



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107424713 A

(43)申请公布日 2017.12.01

(21)申请号 201710296096.4

(22)申请日 2017.04.28

(71)申请人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市岳麓区麓山南路932号

(72)发明人 彭元东 易依 夏超 李丽娅
易健宏

(74)专利代理机构 长沙市融智专利事务所
43114

代理人 颜勇

(51)Int.Cl.

H01F 1/33(2006.01)

B22F 1/00(2006.01)

B22F 3/02(2006.01)

B22F 3/24(2006.01)

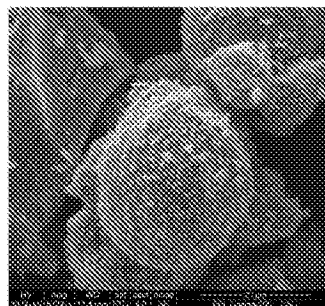
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54)发明名称

一种软磁复合粉末及其应用

(57)摘要

本发明涉及一种软磁复合粉末及其应用。所述软磁复合粉末的制备方法为：按铁氧体软磁化学式；配取铁氧体中金属元素相对应的水溶性金属盐，并制成溶液A；将沉淀剂制成溶液B；将磁性金属粉加入水中，得到悬浊液C；将溶液A、B同时加入C中共沉淀得到包覆粉末；然后依次进行在含氧气氛下的低温煅烧和在惰性气氛下的高温煅烧；得到复合粉末。所述应用的具体方案为：往复合粉末中加入偶联剂、硅树脂及润滑剂；干燥后选取粒径适当的粉体压制成形；接着再依次进行在含氧气氛下的低温退火和在惰性气氛下的高温退火，得到软磁复合材料。本发明所制备的复合粉末具有较高的磁性能和电阻率，软磁复合材料具有较好的磁性能及频率稳定性和更宽的使用频率。



1. 一种软磁复合粉末,其特征在于:所述软磁复合粉末的制备方法包括以下步骤:

第一步:包覆

按铁氧体软磁化学式;配取水溶性金属盐;将配取的水溶性金属盐溶于水中,混合均匀,得到溶液A;

将沉淀剂溶于水中,混合均匀,制成溶液B;所述沉淀剂为KOH和/或NaOH;

将磁性金属粉加入水中,得到悬浊液C;

将溶液A、溶液B同时滴入悬浊液C中,滴加的同时对悬浊液C进行机械搅拌直至反应完成,然后静置、固液分离;清洗固液分离所得固体后经干燥、分散处理;得到包覆粉末;

第二步:煅烧

将第一步所得包覆粉末放入热处理炉中,先在含氧气氛下,于E℃进行煅烧,随后抽真空并通入惰性气氛,在惰性气氛下于F℃进行煅烧,得到所述软磁复合粉末;其中E小于F,且E小于等于600。

2. 根据权利要求1所述的一种软磁复合粉末;其特征在于:所述水溶性金属盐为氯化盐或硝酸盐;所述水溶性金属盐溶于水后,其阳离子中包括Fe³⁺和Ni²⁺、Mn²⁺、Zn²⁺中的至少一种。

3. 根据权利要求1所述的一种软磁复合粉末;其特征在于:

第一步中所述磁性金属粉选自纯Fe粉、Fe-Si粉、Fe-Al粉、Fe-Cr粉、Fe-Si-Al粉、Fe-Si-Cr粉、Fe-Ni粉、Fe-Ni-Mo粉、Fe基非晶纳米晶软磁合金粉末中的至少一种;所述金属磁性粉末粒度为1-150μm;

第一步中,A液、B液滴入到C液中的速率均为1-10ml/min。

4. 根据权利要求1所述的一种软磁复合粉末;其特征在于:第一步中,将溶液A、溶液B滴入悬浊液C中后,搅拌反应;反应结束后,静置使其沉淀,并多次用去离子水冲洗沉淀物;直至得到悬浊液D;接着对所得悬浊液D进行烘干处理;烘干后,进行分散处理;得到所需的包覆粉末;所述分散处理包括研磨、过筛中的至少一种;所述悬浊液D的pH值为6-8。

5. 根据权利要求1所述的一种软磁复合粉末;其特征在于:

第二步中,所述含氧气氛选自空气气氛或纯氧气氛;

第二步中,先在含氧气氛下,于200-600℃进行煅烧15-120min。

6. 根据权利要求1所述的一种软磁复合粉末;其特征在于:

第二步中,在含氧气氛下完成煅烧后,调整炉内气氛至惰性气氛后,升温至F℃,并在F℃保温煅烧15-120min;所述F的取值为300-1000;所述惰性气氛为氩气气氛或氮气气氛。

