• 今日铸造 Today Foundry •
DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2020.09.021

铁基非晶纳米晶磁粉芯制备工艺研究进展

高 铭[1,2],张于顺[1],柏忠卫[1],高海丰[2],刘景涛[2],刘顺才[2],李 雪[1]
(1.辽宁科技大学 材料与冶金学院,辽宁 鞍山 114051;2.辽宁秉航非晶科技有限公司,辽宁 朝阳 122100)

摘 要:非晶纳米晶磁粉芯是一种性能优异的非晶软磁材料,有高频损耗低,工作范围宽,性价比高等特点。从制备工艺的角度,分类介绍了非晶纳米晶磁粉的制备工艺、绝缘包覆工艺以及非晶纳米晶磁粉芯的压制处理工艺,重点阐述了各种方法对非晶纳米晶磁粉芯软磁性能的影响,并从工业生产的角度分析了各方法的优势及特点。

关键词:非晶;纳米晶;磁粉芯;制备工艺;软磁性能
中图分类号:TG139+.8 **文献标识码**:A **文章编号**:1000-8365(2020)09-0891-03

Research Progress in Preparation Technology of Fe-based Amorphous Nanocrystalline Magnetic Powder Cores

GAO Ming[1,2], ZHANG Yushun[1], BAI Zhongwei[1], GAO Haifeng[2], LIU Jingtao[2], LIU Shuncai[2], LI Xue[1]
(1.School of Materials and Metallurgy, University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, China; 2. Liaoning Binghang Amorphous Technology Co., Ltd., Chaoyang 122100, China)

Abstract: Amorphous nanocrystalline magnetic powder core was a kind of amorphous soft magnetic material with excellent performance, low high frequency loss, wide working range and high cost-effective performance. From the point of preparation technology, the preparation technology, the insulating coating technology and the pressing treatment technology of the amorphous nanocrystalline magnetic powder core were introduced. The influence of various methods on the soft magnetic properties of the amorphous nanocrystalline magnetic powder core was emphatically described, and the advantages and characteristics of each method were analyzed from the perspective of industrial production.

Key words: amorphous; nanocrystalline; magnetic powder core; preparation technology; soft magnetic property

磁粉芯是一种由磁性粉末经绝缘包覆后,压制而成的软磁材料,其特点是饱和磁化强度较高、频率特性以及恒导磁良好,主要用于高频电感[1]。磁粉芯种类繁多,其中纯铁粉芯开发研究较早,其成本较低,应用最广,但在高频领域其铁芯损耗较高。铁镍粉芯价格较为昂贵,但其磁导率和饱和磁化强度较高,性能较为优异;铁镍钼磁粉芯在不同工作温度下性能良好,且差异小,同时铁芯损耗低,但由于添加了稀有金属钼,价格较为昂贵,应用范围小。铁硅铝粉芯的性价比较高,损耗远低于纯铁粉芯,但饱和磁化强度较低,其特点在于工作时噪音极小[2]。

传统磁粉芯各有优劣,金属磁粉芯的研究一直是材料行业发展的重点,以求制备出各方面性能均极佳的磁粉芯。二次大战以后磁粉芯的研究陷入低潮,1984 年,美国联合公司制备了铁基非晶磁粉芯[3]。由于非晶合金具有良好的软磁性能、无磁各向异性的特点[4],由非晶合金制成的磁粉芯具有在高频损耗低、工作范围宽、温度稳定性高等良好性能,且性价比较高,近些年,非晶纳米晶磁粉芯的研究步入了高潮。通过将非晶带材用球磨破碎法、雾化法制备非晶粉末。再将制得的非晶粉末包覆绝缘材料后冷压成型,经由退火处理后制得非晶-纳米晶磁粉芯,这种材料在非晶基体内存在 α-Fe 纳米晶结构,进一步提高了饱和磁化强度、导磁率,降低了损耗。本文主要介绍几种磁粉的制备工艺、绝缘包覆工艺以及非晶磁粉芯的成型工艺的研究进展。

