

文章编号:1673-9981(2020)03-0196-04

温压 FeSiAl 软磁粉芯的热处理研究^{*}

刘宽宽, 黄钧声

广东工业大学 材料与能源学院, 广东 广州 510006



摘要:以聚酰胺粉和聚四氟乙烯粉作为复合润滑剂, 温压制备 FeSiAl 软磁粉芯. 研究退火热处理对温压 FeSiAl 软磁粉芯的密度、有效磁导率和磁损耗等性能的影响. 结果表明:退火热处理能显著提高温压 FeSiAl 磁粉芯的磁导率, 降低磁损耗, 改善材料的软磁性能; 适当升高热处理温度或延长热处理时间, 可提高温压 FeSiAl 磁粉芯的密度和有效磁导率, 降低磁损耗, 但过高的热处理温度或过长的热处理时间会恶化其软磁性能.

关键词: FeSiAl 软磁粉芯; 热处理; 温压; 磁性

中图分类号: TG156

文献标识码: A

温压成形技术是一种制备高密度、低成本粉末冶金零件的新技术, 不过目前还主要局限于应用在结构材料方面^[1-3]. 一般在同等压力条件下, 温压材料的压制密度高于冷压的, 而密度的增大有利于提高材料的软磁性能^[4-5]. 此外, 相比室温冷压压制, 温压压制的磁粉芯中粉末颗粒之间的内应力小很多, 有利于改善软磁性能. 诸涛温压制备的 FeSi^[6]和叶倡华温压(硬脂酸锌和聚乙二醇作润滑剂)^[7]制备的 FeSiAl 磁粉芯, 经热处理后具有更好的磁性.

润滑剂具备润滑功能及起到确保润滑效果最大化的黏结作用, 目前主要采用硬脂酸锌、硬脂酸镁、硬脂酸钙、聚乙二醇等润滑剂. 混合粉末在高温加热时的流动性不够好, 而当硬脂酸锌在加热到 100 °C 以上时, 会造成粉末结团的现象严重, 对制品性能有不良影响^[1,8-9]. 聚酰胺粉和聚四氟乙烯粉的使用温度范围宽, 摩擦系数低.

在前期工作基础上, 改用聚酰胺粉和聚四氟乙烯粉作为复合润滑剂, 其可克服高温加热时混合粉

末流动性不好甚至结团等问题, 预期会改善磁粉芯的软磁性能. 采用温压法制备 FeSiAl 软磁粉芯, 重点研究热处理工艺参数(温度和时间)对温压 FeSiAl 软磁粉芯性能的影响规律, 寻求进一步提高其软磁性能的热处理条件, 以期制备综合性能良好的 FeSiAl 软磁粉芯.

1 实验材料及方法

所用材料为深圳铂科磁材公司提供的水雾化生产的 FeSiAl 粉末, 粉末成分为 Fe-9.5% Si-5.5% Al (质量分数). 首先称量一定量的 FeSiAl 粉末, 过筛后用浓度为 0.7% 的磷酸钝化, 然后清洗、烘干. 将烘干后的粉末和占总量 0.7% 的纳米 SiO₂ 绝缘剂混合后加入粘接剂(硅酸钠)溶液中, 再次烘干. 将占总量 1.5% 的复合润滑剂(聚酰胺和聚四氟乙烯的质量比为 1:1)和再次烘干后的粉末手动均匀干混, 在温度为 120 °C、压力为 800 MPa、保压时间为 1 min 条件下温压, 得到外径 12.7 mm、内径 7.62

收稿日期: 2020-01-13

^{*} 基金项目: 广东省重大科技专项(2012A080106004)

作者简介: 刘宽宽(1994-), 男, 河南周口市人, 硕士研究生, 主要从事温压磁粉芯研究.

