



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112371987 A

(43) 申请公布日 2021.02.19

(21) 申请号 202011268348.0

G22C 38/06 (2006.01)

(22) 申请日 2020.11.13

G22C 38/30 (2006.01)

G22C 38/32 (2006.01)

(71) 申请人 河南东微电子材料有限公司

地址 450000 河南省郑州市航空港区新港大道与人民路交叉口智能终端手机产业园B区12号楼1、2层

(72) 发明人 王永超 陈耘田 赵泽良 仝红岩 王留土 郑海强 史豪杰 居炎鹏 郭利乐 刘占军 李伟

(74) 专利代理机构 郑州浩翔专利代理事务所 (特殊普通合伙) 41149

代理人 李伟

(51) Int.Cl.

B22F 9/08 (2006.01)

G22C 30/00 (2006.01)

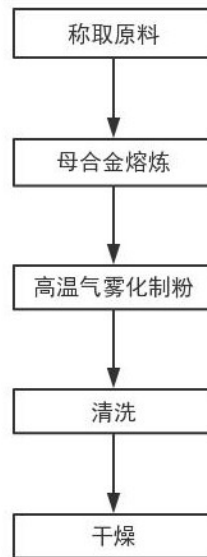
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54) 发明名称

一种铁钴硼铬铝合金粉末的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种铁钴硼铬铝合金粉的制备方法,其步骤包括:一、按一定质量比称取铁块(纯度99.99%)、钴片(纯度99.99%)、铁硼粉(纯度99.9%,粒度>300 μm)、铬块(纯度99.99%)、铝块(纯度99.99%);二、将原料混合放入中频真空感应炉中,在氩气保护下进行多次熔炼,得到均匀化的铁钴硼铬铝合金液;三、将母合金液经中间包导入高温雾化炉,合金液流入雾化室进行气雾化分散,冷却后得到粉末;四、将步骤三所得粉末进行超声洗涤、干燥、分级筛分后,获得铁钴硼铬铝合金粉末产品。本发明通过限定原料和控制气雾化法工艺,可以制备纯度高于99.95%、平均粒径为56 μm的铁钴硼铬铝合金粉末,该合金粉成分均匀、杂质少、流动性好。本发明工艺流程简单,适合批量化生产,满足磁控溅射靶材制备对高质量铁钴硼铬铝合金粉的要求。



1. 一种铁钴硼铬铝合金粉末,其特征在于:所述铁钴硼铬铝合金粉为类球形,流动性好,粒径 $4.6\sim 198\mu\text{m}$ ,平均粒径为 $56\mu\text{m}$ 。

2. 根据权利要求1所述的铁钴硼铬铝合金粉,其特征在于:粉末的纯度大于99.95%。

3. 根据权利要求1所述的铁钴硼铬铝合金粉,其特征在于:粉末中Fe含量为40-75 wt%、Co含量为20-55 wt%、B含量为3.5-8.5 wt%、Cr含量为0.5-1.4 wt%、Al含量为0.1-1.1 wt%。

4. 一种铁钴硼铬铝合金粉的制备方法,其特征在于包含以下工艺步骤:

(1) 按一定质量比称取铁块(纯度99.99%)、钴片(纯度99.99%)、铁硼粉(纯度99.9%,粒度 $>300\mu\text{m}$ )、铬块(纯度99.99%)、铝块(纯度99.99%);

(2) 母合金熔炼:将步骤(1)配取的原料混合放入中频真空感应炉中,在氩气保护下进行多次熔炼,得到均匀化的铁钴硼铬铝合金液;

(3) 高温气雾化制粉:将步骤(2)得到的母合金液经中间包导入高温气雾化炉,合金液流入雾化室进行气雾化分散,冷却后得到粉末;

(4) 洗涤、干燥:将步骤(3)所得粉末进行超声洗涤、干燥、分级筛分后,获得铁钴硼铬铝合金粉末。

5. 根据权利要求4所述的一种铁钴硼铬铝合金粉的制备方法,其特征在于:步骤(2)所述的母合金熔炼中保护气氛为氩气,升温至 $1600\sim 1800^\circ\text{C}$ ,保温15-60min后随炉冷却,重复熔炼3-5次。

