

## 说明书

宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料及制造方法技术领域[0001] 本发明涉及锰锌铁氧体材料及其制备方法，具体为宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料及其制备方法。背景技术[0002] 随着彩电、计算机及各类通信设备的发展换代，各种电感器、滤波器、变压器磁芯材料均要求拓宽到更高的使用频率和具有更低的功率损耗，因此世界各大公司竞相研制开发，近 20 年时间，已从数十千赫的 PC30、PC40 级的材料，发展推出了更低功耗的 PC44 材料和更高频率(达 500kHz 以上)的 PC50 级材料。这些高性能产品广泛应用于高清晰度数字彩电、高分辨率计算机显示器、脉冲编码调制数字通信(PCM)和 WDM 及 DWDM 光纤通信设备。磁芯元件的高频化、低功耗化，保证了整机器件的高性能、高可靠、片式化、贴装化、薄膜化。然而不尽人意的是，目前国内各大厂家软磁磁芯的批量水平仍徘徊于 PC40 左右，出口创汇方面也仅能填充一些国际大公司的剩余市场。[0003] 软磁铁氧体应用广泛，用量大的一种磁性材料。1997 年世界产量 22 万吨，其中我国产量 5 万吨，预计 2000 年世界产量将达到 30 万吨，2005 年达到 45 万吨。预计今年我国将达到 6 万吨，2005 年将超过 15 万吨，约占全世界软磁铁氧体总量的 1/3，占世界第一位。但我国尚存在工艺技术比较低，一些专用工艺设备较落后，造成产品档次不够高等问题，有待进一步解决。为适应国际国内市场宽温高频低功耗高性能磁芯的发展需求，受此启发，各材料制造厂家正积极寻求一种广谱高频低功耗材料，磁导率和使用频率都应有较大覆盖面，从而取代名目众多的高频低功耗材料。发明内容[0004] 本发明正是针对以上技术问题，提供可增大磁心体电阻而降低高频损耗的，减少磁滞损耗，优化  $\mu$ - $i$ - $T$  曲线的宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料及其制备方法。[0005] 本发明的具体技术方案如下：宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料，以摩尔百分比计，以下各成分的配比为： $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ：50.5%-55.0%； $\text{ZnO}$ ：11.0%-11.5%； $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ：30.5%-38.5%；添加剂成分： $\text{SiO}_2$  60—140ppm， $\text{CaO}$  350—700ppm、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$  120—550ppm， $\text{ZrO}_2$  150—450ppm、 $\text{TiO}_2$  150\_350ppm、 $\text{NiO}$  180—1500ppm， $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ：20—180ppm[0006] 宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料的制备方法，该方法的步骤为：1)配料：首先固定  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的摩尔百分比含量，然后再固定  $\text{ZnO}$  和  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  的摩尔百分比含 2)、球磨：干式强混时间 45min；3)、

