapú additív gyártástechnológiák

A kötőanyag alapú nyomtatási eljárások közös tulajdonsága, hogy nem a primer anyag (kerámia, fém) megolvasztása és újra szilárdítása révén alakítja ki a kívánt geometriát, hanem egy szekunder anyag, a ragasztó révén hozza létre a terméket. A „3D printing” néven elhíresült technológia (későbbi nevén: „Binder Jetting”) a legelterjedtebb ezek közül [80]. A technológiai folyamat sematikus képét a 15. ábra szemlélteti. Lényege, hogy a primer anyagot por

formájában a munkaterületre egy porterítő felhordja. A 3D-s CAD modell alapján a nyomtatófej az adott metszetnek megfelelő helyekre kicsepegteti a ragasztóanyagot, amely a környezeti paraméterek hatására magától vagy külső energiaforrás (pl. UV lámpa) hatására megköt[81]. A technológia alkalmazható fémportok nyomtatásához is. A fémport a kötőanyag tartja egybe a nyomtatást követően, amit egy szinterezési eljárás során ki kell égetni. Ezt követően egy második lépésben, magas hőmérsékleten össze kell szinterezni a visszamaradt fémszerkezetet. Ekkor egy előre tervezhető zsugorodás és tömörödés megy végbe az alkatrészen [82].



15. ábra Fém 3D nyomtatási eljárások: extrúziós - EBAM (a), porszórásos-MPD (b), porágyas – PBF (c) és kötőanyag alapú – BJ (d).

A következő nyomtatási eljárás angol elnevezése a „Nanoparticle Jetting” (NPJ). Érdekessége abban áll, hogy nanoméretű fém- vagy kerámiarészecskék nyomtatását teszi lehetővé. A nyomtatási folyamat során ebben az esetben a primer és szekunder anyag is egy fűvőkán, nyomtatófejen keresztül érik a munkaterületre. A nanorészecskék diszpergálva vannak egy folyékony szuszpenzióban. Ez a folyadék kerül csepegtetés útján a munkaszalra, ahonnan aztán a részecskéket körbeburkoló folyadék elpárolog és hátramarad a szilárd alkatrész. Támaszanyag építéséhez egy külön tartályba helyezett folyadékot használ. Előnye, hogy az alapanyag kezelése – mivel, hogy szuszpenziós oldatban vannak a nanorészecskék – nem igényel különösebb védőfelszerelést. Ezen felül pedig fém és kerámia nanorészecskék feldolgozására is alkalmas a technológia. A legkisebb rétegvastagság, amelyre a technológia jelenleg képes az 10 μm . A nyomtatást követően az alkatrészt magas hőmérsékleten szinterezni kell, hogy elérje végső méretét, sűrűségét és ezáltal a kívánt mechanikai tulajdonságokat. A technológiát az XJet cég szabadalmaztatta [83].

3.2.3.2 Poralapú additív gyártástechnológiák

Az alapanyag morfológiája alapján történő technológiai csoportosítás egyik legjelentősebb kategóriáját a poralapú 3D nyomtatási eljárások adják. Ezen eljárások közti

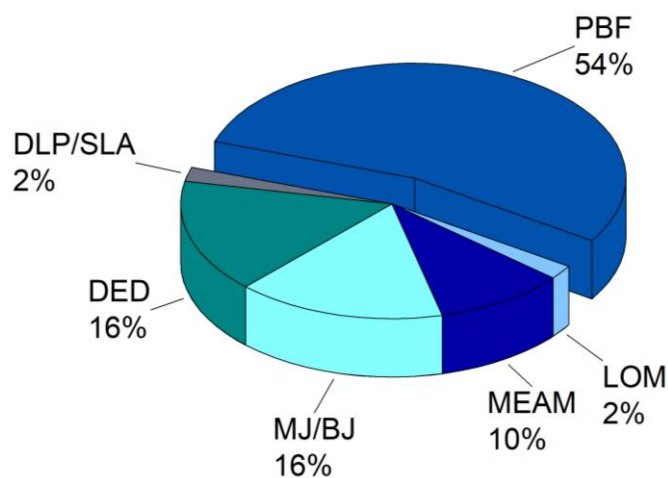
különbség rendszerint az alkalmazott energiaforrásban vagy a por nyomtatási helyre történő egyenletes felhordásában rejlik.

A kategória első technológiája az elektronsugaras olvasztási eljárás (EBM – Electron Beam Melting), amely fémekre és kerámiákra is alkalmazható egyaránt. A technológia pontossága az alkalmazott por méretétől, nyomtatási sebességtől, az elektronnaláb átmérőjétől és a nyomtatandó geometriától erősen függ. Pontossága nem kiemelkedő, azonban nagy és komplex geometriák nyomtatását teszi lehetővé. Az alapanyag por formájában van jelen, amelyet egy porterítő egység egyenletesen hord fel a munkalap teljes területére. Az ilyenfajta porterítési eljárást alkalmazó technológiákat a szakirodalom porágyas (Powder Bed Fusion) technológiáknak nevezi [84]. Egy koncentrált elektronsugár révén megolvadnak a szemcsék és összetapadnak. Az eljárás kifejlesztése a GE Additive divízió nevéhez fűződik. Az eljárás sematikus képét a 15. ábra szemlélteti. A Sciaky nevű cég dolgozta ki az EBAM eljárást, amely a por helyett huzal formájában vezeti be az alapanyagot, ezáltal egyszerűsítve az alapanyagkezelést és gyorsítva a nyomtatási sebességet (lásd 15. ábra).

Por felszórásán alapuló eljárás az ún. „Metal Powder Deposition” (MPD) vagy a lézer energiaforrást alkalmazó változata a „Laser Metal Deposition” (LMD). Az eljárás lényege, hogy egy koncentrált energianyaláb fókuszpontjába irányítottan fémpor szórunk, amely ezáltal megolvad és hozzátapad az előző rétegben kialakított felülethez (lásd 15. ábra). A technológia jó alternatívája lehet a különböző hegesztési és termikus szórási eljárásoknak. Nagy előnye a többi gyártástechnológiával szemben, hogy többféle alapanyagot is képes kezelni egyetlen nyomtatási cikluson belül. Az MPD eljárás lehetővé teszi anyag hozzáadását meglévő komplex felületű alkatrészhez. A poradagoló fúvókák száma, a por térfogatárama, a szórófej mozgásának sebessége, a porszórás fókuszálása, az energiaforrás teljesítménye mind hatással vannak a nyomtatás sebességére és minőségére [85,86]. MPD eljárással az egészen apró, néhány milliméterestől az akár egy méteres alkatrészekig előállíthatók a legkülönbözőbb termékek [87].

Kutatásom szempontjából legjelentősebb nyomtatási eljárás a szelektív lézeres olvasztás (SLM – Selective Laser Melting, DMLS – Direct Metal Laser Sintering) [88]. Az SLM technológia révén fém és kerámia alapanyag is feldolgozható [89]. A nyomtatási folyamat a por alapanyag munkaterületen történő elterítésével kezdődik. Erre a célra rendszerint egy kerámia vagy gumi porterítő lécszolgát használják. A kerámialécszolgát előnye, hogy egyenletesebb rétegvastagságot garantál és hosszabb az élettartama. A gumilécszolgát előnye, hogy kisebb egyenetlenségek esetén nem akad el a nyomtatott alkatrészben, valamint kis falvastagságú,

finom szerkezetek nyomtatása is kivitelezhető a használatával. A jellemzően 20-40 μm vastagságban kiterített porréteget ezután egy nagyteljesítményű lézer a 3D-s modell megfelelő metszete alapján megolvasztja (lásd 15. ábra). A folyamat során az alapanyagtartály (\uparrow), a munkaasztal (\downarrow) és a többletport összegyűjtő tartály (\downarrow) Z irányú mozgása biztosítja a folyamat zökkenőmentes megismétlését. Az érintetlenül maradt por a folyamat végén újra felhasználható, szitálást követően visszaszórható az alapanyagtartályba. DMLS eljárással közel porozitásmentes, kiváló mechanikai tulajdonságokkal rendelkező alkatrészek gyárthatók. A porágyas (PBF) technológiát alkalmazó berendezések rendelkeznek a legnagyobb piaci részesedéssel a fém 3D nyomtatási technológiák közül (lásd 16. ábra).



16. ábra Fém 3D nyomtatási technológiák piaci részesedése (2019) [90].

A DMLS technológiai alapjait 1986-ban Carl Deckard szabadalmaztatta, ugyanazon évben, amikor Charles W. Hull az SLA technológiát kifejlesztette [60,91]. A technológia korai szakaszában főleg műanyagporok olvasztására, valamint polimerbevonattal ellátott fémporok feldolgozására használták. A műanyag kiegészítését követően valamilyen alacsony olvadáspontú fémmel töltötték ki a visszamaradt porózus fémszerkezetet [92]. A napjainkban is nagy számban alkalmazott, szilárdtest lézerrel szerelt DMLS nyomtatók csak a kétezres évek után jelentek meg [93]. Az általam is használt EOSINT M270-es berendezés 2004-ben jelent meg a piacon [94]. Ezek a nyomtatók már direkt nyomtatási eljárásnak számítanak, nem szükséges utókezelés vagy kötőanyag eltávolítás. Nyomtatást követően a beépítési környezettől függően szükség lehet CNC vezérelt utómunkálásra, elektropolírozásra vagy hőkezelésre. A DMLS technológiára számos gyártó vezetett be új kifejezést, mint pl. SLM, DMLM vagy LaserCUSING [95].

3.2.3.3 Lágymágneses por alapanyagok

A néhány száz Hz-es és a pár tíz kHz-es frekvenciatartományba eső, széleskörűen alkalmazott berendezések körében a laminált lemezek és lágymágnesek már jelentős veszteséggel és kis telítéssel funkcionálnak. Erre nyújt megoldást a porvasmagok alkalmazása. A poralapú technológiák megjelenése révén komplex geometriájú vasmagok tervezésére nyílt lehetőség, kihasználva izotróp viselkedésüket a háromdimenziós fluxus tervezésénél. A porágyas additív technológia alapanyagaival szemben támasztott legfontosabb követelmények a következők [96,97]:

- jó folyóképesség → közel gömbszerű morfológia
- kis részecskék között ható erők
 - elektrosztatikus erő
 - súrlódási erő
 - felületi feszültség
- kis nedvességtartalom
- nagy sűrűség
- megfelelő kémiai összetétel
- elektromágneses sugárzással szembeni nagy abszorpciós-együttható
- kis reflexióshajlam
- kis felületi érdesség

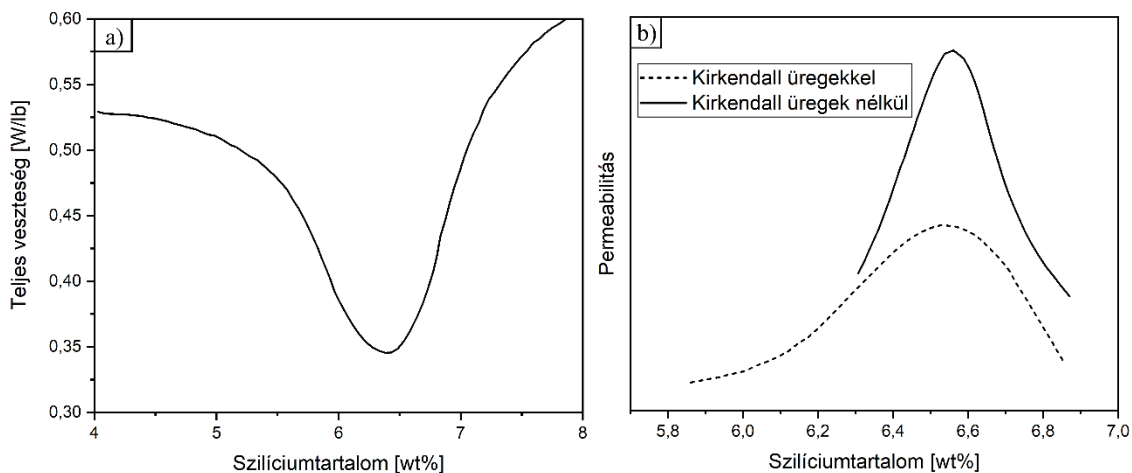
A fenti kritériumokat kell kiegészíteni a korszerű lágymágneses anyagok mágneses tulajdonságaival, hogy megkapjuk az ideális alapanyagot a PBF gyártástechnológiához. A mai korszerű SMM anyagokkal szemben támasztott követelmények a következők:

- nagy kezdeti és maximális mágneses permeabilitás
- kis koercitív erő
- nagy telítési indukció
- kis örvényáramú-veszteség magas működési frekvenciatartományban
- magas hőterhelésnek való ellenállás
- kis magnetostrikció

○ Vas-szilícium ötvözetek

A vas-szilícium ötvözetek 2-6,9wt% koncentrációban történő alkalmazása a legnépszerűbb a vasmagok anyaghasználata esetében. Ennek oka a kis anyagköltség mellett a kis hiszterézis veszteség, a nagy permeabilitás, a nagy elektromos ellenállás és a kiváló

termikus stabilitás. A 1-2,3wt% vas-szilícium ötvözeteket a lemezgyártás területén széles körben alkalmazzák, amelyre az elektromos acél, szilícium acél kifejezéseket használja a szakirodalom [98]. Kitüntetett szerepet tölt be a vas-szilícium ötvözetek között a Fe-6,5wt%Si [99,100]. Az egyetlen probléma ezzel az ötvözetel, hogy 3,2 tömegszázalék körüli szilícium tartalomnál az anyag rendkívül rideggé válik és a hagyományos gyártási módszerekkel nehezen kezelhető. A szilíciumacélok kristályszerkezetének könnyű mágnesezési iránya $\langle 100 \rangle$, közepes iránya $\langle 110 \rangle$, nehéz iránya pedig $\langle 111 \rangle$ [101]. Az orientált szemcseszerkezetű szilíciumacélok megjelenésével jelentősen csökkenteni tudták a vasvesztést a hengerlési irányban és növelni tudták a mágneses permeabilitást, ami tökéletes a nagyfeszültségű teljesítmény-transzformátorokhoz [98]. A technológia fejlődésével azonban továbbra is nagy igény mutatkozott a Fe-6.5wt%Si ötvözetek alkalmazására, mivel a nagyfrekvenciás berendezésekben tovább tudták csökkenteni az örvényáramú- és alakváltozásból származó veszteségeket. Különböző eljárásokat (pl. CVD, olvasztásos szálképzés) dolgoztak ki a fent említett ötvözet előállítására, amelyek lehetővé tették vékony lemezek, szalagok előállítását [102–106]. Piaci igény csak most kezd mutatkozni az ötvözet iránt, hogy egyre hatékonyabb villanymotorokra és nagyfeszültségű transzformátorokra van igény [105]. A Fe-6.5wt%Si ötvözet sűrűsége $7,48 \text{ g cm}^{-3}$, elektromos ellenállása a tiszta vas $10 \mu\Omega \text{ cm}^{-1}$ értékéhez képest $82 \mu\Omega \text{ cm}^{-1}$ -re adódik [6,107]. W.E. Ruder mérései alapján tudjuk, hogy 1T mágneses indukció és 60 Hz-es frekvencia mellett a Fe-6.5wt%Si ötvözetnek van a legkisebb vesztesége (lásd 17. ábra (a)).

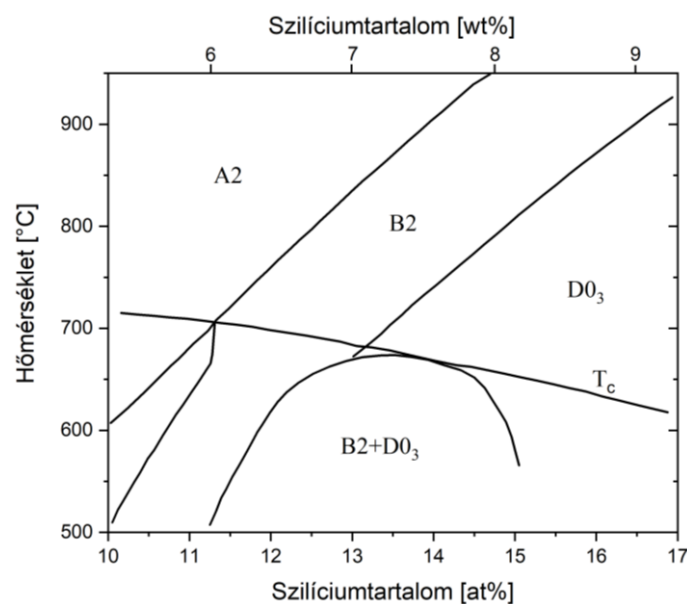


17. ábra A szilíciumtartalom veszteségre (a) és permeabilitásra (b) gyakorolt hatása [108,109].

A kémiai gőzfázisú leválasztással kezelt lemezen végzett mérésekkel H. Haiji és munkatársai pedig a szilíciumtartalom permeabilitásra gyakorolt hatását vizsgálták (lásd 17. ábra (b)).

A Fe-Si ötvözetek alacsony (<5,3wt%) szilíciumtartalom esetén A2 térközepes köbös rácsszerkezettel (bcc) rendelkeznek. Amikor a szilíciumkoncentrációt növeljük, 500 °C alatt B2, 6wt% szilíciumtartalom esetén pedig már D0₃ szerkezet jelenik meg. A Fe-Si fázisdiagramjának egy részletét a 18. ábra szemlélteti.

A magas szilíciumtartalmú acélokat egyaránt használják egyenáramú (DC) és váltóáramú (AC) alkalmazásokban. AC és DC mágneses tulajdonságaiknak vizsgálata ezért egyaránt fontos. A permeabilitás, mágneses fluxussűrűség és a koercitív tér a legfontosabb tulajdonságok egyenáramú alkalmazásoknál, míg váltóáramú berendezéseknél a vasvesztés, beleértve a hiszterézis veszteséget, az örvényáramú veszteséget és a többletvesztést.

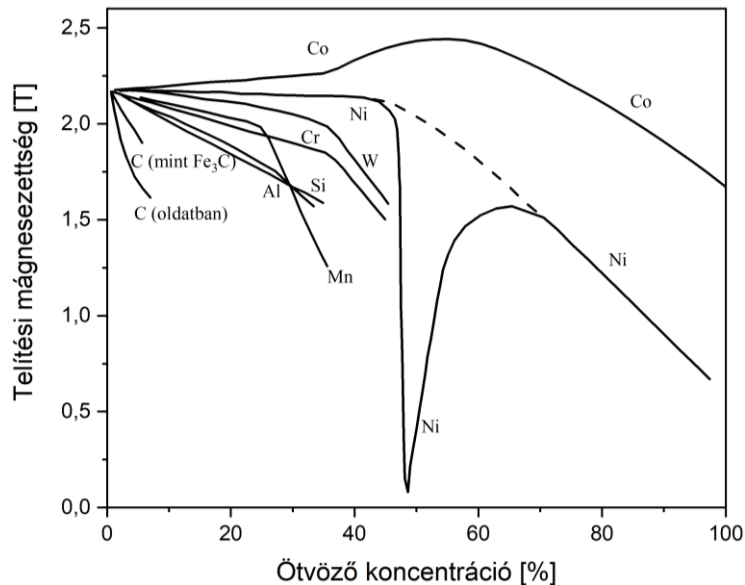


18. ábra Vas-szilícium állapotábra [110].

○ Vas-kobalt ötvözetek

A tiszta vas az egyik legjobb lágymágneses anyag nagy telítési mágnesezettségének köszönhetően. A jelenkor igényeinek azonban kis elektromos ellenállása és rossz mechanikai tulajdonságai miatt nem felel meg. Számos kutatás fókuszált a tiszta vas telítési mágnesezettségének ötvözőkkel történő javítására, de a kobalt kivételével mindegyik jelentős mértékben csökkentette azt (lásd 19. ábra) [6]. A vas-kobalt rendszer maximális telítési mágnesezettsége 2,45 [T], 35wt% Co esetén [111–113]. Ez nagyjából 13%-kal magasabb, mint a tiszta vasé. A telítési mágnesezettség növekedése ebben az esetben a vasatomok kobalttal történő polarizációjának tulajdonítható [114,115]. Bő egy évtizeddel a kezdeti felfedezéseket követően jöttek rá a kutatók, hogy a sztöchiometrikus FeCo jobb mágneses permeabilitással

rendelkezik és telítési mágnesszete is 2,4 [T] [116]. Ez az összetétel 'Permendur' néven terjedt el a kereskedelemben [117].



19. ábra Néhány ötvözőelem koncentrációjának hatása a telítési mágnesszetre [6].

Az egyenlő atomszázalékban ötvözött Fe-Co alapanyagot 3D nyomtatási eljárással is feldolgozták már. Az eredmények alapján megállapítható, hogy az anyag alkalmas PBF eljárással történő feldolgozásra és a nyomtatott szerkezet megfelelő szilárdsági és rugalmassági paraméterekkel rendelkezik az utómunkálási műveletekhez is. A lágymágneses tulajdonságok kismértékben múlják csak alul a hagyományos módon előállított alkatrészekét, ám hőkezeléssel optimalizálhatók ezek [118].

o Vas-nikkel ötvözetek

A 30-80% nikkeltartalmú vas-nikkel ötvözetek különféle műszaki területeken alkalmazták. Ezeknél az ötvözeteknél a mágneses tulajdonságok tárgyalása esetén figyelembe kell venni a mágneses kristályanisotrópiát és a telítési mágnesszetségnél jelentkező magnetostrikciót a különböző kristályirányokban. A 29-50% Ni-tartalmú ötvözeteket lineáris hőtágulási együtthatójuk miatt alkalmazzák elsősorban az iparban [119]. Az 50-80% nikkelt tartalmazó ötvözetekben folytonos fcc-oldatot képez a nikkelt, amely nagy mágneses permeabilitást eredményez [6,120,121]. A 80% Ni – 20% Fe összetételű ötvözet a 'Permalloy' néven terjedt el. 1914-ben Gustav Elmen fedezte fel rendkívül nagy permeabilitását ($\mu_{rel} \approx 100\,000$), amely biztosította elterjedését a különféle elektronikai berendezésekben és mágneses árnyékolástechnikában [122]. 1-10% nikkelt hozzáadásával javíthatók a ferrit mechanikai tulajdonságai és növeli a korrózióállóságot is. A porkohászati gyártástechnológia

gazdasági és gépészeti szempontból is előnyösebb sok esetben az öntészetnél, mivel pontos kémiai, geometriai és műszaki paramétereket tud biztosítani a termékkel kapcsolatban [123,124].

- Amorf és részben kristályos ötvözetek

Az amorf és részben kristályos lágymágneses ötvözetek egyszerűen, nagy mennyiségben előállíthatók szalag formájában ún. olvasztásos szálképzési (melt spinning) és síköntési (planar flow casting) eljárásokkal [125,126]. Utóbbit előszeretettel alkalmazzák, mivel széles tartományban változtatható a gyártott szalag vastagsága (15-40 μm) és szélessége (50-200 mm) [11]. A fenti eljárások lényege, hogy a pontosan beállított összetételű ötvözetet olvadt állapotba hozzuk, rendszerint egy előre formázott kvarc tégelyben, majd gravitációs vagy plusz gáznyomás bevezetésével az ömledéket egy gyorsan forgó, belülről hűtött korong palástfelületére öntjük. A korong néhány tíz m/s sebességgel forog, jellemzően rézből, vasból vagy valamilyen rozsdamentes acélból készítik el. A korong belső hűtésének célja, hogy 10^5 - 10^6 K/s hűtési sebességet tudjunk elérni. Erre azért van szükség, hogy a hengerpalásthöz érő ömledéket rendkívül gyorsan T_g üvegesedési hőmérséklet alá tudjuk hűteni, biztosítva ezáltal a rendezetlen atomi szerkezetű szilárd állapot kialakulását [127]. A jelenleg elérhető legnagyobb hűtési sebességgel is maximum 50 μm vastagságú amorf szalagok gyárthatók. A megszilárdulási folyamathoz szükséges idő $\leq 1\text{ms}$. A lágymágneses amorf ötvözetek általában $T_{70-80} M_{30-20}$ összetételű vegyületek, ahol T egy vagy több átmenetifém (pl. Fe, Co, Ni), M pedig metalloidok, félfémek kombinációja (pl. B, Si, P, C). A félfémeknek fontos szerepe van az üvegesedés kialakulásában és az amorf szerkezet stabilizálásában. A lágymágneses amorf ötvözeteknek a rendezetlenségből és mikroszerkezeti rácshibákból adódóan nagy permeabilitással, közel nulla hiszterézisvesztéssel (főleg Co alapú ötvözetek) és nagy elektromos ellenállással rendelkeznek, mint a kristályos SMM anyagok. A telítési mágnesezettség a metalloid részaránytól erősen függ, de vasalapú ötvözetek esetén (pl. Fe-Si-B) viszonylag nagy marad.

- Kompozit anyagok

Az előzőekben ismertetett összetételek por formájában történő felhasználás esetén különféle szerves vagy szervetlen szigetelőfázissal szokták bevonní, hogy csökkentsék a porvasmagok örvényáramú veszteségeit [128]. Ezeket a por anyagokat kompozitoknak nevezzük. A bevonatolás történhet kémiai vagy mechanikai úton [129–131]. A kompozitok előállítása során törekedni kell az optimális rétegvastagság megtalálására az adott szigetelőfázis esetében. Túl vastag réteg kis telítési mágnesezettséget eredményez a rossz kitöltésényező

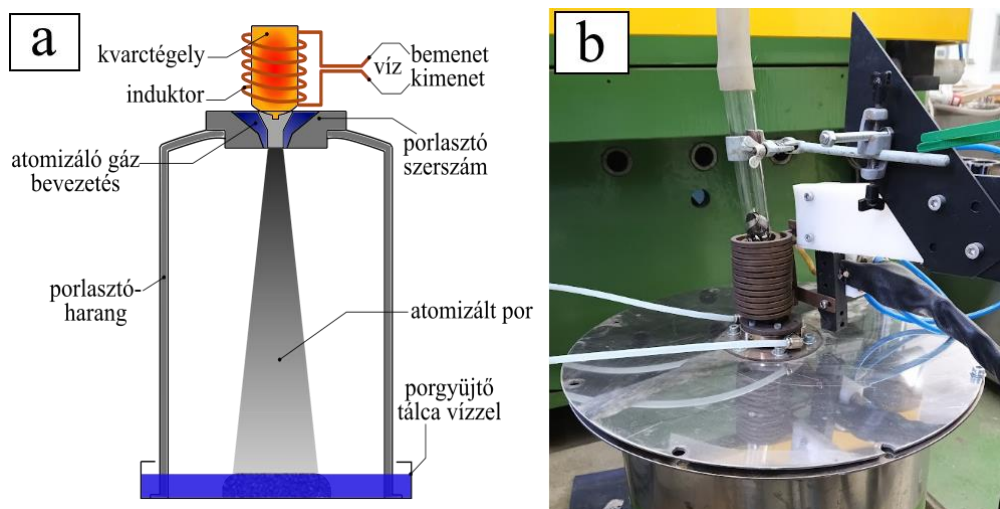
miatt, míg a túl vékony réteg a préselési vagy szinterezési folyamat során sérülhet és szemcseközi áramutak alakulhatnak ki. A kompozit port szobahőmérsékleten vagy fűtött szerszámban ($\sim 150\text{ }^{\circ}\text{C}$) kompaktálják plusz kötő- vagy kenőanyag hozzáadásával, majd egy utólagos hőkezelési lépésben ($\sim 500\text{ }^{\circ}\text{C}$) ezt az anyagot kiégetik, elpárologtatják és egyúttal a préselés során bevitt feszültségeket relaxálják.

4 Kísérleti módszerek

Ebben a fejezetben foglaltam össze a kutatásom során kidolgozott és alkalmazott módszereket, valamint bemutatom az ezekhez felhasznált eszközöket. Megterveztem és megépítettem egy saját gázatomizációs berendezést a porgyártáshoz, egy présszerszámot a toroid minták kompaktálásához, egy hidegtégelyes olvasztót az egyedi anyagösszetételek létrehozásához. A 3D nyomtatás továbbfejlesztését egy saját tervezésű, egyedi porterítési mechanizmus megtervezése és legyártása tette lehetővé. A minták koercitív erőmérésére egy saját építésű koercimétert használtam fel. Ezek részletes ismertetését és az előállított minták gyártástechnológiáit foglaltam össze ebben a fejezetben

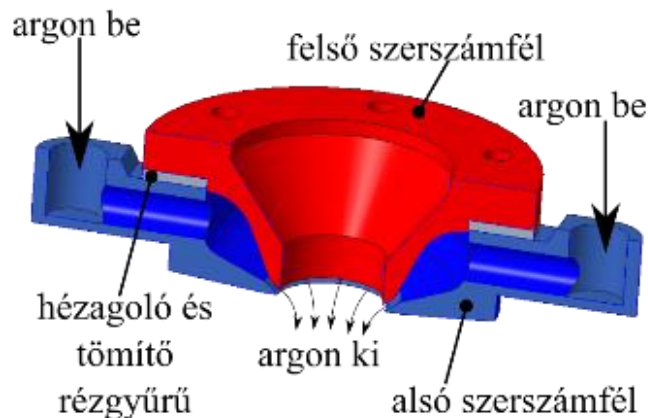
4.1 Gázatomizációs porlasztás

A kísérletek során felhasznált por alapanyagokat kezdetben külső partnerektől szereztem be. Ez azonban sokszor kompromisszumokhoz vezetett és korlátot szabott a kezdeti kísérleti megvalósításnak. A későbbiekben ennek elkerülése végett megalkottam egy saját tervezésű és építésű laboratóriumi gázatomizáló berendezést. Az eszköz alkalmas egy adagban $\sim 500\text{ g}$ vasalapú ötvözet porlasztására. A berendezés sematikus ábráját a 20. ábra szemlélteti.



20. ábra Saját építésű gázatomizáló berendezés sematikus ábrája (a) és a megvalósított berendezés egy részletének fényképe (b).

Az olvasztáshoz használt MIH típusú indukciós hevítő maximális teljesítménye 10 kW, amelyet az Inductor Kft. gyártott. Az induktor egy dupla menetes, összesen 25 menetből álló induktor, melynek külső spirálja 13, belső pedig 12 menetből áll. Az induktor belső átmérője 36 mm és 5x5 mm-es négyszögletes réz szelvényből készült. Ebben helyezkedik el az alapanyagtaroló tégely, melynek külső átmérője 30 mm, belső átmérője 26 mm, anyaga kvarcüveg. Az induktor és a kvarctégely között kerámiapapír szigetelést kell alkalmazni a sugárzó hő leárnyékolására, hogy az induktortekercs hűtővízhőmérséklete ne haladja meg az előírt 50 °C-ot. A tégely teljes hossza 300 mm, melynek egyik vége zárt, előformázott kialakítású. A tégely porlasztószerszám felőli végén a nyílást csiszoló és polírozókorongok segítségével 0,9-1,1 mm közöttire állítottam be a kísérletek során. A furat átmérőjét idomszerrel minden esetben ellenőriztem. A furat pontos méretének megválasztására előolvasztási kísérleteket végeztem. A nyílás méretét úgy kell megválasztani, hogy az olvadék a felületi feszültségéből adódóan pusztán a gravitáció hatására ne kezdjen el folyni, de néhány millibáros túlnyomás hatására kilövelljen. A kvarctégely másik végére egy pneumatikus csatlakozást készítettem, amin keresztül argon gáz segítségével túlnyomást (~0,4 mbar) tudtam kialakítani. Ez felelős az ömledéksugar megfelelő időben történő lövéséért. A porlasztószerszám kialakítását a 21. ábra szemlélteti.



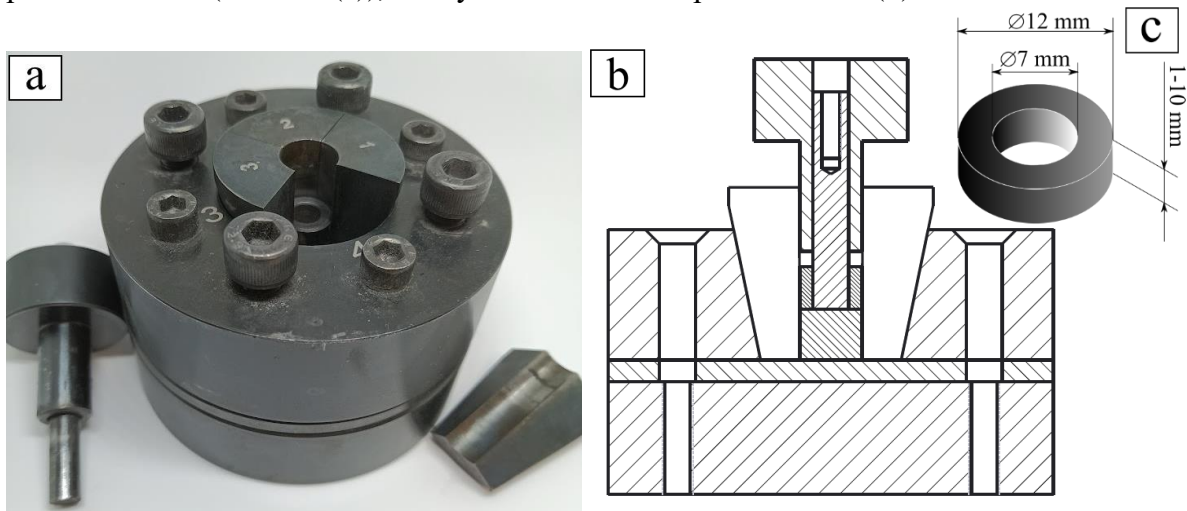
21. ábra Saját tervezésű porlasztószerszám 3D-s modellje.

A porlasztófej két szerszámfele között kialakított porlasztónyílás egy kúp alakban kiáramló atomizáló gázkúp képződését teszi lehetővé. A gázkúp térfogatáramát a gázpalackon található nyomás- vagy átfolyásszabályzóval, a kúpszögét pedig a két szerszámfél között elhelyezett réz hézagoló és tömítőgyűrű segítségével lehet változtatni. Nyomásszabályzó segítségével ~15 barra állítottam be a porlasztógázkúp nyomását. A porlasztószerszám kvarctégely felőli részébe bór-nitrid betétet célszerű használni a szerszám védelme és a

hőszigetelés javítása érdekében. A szerszám a porlasztóharang tetején erre a célra kialakított peremre rögzíthető. Az atomizáló gázkúp a harang belsejét argonnal tölti meg, csökkentve ezáltal a porszemcsék oxidációs lehetőségét. A harangot egy vízzel töltött tálcába helyeztem, hogy a légmentes szigetelés, valamint a porszemcsék hűtése biztosított legyen a gyártás során. Az induktor hűtését egy Riedel PC 12.02-KE-S típusú ipari klímaberendezéssel oldottam meg.

4.2 Porkohászati toroid mintagyártás

A porkohászati minták előállítására az AC (permeabilitás spektrum) és DC (hiszterézisgörbe) mágneses mérések miatt volt szükség elsősorban. A 3D nyomtatással előállított mintákat minden esetben összehasonlítottam a hagyományos, porkohászati úton előállított mintákkal is. Erre a célra terveztem egy kisméretű minta előállítására alkalmas prészerszámot (22. ábra (a)), amelynek a metszeti képét a 22. ábra (b) szemlélteti.



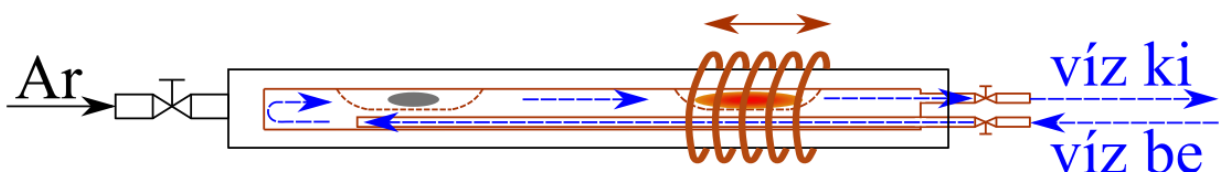
22. ábra Toroid prészerszám fényképe (a), metszeti rajza (b) és a késztermék geometriai méretei (c).

