

用 X 射线衍射法研究铁基非晶材料的结构

孙时荃 梁跃芝 周晓波 石松跃

(上海钢铁研究所)

本文用 X 射线衍射法针对铁基非晶材料,研究了析出晶粒的结晶度、析出 α -Fe 微晶尺寸、高频损耗等参数与退火温度之间的关系,得到了使铁基非晶材料高频损耗达最小值的重要结构参数范围,为机制研究和工艺控制提供了十分有用的信息。

为了获得性能优良的非晶材料,研究材料结构对性能(如损耗)的影响是当前国内外研究的重要课题^[1,2]。文献[2]对非晶材料局部晶化进行了探讨,并指出若能控制析出相、结晶度和晶粒大小,就有可能获得性能优良的磁性材料。然而,该文的研究结果没有给出结晶度和晶粒尺寸的范围,也没有给出这些参数与工艺参数(如退火温度)及损耗之间的关系。为此本文针对铁基非晶材料,测定了结晶度和微晶尺寸的范围,研究了这些结构参数以及高频损耗与退火温度之间的关系。结果表明,当材料的结构参数处于某一范围时,这种非晶材料将具有低的高频损耗。

一、实 验

1. 样品制备和实验条件

以本所研制的 $\text{Fe}_{80.4}\text{Si}_{6.6}\text{B}_{12.9}\text{Al}_{0.1}$ 非晶薄带为样品,在保护气氛(Ar)中退火,除去应力。选取了 10 种退火温度(见表 1,保温时间皆为 1800s),从而获得了不同结晶度的试样。实验采用日本理学电机 D-9C 衍射仪, Cu 阳极,管压 40kV,管流 30mA,联用石墨单色器、闪烁计数管、狭缝系统(D.S.1°, S.S.1°, R.S.3 × 10⁻⁴ m, R.S.M.3 × 10⁻⁴ m),扫描速度 $2\theta = 0.25^\circ/\text{min} = 0.25 \times 2.90888 \times 10^{-4} \text{rad/s} = 0.72722 \times 10^{-4} \text{rad/s}$,纸速 20mm/min = 0.3 × 10⁻³m/s。

2. 实验方法和计算公式

工作中扣除了空气及样品槽所引起的寄生散射。由于衍射图谱的背底极低,因此对连续辐射和非相干散射引起的“其他背底”可不加扣除。

对于非晶结晶度的测试目前没有一种通用的方法,这是因为一般很难准确地划分结晶衍射峰和非晶散射峰。文献[3]针对铁基非晶材料结晶度的测试,从定义、计算公式、K 值的测定、峰形分离、强度校正等方面进行了系统的研究。计算结晶度 X_c 的公式是

$$X_c = \frac{100}{1 + K \frac{I_A}{I_C}} (\%), \quad (1)$$

式中 I_A 为经分峰后所得非晶散射的总积分强度, I_C 为分峰后所得结晶峰积分强度总和, K 值经实验测定为 1.07^[3]。

采用 Scherrer 公式计算微晶尺寸 D_{hkl} :

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}, \quad (2)$$

式中 D_{hkl} 为垂直于反射面 (hkl) 方向上的平均有效厚度,即平均晶粒大小, λ 为入射 X 射线波长, θ 为布喇格角, β 为单纯由晶粒大小所引起的衍射强度分布曲线半高峰处的真实宽度, K 为常数。

由于试样进行了退火处理,所以谱线的宽化可认为是由晶粒细化所引起。本实验对仪测曲线进行了 K_{a1} 和 K_{a2} 分离,扣除了工具宽化的影响,从而求出单纯由晶粒大小引起的衍射强度分布曲线半高峰处的真实宽度 β ,于是平均晶粒尺寸 D 就可求出。

二、结果及讨论

不同退火温度条件下的结晶度和析出 α -Fe 微晶尺寸的实验结果如表 1 所示。其间的关系曲线如图 1 和图 2 所示。从图 1 可以看出,当 $t < 350^\circ\text{C}$ 时, X_c 不随 t 而变化;当 $t > 350^\circ\text{C}$

