

# Preparation and Investigation of Magnetic Properties of Water Atomization Nanocrystalline $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$ Magnetic Powder Core

Jian Tang, Fa-zeng Lian, Li-li Zhang

Key Laboratory for Anisotropy and Texture of Materials, Ministry of Education,

Northeastern University, Shenyang, China, 110004

Email: lianfz@smm.neu.edu.cn, ican299@126.com

**Abstract:** The water atomization nanocrystalline  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  magnetic powder core with better soft magnetic properties were prepared. Influence of insulation and annealing on magnetic properties of powder core was investigated. It was found that too high or too low annealing temperature is bad to magnetic properties and the best temperature is  $500^\circ\text{C}$ ; The insulating coating can increase magnetic properties evidently. The optimum insulating materials content is 3.0%.

**Keywords:** water atomization; nanocrystalline; powder core; magnetic property

## 水雾化法 $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$ 纳米晶磁粉芯制备及性能研究

唐 坚, 连法增, 张莉莉

东北大学 材料各向异性与织构教育部重点实验室, 沈阳, 中国, 110004

Email: lianfz@smm.neu.edu.cn, ican299@126.com

**摘要:** 以水雾化  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  纳米晶磁粉为原料, 制备出了软磁性能较好的磁粉芯。研究了绝缘剂添加量和退火处理等工艺对磁粉芯性能的影响。结果表明: 退火温度过高或过低都对磁性能不利,  $500^\circ\text{C}$  为最佳的退火温度。绝缘剂包覆能有效提高磁粉芯的软磁性能, 同样绝缘剂添加过多也会降低磁粉芯的磁性能, 对于  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  纳米晶磁粉芯最佳的绝缘剂添加量为 3.0%。

**关键词:** 水雾化; 纳米晶; 磁粉芯; 磁性能

### 1 引言

1988 年日本 Yoshizawa 等人<sup>[1]</sup>首先发现, 在  $\text{FeSiB}$  非晶合金的基体中加入少量  $\text{Cu}$  和  $\text{M}$  ( $\text{M}=\text{Nb}, \text{Mo}, \text{W}, \text{Ta}$  等), 经适当温度晶化退火以后, 可获得一种性能优异的具有 bcc 结构的超细晶粒 ( $D$  约为 10-15nm) 软磁合金, 此种新合金此后被称为纳米晶软磁合金, 其典型成分为  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  (商品牌号 Finemet), 此类合金的突出优点在于兼备了铁基非晶合金的高磁感应强度和钴基非晶合金的高磁导率、低损耗, 并且是成本低廉的铁基材料。纳米晶合金的发明是软磁材料的一个突破性进展, 从而把非晶态合金研究开发又推向一个新高潮。

**基金项目:** 国家科技部“十一·五”863 项目 (2008AA03Z242642)  
**通讯作者:** 连法增

近年来, 国内外对纳米晶  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  的研究很多, 多数都是以非晶合金带材为原料, 经过破碎、退火等工艺得到纳米晶, 然后压制成粉芯。由于带材破碎粉末多为带棱角的片状, 难以绝缘, 从而导致粉芯损耗高, 采用雾化法制粉可以较好的解决此类问题。目前采用雾化法制备非晶、纳米晶的粉末并合成磁粉芯的研究报道较少<sup>[2]</sup>。笔者采用水雾化法  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  纳米晶磁粉为原料制备了纳米晶  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  磁粉芯, 并对它的磁性能进行了研究。

### 2 实验

#### 2.1 水雾化 $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$ 纳米晶磁粉

水雾化  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15.5}\text{B}_7$  纳米晶粉末的 XRD 图谱如图 1 所示。图中可以看出明显的衍射峰, 可知粉体为纳米晶粉体, 主晶相为  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ , 根据峰的半高

宽按照 Scherrer 公式计算，纳米晶的平均粒径为 28nm。

### 2.2 水雾化 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub> 纳米晶磁粉芯的制备及检测

磁粉芯的制备工艺如下：纳米晶粉末→绝缘剂包覆处理（粘结剂）→压制成型→退火去应力处理→喷涂→成品。

具体操作是将水雾化法 Fe<sub>73.5</sub> Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub> 纳米晶磁粉与绝缘剂（云母）、粘结剂（硅酮树脂）、无水乙醇等均匀混合，待加热溶剂挥发后，绝缘剂被均匀包覆在磁粉表面。将包覆好的粉末装入模具。在室温下以 1600Mpa 压制成 Φ27mm×14.6mm×11.7mm 的环形磁粉芯，压制磁粉芯的结构示意图如图 2 所示。

