



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114250404 A

(43) 申请公布日 2022. 03. 29

(21) 申请号 202111656416.5 *G22C 38/02* (2006.01)

(22) 申请日 2021.12.30 *G22C 38/12* (2006.01)

(66) 本国优先权数据 *G22C 38/16* (2006.01)  
202110055359.9 2021.01.15 CN *G22C 38/04* (2006.01)

(71) 申请人 武汉科技大学 *G21B 13/00* (2006.01)  
地址 430081 湖北省武汉市青山区和平大道947号 *G21D 9/52* (2006.01)  
*G21D 6/00* (2006.01)  
*H01F 1/147* (2006.01)  
*H01F 41/02* (2006.01)

(72) 发明人 倪红卫 李杨 刘涛 张华

(74) 专利代理机构 武汉卓越志诚知识产权代理  
事务所(特殊普通合伙)  
42266  
代理人 董梦娟

(51) Int. Cl.  
*G22C 33/06* (2006.01)  
*B22D 11/06* (2006.01)

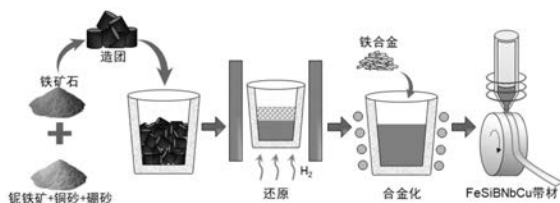
权利要求书2页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

FeSiBNbCu纳米晶软磁合金及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金及其制备方法。该制备方法以铁矿石或含有铁矿石、铌铁矿、铜砂、硼砂的混合物作为反应原料,采用氢基还原的方式对反应原料进行还原熔炼,得到的还原合金经熔融除渣、合金化,形成精炼钢液;再采用单辊旋淬法快速冷却精炼钢液,制得FeSiBNbCu非晶带材;在高于晶化温度的条件下进行热处理后,得到FeSiBNbCu纳米晶软磁合金。通过上述方式,本发明能够有效利用冶金工艺与纳米晶软磁合金成型工艺之间的协同作用,在精确控制冶炼条件的基础上有效简化工艺流程,从而在保证制得的纳米晶软磁合金具有优异软磁性能的同时以低成本实现大规模高效生产。



1. 一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

S1、以铁矿石或含有铁矿石、铌铁矿、铜砂、硼砂的混合物作为反应原料,采用氢基还原的方式对所述反应原料进行还原熔炼,得到还原合金;

S2、对步骤S1得到的所述还原合金进行熔融除渣并合金化,得到精炼钢液;当步骤S1中所述反应原料仅为铁矿石时,所述熔融除渣后还加入了铌、铜、硼铁和硅铁进行所述合金化;

S3、采用单辊旋淬法对步骤S2得到的所述精炼钢液进行快速冷却,得到FeSiBNbCu非晶带材;

S4、以高于晶化温度的保温温度对步骤S3得到的所述FeSiBNbCu非晶带材进行热处理,得到FeSiBNbCu纳米晶软磁合金。

2. 根据权利要求1所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于:在步骤S4中,所述热处理的方式为等温热处理,所述保温温度为500~600℃,保温时间为10~180min。

3. 根据权利要求1所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于:在步骤S1中,所述氢基还原包括如下步骤:

将所述反应原料造球、干燥后置于还原装置中,将氢基还原气体以预定速度通入还原反应装置内,控制所述还原反应装置内的温度为900~1300℃,反应完成后,将得到的反应产物再破碎、磁选、熔分,得到还原合金。

4. 根据权利要求1所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于:在步骤S1中,所述氢基还原包括如下步骤:

将所述反应原料制成粉状,与氢基还原气体经加热预处理后一同喷入闪速还原反应管道内,控制所述闪速还原反应管道内的温度为900~1500℃,使所述氢基还原气体和粉状的所述反应原料在所述闪速还原反应管道内下降的过程中完成闪速还原反应;所述闪速还原反应管道下部连通熔分装置,设置所述熔分装置内的温度为1550~1700℃,在所述熔分装置中收集得到还原合金。

5. 根据权利要求1所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于:步骤S1中所述的混合物由铁矿石、铌铁矿、铜砂、石英砂、硼砂按照质量比82:2:1:8:8.6混合而成;当步骤S1中所述的反应原料仅为铁矿石时,步骤S1中加入的铁矿石与步骤S2中加入的铌、铜、硼铁和硅铁的质量比为119:1.5:1:9:8。

6. 根据权利要求1所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于:在步骤S2中,所述合金化处理前还包括去除杂质处理,所述合金化的处理温度为1350~1600℃。