预烧：将经过球磨后的物质在回转窑进行预烧，控制温度为  $950^{\circ}\text{C}$ ，时间为 3 小时；4)砂磨：将经过预烧后的物料经砂磨机砂磨 2.0 小时后，使粉料的粒度控制在平均粒径  $1.0\text{--}1.2\ \mu\text{m}$ ，然后按比例加入添加剂  $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 、 $\text{NiO}$ 、 $\text{CaCO}_3$ 、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{SiO}_2$ 和  $\text{TiO}_2$ ；5)、喷雾颗粒：采用喷雾机进行喷雾，颗粒为 60-180 目，分布面积  $> 85\%$ ；6)烧结：采用可控气氛钟罩烧结炉进行烧结，烧结温度控制为  $1320^{\circ}\text{C}$ ，保温 4 小时，降温过程按平衡氧分压进行即可。在烧结步骤采用的可控气氛钟罩烧结炉的排胶段采用的温度为  $0\text{--}600^{\circ}\text{C}$ ，在排胶过程中缓慢升温，速度  $< 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量为  $20.9\%$ ；排胶后升温  $3\text{--}5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量  $20.9\%$ ；在保温段的温度为  $1320^{\circ}\text{C}$ ，时间为 4 小时，氧气的体积百分含量为  $1\%\text{--}5\%$ ；在降温段，以  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速度降温至  $1000^{\circ}\text{C}$ ；降温后期以  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  降温，降温后的温度为  $< 1000^{\circ}\text{C}$ ，氧气的体积百分含量降至  $< 0.01\%$ 。[0007] 宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料， $\text{Fe}_2\text{O}_3:53.3\text{mol}\%$ ； $\text{ZnO}:10.2\text{mol}\%$ ； $\text{Mn}_3\text{O}_4:36.5\text{mol}\%$ ；添加剂成分为  $\text{ZrO}_2:\text{Ta}_2\text{O}_5:\text{NiO}:\text{CaCO}_3,\text{Nb}_2\text{O}_5=\text{SiO}_2:\text{TiO}_2$ [0008] 锰锌铁氧体居里温度主要由配方中  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  和  $\text{ZnO}$  的摩尔比含量决定。经验公式  $T_c=a(X-2Z/3)-b$ ，式中  $X$  和  $Z$  分别为  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  和  $\text{ZnO}$  的摩尔比， $a=12.8^{\circ}\text{C}$ ， $b=354^{\circ}\text{C}$ ，另外保证材料的功耗分点在  $100^{\circ}\text{C}$  附近。[0009] 在高频下降低材料功率损耗途径：提高电阻率，控制铁氧体的晶粒在最佳状态范围，因为晶粒过小， $P_e$  会变小，但  $P_h$  增大。控制晶粒大小和电阻率的最有效办法是合理掺入添加剂和改善烧结工艺。[0010] 总的配方和掺杂原则是使磁晶各向异性常数  $K_1$  和磁致伸缩常数  $\lambda_s$  趋近于零。[0011] 掺入  $\text{HfO}_2$ 、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  等氧化物，控制在  $1000\text{ppm}$  以下，获得细小而均匀的微观结构，形成高阻晶界层，增大磁心体电阻而降低高频损耗。掺入  $\text{TiO}_2$  控制材料的温度特性，减少磁滞损耗，优化  $\mu_i\text{--}T$  曲线。[0012] 宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料中原材料的采用：为固定原材料来源，保证产品质量稳定，降低成本，我们采用国产宝钢的优质铁红、长沙锰、上海锌，要求主材的纯度高，有害杂质少，活性与流动性好，粒度分布适当，比表面积匹配较好。加入适量的添加剂，可促进固相反应、阻晶、助熔及增加机械强度，改善烧结体的性能。在颗粒制备过程中采用干式氧化物法，成本低、工艺简单。采用钟罩炉和平衡气氛法，严格控制烧结冷却气氛曲线和升降温速度。[0013] 本发明

