



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108640670 A

(43)申请公布日 2018.10.12

(21)申请号 201810386769.X

(22)申请日 2018.04.26

(71)申请人 湖北华磁电子科技有限公司

地址 441000 湖北省襄阳市高新区深圳工业园南京东路

(72)发明人 郭皓 黄刚 李崇华

(74)专利代理机构 武汉蓝宝石专利代理事务所
(特殊普通合伙) 42242

代理人 吴阳

(51) Int. Cl.

C04B 35/38(2006.01)

C04B 35/622(2006.01)

C04B 35/64(2006.01)

H01F 1/34(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页

(54)发明名称

高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料及磁芯的制备方法

(57)摘要

本发明提出了一种高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料及磁芯的制备方法,优选主配方和有效的掺杂,开发高Bs、低功耗的软磁铁氧体材料,最终产品晶粒尺寸为 $3\sim 4\mu\text{m}$,起始磁导率 μ_i 达到2200以上, $80^\circ\text{C}\sim 120^\circ\text{C}$ 、100kHz、200mTBs值下功率损耗在 $380\sim 420\text{kW}/\text{m}^3$, 100°C Bs值在450mT以上;采用多段式平衡气氛烧结方法,控制铁氧体材料的密度、晶粒尺寸、气孔率以及它们在晶粒内部和晶粒之间的分布,使软磁铁氧体的微观结构得到更有效地控制,从而确保材料的主要特性参数达到和谐的统一;最终产品质量高,生产成本降低20%以上。

1. 一种高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料,其特征在于:该铁氧体粉料包括主成分和添加物成分,其中,

各主成分的配比分别为:

Fe₂O₃ 68~72mol%

MnO 13~17mol%

ZnO 11~15mol%

各主成分的配比总计为100mol%;

相对所述主成分总量,各添加物成分的重量比率分别为:

CaCO₃ 100~1000PPM

SnO₂ 100~500PPM

MoO₃ 50~100PPM

ZrO₂ 100~500PPM

Bi₂O₃ 50~100PPM

纳米SiO₂ 50~100PPM。

2. 权利要求1所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料,其特征在于:所述纳米SiO₂的颗粒尺寸范围为50~200nm。

3. 权利要求1所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备方法,其特征在于:包括以下步骤,

S1,将各主成分和各添加物成分混合,经球磨、造粒、预烧得到锰锌铁氧体材料;

S2,对步骤S1得到的锰锌铁氧体材料进行模压成型、烧结,得到最终产品。

4. 如权利要求3所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料的制备方法,其特征在于:所述步骤S1中,球磨工序中加入纯水、分散剂、粘合剂和消泡剂,控制粒度分布100~300μm,含水的重量百分比为0.15~0.25%。

5. 如权利要求3所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备方法,其特征在于:所述步骤S1中,造粒时添加7wt%~10wt%的PVA溶液,并采用喷雾干燥。

6. 如权利要求3所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备方法,其特征在于:所述步骤S1中,预烧温度为950~1050℃,预烧时间为30~90min。

7. 如权利要求3所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备方法,其特征在于:所述步骤S2中,烧结过程包括,

S2-1,在大气气氛中,以0.5~2.0℃/min的升温速率从室温升至900℃;

S2-2,调整氧分压为0.4~0.5%,以1.0~3.0℃/min的升温速率从900℃升至1200℃;

S2-3,调整氧分压为5~7%,以3~10℃/min的升温速率从1200℃升至1350~1370℃,保温4.2~7h;

S2-4,在平衡氧分压条件下降温,得到烧结密度为4.75~5kg/m³的磁芯。

8. 如权利要求7所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备方法,其特征在于:步骤S2-4中,先从最高烧结温度降到900℃,降温速率为2.5~5℃/min,氧分压控制在0.02%~0.5%;然后再从900℃至室温,降温速率为1.5~4℃/min,氧分压控制在0~0.005%。

9. 如权利要求3所述的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备方法,其特征在于:

最终产品晶粒尺寸为 $3\sim 4\mu\text{m}$,起始磁导率 μ_i 达到2200以上, $80^\circ\text{C}\sim 120^\circ\text{C}$ 、 100kHz 、 200mT B_s 值下功率损耗在 $320\sim 420\text{kW}/\text{m}^3$, 100°C B_s 值在 450mT 以上。

高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料及磁芯的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及软磁铁氧体材料,尤其涉及一种高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料及磁芯的制备方法。

