



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104028746 A

(43) 申请公布日 2014. 09. 10

(21) 申请号 201410229817. 6

(22) 申请日 2014. 05. 28

(71) 申请人 浙江大学

地址 310027 浙江省杭州市浙大路 38 号

(72) 发明人 严密 高鑫伟 吴琛 姜银珠

(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.

*B22F 1/02* (2006. 01)

*H01F 1/24* (2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

一种软磁复合材料的绝缘包覆处理方法

(57) 摘要

本发明公开了一种软磁复合材料的绝缘包覆方法。将软磁粉放入管式炉中央的石英管中, 通入流速为 1. 0-2. 5L/min 的氮气, 同时加热到 1000°C 以上的渗氮温度, 保温 20min 以上, 保温时继续通入氮气, 其流速变为 300-1000mL/min, 随炉冷却, 并保持氮气流速不变, 得到绝缘包覆后的软磁粉。本发明绝缘包覆后的软磁粉表面形成的金属氮化物和氧化物的膜致密性优良, 覆盖均匀, 起到很好的绝缘作用。压制成的磁环可在高温下退火热处理以去除内应力, 大大降低了软磁粉芯的磁损耗。本发明能有效解决软磁粉芯的传统绝缘包覆方法所得到的包覆层耐高温性不强, 结合能力不高, 均匀性不好等问题。

1. 一种软磁复合材料的绝缘包覆处理方法,其特征在于,将软磁粉放入管式炉中央的石英管中,通入流速为 1.0-2.5 L/min 的氮气,同时加热到 1000°C 以上的渗氮温度,保温 20 min 以上,保温时继续通入氮气,其流速变为 300-1000 mL/min,随炉冷却,并保持氮气流速不变,得到绝缘包覆后的软磁粉。

2. 根据权利要求 1 所述的一种软磁复合材料的绝缘包覆处理方法,其特征在于:所述的软磁粉包括铁硅磁粉或铁硅铝磁粉,软磁粉粒径为 20-200  $\mu\text{m}$ 。

## 一种软磁复合材料的绝缘包覆处理方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于磁性材料制备技术领域,具体涉及一种软磁复合材料的绝缘包覆处理方法。

### 背景技术

[0002] 金属软磁复合材料(又称磁粉芯)是将金属软磁粉末通过粉末冶金工艺制造的一种软磁材料。随着信息技术和机电行业快速发展,要求磁性器件往高频化、小型化、智能化以及低损耗化。金属软磁粉芯在这些方面比目前常用的硅钢片和软磁铁氧体都有更大的优势,因而发展迅速和广泛应用。

[0003] 磁粉芯制备过程中,绝缘包覆工艺是关键步骤之一。绝缘包覆是指在磁性颗粒表面均匀包覆一层绝缘膜,以降低磁粉芯在高频下使用时的损耗。一般要求绝缘包覆层薄而均匀、结合性能好、热稳定性高及电阻率高,以减少因涡流损耗而引起的能量损耗。目前关于绝缘包覆工艺可大体分为以下几类:

#### (1) 有机包覆

常用的有机绝缘剂包括环氧树脂、酚醛树脂等。专利 CN1224899A 公布了采用环氧树脂、酚醛树脂等有机物对 FeSiAl 磁粉芯进行绝缘包覆。但由于这些有机物的耐热性能不佳,耐热温度一般不超过 200℃,因此在后续的制备工艺中,无法对压制后的磁粉芯进行有效的热处理以去除内应力。

#### [0004] (2) 无机包覆

无机包覆中应用最为广泛的工艺是磷酸盐包覆,如专利 CN1656575A、CN1211943A 和 CN1845805A 等。磷酸盐包覆存在的最大的问题是随着热处理温度升高,磷酸绝缘层分解,电阻率急剧下降。氧化物如二氧化硅、氧化镁、氧化钛等由于其良好的绝缘性也被用于磁粉芯的绝缘包覆。专利 CN100500783A 制备了有 SiO<sub>2</sub>、AlO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、云母粉的纳米颗粒的混合物包覆的 FeSiAl 磁粉芯。但氧化物具有脆性,在压制过程中容易发生破裂,影响包覆效果。

