

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200480025248.8

[51] Int. Cl.

B22F 1/02 (2006.01)

C22C 33/02 (2006.01)

H01F 1/147 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008 年 12 月 3 日

[11] 授权公告号 CN 100439012C

[22] 申请日 2004.9.8

[21] 申请号 200480025248.8

[30] 优先权

[32] 2003.9.9 [33] SE [31] 0302427-0

[86] 国际申请 PCT/SE2004/001296 2004.9.8

[87] 国际公布 WO2005/023464 英 2005.3.17

[85] 进入国家阶段日期 2006.3.2

[73] 专利权人 霍加纳斯股份有限公司

地址 瑞典霍加纳斯

[72] 发明人 叶舟 O·安德森

[56] 参考文献

WO96/30144A1 1996.10.3

CN1228726A 1999.9.15

US6419877B1 2002.7.16

CN1211943A 1999.3.24

WO89/04540A1 1989.5.18

CN1373696A 2002.10.9

审查员 刘云飞

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 杨晓光 李 峰

权利要求书 3 页 说明书 8 页 附图 2 页

[54] 发明名称

铁基软磁粉末

[57] 摘要

一种适于制备软磁复合材料的高纯度退火的铁粉末。所述粉末的特征在于，不可避免的杂质含量小于 0.25 重量%，氧含量小于 0.05 重量%，以及通过 BET 方法测得的比表面积小于 60m²/kg。

1. 一种适于制备软磁复合材料的高纯度、经退火的铁粉末，其特征在于，其由基底粉末构成，所述基底粉末的颗粒为不规则形状、并被电绝缘涂层包围，所述基底粉末的不可避免的杂质的含量小于 0.30 重量%，所述基底粉末的氧含量小于 0.05 重量%，以及通过 BET 方法测得的所述基底粉末的比表面积小于 $60\text{m}^2/\text{kg}$ 。

2. 根据权利要求 1 的粉末，其中所述基底粉末的颗粒尺寸大于 $100\mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求 2 的粉末，其中所述基底粉末的颗粒尺寸在 100 与 $450\mu\text{m}$ 之间。

4. 根据权利要求 3 的粉末，其中所述基底粉末的颗粒尺寸在 180 与 $360\mu\text{m}$ 之间。

5. 根据权利要求 2 的粉末，其中所述基底粉末包括小于 0.25 重量% 的杂质。

6. 根据权利要求 5 的粉末，其中所述基底粉末包括小于 0.20 重量% 的杂质。

7. 根据权利要求 5 的粉末，其中所述基底粉末的氧含量小于 0.04 重量%。

8. 根据权利要求 7 的粉末，其中所述基底粉末的氧含量小于 0.03 重量%。

9. 根据上述权利要求中任一项的粉末，其中所述基底粉末的比表面积小于 $55\text{m}^2/\text{kg}$ 。

10. 根据权利要求 9 的粉末，其中所述基底粉末的比表面积小于 $50\text{m}^2/\text{kg}$ 。

11. 根据权利要求 1 或 2 的粉末，其中所述涂层包括磷和氧。

12. 根据权利要求 11 的粉末，其中所述电绝缘涂层包含的磷含量小于 0.10 重量%。

13. 根据权利要求 11 的粉末，其中所述电绝缘涂层包含的氧含量小于

0.20 重量%。

14. 一种粉末组成，包括与润滑剂和/或粘合剂结合的如权利要求 1-13 中任一项所限定的粉末。

15. 根据权利要求 14 的粉末组成，其中润滑剂的量小于所述粉末组成的 4 重量%。

16. 根据权利要求 15 的粉末组成，其中润滑剂的量在所述粉末组成的 0.1 与 2 重量%之间。

17. 一种制备软磁复合材料的方法，包括以下步骤：

提供纯的经水微粒化处理的铁粉末，所述铁粉末的杂质总含量小于 0.30 重量%，并且通过 BET 方法测得的比表面积小于 $60\text{m}^2/\text{kg}$ ；