1 非晶粉末制备工艺

磁粉制备是磁粉芯制备前置步骤。制得的粉末要求颗粒尺寸较小,形状圆形或椭圆形最佳。该环节对磁粉芯的性能影响较大,如粉末尺寸过大会形成

收稿日期:2020-06-12
基金项目:辽宁科技大学大学生创新创业训练计划(201810146075)
作者简介:高 铭(1996-),辽宁朝阳人,硕士生.研究方向:非晶、纳米晶软磁材料.电话:18640947082,E-mail:milo717@126.com
通讯作者:李 雪(1980-),女,辽宁沈阳人,博士,副教授.研究方向:非晶、纳米晶软磁材料,块体非晶合金.电话:0412-5929381,E-mail:yuki_0527@163.com

较大的涡流区域,尖锐棱角则会在压制中刺穿绝缘层,增加涡流损耗。

1.1 球磨破碎法

球磨破碎法为最早被应用的磁粉制备方法,使用球磨等机械对非晶带材进行破碎制得磁粉。其呈现出的形貌为带有尖锐棱角的、形状不均匀的多边形薄片,绝缘材料包覆后压制成磁粉芯时会刺破绝缘材料,影响磁粉表面的绝缘效果,在使用过程中产生了较大的涡流区域,使得涡流损耗增大、磁性能下降[5]。

有报道对球磨破碎法进行改进,在球磨进行破碎时吹入高速气流,使得制备出的粉末更为均匀,边角更为光滑圆润,该方法被称为球磨气流复合破碎法。王立军等人[6]分别使用球磨破碎法以及球磨气流复合破碎法制备了 $Fe_{78}Si_9B_{13}$ 非晶粉末,并对制得的粉末进行分析比较,使用球磨气流复合破碎法制备出的非晶粉末尖锐度更低,棱角明显减少。球磨气流复合破碎化是一种较为先进的物理破碎制备非晶粉末的方法,成本较低,已被广泛应用在工业生产中。

1.2 雾化法

雾化法分为气雾化法和水雾化法。气雾化法是指在惰性气氛下,使用高压气体将熔融状态的母合金喷出,金属液滴在惰性气体中进行急速冷却形成粉末。该方法能够直接制备圆形或椭圆形的非晶粉末颗粒,通过控制喷嘴的尺寸可以控制粉末颗粒的尺寸[7]。水雾化法是通过对气雾化法进行改进,使液态母合金喷出后落入水中进行冷却,形成非晶粉末颗粒。相较气雾化法具有更高的冷却效率,在制备非晶形成能力较弱的非晶粉末时效果较为理想[8,9]。但用水雾化法制备出的非晶粉末容易被氧化,针对这一缺点对水雾化法进行改进,在雾化时通入惰性气体,可以有效降低非晶粉末的氧化程度。周晚珠等人[10]使用气雾化法和改良后的水雾化法分别制备了 $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$ 磁性非晶粉末,分析表明改良后水雾化法制备出的非晶粉末非晶相含量为91%,大于气雾化法制备非晶粉末的非晶相含量88%,具有更好的软磁性能,形貌呈现更易压制的球形或椭球形。

相较使用机械破碎的方式制备粉末,雾化法是一种更为有效、成品形貌更佳的非晶粉末制备方法。气雾化法冷却速率较低,对非晶形成能力的要求较高,在生产过程中惰性气体会出现逸散,成本较高;改良后的水雾化法成本略低于气雾化法,制备出的非晶粉末含氧量略高于气雾化法,其优势在于冷却速率较高,可以有效制备非晶形成能力较弱的非晶粉末。

2 绝缘包覆工艺

绝缘包覆是使用绝缘材料包覆磁性粉末,通过提高磁粉芯电阻率的方式,降低了磁粉芯在高频工作环境下的涡流损耗。绝缘材料多用有机树脂包覆或无机物包覆[11,12]。

使用有机树脂进行绝缘包覆粘合的磁粉芯磁性能较好,但抗氧化能力弱、熔点较低,在热处理时会受到限制。莫建等人[13]使用 REN50 作为绝缘材料对 $Fe_{73.5}Cu_1Si_{13.5}B_9$ 进行包覆后压制成非晶纳米晶磁粉芯,该团队指出 REN50 有机硅树脂在 500 ℃热处理后仍稳定存在,是一种性能良好的有机绝缘材料。