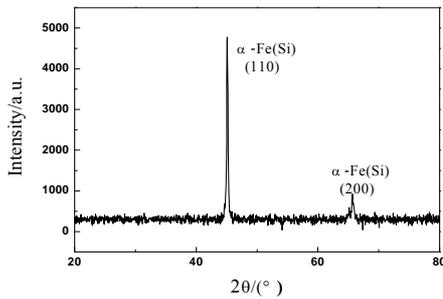


Figure 1. X-ray pattern of Fe<sub>73.5</sub> Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub> nanocrystalline powder

图 1. Fe<sub>73.5</sub> Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub> 纳米晶粉末 XRD 图谱

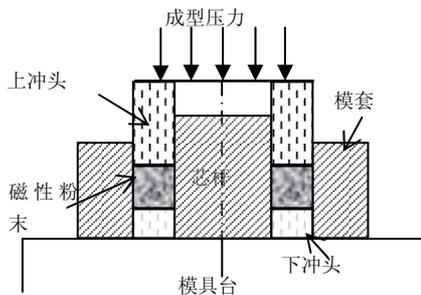


Figure 2. Schematic view of compacting toroidal shape magnetic powder core diagram

图 2. 压制环形磁粉芯示意图

磁粉芯去应力退火采用随炉升温，升温速率为 10°C/min，在 450°C~550°C 下，氩气氛中保温 1h，空冷。将每个磁粉芯用直径 Φ0.5mm 漆包线均匀缠绕，初级线圈 10 匝，次级线圈 20 匝，采用日本 SY8232B-H 分析仪进行磁性能的测量。

## 3 结果与讨论

### 3.1 退火对磁粉芯磁性能的影响

在制备磁粉芯过程中，为了得到高密度的样品，必须采用较高的成型压力压制。但是，高压又会材料内产生过多的内应力和位错，从而恶化了样品的磁性能。为了减少内应力，退火工艺是必不可少的。图 3 给出了退火温度对磁粉芯磁导率的影响（20A/m, 100kHz）。由图 3 可知，磁导率随着退火温度的升高逐渐增大，500°C 达到峰值 21.4，而后随温度升高而降低。这是由于内应力钉扎畴壁，降低磁导率，而退火处理能有效释放内应力，增加磁导率。热处理温度越高内应力释放效果越好，磁导率升高。但当处理温度过高（>500°C）时，晶体内将析出导电性较差的非铁磁相，从而降低磁导率<sup>[3]</sup>。

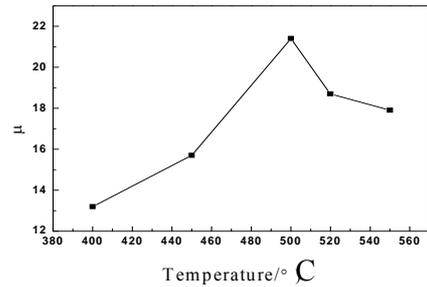


Figure 3. The effect of annealing temperature on permeability

图 3. 退火温度对磁粉芯磁导率的影响

品质因数  $Q$  是复数磁导率的实部与虚部之比， $Q$  值较高表明磁导率的实部较高或损耗较低<sup>[4]</sup>。

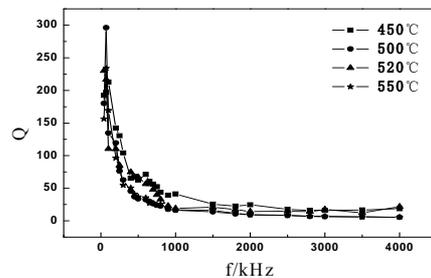


Figure 4. The effect of annealing temperature on quality factor

图 4. 退火温度对磁粉芯品质因数的影响

图 4 为不同温度下 Fe<sub>73.5</sub> Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub> 纳米晶磁粉芯的品质因数随频率变化曲线。可以看出，磁粉芯的最大品质因数出现在 40 kHz~500 kHz 之间，500°C 退火时品质因数最高。

