

溶胶-凝胶法制备 SiO_2 包覆 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 软磁复合粉末

李爱坤¹, 李丽娅¹, 吴隆文¹, 易健宏^{1,2}

(1. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083;

2. 昆明理工大学 材料科学与工程学院, 昆明 650093)

摘要: 采用溶胶-凝胶法, 通过控制正硅酸乙酯(TEOS)和 3-氨丙基三乙氧基硅烷(APTES)偶联剂的加入量, 在 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面包覆 SiO_2 绝缘层。采用 X 射线衍射(XRD)、傅氏变换红外光谱(FTIR)、X 射线光电子能谱(XPS)、扫描电镜(SEM)和磁力显微镜(MFM)对粉末的微观结构及成分进行表征, 采用振动样品磁强计(VSM)测试粉末的磁性能。结果表明: 利用硅烷偶联剂对 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面改性后再加入 TEOS, 能在 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面包覆一层约 1~2 μm 厚的絮状非晶 SiO_2 ; 随着 TEOS 和 APTES 添加量的增多, SiO_2 包覆层的厚度也随之增加, 饱和磁化强度 M_s 在 0.86~0.90 T 之间变化, H_{ci} 基本不变; 当添加 6 mL TEOS、1 mL APTES 时, 得到的包覆粉末包覆效果及性能最佳, 饱和磁化强度 M_s 达到 0.90 T, 矫顽力 H_{ci} 为 1 114 A/m。

关键词: Fe-Si-Al 粉末; 软磁复合粉末; 溶胶-凝胶法; SiO_2 绝缘包覆层

中图分类号: TB333

文献标志码: A

Preparation of $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ soft magnetic composite powder with silica insulation coating by sol-gel method

LI Ai-kun¹, LI Li-ya¹, WU Long-wen¹, YI Jian-hong^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China;

2. School of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

Abstract: Silica insulation coatings were prepared on the surface of $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ powder by sol-gel method through controlling the additions of tetraethyl orthosilicate (TEOS) precursor and (3-Aminopropyl) triethoxy-silane (APTES) coupling agent. The microstructures, composition and magnetic properties of the material were characterized by X-ray diffractometry (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), scanning electron microscopy (SEM), magnetic force microscopy (MFM) and vibrating sample magnetometry (VSM). The results show that the compact amorphous silica layers with a thickness of 1~2 μm are coated on the surface of the $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ powder after surface modification by APTES and then followed by addition of TEOS. The thickness of silica layer increases with increasing the addition of TEOS and APTES, and the saturation magnetization (M_s) varies between 0.86 T and 0.90 T, with coercivity basically unchanged. The optimal coating effect and properties can be obtained by adding 6 mL TEOS and 1 mL APTES, with saturation magnetization and coercivity reaching 0.90 T and 1 114 A/m, respectively.

Key words: Fe-Si-Al powder; soft magnetic composite powder; sol-gel method; SiO_2 insulation coatings

软磁材料是人类较早开发的一类磁性功能材料,要求具有高饱和磁化强度、高磁导率、低矫顽力以及低损耗等特性^[1]。目前,软磁粉芯有纯铁粉芯、Hi-Flux(Fe-Ni)粉芯、FeSiAl 粉芯、铁硅粉芯、非晶纳米晶粉芯等。Fe-Si-Al 磁粉芯由于其损耗低(功率损耗比铁粉芯低 80%)、饱和磁化强度(M_s)高、电阻率大等优点,适合在高频下使用,被广泛应用于滤波电感、开关电源、脉冲变压器等交变电流(AC)领域^[2]。

Fe-Si-Al 磁粉芯主要应用于高频领域,随着工作频率 f 的增加,涡流损耗($P_e \propto f^2$)增加的速率比磁滞损耗($P_h \propto f$)增加的速率快很多,这使得当工作频率 $f > 100$ kHz 时,总损耗主要由涡流损耗引起^[3]。涡流损耗不仅降低了磁粉芯的性能,而且会产生大量的焦耳热。为了减少因涡流损耗造成的能量损耗,降低磁粉芯的导电性,增加其电阻率成为关键问题,通用方法是在铁磁性颗粒外面包覆一层电阻率较高的物质^[4]。传统的绝缘包覆剂为有机树脂,如环氧树脂、硅酮树脂和酚醛树脂等,陈玉兰和郭东兰^[5]采用硅酮树脂作为绝缘粘接剂,Fe-Si-Al 磁芯在绝缘剂添加量为 2.5%(质量分数)且热处理后具有较高的磁导率和较低的磁损耗。但是有机树脂不耐高温,只能在较低温度下进行热处理,很难消除压制过程中产生的残余应力。近年来,许多材料研究者投入到无机绝缘剂包覆的研究中,研究开发了如磷酸盐^[6]等绝缘剂,但是磷酸盐包覆较低的热稳定性限制了热处理温度需低于 500 °C。在无机绝缘剂中,SiO₂ 因其具有良好的热稳定性、电绝缘性以及抗氧化性,近年来被广泛用于包覆磁性纳米颗粒^[7-8]。ZHAO 等^[9]利用溶胶-凝胶法包覆片层状铁粉,制备的软磁复合材料使用频率可高达 50 MHz。YANG 等^[10]研究报道,采用溶胶-凝胶法制备的 Fe 粉表面包覆 SiO₂ 的磁粉芯,具有比商业上的 Somaloy™ 500 磁粉芯更低的损耗。

