

# 不同 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 原料及烧结温度对 NiZn 铁氧体材料性能的影响

陈诚海, 徐方舟, 马占华, 潘晓东

天通控股股份有限公司 磁性材料研究所, 浙江海宁 314412

**摘要:** 采用传统氧化物法制备了主配方为  $(\text{NiO})_{0.40}(\text{CuO})_{0.12}(\text{ZnO})_{0.48}(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  的 NiZn 铁氧体材料, 研究了不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料及烧结温度对材料电磁性能的影响。研究表明, 含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料与含杂质较少原料制备的样品相比, 两者在较高的烧结温度下磁性能相当; 在较低的烧结温度下含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料制品表现出较好的磁导率水平, 但饱和磁通密度略差。总体上看, 使用含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料代替含杂质较少  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料仍有一定的局限性。

**关键词:** NiZn 铁氧体,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 含杂质, 烧结温度, 磁性能

## Influence of different $\text{Fe}_2\text{O}_3$ raw materials and sintering temperature on the properties of NiZn Ferrite

CHEN Cheng-hai, XU Fang-zhou, MA Zhan-hua, PAN Xiao-dong

Soft Magnetic Material Institute, TDG Holding Co, Ltd, Haining 314412, China

**Abstract:** The  $(\text{NiO})_{0.40}(\text{CuO})_{0.12}(\text{ZnO})_{0.48}(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  NiZn ferrites were prepared by conventional ceramic technique, and the effects of different  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  raw materials and sintering temperature on magnetic properties of NiZn ferrite were investigated. It is found that the magnetic properties of NiZn ferrite prepared using more-impurity  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  raw materials are comparable with using less-impurity  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  raw materials at higher sintering temperature. At low sintering temperature the more-purity  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  raw materials increased the permeability, but decreased the saturation magnetic flux density. In general, it still has some limitations to use more-purity  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  raw materials instead of less impurity  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  raw material.

**Key words:** NiZn ferrite,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , impurity, sintering temperature, magnetic performance

中图分类号: TM27 文献标识码: B 文章编号: 1606-7517(2016)05-3-144

### 1 引言

随着现代社会的高速发展和科技飞跃, 软磁铁氧体材料在汽车电子、自动控制、家电、计算机、通信、绿色能源等领域 [1] 的应用日益广泛, 高性能软磁铁氧体的需求日渐增大。高饱和磁通密度材料作为典型的一类 NiZn 铁氧体材料, 具备高电阻率 ( $\rho$ )、低矫顽力 ( $H_c$ )、低相对损耗因数和良好的高频性能等优点, 在高频领域有着广泛的应用 [2-4]。在实际应用中, 高饱和磁通密度是实现功率电感

具有良好地直流叠加特性的基本条件, 所以高饱和磁通密度 NiZn 材料迎合了市场的发展方向, 潜力巨大 [5]。

NiZn 铁氧体一般在空气中烧结, 目前, 国内很多企业使用的是纯度较高、价格昂贵的原料, 而日本已经开始使用含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料, 所以国内企业的原料成本已不占优势。本实验利用不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料通过氧化物法制备了 NiZn 材料, 分析不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料和烧结温度对 NiZn 材料性能的影响, 旨在探索利用含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料能

否代替含杂质较少的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料, 并获得与之性能相当或者更好的水平, 从而达到降低成本和节能(降低烧结温度)的可能性, 为低成本高性能的 NiZn 软磁铁氧体材料的开发提供参考。

## 2 实验

采用传统的氧化物法工艺, 以市售的 NiO、CuO、ZnO 和  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  为基本原料, 选取两种含杂质不同的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料(对应的原料分别标记为 A 类、B 类), 按配方  $(\text{NiO})_{0.40}(\text{CuO})_{0.12}(\text{ZnO})_{0.48}(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  进行称量配料, 按照球:料:水 = 5:1:1 的比例进行一次砂磨 1h, 原材料均匀混合后进行干燥; 然后在  $800^\circ\text{C}$  下进行预烧, 保温 2h; 预烧后再在砂磨机中按照球:料:水 = 5:1:1 进行二次砂磨 2h, 并加入杂质  $\text{WO}_3$ ; 将二次砂磨料烘干过筛后, 加入 13% 的聚乙烯醇造粒; 压制成外径 14.80mm、内径 9.25mm、高度 7.60mm 的样环, 在高温箱式电阻炉中分别于  $1075^\circ\text{C}$ 、 $1050^\circ\text{C}$ 、 $1025^\circ\text{C}$ 、 $1000^\circ\text{C}$  进行烧结, 保温 3h 后随炉冷却得到样品。