背景技术

[0002] 软磁铁氧体材料自1935年由荷兰菲利普实验室研发成功后,至今已有80多年历史,由于铁氧体的磁性来源于亚铁磁性,其饱和磁化强度 M_s 较金属磁低,但比金属磁的电阻率 ρ 又高得多,故具备良好的高频特性。在弱电高频技术领域,软磁铁氧体具有独特的优点。用这类材料制作的磁芯是各种电感器、电子变压器、扼流线圈、抑制器、滤波器等核心部件。软磁铁氧体材料作为电子信息技术基础材料被列入国家发改委等部门公布的《当前优先发展的高新技术产业化重点领域指南(2011年度)》以及国家科技部公布的《国家重点支持的高新技术领域目录(2015)》。广泛应用于计算机、家用电器、节能灯及LED、网络通讯、汽车及电动车、高铁、风力和核力发电等支柱产业及新兴产业。

[0003] 随着电子技术水平不断快速进步,对应用于其中的铁氧体软磁材料提出了越来越高的要求。为满足航天通讯、新能源汽车、清洁能源、LED绿色照明、便携式电子设备等新兴领域对于磁芯小型化和高直流叠加特性的材料需求,磁性材料行业国内外的磁芯制造厂纷纷提出了既满足低损耗要求又具备高饱和磁通密度的新型材料研发计划。但是,同时实现低功耗和高温高Bs一直是软磁铁氧体材料研究开发的难点,而电子市场急需这类稳定工作并能高效提供电子元器件转换功率的材料。

[0004] 对比国内厂商的高Bs材料的研发水平,很多厂商的研发成果要么Bs值达不到理想状态,要么损耗偏高,或者对于烧结工艺的依赖性很高。目前国内仅有为数不多的几家厂商能够做到的Bs值水平是:常温为530mT,高温为440mT。

发明内容

[0005] 有鉴于此,本发明提出了一种高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料及磁芯的制备方法。

[0006] 本发明的技术方案是这样实现的:

[0007] 一方面,本发明提供了一种高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料,该铁氧体粉料包括主成分和添加物成分,其中,

[0008] 各主成分的配比分别为:

[0009] Fe_2O_3 68~72mol%

[0010] MnO 13~17mol%

[0011] ZnO 11~15mol%

[0012] 各主成分的配比总计为100mol%;

[0013] 相对所述主成分总量,各添加物成分的重量比率分别为:

CaCO_3 100~1000PPM

SnO_2 100~500PPM

MoO_3 50~100PPM

[0014]

ZrO_2 100~500PPM

Bi_2O_3 50~100PPM

纳米 SiO_2 50~100PPM。

[0015] 在以上技术方案的基础上,优选的,所述纳米 SiO_2 的颗粒尺寸范围为50~200nm。

[0016] 另一方面,本发明提供了一种高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备方法,包括以下步骤,

[0017] S1,将各主成分和各添加物成分混合,经球磨、造粒、预烧得到锰锌铁氧体材料;

[0018] S2,对步骤S1得到的锰锌铁氧体材料进行模压成型、烧结,得到最终产品。

[0019] 在以上技术方案的基础上,优选的,所述步骤S1中,球磨工序中加入纯水、分散剂、粘合剂和消泡剂,控制粒度分布100~300 μm ,含水的重量百分比为0.15~0.25%。

[0020] 在以上技术方案的基础上,优选的,所述步骤S1中,造粒时添加7wt%~10wt%的PVA溶液,并采用喷雾干燥。

[0021] 在以上技术方案的基础上,优选的,所述步骤S1中,预烧温度为950~1050 $^{\circ}\text{C}$,预烧时间为30~90min。

[0022] 在以上技术方案的基础上,优选的,所述步骤S2中,烧结过程包括,

[0023] S2-1,在大气气氛中,以0.5~2.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升至900 $^{\circ}\text{C}$;

[0024] S2-2,调整氧分压为0.4~0.5%,以1.0~3.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从900 $^{\circ}\text{C}$ 升至1200 $^{\circ}\text{C}$;

[0025] S2-3,调整氧分压为5~7%,以3~10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从1200 $^{\circ}\text{C}$ 升至1350~1370 $^{\circ}\text{C}$,保温4.2~7h;