7. 根据权利要求1所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于:在步骤S2中,所述精炼钢液的组成成分及其质量百分比为: $78.8\% \leq \text{Fe} \leq 94.2\%$ 、 $6.5\% \leq \text{Si} \leq 11.2\%$ 、 $1.6 \leq \text{B} \leq 2.8\%$ 、 $1.5 \leq \text{Nb} \leq 2.5\%$ 、 $0.6 \leq \text{Cu} \leq 1.8\%$ 、 $\text{P} \leq 0.01\%$ 、 $\text{C} \leq 0.005\%$ 、 $\text{S} \leq 0.01\%$ 、 $\text{Mn} \leq 0.015\%$ 、 $\text{Ti} \leq 0.005\%$ 、 $\text{Al} \leq 0.005\%$ 。

8. 根据权利要求1所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其特征在于:在步骤S3中,采用所述单辊旋淬法时,设置铜辊线速度为20~60m/s,得到的所述FeSiBNbCu非晶带材的厚度为15~50μm。

9. 一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金,其特征在于:所述FeSiBNbCu纳米晶软磁合金根据

权利要求1~8中任一权利要求所述的制备方法制备得到;所述FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的化学式为 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Nb}_d\text{Cu}_e\text{M}_f$ ,其中M为C、S、Mn、Ti、Al、P中的一种或多种混合,下标a、b、c、d、e、f分别表示各组成成分的原子百分含量,且满足下述条件: $71 \leq a \leq 80$ 、 $8 \leq b \leq 15$ 、 $7 \leq c \leq 14$ 、 $1 \leq d \leq 6$ 、 $0.5 \leq e \leq 2$ 、 $f \leq 0.05$ 、 $a+b+c+d+e+f=100$ 。

10. 根据权利要求9所述的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金,其特征在于:所述FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的饱和磁感应强度 $\geq 1.23\text{T}$ ,矫顽力 $\leq 1.2\text{A/m}$ ,1KHz下有效磁导率 $\geq 100000$ 。

## FeSiBNbCu纳米晶软磁合金及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及纳米晶软磁材料制备技术领域,尤其涉及一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 非晶软磁合金以其高饱和磁感应强度、低矫顽力、低损耗等优异的软磁性能,被广泛应用于各种电力电子元器件中。但是,由于非晶态合金具有热力学上的不稳定态,其在较高温度使用时会析出晶粒粗大的晶体相,导致其矫顽力急剧增大;且非晶软磁合金的软磁性能会随使用频率的升高发生一定程度的恶化,其饱和磁感应强度也逐渐难以满足当前对电力电子器件的高要求,进而导致非晶软磁合金的应用受限。

[0003] 针对非晶软磁合金在应用中存在的问题,研究者通过对非晶合金的热处理工艺进行调控,在非晶基体中析出纳米颗粒,研发出了纳米晶软磁合金。与非晶软磁合金相比,纳米晶软磁合金内形成的纳米双相复合结构能够进一步提高饱和磁感应强度和磁导率,因而受到研究者的广泛关注。

[0004] 公开号为CN104485192A的专利提供了一种铁基非晶纳米晶软磁合金及其制备方法,该铁基非晶纳米晶软磁合金由铁、硅、硼、铜、铌构成,通过将工业纯铁、工业多晶硅、工业硼铁、工业铌铁、电解铜按预设的顺序和配比加入熔炼炉中熔炼成母合金,再采用单辊急冷制带法将其制成非晶薄带,经纳米晶化处理后制备而成。然而,尽管该专利中使用的是工业用原材料,但其仍具有相对较高的成本,且原料纯度不足,其含有的较多杂质还会影响非晶合金的形成,进而导致制得的软磁材料的成分及性能受限于原料的种类与纯度。同时,该专利在熔炼过程中需要进行非常复杂的温度控制,工艺过于繁琐,容易出现熔炼温度不均匀的问题,影响产品性能。因此,如何对现有的铁基纳米晶软磁材料的制备方法进行改进,以使其具有更低的成本和更高的可控性,已成为当前的研究重点。

[0005] 为了提高产品成分的可控性,公开号为CN111001767A的专利提供了一种高饱和磁感应强度铁基非晶软磁合金及其制备方法,利用铁矿石经高炉炼铁、转炉吹炼或利用废钢经电炉熔炼得到初炼钢液;再对初炼钢液进行炉外精炼,进一步脱氧、脱硫、去除夹杂物,控制残余元素的含量,并进行合金成分微调,得到精炼钢液;然后利用单辊旋淬技术将其制成非晶带材,经热处理后得到铁基非晶软磁合金。然而,该专利中采用的高炉炼铁、转炉吹炼或电炉熔炼的方式单次产量过高,不符合软磁产品的实际需求;且这些冶炼方式对原料的成分有非常高的要求,如P、S、Cu、碱金属等高炉炼铁过程的有害元素的含量都需要被严格控制,不仅无法充分利用铁矿石种类和冶炼方式的多样性,成分设计单一,还需要在制备过程中对钢液进行复杂的脱硫、脱氧处理,在出钢过程中再添加含量较高的硅铁、硼铁、磷铁等高成本原料,整体存在操作工序复杂、操作时间长且生产成本和生产能耗大等问题。