目前,FeSiAl 磁粉芯的先进生产制造技术主要集中在日本的 TDK 和 Hitachi,韩国的 CSC、美国的 MANETICS 和 MICROMETALS 等公司。国内有一些关于 FeSiAl 绝缘包覆的报道^[11-12],但关于 SiO₂ 包覆的研究报道较少,因此,本文作者以高性能、低成本的 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末为原料,通过控制 TEOS 和 APTES 的添加量,利用溶胶-凝胶法在 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末表面包覆 SiO₂ 绝缘包覆层,研究分析了包覆效果及其影响因素以及包覆前后粉末的磁性能。

1 实验

将 20 g Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末(平均粒径 $d < 140$ μm)与

无水乙醇、3-氨丙基三乙氧基硅烷(APTES)偶联剂以及去离子水混合,在室温下搅拌 1 h 后,向体系中加入适量正硅酸乙酯(TEOS),在 500~800 r/min 的转速下于 40 °C 水浴中搅拌 3 h,在 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末颗粒的表面初步获得 SiO₂ 绝缘包覆层,表 1 所列 TEOS 和 APTES 的添加量。用无水乙醇冲洗包覆后的粉末 4~5 次以去、除未反应完全的有机物,并于 60 °C 干燥 4 h。将干燥后的粉末在氢气气氛中于 500 °C 热处理 1 h,冷却后即可得到表面均匀包覆 SiO₂ 的 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 软磁复合粉末。

采用 D/max-2550 X 射线衍射仪对包覆粉进行物相分析;采用 JSM-6300LV 高分辨扫描电子显微镜对包覆前后粉末形貌进行分析;将 KBr 与包覆粉混合后压片,采用 Nicolet 6700 型 FTIR 光谱仪对包覆粉的结构进行分析,平均扫描次数为 64,分辨率为 4 cm⁻¹,记录范围 400~4 000 cm⁻¹;使用 Thermo Fisher Scientific, K-Alpha 1063 型 X 射线光电能谱仪对粉末样品表面元素组成和价态进行分析;采用 Veeco, NanoMan VS 型磁力显微镜对包覆粉的表面结构进行分析;采用 Lake Shore, 7410 型振动样品磁强计在室温下测量原始粉末及包覆粉的磁滞回线、饱和磁化强度和矫顽力。

表 1 样品中 TEOS 和 APTES 的添加量

Table 1 Addition of TEOS and APTES in samples

Sample No.	Addition/mL	
	TEOS	APTES
T2A1	2	1
T6A1	6	1
T10A1	10	1
T15A1	15	1
T20A1	20	1
T6A0	6	—
T6A0.5	6	0.5
T6A2	6	2

2 结果与讨论

2.1 包覆粉末的 XRD、FTIR、XPS 和 MFM 分析

图 1 所示为 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 原始粉末与不同工艺下包覆 SiO₂ 后的 XRD 谱。由图 1 可知,包覆前后体系中主要为 Al_{0.3}Fe₃Si_{0.7} 相。Al_{0.3}Fe₃Si_{0.7} 相是 Si 原子和 Al 原子溶入具有 BCC 结构的 α -Fe 形成的固溶体^[13]。

CHENG 等^[8]的研究表明,在 Fe 粉的表面包覆 SiO_2 后,在 $2\theta=21^\circ$ 左右会形成一个由于非晶 SiO_2 导致的弱宽化峰。由图 1 可知,与原始粉末(见图 1(a))相比,在 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面包覆 SiO_2 后(见图 1(b), (c)),该宽化峰的强度非常弱,可能是由于包覆的 SiO_2 相对于 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末含量低的缘故。为了不影响磁粉芯的磁性能,磁性粉末外面绝缘包覆层的质量分数不能高于总质量分数的 5%,所以在本实验的 XRD 谱中, SiO_2 的衍射峰不明显。为此,采用红外光谱和光电子能谱进行了进一步研究。

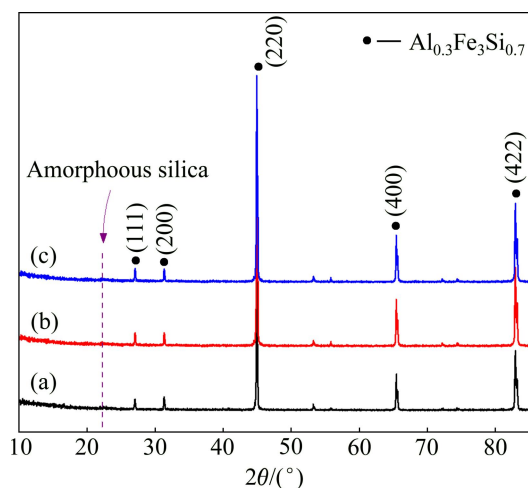


图 1 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 原始粉末与不同工艺下包覆 SiO_2 后的粉末的 XRD 谱

Fig. 1 XRD patterns of $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ raw powder and powder coated with silica under different processing conditions: (a) $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ raw powder; (b) 6 mL T6A1, 1 mL APTES; (c) 10 mL T10A1, 1 mL APTES

图 2 所示为 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末包覆前后的 FTIR 谱。图 2 中在 $3\,450$ 、 $1\,640$ 和 $1\,380\text{ cm}^{-1}$ 处左右同时出现 3 个强吸收峰,可能是粉末或 KBr 吸收水分所致。在包覆粉末(见图 2(a))中, $2\,900\text{ cm}^{-1}$ 处的两个较弱吸收峰(见箭头所指)属于 C—H 键的对称和非对称振动^[14],表明 TEOS 和 APTES 的水解反应未完全;在 $2\,400\text{ cm}^{-1}$ 左右(见虚线框所示)的吸收峰为空气中 CO_2 产生的干扰峰;在 $1\,080\text{ cm}^{-1}$ 处的尖锐吸收峰以及 810 cm^{-1} 处的吸收峰(肩峰)属于 Si—O—Si 键的非对称和对称振动, 470 cm^{-1} 处的吸收峰属于 Si—O—Si 键的弯曲振动^[15],表明 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面存在 SiO_2 。从原始粉末的 FTIR 谱(见图 2(b))可见,原始粉末在低频区有非常弱的吸收峰,这主要是由于 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末中的 Si 与空气中的 O_2 结合生成的干扰峰。