7. 一种如权利要求1-6任意一项所述软磁复合粉末的应用,其特征在于:包括将所述软磁复合粉末用于制备软磁复合材料;将所述软磁复合粉末制成软磁复合材料包括下述步骤:

步骤一:配料

取前述所得软磁复合粉末,添加占粉末质量0-1.2wt%硅烷偶联剂、0-2wt%耐高温硅树脂,混合均匀、干燥后,破碎,过40-100目筛;取筛下物,添加占其质量0.1-1.2wt%的润滑剂,混合均匀;

步骤二:成形

将步骤一得到的混合粉末压制成形;

一种软磁复合粉末及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种软磁复合粉末及其应用,特别涉及一种由铁氧体软磁和金属磁性粉末复合而成的粉末包覆方法,以及所制备的包覆粉末在软磁复合材料中的应用;属于粉末冶金及磁性材料制备技术领域。

技术背景

[0002] 软磁复合材料具有高的磁导率,低的涡流损耗和总损耗,被广泛应用于通讯、雷达、电子和电源开关领域的电机、变压器、感应器、频率扼流圈和电源开关中的铁芯。其工作频率范围从几十赫兹到兆赫兹。金属磁性粉末上包覆绝缘层是制备工艺的一个重要步骤。总的来讲,绝缘包覆物分为有机物和无机物。无机物包括金属氧化物(如 Al_2O_3 , SiO_2 , MgO , Fe_2O_3),磷酸盐(如 $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$, FePO_4 和 $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2$)和硫化物。有机物分为热塑性和热固性的。新发展起来一种铁氧体作为包覆剂,如 MnZn 铁氧体、 NiZn 铁氧体、 Ni 铁氧体等,不仅具有高的电阻率,且其本身是磁性物质。而采用磁性物质作为包覆材料,其最大的优点是减少了金属磁性粉末颗粒间包覆层所产生的气隙,这样就可避免饱和磁感应强度及磁导率的大幅度降低。此外,如 MnZn 、 NiZn 铁氧体本身是在较高和较宽的频率下应用的软磁材料。采用铁氧体软磁材料作为包覆剂还可以提高 Fe 基软磁复合材料的应用频率,具有高频稳定性。因此发展这种软磁复合粉末及其材料具有重要应用价值。

[0003] 现有技术中,人们对铁氧体和金属磁性粉末的软磁复合粉末及其磁体的制备做了一定的工作。中国发明专利200610124964.2采用铁氧体软磁粉末直接与金属磁性粉末混合,并采用胶黏剂提高复合磁体的强度。发明专利201010621271.0和201010621275.9采用金属软磁和非晶态软磁颗粒填充在铁氧体软磁中形成蜂巢结构,并采用放电等离子烧结工艺制备了软磁复合材料。中国发明专利201310096126.9采用硅酮树脂和纳米铁氧体软磁作为包覆剂,对金属磁性粉末进行包覆并成形和热处理获得软磁复合材料。发明专利201310411772.X和201310417871.9分别采用水热法和溶胶-凝胶法在金属磁性粉末表面原位制备纳米颗粒的铁氧体软磁作为包覆剂。发明专利201310522883.8采用微波辅助处理的方法获得了铁氧体软磁包覆金属磁性粉末并制备了复合磁体。发明专利201610866693.1采用金属氯化盐作为原料,采用共沉淀法在 FeSiAl 粉末表面原位生成 MnZn 铁氧体而形成包覆层。

[0004] 由于铁氧体软磁和金属磁性粉末具有不同的热处理气氛要求,而上面提到的各种软磁复合材料的包覆与制备,均没有细致的考虑并充分利用不同的气氛来提高热处理磁粉或磁体的性能。

发明内容

[0005] 本发明的目的之一是提供一种软磁复合粉末,该粉末是由铁氧体软磁均匀地包覆在金属磁性粉末表面,包覆方法是采用共沉淀法并结合机械搅拌在金属磁性粉末表面获得均匀的沉淀物包覆层,并将包覆粉末先在空气气氛下煅烧一段时间,随后抽真空并通入氩

气等保护性气氛,进一步提高热处理温度并保温一段时间,制得的铁氧体包覆层磁性能优异,结构上薄而均匀、完整而致密,与基体磁性粉末结合良好。

[0006] 本发明的另一个目的是提供一种软磁复合粉末的应用,所述应用是采用上述制备方法获得的包覆粉末,添加少量的偶联剂、硅树脂及润滑剂,随后干燥、破碎、过筛,经压制成形后,进一步在低温下空气中退火,抽真空并充保护性气氛后再升至较高温度退火热处理,所获得软磁复合材料具有较好的磁性能及频率稳定性和更宽的使用频率。

