



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108176847 A

(43)申请公布日 2018.06.19

(21)申请号 201711479316.3

(22)申请日 2017.12.29

(71)申请人 刘志红

地址 410076 湖南省长沙市天心区赤岭路
256号通用时代1-1006

(72)发明人 刘志红

(51)Int.Cl.

B22F 1/00(2006.01)

C22C 45/04(2006.01)

G25D 3/56(2006.01)

B22F 9/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种Ni-P粉末的生产工艺

(57)摘要

一种Ni-P粉末的生产方法,工艺原理为电镀+剥离+破碎制成非晶合金粉末,其特征在于,包括以下步骤:(1)金属基板选择及被镀表面的处理;(2)采用电镀方法制备钴-镍-铁-磷非晶合金镀层,阳极采用石墨板或不锈钢板,电极的电流密度为0.05-0.5 A/mm²,滴定盐酸溶液使镀液Ph值小于3,施镀温度为50-85℃;(3)采用轧制、弯曲、喷丸等方法使非晶合金镀层从金属基板表面脱落;(4)脱落的非晶合金镀层采用球磨机、颗粒破碎机等方式进行破碎;破碎时,球磨机、颗粒破碎机应采用强制冷却方式或间隙工作方式;(5)筛分成不同粗细的Ni-P非晶合金粉末。

1. 一种Ni-P粉末的成分为Ni 75-20 wt%, P 5-25 wt%, 其粉末为非晶结构。
2. Ni-P非晶合金粉末的生产工艺, 其特征在于, 包括以下步骤:
 - (1) 金属基板选择及被镀表面的除锈、脱脂处理;
 - (2) 电镀液的组成: 硫酸镍或氯化镍0.5-3.5 mol/L、亚磷酸0.2-1.2 mol/L、磷酸0.5-1.5 mol/L、添加剂1-8g/L, 可溶性硫酸盐或氯化盐10-50 g/L、余量水;
 - (3) 采用电镀方法制备镍-磷非晶合金镀层, 阳极采用石墨板或不锈钢板, 电极的电流密度为0.05-0.5 A/mm², 滴加盐酸溶液使镀液Ph值小于3, 施镀温度为50-85℃;
 - (4) 采用轧制、弯曲、喷丸等方法使非晶合金镀层从金属基板表面脱落;
 - (5) 脱落的非晶合金镀层采用球磨机、颗粒破碎机等方式进行破碎; 球磨机、颗粒破碎机应采用强制冷却方式或间隙工作方式;
 - (6) 筛分成不同粗细的Ni-P非晶合金粉末。
3. 权利要求2所述的添加剂为羧酸、羧酸盐。

一种Ni-P粉末的生产工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种非晶合金粉末,尤其是涉及一种Ni-P粉末的生产工艺。

背景技术

[0002] 随着电子电力、通信工业的发展,电子元器件向小型化、高频化和大电流方向发展,而且对电子设备的电磁兼容性能的要求也越来越高,传统的非晶带材铁芯、软磁铁氧体

及金属磁粉芯等已不能满足需求。普通磁性材料性能缺陷主要表现在:(1) 非晶带材铁芯在高频工作时感应涡流导致损耗很大,限制其在高频领域的应用;(2) 软磁铁氧体高频损耗低,但是饱和磁感应强度和磁导率低,不能满足小型化和大电流的发展需求;(3) 金属磁粉芯存在着高频损耗高、直流叠加特性差或者价格昂贵等问题,限制了其应用范围。非晶结构具有长程无序、短程有序的结构,使粉末具有很多独特的性能。非晶磁性粉末由于其优异的软磁性能,可以满足各种电子元器件稳定化、小型化、高频化、大电流、高功率的需求,能极大促进汽车、电子、航空航天领域等高新技术行业的发展。而钴基非晶合金粉末除具有优异的磁性能,还具有耐高温、耐燃气腐蚀、耐磨、耐蚀等性能,在电子、涂层和硬质合金中得到广泛应用。

[0003] 到目前为止,非晶合金粉末的制备工艺主要有水雾法、气雾法以及使用非晶薄带破碎制粉的工艺。水雾法具有大的冷却速率,可满足制备非晶态粉末的要求。然而,在水雾化过程中,所获得的粉末易形成氧化物,氧含量高,再者当熔融金属凝固时,产生的水蒸气会覆盖在熔融金属的表面,该水蒸气膜的存在将导致熔融的核心金属冷却强度降低,从而使粉末中心部分不能获得非晶态结构的问题,影响器件性能。气雾法由于冷却强度受限,只能制备非晶形成能力强的非晶合金粉末,且生产成本低。直接破碎法的优点在于对物料的选择性不强,材料利用率高,但需对非晶薄带进行脆化退火,很容易由于退火不均造成薄带内部晶化转变的不均匀,而且在破碎后容易产生带有锐角的粉末颗粒,为粉末的后续加工带来困难。

[0004] 而与液态急冷法、溅射法制备非晶合金材料相比,电镀法更为经济,应用范围也更为广阔。电刷镀镀层的形成从本质上讲和电镀相同,都是溶液中的金属离子在负极(工件)上放电结晶的过程。但是和电镀相比,电刷镀中镀笔和工件有相对运动,因而被镀表面不是整体同时发生金属离子还原结晶,而是被镀表面各点在镀笔与其接触时发生瞬间放电结晶。因此,电镀技术在工艺方面有其独特之处,其特点可归纳如下:

- 1、设备简单、工艺简单,操作灵活;
- 2、费用低,经济效益大;
- 3、粉末合金成分比例可调控范围大。

发明内容

[0005] 针对上述问题,本发明基于电镀+剥离+破碎的原理,提供了一种Ni-P粉末的生产

工艺。

[0006] 本发明的镍-磷合金粉末的成分为Ni 75-20 wt%,P 5-25 wt%;其粉末为非晶结构。

[0007] 本发明Ni-P非晶合金粉末的生产工艺。包括以下步骤:

(1) 金属基板选择及被镀表面的除锈、脱脂处理:金属基板的在常温下的延伸率不小于10%;

(2) 电镀液的组成:硫酸镍或氯化镍0.5-3.5 mol/L、亚磷酸0.2-1.2 mol/L、磷酸0.5-1.5 mol/L、添加剂1-8g/L,可溶性硫酸盐或氯化盐10-50 g/L、余量水;

上述添加剂为羧酸、羧酸盐;

(3) 采用电镀方法制备镍-磷非晶合金镀层,阳极采用石墨板或不锈钢板,电极的电流密度为0.05-0.5 A/mm²,滴定盐酸溶液使镀液Ph值小于3,施镀温度为50-85℃;

(4) 采用轧制、弯曲、喷丸等方法使非晶合金镀层从金属基板表面脱落;

(5) 脱落的非晶合金镀层采用球磨机、颗粒破碎机等方式进行破碎。球磨机、颗粒破碎机应采用强制冷却方式或间隙工作方式,以防止非晶合金颗粒在破碎时产生较大温升,发生晶化转变;

(6) 筛分成不同粗细的Ni-P非晶合金粉末。

[0008] 与现有技术相比,本发明具有以下优点:

1. 与气雾法和直接破碎法相比,本工艺具有设备投资少、工艺简单,对非晶合金形成能力要求不高等特点;

2. 与水雾法相比,粉末不会产生氧化和部分非晶化的问题;

3. 与直接破碎法相比,由于采用PH值较小条件下沉积,致使镀层内产生了较大的内应力和较多孔隙,镀层无需脆化退火即可脱落与破碎,且也不会产生带有锐角的粉末颗粒;

4. 与制备电镀镀层相比,本发明对镀层应力和表面质量没有要求,因此可采用更大的电流密度,既提高了非晶合金镀层的制备速度,也有利于获得更疏松和具有更大内应力的非晶合金镀层,从而更易对非晶合金镀层进行剥离与脱落;

6. 与急冷法制备非晶合金粉末相比,本发明无需考虑材料的非晶形成能力,可通过调整电镀液各主要成分的浓度配比,可获得不同组元构成和比例的非晶合金粉末,因此,本方法的适用性更为广泛,可操作性更强,可满足不同场合对非晶合金粉末性能的要求。

具体实施方式

[0009] 以下结合实施例对本发明作进一步说明。

[0010] 实施例1 Ni₈₄P₁₆非晶合金粉末的制备

制备工艺,包括以下步骤:

(1) 金属基板表面的预处理:金属基板选用08F钢板,被镀基板表面分别经氢氧化钠溶液和盐酸溶液清洗,以去除油脂和氧化;

(2) 电镀液组成:磷酸0.6 mol/L、氯化镍1.8 mol/L、亚磷酸0.25mol/L、添加剂1.5 g/L,可溶性氯化盐15 g/L、余量水;

上述添加剂为醋酸钠;

上述可溶性氯化盐为氯化钾;

(3) 非晶合金镀层的制备: 预处理后的金属板接入阴极, 阳极采用石墨板, 搅拌电镀液, 电极的电流密度为 0.1 A/mm^2 , 施镀温度为 $75 \text{ }^\circ\text{C}$, 滴定盐酸使电镀液Ph值为1;

(4) 采用弯曲法剥离非晶合金镀层, 弯曲半径为 0.2 m ;

(5) 非晶合金颗粒的破碎, 非晶合金颗粒在氩气保护下采用行星球磨机进行破碎, 球磨2h, 球料比为5:1, 球磨方式采用间隙工作方式, 球磨机每球磨3min, 休息10min, 避免非晶粉末产生较大的温升;

(6) 筛分成Ni84P16非晶粉末。

[0011] 实施例2 Ni91P9非晶合金粉末的制备

制备工艺, 包括以下步骤:

(1) 金属基板表面的预处理: 金属基板选用黄铜板, 板厚为 1mm , 被镀基板表面分别经氢氧化钠溶液和盐酸溶液清洗, 以去除油脂和氧化;

(2) 电镀液组成: 磷酸 0.7 mol/L 、硫酸镍 2.5 mol/L 、亚磷酸 0.3mol/L 、添加剂 3g/L , 可溶性硫酸盐 20 g/L 、余量水;

上述添加剂为酒石酸;

上述可溶性氯化盐为硫酸钠;

(3) 非晶合金镀层的制备: 预处理后的镀件接入阴极, 阳极采用石墨板, 搅拌电镀液, 电极的电流密度为 0.2 A/mm^2 , 施镀温度为 $80 \text{ }^\circ\text{C}$, 滴定盐酸使电镀液Ph值为2;

(4) 采用轧制压延法剥离非晶合金镀层, 轧制压下率为8%;

(5) 非晶合金颗粒的破碎, 采用行星球磨机破碎, 非晶合金颗粒在氩气保护破碎, 球磨3h, 球料比为5:1, 球磨方式采用间隙工作方式, 球磨机每球磨3min, 休息10min, 避免非晶粉末产生较大的温升;

(6) 筛分成Ni91P9非晶合金粉末。