通讯作者: 黄钧声(1964-), 男, 湖南长沙人, 副教授, 博士, 主要从事高性能金属材料研究, E-mail: gl@gdut.edu.cn

mm、高 4.75 mm 的环形磁粉芯。最后用氮气作为保护气体,在 550~700 °C 和 0.5~2.0 h 条件下,对磁粉芯进行退火热处理后随炉冷却,得到温压压制的 FeSiAl 软磁粉芯。

采用排液法(酒精),测量磁粉芯的密度;用 FE-2100SA 型软磁材料交流测量装置,测量磁粉芯的磁损耗,其中线圈匝数(初级:次级)比为 1:2、测试频率为 25~100 kHz、 $B_m=50$ mT;采用 3260B 型精密磁性元件分析仪,测量磁粉芯的有效磁导率 μ_e 。

2 结果与分析

2.1 密度

图 1 为不同热处理时间下温压 FeSiAl 软磁粉芯的密度随热处理温度的变化。从图 1 可见,温压压制的 FeSiAl 磁粉芯经热处理后密度均有提高,且热处理时间一定时,其密度随热处理温度升高先增大后减小。这是由于经热处理后磁粉芯中的内应力得以释放,孔隙等缺陷减少,因而密度提高。从图 1 还可发现,当退火热处理温度不高于 600 °C 时,磁粉芯的密度随热处理时间的延长不断增大。这是因退火温度高于 600 °C 时,由于磷化膜分解和粘接剂碳化导致绝缘包覆层被破坏,致使孔隙等缺陷增多,最终密度降低。同时从图 1 还可见,在热处理温度高于 600~650 °C 之间的某个温度后,随热处理时间延长密度反而降低,并且热处理时间越长密度降低幅度越大。这是因为在过高温下延长热处理时间,会使有机物挥发量增多且绝缘包覆层的破坏程度增大,从而导致孔隙等缺陷增多的缘故。

2.2 磁导率

图 2 为热处理 1 h 时不同热处理温度对磁粉芯的磁导率的影响。从图 2 可见,温压 FeSiAl 软磁粉芯经热处理后,磁导率有较大提高。这是由于磁粉芯在热处理后其内应力被大量释放出来,磁畴转动和畴壁位移的阻力大幅减小,因而磁导率明显增大。从图 2 还可见:磁粉芯在 550~600 °C 温度范围内退火处理 1 h 时,同频率时磁导率随退火温度的升高不断增大;当退火温度高于 600 °C 时,由于磁粉芯中的磷化膜分解和粘接剂碳化破坏了绝缘包覆层,使得孔隙等缺陷增多,磁畴转动和畴壁位移的阻力增

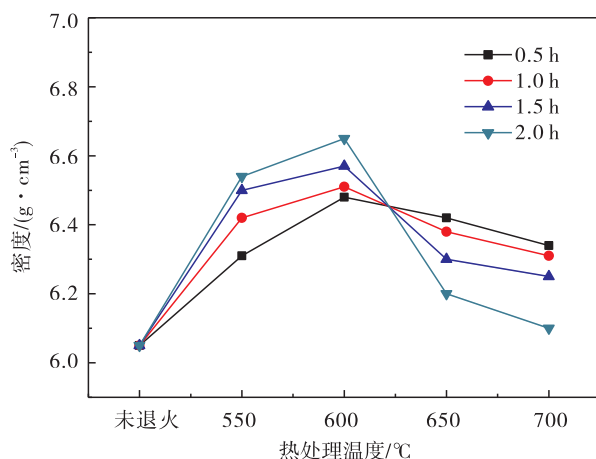


图 1 不同热处理时间下热处理温度对磁粉芯密度的影响

Fig. 1 Effect of heat treatment temperature on the density of magnetic powder core at different heat treatment times

大,磁导率降低。图 3 为 600 °C 退火处理时热处理时间对磁粉芯的磁导率影响。从图 3 可见,600 °C 退火处理 1 h 后,继续延长至 2 h 时,磁粉芯的磁导率略微降低。

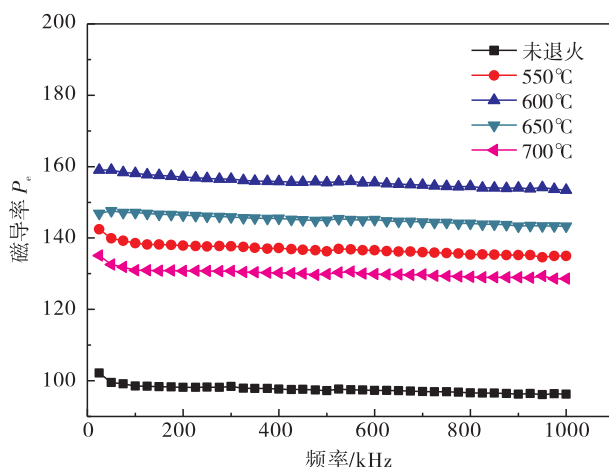


图 2 热处理 1 h 时不同频率下热处理温度对磁粉芯磁导率的影响

Fig. 2 Effect of heat treatment temperature on magnetic permeability of magnetic powder core at different frequencies during heat treatment for 1 h