[0007] 经发明人研究发现:

[0008] 1. 化学共沉淀法制备铁氧体软磁具有工艺过程简单、反应温度较低、设备要求简单、污染小的优点,其制备的粉体具有颗粒粒径小、均匀、纯度高、活性好等特点,而且使用该方法还可以适当改变制备条件,得到不同形貌和成分颗粒,产品可控性强。铁氧体包覆粉末甚至可以在较低的温度下实现烧结,制备出磁性能和机械性能良好的软磁复合材料。

[0009] 2. 采用共沉淀法所制备的共沉淀物,其煅烧所用的气氛和温度对磁体的性能有巨大的影响。在氧气或空气气氛中,低温煅烧能减少氧的缺位所带来的缺陷,从而有利于提高磁性能。

[0010] 3. 通常金属磁性粉末热处理所采用的气氛为还原性气氛,如氢气或分解氨。但发明人发现对于经化学沉淀和低温热处理后的复合粉末及磁体,采用上述气氛并不是最佳选择,即热处理过程中所选用的气氛是非常重要的。

[0011] 本发明一种软磁复合粉末,其制备方法包括以下步骤:

[0012] 第一步:包覆

[0013] 按铁氧体软磁化学式;配取水溶性金属盐;将配取的水溶性金属盐溶于水中,混合均匀,得到溶液A;

[0014] 将沉淀剂溶于水中,混合均匀,制成溶液B;所述沉淀剂优选为KOH和/或NaOH;

[0015] 将磁性金属粉加入水中,得到悬浊液C;

[0016] 将溶液A、溶液B同时滴入悬浊液C中,滴加的同时对悬浊液C进行机械搅拌直至反应完成,然后静置、固液分离;清洗固液分离所得固体后经干燥、分散处理;得到包覆粉末;

[0017] 第二步:煅烧

[0018] 将第一步所得包覆粉末放入热处理炉中,先在含氧气氛下,于E℃进行煅烧,随后抽真空并通入惰性气氛,在惰性气氛下于F℃进行煅烧,得到所述软磁复合粉末;其中E小于F,且E小于等于600。

[0019] 本发明一种软磁复合粉末;按铁氧体软磁化学式;配取铁氧体中金属元素相对应的水溶性金属盐,并制成溶液A。

[0020] 本发明一种软磁复合粉末;所述水溶性金属盐为氯化盐或硝酸盐。

[0021] 作为优选方案,所述水溶性金属盐溶于水后,其阳离子中包括 Fe^{3+} 和 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 中的至少一种。

[0022] 本发明一种软磁复合粉末,第一步中所述磁性金属粉选自纯Fe粉、Fe-Si粉、Fe-Al粉、Fe-Cr粉、Fe-Si-Al粉、Fe-Cr-Al粉、Fe-Ni粉、Fe-Ni-Mo粉、Fe基非晶纳米晶软磁合金粉末中的至少一种。所述磁性金属粉的用量根据设计需求配取。在工业化应用时,按1000ml水加入500-2000g磁性金属粉,配成悬浊液C。

[0023] 本发明一种软磁复合粉末,所述金属磁性粉末粒度为1-150 μm 。优选为20-50 μm 、进

一步优选为24-45 μm 。

[0024] 本发明一种软磁复合粉末,将溶液A、溶液B同时滴入悬浊液C中,滴加的同时对悬浊液C进行机械搅拌,搅拌速度为100转/分钟-300转/分钟,这样有利于沉淀物在C液中金属磁性粉末表面包覆均匀,反应完成后,静置,固液分离;清洗固液分离所得固体后经干燥、分散处理;得到包覆粉末。

[0025] 本发明一种软磁复合粉末,第一步中,A液、B液滴定到C液中的速率均为1-10ml/min、优选为3-10ml/min。

[0026] 作为优选方案,本发明一种软磁复合粉末的制备方法;第一步中,将溶液A、溶液B滴入悬浊液C中后,搅拌反应一定时间;反应结束后,静置使其沉淀,并多次用去离子水冲洗沉淀物;直至得到悬浊液D;接着对所得悬浊液D进行烘干处理;烘干后,进行分散处理;得到所需的包覆粉末。所述分散处理包括研磨、过筛中的至少一种。所述悬浊液D的pH值为6-8。

