

PACS numbers: 68.35.Dv, 68.37.Ef, 81.40.Rs

УСТРАНЕНИЕ АГРЕГИРОВАНИЯ ФЕРРОМАГНИТНЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

*А.С. Кузема*¹, *П.А. Кузема*²

¹ Сумский национальный аграрный университет,
ул. Кирова, 160, 40021, Сумы, Украина
E-mail: nikonorov@ukr.net

² Институт химии поверхности им. А.А. Чуйко НАН Украины,
ул. Генерала Наумова, 17, 03164, Киев, Украина

Описано устройство для приготовления препаратов высокодисперсных ферромагнитных порошков, в том числе микропорошков для постоянных магнитов, магнитных носителей информации, продуктов износа деталей машин и механизмов, находящихся в смазочных материалах, при исследовании этих материалов методами световой и электронной микроскопии. Устройство устраняет слипаемость ферромагнитных частиц и повышает достоверность результатов исследований таких объектов. Изложена методика использования устройства и приведены примеры его применения для исследования различных материалов.

Ключевые слова: ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ФЕРРОМАГНИТНЫЕ ЧАСТИЦЫ, АГРЕГИРОВАНИЕ, УЛЬТРАЗВУК, МАГНИТНОЕ ПОЛЕ.

(Получено 01.07.2011, опубликовано online 30.12.2011)

Высокодисперсные металлы и сплавы на их основе широко используются в различных областях науки, техники и технологии [1]. Важнейшими техническими показателями ферромагнитного порошка являются размеры и форма частиц, контроль которых обычно осуществляют методом электронной микроскопии [2]. Достоверность получаемых при этом результатов во многом определяется качеством приготовленных препаратов, которое трудно сделать высоким из-за агрегирования частиц порошка вследствие магнитного взаимодействия между ними [3]. Образование порошковых сгустков затрудняет интерпретацию оптических и электронно-микроскопических изображений, поскольку при этом маскируется форма и строение отдельных частиц, соотношение их размеров и взаимное расположение элементов их структуры. Указанные трудности можно устранить путём одновременного воздействия на препарат магнитным полем и ультразвуком. При этом используются силы отталкивания между одноименными полюсами намагниченных частиц порошка и эффект уменьшения сцепления частиц в ультразвуковом поле [4].

Практическая реализация этого воздействия осуществляется с помощью устройства, используемого совместно с ультразвуковым диспергатором «УЗДН-2Т» или «УЗДН-А» [5]. Конструктивно это устройство (Рис. 1) представляет собой конусообразную насадку к излучателю диспергатора. Насадка выполнена из нержавеющей стали. С одного конца насадки 1 установлен на амортизирующих прокладках 2 осесимметричный магнит 3

из сплава самарий-кобальт. Магнит ориентирован таким образом, что силовые линии магнитной индукции перпендикулярны рабочей торцевой поверхности насадки. Другим концом насадка крепится на блоке излучателей диспергатора. Размер насадки выбран таким, чтобы она вместе с рабочим излучателем диспергатора составляли механическую резонансную систему на частоте ультразвуковых колебаний. Кольцевая проточка на головке насадки служит для установки пружинного прижима из немагнитного материала для удержания плёнки-подложки на рабочей поверхности насадки. Постоянный магнит, расположенный в насадке, создаёт магнитную индукцию B , величина которой изменяется в зависимости от расстояния h до торцевой поверхности насадки таким образом, как показано на Рис. 2.

