

# Study of the Influence of the Surface Passivation and Insulation Technology for the Magnetic Properties of Nanocrystalline Composite Powder Cores at Middle and High Frequency

Jing Lu<sup>1</sup>, Shao-ning Jiang<sup>2</sup>, Yi Long<sup>3</sup>

School of Material Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing, China

Email: lujing1219@yahoo.cn

**Abstract:** Influence of the surface passivation and insulation technology for FeCuNbSiB amorphous powder on magnetic properties of powder core was investigated. The influence of the type and concentration of the passivation, the content of the insulation and the methods of insulation clad on the frequency quality and the high frequency core loss on the nanocrystalline composite powder cores were studied. The rate  $\mu\text{MHz}/\mu\text{KHz}$  of effective permeability of 93.9% is obtained, also a maximum level of 27 of Q at the frequency of 300kHz was observed, and 1201mW/cm<sup>3</sup> core loss at  $f=100\text{kHz}$  and  $B_m=100\text{mT}$  was found.

**Keywords:** nanocrystalline FeCuNbSiB powder cores; passivation technology; two-tier insulation clad; effective permeability

## 钝化工艺及绝缘包覆工艺对纳米晶软磁复合磁粉芯中高频段磁性能影响的研究

鲁静<sup>1</sup>, 姜少宁<sup>2</sup>, 龙毅<sup>3</sup>

北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京, 中国, 100083

Email: lujing1219@yahoo.cn

**摘 要:** 对 FeCuNbSiB 合金带材破碎粉末制备磁粉芯中的粉末钝化工艺及绝缘工艺进行了研究。探讨了钝化剂种类、钝化剂浓度、绝缘剂含量及绝缘包覆方法对纳米晶复合磁粉芯的频率特性及高频损耗特性的影响。制备出的磁粉芯在 1kHz~1MHz 的有效磁导率变化率为 93.9%, 在  $f=100\text{kHz}$ ,  $B_m=100\text{mT}$  测试条件下其损耗为 1201mW/cm<sup>3</sup>。

**关键词:** 纳米晶磁粉芯; 钝化; 双重绝缘包覆; 有效磁导率

### 1 引言

在众多的电力电子设备中,磁粉芯作为电子元件,已经得到了广泛应用。在传统的磁粉芯中,Fe-Si-Al 粉芯损耗低,频率特性好,使用面广,但其在大电流条件下直流叠加特性不够理想,铁粉芯及 Fe-Si 粉芯虽然价格低廉,但是在高品下的损耗高,适用频率范围小,Fe-Ni-Mo 及 Fe-Ni 粉芯虽然高频特性、直流叠加特性及损耗特性俱佳,但高昂的价格限制了其应用范围。因此,纳米晶 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 磁粉芯的性能得到了人们的关注<sup>[1~5]</sup>。张甫飞等人所制备 FeCuNbSiB 纳米晶磁粉芯样品在 1~1000kHz 频率范围内具有良好的频率特性;有文献报道 FeCuNbSiB 纳米晶磁粉芯样品在  $f=50\text{kHz}$ ,  $B_m=50\text{mT}$  测试条件下其损耗为

102mW/cm<sup>3</sup><sup>[6]</sup>。

根据最新文献<sup>[7]</sup>报道,粉体绝缘处理前进行钝化处理可以有效改善磁粉芯的磁性能。本文采用粉末冶金工艺,全面考察了钝化工艺及绝缘工艺对样品频率特性及在高频下的损耗特性的影响。

### 2 试验方法

采用如下主要工艺制备 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 复合磁粉芯: (1) 预处理 (2) 机械破碎法制备粉末 (3) 粉末筛分 (4) 粉末钝化<sup>[7]</sup> (5) 粒度配比 (6) 绝缘处理 (7) 模压成型 (8) 磁粉芯热处理 (9) 性能检测。

将商用 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 非晶带在 550℃,

氢气保护气氛下热处理 1h 使其晶化<sup>[6]</sup>，经过机械破碎粉体筛分后，采用质量百分比 100 目：200 目：300 目为 15%：35%：50%的粒度配比。粉末钝化工艺的具体做法为：分别将高锰酸钾、锌系磷化液、锌铁系磷化液加水配制成特定浓度的钝化剂溶液，将粉末倒入其中，充分搅拌均匀进行钝化处理 1h。钝化后烘干，采用双重绝缘包覆处理，先与适量的绝缘剂 B 混合均匀，然后分别加入一定含量的绝缘剂 A，烘干后在 769YP-100F 粉末压片机上以 14Mpa 的压力压制成磁粉芯。