在还原气氛中、在足以将所述铁粉末的氧含量降低到低于 0.05 重量%的值的温度和持续时间下，退火所述得到的铁粉末；

在所述铁粉末颗粒上提供电绝缘涂层；

将获得的所述粉末压制成坯体。

18. 根据权利要求 17 的方法，还包括步骤：混合被提供电绝缘涂层的所述铁粉末与润滑剂和/或粘合剂。

19. 根据权利要求 17 的方法，还包括步骤：加热所述得到的坯体。

20. 根据权利要求 17 的方法，其中在至少 900°C 的温度下进行所述退火。

21. 根据权利要求 17-20 中任一项的方法，其中在至少 5 分钟的持续时间下进行所述退火。

22. 根据权利要求 17 或 18 的方法，其中通过用含磷溶液处理所述退火的粉末，得到所述电绝缘涂层。

23. 根据权利要求 17 或 18 的方法，其中在达到 2000MPa 的气压下进行所述压制。

24. 根据权利要求 17 或 18 的方法，其中利用外部润滑剂进行所述压制。

25. 根据权利要求 24 的方法，其中在没有内部润滑剂的情况下进行所

述压制。

铁基软磁粉末

技术领域

本发明涉及新的软磁复合粉末以及一种用于制造该复合粉末的新软磁粉末。更具体地说，本发明涉及一种新的铁基粉末，当在高频和低频下使用时，该粉末有助于制备具有改善的性能的软磁材料。本发明还涉及一种用于制造该新粉末的软磁复合元件的方法。

背景技术

软磁材料用于各种应用，例如感应器中的芯材料、电机的定子和转子、致动器、传感器和变压器磁芯。通常，软磁芯，例如电机中的转子和定子，由多层钢叠层形成。软磁复合（SMC）材料基于软磁颗粒，通常基于铁，其中在各颗粒上具有电绝缘涂层。通过利用常规粉末冶金工艺将绝缘颗粒可选地与润滑剂和/或粘合剂压制在一起，得到 SMC 元件。通过利用该粉末冶金技术，相比于利用钢叠层，可以制造在 SMC 元件设计中具有更高自由度的材料，因为 SMC 材料可承载三维磁通量，且可通过压制工艺得到三维形状。

铁芯元件的两个重要特征是其磁导率和磁芯损耗特征。材料的磁导率表示其可被磁化的能力或其承载磁通量的能力。将磁导率定义为感应磁通量与磁化力或磁场强度的比率。当将磁材料暴露于变化的场中时，由于磁滞损耗和涡流损耗，发生能量损耗。磁滞损耗由为克服铁芯元件内的剩余磁力的必要能量消耗引起。涡流损耗由在铁芯元件中产生的电流引起，该电流由通过交流（AC）条件引起的通量变化产生。

对利用被涂敷的铁基粉末来粉末冶金制造磁芯元件的研究旨在发展这样的铁粉末组成，其提高特定物理和磁性能，但没有不利地影响最终元件

的其它性能。希望的元件性能包括，例如在扩展的频率范围内的高磁导率、低磁芯损耗、高饱和感应以及高强度。通常增大的元件密度使所有这些性能得以提高。希望的粉末性能包括对于压缩模制技术的适宜性，即意味着可以容易地将粉末模制成高密度元件，该高密度元件可以被容易地从模制设备中弹出。为了使由软磁复合粉末形成的元件中的涡流损耗最小，许多努力旨在提高包围软磁金属粉末的涂层的电阻率。通过改变例如涂层的化学组成或涂层的厚度来影响电阻率。然而，电阻率的改善通常对在给定密度下的软磁复合元件的磁导率具有负面影响。

大量的专利公开给出了不同类型的电绝缘涂层。最近公开的涉及无机涂层的专利的实例是美国专利 6309748 和美国专利 6348265。从例如美国专利 5595609 可知有机材料的涂层。从例如美国专利 6372348 和 5063011 可知包括无机和有机材料的涂层，根据所述公开，颗粒由磷酸铁层和热塑材料包围。