[0006] 有鉴于此,有必要设计一种改进的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,以解决上述问题。

## 发明内容

[0007] 针对上述现有技术的不足,本发明的目的在于提供一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金及其制备方法。通过采用氢基还原的方式对反应原料进行还原熔炼,并通过熔融除渣除去精炼钢液中的杂质,再利用合金化有效控制精炼钢液的成分,经单辊旋淬制成非晶带材后,在高于晶化温度的条件下进行热处理,得到FeSiBNbCu纳米晶软磁合金,从而有效利用冶金工艺与纳米晶软磁合金成型工艺之间的协同作用,在精确控制冶炼条件及合金成分的基础上有效简化工艺流程,并大幅降低生产成本,在保证制得的纳米晶软磁合金具有优异软磁性能的同时以较低的成本实现大规模高效生产,以满足工业化生产与应用的需求。

[0008] 为实现上述发明目的,本发明提供了一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,包括如下步骤:

[0009] S1、以铁矿石或含有铁矿石、铌铁矿、铜砂、硼砂的混合物作为反应原料,采用氢基还原的方式对所述反应原料进行还原熔炼,得到还原合金;

[0010] S2、对步骤S1得到的所述还原合金进行熔融除渣并合金化,得到精炼钢液;当步骤S1中所述反应原料仅为铁矿石时,所述熔融除渣后还加入了铌、铜、硼铁和硅铁进行所述合金化;

[0011] S3、采用单辊旋淬法对步骤S2得到的所述精炼钢液进行快速冷却,得到FeSiBNbCu非晶带材;

[0012] S4、以高于晶化温度的保温温度对步骤S3得到的所述FeSiBNbCu非晶带材进行热处理,得到FeSiBNbCu纳米晶软磁合金。

[0013] 作为本发明的进一步改进,在步骤S4中,所述热处理的方式为等温热处理,所述保温温度为500~600℃,保温时间为10~180min。

[0014] 作为本发明的进一步改进,在步骤S1中,所述氢基还原包括如下步骤:

[0015] 将所述反应原料造球、干燥后置于还原装置中,将氢基还原气体以预定速度通入还原反应装置内,控制所述还原反应装置内的温度为900~1300℃,反应完成后,将得到的反应产物再破碎、磁选、熔分,得到还原合金。

[0016] 作为本发明的进一步改进,所述氢基还原气体通入所述还原反应装置内的速度为1~4L/min。

[0017] 作为本发明的进一步改进,在步骤S1中,所述氢基还原包括如下步骤:

[0018] 将所述反应原料制成粉状,与氢基还原气体经加热预处理后一同喷入闪速还原反应管道内,控制所述闪速还原反应管道内的温度为900~1500℃,使所述氢基还原气体和粉状的所述反应原料在所述闪速还原反应管道内下降的过程中完成闪速还原反应;所述闪速还原反应管道下部连通熔分装置,设置所述熔分装置内的温度为1550~1700℃,在所述熔分装置中收集得到还原合金。

[0019] 作为本发明的进一步改进,步骤S1中所述的混合物由铁矿石、铌铁矿、铜砂、石英砂、硼砂按照质量比82:2:1:8:8.6混合而成;当步骤S1中所述的反应原料仅为铁矿石时,步骤S1中加入的铁矿石与步骤S2中加入的铌、铜、硼铁和硅铁的质量比为119:1.5:1:9:8。

[0020] 作为本发明的进一步改进,在步骤S2中,所述合金化处理前还包括去除杂质处理,所述合金化的处理温度为1350~1600℃。

[0021] 作为本发明的进一步改进,在步骤S2中,所述精炼钢液的组成成分及其质量百分

比为： $78.8\% \leq \text{Fe} \leq 94.2\%$ 、 $6.5\% \leq \text{Si} \leq 11.2\%$ 、 $1.6 \leq \text{B} \leq 2.8\%$ 、 $1.5 \leq \text{Nb} \leq 2.5\%$ 、 $0.6 \leq \text{Cu} \leq 1.8\%$ 、 $\text{P} \leq 0.01\%$ 、 $\text{C} \leq 0.005\%$ 、 $\text{S} \leq 0.01\%$ 、 $\text{Mn} \leq 0.015\%$ 、 $\text{Ti} \leq 0.005\%$ 、 $\text{Al} \leq 0.005\%$ 。

[0022] 作为本发明的进一步改进，在步骤S3中，采用所述单辊旋淬法时，设置铜辊线速度为20~60m/s，得到的所述FeSiBNbCu非晶带材的厚度为15~50 $\mu\text{m}$ 。

[0023] 为了实现上述发明目的，本发明还提供了一种根据上述制备方法制备得到的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金；所述FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的化学式为 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Nb}_d\text{Cu}_e\text{M}_f$ ，其中M为C、S、Mn、Ti、Al、P中的一种或多种混合，下标a、b、c、d、e、f分别表示各组成成分的原子百分含量，且满足下述条件： $71 \leq a \leq 80$ 、 $8 \leq b \leq 15$ 、 $7 \leq c \leq 14$ 、 $1 \leq d \leq 6$ 、 $0.5 \leq e \leq 2$ 、 $f \leq 0.05$ 、 $a+b+c+d+e+f=100$ 。

