

The Effect of Sintering Technology on Low Harmonic Distortion MnZn Ferrite's Performance

Feng Shao

TDG Holding Co., Ltd. Material Research Institute, Haining Zhejiang China 314400

Email: sf@tdgcore.com

Address: No.1 Jianshe Road Yanguan Town

Abstract: Low harmonic distortion MnZn ferrite were prepared by conventional oxidation process in order to reduce the harmonic distortion of communication device in the process of signal transmission and installation dimension. The relationship of magnetic properties and sintering process in Low harmonic distortion MnZn ferrite was investigated, such as initial permeability and hysteresis constant. The result show that high initial permeability and low hysteresis constant can be achieved at certain sintering temperature, holding time and oxygen content. the initial permeability is 8000 and hysteresis constant is $0.22 \times 10^{-6} / \text{mT}$, when the sintering temperature is 1360, holding time is 4 hour and oxygen content is 4%.

Keywords: low harmonic distortion MnZn ferrite; sintering technology; initial permeability; hysteresis constant

烧结工艺对低失真 MnZn 铁氧体性能的影响

邵峰

天通控股股份有限公司磁性材料研究所, 浙江海宁 中国 314400

Email: sf@tdgcore.com

Address: No.1 Jianshe Road Yanguan Town

摘要: 为了减小通信领域器件信号传输过程中的失真及器件的安装尺寸, 本文采用了传统氧化物陶瓷工艺制备MnZn低失真铁氧体软磁材料, 研究了烧结工艺对低失真MnZn铁氧体起始磁导率 μ_i 及磁滞常数 η_B 的影响。结果表明: 一定烧结温度, 保温时间和保温氧含量可以得到高起始磁导率 μ_i 和低磁滞常数 η_B , 即在烧结温度1360 °C, 保温时间4 h, 保温氧含量4 %时, 起始磁导率 μ_i 达到8000, 磁滞常数 η_B 可以达到 $0.22 \times 10^{-6} / \text{mT}$ 。

关键词: MnZn低失真铁氧体; 烧结工艺; 起始磁导率; 磁滞常数

1 引言

通信领域的宽带变压器、滤波器等大量用到了MnZn铁氧体, 为了减小信号传输过程中的失真及器件的安装尺寸, 要求MnZn铁氧体具有较小的磁滞常数 η_B 和较高的起始磁导率 μ_i ^[1]。磁滞常数 η_B 表示铁氧体材料在瑞利区内工作时由磁滞引起的损耗因数与磁通密度的比值, 它与器件的THD(Total Harmonic Distortion)成正比关系, 其值越小, 制成的器件失真也越小; 而起始磁导率 μ_i 的提高有助于器件在电感不变的前提下减少绕线圈数, 从而减小器件的体积。

MnZn铁氧体属于多晶材料, 要制备出高性能的产

项目来源: 国家 863 项目(No.2008AA03Z407)

品, 配方是基础, 烧结是关键。目前国内外对于低失真MnZn铁氧体的烧结工艺研究相对较少, 本文主要研究保温阶段烧结工艺对低失真MnZn铁氧体起始磁导率 μ_i 及磁滞常数 η_B 的影响。

2 实验

本实验选用高纯度原材料: Fe_2O_3 (纯度 $\geq 99.2\%$)、 Mn_3O_4 (纯度 $\geq 71.0\%$)、 ZnO (纯度 $\geq 99.6\%$), 采用传统的氧化物工艺制备样品材料, 具体流程如图1所示:

原料配好后用球磨机进行混合, 浆料烘干后, 在900 °C下预烧2 h, 然后加入0.05 wt%CaO、0.03 wt% Bi_2O_3 、0.03 wt%MoO, 二次球磨2 h, 浆料烘干后, 加入15 wt%PVA造粒, 成型后烧结, 烧结采用分别单

独改变烧结温度，保温时间和保温氧含量的方法，烧结样品尺寸为 $\Phi 18 \text{ mm} \times \Phi 8 \text{ mm} \times h 5 \text{ mm}$ 。样品起始磁导率和磁滞常数用HP-4284A型LCR测试仪测试；材料的晶粒尺寸用SEM观察。

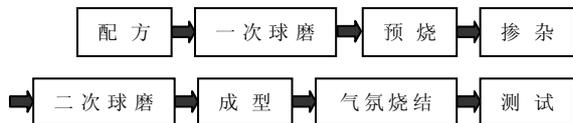


Figure 1. The preparation process of MnZn ferrite

图 1 MnZn 铁氧体的制备工艺流程

3 实验结果与讨论

3.1 烧结温度对性能的影响

图 2 显示在其他烧结工艺条件不变的情况下，烧结温度对起始磁导率 μ_i 、晶粒尺寸 D 的影响。起始磁导率 μ_i 、晶粒尺寸 D 与烧结温度有直接关系^[2-3]。烧结温度太低，烧成的材料平均晶粒尺寸小，密度低，空隙多，起始磁导率 μ_i 低。适当提高烧结温度，可以使晶粒尺寸变大，密度提高，空隙减少，起始磁导率 μ_i 提高。图 2 还显示起始磁导率 μ_i 与晶粒尺寸 D 成正比，而且烧结温度达到 1360 °C 以后，晶粒生长开始不明显，这说明 1360 °C 时晶粒生长已基本完成，起始磁导率 μ_i 变化也随之缓慢。

