

Slovenská technická univerzita v Bratislave
Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave
Ústav materiálov



Prof. RNDr. Peter Kollár, CSc.

AUTOREFERÁT
dizertačnej práce na získanie vedeckej hodnosti doktora vied

The characterization of progressive powder, compacted and composite materials with specific magnetic properties

Charakterizácia progresívnych práškových, kompakovaných a kompozitných materiálov so špecifickými magnetickými vlastnosťami

Číslo a názov vedného odboru:
020600 - Materiálové inžinierstvo

Košice 2014

Dizertačná práca bola vypracovaná na Katedre fyziky kondenzovaných látok Ústavu fyzikálnych vied Prírodovedeckej fakulty Univerzity Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach

Predkladateľ: Prof. RNDr. Peter Kollár, CSc.
Katedra fyziky kondenzovaných látok
Ústav fyzikálnych vied
Prírodovedecká fakulta
Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach
Park Angelinum 9
041 54 Košice

Oponenti:

1. Doc. Ing. Fedor Gömöry, DrSc., Elektrotechnický ústav, Slovenská akadémia vied, Dúbravská cesta 9, 84104 Bratislava.
2. Ing. Oldřich Schneeweiss, DrSc., Ústav fyziky materiálov, Akademie věd České republiky, Žižkova 22, 616 62 Brno, Česká republika
3. Prof. Ing. Jozef Sitek, DrSc., Katedra jadrovej fyziky a techniky, Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva, Fakulta elektrotechniky a informatiky, Slovenská technická univerzita, Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava
4. Ing. Peter Švec, DrSc., Fyzikálny ústav SAV, Slovenská akadémia vied, Dúbravská cesta 9, 845 11 Bratislava

Stanovisko k dizertácii vypracoval Ústav fyzikálnych vied Prírodovedeckej fakulty Univerzity Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach.

Autoreferát bol rozoslaný dňa 8.7.2014.

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa 18.9.2014 o 11:00 hod pred komisiou pre obhajoby doktorských dizertácií z vedného odboru 020600 - Materiálové inžinierstvo na Materiálovotechnologickej fakulte STU, miestnosť Z-105, Paulínska 16, 917 24 Trnava.

S dizertáciou je možné sa oboznámiť na Ústave materiálov, MTF STU, Pavilón T, Bottova 5, 917 24 Trnava.

Prof. Ing. Jozef Janovec, DrSc.
Materiálovotechnologická fakulta STU v Trnave
predseda odborovej komisie
vo vednom odbore 020600
Materiálové inžinierstvo

Obsah	
1	ÚVOD 1
2	PRÍPRAVA PRÁŠKOVÝCH, KOMPAKTOVANÝCH A KOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV 3
2.1	Mechanické mletie a zlievanie 3
2.2	Kompaktovanie 5
3	CHARAKTERIZÁCIA PRÁŠKOVÝCH, KOMPAKTOVANÝCH A KOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV POMOCOU MERANIA MAGNETICKÝCH VLASTNOSTÍ 6
3.1	Magnetické vlastnosti práškov 6
3.2	Magnetické vlastnosti kompaktovaných práškových materiálov 7
3.3	Magnetické vlastnosti kompozitných materiálov 8
4	CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE 10
5	ZVOLENÉ METÓDY SPRACOVANIA 12
6	VÝSLEDKY DIZERTAČNEJ PRÁCE 13
6.1	Štruktúra a magnetické vlastnosti práškových a kompaktovaných nanokryštalických materiálov Fe-Nb-Cu-Si-B. ... 13
6.2	Štruktúra a magnetické vlastnosti práškových a kompaktovaných amorfných materiálov Co-Fe-Si-B a Co-Fe-Zr-B. 15
6.3	Štruktúra a magnetické vlastnosti práškových a kompaktovaných polykryštalických materiálov Ni-Fe 17
6.4	Štruktúra a magnetické vlastnosti magneticky mäkkých kompozitných materiálov na báze Fe 19
7	ZÁVERY PRE ROZVOJ VEDY A PRAXE 21
8	LITERATÚRA 23
9	ZOZNAM AUTOROVÝCH PRÁC TVORIACICH DIZERTÁCIU 28
10	ZOZNAM NAJDÔLEŽITEJŠÍCH PRÁC SÚVISIACICH S PROBLEMATIKOU PRÁCE 30
11	ZOZNAM CITÁCIÍ 31
12	HISTÓRIA VZNIKU PRÁCE A PODIEL AUTORA NA SPOLOČNÝCH PUBLIKÁCIÁCH 36
13	SUMMARY 38

1 Úvod

Magnetické materiály sú veľmi veľká skupina materiálov so zaujímavými vlastnosťami a aplikáciami. Niektoré z nich sú známe už viac rokov, no mnoho dôležitých materiálov bolo objavených až v posledných desaťročiach. Dá sa očakávať, že mnohé novoobjavené materiály so špecifickými vlastnosťami sa budú čoskoro používať v aplikáciách, v ktorých sa síce magnetické materiály používajú už dlhú dobu, ale ich vlastnosti budú lepšie. Vývoj nových magnetických materiálov zas dozaista prinesie aj možnosť ich využitia v takých aplikáciách, v ktorých sa doteraz nepoužívali.

Na rozdelenie veľmi širokej skupiny magnetických materiálov existuje mnoho rôznych kritérií. Jedno z nich je rozdelenie podľa usporiadania základných magnetických momentov atómov (iónov alebo molekúl) vytvárajúcich materiál. Existujú dve základné skupiny materiálov - bez usporiadanie magnetických momentov a s usporiadaním magnetických momentov. Diamagnetiká a paramagnetiká majú neusporiadané magnetické momenty v dôsledku tepelnej energie prevyšujúcej magnetickú interakciu magnetických momentov atómov (iónov alebo molekúl) dvoch susedov. Väčšina známych a využívaných materiálov s usporiadanými magnetickými momentami sú feromagnetiká (magnetické momenty sú paralelné) a antiferomagnetiká (magnetické momenty sú antiparalelné). Feromagnetické materiály sú zvyčajne kovy alebo zliatiny na báze 3 - d prechodných prvkov Fe, Co a Ni a sú v amorfnom, nanokryštalickom alebo polykryštalickom stave (zriedkakedy sú to monokryštály). Ferimagnetické materiály sú ferity - oxidy Fe, Co a Ni a iných kovov s polykryštalickou štruktúrou s aspoň dvoma magnetickými podmriežkami. Ich špecifický elektrický odpor je v porovnaní s kovmi a zliatinami veľmi vysoký [Bozorth 1993, Chikazumi 2009, O'Handley 2000].

Podľa základných magnetických vlastností možno fero - a feri - magnetické materiály rozdeliť do troch základných skupín: na magneticky mäkké materiály (angl. soft magnetic materials SMM), magneticky tvrdé materiály (angl. hard magnetic materials HMM) a magnetické materiály pre záznam (angl. magnetic recording materials MRM) [Coe 2009, Spaldin 2011].

SMM majú koercitivitu nižšiu ako 10 kA/m , HMM vyššiu ako 400 kA/m a koercivita MRM je medzi 10 kA/m a 400 kA/m . Najlepšie SMM majú koercitivitu nižšiu ako 1 kA/m (nanokryštalické materiály, permalloy) a koercivita HMM presahuje 1 MA/m (permanentné magnety na báze neodymu) [Coe 2009].

SMM sa obvykle používajú ako jadrá transformátorov, tlmiviek, rotorov a statorov elektromotorov, elektromagnetov, relé, snímačov alebo hláv pre magnetický záznam na zosilňovanie jednosmerných alebo striedavých magnetických polí [Culity 2009].

HMM sú zdrojom magnetických polí pre reproduktory, mikrofóny, elektromotory, snímače a akčné členy.

MRM sú dôležité pre výrobu magnetických záznamových médií [Culity 2009].

Je zrejmé, že pre takú širokú škálu aplikácií magnetických materiálov v rôznych zariadeniach, nie je možné charakterizovať tieto materiály iba jednou veličinou. V mnohých prípadoch koercivita nehrá pri

opise vlastností magnetických materiálov najdôležitejšiu úlohu. Pre SMM je často dôležité poznať permeabilitu (začiatočnú, maximálnu v jednosmerných magnetických poliach alebo komplexnú v striedavých magnetických poliach), ktorá je pre vznik veľkej hodnoty magnetickej indukcie v slabom magnetickom poli určujúca. Dôležitá je taktiež vysoká hodnota magnetickej indukcie nasýtenia. Celkové magnetizačné straty predstavujú dôležitú veličinu najmä pre charakterizáciu magnetických materiálov v striedavých magnetických poliach [Culity 2009].

Pre HMM, je okrem vysokej koercitivity, dôležitá tiež vysoká hodnota magnetickej indukcie nasýtenia a energetického súčinu.

Skutočnosť, ktorý parameter je najdôležitejší závisí na danom použití magnetických materiálov, pričom zlepšenie jedného parametra zvyčajne vedie k zhoršeniu iného. Vývoj nových materiálov podľa konkrétnych požiadaviek pre praktické použitie je výsledkom zložitého procesu optimalizácie [Culity 2009].

Ak magnetický materiál musí okrem stanovených magnetických vlastností, spĺňať aj mechanické alebo elektrické vlastnosti, sa situácia ďalej komplikuje. Pre priemyselné použitie sú veľmi dôležité aj ekonomické aspekty, akými sú cena a náročnosť technologického procesu. V poslednej dobe sa navyše zvyšuje význam ekologických aspektov výroby používania a likvidácie magnetických materiálov.

V poslednom desaťročí vzrastá napríklad dopyt po materiáloch vyhovujúcich požiadavkám na miniaturizáciu jadier zariadení pre energetické elektronické aplikácie, preto môžeme sledovať rastúci záujem o práškové, kompakované a kompozitné magneticky mäkké materiály. Tieto materiály môžu zaplniť medzeru medzi materiálmi pre vysokofrekvenčné aplikácie (nevodivé ferity s relatívne nízkou hodnotou magnetickej indukcie nasýtenia a permeability) a materiálmi používanými v jednosmerných alebo nízkofrekvenčných poliach (kovy a zliatiny v tvare tenkých pásov s vyššou hodnotou magnetickej indukcie nasýtenia, permeability a elektrickej vodivosti), ktoré sú navrhnuté tak, aby vyhovovali pre použitie pre stredné frekvencie a aplikácie vyžadujúce 3-rozmerné magnetické obvody [Moses 2007].

2 Príprava práškových, kompakovaných a kompozitných materiálov

2.1 Mechanické mletie a zlievanie

Mechanické mletie a zlievanie sú technologickými postupmi pre prípravu a výrobu práškových materiálov v množstve potrebnom pre laboratórny výskum, prípravu v malom množstve na špeciálne účely ale aj vo veľkom množstve na priemyselné účely. Mechanickým mletím a zlievaním je v mnohých prípadoch možné pripraviť látky takého chemického zloženia, aké nie je možné dosiahnuť inými postupmi. Tieto materiály sa pritom vyznačujú veľmi zaujímavými fyzikálnymi a chemickými vlastnosťami [Suryanarayana 2001]. Ide o veľmi široké spektrum látok a preto sa obmedzíme len na relatívne úzku triedu materiálov so zaujímavými magnetickými charakteristikami.

Mechanickým mletím a zlievaním sa pripravujú práškové materiály, ktorých najmenšie častice majú veľkosť iba niekoľko nanometrov. Štruktúra častíc môže byť polykryštalická, nanokryštalická alebo amorfná. Výsledný produkt, teda prášok, sa v mnohých prípadoch z energetického hľadiska nachádza v metastabilnom stave.

Pri mechanickom mletí sa častice látky drvia tak, že dochádza k deleniu častíc na menšie zložky, pričom na atómovej úrovni nemusí dochádzať k transportu látky. Mechanické mletie teda nemá vplyv na chemické zloženie prášku, ale v procese mletia klesá veľkosť častíc prášku, mení sa jeho štruktúra, fyzikálne a technologické vlastnosti [Suryanarayana 2001]. Pri mletí polykryštalických materiálov klesá veľkosť zrn, narastá objemový podiel porúch a menia sa aj parametre mriežky. Mletie amorfných látok je často spúšťacím mechanizmom kryštalizácie [A.2.8. Bednarčík 2006].

Mechanické zlievanie je proces, pri ktorom sú jednotlivé zložky prášku opakovane deformované, lámané a zvárané. Pri tomto procese dochádza k transportu látky na atómovej úrovni, ktorý môže viesť napr. k vytvoreniu homogénnej zliatiny alebo zlúčeniny z chemických prvkov mletých a zlievaných v niektorom z typov mlynov [Suryanarayana 2001].

Použitie mlynov na drvenie je veľmi stará technológia používaná vo viacerých odvetviach ľudskej činnosti. Jej využitie pri príprave materiálov s očakávanými novými vlastnosťami sa systematicky začalo až v roku 1966 keď John S. Benjamin a jeho kolegovia z Výskumného laboratória Paula D. Merica vo Výskumnom ústave spoločnosti INCO (International Nickel Company) položili historický základ procesu, ktorý bol najprv nazvaný „mletie/mixovanie“ a neskôr ho patentový právny zástupca pre INCO nazval mechanickým zlievaním [Suryanarayana 2001]. Mechanické mletie a zlievanie v mlynoch sa realizuje nasledovným postupom. Do mlecej nádoby sa vloží príslušné množstvo látky určenej na mletie. Často to bývajú prášky čistých prvkov, malé kúsky, granule, piliny alebo triesky (po sústružení) látok rôzneho zloženia. Dôležitý je výber materiálu mlecej nádoby a gúl, z hľadiska chemického zloženia a tvrdosti s ohľadom na očakávanú dobu mletia. Mleciu nádobu a gule vyberáme tak, aby ich tvrdosť a oteruvzdornosť bola dostatočná (materiál na výrobu gúl býva oceľ rôzneho zloženia a spracovania, achát, karbid volfrámu atď.). Potrebné je zvážiť aj chemické zloženie mlecích gúl. Vzhľadom na skutočnosť, že kontaminácii sa úplne nedá zabrániť, je vhodným kompromisom vybrať také zloženie

mlecej nádoby a gulí, aby bola čo najbližšie chemickému zloženiu mletého materiálu (napr. prášok s veľkým obsahom Fe môže byť vhodné mlieť v ocelevej nádobe pomocou oceľových gulí). V niektorých prípadoch môže byť dôležité vykonávať mletie v definovanej atmosfére (napr. v atmosfére inertného plynu pre zníženie vplyvu oxidácie vzdušného kyslíka a vodnej pary). Niekedy je vhodné znížiť teplotu mletého materiálu (kryomletie) pre zvýšenie krehkosti, ktorá zaručí lámanie častíc materiálu. V takom prípade je u niektorých mlynov možnosť naliať kryogénnu kvapalinu (napr. kvapalný dusík) priamo do mlecej nádoby, alebo ochladiť nádobu s guľami a mletým materiálom (napr. ponorením do kvapalného dusíka).

Významným parametrom určujúcim proces mletia je aj pomer hmotnosti mlecieho prášku ku hmotnosti guľ (gule) (z angl. BPR – Ball to Powder Ratio), ktorý býva v závislosti od typu mlynu a druhu mletého materiálu v rozsahu od 1:5 až 1:100.

Počas mletia sa kinetická energia pohybujúcich sa gulí čiastočne odovzdáva mletému materiálu a spotrebúva sa nie len na lámanie a zváranie častíc, ale dochádza taktiež k ohrevu materiálu. Na túto skutočnosť je treba pri mletí brať zreteľ, pretože zvýšená teplota mletej látky môže spôsobovať zmenu jej vlastností. Veľkosť energie, ktorá sa spotrebuje na ohrev mletej látky závisí od spôsobu mletia a typu mlynu.