[0024] 作为本发明的进一步改进，所述FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的饱和磁感应强度 $\geq 1.23\text{T}$ ，矫顽力 $\leq 1.2\text{A/m}$ ，1KHz下有效磁导率 $\geq 100000$ 。

[0025] 本发明的有益效果是：

[0026] (1) 本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法，能够以含有铁矿石、钕铁矿、铜砂、硼砂的混合物作为反应原料，通过氢基还原的方式对其进行还原熔炼，并通过熔融除渣除去精炼钢液中的杂质，利用微合金化有效控制精炼钢液的成分。基于此，本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备过程不需要进行脱磷、脱氧等复杂的除杂过程，还能够保证获得成分可控的精炼钢液，不仅简化了工艺流程，还降低了对原料的限制，从而在保证产品质量的同时大幅降低成本与能耗。在此基础上，本发明通过对得到的精炼钢液进行单辊旋淬处理，再将得到的非晶带材在高于晶化温度的保温状态下进行热处理，即可得到具有优异软磁性能的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金，整体过程流程短，纳米晶软磁产品能够一次成型，大幅简化了工艺流程，并进一步降低了生产成本与能耗、提高了生产效率，能够实现大规模工业化生产。且本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法单次产量可控，更能满足实际生产与应用的需求。

[0027] (2) 本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法充分利用了冶金工艺与纳米晶软磁合金成型工艺之间的协同作用，能够在精确控制冶炼条件及合金成分的基础上，有效简化工艺流程，并大幅降低生产成本。并且，本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法能够对制备过程中的工艺参数及产品的成分进行精确控制，产品质量并不依赖于原料质量，因而对原料纯度的要求较低、限制较少，能够在保证制得的纳米晶软磁合金具有优异软磁性能的同时以较低的成本实现高效生产，具有较高的应用价值。

[0028] (3) 本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法能够通过控制还原熔炼、微合金化及单辊旋淬处理等过程的参数控制，对FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的成分及其性能进行精确有效的调控。基于本发明提供的制备方法制得的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金，其磁感应强度 $\geq 1.23\text{T}$ ，矫顽力 $\leq 1.2\text{A/m}$ ，1KHz下有效磁导率 $\geq 100000$ ，具有优异的软磁性能，能够满足实际应用的需求。

## 附图说明

[0029] 图1为本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备流程示意图。

[0030] 图2为实施例1制备的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的XRD图谱。

[0031] 图3为实施例1制备的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的磁滞回线。

[0032] 图4为实施例1制备的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的有效磁导率随频率变化图。

### 具体实施方式

[0033] 为了使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚,下面结合附图和具体实施例对本发明进行详细描述。

[0034] 在此,还需要说明的是,为了避免因不必要的细节而模糊了本发明,在附图中仅仅示出了与本发明的方案密切相关的结构和/或处理步骤,而省略了与本发明关系不大的其他细节。

[0035] 另外,还需要说明的是,术语“包括”、“包含”或者其任何其他变体意在涵盖非排他性的包含,从而使得包括一系列要素的过程、方法、物品或者设备不仅包括那些要素,而且还包括没有明确列出的其他要素,或者是还包括为这种过程、方法、物品或者设备所固有的要素。

[0036] 本发明提供了一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,其流程示意图如图1所示,包括如下步骤:

[0037] S1、以铁矿石或含有铁矿石、钕铁矿、铜砂、硼砂的混合物作为反应原料,采用氢基还原的方式对所述反应原料进行还原熔炼,得到还原合金;

[0038] S2、对步骤S1得到的所述还原合金进行熔融除渣并合金化,得到精炼钢液;当步骤S1中所述反应原料仅为铁矿石时,所述熔融除渣后还加入了钕、铜、硼铁和硅铁进行所述合金化;

[0039] S3、采用单辊旋淬法对步骤S2得到的所述精炼钢液进行快速冷却,得到FeSiBNbCu非晶带材;

[0040] S4、以高于晶化温度的保温温度对步骤S3得到的所述FeSiBNbCu非晶带材进行热处理,得到FeSiBNbCu纳米晶软磁合金。

[0041] 在步骤S1中,所述氢基还原包括如下步骤:

[0042] 将所述反应原料造球、干燥后置于还原装置中,将氢基还原气体以预定速度通入还原反应装置内,控制所述还原反应装置内的温度为900~1300℃,反应完成后,将得到的反应产物再破碎、磁选、熔分,得到还原合金。

[0043] 所述氢基还原气体通入所述还原反应装置内的速度为1~4L/min。

[0044] 所述氢基还原还可以包括如下步骤:

[0045] 将所述反应原料制成粉状,与氢基还原气体经加热预处理后一同喷入闪速还原反应管道内,控制所述闪速还原反应管道内的温度为900~1500℃,使所述氢基还原气体和粉状的所述反应原料在所述闪速还原反应管道内下降的过程中完成闪速还原反应;所述闪速还原反应管道下部连通熔分装置,设置所述熔分装置内的温度为1550~1700℃,在所述熔分装置中收集得到还原合金。

[0046] 步骤S1中所述的混合物由铁矿石、钕铁矿、铜砂、石英砂、硼砂按照质量比82:2:1:8:8.6混合而成;当步骤S1中所述的反应原料仅为铁矿石时,步骤S1中加入的铁矿石与步骤S2中加入的钕、铜、硼铁和硅铁的质量比为119:1.5:1:9:8。

[0047] 在步骤S2中,所述合金化处理前还包括去除杂质处理,所述合金化的处理温度为1350~1600℃;所述精炼钢液的组成成分及其质量百分比为:78.8%≤Fe≤94.2%、6.5%

$\leq \text{Si} \leq 11.2\%$ 、 $1.6 \leq \text{B} \leq 2.8\%$ 、 $1.5 \leq \text{Nb} \leq 2.5\%$ 、 $0.6 \leq \text{Cu} \leq 1.8\%$ 、 $\text{P} \leq 0.01\%$ 、 $\text{C} \leq 0.005\%$ 、 $\text{S} \leq 0.01\%$ 、 $\text{Mn} \leq 0.015\%$ 、 $\text{Ti} \leq 0.005\%$ 、 $\text{Al} \leq 0.005\%$ 。

[0048] 在步骤S3中,采用所述单辊旋淬法时,设置铜辊线速度为20~60m/s,得到的所述FeSiBNbCu非晶带材的厚度为15~50 $\mu\text{m}$ 。

[0049] 在步骤S4中,所述热处理的方式为等温热处理,所述保温温度为500~600 $^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为10~180min。

[0050] 本发明还提供了一种根据上述制备方法制备得到的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金;所述FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的化学式为 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{Nb}_d\text{Cu}_e\text{M}_f$ ,其中M为C、S、Mn、Ti、Al、P中的一种或多种混合,下标a、b、c、d、e、f分别表示各组成成分的原子百分含量,且满足下述条件: $71 \leq a \leq 80$ 、 $8 \leq b \leq 15$ 、 $7 \leq c \leq 14$ 、 $1 \leq d \leq 6$ 、 $0.5 \leq e \leq 2$ 、 $f \leq 0.05$ 、 $a+b+c+d+e+f=100$ 。

[0051] 所述FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的饱和磁感应强度 $\geq 1.23\text{T}$ ,矫顽力 $\leq 1.2\text{A/m}$ ,1KHz下有效磁导率 $\geq 100000$ 。

[0052] 下面结合具体的实施例对本发明提供的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金及其制备方法进行说明。

[0053] 实施例1

[0054] 本实施例提供了一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,包括如下步骤:

[0055] S1、以铁矿石为反应原料,采用氢基还原的方式,将铁矿石制成粉状,与载气 $\text{N}_2$ 混合后,再与氢基还原气体 $\text{H}_2$ 经加热预处理后一同喷入闪速还原反应管道中,控制闪速还原反应管道内的温度为反应温度为1100 $^{\circ}\text{C}$ ,反应2.0s后,进入与闪速还原反应管道下部连通的熔分装置中,在1600 $^{\circ}\text{C}$ 下收集得到还原铁粉;其中,铁矿石的加料速率为100g/h,载气 $\text{N}_2$ 的流量为0.5L/min,氢基还原气体 $\text{H}_2$ 的流量为3L/min。

[0056] S2、对步骤S1得到的还原铁粉进行熔融除渣及脱硫处理;然后,再加入铌、铜、硼铁和硅铁,在1550 $^{\circ}\text{C}$ 下进行合金化,得到精炼钢液;其中,铁矿石与铌、铜、硼铁和硅铁的质量比为119:1.5:1:9:8;得到的精炼钢液的组成成分及其百分含量包括:Fe 86.84%、Si 7.83%、B 1.98%、Nb 1.97%、Cu 1.34%、P 0.01%、C 0.005%、Mn 0.01%、S 0.008%、Ti 0.003%、Al 0.004%。

[0057] S3、控制钢液温度在1300 $^{\circ}\text{C}$ ,采用单辊旋淬法对步骤S2得到的所述精炼钢液进行快速冷却,设置铜辊线速度为40m/s,得到厚度为24 $\mu\text{m}$ 的FeSiBNbCu非晶带材。

[0058] S4、将步骤S3得到的所述FeSiBNbCu非晶带材置于管式真空退火炉中进行等温热处理,设置保温温度为560 $^{\circ}\text{C}$ ,保温时间为60min,此时保温温度高于晶化温度,得到FeSiBNbCu纳米晶软磁合金,其化学式为 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_9\text{B}_{13.5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ 。