图 3 所示为 SiO_2 包覆 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉(T10A1)经 Ar^+ 刻蚀 500 s 前后的 XPS 谱。图 3(a)所示为 XPS 的

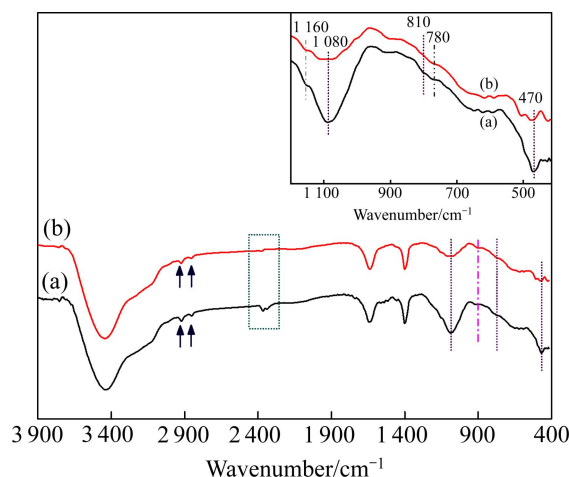


图 2 原始粉末和包覆粉(T6A1)的 FTIR 谱

Fig. 2 FTIR spectra of powder (Insert is magnification figure between $415\sim1\,200\text{ cm}^{-1}$): (a) T6A1; (b) Raw powder

全谱扫描,扫描结合能范围为 $0\sim1\,400\text{ eV}$ 。由图 3 可见,图中存在 O 2s、Si 2p、Si 2s、C 1s、N 1s、O 1s、O loss、O Auger 以及 C Auger 的峰,分别对应的结合能为 27、103、154、285、398、532、556、979 和 $1\,222\text{ eV}$,这些数据与 WAGNER 等^[16]以及 MCCANN 等^[17]的数据有些差异,这可能是化学环境不同引起的化学位移。图 3(b)所示为 O 1s 的细谱扫描,刻蚀前后 O 1s 峰位能量分别为 532.4 和 532.9 eV 。图 3(c)所示为 Si 2p 的细谱扫描,可以观察到刻蚀前后 Si 2p 峰位能量分别为 103.0 、 103.5 eV 。O 1s 和 Si 2p 的峰对应的典型结合能属于 O—Si—O 键^[18]。刻蚀后 O 1s 与 Si 2p 均有 0.5 eV 的化学位移,这可能是由于内层 SiO_2 网络比外层更完整的缘故。图 3(d)中可以观察到 N 1s 的峰(399.2 eV),其属于 APTES 中的 N—H 键^[19]。图 3(e)中 C 1s 的典型的峰(284.7 eV)属于 C—C 或 C—H 键,表明 TEOS 和 APTES 未水解完全而有少量有机物残留,这与前面 FTIR 分析的结果一致。刻蚀后 C 1s 峰高的降低可能是由于表面有机物遭高能 Ar^+ 轰击后含量降低所致。图 3(f)所示为 Al 2p 的谱,刻蚀 500 s 后仍不能观察到 Al 的峰,表明 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末已被一层一定厚度的物质包覆。因此,由 XPS 分析结果可知, $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 颗粒的表面包覆了一层一定厚度的 SiO_2 ,且内层 SiO_2 网络比外层更完整。

为了测定 SiO_2 包覆层的厚度,采用 MFM 对其显微结构进行了分析,结果如图 4 所示。由图 4(a) 的振幅信号照片可以看出, $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 基体外面均匀地包覆了一层厚度约为 $1\sim2\text{ }\mu\text{m}$ 的 SiO_2 层;图 4(b)所示为