Typy mlynov

Na laboratórnu prípravu práškov mechanickým mletím a zlievaním sa používajú rôzne typy mlecích zariadení (mlynov). Súčasťou každého mlynu je mlecia nádoba, do ktorej sa spolu s práškom vloží jedna alebo viac gulí. Mlyny sa navzájom líšia v kapacite (schopnosti pojať isté množstvo materiálu), v princípe činnosti, konštrukcii a materiáloch, z ktorých sú nádoba a mlecie gule zhotovené. Rôzne parametre mlynov ich predurčujú na mletie istého druhu materiálu za rôznych podmienok. V tomto opise sa obmedzíme na tie typy mlynov, ktoré sa používali na prípravu materiálov na výskum, ktorého výsledky sú opísané v práci.

Vibračný guľový mlyn

V tomto type mlynu sa používa jedna guľa. Frekvencia zrážok je nižšia ako v predchádzajúcich mlynoch a dosahuje hodnotu 150 min^{-1} . Energia mletia je relatívne malá, no hmotnosť gule je však oveľa vyššia ako u predchádzajúcich typov mlynov. Činnosť spočíva vo vykonávaní kmitavého pohybu v jednej osi (FRITSCH vo vertikálnom smere, RETSCH v horizontálnom smere). Kapacita mlyna je približne 30g prášku.

Planetárny guľový mlyn

Často využívaným mlynom pre mechanické mletie a zlievanie je planetárny guľový mlyn. Tento mlyn disponuje jednou, dvoma, alebo štyrmi nádobami, rotujúcimi okolo vlastnej osi, ktoré sú umiestnené na rotujúcom podstavci. Uvedený pohyb pripomína pohyb planét okolo Slnka, odkiaľ má aj

pôvod jeho názov. Frekvencia zrážok je nižšia ako u mlynu SPEX, ale guľôčky v jednotlivých nádobách dosahujú sú o niečo vyššie rýchlosti. V závislosti od veľkosti mlecej nádoby môže byť naraz mletých niekoľko sto gramov prášku (napr. $4 \times 250g$).

2.2 Kompaktovanie

Na kompaktovanie práškových materiálov boli použité dva rôzne lis. Prvý lis sa nachádza v IFW Drážďany v Nemecku a slúži na prípravu valcov s priemerom cca. $10mm$. Druhý sa nachádza na ÚMV SAV v Košiciach a umožňuje prípravu valcov s priemerom približne $24mm$ a prstencov s vonkajším priemerom približne $24mm$ a vnútorným priemerom $18mm$.

Lis v IFW Drážďany sa používal s tlakom do $900MPa$ pri teplotách do $700^{\circ}C$ a vzorka bola umiestnená v razníku, v ktorom sa dalo dosiahnuť vákuum s tlakom $10^{-2} Pa$. Pre účely merania magnetizačných procesov bol v strede vzorky vytvorený otvor s priemerom $5mm$ pomocou elektroiskrovej metódy.

Lis na ÚMV SAV v Košiciach sa používal s tlakom do $800MPa$, prášok sa lisoval pri izbových teplotách na vzduchu.

Výška vzoriek z oboch lisov bola približne $3mm$. Pre potreby merania magnetizačných procesov na prstencové vzorky sa navíjali toroidálne vinutia.

3 Charakterizácia práškových, kompakovaných a kompozitných materiálov pomocou merania magnetických vlastností

3.1 Magnetické vlastnosti práškov

Niektoré magnetické vlastnosti (procesy magnetizácie) výrazne závisia od tvaru vzorky. Vzorky netvoriace magnetické obvody vytvárajú vo svojom okolí rozptylové pole, ktoré komplikuje situáciu pri meraní a jeho účinok sa nedá vo všetkých prípadoch eliminovať [Tumanski 2011]. V mnohých prípadoch je možné pripraviť vzorky pre magnetický výskum iba vo forme prášku (aj keď monokryštály by boli v mnohých prípadoch vhodnejšie). Niekedy je pre skúmanie štruktúry (pomocou RTG difrakcie, DSC) alebo aj na meranie magnetických vlastností (magnetický moment a Curieho teplota) vhodná aj prášková vzorka. Forma prášku je vhodná aj pre niektoré aplikácie, napr. ako materiály pre záznam informácie [Coey 2001].

Pripraviť magneticky mäkký materiál rovnakého zloženia s podobnými vlastnosťami ale rôznych tvarov vzoriek, napr. plechu, pásky, tyče, alebo drôtu nie je jednoduché [Landgraf 2011, Madaah Hosseini 2005, Neagu 2001, Wang 2011]. Na zaručenie vzniku magneticky mäkkého materiálu s malou koercivitou je nutné, aby sa v ňom mohli doménové steny na relatívne veľké vzdialenosti ľahko pohybovať. Ak materiál pozostáva z malých častíc (práškový materiál s časticami rozmerov niekoľko nanometrov až $100\ \mu\text{m}$) pohyb doménových stien je obmedzený a to vedie k vzniku vysokej koercivity.

Ďalší dôležitý magnetizačný proces - rotácia vektora magnetizácie hrá dôležitú úlohu len pri veľkých magnetických poliach a nemôže zodpovedať za vznik magneticky mäkkého materiálu [Chikazumi 2009].

Na výsledné vlastnosti magneticky mäkkého materiálu pripraveného kompakovaním má veľký vplyv už samotný práškový materiál určený na kompaktovanie. Obvykle sa od neho očakáva vysoká hodnota magnetickej polarizácie nasýtenia a skutočnosť, že má byť zložený len z jednej fázy. V prípade ak je viacfázový, tak jedna fáza môže vytvárať objekty, na ktorých sa budú zachytávať doménové steny, čo povedie k nárastu koercivity. Ak ide o viacfázový materiál, ktorý je homogénny v rozsahu veľkostí domén, nemusí byť existencia dvoch fáz príčinou pre vysokú koercivitu [Herzer 2007, Herzer 1989, Herzer 1990, Herzer 1995, Hernando 1993, Hernando 1994, Hernando 1995, Hernando 1988]. Tieto materiály sú nanokryštalické a dajú sa ľahko pripraviť vo forme prášku mletím alebo mechanickým zlievaním [Cho 1993, Miraghaei 2008, Dobrzanski 2004, Souilah 2012].

Amorfne materiály pripravené metódou rýchleho ochladenia taveniny na báze feromagnetických kovov Fe, Co a Ni a metaloidov napriek tomu, že sa melú ťažšie, je možné pripraviť vo forme prášku a použiť na kompaktovanie [Handrich 1980, Davis 2008].

Najčastejšie mleté feromagnetické materiály vhodné na kompaktovanie majú polykryštalickú [Crespo 1995, Ding 2002] nanokryštalickú štruktúru [Azizi 2009, Bahrami 2006] a sú to často čisté železo alebo zliatiny na báze železa a niklu [Moses 2007].

Na tvar a veľkosť častíc z hľadiska ich použitia po kompakovaní sú kladené určité požiadavky. Materiály z malých častíc sú vhodné skôr na vysokofrekvenčné aplikácie [Mazaleyrat 2000]. Na dosiahnutie magnetických vlastností magneticky mäkkého materiálu sú vhodné guľové častice, v každom prípade nepravidelný tvar je nevhodný [Liu 2013].

Samotné procesy mletia magnetické vlastnosti práškov často degradujú [Dobrzanski 2004, Miraghaei 2008, Degmová 2004]

3.2 Magnetické vlastnosti kompakovaných práškových materiálov

Počas posledných viacerých desaťročí boli intenzívne skúmané amorfné a nanokryštalické zliatiny na báze Fe, Co a Ni pripravované metódou rýchleho ochladenia taveniny s cieľom využiť ich ako magneticky mäkké materiály [McHenry 1999]. Viaceré z týchto zliatin majú nízku schopnosť vytvárať amorfnú štruktúru, takže proces ochladzovania musí byť veľmi rýchly. Vysoké rýchlosti ochladzovania sa dajú dosiahnuť len pre tenké pásky. Malá hrúbka pásky výrazne obmedzuje použitie týchto materiálov. Jednou z možností ako pripraviť masívny magneticky mäkký materiál je kompakovanie práškových materiálov [Stoica 2002, Schlorke 1999], čím je možné dosiahnuť rôzne tvary výsledného produktu [Schultz 1991].

Práškový materiál na kompakovanie môže byť amorfný [Torrens-Serra 2009, Degmová 2004, Heczko 1994], nanokryštalický [Neamtu 2013, Liu 2013, Ruuskanen 1998] alebo polykryštalický pozostávajúci z častíc s veľkosťou $2\text{ nm} \div 150\ \mu\text{m}$ [Mazaleyrat 2000, Hong 2007, Nuetzel 1999]. Prášok na kompakovanie môže byť pripravovaný viacerými technikami ako je chemická syntéza [Lu 2011], chemické extrudovanie [Kojima 1996], atomizácia vodou [Liu 2011], atomizácia plynom [Itoi 2001], plazmové sintrovanie [Neamtu 2013], mechanické zlievanie [Koohkan 2008] alebo mechanické mletie [Ruuskanen 1998, Torrens-Serra 2009].

Mechanické napätia indukované počas mletia v energetickom mlyne môžu byť čiastočne redukované žíhaním [Degmová 2004]. Kontaminácia vytvorená počas mletia na povrchu častíc prášku spôsobuje vyššiu koercivitu tepelne spracovaného prášku v porovnaní s koercivitou materiálu rovnakej štruktúry a zloženia [Schlorke 1999].

Kompakovanie obvykle prebieha jednoosovým stláčaním [Nuetzel 1999] s maximálnym tlakom až 3 GPa [Hong 2007] alebo explóziou [Heczko 1994, Ruuskanen 1998, Vajpai 2008] s cieľom pripraviť kompaktný materiál s hustotou blízkou hustote materiálu rovnakého zloženia a štruktúry. Takto hustota kompaktu dosahuje až 99 % hustoty materiálu pripraveného liatím [Kojima 1996]. Prítomnosť pórov v materiáli nie je možné úplne vylúčiť, ich podiel však možno výrazne zredukovať [Mahmeda 2012]. Kompakovanie môže prebiehať pri izbových teplotách [Heczko 1993] alebo pri vyšších teplotách, často vo vákuu [Nuetzel 1999]. Lisovanie za tepla t. j. kombinácia ohrevu a tlaku počas kompakovania umožňuje redukovanie vnútorných napätí vnesených do materiálu počas mletia [Degmová 2004].

Výberom vhodného prášku (pripraveného z magneticky mäkkého materiálu s primerane veľkými časticami) a kompaktovej techniky možno pripraviť magneticky mäkký materiál s koercivitou veľmi blízkou koercivite materiálu rovnakého zloženia pripraveného liatím [Nuetzel 1999, Torrens-Serra 2009, Degmová 2004, Ruuskanen 1998, Heczko 1993]. Permeabilita kompaktovaných vzniknutých lisovaním práškov je nižšia v porovnaní s materiálmi pripravenými liatím [Heczko 1993, Ruuskanen 1998].

Je dôležité pripomenúť, že kovové prášky po kompaktovaní vykazujú relatívne malý elektrický odpor a sú vhodné na použitie pri kvazistatickom premagnetovaní a v striedavých magnetických poliach s nízkou frekvenciou [Füzerová 2013].

3.3 Magnetické vlastnosti kompozitných materiálov

Použitie kompozitov na báze železa a živice na magneticky mäkké materiály je relatívne stará myšlienka, ktorá vznikla pred viac ako 100 rokmi. Kompozity na báze železa a živice boli len zriedka používané pre svoje vlastnosti a malú potrebu použitia, takže technológia ich výroby nebola vtedy dostatočne rozvinutá. Tieto obmedzenia boli čiastočne prekonané vývojom nových technológií v iných odvetviach. V súčasnosti si novovyvinuté kompozity nachádzajú stúpajúce uplatnenie v elektromotoroch, pričom nahrádzajú používané plechy [Moses 2007, Shokrollahi 2007]. Tieto materiály majú konkurenčné magnetické vlastnosti (dobrú relatívnu permeabilitu a magnetickú indukciu nasýtenia) a vysoký špecifický elektrický odpor. Izolované feromagnetické prášky v porovnaní s tradičnými oceľami v niektorých aplikáciách poskytujú viaceré výhody, napr. izotropné vlastnosti kombinované s unikátnymi možnosťami dosiahnutia trojrozmerných tvarov [Bayramli 2005, Guo 2006].

Ak porovnáme frekvenčné závislosti celkových strát SMC s vlastnosťami tradičných Fe-Si plechov, zvlášť pri frekvenciách nad 50 Hz, SMC nad plechmi Fe-Si výrazne víťazia v nízkej hodnote celkových strát [Moses 2007].

SMC pozostávajú z najmenej dvoch zložiek: feromagnetických častíc a izolačného materiálu. Feromagnetickým materiálom je obvykle železo (pripravené rôznymi metódami) alebo zliatiny na báze železa (napr. zliatiny FeSi, FeNi alebo FeCo) [Shokrollahi 2007, Chicinas 2007]. Izolačný materiál (anorganický alebo organický) je pridávaný k feromagnetickému materiálu, alebo sa ním pokrývajú častice prášku [Kim 2010].

SMC sa vyvíjali pre aplikácie v striedavých magnetických poliach, kde straty vírivými prúdmi hrajú najdôležitejšiu úlohu a sú frekvenčne závislým komponentom celkových strát. Izolačná vrstva pokrývajúca častice SMC zamedzuje tok vírivého prúdu medzi časticami, na druhej strane znižuje hodnotu magnetickej indukcie nasýtenie. Takto SMC zapíňajú pri využívaní medzery medzi kovmi a zliatinami a magneticky mäkkými feritmi [Shokrollahi 2007]

Analýza frekvenčnej závislosti strát bola vyvíjaná najmä so zreteľom na oceľové plechy [Bertotti 1998, Bertotti 1988 A] a tak nie je v plnej miere použiteľná pre SMC. V súčasnosti už existujú čiastočne úspešné vysvetlenia pre frekvenčnú závislosť celkových strát [Barrière 2012, Maeda 2005].

Minimalizácia medzičasticového vírivého prúdu izolačnou vrstvou pokrývajúcou feromagnetické častice zväčšuje vzdialenosť medzi časticami, čo má za následok zvyšovanie hodnoty vnútorného demagnetizačného poľa spôsobujúceho pokles permeability kompozitu [Anhalt 2008, Anhalt 2009, Anhalt 2009 A, Mattei 2000].

4 Ciele dizertačnej práce

Motivácia skúmať progresívne práškové, lisované a kompozitné materiály so špecifickými magnetickými vlastnosťami vznikla po skúsenostiach so štúdiom amorfných a nanokryštalických materiálov, ktoré bolo vykonávané v priebehu niekoľkých rokov, než sa v roku 1999 začalo v programe skúmania lisovaných práškových a kompozitných materiálov. Amorfné a nanokryštalické magneticky mäkké materiály s vynikajúcimi magnetickými vlastnosťami vo forme tenkých pásov pripravených rýchlym ochladením taveniny má pre mnoho aplikácií pomerne významnú nevýhodu v malej hrúbke pásky ($20\ \mu\text{m} - 60\ \mu\text{m}$), pretože existujú aplikácie, ktoré vyžadujú magnetické obvody zložitého tvaru, pre ktorý tvar pásov nie je vhodný. Domnievali sme sa, že v týchto aplikáciách by mohol byť magnetický materiál v tvare pásky nahradený materiálmi pripravenými z práškových, lisovaných a kompozitných materiálov so špecifickými magnetickými vlastnosťami. Predpokladali sme, že príprava nových materiálov modernými technológiami si so sebou prinesie viac nevysvetlených javov, týkajúcich sa magnetizačných procesov, ktoré budú stáť za pozornosť.

Medzi hlavné ciele dizertačnej práce patrí:

1. Výskum magnetických vlastností feromagnetických práškových materiálov vhodných pre lisovanie.

Konkrétne úlohy tohto cieľa:

- a) Nájdenie vhodného feromagnetického práškového materiálu so stabilnou štruktúrou.
- b) Výskum procesov prebiehajúcich pri mletí a ich vplyvu na magnetické vlastnosti práškov.
- c) Charakterizácia magnetických vlastností feromagnetického práškového materiálu pripraveného mletím a mechanickým zlievaním.

