

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局



(43) 国际公布日
2017年11月16日 (16.11.2017)

(10) 国际公布号
WO 2017/193384 A1

(51) 国际专利分类号:
C22C 33/02 (2006.01) *C22C 38/02* (2006.01)
C22C 38/18 (2006.01) *H01F 1/22* (2006.01)
H01F 41/02 (2006.01)

518110 (CN)。 聂敏(NIE, Min); 中国广东省深圳市宝安区观光路观澜大富苑顺络工业园, Guangdong 518110 (CN)。 李有云(LI, Youyun); 中国广东省深圳市宝安区观光路观澜大富苑顺络工业园, Guangdong 518110 (CN)。

(21) 国际申请号: PCT/CN2016/082075

(22) 国际申请日: 2016年5月13日 (13.05.2016)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(71) 申请人: 深圳顺络电子股份有限公司 (SHENZHEN SUNLORD ELECTRONICS CO., LTD.) [CN/CN]; 中国广东省深圳市宝安区观光路观澜大富苑顺络工业园, Guangdong 518110 (CN)。

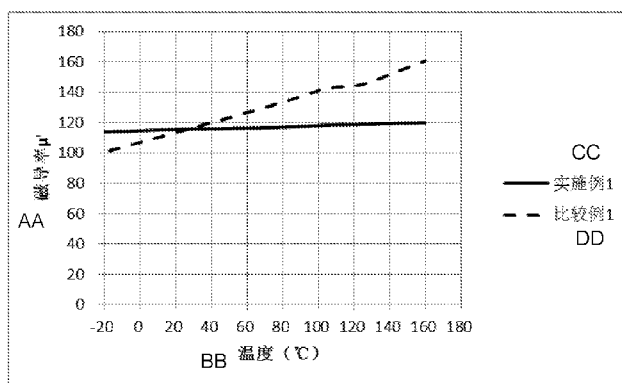
(74) 代理人: 深圳新创友知识产权代理有限公司 (CHINA TRUER IP); 中国广东省深圳市福田区车公庙深南大道南江西世纪豪庭(江西大厦) 10A3, Guangdong 518040 (CN)。

(72) 发明人: 谈敏(TAN, Min); 中国广东省深圳市宝安区观光路观澜大富苑顺络工业园, Guangdong

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA,

(54) Title: SOFT MAGNETIC COMPOSITE MATERIAL AND MANUFACTURING METHOD THEREOF

(54) 发明名称: 复合软磁材料及其制备方法



AA Magnetic permeability
BB Temperature (°C)
CC Embodiment 1
DD Control 1
图 1

(57) Abstract: The present invention discloses a soft magnetic composite material and manufacturing method thereof. The soft magnetic composite material comprises the following components: 67.9-95.54 wt% of FeSiCr, 0.1-0.3 wt% of TiO₂, 0.15-0.75 wt% of SiO₂, 0.1-0.5 wt% of Mn₃O₄, 0.1-0.5 wt% of ZnO, 3.4-25.9 wt% of BaO, 0.4-3 wt% of B₂O₃, 0.2-0.85 wt% of CaO, and 0.01-0.3 wt% of CuO. The soft magnetic composite material includes a soft magnetic composite material with high initial magnetic permeability and high Bs, excellent temperature stability, or low temperature coefficient.

(57) 摘要: 本发明公开了一种复合软磁材料及其制备方法, 该复合软磁材料包括如下组份: 67.9~95.54wt% FeSiCr、0.1~0.3wt% TiO₂、0.15~0.75wt% SiO₂、0.1~0.5wt% Mn₃O₄、0.1~0.5wt% ZnO、3.4~25.9wt% BaO、0.4~3wt% B₂O₃、0.2~0.85wt% CaO、0.01~0.3wt% CuO。该复合软磁材料具有高起始磁导率和高Bs、优秀的温度稳定性、低温度系数的复合软磁材料。

WO 2017/193384 A1

MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU,
RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH,
TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,
ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区
保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ,
NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM,
AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG,
CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU,
IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

复合软磁材料及其制备方法

技术领域

5 本发明涉及软磁材料领域，具体涉及复合软磁材料及其制备方法。

背景技术

软磁合金的最大优点是具有较高的饱和磁通密度(Bs)，温度稳定性好，稳定系数低，直流叠加特性好的特点，软磁铁氧体最大优点是在具有较高的磁导率和电阻率（ $10^2 \sim 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ ）。