[0059] 在步骤S1中,所述铁矿石可以来源于天然富矿或人造富矿,其磷含量低于0.1wt%。具体到本实施例中,使用的铁矿石的软化开始温度为1157 $^{\circ}\text{C}$ ,软化结束温度为1213 $^{\circ}\text{C}$ ,软化区间为56 $^{\circ}\text{C}$ ,熔滴温度为1479 $^{\circ}\text{C}$ ;该铁矿石的化学组成成分如表1所示。

[0060] 表1铁矿石的化学成分

组成	TFe	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	MgO	CaO	P	Cu	Mn	S	As	Zn	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
wt.%	54.9	0.92	8.25	4.95	3.9	0.76	3.34	0.08	<0.01	0.07	0.02	<0.01	0.02	0.25	0.09

[0062] 经测试,本实施例制备的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的XRD图谱、磁滞回线和有效



磁导率随频率变化图分别如图2-4所示。由图3、图4可以看出,饱和磁感应强度为1.24T,矫顽力为0.8A/m,1KHz下有效磁导率为112000,表明其具有优异的软磁性能,能够满足实际应用的需求。

#### [0063] 实施例2

[0064] 实施例2提供了一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的制备方法,与实施例1相比,不同之处在于步骤S1中将铁矿石、钕铁矿、铜砂、石英砂、硼砂按照质量比82:2:1:8:8.6混合后;同时,在步骤S2中未加入钕、铜、硼铁和硅铁;其余步骤均与实施例1一致,在此不再赘述。

[0065] 经测试,本实施例制备的化学式为 $Fe_{73.5}Si_9B_{13.5}Nb_3Cu_1$ 的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的饱和磁感应强度为1.23T,矫顽力为1.1A/m,1KHz下有效磁导率为108000。

[0066] 根据上述实施例可以看出,本发明提供的方法工艺流程短、生产成本低、参数可控性强,能够满足大规模工业化生产的需求;且按照本发明提供的方法制备的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金均具有优异的软磁性能,能够满足实际应用的需求。

[0067] 同时,需要说明的是,本领域技术人员应当理解,在步骤S1中,氢基还原的方式还可以是将铁矿石与钕铁矿、铜砂、硼砂的混合物造球、干燥后置于还原装置中,将氢基还原气体 $H_2$ 以2L/min的速度通入还原反应装置内,并控制还原反应装置内的温度为1200℃,反应完成后,将得到的反应产物再破碎、磁选、熔分,得到还原合金;在步骤S2中,合金化的处理温度可以根据需要在1350~1600℃之间进行调整;在步骤S3中,铜辊线速度可以在20~60m/s之间进行调整;在步骤S4中,热处理的保温温度可以在500~600℃之间进行调整,保温时间可以在10~180min之间进行调整,均属于本发明的保护范围。

[0068] 并且,基于上述制备工艺的调控,能够使步骤S2制得的精炼钢液的组成成分及其质量百分比调节为: $78.8\% \leq Fe \leq 94.2\%$ 、 $6.5\% \leq Si \leq 11.2\%$ 、 $1.6\% \leq B \leq 2.8\%$ 、 $1.5\% \leq Nb \leq 2.5\%$ 、 $0.6\% \leq Cu \leq 1.8\%$ 、 $P \leq 0.01\%$ 、 $C \leq 0.005\%$ 、 $S \leq 0.01\%$ 、 $Mn \leq 0.015\%$ 、 $Ti \leq 0.005\%$ 、 $Al \leq 0.005\%$ ;进而使制得的FeSiBNbCu纳米晶软磁合金的化学式为 $Fe_aSi_bB_cNb_dCu_eM_f$ ,其中M为C、S、Mn、Ti、Al、P中的一种或多种混合,下标a、b、c、d、e、f分别表示各组成成分的原子百分含量,且满足下述条件: $71 \leq a \leq 80$ 、 $8 \leq b \leq 15$ 、 $7 \leq c \leq 14$ 、 $1 \leq d \leq 6$ 、 $0.5 \leq e \leq 2$ 、 $f \leq 0.05$ 、 $a+b+c+d+e+f=100$ 。

[0069] 综上所述,本发明提供了一种FeSiBNbCu纳米晶软磁合金及其制备方法。该制备方法以铁矿石或含有铁矿石、钕铁矿、铜砂、硼砂的混合物作为反应原料,采用氢基还原的方式对反应原料进行还原熔炼,得到的还原合金经熔融除渣、合金化,形成精炼钢液;再采用单辊旋淬法快速冷却精炼钢液,制得FeSiBNbCu非晶带材;在高于晶化温度的条件下进行热处理后,得到FeSiBNbCu纳米晶软磁合金。本发明能够有效利用冶金工艺与纳米晶软磁合金成型工艺之间的协同作用,在精确控制冶炼条件的基础上有效简化工艺流程,控制杂质含量,并精确控制纳米晶软磁合金的成分,大幅降低生产成本,在保证制得的纳米晶软磁合金具有优异软磁性能的同时以低成本实现大规模高效生产,满足工业化生产与应用的需求。