A szerszámot úgy terveztem meg, hogy alkalmas legyen $D = 12$ mm külső, $d = 7$ mm belső átmérőjű és $h = 1-10$ mm vastagságú toroid minta előállítására (lásd 22. ábra (c)). A szerszám méretét a laboratóriumi porminták előállításához igazítottam, így kis mennyiségű por is elegendő volt egy-egy toroid legyártásához. A prészerszám anyaga EN 10083 (42CrMo4), amely nagyfokú szívóssággal rendelkező nemesíthető acél. A méretezési érték felső határának egy 10 tonnás présgép maximális terhelését vettem alapul. A mintagyártás során egy Hi-Force HSS104 típusú hidraulikus munkahengert használtam, amelyet egy Lukas EPH 10 1.3 kézi hidraulikus pumpával vezéltem. Azért ezt a munkahengert választottam, mert a nanoméretű vasporból készült mintákat egy hermetikusan elzárt, védőgázzal feltöltött térben kellett elkészítenem. Erre a célra egy kesztyűs boxot, egy ún. „glove box”-ot használtam. A munkahengerhez egy keretet készítettem, amelybe a szerszámot behelyezve a préselést végre tudtam hajtani. A munkahenger a védőgázos atmoszférában volt, míg a kézi pumpa a boxon

kívül helyezkedett el. A kettőt egy hidraulikakábel kötötte össze, amelyet tömszelencén keresztül vezettem át a kamra falán. A nyomásérték beállítására egy 600 bar-os manométert építettem be a rendszerbe. A toroidok készítése során azt tapasztaltam, hogy a durvább szemcséjű porok és ridegebb tulajdonságokat mutató ötvözetek esetén etanol vagy izopropil-alkohol alkalmazása javasolt, mint nedvesítőanyag. Ez megkönnyíti a minta összetapadását a préselés során azáltal, hogy csökkenti a felületi érdesség hatását. A préselést követően, ha magashőmérsékletű hőkezelés alá kell vetni a mintát, akkor ilyen esetekben érdemes alacsony hőmérsékleten kipárologatni ezt a mintából, elkerülve a gyors párolgás okozta esetleges repedéseket.

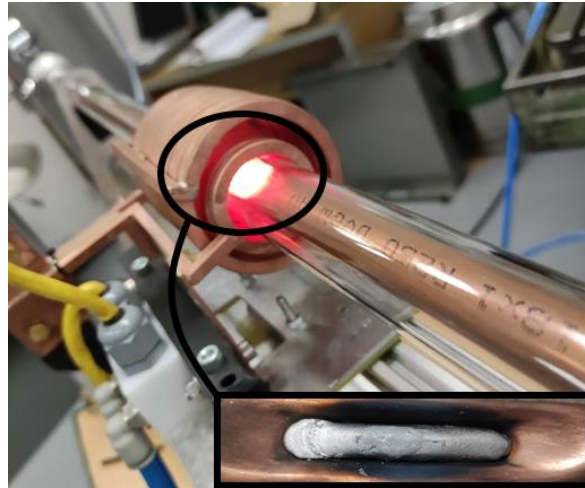
○ Hidegtégelyes ötvözetgyártás és mechanikus őrlés

A porkohászati úton előállított toroid minták gyártásához elegendő néhány gramm port készíteni az adott ötvözetből. Ezzel szemben a PBF eljárással nyomtatott toroid minta készítéséhez minimum néhány száz gramm porra van szükség. Jól érzékeltethető ezzel tehát, hogy a porkohászati eljáráshoz mennyivel kevesebb alapanyag elégséges. Alkalmazását a kísérleti fázisban tehát az anyagtakarékosság indokolja. Másfelől viszont az összehasonlító mérések alapjául is szolgáltak ezek a minták. A néhány grammos porminták előállításának folyamata a következő. Első lépésben nagytisztaságú elemi fémeket megfelelő súlysúlyszázalékban össze kell darabolni apró részekre. Körülbelül 10 grammnyi anyagot a 23. ábra szerinti hidegtégelyes berendezés jobboldali rézcsővében kialakított mélyedésébe kell helyezni. A rézcső másik mélyedésébe egy titán gettert kell helyezni. A rézcső hűtése a belsejében keringtetett hálózati vízzel megoldható, elkerülve a cső átolvadását a folyamat során. A rézcsövet egy kvarccső veszi körül, amelyet vákuumtömören zártam le. A kvarccsövet nagy tisztaságú argon gázzal töltöttem fel az olvasztás során történő oxidációs folyamatok elkerülése végett. A kvarccső körül elhelyezett induktorral először a titánt hevítettem fel megközelítőleg 700-800 °C-ra (izzítási színhőmérséklete piros legyen), hogy megkösse a visszamaradt oxigént a kvarccsőben. Ezt követően a mintatartóba helyezett elemi fémeket olvasztottam össze, majd a kihűlést követően összetörtem. A folyamatot érdemes négyszer-öttször megismételni, hogy kellően homogén öntecset kapjunk.



23. ábra Hidegtégelyes berendezés felépítésének sematikus ábrája.

Az öntecs szolgál alapanyagul a mechanikus őrlésekhez. Az őrléseket rendszerint egy SPEX 8000D típusú berendezésen végeztem. Ez alkalmas ~20 gramm ötvözet egyidejű őrlésére. Az általam épített hidegtégelyes berendezés működés közbeni állapotát és az elkészült öntecset mutatja a 24. ábra.



24. ábra Saját építésű hidegtégelyes berendezés és öntecs.

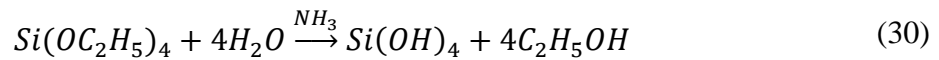
4.3 Mag-héj szerkezetű SMC-k előállítása

Kompozit szerkezetű porvasmagok előállításának legfőbb alapanyagául rendszerint valamilyen mag-héj szerkezetű por szolgál. A préselési folyamat során ez a héjszerkezet deformálódik és tapad össze a legtöbb esetben. Szerves mátrixanyagok esetében valamilyen polimer gyanta részben térhálósított szerkezete alkotja ezt a szigetelőt, míg szervetlen fázisok esetében oxidok, karbidok, boridok, foszfidok a leggyakrabban alkalmazott anyagok [128,132–136]. A szigetelőanyag felhordása a szemcsék felületére történhet mechanikus vagy kémiai eljárás révén. A következő fejezetekben bemutatok három általam alkalmazott kémiai eljárást nano- és mikrométeres tiszta vas porszemcsék szervetlen szigetelő héjszerkezetének kialakítására.

4.3.1 Stöber- és módosított Stöber-módszer

A szilika részecskék szintézisét Werner Stöber írta le először 1968-ban [129]. A cikkben bemutatott kísérletek során alkoxi-szilánokat hidrolizáltak el alkoholos közegben, bázikus körülmények között, amelyek így szilikarészecskék kialakulásához vezettek. Az általam is alkalmazott Stöber-módszer egy két lépésből álló szintézis. A folyamat tetraetil-ortoszilikát (TEOS) hidrolíziséből, majd az ezt követő polikondenzációs folyamatokból áll. Általánosságban elmondható, hogy a két részlépés sebességének aránya határozza meg, hogy

lányszerű (savas) vagy izometrikus (bázikus) mikrofázisokat kapunk a folyamat végén. A bevonat elkészítését 25 grammnyi, néhány tíz mikrométeres szemcseméretű, nagy tisztaságú vasszemcséken készítettem el. Az elemi porszemcsék felületét első lépésben semlegesítettem és zsírtalanítottam. A port 800 ml izopropil-alkohol és 160 ml desztillált víz elegyéhez adtam hozzá. Az oldatot egy Union Process 1S Szegvári attritor segítségével 30 Hz-es frekvenciával folyamatosan kevertem, közben pedig az oldatot tartalmazó edényt alulról egy szabályozható hőmérsékletű kerámialap segítségével 50 °C-ra fűtöttem fel. Néhány percet követően hozzáadtam 20 ml ammóniát és 80 ml TEOS-t. Az így elkészített keverékből 3 adagot készítettem, melyeket 8; 16 és 24 órás Stöber kezelésnek vettem alá. A Stöber-szintézis során lejátszódó reakciókat a (30) és (31) egyenletek foglalják össze.

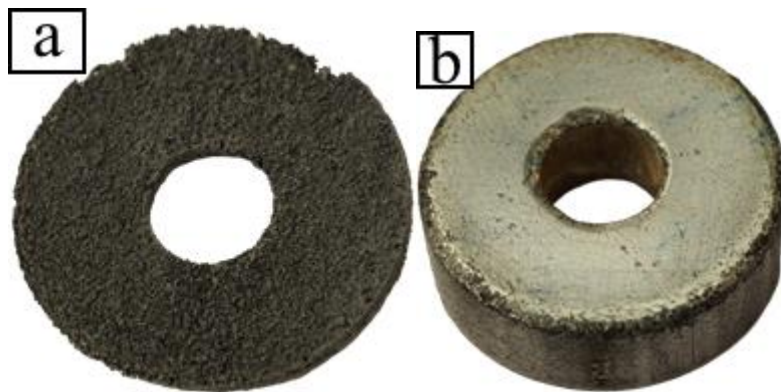


A módosított Stöber eljárást a Jian Wang és munkatársai által publikált cikk alapján készítettem el [130,137]. A kiindulási vaspapor alapanyag minősége és mennyisége megegyezik az előzőekben ismertetettel. A 25 gramm vasport 250 ml izopropil-alkoholban kevertem el 30 Hz-en 10 percig szobahőmérsékleten. Ezt követően 50 °C-ra fűtöttem fel az oldatot és hozzáadtam 1,5 gramm (3-amino-propil) trietoxiszilánt (APTES) és 5 ml desztillált vizet. Ezt az oldatot 1 órán keresztül kevertem tovább 30 Hz-zel. A következő lépésben 7,5 ml TEOS-t és 1 ml ammóniát adagoltam hozzá az oldathoz. Hőmérsékletét 60 °C-ra emeltem és további 23 órán keresztül folyamatos keverés mellett kezeltem a port. Végezetül többszöri etanolos atmoszt követően 60 °C-on 24 óra alatt egy szárítókabinban kiszáritottam a port.

4.3.2 Vas-foszfát kompozit előállítási módszere

A mag-héj szerkezetű alapanyagból 3D nyomtatással előállított kompozit szerkezetre a vas-vasfoszfát rendszer esetében tettem kísérletet először. A kutatásom során vizsgált kompozitok közül egyedül a vas és vas-foszfát olvadáspontja különült el drasztikusan, ami ahhoz szükséges, hogy csak a héjszerkezet megolvasztása révén alakuljon ki a szerkezet integritása. Mivel a szigetelőfázis abszorpciós képessége az 1 µm-es hullámhosszúságú lézerrel szemben rosszabb, mint a vasé, így jól elkülöníthető olvadáspontú anyagokra volt szükségem a kompozit nyomtathatósága szempontjából. Mivel a vas (II) foszfát és vas (III) foszfát olvadáspontja (180 °C, valamint 250 °C) is meglehetősen alacsony, így megfelelőnek bizonyultak a kísérletekhez.

A kiindulási alapanyag nagy tisztaságú (> 99,9%), 100 mikronos átlagos szemcseméretű vaspor volt. A szemcsék felületén kialakított szigetelőréteget A. H. Taghvaei és munkatársai munkája alapján készítettem el [138]. Az egyetlen módosítás, amit eszközöltem, hogy aceton helyett izopropil-alkoholt használtam. 250 gramm vasport kezeltem egyben, amelyet izopropil-alkohollal zsírtalanítottam és ezzel hígítottam a foszfátalószerként alkalmazott ortofoszforsavat. A sav kationjai hidrogénionok, amelyekből kialakul a porszemcse felületén egy egyszerű vasfoszfát réteg. A vasfoszfát képződési kinetikájának optimuma Kir'yanov munkája alapján 0,01 g/ml ortofoszforsav koncentrációnál és 2,5 g/ml vaspor koncentrációjú oldatnál van [139]. 30 Hz-es keverés mellett 30 percig kezeltem a vasport, majd többszöri etanolos atmoszféra követően 40 °C-on 10%-os páratartalom mellett kiszáritottam a mintát.



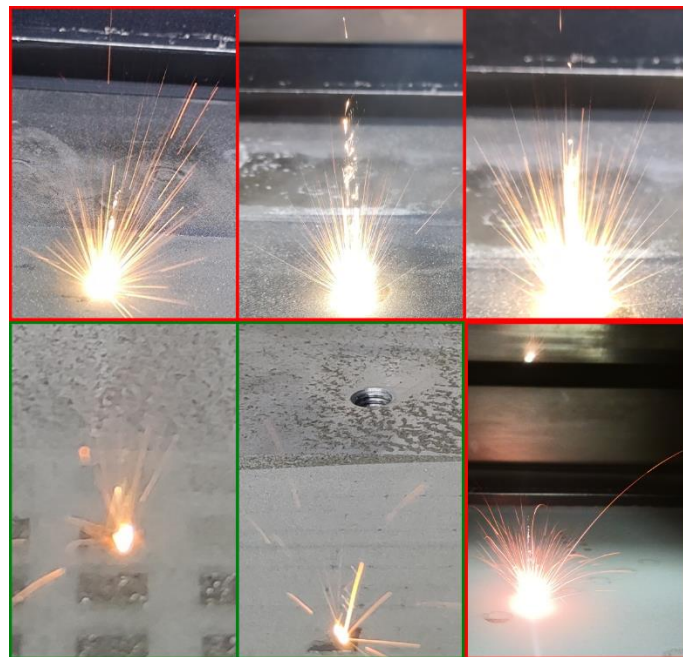
25. ábra Fe-PO₄ 3D nyomtatott (a) és préselt (b) minta fényképe.

4.3.3 Egyéb módszerek ismertetése

Kísérletet tettem számos más mag-héj szerkezetű kompozit előállítására is, amelyeket a teljesség kedvéért ebben a fejezetben foglalok össze. Mivel azonban a mágneses vagy mechanikai tulajdonságaik nem voltak megfelelőek ezért itt mutatom be ezeket és az eredmények részben már nem teszek említést róluk.

Első ezek közül a módszerek közül a mechanikus őrléssel előállított Fe-Al₂O₃ kompozit volt. A nagyenergiájú őrléssel a puhább vasszemcsék felületébe belenyomódtak az Al₂O₃ szemcsék, elszigetelve ezáltal egymástól azokat. Ez az előkezelt por került felhasználásra a 3D nyomtatási kísérletek során. A vas-alumínium-oxid részarányt úgy választottam meg, hogy a két anyag térfogataránya 85-15% legyen. Ennek megfelelően ~670 és 60 gramm port kevertem össze egy Union Process 1S Szegvári attritor segítségével. Az őrlést 30 Hz-en 2 órán át végeztem. A vas szemcsemérete > 125 μm volt, ezzel szemben az alumínium-oxidé csak néhány mikrométer volt. Az első nyomtatási kísérleteket követően a pásztázó

elektronmikroszkópos vizsgálatok során nem találtam számottevő szigetelőanyagot a mintában. A nyomtatási folyamat során feltűnt, hogy a megszokottnál nagyobb szikrával jár a por lézerszinterezése. Egy újabb gyártási kísérlet során az Al_2O_3 térfogatszázalékát megnöveltem a kétszeresére, így 70-30%-os vas-alumínium-oxid kompozitot használtam. A nyomtatást csak néhány tized milliméter vastag, kvázi bevonatként tudtam előállítani, ezt követően minden esetben letört a minta az alaplapról. A pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok során már kimutatható volt a szigetelőfázis jelenléte, de nem volt koherens, egybefüggő a megléte. A vizsgálatok feltárták a szigetelőrétegen keletkezett repedéseket, amelyek a nyomtatás idő előtti végét okozhatták. Megvizsgálva a 3D nyomtatott Fe- Al_2O_3 metszeti képeit arra a következtetésre jutottam, hogy a nyomtatás során tapasztalható, megszokottnál nagyobb szikra az abláció jelenségének következménye (lásd 26. ábra). A nagyteljesítményű energiabesugárzás hatására végbemenő folyamatok (abláció, vaporizáció, hőtágulás, abszorpció) az érintett térfogatban mechanikai hatások (pl. lökeshullámok) kialakulását idézhetik elő. Ezzel magyarázható tehát a szokatlanul nagy szikracsóva és a szinterezett mintában található, 70-30 V%-nál kisebb Al_2O_3 koncentráció.



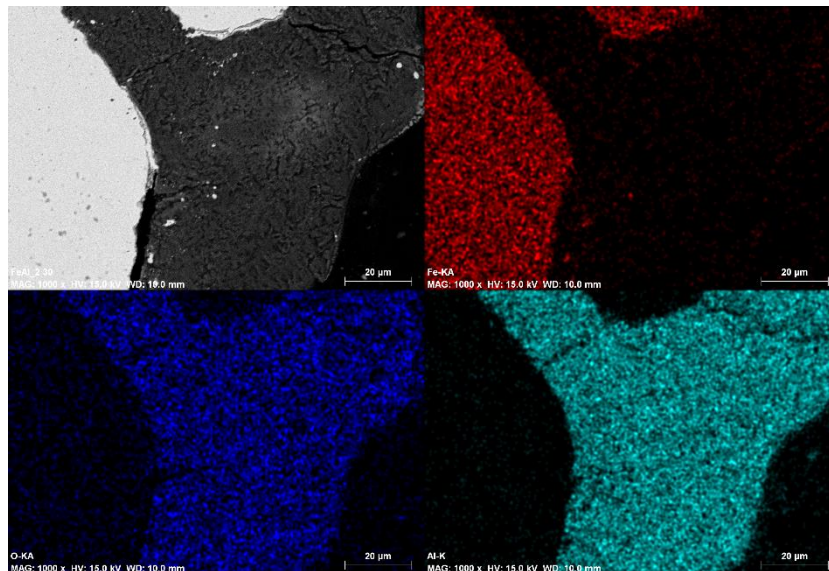
26. ábra Lézercsóva mérete jelentős (piros keret) és elenyésző (zöld keret) abláció esetén.

A nyomtatás során alkalmazott paramétereket a 2. táblázat foglalja össze.

Minta	Lézerjeljesítmény [W]	Pásztázási sebesség [mm/s]	Asztalhőmérséklet [°C]	Térfogatarány Fe – Al ₂ O ₃
114-1	30	200	40	85-15
114-2	50	500	40	85-15
121-1	30	200	40	70-30
121-2	50	500	40	70-30
122-1	30	200	40	70-30
122-2	70	1000	40	70-30
123-1	20	200	40	70-30
123-2	60	800	40	70-30
124-1	20	200	40	70-30
124-2	50	500	40	70-30
125-1	20	200	40	70-30
125-2	10	100	40	70-30

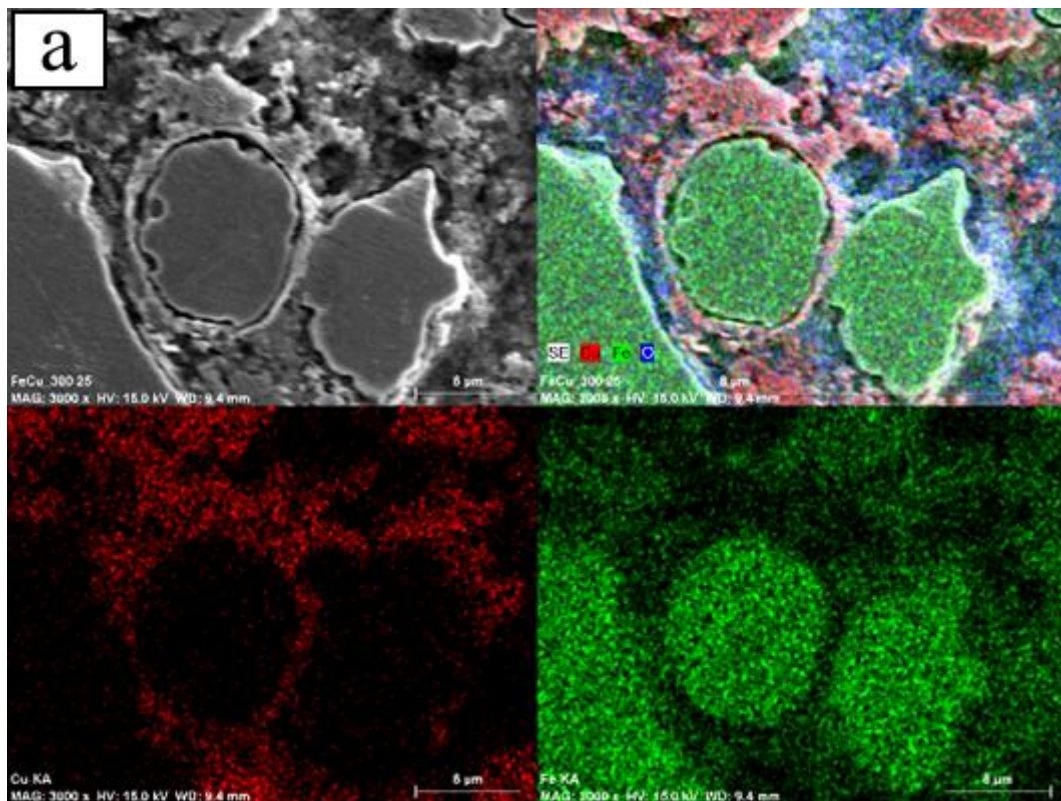
2. táblázat Fe-Al₂O₃ 3D nyomtatási paramétereinek összefoglaló táblázata.

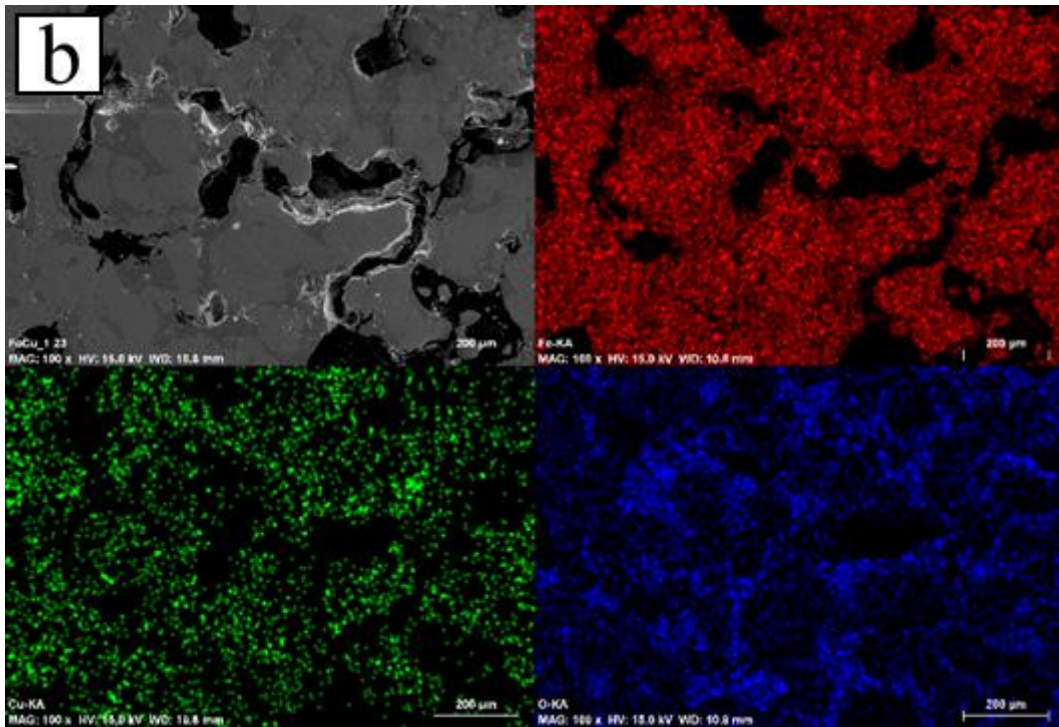
A 125-1 és 125-2 paraméterekkel nyomtatott Fe-Al₂O₃ kompozit pásztázó elektronmikroszkópos felvételét a 27. ábra szemlélteti.

27. ábra Mag-héj szerkezetű Fe-Al₂O₃ 3D nyomtatott kompozit.

A következő kompozit anyagpár a Fe-Cu₂O volt. Kiindulási alapanyagként az előzőekben ismertetett vasport és réz-szulfátot alkalmaztam. A vasport rézgálic (CuSO₄) vizes oldatával kezeltem. Folyamatos keverés mellett 4 órán át hagytam a port az oldatban, majd többszöri alkoholos átöblítést követően kontrollált körülmények között kiszáritottam.

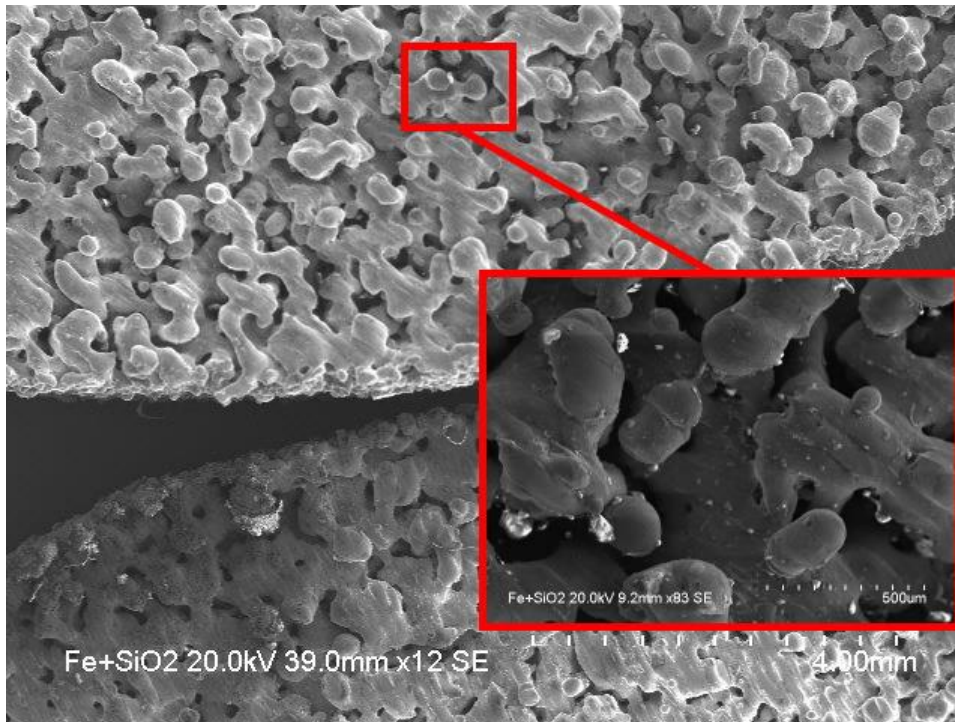
Szitasoros frakcionálást követően a 125 μm -nél kisebb porszemcséket használtam fel a nyomtatási és préselési kísérletekhez. A kompozit por előállításának egyszerűsége és olcsósága lehetővé tette, hogy kompaktált és nyomtatott mintát is készítsek az alapanyagból. Ezek mikroszkópos felvételeit a 28. ábra szemlélteti. A 3D nyomtatott minta minden esetben levált a munkalapról, mágneses tulajdonságok mérésére alkalmas makroszkopikus minta előállítása nem sikerült. Présseléssel azonban jól szigetelő, tömör kompozit toroid mitákat állítottam elő. A Fe-Cu szerkezetet ezt követően egy atmoszférikus hőkezelés során oxidálni kellett, amelynek hatására kialakul a Cu_2O szigetelőfázis. A hőkezeléseket minden esetben 1 órán át 150; 200 és 300 $^\circ\text{C}$ -on végeztem el. A minták statikus permeabilitása 16 és 22,5 frekvenciahatáruk 15-25 MHz között alakult.





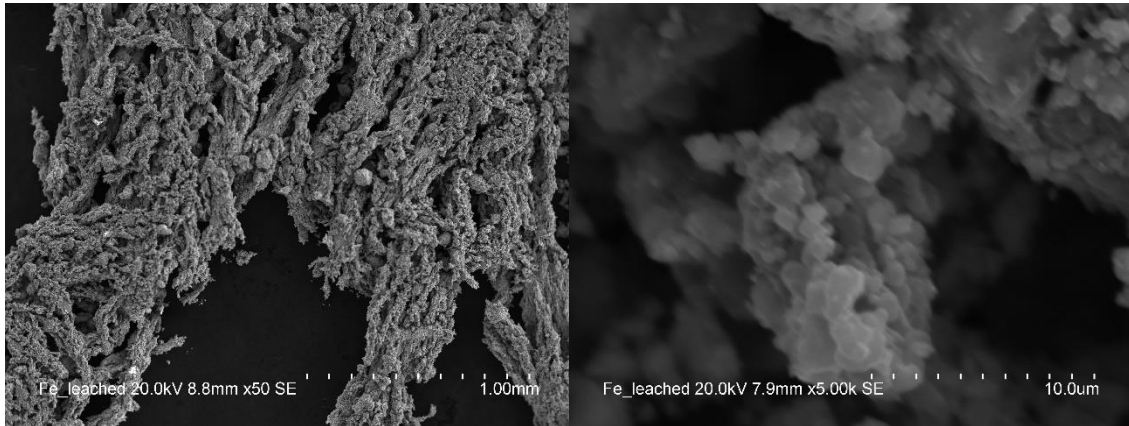
28. ábra Mag-héj szerkezetű vas-réz préselt (a) és 3D nyomtatott (b) kompozit szerkezet SEM felvétele.

Vas-kvarcüveg porok őrléssel homogenizált elegyét is megkíséréltem 3D nyomtatási technológiával szinterezni. A kompozit szerkezet kialakulása helyett egy homogén, ám rendkívül porózus, vas rácsszerkezetet kaptam a nyomtatás során. A legtöbb üveg 1400-1600 °C környékén kezd megolvadni. A SiO_2 viszonylag magas, 1710 °C-on olvad csak meg. Sűrűsége megközelítőleg harmada a vasnak, így minden adott az abláció jelenségének lejátszódásához. A nyomtatás során a berendezés elszívásának irányában feldúsult a porelegy üvegszemcsékkel. Ezen tapasztalatok alapján arra a következtetésre jutottam, hogy ilyen módon a vas-üveg kompozit szerkezetek előállítása nem lehetséges. A nyomtatási kísérletek egyik végeredményéről készült pásztázó elektronmikroszkópos felvételt szemlélteti a 29. ábra.



29. ábra Fe-”SiO₂” 3D nyomtatott szerkezet SEM felvétele.

Az utolsó említésre méltó kísérlet jelen fejezetben a Fe_{35,3}-Al_{64,7} ötvözet lúgos kezelésével előállított vas rácsszerkezetek bemutatása. Az eljárás lényege, hogy az ötvözetből az alumíniumot nátrium-hidroxid (NaOH) és desztilláltvíz oldatával eltávolítjuk. A Fe-Al ötvözet vákuumöntési eljárással készült. Ezt követően egy őrlőmalom segítségével durva szemcséjű port állítottam elő. Ezt a port már ki lehet lúgozni, melynek végterméke megközelítőleg egy 100 nm-es nagyságrendű vaspor lett. Egy ilyen pormintáról készült SEM felvételt szemléltet a 30. ábra. Másik eljárási módszer során az őrlött Fe-Al porból toroid mintákat készítettem. Elképzelésem szerint a lúgozás végeztével egy formára szabott, porózus vasszerkezetet lehet kapni. Ezt utána valamilyen szigetelővel impregnálva előállítható egy SMC vasmag. A lúgozást követően azonban a minta nem maradt egyben. Csak jelentős mértékű alumínium megmaradása esetén mutatott elegendő szilárdságot a további kezelések elvégzéséhez.



30. ábra Lúgozott $\text{Fe}_{35,3}\text{-Al}_{64,7}$ ötvözet pásztázó elektronmikroszkópos felvétele.

4.4 Additív gyártástechnológia

Lágymágneses porok fém 3D nyomtatásával évről évre egyre több szakirodalmi publikáció foglalkozik [140–146]. Sokszor a hagyományos gyártástechnológiai eljárásokkal nehezen megmunkálható ötvözetek is könnyedén feldolgozhatóvá válnak valamilyen additív gyártástechnológia alkalmazásával [142,147,148]. A legtöbb publikáció a nagy pontossággal beállított, kitüntetett mágneses tulajdonságokkal rendelkező fémötvözetek tömör, nagy geometriai méretekben történő nyomtatására tesz kísérletet [149]. Kevés eredmény születik a fém-szigetelő kompozit szerkezetek 3D nyomtathatóságával kapcsolatban. A korszerű mérnöki megoldások igényt tartanak a folyamatos anyagtechnológiai újításokra. Az SMC anyagok e szűk halmazának nyomtathatósági vizsgálatait és az ehhez szükséges technológiai, módszertani fejlesztéseket tűztem ki kutatásom egyik céljául. A következő fejezetben bemutatom a fém-szigetelő rétegezt szerkezetű kompozitok 3D nyomtatással történő előállításának lehetőségeit valamint a mag-héj szerkezetű SMC-k és egykomponensű SMM anyagok nyomtatási módjait.

4.4.1 Módosított porterítési eljárás

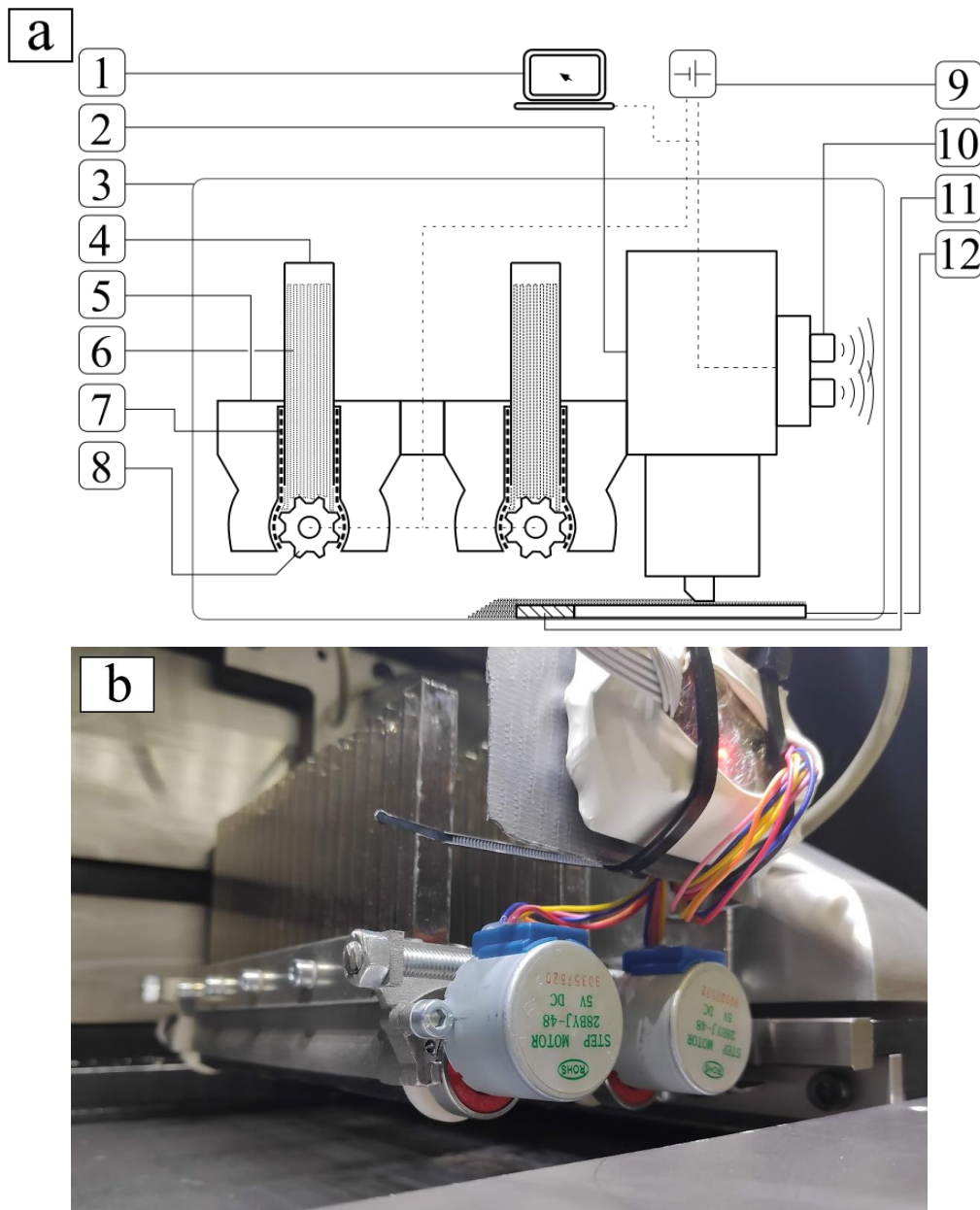
A rétegezt szerkezetű SMC-k 3D nyomtatásának ötlete a lemezelt transzformátormagok és a PBF technológia rétegről-rétegre történő felépítő eljárása közti párhuzam ötletéből adódott. Míg a transzformátormagok néhány milliméter vastag lemezekből épülnek fel, addig fém 3D nyomtatással néhány tíz mikrométer vastagságú „lemezek” rétegezésére van lehetőség. További előnye a 3D nyomtatásnak, hogy a ferromágneses és elektromosan szigetelő rétegek adhéziós kapcsolatot alakítanak ki határfelületeiken, így egy kompakt, tömör terméket kapunk a folyamat végén. A fém-szigetelő rendszer megvalósításához két technológiai megoldást kellett használnom a rendelkezésemre álló EOSINT M270-es lézerszinterező berendezésen.