随着电动汽车的发展汽车电子元器件向着小型化和大电流化、宽温度应用方向发展，对软磁材料性能提出了更高的要求。功率电感器使用频率一般在 100KHz 及以上使用，一方面软磁合金往往由于电阻率较低，绝缘和耐压性能较低，高频损耗大而使磁心发热较大，造成器件的性能恶化，另一方面软磁铁氧体由于温度系数相对较高，造成器件的随温度变化磁导率变化大，造成器件在低温或高温环境下性能不稳定。另外，软磁合金粉芯的磁导率一般较低，为得到较高的电感量，器件往往需要增加绕线的圈数，从而造成铜损增加，器件的性能恶化，因而提高材料的起始磁导率必要。为对汽车电子应用功率电感的小型化和大电流化、宽温度应用的要求，开发对应的较高磁导率和高 Bs、温度稳定性优良的复合软磁材料非常必要。

20 在国内已有一些相关复合软磁材料的制造方法的专利，具体如下：

（1）公开号为 CN201410214573.4，公开日为 2015.03.04，发明名称为“一种复合软磁材料及其制备方法”的中国专利公开了一种复合软磁材料及其制备方法，复合软磁材料的组分按包括按质量百分比计：FeSiCr82.56%~98.45%、Fe₂O₃30.3%~8.9%、NiO0.1%~1.93%、ZnO0.1%~2.13%、CuO0.1%~0.53%。复合软磁材料的制备方法包括混合、预烧、粉碎、压制和烧结。本发明通过调整 FeSiCr 的含量来调整复合软磁材料的饱和磁感应强度，通过调整 Fe₂O₃、NiO、ZnO、CuO 的含量来调整生成的 NiCuZn 铁氧体的含量，从而提高复合软磁材料的绝缘和耐压性能。

（2）公开号为 CN201410214841.2，公开日为 2015.03.04，发明名称为“一种复合软磁材料及其制备方法”的中国专利公开了一种复合软磁材料及其制备方法，复合软磁材料中包括如下重量百分比的组分：75.13~86.12wt%的 FeSiCr 合金粉末、9~14.5wt%的 Fe₂O₃、1.95~2.99wt%的 NiO、2.15~3.75wt%的 ZnO、0.55~1.43wt%的 CuO、0.03~0.85wt%的 Bi₂O₃、0.15~0.45wt%的 V₂O₅、0.05~0.9wt%的 SiO₂。制备

时，按照如上所述组分配比配料，经过混合、预烧、粉碎、造粒、压制和烧结后，制得所述复合软磁材料。本发明的复合软磁材料及其制备方法，采用特定配比含量的组分，从而通过各材料的含量调整或者某些组分的添加，配合生产工艺，制得具有高绝缘、高耐压、高 B_s 性能的复合软磁材料。

5 (3) 公开号为 CN201410214819.8，公开日为 2015.03.11，发明名称为“复合软磁材料及其制备方法”的中国专利公开了一种复合软磁材料及其制备方法，该复合软磁材料包括如下组份：48.25~76.91wt%FeSiCr、15~30.5wt%Fe₂O₃、3~9wt%NiO、3.8~7.3wt%ZnO、1.0~2.5wt%CuO、0.01~0.65wt%Bi₂O₃、0.03~0.55wt%V₂O₅、0.15~0.75wt%SiO₂、0.1~0.5wt%Mn₃O₄。该复合软磁材料具有高起始磁导率和高
10 B_s 。

(4) 公开号为 CN201110152217.0，公开日为 2012.02.22，发明名称为“一种复合软磁材料及其制备方法”的中国专利公开了一种具有高密度、高磁感的复合软磁材料及其制备方法。该复合软磁材料由雾化铁基粉末、润滑剂和金属助粘剂组成，其中
15 润滑剂的质量为雾化铁基粉末质量的 0.01-2%，金属助粘剂的质量为雾化铁基粉末质量的 0.01-2%；所述金属助粘剂和润滑剂均匀包覆在雾化铁基粉末颗粒表面。所述润滑剂为纳米活性碳酸钙和/或纳米三氧化二铝，金属助粘剂为钛酸酯。本发明制备工艺简单、材料成本低，密度高、磁感应强度大。

