

Fe₇₃Si₁₅Nb₃B₈Cu₁ 铁芯薄带的热处理工艺研究

杜帅龙¹, 孙继兵¹, 张硕东¹, 王舒¹, 董志鑫¹, 张磊²

(1. 河北工业大学 河北省新型功能材料重点实验室, 天津 300130)

(2. 天津中晟泰新能源科技有限公司, 天津 300401)

摘要: 对用 Finemet 型 Fe₇₃Si₁₅Nb₃B₈Cu₁ 快淬薄带制备的铁芯增加预退火处理, 再在 540 °C 进行晶化退火处理得到退火铁芯, 研究了预处理温度对铁芯薄带的微观结构、力学性能、热力学性能及软磁性能的影响。结果表明, 随着预退火温度的提高, 预退火的薄带及再经晶化退火的薄带的韧性均逐渐降低, 预退火后非晶薄带的第 1 晶化温度变化不大, 而第 2 晶化峰值温度向高温方向偏移, 预退火扩大了非晶薄带晶化退火的温度范围, 有利于获得性能更加稳定的非晶纳米晶薄带; 增加预退火处理的薄带的晶粒分布比直接晶化退火薄带的更均匀, 其中在 450 °C 预退火的薄带经晶化退火后, 晶粒尺寸在 8~15 nm 之间。增加预退火处理的铁芯样品, 其振幅磁导率和比总损耗较直接退火的均有明显改善, 其中经 450 °C 预退火的铁芯具有最大的振幅磁导率 ($\mu_a=8.6 \times 10^4$, $f=10$ kHz) 和最小的交流比总损耗 ($P_{0.5/10 \text{ k}}=8.73$ W/kg), 分别较直接退火的铁芯升高了 16.0%, 下降了 17.0%。

关键词: 非晶纳米晶薄带; 熔体快淬; 热处理; 微观结构; 磁性能

中图分类号: TG132.2⁺71

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)10-3352-07

Finemet 型薄带因具有良好的综合软磁性能而受到各界的青睐^[1,2]。实际的互感器产品往往是用 Finemet 型薄带缠绕成较大尺寸的环形铁芯制造^[3]。快淬薄带在由非晶的亚稳态向稳定的晶态转化时会放出热量, 因此, 大尺寸的铁芯在退火加热时会释放大量的热量, 这将使得铁芯实际的退火温度迅速超过设定的退火温度。虽然在更高的温度下原子的扩散速度加快, 但同时处于更高温度环境的晶粒也将快速长大。当薄带的实际加热温度提升至其二次晶化温度时, 薄带中还将形成铁硼硬磁性相^[4], 这将导致薄带及铁芯软磁性能的急剧下降。因此, 铁芯的晶化退火工艺必须考虑薄带自身晶化放热的影响。

Kobayashi 等人^[5]研究表明, 非晶合金的形核可以发生在 $0.5T_m$ (T_m 为该晶体合金的熔点) 以下的温度, 晶粒的长大速度与温度呈指数增长的关系, 而晶粒长大速度最快的温度约为 $0.8T_m$, 且随着温度的降低, 晶粒长大速度迅速降低。因此, 可以找到一个以形核为主而晶粒长大速度慢的温度范围, 使非晶在结晶形核过程中提前将部分晶化热释放掉, 从而减少其在晶粒长大过程中的晶化放热量, 以避免引起温度突增。范彬等人^[6]对 Fe₇₃Si_{7.5}B_{4.5}P_{9.5}C_{3.5}Cu₂ 非晶合金进行弛豫退火之后, 发现非晶合金内部的结构发生了一定程度

的改变, 再对该非晶合金进行晶化处理时, 经弛豫退火处理的非晶合金析出的晶粒变得细小, 其热稳性与综合软磁性能也得到提高。文献[7]采用了两步热处理法优化 Fe-Cu-Mo-Si-B 纳米晶合金, 第 1 步在 400 °C 的低温退火为 α -Fe(Si) 相的形核提供了形核点, 第 2 步在 540 °C 的晶化退火驱动晶粒长大。与传统退火方法^[8] (仅在 540 °C 保温 1 h) 相比, 两步热处理后得到了更细小的纳米晶粒, 并获得更佳软磁性能。朱宗强等人^[9]研究了预退火温度对铁基非晶合金晶化过程的影响, 结果表明, 增加预退火工艺使得非晶合金内部原子团簇数量增多, 从而有利于细化晶粒, 同时晶化相含量也随之增大。文献[10]认为, 非晶相中的结构弛豫效应将提高非晶相的居里温度 (T_C), 且退火时间越长, T_C 升高越明显。