Jellemzően a kereskedelmi forgalomban kapható fém 3D nyomtató berendezések nyomtatási paramétereit nem változtathatók szabadon. Így volt ez az esetben is egészen 2019-ig, amikor is sikerült a gyártóval megegyezni és bizonyos nyomtatási paraméterek állításának lehetőségét megteremteni. Ez elengedhetetlen feltétele hibrid anyagpárok egyidejű nyomtatásának. Könnyű belátni, hogy különböző szemcseméretű, olvadáspontú, hővezetési tényezőjű, abszorpciós tényezőjű anyagok megolvasztásához szükséges energiabevitel nagymértékben eltérhet egymástól. Ezen szoftveres beállítási lehetőségek révén alkalmam nyílt változtatni többek között a következő paramétereket:

- asztalhőmérséklet
- lézerpásztázási stratégiák és paramétereik
- lézerteljesítmény
- pásztázási sebesség
- rétegvastagság
- munkatérre felhordott por mennyisége
- fókuszpont átmérőjének változtatása
- pásztázási átlapolás mértéke

A második technológiai módosítás, amit az eredeti nyomtatási folyamatban megváltoztattam az a poradagolás volt. A por egyenletes kiterítéséhez továbbra is az EOSINT M270-es gép eredeti kerámia terítőlécét használtam. Az alapanyagot azonban nem az erre a célra kialakított tartályba töltöttem, hanem egy általam készített, kétkamrás poradagoló adapterbe. Az adaptert a működési környezetében a főbb egységeivel együtt a 31. ábra szemlélteti. A kétféle por alapanyag tárolására és adagolására alkalmas adaptert két különálló portartállyal (4) láttam el, amelyekbe tiszta vasat és valamilyen elektromosan szigetelő vagy rossz elektromos vezetőképességű port (6) töltöttem. A portartályok egy adapterházba (5) helyezkedtek el, amelyen kialakításra került az adagolást megvalósító bordástengely (8) csapágyazásának és tömítésének (7) rögzítése. A házra fogattam fel a tengelyeket meghajtó elektromotorokat is. Az egyedei porterítő adaptert és a 3D nyomtató porterítőlécét (2) egy külön erre a célra kialakított profillal fogattam össze. A megfelelő helyen és időben történő poradagolás szabályozására egy ultrahangos távolságérzékelő szenzort (10) helyeztem el, amely a nyomtatókamra egyik falától mért távolságot érzékeli. A nyomtatandó alkatrészt (11) minden esetben egy külön erre a célra behelyezett acéllapra (12) nyomtattam rá. Az adapter vezérlését és a motorok, illetve a szenzor tápfeszültségét egy vákuumtömör csatlakozón keresztül bevezetett vezetékkel oldottam meg, így a nyomtatási térben (3) továbbra is garantálni

tudtam az 1,3 ppm alatti oxigénkoncentrációt. A tápegység (9) és az adagolást vezérlő számítógép (1) a nyomtatón kívül került elhelyezésre.

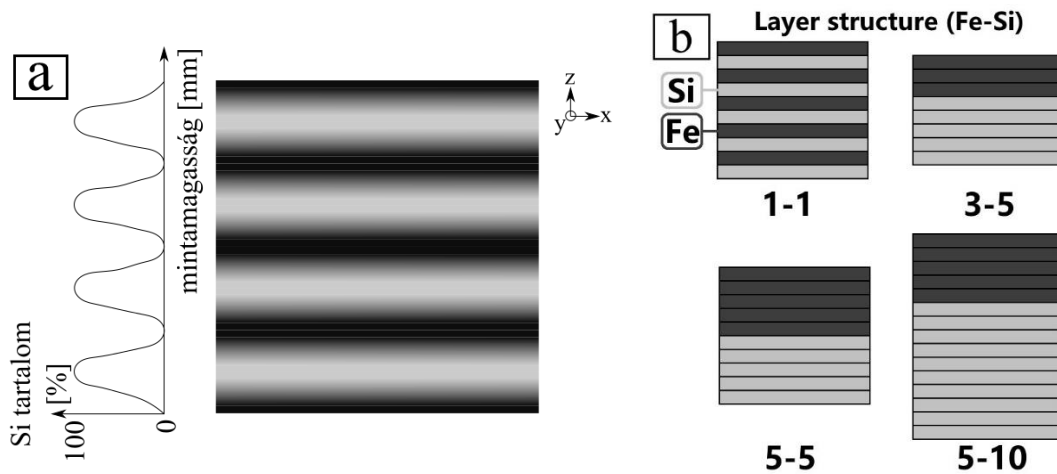


31. ábra Egyedi porterítő adapter sematikus ábrája (a) és az első tesztverzió a beépítési környezetben (b).

A rétegelt fém-szigetelő kompozit előállítására számos kísérletet tettem, de hamar beláttam, hogy a nemfémes elemek megolvasztása nem kivitelezhető a rendelkezésemre álló lézerforrással. Kezdetben vas - szilícium-dioxid, vas - nátrium-szilikát, vas - bór-nitrid, vas - alumínium-oxid, vas - titán-karbid, vas - volfrám-karbid rendszerek előállítására tettem kísérletet. A következő fejezetekben bemutatok néhány ígéretesnek bizonyult kísérletet, amelyeket ezzel az egyedi technológiai eljárással készítettem el.

4.4.2 Fe-Si rétegtelt kompozit struktúra kialakítása

Az első kísérlet tárgyát elemi vas és szilícium porok alkották. A nagy tisztaságú porokat betöltöttem az egyedi porterítő berendezés megfelelő tartályaiba, majd különböző paraméterbeállítások és rétegrendek mellett kísérletet tettem toroid minták előállítására. Elképzelésem szerint a kísérlet eredményeként előállítható egy gradiens ötvözet, melynek bizonyos metszetében megtalálható a nagy tisztaságú vas és szilícium réteg is. A szilícium félvezető tulajdonságát kiaknázva egy elektromos szigetelőréteget szerettem volna létrehozni, míg a gradiens átmenetek esetén a Fe-Si előnyös mágneses tulajdonságait használtam volna ki. A tiszta vasréteg hozzájárul a nagy telítési indukcióhoz, ami elengedhetetlen az elektromotorok hatékony működése szempontjából.



32. ábra Vas-szilícium 3D nyomtatott gradiens ötvözet (a) és az alkalmazott rétegrendek (b) sematikus ábrája.

A 32. ábra egy hipotetikus esetet mutat be a gradiens Fe-Si ötvözet szilíciumkoncentráció építési irányba történő változása szempontjából. A 32. ábra a 3D nyomtatási kísérletek során alkalmazott rétegrendeket mutatja be. A lézerszinterezési kísérletek során alkalmazott paramétereket a 3. táblázatban foglaltam össze.

Sorszám	Rétegrend	$P_{\text{lézer}}$	V_{scanning}	Sorszám	Rétegrend	$P_{\text{lézer}}$	V_{scanning}
[-]	Fe - Si	[W]	$[\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}]$	[-]	Fe - Si	[W]	$[\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}]$
50	5-5	100	800	68	3-5	120	800
51	5-5	120	800	69	3-5	100	800
52	5-5	140	800	70	3-5	100	1000
53	5-5	195	800	71	3-5	100	600
54	5-10	195	800	72	3-5	100	400
55	5-10	180	800	73	3-5	100	200

56	5-10	160	800	74	1-1	195	800
57	5-10	140	800	75	1-1	180	800
58	5-10	120	800	76	1-1	160	800
59	5-10	100	800	77	1-1	140	800
60	5-10	100	1000	78	1-1	120	800
61	5-10	100	600	79	1-1	100	800
62	5-10	100	400	80	1-1	100	1000
63	5-10	100	200	81	1-1	100	600
64	3-5	195	800	82	1-1	100	400
65	3-5	180	800	83	1-1	100	200
66	3-5	160	800	84	1-1	80	500
67	3-5	140	800	85	1-1	70	500

3. táblázat Fe-Si rétegelt kompozit toroid minták alkalmazott nyomtatási paramétereit.

4.4.3 Fe-TiN rétegelt kompozit struktúra kialakítása

A rétegelt kompozit szerkezetet vas-titán elemi fémporokból is megpróbáltam előállítani. Az anyagválasztás a fém lézerszinterezési eljárások két leggyakrabban alkalmazott elemére esett. A vasalapú ötvözeteket a mérnöki alkalmazásokban, a titánt pedig az orvostechikai, implantológiai eljárások során alkalmazzák előszeretettel [69,150]. Feltételezésem szerint a nitrogén védőgázban szinterezett titán rétegek in situ megolvasztása és nitridálása titán-nitrid rétegek kialakulását eredményezi a tiszta vas rétegek között. Ennek előnye abban áll, hogy rosszabb az elektromos vezetőképessége, mint a titánnak és a Fe-Si rendszerrel ellentétben kevésbé hajlamos a gyors diffúzióra a vasban. Eredményeként megvalósítható a tiszta vas – tiszta titán-nitrid rétegeket valamint keskeny átmeneti zónákat tartalmazó rétegelt kompozit szerkezet kialakítása. A nyomtatási paraméterek egyik jellemző értéke a térfogati energiasűrűség (volumetric energy density – VED) [151]. Számítása a (32). egyenlet alapján történik, ahol E_d – a térfogati energiasűrűség [J/mm^3], P – lézer teljesítménye [W], v – lézer pásztázási sebessége [mm/s], h – lézer pásztázási vonalai közti távolság [mm], d – rétegvastagság [mm].

$$E_d = \frac{P}{v \cdot h \cdot d} \quad (32)$$

A Fe-Ti kompozit előállítására nagyon limitált volt a próbálkozási lehetőségek száma, a kis mennyiségben rendelkezésemre álló titánpor miatt. Ennek megfelelően egy előkísérlet alapján végül a vasrétegeket 100 W, 800 mm/s a titánrétegeket pedig 125W, 900 mm/s-os

paraméterekkel nyomtattam ki. A térfogati energiasűrűség a vasréteg esetében $62,5 \text{ J/mm}^3$, míg a titán esetében $69,06 \text{ J/mm}^3$ -re adódott. A vasrétegen belül sugárirányú bemetszéseket készítettem a 3D-s modellen, hogy megszakítsam az anyagfolytonosságot. Ennek szerepe az örvényáramú veszteségek további csökkentése volt.

4.4.4 Vas - vasfoszfát kompozit 3D nyomtatása

Mag-héj szerkezetű SMC vasmag 3D nyomtatására vas – vasfoszfát rendszer esetében tettem kísérletet. Célom volt a vasfoszfát bevonat részleges megolvasztása és ezáltal a szemcsék szigetelőanyagának összeolvasztása anélkül, hogy a vasszemcsék érintkeznének egymással. A Fe – FePO_4 mag-héj szerkezetű por alapanyag előállítási módszerét a 4.3.2 fejezetben részletesen ismertettem. A 3D nyomtatási kísérleteket az optimális paraméterek megválasztása érdekében egy előkísérlettel kezdtem, melynek keretében 16 db, $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}$ -es kockát nyomtattam ki különböző paraméterekkel. A nyomtatási paraméterek változó elemeit a 4. táblázat foglalja össze.

Sorszám	$P_{1\text{lézer}}$	$v_{1\text{scanning}}$	Sorszám	$P_{1\text{lézer}}$	$v_{1\text{scanning}}$	$P_{2\text{lézer}}$	$v_{2\text{scanning}}$
[-]	[W]	$[\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}]$	[-]	[W]	$[\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}]$	[W]	$[\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}]$
1	10	100	9	10	100	10	100
2	10	200	10	10	100	12	100
3	10	300	11	10	100	15	100
4	10	400	12	10	100	20	100
5	15	100	13	20	100	10	100
6	20	100	14	20	300	10	100
7	25	100	15	20	500	10	100
8	30	100	16	20	800	10	100

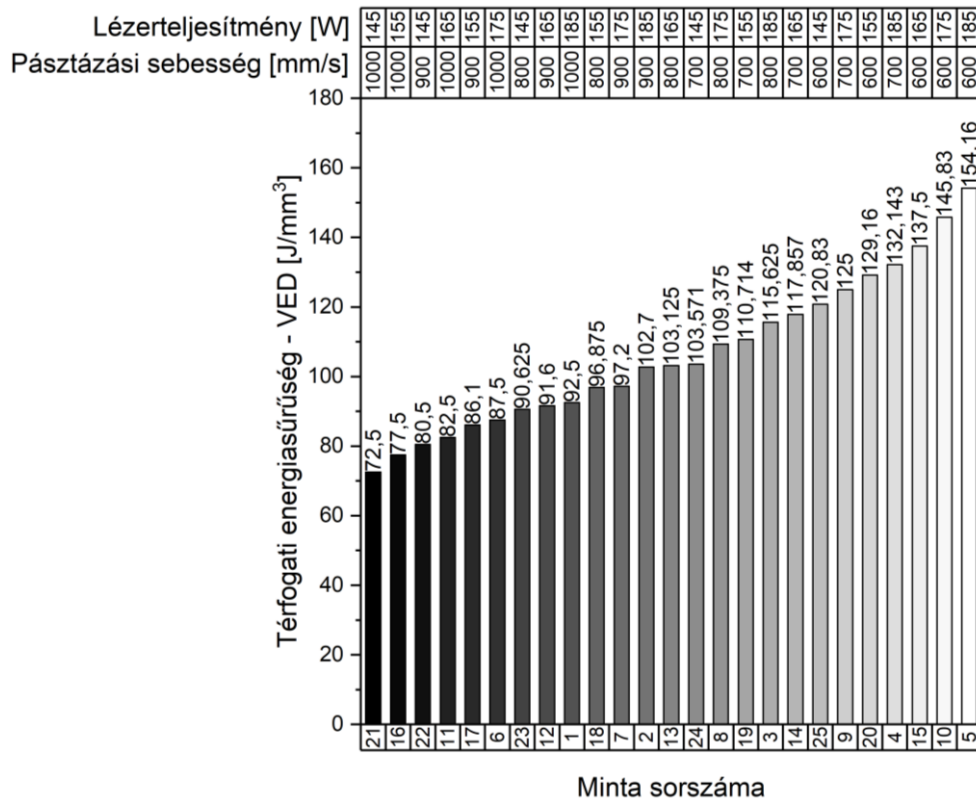
4. táblázat Fe- FePO_4 mag-héj szerkezetű kompozit 3D nyomtatási paraméterei.

Az első nyolc mintát csak egyszer pásztázta le a lézer, míg a 9-16 közötti mintákat kétszer járta le a lézer. A dupla pásztázási stratégia lényege a szerkezet porozitásának csökkentése volt. Az egyszeri nagy energiabevitel hatására ablációs jelenség volt megfigyelhető. A nagy energiasűrűség hatására a szemcsék kipattantak a porágyból ahelyett, hogy összeolvadtak volna. Erre a szokásosnál nagyobb lángcsóva figyelmeztetett. A nyomtatást követően a sikeresen szinterződött kockákat CT vizsgálatnak vettem alá. A vizsgálat lényege az volt, hogy a Fe- FePO_4 nyomtatási paraméterei és a mért porozitásértékek között valamilyen kapcsolatot találjak.

Az előkísérletek alapján a legjobb paramétercsomaggal toroid mintákat készítettem a komplex permeabilitás-spektrum méréséhez. Ebből az anyagösszetétellel préseléssel is előállítottam toroid mintákat, melyeknek külső átmérője $D = 30$ mm, belső átmérője $d = 10$ mm, magasság $h = 9$ mm volt. A nyomtatott minta D és d méretei megegyeztek a préselt mintáéval, azonban a magassága csak $h = 2$ mm volt. A préselt és 3D nyomtatott minta fényképét a 25. ábra szemlélteti. Mindkét minta komplex permeabilitás-spektrumát és mikroszerkezetét megvizsgáltam.

4.4.5 Fe-6,5wt%Si 3D nyomtatása

A 3.2.3.3 fejezetben ismertetett okokból kifolyólag a Fe-6,5wt%Si kitüntetett szerepet tölt be a szilíciumacélok csoportjában. A legkisebb veszteségtényezővel rendelkező ötvözet megmunkálhatósága komoly problémákat jelentett a gyártástechnológusok számára. A fém 3D nyomtatás megjelenésével ez a probléma megoldódni látszik. Az ötvözet gázatomizációs porlasztással kiválóan gyártható, lézerszinterezési eljárással pedig némi korlátok betartása mellett alkalmazható. A nagyméretű alkatrészek (pl. elektromotor forgórész) gyártásának kutatása jelenleg is folyik [152]. A rendkívül rideg tulajdonságok következtében a ciklikusan bekövetkező olvasztás és a nagy Z irányú kiterjedés esetén fellépő alkatrészen belüli nagy hőmérséklet-különbség (<1000 °C) jelentős problémákat okoz a nyomtatás során. Egy rúdszerű alkatrész nyomtatási térben történő elhelyezése más mikroszerkezeti struktúrát eredményez állított, fektetett és a nyomtatási síkkal 45° -os szöget bezáró esetben. A kristallitok növekedése Z irányban történik, így a könnyű mágnesezési irány $\langle 100 \rangle$ beállítása szempontjából nem elhanyagolható az alkatrész orientációja. A nyomtatási paraméterek optimalizálása szempontjából 25 db, 5 mm magas, $\varnothing 5$ mm-es hengert nyomtattam. A nyomtatási paramétereket a 33. ábra foglalja össze. A VED porozításra gyakorolt hatását CT vizsgálatokkal és optikai mikroszkópos mérésekkel tanulmányoztam.



33. ábra Fe-6,5wt%Si hengeres minták nyomtatási paramétereit.

A hengeres minták nyomtatását követően $D = 12$ mm, $d = 7$ mm, $h = 3$ mm geometriai méretekkel rendelkező toroid mintákat nyomtattam, amelyek a nyomtatási síkkal 0° , 45° és 90° -os szöget zártak be. A toroid minták komplex permeabilitás-spektruma és mikroszerkezete közti kapcsolatot vizsgáltam. Az alkalmazott nyomtatási paramétereiket az 5. táblázatban foglaltam össze.

Sorszám	$P_{\text{lézer}}$	v_{szken}	Orientáció	Sorszám	$P_{\text{lézer}}$	v_{szken}	Orientáció
[-]	[W]	[mm·s ⁻¹]	[°]	[-]	[W]	[mm·s ⁻¹]	[°]
201	165	900	0	217	165	500	45
202	155	900	0	218	185	800	45
203	145	900	0	219	165	700	45
204	165	500	0	220	165	900	90
205	185	800	0	221	155	900	90
206	165	700	0	222	145	900	90
215	165	900	45	223	165	500	90
216	155	900	45	224	185	800	90
				225	165	700	90

5. táblázat

Fe-6,5wt%Si toroid minták nyomtatási paramétereit.

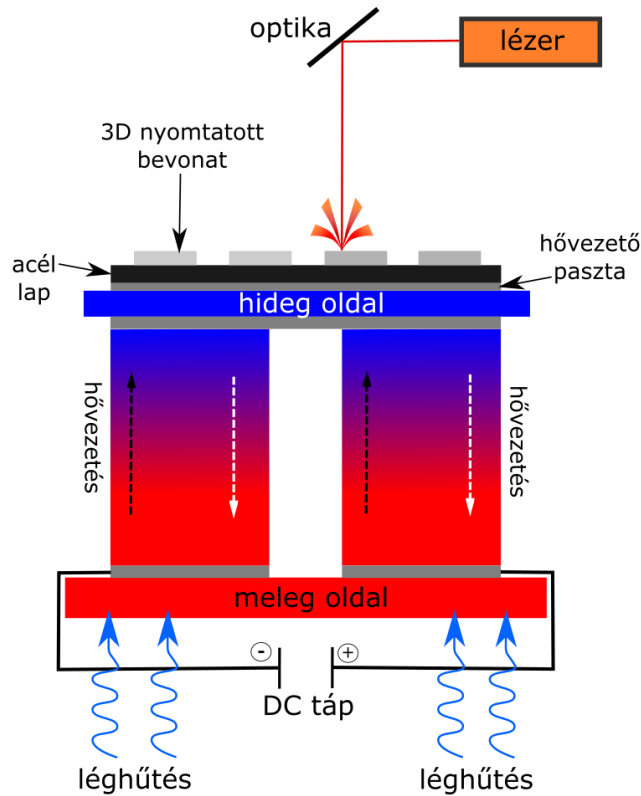
A növekvő térfogati energiasűrűség csökkenő porozitást eredményez a nyomtatás során [153]. A kísérletek során azonban azt tapasztaltam, hogy makroszkopikus geometriák nyomtatása esetén a nagy energiasűrűség egy ún. peremesedési effektust okoz [154]. Ez annyit jelent, hogy a lézerszinterezett geometria kontúrja mentén rétegről rétegre egyre több anyag halmozódik fel, amelyben egy bizonyos rétegszám után a portertőléc elakad és megáll a nyomtatás. Ennek megfelelően a toroidok nyomtatási paramétereit 80,5 – 165 J/mm³ közti értékeknek választottam meg, hogy megfelelően széles paramétertartományt tudja vizsgálni.

4.4.6 Egyedi amorf bevonat 3D nyomtatása

Az amorf – részben nanokristályos szerkezetek kiváló lágymágneses tulajdonságokkal rendelkeznek. Az amorf szerkezet sok esetben nagy mágneses permeabilitást eredményez, így akár elektromágneses árnyékolásra is alkalmas lehet. Továbbá fontos megemlíteni, hogy az amorf mikroszerkezet rendkívül kemény, rideg mechanikai tulajdonságokkal jár. Az amorf ötvözeteket rendszerint folyadék halmazállapotba hozott ötvözetből valamilyen gyorsított eljárással, jellemzően szalag formájában állítják elő [155]. Az amorf szerkezet szilárd halmazállapotban történő megőrzéséhez 10⁵-10⁶ K/s hűtési sebességre van szükség. A gázatomizációs eljárás is tekinthető egyfajta gyorsított gyártási eljárásnak, amely képes amorf szerkezetű porszemcsék előállítására. Ezen ötvözetekben jellemzően a fő összetevő Fe, Co és/vagy Ni 70-90at% arányban. Emellett szilíciumot és bórt szoktak még alkalmazni, amelyek fontos szerepet játszanak az üvegállapot stabilizálásában. A réz és nióbium kismennyiségben történő alkalmazása a hőkezelés során nanokristályos szerkezet kialakulását teszi lehetővé [1]. Ezek az ötvözőelemek azonban nagyon drágák és nagy tisztaságú elemi alapanyagokból állíthatók elő. A 3D nyomtatáshoz alkalmazható, piacképes alapanyagok olcsónak és minél hosszabb távon metastabilnak kell lennie, amely az ismétlődő ciklikus hőkezelés hatására sem kristályosodik ki. Ennek megoldására fejlesztettem ki egy ipari tisztaságú, vas metalloiddokból álló amorf ötvözetet, amely olcsón nagy mennyiségben előállítható. Nem tartalmaz drága ötvözőket, mivel nem az atomi átmérők különbözőségén alapszik az amorf szerkezet kialakulása, hanem rövidtávú rend kialakulásán (short-range order – SRO). A Fe₇₆P₈C₈B₅Si₂ ötvözet különböző kristályszerkezetei inkompatibilisek egymással rövidtávon, így megfelelő hűtési sebesség mellett kialakul az amorf/részben kristályos szerkezet.

Ehhez fontos megjegyezni, hogy a 3D nyomtatás során a nyomtatott anyag vastagságának növekedésével egyre kevésbé biztosítható a nagy hűtési sebesség, így az amorf hányad drasztikus csökkenése várható. Mivel az általam használt EOSINT M270-es 3D

nyomtató berendezés asztalhőmérséklete 40-100 °C között változtatható ezért készítettem egy egyedi nyomtatóasztalt, amelyet a géptől függetlenül, kívülről vezérelve le tudtam hűteni közel 0 °C-ra. Az egyedi nyomtatóasztal konstrukcióját és a nyomtatási elrendezést a 34. ábra mutatja be.



34. ábra Termoelemmel hűtött egyedi munkaasztal elméleti vázolata.

4.5 Komplex permeabilitás-spektrum mérés

Az általam is alkalmazott mágneses komplex permeabilitás-spektrum mérési elvének ismertetését részletesen a 3.1.6-os fejezetben részletezem. A mérés során egy gyűrű alakú mintára helyezett tekercsen szinuszos gerjesztőjelet hajtunk át, amelynek a minta által okozott torzulását mérjük. Induktivitás és ellenállásértékek méréséből fejtjük vissza a mágneses permeabilitás komplex komponenseit. A mérés elvégzéséhez ismernünk kell a minta sűrűségét, tömegét, valamint keresztmetszetét. A sűrűség meghatározásához a Micrometrics által gyártott gázkiszorításos AccuPyc II piknométert használtam. A tömegméréshez egy Kern PCB 2500-2 típusú laboratóriumi mérleget használtam, a geometriai méreteket pedig digitális tolómérővel mértem le minden esetben. A frekvenciatartományt illetően 1 kHz-től 1,8 GHz-ig tudtam vizsgálni a mintákat, de az 1-1,5 GHz feletti tartomány jellemzően már nagyon zajos volt, így azokat rendszerint nem használtam már fel az eredmények kiértékelésekor. A teljes

frekvenciatartomány lefedéséhez három különböző berendezést alkalmaztam, amelyeket a 6. táblázatban foglaltam össze.

Berendezés	Frekvenciatartomány [kHz]
HP 4274A Multi-Frequency LCR Meter	1-100
Agilent 4285A Precision LCR Meter	75-30 000
Agilent 4291B RF Impedance/Material Analyzer	1 000 – 1 800 000

6. táblázat Mágneses permeabilitás-spektrum méréséhez használt eszközök.

A minták összehasonlíthatósága érdekében az esetek döntő többségében egyforma geometriai méretű mintákat készítettem porkohászati préseléssel és 3D lézerszinterezéssel is. A gyűrű alakú minták 12 mm-es külső átmérővel és 7 mm-es belső átmérővel rendelkeztek. A préselt minták esetében a minta magasságát a szerszámüregbe töltött poradag mennyisége határozta meg. Általában törekedtem a 3 mm-es mintamagasságot megközelíteni, hogy közel négyzetes keresztmetszeten tudjak mérni. A gyűrű alakú minta előnye, hogy $N=0$ lemágnesezési tényezővel lehet számolni. A permeabilitást a (33) képlet alapján határoztam meg.

$$A = \frac{m}{\pi \cdot D_{\text{átlag}} \cdot \rho} \quad (33)$$

$$L = N^2 \cdot \mu' \cdot \mu_0 \cdot \frac{A}{l}$$

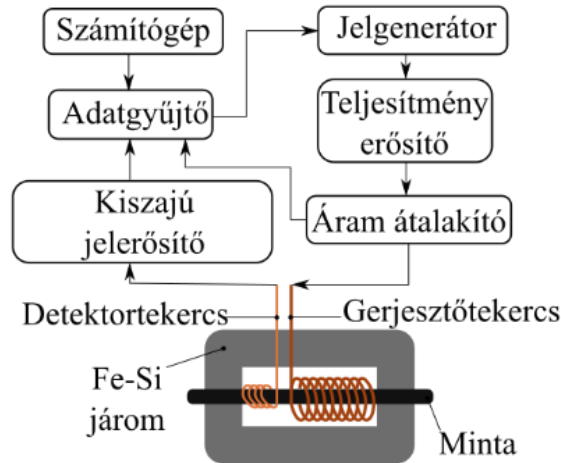
$$\mu' = \frac{L \cdot l}{\mu_0 \cdot N^2 \cdot A}$$

$$\frac{\mu''}{\mu'} = \frac{R}{\omega \cdot L}$$

4.6 Hiszterézisgörbe mérés

A mágneses hiszterézisgörbe mérését lapos, lemezszerű próbatesteken mértem. A görbék felvételéhez egy (AC) váltóáramú gerjesztésű, számítógépvezérelt magnetométert alkalmaztam. A lapos próbatestet két "U" alakú FeSi lemezekből laminált járom közé fogtam be a mágneses áramkör lezárása érdekében. A mag keresztmetszete 600 mm^2 , a befogás közti hossza 80 mm. A gerjesztőjel alakja és frekvenciája tetszés szerint változtatható, amelyet egy feszültségvezérelt áramgenerátorral ellátott teljesítményerősítővel tudtam szabályozni. A gerjesztő- és detektortekercs a próbatest középső része körül helyezkedik el. A magnetométer

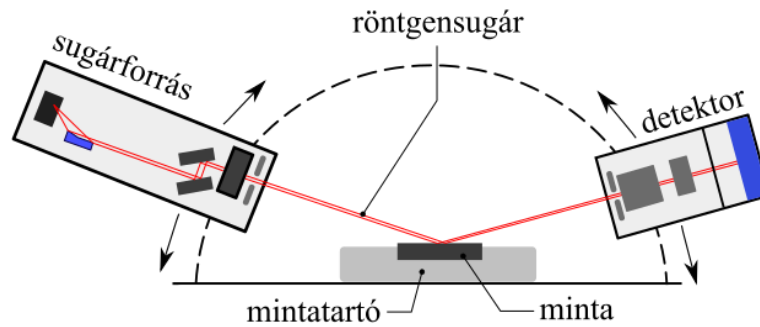
vezérlése számítógéppel történt, az adatok rögzítésére egy 16 bites bemeneti-kimeneti adatgyűjtőkártya szolgált [156]. Az alkalmazott maximális gerjesztő térerősség $H_{max} = 15\,380$ A/m volt. A hiszterézisgörbe felvétele esetén $H = 2000$ A/m gerjesztőteret alkalmaztam. A magnetométer blokkvázát a 35. ábra mutatja.



35. ábra AC magnetométer elméleti felépítése és lemezes minták mérőbefogójának vázlatja.

4.7 Röntgendiffrakció

A röntgen fotoelektron spektroszkópia egy kvantitatív mérési módszer, különböző anyagok felszínközeli anyagösszetételének ezrelékes pontosságú atomösszetételének meghatározására. A kristályos szerkezetű anyagok röntgensugaras vizsgálata során a különböző kristálysíkokról visszaverődő sugarak diffrakciót szenvednek, amely a rácssíkok közti távolsággal összemérhető (Bragg-egyenlet). A spektrumot úgy kapjuk meg, hogy a mintát monokromatikus röntgenfotonokkal sugározzuk be, amelyek az atomok elektronjaival ütközések révén lépnek kapcsolatba. A rugalmas ütközések (Thompson-féle) hatására kilépő elektronok energiáját egy detektorpanel segítségével mérjük. Ennek az elektronkilépésnek a legnagyobb mélysége ~ 10 nm, ezért ezt felszínközeli mérési technikának tekintjük. A besugárzás szögértékét változtatva minden szögnél kapunk jelet, de a reflexiók eredője csak a kitüntetett irányokban eredményez majd kiugró intenzitáscsúcsokat [157]. A mérési elrendezés sematikus vázlatát a 36. ábra szemlélteti.



36. ábra Bragg-típusú röntgendiffrakciós berendezés sematikus ábrája

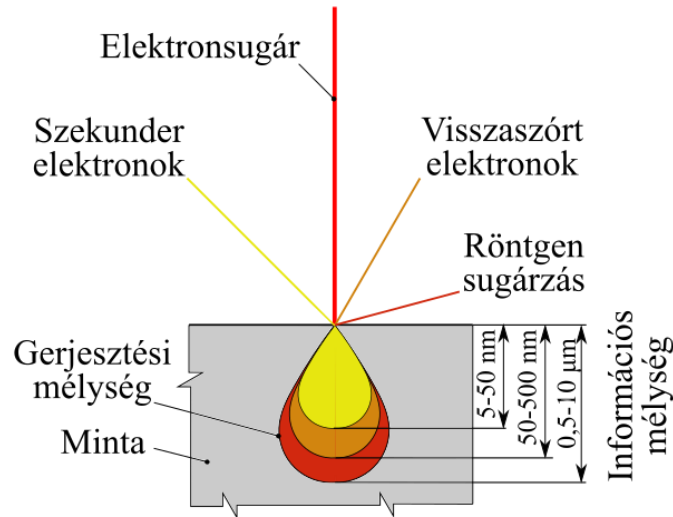
A röntgendiffrakciós mérés eredményeként információt nyerhetünk a kristályszerkezet Bravias-rendszerbe való besorolásáról, a vegyület jellegzetes spektrumcsúcsai alapján az összetételről, valamint a szemcseméretéről is, mivel az intenzitáscsúcsok félértékszélessége fordítottan arányos ezzel a paraméterrel [158].

A röntgendiffrakciós vizsgálatokat egy Bruker D8 diffraktométerrel végeztem, amely egy Co anóddal ($\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$) van felszerelve és jellemzően 40 kV gyorsítófeszültséget és 40 mA áramot vesz fel a röntgensugár kibocsátásához. A mérés $0,25^\circ/\text{min}$ sebességgel történt $2\Theta = 30 - 100^\circ$ tartományban.

4.8 SEM és fénymikroszkópos mérések

A mikroszkópos vizsgálatok a képalkotó és felületvizsgáló módszerek csoportjába tartoznak. A fénymikroszkópos vizsgálatok esetén a látható fény hullámhossztartományába eső fénysugarakat (400-800 nm) használjuk. Ezeket lencsék és tükrök segítségével fókuszáljuk és irányítjuk a vizsgálni kívánt helyre. A pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok esetében akár 300 000-szeres nagyítás és akár néhány milliméteres mélységélesség is elérhető, szemben az optikai mikroszkóp 2000-szeres nagyítása és néhány mikronos mélységélességével szemben. A pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat során egy elektronágyúval előállított vékony elektronnyaláb segítségével pásztázzuk (pásztázó eltérítő tekercs) le a minta felületét. A minta felületéről visszaverődő és kilépő sugárzásokat detektálja a gép és a jelek intenzitásával modulálja a megjelenítendő képet. Az elektronforrást egy wolfram téremissziós tű biztosítja. A szigetelő mintákat előzetesen arannyal vagy szénnel kell bevonni, hogy elektromosan ne töltődjenek fel a vizsgálat során. A minták összetételvizsgálatához rendszerint pont, vonal és elemtérkép analízist is készítettem. Ehhez a minta $0,5\text{-}10 \mu\text{m}$ -es mélységű gerjesztése révén kilépő röntgensugárzás detektálása szükséges. Az atom egy belső elektrónhéjáról kilépő elektron helyére másik érkezik, ezáltal energia szabadul fel, amely karakterisztikus energiát

röntgen-fotonok formájában adja le. A vizsgált atomok azonosítása a kisugárzás energiájának (EDS) mérésén keresztül történik. A SEM mérések közben vizsgált különböző információ mélységeket szemlélteti a 37. ábra.



37. ábra Gerjesztési és információs mélység SEM vizsgálatok esetén.

Az optikai fénymikroszkópos vizsgálatokhoz egy Zeiss Axio Imager M1 mikroszkópot használtam, míg a pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatokhoz egy Bruker energiadiszperzív spektrométerrel kiegészített HITACHI 3400-as berendezést.

