



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106756641 B

(45)授权公告日 2019.02.26

(21)申请号 201611154153.7

(22)申请日 2016.12.14

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106756641 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(73)专利权人 刘志红

地址 410076 湖南省长沙市望城区高塘岭
镇高塘岭大道联诚国际城

(72)发明人 刘志红

(51)Int.Cl.

C22C 45/02(2006.01)

G25D 3/56(2006.01)

B22F 9/04(2006.01)

审查员 吴静

权利要求书2页 说明书3页

(54)发明名称

一种Fe基非晶合金粉末及其制备工艺

(57)摘要

一种铁基非晶态粉末及其制备方法,粉末具体合金成分为Fe 40-95wt%,合金元素为可以与铁一起电沉积的元素,如P、Ni、Cr、Co、Mo、W、Re等中一种或多种元素的组合。粉末的制备工艺,(1)金属基板被镀表面的预处理;(2)电镀液的配制;(3)可采用恒电位电源或脉冲电源,电极的电流密度为200-1000mA/mm²,电解液温度为30-70℃;(4)采用机械或物理的方法使镀层脱落;(5)在真空或惰性气体保护条件下进行球磨;(6)非晶合金粉末的筛分。

1. 一种Fe基非晶合金粉末,其特征在于,粉末为非晶态结构,具体合金成分为Fe 40-95wt%,以及能与铁一起电沉积的合金元素,所述合金元素为P、Ni、Cr、Co、Mo、W、Re中的一种或多种元素的组合;

所述Fe基非晶合金粉末由以下制备方法制得:

(1) 金属基板被镀表面的预处理;

(2) 电镀液组成:亚铁盐1-4mol/L,中强酸0.2-0.8mol/L、络合剂0.5-5g/L、还原剂0.5-3g/L、合金元素添加剂0.2-2mol/L、水余量;

上述亚铁盐为硫酸亚铁、氯化亚铁或两者的混合物;

上述合金元素添加剂中镍以硫酸镍或氯化镍、铬以铬酐、钼以钼酸钠、钴以硫酸钴、钨以钨酸钠、磷以次磷酸钠或亚磷酸、Re以Re可溶盐的形式添加;

上述中强酸包括硼酸、磷酸、柠檬酸;

上述络合剂包括酒石酸、十二烷基苯磺酸钠、柠檬酸盐,

上述还原剂包括碘离子、铁粉、抗坏血酸;

(3) 非晶合金镀层的电镀电源采用恒电位电源或脉冲电源,电极的电流密度为200-1000mA/mm²,电解液温度为30-70℃,滴定强酸溶液使电镀液pH值小于1;

(4) 采用物理方法使镀层脱落;

(5) 在真空或惰性气体保护条件下进行球磨;

(6) 非晶合金粉末的筛分。

2. 根据权利要求1所述的一种Fe基非晶合金粉末,其特征在于,

所述步骤(2)中:亚铁盐的摩尔浓度为2-2.5mol/L;所述步骤(3)中:电极的电流密度为400-700mA/mm²。

3. Fe基非晶合金粉末的制备工艺,其特征在于,

(1) 金属基板被镀表面的预处理;

(2) 电镀液组成:亚铁盐1-4mol/L,中强酸0.2-0.8mol/L、络合剂0.5-5g/L、还原剂0.5-3g/L、合金元素添加剂0.2-2mol/L、水余量;

上述亚铁盐为硫酸亚铁、氯化亚铁或两者的混合物;

上述合金元素添加剂中合金元素为P、Ni、Cr、Co、Mo、W、Re中的一种或多种元素的组合;其中:镍以硫酸镍或氯化镍、铬以铬酐、钼以钼酸钠、钴以硫酸钴、钨以钨酸钠、磷以次磷酸钠或亚磷酸、Re以Re可溶盐的形式添加;

上述中强酸包括硼酸、磷酸、柠檬酸;

上述络合剂包括酒石酸、十二烷基苯磺酸钠、柠檬酸盐,

上述还原剂包括碘离子、铁粉、抗坏血酸;

(3) 非晶合金镀层的电镀电源采用恒电位电源或脉冲电源,电极的电流密度为200-1000mA/mm²,电解液温度为30-70℃,滴定强酸溶液使电镀液pH值小于1;

(4) 采用物理方法使镀层脱落;

(5) 在真空或惰性气体保护条件下进行球磨;

(6) 非晶合金粉末的筛分。

4. 根据权利要求3所述的Fe基非晶合金粉末的制备工艺,其特征在于,

所述步骤(2)中:亚铁盐的摩尔浓度为2-2.5mol/L;所述步骤(3)中:电极的电流密度为

400-700mA/mm²。

一种Fe基非晶合金粉末及其制备工艺

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Fe基非晶合金粉末及其制备工艺。

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

[0003] 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

[0004] 及金属磁粉芯等不能满足需求,应用受到限制。主要表现在:(1) 非晶带材铁芯在高频工作

[0005] 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。

[0006] 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周围。由于该水蒸气膜的存在导致冷却强度降低,所以会阻碍熔融液滴中心部分的急剧冷却。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。这两类方法都需要材料具有较强的非晶形成能力。

发明内容

[0007] 基于上述问题,本发明提供了一种Fe基非晶态粉末及其制备方法,该方法能够制备非晶合金材料组元构成及比例的选择范围更广的Fe基非晶合金粉末。

[0008] 本发明的Fe基非晶/合金粉末,具体合金成分为Fe 40-95 wt %,合金元素为可以与铁一起电沉积的元素,如P、Ni、Cr、Co、Mo、W、Re等中一种或多种元素的组合。