之前的研究^[6,7,10]缺少最佳预退火温度的讨论, 特别是对快淬薄带经预退火后的物相、力学性能及热力学特征温度等的变化情况少有研究。本研究依据两步热处理法的思路, 对用高 Si 低 B 的 Fe₇₃Si₁₅Nb₃B₈Cu₁ 快淬薄带制备的铁芯进行热处理, 并通过对比研究预处理与晶化退火铁芯薄带的微观结构、力学性能、热力学性能及软磁性能, 优化了铁芯样品的晶化退火工艺。

收稿日期: 2018-10-28

基金项目: 国家自然科学基金 (51671078, 51271072); 河北省自然科学基金 (E2019202035)

作者简介: 杜帅龙, 男, 1991 年生, 硕士, 河北工业大学材料科学与工程学院, 天津 300130, 电话: 022-60204555, E-mail: DuslHebut@163.com

1 实验

采用硼铁、纯铁、电解铜、纯硅以及铌铁为原料,按照名义成分 $\text{Fe}_{73}\text{Si}_{15}\text{Nb}_3\text{B}_8\text{Cu}_1$ 配料。采用 FGJL0.2-250-1 型真空感应电炉熔炼母合金。采用 FJZ100-100-1 型非晶重力制带机喷制薄带,铜辊直径为 800 mm,转速为 30 m/s,得到的快淬薄带厚度为 30 μm ,宽 25 mm。再将快淬薄带缠绕成内径 25 mm,外径 30 mm 的圆环状铁芯样品,放入 SY-65-6 型非晶退火炉中进行两步退火处理,即先在一定温度(400、450、480 $^{\circ}\text{C}$)预退火 1 h,随后再升温到 540 $^{\circ}\text{C}$ 晶化退火 1 h。

同时,将直接退火的薄带(以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 加热速率由室温升至 540 $^{\circ}\text{C}$,保温 1 h 后冷却至室温)进行相同的性能测试进行对比研究。为便于后文表述,将无预退火处理、400、450、480 $^{\circ}\text{C}$ 预退火处理的薄带分别记为 Y0、Y400、Y450、Y480,相应的晶化后的薄带样品记为 T0、T400、T450、T480。文中仅预退火处理的薄带是指在预退火温度保温后降温至室温处理的薄带,即仅有预退火处理而无晶化处理。

采用 D8 Discover 型 X 射线衍射(XRD)仪分析薄带的物相结构。用 S-4800 型扫描电子显微镜(SEM)与 Tecnai G² F20 型透射电子显微镜(TEM)观察薄带的微结构。用 MATS-2010SA 型软磁合金交流测量装置测试铁芯磁性能。用 NETZSCH STA 449C 型差热扫描量热仪测试薄带的 DSC 曲线,其中样品为单片状的薄带,以氩气作保护气体。用 QM-1SP 2 型行星式球磨机球磨薄带,球磨参数为:球料比 5:1,以 300 r/min 的转速球磨 3 h,磨球直径为 8、4、2 mm,大、中、小磨球个数比为 1:6:2。依据球磨后粉末的粒径分布对薄带的韧性进行表征。球磨前先采用机械破碎法将薄带破碎成边长小于 5 mm 以下的碎片。球磨后的薄带粉末用筛子筛分成 >60 目(>246 μm)、60~100 目(246~147 μm)、100~200 目(147~74 μm)、200~325 目(74~43 μm)、<325 目(<43 μm) 共 5 个级别,并分别称其重量,计算各个级别的粉末所占的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 非晶薄带预退火后的物相

图 1 为快淬薄带及在 400~480 $^{\circ}\text{C}$ 预退火薄带的 XRD 图谱。由图可见,在 450 $^{\circ}\text{C}$ 以下预退火的薄带与快淬薄带的衍射结果相差不大,均主要由 2θ 为 42°~45° 的漫散峰组成。说明薄带在快淬后得到的基本上是全非晶相,而且该非晶相在 450 $^{\circ}\text{C}$ 以下加热是稳定的。而在 480 $^{\circ}\text{C}$ 预退火后,薄带中形成明显的体心