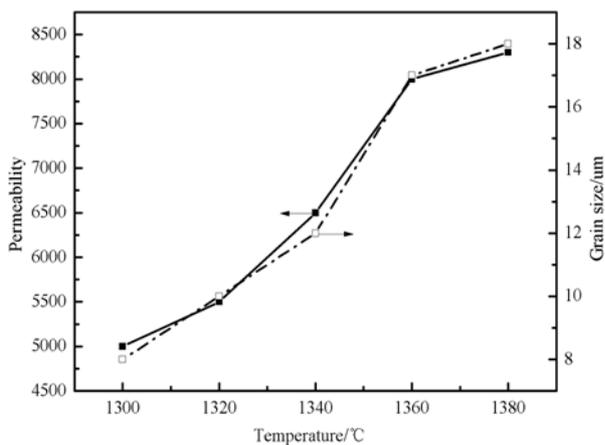


Figure 2. The initial permeability and grain size as the function of sintering temperature

图 2. 烧结温度与起始磁导率和晶粒尺寸的关系

图 3 显示了磁滞常数与烧结温度的关系。磁滞常数随烧结温度的升高而降低，这是由于起始磁导率 μ_i 随烧结温度升高而上升，而磁滞常数与起始磁导率 μ_i

的三次方成反比。随着烧结温度进一步上升，起始磁导率继续上升，而磁滞常数 η_B 却开始下降。已有研究^[4]表明，一般的高磁导率软磁铁氧体材料，在弱场下，其磁化机制主要是以畴壁位移为主。在实际应用中，由于制备工艺的原因，材料内部存在不均匀性，从而导致畴壁位移磁化过程中存在可逆和不可逆之分。不可逆磁化过程是导致磁滞并形成磁滞回线的原因。磁滞常数 η_B 不仅反比于起始磁导率 μ_i ，而且还正比于瑞利常数^[5]。烧结温度过高，导致磁化过程中不可逆畴壁位移增加，瑞利常数增大，抵消了起始磁导率 μ_i 上升的影响，进而导致磁滞常数 η_B 变大。

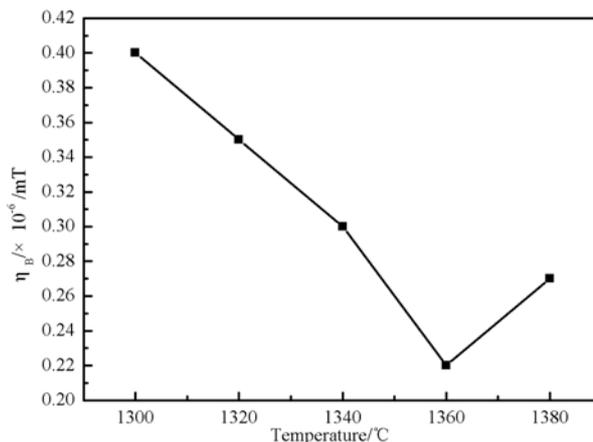


Figure 3. The hysteresis constant as the function of sintering temperature

图 3. 烧结温度与磁滞常数的关系

3.2 保温时间对性能的影响

固相烧结理论认为，晶粒尺寸正比于烧结温度和保温时间。保温时间过短，晶粒生长不完全，密度低，气孔多，阻碍畴壁位移，导致起始磁导率 μ_i 低，磁滞常数 η_B 大。随着保温时间延长，晶粒生长完全，密度提高，气孔变少，起始磁导率 μ_i 逐渐提高，磁滞常数 η_B 逐渐减小。保温时间达到 4 小时后，继续保温，起始磁导率 μ_i 不升反降。这是由于保温时间过长，MnZn 铁氧体中的 ZnO 挥发比较多，在样品内部尤其是表面形成气孔和内应力，气孔和内应力形成钉扎点^[6]，阻碍畴壁位移，导致起始磁导率 μ_i 降低，磁滞常数 η_B 增大。