采用 Agilent4284A 阻抗分析仪测量磁粉芯的电感、品质因数 Q，分析其频率特性。根据公式  $\mu_e = L \times 1e \times 10^9 / 4 \times \pi \times N^2 \times A_e$  计算样品有效磁导率  $\mu_e$ <sup>[8]</sup>。式中：L 为电感(H)，1e 为样品有效磁路长度(cm)，A<sub>e</sub> 为样品有效截面积(cm<sup>2</sup>)，N 为绕线匝数。采用 NIM-3000S 软磁材料磁特性变温测量系统对样品的高频损耗进行测试。

### 3 结果及讨论

#### 3.1 钝化剂对磁粉芯性能的影响

将高锰酸钾、锌系磷化液、锌铁系磷化液加水配制为特定浓度的钝化剂溶液，在室温下对粉末进行 1h 钝化处理，未添加绝缘剂 B，绝缘剂 A 的含量均为 2%，制备出的磁粉芯性能列于表 1。

由表 1 可见，3 种钝化剂相对于未钝化都能显著改善样品的磁性能。这是由于粉末颗粒钝化后在表面生成了一层钝化膜，作为一层非金属的不导电隔离层的包覆效果，能使粉体表面从导体变为不良导体，

提高了粉体颗粒之间的电阻率，有利于降低磁粉芯的高频涡流损耗。在相同浓度（8%）的情况下，经过高锰酸钾钝化处理过的粉末制得的粉芯综合性能最优，300KHz 时的有效磁导率最高，达到 51，100KHz 时的损耗最低，频率特性也明显优于其他两种钝化剂。

随着高锰酸钾的添加量的增加，有效磁导率有所降低，当高锰酸钾添加量由 5%增加到 10%时，300KHz 下测得的  $\mu_e$  从 55 降低到 50，当高锰酸钾添加量在 5%~8%时，有效磁导率随频率的变化率相差不大， $\mu$  1MHz/ $\mu$  1KHz 的值在 77%左右，但当高锰酸钾添加量为 10%时，频率特性降低明显，高频损耗大幅升高。故高锰酸钾的添加量在 5%~8%为适宜。

#### 3.2 绝缘剂 B 对磁粉芯性能的影响

将高锰酸钾与水配成浓度为 8%的钝化剂溶液对粉末进行钝化处理，烘干后添加 1%的绝缘剂 B，混合均匀后，添加 3%的绝缘剂 A 制成的磁粉芯与未添加绝缘剂 B 所制得磁粉芯进行比较，结果如图 1 及表 2 所示。

图 1 为添加绝缘剂 B 前后磁粉芯的频率特性曲线。如图所示，添加绝缘剂 B 后，磁粉芯的有效磁导率仍有所下降，但磁导率随频率变化的稳定性大为提高。未添加绝缘剂 B 的磁粉芯的磁导率随着频率的增加而迅速衰减， $\mu$  1MHz/ $\mu$  1KHz 的值只大约为 67.9%，而添加绝缘剂 B 后的磁粉芯展现出良好的频率特性， $\mu$  1MHz/ $\mu$  1KHz 的值达到 91.3%。添加绝缘剂 B 前后样品 Q 值均在 100kHz 时达到峰值，但添加 B 后峰值达到 20.5，比未添加绝缘剂 B 的峰值高。

Table 1. Comparison of integrated performance with different powder cores that treated by different passivation substances

表 1. Fe<sub>78.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>18.5</sub>B<sub>0</sub> 纳米晶粉末在不同钝化剂钝化后制备磁粉芯的综合性能比较

| 钝化剂及量<br>磁性能                                  | 未添加    | 高锰酸钾(8%) | 锌系磷化液<br>(8%) | 锌铁系磷化液<br>(8%) | 高锰酸钾(5%) | 高锰酸钾<br>(10%) |
|-----------------------------------------------|--------|----------|---------------|----------------|----------|---------------|
| 300KHz 的 $\mu_e$                              | 42.9   | 51.2     | 46.7          | 42.8           | 55.8     | 50.6          |
| 频率特性<br>( $\mu$ 1MHz/ $\mu$ 1KHz)             | 68.8%  | 77.04 %  | 67.4%         | 71.7%          | 78.7%    | 74.19%        |
| 100KHz, Bm=100mT<br>的损耗 (mW/cm <sup>3</sup> ) | 5267.7 | 2706.2   | 4096.9        | 3642.9         | 2451.9   | 3216.6        |

