



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103310936 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 18

(21) 申请号 201310280793. 2

(22) 申请日 2013. 07. 05

(71) 申请人 浙江大学

地址 310027 浙江省杭州市西湖区浙大路
38 号

申请人 南通万宝实业有限公司

(72) 发明人 严密 熊亚东 张念伟 赵国梁

姜银珠 周连明 曹阳 林坤

(74) 专利代理机构 杭州求是专利事务所有限公

司 33200

代理人 张法高

(51) Int. Cl.

H01F 1/147(2006. 01)

H01F 27/255(2006. 01)

H01F 41/02(2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种低损耗 Fe 基纳米晶软磁粉芯及其制备方法。构成该粉芯的合金粉末成分为 $Fe_aSi_bB_cCu_dM_eY_f$, 式中 M 为 C、P、Cr 或 Mn, 下标 a、b、c、d、e、f 表示相应合金元素的原子百分比, 满足以下条件: $70 \leq a \leq 90$, $2 \leq b \leq 15$, $4 \leq c \leq 13$, $0.4 \leq d \leq 3$, $2 \leq e \leq 8$, $0 < f \leq 5$; 且 $a+b+c+d+e+f=100$ 。所制得的磁粉芯具有较小的涡流损耗, 且制备工艺简单, 易于成型, 利于环保, 并具有一定的成本优势。

1. 一种低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯, 其特征在于其组成为: $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$, 式中 M 为 C、P、Cr 或 Mn, 下标 a、b、c、d、e、f 表示相应合金元素的原子百分比, 满足以下条件: $70 \leq a \leq 90$, $2 \leq b \leq 15$, $4 \leq c \leq 13$, $0.4 \leq d \leq 3$, $2 \leq e \leq 8$, $0 < f \leq 5$; 且 $a+b+c+d+e+f=100$ 。

2. 一种低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯的制备方法, 其特征在于它的步骤如下:

(1) 将 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 非晶薄带在真空退火炉中于 420°C 保温 1h 后, 对其进行机械破碎, 式中 M 为 C、P、Cr 或 Mn, 下标 a、b、c、d、e、f 表示相应合金元素的原子百分比, 满足以下条件: $70 \leq a \leq 90$, $2 \leq b \leq 15$, $4 \leq c \leq 13$, $0.4 \leq d \leq 3$, $2 \leq e \leq 8$, $0 < f \leq 5$; 且 $a+b+c+d+e+f=100$;

(2) $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 非晶薄带机械破碎后, 置于行星式球磨机中球磨, 球料比为 5:1, 球磨时间为 4h, 转速为 260r/min, 并加入乙醇防止氧化, 干燥后经筛分得到不同颗粒度的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉;

(3) 将不同目数的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉进行混合, 其中 -100 目 ~ +200 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 15%, -200 目 ~ +300 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 70%, -300 目 ~ +400 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 10%, -400 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 5%, 经过 0.4wt% 的磷酸水溶液钝化处理后, 与 0.5wt% 的粘结剂充分混合, 并在 1.80GPa 压强下压制成磁粉芯;

(4) 将压制好的磁粉芯置于真空退火炉中 500°C 保温 1h, 得到 Fe 基纳米晶磁粉芯。

3. 根据权利要求 2 所述的一种低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯的制备方法, 其特征在于所述的粘结剂为环氧树脂或硅酮树脂。

一种低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及磁性材料领域,尤其涉及一种低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯及其制备方法。

背景技术

[0002] 软磁粉芯在电子信息、电工及中高频领域有着广泛的应用。随着电子工业的发展,对于电子产品微型化的要求越来越高。近几十年来,为了满足电子工业的发展,各国研究人员采用不同方法制备了各种具有不同磁性能的软磁粉芯,这些磁粉芯广泛应用于滤波器、调频扼流圈及开关电源中。

[0003] 1921 年,美国西屋公司的 Arnold 和 G. W. Elmen 等首次将电解铁粉压制成磁粉芯,他们将这种磁粉芯主要用作电话线路中的负载电感,两年后,他们又研制出高磁导率坡莫合金,并于 1927 年把其制成了磁粉芯,因其具有良好的优点,很快被产业化,到 1950 年代已被广泛使用。1932 年,日本人增本量和山本宏发明了铁硅铝合金,由于发明地是在仙台,因此铁硅铝合金也被称为 Sendust。但是,直到 1980 年代初,Sendust 磁粉芯才成功开发并逐渐实现产业化。1940 年,美国贝尔实验室的 V. E. Legg 和 F. J. Given 开发了铁镍钼合金磁粉芯,这种磁粉芯由 81% 镍、17% 铁和 2% 钼组成。因含有 2% 左右的钼,因此磁导率和电阻率大幅提高、具有良好的时间稳定性、较小的温度系数、低损耗等优点,之后受到高度关注。上世纪六十年代的时候,美国的 MK-46II 鱼雷的制导和控制部分,就大量使用了该磁芯。