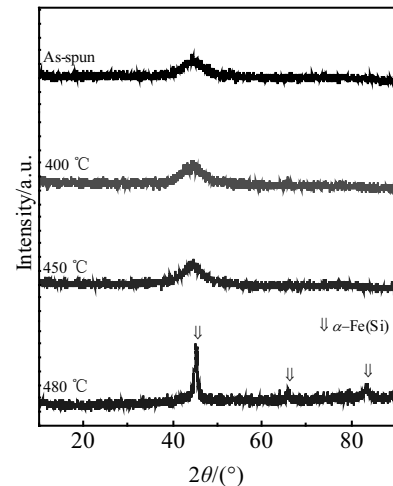


图 1 不同温度预退火薄带的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of ribbons pre-annealed at different temperatures

立方结构的 $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 晶态相。应用谢乐公式^[11]计算可知,该相的晶粒尺寸约为 5 nm,说明薄带中的非晶相已晶化形成了纳米晶主相。

2.2 非晶薄带预退火后的力学性能

非晶薄带的退火都是直接将快淬薄带缠绕成圆环状进行的,因此无法使用 Luborsky 弯曲试验测试其韧性。金属的韧性主要是指其抵抗塑性变形的能力^[12],薄带韧性越差,则越容易受外力破碎成小粒径的粉末,因此可以采用薄带球磨后获得的粉末情况来对比预退火后薄带韧性的优劣。若球磨后获得的小粒径的粉末较多,则表明对应的薄带具有较差的韧性,反之,则表明薄带的韧性较好。

图 2 为经不同温度预处理并球磨后的薄带粉末的粒度分布。由图可知,随着预退火温度的升高,薄带粉末的颗粒尺度向小粒径方向发展,说明快淬薄带的韧性最好,粉末粒度主要保持在 246 μm 以上;经 480 $^{\circ}\text{C}$ 预退火的薄带,粉末粒度几乎均在 43 μm 以下,韧性最差。由此可知,快淬薄带经预退火处理后其韧性随着预退火温度的升高而变差。

根据固溶体的强化机制,对于晶化后的薄带,其韧性变差的主要原因,一是大原子 Nb 在晶化过程中被排斥在残留的非晶相中,引起类似于晶体中的置换固溶强化效应;二是 B 原子渗入非晶基体中的较大原子间隙^[13],带来类似于晶体结构中的间隙固溶强化效应^[14];三是在 450 $^{\circ}\text{C}$ 以下预退火时,预退火温度低于起始晶化温度(约 500 $^{\circ}\text{C}$),非晶薄带在预退火时以弛豫为主^[6],即内部原子(如 Nb、B 原子)趋向于平

