



(19)  
 Bundesrepublik Deutschland  
 Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2007 034 925 A1** 2009.01.29

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2007 034 925.6**

(22) Anmeldetag: **24.07.2007**

(43) Offenlegungstag: **29.01.2009**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **H01F 1/153** (2006.01)

(71) Anmelder:

**Vacuumschmelze GmbH & Co. KG, 63450 Hanau, DE**

(74) Vertreter:

**Schweiger & Partner, 80333 München**

(72) Erfinder:

**Brunner, Markus, 63856 Bessenbach, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

**DE 34 22 281 A1**

**US 71 72 660 B2**

**US 67 50 723 B2**

**US2005/02 36 071 A1**

**US2002/01 24 914 A1**

**US 2005/0 02 889 A1**

**US 55 09 975 A**

**US 52 52 148 A**

**U2007/019 33 657 A1**

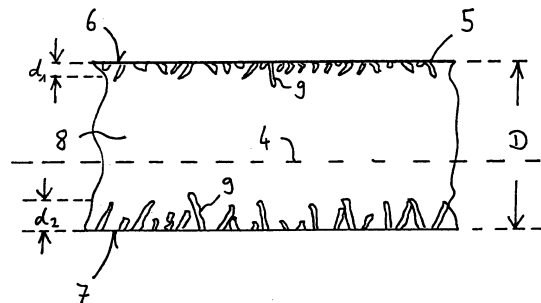
**US-Z: IEEE Trans. on Magnetics 38, No. 5, Sept. 20 02, S. 3132-3134; NL-Z: J. of Magnetism and Magn. Mat. 62 (1986) 143-151; US-Z: Phys. Rev. B23, 2257 -2261 (1981);**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von Magnetkernen, Magnetkern und induktives Bauelement mit einem Magnetkern**

(57) Zusammenfassung: Ein Magnetkern (1) aus einem Verbund aus plättchenförmigen Partikeln (5) mit einer Dicke  $D$  und einem Bindemittel weist einen besonders linearen Verlauf der Permeabilitätszahl über einem vormagnetisierenden Gleichfeld auf. Dazu weisen die plättchenförmigen Partikel (5) eine amorphe Volumenmatrix (8) auf, in die an der Oberfläche (6, 7) des Partikels (5) Bereiche (9) mit einem kristallinen Gefüge eingebettet sind, die eine Dicke  $d$  mit  $0,04 \cdot D \leq d \leq 0,25 \cdot D$  aufweisen und einen Anteil  $x$  mit  $x \geq 0,1$  der Oberfläche (6, 7) des Partikels (5) bedecken.



**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von magnetischen Pulververbundkernen, die aus einer Mischung aus Legierungspulver und Bindemittel gepresst werden. Sie betrifft weiter einen Magnetkern aus einer Mischung aus Legierungspulver und Bindemittel und ein induktives Bauelement mit einem solchen Magnetkern.

**[0002]** Magnetkerne, die beispielsweise in Schalt- netzteilen als Speicherdrossel oder als Drosselkerne auf der Netzeingangsseite eingesetzt werden, müssen eine niedrige Permeabilität aufweisen, die sich weder durch eine variierende Wechselaussteuerung noch durch ein der Wechselaussteuerung überlagertes magnetisches Gleichfeld zu stark ändern darf. Für derartige Anwendungen haben sich bei den heute bevorzugten Betriebsfrequenzen im Bereich einiger zehn bis hundert kHz Ferritkerne mit Luftspalt oder in Geräten mit größerer Leistungen Metallpulververbundkerne durchgesetzt.

**[0003]** Abhängig von der Betriebsfrequenz, der erforderlichen Speicherenergie und dem zur Verfügung stehenden Bauraum kommen verschiedene Legierungen für die Herstellung dieser Metallpulververbundkerne in Betracht. Im einfachsten Fall werden Reineisenpulver verwendet, bei höheren Anforderungen an die magnetischen Eigenschaften kristalline Legierungen auf FeAl-Si-Basis (SENDUST) oder sogar kristalline Legierungen auf Ni-Fe-Basis. Neueste Entwicklungen schlagen die Verwendung rascherstarrer amorpher oder nanokristalliner Eisenbasislegierungen vor. Insbesondere amorphe Legierungen auf FeSiB-Basis scheinen auf Grund der hohen Sättigungsinduktion, der herstellungsbedingt geringen Partikeldicke sowie des hohen spezifischen Widerstandes Vorteile gegenüber den klassischen kristallinen Legierungen aufzuweisen. Neben der Legierung selbst spielen auch Faktoren wie beispielsweise eine hohe Packungsdichte des Pulververbundkerns eine wichtige Rolle, wenn eine hohe Speicherenergie bzw. Gleichstromvorbelastbarkeit des Magnetkerns erzielt werden soll.

**[0004]** Die US 7,172,660 B2 offenbart Pulververbundkerne aus einer rascherstarrten amorphen Eisenbasislegierung, mit denen durch die Verwendung eines Pulvers mit einer bimodalen Partikelgrößenverteilung eine besonders hohe Packungsdichte des Magnetkerns erzielt wird. Problematisch ist nämlich bei der Verwendung rascherstarrer amorpher Legierungen im Gegensatz zu kristallinen, dass es beim Verpressen bei moderaten Temperaturen nicht zu einem viskosen Fließen der Pulverpartikel kommt und hohe Packungsdichten somit schwer zu erzielen sind.

**[0005]** Gemäß der US 5,509,975 A lassen sich hohe

Packungsdichten auch dadurch erreichen, dass das Verpressen des Pulvers zu einem Magnetkern bei Temperaturen knapp unterhalb der Kristallisationstemperatur der verwendeten Legierung durchgeführt wird. Allerdings weisen die auf diese Weise hergestellten Magnetkerne verhältnismäßig hohe Permeabilitätszahlen auf und sind somit für Anwendungen, bei denen eine möglichst hohe Speicherenergie erzielt werden soll, ungeeignet.