的特点为宽温、宽频、低功耗。一般铁氧体随使用效率的提高，由于涡流和自然谐振的影响，功耗增加，因此必须寻找一种或几种添加物，掺入铁氧体晶界，增加其高频阻抗，同时寻找一种或数种添加剂以减少其共振能量衰耗，还必须精确调整烧结气氛曲线，严格控制固相反应过程。[0014] 软磁铁氧体损耗与频率一般呈线性上升关系。在低于 200KHZ 时磁滞  $P_{hv} > P_{ev}$ ，而高于 200KHZ 则反之。Zenger 指出 200KHZ 为一转折点，在此频率下： $P_{hv} = P_{ev}$ 。当  $f > 200KHZ$  时，涡流损耗上升为主要影响，故必须设法提高电阻率。剩余损耗一般为不依赖于  $f$  的常数，但在高频场中与频率呈复杂函数关系，其机理为畴壁共振而产生，细化晶粒，减少畴壁而使之共振困难，则可有效降低剩余损耗。当然频率越高与其平方成正比的涡流损耗也越大，就必须设法增加晶界电阻以遏制涡流损耗。[0015] 通常添加  $SiO_2$ 、Ca、 $Ta_2O_5$ 、 $SnO_2$  和  $Ca_2O_3$ 、 $TiO_2$  等含有较好效果，钙离子在锰锌铁氧体晶界处析出，与硅形成硅酸钙阻挡层，能提高晶界电阻率，显著降低涡流损耗。添加  $TiO_2$  也可在晶界处形成钙钛型高阻层， $Ti^{4+}$  上升，则  $Fe^{3+}$  离子减少，而  $Fe^{2+}$  含量增加，高价  $Ti^{4+}$  由于钉在  $Fe^{2+}$  位置处，可以成为一个静电阻，提高了颗粒的反应活性。控制  $Fe^{2+}$  含量还能调节二峰温度，加上  $Co^{2+}$  离子介入，铁氧体的宽温特性就可获得。[0016] 宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料的制备方法，该方法的详细步骤优选为：0 配料：首先固定  $Fe_2O_3$  的摩尔百分比含量为 53.5%，保证材料有较高的居里温度，即  $> 240^\circ C$ ，确定其他两种主成份的范围和变化量，进行混料设计试验，寻找  $\mu_i$  及  $P - T$  曲线走势接近目标值的方案。然后再固定  $ZnO$  和  $Mn_3O_4$  的摩尔百分比含量；当  $Zn$  取 10.2 mol%， $Mn_3O_4$  取 36.5 mol% 时，能取得较低的功耗。[0017] 2)、球磨：时间为 45min，使混合料平均粒度为 1.2  $\mu m$  左右；3)、预烧：将经过球磨后的物质在回转窑进行预烧，目的是为了使部份氧化物和碳化物进行分解，使容易挥发的杂质(如  $Cl$ 、 $S$  等酸根)蒸发，获得均匀的混和物进行初步的固相反应，转变成点晶石结构，减少最后产品的烧结收缩和变形，控制温度为  $950^\circ C$ ，温度太低达不到预烧目的，太高不仅会造成料粉硬度过大，不利于砂磨和喷雾造粒，还会影响烧结产品的收缩和磁性能，时间为 3 小时；4)砂磨：为了将预烧、振磨过后的预烧料磨细，将经过预烧后的物料经砂磨机砂磨 2.0 小时后，使粉料的粒度控制在平均粒径 1.0-1.2  $\mu m$ ，然后按比例加入添加剂  $ZrO_2$ 、 $Ta_2O_5$ 、 $NiO$ 、 $CaCO_3$ 、 $Nb_2O_5$ ，