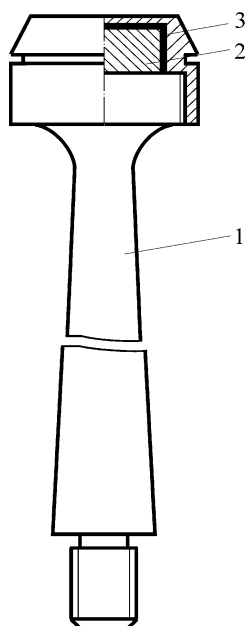


Рис. 1 – Схема устройства:
1 – насадка; 2 – амортизирующие прокладки; 3 – магнит

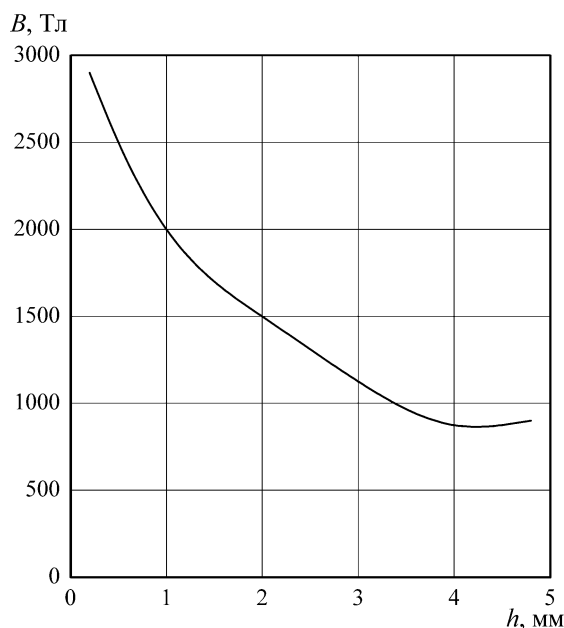


Рис. 2 – График изменения магнитной индукции у торцевой поверхности насадки

Для использования устройства в центре излучающей поверхности насадки (Рис. 3) в зоне действия однородного магнитного поля магнита 1 с помощью пружинного прижима укрепляют плёнку-подложку 2. Индукция магнитного поля в месте расположения плёнки-подложки выбирается такой, чтобы исследуемое ферромагнитное вещество намагничивалось до насыщения. Затем наносят на плёнку-подложку ферромагнитный порошок или его суспензию в летучей жидкости. При воздействии магнитного поля, созданного магнитом 1, на частицы 3 ферромагнитного вещества на их концах возникают магнитные полюса, которые создают магнитное поле, частично замыкающееся вне частицы. При этом возникают силы отталкивания между одноимёнными полюсами частиц и силы притяжения между разноимёнными полюсами частиц и постоянного магнита. Существуют также силы трения между частицами.

Под воздействием этой системы сил частицы ферромагнитного порошка выстраиваются в цепи (Рис. 3а), ориентируясь вдоль силовых линий внешнего поля магнита. При наложении на плёнку-подложку ультразвуковых вибраций силы трения между частицами уменьшаются, и они устремляются к магниту, одновременно отталкиваясь друг от друга. При этом частицы «растекаются» по плёнке-подложке и располагаются изолированно друг от друга (Рис. 3б). Избыток частиц скапливается на краю рабочего торца насадки в зоне действия неоднородного магнитного поля.

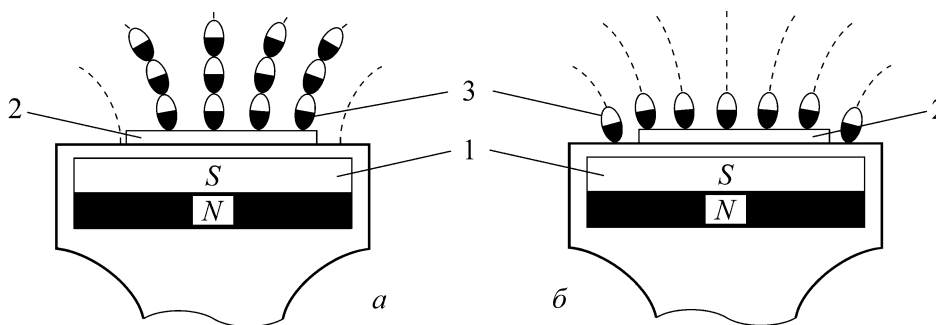


Рис. 3 – Расположение частиц порошка в поле постоянного магнита: а – без ультразвука; б – с применением ультразвука