**[0006]** Auch ändert sich die Permeabilitätszahl dieser Magnetkerne besonders im Bereich kleiner Aussteuerungen mit magnetischen Gleichfeldern sehr stark. Die Ursache dafür ist die ausgeprägte Plättchenform der durch Zerkleinerung eines rascherstarrten Bandes hergestellten Pulverpartikel. Diese führt während des Verpressens zu einer Orientierung der Pulverpartikel mit ihrer Flächennormalen in Pressrichtung und damit besonders bei einer hohen Packungsdichte zu einer sehr hohen Anfangspermeabilität mit einem anschließenden deutlichen Abfall der Permeabilitätszahl mit zunehmender Gleichfeldaussteuerung. Eine analytische Beschreibung dieses Effekts findet sich bei F. Mazaleyra et al.: „Permeability of soft magnetic composites from flakes of nanocrystalline ribbon“, IEEE Transactions on Magnetics Vol. 38, 2002. Ein solches Verhalten ist für Magnetkerne, die beispielsweise als Speicherdrosseln oder als Drosseln zur Leistungsfaktorkorrektur (PFC-Drosseln) in getakteten Netzteilen Anwendung finden, unerwünscht.

**[0007]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, einen Magnetkern aus einem Pulver einer rascherstarrten amorphen Eisenbasislegierung anzugeben, der sowohl eine hohe Packungsdichte als auch einen möglichst linearen Verlauf der Permeabilitätszahl über einem vormagnetisierenden Gleichfeld aufweist.

**[0008]** Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe mit dem Gegenstand der unabhängigen Patentansprüche gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind Gegenstand der abhängigen Patentansprüche.

**[0009]** Ein erfindungsgemäßer Magnetkern weist einen Verbund aus plättchenförmigen Pulverpartikeln mit der Dicke  $D$  und einem Bindemittel auf, wobei die Partikel eine amorphe Volumenmatrix aufweisen. In die amorphe Volumenmatrix sind an der Oberfläche der Partikel Bereiche mit einem kristallinen Gefüge eingebettet, die eine Dicke  $d$  mit  $0,04 \cdot D \leq d \leq 0,25 \cdot D$ , bevorzugt  $0,08 \cdot D \leq d \leq 0,2 \cdot D$ , aufweisen und einen Anteil  $x$  mit  $x > 0,1$  der Oberfläche der Partikel bedecken.

**[0010]** Die eigentlich amorphen Partikel weisen somit ankristallisierte Bereiche an ihrer Oberfläche auf, die nicht notwendig in einer durchgehenden Schicht

zusammenhängen. Da diese Kristallisation erfindungsgemäß durch eine Wärmebehandlung des Magnetkerns nach dem Pressen erreicht werden kann, wachsen die Kristalle von der Oberfläche der Partikel in die amorphe Volumenmatrix hinein.

**[0011]** Einem Grundgedanken der Erfindung zufolge kann eine zusätzliche Vergrößerung der Speicherenergie eines Magnetkerns dadurch erzielt werden, dass die Oberflächen der einzelnen Partikel durch eine spezielle Wärmebehandlung ankristallisiert werden. Die Oberflächenkristallisation ist nämlich mit einem Volumenschumpf im Bereich der Oberfläche verbunden, der in der kristallisierten Oberflächenschicht Zugspannungen, in der amorphen Volumenmatrix der Partikel dagegen Druckspannungen induziert. Die Druckspannungen in der amorphen Volumenmatrix führen in Verbindung mit der großen positiven Magnetostriktion von FeSiB-Legierungen zu einer magnetischen Vorzugsrichtung in Richtung der Flächennormalen der plättchenförmigen Partikel. Da sich gleichzeitig beim Verpressen des Pulvers die Pulverplättchen unter dem Pressdruck mit der Plättchenebene senkrecht zur Pressrichtung und damit parallel zur späteren Magnetisierungsrichtung des Magnetkerns ausrichten, führt die durch die spannungsinduzierte magnetische Vorzugsrichtung bedingte Anisotropie zu einer magnetischen Vorzugsrichtung des Magnetkerns senkrecht zu seiner Magnetisierungsrichtung. Damit ergibt sich eine über den Einfluss der geometrischen Scherung des Magnetkerns über die zwischen den Einzelpartikeln angeordneten Luftspalte hinausgehende Linearisierung des aussteuerungsabhängigen Verlaufs der Permeabilität des Magnetkerns.

**[0012]** Aus G. Herzer et al.: „Surface crystallisation in metallic glasses“, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 62 (1986), 143–151 war zwar bekannt, dass bei weichmagnetischen Bändern ein Ankristallisieren der Bandoberflächen zu einer magnetischen Anisotropie des Materials führt. Wie sich jedoch überraschend herausgestellt hat, lässt sich dieser Effekt auch bei der Herstellung von Pulververbundkernen nutzen. Während man bislang geglaubt hatte, in Pulververbundkernen sei der Einfluss der geometrischen Scherung über den Luftspalt dominierend, hat sich gezeigt, dass die Oberflächenkristallisation der plättchenförmigen Partikel bei den erfindungsgemäßen Magnetkernen entgegen der Erwartung zu einer weiteren Linearisierung des aussteuerungsabhängigen Verlaufs der Permeabilität und damit zu einer verbesserten Eignung der Magnetkerne als Drosselkerne führt.

**[0013]** Unter „plättchenförmig“ werden in diesem Zusammenhang Partikel verstanden, die beispielsweise aufgrund ihrer Herstellung aus einem Band oder Bandstücken im Wesentlichen zwei einander gegenüberliegende, zueinander parallele Hauptober-

flächen aufweisen und deren Dicke deutlich geringer ist als ihre Ausdehnung in der Ebene der Hauptoberflächen. Vorteilhafterweise weisen die plättchenförmigen Partikel ein Aspektverhältnis von mindestens 2 auf. In einer Ausführungsform gilt für die Dicke  $D$  der Partikel  $10 \mu\text{m} \leq D \leq 50 \mu\text{m}$ , bevorzugt  $20 \mu\text{m} \leq D \leq 25 \mu\text{m}$ . Der mittlere Partikeldurchmesser  $L$  in der Ebene der Hauptoberflächen beträgt dagegen bevorzugt etwa  $90 \mu\text{m}$ .

**[0014]** In einer vorteilhaften Ausführungsform weisen die Partikel die Legierungszusammensetzung  $M_\alpha Y_\beta Z_\gamma$  auf, worin  $M$  mindestens ein Element aus der Gruppe Fe, Ni, Co ist,  $Y$  mindestens ein Element aus der Gruppe B, C, P und Z mindestens ein Element aus der Gruppe Si, Al und Ge ist und  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  in Atomprozent angegeben sind und den folgenden Bedingungen genügen:  $60 \alpha \leq 85$ ;  $5 \leq \beta \leq 20$ ;  $0 \leq \gamma \leq 20$ , wobei bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $M$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zr, Nb, Mo, Ta, und W und bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $(Y + Z)$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe In, Sn, Sb und Pb ersetzt werden können.

