

一种用于铁氧体粉料喷雾造粒配方体系的研究

朱晏军, 聂敏

深圳顺络电子股份有限公司 广东 深圳 518110

摘要: 本文研究了一种用于铁氧体粉料喷雾造粒的双组分粘结剂, 分别是高分子量的粘结剂 A 和小分子量的粘结剂 B, 进行了试验双组分粘结剂和传统 PVA 粘结剂喷雾造粒粉料, 并将其压制成同规格 252012 磁芯 (1 模 5 穴)。实验数据表明: 使用双组分粘结剂的粉料成型压力仅为 902kg, 而传统 PVA 粘结剂的粉料成型压力为 1034kg。并且压制的磁芯密度要大 $0.05\text{g}/\text{cm}^3$, 磁芯热震性能要好、 430°C 不开裂, 磁芯的力学强度同比要大 4N, 为生产铁氧体造粒粉料提供了一种全新的配方体系。

关键词: 铁氧体粉料, 喷雾造粒, 性能

The method of injection molding for ferrite core production

ZHU Yanjun, NIE Min

Shenzhen Sunlord Electronics Co, Ltd, Shenzhen 518110, China

Abstract: This paper has researched a two-component adhesive for ferrite powder spray granulation, which are the macromolecule binder A and small molecular binder B. The test of two-component adhesive and the traditional PVA adhesive spray granulation powder, And these have pressed the same specifications of 252012 cores (five products per mould). The experimental data show that: The use of two-component adhesive powder molding pressure is only 950kg, but the traditional adhesive molding pressure is 1050kg. core density of using two-component adhesive powder pressing is larger $0.05\text{g}/\text{cm}^3$ than the traditional PVA adhesive spray granulation powder, thermal shock performance is better, 430°C without cracking, the mechanical strength is better, which has provided a new formulation system for the production of ferrite powder granulation.

Key words: Ferrite powder, Spray granulation, Performance

1 引言

软磁铁氧体材料作为一种功能材料已在国民经济的各个领域得到广泛应用, 随着信息产业的飞跃发展, 软磁铁氧体材料的应用领域还在不断扩展, 几乎覆盖了已有各种频段的整机、分机或元器件, 与人们的日常生活密切相关。由于电子信息技术的迅猛发展, 对软磁铁氧体材料的产量和品种需求日渐增多, 这对软磁铁氧体材料的发展带来了新的机遇; 同时也对软磁铁氧体材料也提出了日趋苛刻的技术要求。如开关电源迅速推广和向小型化、高频化发展, 不断对高频铁氧体材料提出降低高频功耗的要求; 电子设备的轻量小型化, 推动电子元件片式化的高速发展, 从而要求软磁铁氧体材料要具有低烧结温度, 高密度或高 Q 值;

由于数字式技术发展引起抗电磁干扰器件和脉冲变压器磁芯需求增长, 单片阵列式、小型、薄型、宽频带、多功能的抗 EMI 元器件将成为今后开发的重点。要满足这些要求, 就必须在原材料选择、生产工艺、控制手段等上下功夫, 才能制备出高性能软磁铁氧体材料。

目前铁氧体粉料主要有两种生产工艺: 一种是传统的机械造粒工艺; 一种是后来发展的喷雾造粒工艺。铁氧体由于大部分产品都要经过切割, 成型后的生坯强度要求比较高, 所以在传统工艺中主要以机械造粒为主。机械造粒的粉料颗粒由于颗粒较粗, 表面形状不规则等原因, 生产的产品表面较粗糙, 尺寸范围控制差, 适合于较大规格产品。而随着电子产品不断向轻、薄、小方向发展, 对磁芯

要求也越来越高,要求磁芯产品小、表面光滑、尺寸精度高。因此,传统的机械造粒难以满足要求,目前有部分厂家已经在使用喷雾造粒。喷雾造粒粉料颗粒的流动性好,同时颗粒较细且分布较好,能有效解决机械造粒存在的缺陷。