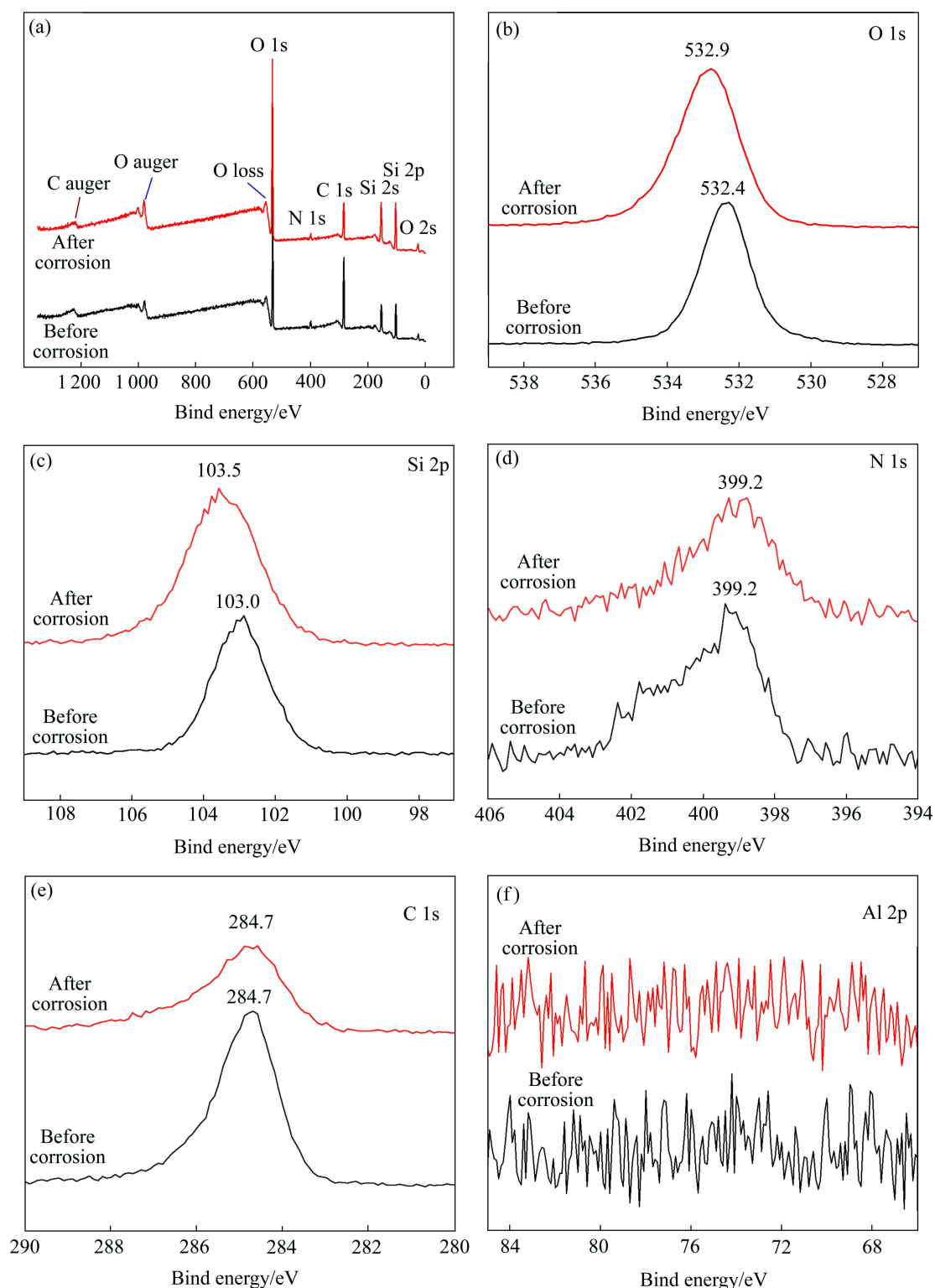


图3 SiO_2 包覆 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉(T10Al)经 Ar^+ 刻蚀 500 s 前后的 XPS 谱

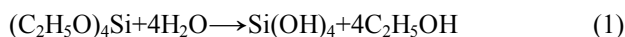
Fig. 3 XPS spectra of $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ powder coated with (T10Al) before and after abrasion by Ar^+ for 500 s: (a) Survey scan; (b) Detailed scan of O 1s; (c) Detailed scan of Si 2p; (d) Detailed scan of N 1s; (e) Detailed scan of C 1s; (f) Detailed scan of Al 2p

磁畴照片, 从图 4(b)中可以看出, $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 基体区域存在典型的条状磁畴结构, 条状磁畴沿垂直方向磁化, 并且符号交替改变^[20-21]。图 4(b)中, “+” 表示磁

矩方向向上, “-” 表示磁矩方向向下。较亮和较暗的条状磁畴的宽度基本相等, 约为 $0.8\sim 0.9\ \mu\text{m}$ 。 SiO_2 包覆层由于没有磁性, 不能观察到磁畴结构。

2.2 TEOS 和 APTES 加入量对包覆效果的影响

通过控制 TEOS 的水解, 非晶 SiO_2 能在 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面形成, 反应式如下:



$\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末具有极性, 对非极性的 TEOS 亲和力差, 为了提高二者的亲和性, 通过使用 APTES

对 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末进行表面改性。图 5 所示为包覆原理示意图, APTES 中的极性氨基能作用于 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面, 末端非极性的烷氧基与 TEOS 中的烷氧基结构类似, 能促使 APTES 与 TEOS 反应, 这样不但提高了 TEOS 对 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末的亲和性, 同时还有利于 SiO_2 网络连续均匀地在 $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{9.6}\text{Al}_{5.4}$ 粉末表面形成。