3.3 保温氧含量对性能的影响

铁氧体烧结属于固相反应，晶粒生长速度除了受到烧结温度和保温时间的影响外，还受到氧含量的影

响。因为固相反应是通过离子扩散进行的，MnZn 铁氧体中金属离子半径大于氧离子半径，所以离子扩散的速度受氧离子的扩散速度支配。图 5 显示随氧含量上升，起始磁导率 μ_i 逐渐降低。这是由于氧含量越高，氧离子扩散越慢，晶粒生长也就越慢。同时，氧含量越高，MnZn 铁氧体中的 Fe^{2+} 越少，磁性各向异性常数 K_1 越大，从而使得起始磁导率 μ_i 越低。

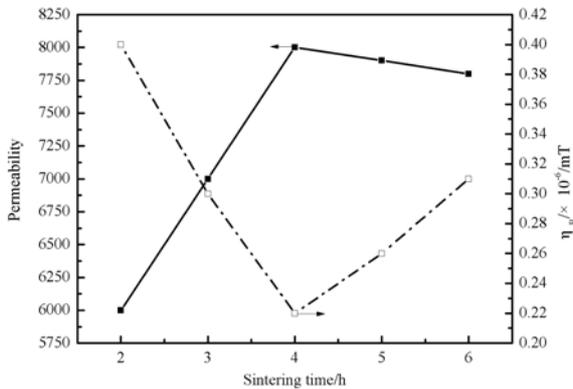


Figure 4. The initial permeability and hysteresis constant as the function of sintering time

图 4. 保温时间与起始磁导率和磁滞常数的关系

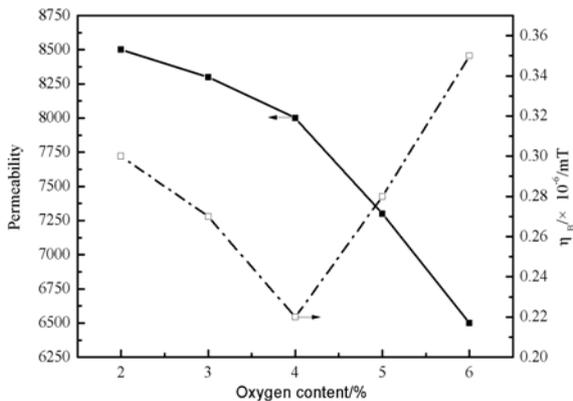


Figure 5. The initial permeability and hysteresis constant as the function of sintering oxygen content

图 5. 保温氧含量与起始磁导率和磁滞常数的关系

图 5 还显示随氧含量的上升，磁滞常数 η_B 先下降后上升。磁滞常数 η_B 表征一定磁通密度下的磁滞损耗，随氧含量上升，MnZn 铁氧体中的 Fe^{2+} 越少， Fe^{2+}/Fe^{3+} 之间的电子跳跃减少，磁滞损耗降低，所以磁滞常数 η_B 减小。氧含量达到 4% 以后，随着氧含量的进一步上升，起始磁导率 μ_i 迅速下降，导致磁滞常数 η_B 增大。

4 结论

烧结工序是制备低失真 MnZn 铁氧体的关键，需要优选烧结条件：

(1) 烧结温度提高，起始磁导率 μ_i 增大，磁滞常数 η_B 减小。当烧结温度达到 1360 °C 时，起始磁导率 μ_i 达到 8000，磁滞常数 η_B 达到 $0.22 \times 10^{-6}/mT$ 。温度继续上升，起始磁导率 μ_i 增大不明显，而磁滞常数 η_B 开始恶化。

(2) 保温时间延长，可以使晶粒生长完善，起始磁导率 μ_i 增大，磁滞常数 η_B 减小。保温时间到 4 小时后，起始磁导率 μ_i 和磁滞常数 η_B 均达到最佳值。

(3) 保温氧含量降低，起始磁导率增大，磁滞常数 η_B 减小。但注意，氧分压低于 4%，磁滞常数 η_B 开始恶化。

(4) 综合各试验，最佳烧结条件为烧结温度 1360 °C，保温时间 4h，保温氧含量 4%，样品起始磁导率 μ_i 为 8000，磁滞常数 η_B 为 $0.22 \times 10^{-6}/mT$ 。

References (参考文献)

- [1] F Shao. New chances of soft ferrites[C]. The 18th Annual Conference Proceeding on China Power Supply Society, 2009.
- [2] S.T Jiang, W Li. Condensed Matter Physics of Magnetic[M]. Beijing: Science Press, 2003: 308-309.
- [3] M Yan, X. L Peng. magnetic base and magnetic material[M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2003: 308-309.
- [4] D. F Wan, X. R Ma. Magnetic Physics[M]. Beijing: Electronic Industry Press, 1999: 292-293.
- [5] Y. J Huang, S. F Li, Z. W Lan, et al. magnetic material[M]. Chengdu: Electronic Industry Press, 1994: 62-64.
- [6] W. D Zhong. Technology Magnetic[M]. Beijing: Science Press, 2009: 151-152.