[0027] 作为优选方案,本发明一种软磁复合粉末的制备方法;对所得悬浊液D进行烘干处理时,控制温度为120-200 $^{\circ}\text{C}$ 、时间为30-360min。

[0028] 本发明一种软磁复合粉末的制备方法;第二步中,所述含氧气氛选自空气气氛或纯氧气氛。

[0029] 本发明一种软磁复合粉末的制备方法;第二步中,先在含氧气氛下,于200-600 $^{\circ}\text{C}$ 进行煅烧15-120min、优选为60-120min。

[0030] 本发明一种软磁复合粉末的制备方法;第二步中,在含氧气氛下完成煅烧后,调整炉内气氛至惰性气氛后,升温至F $^{\circ}\text{C}$,并在F $^{\circ}\text{C}$ 保温煅烧15-120min、优选为30-120min、进一步优选为30-60min;所述F的取值为300-1000、优选为400-900、进一步优选为450-700;所述惰性气氛为氩气气氛或氮气气氛。

[0031] 本发明一种软磁复合粉末的制备方法;第二步中,于E $^{\circ}\text{C}$ 进行煅烧时,所述E $^{\circ}\text{C}$ 的取值范围为200-600 $^{\circ}\text{C}$;且E $^{\circ}\text{C}$ 小于F $^{\circ}\text{C}$ 。

[0032] 发明人将包覆粉末先在空气气氛下煅烧一段时间,随后抽真空并通入氩气等保护性气氛,进一步提高热处理温度并保温一段时间,发现包覆粉末中两相结合更好,具有较好的综合磁性能。

[0033] 本发明一种软磁复合粉末的应用,包括将所述软磁复合粉末制成软磁复合材料;将所述软磁复合粉末制成软磁复合材料包括下述步骤:

[0034] 步骤一:配料

[0035] 取前述所得软磁复合粉末,添加占粉末质量0-1.2wt%硅烷偶联剂、0-2wt%耐高温硅树脂,混合均匀、干燥后,破碎,过40-100目筛;取筛下物,添加占其质量0.1-1.2wt%的润滑剂,混合均匀;

[0036] 步骤二:成形

[0037] 将步骤一得到的混合粉末压制成形;

[0038] 步骤三:退火处理

[0039] 将步骤二得到的成形坯在低温下于含氧气氛中进行低温退火处理,随后抽真空并充惰性气氛再升至较高温度进行高温退火热处理,保温后随炉冷却,得到软磁复合材料。

[0040] 本发明一种软磁复合粉末的应用,步骤一中,干燥温度为100-200 $^{\circ}\text{C}$,干燥时间15-360min。

[0041] 本发明一种软磁复合粉末的应用,步骤一中,硅烷偶联剂型号为KH550或KH560,生产厂家为南京罗恩硅材料有限公司;

[0042] 耐高温硅树脂型号为RebornChem,生产厂家为广州雷邦化工有限公司;

[0043] 润滑剂选自硬脂酸锌、硬脂酸锂、硬脂酸中的至少一种。

[0044] 本发明一种软磁复合粉末的应用,步骤二中,压制成形选自冷压、温压、热压中的一种模压成形工艺,压制成形压力为300-1200MPa,压制成形为环形、条形、E型或U型坯体;成型坯体经100-200℃保温15-360min固化处理。

[0045] 本发明一种软磁复合粉末的应用,步骤三中,所述低温为200-600℃,含氧气氛选自空气气氛或纯氧气氛,低温退火处理的保温时间为15-120min;所述较高温度为300-1000℃、优选为400-900℃,惰性气氛选自氩气气氛或氮气气氛,高温退火热处理的保温时间为15-120min。

[0046] 与现有技术相比,本发明的优点在于:采用共沉淀法制备铁氧体软磁包覆金属磁性粉末,所生成的包覆层颗粒细小、均匀,通过在低温下氧气或空气中处理,减少铁氧体中氧的缺位,保持了铁氧体较高的磁性能,而在高温下又采用惰性保护气氛处理,避免金属磁性粉末的氧化而降低磁性能。甚至可以实现包覆粉末的烧结,提高软磁复合材料的磁性能和机械性能。所制备的复合软磁粉末具有较高的磁性能和较高的电阻率,软磁复合材料具有较好的磁性能及频率稳定性和更宽的使用频率。

附图说明

[0047] 附图1为实施例1共沉淀法(NiZn)Fe₂O₄/Fe包覆粉末煅烧前SEM照片;

[0048] 附图2为实施例1共沉淀法(NiZn)Fe₂O₄/Fe包覆粉末煅烧后SEM照片;