2. Výskum magnetických vlastností magneticky mäkkého materiálu vzniknutého lisovaním feromagnetického prášku.

Konkrétne úlohy tohto cieľa:

- a) Nájdenie vhodnej technológie pre lisovanie vedúcej k vytvoreniu magneticky mäkkého materiálu.
- b) Výskum vplyvu lisovania na magnetické vlastnosti výsledných produktov.
- c) Charakterizácia magnetických vlastností feromagnetického materiálu pripraveného lisovaním prášku.
- d) Vysvetlenie magnetizačných procesov prebiehajúcich v lisovaných práškových materiáloch.
- e) Výskum možností na zlepšenie magnetických vlastností pripravených kompakto následným spracovaním.

3. Výskum magnetických vlastností magneticky mäkkých kompozitných materiálov na báze železa v jednosmerných a striedavých magnetických poliach.

Konkrétne úlohy tohto cieľa:

- a) Preštudovať vplyvy technologických procesov na magnetické vlastnosti magneticky mäkkých kompozitov.
- b) Vysvetlenie magnetizačných procesov prebiehajúcich v mäkkých magnetických kompozitoch pri premagnetovaní v jednosmerných a striedavých magnetických poliach.
- c) Výskum zložiek strát v magneticky mäkkých kompozitoch.
- d) Vyšetovanie vplyvu interakcií medzi feromagnetickými časticami na magnetické vlastnosti magneticky mäkkých kompozitov.

5 Zvolené metódy spracovania

V publikáciách tvoriacich súčasť dizertácie boli použité najmä tieto experimentálne metódy:

Na prípravu práškových vzoriek boli použité:

- metódy na odlievanie zliatin v indukčnej peci
- metóda rýchleho ochladenia taveniny na prípravu pások
- guľové vibračné a planetárne mlyny
- zariadenia na lisovanie kompaktných kovových a kompozitných vzoriek
- zariadenia na tepelné spracovanie
- boxy na uchovávanie a manipuláciu so vzorkami v ochrannnej atmosfére

Na výskum štruktúry boli použité:

- difrakčné RTG metódy
- svetelná optická mikroskopia
- skenovacia elektrónová mikroskopia
- transmisná elektrónová mikroskopia
- DSC kalorimetria
- Mössbauerova spektrometria

Na charakterizáciu magnetických vlastností boli použité:

- VSM magnetometre
- hystereziograf na báze fluxmetra pracujúci pri kvazistatickom premagnetovaní (na jeho skonštruovaní má autor dizertácie rozhodujúci podiel)
- hystereziograf na báze fluxmetra pracujúci pri premagnetovaní v striedavých magnetických poliach vo frekvenčnom rozsahu $0,4 \text{ Hz} \div 50 \text{ Hz}$ (na jeho skonštruovaní má autor dizertácie rozhodujúci podiel)
- hystereziograf MATS-2010M pracujúci pri premagnetovaní v striedavých magnetických poliach vo frekvenčnom rozsahu $50 \text{ Hz} \div 1000 \text{ Hz}$
- hystereziograf MATS-2010SA pracujúci pri premagnetovaní v striedavých magnetických poliach vo frekvenčnom rozsahu $1 \text{ kHz} \div 300 \text{ kHz}$
- hystereziograf AMH 401 POD WALKER pracujúci pri premagnetovaní v striedavých magnetických poliach vo frekvenčnom rozsahu $50 \text{ Hz} \div 1 \text{ MHz}$
- zariadenia na meranie koercivity Koerzimat firmy Foerster
- hystereziograf AMH-1K-S pracujúci pri premagnetovaní v striedavých magnetických poliach vo frekvenčnom rozsahu $0 \text{ Hz} \div 1 \text{ kHz}$

Na spracovanie experimentálnych dát boli použité bežné nástroje matematickej analýzy a numerické metódy.

6 Výsledky dizertačnej práce

Nášmu záujmu o magnetické vlastností práškových, lisovaných a kompozitných materiálov predchádzal niekoľkoročný systematický výskum štruktúry a vlastností magneticky mäkkých nanokryštalických zliatin na báze Fe [Sovák 1995, Kollár 1995, Kollár 1996, Füzér 1996, Kollár 1999], ktorý poukázal na vynikajúce magnetické vlastnosti materiálov typu Fe-Nb-Cu-Si-B: ich extrémne nízku koercitivitu a vysokú permeabilitu. Na druhej strane však, keďže sú vyrobené z tenkých amorfných pások pripravených metódou rýchleho ochladenia taveniny, je zrejmé, že tieto materiály majú veľké obmedzenia pre výrobu súčiastok magnetických obvodov komplikovaných tvarov. Aplikačné možnosti týchto vynikajúcich materiálov by mohla veľmi výrazne rozšíriť úspešná príprava materiálu s podobnými vlastnosťami vo tvare valca alebo prstenca.

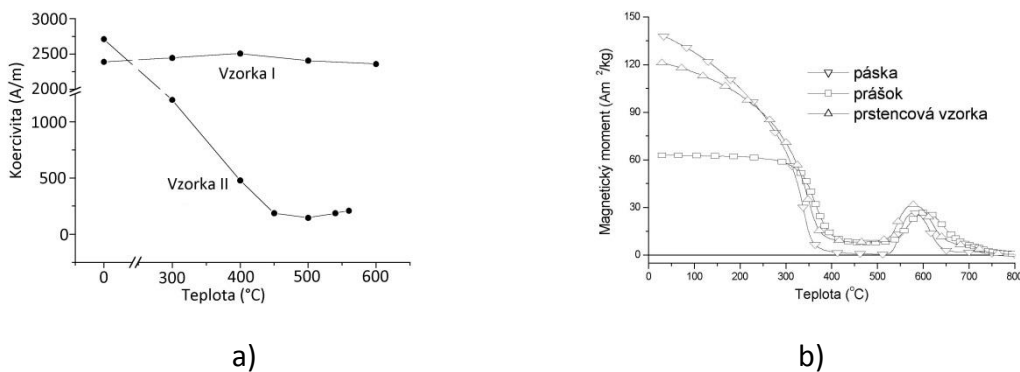
6.1 Štruktúra a magnetické vlastnosti práškových a kompakovaných nanokryštalických materiálov Fe-Nb-Cu-Si-B.

Závery zo skúmania štruktúry a magnetických vlastností prášku získaného mletím amorfnej alebo čiastočne skryštalizovanej pásky $\text{Fe}_{73,5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ ukázali, že je vhodným prekursorom pre prípravu práškového materiálu lisovaním [A.1.1. Fechová 2001, A.1.2. Fechová 2004, A.1.3. Kollár 2001]. Po amorfnokryštalickej transformácii, výsledkom ktorej je nanokryštalický stav, je záporná magnetostrikcia kryštalitov FeSi kompenzovaná kladnou magnetostrikciou amorfného zvyšku FeSiB, takže výsledný nanokryštalický materiál má magnetostrikciu blízku nule. Táto skutočnosť bola považovaná za veľkú výhodu pri úvahách nad zložením a štruktúrou materiálu, pretože je možné očakávať, že mletie a kompaktovanie vnáša do materiálu poruchy, ktoré môžu negatívne ovplyvniť magnetické vlastnosti kompaktu.

Proces mletia pásky v guľovom mlyne v amorfnom stave prebieha na začiatku procesu pomaly, vzhľadom na to, že amorfný materiál (vzorka a) je veľmi elastický. Mletím indukovaná kryštalizácia spôsobuje krehnutie materiálu a to urýchľuje proces lámania pásky na menšie častice prášku. Páska po tepelnom spracovaní čiastočne v kryštalickom stave (vzorka b) sa melie ľahšie v porovnaní s páskou v amorfnom stave. Po dlhšej dobe mletia (cca $80h$) sa štruktúra oboch vzoriek podobá. Mletie oboch vzoriek spôsobuje nárast koercivity práškového materiálu. Spôsobuje to pokles podielu posunov doménových stien na celkových magnetizačných procesoch na úkor nárastu podielu stáčania vektora magnetickej polarizácie. Magnetický moment na hmotnostnú jednotku klesá s dobou mletia po uplynutí cca $600h$, čo je pravdepodobne spojené s nárastom podielu malých častíc, ktoré sa v aplikovanom magnetickom poli s indukciou $0,6T$ nenasýtia. Skúmanie vplyvu mletia zliatin $\text{Fe}_{73,5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ v tvare pásky v amorfnom, čiastočne kryštalickom stave do $1700h$ a mechanické zlievanie zmesi práškov v pomere prvkov zhodnom so zliatinou $\text{Fe}_{73,5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ s dobou mletia až do $3500h$ preukázalo, že

počas celého procesu dochádza k zmenšovaniu častíc, teda procesy lámania prevyšujú procesy zvárania s tendenciou vyrovnania sa oboch procesov, keď by sa pravdepodobne stredná veľkosť častíc ďalej už nemenila. Vzorky pravdepodobne pozostávajú v celom procese mletia z dvoch základných fáz: nanokryštalickej FeSi a amorfnej FeSiB [A.1.2. Fechová 2004].

Pre mletie na kompaktovanie boli vybrané dve vzorky $Fe_{73,5}Nb_3Cu_1Si_{13,5}B_9$ v tvare pásky. Vzorka I bola žíhaná 1 h pri teplote $540^\circ C$ a následne mletá po dobu 75 h, teda bola v nanokryštalickom stave. Vzorka II bola žíhaná 0,5 h pri teplote $510^\circ C$, mletá po dobu 228 h, bola teda len čiastočne skryštalizovaná. Po zlisovaní vo vákuu s dobou lisovania 0,5 h pri izbovej teplote (vzorka I tlakom 7 GPa, vzorka II tlakom 5,3 GPa) v závislosti od teploty žíhania vykazovali koercivitu uvedenú v Obr. 6.1 a), [A.1.3. Kollár 2001].



Obr. 6.1. a) Koercivita ako funkcia teploty žíhania kompaktovej vzorky vzniknutej lisovaním nanokryštalického (vzorka I) a čiastočne skryštalizovaného prášku (vzorka II) $Fe_{73,5}Nb_3Cu_1Si_{13,5}B_9$, b) termomagnetická krivka prášku a kompaktu vzorky II a amorfnej pásky zloženia $Fe_{73,5}Nb_3Cu_1Si_{13,5}B_9$ [A.1.3. Kollár 2001].

Koercivita vzorky vzniknutej kompaktovaním čiastočne skryštalizovaného prášku klesá s teplotou žíhania pravdepodobne preto, že dokončujúci sa proces kryštalizácie spôsobuje výhodnejšiu relaxáciu vnútorných napätí indukovaných v procese mletia a kompaktovaní ako vo vzorke I, v ktorej bol proces nanokryštalizácie ukončený pred lisovaním a štruktúrna transformácia napomáhajúca relaxácii vnútorných napätí už nemôže prebehnúť. Minimálna hodnota koercivity, ktorú dosiahla vzorka II je $180 A/m$, keď klesla z pôvodnej hodnoty vyše $2500 A/m$, pričom v stave prášku bola táto hodnota až cca $9000 A/m$. Túto skutočnosť môžeme vysvetliť naviazaním sa častíc prášku po kompaktovaní podobným spôsobom akým sú naviazané nanokryštaliky v nanokryštalickej páske, čo potvrdzuje priebeh termomagnetickéj krivky (závislosť magnetizácie na hmotnostnú jednotku od teploty), ktorej priebeh je viac podobný priebehu termomagnetickéj krivky pásky než priebehu termomagnetickéj krivky prášku, Obr. 1 b), [A.1.3. Kollár 2001]. Aj keď výsledná koercivita kompaktovej vzorky II nie je dostatočne nízka, dá sa usúdiť, že vyššie opísaným spôsobom by za optimalizovaných podmienok pre isté materiály mohla byť dosiahnutá ešte priaznivejšia hodnota.

Páska zliatiny $\text{Fe}_{73}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{Si}_{16}\text{B}_7$ (Vitroperm 800, poskytnutá Vacuumschmelze Hanau) bola mletá v planetárnom mlyne RETSCH PM4000 v argónovej ochrannnej atmosfére. Namletý prášok bol lisovaný tlakom 700MPa trvajúcim 5 min pri teplote 500°C , takže výsledný kompak vykazoval magnetostrikciu blízku nule a po žíhaní relaxujúcom vnútorné napätia vnesené do materiálu počas mletia, mal koercivitu 13A/m [A.1.4. Füzér 2010].

6.2 Štruktúra a magnetické vlastnosti práškových a kompakovaných amorfných materiálov Co-Fe-Si-B a Co-Fe-Zr-B.

Na prípravu prášku boli použité amorfné zliatiny bohaté na kobalt vykazujúce nulovú alebo takmer nulovú magnetostrikciu, pripravené v tvare pásky, ktoré boli mleté vo vysokoenergetickom planetárnom guľovom mlyne [A.2.1. Bednarčík 2003, Füzér 2007 Füzér 2007 A]. Ďalšou možnosťou, ako pripraviť práškové zliatiny vhodné pre lisovanie s očakávanými magnetickými vlastnosťami je mechanické zlievanie mletím čistých prvkov. Predpokladom pre získanie lisovaných magneticky mäkkých materiálov je použitie jednofázového práškového materiálu so stabilnou štruktúrou. Snaha o získanie takého materiálu síce nebola úspešne zavŕšená pomocou mechanického zlievania, ale na druhej strane nám poskytla možnosť skúmať štruktúrne transformácie zliatin systému FeCo [A.2.2. Zeleňáková 2007]. Vzťah medzi možnosťou vytvoriť dobrý magneticky mäkký materiál lisovaním práškových vzoriek a magnetostrikciou je opísaný v [A.2.1. Bednarčík 2003, A.2.6. Bednarčík 2004]. Séria vzoriek s rôznou hodnotou magnetostriccie ($1 \times 10^{-6} \div 15 \times 10^{-6}$), bola pripravená zmiešaním amorfného prášku $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ s amorfným alebo nanokryštalickým práškom $\text{Fe}_{72,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_2\text{Mo}_2\text{Si}_{15,5}\text{B}_7$ (amorfný FeCuNbMoSiB_x) s $(\text{CoFeZrB})_{100-x}$ a nanokryštalický $(\text{FeCuNbMoSiB})_x$ s $(\text{CoFeZrB})_{100-x}$ práškom, kde $x = 0, 10, 20, 30, 40, 50, 100$ hm%. Pridanie nanokryštalického alebo amorfného prášku FeCuNbMoSiB (s takmer nulovou magnetostrikciou) do amorfného prášku CoFeZrB (s veľkou magnetostrikciou) spôsobil pokles magnetostriccie výsledných práškových vzoriek, zatiaľ čo koercitivita ukazuje opačné správanie [A.2.3. Bednarčík 2004]. Zliatina $\text{Co}_{72-x}\text{Fe}_x\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ ($x = 10, 15, \text{ and } 20$ at.%) pripravená rýchlym ochladením taveniny v pôvodnom stave je v amorfnom stave a je magneticky mäkká s koercivitou $23\text{A/m} \div 32\text{A/m}$. Prídavok železa ovplyvňuje teplotu kryštalizácie a fázové zloženie kryštalickej fázy a má pozitívny vplyv na magnetickú indukciu nasýtenia a Curieho teplotu amorfnej fázy (stúpa lineárne s obsahom železa) [A.2.4. Bednarčík 2008].