**[0015]** Die plättchenförmigen Partikel weisen vorteilhafterweise zur Reduzierung von Wirbelströmen auf ihren Oberflächen eine elektrisch isolierende Beschichtung auf.

**[0016]** Als Bindemittel für den Pulververbundkern ist mindestens eins aus der Gruppe bestehend aus Polyimiden, Phenolharzen, Silikonharzen und wässrigen Lösungen von Alkali- oder Erdalkalisilikaten vorgesehen.

**[0017]** Mit dem erfindungsgemäßen Magnetkern lässt sich bei einer Gleichstromüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu$  von 80% der Anfangsüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu_0$  eine Gleichstromvorbelastbarkeit  $B_0$  mit  $B_0 \geq 0,24 \text{ T}$  erreichen. Der erfindungsgemäße Magnetkern weist somit hervorragende Speichereigenschaften auf. Er kann somit vorteilhaft in einem induktiven Bauelement eingesetzt werden. Aufgrund seiner magnetischen Eigenschaften ist er besonders geeignet zum Einsatz als Drossel zur Leistungsfaktorkorrektur, als Speicherdrossel, als Filterdrossel oder als Glättungsdrossel.

**[0018]** Ein erfindungsgemäßes Verfahren zur Herstellung eines Magnetkerns umfasst zumindest folgende Schritte: Es wird ein Pulver aus amorphen, plättchenförmigen Partikeln mit der Dicke  $D$  bereitgestellt und mit einem Bindemittel zu einem Magnetkern gepresst. Anschließend wird der Magnetkern für eine Zeitdauer  $t_{\text{anneal}} \geq 5 \text{ h}$  bei einer Temperatur  $T_{\text{anneal}}$  mit  $390^\circ\text{C} \leq T_{\text{anneal}} \leq 440^\circ\text{C}$  wärmebehandelt unter Bildung von an der Oberfläche der Partikel in die amorphe Volumenmatrix eingebetteten Bereichen mit einem kristallinen Gefüge.

**[0019]** In einer vorteilhaften Ausführungsform wird die Wärmebehandlung durchgeführt, bis die Bereiche mit kristallinem Gefüge eine Dicke  $d$  mit  $0,04 \cdot D \leq d \leq 0,25 \cdot D$  in der Volumenmatrix erreicht haben und einen Anteil  $x$  mit  $x \geq 0,1$  der Oberfläche des Partikels bedecken.

**[0020]** Als Legierung für die Partikel wird vorteilhaft eine Legierung der Zusammensetzung  $M_\alpha Y_\beta Z_\gamma$  verwendet, worin  $M$  mindestens ein Element aus der Gruppe Fe, Ni, Co ist,  $Y$  mindestens ein Element aus der Gruppe B, C, P und Z mindestens ein Element aus der Gruppe Si, Al und Ge ist und  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  in Atomprozent angegeben sind und den folgenden Bedingungen genügen:  $60 \alpha \leq 85$ ;  $5 \leq \beta \leq 20$ ;  $0 \leq \gamma \leq 20$ , wobei bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $M$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zr, Nb, Mo, Ta, und W und bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $(Y + Z)$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe In, Sn, Sb und Pb ersetzt werden können.

**[0021]** In einer Ausführungsform des Verfahrens erfolgt das Bereitstellen des Pulvers aus amorphen Partikeln durch folgende Verfahrensschritte: Es wird ein amorphes Band im Rascherstarrungsverfahren hergestellt mit einer Dicke  $D$  mit  $10 \mu\text{m} \leq D \leq 50 \mu\text{m}$ , bevorzugt  $20 \mu\text{m} \leq D \leq 25 \mu\text{m}$ . Anschließend erfolgt eine Vorversprödung des amorphen Bandes durch eine Wärmebehandlung bei einer Temperatur  $T_{\text{embrittle}}$  und schließlich die Zerkleinerung des Bandes zu plättchenförmigen Partikeln.

**[0022]** Für die Temperatur  $T_{\text{embrittle}}$  gilt dabei vorteilhafterweise  $100^\circ\text{C} \leq T_{\text{embrittle}} \leq 400^\circ\text{C}$ , bevorzugt  $T_{\text{embrittle}} 200^\circ\text{C} \leq T_{\text{embrittle}} 400^\circ\text{C}$ .

**[0023]** Das Zerkleinern des amorphen Bandes wird in einer Ausführungsform des Verfahrens bei einer Mahltemperatur  $T_{\text{mill}}$  mit  $-196^\circ\text{C} \leq T_{\text{mill}} \leq 100^\circ\text{C}$  durchgeführt.

**[0024]** In einer Ausführungsform des Verfahrens werden die Partikel vor dem Pressen zum Aufbringen einer elektrisch isolierenden Beschichtung in einer wässrigen oder alkoholhaltigen Lösung gebeizt und anschließend getrocknet.

**[0025]** Als Bindemittel wird vorteilhafterweise mindestens eins aus der Gruppe bestehend aus Polyimiden, Phenolharzen, Silikonharzen und wässrigen Lösungen von Alkali- oder Erdalkalisilikaten verwendet. Die Partikel können dabei mit dem Bindemittel vor dem Pressen beschichtet werden, das Bindemittel kann jedoch auch vor dem Pressen mit dem Pulver gemischt werden.

**[0026]** Das Pressen erfolgt beispielsweise bei einem Druck zwischen 1,5 und 3 GPa in einem geeigneten Werkzeug. Nach dem Pressen kann eine Wär-

mebehandlung zur Spannungsrelaxation des Magnetkerns mit der Zeitdauer  $t_{\text{relax}}$  von ungefähr einer Stunde bei der Temperatur  $T_{\text{relax}}$  von ungefähr  $440^\circ\text{C}$  durchgeführt werden, allerdings kann die Spannungsrelaxation auch während der erfindungsgemäßen Wärmebehandlung zur Oberflächenkristallisation stattfinden, so dass keine gesonderte Wärmebehandlung zur Spannungsrelaxation mehr notwendig ist. Die Wärmebehandlungen werden vorteilhafterweise unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt.

**[0027]** In einer Ausführungsform des Verfahrens erfolgt vor dem Pressen eine Zugabe von Verarbeitungshilfsstoffen wie Schmiermitteln zu den Partikeln und dem Bindemittel.

**[0028]** Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich verhältnismäßig einfach Magnetkerne mit einem gegenüber dem Stand der Technik weiter linearisierten Verlauf des aussteuerungsabhängigen Verlaufs der Permeabilität herstellen.