无机包覆大多为钝化后用水玻璃或 SiO_2 等绝缘材料进行包覆,钝化是指使用化学试剂进行处理,使粉末颗粒表面形成均匀的钝化膜,同样可以提高粉末颗粒间的电阻率[14,15]。林坤等人[16]对比了不同磷酸钝化剂浓度对粉末的影响,指出磷酸钝化剂的浓度增加,粉末表面磷酸盐从均匀分布变为岛状分布,粉末的有效磁导率逐渐降低,频率稳定性有所上升,而体积损耗先降低后上升。

3 磁粉芯的制备工艺

3.1 冷压成型-热处理法

由于非晶材料在高于晶化温度时会析出晶相,通常使用在常温下对绝缘材料包覆后的非晶粉末颗粒进行压制的方法制备磁粉芯。在冷压成型的过程中不断增加压力,伴随密度上升的同时,磁导率逐渐增加,但上升到一定阶段后,磁导率趋于稳定,这是由于压力过大使得非晶粉末的棱角穿透绝缘材料,使得多数个非晶粉末相互接触,形成较大的涡流区域,影响了磁粉芯的磁性能。热处理工艺对非晶纳米晶磁粉芯的性能也产生了极大的影响,在传统的冷压工艺中,在压制后对磁粉芯进行热处理,处理温度在晶化温度以下,可以使非晶相中析出少量纳米晶相,会使非晶纳米晶磁粉芯的磁导率和饱和磁化强度提高。

3.2 放电等离子烧结法

放电等离子烧结法(Spark Plasma Sintering, SPS)是指在真空环境或惰性气体氛围下,将样品放入两端加有磁热偶和压力装置的模具中,在高温、高压以及电流的作用下进行压制成型[17]。该方法不仅应用在非晶纳米晶磁粉芯的压制成型中,还广泛被应用于陶瓷材料、复合材料以及金属材料的制备中[18]。王起等人[19]使用 SPS 在 1 500 ℃下烧结了性能优异的 Si_2N_2O 纳米非晶陶瓷烧结体;谢玉叶等人[20]使用 SPS 烧结了 $Fe/MnZnFe_2O_4$ 复合磁粉芯,该磁粉芯

软磁性能较强，显著得扩大了使用频率范围。

该技术具有升温速率、压制温度、压制时间均可控的特点。在玻璃化转变温度 T_g 与晶化温度 T_x 之间进行烧结，可以限制晶相的形成，同时可减轻非晶粉末穿透绝缘材料的情况。同时，使用 SPS 对材料进行处理可以使非晶相析出少量纳米晶相，省去了热处理环节。Xue Li 等人[21]使用 SPS 法制备了 $Fe_{76}Si_{9.6}B_{8.4}P_6$ 非晶磁粉芯，该磁粉芯与带材相对密度达97.6%，高频损耗低，具有较为优异的饱和磁化强度与磁导率。Zhankui Zhao 等人[22]也使用 SPS 法制备了 $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$ 非晶磁粉芯材料，结果表明，烧结温度和压力的增加虽然会导致烧结试样的致密度增加，同时出现更多晶相析出，但是，在较高的升温速率下，更有利于形成致密的、且完全非晶相的样品。

4　结论

非晶纳米晶磁粉芯常被应用于高频电感中，具有高频损耗低等特点，在科研、工程领域均有巨大的发展潜力。非晶纳米晶磁粉芯的制备分为磁粉制备、绝缘包覆以及磁粉芯制备 3 个步骤。本文介绍了磁粉制备中的球磨破碎法以及雾化法，球磨破碎法由于较为便捷多用于工业生产，而雾化法由于性能良好主要应用在实验中，雾化法的大规模工业应用有待开发。绝缘包覆的材料需要根据磁粉芯的工作环境决定，主要有耐高温的无机包覆和不耐高温的有机包覆。传统的冷压成型–热处理法由于压制温度低，致密度较差，而放电等离子烧结法可以制备出更为致密的非晶纳米晶磁粉芯，但由于成本较高，难以应用在工业生产中。所以，如何将更为先进、成品性能更佳的制备方法大规模的应用，是非晶纳米晶磁粉芯制备工艺发展的关键。

参考文献：

[1] 崔永飞，周娟，肖于德，等. 磁粉芯的研究进展 [J]. 材料导报，2010，24(3):27-32.

[2] 刘亚丕，石康，石凯鸣，等. 软磁磁粉芯和烧结软磁材料:结构、性能、特点和应用[J]. 磁性材料及器件，2019(4):65-69.