SiO<sub>2</sub>；和 TiO<sub>2</sub>，通过添加杂质来改善材料的性能，主要有助烧、矿化、阻晶和改善电磁性能作用。在实验过程中，首先分析各种添加剂在铁氧体形成中的作用，采用正交法进行确定各种组合比例；添加纳米 SiO<sub>2</sub>—常规 CaCO<sub>3</sub> 对材料性能影响，在实际过程中，Si—Ca 组合为常用杂质，由于 Ca<sup>2+</sup>向晶界在偏析使得晶粒均匀，晶界明显与 Si<sup>4+</sup>共同形成高电阻的晶界层，比损耗因此降低，通过实验发现加入纳米 SiO<sub>2</sub>和普通级 CaCO<sub>3</sub> 样品功耗最低,性能最好。[0018] 添加 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-CaCO<sub>3</sub> 对材料性能影响，Ta<sup>5+</sup>使 Ca<sup>2+</sup>在晶界的浓度升高，Nb 离子防止了 Zn 离子挥发，晶界上的 Ta 和 Nb 稀释了 Fe<sup>2+</sup>浓度，抑制了其导电能力，电阻率得到提高，同时，合适的掺杂也可以使晶粒分布均匀整齐规则，气孔率相对降低，提高了密度，改善了温度特性，μ<sub>i</sub>也得到相应的提高。[0019] 添加 Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 对材料性能影响，同时对 Co-Ti 添加剂的不同添加粒源进行了对比实验，对市购 TiO<sub>2</sub>、Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 进行预烧和球磨处理，改善了添加剂和铁氧体的粒度匹配，同时加入 Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 形成复合组分，Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 为一种低熔点物质，在锰锌铁氧体烧结中起到液相媒质作用，促进离子扩散和进程，这对提高晶粒均匀性起到关键作用。[0020] 5)、喷雾颗粒：采用喷雾机进行喷雾，颗粒为 60-180 目，分布面积> 85%；6)、烧结：采用可控气氛钟罩烧结炉进行烧结，烧结温度控制为 1320℃，保温 4 小时，降温过程按平衡氧分压进行即可，锰锌铁氧体的烧结过程至关重要，此阶段中铁氧体形成了正确的化学组成，获得了优良的微观结构，最终性能得以确定。烧结过程最重要的工艺参数就是气氛控制和烧结曲线，氧分压 PO<sub>2</sub> 决定了 Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>比率。平衡冷却曲线中 PO<sub>2</sub> 与温度的关系由 Bland 方程试验决定。烧结温度加热速率及保温时间是得到优良微观结构的重要保证。[0021] 可控气氛钟罩烧结炉，包括钟罩炉、控制器和真空泵，在钟罩炉的上方通过管道与控制器连接，控制器与真空泵连接。钟罩炉包括炉壳和炉膛，炉壳内侧设置炉膛保温层，在炉膛的顶部设置排气口，真空泵与控制器通过管道与炉膛上的排气口连接，控制器可以控制真空泵对炉膛内的气体进行控制，使炉膛内的氧气含量均匀，可以保证产品的质量，采用真空泵先使高温炉体具有负压，然后再充入氮气，加快氮气的流动性。可以解决炉体内的一些氮气死角问题。[0022] 本发明的积极效果体现在：本材料具有非常优异的高频性能，又能兼顾用户对温度特性的需求，可替代目前家电和通信行业大量进口的 PC50 和 3F4 等磁芯，

同时在较低频率范围内还可替代部分 PC40、PC44、6H40 等材料。在本材料的制备方法中，由于采用了可控气氛钟罩烧结炉，使炉膛内的氧气含量均匀，节约使用氮气，保证产品的质量。[0023] 附图说明：图 I 为本发明中可控气氛钟罩烧结炉的结构示意图。[0024] 其中 1——可控气氛钟罩烧结炉钟罩炉、2——控制器、3——真空泵、4——热交换器、5-控制系统、6-氧分析仪。具体实施方式[0025] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白，下面结合具体实施方式对本发明作进一步的详细描述，但不应将此理解为本发明上述主题的范围仅限于下述实施例。[0026] 实施例 I:可控气氛钟罩烧结炉通过管道与热交换器连接，控制系统分别与钟罩炉和热交换器连接。采用热交换器可以对炉膛内的温度进行很好的控制。控制系统可以检测炉膛内的温度，并控制热交换器及纯氮气的含量、空气含量等。钟罩炉通过管道与热交换器连接，在管道中间设置调节阀，通过调节阀可以更好的进行热量的传送。纯氮气装置通过管道和钟罩炉连接，空气入口通过管道和钟罩炉连接，当控制系统检测到氧气含量较高时，通过真空泵抽取真空，使炉体内显负压状态，充入氮气，减小钟罩炉中氧气的体积含量，保证整个炉体气体均匀，这样可以减少氮气用量。钟罩炉的炉膛中部通过管道与氧分析仪连接，氧分析仪与控制系统连接。钟罩炉装置中的控制系统可以实时控制温度、气氛的函数，为批次烧结炉。温度和气氛控制进行实时控制，生产出的产品质量好、成品一致性等优点。生产灵活性高：由于是按批间歇烧结，每个批次均可以根据产品形状、尺寸、材料等的不同，而采用不同的温度曲线、气氛曲线和压力曲线。工艺曲线预先设定在控制系统内，届时通过计算机选择即可，调整也非常方便。非常利于根据定单不同灵活安排生产。[0027] 可控气氛钟罩烧结炉改变了在烧结降温过程中常规使用充氮气利用正压控制氧含量的方式。通过真空泵抽取钟罩炉中的真空，使炉体内的气压为负压状态，通过管道从纯氮装置中向钟罩炉内充入氮气，达到精确控制钟罩炉中的氧气的体积含量，保证整个钟罩炉炉体内的气氛均匀，减少氮气的使用量。[0028] 固定  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的摩尔百分比为 53.3%，保证材料有较高的居里温度 ( $> 240^\circ\text{C}$ )，MnZn 铁氧体居里温度主要由配方中  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  和  $\text{ZnO}$  的摩尔比含量决定。经验公式  $T_f = a(X_{2Z/3})_b$  (式中 X 和 Z 分别为  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  和  $\text{ZnO}$  的摩尔比)， $a=12.8^\circ\text{C}$ ， $b=354^\circ$