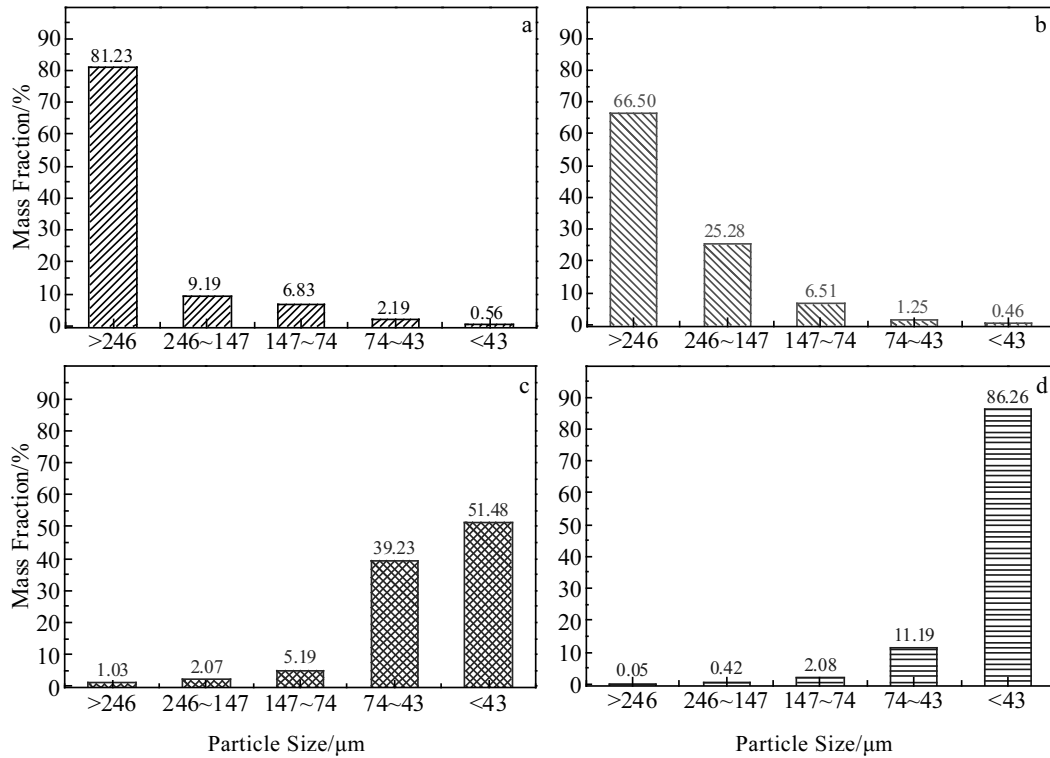


图 2 在不同温度预退火并球磨后薄带粉末的粒度分布

Fig.2 Particle size distribution of powder broken from the ribbons pre-annealed at different temperatures:

(a) as-spun, (b) 400 °C, (c) 450 °C, and (d) 480 °C

衡态；预退火温度越高，则薄带的结构弛豫的完成程度越高。根据 Fox 和 Flory 提出的自由体积理论，固体体积由被分子或原子占据的体积 V_0 及未被占据的体积 V_f (自由体积) 构成^[15]；根据曹兴国等人^[16]的研究，铁基非晶薄带的脆性与合金中晶化相的自由体积有关，而结构弛豫程度越完全，会导致合金中自由体积减小，从而引起合金韧性变差。

2.3 不同温度预退火后薄带的 DSC 曲线及其热力学

图 3 为经不同温度预退火后薄带的 DSC 曲线。由图可知，随着预退火温度的升高，快淬原始薄带及在 450 °C 以下预退火的薄带在 500 °C 以上均出现 2 个明显的放热峰，而在 480 °C 预退火的薄带仅在高温区有 1 个晶化放热峰。快淬薄带及在 400, 450, 480 °C 预退火的薄带，第 1 晶化峰值温度为 527.3~532.3 °C，第 2 晶化峰值温度在 676.1~688.2 °C 之间。文献[4, 7]报道，薄带在第 1 晶化温度时开始形成 α -Fe(Si) 纳米晶，在第 2 晶化温度时开始形成铁硼硬磁相。总体上看，随着预退火温度的升高，快淬薄带的第 1 晶化峰值温度 (T_{p1}) 变化不大，在 530 °C 左右，说明预退火对第 1 晶化温度影响不明显；而第 2 晶化峰值温度 (T_{p2}) 呈现逐渐增高的趋势，造成两晶化温度的温度

差 ($\Delta T = T_{p2} - T_{p1}$) 增大。其中，经 450 °C 预退火的薄

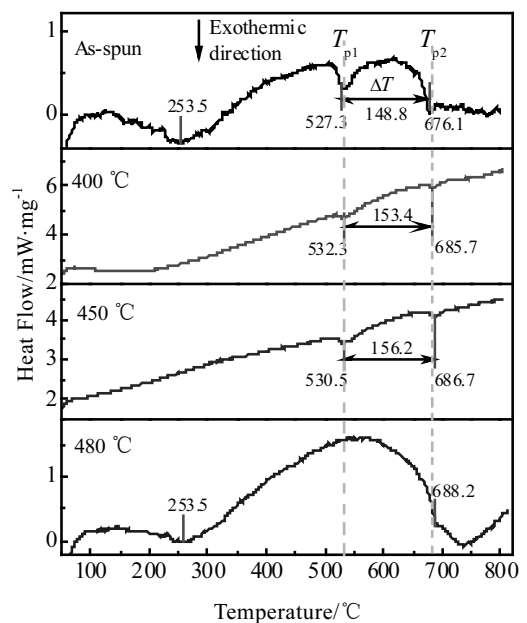


图 3 经不同温度预退火薄带的 DSC 曲线

Fig.3 DSC curves of the ribbons pre-annealed at different temperatures

带, 两晶化峰值温度差值最大, 为 156.2 °C, 这与文献 [17] 报道的预退火时不可逆的结构弛豫效应和 Si 元素在纳米晶与非晶相之间的重新分布, 会引起非晶相的晶化温度随预退火温度的提高而提高的结论是吻合的。而在第 2 晶化温度时开始形成铁硼硬磁相, 在合金中硬磁相的出现将导致薄带矫顽力增大, 从而恶化薄带的软磁性能, 因此晶化温度必须低于 T_{p2} 。而第 2 晶化峰值向高温方向移动, 意味着硬磁性相越来越难以形成。同时, 预退火后薄带中 ΔT 增大, 有利于扩大薄带晶化退火处理的温度范围, 并保证薄带性能的稳定性^[18]。