在喷雾造粒工艺过程中,为了使成型坯体具有一定的机械强度,在原料液中通常加入粘结剂用作喷雾造粒。粘合剂虽然在铁氧体产品中不直接参与晶相结构,对产品的电磁性能也没有决定作用,但在铁氧体产品的制造过程中却起着关键作用,如果粘合剂选择不当或在工艺制造过程中方法不当,则会使产品出现强度不够、分层、开裂等一系列工艺质量问题,严重制约着大批量生产。而目前使用喷雾造粒工艺时,由于粘结剂的玻璃化温度 T_g 的影响,容易出现生坯强度太高而导致颗粒较难破碎;或者生坯强度太低而导致颗粒较易破碎。此外,在现有的喷雾造粒工艺中,通常是在造粒粉体制备好后,再混入脱模剂,这样的话,脱模剂不是很均匀地与粉体混合,一定程度上降低了产品的性能。

作者经过大量的试验研究发现,采用双组分的粘结剂,分别是高分子量的粘结剂A和小分子量的粘结剂B。在压制成型时生产同类的252012磁芯(1模5穴),成型压力只有902kg,生坯强度高,颗粒易破碎,而且产品容易脱模,不会有粘模现象。而采用传统的粘结剂如PVA,在压制成型时生产同类的252012磁芯(1模5穴),成型压力为1034kg,而且PVA容易吸潮,产品容易粘模,模具损坏严重。粘结剂A玻璃化温度为 105°C 左右,粘结剂B玻璃化温度 80°C 左右,这两种粘结剂的玻璃化温度互补,在排胶时两种不同玻璃化温度的粘结剂先后缓慢地逸出,坯体内部不会产生应力,对坯体不会有损伤,在高温下更易成瓷致密化,所以磁芯强度较好。

2 实验部分

2.1 双组份粘结剂制备铁氧体粉料

①制备浆料

铁氧体原粉的制备。铁氧体原粉包括氧化铁、氧化镍、氧化铜和氧化锌。将氧化铁、氧化镍、氧化铜、氧化锌按照质量比例为60:15:4.5:20.5进行混合球磨,在 900°C 煅烧成铁氧体原粉,然后按照铁氧体原粉和水的质量比例为55:45加入到搅拌球磨机中进行混合搅拌球磨,同时加入固体质量为铁氧体原粉质量的0.25%的分散剂D-134溶液,用于铁氧体的分散,球磨3小时后,可得到粒度D95

为 $3.0\text{--}4.0\mu\text{m}$ 的铁氧体原粉。在此粒度下,铁氧体原粉的活性好,可进行有效烧结,晶体结构致密,晶粒细小均一。

铁氧体粉体喷雾造粒浆料的制备。该步骤也是在搅拌球磨机中进行,在上一步骤中球磨3小时得到粒度D95为 $3.0\text{--}4.0\mu\text{m}$ 的铁氧体原粉后,将粘结剂A溶液、粘结剂B溶液、絮凝剂CMC溶液、脱模剂9002溶液加入到铁氧体原粉中再球磨1小时后停机,其中粘结剂A溶液、粘结剂B溶液、絮凝剂CMC溶液、脱模剂9002溶液按如下比例加入:

铁氧体原粉的固体质量:粘结剂A溶液的固体质量:粘结剂B溶液的固体质量:絮凝剂CMC溶液的固体质量:脱模剂9002溶液的固体质量 = 97:1.4:0.6:0.5:0.5。

②制备铁氧体粉料

将铁氧体粉体喷雾造粒的浆料运输至喷雾造粒机,喷雾造粒机的生产控制参数为进口温度为 190°C ;出口温度为 105°C ;塔内负压为 -5Pa ;雾化器转速为7500rpm;供料泵转速为21Hz,制得所需的铁氧体粉料。

2.2 传统PVA粘结剂制备铁氧体粉料

①制备浆料

传统的制备铁氧体粉料所需的粘结剂一般为单组份,例如PVA,是一种非常成熟的粘结剂配方体系。按照上面的方法和工艺制备铁氧体原粉,并按照上面的方法制备铁氧体粉体喷雾造粒所需的浆料,配比为铁氧体原粉的固体质量:粘结剂PVA溶液的固体质量:絮凝剂CMC溶液的固体质量:脱模剂9002溶液的固体质量 = 97:2.0:0.5:0.5。