### 3.2 绝缘剂添加量对磁粉芯性能的影响

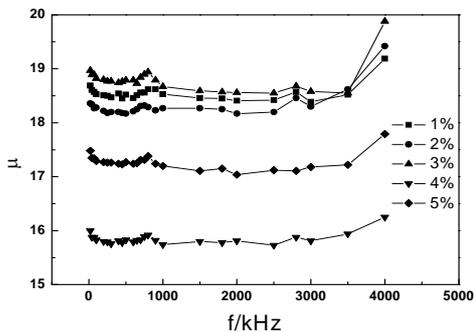


Figure 5. The effect of insulating material content on permeability

图 5. 绝缘剂添加量对磁粉芯磁导率的影响

图 5 为采用不同绝缘剂添加量所制得的软磁粉芯在 20kHz~4000kHz 下的有效磁导率, 可见在所测频率下, 磁粉芯的磁导率波动不大, 基本保持稳定, 适合在高频元件中应用。同时, 随着绝缘剂的增加磁导率先增加后降低。当绝缘剂添加量为 3% 时, 磁导率最大。这是由于随着绝缘剂的增加, 提高了磁粉芯的电阻率, 降低了磁粉芯的涡流损耗, 从而磁导率增大, 但当绝缘剂添加量过高时, 磁粉芯的密度将逐渐减小, 导致磁导率降低。

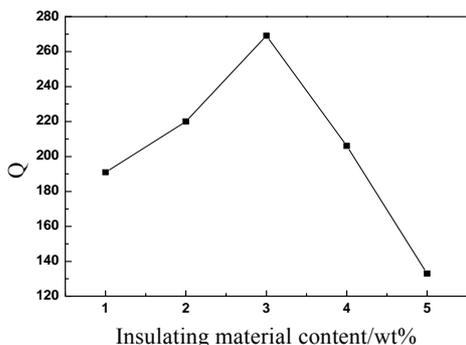


Figure 6. The effect of insulating material content on quality factor

图 6. 绝缘剂添加量对磁粉芯品质因数影响

图 6 为绝缘剂添加量对磁粉芯品质因数的影响。可知当绝缘剂添加量为 3% 品质因数最大。由此可知,

$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_7$  纳米晶磁粉芯的最佳绝缘剂添加量为 3%。

#### 4 结论

(1) 水雾化法得到了软磁性能较好的  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_7$  纳米晶粉末, 粉芯的最佳退火温度为 500℃, 磁导率为 21.4。

(2) 随着绝缘剂添加量的增加, 粉芯的磁导率和品质因数均先增加后降低, 最终确定  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_7$  纳米晶磁粉芯的最佳绝缘剂添加量为 3.0%。

#### 5 致谢

感谢国家高技术研究发展计划(863计划)资助项目(2008AA03Z2472642); 感谢长江学者和创新团队发展计划资助项目(IRT0713)。

#### References (参考文献)

- [1] Yoshizawa Y, Oguma S, Yamauchi K. New Fe-based Soft Magnetic Alloys Composed of Ultrafine Grain Structure[J]. *J Appl Phys*, 1988, 64(10):6044-6046.
- [2] Caowei Lu, Zhichao Lu, Ke Sun. Magnetic Properties of Amorphous  $Fe_{74}Al_4Sn_2P_{10}C_2B_4Si_4$  Powder Prepared by Water Atomization and Powder by Water Atomization and Powder Core Made from It [J]. *Acta Physica Sinica*, 2006, 55(5): 2553-2555(Ch).  
陆曹卫, 卢志超, 孙克等. 水雾化制备  $Fe_{74}Al_4Sn_2P_{10}C_2B_4Si_4$  非晶合金粉末及其磁粉芯性能研究[J]. *物理学报*, 2006, 55(5): 2553-2555.
- [3] Shan Liu, Qiming Xu, Dan Jin. Preparation and Research on Magnetic Properties of FeCuNbSiB Bonded Magnets[J]. *Journal of nonferrous metal*, 2007, 1: 38-40(Ch).  
刘珊, 许启明, 金丹. FeCuNbSiB 粘结磁体的制备及磁性能研究[J]. *有色金属*, 2007, 1: 38-40.
- [4] Hui Xu, Kaiyuan He, Yuqing Qiu. Investigation of the Magnetic Properties of  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  Nanocrystalline Dust Core[J]. *Journal of Functional Materials*, 2000, 31(1): 42-44(Ch).  
徐晖, 何开元, 丘俞青等. 纳米晶  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  磁粉芯的磁性能研究[J]. *功能材料*, 2000, 31(1): 42-44.