C , 另外保证材料的功耗分点在 10CTC 附近,经过正交试验验证基础配方 : 53.3 mol% : 36.5 mol% : 10.2 mol%。

[0029] 固定 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的摩尔百分比为 53.3 mol% , 改变 ZnO 和 Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 的摩尔百分比配比 ( 在 500Kc、50mT、100°C)具体参数由表可知 :

ZnO (mol%)	9.0	9.6	10.2	10.8	11.4	11.8
Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (mol%)	37.7	37.1	36.5	35.9	35.3	34.7
P <sub>cvt</sub> (Kw/m <sup>2</sup> )	101	89	79	98	110	118

可以看出 ZnO 取摩尔百分含量为 10.2% , Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 取摩尔百分含量为 36.5 时 , Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 为 53.3 固定掺杂能获得高温低功耗。

[0030] 得到样环Φ25 的数据如下 :

性能测试以 SY8232 测功耗 , HP4284 电桥测电感

1	$\mu_i$	$B_s(\text{mT})$		$P_{cv}(\text{KW/m}^2) 500\text{kc}, 50\text{mT}$				$TC(^{\circ}\text{C})$
	25℃ 10Kc	25℃	100℃	25℃	60℃	100℃	120℃	
	1420	481	388	132	85	86	111	241
2	$\mu_i$	$B_s(\text{mT})$		$P_{cv}(\text{KW/m}^2) 500\text{kc}, 50\text{mT}$				$TC(^{\circ}\text{C})$
	25℃ 10Kc	25℃	100℃	25℃	60℃	100℃	120℃	
	1368	477	381	131	82	82	111	241
3	$\mu_i$	$B_s(\text{mT})$		$P_{cv}(\text{KW/m}^2) 500\text{kc}, 50\text{mT}$				$TC(^{\circ}\text{C})$
	25℃ 10K	25℃	100℃	25℃	60℃	100℃	120℃	
	1408	479	383	131	82	88	111	241

## 实施例 2：

首先选取宝钢生产的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  53.3 mol%，然后再固定京华生产的  $\text{ZnO}$  0.2mol%，湖南的  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  36.5mol%；采用干式强混，时间为 45min，再在回转窑里进行预烧，控制温度为  $950^{\circ}\text{C}$ ，时间为 3 小时；经砂磨 2.0 小时后，使粉料的粒度控制在平均粒径 1.0-1.2  $\mu\text{m}$ ；然后加入纯水 35wt%，磷酸二辛醇 0.2wt%， $\text{ZrO}_2$  0.025wt%， $\text{TiO}_2$  0.015wt%、0.025wt%， $\text{Nb}_2\text{O}_5$  0.055wt%。然后喷雾颗粒压成  $25*15*10$  环。采用可控气氛钟罩烧结炉，烧结温度为  $1320^{\circ}\text{C}$ ，保温 4 小时，在烧结步骤采用的可控气氛钟罩烧结炉的排胶段采用的温度为  $500^{\circ}\text{C}$ ，在排胶过程中缓慢升温，速度为  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量为 20.9%；排胶后升温  $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量 20.9%；在保温段的温度为  $1320^{\circ}\text{C}$ ，时间为 4 小时，氧气的体积百分含量为 4%；在降温段，以  $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速度降温至  $1000^{\circ}\text{C}$ ；降温后期以  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  降温，降温后的温度为  $800^{\circ}\text{C}$ ，氧气的体积百分含量降至 0.005%。