②制备铁氧体粉料

也按照上面工艺参数及方法喷雾造粒制得所需的铁氧体粉料。

2.3 两种粉料性能测试

①将两种粉料分别测试其松装密度、流动性、水分和休止角,测试数据如表1:

从表1的数据可以看出,双组份粘结剂喷雾造粒粉料的松装密度相对较大,颗粒较密实;流动性较好,便于填充模具,有利于成型。主要原因是粘结剂A是一种改性高分子量的亚克力树脂,可获得高密度的造粒粉,它还在低压下可获得高密度的坯体。

②将两种粉料分别进行粒度分布测试,测试数据如表2:

③两种粉料形貌分析

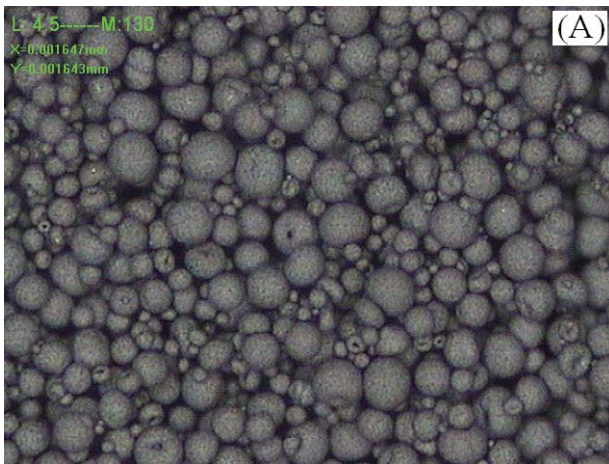
将两种粉料用扫描电镜进行形貌分析,形貌如图1所示。

表1 两种粉料性能测试

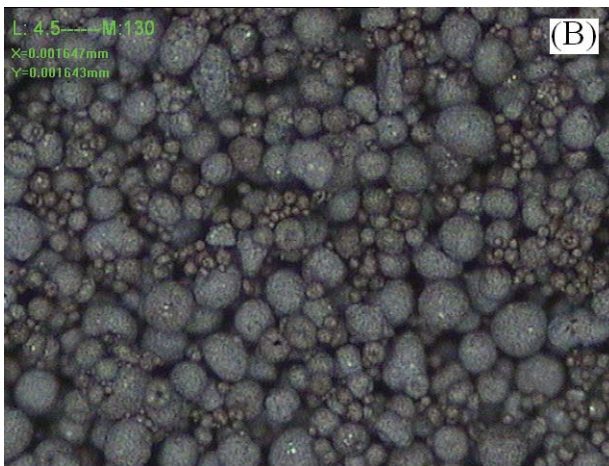
实验编号	松装密度 (g/cm ³)	流动性 (s)	水份 (%)	α 角对应高度 (mm)
双组份粘结剂喷雾造粒粉料	1.51	39' 93"	0.25%	16.0
PVA粘结剂喷雾造粒粉料	1.45	41' 37"	0.25%	16.0

表2 两种粉料粒度分布

目数	100以上	100-120	120-150	150-200	200-250	250-325	325以上
双组份粘结剂喷雾造粒粉料	0.50%	1.00%	3.20%	70.90%	14.50%	7.90%	1.40%
PVA粘结剂喷雾造粒粉料	2.00%	2.10%	23.50%	34.60%	24.60%	9.90%	2.30%



双组份粘结剂喷雾造粒粉料形貌图



PVA 粘结剂喷雾造粒粉料形貌图

图 1 两种粉料形貌图

从图 1 的图片 (A) 和 (B) 可以看出, 采用 A 和 B 双组份粘结剂喷雾造粒粉料, 颗粒圆润光洁、粉料开口较小, 主要原因是粘结剂 A 有很好的强度和柔韧性, 在高温喷雾造粒时, 颗粒内部的水分排除, 颗粒均匀收缩, 颗粒呈现圆润光洁。而采用 PVA 粘结剂喷雾造粒粉料, 颗粒并不圆润、干涩不