图 6 所示为原始粉末和添加不同 TEOS 量(APTES

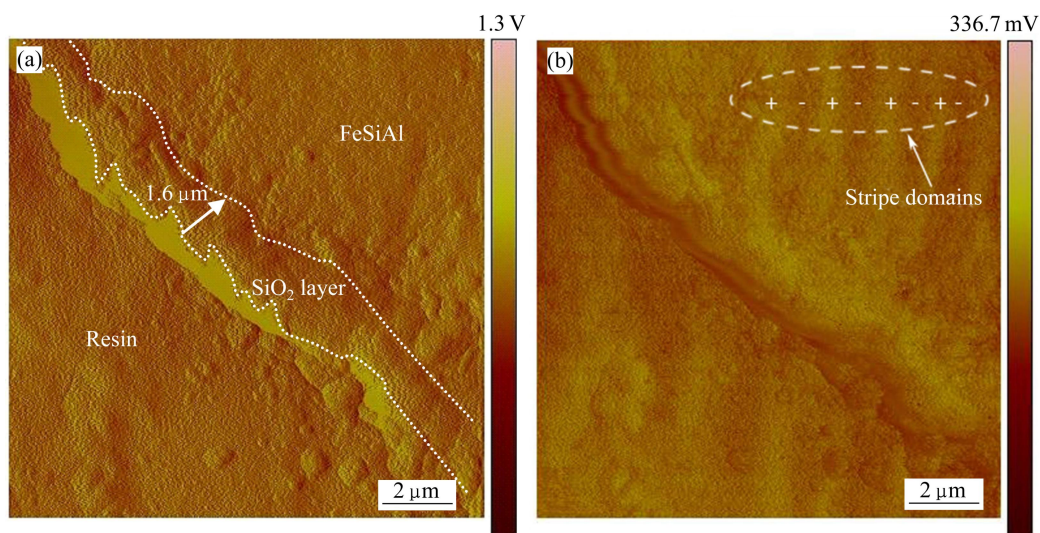


图 4 包覆粉末 T6Al 的 MFM 像

Fig. 4 MFM images of T6Al coated powder: (a) Amplitude; (b) TM deflection

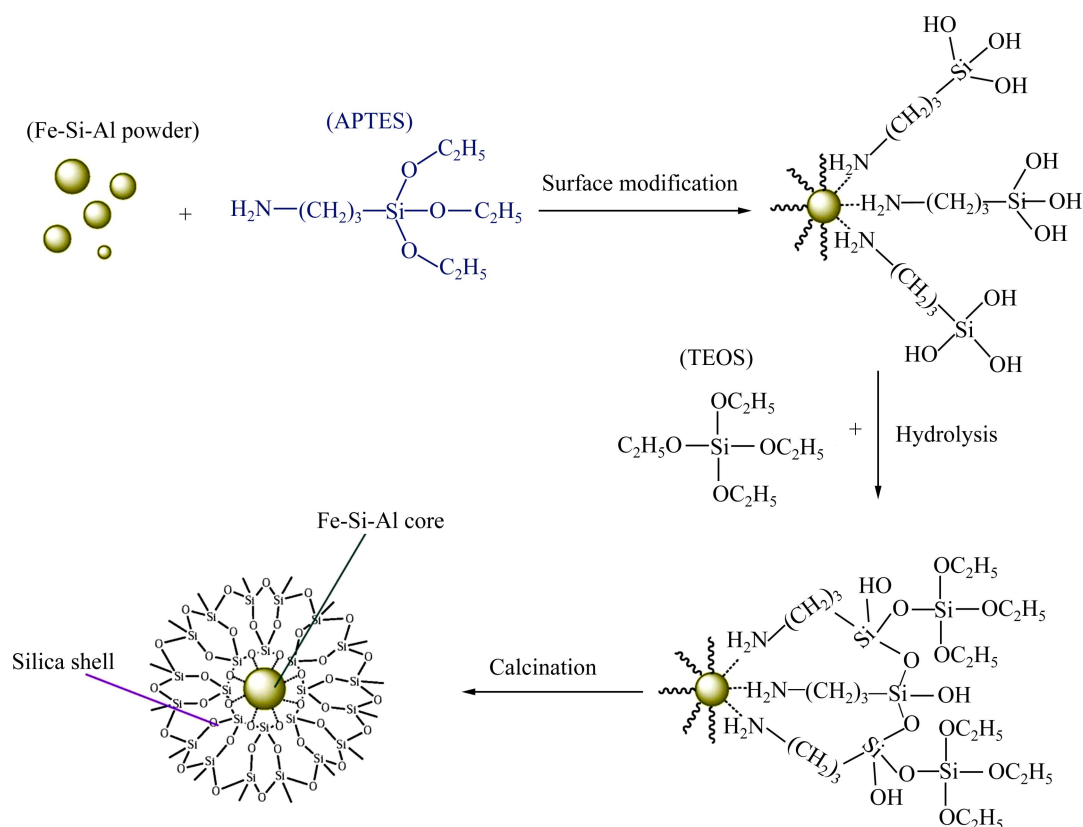


图 5 包覆原理示意图

Fig. 5 Schematic diagram of coating principle

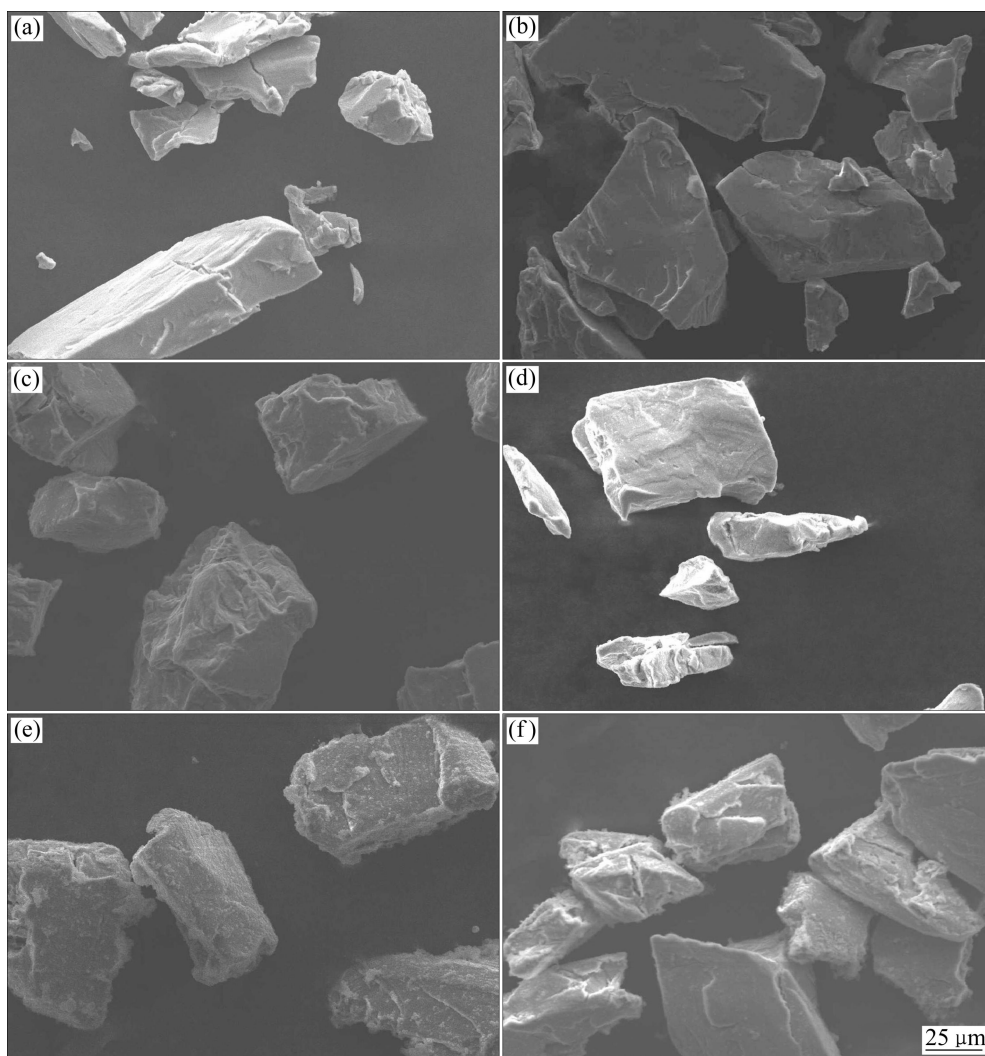


图 6 原始粉末和不同 TEOS 添加量包覆粉末的 SEM 像

Fig. 6 SEM images of raw powder and coated powder with different TEOS additions: (a) Raw powder; (b) T2A1; (c) T6A1; (d) T10A1; (e) T15A1; (f) T20A1

添加 1 mL) 制备的包覆粉末的 SEM 像。由图 6 可见, 原始粉末颗粒大小分布不均匀, 形状不规整, 棱角分明, 并且部分颗粒表面有裂纹(见图 6(a)); 在加入 2 mL TEOS 包覆的粉末中(见图 6(b)) 不能明显地观察到 SiO_2 包覆层的存在; 当加入 6 mL TEOS 时(见图 6(c)), 颗粒表面被一层类似絮状物的非晶 SiO_2 所包覆; 随着 TEOS 含量逐渐增加, 粉末颗粒表面包覆层增厚, 当含量为 20 mL 时(见图 6(f)), 颗粒表面、棱角部位包覆很厚一层 SiO_2 。