[0031] 本实施例中的产品性能测试以 SY8232 测功耗，HP4284 电桥测电感如下表：

$\mu i$	Bs (mT)		Pcv (kw/m3) 500Kc, 50mT				Tc (°C)
	25°C	100°C	25°C	60°C	100°C	120°C	
1425	475	386	129	81	82	112	244

### 实施例 3：

首先选取宝钢生产的  $Fe_2O_3$  的摩尔百分含量为 55.0 %，然后再固定京华生产的  $ZnO$ ，其摩尔百分含量为 10.2%，湖南的  $Mn_3O_4$ ，其摩尔百分含量为 36.5%；采用干式强混，时间为 45min，再在回转窑进行预烧，控制温度为 950°C，时间为 3 小时；经砂磨 2.0 小时后，使粉料的粒度控制在平均粒径 1.0  $\mu m$ ；然后加入纯水 38wt%，磷酸二辛醇 0.2wt%， $ZrO_2$  0.025wt%， $TiO_2$  2200ppm、 $HfO_2$  0.0148wt%、 $Nb_2O_5$  0.055wt%。然后喷雾颗粒压成 25\*15\*10 环。采用可控气氛钟罩烧结炉，烧结温度为 1320°C，保温 4 小时，在烧结步骤采用的可控气氛钟罩烧结炉的排胶段采用的温度为 500°C，在排胶过程中缓慢升温，速度为 2°C/min，氧气的体积百分含量为 20.9%；排胶后升温 4°C/min，氧气的体积百分含量 20.9%；在保温段的温度为 1320°C，时间为 4 小时，氧气的体积百分含量为 4%；在降温段，以 3°C/min 的速度降温至 1000°C；降温后期以 5°C/min 降温，降温后的温度为 800°C，氧气的体积百分含量降至 0.005%。

[0032] 性能测试以 SY8232 测功耗，HP4284 测电感如下表：

$\mu i$	Bs (mT)		Pcv (kw/m3) 500Kc, 50mT				Tc (°C)
	25°C	100°C	25°C	60°C	100°C	120°C	
1429	479	381	131	79	78	108	241

### 实施例 4：



首先选取宝钢生产的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ，其摩尔百分含量为 53.3%，然后再固定京华生产的  $\text{ZnO}$ ，其摩尔百分含量为 10.2%，湖南的  $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ，其摩尔百分含量为 36.5%；采用干式强混，时间为 45min，再在回转窑进行预烧，控制温度为  $950^\circ\text{C}$ ，时间为 3 小时；经砂磨 2.0 小时后，使粉料的粒度控制在平均粒径  $1.1\ \mu\text{m}$ ；然后加入纯水 38wt%，磷酸二辛醇 0.2wt%， $\text{ZrO}_2$  0.025wt%， $\text{TiO}_2$  2200ppm、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$  0.055wt%。然后喷雾颗粒压成  $25*15*10$  环。采用可控气氛钟罩烧结炉，烧结温度为  $1320^\circ\text{C}$ ，保温 4 小时，在烧结步骤采用的可控气氛钟罩烧结炉的排胶段采用的温度为  $500^\circ\text{C}$ ，在排胶过程中缓慢升温，速度为  $2^\circ\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量为 20.9%；排胶后升温  $4^\circ\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量 20.9%；在保温段的温度为  $1320^\circ\text{C}$ ，时间为 4 小时，氧气的体积百分含量为 4%；在降温段，以  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  的速度降温至  $1000^\circ\text{C}$ ；降温后期以  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  降温，降温后的温度为  $800^\circ\text{C}$ ，氧气的体积百分含量降至 0.005%。