采用化学滴定法  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的含量; 采用电感耦合等离子原子发射光谱仪(ICP-OES)测试原料的成分和杂质含量; 采用安捷伦公司的 HP4284A 测试仪测试样品的电感、品质因数 Q, 按公式(1)计算起始磁导率; 采用 SY-8258 B-H 分析仪测试样品的饱和磁通密度  $B_s$ , 测试条件为:  $f=1\text{kHz}$ ,  $H=4000\text{A/m}$ 。

$$\mu_i = \frac{L \times 10^{10}}{2hN^2Ln(D/d)} \quad (1)$$

$\mu_i$  为起始磁导率;  $L$  为制品电感(H);  $N$  为绕组匝数;  $D$  为样品外径(mm);  $d$  为样品内径(mm);  $h$  为样品厚度(mm)。

## 3 结果与分析

### 3.1 不同 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 原料的性能对比

表 1 不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料性能对比

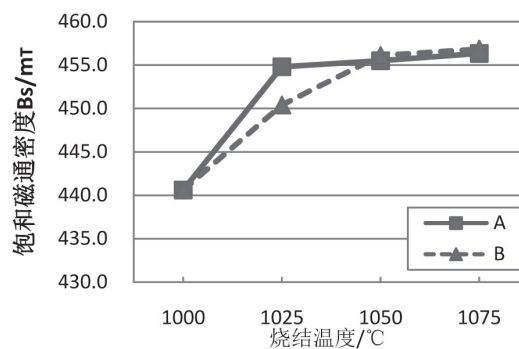
测试项目	原料A	原料B
$\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{wt}\%)$	99.32	99.32
$\text{CaO}(\text{wt}\%)$	0.0069	0.0075
$\text{SiO}_2(\text{wt}\%)$	0.0079	0.0089
$\text{MgO}(\text{wt}\%)$	0.0037	0.0031
$\text{P}_2\text{O}_5(\text{wt}\%)$	< 0.0010	0.0212
$\text{MnO}(\text{wt}\%)$	0.3439	0.4431
APS 粒度( $\mu\text{m}$ )	0.48	0.85

表 1 给出了不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料的主要性能。由表可见, A、B 两种原料主含量  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的成分相同, 但原料 B 的杂质含量普遍偏高, 尤其是  $\text{P}_2\text{O}_5$  和  $\text{MnO}$  的含量。另外原料 B 在平均粒度方面也较大。

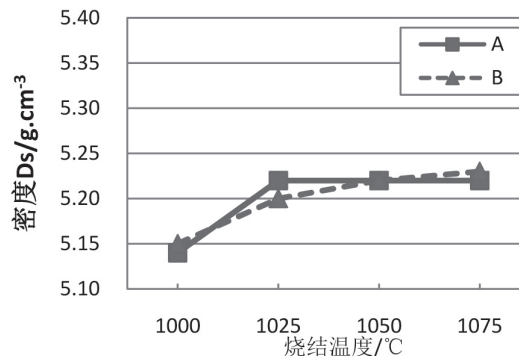
### 3.2 不同 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 原料的制备的 NiZn 铁氧体性能对比

图 1(a) 为两种  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料 A、B 在不同烧结温度制备的样品烧结密度  $D_s$  对比。从图中我们可以发现,  $1025^\circ\text{C}$  烧结温度下原料 B 制备的样品密度稍低, 对应的在其它烧结温度下的样品烧结密度相差不大, 这表明原料 B 虽平均粒径偏大, 但反应活性与原料 A 相当。

图 1(b) 为两种  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料 A、B 在不同烧结温度制备的样品饱和磁通密度  $B_s$  对比。从图中我们可以看出这两种原料制备的样品  $B_s$  变化趋势相同, 即随着烧结温度提高,  $B_s$  逐渐增大。在  $1025^\circ\text{C}$  时由原料 B 制备的样品  $B_s$  略低于原料 A, 其它烧结温度下  $B_s$  基本相同。我们知道 NiZn 材料的  $B_s$  主要受主配方和密度影响, 当主配方一定时, 材料的密度就成为影响  $B_s$  的主要因素<sup>[6]</sup>, 当烧结温度达到  $1025^\circ\text{C}$  时, 可能的原因是原料 B 含杂质比较多, 降低了固