光滑, PVA 柔韧性较差, 抗弯曲强度也相对较差, 在高温喷雾造粒时, 颗粒内部的水分排除, 颗粒不能均匀收缩, 这样就会出现颗粒不圆润, 流动性较差, 填充不密实, 开口较大, 粉料本身不密实, 导致松装密度较小。A 和 B 双组份粘结剂喷雾造粒粉料, 粉料粒度主要集中在 150-200 目之间, 粒度分布较窄, PVA 粘结剂喷雾造粒粉料, 粉料粒度主要集中在 120-250 目之间, 粒度分布较宽, 导致松装密度较小。

2.3 制备铁氧体磁芯

将上面两种喷雾造粒后的粉料分别放入同一台干压机中, 模具为 252012 磁芯模具 (1 模 5 穴), 填充模腔, 模腔填充后, 进行压制成型, 得到铁氧体磁芯坯体。将铁氧体磁芯坯体, 经过排胶和烧结得到铁氧体磁芯, 整个过程分为以下几个阶段。升温阶段, 缓缓升温, 以升温速率 1.0℃/min 使温度从室温缓缓升至 450℃, 待粘结剂排出后, 以升温速率 1.5℃/min, 继续升温至 900℃; 坯件逐渐收缩阶段, 以升温速率 1℃/min 继续升温至 1040℃; 保温阶段, 在所述 1040℃ 下保温 1h; 降温阶段, 磁芯烧好后, 进行降温, 冷却速率为 1℃/min。

3 结果与分析

使用同一种磁导率为 400 的原粉, 分别采用 A 和 B 双组份粘结剂喷雾造粒粉料以及采用 PVA 粘结剂喷雾造粒粉料, 采用干压工艺生产同类 252012 磁芯 (尺寸为长 2.50mm, 宽 2.00mm, 中柱 1.22mm, 高度 1.10mm), 并对其进行各种性能对比。

3.1 成型参数对比

使用两种不同的粉料, 在同一台压机上, 使用同一套模具 (1 模 5 穴), 生产同一类型的磁芯, 采用 A 和 B 双组份粘结剂喷雾造粒粉料所需要的压力为 902kg, 生产顺

畅，没有粘模，磁芯没有出现分层、破裂等不良现象，而采用 PVA 粘结剂喷雾造粒粉料所需要的压力为 1034kg，偶尔还会出现粘模现象，主要原因是 PVA 粘结剂容易吸潮，相对难压碎，需要很大的压力，成型压力如表 3 所示。

采用了双组份粘结剂，特别是使用了 A 这种粘结剂，A 是一种改性大分子量的亚克力树脂，在造粒时可获得高密度的造粒粉，由于它有很好的柔韧性和强度，在低压下可以将造粒粉压碎，可获得高密度的坯体。

3.2 生坯强度对比

将同类的两种磁芯生坯强度比较，含有粘结剂 A 和 B 的生坯强度高于 PVA 的生坯强度，普遍高于 0.7N，主要

原因是粘结剂 A 能够形成高密度的造粒粉，又由于有很好的柔韧性和力学性能，在成型时粉料颗粒易破碎，能够使粉料很好地粘结在一起，而 PVA 粘结剂很脆有比较硬，并且还容易吸潮，致使生坯强度不是很好。

3.3 磁芯生坯表面对比

将两种粉料所压制的磁芯表面做对比，如图 2 所示。(A) 图为双组份粘结剂粉料所压制的磁芯，(B) 图为 PVA 粘结剂粉料所压制的磁芯。从图中可以看出，双组份粘结剂粉料所压制的磁芯表面致密，粉料颗粒完全破碎，而 PVA 粘结剂粉料所压制的磁芯表面相对疏松，粉料颗粒之间有边界。