**[0029]** Ausführungsbeispiele der Erfindung werden im folgenden anhand der beigefügten Figuren näher erläutert.

**[0030]** [Fig. 1](#) zeigt schematisch einen erfindungsgemäßen Magnetkern;

**[0031]** [Fig. 2](#) zeigt schematisch die Detailstruktur des erfindungsgemäßen Magnetkerns aus plättchenförmigen Partikeln;

**[0032]** [Fig. 3](#) zeigt schematisch einen Querschnitt durch einen Ausschnitt aus einem einzelnen plättchenförmigen Partikel;

**[0033]** [Fig. 4](#) zeigt schematisch einen Querschnitt durch einen Ausschnitt aus einem einzelnen plättchenförmigen Partikel;

**[0034]** [Fig. 5](#) zeigt den Verlauf der Gleichstromüberlagerungspermeabilität von Magnetkernen gemäß einem Ausführungsbeispiel der Erfindung und

**[0035]** [Fig. 6](#) zeigt den Verlauf der Gleichstromvorbelastbarkeit  $B_0$  für die Magnetkerne gemäß [Fig. 5](#).

**[0036]** Gleiche Teile sind in allen Figuren mit den gleichen Bezugszeichen versehen.

**[0037]** Der Magnetkern **1** gemäß [Fig. 1](#) ist ein Pulververbundkern mit magnetischen Eigenschaften, die seinen Einsatz beispielsweise in Schaltnetzteilen als Speicherdrossel oder als Drosselkerne auf der Netzeingangsseite ermöglichen. Der zylindrische Magnetkern **1** ist als Ringkern mit einem zentralen Loch **2** ausgeführt und ist symmetrisch zu seiner Längsachse **3**. Während des Verpressens des Pulvers zum Magnetkern **1** wird eine Kraft in Richtung

der Längsachse **3** ausgeübt. Die durch den Normalenvektor  $n$  gekennzeichnete Ebene **4** markiert die Ebene der Magnetisierungsrichtung beim Einsatz des Magnetkerns **1**.

**[0038]** [Fig. 2](#) zeigt schematisch die plättchenförmigen Partikel **5** des Magnetkerns **1** und ihre Anordnung nach dem Verpressen. Die plättchenförmigen Partikel **5** weisen zwei zueinander parallele Hauptoberflächen auf, die voneinander durch die Dicke  $D$  der plättchenförmigen Partikel **5** beabstandet sind. Diese Hauptoberflächen waren ursprünglich die Oberflächen eines im Rascherstarrungsverfahren hergestellten Bandes, das zu den plättchenförmigen Partikeln **5** zerkleinert wurde. Die plättchenförmigen Partikel **5** weisen einen durchschnittlichen Partikeldurchmesser von etwa  $90\ \mu\text{m}$  auf, wobei unter dem durchschnittlichen Partikeldurchmesser in diesem Zusammenhang der Durchmesser  $L$  der Plättchen in der Ebene der Hauptoberflächen verstanden wird.

**[0039]** Durch das Verpressen mit dem in Richtung der Längsachse **3** wirkenden Pressdruck haben sich die plättchenförmigen Partikel **5**, wie in [Fig. 2](#) erkennbar, im Wesentlichen parallel zueinander und derart ausgerichtet, dass ihre Hauptoberflächen parallel zu der Ebene **4** der Magnetisierungsrichtung des Magnetkerns **1** liegen.

**[0040]** [Fig. 3](#) zeigt schematisch einen Querschnitt durch einen plättchenförmigen Partikel **5**. Der plättchenförmige Partikel **5** weist eine erste Hauptoberfläche **6** und eine zweite Hauptoberfläche **7** und eine Volumenmatrix **8** mit einem amorphen Gefüge auf. In die amorphe Volumenmatrix **8** sind Bereiche **9** mit einem kristallinen Gefüge eingebettet. Die Bereiche **9** mit dem kristallinen Gefüge sind durch eine spezielle Wärmebehandlung des Magnetkerns **1** von der ersten Hauptoberfläche **6** und der zweiten Hauptoberfläche **7** in die amorphe Volumenmatrix **8** hineingewachsen.

**[0041]** Die Bereiche **9** nahe der ersten Hauptoberfläche **6** weisen eine mittlere Dicke  $d_1$  und die Bereiche **9** nahe der zweiten Hauptoberfläche **7** weisen eine mittlere Dicke  $d_2$  auf. In dem in der [Fig. 3](#) gezeigten Ausführungsbeispiel ist dabei  $d_2$  größer als  $d_1$ . Die Ursache dafür ist, dass der plättchenförmige Partikel **5** aus der Zerkleinerung eines im Rascherstarrungsverfahren hergestellten Bandes entstanden ist, wobei die zweite Hauptoberfläche **7** derjenigen Seite des Bandes entspricht, die dem sich drehenden Rad zugewandt war. Das Material des Bandes war somit auf seinen beiden Hauptoberflächen unterschiedlichen Temperaturgradienten ausgesetzt. Dieser Zusammenhang wird in G. Herzer et al.: „Surface crystallisation in metallic glasses“, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 62 (1986), 143–151 beschrieben.

**[0042]** Bei dem erfindungsgemäßen Magnetkern **1** gilt nicht notwendigerweise  $d_2 \neq d_1$ . Wesentlich ist vielmehr, dass die kristallinen Bereiche **9** eine mittlere Dicke  $d$  (in dem beschriebenen Ausführungsbeispiel könnte  $d$  der Mittelwert aus  $d_2$  und  $d_1$  sein) von mindestens 5% und höchstens einem Viertel der Dicke  $D$  des plättchenförmigen Partikels **5** aufweisen und ferner zumindest einen Anteil  $x$  von mindestens einem Zehntel der Oberflächen des Partikels **5**, also im Wesentlichen der ersten Hauptoberfläche **6** und der zweiten Hauptoberfläche **7**, bedecken.

**[0043]** In diesem Fall verursacht der mit der Kristallisation einhergehende Volumenschwund an den Oberflächen der plättchenförmigen Partikel **5** Zugspannungen nahe der Oberfläche und Druckspannungen in der Volumenmatrix **8** der plättchenförmigen Partikel **5**. Dies ist schematisch in [Fig. 4](#) illustriert. Der plättchenförmige Partikel **5** lässt sich in die oberflächennahen Kristallisationszonen **10** mit der Dicke  $d$  und die amorphe Volumenmatrix **8** unterteilen. Volumenschwund und damit Zugspannungen treten in den Kristallisationszonen **10** auf, die Zugspannungen sind durch die Pfeile **11** angedeutet. In der Volumenmatrix dagegen treten durch die Pfeile **12** angedeutete Druckspannungen auf.