В целях обеспечения длительной эксплуатации насадки укажем некоторые особенности методики её использования. Насадку устанавливают на блоке излучателей диспергатора рабочей поверхностью вверх. Для приготовления препарата плёнку-подложку укрепляют в центре торцевой поверхности насадки. При этом между острием пружинного прижима и плёнкой-подложкой помещают прокладку из тонкой резины диаметром около одного миллиметра. Затем на плёнку-подложку наносят ферромагнитный порошок так, чтобы он покрыл её поверхность. После этого включают ультразвуковой диспергатор, предварительно настроенный в резонанс с излучателем, и, плавно увеличивая мощность, подводимую к излучателю, добиваются «растекания» порошка по торцевой поверхности насадки, после чего диспергатор выключают. Затем подложку снимают и закрепляют на ней частицы напылением угольной плёнки. Этим достигается уменьшение загрязнения объективной линзы микроскопа частицами магнитного порошка. Препарат готов к исследованию.

При всех манипуляциях с плёнкой-подложкой рекомендуется пользоваться немагнитным пинцетом. Резиновую прокладку и острие пружинного прижима следует располагать ближе к краю плёнки-подложки. Момент «растекания» порошка по торцевой поверхности насадки является критерием готовности препарата. Он может наступить при различных мощностях, подводимых к насадке, и зависит от коэффициента трения между частицами исследуемого магнитного порошка. По мере накопления навыка работы с устройством можно вместо применения пружинного прижима фиксировать плёнку-подложку немагнитной иглой. Плёнкой-подложкой может служить коллодиевая плёнка, укрепленная на поддерживающей сетке, или слюдяная пластинка. Последнюю можно использовать для препарирования суспензий магнитных порошков в летучей жидкости. Рекомендуется использовать свежеприготовленную коллодиевую плёнку.

Устройство позволяет оттенять исследуемый объект, находящийся в ориентирующем магнитном поле, ортогональном плоскости подложки. Для этого насадку вместе с укрепленной плёнкой-подложкой после распределения на ней частиц снимают с излучателя диспергатора и помещают в вакуумную напылительную установку, где и проводят оттенение каким-либо тяжёлым металлом. Не рекомендуется работа устройства в воздухе в течение более 10 секунд. Примеры использования устройства для исследования различных материалов приведены на Рис. 4. Помимо изучения свойств ферромагнитных порошков устройство может быть использовано для исследований в химии, биологии и медицине с целью обеспечения одновременного воздействия ультразвука и магнитного поля на объекты и процессы.