图 7 所示为在添加 6 mL TEOS 不同 APTES 时包覆粉末的 FTIR 谱。红外光谱的峰强度在相同测试条件下一定程度上说明了特征峰所代表官能团的含量。从图 7 可以看出, 随着 APTES 加入量从 0.5 mL 增加到 2 mL, 1080 cm^{-1} 左右的吸收峰变得更加尖锐, 相

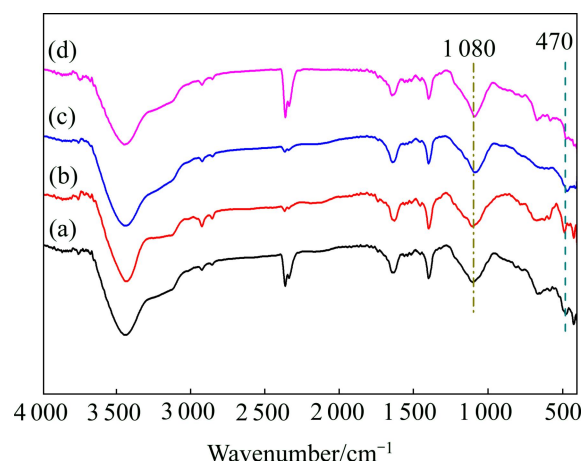


图 7 添加 6 mL TEOS、不同 APTES 时包覆粉末的 FTIR 谱

Fig. 7 FTIR spectra of coated powder with 6 mL TEOS and different APTES: (a) T6A0; (b) T6A0.5; (c) T6A1; (d) T6A2

相对强度变强, 表明包覆的 SiO₂ 的含量逐渐增大, 包覆层厚度增加。

2.3 包覆粉末的磁性能

表 2 所列为 VSM 测得的饱和磁化强度 M_s 和矫顽力 H_{ci} , 图 8 所示为不同 TEOS 添加量包覆的粉末的磁滞回线。由图 8 可知, 当加入 2 mL TEOS 时包覆粉末

表 2 粉末的饱和磁化强度 M_s 和矫顽力 H_{ci}

Table 2 M_s and H_{ci} of raw powder and coated powder

Sample No.	$H_{ci}/(A \cdot m^{-1})$	M_s/T
T2A1	1 114	0.91
T6A1	1 114	0.90
T10A1	1 273	0.87
T15A1	1 034	0.86
T6A0	1 114	0.86
T6A0.5	1 193	0.88
T6A2	1 114	0.87
Raw powder	1 114	0.92