发明内容

20 为了克服现有技术的不足，本发明提供了一种复合软磁材料及其制备方法，以得到具有高起始磁导率和高 B_s 、稳定的温度特性的复合软磁材料。

一种复合软磁材料，包括如下重量百分比的组份：

25 67.9~95.54wt%FeSiCr、0.1~0.3wt%TiO₂、0.15~0.75wt%SiO₂、0.1~0.5wt%Mn₃O₄、0.1~0.5wt%ZnO、3.4~25.9wt%BaO、0.4~3wt%B₂O₃、0.2~0.85wt%CaO、0.01~0.3wt%CuO。

进一步地，FeSiCr 为平均粒径为 5~100 μ m 的粉末。

进一步地，TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO 和 CuO 的粒径均为 50~100nm。

进一步地，FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO 和 CuO 分别占所述复合软磁材料的 90.1wt%、0.17wt%、0.3wt%、0.45wt%、0.3 wt%、7.41wt%、0.92wt%、
30 0.26wt%、0.09wt%。

一种所述复合软磁材料的制备方法，包括如下步骤：

混合步骤：将 FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄ 和 ZnO 进行干法混合，得到混合料；

预压步骤：将所述混合料采用粉末成型机压制的混合坯料；

预烧步骤：将所述混合料在氮气保护进行预烧，得到预烧料；

5 粉碎步骤：使用溶剂，将 BaO、B₂O₃、CaO、CuO 与所述预烧料进行混合后进行湿法粉碎，得到粉碎浆料；

造粒步骤：在所述粉碎浆料中加入造粒辅助剂，在超声波下分散后，进行造粒，得到颗粒料；

压制步骤：将所述颗粒料采用粉末成型机压制得到坯件；

烧结步骤：烧结所述坯件以得到所述复合软磁材料；

10 其中 FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO、CuO 的添加量满足如下重量百分比关系：

67.9~95.54wt%FeSiCr、0.1~0.3wt%TiO₂、0.15~0.75wt%SiO₂、0.1~0.5wt%Mn₃O₄、0.1~0.5wt%ZnO、3.4~25.9wt%BaO、0.4~3wt% B₂O₃、0.2~0.85wt% CaO、0.01~0.3wt%CuO。

15 进一步地，FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO、CuO 的添加量满足如下重量百分比关系：

90.1wt%FeSiCr、0.17wt% TiO₂、0.3wt% SiO₂、0.45wt% Mn₃O₄、0.3 wt% ZnO、7.41wt% BaO、0.92wt% B₂O₃、0.26wt% CaO、0.09wt% CuO。

进一步地，所述溶剂为无水乙醇。

20 进一步地，所述造粒辅助剂为聚丙烯酰胺。

进一步地，所述方法满足以下工艺条件中的任一者或多者：

a) 在所述混合步骤中，混合时间为 30~70 分钟；

b) 在所述预压步骤中，预压压力为 5 吨/cm²；

25 c) 在所述预烧步骤中，预烧温度控制在 750±20℃，预烧时间为 100~200 分钟，氧含量控制在 1% 以下；

d) 在所述粉碎步骤中，粉碎时间为 120~240 分钟，粉碎后料浆粒径控制在 1.5~35μm；

e) 在所述造粒步骤，聚丙烯酰胺等于所述粉碎浆料重量的 2% 至 6%；

f) 在所述压制步骤中，所述坯件的压制密度控制在(5.80±0.10)g/cm³；

30 g) 在所述烧结步骤中，烧结温度控制在 920℃~960℃，保温 200~300 分钟，烧结气氛为氮气，氧含量控制在 1% 以下。

进一步地，FeSiCr 为平均粒径为 5~100μm 的粉末，TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO 和 CuO 的粒径均为 50~100nm。

本发明的有益技术效果：

35 本发明采用合理的主配方，通过设定 FeSiCr 粉末的含量来调整材料的饱和磁感应强度；通过增加纳米 SiO₂ 的含量提高材料的绝缘和耐压性能；加入纳米 Mn₃O₄ 和纳米

ZnO 提高材料的磁导率；通过加入纳米 TiO₂ 来调整材料温度系数；通过设定纳米 BaO、B₂O₃、CaO、CuO 的含量来调整生成的低熔点相的含量，从而提高材料的磁导率和进一步增加材料的绝缘和耐压性能；再通过制备生产工艺进一步调整材料结晶分布，从而得到较高的磁导率和 B_s，并且保证一定的绝缘和耐压性能。该材料具有较高磁导率和高 B_s 的特点，适应功率电感的小型化和大电流化对软磁材料的要求。

