

水雾化制备 $\text{Fe}_{74}\text{Al}_4\text{Sn}_2\text{P}_{10}\text{C}_2\text{B}_4\text{Si}_4$ 非晶合金粉末 及其磁粉芯性能研究*

陆曹卫 卢志超 孙 克 李德仁 周少雄

(钢铁研究总院安泰科技股份有限公司, 北京 100081)

(2005 年 10 月 11 日收到, 2005 年 10 月 23 日收到修改稿)

采用水雾化方法制备 $\text{Fe}_{74}\text{Al}_4\text{Sn}_2\text{P}_{10}\text{C}_2\text{B}_4\text{Si}_4$ 合金粉末, 研究发现该合金具有强的非晶形成能力和高热稳定性, 在粉末粒度小于 400 目时可以形成非晶态合金. 采用该非晶粉末制备的磁粉芯在高频下品质因数显著高于 MPP 粉芯, 说明该磁粉芯高频损耗较低. 分析表明, 非晶合金磁粉芯高频下损耗低的主要原因是电阻率较高.

关键词: 非晶合金, 磁粉芯, 玻璃形成能力, 软磁性能

PACC: 7550K

1. 引 言

自从 20 世纪 20 年代美国西屋电气公司首先用电解铁粉制备出磁粉芯并用于电话加感线圈以来, 随后坡莫合金粉芯、含钼的坡莫合金粉芯、铁氧体粉芯相继被开发出来, 并得到了广泛的应用. 铁基非晶、纳米晶合金由于具有优异的软磁性能^[1-4]和低廉的成本, 自发现以来引起广泛关注. 近年来, 国内外有较多关于非晶、纳米晶磁粉芯方面的研究报道^[5-12], 其粉末制备方式主要为带材破碎或球磨. 由于传统的以 FeSiB , FeCuNbSiB 为代表的非晶、纳米晶合金, 其形成非晶所需的临界冷却速率高达 10^5 K/s , 难以通过雾化方式制备非晶态合金粉末. 目前采用雾化方法制备非晶、纳米晶粉末并合成磁粉芯的研究报道较少^[13-16].

1995 年, Inoue 等人^[15]开发出 FeAlGaPCB 等 Fe 基块体非晶体系. 该体系的合金具有大的非晶形成能力, 可以通过铜模吸铸法制备毫米级三维尺寸非晶态合金. 这种大非晶形成能力的合金为通过雾化方法制备非晶态合金粉末提供了有利条件. Lin 等人^[17]采用铜模吸铸方法开发出含 Sn 的新型 Fe 基块体非晶合金. 本文在此基础上, 采用水雾化方法制备非晶合金粉末, 并研究粉末及其磁粉芯性能.

2. 实验方法

通过非真空感应冶炼 $\text{Fe}_{74}\text{Al}_4\text{Sn}_2\text{P}_{10}\text{C}_2\text{B}_4\text{Si}_4$ 母合金, 采用水雾化方法制备合金粉末. 粉末在真空状态下烘干, 并筛取负 400 目的粉末. 将负 400 目粉末与适量的绝缘物质和黏接物质混合均匀, 采用 40 吨的压力压制成磁粉芯. 磁粉芯外径为 20mm, 内径为 12.8mm, 高 6.5mm, 质量 6.5g.

采用 X 射线衍射方法测量合金粉末的晶化状态. 靶材为 Cu. 采用 NETZSCH DSC404C 差热扫描量热仪测量粉末的玻璃转变温度、初始晶化温度及熔点, 升温速率为 10 K/min . 保护气体为氩气. 粉末氧含量采用 X 射线荧光光谱仪测量. 用 Agilent 4294A 精密阻抗分析仪测量磁粉芯淬态的电感及品质因数, 测量时采用长度为 350mm, 直径为 0.41mm 的铜漆包线, 均匀缠绕 10 匝, 电流为 3mA.