时, X_c 随 t 的增大而迅速增大; 当 t 达到 500°C 左右时, 材料几乎完全晶化。从图 2 可知, D 与 t 间的关系可分为三个区域: 在第 I 区 ($t < 350^\circ\text{C}$), D 不随 t 而变化, 微晶增长率 $(\frac{dD}{dt})_I = 0$, 这说明 $t < 350^\circ\text{C}$ 时非晶态是稳定的, 此时的 $X_c \approx 2\%$, D 为 200nm 左右。这是非晶材料在急冷过程中, 由于冷却速度不够等因素而产生的结晶度和微晶晶粒尺寸。在第 II 区 ($350 - 465^\circ\text{C}$), D 随 t 的升高以恒速 $(\frac{dD}{dt})_{II}$ 而长大。在第 III 区 ($t > 465^\circ\text{C}$), D 随 t 的升高而迅速长大, 显然 $(\frac{dD}{dt})_{III} > (\frac{dD}{dt})_{II}$, 当 $t > 495^\circ\text{C}$ 时, D 已大于 1000nm , 材料几乎完全晶化。

在 $B_m = 0.2\text{T}$, $f = 2 \times 10^3\text{Hz}$ 条件下测定的高频损耗 ($\lg P$) 与退火温度的关系, 其结果如图 3 所示。可看到当 $t < 465^\circ\text{C}$ 时, 损耗随

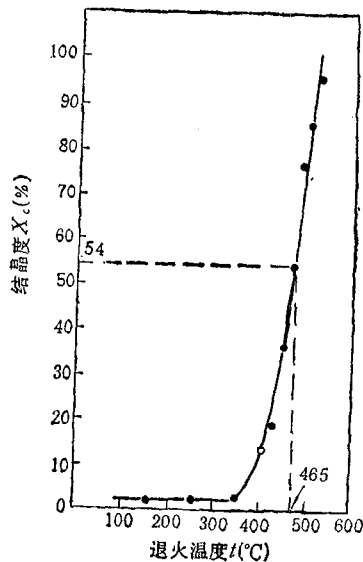


图 1 结晶度与退火温度的关系曲线

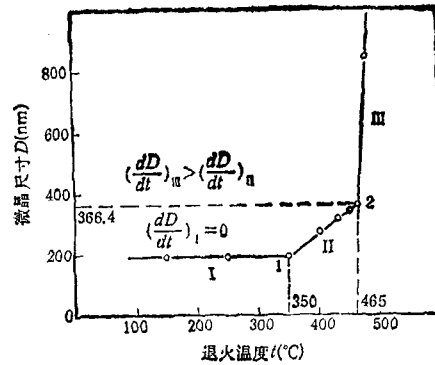


图 2 晶粒尺寸与退火温度的关系曲线

t 的升高而减小; 当 $t = 465^\circ\text{C}$ 时, 损耗达最低值; 当 $t > 465^\circ\text{C}$ 时, 随着 t 的升高损耗又继续增大。

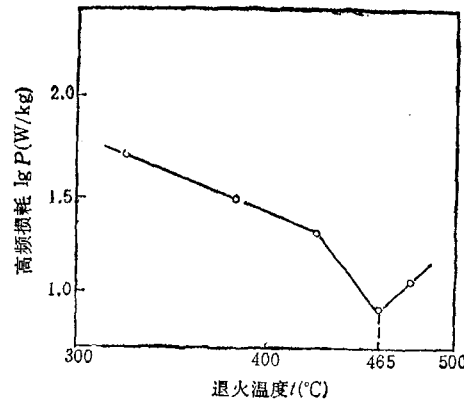


图 3 高频损耗与退火温度的关系曲线

应该指出, 由于决定晶粒尺寸、结晶度、高频损耗的因素较多, 因此由多次实验所得到的这些参数以及它们与退火温度间的关系皆具有统计性质, 也就是说所得数据具有平均的意义。

实验结果还表明, 当 t 在 $400 - 465^\circ\text{C}$ 区间时, D 虽在长大, 但速率较慢, 从 270nm 左右长大为 370nm 左右, 约增长 37% ; 而 X_c 却从 14% 左右快速增大为 54% 左右, 约增长 286% 。

表 1

样品编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
退火温度 t ($^\circ\text{C}$)	150	250	350	400	435	450	465	480	495	525
结晶度 X_c (%)	2	2	2	14	18	36	54	76	85	95
晶粒尺寸 D (nm)	198.5	199.5	198.5	274.8	305.3	335.9	366.4	844.4	>1000	/

(下转第543页)