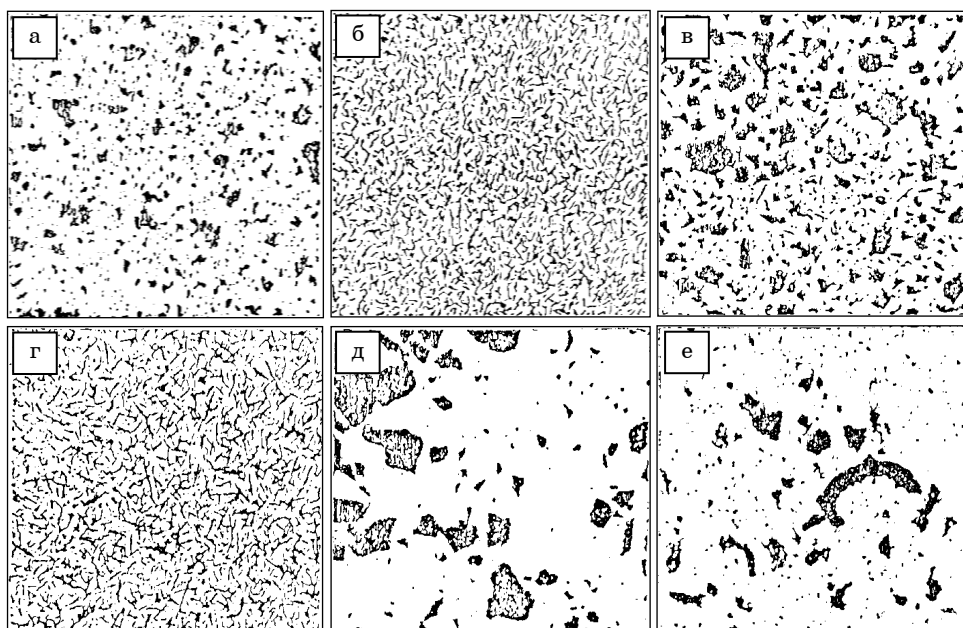


Рис. 4 – Микрофотографии высокодисперсных порошков: а – никель ($\times 15000$); б – частицы железа, полученные электролизом ($\times 10000$); в – феррит бария ($\times 5000$); г – окись железа ($\times 10000$); д – сплав самарий-кобальт ($\times 10000$); е – продукты износа деталей механизмов, извлечение из смазки ($\times 10000$)

ELIMINATION OF FERROMAGNETIC PARTICLES AGGREGATION FOR INVESTIGATION BY ELECTRON MICROSCOPY

*O.S. Kuzema*¹, *P.O. Kuzema*²

¹ Sumy National Agrarian University,
160, Kirov Str., 40021, Sumy, Ukraine
E-mail: nikonorov@ukr.net

² Chuiko Institute of Surface Chemistry of NAS of Ukraine,
17, General Naumov Str., 03164, Kyiv, Ukraine

It has been described the device for sample preparation of highly dispersed ferromagnetic powders including micropowders for permanent magnets, magnetic carriers, machine and mechanism components' wear products contained in lubricants for investigation of these materials by light and electron microscopy. The device eliminates the coalescence of ferromagnetic particles and improves reliability of the results of such objects investigation. The technique of such device application has been described and exemplified for various materials investigation.

Keywords: ELECTRON MICROSCOPY, FERROMAGNETIC PARTICLES, AGGREGATION, ULTRASOUND, MAGNETIC FIELD.

**УСУНЕННЯ АГРЕГУВАННЯ ФЕРРОМАГНІТНИХ ЧАСТИНОК ПРИ
ЕЛЕКТРОННО-МІКРОСКОПІЧНИХ ДОСЛІДЖЕННЯХ**

О.С. Кузема¹, П.О. Кузема²

¹ Сумський національний аграрний університет,
вул. Кірова, 160, 40021, Суми, Україна
E-mail: nikonorov@ukr.net

² Інститут хімії поверхні ім. О.О. Чуйка НАН України,
вул. Генерала Наумова, 17, 03164, Київ, Україна

Описано пристрій для приготування препаратів високодисперсних ферромагнітних порошків, у тому числі мікропорошків для постійних магнітів, магнітних носіїв інформації, продуктів зносу деталей машин і механізмів, що знаходяться у мастильних матеріалах, при дослідженні цих матеріалів методами оптичної та електронної мікроскопії. Пристрій усуває злипання ферромагнітних частинок і підвищує достовірність результатів досліджень таких об'єктів. Викладено методику використання пристрою та наведено приклади його застосування для дослідження різних матеріалів.

Ключові слова: ЕЛЕКТРОННА МІКРОСКОПІЯ, ФЕРРОМАГНІТНІ ЧАСТИНКИ, АГРЕГУВАННЯ, УЛЬТРАЗВУК, МАГНІТНЕ ПОЛЕ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Е.П. Котов, М.И. Руденко, *Ленты и диски в устройствах магнитной записи* (М.: Радио и связь: 1986).
2. P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland, *Electron Microscopy and Analysis* (London-NY: Taylor & Francis: 2001).
3. *Приборы и методы физического металловедения. Вып. 2* (ред. Ф. Вайнберг) (М.: Мир: 1974).
4. А.К. Дудченко, А.С. Кузема, И.Е. Гринько, Н.С. Лялько А.с. СССР № 1033904, кл. G01N1/28, 1983. Оpubл. БИ, № 29.
5. А.К. Дудченко, А.С. Кузема, И.Е. Гринько, *Приборы и техника эксперимента* **1**, 239 (1984).