附图说明

图 1 是本发明实施例和对比例的 μ_i 温度曲线图。

10 具体实施方式

以下对发明的较佳实施例作进一步详细说明。

一种复合软磁材料，包括如下组分：

67.9~95.54wt%FeSiCr、0.1~0.3wt%TiO₂、0.15~0.75wt%SiO₂、0.1~0.5wt%Mn₃O₄、0.1~0.5wt%ZnO、3.4~25.9wt%BaO、0.4~3wt%B₂O₃、0.2~0.85wt%CaO、0.01~0.3wt%CuO。

在一些实施例中，FeSiCr 为平均粒径为 5~100 μ m 的粉末。

在一些实施例中，TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO 和 CuO 的粒径均为 50~100nm。

在特别优选的实施例中，FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO 和 CuO 分别占所述复合软磁材料的 90.1wt%、0.17wt%、0.3wt%、0.45wt%、0.3wt%、7.41wt%、0.92wt%、0.26wt%、0.09wt%。

一种所述的复合软磁材料制备方法，包括如下步骤：

混合步骤：先将 FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄ 和 ZnO 分别按照 90.1wt%、0.17wt%、0.3wt%、0.45wt%、0.3wt% 进行干法混合，得到混合料；

25 预压步骤：将所述混合料采用粉末成型机压制的混合坯料；

预烧步骤：将所述混合料在氮气保护进行预烧，得到预烧料；

粉碎步骤：使用溶剂，将 BaO、B₂O₃、CaO、CuO 按照 7.41wt%、0.92wt%、0.26wt%、0.09wt% 与所述预烧料进行混合后进行湿法粉碎，得到粉碎浆料；溶剂优选可采用无水乙醇；

30 造粒步骤：在所述粉碎浆料中加入造粒辅助剂，优选为聚丙烯酰胺，在超声波下分散后，进行造粒，得到颗粒料；

压制步骤：将所述颗粒料采用粉末成型机压制得到坯件；

烧结步骤：在氮气保护中烧结所述坯件烧结结束后随炉冷却至室温。

其中,上述混合步骤中,采用干法混合以利于预烧步骤,否则采用湿法混合,则延长了预烧步骤;采用预压步骤进一步降低了预烧步骤;而在粉碎步骤中,采用湿法混合则利于接着的造粒步骤,造粒前时使用超声波分散有利于胶水更加均匀的包覆在粉末颗粒表面,这样才能更好地进行造粒。

5 在一些实施例中,在所述混合步骤中,混合时间为30~70分钟。

在一些实施例中,在所述预烧步骤中,预烧温度控制在 $750 \pm 20^\circ\text{C}$,预烧时间为100~200分钟,氧气含量控制在1%以下。

在一些实施例中,在所述粉碎步骤中,粉碎时间为120~240分钟,粉碎后料浆粒径控制在 $1.5\sim 35\mu\text{m}$ 。

10 在一些实施例中,在所述造粒步骤,聚丙烯酰胺等于粉碎浆料重量的2%~6%,优选为4.5%。

在一些实施例中,在所述压制步骤中,所述坯体的压制密度控制在 $(5.80 \pm 0.10)\text{g/cm}^3$;

15 在一些实施例中,在所述烧结步骤中,烧结温度控制在 $920^\circ\text{C}\sim 960^\circ\text{C}$,保温200~300分钟,烧结气氛为氮气,氧气量控制在1%以下。

本发明采用合理的主配方,通过调整FeSiCr粉末的含量来调整材料的饱和磁感应强度;通过增加纳米 SiO_2 的含量提高材料的绝缘和耐压性能;加入纳米 Mn_3O_4 和纳米ZnO提高材料的磁导率;通过加入纳米 TiO_2 来调整材料温度系数;通过调整纳米BaO、 B_2O_3 、CaO、CuO的含量来调整生成的低熔点相的含量,从而提高材料的磁导率和进
20 一步增加材料的绝缘和耐压性能;再通过制备生产工艺进一步调整材料结晶分布,从而得到较高的磁导率和 B_s ,并且保证一定的绝缘和耐压性能。该材料具有较高磁导率和高 B_s 的特点,适应功率电感的小型化和大电流化对软磁材料的要求。

材料的性能指标如下:

(1) 起始磁导率 μ_i : $115(1 \pm 20\%)$

25 (2) 饱和磁感应强度 B_s : $\geq 1000\text{mT}$

(3) 绝缘电阻: $\geq 50\text{M}\Omega$

(4) 耐压: $\geq 50\text{V}$

温度系数 α_{μ_i} ($10^{-6}/^\circ\text{C}$): $-10\sim 10$ 。

30 在一些具体实施例中,复合软磁材料的制备方法如下:

(1) 混合:按表1(实施例和对比例)所述的起始配料成分后进行干法混合,混合时间为30~70分钟;

(2) 预压:采用粉末成型机按照 5吨/cm^2 的压力将混合后粉末预压成块

35 (3) 预烧:将块状的材料在氮气保护推板窑中进行预烧,预烧温度控制在 $550 \pm 20^\circ\text{C}$,预烧时间为100~200分钟,氧含量控制在1%以下;

(4) 粉碎:在上步预烧得到的预烧料中加入粉碎添加成分进行湿法粉碎,以无水

乙醇为溶剂，粉碎时间为 120~240 分钟，粉碎后料浆粒径控制在 1.5~35 μm ；

(5) 造粒：在上步的料浆加入相当于料浆重量的 4.5% 的聚丙烯酰胺在超声波下分散，进行造粒，得到颗粒料；

(6) 压制：将上步的颗粒料采用粉末成型机压制得到坯件，坯件的压制密度控制在 $(5.80 \pm 0.10)\text{g/cm}^3$ ；

(7) 烧结：在氮气保护电阻炉中进行烧结，烧结温度控制在 $920^\circ\text{C} \sim 960^\circ\text{C}$ ，保温 200~300 分钟，烧结气氛为氮气，氧含量控制在 1% 以下，烧结结束后随炉冷却至室温。通过以上工序制得所述复合材料磁环样品(磁环尺寸为 T8 \times 5 \times 2)。

将烧结后的复合材料磁环分别进行测试和评价。在匝数 $N=26\text{Ts}$ 条件下，使用 HP-4284 型 LCR 测试仪测试磁环样品的起始磁导率 μ_i ；用 SY-8218 型 B-H 分析仪测试样品的饱和磁感应强度 B_s ；用 CH-333 型绝缘耐压测试仪测试样品的绝缘和耐压性能；用 WKS3-270/70/20 快速温变箱和 ZM2371 型 LCR 表测试磁环样品的温度特性

表 1 实施例和对比例的成分配比

成分，wt%	起始配料成分							粉碎添加成分			
	FeSiCr	TiO ₂	SiO ₂	Mn ₃ O ₄	ZnO	Fe ₂ O ₃	NiO	BaO	B ₂ O ₃	CaO	CuO
实施例 1	90.1	0.17	0.3	0.45	0.3	/	/	7.41	0.92	0.26	0.09
实施例 2	90.1	0.17	0.3	0.4	0.3	/	/	7.41	0.94	0.29	0.09
实施例 3	90.1	0.17	0.3	0.35	0.3	/	/	7.41	0.97	0.31	0.09
实施例 4	90.1	0.17	0.3	0.5	0.3	/	/	7.41	0.89	0.24	0.09
实施例 5	90.1	0.17	0.3	0.55	0.3	/	/	7.41	0.85	0.23	0.09
对比例 1	/	/	0.3	/	16.88	67.8	12.03	/	/	/	2.99
对比例 2	90.1	0.17	0.65	0	0.3	/	/	7.15	0.95	0.28	0.09
对比例 3	90.1	0.17	0.3	0.9	0.3	/	/	7.21	0.75	0.18	0.09

对比 例 4	90.1	0.17	0.3	1.0	0.3	/	/	7.12	0.75	0.17	0.09
对比 例 5	90.1	0.17	0.3	1.1	0.3	/	/	7.09	0.7	0.15	0.09

表 2 实施例和对比例的性能及评价

项目	μ_i	Bs	绝缘电 阻	耐压	$\alpha \mu i \gamma$	评价
		25°C			20°C ~125°C	
单位	-	mT	MΩ	V	$\times 10^{-6}$	-
指标	115(1±20%)	≥1000	≥50	≥50	-10~10	-
实施例 1	115	1184	178	187	7	OK
实施例 2	101	1203	174	189	5	OK
实施例 3	106	1209	171	177	3	OK
实施例 4	97	1173	173	174	5	OK
实施例 5	94	1168	170	168	4	OK
对比例 1	115	*430	235	200	*45	NG
对比例 2	*88	1110	169	171	3	NG
对比例 3	*84	1066	167	173	3	NG
对比例 4	*77	1063	159	175	3	NG