表3 成型压力记录表

单位: kg

序号	双组份粘结剂粉料生产的252012磁芯	PVA粘结剂粉料生产的252012磁芯
1#	910	1032
2#	902	1035
3#	901	1041
4#	899	1031
5#	905	1035
6#	896	1032
7#	895	1036
8#	906	1040
9#	905	1027
10#	902	1030
最小值	895	1027
最大值	910	1041
平均值	902	1034

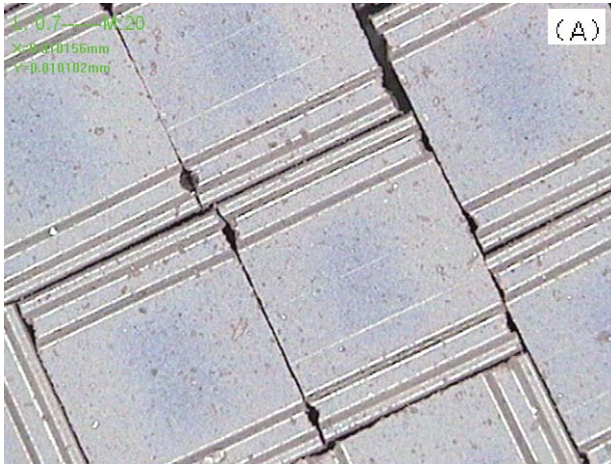
备注：每半小时记录一次。

表4 生坯力学性能测试表

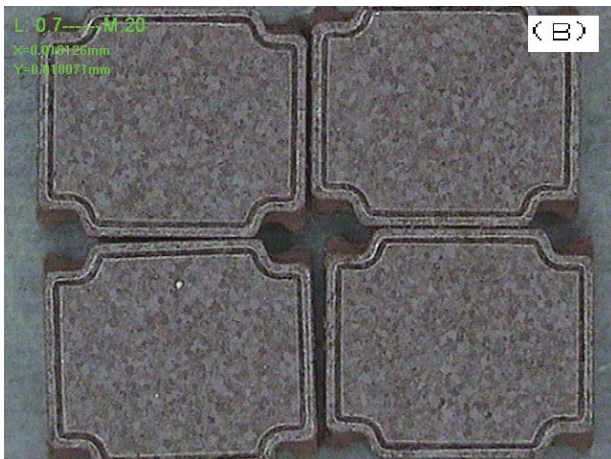
单位: N

序号	双组份粘结剂粉料生产的252012磁芯	PVA粘结剂粉料生产的252012磁芯
1#	1.5	0.9
2#	1.6	1.0
3#	1.8	0.9
4#	1.5	0.9
5#	1.8	1.1
6#	1.8	1.0
7#	1.7	0.9
8#	1.8	1.1
9#	1.9	1.2
10#	1.6	1.0
最小值	1.5	0.9
最大值	1.9	1.2
平均值	1.7	1.0

采用了 A 这种粘结剂的粉料，在造粒时可获得高密度的造粒粉，由于它有很好的柔韧性和强度，在低压下可以将造粒粉压碎，可获得高密度的坯体。



双组份粘结剂粉料所压制的磁芯



PVA 粘结剂粉料所压制的磁芯

图 2 磁芯表面对比图

3.4 磁芯的电学性能对比

上面的两种同类 252012 磁芯，采用同样的条件进行绕线，铜线线径为 $\Phi 0.10\text{mm}$ ，圈数为 20 圈，利用 LCR METER ZM2355 仪器测试其电性能，测试条件为 $100\text{kHz}/1\text{V}$ ，比较两者的电感量以及饱和电流特性，电感量测试结果如表 5 所示。

表 5 252012 磁芯电感量测试表

测定项目	双组份粘结剂粉料生产的 252012磁芯		PVA 粘结剂粉料生产的 252012磁芯	
	(uh)	(uh)	(uh)	(uh)
电感量标准	0.780	—	0.780	—
电感量上限	0.819	—	0.819	—
电感量下限	0.741	0.630	0.741	0.630
1#	0.785	0.771	0.793	0.774
2#	0.778	0.765	0.782	0.768
3#	0.783	0.766	0.776	0.756
4#	0.785	0.770	0.778	0.759
5#	0.780	0.765	0.784	0.765
6#	0.793	0.777	0.792	0.774
7#	0.789	0.773	0.776	0.756
8#	0.793	0.777	0.789	0.766
9#	0.789	0.773	0.788	0.765
10#	0.783	0.771	0.783	0.763
最小值	0.778	0.765	0.776	0.756
最大值	0.793	0.777	0.793	0.774
平均值	0.786	0.771	0.784	0.765