[0070] 以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换,而不脱离本发明技术方案的精神和范围。

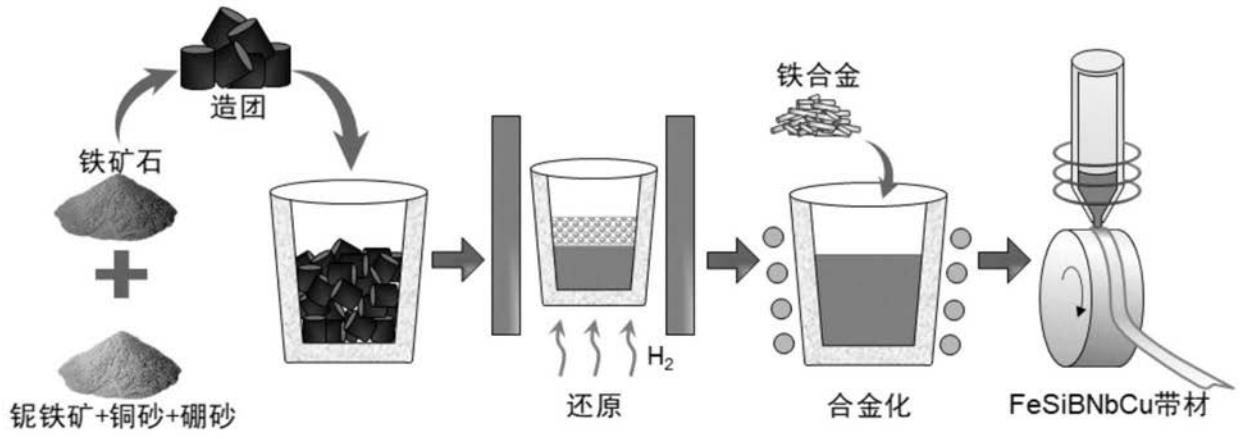


图1