**[0044]** Nach einer Theorie von Ok et al., dargelegt in Physical Review Letters B, 23 (1981) 2257, führt dies in den Kristallisationszonen **10** zu einer magnetischen Anisotropie  $J$  parallel zur Ebene **4** der späteren Magnetisierungsrichtung und in der Volumenmatrix **8** zu einer magnetischen Anisotropie  $J$  senkrecht zur Ebene **4** der späteren Magnetisierungsrichtung, angedeutet jeweils durch die Pfeile **13**.

**[0045]** Wegen des in der Regel deutlich größeren Volumens der amorphen Volumenmatrix **8** gegenüber den kristallinen Bereichen **9** überwiegt der Einfluss der Anisotropie  $J$  senkrecht zur Ebene **4** der späteren Magnetisierungsrichtung und es resultiert wegen der parallelen Ausrichtung der plättchenförmigen Partikel **5** während des Verpressens eine magnetische Vorzugsrichtung senkrecht zur Magnetisierungsrichtung des Magnetkerns **1** und damit zu einer über den Einfluss der geometrischen Scherung des Magnetkerns hinausgehenden Linearisierung des aussteuerungsabhängigen Verlaufs der Permeabilität des Magnetkerns.

**[0046]** Die [Fig. 5](#) und [Fig. 6](#) zeigen Ergebnisse von Messungen magnetischer Größen an erfindungsgemäß hergestellten Magnetkernen.

**[0047]** Dazu wurde aus einer Legierung der Zusammensetzung  $\text{Fe}_{\text{Rest}}\text{Si}_9\text{B}_{12}$  im Rascherstarrungsverfahren ein amorphes Band mit einer Dicke von  $23\ \mu\text{m}$  hergestellt. Dieses Band wurde zur Verringerung seiner Duktilität und damit zur besseren Zerkleinerbarkeit einer Wärmebehandlung unter Schutzgasatmos-

phäre bei Temperaturen zwischen 250°C und 350°C und einer Zeitdauer zwischen einer halben und vier Stunden unterzogen. Dabei richten sich Dauer und Temperatur der Wärmebehandlung nach dem erforderlichen Grad der Versprödung; typisch ist beispielsweise eine Temperatur von 320°C und eine Zeitdauer von einer Stunde.

**[0048]** Im Anschluss an die Wärmebehandlung zur Versprödung wird das Band mit Hilfe einer geeigneten Mühle, beispielsweise einer Prallmühle oder einer Stiftscheibenmühle, zu einem Pulver aus plättchenförmigen Partikeln mit einer mittleren Körnung von 90 µm zerkleinert. Anschließend werden die plättchenförmigen Partikel mit einer Phosphatierung oder Oxalierung als elektrisch isolierender Oberflächenbeschichtung versehen und mit einem temperaturbeständigen Bindemittel aus der Gruppe der Polyimide, Phenolharze, Siloxanharze oder wässrigen Lösungen von Alkali- oder Erdalkalisilikaten beschichtet. Schließlich werden die derart beschichteten plättchenförmigen Partikel mit einem Hochdruckschmiermittel, beispielsweise aus der Basis von Metallseifen oder geeigneten Feststoffschmiermitteln wie MoS<sub>2</sub> oder BN, gemischt.

**[0049]** Das so vorbereitete Gemisch wird in einem Presswerkzeug bei Drücken zwischen 1,5 und 3 GPa zu einem Magnetkern gepresst. Im Anschluss an die Formgebung erfolgt eine abschließende Wärmebehandlung zur Spannungsrelaxation und zur Bildung kristalliner Bereiche an der Oberfläche der plättchenförmigen Partikel, wobei die Wärmebehandlung bei einer Temperatur zwischen 390°C und 440°C und für eine Zeitdauer von 5 bis 64 Stunden unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt wird.

**[0050]** In [Fig. 5](#) sind die Auswirkungen der Oberflächenkristallisation an den plättchenförmigen Partikeln auf den Verlauf der Gleichstromüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu$  erkennbar. Der Magnetkern gemäß der Kurve A wurde in der beschriebenen Weise hergestellt, allerdings wurde keine Wärmebehandlung zur Oberflächenkristallisation der plättchenförmigen Partikel durchgeführt, sondern der Magnetkern wurde lediglich einer Wärmebehandlung zur Spannungsrelaxation für eine Stunde bei 440°C unterzogen. Dieser Magnetkern A entspricht somit Magnetkernen gemäß dem Stand der Technik.

**[0051]** Der Magnetkern gemäß der Kurve B wurde gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren wie beschrieben hergestellt und für eine Zeitdauer von 8 Stunden bei 440°C wärmebehandelt. Dieser Magnetkern weist demnach kristallisierte Bereiche an der Oberfläche der Partikel auf. Der Magnetkern gemäß der Kurve B' wurde ebenfalls gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt und für eine Zeitdauer von 24 Stunden bei 410°C wärmebehandelt. Durch diese längere Wärmebehandlung bei einer et-

was niedrigeren Temperatur des Magnetkerns B' verdichtet sich die kristalline Oberflächenschicht, das heißt, der Anteil x wächst, ohne dass die Dicke d der kristallinen Bereiche nennenswert zunimmt. Dies hat, wie in [Fig. 5](#) erkennbar ist, eine weitere Linearisierung des Verlaufs der Gleichstromüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu$  zur Folge. Alle Magnetkerne A, B und B' wiesen eine Anfangsüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu_0$  von ca. 60 auf.

**[0052]** Als Maß für die erzielbare Speicherenergie bietet sich nach R. Boll, „Weichmagnetische Werkstoffe“ (4. Aufl. 1990), S. 114–115 die Gleichstromvorbelaastbarkeit  $B_0$  an, die als

$$B_0 = \Delta\mu \cdot \mu_0 \cdot H$$

definiert ist, wobei  $\Delta\mu$  die Gleichstromüberlagerungspermeabilität des Magnetkerns,  $\mu_0$  die magnetische Feldkonstante und  $H_{DC}$  die Gleichfeldaussteuerung bedeuten. Die Gleichstromvorbelaastbarkeit  $B_0$  ist besonders zum direkten Vergleich der Eignung verschiedener Materialien für die Anwendung als Werkstoff für Drosselkerne geeignet.