对比例 5	*69	1054	155	167	3	NG
----------	-----	------	-----	-----	---	----

注意: 超过规格的附加“*”。

表 2 列出了实施例和对比例的性能及评价, 从表 2 中可以看出, 本发明的实施例和对比例相比较, 本发明有效地提高了材料的起始磁导率, 并能保持相应的绝缘和耐压性能, 较高的饱和磁感应强度, 接近零的温度系数。本发明的起始磁导率可以达到 115 (1±20%)。如表所示, 实施例 1 的 B_s 明显优于对比例 1, 实施例 1 的比温度系数 $\alpha_{\mu_{iy}}$ 明显优于对比例 1。对比实施例和对比例的 μ_i 温度曲线图 (图 1), 实施例的温度稳定特性明显比对比例的更加稳定。拥有较高的 B_s , 而较高的 B_s 通常对应较高的饱和电流; 并且拥有接近于 0 的比温度系数 $\alpha_{\mu_{iy}}$, 而接近于 0 的比温度系数对应材料可工作的应用范围更加广泛, 并且频率特性基本与相应的铁氧体材料基本一致, 本发明的材料应该能够满足汽车电子用功率电感的小型化和大电流化、宽温度应用对软磁材料的要求。

以上内容是结合具体的优选实施方式对本发明所作的进一步详细说明, 不能认定本发明的具体实施只局限于这些说明。对于本发明所属技术领域的普通技术人员来说, 在不脱离本发明构思的前提下, 还可以做出若干简单推演或替换, 都应当视为属于本发明由所提交的权利要求书确定的专利保护范围。

权利要求书

1、一种复合软磁材料，其特征是，包括如下重量百分比的组份：

67.9~95.54wt%FeSiCr、0.1~0.3wt%TiO₂、0.15~0.75wt%SiO₂、0.1~0.5wt%Mn₃O₄、0.1~0.5wt%ZnO、3.4~25.9wt%BaO、0.4~3wt%B₂O₃、0.2~0.85wt%CaO、0.01~0.3wt%CuO。

2、如权利要求1所述的复合软磁材料，其特征是，FeSiCr为平均粒径为5~100μm的粉末。

3、如权利要求1或2所述的复合软磁材料，其特征是，TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO和CuO的粒径均为50~100nm。

4、如权利要求1至3任一项所述的复合软磁材料，其特征是：FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO和CuO分别占所述复合软磁材料的90.1wt%、0.17wt%、0.3wt%、0.45wt%、0.3wt%、7.41wt%、0.92wt%、0.26wt%、0.09wt%。

5、一种如权利要求1至4任一所述的复合软磁材料的制备方法，其特征是，包括如下步骤：

混合步骤：将FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄和ZnO进行干法混合，得到混合料；

预压步骤：将所述混合料采用粉末成型机压制的混合坯料；

预烧步骤：将所述混合料在氮气保护进行预烧，得到预烧料；

粉碎步骤：使用溶剂，将BaO、B₂O₃、CaO、CuO与所述预烧料进行混合后进行湿法粉碎，得到粉碎浆料；

造粒步骤：在所述粉碎浆料中加入造粒辅助剂，在超声波下分散后，进行造粒，得到颗粒料；

压制步骤：将所述颗粒料采用粉末成型机压制得到坯件；

烧结步骤：烧结所述坯件以得到所述复合软磁材料；

其中FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO、CuO的添加量满足如下重量百分比关系：

67.9~95.54wt%FeSiCr、0.1~0.3wt%TiO₂、0.15~0.75wt%SiO₂、0.1~0.5wt%Mn₃O₄、0.1~0.5wt%ZnO、3.4~25.9wt%BaO、0.4~3wt%B₂O₃、0.2~0.85wt%CaO、0.01~0.3wt%CuO。

6、如权利要求5所述的复合软磁材料的制备方法，其特征是：FeSiCr、TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO、CuO的添加量满足如下重量百分比关系：

90.1wt%FeSiCr、0.17wt%TiO₂、0.3wt%SiO₂、0.45wt%Mn₃O₄、0.3wt%ZnO、7.41wt%BaO、0.92wt%B₂O₃、0.26wt%CaO、0.09wt%CuO。