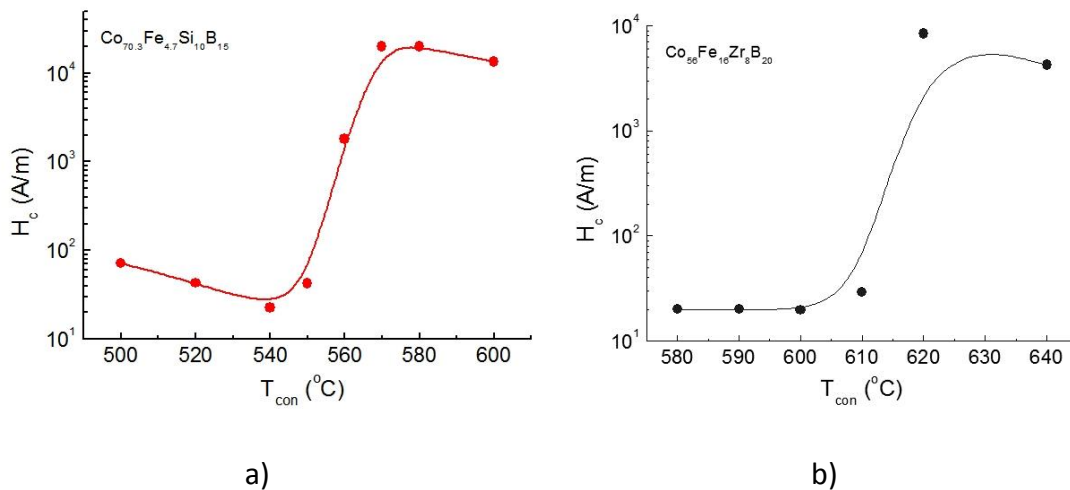
Doba mletia až do 4 h (pre vzorku $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$) and 1 h (pre vzorku $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$) bola dostatočne dlhá na vytvorenie prášku s veľkosťou častíc pod $200\mu\text{m}$ [A.2.5. Kollár 2004, A.2.3. Bednarčík 2004] a teda prášok je vhodný na lisovanie. Takéto krátke mletie nespôsobovalo amorfnokryštalickú transformáciu a prášok ostal v amorfnom stave [A.2.1. Bednarčík 2003, A.2.5. Kollár 2004, A.2.6. Bednarčík 2004].

Štruktúra amorfných $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ a $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ zliatin pások po dlhodobom mletí je popísaný podrobnejšie v [A.2.7. Bednarčík 2004] a procesy mechanicky indukovanej kryštalizácie amorfnej zliatiny $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ v [A.2.8. Bednarčík 2006]. Vyšetrovanie tepelnej stability vzoriek bolo analyzované pomocou diferenciálnej skenovacej kalorimetrie (DSC). Mletie spôsobuje zmenu kryštalizácie z jednostupňovej na dvojstupňovú.

Skúmaním magnetických vlastností prášku pripraveného mletím amorfnej pásky zloženia $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ sme zistili, že magnetizácia meraná pomocou VSM v magnetickom poli s indukciou $0,5T$ sa výrazne znižuje po $1000h$ mletia (vo vibračnom mikromlyne Pulverisette 0). Je to spôsobené poklesom podielu magnetizačného procesu spôsobeného posunmi doménových stien, ktorý sa spája s poklesom veľkosti častíc prášku. Otáčanie vektora magnetizácie sa stáva dominantným magnetizačným procesom s poklesom veľkosti častíc prášku. Magnetické pole s indukciou $0,5T$ nestačí na nasýtenie vzorky. Koercitivita sa zvyšuje s dobou mletia a v čase medzi $800h$ a $1100h$ dosahuje svoje maximum zodpovedajúce koercitivite jednodoménových častíc [A.2.10. Kováč 2003].

Teplota prechodu skla (T_g) u zliatin $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ a $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ s je nižšia ako teplota nástupu kryštalizácie (T_{x1}, T_{x2}) [A.2.1. Bednarčík 2003, A.2.5. Kollár 2004, A.2.3. Bednarčík 2004].

Táto skutočnosť je zodpovedná za dosiahnutie vysokej hustoty kompaktovaného materiálu pripraveného lisovaním práškového materiálu pri teplote lisovania ležiacej medzi teplotou prechodu skla a kryštalizačnej teploty, čo vedie k vzniku materiálu s veľmi dobrými magnetickými vlastnosťami magneticky mäkkého feromagnetika [A.2.5. Kollár 2004, A.2.3. Bednarčík 2004]. Toto správanie ilustruje závislosť koercitivity na teplote lisovania práškov $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ a $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$, Obr. 6.2.



Obr. 6.2. Koercivita (H_c) lisovaných vzoriek a) $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ a b) $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ ako funkcia teploty lisovania (T_{con}). Vzorky boli pripravené lisovaním prášku $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ pri teplote 540°C s tlakom 900MPa počas 2 min, [A.2.5. Kollár 2004, A.2.3. Bednarčík 2004]

Hustota a magnetické vlastnosti takéhoto práškoveho kompakovaného materiálu sú porovnateľné s hodnotami ich prekursora vo forme pásky pripravenej metódou rýchleho ochladenia taveniny [A.2.5. Kollár 2004, A.2.9. Füzér 2006].

Napriek tomu, že prekursor zliatiny kompakovaného práškoveho materiálu $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ má veľmi nízku magnetostrikciu [A.2.5. Kollár 2004], poruchy zavedené do materiálu mletím a lisovaním zhoršujú magnetické vlastnosti magneticky mäkkého materiálu. Situácia u vzorky $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ s relatívne vysokou magnetostrikciou je veľmi podobná predchádzajúcemu prípadu. Žihanie po lisovaní znižuje množstvo defektov, pôsobiacich ako záchytné centrá pre pohyb doménových stien, spôsobuje pokles koercitivity a znižuje hodnotu strát v závislosti od frekvencie.

Magnetické vlastnosti práškových kompakovaných zliatin $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{4,7}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ a $\text{Co}_{56}\text{Fe}_{16}\text{Zr}_8\text{B}_{20}$ pri premagnetovaní v striedavých magnetických poliach sú opísané v [A.2.9. Füzér 2006].

6.3 Štruktúra a magnetické vlastnosti práškových a kompakovaných polykryštalických materiálov Ni-Fe

Na nikel bohaté polykryštalické magneticky mäkké zliatiny, známe ako permalloy sú tiež veľmi vhodným kandidátom pre prípravu kompakovaných práškových materiálov lisovaním. Náš záujem sme sústredili na zliatinu zloženia NiFe (81hm. % Ni a 19hm.% Fe) s nulovou magnetostrikciou vykazujúcou vynikajúce vlastnosti magneticky mäkkého materiálu.

Na prípravu vzorky NiFe vo forme prášku bolo vhodné mletie vo vibračnom mikromlyne Pulverisette 0 keď východiskovým materiálom bola mikrokryštalická páska pripravená rýchlym ochladením taveniny. Skúmaním magnetických vlastností (termomagnetické merania a meranie Curieho teploty) počas procesu mletia sme nezistili žiadne nové fázy, ktoré by sa vytvárali v procese mletia.

Koercivita mletého prášku v procese mletia rýchlo narastá, za čo zodpovedá pokles veľkosti častíc prášku. Magnetizačný proces sa realizuje so vzrastajúcou dobou mletia v zmenšujúcej sa miere posunmi doménových stien a magnetizačný proces stáčaním vektora magnetizácie sa stáva dominantným. V monodoménových časticiach prebieha magnetizačný proces výlučne stáčaním vektora magnetizácie [A.3.1 Olekšáková 2004].

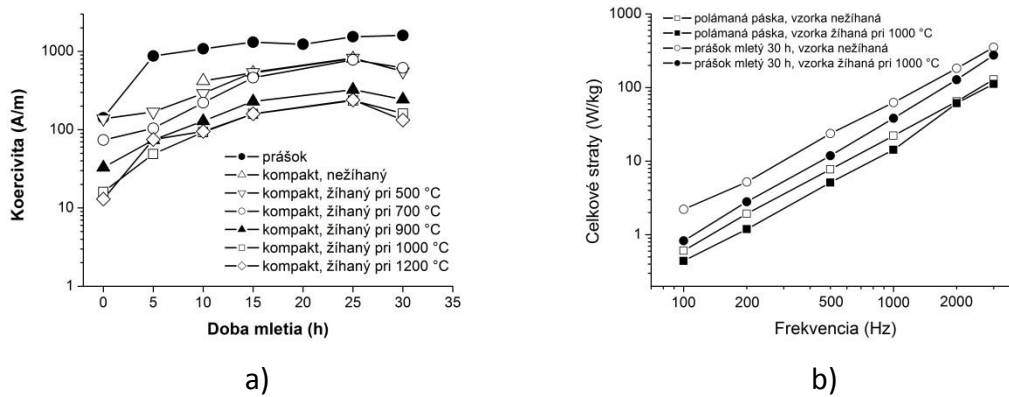
Snaha pripraviť práškové zliatiny mechanickým zlievaním čistého Ni a Fe prášku (s zložením 81 % hmotn. Ni) pomocou mletia vo vibračnom mikromlyne Pulverisette 0 viedlo k vytvoreniu rôznych fáz počas mletia až do 1000h. Niektoré novovytvorené fázy po určitej dobe zanikli. Prítomnosť magnetických fáz bola detegovaná meraním termomagnetických kriviek, z ktorých sa potom stanovili Curieho teploty [A.3.1 Olekšáková 2004].

Tento spôsob, ako pripraviť vzorku prášku pre lisovanie bol vyhodnotený ako nepoužiteľný, vzhľadom na to, že v dvoj, alebo viacfázových systémoch môže nastať situácia, pri ktorej sa doménové steny budú zachytávať na malých oblastiach magneticky „slabšej“ fázy, čo spôsobí nárast koercitivity

[A.3.1 Olekšáková 2004]. Analýza vzniknutých fáz na vzorkách pripravených mechanickým zlievaním prvkov Ni a Fe bola uskutočnená aj pomocou Mössbauerovej spektrometrie a je opísaná podrobnejšie v [Brzózka 2006].

Vhodný spôsob pre prípravu NiFe práškových vzoriek je mletie vo vysokoenergetickom planetárnom mlyne. Takto pripravené práškové materiály boli použité na kompaktovanie [A.3.7 Füzér 2009, A.3.9 Olekšáková 2007].

Koercivita kompaktovaných vzoriek pripravených z prášku po mletí pásky počas rôznej doby a po následnej tepelnej úprave je na Obr. 6.3.



Obr. 6.3. Koercivita práškovej a) kompaktovaných vzoriek po žíhaní pri rôznych teplotách ako funkcia doby mletia prášku. b) Straty kompaktovej vzorky pripravenej z polámanej pásky a prášku mletého 30h pred a po žíhaní pri teplote 1000°C [A.3.2 Kollár 2007].

Najnižšia hodnota koercivity je dosiahnutá u vzorky vzniknutej lisovaním polámanej pásky, pretože v nej sa môžu doménové steny pohybovať na veľké vzdialenosti. Tepelné spracovanie napomáha k znižovaniu koercivity a strát relaxáciou vnútorných napätí, Obr. 8. [A.3.3 Kollár 2004, A.3.2 Kollár 2007, A.3.4 Olekšáková 2010, A.3.5 Olekšáková 2006, A.3.6 Olekšáková 2008, A.3.7 Füzér 2009].

Skutočnosť, že pre analýzu celkových strát v kompaktovaných práškových materiáloch NiFe je najdôležitejší rozsah frekvencií do 10Hz, je opísaná v [A.3.8 Olekšáková 2013]. Tento prístup umožňuje získať poznatky potrebné pri optimalizácii vlastností kompaktovaného materiálu určeného na použitie v jednosmerných a nízkofrekvenčných magnetických poliach.

6.4 Štruktúra a magnetické vlastnosti magneticky mäkkých kompozitných materiálov na báze Fe

Ako sme mali možnosť vidieť v predchádzajúcich kapitolách po zlisovaní feromagnetického práškoveho materiálu sa obnoví “magnetický kontakt” medzi časticami prášku. Uvedená skutočnosť zodpovedá za vznik magnetických vlastností magneticky mäkkého materiálu. Tento pozitívny účinok lisovania práškoveho materiálu je však sprevádzaný relatívne vysokou hodnotou elektrického odporu kompaktovej vzorky. Ak sa takýto materiál premagnetuje v striedavom magnetickom poli, tak v ňom vznikajú vírivé prúdy spôsobujúce nárast zložky strát spôsobených týmito prúdmi. Straty vírivými prúdmi sa stávajú rozhodujúcou zložkou v celkových stratách.

V snahe zabezpečiť nižšie hodnoty strát vírivými prúdmi sa častice feromagnetického prášku pokrývajú izolačnou vrstvou alebo sa k feromagnetickému prášku pridáva izolant a vzniká kompozitný materiál. Uvedeným spôsobom sa síce zvýši koercivita a hysterézne straty, ale pokles strát spôsobených vírivými prúdmi môže byť v istej oblasti frekvencií nižší. Takéto magneticky mäkké kompozitné materiály môžu byť z hľadiska aplikácií použiteľné v stredofrekvenčnej oblasti.

Pre výskum magnetických vlastností magneticky mäkkých kompozitných materiálov boli pripravené vzorky v tvare prstenca na báze železa 90 obj. % železa (vzorka A), 80 obj. % železa (vzorka B), and 70 obj. % železa (vzorka C) s fenylformaldehydovou živicom. Následne boli vzorky spekané pri teplote 165 °C počas 1 h.

Vlastnosti týchto vzoriek s rôznym podielom živice boli porovnávané so vzorkou S, čo bol Somaloy (železý prášok potiahnutý tenkou vrstvou izolantu) pripravený podľa postupu vyvinutého výrobcom (Höganäs, Sweden).

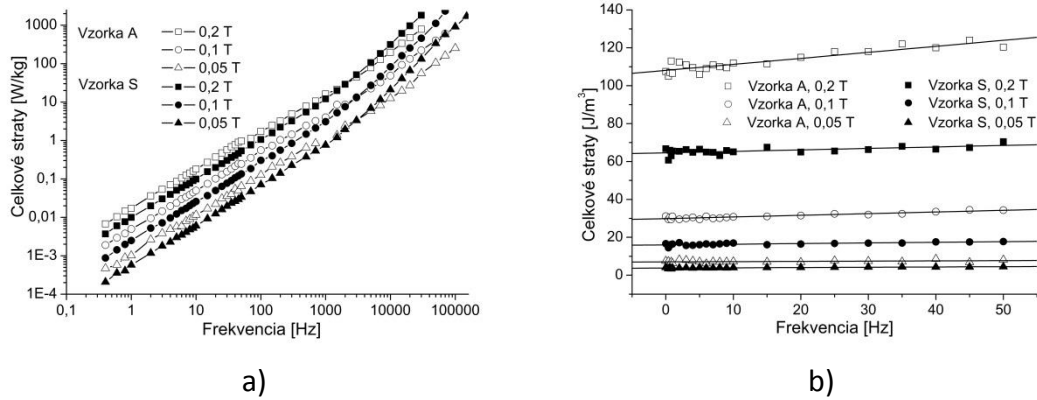
Závislosť celkových strát od frekvencie je znázornená na Obr. 6.4.

Predpokladáme, že nižšie hodnoty strát vzoriek A, B a C pri vyšších frekvenciách v porovnaní so vzorkou S sú spôsobené vyšším špecifickým elektrickým odporom [A.4.1. Kollár 2010]. Na Obr. 6.4 b) vidno, že zložka anomálnych energetických strát nezávisí od frekvencie úmerne podľa $f^{1/2}$, tak ako to bolo mnohokrát overené pre FeSi ocele v tvare pásov, ale z podrobnej analýzy pre vzorky A, B C a S magneticky mäkkých kompozitov vyplýva frekvenčná závislosť anomálnych strát úmerná f [A.4.2. Kollár 2010, A.4.3. Kollár 2013].

Pri detailnej analýze strát vírivými prúdmi je nevyhnutné brať do úvahy, že vírivé prúdy môžu tiecť vo vnútri častíc, ale pri nedokonalnej izolácii častíc aj medzi časticami [A.4.3. Kollár 2013].