4.9 Komputertomográfia

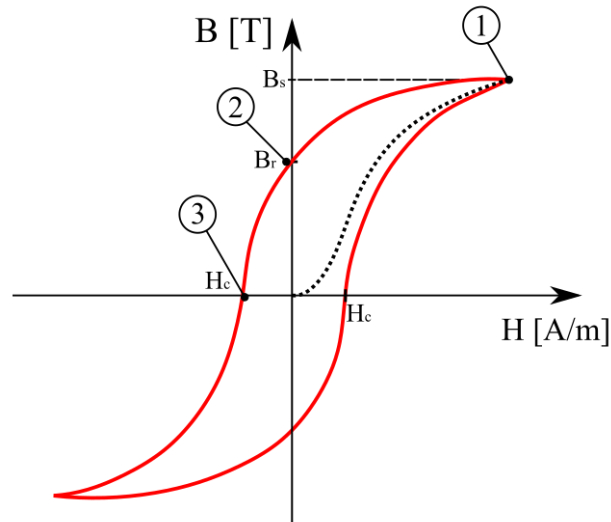
A Komputertomográfia (CT) egy röntgenbesugárzásos eljárás, amelynek során a 3D-s test adott szeleteiről nyerünk információkat. Ezt utána egy számítógép rekonstruálja és reprodukálja a vizsgált alkatrész 3D-s virtuális modelljét. A CT vizsgálatok egy YXLON Modular rendszer felhasználásával készültek, amely egy 225 kV-os mikrofókuszú röntgensóvel és egy Y.XRD 1260 lapos paneles detektorral volt felszerelve. A CT vizsgálatokat rendszerint nyomtatási paraméterek optimalizációs vizsgálatai során alkalmaztam. A röntgensugaras átvilágítás révén, megfelelően kicsi térfogategységek esetén információt kaptam a belső szerkezetről, repedésekről, porozitásokról. Az ilyen jellegű vizsgálatok során 5x5x5 mm-es kockákat vagy 5 mm átmérőjű és 5 mm magas hengereket vizsgáltam. Mivel a keresztmetszeti felvételek a mintatartóasztal forgatása révén jönnek létre, ezért a forgásszimmetrikus próbatestek alkalmazása előnyösebb ehhez a méréshez. Ezek a minták 190 kV-os gyorsítófeszültséggel és 0,12 mA csőárammal lettek átvilágítva. A vizsgált térfogatrészt a szoftver 1024^3 voxelre osztja fel, amely a fent említett mintaméretnek alapján

12,55 μm -es oldalhosszúságra adódik. Az adatok rekonstrukciója a VGStudio MAX szoftver felhasználásával történt.

4.10 Koercitív erő mérése

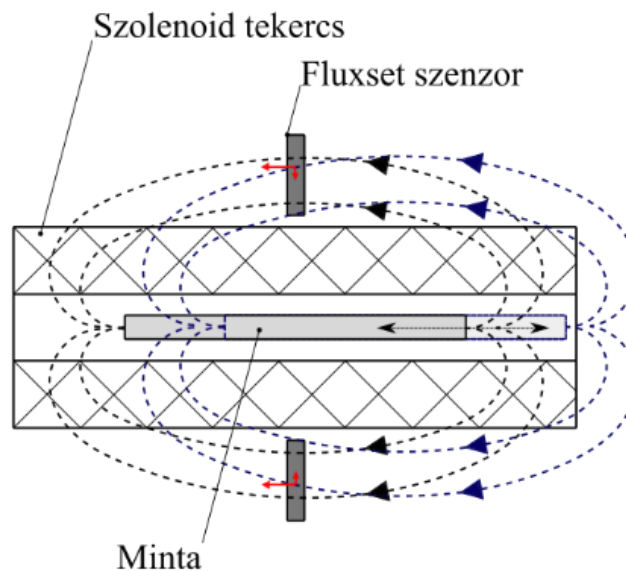
A koercitív erő mérést egy saját építésű koerciméteren végeztem. A mérés abszolút mérés, így a berendezés kalibrációt nem igényel.

A minta felmágnesezését a koerciméter szolenoid tekercsével valósítottam meg. Az MSZ EN 10330-cas szabvány szerint a telítést akkor értük el, ha a mágnesező térerősség 50%-os növelése a koercitív térerősség 1%-nál kisebb növekedését eredményezi. A kis koercitivitású és nagy elektromos vezetőképességű mágneses anyagok esetén a mágnesezést megszakítás nélkül kell végrehajtani, kb. 2 – 20 másodpercig (függ a vizsgált anyag mágneses permeabilitásától, elektromos vezetőképességétől és vastagságától). A mérendő mintát egy mintatartó tálcán úgy kell elhelyezni, hogy az a szolenoid tekercs közepére essen. Célszerű tengelyszerű mintákat mérni a kis lemágnesezési tényező miatt. A tekercsen kívül, de annak közvetlen közelében egymással szemben kell elhelyezni két fluxus-érzékelő szenzort (pl. Hall, fluxgate vagy fluxset szenzort). Ezzel az elrendezéssel a differenciál mérési módszer valósítható meg, amely az egyenletes külső mágneses mezők hatását képes kompenzálni a mérés során. Fontos, hogy a szenzorokat a tekercs és a minta közepénél rögzítsük. A tekercset egyenáramú tápfeszültségre kapcsoljuk, hogy a kialakuló mágneses tér felmágnesezze a darabunkat (38. ábra 1-es pont). Ezután lekapcsoljuk a tápfeszültséget és egy precíziós voltmérőn mérjük a két szenzoron indukálódott feszültséget, amely a minta mágneses terével lesz arányos. A mintatartó tálca mozgásával kimozdítjuk az egyensúlyi helyzetből a darabot, amelynek következtében a minta mágneses terében megváltoznak a szenzorok relatív helyzete. Az így előidézett aszimmetria következtében már detektálni tudjuk a térerővonalak függőleges komponenseit. A két szenzor jelének különbségével duplázzuk az effektus. Megkeressük ennek maximumát (38. ábra 2-es pont), majd az eredeti gerjesztéssel ellentétes gerjesztést adunk a tekercsre, egészen addig, amíg a szenzorok jelét nullára nem kompenzáljuk. Ez a kompenzált érték felel meg a minta koercitív terének (38. ábra 3-as pont). Tulajdonképpen a gerjesztőtér megszűnésével a felmágnesezett minta a remanens indukciós (B_r) állapotba kerül és ebből a pontból az ellentétes előjelű gerjesztéssel nullára kompenzálva a mágneses indukciót jutunk el a H_c pontba.



38. ábra Koercitív erő differenciálmódszeres mérésének jellemző pontjai.

A mérés előnye, hogy nyíltkörös, nem szükséges az eszközt kalibrálni, null-indikációs mérés, ahol a minta saját mágneses terét kompenzáljuk. Kis H_c -vel rendelkező minták is nagy pontossággal mérhetők ezzel a módszerrel. A módszer egyetlen jelentős korlátja, hogy csak hosszúkás (tengelyszerű) alkatrészek mérhetők vele, amelyek lemágnesezési tényezője közel nulla. A mérési elrendezés elvi vázlatát a 39. ábra mutatja.



39. ábra Koerciméter elvi felépítése.

Mivel jellemzően kis koercitív erővel rendelkező lágymágneses minták mérésére használom a berendezést, ezért fontos, hogy valamilyen módon kompenzáljam a Föld mágneses terét, hiszen könnyen lehet, hogy a minta forgatásával is akár telítésbe vihetők a szenzorok. Célszerű a mérőeszközt egy olyan állítható állványra helyezni, amelyen a Föld mágneses

terének tengelyével megegyező szögben lehet rögzíteni. A két végén két viszonylag erős, mozgatható permanens mágneset elhelyezve pedig kompenzálhatjuk a Föld mágneses terét a szolenoidban. Ezt nagy pontossággal be lehet állítani, ráadásul a szenzorok ki is jelzik ezt nekünk. A mérőberendezésben alkalmazott Fluxset szenzorok magyar fejlesztésű érzékelők [159]. Ezekben a szenzorokban egy nanokristályos vasmagra tekert detektortekercs található, amely a külső térrel arányos feszültséget ad kimenetként, amelyből a fenti mérési elrendezés esetében a két szenzor jelkülönbségét, időkülönbségét detektáljuk. Érzékenysége ~ 3 nT.

A berendezés méretezésekor meg kell határozni, hogy milyen koercitív erővel rendelkező anyagok mérését szeretnénk elvégezni. Ez alapján kell méretezni a szolenoid tekercset és a méréshez szükséges áramerősséget is. Az alábbi képletet használtam a méretezéshez.

$$H = \frac{N \cdot I}{L}, \quad (34)$$

ahol H – a koercitív erő nagysága [A/m], N – a szolenoid tekercs menetszáma, I – a tekercsen átfolyó gerjesztőáram nagysága [A], L – pedig a szolenoid hossza [m].

5 Eredmények

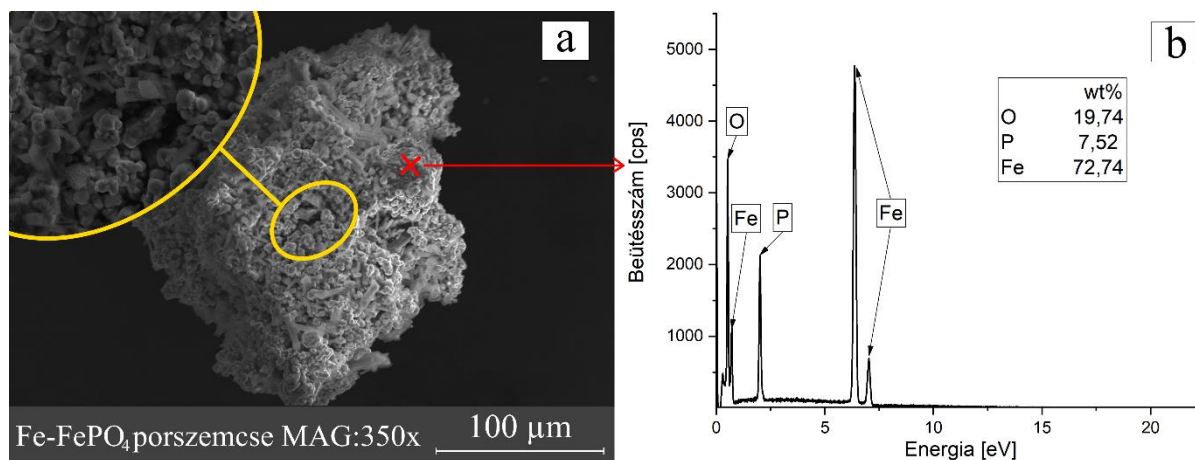
Ebben a fejezetben a fém-szigetelő szervesetlen lágymágneses kompozitok porkohászati és additív módon történő előállításához szükséges eszközök, berendezések, szerszámok és anyagok fejlesztései révén elért eredmények kerülnek részletes bemutatásra.

5.1 Fe-FePO₄ mag-héj SMC kompozit

Az első eredményeim a mag-héj szerkezetű kompozitok fejlesztése területén születtek. Kémiai eljárás révén szigetelőréteggel láttam el a tiszta vasszemcséket, amelyeket ezt követően porkohászati és additív eljárással is feldolgoztam. Vizsgáltam a szigetelőréteg kialakulásának minőségét az alapanyagon, valamint a technológiai feldolgozást követően is. A mágneses tulajdonságok minősítésére a komplex permeabilitás-spektrum vizsgálata szolgált.

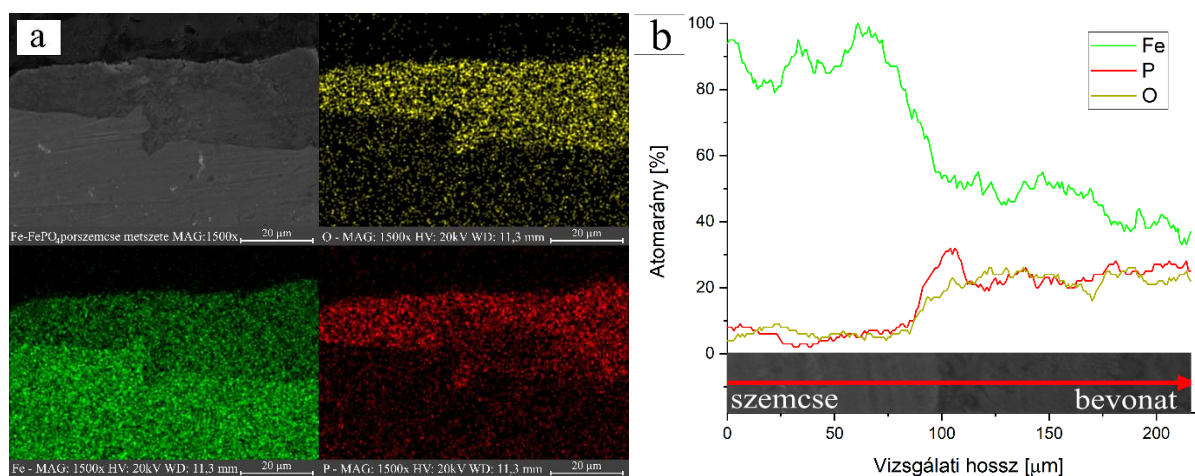
A 99,0% tisztaságú, átlag 60 μm -es szemcseméretű vasport a Goodfellow Cambridge Ltd. cégtől szereztem be. A foszfátáláshoz 75%-os töménységű háztartási foszforsavat használtam. A foszfátáló oldat előállítását A.H. Taghvaei és munkatársai által írt cikk alapján készítettem el [138]. A foszfátált és kiszáritott port szitasorral szegmentáltam és a 44-74 μm közé eső frakciót használtam fel a továbbiakban. A kísérlet részletes leírását a 4.3.2 fejezet tartalmazza. A kezelt por alapanyagot pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatnak vettem alá.

Jól látható, hogy a vasszemcsék felületén koherens vas-foszfát bevonat keletkezett. A minták felületi (40. ábra) és metszeti (41. ábra) analízise során pont és vonalelemzés segítségével is vizsgáltam a szemcsék és a keletkezett bevonat összetételét.



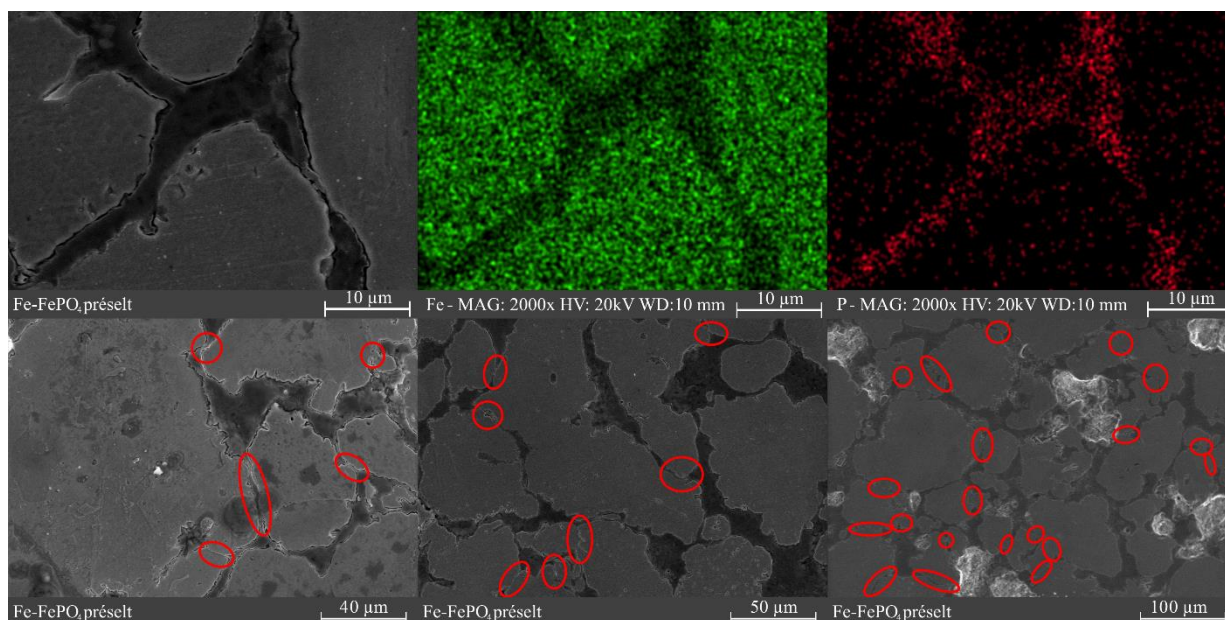
40. ábra Foszfátalt vasszemcsé felületének pásztázó elektronmikroszkóppal készített morfológiai vizsgálata (a) és pontelemzéses összetétel analízise (b).

A szemcsék felületén egyöntetűen kialakult egy jól strukturált, tús és szemcsés elemeket is tartalmazó vas-foszfát bevonat (40. ábra). Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálattal végzett pontelemzés alapján megállapítható, hogy valóban vas, foszfor és oxigén egyvelege az, ami a bevonatot alkotja (40. ábra). Elemtérképes összetételvizsgálatot (41. ábra), valamint az egyik szemcsé-bevonat átmenet mentén vonalelemzéses vizsgálatot (41. ábra) is készítettem. Ezek is egyértelműen kimutatták a vas-foszfát jelenlétét. A szemcsé és a bevonat határfelülete megfelelő, nincs repedésre vagy delaminálódásra utaló jel, az alámetszett és komplex geometriai részeket is teljes mértékben kitöltötte a héjréteg.



41. ábra Foszfátalt vasszemcsé keresztmetszetének pásztázó elektronmikroszkópos elemtérképe (a) és vonalelemzéssel készült összetételvizsgálata (b).

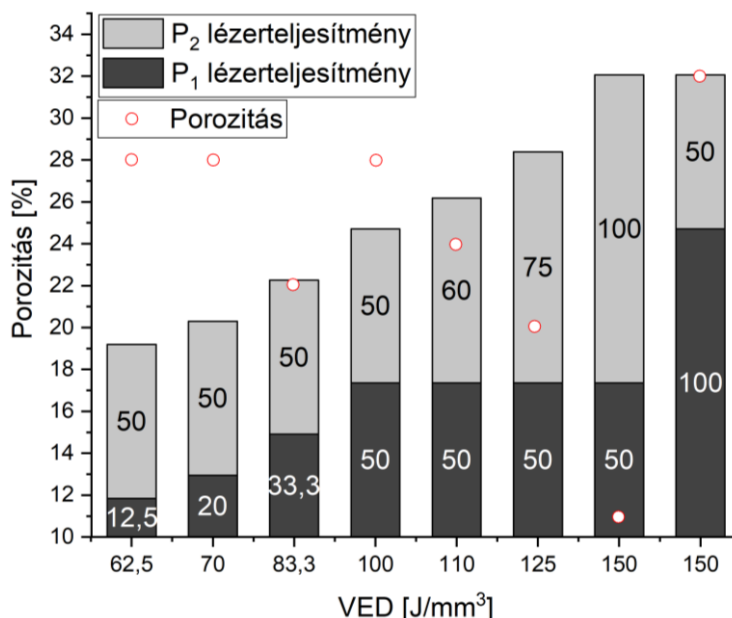
A porkohászati szinterezési eljárást egy klasszikus hidraulikus prés és egy atmoszférikus hőkezelő kemence segítségével valósítottam meg. 40 gramm port töltöttem be a prészszerzámba (belső átmérő: 10 mm, külső átmérő: 30 mm, vastagság: 9 mm), amelyet prekompresszió mellett egy 350 °C-os 30 perces atmoszférikus hőkezelésnek vettem alá. Ezt követően egy 134 MPa-os préselés következett, melynek során szabad levegőn hagytam visszahúlni a szerzámot. A préselt minta pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata során a néhány mikrométertől a néhány tíz mikrométeres bevonatvastagságig terjedő értékeket mértem. Ebben az állapotban egy kisfokú hézag jelent meg a szemcsék és a héjrég határfelületei között. Ez vélhetően az eltérő mértékű zsugorodás következménye. Ezen felül megállapítottam minden vizsgált területen, hogy néhány porszemce között elektromosan vezető kontaktfelület alakult ki. Egy ilyen jellemző metszeti képet mutat be a 42. ábra.



42. ábra Pásztázó elektronmikroszkópos felvétel a Fe-FePO₄ porkohászati úton szinterezett mintáról. Pirossal jelölve az elektromos áramutak kialakulásának lehetséges helyei.

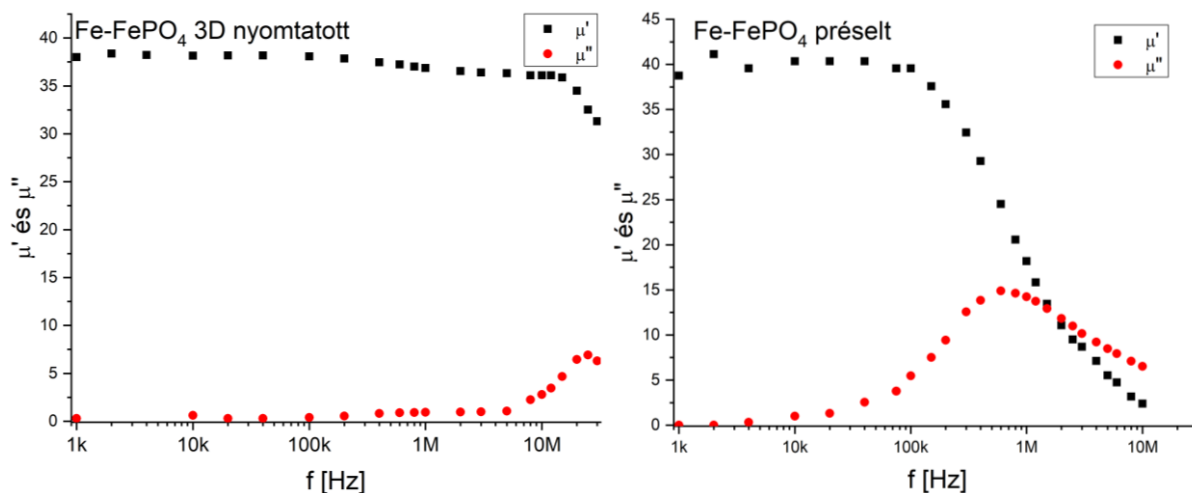
A 3D nyomtatott minta esetében a vizsgálatok a nyomtatási paraméterek kikísérletezésével kezdődtek. A mintát úgy kellett előállítani, hogy a vasszulfát bevonat olvadjon csak meg, a vasszemce ne. Ennek megfelelően egy paramétermátrix létrehozásával kezdtem hozzá a kísérletekhez. 5x5x5 mm-es kockák nyomtatására tettem kísérletet különböző térfogati energiasűrűségek alkalmazása mellett. Azt tapasztaltam az előkísérletek során, hogy az első lézerpásztázás során nagy az ablációs hatás, így a kísérleti paramétercsomag egyik felében csak egyszeri lézerszinterezést alkalmaztam, a másik felében kétszeri pásztázást állítottam be (lásd 4. táblázat). Ettől a dupla szinterezéstől egy kompaktabb minta előállítását reméltem. Első körben csak az abláció mértékének csökkentésére szolgáló pásztázást

alkalmaztam, amely összefogja a szemcséket, majd egy nagyobb energiájú szinterezést használtam a minél tömörebb minta elérése érdekében. Az egyszerűen pásztázott minták jelentős része a tárgyasztalról történő leszedés során eltört. Amelyek épségben maradtak, azok porozitása meghaladta a 30%-ot. A kétszeres pásztázási stratégiák során alkalmazott paraméterek és porozitásértékek grafikus összefoglalója a 43. ábra látható.

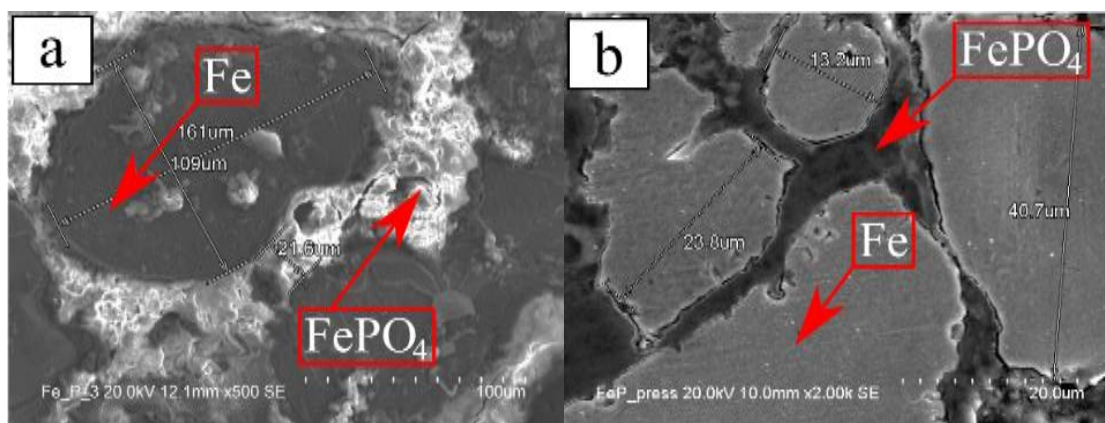


43. ábra Térfogati energiasűrűség (azon belül is a különböző lézerparaméterek) porozításra gyakorolt hatása Fe-FePO₄ lézerszinterezése esetén.

A kisszámú minta és a CT vizsgálatok beállítási lehetőségei nem tették lehetővé a szórásmező számítását. Erre vonatkozóan egy nagyobb volumenű, átfogóbb mintagyártási kísérletsorozatot kell felépíteni. A nyomtatott minták, szemben a préseléssel előállítottakhoz képest rendkívül törékenyek voltak, a toroid minták legtöbbször a tárgyasztalról történő leszedés során el is tört. A komplex permeabilitás-spektrum mérése során a statikus permeabilitás tekintetében nem volt számottevő különbség, mindkét esetben 37-38 körüli értékre adódott (lásd 44. ábra). A határfrekvencia tekintetében azonban a különbség két nagyságrenddel tért el. A préselt minta SEM felvételein (42. ábra) is látható áramutak, kontaktfelületek hatására a határfrekvencia mindösszesen 20 kHz lett. Ezzel szemben a porózusabb, kevésbé kompakt 3D nyomtatott vasmagnál ez 20 MHz lett, itt ugyanis vasfoszfát és zárványok is elősegítették a megfelelő szigetelés kialakulását. Érdekes módon a permeabilitás értékében ez a szerkezeti különbség szignifikánsan nem mutatkozik meg. A két minta egy - egy részletének pásztázó elektronmikroszkópos képét a 45. ábra szemlélteti.



44. ábra Porkohászati és lézerszinterezéssel előállított Fe-FePO₄ kompozit toroid minták komplex permeabilitás-spektruma.



45. ábra 3D nyomtatott (a) és préselt (b) vas - vas-foszfát minta SEM felvétele.

5.1.1 I. Tézis

Porkohászati préseléssel előállított mag-héj szerkezetű, Fe-FePO₄ toroid porvasmag 20 kHz-es határfrekvenciáját sikerült 20 MHz-re növelnem az irodalomban elsőként, egyedi 3D lézerszinterezési paraméterekkel. A kivitelezés részletei a 4.3.2 fejezetben és az S5 publikációban olvashatók.

- A. Bebizonyítottam, hogy a Fe-FePO₄ porszemcsék lézerszinterezési eljárása során tapasztalt ablációs viselkedése kétszeres lézerpásztázási stratégia alkalmazása révén csökkenthető. A vizsgált pásztázási stratégiák közül azok bizonyultak a legkiválóbbnak, amelyek első lépésben kisteljesítményű besugárzással ideiglenesen integrálták a szkennelés alá eső szemcsék foszfátbevonatait. Ezt követően második lépésben pedig egy nagyteljesítményű lézerszinterezés révén tömörödtek, ami a porozitás jelentős mértékű csökkenéséhez vezetett. 150 J/mm³-es térfogati energiasűrűség mellett sikerült

elérni a legnagyobb tömörséget 3D nyomtatott minta esetén. Ebben az esetben a $P_1 = 50 \text{ W}$ $P_2 = 100 \text{ W}$ voltak az alkalmazott lézerteljesítmények, amelyek révén mindössze 11%-os porozitást sikerült elérni.

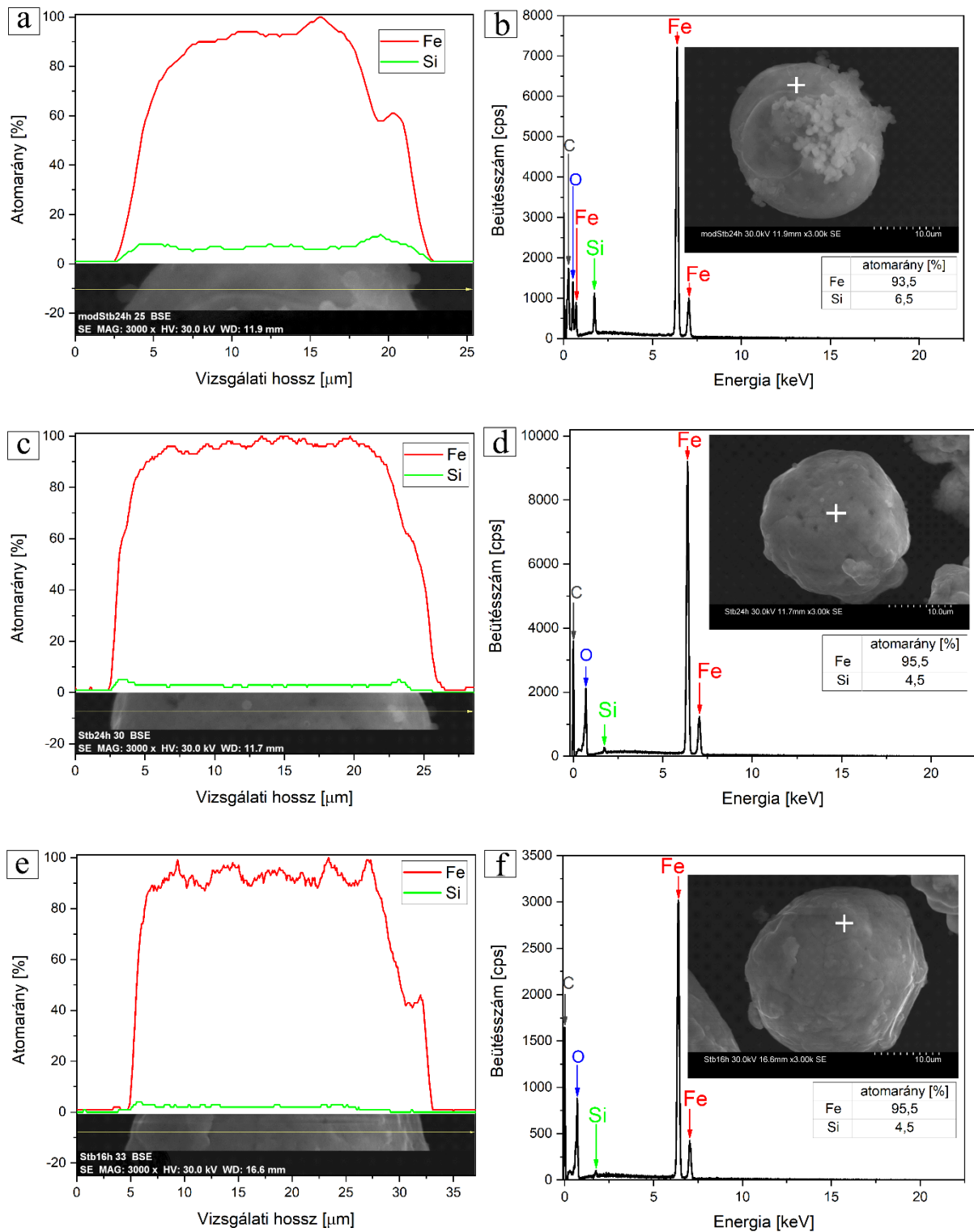
- B. Komplex permeabilitás-spektrum mérésel alátámasztottam, hogy 3D nyomtatással a magasabb frekvenciatartományokban is effektíven üzemelni képes Fe-FePO₄ lágymágneses kompozit vasmagok állíthatók elő (20 MHz), mint klasszikus porkohászati préssel (20 kHz). Ennek oka a préssel hatására kialakult perkoláció volt, amely a 3D nyomtatott minták esetén nem jelentkezett.

5.2 Fe-SiO₂ SMC kompozit

A vas – szilíciumdioxid kompozitok mindenesetben mag-héj szerkezetűek voltak és mindenesetben porkohászati szinterezéssel állítottam elő a toroid mintákat. A minták összehasonlító méréseihez a pásztázó elektronmikroszkópos és a komplex mágneses permeabilitás-spektrum vizsgálat eredményeit használtam fel.

5.2.1 Stöber-módszerrel előállított kompozitok

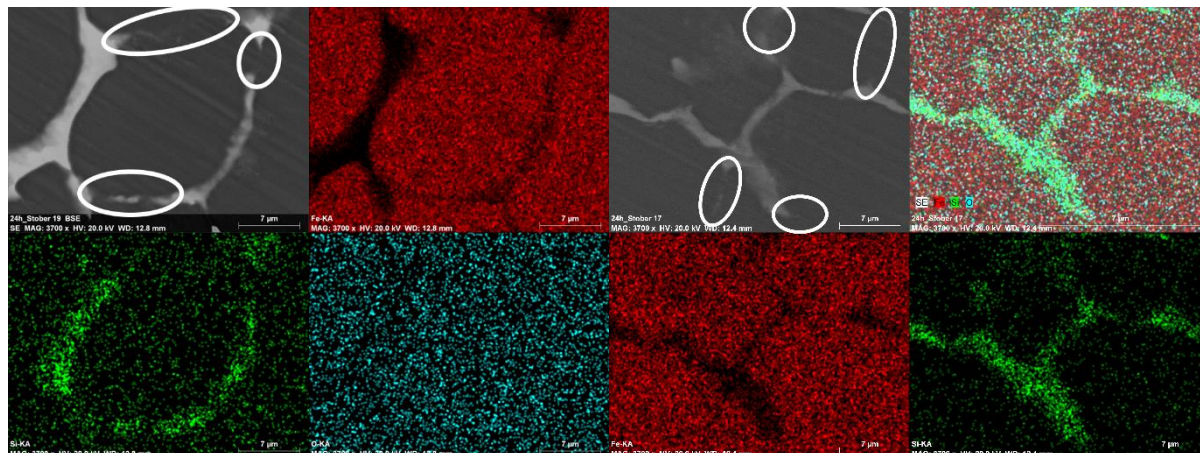
A klasszikus és módosított Stöber-módszerrel kezelt porok mikroszkópos vizsgálatának eredményeit a 46. ábra foglalja össze. Az a) és a b) ábrán a módosított Stöber-módszerrel 24 óráig kezelt por egy jellemző szemcséjének vizsgálati eredményei láthatók. A pásztázó elektronmikroszkóppal készített vonalelemzés és a pontelemzés is jól mutatja a szilícium jelenlétét. Nagyjából 6,5 at%Si található a vizsgált pontban. A 46. ábra a klasszikus Stöber-módszerrel 24 órán át kezelt por vonal és pontelemzése látható. Ebben az esetben is egyértelmű jelet produkál a szilícium a vonalelemzés során, így a szilícium-oxid kiválása a vasszemcse felületén bizonyítottnak tekinthető. A pontelemzés során 4,5 at% szilícium volt a vizsgált pontban. A 46. ábra pedig szintén a hagyományos Stöber-módszerrel kezelt vaspor vizsgálati eredményeit mutatja be, ám ez a porminta csak 16 órás kezelést kapott. A 16 és 24 órás minták között jelentős különbség nem tapasztalható, sőt a pontelemzés során megegyező értékeket kaptam mindkét esetben.



46. ábra Stöber és módosított Stöber- módszerrel kezelt tiszta vasporszemcsék héjrég összetételvizsgálatának eredményei.