(a) 饱和磁通密度



(b) 烧结密度

图 1 不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料 A、B 在不同烧结温度下性能

相反应的速率，晶粒生长程度比原料 A 慢，结构致密化程度不高，导致密度比原料 A 稍低，从而影响了  $B_s$ ，这与图 1(a) 相对应。

图 2(a) 为不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料 A、B 在不同烧结温度制备的样品初始磁导率  $\mu_i$  对比。由图可知，在 1050~1075℃ 烧结时，原料 B 制备的样品磁导率水平相对较低，但与原料 A 相差不大。在较低温度 1000℃ 下烧结时，原料 B 制备的样品初始磁导率水平要优于原料 A 制备的样品，且磁导率曲线在不同的烧结温度下变化比较平缓，这主要是由于原料 B 中含  $\text{P}_2\text{O}_5$  等低熔点杂质含量较高（对应表 1），磷的瞬时液相烧结作用活化了烧结过程，在较低烧结温度下促进了晶粒的生长及致密化，提高了烧结密度，且晶粒平均尺寸增大；而含杂质较低的原料 A 在此温度下，固相反应不够充分，晶粒分布不均匀，结构致密化度不高，气孔率较高，磁导率表现出较差的水平。当烧结温度逐渐升高时，

原料 B 中过多的杂质含量造成铁氧体材料中气孔率的增加，导致畴壁运动困难，从而磁导率也低于含杂质较少的原料 A 制品。

图 2(b) 为不同烧结温度下原料 A、B 制品相对损耗因数  $\tan\delta/\mu_i$  对比。从图中可见，两种原料制备的样品随着烧结温度的提高，相对损耗因数逐渐降低，这与磁导率变化相对应。当烧结温度为 1050℃ 时，两者相对损耗因数达到最低。

#### 4 结论

(1) 在 1025℃ 烧结时，含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料制备的样品比含杂质较少的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料制备的样品饱和磁通密度方面略低，但两者总体水平相当。

(2) 含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料在较低的烧结温度下表现出较高的磁导率水平，随着烧结温度的提高，磁导率水平略差于含杂质较少  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料制备的样品，但总体相差不大。

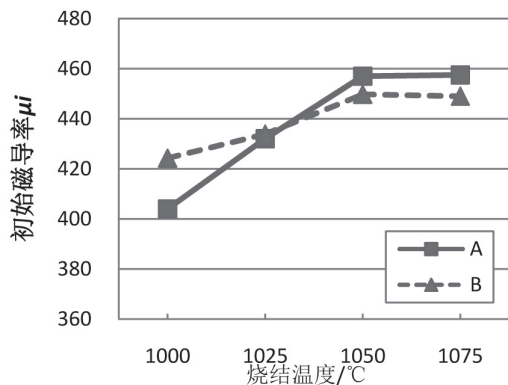
(3) 含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料可以获得与含杂质较少  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料制备的样品相当的性能，但使用含杂质较多的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料代替含杂质较少  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料仍有一定的局限性。

#### 参考文献

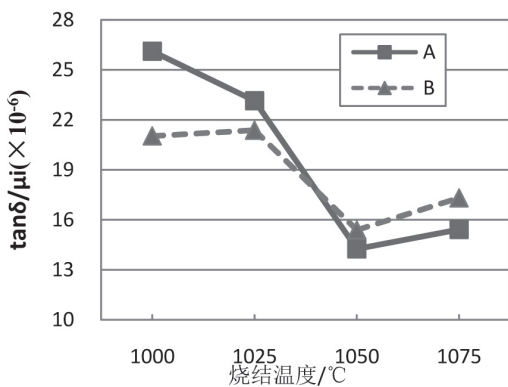
- [1] 阳开新. 软磁铁氧体制作技术. 工信部磁性材料及器件专业情报网.
- [2] 王自敏. 软磁铁氧体生产工艺与控制技术. 北京: 化学工业出版社, 2013: 59-63.
- [3] 陈盛明. 锰锌软磁铁氧体磁芯抗折强度的研究 [J]. 磁性材料及器件, 2006, 37(2): 49-51.
- [4] 张有纲, 黄永杰, 罗迪民. 磁性材料 [M]. 成都: 成都电讯工程学院出版社, 1988: 22-24.
- [5] Stoppels D. Developments in soft magnetic power ferrites [J]. J Magn Magn Mater, 1996, 160(1): 323-328.
- [6] 田守政, 冯则坤. NiZn 铁氧体内禀参数影响因素研究 [J]. 压电与声光, 2011, 33(5): 800-803.

#### 作者简介

陈诚海 (1988~), 硕士研究生, 主要从事高性能 NiZn 铁氧体材料的开发。



(a)  $\mu_i$



(b)  $\tan\delta/\mu_i$

图 2 不同  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  原料 A、B 在不同烧结温度下的性能