



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102610349 A

(43) 申请公布日 2012.07.25

(21) 申请号 201210095867.0

B22F 1/02(2006.01)

(22) 申请日 2012.04.05

B22F 9/04(2006.01)

(71) 申请人 天通控股股份有限公司

地址 314412 浙江省嘉兴市海宁市盐官镇郭
店建设路 1 号

(72) 发明人 朱小辉 聂敏 柏海明 许佳辉

(74) 专利代理机构 浙江杭州金通专利事务所有
限公司 33100

代理人 吴关炳

(51) Int. Cl.

H01F 1/22(2006.01)

H01F 41/02(2006.01)

H01F 3/00(2006.01)

B22F 3/16(2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

一种 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法

(57) 摘要

本发明提供了一种 μ 90 铁硅铝磁粉心的制
造方法,包括熔炼、粗破碎、热处理、细破碎、退火
处理、粉末分级、粉末绝缘、压制成型、二次热处
理和涂层处理步骤,它的成分为二元系铁硅合金
添加铝,硅含量 9 ~ 10%,铝含量 5 ~ 6%,余量为
铁;熔炼温度 1600°C;模压成型压力 1900MPa;热
处理温度为 600 ~ 800°C,保温时间为 1 小时,氮
氧混合气氛。 $f=10\text{kHz}$, $B=1\text{mT}$ 时, $\mu=90 \pm 7.2$;
 $f=50\text{kHz}$, $B=50\text{mT}$ 时, 体积比损耗 $P_{cv} \leq 100\text{mW/cm}^3$;
外加直流偏置磁场为 1000e 时, 磁导率变化率不
大于 75%。本发明具有以下优势:所添加粘结剂为
一种固体无机粘结剂;成型后的热处理是在氮氧
混合气氛环境中保温 1 小时;制造出的磁粉心不
粉化、强度高、性能稳定,具有良好的直流偏置特
性、频率稳定特性和低损耗。

1. 一种 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法, 包括熔炼、粗破碎、热处理、细破碎、退火处理、粉末分级、粉末绝缘、压制成型、二次热处理和涂层处理步骤, 其特征是 :

- a. 熔炼 : 在中频感应炉中进行, 熔炼温度为 1600℃, 制成成分为硅含量 9.10wt%, 铝 5.95wt%, 余量为铁的合金铸锭 ;
- b. 粗破碎 : 将合金铸锭破碎成 20mm 以下的料块 ;
- c. 热处理 : 粗破碎料块置于氢气保护气氛的还原炉内, 1300℃ 保温 2 个小时 ;
- d. 细破碎 : 热处理料块经冷却后用鄂式破碎机破碎成 5mm 以下颗粒, 再用振动球磨机粉碎成 80 目以下合金粉末 ;
- e. 退火处理 : 合金粉末置于氢气氛保护的还原炉内, 900℃ 保温 90 分钟 ;
- f. 粉末分级 : 分级配比, 其中 -100 目占 15%, -200 目占 70%, -300 目占 25% ;
- g. 粉末绝缘 : 粉料预热至 50 ~ 120℃ 加入酸溶液钝化, 后加入粘结剂、绝缘剂和脱模剂 ;
- h. 压制成型 : 成型压力 1900MPa, 保压时间 15 ~ 30s ;
- i. 二次热处理 : 置于氮氧混合保护气氛中, 温度为 600 ~ 800℃, 保温时间为 1 小时 ;
- j. 涂层处理 : 在磁粉芯表面喷涂环氧树脂漆。

2. 根据权利要求 1 所述的 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法, 其特征是 : 粉末绝缘步骤中所述的钝化所加酸溶液为磷酸、尿素和甘油的水溶液, 所述磷酸、尿素和甘油的水溶液中磷酸 : 尿素 : 甘油 : 水的质量比为 1:4:7.5:12.5, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 3% ~ 8%。