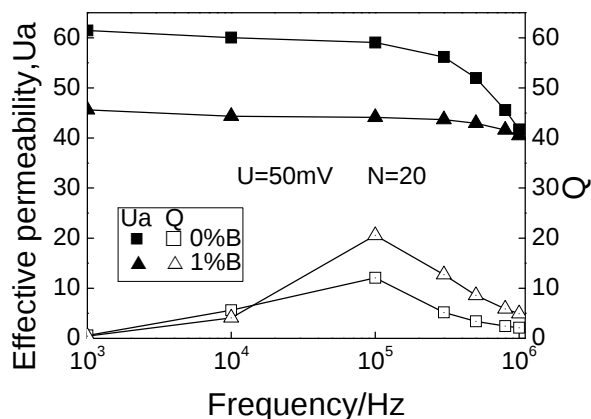


Figure 1. Frequency dependence of the permeability factor and quality factor for samples with insulation addition B or not

图 1 添加绝缘剂 B 前后磁粉芯的频率特性

Table 2. Core loss comparison of powder cores with different insulation addition

表 2 绝缘剂的种类及量对磁粉芯高频损耗的影响

| 绝缘剂种类及量                        | 3%A, 0%B | 3%A, 1%B | 2%A, 1%B | 4%A, 1%B |
|--------------------------------|----------|----------|----------|----------|
| 损耗 ( $\text{mW}/\text{cm}^3$ ) | 3110.3   | 1848.5   | 2396.1   | 2296.0   |

(注: 在  $f=100\text{KHz}$ ,  $B_m=100\text{mT}$  时测得)

添加绝缘剂 B 前后磁粉芯的高频损耗如表 2 所示。未添加绝缘剂 B 时, 在  $100\text{KHz}$ ,  $100\text{mT}$  下测得的损耗值为  $3110.3\text{mW}/\text{cm}^3$ , 而添加绝缘剂 B 后, 使得磁粉芯的损耗大为降低, 在相同测试条件下测得的损耗值为  $1848.5\text{mW}/\text{cm}^3$ , 可见, 添加绝缘剂 B 可使磁粉芯损耗降低。

### 3.3 绝缘剂 A 的添加量对磁粉芯磁性能的影响

将高锰酸钾与水配成浓度为 8% 的钝化剂溶液对粉末进行钝化处理, 烘干后添加 1% 的绝缘剂 B, 混合均匀后, 分别添加质量百分含量为 2%、3%、4% 的绝缘剂 A, 将制得的磁粉芯性能进行比较, 结果如图 2 及表 2 所示。

图 2 为添加不同量的绝缘剂 A 后磁粉芯频率特性曲线。由图 2 可见, 绝缘剂 A 的添加量对粉芯磁性能有较大影响, 随着其添加量的增加, 样品有效磁导率下降, 当添加量为 2% 时, 有效磁导率约为 45, 当添加量为 4% 时, 有效磁导率约为 40 左右。而随着添加量的增加, 样品的有效磁导率随频率的变化率呈现先提高后降低的态势, 在添加量为 3% 时频率特性最好,  $\mu$   $1\text{MHz}/\mu$   $1\text{KHz}$  的值达到 91.3%。样品的 Q 值均在频率为  $100\text{kHz}$  时达到峰值, 而峰值的大小呈现先升高后降低的趋势, 在添加量为 3% 时, 峰值最高为 20.5。

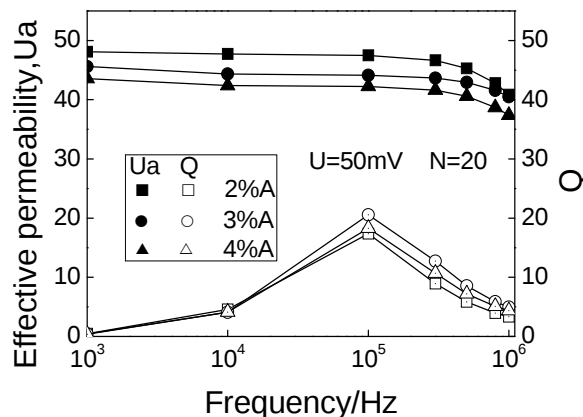


Figure 2. Frequency dependence of the permeability and quality factor for samples with different contents of insulation addition.