3. 结果与讨论

3.1. 粉末的 X 射线衍射及差热扫描分析

图 1 为水雾化 $\text{Fe}_{74}\text{Al}_4\text{Sn}_2\text{P}_{10}\text{C}_2\text{B}_4\text{Si}_4$ 负 400 目粉末的 X 射线衍射谱. 由图可见该粉末没有明显的晶化衍射峰出现, 说明粉末基本保持非晶态结构.

* 北京市重大项目(批准号: D0405003040121)资助的课题.

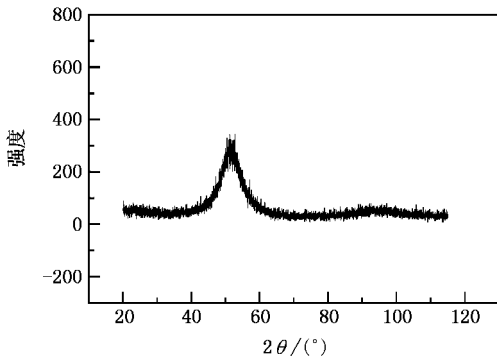


图1 水雾化 Fe₇₄Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 负 400 目粉末的 X 射线衍射谱

图 2 为 Fe₇₄Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 负 400 目粉末的 DSC 测量曲线,图中阴影部分的放大图像及相关转变温度在箭头下方给出.由图可见该粉末的玻璃转变温度 T_g 为 703K,初始晶化温度 T_x 为 741℃,熔点 T_m 为 1209K.合金粉末的具有宽超冷液相区 $\Delta T_x = T_x - T_g = 38K$,说明合金具有良好的热稳定性;合金具有高约化玻璃转变温度 $T_{rg} = T_g/T_m = 0.58$,说明合金具有大的非晶形成能力,这一点也可以通过水雾化形成非晶粉末得到验证.

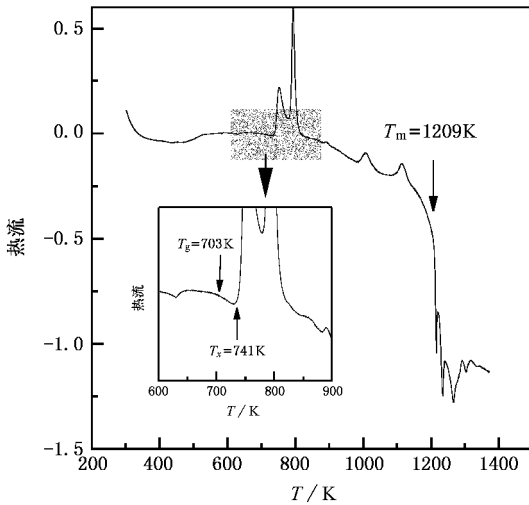


图2 Fe₇₄Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 负 400 目粉末的 DSC 测试曲线

3.2. 磁粉芯性能

图 3 中给出了 Fe₇₄Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 磁粉芯的电感及品质因素随频率的变化曲线;作为比较给出了采用相同实验条件制备的 MPP 磁粉芯的电感及品质因素随频率的变化曲线.由图可见,Fe₇₄Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 磁粉芯电感和 MPP 磁粉芯相比较低;Fe₇₄

Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 磁粉芯品质因数和 MPP 磁粉芯相比,当频率低于 250kHz 时,比 MPP 磁粉芯略低,当频率升高到 1MHz 以上时,显著高于 MPP 粉芯,并且一直到 5MHz 仍保持着高品质因数 67.