#### [0005] (3) 有机-无机复合包覆

由于有机绝缘层包覆的磁粉芯热稳定性不高,不能进行高温退火处理,且制得磁粉芯的力学性能及相关磁学性能不能很好地满足应用的要求;而无机物包覆层的脆性又限制了压制成型工艺中获得高密度的磁粉芯。有机-无机复合包覆法同时保留了有机和无机的优势,因而研究也越来越多。专利 CN101226807A 技术采用溶胶凝胶法制备了二氧化硅和有机聚合物复合绝缘包覆。专利 CN1167990A,通过在铁粉中添加 SiO<sub>2</sub>、硅氧烷树脂和有机钛化合物制得了可以耐高温的绝缘包覆膜。但复合包覆法并没有克服有机树脂的耐热性等问题,因此需要开发耐高温、结合力好且能够均匀包覆的方法。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的是为了解决软磁粉芯的传统绝缘包覆方法所得到的包覆层均匀性不好、结合能力不强、耐高温性不好等问题,提供一种软磁复合材料的绝缘包覆处理方法。

[0007] 软磁复合材料的绝缘包覆处理方法是：将软磁粉放入管式炉中央的石英管中，通入流速为 1.0-2.5 L/min 的氮气，同时加热到 1000°C 以上的渗氮温度，保温 20 min 以上，保温时继续通入氮气，其流速变为 300-1000 mL/min，随炉冷却，并保持氮气流速不变，得到绝缘包覆后的软磁粉。

[0008] 所述的软磁粉包括铁硅磁粉或铁硅铝磁粉，软磁粉粒径为 20-200  $\mu\text{m}$ 。

[0009] 本发明通过这种高温表面热处理的包覆工艺，使软磁粉芯表面生成一层均匀致密的金属氮化物和氧化膜，起到很好的绝缘作用，有效解决了软磁粉芯的传统绝缘包覆方法所得的包覆膜耐热性能不好，均匀性不强，结合能力不强的问题。因而，这种绝缘膜耐高温，可进行高温下退火处理，大大降低了软磁粉芯高频下应用的磁损耗。

## 具体实施方式

### [0010] 实施例 1

将粒径为 20-200  $\mu\text{m}$  的 FeSi 磁粉放入管式炉中央的石英管中，通入流速为 1.0 L/min 的氮气，同时加热到 1200°C 的渗氮温度，保温 25 min，保温时继续通入氮气，其流速变为 1000 mL/min，随炉冷却，并保持氮气流速不变，得到绝缘包覆后的 FeSi 磁粉。FeSi 磁粉绝缘包覆之后包覆层完整均匀，没有裂缝。将绝缘包覆后的 FeSi 磁粉压制成型粉芯。测试性能后发现，绝缘包覆后的磁粉芯热稳定性比较高，可以有效进行高温热处理以消除内应力。绝缘包覆后的磁粉芯磁导率为 106,50 kHz、100 mT 条件下的功耗为 370 kW/m<sup>3</sup>，证明有良好的软磁性能。

### [0011] 实施例 2

将粒径为 20-200  $\mu\text{m}$  的 FeSiAl 磁粉放入管式炉中央的石英管中，通入流速为 2.5 L/min 的氮气，同时加热到 1200°C 的渗氮温度，保温 60 min，保温时继续通入氮气，其流速变为 300 mL/min，随炉冷却，并保持氮气流速不变，得到绝缘包覆后的 FeSiAl 磁粉。FeSiAl 磁粉绝缘包覆之后表面包覆层完整均匀，没有裂缝。将绝缘包覆后的 FeSiAl 磁粉压制成型粉芯。测试性能后发现，绝缘包覆后的磁粉芯热稳定性比较高，可以有效进行高温热处理以消除内应力。绝缘包覆后的磁粉芯磁导率为 92,50 kHz、100 mT 条件下的功耗为 237 kW/m<sup>3</sup>，证明有良好的软磁性能。

### [0012] 实施例 3

将粒径为 20-200  $\mu\text{m}$  的 FeSiAl 磁粉放入管式炉中央的石英管中，通入流速为 1.5 L/min 的氮气，同时加热到 1100 °C 的渗氮温度，保温 40 min，保温时继续通入氮气，其流速变为 600 mL/min，随炉冷却，并保持氮气流速不变，得到绝缘包覆后的 FeSiAl 磁粉。FeSiAl 磁粉绝缘包覆之后表面包覆层完整均匀，没有裂缝。将绝缘包覆后的 FeSiAl 磁粉压制成型粉芯。测试性能后发现，绝缘包覆后的磁粉芯热稳定性比较高，可以有效进行高温热处理以消除内应力。绝缘包覆后的磁粉芯磁导率为 95,50 kHz、100 mT 条件下的功耗为 242 kW/m<sup>3</sup>，证明有良好的软磁性能。