



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **67833**

(13) **U**

(51) МПК

**B22F 1/02** (2006.01)

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2011 08798**

(22) Дата подання заявки: **12.07.2011**

(24) Дата, з якої є чинними  
права на корисну  
модель: **12.03.2012**

(46) Публікація відомостей  
про видачу патенту: **12.03.2012, Бюл.№ 5**

(72) Винахідник(и):

**Панасюк Ольга Олександрівна (UA),**

**Бошицька Наталія Віталіївна (UA),**

**Власова Оксана Василівна (UA),**

**Апінінська Лариса Михайлівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ**

**МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ІМ.**

**І.М.ФРАНЦЕВИЧА НАН УКРАЇНИ,**

вул. Кржижанівського, 3, м. Київ-142, 03680,  
Україна (UA)

## (54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ФЕРОМАГНІТНОГО ПОРОШКУ З КОБАЛЬТ-ФОСФОРНИМ ПОКРИТТЯМ

(57) Реферат:

Спосіб отримання феромагнітного порошку з кобальт-фосфорним покриттям, при якому залізний порошок фракції 250-320 мкм вводиться при підвищеній температурі 90-92 °С в розчин солей кобальту, гіпофосфіту натрію, лимоннокислого натрію та хлористого амонію і аміаку для корекції значення рН=8,0-9,0 із таким співвідношенням компонентів, г/л:  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 10-30,  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  - 15-50,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  - 10-50,  $\text{NH}_4\text{OH}$  - 5-30,  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  - 75-100, з наступним відпалюванням у захисному середовищі.

**UA 67833 U**



Корисна модель належить до порошкової металургії та може бути використана при отриманні вихідних феромагнітних порошків для виготовлення виробів електротехнічного призначення, побутової техніки, електротехніки та машинобудування, що працюють у змінних магнітних полях.

Відомий спосіб отримання порошку з багатошаровим покриттям товщиною від 0,01 до 20 мкм, у тому числі і шару металічного кобальту (Патент Японії 7090310, МПК В22F 1/02, С09D 11/00, С23С 18/00, "Порошок із багатошаровою плівкою на поверхні і спосіб його покриття" від 04.04.1995).

Недоліком цього способу є складність контролю за рівномірністю розподілу та хімічним складом покриття на частинці порошку.

Найбільш близький до способу, що заявляється, є спосіб отримання феромагнітного порошку із нанесеним покриттям із високою намагніченістю для магнітного запису (Патент Японії 62-2106101, МПК Н01F 1/02, В22F 1/02, С01G 49/00, G11В 5/712, "Феромагнітний порошок" від 16.09.1987). Суть способу полягає у тому, що до порошку  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (100 г) додавали: 10 л води  $\text{H}_2\text{O}$ , 130 г сульфату кобальту  $\text{CoSO}_4$ , 400 г лимоннокислого натрію  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ , 150 г гіпофосфіту натрію  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$ , 210 г борної кислоти  $\text{H}_3\text{BO}_3$  і каустичної соди  $\text{NaOH}$  (для створення  $\text{pH}=9,0$ ) та диспергували. Розчин витримували при температурі  $40^\circ\text{C}$  з використанням ксенонової лампи протягом 5 год. Отриманий порошок промивали та висушували.

Недоліком способу є складність контролю проходження фотокаталітичної реакції при нагріванні і тим самим контролю товщини покриття.

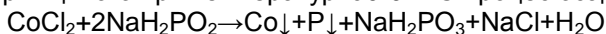
В основу корисної моделі поставлено задачу отримання феромагнітного порошку з кобальт-фосфорним покриттям із розчину солей з підвищеними магнітними властивостями.

Поставлена задача вирішується шляхом отримання на поверхні вихідних частинок заліза кобальт-фосфорного покриття з використанням реакції відновлення солей.

Суть корисної моделі полягає в тому, що залізний порошок фракції 250-320 мкм вводиться при підвищеній температурі  $90\text{-}92^\circ\text{C}$  в розчин солей кобальту, гіпофосфіту натрію, лимоннокислого натрію та хлористого амонію і аміаку для корекції значення  $\text{pH}=8,0\text{-}9,0$  із таким співвідношенням компонентів, г/л:  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 10-30,  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  - 15-50,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  - 10-50,  $\text{NH}_4\text{OH}$  - 5-30,  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  - 75-100, з наступним відпалюванням порошку при температурі  $400^\circ\text{C}$  у захисному середовищі.

Для проведення реакції осадження кобальт-фосфорного покриття на частинки залізного порошку необхідно використовувати водний розчин, що містить: 1) сіль кобальту ( $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 2) гіпофосфіт натрію  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  - як відновник, 3) лимоннокислий натрій - як комплексоутворювач, 4) хлористий амоній та аміак - для отримання у розчині  $\text{pH}=8,0\text{-}9,0$ .

При зануренні залізного порошку марки ПЖР 3.200.28 фракції 250-320 мкм у розчин солей і витримці його при температурі  $90\text{-}92^\circ\text{C}$  процес осадження кобальту проходить згідно реакції:



Одночасно з осадженням металевого кобальту протікає побічна реакція розкладення гіпофосфіту натрію з виділенням фосфору. Основні фактори, що впливають на перебіг реакцій і осадження покриття на частинки залізного порошку є хімічний склад розчину, концентрація компонентів та температура середовища. При проходженні даної реакції каталізатором процесу є залізо, яке покривається покриттям. Плівка покриття на залізному порошку, що утворюється в процесі реакції відновлення, містить 92-96 мас. % кобальту та 4-8 мас. % фосфору.