[0033] 性能测试以 SY8232 测功耗，HP4284 测电感

$\mu\text{I}$	$B_s\ (\text{mT})$		$P_{\text{ev}}\ (\text{Kw}/\text{m}^3)\ 500\text{Kc},\ 50\text{mT}$				$T_e\ (^\circ\text{C})$
	$25^\circ\text{C}\ 10\text{K}$	$25^\circ\text{C}\ 100^\circ\text{C}$	$25^\circ\text{C}$	$60^\circ\text{C}$	$100^\circ\text{C}$	$120^\circ\text{C}$	
1370	475	385	128	79	80	112	247

实施例 5：首先选取宝钢生产的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ，摩尔百分含量为 53.3 mol%，然后再固定京华生产的  $\text{ZnO}$ ，摩尔百分含量为 0.2mol%，湖南的  $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ，摩尔百分含量为 36.5mol%；采用干式强混，时间为 45min，再回转窑进行预烧，控制温度为  $960^\circ\text{C}$ ，时间为 3 小时 经砂磨 2.0 小时后，使粉料的粒度控制在平均粒径  $1.2\ \mu\text{m}$ ；然后加入纯水 38wt%，磷酸二辛醇 0.2wt%， $\text{cac}$  03480ppm、 $\text{SiO}_2$  30ppm、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$  0.055wt%， $\text{TiO}_2$  2200ppm，然后喷雾颗粒压成  $25*15*10$  环。采用可控气氛钟罩烧结炉，烧结温度为  $1320^\circ\text{C}$ ，保温 4 小时，在烧结步骤采用的可控气氛钟罩烧结炉的排胶段采用的温度为  $500^\circ\text{C}$ ，在排胶过程中缓慢升温，速度为  $2^\circ\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量为 20.9%；排胶后升温  $4^\circ\text{C}/\text{min}$ ，氧气的体积百分含量 20.9%；在保

温段的温度为 1320℃，时间为 4 小时，氧气的体积百分含量为 4% ;在降温段，以 3℃ /min 的速度降温至 1000℃;降温后期以 5℃ /min 降温，降温后的温度为 800℃，氧气的体积百分含量降至 0.005%。

[0034] 性能测试以 SY8232 测功耗，HP4284 测电感

$\mu i$	$B_s$ (mT)		$P_{cv}$ (kW/m <sup>3</sup> ) 500Kc, 50mT				$T_c$ (°C)
	25°C	100°C	25°C	60°C	100°C	120°C	
1368	477	381	131	82	82	111	240

从实施例 I-实施例 5 可以得出，采用本工艺制备的宽温高频低功耗锰锌铁氧体材料，其具有非常优异的高频性能，又能兼顾用户对温度特性的需求。

[0035] 将实施例 I 到实施例 5 中得到的材料进行基本性能分析如下表：

1	$\mu i$	$B_s$ (mT)		$P_{cv}$ (kW/m <sup>3</sup> ) 500kc, 50mT				$T_c$ (°C)
	25°C 10Kc	25°C	100°C	25°C	60°C	100°C	120°C	
	1420	481	388	132	81	79	111	241
2	$\mu i$	$B_s$ (mT)		$P_{cv}$ (kW/m <sup>3</sup> ) 500kc, 50mT				$T_c$ (°C)
	25°C 10Kc	25°C	100°C	25°C	60°C	100°C	120°C	
	1368	477	381	131	82	78	111	244
3	$\mu i$	$B_s$ (mT)		$P_{cv}$ (kW/m <sup>3</sup> ) 500kc, 50mT				$T_c$ (°C)
	25°C 10Kc	25°C	100°C	25°C	60°C	100°C	120°C	
	1408	479	383	131	82	80	111	245