的磁滞回线与原始粉末的磁滞回线基本重合(见图 8), 结合图 6(b)可知, 说明此时 SiO₂ 包覆不明显; 随着 TEOS 的加入量增加, 包覆后粉末的饱和磁化强度 M_s 在 0.86~0.90 T 之间变化, 略低于原始粉末的, 且 M_s 呈下降趋势。一般地, 包覆后粉末饱和磁化强度下降, 增大 TEOS 添加量后, 由于非磁性的 SiO₂ 占据了一定的体积分数, 使得对磁矩有贡献的磁性 Fe-Si-Al 粉末的体积分数降低, 从而导致 M_s 下降。矫顽力 H_{ci} 是磁性材料的固有性质, 由磁畴中的磁偶极矩的强度和数量以及相邻磁畴之间的相互作用决定, SiO₂ 不影响粉末颗粒的磁畴, 因此, 矫顽力在包覆前后基本没有变化。

由表 2 可知, 随着 APTES 的添加量从 0 增加到 2 mL, 饱和磁感应强度先增后减, 当 APTES 加入量为 1 mL 时, 饱和磁感应强度最佳。当体系中未加偶联剂时, Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末表面对 TEOS 的亲水性差, 不利于 SiO₂ 的包覆, 而当体系中添加偶联剂后, 通过氨基与 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末的作用, 尾部基团的乙氧基与 TEOS 作用, 使 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 对 TEOS 的亲水性增加, 有利于 SiO₂ 的包覆。

3 结论

1) 通过 FTIR、XPS 和 MFM 对包覆粉末的物相、微观结构进行分析。结果表明, 利用硅烷偶联剂对粉末表面改性后再加入适量 TEOS 能在 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末表面均匀包覆一层约 1~2 μm 的絮状非晶 SiO₂。

2) APTES 能有效改善 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末表面对 TEOS 的亲水性, 同时还有利于 SiO₂ 网络连续均匀地在 Fe₈₅Si_{9.6}Al_{5.4} 粉末表面形成; 随着 APTES 添加量增多, FTIR 谱图在 1 080 cm^{-1} 吸收峰变尖锐, 表明随着

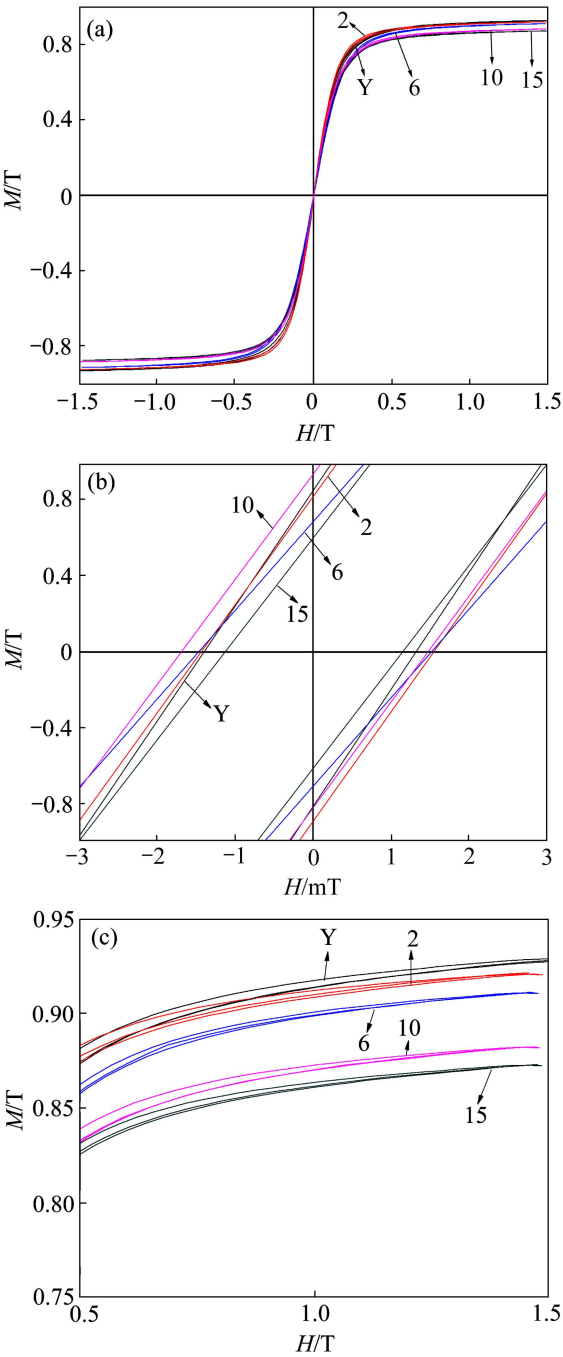


图 8 不同 TEOS 添加量包覆的粉末的磁滞回线
Fig. 8 Hysteresis loops(a) and magnified details of H (b) and M_s (c) of raw powder and coated powder with different TEOS additions (Numbers in figures mean volume of TEOS in mililiter, Y means raw powder)

SiO₂ 含量逐渐增大, 包覆层的厚度随之增加。

3) 随着 TEOS 和 APTES 添加量增多, SiO₂ 包覆层厚度增加, M_s 在 0.86~0.90 T 之间变化, H_{ci} 基本不变; 当添加 6 mL TEOS、1 mL APTES 时, 得到的包覆粉末包覆效果及性能最佳, 饱和磁化强度 M_s 达到 0.90 T, 矫顽力 H_{ci} 为 1 114 A/m。