图 2 添加不同量的绝缘剂 A 后磁粉芯的频率特性曲线

绝缘剂 A 的添加量对磁粉芯高频损耗的影响见表 2。由表 2 可以看出, 随着绝缘剂 A 的添加量的增加, 损耗先减小后增大。当 A 含量由 2% 增加到 3% 时, 在  $100\text{KHz}$ 、 $100\text{mT}$  下测得的损耗由  $2396.1\text{mW}/\text{cm}^3$  减小到  $1848.5\text{mW}/\text{cm}^3$ , 这是由于随着绝缘剂添加量的增加, 粉末颗粒之间绝缘包覆效果增强, 减小了涡流损耗。而当绝缘剂添加量增大到 4% 时, 损耗反而增大, 可能是由于包覆不够均匀引起。

### 3.4 绝缘剂 A 与 B 双重包覆的包覆方法对磁粉芯磁性能的影响

采用浓度为 5% 的高锰酸钾将粉末钝化, 绝缘剂 A 与 B 添加量均为 2%, 采用  $10\text{Mpa}$  压力压制成型。包覆方法 1: 先用乙醇将绝缘剂 B 溶解, 将粉末倒入其中, 搅拌均匀并烘干, 再用乙醇将绝缘剂 A 溶解, 将烘干后的粉末倒入其中, 搅拌均匀并烘干待用; 包覆方法 2: 先用乙醇将绝缘剂 A 溶解, 将粉末倒入其中, 搅拌均匀并烘干, 再用乙醇将绝缘剂 B 溶解, 将烘干后的粉末倒入其中, 搅拌均匀并烘干待用; 包覆方法 3: 将绝缘剂 B 粉末 (300 目以下) 与非晶纳米晶粉末放入球磨罐中, 球磨 1h 使之混合均匀后, 倒入用乙醇稀释的绝缘剂 A 中, 搅拌均匀并烘干待用。将三种包覆方法制备的磁粉芯磁性能进行比较, 结果如图 3 及图 4 所示。

图 3 为采用三种不同的包覆方法后磁粉芯的频率特性曲线。由图 3 可知, 不同的包覆方法对粉芯磁性能有较大影响, 其中方法 3 样品的有效磁导率最高, 为 40 左右, 方法 2 样品的有效磁导率最低, 为 37 左右, 方法 1、方法 2 样品的有效磁导率的变化率  $\mu$   $1\text{MHz}/\mu$   $1\text{KHz}$  的值均达到 93.9%。三种包覆方法所制备的样品 Q 值均随频率的升高呈现先升高后降低的趋势。其中, 方法 1、方法 3 样品在  $100\text{KHz}$  时达到峰值, 峰值

约为 23, 而方法 2 样品在 300kHz 达到峰值, 峰值约为 27。

图 4 为三种包覆方法对磁粉芯高频损耗的数据。由图得出, K2 在  $f=100\text{kHz}$ ,  $B_m=100\text{mT}$  时的损耗最小, 为  $1201\text{mw}/\text{cm}^3$ , 而 K3 的损耗最高, 达到  $1821\text{mw}/\text{cm}^3$ 。

综上, 包覆方法 2 制备出的磁粉芯具有较好的频率特性及较低的高频损耗。

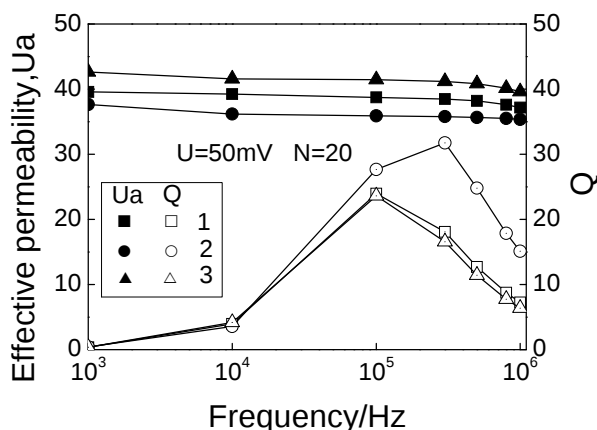


Figure3. Frequency dependence of the permeability and quality factor according to three clad methods