但是根据图 1 已知, 由于在 450 °C 以下预退火的薄带仍保持非晶态, 而当加热温度高于 480 °C 时, 合金实际已经发生了晶化。这也意味着薄带弛豫过程结束的温度低于 480 °C。因此, 为防止薄带发生晶化, 预退火的温度应低于 480 °C。

另外, 快淬薄带与经 480 °C 预退火的薄带均在 253.5 °C 形成一个放热峰, 而在 450 °C 预退火后的薄带中这一现象却不明显。该温度值可能对应的是, 在低于 253.5 °C 时是薄带内应力能释放的阶段, 而在高于 253.5 °C 时则是发生结构弛豫的阶段。快淬薄带内应力最大, 而在 450 °C 预退火后的薄带的内应力最小, 而在 480 °C 预退火的薄带由于 Fe(Si) 晶态相的形成, 可能增加了组织应力。

2.4 不同工艺退火后薄带的物相

图 4 为经不同工艺退火获得的薄带的 XRD 图谱。由图可知, 4 种退火工艺处理后, 薄带中均形成了 α -Fe(Si) 相。根据 jade 软件中晶化相含量的计算方法, 可求得在 540 °C 直接晶化退火与先分别在 400、450 与 480 °C 预退火再在 540 °C 晶化退火样品中晶化相含量分别为 75.3%、78.6%、80.6%、85.7%, 即通过增加预退火工艺增加了最终铁芯薄带中晶化相的含量, 而且随着预退火温度的升高, 晶化相含量增多。

2.5 不同工艺退火后薄带的微观组织

图 5 为经不同退火工艺处理获得的薄带的透射电子显微镜像。在各退火薄带中均形成了非晶与纳米晶共存的微结构, 但纳米晶的尺寸及薄带的晶化量存在差异。图 5a 对应的是仅在 540 °C 退火的薄带, 其中形成了大小不太均匀的纳米晶粒。经测量统计可知, 纳米晶的尺寸在 5~20 nm 之间; 图 5b 为在 400 °C 预退火与 540 °C 晶化退火的薄带, 晶粒尺寸为 6~13 nm; 与图 5a 相比, 晶粒尺寸略有减小, 且分布更加均匀, 这是因为预处理过程中发生了结构弛豫, 原子已经趋向于平衡位置; 且预处理时已释放了部分热量, 使得薄带在后期晶化时各部位温度更加均匀, 晶粒长大速度一致。图 5c 为经 450 °C 预退火与 540 °C 晶化退火的薄带, 晶粒尺寸为 8~15 nm 且均匀分布。与图 5b 相比, 由于 450 °C 预退火温度较 400 °C 预退火的略高, 使得内部结构弛豫更充分, 非晶相含量继续减少; 图 5d 为经 480 °C 预退火与 540 °C 晶化退火的薄带, 纳米晶分布不均匀, 部分晶粒尺寸达