[0026] S2-4,在平衡氧分压条件下降温,得到烧结密度为4.75~5 kg/m^3 的磁芯。

[0027] 在以上技术方案的基础上,优选的,步骤S2-4中,先从最高烧结温度降到900 $^{\circ}\text{C}$,降温速率为2.5~5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,氧分压控制在0.02%~0.5%;然后再从900 $^{\circ}\text{C}$ 至室温,降温速率为1.5~4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,氧分压控制在0~0.005%。

[0028] 在以上技术方案的基础上,优选的,最终产品晶粒尺寸为3~4 μm ,起始磁导率 u_i 达到2200以上,80 $^{\circ}\text{C}$ ~120 $^{\circ}\text{C}$ 、100kHz、200mT Bs值下功率损耗在380~420 kW/m^3 ,100 $^{\circ}\text{C}$ Bs值在450mT以上。

[0029] 本发明的高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体材料及磁芯的制备方法相对于现有技术具有以下有益效果:

[0030] (1) 优选主配方和有效的掺杂,开发高Bs、低功耗的软磁铁氧体材料,最终产品晶粒尺寸为3~4 μm ,起始磁导率 u_i 达到2200以上,80 $^{\circ}\text{C}$ ~120 $^{\circ}\text{C}$ 、100kHz、200mT Bs值下功率损耗在320~420 kW/m^3 ,100 $^{\circ}\text{C}$ Bs值在450mT以上;

[0031] (2) 采用多段式平衡气氛烧结方法,控制铁氧体材料的密度、晶粒尺寸、气孔率以及它们在晶粒内部和晶粒之间的分布,使软磁铁氧体的微观结构得到更有效地控制,从而确保材料的主要特性参数达到和谐的统一;

[0032] (3) 最终产品质量高,生产成本降低20%以上。

具体实施方式

[0033] 下面将结合本发明实施方式,对本发明实施方式中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施方式仅仅是本发明一部分实施方式,而不是全部的实施方式。基于本发明中的实施方式,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施方式,都属于本发明保护的范围。

[0034] 实施例1

[0035] 本实施例的软磁铁氧体材料,包括主成分和添加物成分,其中,

[0036] 各主成分的配比分别为:

[0037] Fe_2O_3 68mol

[0038] MnO 17mol

[0039] ZnO 15mol

[0040] 相对所述主成分总量,各添加物成分的重量比率分别为:

CaCO_3 100PPM

SnO_2 100PPM

[0041] MoO_3 50PPM

ZrO_2 100PPM

Bi_2O_3 50PPM

[0042] 颗粒尺寸范围为50~100nm的纳米 SiO_2 50PPM。

[0043] 高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备步骤如下:

[0044] 首先,称量各主成分和各添加物成分,混合均匀。

[0045] 其次,将混合物料中加入纯水、分散剂、粘合剂和消泡剂,进行球磨,控制粒度分布100~300 μm ,含水的重量百分比为0.15%。

[0046] 然后,对球磨得到的粉料添加7wt%的PVA溶液,并采用喷雾干燥造粒。

[0047] 接着,在空气气氛下,在950 $^{\circ}\text{C}$ 预烧,预烧时间为30min,得到锰锌铁氧体材料。

[0048] 最后,对预烧得到的锰锌铁氧体材料进行模压成型,然后在以下条件下进行烧结,得到最终产品:

[0049] S2-1,在大气气氛中,以0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升至900 $^{\circ}\text{C}$;

[0050] S2-2,调整氧分压为0.4%,以1.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从900 $^{\circ}\text{C}$ 升至1200 $^{\circ}\text{C}$;

[0051] S2-3,调整氧分压为5%,以3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从1200 $^{\circ}\text{C}$ 升至1350 $^{\circ}\text{C}$,保温4.2h;

[0052] S2-4,先从最高烧结温度降到900 $^{\circ}\text{C}$,降温速率为2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,氧分压控制在0.02%~0.5%;然后再从900 $^{\circ}\text{C}$ 至室温,降温速率为1.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,氧分压控制在0~0.005%,得到烧

结密度为 $4.75\text{kg}/\text{m}^3$ 的磁芯。

[0053] 实施例2

[0054] 本实施例的软磁铁氧体材料,包括主成分和添加物成分,其中,

[0055] 各主成分的配比分别为:

[0056] Fe_2O_3 70mol

[0057] MnO 15mol

[0058] ZnO 15mol

[0059] 相对所述主成分总量,各添加物成分的重量比率分别为:

CaCO_3 500PPM

SnO_2 200PPM

[0060]