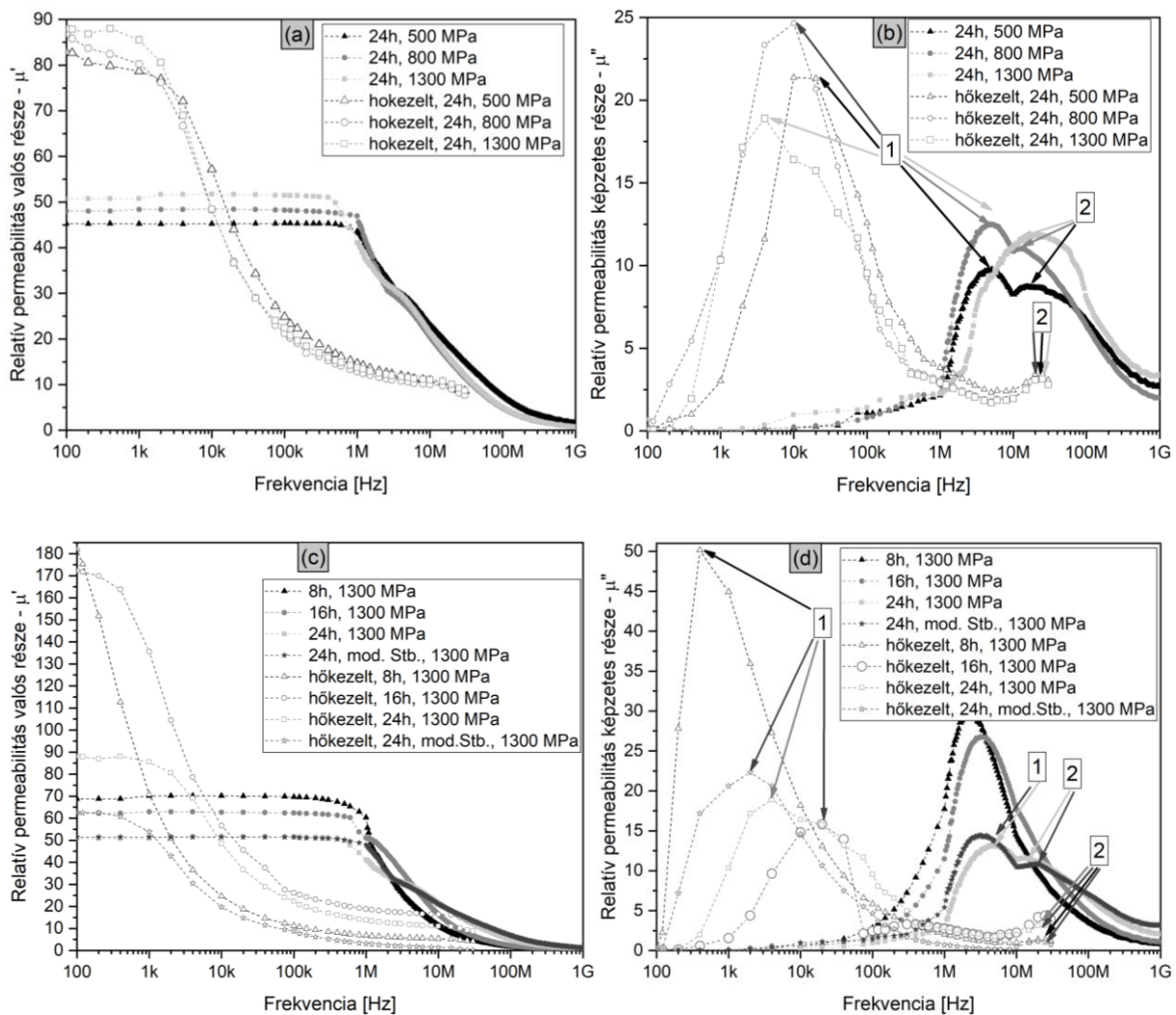
A préselést követő mikroszerkezet állapotát is vizsgáltam pásztázó elektronmikroszkóppal. A 24 órán át, módosított Stöber-módszerrel kezelt porból 1300 MPa-al készült toroid minta SEM felvételét szemlélteti a 47. ábra. A felvételeken jól elkülöníthetők

a tiszta vasszemcsék és az őket körülvevő szilíciumtartalmú bevonatok. A fehér karikákkal jelölt részek a préselés során kialakuló áramutak lehetséges helyeit jelölik.



47. ábra Módosított Stöber-módszerrel 24 óráig kezelt porból 1300 MPa-os nyomással készült toroid minta SEM felvétele.

A komplex mágneses permeabilitás-spektrum mérési eredményeit a 48. ábra szemlélteti. A hőkezelésnek is alávetett mintákat 700 °C-on 90 percig hőkezelt argon védőgázban. Az (a) és (b) diagramok a préselés során alkalmazott nyomásértékek nagyságának valós és képzetes permeabilitás-értékekre gyakorolt hatását mutatják be. Jól látható, hogy minél nagyobb nyomást alkalmaztam, annál nagyobb statikus permeabilitás-értéket kaptam ($\mu_{\text{stat}} = 40 - 50$) és annál kisebb volt a határfrekvencia. Mivel a permeabilitás egy szerkezetérzékeny tulajdonság, így a szemcsék deformációja, inhomogenitások, porozitás és belső feszültségek keletkezése mind hatással lehetnek erre a paraméterre. Jelen esetben arra következtettem, hogy a permeabilitás növekedésért a megnövelt préselési erő okozta porozitáscsökkenés a felelős. A határfrekvencia csökkenése pedig a rideg SiO_2 bevonat egyre nagyobb mértékű összetöredezése révén kialakuló perkoláció miatt következett be. A képzetes permeabilitás-értékeket vizsgálva két fázis jelenlétét tapasztaltam. Az 1-es számmal jelölt csúcsok a kémiai kezelés során agglomerátumokba rendeződött szemcséket jelölik, míg a 2-es csúcs az önállóan, külön elszigetelt vasszemcsékre utal. Hőkezelést követően a statikus permeabilitás-értékek közel a duplájukra nőttek ($\mu_{\text{stat}} = 82 - 88$). Ebben az esetben azonban már 1 – 2 kHz-nél elkezd drasztikusan csökkenni a kezdeti permeabilitás. A képzetes rész esetében a hőkezelés hatására az 1-es csúcsok eltolódtak 4 – 5 MHz-ről kb. 4 – 20 kHz-re, míg a kettes számmal jelölt csúcsok 15 – 17 MHz-ről felmentek 25 MHz-ig. Az egyedülálló szemcsék a hőkezelés során kapott relaxáció révén vélhetően mentesültek a préselés során bevitt rácshibáktól és belső feszültségektől.



48. ábra Kémiai úton előállított Fe-SiO₂ préselt lágymágneses kompozit toroid minták komplex permeabilitás-spektruma.

A 48. ábra (c) és (d) diagramja a klasszikus és módosított Stöber kémiai kezelés időtartamára vonatkozó permeabilitás-spektrumokat tartalmazza. A (c) ábrán megfigyelhető, hogy a 8 órán át kezelt pornak a legnagyobb a statikus kezdeti permeabilitása, amelynek oka vélhetően a vas nagyobb kitöltési tényezője. Megfigyelhető továbbá, hogy ennek a mintának a legkisebb az ún. Snoek-limitje, amelyet a kezdeti statikus permeabilitás és határfrekvencia szorzata határoz meg. Ebben az esetben már 500 kHz-nél elkezd csökkenni a kezdeti permeabilitás, míg a rezonanciafrekvenciája mindösszesen 2 MHz. A 16 és 24 órás kezelést kapott minták esetében a statikus kezdeti permeabilitás ugyan csak 50-62 között alakul és a statikus szakasz egészen 0,6 – 1 MHz-ig kitolódott. Rezonanciafrekvenciájuk eléri a 10 MHz-et. Hőkezelés hatására ezek a minták tulajdonképpen tönkremennek, határfrekvenciájuk drasztikusan lecsökken. A (d) diagramról hasonló következtetéseket állapítottam meg, mint a

(b) diagram esetében. A Snoek-limiték összefoglaló táblázatát az egyes minták esetében a 7. táblázat foglalja össze.

Minta	Hőkezelt	Snoek limit [MHz]		Minta	Hőkezelt	Snoek limit [MHz]	
		1. csúcs	2. csúcs			1. csúcs	2. csúcs
24h; 500 MPa	nem	97	374	24h; 500 MPa	igen	4.1	1025
24h; 800 MPa	nem	108	360	24h; 800 MPa	igen	4.3	1075
24h; 1300 MPa	nem	127.5	394.74	24h; 1300 MPa	igen	1.76	1100
8h; 1300 MPa	nem	77.52	-	8h; 1300 MPa	igen	0.034	2150
16h; 1300 MPa	nem	207	-	16h; 1300 MPa	igen	18.2	2275
mod. Stöber 24h; 1300 MPa	nem	80.25	520.38	mod. Stöber 24h; 1300MPa	igen	6.2	775

7. táblázat A komplex permeabilitás-spektrum diagramok alapján számított Snoek-limiték összefoglalója.

A 7. táblázat adatai alapján megállapítható, hogy a legjobb vasmagot a jelenlegi gyártási folyamat mellett a 16 órás klasszikus Stöber-módszerrel kezelt minta adta, amelyet 1300 MPa-os nyomással préseltem össze és nem hőkezelt utólag. Amennyiben csak a második csúcs értékeit vesszük figyelembe, akkor akár 2,275 GHz-es Snoek-limit is elérhető ezzel a módszerrel (16h, 1300 MPa, hőkezelt). Ennek megvalósításához célszerű egy ultrahangos szonikátort használni a Stöberes kezelés során, amely megakadályozza a porszemcsék agglomerátumba rendeződését a folyamat során.

5.2.2 II. Tézis

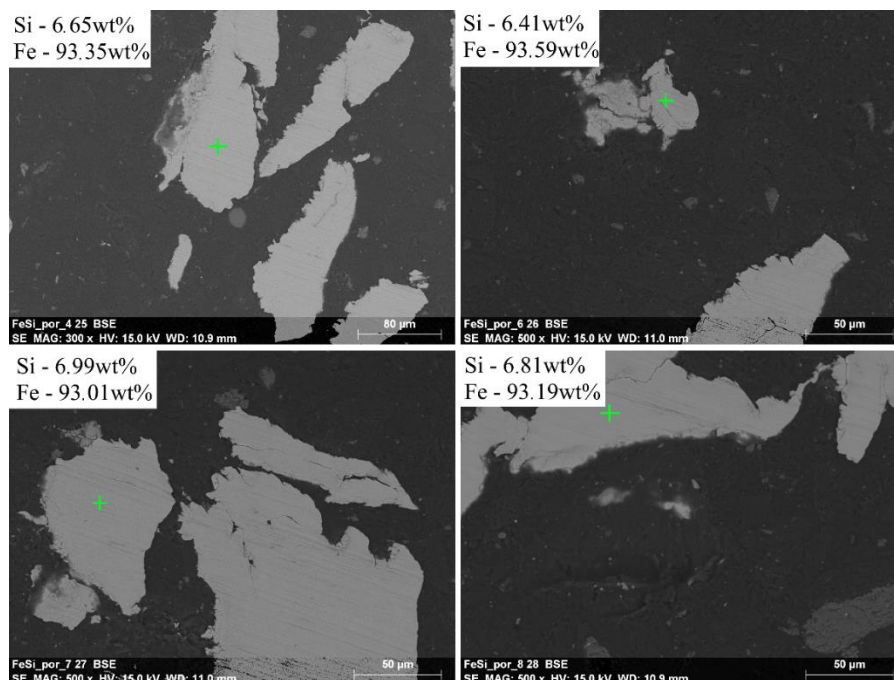
Kimutattam, hogy klasszikus és módosított Stöber eljárással kezelt vasporból készített toroid minták közül a 16 órán át kezelt és 1300 MPa nyomással előállított vasmag bizonyult a legjobbnak nagyfrekvenciás lágymágneses alkalmazásokhoz, melynek Snoek-limitje 207 MHz. Az eljárás részleteit a 4.3.1 fejezetben és az SI publikációban foglaltam össze.

Sikerült kémiai úton előállítanom mag-héj szerkezetű Fe-SiO₂ lágymágneses kompozitokat klasszikus és módosított Stöber-módszerrel is. Megállapítottam pásztázó elektronmikroszkópos és komplex mágneses permeabilitás-spektrum mérések alapján, hogy a kémiai kezelés időtartamának jelentős hatása van a kialakult szigetelőréteg minőségére és mennyiségére is. Kijelenthető továbbá, hogy a préselés során alkalmazott nyomásérték növelése a szigetelőréteg egyre jelentősebb degradációját okozza, amelyre a μ' és μ'' értékek

változásából és a SEM vizsgálatok eredményeiből következtettem. Nagyfrekvenciás alkalmazások esetén nem célszerű hőkezelésnek alávetni a mintákat, továbbá a porszemcsék szegmentálása javasolt préselést megelőzően. Arra a megállapításra jutottam, hogy a 16 órán át, klasszikus Stöber-módszerrel kezelt minta adta a legjobb eredményeket nagyfrekvenciás mágneses felhasználás szempontjából ($f_{\text{lim}} = 3,34 \text{ MHz}$, $\mu_{\text{stat}} = 62$).

5.2.3 Hőkezeléssel kialakított kompozitok

A kísérletek során saját gyártású, előtövezött Fe-6,9wt%Si port használtam fel Fe-SiO₂ mag-héj szerkezetű kompozit előállításához. A minták előállításához a port előzetesen egy szitasorral szegmentáltam és csak a 74 μm alatti mérettartományba eső szemcséket használtam fel. A mintagyártást megelőzően vizsgáltam a mechanikus őrléssel előállított porszemcsék morfológiáját és kémiai összetételét. A porminta pásztázó elektronmikroszkópos felvételeit a 49. ábra mutatja be.



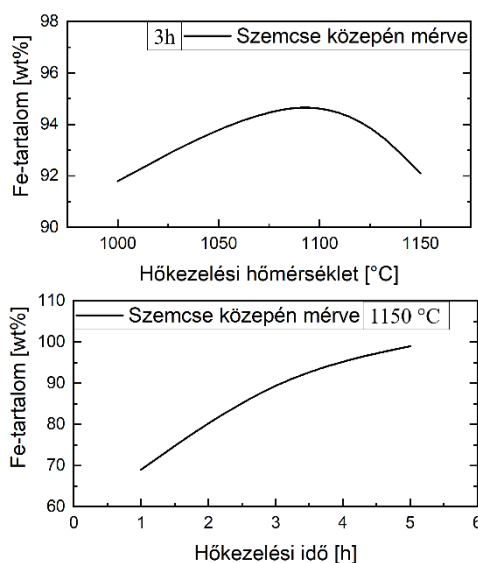
49. ábra Fe-Si porszemcsék morfológiai és kémiai összetételvizsgálata pásztázó elektronmikroszkóppal.

A szegmentált porból préselés útján toroid mintákat állítottam elő. A minták $D = 12 \text{ mm}$, $d = 7 \text{ mm}$ és $h \sim 2,5 \text{ mm}$ méretűek voltak és 1,34 GPa-os nyomással préseltem össze egy hidraulikus prés segítségével. Ezt követően atmoszférikus és védőgázos hőkezelésnek vettem alá a mintákat a 8. táblázatban összefoglaltak szerint.

	800 °C	900 °C	1000 °C	1100 °C	1150 °C			
hőntartás	3h	3h	3h	3h	1h	3h	3h	5h
atmoszféra	levegő	levegő	levegő	levegő	levegő	levegő	Ar	levegő

8. táblázat Hőkezelési stratégiák.

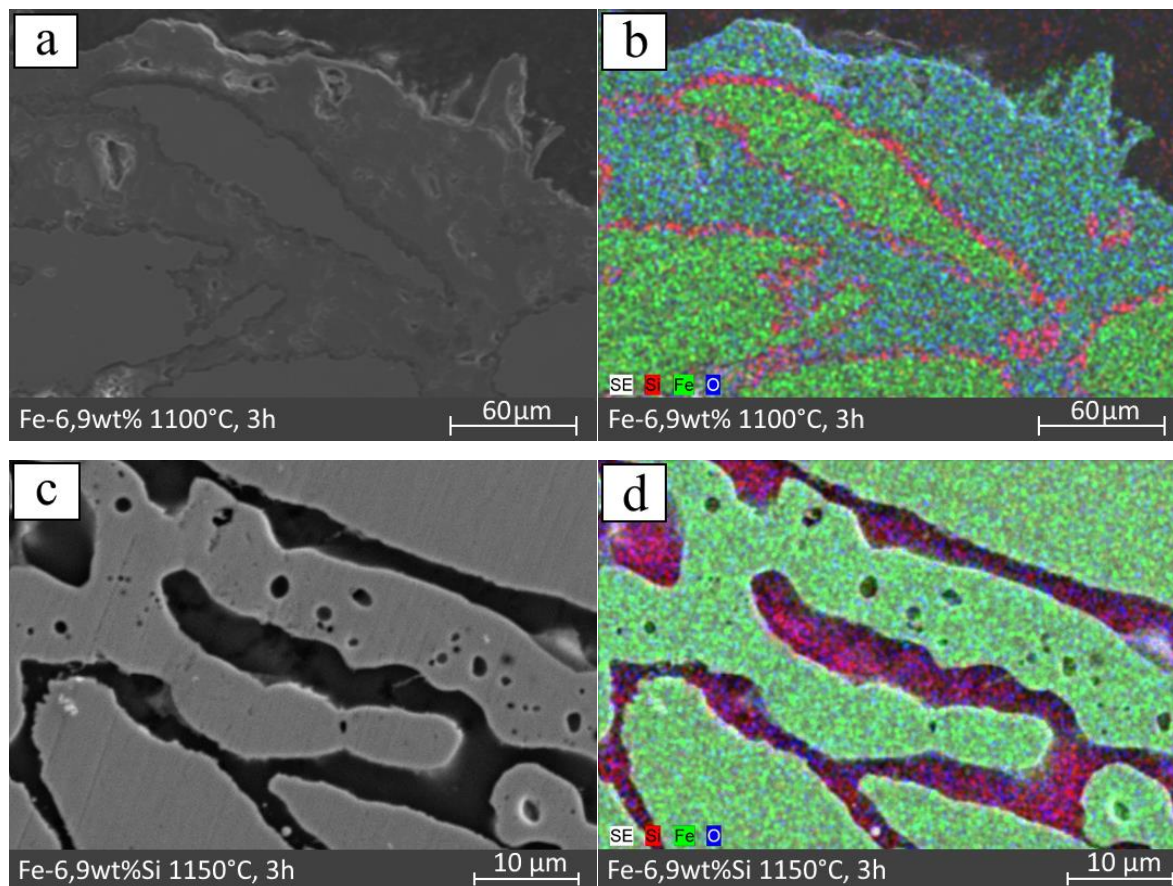
A hőkezelést követően megállapítottam, hogy a 800 és 900 °C-os hőmérséklet alacsonynak bizonyult a megfelelő szinterezéshez. Ezek a minták a kezelés és tekerceslés során eltörték. A többi minta minősítésére SEM és komplex permeabilitás-spektrum mérések szolgáltak. A mikroszkópos felvételek alapján a levegő atmoszférás hőkezelés során egy maghéj szerkezetű kompozitot kaptam, amelynek magját egy szilíciumban szegény vasszemcse adja, míg a héjszerkezetet SiO_x és FeO_x kettőse alkotja. Az összetételre vonatkozó mérési eredményeket a 50. ábra foglaltam össze. Ezek alapján megállapítható, hogy a legtöbb szilícium 1100 °C-on, 5 órás hőkezelési időt alkalmazva diffundál ki a szemcsefelszínre.



50. ábra Hőkezelési hőmérséklet és időtartam hatása a vastartalomra.

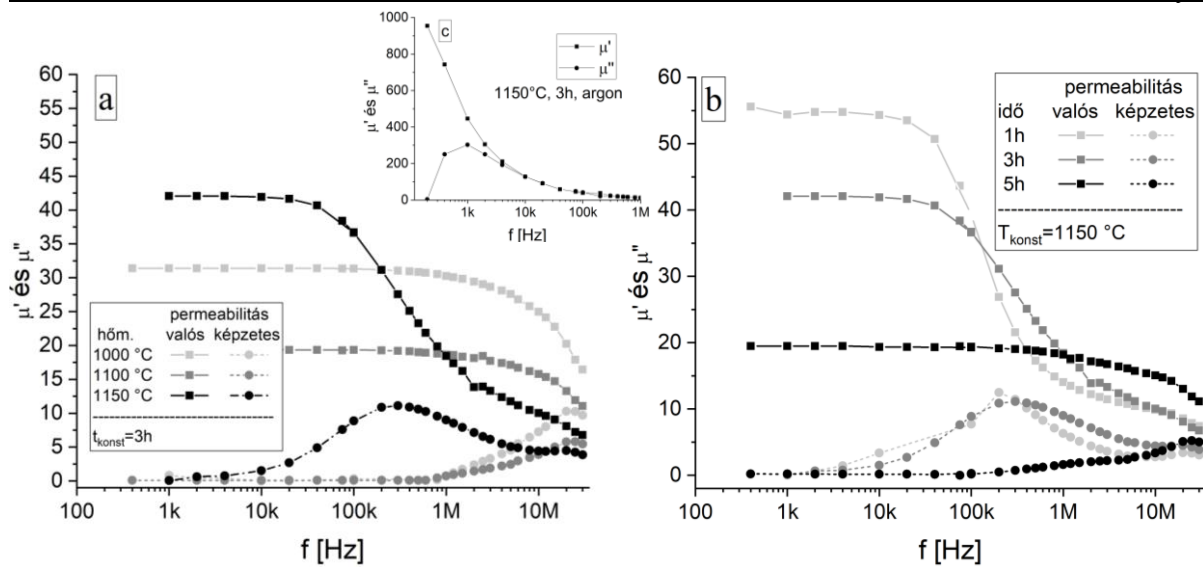
A hőkezelést követő állapotot az 51. ábra szemlélteti. Jól látható az (a) és (b) képeken a kettős héjszerkezetű szigetelőréteg kialakulása. Az alacsony szilíciumtartalmú vasszemcséket közvetlenül egy vékony SiO_x bevonat veszi körül. Ezen kívül pedig vas-oxid keletkezik. A szilícium-oxid bevonat elektromos szigetelőréteggént funkcionál a kompozit anyagban. A porózusabb helyeken, kis tömörségű mintákban illetve a toroidok felületén számottevő vas-oxid is megjelenik (51. ábra c, d). A szilícium-oxid héjrteg vastagsága a néhány mikrométertől a $\sim 10 \mu\text{m}$ -es vastagságig terjed. Ugyanezen alapanyagból, azonos feltételek között készített

minta (1100 °C, 3h) argon védőgázban történő hőkezelés esetén semmiféle kiválást vagy összetétel-változást nem mutatott.



51. ábra Fe-6,9wt%Si összetételű porvasmag különböző hőkezeléseket követő mikroszerkezeti vizsgálata.

A minták komplex permeabilitás-spektrumait az 52. ábra mutatja. Az argon védőgázban hőkezelt minta statikus permeabilitása viszonylag nagy maradt ($\mu_{\text{stat}} = 954$), azonban a rezonanciafrekvenciája mindösszesen 1 kHz volt. Ezen értékekből számított Sneok-limit 954 kHz. Mivel a védőgáz jelenlétében nem indult meg semmiféle kiválás, így nem alakultak ki elektromosan szigetelő fázisok a szemcsehatárokon, a szabad áramutaknak köszönhetően az örvényáramú veszteség dominál már alacsony frekvenciákon is.

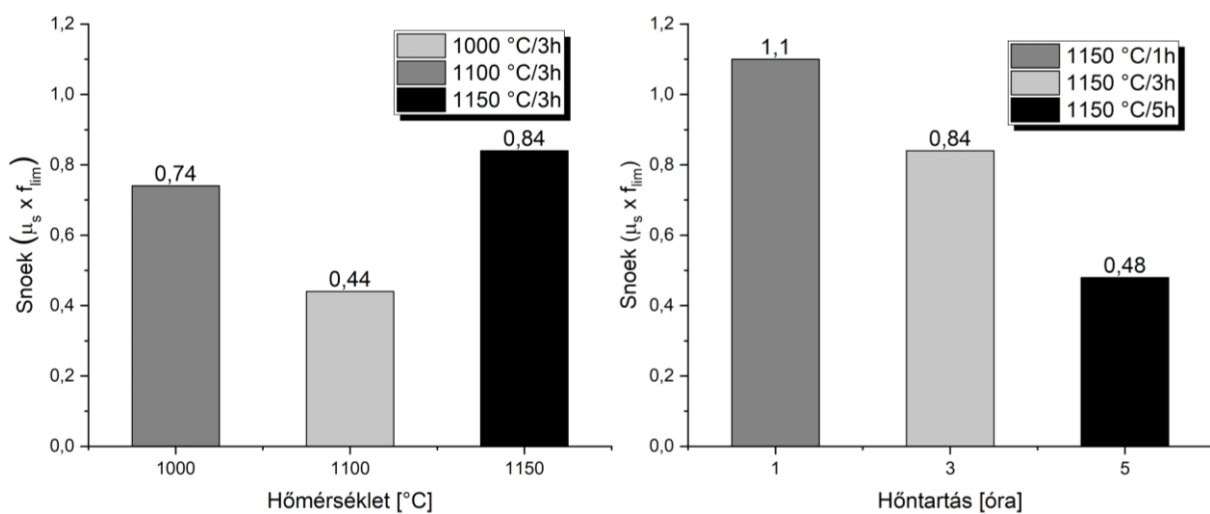


52. ábra A hőkezelési hőmérséklet (a), a hőkezelési idő (b) és a védőgáz (c) komplex permeabilitás-spektrumra gyakorolt hatása.

A levegőn hőkezelt minták esetében a statikus permeabilitás a korábbi 954-ről lecsökkent 20-55 közé. Ennek oka feltételezhetően az, hogy a B-H hiszterézishurok kiszélesedett, a szigetelőrétegek megjelenésének köszönhetően csökkent a vasvesztés, ezzel párhuzamosan pedig megnőtt a belső lemágnesezési tényező. A (35)-es képlet alapján belátható, hogy ez az effektív permeabilitás csökkenéséhez vezet.

$$\mu_{eff} = \frac{1}{\frac{1}{\mu} + N} \quad (35)$$

A minták összehasonlító vizsgálatához jelen esetben is a Snoek-limitet használtam. Ezek összefoglaló diagramjait az 53. ábra szemlélteti.



53. ábra Snoek-limit változása a hőkezelési hőmérséklet és időtartam függvényében levegő atmoszférán.

A legjobb mintának, ezek alapján az 1,1 GHz-es Snoek-limitű, 1150 °C-on 1 órán át levegőn hőkezelt minta bizonyult. Fontos azonban megemlíteni, hogy az 1150 °C-on hőkezelt minták kétfázisúak és ez az érték a második fázissal vagyis a nagyobb határfrekvenciájú értékkel jött ki. Amennyiben ettől nem tekintünk el és az első fázissal számolunk, akkor az 1000 °C-on 3 órán át hőkezelt minta 0,74 GHz-es értéke bizonyul a legjobbnak. Összességében elmondható ezekről a mintákról, hogy a levegőn történő hőkezelés hatására javulnak a minták mágneses permeabilitás értékei a magasabb frekvenciatartományban.

5.2.4 III. Tézis

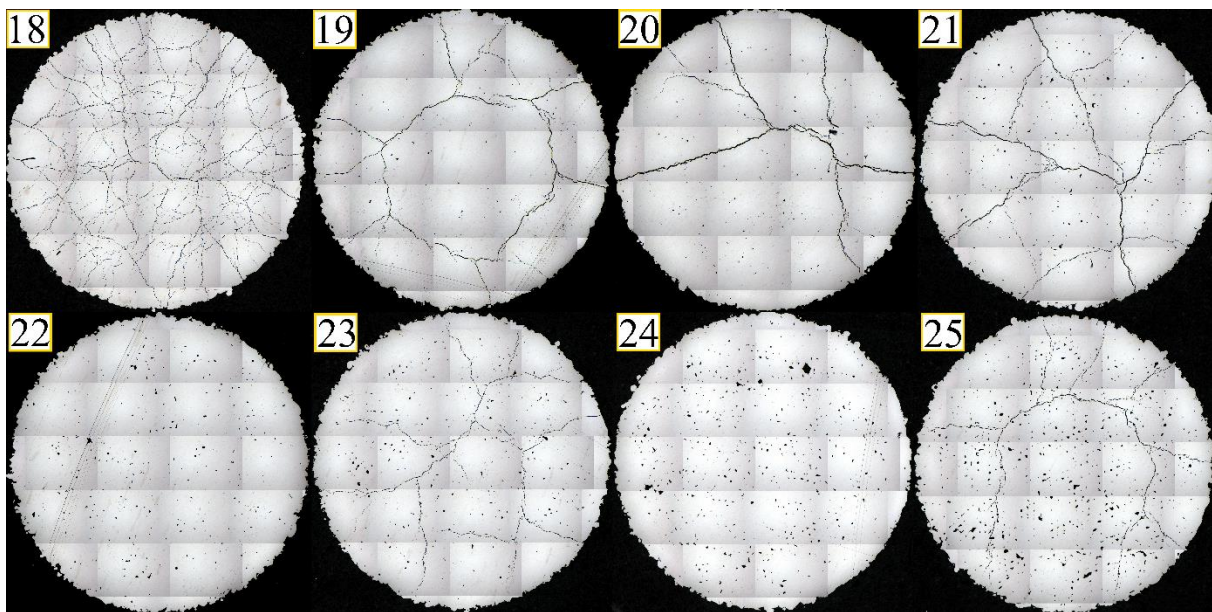
Belső oxidációval fém-szigetelő szerkezetet hoztam létre a Fe-6,9wt%Si összetételű porkohászati úton előállított vasmagban. Kimutattam ennek előnyös mágneses tulajdonságait a hőkezeletlen mintával szemben, a határfrekvencia kitolódott 1 kHz-ről 25 MHz-re. A kísérlet megvalósításának részleteit és az eredményeket a 4.2; 5.2.3 fejezetek és S6 publikáció tartalmazza.

Saját készítésű, előötvözött, magas szilíciumtartalmú (Fe-6,9wt%Si) porból préselés (1,34 GPa) és levegőn történő magas hőmérsékletű hőkezeléssel (1000 – 1150 °C) előállítottam mag-héj szerkezetű lágymágneses kompozitokat. Vizsgáltam, hogy hogyan befolyásolja a hőkezelési stratégia a statikus permeabilitást és határfrekvenciát.

- A. Kimutattam, hogy hőkezeléssel kialakítható egy kétfázisú szigetelőréteg a szemcsehatárokon, amely alkalmas az örvényáramú veszteségek jelentős mértékű csökkentésére. A szemcsék körül kialakult SiO_x rétegnek köszönhetően 1 kHz-ről 25 MHz-re sikerült kitolni a rezonanciafrekvenciát.
- B. A préselés során kialakult szemcseszerkezet és orientáció nagymértékben befolyásolja a hőkezelés során kialakuló szigetelőréteg minőségét és mennyiségét. A komplex permeabilitás-spektrum vizsgálata során megállapítottam, hogy az 1150 °C-on hőkezelt minták két mágneses „fázisból” állnak. Az alacsonyabb frekvenciához tartozó csúcsot a nem megfelelően elszigetelt, egymással érintkező szemcsék jele adja, míg a magasabb frekvenciákon mért csúcshoz a teljesmértékben elszigetelt szemcsék tartoznak. Ez a heterogenitás eltérő lemágnesezési tényezőt és határfrekvenciát eredményez.

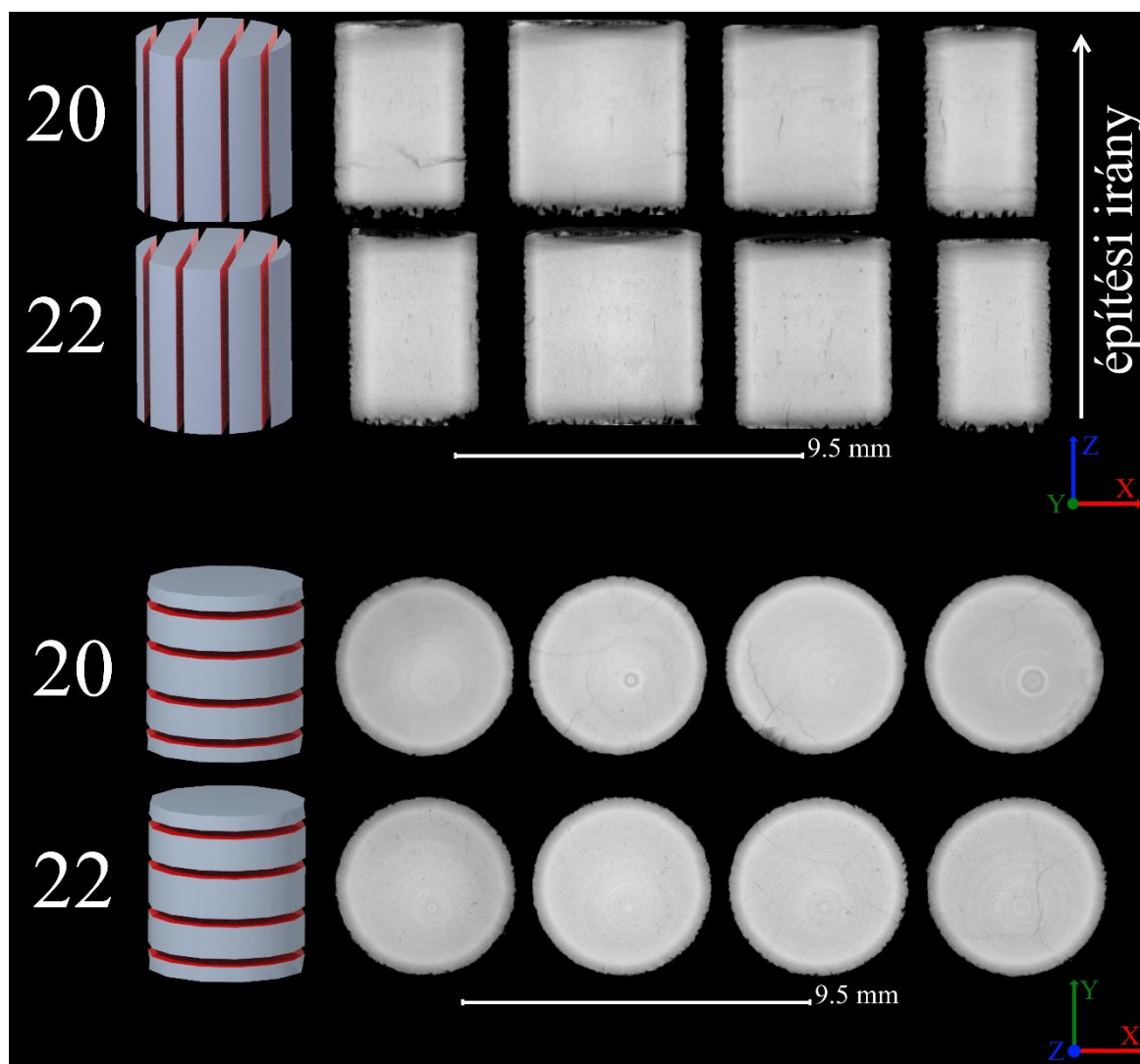
5.3 3D nyomtatott Fe-6,5wt%Si

A 4.4.5 fejezetben ismertetett paraméterek alapján elvégeztem a térfogati energiasűrűség porozitásra gyakorolt hatásának vizsgálatát. A nyomtatási kísérletek során azt tapasztaltam, hogy a 33. ábra paraméter-csomagjai közül csak a 18-25 közé eső beállítások eredményeztek egybefüggő egész hengereket. A többi esetben vagy elvált a nyomtatóasztaltól a minta vagy a peremesedés következtében elakadt a porterítő a darabban. A kész minták egy jellemző keresztmetszetről készült optikai mikroszkópos mozaik képeket az 54. ábra mutatja be.