与以上公开了由于不同类型的电绝缘涂层对得到的软磁元件的一个或多个性能的改善的专利相比，本发明基于这样的发现，根据基底粉末即没有被涂敷或电绝缘的颗粒粉末的性质，可得到意外的优点。尤其意外的是这样的发现，较纯的基底粉末提高了最终的软磁元件的电阻率（降低了涡流损耗）。从而发现，通过利用非常纯且具有低的氧含量和低比表面的粉末作为基底粉末，可显著改善磁导率和总损耗。

发明内容

简单地说，根据本发明的粉末为高纯度的退火的铁粉末，其由被电绝缘涂层包围的基底颗粒构成。此外所述基底粉末的特征在于，不可避免的杂质含量小于 0.30 重量%，氧含量小于 0.05 重量%，以及通过 BET 方法测得的比表面积小于 $60\text{m}^2/\text{kg}$ 。

在美国专利 4776980 中说明了适于制备 SMC 材料的高纯铁粉末。根据该专利，利用电解制备的粉末。具体地说，阐明了颗粒形状很重要，并且颗粒应该是非球形的且是圆盘形的。根据本发明与美国专利中公开的发

明的粉末之间的主要区别在于,根据本发明的粉末是通过便宜得多的使颗粒具有不规则形状的水微粒化(water atomisation)处理制备。另外,通过水微粒化处理制备的颗粒比电解的颗粒大得多,根据本发明采用的颗粒的平均颗粒尺寸可在100与450之间,尤其在180与360 μm 之间变化。没有为示例粉末提供具体的磁数据。

附图说明

图1示出了在被涂敷磷酸盐的铁粉末的母相(parent phase)中除了氧之外的杂质的含量对由该粉末制造的模制并热处理的主体的电阻率的影响;以及

图2示出了电阻率和磁芯损耗与磷酸盐涂敷的铁粉末的母相中氧含量的关系。

具体实施方式

颗粒的比表面积

根据本发明,已发现颗粒的比表面积是区别特征。颗粒的比表面积取决于颗粒尺寸分布、颗粒形状和颗粒的粗糙度。颗粒的所谓的开孔的发生也将对比表面积产生影响。比表面积通常通过所谓的BET方法测量,其结果用 m^2/kg 表示。

通过确定气体的量测量粒状和粉末状固体或多孔材料的表面积,所述材料在样品上吸附所谓的单分子层作为单层分子。在被吸附气体的沸点或沸点附近进行该吸附。在特定条件下,被每个气体分子覆盖的面积已知为在较窄的范围内。从而可从吸附的分子数直接计算样品的面积,吸附的分子数由在指定条件下的气体量推出,并且所述面积被每个所述分子占据。对于氮气占30体积%的氮气和氮气混合物,用于形成单层被吸附的氮气的最优选条件在大气压和液氮温度下形成。该方法将给出误差小于5%的测量结果。

在本发明的上下文中,已发现比表面积应小于约 $60\text{m}^2/\text{kg}$ 。粉末的比

表面积优选小于 58, 更优选小于 $55 \text{ m}^2/\text{kg}$ 。小于 $10 \text{ m}^2/\text{kg}$ 较不适合, 因为模制的部件将获得过低的强度。此外优选颗粒具有不规则形状, 并通过水微粒化处理制备。

杂质

纯度是基底粉末的另一个重要特征, 并且已发现, 粉末应非常纯, 应包括铁, 其中基底粉末的杂质总量不超过 0.30%。粉末的杂质优选小于 0.25, 更优选小于 0.20 重量%。具有少量杂质的基底粉末可通过利用纯钢屑得到。可在基底粉末中存在的杂质为例如 Cr、Cu、Mn、Ni、P、S、Si、C。在本发明的上下文中, 不将氧视为杂质。

氧含量

通过在足以得到低氧含量的温度和时间下退火基底粉末, 可得到小于粉末的 0.05 重量%的足够低的氧含量。根据本发明的粉末的氧含量优选小于 0.04 重量%。退火温度可在 900°C 与 1300°C 之间变化, 并且退火时间可根据炉子尺寸、加热类型、在炉子中装载的材料量等变化。通常采用的退火时间可在 5 与 300 分钟之间变化, 优选在 10 与 100 分钟之间变化。