[0009] 本发明Fe基非晶合金粉末的制备工艺,包括以下步骤:

[0010] (1) 金属基板被镀表面的预处理:金属基板被镀表面可采用机械或化学方法除锈、脱脂;

[0011] (2) 电镀液组成:亚铁盐(硫酸亚铁、氯化亚铁或两者的混合物)1-4mol/L(优选2-2.5mol/L),中强酸0.2-0.8mol/L、络合剂0.5-5g/L、还原剂0.5-3g/L、合金元素添加剂0.2-2mol/L、水余量;

- [0012] 上述合金元素添加剂中镍以硫酸镍或氯化镍、铬以铬酐、钼以钼酸钠、钴以硫酸钴、钨以钨酸钠、磷以次磷酸钠或亚磷酸、Re以Re可溶盐的形式添加；
- [0013] 上述中强酸包括硼酸、磷酸、柠檬酸等；
- [0014] 上述络合剂包括酒石酸、十二烷基苯磺酸钠、柠檬酸盐，
- [0015] 上述还原剂包括碘离子、铁粉、抗坏血酸等；
- [0016] (3) 非晶合金镀层的制备：预处理后的金属基板接入电镀槽阴极，阳极采用石墨或不锈钢，电镀时搅拌电镀液，电镀电源可采用恒电位电源或脉冲电源，电极的电流密度为200-1000mA/mm² (优选400-700 mA/mm²)，电解液温度为30-70℃，电镀时滴定强酸至Ph值小于1；
- [0017] (4) 非晶合金镀层的剥离，采用机械或物理的方法，如压延、喷丸、刮擦等方法使镀层脱落；
- [0018] (5) 非晶合金颗粒的球磨，将剥落的非晶颗粒在真空或惰性气体保护条件下进行球磨，球磨可采用球磨机、行星式球磨机等；
- [0019] (6) 非晶合金粉末的筛分成不同粗细的铁基非晶合金粉末。
- [0020] 与现有技术相比，本发明具有以下优点：
- [0021] 1. 与气雾法和直接破碎法相比，本工艺具有设备投资少、工艺简单等特点；
- [0022] 2. 与水雾法相比，粉末不会产生氧化和部分非晶化的问题；
- [0023] 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，镀层无需脆化退火破碎，且也不会产生带有锐角的粉末颗粒；
- [0024] 4. 相比制备镀层而言，因为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机械剥离；
- [0025] 5. 本方法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，可满足不同场合的性能要求。

具体实施方式

- [0026] 以下结合实施例对本发明作进一步说明。
- [0027] 实施例1 Fe-P非晶合金粉末的制备
- [0028] 本实施例非晶粉末Fe含量的94.3wt%，P含量为复合镀层的5.7wt%。
- [0029] 其制备工艺，包括以下步骤：
- [0030] (1) 金属基板表面的预处理：金属基板选用45号钢板，被镀表面先经机械加工，然后在20wt%氢氧化钠溶液清洗10min去除油脂；
- [0031] (2) 电镀液组成：氯化亚铁2 mol/L，次磷酸钠0.4mol/L，硼酸48g/L，碘化钾0.8g/L、十二烷基苯磺酸钠1.2g/L；
- [0032] (3) 非晶镀层的制备：预处理后的镀件接入电镀槽阴极，阳极采用石墨，搅拌器搅拌电镀液，电流密度为450mA/mm²，电解液温度为50℃；
- [0033] (4) 非晶镀层的剥离：采用刮擦法剥离镀层；
- [0034] (5) 非晶颗粒的球磨：采用行星球磨机球磨，非晶粉末充氩气保护，球磨5h，球料比

为5:1;

[0035] (6) 非晶合金粉末的筛分:采用200目和400目分筛,其中大于200目粉末所占比例为36%,200-400目粉末所占比例为41%,小于400目粉末所占比例为23%。

[0036] 实施例2 Fe-Ni-P非晶合金粉末的制备

[0037] 本实施例Fe-Ni-P非晶合金粉末的制备,粉末Fe含量81.3wt%,Ni含量为复合镀层的11.8wt%,P含量为6.9wt%。

[0038] 其制备工艺,包括以下步骤:

[0039] (1) 金属基板表面的预处理:金属基板选用45号钢板,被镀表面先后经铣、磨加工,然后在20wt%氢氧化钠溶液清洗10min去除油脂;

[0040] (2) 电镀液组成:氯化亚铁2.3mol/L,硫酸镍0.3mol/L,磷酸50ml/L,次磷酸钠0.5mol/L,碘化钾1g/L,酒石酸1.5g/L;

[0041] (3) 非晶镀层的制备:预处理后的镀件接入电镀槽阴极,阳极采用石墨,搅拌器搅拌电镀液,电流密度为600mA/mm²,温度为45℃;

[0042] (4) 非晶镀层的剥离:采用轧制压延法剥离镀层;

[0043] (5) 非晶颗粒的球磨:采用行星球磨机球磨,非晶粉末充氩气保护,球磨8h,球料比为3:1;

[0044] (6) 非晶合金粉末的筛分:采用200目和400目分筛,其中大于200目粉末所占比例为41%,200-400目粉末所占比例为39%,小于400目粉末所占比例为20%。