图 3 三种包覆方法对磁粉芯频率特性的影响

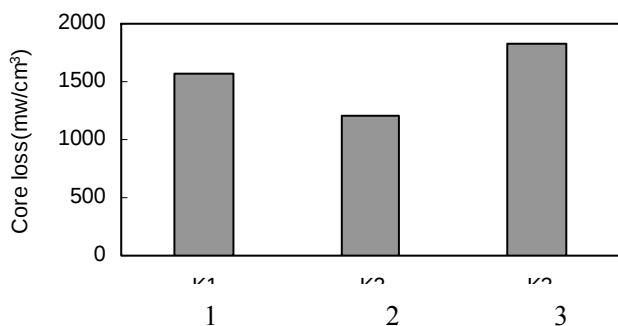


Figure4. Core loss for samples with different clad methods

图 4 三种包覆方法对磁粉芯高频损耗的影响  
(注: 在  $f=100\text{kHz}$ ,  $B_m=100\text{mT}$  时测得)

## 4 结论

本实验对磁粉芯制备过程中的钝化工艺及绝缘工艺对样品在中高频率时的磁性能的影响进行了讨论。结果表明, 三种钝化剂中, 高锰酸钾的钝化效果较好, 且当高锰酸钾浓度为 5%~8% 时样品的综合磁性能最好。添加绝缘剂 B 可以显著改善样品的频率特性及降低高频损耗。当绝缘剂 B 添加量为 1% 时, 绝缘剂 A 的添加量为 3% 时的综合磁性能最好。采用浓度为 5% 的高锰酸钾将粉末钝化, 绝缘剂 A 与 B 添加量均为 2%, 10Mpa 压力压制成型, 采用包覆方法 2 制得的样品的综合磁性能在三种包覆方法中最优, 有效磁导率在 1MHz 内约为 37 左右, 有效磁导率的变化率  $\mu/1\text{MHz}/\mu/1\text{kHz}$  的值达到 93.9%, 其品质因数 Q 在 300kHz 时达到峰值为 27, 在  $f=100\text{kHz}$ ,  $B_m=100\text{mT}$  测试条件下其损耗为  $1201\text{mw}/\text{cm}^3$ 。

## 5 致谢

本实验得到北京科技大学龙毅老师及实验室全体同学的支持, 在此深表谢意!

## References (参考文献)

- [1] Muller M, Novy A, Brunner M, et al.[J]. J Magn Magn Mater, 1999, 196-197:357-358.
- [2] Iqbal Y, Davies H A, Gibbs M R J, et al.[J]. J Magn Magn Mater, 2002, 242-245:282-284.
- [3] Alves F, Ramiarinjaona C, Berenguer B. 2002, 38:3155-3157.
- [4] Pufei Zhang.[J]. Shonghai Steel & Iron Research, 2003, 1: 15-19. 张甫飞, 等.[J]. 上海钢研, 2003, 1: 15-19.
- [5] Choi G B, Kim D H, Kim G H, et al.[J]. Phys Stat Sol, 2004,201(8): 1866-1870.
- [6] Tian Qiu.[J]. Functional Materials, 2006, 7 (37) :1127-1129. 邱田, 等.[J]. 功能材料, 2006, 7 (37) :1127-1129.
- [7] Hongxia Wang, etal[J].Metallic Functional Materials, 2010, 4 (17) :8-11. 王红霞, 等.[J]. 金属功能材料, 2010, 4 (17) :8-11.
- [8] Bijun Guo, Zekun Feng, Longjiang Deng. Magnetic film and powder[M]. Chengdu: publishing company of University of Electronic Science and Technology of China, 1994. 过壁君, 冯则坤, 邓龙江. 磁性薄膜与磁性粉体[M]. 成都电子科技大学出版社, 1994.