从上面的数据可以看出，两种磁芯的电感量都符合要求，电感量特性主要与铁氧体原粉的性质有关。

3.5 磁芯热震性能对比

用浸锡炉分别对上面的两种 252012 磁芯进行浸锡，测试其热震性能，实验数据表明双组份粘结剂粉料生产的 252012 磁芯耐热较好，见表 6 所示。

表6 注塑磁芯和干压热震性能对比

项目	浸锡温度 (°C)	浸锡时间 (s)	检查倍率	检查数量 (个)	检查结果	判定
双组份粘结剂粉料生产的252012磁芯	390	5	30X	30	无裂片	合格
	400	5	30X	30	无裂片	合格
	410	5	30X	30	无裂片	合格
	420	5	30X	30	无裂片	合格
	430	5	30X	30	无裂片	合格
	430	5	30X	30	无裂片	合格
PVA粘结剂粉料生产的252012磁芯	390	5	30X	30	无裂片	合格
	400	5	30X	30	无裂片	合格
	410	5	30X	30	裂1片	不合格
	410	5	30X	30	裂1片	不合格
	410	5	30X	30	裂1片	不合格

双组份粘结剂粉料生产的 252012 磁芯的热震性能要明显好于 PVA 粘结剂粉料生产的 252012 磁芯。

3.6 磁芯密度对比

用排水法测试两种同类 252012 磁芯密度, 实验数据表明双组份粘结剂粉料生产的 252012 磁芯密度波动较小, 且密度较大, 密度在 $5.200\text{g}/\text{cm}^3$ — $5.250\text{g}/\text{cm}^3$ 之间; 而 PVA 粘结剂粉料生产的 252012 磁芯密度波动较大, 且密度相对较小, 密度在 $5.145\text{g}/\text{cm}^3$ — $5.200\text{g}/\text{cm}^3$ 之间。磁芯的密度大小对磁芯热震性能有一定的影响, 密度较大, 说明磁芯比较密实, 磁芯热震性能较好。

3.7 磁芯的力学性能对比

按照图 3 所示, 利用推拉力计测试两种粉料生产的同类 252012 磁芯, 双组份粘结剂粉料所生产的磁芯力学性能为 7.5N — 12.0N , 而 PVA 粘结剂粉料所生产的磁芯力学性能仅为 4.6N — 7.2N , 双组份粘结剂粉料所生产的磁芯力学性能明显好于 PVA 粘结剂粉料所生产的磁芯。主要原因是含有 A 粘结剂的粉料在成型时容易压的更密实, 并且在排胶时, 两种不同玻璃化温度的粘结剂先后缓慢地逸出, 对坯体不会有损伤, 在高温下更易成瓷致密化, 所以磁芯强度较好。如果粘结剂含量总量不变且只有单一粘结剂, 例如 PVA 粘结剂, 在排胶时粘结剂会同时大量逸出, 可能会对坯体造成损伤, 在烧结时不利于磁芯成瓷致密化。

4 分析与讨论

干压成型法是以一定压力和压制方式使粉料成为致密坯体。干压成型坯体性能的影响因素: ①粉体的性质, 包括粒度、粒度分布、形状、含水率等。②添加剂特性及使用效果。好的添加剂可以提高粉体的流动性、填充密度和分布的均匀程度, 从而提高坯体的成型性能。③压制过程