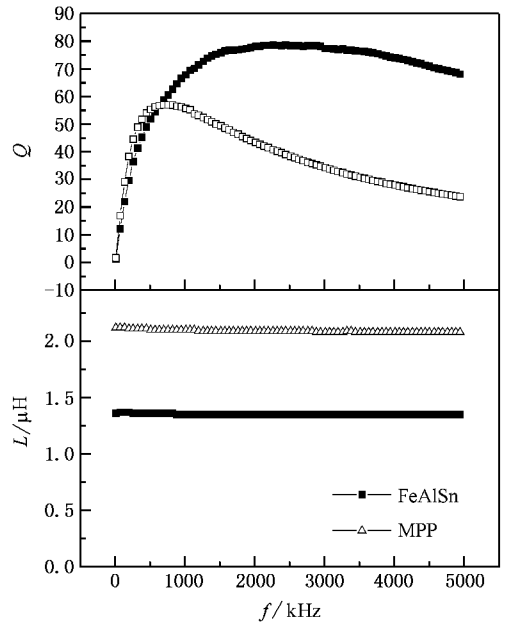


图3 Fe₇₄Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 磁粉芯的电感及品质因素随频率的变化曲线

磁性材料品质因数 Q 以磁导率的实部、虚部可表示为

$$Q = \mu' / \mu'' \tag{1}$$

式中 μ' 为磁导率的实部, μ'' 为磁导率的虚部.

磁性材料损耗的表达式为

$$P_{耗} = \pi f \mu_0 \mu'' H_m^2 \tag{2}$$

式中 f 为频率, μ_0 为真空磁导率, H_m 为测量磁场.

由(1)和(2)式可得

$$Q = \pi f \mu_0 H_m \mu' / P_{耗} \tag{3}$$

而

$$\mu' = \frac{\bar{L}}{0.4\pi N^2 A} \cdot 10^2 \tag{4}$$

式中 \bar{l} 为平均磁路长度,单位为 cm; L 为电感量,单位为 μH ; N 为线圈匝数; A 为磁路面积,单位为 cm^2 .

由图 3 可知,当频率发生变化时,电感 L 变化很小,因此可近似把 μ' 看成常数.由(3)式可知,损耗和品质因素 Q 成反比. Fe₇₄Al₄Sn₂P₁₀C₂B₄Si₄ 磁粉芯高频下品质因素显著高于 MPP 粉芯,说明其高频损耗显著较低.

对于磁性材料,其损耗可以用列格公式表示为

$$\frac{R}{\mu L} = aB_m f + cf + ef^2 \tag{5}$$

式中 a, c, e 分别为磁滞、剩余和涡流损耗系数. 由 (5) 式可知, 磁滞损耗、剩余损耗与频率成正比, 涡流损耗与频率的平方成正比, 因此对于磁性材料其高频损耗以涡流损耗为主.

根据库仑定律

$$W = \frac{\epsilon^2}{R}, \quad (6)$$

式中 ϵ 为感应电动势, 由法拉力电磁感应定律确定, 与频率成正比. 对于处于交变磁场中的磁粉芯粉末, W 表示粉末的损耗, 即相当与 (2) 式中的 $P_{\text{耗}}$, ϵ 为粉末中的感应电动势, R 为粉末的电阻. 可见, 高频损耗与粉末电阻成反比. 在相同粒度下, 非晶磁粉

芯高频损耗显著低于 MPP 粉芯, 说明非晶粉末电阻率高于 MPP 粉末, 这与实际情况相符.

4. 结 论

水雾化 $\text{Fe}_{74}\text{Al}_4\text{Sn}_2\text{P}_{10}\text{C}_2\text{B}_4\text{Si}_4$ 合金粉末具有良好的热稳定性和大的玻璃形成能力, 其超冷液相区温度宽度达到 38K, 约化玻璃转变温度为 0.58, 可以通过水雾化方法制备负 400 目非晶合金粉末. 采用该非晶粉末制备的磁粉芯高频下品质因数显著优于 MPP 粉芯, 损耗较低, 主要原因是非晶粉末具有较高的电阻率.