3. 根据权利要求 1 所述的 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法, 其特征是 : 粉末绝缘步骤中所述的粘结剂为固体无机粘结剂, 所述的固体无机粘结剂是五氧化二钒、三氧化二钇、三氧化钼和五氧化二磷中的一种或几种以任意比的混合物, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 0.3% ~ 0.8%。

4. 根据权利要求 1 所述的 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法, 其特征是 : 粉末绝缘步骤中所述的绝缘剂为滑石粉或云母粉的任一种, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 0.6%。

5. 根据权利要求 1 所述的 μ 90 铁硅铝磁粉心的制造方法, 其特征是 : 粉末绝缘步骤中所述的脱模剂为硬脂酸锌, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 0.5%。

6. 根据权利要求 1、3、4 或 5 所述的 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法, 其特征是 : 粉末绝缘步骤中所添加粘结剂、绝缘剂和脱模剂均为干粉, 必须搅拌混合均匀。

7. 根据权利要求 1 所述的 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法, 其特征是 : 二次热处理步骤中所述的氮氧混合保护气氛中氧的体积含量为 10% ~ 15%, 余为氮。

一种 μ 90 铁硅铝磁粉芯的制造方法

技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金技术领域,具体为一种软磁铁硅铝 μ 90 磁粉芯的制造方法。

背景技术

[0002] 铁硅铝磁粉芯具有较高的 B_s ,在同等体积下可以实现更高电感,以减小器件的体积,且偏磁曲线具有准线性的特征使得磁芯具有软饱和特性;均匀分布式气隙可避免局域损耗;同时还具有良好的温度特性和抗机械冲击能力。由于铁硅铝磁粉芯具有以上优点成为开关电源和滤波器等用磁芯的上选材料。

[0003] 目前铁硅铝磁粉芯的制造方法包括:铁硅铝合金的冶炼——铁硅铝合金铸锭的粗破碎——热处理——合金粉末细破碎——退火处理——粉末分级配比——粉末绝缘——压制成型——热处理——涂层处理等步骤。于中频感应炉冶炼出硅含量 $8 \sim 12\%$,铝 $4 \sim 7\%$,余量为铁的合金铸锭,经过两次破碎和两次热处理制成性能稳定的合金粉末,之后按照一定的粒度混合,用重铬酸钾溶液进行钝化处理,形成包覆膜,再添加绝缘剂、粘结剂、脱模剂等,干燥后放入模具压制成型,进行热处理消除内应力和改善软磁性能,用环氧树脂漆对磁芯进行表面涂层。钝化时使用重铬酸钾溶液,会产生有毒的 Cr^{6+} ,污染环境;目前常采用树脂作粘结剂,添加树脂后需要再次干燥,且磁粉芯的热处理温度受树脂特性限制,热处理温度低不利于内应力的去除,同时磁粉芯在使用过程中会产生热老化现象。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题和提出的技术任务是克服现有铁硅铝磁粉芯制造方法中存在的上述技术缺陷,提出一种工艺更为便捷的制造方法。

[0005] 本发明所采取的技术方案是:

一种 μ 90 铁硅铝磁粉心的制造方法,包括熔炼、粗破碎、热处理、细破碎、退火处理、粉末分级、粉末绝缘、压制成型、二次热处理和涂层处理步骤,其特征是:

a. 熔炼:在中频感应炉中进行,熔炼温度为 1600°C ,制成成分为硅含量 9.10wt\% ,铝 5.95wt\% ,余量为铁的合金铸锭;

b. 粗破碎:将合金铸锭破碎成 20mm 以下的料块;

c. 热处理:粗破碎料块置于氢气保护气氛的还原炉内, 1300°C 保温 2 小时;

d. 细破碎:热处理料块经冷却后用鄂式破碎机破碎成 5mm 以下颗粒,再用振动球磨机粉碎成 80 目以下合金粉末;

e. 退火处理:合金粉末置于氢气保护的还原炉内, 900°C 保温 90 分钟;