6. 根据权利要求4所述的一种铁钴硼铬铝合金粉的制备方法,其特征在于:步骤(3)所述高温气雾化制粉的条件为:保护气氛为氩气,腔室压力为0.2-0.5MPa,雾化压力为1.8-3.0MPa,喷铸压力为0.2-1.2MPa,雾化气体为氩气。

7. 根据权利要求4所述的一种铁钴硼铬铝合金粉的制备方法,其特征在于:步骤(4)所述的洗涤、干燥条件为:超声清洗介质为无水乙醇,时长10-40min,使用真空干燥箱干燥20-60min,温度 $40\sim 80^\circ\text{C}$ 。

## 一种铁钴硼铬铝合金粉末的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于粉末冶金技术领域,具体涉及一种铁钴硼铬铝合金粉末的制备方法。

### 背景技术

[0002] 目前磁存储技术的进步非常显著,磁存储介质的存储密度正在快速提高,从而提高存储器的容量。然而,在当前全球使用的横向磁存储系统的介质中,提高存储密度需要缩小单位存储位长度,而在单位存储位上较高的矫顽力会导致存储失败。鉴于此,开发垂直磁记录系统被证明可以有效解决这些问题并提高记录密度。

[0003] 在垂直磁存储系统中,作为磁记录介质的磁性薄膜中易磁化轴垂直于表面,可以有效提高存储密度。目前已经开发出一种由磁存储薄膜和软磁薄膜组成的两层存储媒介可以用于垂直存储系统。而主流的制备方法是通过磁控溅射制备FeCoB基软磁薄膜层。当进行磁控溅射时,磁铁的磁场需透过靶材到其表面,在磁场区汇聚等离子体,用于快速成膜。鉴于此,如果靶材的磁导率很高,漏磁区很难形成,磁控溅射将无法进行。所以磁控溅射使用的FeCoB靶材需要具有较低磁导率。另外磁控溅射方法对靶材纯度和抗腐蚀性能要求也十分苛刻。因此,开发一种或几种用于制备FeCoB基靶材的铁钴硼铬铝合金粉显得尤为重要。

[0004] 专利“CN106270538A”公布了一种超细晶铁基合金粉的制备方法,所述的方法为:按设计的铁基合金成分取工业纯铁和中间合金配置原料,通过真空炉加热熔化,加入硫化铁和锰,测定熔体氧活度低于0.0005%后进行气雾化制粉。该方法会引入锰、硫等杂质元素,制备的铁基合金粉纯度无法保证。

[0005] 专利“CN107983965A”公布了一种高温等离子气雾化超细球形金属粉末制备方法,所述的方法为:将金属粉末原料置于送粉机,选择合适的阳极引弧管、气体漩涡流管筒组件安装于等离子束流发生器,粉末原料在阳极引弧管引流的等离子束流中驻留加热熔化并送入气体漩涡流管筒组件,再次熔化后经过等离子气体高频振动波冲击分散雾化,制得合金粉末。该方法对原料要求较高,而且母合金熔化时间与次数较短,无法保证其均匀性,设备复杂,不适宜批量化生产。

[0006] 尚德礼, 廖相巍, 康磊,等. 一种超细晶铁基合金粉的制备方法, CN106270538A [P]. 2019.

刘学晖, 苏嘉阳, 韩伟东. 高温等离子气雾化超细球形金属粉末制备方法及装备, CN107983965A [P]. 2018.

### 发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种铁钴硼铬铝合金粉的制备方法,尽量提高合金粉纯度与粉末球形度。

[0008] 本发明的铁钴硼铬铝合金粉末为类球形,流动性好,粒径4.6~198 $\mu\text{m}$ ,平均粒径为56 $\mu\text{m}$ ,纯度大于99.95%。

[0009] 本发明的具体方案是:

设计一种铁钴硼铬铝合金粉的制备方法,包括如下步骤:

(1)按一定质量比称取铁块(纯度99.99%)、钴片(纯度99.99%)、铁硼粉(纯度99.9%,粒度 $>300\mu\text{m}$ )、铬块(纯度99.99%)、铝块(纯度99.99%);