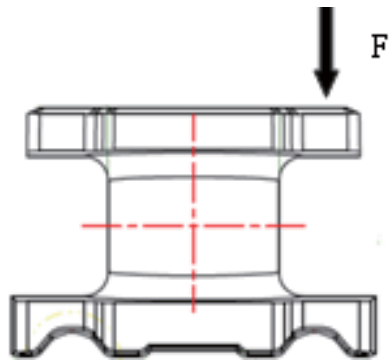


图 3 磁芯力学性能测试示意图

中的压力、加压方式和加压速度, 一般地说, 压力越大坯体密度越大, 双向加压性能优于单向加压, 同时加压速度、保压时间、卸压速度等都对坯体性能也有较大影响。干压成型对粉料的要求比较严格, 粉料的各成分分布要均匀, 体积密度要高。流动性要好, 成型压制时颗粒间的摩擦要小, 粉料能顺利地填满模型的各个角落。具有一定的团粒大小, 并含有最少量的细颗粒部分, 使成型无较多的气孔。在压力下易于粉碎, 这样可成型得到较致密的坯体。水分要均匀, 否则易使成型与干燥困难。

本文采用 A 和 B 双组份粘结剂喷雾造粒粉料, 颗粒圆润光洁、粉料开口较小, 主要原因是粘结剂 A 有很好的强度和柔韧性, 在高温喷雾造粒时, 颗粒内部的水分排除, 颗粒均匀收缩, 颗粒呈现圆润光洁。而采用 PVA 粘结剂喷雾造粒粉料, 颗粒并不圆润、干涩不光滑, PVA 柔韧性较差, 抗弯曲强度也相对较差, 在高温喷雾造粒时, 颗粒内部的水分迅速排除, 颗粒不能均匀收缩, 这样就会出现颗粒不圆润, 流动性较差, 填充不密实, 开口较大, 粉料本身不密实, 导致松装密度较小。

粘结剂 A 可以用来改善铁氧体粉体的成型性能, 在低压力下可以获得高密度的制品, 生产同规格的 252012 磁芯, 双组份粘结剂喷雾造粒粉料只需要 950kg 的压力就可以压制成型所需要的产品, 而 PVA 粘结剂喷雾造粒粉料需要 1050kg 的压力才能压制成型所需要的产品。而同类的两种磁芯生坯强度比较, 含有粘结剂 A 的生坯强度高于 PVA 的生坯强度, 普遍高于 1N , 主要原因是粘结剂 A 能够形成高密度的造粒粉, 又由于有很好的柔韧性和力学性能, 在成型时粉料颗粒易破碎, 能够使粉料很好地粘在一起, 而 PVA 粘结剂很脆有比较硬, 并且还容易吸潮, 致使生坯强度不是很好。

经过高温烧结后, 含有粘结剂 A 的双组份粉料所生产的磁芯性能(如密度、热震性能、力学性能等)明显高于其它粉料。主要原因是含有 A 粘结剂的粉料在成型时容易压的更密实, 并且在排胶时, 两种不同玻璃化温度的粘结剂先后缓慢地逸出, 对坯体不会有损伤, 在高温下更易成瓷致密化, 所以磁芯强度较好。如果粘结剂含量总量不变且只有单一粘结剂, 例如 PVA 粘结剂, 在排胶时粘结剂会同时大量逸出, 可能会对坯体造成损伤, 在烧结时不利于磁芯成瓷致密化。

5 结论

通过前面的实验,可以得出以下结论:

(1) 采用 A 和 B 双组份粘结剂喷雾造粒粉料生产的产品各项性能(包括密度、热震性能、力学性能等)均优于传统的 PVA 粘结剂喷雾造粒粉料生产的产品,为生产高性能产品提供了一种全新的喷雾造粒配方体系。

参考文献

- [1] 陈宗淇,王光信,徐桂英,等. 胶体与界面化学. 北京:高等教育出版社,2001.9
- [2] 朱晏军,周勋,周小军,谈敏,等. 一种用于铁氧化物粉体喷雾造粒的浆料及其制备方法 [P]. 中国专利:104387090A,2015-03-04.
- [3] 朱晏军,周勋,周小军,谈敏,等. 一种铁氧化物粉体及其喷雾造粒的制备方法 [P]. 中国专利:104387046A,2015-03-04.