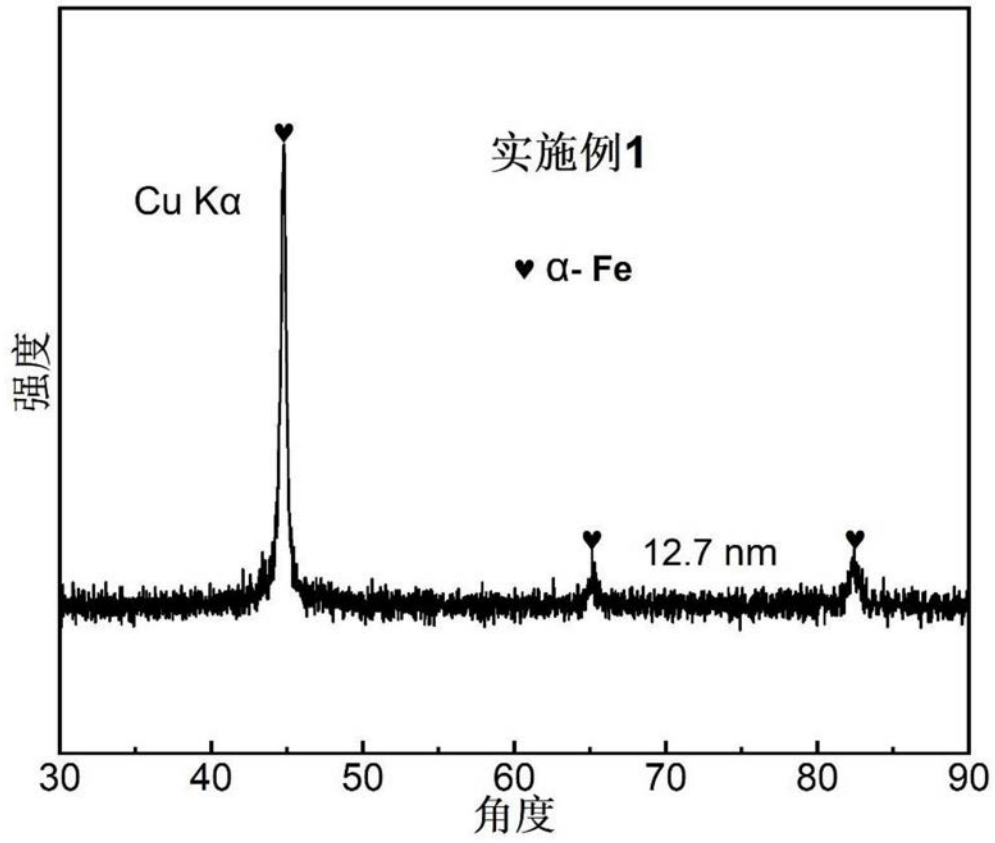


图2

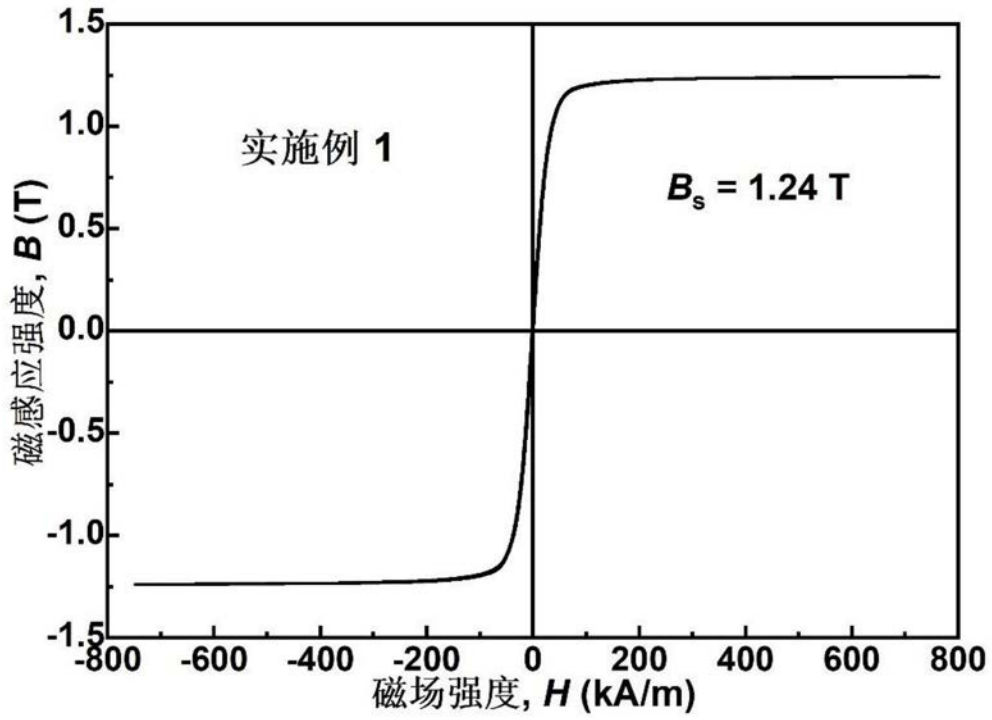


图3

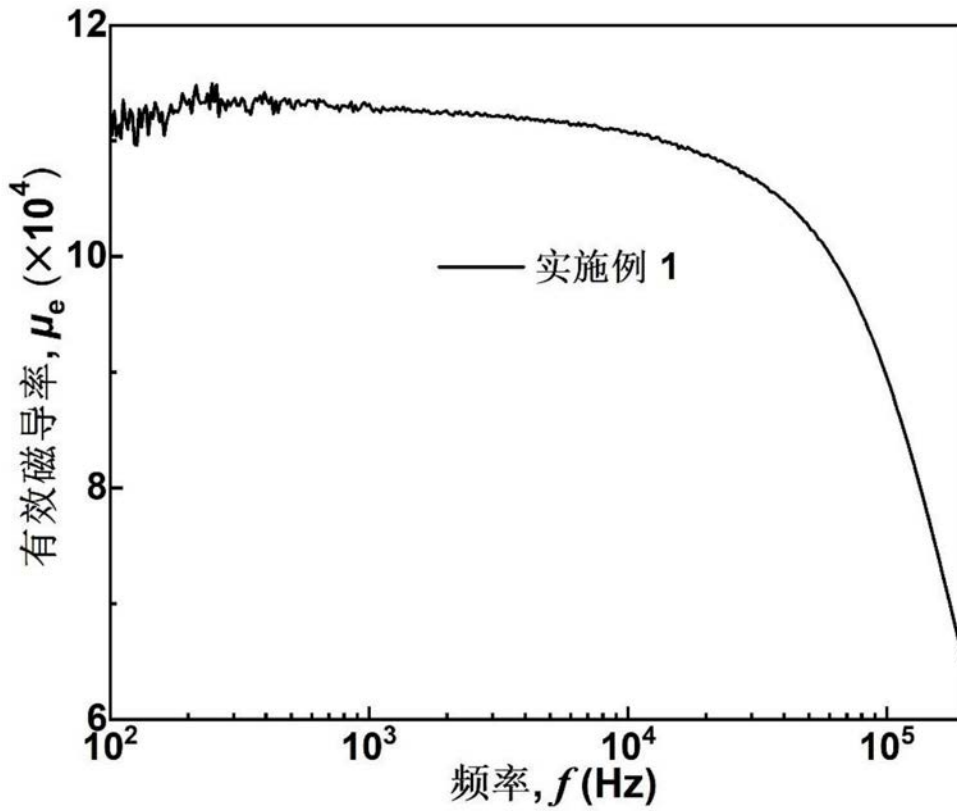


图4