f. 粉末分级:分级配比,其中 -100 目占 15%, -200 目占 70%, -300 目占 25%;

g. 粉末绝缘:粉料预热至 $50 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 加入酸溶液钝化,后加入粘结剂、绝缘剂和脱模剂;

h. 压制成型:成型压力 1900MPa ,保压时间 $15 \sim 30\text{s}$;

i. 二次热处理:置于氮氧混合保护气氛中,温度为 $600 \sim 800^{\circ}\text{C}$,保温时间为 1 小时;

j. 涂层处理 : 在磁粉芯表面喷涂环氧树脂漆。

[0006] 作为一种优选, 粉末绝缘步骤中所述的钝化所加酸溶液为磷酸、尿素和甘油的水溶液, 所述磷酸、尿素和甘油的水溶液中磷酸 : 尿素 : 甘油 : 水的质量比为 1:4:7.5:12.5, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 3% ~ 8%。

[0007] 作为一种优选, 粉末绝缘步骤中所述的粘结剂为固体无机粘结剂, 所述的固体无机粘结剂是五氧化二钒、三氧化二钇、三氧化钼和五氧化二磷中的一种或几种以任意比的混合物, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 0.3% ~ 0.8%。

[0008] 作为一种优选, 粉末绝缘步骤中所述的绝缘剂为滑石粉或云母粉的任一种, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 0.6%。

[0009] 作为一种优选, 粉末绝缘步骤中所述的脱模剂为硬脂酸锌, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 0.5%。

[0010] 作为一种优选, 二次热处理步骤中所述的氮氧混合保护气氛中氧的体积含量为 10% ~ 15%, 余为氮。

[0011] 为进一步的优选, 粉末绝缘步骤中所述的钝化所加酸溶液为磷酸、尿素和甘油的水溶液, 所述磷酸、尿素和甘油的水溶液中磷酸 : 尿素 : 甘油 : 水的质量比为 1:4:7.5:12.5, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 4%。

[0012] 为进一步的优选, 粉末绝缘步骤中所述的粘结剂为固体无机粘结剂, 所述的固体无机粘结剂是五氧化二钒、三氧化二钇、三氧化钼和五氧化二磷中的一种或几种以任意比的混合物, 加入量相当于铁硅铝合金粉末质量的 0.6%。

[0013] 为进一步的优选, 二次热处理步骤中所述的氮氧混合保护气氛中氧的体积含量为 12%, 余为氮。

[0014] 本发明中, 粉末绝缘步骤中所添加粘结剂、绝缘剂和脱模剂均为干粉, 必须搅拌混合均匀。

[0015] 与现有的制造方法相比, 本发明具有以下技术效果 :

(1) 所用钝化溶液为磷酸、尿素、甘油的水溶液, 该溶液无铬离子, 利于环保。钝化后磁粉芯粉末间绝缘层为一种含 P 的玻璃相结构, 耐高温, 使得热处理温度得以提高, 有利于消除磁粉芯内部应力, 减少铁损。

[0016] (2) 采用的固体无机粘结剂, 粘接力强、性能稳定, 不存在环氧类树脂粘结剂不易干燥及热老化的问题, 简化了生产工艺。

[0017] (3) 选用氮氧混合保护气氛进行热处理, 成本较纯氮气热处理有所降低。

具体实施方式

[0018] 以下通过具体实施案例对本发明的作进一步的说明, 其并不是对本发明的限制, 本领域技术人员可根据需要对具体实施方式做出无创造性贡献的修改, 但所有这些都属于本发明请求保护的范围。

[0019] 实施例 1 :

将工业纯铁、结晶硅、纯铝投入公称 150kg 的中频感应炉于 1600°C 熔炼, 浇铸成化学成分为硅 9.10wt%、铝 5.95wt%、余为铁的合金铸锭, 用机械破碎法破碎成 20 毫米以下的料块, 合金料块至于 1300°C 的氢气还原炉保温 2 小时, 再用颚式破碎机破碎成 5mm 以下的颗粒, 然