涂层

根据本发明, 退火的基底粉末具有电绝缘涂层或阻挡层。优选地该涂层是均匀的且非常薄, 并且属于在此引入作为参考的美国专利 US 6348265 中所述的类型。通过用有机溶剂中的磷酸处理基底粉末一段足以得到指示量的时间, 可在基底粉末颗粒上施加这样的绝缘涂层。有机溶剂中的磷酸浓度可在 0.5 与 50% 之间, 优选在 0.5 与 30% 之间变化。由于这样的涂层将向铁基底粉末颗粒中添加氧和磷, 被涂敷的粉末的化学分析的氧和磷含量将高于未涂敷的粉末。因此氧含量应优选至多为被涂敷的粉末的 0.20%, 且磷含量应优选至多为被涂敷的粉末的 0.10%。然而也可利用其它类型的绝缘涂层。

与基底粉末的比表面积相比, 在铁粉末上的薄且均匀的涂层对被涂敷的粉末的比表面积的影响可忽略。根据本发明, 涂层将仅仅很小程度地影响比表面积, 这意味着被涂敷的铁粉末的比表面积将与未被涂敷的铁粉末

的比表面积基本上相同。

润滑剂和其它添加剂

由此具有电绝缘的铁基粉末可与达到 4 重量%的量的润滑剂结合。通常润滑剂的量为粉末组成的 0.1 至 2 重量%，优选 0.1 至 1.0 重量%。在环境温度下使用的润滑剂（低温润滑剂）的代表性实例为：Kenolube®、乙撑双硬脂酰胺（EBS），以及金属硬脂酸化物，例如硬脂酸锌。在高温下使用的润滑剂（高温润滑剂）的代表性实例为 Promold®或硬脂酸锂。

可选地，为了提高 SMC 组成的强度，将要压制的组成也可包括粘合剂。粘合剂的实例为热固性或热塑性树脂，例如酚醛树脂、聚醚酰亚胺、聚酰胺。粘合剂也可具有润滑性能，于是可以单独用作联合的润滑剂/粘合剂。

压制

虽然通常气压在 400 与 1000MPa 之间变化，可在达到 2000MPa 的气压下进行压制。在环境温度和高温下都可以进行压制。此外，优选如在模具中单轴气压模制或如美国专利 6503444 所述的高速压制地进行压制操作。可利用在模具的壁上施加外部润滑剂的位置的模具壁润滑作用，以使得不需要内部润滑剂。可选的是，可以结合使用内部和外部润滑剂。与类似的已知粉末相比，该新粉末的优点在于，在相同的压制气压下，可达到更高的密度。

热处理

通过热处理过程，可显著降低总损耗。与层叠钢的常规材料相比，绝缘粉末的总损耗受到在低频下较高的磁滞损耗的支配。然而，由于热处理，降低了磁滞损耗。在高频下，大涡流损耗将导致总损耗的显著增大。现在已意外地发现，根据本发明的粉末可承受更高的热处理温度。

通过以下非限定的实例，进一步示例了本发明：

实例 1

将颗粒尺寸分布相同且平均颗粒尺寸小于 150 μ m、但具有根据表 1 的不同杂质含量的三种不同铁粉末在氢气气氛中 1150 $^{\circ}$ C 下退火 40 分钟。退

火后，对粉末进行根据专利申请 US 6348265 的磷酸盐涂敷处理。将该粉末进一步与 0.5% 的润滑剂 KENOLUBE® 混合，并在 800MPa 的气压下，在环境温度下将其模制成环，其内径为 45mm，外径为 55mm，以及厚度为 5mm。模制的环的密度为 7.3g/cm^3 。在空气气氛中 500°C 下进行热处理工艺 0.5 小时。根据 Koefoed O., 1979 Geosounding Principle 1, Resistivity sounding measurement, Elsevier Science Publishing Company, Amsterdam, 进行四点电阻率测量。

表 1

杂质	粉末 A	粉末 B	粉末 C
C	0.0028	0.0026	0.0025
Cr	0.039	0.030	0.030
Cu	0.066	0.019	0.014
Mn	0.127	0.085	0.059
Ni	0.049	0.026	0.020
P	0.010	0.006	0.006
S	0.011	0.008	0.001
Si	0.009	0.005	0.004
总计	0.31	0.18	0.14