Dôležitou súčasťou celkových strát magneticky mäkkých kompozitných materiálov sú hysterézne straty, ktoré sa dajú u väčšiny feromagnetík v pomerne širokom intervale maximálnej indukcie vyjadriť pomocou empirického Epsteinovho zákona. V práci [A.4.4. Kollár 2014] je podrobnou analýzou závislosti hysteréznych strát od maximálnej indukcie ukázané, že v oblasti platnosti Rayleighovho zákona je exponent v Steinenmetzovom zákone rovný 3 a v relatívne širokom intervale maximálnej indukcie rovný

približne 1,5. Túto oblasť maximálnej indukcie môžeme nazvať oblasťou platnosti Streinmetzovho zákona s konštantným exponentom.



Obr. 6.4 a) Celkové výkonové straty ako funkcia frekvencie vzoriek A, B, C a S merané pri maximálnej indukčii 0,05T;0,1T a 0,2T vo frekvenčnom rozsahu 0,4Hz – 150kHz , b) Celkové energetické straty frekvencie vzoriek A, a S merané pri maximálnej indukčii 0,05T;0,1T a 0,2T vo frekvenčnom rozsahu 0,4Hz – 50Hz [A.4.1. Kollár 2010].

Kvalitatívna analýza magnetických vlastností kompozitného materiálu na báze Vitropermu ($Fe_{73}Cu_1Nb_3Si_{16}B_7$) s formaldehydovou živicom ako izolátorom v striedavých magnetických poliach, vrátane porovnania s vlastnosťami Somaloya je opísaná v práci [A.4.5. Kollár 2010].

Vplyv obsahu Vitropermu na energetické straty v kompozite založenom na zmesi dvoch feromagnetík (Vitroperm v tvare vločiek a prášok Somaloy) je analyzovaný v [A.4.6. Birčáková 2014].

7 Závery pre rozvoj vedy a praxe

Predložená dizertačná práca sa zaoberá charakterizáciou progresívnych práškových, kompakovaných a kompozitných materiálov so špecifickými magnetickými vlastnosťami. Skladá sa z 29 vedeckých článkov, spojených zjednocujúcim komentárom. Hlavné výsledky dizertačnej práce sú:

Ukázali sme, že mechanickým mletím je možné pripraviť práškový feromagnetický materiál vhodný ako prekursor pre prípravu lisovaného magneticky mäkkého materiálu. Štruktúra prášku môže byť nanokryštalická (napríklad zliatiny typu Fe-Cu-Nb-Si-B), mikrokryštalická (napr. zliatiny na báze zliatiny Ni-Fe) alebo amorfná (zliatiny na báze Co).

Mletie a procesy pri zlisovaní môžu spôsobovať štruktúrne defekty materiálu, ktoré môžu zhoršiť magneticky mäkké vlastnosti indukovaním anizotropie vyvolanej mechanickým napätím prostredníctvom magnetostrikcie. V takom prípade je vhodné zvoliť pre lisovanie práškové vzorky zliatin s nulovou alebo takmer nulovou magnetostrikciou, čo čiastočne eliminuje škodlivý vplyv štruktúrnych defektov spôsobujúcich vnútorné mechanické napätia zhoršujúcich magnetické vlastnosti magneticky mäkkého kompaktu.

Jednofázový práškový materiál je považovaný za najvhodnejší prekursor na prípravu 3D vzoriek feromagnetického materiálu kompakovaním, pretože doménové steny sa môžu v procese premagnetovania ľahko pohybovať. Ak sa na kompaktovanie použije magnetický materiál pozostávajúci z dvoch fáz, môže nastať situácia, v ktorej magneticky „slabšia“ fáza vytvorí útvary, ktoré budú pôsobiť ako záchytné centrá pre pohyb doménových stien, čo má za následok negatívne pôsobiaci nárast koercivity výsledného materiálu.

Kompaktovanie feromagnetického práškového materiálu môže za vhodných podmienok (teplota, tlak, čas lisovania,...), obnoviť magnetický "kontakt" medzi feromagnetickými časticami, čo vedie ku vzniku magneticky mäkkého 3-rozmerného materiálu, ktorého magnetické vlastnosti sú porovnateľné s magnetickými vlastnosťami materiálu pripraveného liatím (s rovnakým chemickým zložením a štruktúrou).

Na rozdiel od práškového materiálu, v ktorom proces rotácie vektora magnetickej polarizácie je prevažujúcim magnetizačným procesom, po zlisovaní sa podiel magnetizačných procesov zmení v prospech posunov doménových stien.

Takéto materiály sú vhodné pre aplikácie využívajúce jednosmerné a nízkofrekvenčné striedavé magnetické polia a vzhľadom na to, že vykazujú relatívne malý elektrický odpor, pri vyšších frekvenciách výrazne narastá podiel strát vírivými prúdmi.

Tepelné spracovanie aplikované po lisovaní kovových práškov výrazne zlepšuje magneticky mäkké vlastnosti feromagnetických práškových kompakovaných materiálov.

Magneticky mäkké kompozity skladajúce sa z feromagnetických častíc izolovaných tenkou izolačnou vrstvou sú vhodným kandidátom pre aplikácie vyžadujúce premagnetovanie v striedavých magnetických poliach. V týchto materiáloch dochádza k zníženiu celkových strát v dôsledku zníženia

zložky strát spôsobenej vírivými prúdmi v porovnaní so stratami kompakovaných feromagnetických práškových materiálov (bez izolačnej vrstvy pokrývajúcej častice prášku).

Pri analýze celkových strát magneticky mäkkých kompozitov je nevyhnutné vziať do úvahy dva druhy strát vírivými prúdmi (medzičasticové a vnútročasticové).

Anomálna zložka strát prispieva k celkovým stratám lineárne s nárastom frekvencie na rozdiel od feromagnetických materiálov v tvare pásov, keď anomálne straty závisia od frekvencie podľa funkcie $f^{1/2}$.

Množstvo izolačného materiálu pridávaného ku feromagnetickému prášku výrazne ovplyvňuje permeabilitu výsledného kompozitného materiálu. Pre zníženie elektrickej vodivosti kompozitného materiálu je nevyhnutné pridať dostatočné množstvo izolačného materiálu, na druhej strane pridávanie izolačného materiálu spôsobuje nárast vzdialenej medzi feromagnetickými časticami, čo vedie k vytvoreniu lokálneho demagnetizačného poľa v okolí častíc a následne k zníženiu permeability.

Závislosť hysteréznych energetických strát magneticky mäkkého kompozitného materiálu na báze železa od hodnoty maximálnej indukcie je určená Steinmetzovým zákonom s exponentom rovným približne 3 v rozsahu platnosti Rayleigho zákona.

Hysterézne energetické straty magneticky mäkkého kompozitného materiálu na báze železa od hodnoty maximálnej indukcie závisia v širokej škále maximálnej indukcie od Steinmetzovho zákona s exponentom rovnajúcim sa hodnote približne 1,5.

Predpokladáme, že doterajšie poznatky získané pri výskume magnetických vlastností práškových, kompakovaných a kompozitných materiálov budú mať aj naďalej stimulujúci účinok pre ďalší základný a aplikovaný výskum v uvedenej oblasti výskumu feromagnetických materiálov a to nie len v laboratóriu pracoviska, na ktorom vznikli prezentované výsledky.

Poznatky pri výskume magnetických vlastností práškových, kompakovaných a kompozitných materiálov majú do značnej miery aj všeobecnejší charakter použiteľný pri výskume feromagnetických materiálov spadajúcich do iných skupín, čo sa už viackrát ukázalo ako užitočné napr. pri vývoji nových materiálov neorientovaných pásov FeSi v spolupráci s U. S. Steel Košice, a.s. alebo pri riešení magnetických obvodov pre Sensor, s. r. o. Košice.

8 Literatúra

- Anhalt 2008 M. Anhalt, J. MAGN. MAGN. MATER. 320 (2008) e366–e369
- Anhalt 2009 M. Anhalt, B. Weidenfeller, Materials Science and Engineering B 162 (2009) 64–67
- Anhalt 2009 A M. Anhalt, B. Weidenfeller, J. of Appl. Phys. 105, (2009) 113903
- Azizi 2009 A. Azizi, H. Yoozbashizadeh, S. K. Sadrnezhad, J. MAGN. MAGN. MATER., 321 (2009) 2729–2732
- Bahrami 2006 A. Bahrami, H. R. Madaah Hosseini, P. Abachi, S. Miraghaei, Materials Letters 60 (2006) 1068–1070
- Barrière 2011 O. de la Barrière, C. Appino, F. Fiorillo, C. Ragusa, M. Lecrivain, L. Rocchino, H. Ben Ahmed, M. Gabsi, F. Mazaleyra and M. LoBue, Journal of Applied Physics, 109 (2011) 07A317
- Barrière 2012 O. de la Barrière, C. Appino, F. Fiorillo, C. Ragusa, M. Lecrivain, L. Rocchino, H. Ben Ahmed, M. Gabsi, F. Mazaleyra and M. LoBue, IEEE Trans. On Magn. 49 2013
- Bayramli 2005 E. Bayramli, O. Olgelioglu, H. B. Ertan, J. Mater. Process. Technol. 161 (2005) 83–88
- Bertotti 1988 A G. Bertotti, General IEEE Trans. On Magn. 24 (1988) 621–630
- Bertotti 1998 G. Bertotti, Hysteresis in Magnetism, Academic Press 1998
- Bozorth 1993 R. M. Bozorth, Ferromagnetism, Wiley-IEEE Press, 1993
- Brzózka 2006 K. Brzózka, D. Olešáková, P. Kollár, T. Szumiata, B. Górká, M. Gawroński, Hyperfine Interactions 168 (2006) 1091–1096
- Chicinas 2007 I. Chicinas, O. Geoffroy, O. Isnard, V. Pop, J. MAGN. MAGN. MATER. 310 (2007) 2474–2476
- Chikazumi 2009 S. Chikazumi Physics of Magnetism, Oxford University Press 2009
- Cho 1993 J. S. Cho, S. I. Kwun. In: N. J. Kim, editor. Light metals for transportation systems, Center for Advanced Aerospace Materials. Pohang, South Korea: Pohang Univ. of Sci. and Tech, (1993) 423–433
- Coey 2001 J. M. D. Coey, Magnetic materials, Journal of Alloys and Compounds 326 (2001) 2–6
- Coey 2009 J. Coey, Magnetism and Magnetic Materials, Cambridge University Press, Cambridge, UK 2009
- Crespo 1995 P. Crespo, I. Navarro, A. Hemando, P. Rodffguez, A. Garcia Escofial, J. M. Barandiarfin, O. Drbohlav, A. R. Yavary, J. MAGN. MAGN. MATER. (1995) 409–416
- Culity 2009 B. D. Culity, C. D. Graham, Introduction to magnetic materials, Wiley, Piscataway, USA, 2009
- Davis 2008 Panel Discussion, J. Magn. Magn. Mater. 320 (2008) 2411–2422
- Degmová 2004 J. Degmová, S. Roth, J. Eckert, H. Grahl, L. Schultz, Materials Science and Engineering A 375–377 (2004) 265–269
- Ding 2002 J. Ding, Y. Shi, L. F. Chen, C. R. Deng, S. H. Fuh, Y. Li, J. MAGN. MAGN. MATER. 247 (2002) 249–256
- Dobrzanski 2004 L. A. Dobrzanski, R. Nowosielski, J. Konieczny, Journal of Materials Processing Technology 155–156 (2004) 1943–1949
- Füzer 1996 J. Füzer, P. Matta, P. Kollár, P. Sovák, M. Konč, 157–158 (1996) 205–206,
- Füzer 2007 J. Füzer, J. Bednarčík, P. Kollár, S. Roth, J. Magn. Magn. Mater., 316 (2007)

- e834-e837
- Füzer 2007 A J. Füzer, J. Bednarčík, P. Kollár, S. Roth, J. Magn. Magn. Mater., 310 (2007) e852-e854
- Füzerová 2013 J. Füzerová, J. Füzer, P Kollár, R. Bureš, M. Fáberová, J. Magn. Magn. Mater. 345 (2013) 77-81
- Guo 2006 Y.G. Guo, J.G. Zhu, Z.W. Lin, J.J. Zhong, J. Magn. Magn. Mater. 302 (2006) 511–516
- Handrich 1980 K. Handrich, S. Kobe, Amorphe Ferro- und Ferrimagnetika, Physik-Verlag, 1980
- Heczko 1993 O. Heczko, P. Ruuskanen, IEEE Trans. on Magn. 29 (1993) 2670-2672
- Heczko 1994 O. Heczko, P. Ruuskanen, L. Kraus, V. Hašlar, IEEE Trans. On Magn. 30 (1994), 513-515
- Hernando 1988 A. Hernando, P. Marín, M. Vázquez, J. M. Barandiarán, G. Herzer, Phy. Rev. B 58 (1988) 366-370
- Hernando 1993 A. Hernando and M. Vázquez: *Rap. Solid. Alloys* (1993) 553.
- Hernando 1994 A. Hernando and T. Kulik: *Phys. Rev. B* 49 (1994) 7064
- Hernando 1995 A. Hernando, M. Vázquez, T. Kulik and C. Prados: *Phys. Rev. B* 51 (1995) 3581.
- Herzer 1989 G. Herzer: *IEEE Trans. Magn.* 25 (1989) 3327
- Herzer 1990 G. Herzer: *IEEE Trans. Magn.* 26 (1990) 1397
- Herzer 1995 Scripta Metallurgica et Materialia, 33, (1995) 1741-1756
- Herzer 2007 G. Herzer, Nanocrystalline Alloys, Soft Magnetic Materials, in Kronmuller-Parkin - Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials, Volume 4, John Wiley & Sons, 2007
- Hong 2007 S.J. Hong, G.H. Lee, C.K. Rhee, W.W. Kim, K.S. Lee, Materials Science and Engineering A 449–451 (2007) 401–406
- Itoi 2001 T. Itoi, T. Takamizawa, Y. Kawamura, A. Inoue, Scripta Materialia, 45 (2001) 1131-1137
- Kim 2010 T.H. Kim, K.K.Jee, Y.B.Kim, D.J.Byun, J.H.Han, J. MAGN. MAGN. MATER. 322 (2010) 2423–2427
- Kojima 1996 A. Kojima, H. Horildri, Y. Kawamura, A. Makino, A. Inoue a, T. Masumoto, J. MAGN. MAGN. MATER. 162 (1996) 95-102
- Kollár 1995 P. Kollár, L. Kafková, J. Füzer, M. Konč, J. Magn. Magn Mater. 140-144 (1995) 333-334
- Kollár 1996 P. Kollár, J. Füzer, P. Matta, T. Švec, M Konč, J. Magn. Magn Mater. 157-158 (1996) 213-214
- Koohkan 2008 R. Koohkan, S. Sharafi, H. Shokrollahi, K. Janghorban, J. Magn. Magn. Mater. 320 (2008) 1089–1094
- Landgraf 2011 F. J. G. Landgraf, J. R. F. da Silveira, D. Rodrigues-Jr., J. MAGN. MAGN. MATER. 323 (2011) 2335–2339
- Liu 2011 Y. Liu, S. Niu, F. Li, Y. Zhu, Y. He, Powder Technology 213 (2011) 36–40
- Liu 2013 Y. Liu, Y. Yi, W. Shao, Y. Shao, J. MAGN. MAGN. MATER. 330 (2013) 119–133
- Madaah Hosseini 2005 H.R. Madaah Hosseini, A. Bahrami, Materials Science and Engineering B 123 (2005) 74–79
- Maeda 2005 T. Maeda, H. Tyoda, N. Igarashi, Tech. Rev. 60 (2005) 3–90
- Mahmeda 2012 N. Mahmeda, O. Heczko R. Makia, O. Söderberg, E. Haimi, S-P. Hannula, Journal of the European Ceramic Society 32 (2012) 2981–2988
- Mattei 2000 J. L. Mattei, M. Le Floc'h, J. MAGN. MAGN. MATER. 215-216 (2000) 589-591
- Mazaleyrat 2000 F. Mazaleyrat, L.K. Varga, J. MAGN. MAGN. MATER. 215-216 (2000) 253-259
- McHenry 1999 M.E. McHenry et al., Progress in Materials Science, 44 (1999) 291-433