[0049] 附图3为实施例1共沉淀法(NiZn)Fe₂O₄/Fe包覆粉末煅烧前后XRD图;

[0050] 附图4为实施例1中使用的纯Fe粉、共沉淀法(NiZn)Fe₂O₄/Fe包覆粉末煅烧前、煅烧后的直流B-H曲线图;

[0051] 附图5为实施例1制备的(NiZn)Fe₂O₄/Fe软磁复合材料SEM照片。

[0052] 从附图1、2、3可以看出:经镍锌铁氧体包覆后的纯Fe粉包覆效果均匀,经煅烧热处理后形成细颗粒,并由具有非晶特点的共沉淀物形成了尖晶石结构的铁氧体。从附图4可以看出,使用的纯Fe粉饱和磁感应强度较高,采用共沉淀法(NiZn)Fe₂O₄/Fe包覆粉末煅烧前性能降低明显,煅烧后的粉末饱和磁感应强度又明显升高,和纯Fe粉末的非常接近。从图5可以看出,所制备的软磁复合材料铁氧体把纯Fe颗粒很好地分开,起到绝缘的效果。

具体实施方式

[0053] 下面结合实施例对本发明作更详细地说明。

[0054] 实施例1:

[0055] 以(NiZn)Fe₂O₄/Fe中包覆物为1.5wt%含量进行配比和包覆。按Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄化学式配比,将称量好的试剂FeCl₃·6H₂O、NiCl₂·6H₂O和ZnCl₂溶于75ml去离子水中,用玻璃棒搅拌混合均匀制成溶液A。同时将试剂KOH溶于75ml去离子水中,混合均匀制成碱溶液B。另外,将相应量的平均粒度为30um的纯铁粉加入300ml的去离子水中,得到悬浊液C。至此完成反应前的准备工作。反应时,将制备好的溶液A和碱溶液B同时以约5ml/min的速度滴入悬浊

液C中,同时用机械搅拌器对悬浊液C不断进行搅拌,使其充分反应,约15min反应结束后,静置使其沉淀,并多次用去离子水冲洗沉淀物,直至PH值为7,得到悬浊液D。将上述所得悬浊液D倒入蒸发皿中,放入干燥箱中于150℃烘干300min。冷却后进一步将烘干的粉末倒入研钵中进行研磨,直至粉末完全分散为止即获得了所需的包覆粉末。将所得包覆粉末放入热处理炉中进行煅烧,先在氧化性气氛下于400℃煅烧60min,随后抽真空并通入氩气,进一步提高热处理温度至700℃并保温60min。

[0056] 在包覆粉末中加入0.2wt%的硅烷偶联剂混合均匀,随后再添加0.6wt%硅树脂混合均匀;将混合好的物料放入烘干箱中120℃干燥120min;将冷却后的物料解碎过100目筛;向所得筛下粉末加入0.6wt%的硬脂酸锂润滑剂,随后在800MPa的压力下压制成尺寸为 $\Phi 21\text{mm} \times \Phi 13\text{mm} \times 5\text{mm}$ 的环形磁芯。将成形坯在400℃下于空气中退火30min,随后抽真空并充氩气再升温至650℃保温30min,随炉冷却,得到软磁复合材料。最后在BH测试仪上对样品进行磁性能测试,所得试样性能见表1所示 ($B_{\text{max}} = 20\text{mT}$)。

[0057] 表1

[0058]

频率 (kHz)	2	10	50	100	200
磁导率	92.48	92.21	91.69	91.14	90.36
损 耗 P _c (kW/m ³)	2.35	16.54	82.77	185.6	417.2

[0059] 由表1中结果可见,本发明制备的(NiZn)Fe₂O₄/Fe磁体具有较好的磁导率和磁损耗性能,频率从2kHz升高到200kHz时,磁导率仅降低2.12,频率特性稳定。

[0060] 对比例1

[0061] 其它条件均与实施例1一致,不同之处在于:

[0062] 得到包覆粉末后,将所得包覆粉末放入热处理炉中进行煅烧,在氩气气氛下于700℃并保温60min;

[0063] 将成形坯在在氩气气氛下于650℃保温30min,随炉冷却,得到软磁复合材料。其所得试样的性能检测结果见表1-1。

[0064] 表1-1

[0065]

频率 (kHz)	2	10	50	100	200
磁导率	79.54	78.91	78.47	77.83	76.59
损 耗 P _c (kW/m ³)	3.72	19.65	97.12	200.4	463.7