-
- [1] Luborsky F E, Becker J T, Libermann H H 1978 *Metals Society* **2** 249
- [2] Yoshizawa Y, Oguma A, Yamancki K 1988 *J. Appl. Phys.* **64** 6044
- [3] Shen B G, Zhan W S, Zhao J G *et al* 1986 *Acta Phys. Sin.* **35** 841 (in Chinese) [沈保根、詹文山、赵见高等 1986 物理学报 **35** 841]
- [4] Rong C B, Zhao Y H, Xu M *et al* 2001 *Acta Phys. Sin.* **50** 2235 (in Chinese) [荣传兵、赵玉华、徐民等 2001 物理学报 **50** 2235]
- [5] Xu H, He K Y, Qiu Y Q *et al* 2000 *J. Functional Materials* **31** 42 (in Chinese) [徐晖、何开元、丘渝青等 2000 功能材料 **31** 42]
- [6] Zhang F F, Ji C L, Zhang L *et al* 2000 *J. Magnetic Materials and Devices* **31** 1 (in Chinese) [张甫飞、纪朝廉、张洛等 2000 磁性材料及器件 **31** 1]
- [7] Qiu Y Q, Wang Z J 1997 *Metallic Functional Materials* **4** 71 (in Chinese) [丘渝青、王正杰 1997 金属功能材料 **4** 71]
- [8] Zhang W X, Li X M, Shang M T *et al* 1995 *Metallic Functional Materials* **2** 178 (in Chinese) [张五信、李西铭、商美田等 1995 金属功能材料 **2** 178]
- [9] Iqbal Y, Davies H A, Gibbs M R F *et al* 2002 *J. Magn Magn Mater.* **242-245** 282
- [10] Zhao Z J, Fang Y Z, Ruan J Z *et al* 2004 *J. Magn Magn Mater.* **278** 82
- [11] Kojima A, Horikiri H, Kawamura Y *et al* 1996 *J Magn Magn Mater.* **162** 95
- [12] Müller M, Nory A, Brunner M *et al* 1999 *J Magn Magn Mater.* **196-197** 357
- [13] Song C Y, Wang J Y, Chen G X *et al* 1994 *J Hebei Normal University* **18** 56 (in Chinese) [宋承英、王井银、陈国宪等 1994 河北师范大学学报 **18** 56]
- [14] Endo I, Otsuka I, Okuno R *et al* 2000 *IEEE Trans Magn* **36** 3421
- [15] Inoue A, Gook J S *et al* 1995 *Mater Trans JIM* **36** 1180
- [16] Pan M X, Hu Y, Wang W H *et al* 2003 *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials* **15-16** 99
- [17] Lin C Y, Chin T S, Zhou S X *et al* 2004 *J. Magn. Magn. Mater. International Symposium on Advanced Magnetic Technologies* **282** 156

Magnetic properties of amorphous $\text{Fe}_{74}\text{Al}_4\text{Sn}_2\text{P}_{10}\text{C}_2\text{B}_4\text{Si}_4$ powder prepared by water atomization and powder core made from it^{*}

Lu Cao-Wei Lu Zhi-Chao Sun Ke Li De-Ren Zhou Shao-Xiong

(*Central Iron & Steel Research Institute , Advanced Technology & Materials Co. , Ltd. , Beijing 100081 , China*)

(Received 11 October 2005 ; revised manuscript received 23 October 2005)

Abstract

$\text{Fe}_{74}\text{Al}_4\text{Sn}_2\text{P}_{10}\text{C}_2\text{B}_4\text{Si}_4$ powder were prepared by water atomization. It has been shown that this alloy has big glass-forming ability (GFA) and high stability against heating. Amorphous alloy powder can be got in size smaller than 400 mesh. Quality factor of the powder core made from this amorphous powder is remarkably higher than that of MPP in high frequency range, which means the core loss of the amorphous powder core is lower than that of MPP. The electrical resistivity of amorphous powder is much higher than that of MPP powder, that is why the amorphous powder core has lower core loss in the high frequency range.

Keywords : amorphous alloy , powder core , glass-forming ability , soft magnetic properties

PACC : 7550K

^{*} Project supported by the Beijing Municipal Key Program (Grant No. D0405003040121).