[0004] 人们为了使电子器件以适应不同频段的工作环境,使其具有高频、低损耗、高 Q 值等特性,做了大量的工作。目前,在高端市场上铁镍钼合金磁粉芯占据了主要份额,但由于铁镍钼磁粉芯造价昂贵,其应用一直受到限制。近年来,Fe 基纳米晶-非晶软磁粉芯因其成本较低,制备工艺简单,性能优异而备受关注,有望取代铁镍钼磁粉芯的部分用途

发明内容

[0005] 本发明的目的是克服现有技术的不足,提供一种低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯及其制备方法。

[0006] 低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯的组成为: $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$, 式中 M 为 C、P、Cr 或 Mn, 下标 a、b、c、d、e、f 表示相应合金元素的原子百分比, 满足以下条件: $70 \leq a \leq 90$, $2 \leq b \leq 15$, $4 \leq c \leq 13$, $0.4 \leq d \leq 3$, $2 \leq e \leq 8$, $0 < f \leq 5$; 且 $a+b+c+d+e+f=100$ 。

[0007] 低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯的制备方法的步骤如下:

[0008] (1) 将 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 非晶薄带在真空退火炉中于 420℃ 保温 1h 后, 对其进行机械破碎, 式中 M 为 C、P、Cr 或 Mn, 下标 a、b、c、d、e、f 表示相应合金元素的原子百分比, 满足以下条件: $70 \leq a \leq 90$, $2 \leq b \leq 15$, $4 \leq c \leq 13$, $0.4 \leq d \leq 3$, $2 \leq e \leq 8$, $0 < f \leq 5$; 且 $a+b+c+d+e+f=100$;

[0009] (2) $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 非晶薄带机械破碎后, 置于行星式球磨机中球磨, 球料比为 5:1, 球磨时间为 4h, 转速为 260r/min, 并加入乙醇防止氧化, 干燥后经筛分得到不同颗粒

度的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉；

[0010] (3) 将不同目数的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉进行混合, 其中 -100 目 ~ +200 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 15%, -200 目 ~ +300 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 70%, -300 目 ~ +400 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 10%, -400 目的 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$ 磁粉占总质量的 5%, 经过 0.4wt% 的磷酸水溶液钝化处理后, 与 0.5wt% 的有机粘结剂充分混合, 并在 1.80GPa 压强下压制成磁粉芯；

[0011] (4) 将压制好的磁粉芯置于真空退火炉中 500°C 保温 1h, 得到 Fe 基纳米晶磁粉芯。

[0012] 所述的有机粘结剂为环氧树脂或硅酮树脂。

[0013] 本发明的优点是: 通过此法可获得软磁性能优异的低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯, 且工艺简单, 易于成型, 利于环保, 并具有一定的成本优势。

具体实施方式

[0014] 低损耗 Fe 基纳米晶磁粉芯的组成为: $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Cu}_d\text{M}_e\text{Y}_f$, 式中 M 为 C、P、Cr 或 Mn, 下标 a、b、c、d、e、f 表示相应合金元素的原子百分比, 满足以下条件: $70 \leq a \leq 90$, $2 \leq b \leq 15$, $4 \leq c \leq 13$, $0.4 \leq d \leq 3$, $2 \leq e \leq 8$, $0 < f \leq 5$; 且 $a+b+c+d+e+f=100$ 。

[0015] 实施例 1

[0016] (1) 将 $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 非晶薄带在真空退火炉中于 420°C 保温 1h 后, 对其进行机械破碎；

[0017] (2) $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 非晶薄带机械破碎后, 置于行星式球磨机中球磨, 球料比为 5:1, 球磨时间为 4h, 转速为 260r/min, 并加入乙醇防止氧化, 干燥后经筛分得到不同颗粒度的 $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 磁粉；

[0018] (3) 将不同目数的 $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 磁粉进行混合, 其中 -100 目 ~ +200 目的 $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 磁粉占总质量的 15%, -200 目 ~ +300 目的 $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 磁粉占总质量的 70%, -300 目 ~ +400 目的 $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 磁粉占总质量的 10%, -400 目的 $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{Cu}_{0.4}\text{M}_8\text{Y}_{2.6}$ 磁粉占总质量的 5%, 经过 0.4wt% 的磷酸水溶液钝化处理后, 与 0.5wt% 的环氧树脂粘结剂充分混合, 并在 1.80GPa 压强下压制成环型坯样; 磁环的外径为 22.90mm, 内径为 14.20mm, 高为 7.60mm。

[0019] (4) 将压制好的磁粉芯置于真空退火炉中 500°C 保温 1h, 得到 Fe 基纳米晶磁粉芯。

[0020] 经检测, 目标产物相关电磁参数如表 1:

[0021]

性能 \ 样品编号	样品 1	样品 2	样品 3
有效磁导率 ($f=100\text{kHz}$, 1V)	60	64	67
铁损 P_{cv} (mW/cm^3) ($f=50\text{kHz}$, $B_m=1000\text{Gs}$)	415	410	412
直流偏磁特性(%) ($H=40\text{Oe}$ 时, $\mu_{H_0=40}/\mu_{H_0=0}$)	75	72	70

[0022] 实施例 2

[0023] (1) 将 $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 非晶薄带在真空退火炉中于 420°C 保温 1h 后, 对其进行机械破碎;