2.3 磁损耗

金属磁粉芯的磁损耗主要包括涡流损耗和磁滞损耗,其中涡流损耗与磁芯电阻率和材料密度成反比,磁滞损耗和矫顽力成正比^[10]。图 4 为热处理 1 h

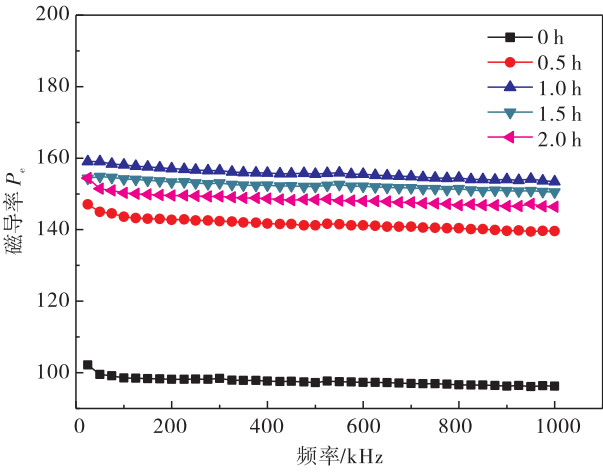


图3 600 °C退火处理时不同频率下热处理时间对磁粉芯磁导率的影响

Fig.3 Effect of heat treatment time on magnetic permeability of magnetic powder core at different frequencies during annealing treatment at 600 °C

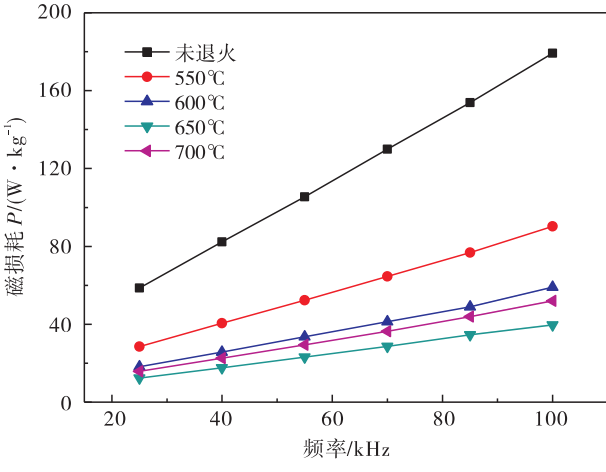


图4 热处理1 h时不同频率下热处理温度对磁粉芯损耗的影响

Fig.4 Effect of heat treatment temperature on the loss of magnetic powder core with frequency at different frequencies during heat treatment for 1 h

后不同热处理温度对磁粉芯的磁损耗的影响。从图4可见,温压FeSiAl软磁粉芯经热处理后,磁损耗显著降低。一方面,磁粉芯在热处理后内应力降低,在交流磁场下被磁化时磁畴转动和畴壁位移的阻力减小,导致矫顽力降低,进而降低了磁滞损耗;另一方面,磁粉芯在热处理后密度提高,孔隙等缺陷减少,使得阻碍磁畴转动和畴壁位移的钉扎点减少,进而降低涡流损耗。从图4还可见:在550~650 °C温度范围内退火处理1 h时,在相同频率下磁损耗随热处理温度升高逐渐降低;当热处理温度高于650 °C时,由于绝缘包覆层被破坏,导致电阻率降低,使得涡流损耗增大,此外高于650 °C热处理时有机物大量挥发,导致气孔增多,也会使得矫顽力升高,磁滞损耗增大。图5所示为600 °C退火处理后热处理时间对磁粉芯的磁损耗影响。从图5可见,热处理温度为600 °C时,热处理时间对磁损耗影响极小。经综合分析,所得的最佳热处理条件为600 °C×1 h。

3 结论

- (1)温压FeSiAl软磁粉芯经热处理后,其密度和磁导率明显提高、磁损耗明显降低。
- (2)在550~700 °C温度范围内退火处理1 h时,适当升高热处理温度有利于温压FeSiAl磁粉芯