(2)母合金熔炼:将步骤(1)配取的原料混合放入中频真空感应炉中,在氩气保护下进行多次熔炼,得到均匀化的铁钴硼铬铝合金液;

(3)高温气雾化制粉:将步骤(2)得到的母合金液经中间包导入高温气雾化炉,合金液流入雾化室进行气雾化分散,冷却后得到粉末;

(4)洗涤、干燥:将步骤(3)所得粉末进行超声洗涤、干燥、分级筛分后,获得铁钴硼铬铝合金粉末。

[0010] 本发明通过高温气雾化工艺制备铁钴硼铬铝合金粉,工艺流程简单,易于实施,所得粉末的纯度大于99.95%,类球形,流动性好,粒径 $4.6\sim 198\mu\text{m}$ 。

## 附图说明

[0011] 图1为本发明的工艺流程图;

图2为本发明实例1制备的铁钴硼铬铝合金粉的XRD分析图谱;

图3为本发明实例1铁钴硼铬铝合金粉的SEM图。

## 具体实施方式

[0012] 以下通过优选实施例对本发明作进一步说明。

[0013] 实施例1:

本实施例包括以下步骤:

步骤一:称取4.91kg铁块(纯度99.99%)、9.39kg钴片(纯度99.99%)、5.47kg铁硼粉(纯度99.9%,粒度 $>300\mu\text{m}$ )、0.16kg铬块(纯度99.99%)、0.08kg铝块(纯度99.99%)混合在一起;

步骤二:将原料放入中频真空感应炉,抽气至真空度为5Pa,充入氩气至0.5MPa,加热至 $1650^{\circ}\text{C}$ 进行熔炼,保温30min,使合金液混合均匀。重复熔炼4次;

步骤三:将母合金液导入高温气雾化制粉设备,控制腔室压力为0.3MPa,雾化压力为2.0MPa,喷铸压力为0.5MPa,使用氩气作为雾化气体,合金液在高压气流作用下分散并快速冷却,形成合金粉末;

步骤四:将步骤三所得粉末进行超声洗涤、干燥、筛分后,获得铁钴硼铬铝合金粉末。

[0014] 经检测,本实施例制备的铁钴硼铬铝合金粉末中铁的质量含量为47.46%,钴的质量含量为46.95%,硼的质量含量为4.42%,铬的质量含量为0.79%,铝的质量含量为0.38%,说明该铁钴硼铬铝合金粉末成分均匀,纯度高,工艺性能优越。

[0015] 图2为本实施例制备的铁钴硼铬铝合金粉的XRD分析结果,可以看出合金粉主要由FeCo、 $\text{B}_6\text{Fe}_{23}$ 、 $\text{Co}_3\text{B}_2$ 、 $\text{Co}_{23}\text{B}_6$ 相组成。

[0016] 图3为本实施例制备的铁钴硼铬铝合金粉的SEM图,可以看出制备的铁钴硼铬铝合金粉多呈球状,粒度分布均匀。

[0017] 实施例2:

本实施例包括以下步骤:

步骤一:称取7.57kg铁块(纯度99.99%)、4.66kg钴片(纯度99.99%)、7.45kg铁硼粉(纯

度99.9%,粒度>300 $\mu\text{m}$ )、0.23kg铬块(纯度99.99%)、0.11kg铝块(纯度99.99%)混合在一起;

步骤二:将原料放入中频真空感应炉,抽气至真空度为10Pa,充入氩气至0.1MPa,加热至1600 $^{\circ}\text{C}$ 进行熔炼,保温50min,使合金液混合均匀。重复熔炼3次;

步骤三:将母合金液导入高温气雾化制粉设备,控制腔室压力为0.1MPa,雾化压力为2.5MPa,喷铸压力为0.3MPa,使用氩气作为雾化气体,合金液在高压气流作用下分散并快速冷却,形成合金粉末;

步骤四:将步骤三所得粉末进行超声洗涤、干燥、筛分后,获得铁钴硼铬铝合金粉末。

[0018] 实施例3:

本实施例包括以下步骤:

步骤一:称取9.33kg铁块(纯度99.99%)、4.62kg钴片(纯度99.99%)、5.66kg铁硼粉(纯度99.9%,粒度>300 $\mu\text{m}$ )、0.25kg铬块(纯度99.99%)、0.15kg铝块(纯度99.99%)混合在一起;

步骤二:将原料放入中频真空感应炉,抽气至真空度为10Pa,充入氩气至0.4MPa,加热至1700 $^{\circ}\text{C}$ 进行熔炼,保温20min,使合金液混合均匀。重复熔炼4次;

步骤三:将母合金液导入高温气雾化制粉设备,控制腔室压力为0.3MPa,雾化压力为1.5MPa,喷铸压力为0.3MPa,使用氩气作为雾化气体,合金液在高压气流作用下分散并快速冷却,形成合金粉末;

步骤四:将步骤三所得粉末进行超声洗涤、干燥、筛分后,获得铁钴硼铬铝合金粉末。

[0019] 上面所述为本发明的优选实施例,并非对本发明作任何限制。凡是根据本发明实质对前述各实施例的技术方案进行修改,或等效替换其部分技术特征,均应包含在本发明的保护范围之内。

[0020] 表1为实例中制备铁钴硼铬铝合金粉主成分分析结果

组成(wt %)	Fe	Co	B	Cr	Al
1	47.46	46.95	4.42	0.79	0.38
2	69.05	23.29	6.02	1.12	0.52
3	70.36	23.09	4.57	1.27	0.71