- Miraghaei 2008 S. Miraghaei, P. Abachi, H.R. Madaah-Hosseini, A. Bahrami, *Journal of materials processing technology* 203 (2008) 554–560
- Moses 2007 A. J. Moses, *Advanced Soft Magnetic Materials for Power Applications in Kronmuller-Parkin - Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials, Volume 4*, John Wiley & Sons, 2007
- Neagu 2001 M. Neagu, H. Chiriac, E. Hristoforou, I. Darie, F. Vinai, *J. MAGN. MAGN. MATER.*, 226-230 (2001) 1516-151
- Neamtu 2013 B.V. Neamtu, I. Chicinas, O. Isnard, I. Ciascai, H. Chiriac, M. Lostun, *Magnetic properties of nanocrystalline Ni₃Fe compacts prepared by spark plasma sintering*, *Intermetallics* 35 (2013) 98-103
- Nuetzel 1999 D. Nuetzel, G. Rieger, J. Wecker, J. Petzold, M. Mueller, *J. MAGN. MAGN. MATER.* 196-197 (1999) 327-329
- O’Handley 2000 R. C. O’Handley: *Modern Magnetic Materials*, A Wiley-Interscience Publication, New York 2000
- Ruuskanen 1998 P. Ruuskanen, A. Deribas, A. Shtertse, T. Korkala, *J. MAGN. MAGN. MATER.* 182 (1998) 185 192
- Schlorke 1999 N. Schlorke, J. Eckert, L. Schultz, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 32 (1999) 855
- Schultz 1991 L. Schultz, in: G.C. Hadjipanayis, G.A. Prinz, (Eds.), *Science and Technology of Nanostructured Magnetic Materials*, Plenum Press, New York, 1991, p. 583.
- Shokrollahi 2007 H. Shokrollahi, K. Janghorban, *Soft magnetic composite materials (SMCs)*, 189 (2007) 1–12
- Souilah 2012 S. Souilah, S. Alleg, C. Djebbari, R. Bensalem, J.J. Sunol, *Materials Chemistry and Physics* 132 (2012) 766– 772
- Sovák 1995 P. Sovák P. Petrovič, P. Kollár, M. Zatroch, M. Konč, *J. Magn. Magn Mater.* 140-144 (1995) 427-428
- Spaldin 2011 N.A. Spaldin, *Magnetic materials*, Cambridge University Press, Cambridge, UK
- Stoica 2002 M.H. Stoica, J. Degmová, S. Roth, J. Eckert, H. Grahl, L. Schultz, A.R. Yavari, A. Kvick, G. Heunen, *Mater. Trans.*43 (2002) 1966
- Suryanarayana 2001 C. Suryanarayana: *Progress in Materials Science* 46 (2001) 1-184
- Torrens-Serra 2009 J. Torrens-Serra, P. Bruna, S. Roth, J. Rodriguez-Viejo, M.T. Clavaguera-Mora, *Intermetallics* 17 (2009) 79–85
- Tumanski 2011 S. Tumanski, *Handbook of Magnetic Measurements*, CRC Press, 2011
- Vajpai 2008 S.K. Vajpai, R.K. Dube, A. Tewari, *Metallurgical and Materials Transactions* 39A (2008) 2725–2735
- Wang 2011 J. Wang, R. Li, N. Hua, L. Huang, T. Zhang, *Scripta Materialia* 65 (2011) 536–539
- A.1.1. Fechová 2001 E. Fechová, J. Kováč, P. Kollár, J. Füzér, M. Konč: *The structure and magnetic properties of powder finemet materials*, *Materials science forum* 360-3 (2001) 577-581
- A.1.2. Fechová 2004 E. Fechová, P. Kollár,; J. Füzér, J. Kováč, P. Petrovič, V. Kavečanský: *Influence of the long time milling on the structure and magnetic properties of the Fe-Cu-Nb-Si-B powder*, *Materials science and engineering b-solid state materials for advanced technology* 107 (2004) 155-160
- A.1.3. Kollár 2001 P. Kollár, E. Fechová, J. Füzér, A. Zeleňáková, V. Kavečanský, J. Kováč, M. Konč: *The magnetic properties of compacted Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ alloy in amorphous and nanocrystalline state*, *Materials science forum*, 60-3 (2001) 559-564
- A.1.4. Füzér 2010 J. Füzér, P. Kollár, J. Füzérova, S. Roth: *Soft Magnetic Properties of*

- Nanostructured Vitroperm Alloy Powder Cores, IEEE transactions on magnetics 46 (2010) 471-474
- A.2.1. Bednarčík 2003 J. Bednarčík, P. Kollár, S. Roth, J. Eckert: Co-based soft magnetic bulk amorphous ferromagnets prepared by powder consolidation, phys. stat. sol. (a) 199 (2003) 299-304
- A.2.2. Zeleňáková 2007 A. Zeleňáková, D. Olekšáková, J. Degmová, J. Kováč, P. Kollár, M. Kusý, P. Sovák: Structural and magnetic properties of mechanically alloyed FeCo powders, J. Magn. Magn. Mater., 316 (2007) e519-e522
- A.2.3. Bednarčík 2004 J. Bednarčík, J. Füzér, P. Kollár, S. Roth, J. Eckert: Co-based soft magnetic bulk materials prepared by hot powder compaction, Czech. J. Phys., 54 (2004) 81-84
- A.2.4. Bednarčík 2008 J. Bednarčík, J. Kováč, S. Roth, J. Füzér, P. Kollár, L. K. Varga: The soft magnetic properties and temperature stability of Co₇₂-XFeXZr₈B₂₀ metallic glasses, Acta physica polonica a, 113 (2008) 83-86
- A.2.5. Kollár 2004 P. Kollár, J. Bednarčík, S. Roth, Grahl H. and J. Eckert: Structure and magnetic properties of hot pressed Co-based powder J. Magn. Magn. Mater., 278 (2004) 373-378
- A.2.6. Bednarčík 2004 J. Bednarčík, S. Roth, J. Degmová, P. Kollár, J. Eckert: Hot pressed Co-based soft magnetic bulk materials, Proceeding of SMM '16 conference, Düsseldorf, Germany, (2004) 537-541
- A.2.7. Bednarčík 2004 J. Bednarčík, J. Kováč, P. Kollár, S. Roth, P. Sovák, J. Balcerski, K. Polanski and T. Švec., Crystallization of CoFeSiB metallic glass induced by long-time ball milling, Journal of Non-Crystalline Solids, 337 (2004) 42-47
- A.2.8. Bednarčík 2006 J. Bednarčík, Burkel E., Saksl K., P. Kollár, S. Roth, Mechanically induced crystallization of an amorphous CoFeZrB alloy, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, 100 (1): Art. No. 014903 JUL 1 2006
- A.2.9. Füzér 2006 J. Füzér, J. Bednarčík, P. Kollár, Soft magnetic properties of bulk amorphous Co-based samples, acta physica slovacica, 56 (2006) 119-122
- A.2.10. Kováč 2003 J. Kováč, J. Bednarčík, P. Kollár, M. Konč, K. Polanski: The magnetic properties and structure of Co_{70.3}Fe_{4.7}Si₁₀B₁₅ powder prepared by ball milling, phys. stat. sol. (a), 196 (2003) 209
- A.3.1. Olekšáková 2004 D. Olekšáková, J. Füzér, P. Kollár, T. Švec., J. Kováč, J. Briančin, K. Polanski: Structure and magnetic properties of powder permalloy Fe-Ni, Czech. J. Phys. 54, (2004) 93-95
- A.3.2. Kollár 2007 P. Kollár, D. Olekšáková, J. Füzér, J. Kováč, S. Roth and K. Polański, The magnetic properties of powdered and compacted microcrystalline permalloy, J. Magn. Magn. Mater., 310 (2007) 2609-2611
- A.3.3. Kollár 2004 P. Kollár, J. Bednarčík, J. Füzér, D. Olekšáková: Soft magnetic materials in a bulk form prepared by powder compaction, Czech. J. Phys., 54 (2004) 67-72,
- A.3.4. Olekšáková 2010 D. Olekšáková, P. Kollár, J. Füzér, J. Bednarčík and S. Roth, Magnetic Properties of Crystalline NiFe Alloy Prepared by High-Energy Ball Milling and Compacting, Acta physica polonica a, 118 (2010) 797-799
- A.3.5. Olekšáková 2006 D. Olekšáková, S. Roth, P. Kollár and J. Füzér, Soft magnetic properties of NiFe compacted powder alloys, J. Magn. Magn. Mater., 304 (2006) e730-e732
- A.3.6. Olekšáková 2008 D. Olekšáková, P. Kollár, J. Füzér, M. Kusý, Structure and magnetic properties of hot pressed NiFe Powder, Acta physica polonica a, 113 (2008) 75-78
- A.3.7. Füzér 2009 J. Füzér, P. Kollár, D. Olekšáková, S. Roth: AC magnetic properties of the bulk Fe-Ni and Fe-Ni-Mo soft magnetic alloys prepared by warm compaction, Journal of Alloys and Compounds, 483 (2009) 557-559

- A.3.8. Olekšáková 2013 D. Olekšáková, J. Füzér, P. Kollár, S. Roth, Components of the Core Losses under Low Frequency Magnetic Field of the Bulk Ni-Fe Compacted Powder Material, *J. Magn. Magn. Mater.*, 333 (2013) 18-21
- A.3.9. Olekšáková 2007 D. Olekšáková, P. Kollár, J. Füzér, M. Kusý, S. Roth and K. Polanski, The influence of mechanical milling on structure and soft magnetic properties of NiFe and NiFeMo alloys, *J. Magn. Magn. Mater.*, 316 (2007) e838-e841
- A.4.1. Kollár 2010 P. Kollár, J. Füzér, R. Bureš, M. Fáberová, AC Magnetic Properties of Fe-Based Composite Materials, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 46 (2010), 467-470
- A.4.2. Kollár 2010 P. Kollár, Z. Birčáková, J. Füzér, J. Füzérová, R. Bureš, M. Fáberová, Wide Frequency Range AC Magnetic Properties of Fe-Based Composite Materials, *Acta physica polonica a*, 118 (2010) 759-761
- A.4.3. Kollár 2013 P. Kollár, Z. Birčáková, J. Füzér, R. Bureš, M. Fáberová, Power loss separation in Fe-based composite materials, *J. Magn. Magn. Mater.*, 327 (2013) 146-150
- A.4.4. Kollár 2014 P. Kollár, V. Vojtek, Z. Birčáková, J. Füzér, R. Bureš, M. Fáberová, Steinmetz law in iron-phenolformaldehyde resin soft magnetic composites, *Jurnal of Magnetism and Magnetic Materials* 353 (2014) 65–70
- A.4.5. Kollár 2010 P. Kollár, L. Hegedüs, J. Füzér, R. Bureš and M. Fáberová, AC Magnetic Properties of Vitroperm Based Composite Materials, *Acta physica polonica a*, 118 (2010) 787-789
- A.4.6. Birčáková 2014 Z. Birčáková, P. Kollár, V. Vojtek, R. Bureš, M. Fáberová, Influence of Vitroperm content on the energy losses in composite materials based on the mixture of two ferromagnets, *Acta physica polonica a*, accepted for publication

9 Zoznam autorových prác tvoriacich dizertáciu

- A.1.1. E. Fechová, J. Kováč, P. Kollár, J. Füzér, M. Konč: The structure and magnetic properties of powder finemet materials, *Materials science forum* 360-3 (2001) 577-581
- A.1.2. E. Fechová, P. Kollár,; J. Füzér, J. Kováč, P. Petrovič, V. Kavečanský: Influence of the long time milling on the structure and magnetic properties of the Fe-Cu-Nb-Si-B powder, *Materials science and engineering b-solid state materials for advanced technology* 107 (2004) 155-160
- A.1.3. P. Kollár, E. Fechová, J. Füzér, A. Zeleňáková, V. Kavečanský, J. Kováč, M. Konč: The magnetic properties of compacted Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ alloy in amorphous and nanocrystalline state, *Materials science forum*, 60-3 (2001) 559-564
- A.1.4. J. Füzér, P. Kollár, J. Füzérova, S. Roth: Soft Magnetic Properties of Nanostructured Vitroperm Alloy Powder Cores, *IEEE transactions on magnetics* 46 (2010) 471-474
- A.2.1. J. Bednarčík, P. Kollár, S. Roth, J. Eckert: Co-based soft magnetic bulk amorphous ferromagnets prepared by powder consolidation, *phys. stat. sol. (a)* 199 (2003) 299-304
- A.2.2. A. Zeleňáková, D. Olekšáková, J. Degmová, J. Kováč, P. Kollár, M. Kusý, P. Sovák: Structural and magnetic properties of mechanically alloyed FeCo powders, *J. Magn. Magn. Mater.*, 316 (2007) e519-e522
- A.2.3. J. Bednarčík, J. Füzér, P. Kollár, S. Roth, J. Eckert: Co-based soft magnetic bulk materials prepared by hot powder compaction, *Czech. J. Phys.*, 54 (2004) 81-84
- A.2.4. J. Bednarčík, J. Kováč, S. Roth, J. Füzér, P. Kollár, L. K. Varga: The soft magnetic properties and temperature stability of Co₇₂-XFeZr₈B₂₀ metallic glasses, *Acta physica polonica a*, 113 (2008) 83-86
- A.2.5. P. Kollár, J. Bednarčík, S. Roth, Grahl H. and J. Eckert: Structure and magnetic properties of hot pressed Co-based powder *J. Magn. Magn. Mater.*, 278 (2004) 373-378
- A.2.6. J. Bednarčík, S. Roth, J. Degmová, P. Kollár, J. Eckert: Hot pressed Co-based soft magnetic bulk materials, *Proceeding of SMM '16 conference, Düsseldorf, Germany*, (2004) 537-541
- A.2.7. J. Bednarčík, J. Kováč, P. Kollár, S. Roth, P. Sovák, J. Balcerski, K. Polanski and T. Švec., Crystallization of CoFeSiB metallic glass induced by long-time ball milling, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 337 (2004) 42-47
- A.2.8. J. Bednarčík, Burkel E., Saksl K., P. Kollár, S. Roth, Mechanically induced crystallization of an amorphous CoFeZrB alloy, *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, 100 (1): Art. No. 014903 JUL 1 2006
- A.2.9. J. Füzér, J. Bednarčík, P. Kollár, Soft magnetic properties of bulk amorphous Co-based samples, *acta physica slovacica*, 56 (2006) 119-122
- A.2.10. J. Kováč, J. Bednarčík, P. Kollár, M. Konč, K. Polanski: The magnetic properties and structure of Co_{70.3}Fe_{4.7}Si₁₀B₁₅ powder prepared by ball milling, *phys. stat. sol. (a)*, 196 (2003) 209
- A.3.1. D. Olekšáková, J. Füzér, P. Kollár, T. Švec., J. Kováč, J. Briančin, K. Polanski: Structure and magnetic properties of powder permalloy Fe-Ni, *Czech. J. Phys.* 54, (2004) 93-95
- A.3.2. P. Kollár, D. Olekšáková, J. Füzér, J. Kováč, S. Roth and K. Polański, The magnetic properties of powdered and compacted microcrystalline permalloy, *J. Magn. Magn. Mater.*, 310 (2007) 2609-2611
- A.3.3. P. Kollár, J. Bednarčík, J. Füzér, D. Olekšáková: Soft magnetic materials in a bulk form prepared by powder compaction, *Czech. J. Phys.*, 54 (2004) 67-72
- A.3.4. D. Olekšáková, P. Kollár, J. Füzér, J. Bednarčík and S. Roth, Magnetic Properties of Crystalline NiFe Alloy Prepared by High-Energy Ball Milling and Compacting, *Acta physica polonica a*, 118 (2010) 797-799
- A.3.5. D. Olekšáková, S. Roth, P. Kollár and J. Füzér, Soft magnetic properties of NiFe compacted powder alloys, *J. Magn. Magn. Mater.*, 304 (2006) e730-e732
- A.3.6. D. Olekšáková, P. Kollár, J. Füzér, M. Kusý, Structure and magnetic properties of hot pressed