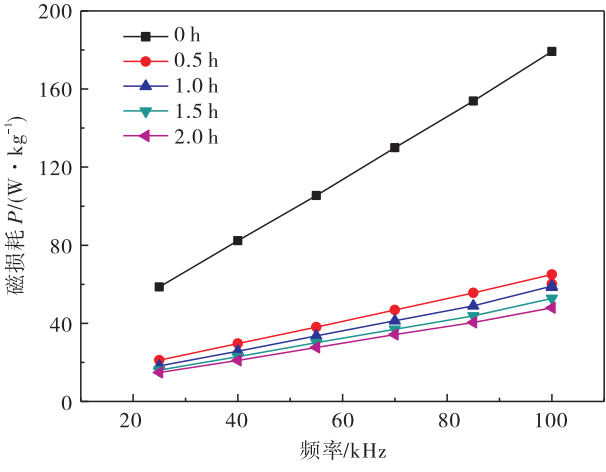


图5 600 °C退火处理时不同频率下热处理时间对磁粉芯的磁损耗的影响

Fig.5 Effect of heat treatment time on magnetic loss of magnetic powder core with frequency at different frequencies during annealing treatment at 600 °C

的密度和磁导率的提高及磁损耗的降低,从而改善其软磁性能,但温度过高时会导致磁粉芯的密度降低,使软磁性能恶化。

- (3)600 °C退火处理0.5~2.0 h时,延长热处理时间有利于提高温压FeSiAl磁粉芯的密度及降低磁损耗,但热处理时间过长时,会恶化磁导率。
- (4)所得的最佳热处理条件为600 °C×1 h。

参考文献:

- [1] 叶倡华,黄钧声. 润滑剂对温压 FeSiAl 磁粉芯性能的影响[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2016, 21(5): 783-788.
- [2] FENG S S, GENG H R, GUO Z Q. Effect of lubricants on warm compaction process of Cu-based composite[J]. Composites Part B, 2012, 43(3): 933-939.
- [3] 李元元. 金属粉末温压成形原理与技术[M]. 广州:华南理工大学出版社, 2008: 36-41.
- [4] SHOKROLLAHJ H, JANGHORBAN K. Effect of warm compaction on the magnetic and electrical properties of Fe-based soft magnetic composites [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2007, 313(1): 182-186.
- [5] SHOKROLLAHJ H, JANGHORBAN K. Different annealing treatments for improvement of magnetic and electrical properties of soft magnetic composites [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2007, 317(1-2): 61-67.
- [6] 诸涛. 粉末温压成形复合润滑剂及其在制备 Fe-Si 软磁材料中的应用研究[D]. 合肥:合肥工业大学, 2012: 1-4.
- [7] 叶倡华,黄钧声,李强. 热处理对温压 FeSiAl 磁粉芯密度和磁性能的影响[J]. 金属热处理, 2017, 42(2): 151-154.
- [8] HUANG M, WU C, JIANGY, et al. Evolution of phosphate coatings during high-temperature annealing and its influence on the Fe and FeSiAl soft magnetic composites [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 644: 124-130.
- [9] XIE Xinliang, CHEN Chaoyue. Influence of annealing treatment on microstructure and magnetic properties of cold sprayed Ni-coated FeSiAl soft magnetic composite coating[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 374: 476-484.
- [10] ZHANG Z, WU P, HAN S J, et al. Effects of annealing temperature and compaction pressure on magnetic properties of Fe-Si powder cores fabricated by an improved bluing method [J]. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 2018, 31, 1507-1513.

Study on heat treatment of the warm compaction FeSiAl soft magnetic powder core

LIU Kuankuan, HUANG Junsheng

School of Materials and Energy, Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006, China

Abstract: The FeSiAl soft magnetic powder core was prepared by warm compaction method, using polyamide powder and polytetrafluoroethylene powder as a composite lubricants. The effects of annealing heat treatment on the density, effective permeability and magnetic loss of FeSiAl soft magnetic powder cores were investigated. The results show that the annealing heat treatment can significantly improve the magnetic permeability of the warm compaction FeSiAl magnetic powder core, reduce the magnetic loss and improve the soft magnetic properties of the material. Appropriately increasing the heat treatment temperature or prolonging the heat treatment time can increase the density and effective magnetic permeability of the warm compaction FeSiAl magnetic powder core and reduce the magnetic loss. But too high heat treatment temperature or excessive heat treatment time deteriorates its soft magnetic properties.

Key words: FeSiAl soft magnetic powder core; heat treatment; warm compaction; polyamide; magnetic properties