REFERENCES

- [1] 严 密, 彭晓领. 磁学基础与磁性材料[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006: 113-122.
YAN Mi, PENG Xiao-ling. Magnetism foundation and magnetic materials[M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006: 113-122.
- [2] KISHIMOTO Y, YAMASHITA O, MAKITA K. Magnetic properties of sintered Sendust alloys using powders granulated by spray drying method[J]. Journal of Materials Science, 2003, 38(16): 3479-3484.
- [3] BRAUER J R, CENDES Z J, BEIHOFF B C, PHILLIPS K P. Laminated steel eddy-current loss versus frequency computed using finite elements[J]. IEEE Transactions on Industry Applications, 2000, 36(4): 1132-1137.
- [4] 田建军, 崔建民, 袁 勇. 绝缘铁粉基软磁复合材料的研究进展[J]. 金属功能材料, 2010, 17(4): 50-54.
TIAN Jian-jun, CUI Jian-min, YUAN Yong. Review of insulated iron powder based soft magnetic composite materials[J]. Metallic Functional Material, 2009, 17(4): 50-54.
- [5] 陈玉兰, 郭东兰. 绝缘粘结剂对铁硅铝磁粉芯软磁性能的影响[J]. 科技创新导报, 2009, 17: 54-55.
CHEN Yu-lan, GUO Dong-lan. Insulation adhesive effect on soft magnetic properties of Sendust cores[J]. Science and Technology Innovation Herald, 2009, 17: 54-55.
- [6] TAGHVAEI A H, SHOKROLLAHI H, JANGHORBAN K. Properties of iron-based soft magnetic composite with iron phosphate-silane insulation coating[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 481(1/2): 681-686.
- [7] DENG Yong-hui, WANG Chang-chun, HU Jian-hua, YANG Wu-li, FU Shou-kuan. Investigation of formation of silica-coated magnetite nanoparticles via sol-gel approach[J]. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2005, 262(1): 87-93.
- [8] CHENG Jing, NI Xiao-min, ZHENG Hua-gui, LI Bei-bei, ZHANG Xiao-jun, ZHANG Dong-en. Preparation of Fe (core)/SiO₂ (shell) composite particles with improved oxidation-resistance[J]. Materials Research Bulletin, 2006, 41(8): 1424-1429.
- [9] ZHAO Y W, ZHANG X K, XIAO J Q. Submicrometer laminated Fe/SiO₂ soft magnetic composites—An effective route to materials for high-frequency applications[J]. Advanced Materials, 2005, 17(7): 915-918.
- [10] YANG Bai, WU Zhang-ben, ZOU Zhi-yu, YU Rong-hai. High-performance Fe/SiO₂ soft magnetic composites for low-loss and high-power applications[J]. Journal of Physics D: Applied Physics, 2010, 43: 1-6.
- [11] 杜成虎, 朱小辉, 许佳辉. 采用固体粘接剂制备的铁硅铝磁粉芯[J]. 磁性材料与器件, 2011(4): 59-62.
DU Cheng-hu, ZHU Xiao-hui, XU Jia-hui. Sendust cores prepared with solid binder[J]. Journal of Magnetic Materials and Devices, 2011(4): 59-62.
- [12] 李庆达, 连法增, 尤俊华. Fe-Si-Al 复合磁粉芯制备工艺的研究[J]. 材料工程, 2011, 2: 65-68.
LI Qing-da, LIAN Fa-zeng, YOU Jun-hua. Study on preparing of Fe-Si-Al composite magnetic powder cores[J]. Materials Engineering, 2011, 2: 65-68.
- [13] NOMURA K, SUZUKI K, SAWADA T, UJIHARA Y, YOSHIDA S. CEMS study on FeSiAl alloys flakes-polymer composites[J]. Hyperfine Interactions, 2003, 148/149: 345-350.
- [14] PAL R, KUNDU D. Sol-gel synthesis of porous and dense silica microspheres[J]. Journal of Non-crystalline Solids, 2009, 355(1): 76-78.
- [15] HENCH L L, WEST J K. The sol-gel process[J]. Chemical Reviews, 1990, 90(1): 33-72.
- [16] WAGNER C D, CORPORATION P E. Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy: A reference book of standard data for use in X-ray photoelectron spectroscopy[M]. Eden Prairie, MN: Perkin-Elmer, 1979: 50-60.
- [17] MCCANN P, SOMASUNDRAM K, BYRNE S, NEVIN A. Conformal deposition of LPCVD TEOS[J]. Micro-machining and Micro-fabrication Process Technology, 2001, 4557: 329-340.
- [18] CUI Hong-tao, HONG Guang-yan, WU Xue-yan, HONG Yuan-jia. Silicon dioxide coating of CeO₂ nanoparticles by solid state reaction at room temperature[J]. Materials Research Bulletin, 2002, 37(13): 2155-2163.
- [19] KOH I, WANG X, VARUGHESE B, ISAACS L, EHRMAN S H, ENGLISH D S. Magnetic iron oxide nanoparticles for biorecognition: evaluation of surface coverage and activity[J]. The Journal of Physical Chemistry B, 2006, 110(4): 1553-1558.
- [20] LO C C H, SNYDER J E, LEIB J, CHEN R, KRIEGERMEIER-SUTTON B, KRAMER M J, JILES D C, KIEF M T. Magnetic force microscopy study of magnetization reversal in sputtered FeSiAl(N) films[J]. Journal of Applied Physics, 2001, 89(5): 2868-2872.
- [21] SNYDER J E, LO C C H, CHEN R, KRIEGERMEIER-SUTTON B, LEIB J, LEE S J, KRAMER M J, JILES D C, KIEF M T. The effect of nitrogen on the microstructure, stress, and magnetic properties of RF-sputtered FeSiAl(N) thin films[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2001, 226/230: 1669-1671.

(编辑 龙怀中)