**[0053]** [Fig. 6](#) zeigt die Erhöhung der Gleichstromvorbelaastbarkeit  $B_0$  für gegebene relative Gleichstromüberlagerungspermeabilitäten der Magnetkerne, die mit der erfindungsgemäßen Herstellung erzielt werden kann. Zum besseren Vergleich wurde zusätzlich die Kurve A' für einen Magnetkern aus einer bekannten kristallinen FeAlSi-Legierung (Sendust) angegeben. Wie [Fig. 6](#) zeigt, können mit den erfindungsgemäßen Magnetkernen bei einer Gleichstromüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu$  von 80% der Anfangsüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu_0$  Gleichstromvorbelaastbarkeiten  $B_0$  mit  $B_0 \geq 0,24$  T erreicht werden.

#### Bezugszeichenliste

1	Magnetkern
2	zentrales Loch
3	Längsachse
4	Ebene der Magnetisierung
5	plättchenförmiger Partikel
6	erste Hauptoberfläche
7	zweite Hauptoberfläche
8	Volumenmatrix
9	kristalline Bereiche
10	Kristallisationszone
11	Pfeil
12	Pfeil
13	Pfeil
D	Dicke der Partikel
d	Dicke der kristallisierten Bereiche
d1	Dicke an der ersten Hauptoberfläche
d2	Dicke an der zweiten Hauptoberfläche
L	Partikeldurchmesser
n	Normalenvektor

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- US 7172660 B2 [\[0004\]](#)
- US 5509975 A [\[0005\]](#)

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- F. Mazaleyrat et al.: „Permeability of soft magnetic composites from flakes of nanocrystalline ribbon“, IEEE Transactions on Magnetics Vol. 38, 2002 [\[0006\]](#)
- G. Herzer et al.: „Surface crystallisation in metallic glasses“, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 62 (1986), 143–151 [\[0012\]](#)
- G. Herzer et al.: „Surface crystallisation in metallic glasses“, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 62 (1986), 143–151 [\[0041\]](#)
- Ok et al., dargelegt in Physical Review Letters B, 23 (1981) 2257 [\[0044\]](#)
- R. Boll, „Weichmagnetische Werkstoffe“ (4. Aufl. 1990), S. 114–115 [\[0052\]](#)

### Patentansprüche

1. Magnetkern (1) aus einem Verbund aus plättchenförmigen Partikeln (5) mit der Dicke  $D$  und einem Bindemittel, wobei die Partikel (5) eine amorphe Volumenmatrix (8) aufweisen, in die an der Oberfläche (6, 7) des Partikels (5) Bereiche (9) mit einem kristallinen Gefüge eingebettet sind, die eine Dicke  $d$  mit  $0,04 \cdot D \leq d \leq 0,25 \cdot D$  aufweisen und einen Anteil  $x$  mit  $x \geq 0,1$  der Oberfläche (6, 7) des Partikels (5) bedecken.

2. Magnetkern nach Anspruch 1, wobei für die Dicke  $d$   $0,08 \cdot D \leq d \leq 0,2 \cdot D$  gilt.

3. Magnetkern (1) nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Partikel (5) die Legierungszusammensetzung  $M_\alpha Y_\beta Z_\gamma$  aufweisen, worin  $M$  mindestens ein Element aus der Gruppe Fe, Ni, Co ist,  $Y$  mindestens ein Element aus der Gruppe B, C, P und  $Z$  mindestens ein Element aus der Gruppe Si, Al und Ge ist und  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  in Atomprozent angegeben sind und den folgenden Bedingungen genügen:  $60 \leq \alpha \leq 85$ ;  $5 \leq \beta \leq 20$ ;  $0 \leq \gamma \leq 20$ , wobei bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $M$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zr, Nb, Mo, Ta, und W und bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $(Y + Z)$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe In, Sn, Sb und Pb ersetzt werden können.

4. Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Magnetkern (1) bei einer Gleichstromüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu$  von 80% der Anfangsüberlagerungspermeabilität  $\Delta\mu_0$  eine Gleichstromvorbelastbarkeit  $B_0$  mit  $B_0 \geq 0,24$  T aufweist.

5. Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Partikel (5) ein Aspektverhältnis von mindestens 2 aufweisen.

6. Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei für die Dicke  $D$  der Partikel (5)  $10 \mu\text{m} \leq D \leq 50 \mu\text{m}$  gilt.

7. Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei für die Dicke  $D$  der Partikel (5)  $20 \mu\text{m} \leq D \leq 25 \mu\text{m}$  gilt.

8. Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei die Partikel (5) einen mittleren Partikeldurchmesser  $L$  in der Ebene ihrer Hauptoberflächen (6, 7) von etwa  $90 \mu\text{m}$  aufweisen.

9. Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei die Partikel (5) auf ihrer Oberfläche (6, 7) eine elektrisch isolierende Beschichtung aufweisen.

10. Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei als Bindemittel mindestens eins aus der Gruppe bestehend aus Polyimiden, Phenolharzen,

Silikonharzen und wässrigen Lösungen von Alkali- oder Erdalkalisilikaten ausgewählt ist.

11. Induktives Bauelement mit einem Magnetkern (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 10.

12. Induktives Bauelement nach Anspruch 11, wobei das induktive Bauelement eine Drossel zur Leistungsfaktorkorrektur ist.

13. Induktives Bauelement nach Anspruch 11, wobei das induktive Bauelement eine Speicherdrossel ist.

14. Induktives Bauelement nach Anspruch 11, wobei das induktive Bauelement eine Filterdrossel ist.

15. Induktives Bauelement nach Anspruch 11, wobei das induktive Bauelement eine Glättungsdrossel ist.

16. Verfahren zur Herstellung eines Magnetkerns (1), das folgende Schritte umfasst:

- Bereitstellen eines Pulvers aus amorphen, plättchenförmigen Partikeln (5) mit der Dicke  $D$ ;
- Pressen des Pulvers mit einem Bindemittel zu einem Magnetkern (1);
- Wärmebehandeln des Magnetkerns (1) für eine Zeitdauer  $t_{\text{anneal}} \geq 5$  h bei einer Temperatur  $T_{\text{anneal}}$  mit  $390^\circ\text{C} \leq T_{\text{anneal}} \leq 440^\circ\text{C}$  unter Bildung von an der Oberfläche (6, 7) der Partikel (5) in die amorphe Volumenmatrix (8) eingebetteten Bereichen (9) mit einem kristallinen Gefüge.

17. Verfahren nach Anspruch 16, wobei die Wärmebehandlung durchgeführt wird, bis die Bereiche (9) mit kristallinem Gefüge eine Dicke  $d$  mit  $0,04 \cdot D \leq d \leq 0,25 \cdot D$  in der Volumenmatrix (8) erreicht haben und einen Anteil  $x$  mit  $x \geq 0,1$  der Oberfläche (6, 7) des Partikels (5) bedecken.