[0066] 通过实施例1和对比例1可以看出,不经在含氧气氛下的低温煅烧,其所得产品的性能远差于本发明实施例1所得产品的性能。

[0067] 对比例2

[0068] 其它条件均匀实施例1一致,不同之处在于:

[0069] 得到包覆粉末后,将所得包覆粉末放入热处理炉中进行煅烧,在氢气气氛下于400℃煅烧60min,随后进一步提高热处理温度至700℃并保温60min。

[0070] 将成形坯在400℃下于氢气中退火30min,然后再升温至650℃保温30min,随炉冷却,得到软磁复合材料。其所得试样的性能检测结果见表1-2。

[0071] 表1-2

[0072]

频率 (kHz)	2	10	50	100	200
磁导率	56.47	55.83	55.12	54.58	53.72
损耗 P _{cv} (kW/m ³)	5.68	30.74	170.6	321.5	904.8

[0073] 通过实施例1和对比例2可以看出,气氛在本发明中是很重要的。气氛改变后,其所得产品的性能远远差于本发明。

[0074] 实施例2:

[0075] 以 (MnZn)Fe₂O₄/Fe_{3.5}Si 中包覆物为3wt%含量进行配比和包覆。按Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe₂O₄化学式配比,将称量好的试剂FeCl₃·6H₂O、MnCl₂·4H₂O和ZnCl₂溶于80ml去离子水中,用玻璃棒搅拌混合均匀制成溶液A。同时将试剂NaOH溶于80ml去离子水中,混合均匀制成碱溶液B。另外,将相应量的平均粒度为24um的Fe-3.5Si粉加入300ml的去离子水中,得到悬浊液C。至此完成反应前的准备工作。反应时,将制备好的溶液A和碱溶液B同时以约10ml/min的速度滴入悬浊液C中,同时用机械搅拌器对悬浊液C不断进行搅拌,使其充分反应,约10min反应结束后,静置使其沉淀,并多次用去离子水冲洗沉淀物,直至PH值为7,得到悬浊液D。将上述所得悬浊液D倒入蒸发皿中,放入干燥箱中于120℃烘干200min。冷却后进一步将烘干的粉末倒入研钵中进行研磨,直至粉末完全分散为止即获得了所需的包覆粉末。将所得包覆粉末放入热处理炉中进行煅烧,先在氧化性气氛下于200℃煅烧90min,随后抽真空并通入氩气,进一步提高热处理温度至750℃并保温50min。

[0076] 在包覆粉末中加入0.3wt%的硅烷偶联剂混合均匀,然后再添加0.5wt%硅树脂混合均匀;将混合好的物料放入烘干箱中160℃干燥80min;将冷却后的物料解碎过100目筛;向所得筛下粉末加入0.8wt%的硬脂酸锌润滑剂,随后在600MPa的压力下压制成尺寸为Φ21mm*Φ13mm*5mm的环形磁芯。将成形坯在300℃下于空气中退火40min,随后抽真空并充氩气再升温至700℃保温20min,随炉冷却,得到软磁复合材料。最后在BH测试仪上对样品进行磁性能测试,所得试样性能见表1所示 (B_{max} = 20mT)。

[0077] 表2

[0078]

频率 (kHz)	2	10	50	100	200
磁导率	73.76	72.89	72.48	72.13	71.82
损耗 P _{cv} (kW/m ³)	1.88	12.34	70.52	156.4	388.5

[0079] 由表2中结果可见,本发明制备的 $(\text{MnZn})\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{Fe}_{3.5}\text{Si}$ 磁体具有较好的磁导率和磁损耗性能,频率从2kHz升高到200kHz时,磁导率仅降低1.94,频率特性稳定。

[0080] 实施例3:

[0081] 以 $(\text{MnZn})\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{FeSiAl}$ 中包覆物为1wt%含量进行配比和包覆。按 $\text{Mn}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 化学式配比,将称量好的试剂 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶于100ml去离子水中,用玻璃棒搅拌混合均匀制成溶液A。同时将试剂NaOH溶于100ml去离子水中,混合均匀制成碱溶液B。另外,将相应量的平均粒度为42um的Fe-9Si-6Al粉加入300ml的去离子水中,得到悬浊液C。至此完成反应前的准备工作。反应时,将制备好的溶液A和碱溶液B同时以约3ml/min的速度滴入悬浊液C中,同时用机械搅拌器对悬浊液C不断进行搅拌,使其充分反应,约20min反应结束后,静置使其沉淀,并多次用去离子水冲洗沉淀物,直至PH值为8,得到悬浊液D。将上述所得悬浊液D倒入蒸发皿中,放入干燥箱中于120℃烘干240min。冷却后进一步将烘干的粉末倒入研钵中进行研磨,直至粉末完全分散为止即获得了所需的包覆粉末。将所得包覆粉末放入热处理炉中进行煅烧,先在氧化性气氛下于300℃煅烧80min,随后抽真空并通入氩气,进一步提高热处理温度至750℃并保温40min。