退火后氧含量:

O	0.02	0.02	0.02
---	------	------	------

图 1 示出了在被涂敷磷酸盐的铁粉末的母相中除了氧之外的杂质的含量对由该粉末制造的模制并热处理的主体的电阻率的影响。

实例 2

该实例示出了退火过程和被涂敷磷酸盐的铁粉末的母相中的氧含量对电阻率和磁芯损耗的影响。采用的铁粉末与实例 1 中的粉末 B 相同，但颗粒尺寸分布较粗，平均颗粒尺寸小于 $425\mu\text{m}$ 。根据表 2 实施三种不同的退火过程。对三种不同样品进行根据实例 1 的磷酸盐处理。根据实例 1 分别

模制和热处理三种不同的环。所达到的环密度为 7.4g/cm^3 。根据实例 1 测量组成的电阻率。为进行磁芯损耗和磁导率测量，对环的主电路“绕线”112 圈，对次电路“绕线”25 圈，以能够借助于 Brockhaus MPG 100 的磁滞图在 1T 和 400Hz 下测量磁性能。

表 2

样品	退火温度	退火时间	氧含量
1	1150° C	40 min	0.015 %
2	1020° C	100 min	0.035 %
3	1020° C	40 min	0.053 %

由图 2 可以看出，随着被涂敷磷酸盐的铁粉末的母相中氧含量的降低，电阻率增大，而磁芯损耗降低。

实例 3

该实例示出了通过 BET 方法测得的退火后的雾化铁粉末对比表面积的影响。

采用的铁粉末的两个样品具有根据实例 1 中的粉末 B 的杂质含量，相同的颗粒尺寸分布，且其平均颗粒尺寸小于 $425\mu\text{m}$ 。此外，还对具有较细的颗粒尺寸分布、平均颗粒尺寸小于 $150\mu\text{m}$ 的样品进行了测试。

在氢气气氛中、且在足以分别达到 0.035 % 和 0.08 % 的氧含量的温度和退火时间下，对具有相同颗粒尺寸分布的样品进行退火，然后，根据实例 2 用磷酸盐溶液进行处理。在氢气气氛中、且在足以达到 0.035 % 的氧含量的温度和退火时间下，对具有更细颗粒尺寸分布的样品进行退火。根据实例 2 中所述的方法制备磁环，如该实例所公开的方法测量磁芯损耗和磁导率。在退火后测量比表面积和氧含量。表 3 示出了退火的软磁复合粉末的母相的磁测量结果及特征。

表 3

颗粒尺寸	杂质	BET 表面	氧含量	磁芯损耗	电阻率	磁导率
------	----	--------	-----	------	-----	-----

	%	m ³ /kg	%	W/kg	μohm.m	
<150 μm	0.14	64	0.035	58	45	480
<425 μm	0.18	57	0.08	80	30	585
<425 μm	0.18	50	0.035	45	150	673

表 3 示出了由具有最低氧含量和最低比表面积的基底粉末制备的软磁元件具有优良的磁性能。

实例 4

该实例示出了与由美国专利 6348265 所公开的已知粉末制造的元件相比，由新软磁复合粉末制造的元件对磁导率和电阻率以及总磁芯损耗的影响。

表 4

	新粉末，压制气压 800MPa， 密度 7.44g/cm ³			已知粉末，压制气压 800MPa， 密度 7.38g/cm ³		
	磁导率	电阻率 μΩm	磁芯损耗 W/kg	磁导率	电阻率 μΩm	磁芯损耗 W/kg
500℃ 热处理的元件	669	135	45	492	44	54
550℃ 热处理的元件	740	22	46	522	2	80

从表 4 可以看出，在相同的热处理温度下，新粉末的磁导率和电阻率均高于已知粉末，而磁芯损耗低于已知粉末。通过实例示出的上述发现公开了适于制造软磁复合粉末的雾化铁粉末。该粉末可用于制造在环境温度或高温以及常规模制气压下通过 PM 模制制造的磁芯，其电阻率高于 40μΩ·m, 1T 和 400Hz 下磁芯损耗小于 50 W/kg, 并且最大磁导率大于 600。