- NiFe Powder, *Acta physica polonica a*, 113 (2008) 75-78
- A.3.7. J. Füzér, P. Kollár, D. Olekšáková, S. Roth: AC magnetic properties of the bulk Fe–Ni and Fe–Ni–Mo soft magnetic alloys prepared by warm compaction, *Journal of Alloys and Compounds*, 483 (2009) 557-559
- A.3.8. D. Olekšáková, J. Füzér, P. Kollár, S. Roth, Components of the Core Losses under Low Frequency Magnetic Field of the Bulk Ni-Fe Compacted Powder Material, *J. Magn. Magn. Mater.*, 333 (2013) 18-21
- A.3.9. D. Olekšáková, P. Kollár, J. Füzér, M. Kusý, S. Roth and K. Polanski, The influence of mechanical milling on structure and soft magnetic properties of NiFe and NiFeMo alloys, *J. Magn. Magn. Mater.*, 316 (2007) e838-e841
- A.4.1. P. Kollár, J. Füzér, R. Bureš, M. Fáberová, AC Magnetic Properties of Fe-Based Composite Materials, *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 46 (2010), 467-470
- A.4.2. P. Kollár, Z. Birčáková, J. Füzér, J. Füzérová, R. Bureš, M. Fáberová, Wide Frequency Range AC Magnetic Properties of Fe-Based Composite Materials, *Acta physica polonica a*, 118 (2010) 759-761
- A.4.3. P. Kollár, Z. Birčáková, J. Füzér, R. Bureš, M. Fáberová, Power loss separation in Fe-based composite materials, *J. Magn. Magn. Mater.*, 327 (2013) 146-150
- A.4.4. P. Kollár, V. Vojtek, Z. Birčáková, J. Füzér, R. Bureš, M. Fáberová, Steinmetz law in iron-phenolformaldehyde resin soft magnetic composites, *Jurnal of Manetism and Magnetic Materials* 353 (2014) 65–70
- A.4.5. P. Kollár, L. Hegedüs, J. Füzér, R. Bureš and M. Fáberová, AC Magnetic Properties of Vitroperm Based Composite Materials, *Acta physica polonica a*, 118 (2010) 787-789
- A.4.6. Z. Birčáková, P. Kollár, V. Vojtek, R. Bureš, M. Fáberová, Influence of Vitroperm content on the energy losses in composite materials based on the mixture of two ferromagnets, *Acta physica polonica a*, accepted for publication

10 Zoznam najdôležitejších prác súvisiacich s problematikou práce

1. P. Kollár, J. Kováč, J. Füzér, P. Sovák, E. Pancuráková, M. Konč: The structure and magnetic properties of a powder FeCuNbSiB material, *J. Magn. Magn Mater.* 215-216 (2000), 560-562
2. P. Kollár, P. Petrovič, E. Fechová, J. Füzér, M. Konč, J. Kováč: The structure and magnetic properties of Fe-Si-Cu-Nb-B powder prepared by mechanochemical way, *J. of Mat. Sci. and Process.*, 8 (2000) 301-304
3. E. Fechová, J. Kováč, P. Kollár, J. Füzér, M. Konč: The structure and magnetic properties of powder Finemet materials, *Materials science forum*, 60-3 (2001) 577-582
4. P. Sovák, E. Fechová, P. Kollár, V. Kavečanský, P. Horňák: Influence of long milling time on the structure of FINEMET type powders *phys. stat. sol., (a)* 189 (2002) 747-751
5. J. Kováč, P. Petrovič, E. Fechová, J. Füzér, P. Kollár: Magnetic properties of FINEMET type powder prepared by the long time milling, *phys. stat. sol., (a)* 189 (2002) 859-863
6. J. Füzér, P. Kollár, P. Petrovič, I. Tóth, V. Kavečanský, J. Kováč, T. Švec: The structure and magnetic properties of Fe-Si powder prepared by ball milling, *phys. stat. sol. (a)*, 196 (2003) 229-231
7. K. Brzózka, B. Górká, M. Gawroński, T. Szumiata, D. Olekšáková, P. Kollár: Examination of phases in milled Fe-Ni alloys by Mossbauer spectrometry, *Czech. J. Phys.*, 54 (2004) 145-148
8. K. Brzózka, T. Szumiata, M. Gawroński, B. Górká, P. Kollár, P. Petrovič: Mossbauer spectroscopy temperature investigations of Fe-Si-C-Nb-B powder, *Czech. J. Phys.*, 54 (2004) 193-196
9. J. Degmová, I. Tóth, J. Bednarčík, P. Kollár: The influence of ball-milling on structural and magnetic properties of Co-based powders, *Czechoslovak Journal of Physics*, 55 (2005) 791-801
10. K. Brzózka, P. Kollár, T. Szumiata, B. Górká, M. Gawroński: Structural evolution of ball-milled permalloy, *Hyperfine Interactions*, 168 (2006) 1091-1096
11. J. Füzér, J. Bednarčík, P. Kollár and S. Roth: Structure and soft magnetic properties of the bulk samples prepared by compaction of the mixtures of Co-based and Fe-based powders, *J. Magn. Magn Mater.*, 316 (2007) e834-e837
12. J. Füzér, D. Olekšáková, K. Saksl, P. Kollár, S. Roth: Soft magnetic properties in bulk permalloy alloys fabricated by a warm consolidation, *Acta physica polonica a*, 113 (2008) 59-62
13. T. Szumiata, M. Gzik-Szumiata, K. Brzózka, M. Gawroński, B. Górká, P. Kollár, D. Olekšáková, K. Polanski, W. Szmaja: Influence of Milling and Compaction Processes on Magnetic Properties of FeCo Powder, *Acta physica polonica a*, 115 (2009) 403-405
14. J. Füzér, P. Kollár, J. Füzérová, S. Roth: Soft magnetic properties of nanostructured vitroperm alloy powder cores, *IEEE Transactions on Magnetics* 46 (2010) 471-474
15. J. Bednarčík, S. Michalík, P. Kollár and S. Roth: Influence of Ball Milling on the Local Atomic Structure of an Amorphous CoFeSiB Alloy, *Acta Physica Polonica A*. 118 (2010) 825-826
16. J. Füzérová, J. Füzér, P. Kollár, L. Hegedüs, R. Bureš, M. Fáberová: Analysis of the complex permeability versus frequency of soft magnetic composites consisting of iron and Fe 73Cu 1Nb 3Si 16B 7, *IEEE Transactions on Magnetics*, 48 (2012) 1545-1548
17. M. Strečková, L. Medvecký, J. Füzér, P. Kollár, R. Bureš, M. Fáberová: Design of novel soft magnetic composites based on Fe/resin modified with silica, *Materials Letters*, 101 (2013) 37-40
18. J. Füzérová, J. Füzér, P. Kollár, R. Bureš, M. Fáberová: Complex permeability and core loss of soft magnetic Fe-based nanocrystalline powder cores, *J. Magn. Magn Mater.*, 345 (2013) 77-81
19. J. Füzér, J. Bednarčík, P. Kollár: Soft magnetic properties of bulk amorphous Co-based samples, *acta physica slovacica*, 56 (2006) 119-122

11 Zoznam citácií na práce zahrnuté do dizertácie

Zoznam citácií WOS

The structure and magnetic properties of a powder FeCuNbSiB material, Kollar, P; Kovac, J; Fuzer, J; et al., J. Magn. Magn. Mater. 215 560-562 2000

1. Nowosielski, R; Wyslocki, JJ; Wnuk, I; et al., Journal of materials processing technology 175 324-329 2006
2. Yang, QM; Wang, LL; Sun, DC, acta physica sinica 54 5730-5737 2005
3. Nowosielski, R; Wyslocki, JJ; Wnuk, I; et al., Journal of materials processing technology 162 242-247 2005
4. Fang, YZ; Wu, FM; Wu, WH; et al., Chinese science bulletin 49 Issue: 18 1900-1905 SEP 2004
5. Fang, YZ; Wu, WH; Zheng, JJ; et al., Book Series: Proceedings of the society of photo-optical instrumentation engineers (SPIE) 5774 65-68 2004

The structure and magnetic properties of powder finemet materials, Fechova, E; Kovac, J; Kollar, P; et al., Materials science forum 360-3 577-581 2001

6. Nowosielski, R; Dobrzanski, LA; Gramatyka, P; et al., Journal of materials processing technology 157 755-760 2004
7. Ziebowicz, B; Szewieczek, D; Dobrzanski, LA, Journal of materials processing technology 157 776-780 2004
8. Dobrzanski, LA; Nowosielski, R; Konieczny, J, Journal of materials processing technology 155 1943-1949 2004

Co-based soft magnetic bulk amorphous ferromagnets prepared by powder consolidation, Bednarcik, J; Kollar, P; Roth, S; et al., Physica status solidi a- 199 299-304 2003

9. Lu, Wei; Yan, Biao; Tang, Renjian, Journal of alloys and compounds 425 406- 2006
10. El-Eskandarany, M. Sherif; Inoue, A., Metallurgical and materials transactions a-physical metallurgy and materials science 37a 2231-2238 2006,
11. El-Eskandarany, MS; Inoue, A, Journal of materials research 21 976-987 2006
12. El-Eskandarany, MS; Omori, A; Inoue, A, Journal of materials research 20 2845-2853 2005

Influence of the long time milling on the structure and magnetic properties of the Fe-Cu-Nb-Si-B powder, Fechova, E; Kollar, P; Fuzer, J; et al., Materials science and engineering b-solid state materials for advanced technology 107 155-160 2004

13. Yang, W. M.; Liu, H. S.; Dun, C. C.; et al., Materials science and technology 28 1465- 2012
14. Sunol, J. J.; Saurina, J.; Bruna, P., Materials chemistry and physics 996-999 2009
15. Bonastre, Jordi; Chognon, Eddy; Escoda, Lluisa; et al., Physica Status Solidi C-Current Topics in Solid State Physics 6 2156-2159 2009
16. Zabransky, K.; Jiraskova, Y., Acta physica polonica A 113 123-126 2008
17. Farghali, Ahmed A.; Khedr, Mohamed H.; Khalek, Ahmed A. Abdel, Journal of materials processing technology 181 81-87 2007
18. Shen, TD; Schwarz, RB; Thompson, JD, Physical review B 72 Article Number: 014431 2005

Crystallization of CoFeSiB metallic glass induced by long-time ball milling, Bednarcik, J; Kovac, J; Kollar, P; et al., Journal of non-crystalline solids 337 42-47 2004

19. Bolokang, A. S.; Phasha, M. J.; Camagu, S. T.; et al., International journal of refractory metals & hard materials 31 258-262 2012

20. Bolarin-Miro, A. M.; Sanchez-De Jesus, F.; Torres-Villasenor, G.; et al., *Journal of non-crystalline solids* 357 1705-1709 2011
21. Celegato, F.; Coisson, M.; Olivetti, E.; et al., *Physica status solidi a*- 205 1745-1748 2008
22. Wu, Jun Hua; Kim, Young Keun, *Physica status solidi a* 204 4087-4090 2007
23. Yoon, Jungbum; Park, Seung-young; Jung, Myung-Hwa; et al.
24. IEEE nanotechnology materials and devices conference 2006, 388-389 2006

Structure and magnetic properties of hot pressed Co-based powder, Kollar, P; Bednarcik, J; Roth, S; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 278 373-378 2004

25. Liu, Yapi; Yi, Yide; Shao, Wei; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 330 119-133 2013
26. Wang, Hongchao; Liu, Yan; Pan, Xiuhong; et al., *Journal of alloys and compounds* 477 291-294 2009
27. Lu, Wei; Yan, Biao, *Materials science forum* 534-536 1297-1300 2007
28. Lu, Wei; Yan, Biao; Tang, Renjian, *Journal of alloys and compounds* 425 406-410 2006
29. Guo Feng; Ba Shan; Li Deren; et al., *Rare metals* 25 458-461 006
30. El-Eskandarany, M. Sherif; Inoue, A., *Metallurgical and materials transactions a-physical metallurgy and materials science* 37a 2231-2238 2006
31. El-Eskandarany, MS; Inoue, A, *Journal of materials research* 21 976-987 2006
32. El-Eskandarany, MS; Omori, A; Inoue, A, *Journal of materials research* 20 2845-2853 2005

Mechanically induced crystallization of an amorphous CoFeZrB alloy, Bednarcik, J.; Burkel, E.; Saks, K, Kollar, P, Roth, S., *Journal of applied physics* 100 Issue: 1 Article Number: 014903 2006

33. Greer, A. L.; Cheng, Y. Q.; Ma, E., *Materials science & engineering r-reports* 74 71-132 2013
34. Vasylyev, M. O.; Tinkov, V. O.; Petrov, Yu M.; et al., *Metallofizika i noveishie tekhnologii* 33 135-143 2011
35. Csach, K.; Miskuf, J.; Jurikova, A.; et al., *Acta physica polonica a* 118 820-822 2010
36. Csach, K.; Miskuf, J.; Jurikova, A., *Journal of Physics Conference Series* 200 Article Number: UNSP 082002 2010
37. Mear, F. O.; Doisneau, B.; Yavari, A. R.; et al., *Journal of alloys and compounds* 483 256-259 2009
38. Pustkova, P.; Zmrhalova, Z.; Malek, J., *Thermochimica acta* 466 13-21 2007

Soft magnetic properties of NiFe compacted powder alloys, Oleksakova, D.; Roth, S.; Kollar, P.; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 304 E730-E732 2006

39. Schneeweiss, O.; David, B.; Zak, T.; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 310 E858-E860 007

The magnetic properties of powdered and compacted microcrystalline permalloy, Kollar, P.; Oleksakova, D.; Fuzer, J.; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 310 2609-2611 2007

40. Karimi, L.; Shokrollahi, H.; Karimi, Z.; et al., *Advanced powder technology* 24 653-658 2013
41. Bac, L. H.; Ryu, H. J.; Kim, B. K.; et al., *Journal of nanoscience and nanotechnology* 11 6433-6436 2011
42. Zabransky, K.; Schneeweiss, O.; Pizurova, N.; et al., *Acta physica polonica a* 118 785-786 2010
43. Bac, L. H.; Kim, J. S.; Kim, J. C., *Research on chemical intermediates* 36 795-800 2010
44. Bac, L. H.; Kwon, Y. S.; Kim, J. S.; et al., *Materials research bulletin* 45 352-354 2010

The influence of mechanical milling on structure and soft magnetic properties of NiFe and NiFeMo alloys, Oleksakova, Denisa; Kollar, P.; Fuzer, J.; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 316 E838-E841 2007

45. Yang, R. B.; Liang, W. F., *Journal of applied physics* 113 Article Number: 17A315 2013
46. Karimi, L.; Shokrollahi, H.; Karimi, Z.; et al., *Advanced powder technology* 24 653-658 2013

47. Neamtu, B. V.; Isnard, O.; Chicinas, I.; et al., *Journal of alloys and compounds* 509 3632-3637 2011
48. Popa, Florin; Isnard, Olivier; Chicinas, Ionel; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 322 1548-1551 2010

Structural and magnetic properties of mechanically alloyed FeCo powders, Zelenakova, A.; Oleksakova, D.; Degmova, J, Kovac, J, Kollar, P, Kusy, M, Sovak, P., *J. Magn. Magn. Mater.* 316 E519-E522 2007