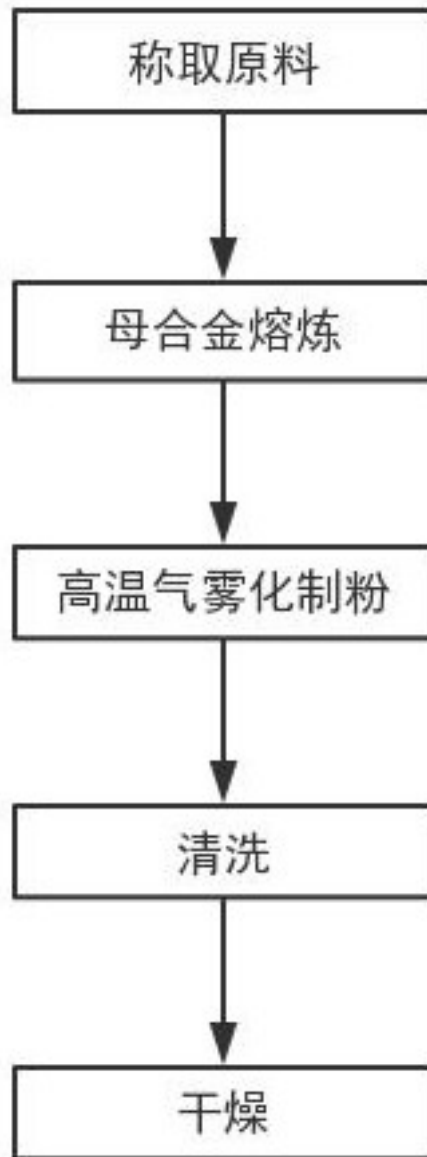


图1

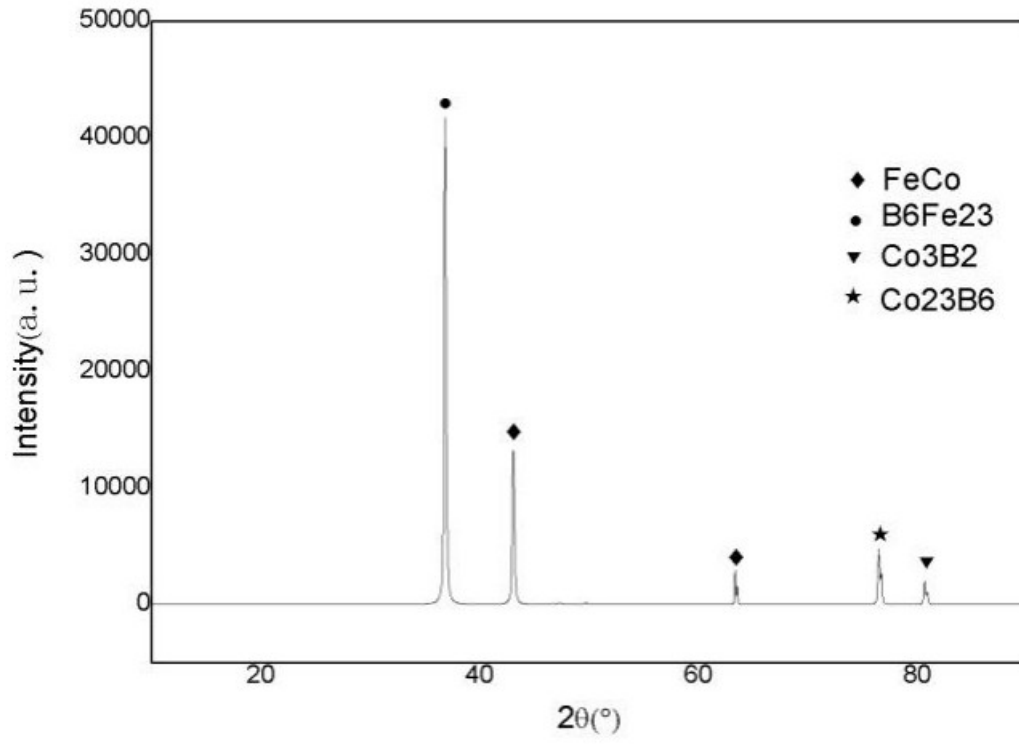


图2

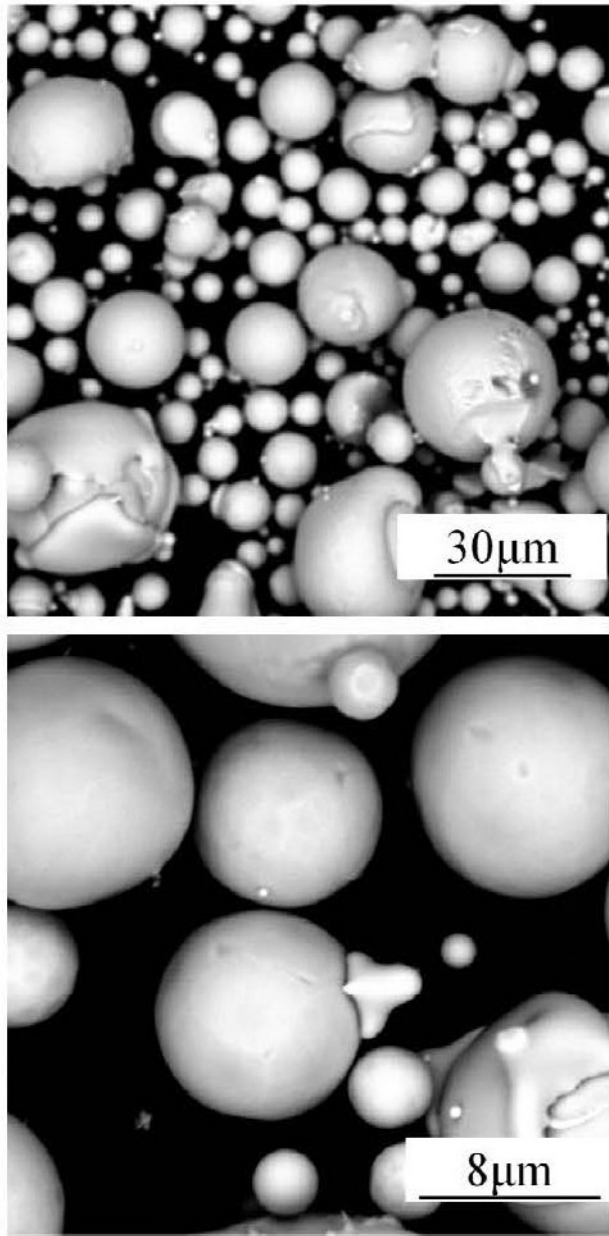


图3