7、如权利要求5或6所述的复合软磁材料的制备方法，其特征是：所述溶剂为无

水乙醇。

8、如权利要求 5 至 7 任一项所述的复合软磁材料的制备方法，其特征是：所述造粒辅助剂为聚丙烯酰胺。

9、如权利要求 5 至 8 任一项所述的复合软磁材料的制备方法，其特征是：满足以下工艺条件中的任一者或多者：

a) 在所述混合步骤中，混合时间为 30~70 分钟；

b) 在所述预压步骤中，预压压力为 5 吨/cm²；

c) 在所述预烧步骤中，预烧温度控制在 750±20℃，预烧时间为 100~200 分钟，氧含量控制在 1% 以下；

d) 在所述粉碎步骤中，粉碎时间为 120~240 分钟，粉碎后料浆粒径控制在 1.5~35μm；

e) 在所述造粒步骤，造粒辅助剂等于所述粉碎浆料重量的 2% 至 6%；

f) 在所述压制步骤中，所述坯件的压制密度控制在(5.80±0.10)g/cm³；

g) 在所述烧结步骤中，烧结温度控制在 920℃~960℃，保温 200~300 分钟，烧结气氛为氮气，氧含量控制在 1% 以下。

10、如权利要求 5 至 9 任一项所述的复合软磁材料的制备方法，其特征是：FeSiCr 为平均粒径为 5~100μm 的粉末，TiO₂、SiO₂、Mn₃O₄、ZnO、BaO、B₂O₃、CaO 和 CuO 的粒径均为 50~100nm。

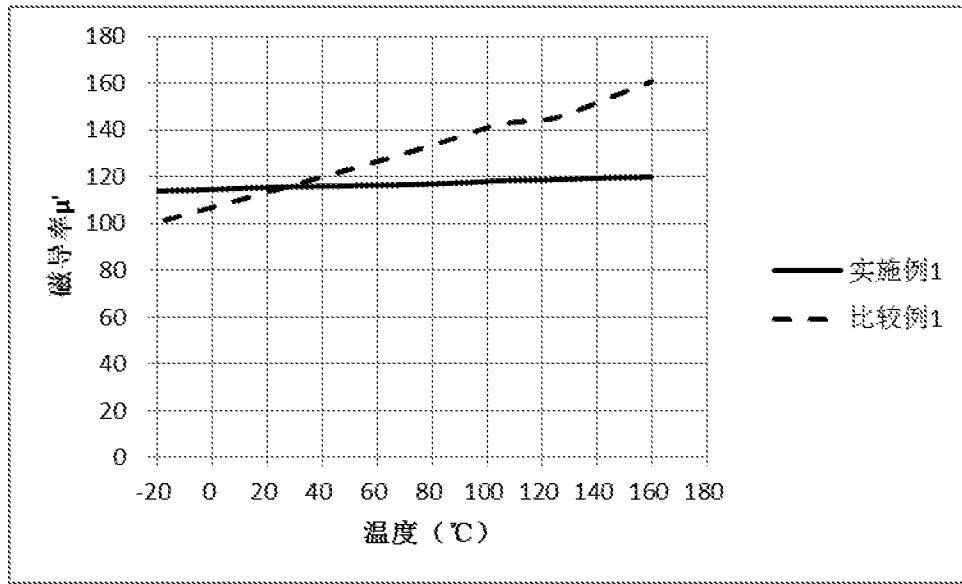


图 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2016/082075

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C 33/02 (2006.01) i; C22C 38/18 (2006.01) i; H01F 41/02 (2006.01) i; C22C 38/02 (2006.01) i; H01F 1/22 (2006.01) i
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22C; H01F 1/-; H01F 41/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNABS, CNTXT, DWPI, EPODOC, CNKI: Fe-Cr-Si, fescir, soft magnetic, oxide, titanium oxide, barium oxide

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 104409189 A (SHENZHEN SUNLORD ELECTRONICS CO., LTD.) 11 March 2015 (11.03.2015) description, paragraphs [0010]-[0052]	1-10
Y	CN 104392819 A (SHENZHEN SUNLORD ELECTRONICS CO., LTD.) 04 March 2015 (04.03.2015) description, paragraph [0006]	1-10
Y	CN 105110782 A (ZHONGDE ELECTRONICS CO., LTD.) 02 December 2015 (02.12.2015) description, paragraphs [0005]-[0013]	1-10
A	US 2005072955 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO., LTD.) 07 April 2005 (07.04.2005) the whole document	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&” document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search
23 January 2017

Date of mailing of the international search report
13 February 2017

Name and mailing address of the ISA
State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao
Haidian District, Beijing 100088, China
Facsimile No. (86-10) 62019451