[0082] 在包覆粉末中加入0.4wt%的硅烷偶联剂混合均匀,然后再添加0.8wt%硅树脂混合均匀;将混合好的物料放入烘干箱中150℃干燥150min;将冷却后的物料解碎过60目筛;向所得筛下粉末加入0.5wt%的硬脂酸锌润滑剂,随后在700MPa的压力下压制成尺寸为 $\Phi 21.1\text{mm} \times \Phi 12.9\text{mm} \times 4.9\text{mm}$ 的环形磁芯。将成形坯在300℃下于空气中退火50min,随后抽真空并充氩气再升温至750℃保温20min,随炉冷却,得到软磁复合材料。最后在BH测试仪上对样品进行磁性能测试,所得试样性能见表1所示 ($B_{\text{max}} = 20\text{mT}$)。

[0083] 表3

[0084]

频率 (kHz)	2	10	50	100	200
磁导率	63.32	62.91	62.47	62.03	61.54
损 耗	1.57	10.72	63.54	137.5	342.6
$P_{\text{cv}} (\text{kW}/\text{m}^3)$					

[0085] 由表3中结果可见,本发明制备的 $(\text{MnZn})\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{FeSiAl}$ 磁体具有较好的磁导率和磁损耗性能,频率从2kHz升高到200kHz时,磁导率仅降低1.78,频率特性稳定。

[0086] 实施例4:

[0087] 以 $(\text{NiZn})\text{Fe}_2\text{O}_4/\text{Fe}_{6.5}\text{Si}$ 中包覆物为2wt%含量进行配比和包覆。按 $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ 化学式配比,将称量好的试剂 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶于60ml去离子水中,用玻璃棒搅拌混合均匀制成溶液A。同时将试剂KOH溶于60ml去离子水中,混合均匀制成碱溶液B。另外,将相应量的平均粒度为38um的Fe-6.5Si粉加入250ml的去离子水中,得到悬浊液C。至此完成反应前的准备工作。反应时,将制备好的溶液A和碱溶液B同时以约8ml/min的速度滴入悬浊液C中,同时用机械搅拌器对悬浊液C不断进行搅拌,使其充分反应,约12min反应结束后,静置使其沉淀,并多次用去离子水冲洗沉淀物,直至PH值为7,得到悬浊液D。将上述所得悬浊液D倒入蒸发皿中,放入干燥箱中于160℃烘干210min。冷却后进

一步将烘干的粉末倒入研钵中进行研磨,直至粉末完全分散为止即获得了所需的包覆粉末。将所得包覆粉末放入热处理炉中进行煅烧,先在氧化性气氛下于350℃煅烧70min,随后抽真空并通入氩气,进一步提高热处理温度至720℃并保温30min。

[0088] 在包覆粉末中加入0.5wt%的硅烷偶联剂混合均匀,随后再添加0.8wt%硅树脂混合均匀;将混合好的物料放入烘干箱中140℃干燥150min;将冷却后的物料解碎过100目筛;向所得筛下粉末加入0.6wt%的硬脂酸锂润滑剂,随后在800MPa的压力下压制成尺寸为 $\Phi 21\text{mm} \times \Phi 13\text{mm} \times 5\text{mm}$ 的环形磁芯。将成形坯在450℃下于空气中退火50min,随后抽真空并充氩气再升温至720℃保温30min,随炉冷却,得到软磁复合材料。最后在BH测试仪上对样品进行磁性能测试,所得试样性能见表1所示 ($B_{\text{max}} = 20\text{mT}$)。

[0089] 表4

[0090]

频率 (kHz)	2	10	50	100	200
磁导率	66.48	65.83	65.32	64.91	64.67
损耗 P _{cv} (kW/m ³)	1.82	11.78	67.81	154.3	375.6

[0091] 由表4中结果可见,本发明制备的(NiZn)Fe₂O₄/Fe_{6.5}Si磁体具有较好的磁导率和磁损耗性能,频率从2kHz升高到200kHz时,磁导率仅降低1.81,频率特性稳定。