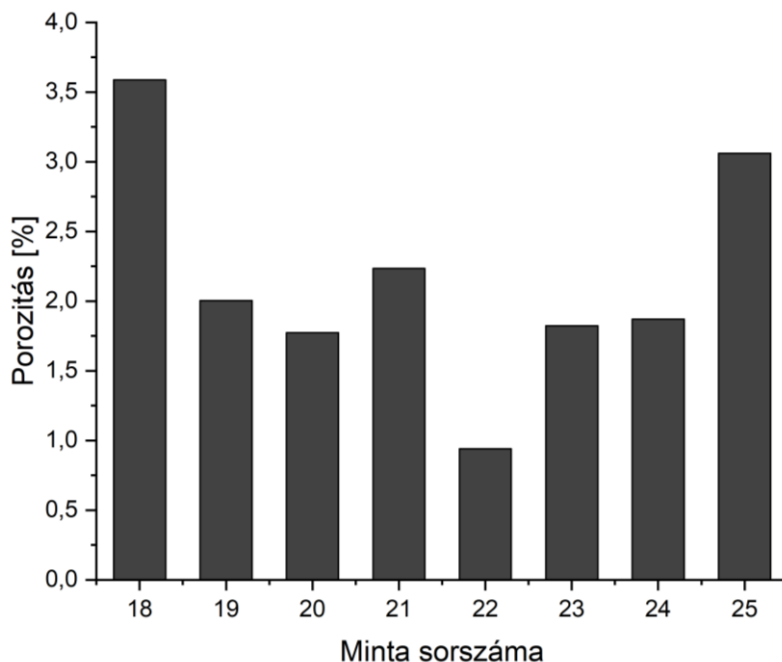
54. ábra Fe-6,5wt%Si 3D nyomtatott hengeres minták optikai mikroszkópos felvétele.

A fénymikroszkópos vizsgálatokat CT vizsgálattal is kiegészítettem (lásd 55. ábra). A két vizsgálati módszert kombinálva a következő megállapításokra jutottam. A két legjobb paraméterbeállításnak a porozitásmérés alapján a 20-as és 22-es számmal jelölt minták esetében alkalmazott értékek bizonyultak. Az 55. ábra a 20-as minta esetében látható XY síkba terjedő repedés vélhetően a minták tárgyasztalról történő leszedése során keletkezett. Az összes többi esetben Z tengellyel párhuzamosan futó, hosszanti repedések figyelhetők meg. Ez összhangban van a nyomtatás során kialakuló mikroszerkezeti struktúrával. A kristallitok Z irányú rétegről rétegre történő növekedése az ilyen és ehhez hasonló rideg ötvözetek esetében lehetőséget ad a belső feszültségek kristályhatárok menti relaxációjának. A CT felvételeken ez szépen nyomon követhető az egyes metszetekben.



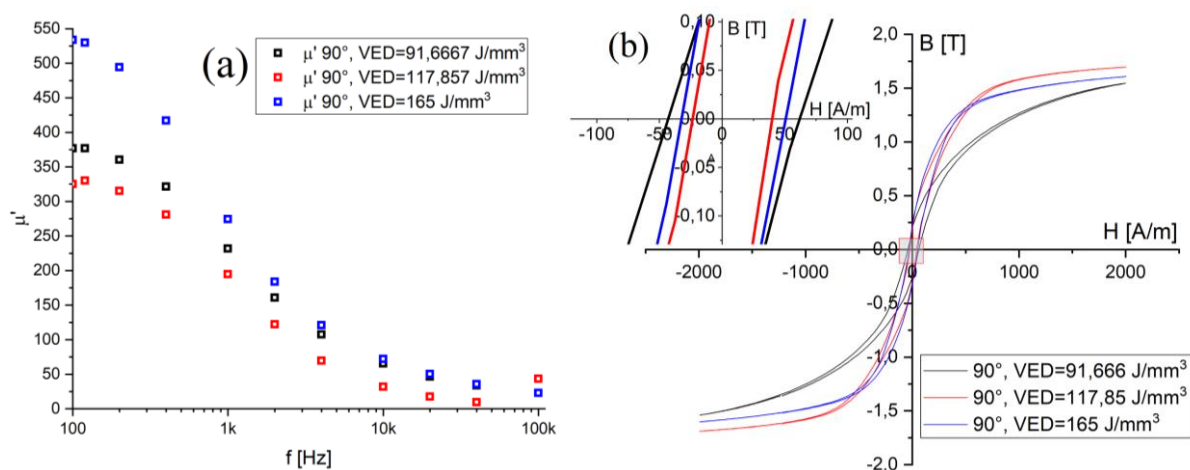
55. ábra Fe-6,5wt%Si hengeres minták CT metszeti képei.

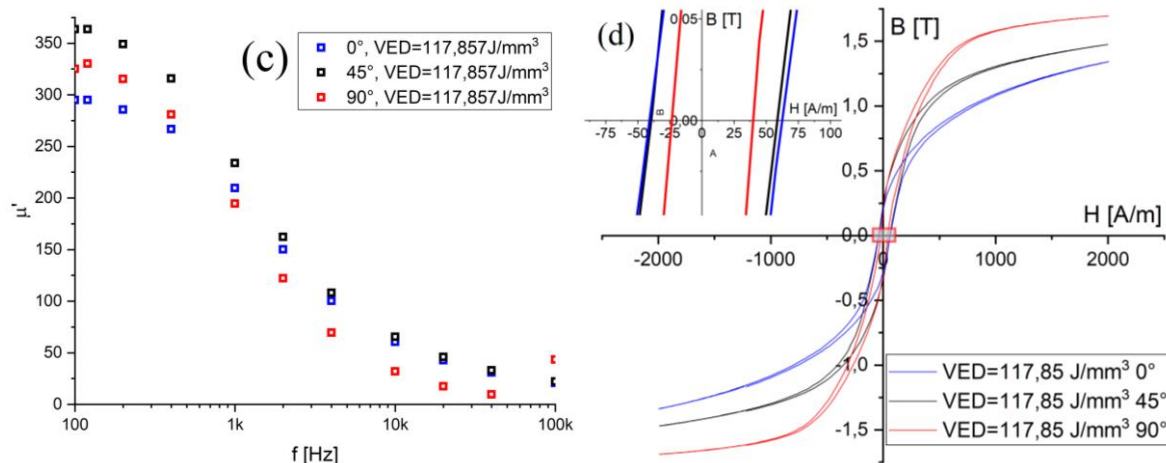
Az 56. ábra láthatók a VG Studio képelemzőszoftver segítségével számított területarányos porozitásértékek, ahol a 20-as minta esetében figyelembe vettem a levágáskor keletkezett repedést is. Ezek alapján a $80,5 \text{ J/mm}^3$ térfogati energiasűrűség ($P_{\text{lézer}}=145\text{W}$, $V_{\text{pásztázási}}=900 \text{ mm/s}$) bizonyult a legmegfelelőbbnek, amely esetén a porozitás 0,941% volt. A nagy térfogati energiasűrűségű minták esetén megfigyelhető volt egy egyre fokozódó peremesedési effektus is, amely a kontúrvonalak mentén az alkatrész lokális z-irányú megvastagodását jelenti. Ilyen kisméretű minták esetén ez nem volt probléma, de nagyobb alkatrészek esetén ez a jelenség sem elhanyagolható.



56. ábra Optikai mikroszkópos felvétel alapján kalkulált porozitásértékek.

A 25 paraméterből álló térfogati energiasűrűség-spektrum mentén 3 különböző érték esetén vizsgáltam a VED hatását a mágneses tulajdonságokra. Ezen felül pedig a nyomtatási orientáció mikroszerkezetre gyakorolt hatását vizsgáltam visszaszórt elektrondiffrakciós (EBSD) és mágneses mérések alapján. A mágneses tulajdonságok esetében a komplex-permeabilitásspektrum valós részét és a B-H hiszterézisgörbéket hasonlítottam össze. Az eredményeket az 57. ábra foglaltam össze.





57. ábra Térfogati energiasűrűség (a,b) és nyomtatási orientáció (c,d) hiszterézisgörbére és komplex-permeabilitásspektrum valós részére gyakorolt hatása.

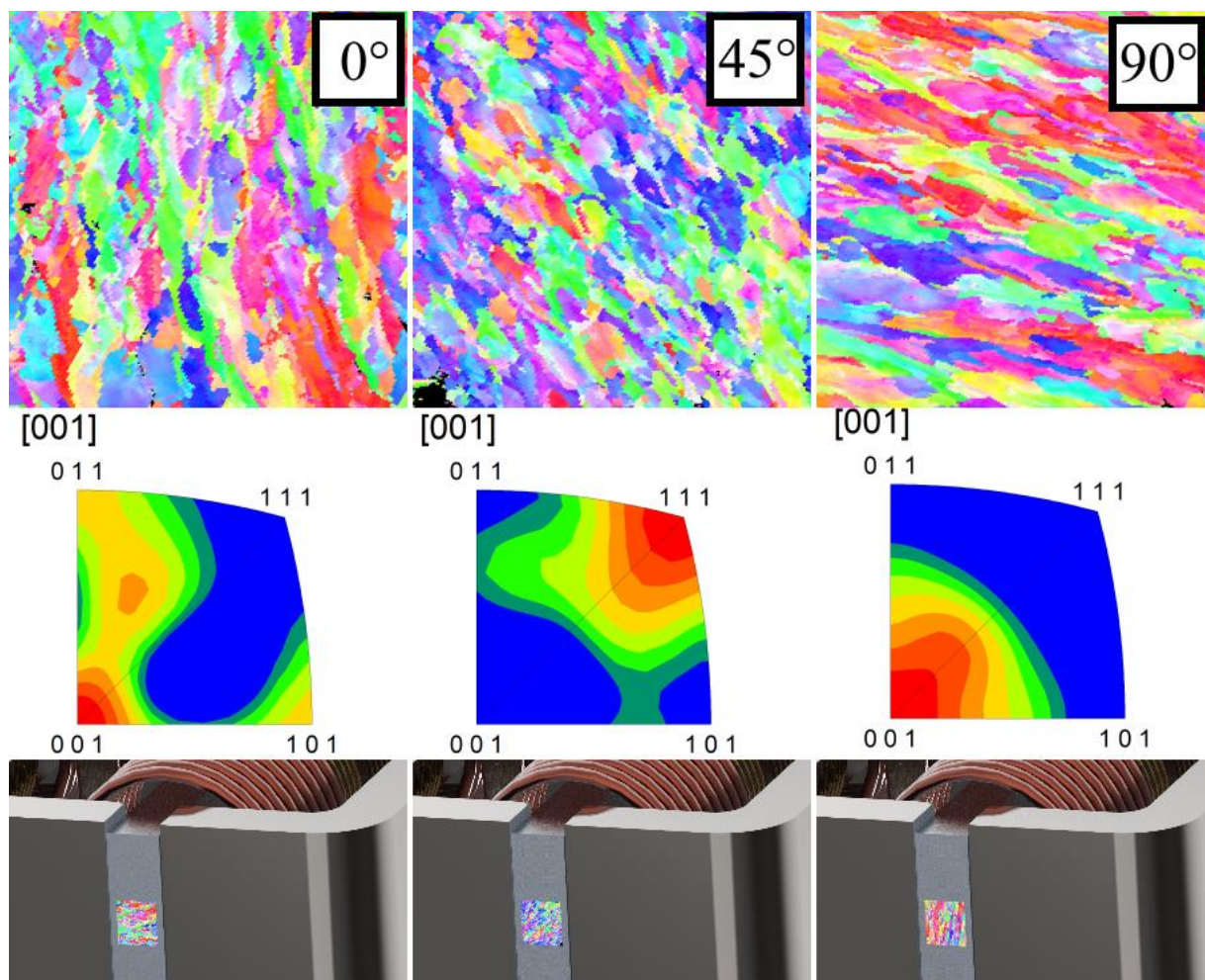
A térfogati energiasűrűség növelésével a szakirodalmi adatok alapján várható a prozitascsökkenés [153]. Ennek megfelelően a kezdeti permeabilitás is a legnagyobb energiasűrűséggel készített toroid minta esetében lesz a legnagyobb. A hiszterézisgörbe főbb paramétereit a 9. táblázatban foglaltam össze.

VED [J/mm ³]	Orientáció [°]	H _{max} [A/m]	B _{max} [T]	H _c [A/m]	B _r [T]	W _h [J/m ³]	μ _s [-]	μ _{max} [-]
91,666	90°	1995	1,54	47	0,26	192	1836	2671
117,85	90°	1999	1,69	45	0,31	162	2989	3883
165	90°	1999	1,6	54	0,32	178	2664	3778
117,85	45°	1995	1,47	39	0,34	193	1936	3295
117,85	0°	2001	1,34	58	0,23	143	1231	2436

9. táblázat Hiszterézisgörbe mérési eredményei.

Az eredmények alapján elmondható, hogy a térfogati energiasűrűség esetén is meghatározható egy optimális érték, amely esetén a legnagyobb telítési értéket kaphatjuk a legkisebb hiszterézisveszteség mellett. Jelen esetben ez a 90° -ban $117,85 \text{ J/mm}^3$ -es energiasűrűséggel nyomtatott minta esetében adódott. A 0° -os minta vesztesége ugyan kisebb volt, de a telítési indukciója messze elmaradt a 90° -ban nyomtatott mintáétól. Fontos a gerjesztés során kialakuló mágneses tér és a szemcseszerkezet viszonya. Ez ugyanis nagymértékben befolyásolja a mért értékeket. A permeabilitás-spektrum esetében toroid, míg a B-H görbe esetén sík, lemezes próbatesteken végeztem el a méréseket. A 90° -os minta esetében a tús szemcsék a mágneses erővonalak irányába álltak, míg a többi esetben ez nem teljesült. Igaz ez a toroid gyűrűk mérésére is, ott ugyanis a keresztmetszet egy adott pontjában

igaz csak ez az állítás. Ezért lehetséges, hogy a komplex permeabilitás-spektrum és a hiszterézisgörbe mérése esetén kapott μ_s statikus permeabilitás-értékek aránya és sorrendisége eltér. Kijelenthető azonban, hogy a legnagyobb kezdeti permeabilitást a 90° -os minta esetében érhető el. A lemezes próbatetek mérési elrendezését és az EBSD felvételeket az 58. ábra szemlélteti.



58. ábra EBSD-vel készített szemcseszerkezeti felvételek, valamint a hiszterézisgörbe mérési elrendezéséhez viszonyított szemcseorientáció sematikus ábrája.

5.4 3D nyomtatott rétegelt SMC kompozitok

5.4.1 Egyedi fejlesztésű poradagoló

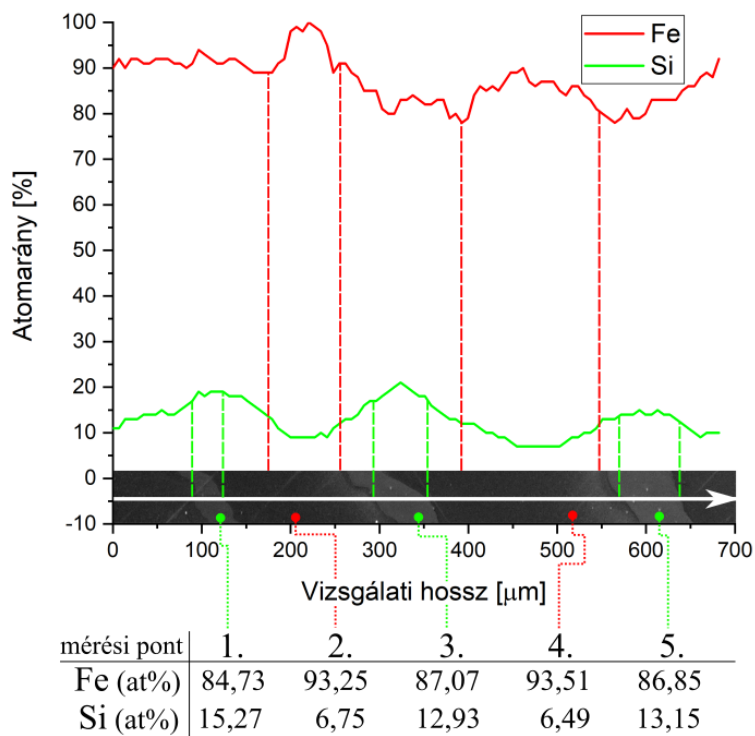
A 4.4.1 fejezetben bemutatott egyedi fejlesztésű porterítő berendezés az alapja a rétegelt kialakítású SMC kompozitok 3D nyomtatásának. Az egyedi adapter alkalmazása révén meglévő, kereskedelmi forgalomban kapható PBF technológiát alkalmazó fém 3D nyomtató berendezés is alkalmassá tehető kompozit szerkezetek szinterezésére. A hasonló fejlesztésekkel ellentétben én nem egy komplett 3D nyomtatót építettem, hanem egy meglévő berendezést fejlesztettem tovább egy kiegészítőmodul fejlesztésével [141]. Ennek köszönhetően a fejlesztés

nem gépspecifikus, mindösszesen csak a rendelkezésre álló hely felülvizsgálata és a felfogatóadapter cseréje szükséges ahhoz, hogy más benredezésben is alkalmazni lehessen. Az eszköz továbbfejlesztés alatt áll jelenleg, melynek célja, hogy három különböző alapanyag kezelését tegye lehetővé vezeték nélküli kommunikáció révén, továbbá a bordástengellyel történő poradagolást egy rezgőadagolóval szeretném kiváltani az egyenletesebb porréteg biztosítása érdekében. Az utóbbtól azt remélem, hogy a porterítőléces rétegvastagság beállítást el lehet majd hagyni és ezáltal csökken a porok keveredésének mértéke a lézerszinterezést megelőző állapotban és kiküszöbölhető lesz a terítőléc nyomtatás közbeni elakadása is. A rezgőadagolás porterítés feloldhatja a PBF technológia szemcseméret korlátját, ami jelenleg a legtöbb alapanyag esetében valahol 10 μm körül van.

Az egyedi poradagolóegység működését és a sikeresen felhasznált anyagkombinációk lágymágneses célú felhasználását szabadalmaztattam [S8]. A sajátos porterítési eljárás gép és szoftverfüggetlen kialakítása, valamint a sokrétű paramétereizhetősége abszolút egyedi megoldásnak számít a fém 3D nyomtatás területén.

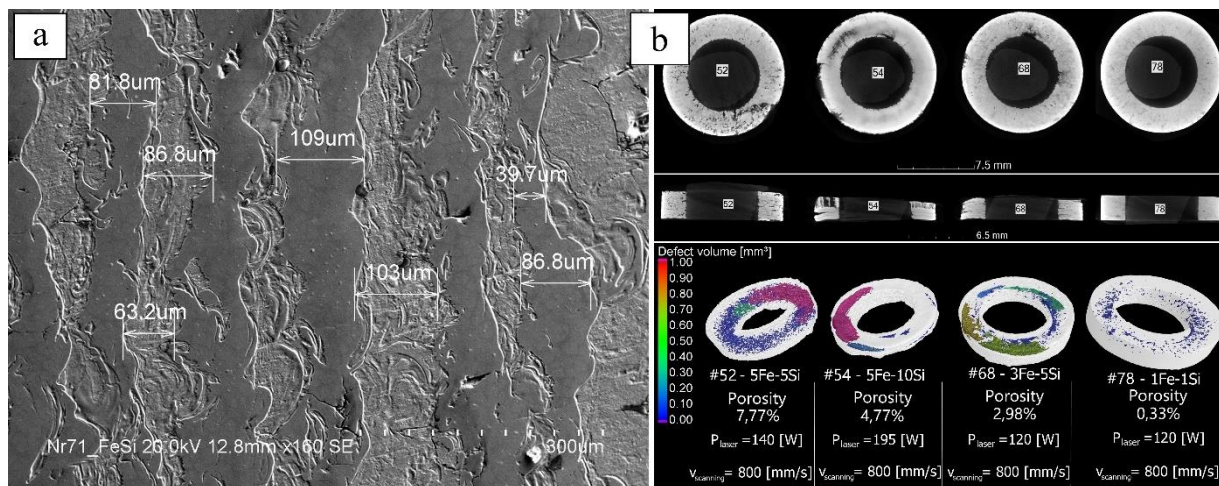
5.4.2 Fe-Si gradiens kompozit előállítás

A 4.4.1 fejezetben ismertetett módon nyomtatott rétegelt SMC kompozitok előállításán terén az első eredmények a Fe-Si anyagpár esetén születtek. Toroid mintákat készítettem ($D = 12 \text{ mm}$, $d = 7 \text{ mm}$, $h = 2,5 \text{ mm}$) különböző rétegrendek alkalmazása mellett (lásd 32. ábra). A nyomtatott minták rétegelt struktúrájának ellenőrzése céljából pásztázó elektronmikroszkópos felvételeket készítettem. Vizsgáltam a rétegek és átmeneti zónájuk összetételét, felületi kapcsolatukat, vastagságukat. Az anyagösszetételre és a gradiens átmenetekre vonatkozó mérési eredményeket az 59. ábra szemlélteti. A vonalelemzés szilícium jelének ingadozása jól reprezentálja a koncentráció ciklikus váltakozását a minta XZ sík menti keresztmetszetében. A rétegek közepén, ahol az anyagösszetételben lokális maximuma illetve minimuma van az egyes elemeknek, ott pontelemzést is végeztem. Jól látható, hogy ahol csak tiszta vas lenne ideális esetben, ott körülbelül 6,5 at% Si van, míg a tiszta szilíciumréteg helyett ebből az elemből mindösszesen $\sim 13,5 \text{ at\%}$ található meg a réteg közepén.



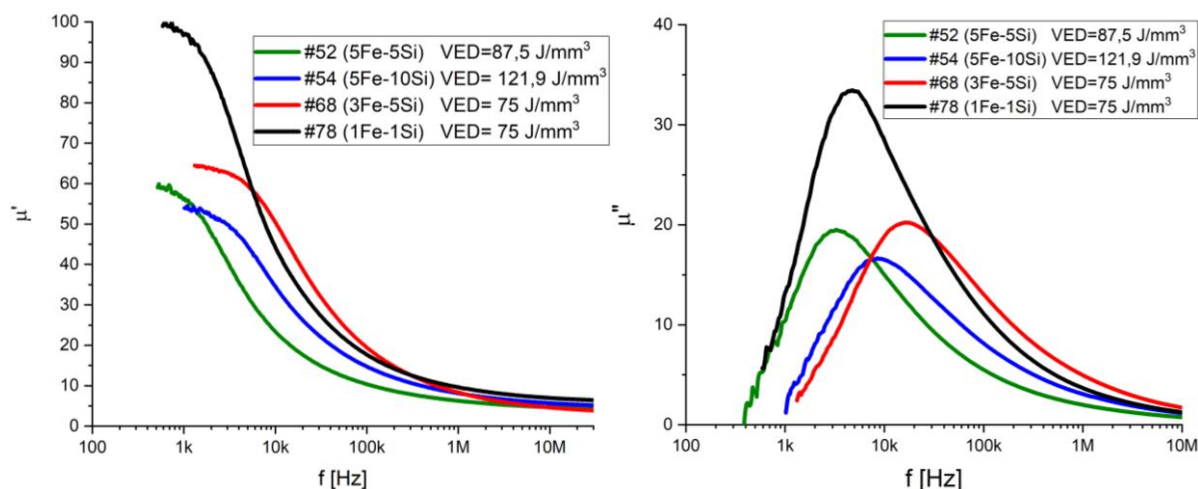
59. ábra Fe-Si (5-5 réteg) 3D nyomtatott kompozit minta pásztázó elektronmikroszkópos vonal és pontelemzése.

A porterítési eljárás minősítése céljából mikroszkópos mérésekkel ellenőriztem az elméleti és valós rétegvastagságokat. Erre azért volt szükség, hogy tudjam, mi az a minimális rétegszám, amely jól záró, egybefüggő réteg kialakítását teszi lehetővé. Egy ilyen mérési eredményt szemléltet az 60. ábra. A mérések során bebizonyosodott, hogy a kerámia porterítőléces rétegvastagságbeállítás során történik anyagkeveredés, amely hatást gyakorol a rétegek egyenletes vastagságának kialakítására. Az 60. ábra (a) oldalán egy 3-5 rétegszámú Fe-Si minta metszeti képe figyelhető meg. Jól látható, hogy elég nagy szórása van a keresztmetszet vastagságának, így célszerű nagy biztonsággal, ritkább anyagváltásokkal gyártott mintákat készíteni, hogy biztosan elkerüljük a perkolációs hatást. A porterítőléc által okozott keveredés mellett meg kell említeni a kisebb sűrűségű szilícium nagymértékű ablációját is. A nyomtatás során a szilíciumréteg szinterézése esetén nagyobb szikra volt megfigyelhető, több szemcse repült ki a lézerszinterezett területekről. A minták szerkezeti integritásának, porozitásának ellenőrzése céljából CT vizsgálatokat készítettem. Néhány minta a tárgyasztalról történő leszedés közben delaminálódott, míg voltak olyanok is, amelyek nagyfokú tömörséget mutattak. A második csoportba tartozó minták mérési eredményei közül mutatok be párat az 60. ábra (b) oldalán.



60. ábra Vas-szilícium (5-3) SMC kompozit rétegvastagságmérése SEM-mel (a) és néhány mintáról készült CT felvétel (b) a porozitásmérés céljából.

A tömörebb toroid minták komplex mágneses permeabilitás-spektrumát is vizsgáltam. Az eredményekről készült összefoglaló diagramokat az 61. ábra mutatja be. Jól látható, hogy a vizsgált mintákban már igen hamar elkezd dominálni az örvényáramú veszteség, 1-10 kHz között drasztikus mértékben elkezd csökkenni a permeabilitás valós komponense. A gradiens ötvözet kialakulása révén nincs ami gátat szabjon az örvényáramoknak, túl nagy az egybefüggő ferromágneses keresztmetszet. Gyakorlatilag ebben az esetben nem beszélhetünk kompozit anyagról, csak lágymágnesesről.



61. ábra Fe-Si gradiens ötvözetű toroid minták komplex mágneses permeabilitás-spektruma.

5.4.3 IV. Tézis

Kimutattam, hogy fém-szigetelő réteges szerkezet tiszta vas és szilícium porok esetén csak gradiens ötvözet formájában állítható elő PBF nyomtatási technológiával. A kísérlet megvalósításához kifejlesztettem egy egyedi poradagoló egységet, amely lehetővé teszi egy nyomtatási cikluson belül több alapanyag felhasználását is. Az eszköz megvalósításának

részleteit a 4.4.1 fejezet és az S8 szabadalom tartalmazza, míg a kísérleti módszert és eredményeket a 4.4.2; 5.4.2 fejezetekben és az S3, S7 publikációkban foglaltam össze.

- A. Kifejlesztettem egy egyedi poradagoló berendezést, amely nem gépspecifikus, így viszonylag kis investícióval szinte bármely porágyas 3D nyomtatóban alkalmazható. Működtetése és vezérlése a nyomtatók szoftverétől független és szabad paraméterezésű. Egy poradagolási cikluson belül külön-külön vagy akár egyszerre is adagolható a két alapanyag. A nyomtatási területen belül a poradagolás helye és mennyisége szabályozható, így akár egy rétegen belül alkalmazható két különböző por ötvözetlen formában is. Ennek köszönhetően nem csak a nyomtatás építési irányában alakítható ki kompozit szerkezet, hanem a porterítő mozgásának iránya mentén is. Az eljárás elve és gépfüggetlen kialakítása, paraméterezhetősége egyedülálló technológiai fejlesztésnek bizonyult a fém 3D nyomtatás területén.

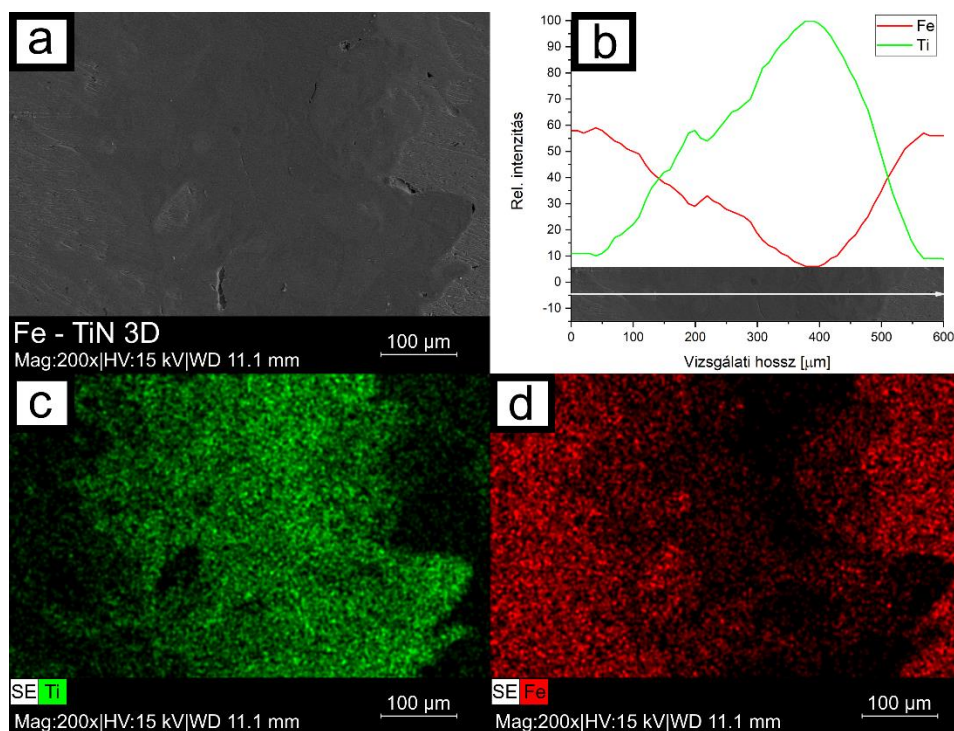
- B. Sikerral állítottam elő elemi vas és szilícium fémporokból, egyedi porterítési eljárással olyan gradiens összetételű toroid mintákat, amelyek alkalmasak lehetnek alacsony frekvenciatartományban üzemelő alkalmazásokhoz. A rétegrend és a nyomtatási paraméterek megfelelő megválasztásával egy nagy tömörségű, jól szabályozható permeabilitású lágymágneses anyag hozható létre. Az eljárás alkalmas komplex geometriák nagy szilíciumtartalmú ötvözetből történő előállítására, amely hagyományos gyártástechnológiákkal nem lehetséges.

- C. Komputertomográfias vizsgálatokkal megállapítottam, hogy a gradiens szerkezet és a rendkívül rideg szilícium magas részaránya ellenére a 3D-s struktúra porozitása 0,33%-ra csökkenthető. A vizsgált paraméterbeállítások alapján az optimális térfogati energiasűrűség 75 J/mm^3 -re adódott.

5.4.4 Fe-Ti rétegelt kompozit előállítása

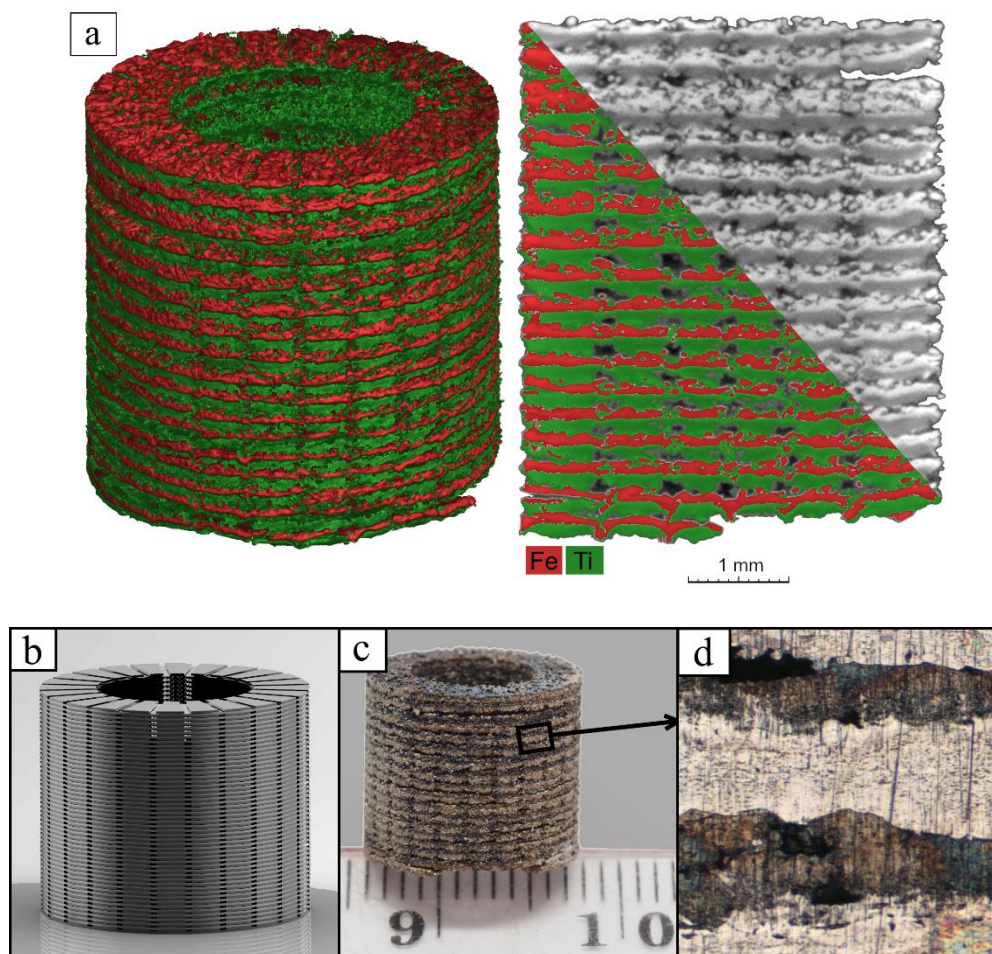
A 4.4.3 fejezetben ismertetettek alapján elkészítettem az egyedi porterítő egység felhasználásával a Fe-TiN rétegelt kompozit struktúrát. A nyomtatási kísérletek során a Ti réteg szinterézése közben a megolvadt felület elszíneződött, amely in situ nitridálódásra utal. Feltűnt továbbá, hogy a titánréteg nyomtatását követő kb. első és második vasréteg szinterézése nem eredményezte egybefüggő réteg kialakulását. Ennek oka az lehetett, hogy a vas nem nedvesíti

kellőképpen a titán-nitridet. A nyomtatott szerkezet mikroszerkezetét és anyagösszetételét pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatokkal ellenőriztem, amelynek részeredményét az 62. ábra mutatom be. Jól látható az elemtérképeken és a számszerűsített vonalelemzési diagramon is, hogy a titánrétegen belül létezik egy olyan keskeny sáv, amelyben a vas nincs jelen. A vas és a titán-nitrid elektromos ellenállása között 7 nagyságrendnyi különbség van, így ez a titánréteg elektromosan szigetelőnek tekinthető ebben a rendszerben.



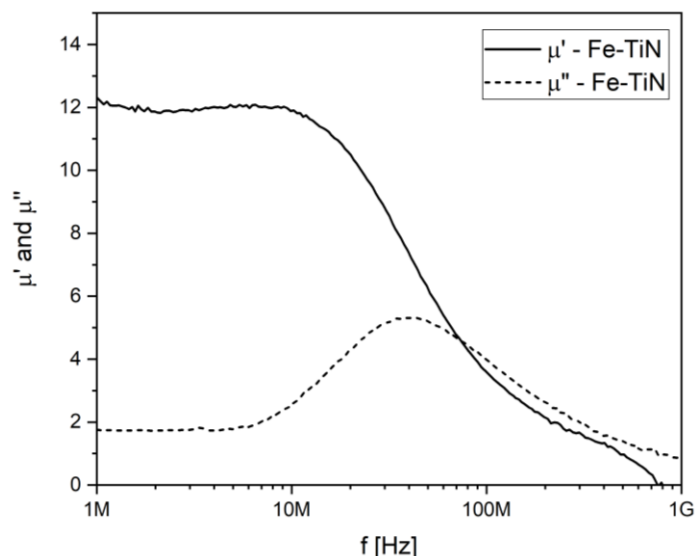
62. ábra Fe-Ti 3D nyomtatott rétegelt kompozit pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatának eredményei.