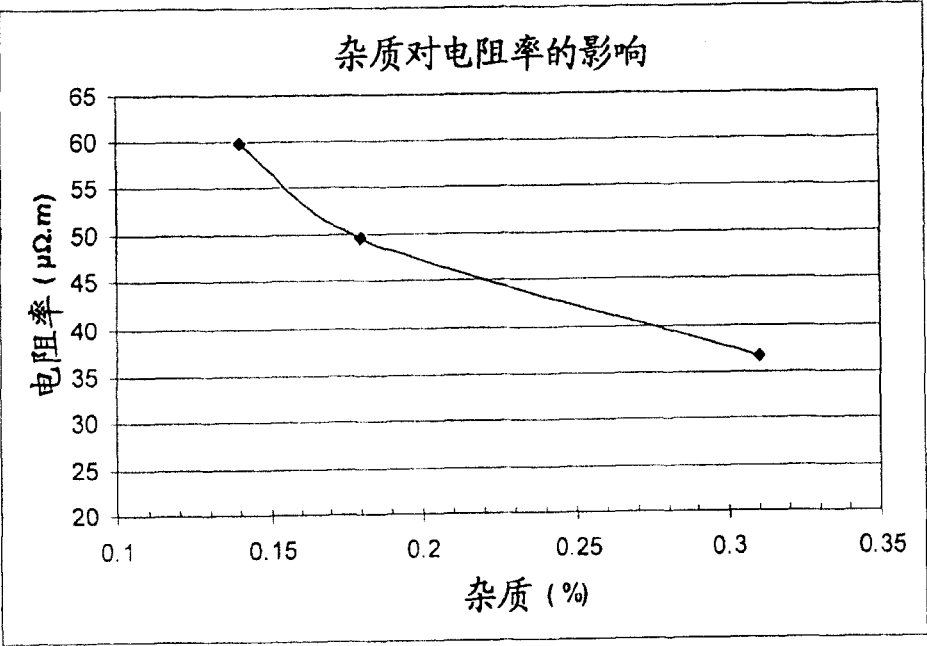


图 1

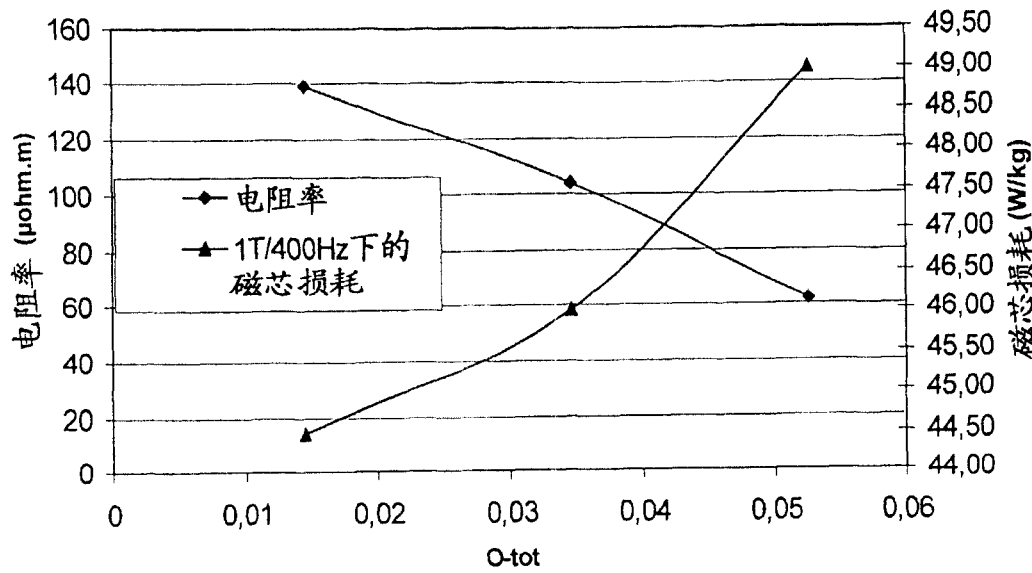


图 2