Authorized officer
XUE, Fei
Telephone No. (86-10) 62089126

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2016/082075

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 104409189 A	11 March 2015	None	
CN 104392819 A	04 March 2015	None	
CN 105110782 A	02 December 2015	None	
US 2005072955 A1	07 April 2005	US 7422697 B2	09 September 2008
		EP 1521276 B1	01 February 2012
		CN 1637962 A	13 July 2005
		CN 100343929 C	17 October 2007
		EP 1521276 A2	06 April 2005
		EP 1521276 A3	10 May 2006
		JP 2005113169 A	28 April 2005
		JP 4265358 B2	20 May 2009

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2016/082075

<p>A. 主题的分类</p> <p>C22C 33/02(2006.01)i; C22C 38/18(2006.01)i; H01F 41/02(2006.01)i; C22C 38/02(2006.01)i; H01F 1/22(2006.01)i</p> <p>按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类</p>																	
<p>B. 检索领域</p> <p>检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)</p> <p>C22C, H01F1/-, H01F41/-</p> <p>包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献</p> <p>在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))</p> <p>CNABS, CNTXT, DWPI, EPODOC, CNKI: 软磁, 铁硅铬, 氧化物, 氧化钛, 氧化钡, fesicr, soft magnetic, oxide, titanium oxide, barium oxide</p>																	
<p>C. 相关文件</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>类型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>CN 104409189 A (深圳顺络电子股份有限公司) 2015年 3月 11日 (2015 - 03 - 11) 说明书第[0010]-[0052]段</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 104392819 A (深圳顺络电子股份有限公司) 2015年 3月 4日 (2015 - 03 - 04) 说明书第[0006]段</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 105110782 A (天长市中德电子有限公司) 2015年 12月 2日 (2015 - 12 - 02) 说明书第[0005]-[0013]段</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 2005072955 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD) 2005年 4月 7日 (2005 - 04 - 07) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> </tbody> </table>			类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	Y	CN 104409189 A (深圳顺络电子股份有限公司) 2015年 3月 11日 (2015 - 03 - 11) 说明书第[0010]-[0052]段	1-10	Y	CN 104392819 A (深圳顺络电子股份有限公司) 2015年 3月 4日 (2015 - 03 - 04) 说明书第[0006]段	1-10	Y	CN 105110782 A (天长市中德电子有限公司) 2015年 12月 2日 (2015 - 12 - 02) 说明书第[0005]-[0013]段	1-10	A	US 2005072955 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD) 2005年 4月 7日 (2005 - 04 - 07) 全文	1-10
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求															
Y	CN 104409189 A (深圳顺络电子股份有限公司) 2015年 3月 11日 (2015 - 03 - 11) 说明书第[0010]-[0052]段	1-10															
Y	CN 104392819 A (深圳顺络电子股份有限公司) 2015年 3月 4日 (2015 - 03 - 04) 说明书第[0006]段	1-10															
Y	CN 105110782 A (天长市中德电子有限公司) 2015年 12月 2日 (2015 - 12 - 02) 说明书第[0005]-[0013]段	1-10															
A	US 2005072955 A1 (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD) 2005年 4月 7日 (2005 - 04 - 07) 全文	1-10															
<p><input type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p>																	
<p>* 引用文件的具体类型:</p> <p>“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件</p> <p>“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利</p> <p>“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)</p> <p>“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件</p> <p>“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件</p> <p>“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件</p> <p>“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性</p> <p>“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性</p> <p>“&” 同族专利的文件</p>																	
<p>国际检索实际完成的日期</p> <p>2017年 1月 23日</p>		<p>国际检索报告邮寄日期</p> <p>2017年 2月 13日</p>															
<p>ISA/CN的名称和邮寄地址</p> <p>中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088</p> <p>传真号 (86-10)62019451</p>		<p>受权官员</p> <p>薛霏</p> <p>电话号码 (86-10)62089126</p>															

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2016/082075

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	104409189	A	2015年 3月 11日	无			
CN	104392819	A	2015年 3月 4日	无			
CN	105110782	A	2015年 12月 2日	无			
US	2005072955	A1	2005年 4月 7日	US	7422697	B2	2008年 9月 9日
				EP	1521276	B1	2012年 2月 1日
				CN	1637962	A	2005年 7月 13日
				CN	100343929	C	2007年 10月 17日
				EP	1521276	A2	2005年 4月 6日
				EP	1521276	A3	2006年 5月 10日
				JP	2005113169	A	2005年 4月 28日
				JP	4265358	B2	2009年 5月 20日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2009年7月)