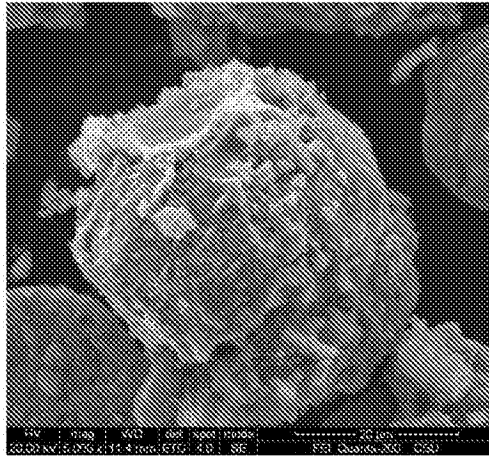


图1

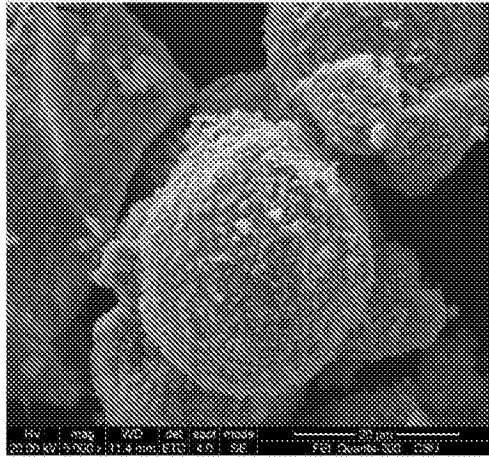


图2

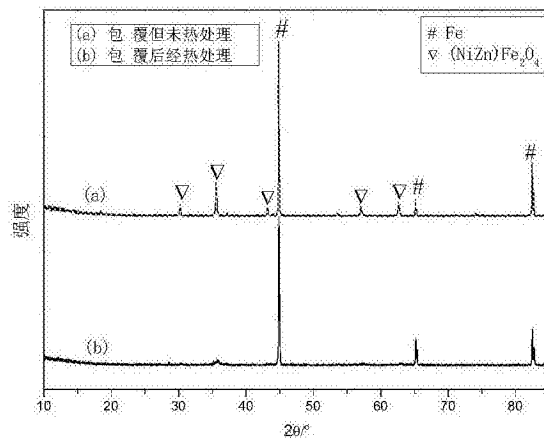


图3

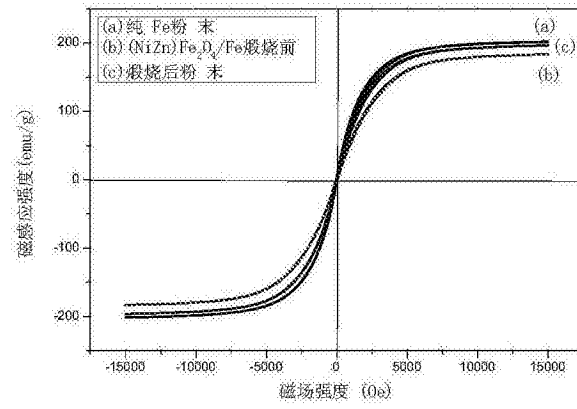


图4

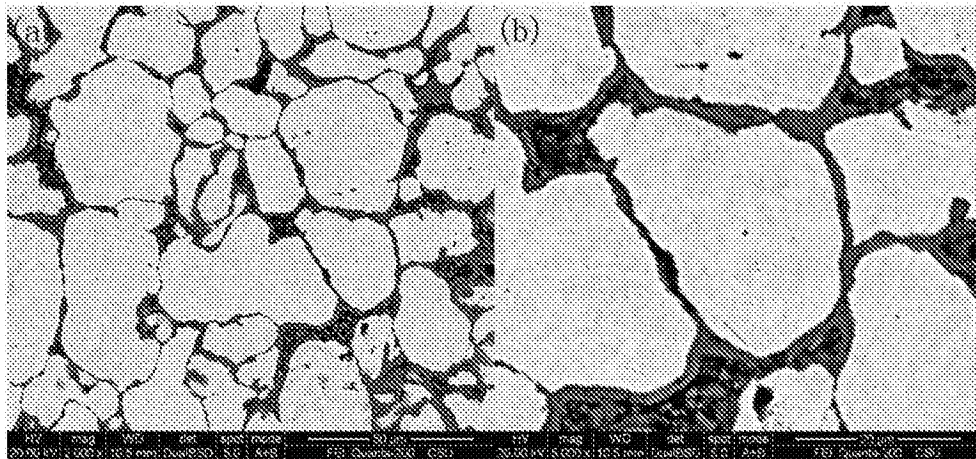


图5