A titán és vas jól elkülöníthető sűrűségük alapján is, így alkalmas volt a kompozit a komputertomográfias vizsgálatokhoz is. Mivel a szerkezetben mesterségesen is kialakítottam porozitásokat, így ennek pontos mérésére nem volt lehetőségem. Az elméleti mesterséges porozitás mennyiségével korrigált mért érték ~9,8% volt. Ennek viszonylag magas értékét a korábban említett rossz nedvesítés és a szinterezés során alkalmazott, meglehetősen alacsonynak mondható energiasűrűség okozta. A CT felvételt, valamint a 3D-s modellt, a nyomtatott toroidot és annak egy fénymikroszkópos metszeti felvételét az 63. ábra szemlélteti.



63. ábra Fe-Ti CT felvétele (a), valamint 3D-s modellje (b), fényképe (c) és fénymikroszkópos metszeti képe (d).

A toroid minta komplex permeabilitás-spektrumát vizsgáltam a mágneses tulajdonságok közül (lásd 64. ábra). A mérés rávilágított, hogy a statikus permeabilitás sokkal magasabb frekvenciatartományban is fennáll, mint a gradiens Fe-Si 3D nyomtatott minta esetében. Mivel a két elem nem keveredett össze, olyan mértékben, mint a Fe-Si esetében, ezért a határfrekvencia is a korábbi 5 kHz-ről kitolódott 40 MHz-re. A vastól mentes TiN rétegek köszönhetően az örvényáramú veszteségek nem a teljes keresztmetszetben, hanem csak egészen vékony rétegekben tudnak indukálódni. A statikus permeabilitás kis értéke a vas kitöltési tényezőjével magyarázható. Mivel a vas nem nedvesítette jól a titán-nitridet, ezért az elméletileg alkalmazott rétegszámhoz képest (1-2 réteggel) kevesebb vas került a kompozit szerkezetben. Ez orvosolható azáltal, hogy a vas rétegszámának tervezése során plusz rétegeket tervezünk a szerkezetbe, amelyek a nedvesítési problémának köszönhetően nem lesznek teljesértékű rétegek.



64. ábra 3D nyomtatott Fe-TiN toroid minta komplex permeabilitás-spektruma.

5.4.5 V. Tézis

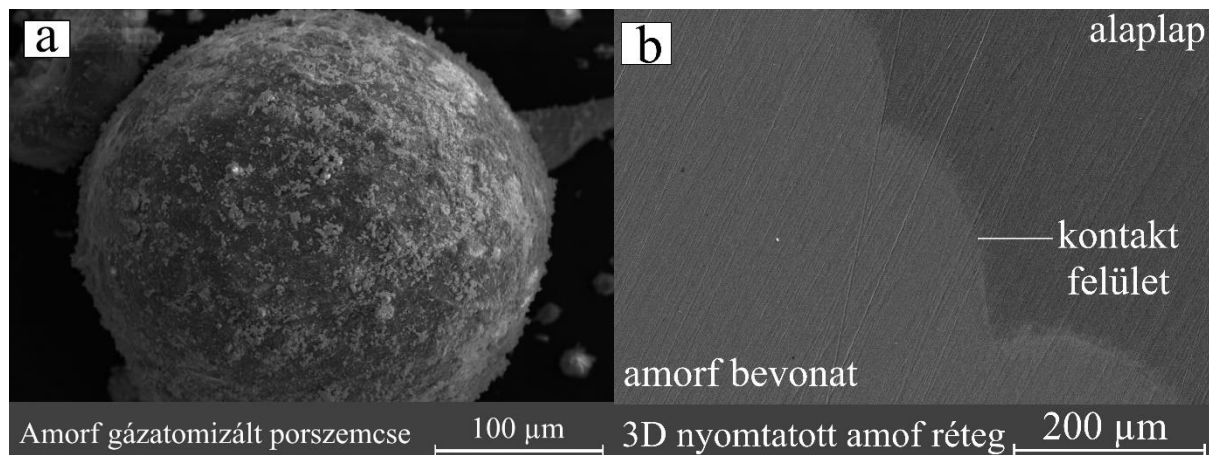
Fe-TiN fém-szigetelő kompozitot alakítottam ki tiszta vas és titán lézerszinterezésével. A szigetelő TiN réteg a megolvasztás során alkalmazott nitrogén védőgáz hatására alakul ki. Eredményeket, valamint a kísérleti paramétereket a 4.4.3; 5.4.4 fejezetekben, az S3 publikációban és az S8 szabadalomban foglaltam össze.

Sikerült előállítanom egy fém-fém kompozit szerkezetet, amelyben a két alapanyag tiszta vas és titán volt. Kialakítottam egy olyan egyedi nyomtatási környezetet, amelyben a titán in situ nitridálódása révén Fe-TiN kompozit szerkezet előállítására volt lehetőségem. A rétegek elektromos ellenállása közti nagy különbség révén a szerkezet fém-szigetelő kompozit struktúrának tekinthető. Ennek bizonyítására a komplex permeabilitás-spektrum mérése szolgált. Az egyedi poradagoló adapternek és a titán nitrogénes környezetben történő nyomtatásának kettőse révén sikerült kiküszöbölöm azt a technológiai hiányosságot, amelyet a fém és szigetelő anyagok eltérő abszorpciós tényezője okoz.

5.4.6 $\text{Fe}_{76}\text{P}_8\text{C}_8\text{B}_5\text{Si}_2$ bevonat 3D nyomtatása

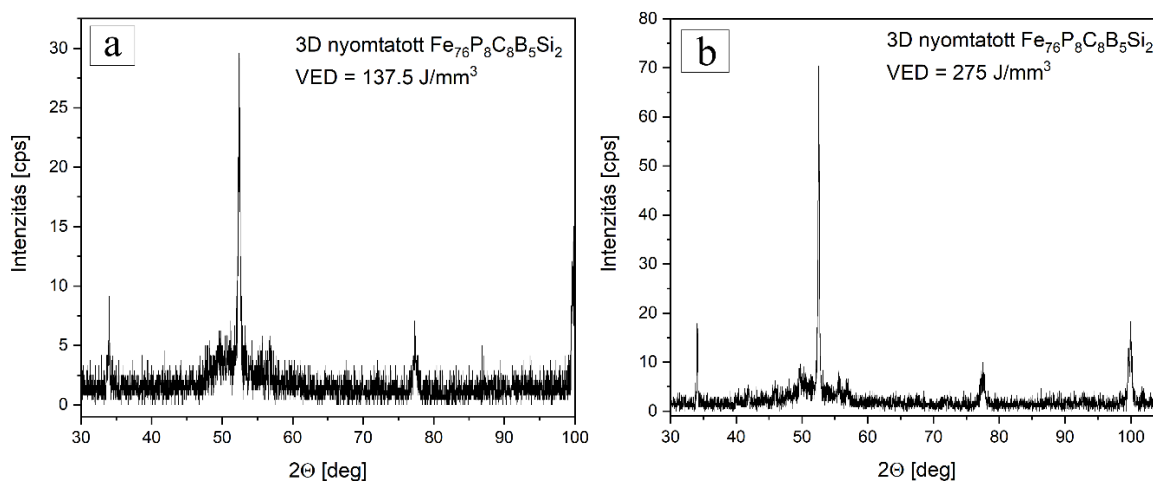
A kísérletek során kidolgoztam egy olyan eljárást, amellyel létre tudtam hozni egy viszonylag olcsó, kemény, kopásálló bevonatot alkatrészek síklapú felületein utólagos 3D nyomtatási kezeléssel. Az eljárás során előállítottam gázatomizáció útján egyedi amorf ötvözetet, amelyet 3D nyomtatással vékony rétegben felhordtam egy alaplapra. Az alapanyag morfológiájának vizsgálatához pásztázó elektronmikroszkópos és röntgendiffrakciós méréseket végeztem. A 65. ábra (a) egy ilyen szemcsét mutat be. A nyomtatás során az amorf szerkezet fenntartása érdekében kifejlesztettem egy egyedi hűtött munkaasztalt, amelyen a nyomtatás

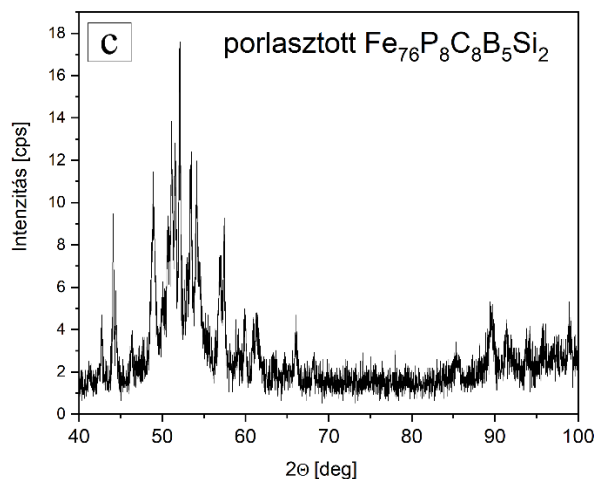
megettörtént. Az acél alaplap és a bevonat határfelületi kapcsolatát az 65. ábra (b) szemlélteti. Jól látható a felvételen, hogy különösebb porozitás vagy delamináció nem alakult ki a két anyag határfelületén.



65. ábra Gázatomizált amorf porszemcse (a) és 3D nyomtatott amorf bevonat határfelületi részének (b) SEM felvétele.

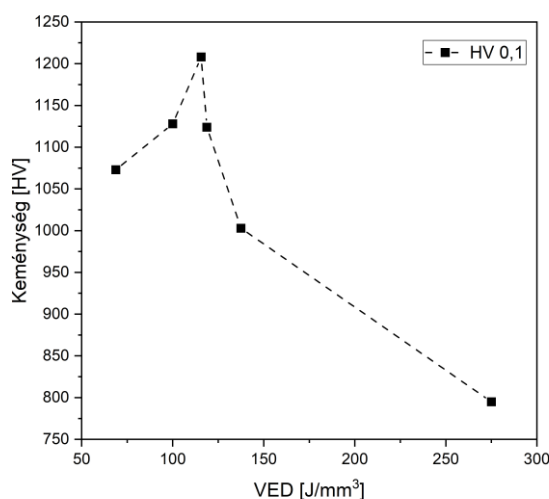
A nyomtatás során különböző energiasűrűségű paraméterbeállításokat alkalmaztam annak érdekében, hogy vizsgálni tudjam az amorf szerkezet nyomtatás utáni állapotát. A 66. ábra a porlásztást követő állapotot, vagyis a 3D nyomtatás alapanyagának szerkezetét mutatja be. A 66. ábra (a) és (b) diagramja az alkalmazott energiasűrűségek két szélsőértéke eredményeként kapott röntgendiffraktogramokat mutatja. A $137,5 \text{ J/mm}^3$ mellett amorf és részben kristályos szerkezetet kaptam (66. ábra). 275 J/mm^3 maximális energiasűrűség esetén viszont szinte teljes mértékben eltűnt az amorf fázis (66. ábra).





66. ábra Különböző energiasűrűséggel nyomtatott amorf bevonatok röntgendiffrakciós spektrogramja.

A röntgenvizsgálatok eredményeit támasztja alá a keménységmérés is. A 115 J/mm^3 esetén adódott a legnagyobb keménység, $1200 \pm 10 \text{ HV0,1}$.



67. ábra Különböző energiasűrűséggel nyomtatott amorf bevonatok keménységmérési eredményei.

5.4.7 VI. Tézis

Újfajta, kopásálló, lézerszinterezésre alkalmas port állítottam elő az általam kifejlesztett gázatomizáló berendezéssel, $\text{Fe}_{76}\text{P}_8\text{C}_8\text{B}_5\text{Si}_2$ összetételű tömbi amorf formában és 3D nyomtatott réteg formájában hordtam fel egy acéllap hordozóra, amelynek keménysége $1200 \pm 10 \text{ HV0,1}$. Az eredményeket és a kísérleti módszert a 4.1; 4.4.6; 5.4.6; 5.5.1 fejezetekben és az S3 publikációban foglaltam össze.

A. Félüzemű, gyártásra alkalmas gázatomizációs berendezést hoztam létre, egyedi összetételű fémötvözet porok gyártására. Ezek a porok összetételtől függően alkalmasak lágymágneses, fém-szigetelő szerkezetű alkatrészek (vasmagok, motorok álló- és forgórészének) kialakítására vagy szerkezeti anyagok

kopásállóságának növelésére 3D nyomtatás felhasználásával. A berendezés képes kísérleti mennyiségű fémpor előállítására, amely megfelelő gyártási paraméterek mellett közel ideális gömbszerű morfológiát mutat.

- B. A kifejlesztett egyedi amorf ötvözet alkalmas vékony, kemény bevonat kialakítására fém 3D nyomtatási eljárással. A kísérletek alapján megállapítottam, hogy gáztomizációs eljárással gömbszerű szemcsék állíthatók elő az ötvözetből, amelyek ideálisak PBF nyomtatási technológiákhoz. A nyomtatási paraméterek állítása révén röntgendiffrakciós vizsgálatokkal kimutattam, hogy a nyomtatást követően részben amorf marad a szerkezet és keménységméréssel megállapítottam, hogy a legkeményebb bevonat a 115 J/mm^3 -es térfogati energiasűrűség esetén adódik ($1200 \pm 10 \text{ HV0,1}$).

5.5 Egyedi berendezések fejlesztése

Kutatásom sokrétűségéhez és hatékonyságához elengedhetetlen volt néhány laboratóriumi eszköz kifejlesztése is, amelyeket a következő fejezetekben mutatok be.

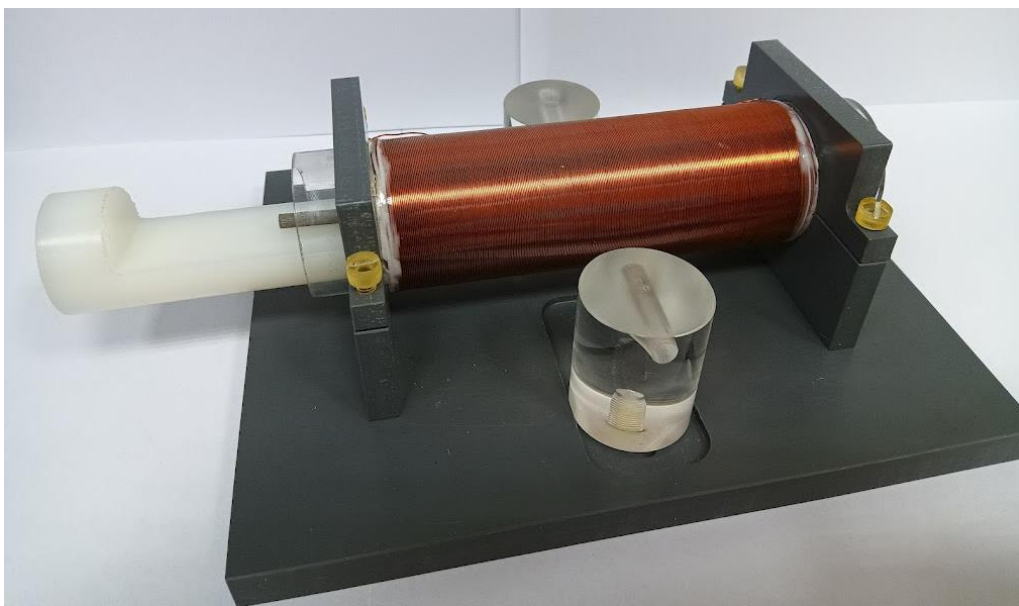
5.5.1 Gáztomizációs porgyártó berendezés

A kereskedelmi forgalomban kapható porokkal kapcsolatban számos probléma merült fel a munkám során. Első és legfontosabb, hogy rendkívül drágán és körülményesen szerezhető be ezek az alapanyagok. A piacon megtalálható legkülönbözőbb összetételű porok sok esetben már tesztelt, 3D nyomtatási kísérleteknek alávetett anyagok. Így az ilyen irányú kutatásuk nem tartalmazna tudományosan új eredményt. Harmadsorban pedig a gyártó által ígért homogén összetétel és morfológia sok esetben nem fedti a valóságot.

Ezen okokból kifolyólag döntöttem úgy, hogy építsek egy saját gáztomizáló berendezést, amely alkalmas ~500 gramm vasalapú ötvözet megolvasztására és egyidejű porlasztására. Az általam tervezett berendezés és porlasztószerző elvi vázlatát a 20. ábra és 21. ábra szemlélteti. A berendezés tesztelését és üzembiztos működését követően számos porlasztási kísérletre sor került. Sikerült előállítanom rozsdamentes fémport, Finemet szalagok újrahasonosítása révén Finemet port, Fe-6,5wt%Si port, valamint egy egyedi összetételű, olcsó amorf szerkezetű port ($\text{Fe}_{76}\text{P}_8\text{C}_8\text{B}_5\text{Si}_2$). A porok szárítását és szegmentálását követően pedig fel is használtam 3D nyomtatásra ezeket a porokat. A morfológia és összetétel elemzésére minden esetben pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatot alkalmaztam.

5.5.2 Koerciméter fejlesztés

Az általam épített koerciméter egy kis szolenoid (\varnothing 50 mm, $N= 680$ menet) tekercset használ, amely a kis átmérőjű, tengelyszerű 3D nyomtatott minták mérésére szolgál. A fluxusméréshez fluxset szenzorokat használtam, amelyeket a szenzor működési elvét szabadalmaztató egyik személytől sikerült beszerezniem [159]. A berendezés minden eleme – leszámítva a szolenoid tekercset és a szenzorokat – műanyagból készült, hogy ne befolyásolják a mérést. Az alaplap, szolenoid-, szenzor- és mintatartó elemek forgácsolással készültek, míg a csavarokat epoxi gyanta öntésével állítottam elő. Az elkészült berendezés fényképét a 68. ábra szemlélteti.



68. ábra Egyedi építésű koerciméter.

6 További kutatások ismertetése

A kutatómunkám eredménye még több ötlet és munka születése. Szinte kivétel nélkül mindegyik kutatási irányt tovább gondoltam és ezekből néhányat folytatok is. Ebben a fejezetben ezeket szeretném ismertetni röviden.

A mag-héj szerkezetű kompozitok 3D nyomtatása nem teljesen téves irány. A komplex geometriák megalkotásához az additív technológia alkalmazásán keresztül vezet az út. A nyomtatott Fe-FePO₄ szerkezet mechanikai tulajdonságainak javítását kerámiabázisú ragasztóval történő impregnálással szeretném javítani. A nyomtatási paraméterek egy szélesebb spektrumú vizsgálatát is szeretném elvégezni, hogy tovább optimalizáljam ezen különleges anyag additív módon történő előállítását. Emellett pedig a teljesség igényével meg szeretném vizsgálni a porkohászati gyártás során alkalmazott préseelési erő nagyságának hatását a

mágneses tulajdonságokra. Választ szeretnék kapni arra kérdésre, hogy létezik-e egy optimum, amely mellett a szigetelés nem roncsolódik jelentősen és a perkoláció elhanyagolható mértékű marad.

A Stöber-módszerrel és ennek módosulatával kezelt vasszemcsék esetében újabb kísérletsorozat elvégézést szeretném megcsinálni, ahol kitüntetett figyelmet szentelnék a por kémiai kezelése közben szonikálásra és a szárítást követő, préselést megelőző szitasoros frakcionálásra. A préselési erő hatásának vizsgálatát részletesen tanulmányozni szeretném. Ezek figyelembevétele és vizsgálata mellett feltételezésem szerint, egy jobb lágymágneses kompozitot kaphatok.

Vizsgálni szeretném továbbá a Fe-6,9wt%Si előötvözött por oxigén környezetben történő belső oxidációs folyamatát, azonban nem levegő atmoszférában, hanem kontrollált módon, argon védőgázhoz kevert oxigén jelenlétében. Kíváncsi vagyok, hogy ilyen módon szabályozható-e a kialakult szigetelőréteg vastagsága valamint az előötvözött porból kidiffundáló szilícium mennyisége. Amennyiben igen, akkor tervethető a visszamaradt por kémiai összetétele és a kompozit struktúra ferromágneses részarányának kitöltési tényezője.

Az előötvözött Fe-6,5wt%Si tartalmú por nyomtathatósági kísérleteit ki szeretném terjeszteni egy magasabb hőmérsékletre fűthető, egyedi tárgyasztal alkalmazásával. Véleményem szerint néhány száz celsiusfokra fűtve a tárgyasztalt a termékben keletkező repedések és belső feszültségek jelentős mértékben lecsökkenthetők. Vizsgálni szeretném továbbá az utólagos hőkezelés szemcseszerkezetre és mágneses tulajdonságokra gyakorolt hatását. A jövőben összehasonlító vizsgálatot fogok végezni Fe₂₀Ni₈₀, Fe₆₅Co₃₅ valamint Fe-6.5wt%Si összetételből 3D nyomtatott rotor és sztátor elektromotor alkatrészek járművekben történő alkalmazhatóságáról.

A Fe-Ti rétegelt kompozit kialakítása során a TiN-et a vas nem megfelelően nedvesíti az első réteg szinterézése során. Kísérletet szeretnék tenni argon védőgáz nyomtatásra, ahol tiszta Fe-Ti kompozit a végeredmény. Ezt egy utólagos hőkezelés során szeretném belső oxidációs folyamatok révén fém-szigetelő kompozittá alakítani. Véleményem szerint ezáltal egy kompaktabb, jobb vas kitöltési aránnyal rendelkező mintát kapnék, amelyben a TiO₂, TiN-del szembeni jobb szigetelő hatása is érvényesülni tudna.

Végezetül pedig a már megkezdett novavas alapú SMC minták fejlesztését szeretném folytatni a mágneses rezonanciafrekvencia leküzdése céljából. Hiszem, hogy a GHz-es

tartományban is effektíven működni képes berendezések alapja, valamilyen nanoszerkezetű lágymágneses kompozit lesz. Ennek megvalósításához a nanovas nanoméretű szigetelőréteggel történő ellátása lehet a kulcs. Erre láthattunk megoldást a különböző Stöber-módszerek esetében. Ultrahangos szonikálás mellett Stöberes oldatban kezelt nanoporok agglomerátumokba rendeződése csökkenthető és megfelelő elemi szigeteléssel elláthatók a szemcsék. Az időtartam és koncentráció optimumát szeretném megtalálni a mágneses mérések eredményei alapján.

7 Összefoglalás

A PhD kutatásom során két gyártástechnológiai megközelítésből vizsgáltam a korszerű, szervesetlen szigetelőfázissal ellátott lágymágneses kompozitokat. A klasszikus porkohászati préseléssel előállított mag-héj szerkezetű kompozitok és az additív módon rétegzett fém-szigetelő kompozitok fejlesztését végeztem el. Munkám során a következő megállapításokat tettem.

I. Tézis

Porkohászati préseléssel előállított mag-héj szerkezetű, Fe-FePO₄ toroid porvasmag 20 kHz-es határfrekvenciáját sikerült 20 MHz-re növelnem az irodalomban elsőként, egyedi 3D lézerszinterezési paraméterekkel. A kivitelezés részleteit a 4.3.2 fejezetben és az S5 publikációban olvashatók.

II. Tézis

Kimutattam, hogy klasszikus és módosított Stöber eljárással kezelt vasporból készített toroid minták közül a 16 órán át kezelt és 1300 MPa nyomással előállított vasmag bizonyult a legjobbnak nagyfrekvenciás lágymágneses alkalmazásokhoz, melynek Snoek-limitje 207 MHz. Az eljárás részleteit a 4.3.1 fejezetben és az S1 publikációban foglaltam össze.

III. Tézis

Belső oxidációval fém-szigetelő szerkezetet hoztam létre a Fe-6,9wt%Si összetételű porkohászati úton előállított vasmagban. Kimutattam ennek előnyös mágneses tulajdonságait a hőkezeletlen mintával szemben, a határfrekvencia kitolódott 1 kHz-ről 25 MHz-re. A kísérlet megvalósításának részleteit és az eredményeket a 4.2; 5.2.3 fejezetek és S6 publikáció tartalmazza.

IV. Tézis

Kimutattam, hogy fém-szigetelő réteges szerkezet tiszta vas és szilícium porok esetén csak gradiens ötvözet formájában állítható elő PBF nyomtatási technológiával. A kísérlet megvalósításához kifejlesztettem egy egyedi poradagoló egységet, amely lehetővé teszi egy nyomtatási cikluson belül több alapanyag felhasználását is. Az eszköz megvalósításának részleteit a 4.4.1 fejezet és az S8 szabadalom tartalmazza, míg a kísérleti módszert és eredményeket a 4.4.2; 5.4.2 fejezetekben és az S3, S7 publikációkban foglaltam össze.

V. Tézis

Fe-TiN fém-szigetelő kompozitot alakítottam ki tiszta vas és titán lézerszinterezésével. A szigetelő TiN réteg a megolvasztás során alkalmazott nitrogén védőgáz hatására alakul ki. Eredményeket, valamint a kísérleti paramétereket a 4.4.3; 5.4.4 fejezetekben, az S3 publikációban és az S8 szabadalomban foglaltam össze.

VI. Tézis

Újfajta, kopásálló, lézerszinterezésre alkalmas port állítottam elő az általam kifejlesztett gáztatomizáló berendezéssel, $\text{Fe}_{76}\text{P}_8\text{C}_8\text{B}_5\text{Si}_2$ összetételű tömbi amorf formában és 3D nyomtatott réteg formájában hordtam fel egy acéllap hordozóra, amelynek keménysége $1200 \pm 10 \text{ HV}_{0,1}$. Az eredményeket és a kísérleti módszert a 4.1; 4.4.6; 5.4.6; 5.5.1 fejezetekben és az S3 publikációban foglaltam össze.

8 Summary

During my PhD research work, I have studied modern soft magnetic composites with an inorganic insulating phase from the perspective of two production technologies. I developed core-shell composites produced by classical powder metallurgy and additively manufactured layered metal-insulator structures. During my investigations, I made the following statements.

I. Thesis

I was the first in the literature to develop the 3D laser sintering process for Fe-FePO₄ powders with a core-shell structure. Due to the individual 3D laser sintering parameters, I successfully increase the limit frequency from 20 kHz to 20 MHz.

II. Thesis

For the traditional powder metallurgy processes, I compared the classical and modified Stöber process. I produced a composite with a cor-shell structure and a metal – insulating structure, where the core is Fe and the shell is SiO₂. I showed that the iron core treated for 16 hours and produced at a pressure of 1300 MPa proved to be the best for high-frequency soft magnetic applications, the Snoek's-limit of which was 207 MHz.

III. Thesis

With internal oxidation, I created a metal-insulating structure in the Fe-6.9wt%Si iron core fabricated by powder metallurgy. The success of the new method is shown by the shift of the limit frequency from 1 kHz to 25 MHz.

IV. Thesis

I showed that a metal-insulation layer series, in the case of the Fe (metal) – Si (insulating) composition, can only be produced in the form of a gradient alloy using PBF printing technology. To implement the experiment, I have developed a unique powder dispenser unit for PBF metal 3D printing processes, which enables the use of several raw materials within one printing cycle.

V. Thesis

I created a Fe-TiN metal-insulating composite by laser sintering of pure Fe and Ti. The insulating TiN layer is formed as a result of the nitrogen protective gas used during melting.

VI. Thesis

I produced a new type of wear-resistant powder suitable for laser sintering with the gas atomization equipment I developed, in bulk amorphous form with the composition $\text{Fe}_{76}\text{P}_8\text{C}_8\text{B}_5\text{Si}_2$, and I created a 3D printed layer on a steel sheet substrate, the hardness of which is $\text{HV} = 1200 \pm 10 \text{ HV}_{0,1}$.

9 Irodalomjegyzék

Saját releváns publikációk

- S1 Kocsis, B.; Varga, L.K.; Zsoldos, I. Preparation and Characterization of the Fe-SiO₂ Soft Magnetic Composites Prepared by Classic and Modified Stöber Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **2022**, 1246, 012011, doi:10.1088/1757-899x/1246/1/012011.
- S2 Kocsis, B.; Gulyás, G.; Varga, L.K. Development of High Entropy Alloy Coating by Additive Technology. *Front. Mater.* **2022**, 8, 802076, doi:10.3389/fmats.2021.802076
- S3 Kocsis, B.; Hatos, I.; Varga, L.K. 3D Printed Metal-Insulator Layered Structure. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2022**, 563, 169994, doi:10.1016/j.jmmm.2022.169994
- S4 Fekete, I.; Kocsis, B.; Nagy, A.L.; Hatos, I. Study on the effects of different manufacturing parameters on the properties of maraging steel by DMLS. *12th IEEE International Conference on Cognitive Infocommunications* **2021**, 729-733
- S5 Kocsis, B.; Fekete, I.; Hatos, I.; Varga, L.K. Soft Magnetic Composites Prepared by 3D Laser Printing. *Acta Phys. Pol. A* **2020**, 137, 886-888, doi:10.12693/APhysPolA.137.886.
- S6 Kocsis, B.; Varga, L.K.; Zsoldos, I. Preparation of Soft Magnetic Composite from Fe-6.9wt%Si by Different Heat Treatment Strategies. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2020**, 903, 012042, doi:10.1088/1757-899X/903/1/012042.
- S7 Kocsis, B.; Fekete, I.; Varga, L.K. Metallographic and Magnetic Analysis of Direct Metal Laser Sintered Soft Magnetic Composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2020**, 501, 166425, doi:10.1016/j.jmmm.2020.166425.
- S8 P2200384 – Réteges szerkezetű lágymágneses kompozit, annak előállítási eljárása és az előállítására szolgáló berendezés

Egyéb saját publikációk

- S9 Barna, V.; Brautigam, A.; Kocsis, B.; Harangozó, D.; Fischer, S. Investigation of the Effects of Thermit Welding on the Mechanical Properties of the Rails. *Acta Polytechnica Hungarica* **2022**, 19, 37-49.
- S10 Kocsis, B. Az additív és szubsztraktív technológia katonai vonatkozású alkalmazási lehetőségeinek összehasonlító vizsgálata. *Műszaki Katonai Közlöny*. **2019**, 29, 95-104
- S11 Hatos, I.; Kocsis, B.; Hargitai, H. Conformal Cooling with Heat-Conducting Inserts by Direct Metal Laser Sintering. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2018**, 448, 012027, doi:10.1088/1757-899X/448/1/012027.
- S12 Hatos, I.; Fekete, I.; Ibriksz, T.; Kocsis, B.; Nagy, A.L.; Hargitai, H. Effect of Locally Increased Melted Layer Thickness on the Mechanical Properties of Laser Sintered Tool Steel Parts. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2018**, 426, 012014, doi:10.1088/1757-899X/426/1/012014.
- S13 Kocsis, B.; Kóti, D.; Kovács, G. Korszerű amorf üvegfém szalagok vágás technológiájának vizsgálata klasszikus metallográfiai- és egyedi mágneses mérések segítségével. *GÉP*. **2018**, 4, 54-58

Szakirodalmi publikációk

1. Yoshizawa, Y.; Oguma, S.; Yamauchi, K. New Fe-based Soft Magnetic Alloys Composed of Ultrafine Grain Structure. *Journal of Applied Physics* **1988**, *64*, 6044–6046, doi:10.1063/1.342149.
2. Simonyi, K. *A fizika kultúrtörténete*; Akadémiai Kiadó, 2011; ISBN 978-963-05-9117-1.
3. Cullity, B.D.; Graham, C.D. *Introduction to Magnetic Materials*; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, 2008; ISBN 978-0-470-38632-3.
4. Jiles, D. *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*; 3rd ed.; CRC Press, 2015; ISBN 978-0-429-16009-7.
5. Tumanski, S. *Handbook of Magnetic Measurements*; 0 ed.; CRC Press, 2016; ISBN 978-0-429-10390-2.
6. Bozorth, R.M. *Ferromagnetism*; 1993;
7. Chikazumi, S.; Graham, C.D.; Chikazumi, S. *Physics of Ferromagnetism*; The international series of monographs on physics; 2nd ed.; Clarendon Press ; Oxford University Press: Oxford : New York, 1997; ISBN 978-0-19-851776-4.
8. Hubert, A.; Schäfer, R. *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures*; Softcover reprint of the hardcover 1st ed. 1998, corrected print. 2000.; Springer: Berlin, 2014; ISBN 978-3-540-85054-0.
9. Bokor, F.; Szeless, L. *Állandómágnesek És Alkalmazásaik*; Műszaki Könyvkiadó: Budapest, 1975;
10. Bertotti, G. *Hysteresis in Magnetism: For Physicists, Materials Scientists, and Engineers*; Electromagnetism; Academic Press: San Diego, 1998; ISBN 978-0-12-093270-2.
11. Fiorillo, F.; Bertotti, G.; Appino, C.; Pasquale, M. Soft Magnetic Materials. In *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, 1999; pp. 1–42 ISBN 978-0-471-34608-1.
12. C. P. Steinmetz On the Law of Hysteresis. *Proceedings of the IEEE* **1984**, *72*, 197–221, doi:10.1109/PROC.1984.12842.
13. Kollár, P.; Vojtek, V.; Birčáková, Z.; Füzér, J.; Fáberová, M.; Bureš, R. Steinmetz Law in Iron–Phenolformaldehyde Resin Soft Magnetic Composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2014**, *353*, 65–70, doi:10.1016/j.jmmm.2013.10.017.
14. Dias, M.M.; Mozetic, H.J.; Barboza, J.S.; Martins, R.M.; Pelegrini, L.; Schaeffer, L. Influence of Resin Type and Content on Electrical and Magnetic Properties of Soft Magnetic Composites (SMCs). *Powder Technology* **2013**, *237*, 213–220, doi:10.1016/j.powtec.2013.01.006.
15. Weidenfeller, B.; Anhalt, M. Effect of Laser Treatment on High and Low Induction Loss Components of Grain Oriented Iron-Silicon Sheets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2010**, *322*, 69–72, doi:10.1016/j.jmmm.2009.08.030.
16. Birčáková, Z.; Kollár, P.; Weidenfeller, B.; Füzér, J.; Fáberová, M.; Bureš, R. Reversible and Irreversible DC Magnetization Processes in the Frame of Magnetic, Thermal and Electrical Properties of Fe-Based Composite Materials. *Journal of Alloys and Compounds* **2015**, *645*, 283–289, doi:10.1016/j.jallcom.2015.05.121.
17. Anhalt, M. Systematic Investigation of Particle Size Dependence of Magnetic Properties in Soft Magnetic Composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2008**, *320*, e366–e369, doi:10.1016/j.jmmm.2008.02.072.
18. Herzer, G. Chapter 3 Nanocrystalline Soft Magnetic Alloys. *Handbook of Magnetic Materials* **1997**, *10*, 415–462, doi:10.1016/S1567-2719(97)10007-5.
19. G. Bertotti General Properties of Power Losses in Soft Ferromagnetic Materials. *IEEE Transactions on Magnetics* **1988**, *24*, 621–630, doi:10.1109/20.43994.