后用振动球磨粉碎成 80 目以下的粉末,再将这些粉料置于 900℃的氢气还原炉保温 90 分钟去应力退火。按照 -100 目占 15%, -200 目占 70%, -300 目占 15% 进行粉料配比。将已配比的粉料混合均匀后预热至 120℃后,加入合金粉料质量 4% 的酸溶液钝化,该酸溶液为磷酸、尿素和甘油的水溶液,其中磷酸 : 尿素 : 甘油 : 水的质量比为 1:4:7.5:12.5,在合金表面形成一层绝缘介质层;干燥后添加相当于合金粉料质量 0.3% 的由五氧化二钒、三氧化二钇、三氧化钼和五氧化二磷各占 25wt% 混合而成的粘结剂、0.6% 的云母粉和 0.5% 的硬脂酸锌,充分搅拌均匀,过 40 目筛。将过筛后的粉料于 1900MPa 的压力下压制成型,压制后的毛坯进行热处理,温度为 650℃,保温时间为 1 小时,氧气体积含量为 10%,其余为氮气。最后用环氧树脂漆在磁粉芯表面喷涂。涂层后的样品磁性能检测如下:

样品磁性能检测如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 94.8$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 74.7%;
- (3) 体积比损耗 : 50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 94.6 \text{ mW/cm}^3$ 。

[0020] 实施例 2 :

按照实例 1 的工艺步骤,将粘结剂质量比调整为 0.6%,其余工艺条件不变,所制得的磁粉芯磁性能如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 94.1$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 74.3%;
- (3) 体积比损耗 : 50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 95.8 \text{ mW/cm}^3$ 。

[0021] 实施例 3 :

按照实例 1 的工艺步骤,将粘结剂质量比调整为 0.8%,其余工艺条件不变,所制得的磁粉芯磁性能如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 92.4$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 73.2%;
- (3) 体积比损耗 : 50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 97.8 \text{ mW/cm}^3$ 。

[0022] 实施例 4 :

按照实例 1 的工艺步骤,将粘结剂质量比调整为 0.6%,氧含量调整为 12%,其余工艺条件不变,所制得的磁粉芯磁性能如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 90.2$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 71.3%;
- (3) 体积比损耗 : 50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 88.4 \text{ mW/cm}^3$ 。

[0023] 实施例 5 :

按照实例 1 的工艺步骤,将粘结剂质量比调整为 0.6%,氧含量调整为 15%,其余工艺条件不变,所制得的磁粉芯磁性能如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 88.7$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 70.7%;
- (3) 体积比损耗 : 50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 89.7 \text{ mW/cm}^3$ 。

[0024] 实施例 6 :

按照实例 1 的工艺步骤,将粘结剂质量比调整为 0.8%,氧含量调整为 15%,其余工艺条

件不变,所制得的磁粉芯磁性能如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 86.3$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 70.3%;
- (3) 体积比损耗 :50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 88.9\text{mW/cm}^3$ 。

[0025] 实施例 7:

按照实例 1 的工艺步骤,将酸溶液质量分数调整为 3%,其余工艺条件不变,所制得的磁粉芯磁性能如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 95.2$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 74.8%;
- (3) 体积比损耗 :50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 86.3\text{mW/cm}^3$ 。

[0026] 实施例 8:

按照实例 1 的工艺步骤,将酸溶液质量分数调整为 8%,其余工艺条件不变,所制得的磁粉芯磁性能如下:

- (1) 10kHz, 1mT, 磁导率 $\mu = 85.6$;
- (2) 外加直流磁场为 1000e, 磁导率变化率为 70.3%;
- (3) 体积比损耗 :50kHz, 50mT 时, $P_{cv} = 98.4\text{mW/cm}^3$ 。