MoO_3 70PPM

ZrO_2 300PPM

[0061] Bi_2O_3 70PPM

[0062] 颗粒尺寸范围为 $100\sim 200\text{nm}$ 的纳米 SiO_2 70PPM。

[0063] 高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备步骤如下:

[0064] 首先,称量各主成分和各添加物成分,混合均匀。

[0065] 其次,将混合物料中加入纯水、分散剂、粘合剂和消泡剂,进行球磨,控制粒度分布 $100\sim 300\mu\text{m}$,含水的重量百分比为 0.2% 。

[0066] 然后,对球磨得到的粉料添加 $8\text{wt}\%$ 的PVA溶液,并采用喷雾干燥造粒。

[0067] 接着,在空气气氛下,在 1000°C 预烧,预烧时间为 60min ,得到锰锌铁氧体材料。

[0068] 最后,对预烧得到的锰锌铁氧体材料进行模压成型,然后在以下条件下进行烧结,得到最终产品:

[0069] S2-1,在大气气氛中,以 $1.5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升至 900°C ;

[0070] S2-2,调整氧分压为 $0.4\sim 0.5\%$,以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从 900°C 升至 1200°C ;

[0071] S2-3,调整氧分压为 $5\sim 7\%$,以 $6^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从 1200°C 升至 1360°C ,保温 5.5h ;

[0072] S2-4,先从最高烧结温度降到 900°C ,降温速率为 $3.5^\circ\text{C}/\text{min}$,氧分压控制在 $0.02\%\sim 0.5\%$;然后再从 900°C 至室温,降温速率为 $3^\circ\text{C}/\text{min}$,氧分压控制在 $0\sim 0.005\%$,得到烧结密度为 $4.85\text{kg}/\text{m}^3$ 的磁芯。

[0073] 实施例3

[0074] 本实施例的软磁铁氧体材料,包括主成分和添加物成分,其中,

[0075] 各主成分的配比分别为:

[0076] Fe_2O_3 72mol

[0077] MnO 17mol

[0078] ZnO 11mol

[0079] 相对所述主成分总量,各添加物成分的重量比率分别为:

CaCO₃ 1000PPM

SnO₂ 500PPM

[0080] MoO₃ 100PPM

ZrO₂ 500PPM

Bi₂O₃ 100PPM

[0081] 颗粒尺寸范围为50~200nm的纳米SiO₂ 100PPM。

[0082] 高Bs值、低功率损耗软磁铁氧体磁芯的制备步骤如下：

[0083] 首先，称量各主成分和各添加物成分，混合均匀。

[0084] 其次，将混合物料中加入纯水、分散剂、粘合剂和消泡剂，进行球磨，控制粒度分布100~300μm，含水的重量百分比为0.25%。

[0085] 然后，对球磨得到的粉料添加10wt%的PVA溶液，并采用喷雾干燥造粒。

[0086] 接着，在空气气氛下，在1050℃预烧，预烧时间为90min，得到锰锌铁氧体材料。

[0087] 最后，对预烧得到的锰锌铁氧体材料进行模压成型，然后在以下条件下进行烧结，得到最终产品：

[0088] S2-1，在大气气氛中，以2.0℃/min的升温速率从室温升至900℃；

[0089] S2-2，调整氧分压为0.4~0.5%，以3.0℃/min的升温速率从900℃升至1200℃；

[0090] S2-3，调整氧分压为7%，以10℃/min的升温速率从1200℃升至1370℃，保温7h；

[0091] S2-4，先从最高烧结温度降到900℃，降温速率为5℃/min，氧分压控制在0.02%~0.5%；然后再从900℃至室温，降温速率为4℃/min，氧分压控制在0~0.005%，得到烧结密度为4.90kg/m³的磁芯。

[0092] 对实施例2得到的磁芯进行测试，得到以下结果：

特性		单位	实施例 2	
初始磁导率 μ_i		±25%	2200	
饱和磁通密度 Bs		25℃	mT	540
		100℃	mT	450
功率损耗 Pv	100kHz 200 mT	25℃	kW/m ³	600
		80℃	kW/m ³	380
		100℃	kW/m ³	320
		120℃	kW/m ³	420
居里温度 Tc	10kHz, B<0.25mT	min	℃	280

[0094] 可以看出，最终产品晶粒尺寸为3~4μm，起始磁导率 μ_i 达到2200以上，80℃~120℃、100kHz、200mT Bs值下功率损耗在320~420kW/m³，100℃Bs值在450mT以上。

[0095] 以上所述仅为本发明的较佳实施方式而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。