20. Takacs, J. Analytical Solutions to Eddy Current and Excess Losses. *COMPEL - The international journal for computation and mathematics in electrical and electronic engineering* **2005**, *24*, 1402–1414, doi:10.1108/03321640510615689.
21. E. Dlala Comparison of Models for Estimating Magnetic Core Losses in Electrical Machines Using the Finite-Element Method. *IEEE Transactions on Magnetics* **2009**, *45*, 716–725, doi:10.1109/TMAG.2008.2009878.
22. Pry, R.H.; Bean, C.P. Calculation of the Energy Loss in Magnetic Sheet Materials Using a Domain Model. *Journal of Applied Physics* **1958**, *29*, 532–533, doi:10.1063/1.1723212.
23. Bush, G.G. Generalization of Snoek's Limit for Modeling Initial Permeability of Magnetic Materials. *Journal of Applied Physics* **1988**, *63*, 3765–3767, doi:10.1063/1.340661.
24. Betancourt, I. Magnetization Dynamics of Amorphous Ribbons and Wires Studied by Inductance Spectroscopy. *Materials* **2011**, *4*, 37–54, doi:10.3390/ma4010037.
25. Yang, T.; Lu, K.; Wang, J.; Xu, J.; Zheng, Z.; Liu, X. Fe-6.5 Wt%Si Soft Magnetic Composites with Significant Improvement of Magnetic Properties by Compositing Nano-MnZn Ferrites. *Journal of Alloys and Compounds* **2022**, *909*, 164660, doi:10.1016/j.jallcom.2022.164660.
26. Chang, J.; Zhan, T.; Peng, X.; Li, J.; Yang, Y.; Xu, J.; Hong, B.; Jin, D.; Jin, H.; Wang, X.; et al. Improved Permeability and Core Loss of Amorphous FeSiB /Ni-Zn Ferrite Soft Magnetic Composites Prepared in an External Magnetic Field. *Journal of Alloys and Compounds* **2021**, *886*, 161335, doi:10.1016/j.jallcom.2021.161335.
27. Zheng, J.; Zheng, D.; Qiao, L.; Ying, Y.; Tang, Y.; Cai, W.; Li, W.; Yu, J.; Li, J.; Che, S. High Permeability and Low Core Loss Fe-Based Soft Magnetic Composites with Co-Ba Composite Ferrite Insulation Layer Obtained by Sol-Gel Method. *Journal of Alloys and Compounds* **2022**, *893*, 162107, doi:10.1016/j.jallcom.2021.162107.
28. Zhu, S.J.; Duan, F.; Ni, J.L.; Feng, S.J.; Liu, X.S.; Lv, Q.R.; Kan, X.C. Soft Magnetic Composites FeSiAl/MoS₂ With High Magnetic Permeability and Low Magnetic Loss. *Journal of Alloys and Compounds* **2022**, *166893*, doi:10.1016/j.jallcom.2022.166893.
29. Wu, S.; Sun, A.; Xu, W.; Zhang, Q.; Zhai, F.; Logan, P.; Volinsky, A.A. Iron-Based Soft Magnetic Composites with Mn–Zn Ferrite Nanoparticles Coating Obtained by Sol–Gel Method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2012**, *324*, 3899–3905, doi:10.1016/j.jmmm.2012.06.042.
30. Lauda, M.; Füzér, J.; Kollár, P.; Strečková, M.; Bureš, R.; Kováč, J.; Baťková, M.; Baťko, I. Magnetic Properties and Loss Separation in FeSi/MnZnFe₂O₄ Soft Magnetic Composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2016**, *411*, 12–17, doi:10.1016/j.jmmm.2016.03.051.
31. Gheisari, Kh.; Javadpour, S.; Shokrollahi, H.; Hashemi, B. Magnetic Losses of the Soft Magnetic Composites Consisting of Iron and Ni–Zn Ferrite. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2008**, *320*, 1544–1548, doi:10.1016/j.jmmm.2008.01.005.
32. Wang, M.; Zan, Z.; Deng, N.; Zhao, Z. Preparation of Pure Iron/Ni–Zn Ferrite High Strength Soft Magnetic Composite by Spark Plasma Sintering. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2014**, *361*, 166–169, doi:10.1016/j.jmmm.2014.02.055.
33. Nowosielski, R.; Wysocki, J.J.; Wnuk, I.; Gramatyka, P. Nanocrystalline Soft Magnetic Composite Cores. *Journal of Materials Processing Technology* **2006**, *175*, 324–329, doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.04.017.
34. Ding, W.; Jiang, L.; Liao, Y.; Song, J.; Li, B.; Wu, G. Effect of Iron Particle Size and Volume Fraction on the Magnetic Properties of Fe/Silicate Glass Soft Magnetic Composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2015**, *378*, 232–238, doi:10.1016/j.jmmm.2014.09.019.

35. Chen, D.; Li, K.; Yu, H.; Zuo, J.; Chen, X.; Guo, B.; Han, G.; Liu, Z. Effects of Secondary Particle Size Distribution on the Magnetic Properties of Carbonyl Iron Powder Cores. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2020**, *497*, 166062, doi:10.1016/j.jmmm.2019.166062.
36. K. Yanagimoto; K. Majima; S. Sunada; Y. Aikawa Effect of Si and Al Content on Core Loss in Fe-Si-Al Powder Cores. *IEEE Transactions on Magnetics* **2004**, *40*, 1691–1694, doi:10.1109/TMAG.2004.826623.
37. F. Mazaleyrat; V. Leger; R. Lebourgeois; R. Barrue Permeability of Soft Magnetic Composites from Flakes of Nanocrystalline Ribbon. *IEEE Transactions on Magnetics* **2002**, *38*, 3132–3134, doi:10.1109/TMAG.2002.802419.
38. C. Cyr; P. Viarouge; S. Clenet; J. Cros Methodology to Study the Influence of the Microscopic Structure of Soft Magnetic Composites on Their Global Magnetization Curve. *IEEE Transactions on Magnetics* **2009**, *45*, 1178–1181, doi:10.1109/TMAG.2009.2012544.
39. Y. Ito; H. Igarashi; M. Suzuki; Y. Iwasaki; K. Kawano Effect of Magnetic Contact on Macroscopic Permeability of Soft Magnetic Composite. *IEEE Transactions on Magnetics* **2016**, *52*, 1–4, doi:10.1109/TMAG.2015.2489227.
40. Pittini-Yamada, Y.; Périgo, E.A.; de Hazan, Y.; Nakahara, S. Permeability of Hybrid Soft Magnetic Composites. *Acta Materialia* **2011**, *59*, 4291–4302, doi:10.1016/j.actamat.2011.03.053.
41. Shokrollahi, H.; Janghorban, K.; Mazaleyrat, F.; Bue, M.L.; Ji, V.; Tcharkhtchi, A. Investigation of Magnetic Properties, Residual Stress and Densification in Compacted Iron Powder Specimens Coated with Polyepoxy. *Materials Chemistry and Physics* **2009**, *114*, 588–594, doi:10.1016/j.matchemphys.2008.10.013.
42. Snoek, J.L. Dispersion and Absorption in Magnetic Ferrites at Frequencies above One Mc/s. *Physica* **1948**, *14*, 207–217, doi:10.1016/0031-8914(48)90038-X.
43. Sihvola, A. *Electromagnetic Mixing Formulas and Applications*; IET: The Institution of Engineering and Technology, Michael Faraday House, Six Hills Way, Stevenage SG1 2AY, UK, 1999; ISBN 978-0-85296-772-0.
44. Hosokawa, S.; Toyota, S.; Yamashita, O.; Okimoto, K. Influences of Pulverized Particle Size and Magnetic Field during Compacting on the Degree of Alignment of Sr-Ferrite. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy* **1998**, *45*, 77–81, doi:10.2497/jjspm.45.77.
45. Sarkar, A.; Paranthaman, M.P.; Nlebedim, I.C. In-Situ Magnetic Alignment Model for Additive Manufacturing of Anisotropic Bonded Magnets. *Additive Manufacturing* **2021**, *46*, 102096, doi:10.1016/j.addma.2021.102096.
46. Weidenfeller, B.; Anhalt, M.; Riehemann, W. 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* **2008**, *320*, e362–e365, doi:10.1016/j.jmmm.2008.02.071.
47. Zheng, Y.Y.; Wang, Y.G.; Xia, G.T. Amorphous Soft Magnetic Composite-Cores with Various Orientations of the Powder-Flakes. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2015**, *396*, 97–101, doi:10.1016/j.jmmm.2015.08.036.
48. Dobák, S.; Füzér, J.; Kollár, P.; Strečková, M.; Bureš, R.; Fáberová, M. A Comprehensive Complex Permeability Approach to Soft Magnetic Bulk Cores from Pure or Resin Coated Fe and Pulverized Alloys at Elevated Temperatures. *Journal of Alloys and Compounds* **2017**, *695*, 1998–2007, doi:10.1016/j.jallcom.2016.11.036.
49. Fiorillo, F. *Measurement and Characterization of Magnetic Materials*; Academic Press, Elsevier: San Diego, CA, 2004;

50. Fiorillo, F. Measurements of Magnetic Materials. *Metrologia* **2010**, *47*, S114–S142, doi:10.1088/0026-1394/47/2/s11.
51. *New Trends in 3D Printing*; Shishkovsky, I.V., Ed.; InTech, 2016; ISBN 978-953-51-2479-5.
52. Antony, L.V.M.; Reddy, R.G. Processes for Production of High-Purity Metal Powders. *JOM* **2003**, *55*, 14–18, doi:10.1007/s11837-003-0153-4.
53. Dietrich, S.; Wunderer, M.; Huissel, A.; Zaeh, M.F. A New Approach for a Flexible Powder Production for Additive Manufacturing. *Procedia Manufacturing* **2016**, *6*, 88–95, doi:10.1016/j.promfg.2016.11.012.
54. Kakuk, G.; Csanady, A.; Trif, L.; Sajó, I.; Papp, K.; Sztaniszlav, A.; Kálmán, E. The Influence of Nanomilling on the Formation of Ba-Hexaferrite. *Reviews on Advanced Materials Science* **2008**, *18*.
55. Balázs, K.; Furko, M.; Fogarassy, Z.; Balázs, C. Examination of Milled H-BN Addition on Sintered Si₃N₄/h-BN Ceramic Composites. *PAC* **2018**, *12*, 357–365, doi:10.2298/PAC1804357B.
56. Black, J.T.; Kohser, R.A.; DeGarmo, E.P. *DeGarmo's Materials and Processes in Manufacturing*; Wiley: Hoboken, NJ, 2008; ISBN 9780470055120.
57. Kocsis, B.; Varga, L.K.; Zsoldos, I. Preparation of Soft Magnetic Composite from Fe-6.9wt%Si by Different Heat Treatment Strategies. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2020**, *903*, 012042, doi:10.1088/1757-899X/903/1/012042.
58. Busachi, A.; Erkoyuncu, J.; Colegrove, P.; Martina, F.; Watts, C.; Drake, R. A Review of Additive Manufacturing Technology and Cost Estimation Techniques for the Defence Sector. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology* **2017**, *19*, 117–128, doi:10.1016/j.cirpj.2017.07.001.
59. Redwood, B.; Schöffler, F.; Garret, B. *The 3D Printing Handbook: Technologies, Design and Applications*; 3D Hubs B.V., 2017; ISBN 978-90-827485-0-5.
60. Hull, C.W. *Apparatus for Production of Three-Dimensional Objects by Stereolithography* 1998.
61. Yan, X.; Gu, P. A Review of Rapid Prototyping Technologies and Systems. *Computer-Aided Design* **1996**, *28*, 307–318, doi:10.1016/0010-4485(95)00035-6.
62. Greene, J.P. 19 - Additive Manufacturing in Automotive. In *Automotive Plastics and Composites*; Greene, J.P., Ed.; William Andrew Publishing, 2021; pp. 325–335 ISBN 978-0-12-818008-2.
63. Junk, S.; Rothe, N. Lightweight Design of Automotive Components Using Generative Design with Fiber-Reinforced Additive Manufacturing. *Procedia CIRP* **2022**, *109*, 119–124, doi:10.1016/j.procir.2022.05.224.
64. Bacciaglia, A.; Ceruti, A.; Liverani, A. Towards Large Parts Manufacturing in Additive Technologies for Aerospace and Automotive Applications. *Procedia Computer Science* **2022**, *200*, 1113–1124, doi:10.1016/j.procs.2022.01.311.
65. Siebold, M. Additive Manufacturing for Serial Production of High-Performance Metal Parts. *Mechanical Engineering* **2019**, *141*, 49, doi:10.1115/1.2019-MAY5.
66. Revilla-León, M.; Özcan, M. Additive Manufacturing Technologies Used for Processing Polymers: Current Status and Potential Application in Prosthetic Dentistry. *Journal of Prosthodontics* **2019**, *28*, 146–158, doi:10.1111/jopr.12801.
67. Pinkerton, A.J. [INVITED] Lasers in Additive Manufacturing. *Optics & Laser Technology* **2016**, *78*, 25–32, doi:10.1016/j.optlastec.2015.09.025.
68. Zhang, X.; Liou, F. Chapter 1 - Introduction to Additive Manufacturing. In *Additive Manufacturing*; Pou, J., Riveiro, A., Davim, J.P., Eds.; Elsevier, 2021; pp. 1–31 ISBN 978-0-12-818411-0.

69. Bourell, D.; Kruth, J.P.; Leu, M.; Levy, G.; Rosen, D.; Beese, A.M.; Clare, A. Materials for Additive Manufacturing. *CIRP Annals* **2017**, *66*, 659–681, doi:10.1016/j.cirp.2017.05.009.
70. Guo, Z.; Zhou, C. Recent Advances in Ink-Based Additive Manufacturing for Porous Structures. *Additive Manufacturing* **2021**, *48*, 102405, doi:10.1016/j.addma.2021.102405.
71. Gilani, N.; Aboulkhair, N.T.; Simonelli, M.; East, M.; Ashcroft, I.; Hague, R.J.M. Insights into Drop-on-Demand Metal Additive Manufacturing through an Integrated Experimental and Computational Study. *Additive Manufacturing* **2021**, *48*, 102402, doi:10.1016/j.addma.2021.102402.
72. Haidong Zhang Processing Parameters for Selective Laser Sintering or Melting of Oxide Ceramics. In *Additive Manufacturing of High-performance Metals and Alloys*; Saniya LeBlanc ED1 - Igor V. Shishkovsky, Ed.; IntechOpen: Rijeka, 2018; p. Ch. 5 ISBN 978-1-78923-389-6.
73. Travitzky, N.; Bonet, A.; Dermeik, B.; Fey, T.; Filbert-Demut, I.; Schlier, L.; Schlordt, T.; Greil, P. Additive Manufacturing of Ceramic-Based Materials. *Advanced Engineering Materials* **2014**, *16*, 729–754, doi:10.1002/adem.201400097.
74. Agarwala, M.; Bourell, D.; Beaman, J.; Marcus, H.; Barlow, J. Direct Selective Laser Sintering of Metals. *Rapid Prototyping Journal* **1995**, *1*, 26–36, doi:10.1108/13552549510078113.
75. Hatos, I.; Fekete, I.; Harangozó, D.; Hargitai, H. Influence of Local Porosity on the Mechanical Properties of Direct Metal Laser-Sintered 1.2709 Alloy. *SV-JME* **2020**, *66*, 351–357, doi:10.5545/sv-jme.2020.6573.
76. Tolochko, N.K.; Khlopkov, Y.V.; Mozzharov, S.E.; Ignatiev, M.B.; Laoui, T.; Titov, V.I. Absorptance of Powder Materials Suitable for Laser Sintering. *Rapid Prototyping Journal* **2000**, *6*, 155–161, doi:10.1108/13552540010337029.
77. Bergström, D.; Powell, J.; Kaplan, A.F.H. The Absorptance of Steels to Nd:YLF and Nd:YAG Laser Light at Room Temperature. *Applied Surface Science* **2007**, *253*, 5017–5028, doi:10.1016/j.apsusc.2006.11.018.
78. Hong, T.; Smith, J.R.; Srolovitz, D.J. Theory of Metal—Ceramic Adhesion. *Acta Metallurgica et Materialia* **1995**, *43*, 2721–2730, doi:10.1016/0956-7151(94)00457-S.
79. Lakhdar, Y.; Tuck, C.; Binner, J.; Terry, A.; Goodridge, R. Additive Manufacturing of Advanced Ceramic Materials. *Progress in Materials Science* **2021**, *116*, 100736, doi:10.1016/j.pmatsci.2020.100736.
80. Sachs, E.; Cima, M.; Cornie, J.; Brancazio, D.; Bredt, J.; Curodeau, A.; Fan, T.; Khanuja, S.; Lauder, A.; Lee, J.; et al. Three-Dimensional Printing: The Physics and Implications of Additive Manufacturing. *CIRP Annals* **1993**, *42*, 257–260, doi:10.1016/S0007-8506(07)62438-X.
81. Deckers, J.; Vleugels, J.; Kruth, J.-P. Additive Manufacturing of Ceramics: A Review. *Journal of Ceramic Science and Technology* **2014**, *5*, doi:10.4416/JCST2014-00032.
82. Li, M.; Du, W.; Elwany, A.; Pei, Z.; Ma, C. Metal Binder Jetting Additive Manufacturing: A Literature Review. *Journal of Manufacturing Science and Engineering* **2020**, *142*, doi:10.1115/1.4047430.
83. Oh, Y.; Bharambe, V.; Mummareddy, B.; Martin, J.; McKnight, J.; Abraham, M.A.; Walker, J.M.; Rogers, K.; Conner, B.; Cortes, P.; et al. Microwave Dielectric Properties of Zirconia Fabricated Using NanoParticle Jetting™. *Additive Manufacturing* **2019**, *27*, 586–594, doi:10.1016/j.addma.2019.04.005.
84. Murr, L.E.; Johnson, W.L. 3D Metal Droplet Printing Development and Advanced Materials Additive Manufacturing. *Journal of Materials Research and Technology* **2017**, *6*, 77–89, doi:10.1016/j.jmrt.2016.11.002.

85. Santos, E.C.; Shiomi, M.; Osakada, K.; Laoui, T. Rapid Manufacturing of Metal Components by Laser Forming. *International Journal of Machine Tools and Manufacture* **2006**, *46*, 1459–1468, doi:10.1016/j.ijmachtools.2005.09.005.
86. Dhavalikar, P.; Lan, Z.; Kar, R.; Salhadar, K.; Gaharwar, A.K.; Cosgriff-Hernandez, E. 1.4.8 - Biomedical Applications of Additive Manufacturing. In *Biomaterials Science (Fourth Edition)*; Wagner, W.R., Sakiyama-Elbert, S.E., Zhang, G., Yaszemski, M.J., Eds.; Academic Press, 2020; pp. 623–639 ISBN 978-0-12-816137-1.
87. Pinkerton, A.J. Advances in the Modeling of Laser Direct Metal Deposition. *Journal of Laser Applications* **2015**, *27*, S15001, doi:10.2351/1.4815992.
88. Paolini, A.; Kollmannsberger, S.; Rank, E. Additive Manufacturing in Construction: A Review on Processes, Applications, and Digital Planning Methods. *Additive Manufacturing* **2019**, *30*, 100894, doi:10.1016/j.addma.2019.100894.
89. Chen, Z.; Li, Z.; Li, J.; Liu, C.; Lao, C.; Fu, Y.; Liu, C.; Li, Y.; Wang, P.; He, Y. 3D Printing of Ceramics: A Review. *Journal of the European Ceramic Society* **2019**, *39*, 661–687, doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.013.
90. Aniwaa Database - Metal 3D Printer Market Report, 2019. <https://www.aniwaa.com/buyers-guide/3d-printers/best-metal-3d-printer>.
91. Joseph, J.B.; Carl, R.D. Selective Laser Sintering with Assisted Powder Handling, US4938816A, 1986.
92. Dewidar, M.; Lim, J.-K.; Dalgarno, K. A Comparison between Direct and Indirect Laser Sintering of Metals. *J. Mater. Sci. Technol.* **2007**, *24*.
93. Shellabear, M.; Nyrhilä, O. DMLS-Development History and State of the Art. *Proceedings of the 4th LANE 2004, Sept. 22.-24 2004*.
94. Latikka, M.; Kotila, J.; Syvänen, T.; Nyrhilä, O.; Hänninen, J. Full Density & Alternative Consolidation II: Direct Metal Laser Sintering-New Possibilities In Part Manufacturing. In *Proceedings of the European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy. European PM Conference Proceedings; The European Powder Metallurgy Association, 2005; Vol. 3, p. 81*.
95. Bhavar, V.; Kattire, P.; Patil, V.; Khot, S.; Gujar, K.; Singh, R. *A Review on Powder Bed Fusion Technology of Metal Additive Manufacturing*; 2014;
96. Vock, S.; Klöden, B.; Kirchner, A.; Weißgärber, T.; Kieback, B. Powders for Powder Bed Fusion: A Review. *Progress in Additive Manufacturing* **2019**, *4*, 383–397, doi:10.1007/s40964-019-00078-6.
97. Haferkamp, L.-H., LiviaAU-Spierings, AdriaanAU-Wegener, KonradAU-Riener, KirstinAU-Ziegelmeier, StefanAU-Leichtfried, Gerhard J. TI-The Influence of Particle Shape, Powder Flowability, and Powder Layer Density on Part Density in Laser Powder Bed Fusion The Influence of Particle Shape, Powder Flowability, and Powder Layer Density on Part Density in Laser Powder Bed Fusion. *Metals* **2021**, *11*, doi:10.3390/met11030418.
98. Beckley, P. *Electrical Steels for Rotating Machines*; Energy Engineering; Institution of Engineering and Technology, 2002;
99. Campbell, A. On the Magnetic Properties of Silicon Iron (Stalloy) in Alternating Magnetic Fields of Low Value. *Proceedings of the Physical Society of London (1874-1925)* **1919**, *32*, 232.
100. Gumlich, E.; Goerens, D.I.P. Magnetic Properties of Iron-Carbon and Iron-Silicon Alloys. *Transactions of the Faraday Society* **1912**, *8*, 98–114.
101. Mishra, S.; Därmann, C.; Lücke, K. On the Development of the Goss Texture in Iron-3% Silicon. *Acta Metallurgica* **1984**, *32*, 2185–2201, doi:10.1016/0001-6160(84)90161-5.
102. Meyers, R.A. *Encyclopedia of Physical Science and Technology: Reference*; Academic Press, Orlando, Fla., 2002; ISBN 978-0-12-227429-9.

103. Yi, Y.; Zhou, Z.; Wang, Z.; Jiang, S.; Huang, W. Si-Steel Thin-Strip Prepared by Twin-Roll Continuous Casting. *Surface Review and Letters* **2011**, *18*, 97–102.
104. Verbrugge, B.; Jiles, D.C. Core Loss Reduction in Electrical Steels through Materials Processing. *Journal of applied physics* **1999**, *85*, 4895–4897.
105. Liang, Y.F.; Wang, S.; Li, H.; Jiang, Y.M.; Ye, F.; Lin, J.P. Fabrication of Fe-6.5 Wt% Si Ribbons by Melt Spinning Method on Large Scale. *Advances in Materials Science and Engineering* **2015**, *2015*.
106. Arai, K.-I.; Tsuya, N. Ribbon-Form Silicon-Iron Alloy Containing around 6.5 Percent Silicon. *IEEE Transactions on magnetics* **1980**, *16*, 126–129.
107. Littmann, M. Iron and Silicon-Iron Alloys. *IEEE Transactions on Magnetism* **1971**, *7*, 48–60.
108. Ruder, W.E. New Magnetic Materials. *Proceedings of the IRE* **1942**, *30*, 437–440.
109. Haiji, H.; Okada, K.; Hiratani, T.; Abe, M.; Ninomiya, M. Magnetic Properties and Workability of 6.5% Si Steel Sheet. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **1996**, *160*, 109–114, doi:10.1016/0304-8853(96)00128-X.
110. Shin, J.S.; Bae, J.S.; Kim, H.J.; Lee, H.; Lee, T.D.; Lavernia, E.J.; Lee, Z.H. Ordering–Disordering Phenomena and Micro-Hardness Characteristics of B2 Phase in Fe–(5–6.5%) Si Alloys. *Materials Science and Engineering: A* **2005**, *407*, 282–290.
111. Weiss, P. The Magnetic Properties of the Alloys of the Ferromagnetic Metals: Iron-Nickel, Nickel-Cobalt, Cobalt-Iron. *Trans. Faraday Soc.* **1912**, *8*, 149–156, doi:10.1039/TF9120800149.
112. Preuss, A. Magnetic Properties of Fe–Co Alloys at Different Temperatures, dissertation, University of Zurich, 1912.
113. Muth, P. E. P. Wohlfarth (Ed.). Ferromagnetic Materials, Vol. 2. North-Holland Publ. Co. Amsterdam 1980 592 Seiten. Preis US £ 102,50, Dfl. 210,00. *Kristall und Technik* **1981**, *16*, 127–127, doi:10.1002/crat.19810160127.
114. Lataifeh, M.S. Magnetization Measurements of the Alloy System Fe 1- XCox . *J. Phys. Soc. Jpn.* **2000**, *69*, 248–250, doi:10.1143/JPSJ.69.248.
115. MacLaren, J.M.; Schulthess, T.C.; Butler, W.H.; Sutton, R.; McHenry, M. Electronic Structure, Exchange Interactions, and Curie Temperature of FeCo. *Journal of Applied Physics* **1999**, *85*, 4833–4835, doi:10.1063/1.370036.
116. G.W., E. Magnetic Materials and Appliance, US1739752A, 1927.
117. Sundar, R.S.; Deevi, S.C. Soft Magnetic FeCo Alloys: Alloy Development, Processing, and Properties. *null* **2005**, *50*, 157–192, doi:10.1179/174328005X14339.
118. Li, S.; Lau, K.B.; Wu, D.; Wei, F.; Lin, M.; Cheong, A.; Wang, P.; Tan, C.C.; Ramamurty, U. 3D Printing of Ductile Equiatomic Fe-Co Alloy for Soft Magnetic Applications. *Additive Manufacturing* **2021**, *47*, 102291, doi:10.1016/j.addma.2021.102291.
119. Gehrmann, B. Nickel–Iron Alloys with Special Soft Magnetic Properties for Specific Applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2005**, *290–291*, 1419–1422, doi:10.1016/j.jmmm.2004.11.504.
120. R.M., B. *Ferromagnetism*; Wiley-IEEE Press, 1993; Vol. 3rd.;
121. Reinboth, H. *Technologie Und Anwendung Magnetischer Werkstoffe*; Verlag Technik, 1958;
122. H. D. Arnold; G. W. Elmen Permalloy, a New Magnetic Material of Very High Permeability. *The Bell System Technical Journal* **1923**, *2*, 101–111, doi:10.1002/j.1538-7305.1923.tb03595.x.
123. Bozorth, R.M.; Walker, J.G. Magnetic Crystal Anisotropy and Magnetostriction of Iron-Nickel Alloys. *Phys. Rev.* **1953**, *89*, 624–628, doi:10.1103/PhysRev.89.624.

124. Maslyuk, V.A. Physical, Technological, and Magnetic Properties of Powder Iron-Nickel Alloys. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* **2003**, *42*, 536–539, doi:10.1023/B:PMMC.0000013228.43146.30.
125. Inoue, A.; Hashimoto, K. *Amorphous and Nanocrystalline Materials: Preparation, Properties, and Applications*; 2001; ISBN 978-3-642-08664-9.
126. Sohrabi, S.; Arabi, H.; Beitollahi, A.; Gholamipour, R. Planar Flow Casting of Fe₇₁Si_{13.5}B₉Nb₃Cu₁Al_{1.5}Ge₁ Ribbons. *Journal of Materials Engineering and Performance* **2013**, *22*, 2185–2190, doi:10.1007/s11665-013-0494-2.
127. Coey, J.M.D. *Magnetism and Magnetic Materials*; Cambridge University Press: Cambridge, 2010; ISBN 978-0-521-81614-4.
128. Shokrollahi, H.; Janghorban, K. Soft Magnetic Composite Materials (SMCs). *Journal of Materials Processing Technology* **2007**, *189*, 1–12, doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.02.034.
129. Stöber, W.; Fink, A.; Bohn, E. Controlled Growth of Monodisperse Silica Spheres in the Micron Size Range. *Journal of Colloid and Interface Science* **1968**, *26*, 62–69, doi:10.1016/0021-9797(68)90272-5.
130. Wang, J.; Fan, X.; Wu, Z.; Li, G. Intergranular Insulated Fe/SiO₂ Soft Magnetic Composite for Decreased Core Loss. *Advanced Powder Technology* **2016**, *27*, 1189–1194, doi:10.1016/j.apt.2016.04.002.
131. Sunday, K.J.; Darling, K.A.; Hanejko, F.G.; Anasori, B.; Liu, Y.-C.; Taheri, M.L. Al₂O₃ “Self-Coated” Iron Powder Composites via Mechanical Milling. *Journal of Alloys and Compounds* **2015**, *653*, 61–68, doi:10.1016/j.jallcom.2015.08.260.
132. Guan, W.W.; Shi, X.Y.; Xu, T.T.; Wan, K.; Zhang, B.W.; Liu, W.; Su, H.L.; Zou, Z.Q.; Du, Y.W. Synthesis of Well-Insulated Fe–Si–Al Soft Magnetic Composites via a Silane-Assisted Organic/Inorganic Composite Coating Route. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **2021**, *150*, 109841, doi:10.1016/j.jpcs.2020.109841.
133. Li, H.; Yang, H.; Li, Z.; Li, Z.; Liu, X. Multifunctional FeSiAl Soft Magnetic Composites with Inorganic–Organic Hybrid Insulating Layers for High Mechanical Strength, Low Core Loss and Comprehensive Anti-Corrosion. *Journal of Electronic Materials* **2022**, *51*, 1–12, doi:10.1007/s11664-022-09602-x.
134. Zhao, G.; Wu, C.; Yan, M. Evolution of the Insulation Matrix and Influences on the Magnetic Performance of Fe Soft Magnetic Composites during Annealing. *Journal of Alloys and Compounds* **2016**, *685*, 231–236, doi:10.1016/j.jallcom.2016.05.277.
135. Li, K.; Cheng, D.; Yu, H.; Liu, Z. Process Optimization and Magnetic Properties of Soft Magnetic Composite Cores Based on Phosphated and Mixed Resin Coated Fe Powders. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2020**, *501*, 166455, doi:10.1016/j.jmmm.2020.166455.
136. *Recent Advances in Multi-Functional Coatings for Soft Magnetic Composites*;
137. Zhu, J.; Wei, S.; Haldolaarachchige, N.; Young, D.P.; Guo, Z. Electromagnetic Field Shielding Polyurethane Nanocomposites Reinforced with Core–Shell Fe–Silica Nanoparticles. *J. Phys. Chem. C* **2011**, *115*, 15304–15310, doi:10.1021/jp2052536.
138. Taghvaei, A.H.; Shokrollahi, H.; Janghorban, K. Properties of Iron-Based Soft Magnetic Composite with Iron Phosphate–Silane Insulation Coating. *Journal of Alloys and Compounds* **2009**, *481*, 681–686, doi:10.1016/j.jallcom.2009.03.074.
139. Kir'yanov, Yu.G.; Zavina, T.A.; Syrkin, V.G. Kinetics of the Phosphatizing Reaction of Carbonyl Iron Powders. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics* **1978**, *17*, 110–112, doi:10.1007/BF00796338.
140. Dubinin, O.N.; Chernodubov, D.A.; Kuzminova, Y.O.; Shaysultanov, D.G.; Akhatov, I.S.; Stepanov, N.D.; Evlashin, S.A. Gradient Soft Magnetic Materials Produced by

- Additive Manufacturing from Non-Magnetic Powders. *Journal of Materials Processing Technology* **2022**, *300*, 117393, doi:10.1016/j.jmatprotec.2021.117393.
141. Goll, D.; Schuller, D.; Martinek, G.; Kunert, T.; Schurr, J.; Sinz, C.; Schubert, T.; Bernthaler, T.; Riegel, H.; Schneider, G. Additive Manufacturing of Soft Magnetic Materials and Components. *Additive Manufacturing* **2019**, *27*, 428–439, doi:10.1016/j.addma.2019.02.021.
142. Yang, J.; Fu, Z.; Ye, J.; Kübrich, D.; Körner, C. Electron Beam-Based Additive Manufacturing of Fe_{93.5}Si_{6.5} (Wt.%) Soft Magnetic Material with Controllable Magnetic Performance. *Scripta Materialia* **2022**, *210*, 114460, doi:10.1016/j.scriptamat.2021.114460.
143. Bernier, F.; Ibrahim, M.; Mihai, M.; Thomas, Y.; Lamarre, J.-M. Additive Manufacturing of Soft and Hard Magnetic Materials Used in Electrical Machines. *Metal Powder Report* **2020**, *75*, 334–343, doi:10.1016/j.mprp.2019.12.002.
144. Goll, D.; Schurr, J.; Trauter, F.; Schanz, J.; Bernthaler, T.; Riegel, H.; Schneider, G. Additive Manufacturing of Soft and Hard Magnetic Materials. *Procedia CIRP* **2020**, *94*, 248–253, doi:10.1016/j.procir.2020.09.047.
145. Tiismus, H.; Kallaste, A.; Vaimann, T.; Rassõlkin, A. State of the Art of Additively Manufactured Electromagnetic Materials for Topology Optimized Electrical Machines. *Additive Manufacturing* **2022**, *55*, 102778, doi:10.1016/j.addma.2022.102778.
146. Lamichhane, T.N.; Sethuraman, L.; Dalagan, A.; Wang, H.; Keller, J.; Paranthaman, M.P. Additive Manufacturing of Soft Magnets for Electrical Machines—a Review. *Materials Today Physics* **2020**, *15*, 100255, doi:10.1016/j.mtphys.2020.100255.
147. Chaudhary, V.; Sai Kiran Kumar Yadav, N.M.; Mantri, S.A.; Dasari, S.; Jagetia, A.; Ramanujan, R.V.; Banerjee, R. Additive Manufacturing of Functionally Graded Co–Fe and Ni–Fe Magnetic Materials. *Journal of Alloys and Compounds* **2020**, *823*, 153817, doi:10.1016/j.jallcom.2020.153817.
148. Kurita, H.; Lohmuller, P.; Laheurte, P.; Nakajima, K.; Narita, F. Additive Manufacturing and Energy-Harvesting Performance of Honeycomb-Structured Magnetostrictive Fe₅₂–Co₄₈ Alloys. *Additive Manufacturing* **2022**, *54*, 102741, doi:10.1016/j.addma.2022.102741.
149. S. Urbanek; B. Ponick; A. Taube; K. . -P. Hoyer; M. Schaper; S. Lammers; T. Lieneke; D. Zimmer Additive Manufacturing of a Soft Magnetic Rotor Active Part and Shaft for a Permanent Magnet Synchronous Machine. In Proceedings of the 2018 IEEE Transportation Electrification Conference and Expo (ITEC); June 13 2018; pp. 668–674.
150. Gibson, I.; Rosen, D.; Stucker, B.; Khorasani, M. Materials for Additive Manufacturing. In *Additive Manufacturing Technologies*; Gibson, I., Rosen, D., Stucker, B., Khorasani, M., Eds.; Springer International Publishing: Cham, 2021; pp. 379–428 ISBN 978-3-030-56127-7.
151. Thijs, L.; Verhaeghe, F.; Craeghs, T.; Humbeeck, J.V.; Kruth, J.-P. A Study of the Microstructural Evolution during Selective Laser Melting of Ti–6Al–4V. *Acta Materialia* **2010**, *58*, 3303–3312, doi:10.1016/j.actamat.2010.02.004.
152. Garibaldi, M.; Ashcroft, I.; Hillier, N.; Harmon, S.A.C.; Hague, R. Relationship between Laser Energy Input, Microstructures and Magnetic Properties of Selective Laser Melted Fe-6.9%wt Si Soft Magnets. *Materials Characterization* **2018**, *143*, 144–151, doi:10.1016/j.matchar.2018.01.016.
153. Garibaldi, M.; Ashcroft, I.; Simonelli, M.; Hague, R. Metallurgy of High-Silicon Steel Parts Produced Using Selective Laser Melting. *Acta Materialia* **2016**, *110*, 207–216, doi:10.1016/j.actamat.2016.03.037.
154. Kocsis, B.; Gulyás, G.; Varga, L.K. Development of High-Entropy Alloy Coating by Additive Technology. *Front. Mater.* **2022**, *8*, 802076, doi:10.3389/fmats.2021.802076.

155. Herzer, G. Modern Soft Magnets: Amorphous and Nanocrystalline Materials. *Acta Materialia* **2013**, *61*, 718–734, doi:10.1016/j.actamat.2012.10.040.
156. Vértesy, G.; Mészáros, I.; Tomáš, I. Nondestructive Magnetic Characterization of TRIP Steels. *NDT & E International* **2013**, *54*, 107–114, doi:10.1016/j.ndteint.2012.12.008.
157. Suryanarayana, C.; Norton, M.G. *X-Ray Diffraction: A Practical Approach*; Springer US, 2013; ISBN 978-1-4899-0148-4.
158. Waseda, Y.; Matsubara, E.; Shinoda, K. *X-Ray Diffraction Crystallography: Introduction, Examples and Solved Problems*; Springer Berlin Heidelberg, 2011; ISBN 978-3-642-16635-8.
159. Beczner, F.; Jánoky, L.; Jutasi, B.; Kubina, I.; Lovas, A.; Szemlaky, G.; Szöllősy, J.; Varga; Vértesy, G. *Eljárás És Berendezés Kis Mágneses Terek És Térváltozások Mérésére, Valamint Magnetómer Szonda*, HU216204B, 1991.