[0024] (2) $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 非晶薄带机械破碎后, 置于行星式球磨机中球磨, 球料比为 5:1, 球磨时间为 4h, 转速为 $260\text{r}/\text{min}$, 并加入乙醇防止氧化, 干燥后经筛分得到不同颗粒度的 $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 磁粉;

[0025] (3) 将不同目数的 $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 磁粉进行混合, 其中 -100 目 $\sim +200$ 目的 $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 磁粉占总质量的 15%, -200 目 $\sim +300$ 目的 $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 磁粉占总质量的 70%, -300 目 $\sim +400$ 目的 $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 磁粉占总质量的 10%, -400 目的 $\text{Fe}_{90}\text{Si}_2\text{B}_4\text{Cu}_1\text{P}_2\text{Y}_1$ 磁粉占总质量的 5%, 经过 0.4wt% 的磷酸水溶液钝化处理后, 与 0.5wt% 的硅酮树脂粘结剂充分混合, 并在 1.80GPa 压强下压制成磁粉芯;

[0026] (4) 将压制好的磁粉芯置于真空退火炉中 500°C 保温 1h, 得到 Fe 基纳米晶磁粉芯。

[0027] 经检测, 目标产物相关电磁参数如表 2:

[0028]

性能 \ 样品编号	样品 1	样品 2	样品 3
有效磁导率 ($f=100\text{kHz}$, 1V)	66	59	67
铁损 P_{cv} (mW/cm^3) ($f=50\text{kHz}$, $B_m=1000\text{Gs}$)	430	451	427
直流偏磁特性(%) ($H=40\text{Oe}$ 时, $\mu_{H_0=40}/\mu_{H_0=0}$)	72	75	73

[0029] 实施例 3

[0030] (1) 将 $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 非晶薄带在真空退火炉中于 420°C 保温 1h 后, 对其进行机械破碎;

[0031] (2) $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 非晶薄带机械破碎后, 置于行星式球磨机中球磨, 球料比为 5:1, 球磨时间为 4h, 转速为 260r/min, 并加入乙醇防止氧化, 干燥后经筛分得到不同颗粒度的 $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 磁粉;

[0032] (3) 将不同目数的 $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 磁粉进行混合, 其中 -100 目 ~ +200 目的 $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 磁粉占总质量的 15%, -200 目 ~ +300 目的 $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 磁粉占总质量的 70%, -300 目 ~ +400 目的 $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 磁粉占总质量的 10%, -400 目的 $\text{Fe}_{60}\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Cu}_3\text{Cr}_8\text{Y}_5$ 磁粉占总质量的 5%, 经过 0.4wt% 的磷酸水溶液钝化处理后, 与 0.5wt% 的环氧树脂粘结剂充分混合, 并在 1.80GPa 压强下压制磁粉芯;

[0033] (4) 将压制好的磁粉芯置于真空退火炉中 500°C 保温 1h, 得到 Fe 基纳米晶磁粉芯。

[0034] 经检测, 目标产物相关电磁参数如表 3:

[0035]

性能 \ 样品编号	样品 1	样品 2	样品 3
有效磁导率 ($f=100\text{kHz}$, 1V)	56	62	63

[0036]

铁损 P_{cv} (mW/cm^3) ($f=50kHz$ 、 $B_m=1000Gs$)	395	407	423
直流偏磁特性(%) ($H=40Oe$ 时, $\mu_{H_0=40}/\mu_{H_0=0}$)	70	71	69

[0037] 实施例 4

[0038] (1)将 $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 非晶薄带在真空退火炉中于 $420^\circ C$ 保温 1h 后,对其进行机械破碎;

[0039] (2) $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 非晶薄带机械破碎后,置于行星式球磨机中球磨,球料比为 5:1,球磨时间为 4h,转速为 260r/min,并加入乙醇防止氧化,干燥后经筛分得到不同颗粒度的 $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 磁粉;

[0040] (3) 将不同目数的 $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 磁粉进行混合,其中 -100 目 ~ +200 目的 $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 磁粉占总质量的 15%, -200 目 ~ +300 目的 $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 磁粉占总质量的 70%, -300 目 ~ +400 目的 $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 磁粉占总质量的 10%, -400 目的 $Fe_{74}Si_6B_6Cu_3Mn_6Y_5$ 磁粉占总质量的 5%,经过 0.4wt% 的磷酸水溶液钝化处理后,与 0.5wt% 的硅酮树脂粘结剂充分混合,并在 1.80GPa 压强下压制成磁粉芯;

[0041] (4)将压制好的磁粉芯置于真空退火炉中 $500^\circ C$ 保温 1h,得到 Fe 基纳米晶磁粉芯。

[0042] 经检测,目标产物相关电磁参数如表 4:

[0043]

性能 \ 样品编号	样品 1	样品 2	样品 3
有效磁导率 ($f=100kHz$, 1V)	61	63	67
铁损 P_{cv} (mW/cm^3) ($f=50kHz$ 、 $B_m=1000Gs$)	450	425	434
直流偏磁特性(%) ($H=40Oe$ 时, $\mu_{H_0=40}/\mu_{H_0=0}$)	77	74	76