18. Verfahren nach Anspruch 16 oder 17, wobei als Legierung für die Partikel (5) eine Legierung der Zusammensetzung  $M_\alpha Y_\beta Z_\gamma$  verwendet wird, worin  $M$  mindestens ein Element aus der Gruppe Fe, Ni, Co ist,  $Y$  mindestens ein Element aus der Gruppe B, C, P und  $Z$  mindestens ein Element aus der Gruppe Si, Al und Ge ist und  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$  in Atomprozent angegeben sind und den folgenden Bedingungen genügen:  $60 \leq \alpha \leq 85$ ;  $5 \leq \beta \leq 20$ ;  $0 \leq \gamma \leq 20$ , wobei bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $M$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zr, Nb, Mo, Ta, und W und bis zu 10 Atomprozent der Komponente  $(Y + Z)$  durch mindestens ein Element aus der Gruppe In, Sn, Sb und Pb ersetzt werden können.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 18, wobei das Bereitstellen des Pulvers aus amorphen Partikeln (5) durch folgende Verfahrensschritte



erfolgt:

- Herstellen eines amorphen Bandes im Rascherstarrungsverfahren mit einer Dicke  $D$  mit  $10\ \mu\text{m} \leq D \leq 50\ \mu\text{m}$ ;
- Vorversprödung des amorphen Bandes durch eine Wärmebehandlung bei einer Temperatur  $T_{\text{embrittle}}$ ;
- Zerkleinerung des Bandes zu plättchenförmigen Partikeln (5).

31. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 30, wobei die Wärmebehandlungen unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt werden.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

20. Verfahren nach Anspruch 19, wobei für die Dicke  $D$   $20\ \mu\text{m} \leq D \leq 25\ \mu\text{m}$  gilt.

21. Verfahren nach Anspruch 19 oder 20, wobei für die Temperatur  $T_{\text{embrittle}}$   $100^\circ\text{C} \leq T_{\text{embrittle}} \leq 400^\circ\text{C}$  gilt.

22. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 bis 21, wobei für die Temperatur  $T_{\text{embrittle}}$   $200^\circ\text{C} \leq T_{\text{embrittle}} \leq 400^\circ\text{C}$  gilt.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 22, wobei das amorphe Band bis zu einem mittleren Partikeldurchmesser  $L$  von  $90\ \mu\text{m}$  zerkleinert wird.

24. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 23, wobei das Zerkleinern des amorphen Bandes bei einer Mahltemperatur  $T_{\text{mill}}$  mit  $-196^\circ\text{C} \leq T_{\text{mill}} \leq 100^\circ\text{C}$  durchgeführt wird.

25. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 24, wobei die Partikel (5) vor dem Pressen zum Aufbringen einer elektrisch isolierenden Beschichtung in einer wässrigen oder alkoholhaltigen Lösung gebeizt und anschließend getrocknet werden.

26. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 25, wobei als Bindemittel mindestens eins aus der Gruppe bestehend aus Polyimiden, Phenolharzen, Silikonharzen und wässrigen Lösungen von Alkali- oder Erdalkalisilikaten verwendet wird.

27. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 26, wobei die Partikel (5) mit dem Bindemittel vor dem Pressen beschichtet werden.

28. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 27, wobei das Pressen bei einem Druck zwischen 1,5 und 3 GPa erfolgt.

29. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 28, wobei nach dem Pressen eine Wärmebehandlung zur Spannungsrelaxation des Magnetkerns (1) mit der Zeitdauer  $t_{\text{relax}}$  von ungefähr einer Stunde bei der Temperatur  $T_{\text{relax}}$  von ungefähr  $440^\circ\text{C}$  durchgeführt wird.

30. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 29, wobei vor dem Pressen eine Zugabe von Verarbeitungshilfsstoffen wie Schmiermitteln zu den Partikeln (5) und dem Bindemittel erfolgt.

Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

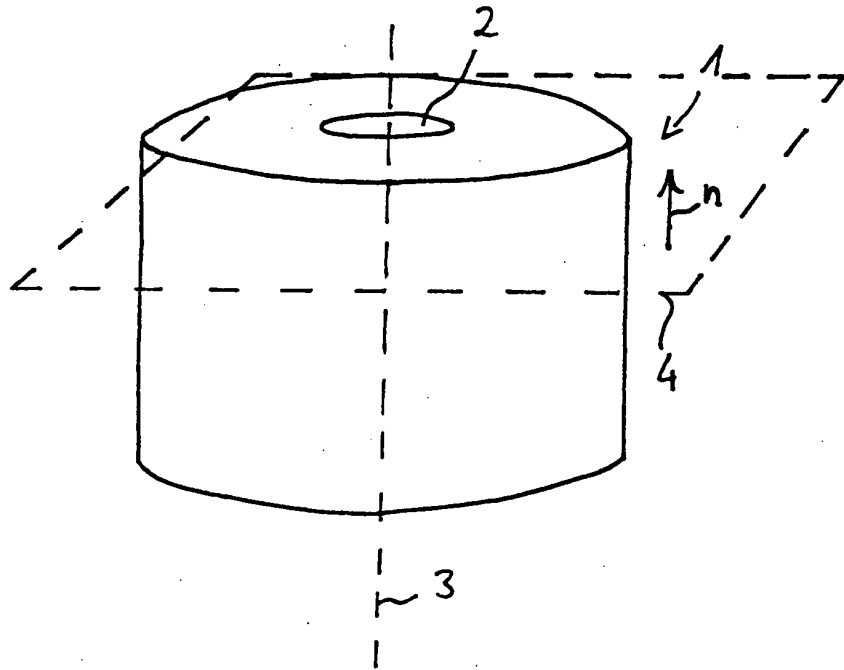


Fig. 2

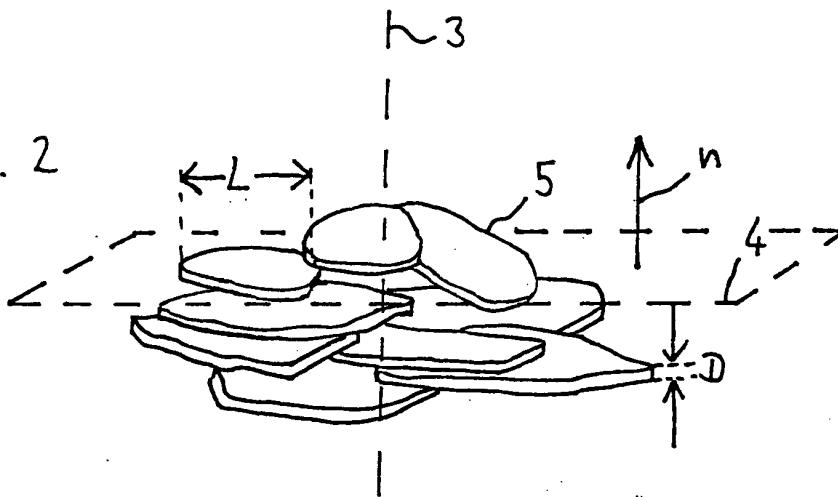


Fig. 3

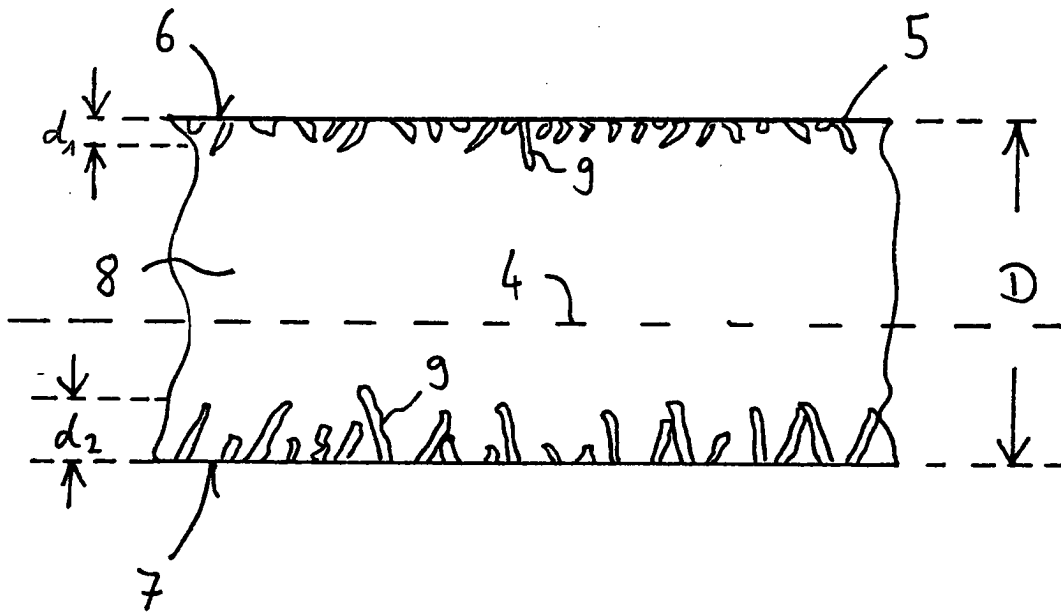


Fig. 4

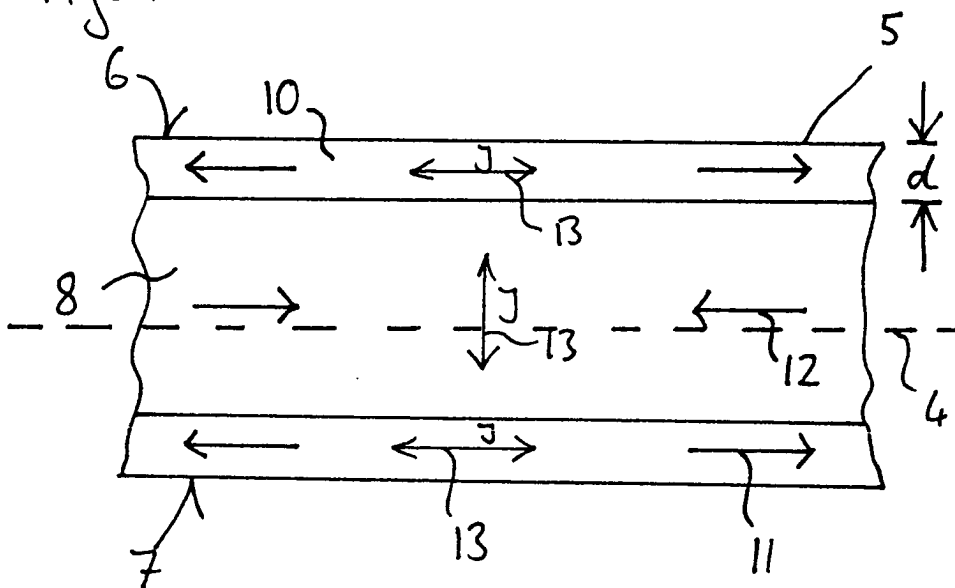


Fig. 5

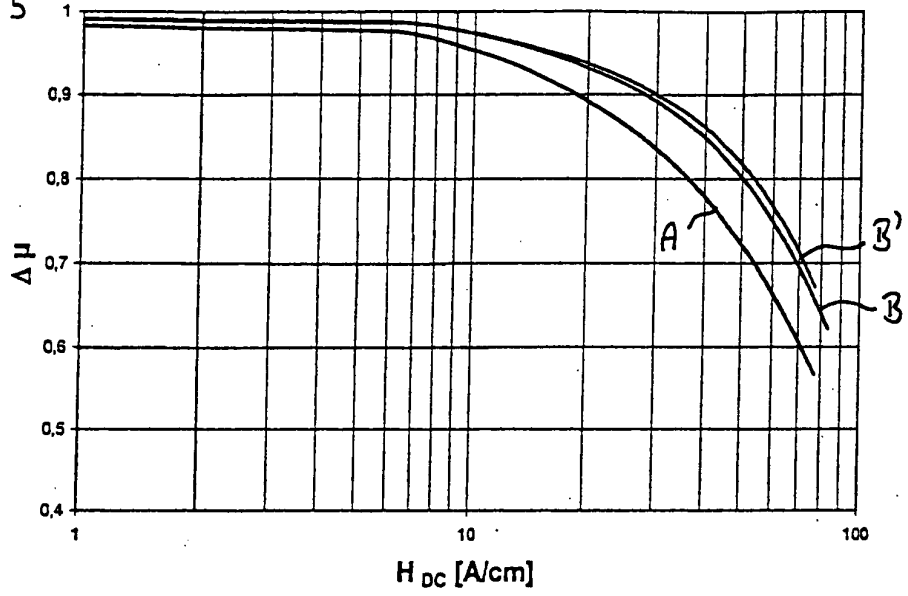


Fig. 6