[3] 李长全，罗小玲. 铁基纳米晶软磁粉芯研制进展概述[J]. 材料导报，2005，19(z1):23-26.

[4] 汪卫华.非晶态物质的本质和特性[J]. 物理学进展，2013，33(5):177-351.

[5] 王红霞，唐书环，崔嘉义，等. $Fe_{78}Si_9B_{13}$ 非晶粉末的钝化工艺对其磁粉芯性能的影响[J]. 金属功能材料，2010(2):12-15，70.

[6] 王立军，唐书环，王红霞，等. Fe-Si-B 非晶粉末及其磁粉芯研制进展概述[J]. 金属功能材料，2011(3):71-73，82.

[7] 刘文胜，彭芬，马运柱，等. 气雾化法制备金属粉末的研究进展[J]. 材料导报，2009(3):57-61.

[8] 覃思思，李志，王志勇，等. 水雾化制备 Fe-Si-B-C 非晶软磁粉末及其晶化过程的研究[J]. 粉末冶金工业，2015(3):13-17.

[9] 王湘粤，卢志超，黄纯波，等. 具有优异高频特性非晶磁粉芯的制备及磁性能研究[J]. 粉末冶金工业，2013，23(4):22-26.

[10] 周晚珠，宗伟，朱杰，等. 雾化法制备铁基非晶软磁合金粉末的研究[J]. 材料研究与应用，2016，10(1):43-47.

[11] 李爱坤，李丽娅，吴隆文，等. 溶胶凝胶法制备 SiO_2 包覆 $Fe_{85}Si_{9.6}Al_{5.4}$ 软磁复合粉末 [J]. 中国有色金属学报，2013(4):1065-1072.

[12] 李长全. $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ 纳米晶磁粉芯制备及其性能研究[J]. 电子元件与材料，2006(5):36-38.

[13] 莫健，熊祖钊，刘辛，等. $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ 纳米晶磁粉芯制备及性能[J]. 磁性材料及器件，50(1):18-22.

[14] 王怡伟，刘颖，李军，等. FeSiAl 磁粉表面绝缘包覆及热处理对磁粉芯磁性能的影响[J]. 磁性材料及器件，2014，45(3):25-28.

[15] 吴海波，杨磊，朱虹玲，等. 铁硅铝磁粉绝缘包覆膜的制备研究[J]. 化工时刊，2018，32(5):16-19.

[16] 林坤，熊亚东，严密，等. 铁硅铝磁粉芯的绝缘包覆研究[J]. 稀有金属材料与工程，2014，43(5):1262-1265.

[17] 马垚，周张健，姚伟志，等. 放电等离子烧结(SPS)制备金属材料研究进展[J]. 材料导报，2008，22(7):60-64.

[18] 张久兴，岳明，宋晓艳，等. 放电等离子烧结制备功能材料的最新进展[C]// 中国功能材料及其应用学术会议. 2010.

[19] 王起，焦树强，朱鸿民，等. 纳米非晶 Si_2N_2O 粉末的 SPS 烧结及烧结体性能研究[J]. 有色金属科学与工程，2017(5):62-67.

[20] 谢玉叶，严彪. 烧结温度对 SPS 制备铁基软磁复合材料的影响[J]. 江苏大学学报(自然科学版)，2018，39(5):100-104.

[21] Li X，Makino A，Kato H，et al. $Fe_{76}Si_{9.6}B_{8.4}P_6$ glassy powder soft-magnetic cores with low core loss prepared by spark-plasma sintering [J]. Materials Science & Engineering B, 2011, 176(15):1247-1250.

[22] Zhao Z, Wang M, Jia S, et al. Effects of Spark Plasma Sintering Parameters on the Crystallization and Densification of $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$ Atomization Powders [J]. Journal of Inorganic & Organometallic Polymers & Materials, 2011, 21(4):784-787.

杭州文特机电有限公司

热处理炉、加热炉、工业自动化工程、环保节能工程、机电设备的设计、制造、加工、安装、技术开发、技术咨询、技术服务。工业自动化设备、仪器仪表、工业炉窑配件、计算机等的生产、批发、零售。

地址：杭州市西湖区万塘路 262 号 6 号楼 5-65 室
厂址：长兴县林城镇午山岗开发区
联系人：丁为兵
电话：15088362822
传真：0572-6087688
邮箱：dwb150@163.com