49. La, Peiqing; Wang, Hongding; Liu, Xuemei; et al., *Philosophical magazine* 93 2207-2218 2013
50. XLaala-Bouali, H.; Bentayeb, F-Z; Loudi, S.; et al., *Advanced powder technology* 24 168-174 2013
51. Nasibi, Sh; Shokrollahi, H.; Karimi, L.; et al., *Powder technology* 228 404-409 2012
52. Poudyal, Narayan; Rong, Chuanbing; Zhang, Ying; et al., *Journal of alloys and compounds* 521 55-59 2012
53. Loureiro, J. M.; Batista, A. C.; Khomchenko, V. A.; et al., *Powder diffraction* 26 267-272 2011
54. Azizi, A.; Yourdkhani, A.; Koohestani, H.; et al., *Powder technology* 208 623-627 2011
55. Petean, I.; Arghir, G.; Tomoaia-Cotisel, M.; et al., *Journal of optoelectronics and advanced materials* 12 2119-2125 2010
56. Moumeni, Hayet; Nemamcha, Abderrafik; Alleg, Safia; et al., *Materials chemistry and physics* 122 439-443 2010
57. Li Hai-bo; Xu Shi-chong; Liu Mei; et al., *Chemical research in chinese universities* 26 344-347 2010
58. Bhoi, B.; Srinivas, V.; Singh, Vidyadhar, *Journal of alloys and compounds* 496 423-428 2010
59. Yusop, Masleeyati; Zhang, Deliang; Wilson, Marcus; et al., *International journal of modern physics B* 23 1383-1388 2009

Soft magnetic properties in bulk permalloy alloys fabricated by a warm consolidation, Fuzer, J.; Kollar, P.; Oleksakova, D.; et al., *Acta physica polonica A* 113 59-62 2008,

60. Wojtaszek, M.; Chyla, P.; Sleboda, T.; et al. *Archives of metallurgy and materials* 57 Issue: 2 627-635 2012

AC magnetic properties of the bulk Fe-Ni and Fe-Ni-Mo soft magnetic alloys prepared by warm compaction, Fuzer, J.; Kollar, P.; Oleksakova, D.; et al., *Journal of alloys and compounds* 483 557-559 2009

61. Azadehranjbar, S.; Karimzadeh, F.; Enayati, M. H.; et al., *International journal of modern physics B* 27 Article Number: 1350102 2013
62. Yang, R. B.; Liang, W. F., *Journal of applied physics* 113 Article Number: 17A315 2013
63. Karimi, L.; Shokrollahi, H.; Karimi, Z.; et al., *Advanced powder technology* 24 653-658 2013
64. Maweja, Kasonde; Phasha, M. J.; Choenyane, L. J., *International journal of refractory metals & hard materials* 30 78-84 2012
65. Besmel, R.; Ghaffari, M.; Shokrollahi, H.; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 323 2727-2733 2011
66. Karimi, L.; Shokrollahi, H., *Journal of alloys and compounds* 509 6571-6577 2011
67. Liu, X. G.; Ou, Z. Q.; Geng, D. Y.; et al., *Journal of alloys and compounds* 506 826-830 2010
68. Duan, Yuping; Gu, Shuchao; Wen, Ming; et al., *European physical journal B* 86 Article Number: 438 2013

AC Magnetic Properties of Fe-Based Composite Materials, Kollar, Peter; Fuzer, Jan; Bures, Radovan; et al., *IEEE transactions on magnetics* 46 467-470 2010

69. A Henaux, C.; Nogarede, B.; Harribey, D., *IEEE transactions on magnetics* 48 2035-2043 2012
70. Perigo, E. A.; Nakahara, S.; Pittini-Yamada, Y.; et al., *J. Magn. Magn. Mater.* 323 1938-1944 2011

Soft Magnetic Properties of Nanostructured Vitroperm Alloy Powder Cores, Fuzer, Jan; Kollar, Peter; Fuzerova, Jana; et al., IEEE transactions on magnetics 46 471-474 2010

71. Liu, Yapi; Yi, Yide; Shao, Wei; et al., J. Magn. Magn. Mater. 330 119- 2013

72. Chang, Yeong-Hwa; Hsu, Chang-Hung; Chu, Huei-Lung; et al., IEEE Transactions on magnetics 47 2776-2779 2011

73. Ahmadi, Behzad; Chazal, Herve; Waeckerle, Thierry; et al., IEEE transactions on magnetics 46 4001-4008 2010

74. Bidulsky, R.; Grande, M. Actis; Ferraris, L.; et al., Journal of optoelectronics and advanced materials 12 1356-1359 2010

Wide Frequency Range AC Magnetic Properties of Fe-Based Composite Materials, Kollar, P.; Bircakova, Z.; Fuzer, J.; et al., Acta physica polonica A 118 759-761 2010

75. de la Barriere, O.; Appino, C.; Fiorillo, F.; et al., IEEE transactions on magnetics 49 1318-1326 2013

Zoznam citácií Scopus

- Oleksakova D., Kollar P., Fuzer J., Kusy M., Roth S., Polanski K., The influence of mechanical milling on structure and soft magnetic properties of NiFe and NiFeMo alloys, *J. Magn. Magn. Mater.*, 316 (2007)
76. Hadeif, F., Otmani, A., Djekoun, A., Grenèche, J.M., *J. Magn. Magn. Mater.* 343 214-220 2013
77. Zhang, C.-P., Lei, B.-X., Li, Z., *Nami Jishu yu Jingmi Gongcheng/Nanotechnology and Precision Engineering* 10 (1) 36-45 2012
78. Karimi, L., Shokrollahi, H., *Journal of Alloys and Compounds* 509 (23), 6571-6577 2011
79. Hamzaoui, R., Guessasma, S., Elkedim, O., *Journal of Alloys and Compounds* 462 (1-2) 29-37 2008
- Fechova E., Kollar P., Fuzer J., Kovac J., Petrovic P., Kavecansky V., The influence of the long time milling on the structure and magnetic properties of the Fe-Cu-Nb-Si-B powder, *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*, 107 (2) 155-160 (2004)
80. Willard, M.A., Daniil, M. *Handbook of Magnetic Materials* 21 173-342 2013
- Zelenakova A., Oleksakova D., Degmova J., Kovac J., Kollar P., Kusy M., Sovak P., Structural and magnetic properties of mechanically alloyed FeCo powders, *J. Magn. Magn. Mater.*, 316 (2007)
81. Bergheul, S., Otmane, F., Azzaz, M., *Advanced Powder Technology* 23 (5) 580-582 2012
82. Akkouche, K., Guittoum, A., Boukherroub, N., Souami, N., *J. Magn. Magn. Mater.* 323 (21), 2542-2548 2011
83. Li, H.-B., Xu, S.-C., Liu, M., Ming, M., Yin, J.-Z., *Chemical Research in Chinese Universities* 26 (3) 344-347 2010
84. Ahmed, J., Kumar, B., Mugweru, A.M., Trinh, P., Ramanujachary, K.V., Lofland, S.E., Govind, Ganguli, A.K., *Journal of Physical Chemistry C* 114 (44) 18779-18784 2010
85. Xu, S., Liu, M., Zhang, W., Yin, J., Li, J., Li, H., *Fuhe Cailiao Xuebao/Acta Materiae Compositae Sinica* 26 (6) 128-132 2009
86. Fridman, Yu.A., Klevets, Ph.N., Voytenko, A.P., *J. Magn. Magn. Mater.* 320 (24) 3370-3377 2008

12 História vzniku práce a podiel autora na spoločných publikáciách

Predkladaná dizertačná práca pozostáva z výberu publikácií, na ktorých je autor dizertácie spoluautorom. Mnohé publikácie vypracoval autor dizertácie, alebo jeho študenti (bakalárskeho, magisterského a doktorandského štúdia) a členovia výskumného kolektívu pod jeho vedením. Podiel autora dizertácie spočíva na výbere tematiky a zamerania výskumu, na rozhodujúcich aktivitách pri budovaní experimentálnych zariadení na meranie magnetických vlastností pri premagnetovaní v kvazistatickom režime a v striedavých magnetických poliach, na interpretácií získaných experimentálnych výsledkov a na zostavovaní publikácií. Výber prác je doplnený zjednocujúcim komentárom v prvej časti práce. Súbor prác je pre zlepšenie zrozumiteľnosti doplnený krátkym opisom experimentálnych metodík, vedeckými cieľmi a stručným opisom stavu poznania a najdôležitejších výsledkov.

Publikované výsledky vznikli na pozadí riešenia nasledovných vedeckých projektov:

1. VEGA 1/8040/01, 2001-2003, Štruktúra a magnetické vlastnosti amorfných a jemnozrnných feromagnetík, zodpovedný riešiteľ.
2. VEGA 1/1021/04, 2004-2006, Štruktúra a magnetické vlastnosti magneticky mäkkých práškových a kompaktovaných feromagnetík, zodpovedný riešiteľ.
3. APVT – 20-008404, 2005-2007, Štúdium štruktúrnych a magnetických vlastností nanofázových a amorfných systémov na báze 3d prechodových prvkov Fe, Co, Ni, zodpovedný riešiteľ
4. VEGA 1/4020/07, 2007-2009, Štruktúra a magnetické vlastnosti magneticky mäkkých práškových a kompaktovaných feromagnetík, zodpovedný riešiteľ.
5. VEGA 1/0311/10, 2010-2011, Magnetické vlastnosti častíc, práškov a kompozitov, zodpovedný riešiteľ.
6. VEGA 1/0861/12, 2012-2015, Vplyv interakcie feromagnetických častíc na báze železa na magnetické vlastnosti kompozitných materiálov, zodpovedný riešiteľ.
7. APVV – 0222-10, 1.5.2011-30.10.2014, Mikroštruktúra a vlastnosti práškových mikro- a nano-kompozitných materiálov pre stredofrekvenčné magnetické aplikácie (Hlavný riešiteľ ÚMV SAV-doc. Ing. Eva Dudrová, CSc.), zodpovedný riešiteľ za partnera UPJŠ

Výsledky predkladanej dizertačne práce boli získane za súčasného pôsobenia autora ako školiteľa a školiteľa špecialistu doktorandského štúdia

Školiteľ

1. RNDr. Erika Fechová, PhD. - ukončila v r. 2003.
2. RNDr. Adriana Zeleňáková, PhD. - ukončila v r. 2004,
3. RNDr. Jozef Bednarčík, PhD. - ukončil v r. 2005,
4. RNDr. Denisa Olekšáková, PhD. - ukončila v r. 2007,

Pomocný školiteľ,

1. RNDr. Ján Füzér, PhD. - ukončil v r. 2000.

a vedúceho diplomovej a bakalárskej práce:

1. RNDr. Zuzana Birčáková: diplomová práca obhájená v r. 2011
2. Bc. Vladimír Vojtek: bakalárska práca obhájená v r. 2012

13 Summary

Dissertation is devoted to the characterization of progressive powder, compacted and composite materials with specific magnetic properties. These soft magnetic materials are suitable for application in dc and low and medium frequency range ac magnetic fields.

We have shown the possibility of preparation of powder material suitable as precursor for preparation of soft magnetic material by compaction. The structure of the powder can be nanocrystalline (for instance Fe-Cu-Nb-Si-B alloys), microcrystalline (for example, Ni-Fe alloys) or amorphous (Co based alloys).

It is advantageous to choose a material with zero or near-to-zero magnetostriction, because in such materials structural defects do not introduce any anisotropy through material mechanical stress, worsening the soft magnetic properties of the material.

Single-phase powder material is considered to be the most suitable precursor for the preparation of 3D ferromagnetic material samples by compaction, since the domain walls can move easily in the magnetic reversal process and are not hindered on small areas formed by another phase acting as pinning centres.

Compacting the ferromagnetic powder material under appropriate conditions (as temperature, pressure, pressing time), can restore the magnetic "contact" between the ferromagnetic particles, what is responsible for creation of the 3D soft magnetic material with comparable properties as for the material of the same structure and chemical content.

In contrast with powdered material, in which the process of magnetic polarization rotation is the predominant magnetization process, after compaction domain wall displacement is more important magnetization process.

Heat treatment applied after pressing of the metal powders significantly improves the soft magnetic properties of ferromagnetic powder compacted materials.

Soft magnetic composites consisting of ferromagnetic particles insulated by thin non-conductive layer are a good candidate for applications in medium frequency ac magnetic fields, due to reduced eddy current losses component.

Anomalous loss component contributes to the total energy losses linearly with the increase of the frequency, in contrast to the ferromagnetic material in the form of sheet, when the anomalous loss depends on the frequency according to the function $f^{1/2}$.

It is essential to reduce the electrical conductivity of the composite material, to add a sufficient amount of insulating material to the ferromagnetic material. In opposite, this causes an increase in the distance between the ferromagnetic particles, resulting in the formation of the local demagnetizing field around the particle and consequently lowering the permeability.

Hysteresis energy loss of the soft magnetic composite material based on iron depends on the maximum induction in a wide range of maximum induction under Steinmetz law with exponent equal to the value of about 1.5. For the hysteresis energy loss of the composite material in small magnetic field (range of validity of Rayleigh law) is the exponent equal to 3.

Резюме

Диссертация посвящена характеристике прогрессивных порошковых компактных и композиционных материалов со специфическими магнетическими свойствами. Эти материалы имеют магнетические свойства магнитомягких ферромагнетических материалов и являются соответственными для использования при квазистатическом перемагничивании и перемагничивании при низких частотах и в области средних частот.

Мы продемонстрировали, что механическим измельчением возможно изготовить порошковый ферромагнетический материал, подходящий как заготовка для изготовления прессованного магнитомягкого материала. Структура порошка может быть нанокристаллическая (например, сплавы типа Fe-Cu-Nb-Si-B), микрокристаллическая (напр., сплавы Ni-Fe), или аморфная (сплавы на основе Co).

Было бы выгодно выбрать материал с нулевой или почти нулевой магнитострикцией, потому что структурные дефекты, которые создают механическое напряжение, не создают у таких материалов анизотропию, которая негативно воздействует на его магнетические свойства.

Однофазовый порошковый материал считается самой выгодной заготовкой для изготовления 3D проб ферромагнетического материала процессом уплотнения, потому что доменные стенки в процессе перемагничивания могут легко перемещаться и одновременно не зацепляются на центрах зацепления малых областей, которые создаются другой фазой.

Уплотнение ферромагнетического порошкового материала при благоприятных условиях (температура, давление, длительность процесса прессования), может возобновить магнетический "контакт" между ферромагнетическими частицами, который ведет к возникновению магнетических свойств магнитомягкого трехмерного материала с магнетическими свойствами сравнимыми с магнетическими свойствами материала, изготовленного литьем (с таким же химическим составом и структурой).

В отличие от порошкового материала, в котором процесс ротации вектора магнитной поляризации является преобладающим процессом намагничивания, после процесса прессования доминирующим процессом намагничивания становится перемещение доменных стенок.

Термическая обработка, которая применяется после процесса прессования металлических порошков, явно улучшает магнитомягкие свойства ферромагнетических порошковых компактных материалов.

Магнитомягкие композиты, которые состоят из ферромагнетических частиц, которые изолированы тонким изоляционным слоем, являются подходящими материалами для использования в системах, которые нуждаются в перемагничивании на средних частотах переменного магнитного поля в результате сокращения части потерь, причиной которых являются вихревые токи.

Аномальная часть потерь увеличивает общие энергетические потери пропорционально к увеличению частоты в отличие от ферромагнетических материалов в виде полос, при которых аномальные потери зависят от частоты по функции $f^{1/2}$.

Для уменьшения электрической проводимости композиционного материала необходимо, чтобы он содержал достаточное множество изоляционного материала. С другой стороны, это вызывает увеличение расстояния между ферромагнетическими частицами, что приводит к образованию локального демагнетического поля в среде частиц и, соответственно, к снижению магнитной проницаемости.

Гистерезисные энергетические потери магнитомягкого композиционного материала на основе железа зависят от величины максимальной индукции в широкой шкале максимальной индукции по закону Штейнмеца со степенью равной приблизительно 1,5, в области действия закона Рэйли со степенью равной 3