Суть способу, що пропонується, відображають наступні приклади:

Приклад 1. При концентрації солі  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  у розчині 10 г/л швидкість процесу осадження покриття на частинках залізного порошку дорівнює 5 мкм/год. При концентрації солі  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  у межах 30-40 г/л - швидкість осадження досягає 6 мкм/год. Таким чином зміна концентрації вихідної солі кобальту  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  у розчині від 10 до 30 г/л несуттєво впливає на швидкість осадження кобальт-фосфору.

Приклад 2. При вмісті у розчині гіпофосфіту натрію  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  у кількості менше 12 г/л реакція відновлення кобальту не відбувається. При збільшенні концентрації  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  починається процес відновлення і максимальна швидкість осадження досягається при концентрації 40-50 г/л.

Приклад 3. Хімічна реакція відновлення починається при наявності в розчині 75 г/л лимоннокислого натрію  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ . Збільшення його кількості до 100 г/л дозволяє збільшити термін придатності розчину і отримати рівномірне по товщині покриття.

Приклад 4. При роботі з хлористими солями кобальту в лужних розчинах, які містять аміак і хлористий амоній  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , утворюється комплексна сіль гексаамінокобальтхлориду  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ , що дозволяє отримувати розчин із збільшеним терміном придатності і утворювати щільні покриття на залізному порошку.

Приклад 5. При концентрації хлористого амонію  $\text{NH}_4\text{Cl}$  у розчині 10 г/л швидкість утворення покриття не перевищує 3 мкм/год. При концентрації  $\text{NH}_4\text{Cl}$  50 г/л швидкість процесу досягає 6 мкм/год. з утворенням на заліжному порошку рівномірної плівки покриття.

Товщина плівки покриття на заліжному порошку регулюється фактором часу.

- 5 В таблиці 1 наведені дані залежності товщини кобальт-фосфорного покриття від часу проведення процесу відновлення у оптимальному складі робочого розчину.

Таблиця 1

Оптимальний склад розчину, г/л	Товщина покриття в залежності від часу витримки, мкм		
	120 хв	150 хв	240 хв
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - 30	12	14	18
$\text{NaH}_2\text{PO}_2$ - 40-50			
$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ - 100			
$\text{NH}_4\text{Cl}$ - 40-50			

Отриманий порошок має магнітні властивості представлені в таблиці 2

10

Таблиця 2

Склад матеріалу	Товщина покриття, мкм	$H_c$ , Э	$\sigma_s$ , $\text{A} \cdot \text{m}^2/\text{кг}$
Fe-Co-P	12	7,60	203
Fe-Co-P	15	8,35	215
*	**	892	69,4

\* - по прототипу, \*\* - покриття порошку складало 20,1 мас. % магнітного металу і 1,8 мас. % фосфору,  $H_c$  - коерцитивна сила (ерстеди),  $\sigma_s$  - намагніченість насичення.

Магнітні властивості отриманих порошоків з покриттям перевищують магнітні властивості порошку прототипу, а саме: на два порядки перевищують коерцитивну силу і на порядок його магнітну насиченість.

- 15 Для контролю електричних і магнітних характеристик матеріалу з отриманих порошоків, були виготовлені дослідні зразки у вигляді кілець розміром  $35 \times 25 \times 5$  мм, які пресували при тиску 800 МПа і спікали при температурі 1100 та 1200 °С в захисному середовищі (водень та вакуум) з витримкою 120 хв.

- 20 В таблиці 3 приведені фізичні властивості дослідних зразків, виготовлених із отриманих порошоків з покриттям та вихідного порошку заліза.

Таблиця 3

Склад матеріалу	Товщина покриття, мкм	Спінання при 1100 °С			Відпал при 1200 °С		
		$\rho$ , Ом·м	$B_{2500}$ , Т	$P_{1,0/50}$ , Вт/кг	$\rho$ , Ом·м	$B_{2500}$ , Т	$P_{1,0/50}$ , Вт/кг
Fe	0	13,2	1,30	38,6	13,2	1,35	36,6
Fe-Co-P	12	34,6	1,29	19,2	33,2	1,40	18,9
Fe-Co-P	18	36,3	1,40	18,0	37,3	1,50	17,4

$\rho$  - електричний опір,  $B_{2500}$  - індукція у магнітному полі 2500 А/м,  $P_{1,0/50}$  - питомі магнітні втрати при індукції 1,0 Т та частоті 50 Гц.

- 25 Таким чином, запропонований спосіб отримання залізного порошку з кобальт-фосфорним покриттям дозволяє поліпшити магнітні характеристики отриманого матеріалу в змінному полі промислової частоти за рахунок створення структури зі збільшеним електроопором.

Рекомендуємо заявлений матеріал використовувати для виготовлення виробів для електротехніки, машинобудівництва та побутової техніки, що працюють у вигляді магнітопроводів, статорів та роторів у змінних полях у діапазоні частот 50-400 Гц.

30

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб отримання феромагнітного порошку з кобальт-фосфорним покриттям із розчину солей, який **відрізняється** тим, що залізний порошок фракції 250-320 мкм вводиться при підвищеній температурі 90-92 °С в розчин солей кобальту, гіпофосфіту натрію, лимоннокислого натрію та хлористого амонію і аміаку для корекції значення рН=8,0-9,0 із таким співвідношенням компонентів, г/л:  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 10-30,  $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  - 15-50,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  - 10-50,  $\text{NH}_4\text{OH}$  - 5-30,  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  - 75-100, з наступним відпалюванням у захисному середовищі.

---

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601