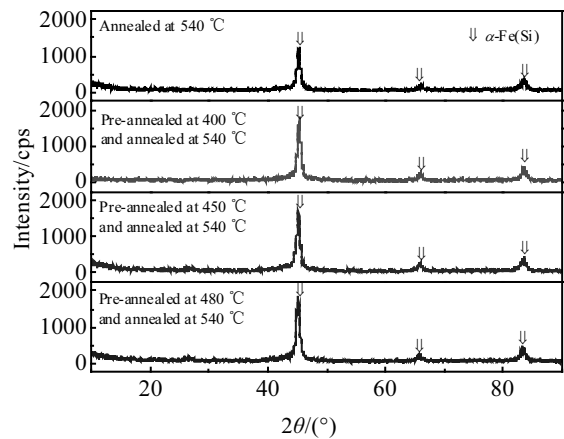


图 4 不同工艺退火薄带的 XRD 图谱

Fig.4 XRD patterns of ribbons annealed under different processes

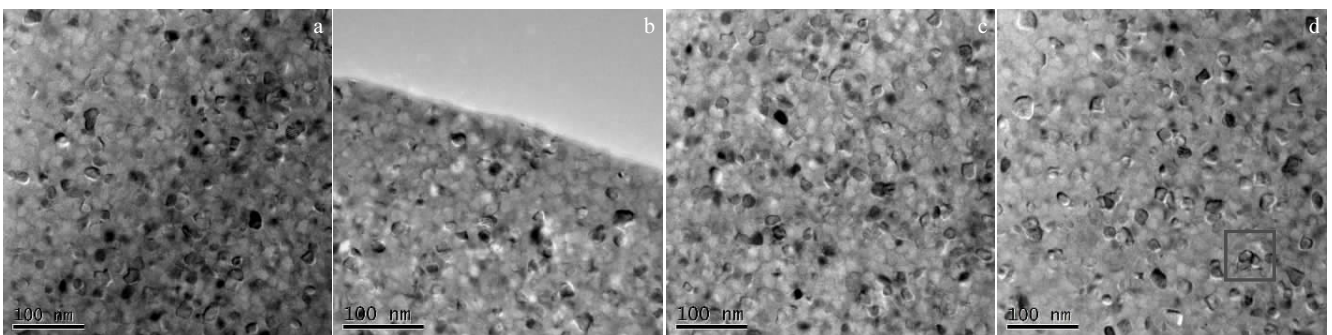


图 5 不同退火条件下薄带的透射电子显微镜像

Fig.5 TEM images of ribbons annealed under different conditions: (a) annealed at 540 °C, (b) pre-annealed at 400 °C and annealed at 540 °C, (c) pre-annealed at 450 °C and annealed at 540 °C, and (d) pre-annealed at 480 °C and annealed at 540 °C

到 20 nm 以上 (如图 5d 方框部分所示), 晶粒之间非晶相减少, 薄带的晶化量增大。这是因为在预处理时已经形成了部分纳米晶, 再次晶化退火时已有的晶粒继续长大, 造成合金中晶粒尺寸不均匀的现象。

2.6 不同工艺退火后薄带的力学性能

仍旧通过把薄带球磨破碎成粉末的方法对不同温度预退火处理后再晶化处理的薄带进行韧性表征。各样品球磨后粉末粒度的分布如图 6 所示。与图 2 对比可知, 经不同温度预退火再在 540 °C 晶化处理之后, 薄带粉末中获得小粒径粉末的比例均增加, 说明非晶薄带经低温弛豫过程, 再晶化退火处理后其韧性明显下降。随着预退火温度的提高, 在 >246 μm 与 246~147 μm 范围内获得的粉末相对含量逐渐降低; 而在 74~43 μm 与 <43 μm 范围内获得的粉末相对含量逐渐提高。因此, 随着预退火温度的提高, 球磨后大粒径的薄带粉末比例逐渐减小, 而小粒径的粉末比例逐渐上升, 即薄带破碎越来越容易, 说明其韧性逐渐变差。

根据文献[19]的研究, 当 Finemet 型薄带在 600 °C 以下退火时, 薄带内部形成纳米晶, 薄带的韧性变化主要符合剪切变形机制, 薄带的韧性与晶化量及纳米晶的尺寸有关, 即合金中的晶化量及纳米晶粒增多将抑制非晶相的剪切应变, 则薄带硬度增大, 韧性下降。本研究

增加预退火处理的薄带中的纳米晶粒尺寸与直接退火的薄带相差不大, 而晶化量则随预退火温度的升高而提高, 因此, 增加预退火处理的薄带的韧性降低。

2.7 不同工艺退火后薄带的磁性能

图 7 为在磁通密度峰值 $B=0.5$ T 与 10~50 kHz 频率下测试经不同工艺退火得到的内径 25 mm, 外径 30 mm 的圆环状铁芯的振幅磁导率与比总损耗曲线。由图 7 可见, 随着频率增大, 各样品的振幅磁导率 (μ_a) 均降低, 而比总损耗值 (P_s) 均增大。对比有无预退火处理的铁芯样品可知, 经 400、450 °C 预退火的铁芯的振幅磁导率要高于直接退火处理的。例如, 在 10 kHz 时, 经 400、450 °C 预退火的铁芯的振幅磁导率较直接退火的铁芯样品分别高 1.5% 与 16.0%。而且经 400、450 与 480 °C 预退火处理的铁芯在各频率下的比总损耗值均小于直接退火处理的铁芯样品。例如, 在 10 kHz 时, 前三者较直接退火的铁芯的比总损耗分别下降 9.3%、17.0% 与 15.1%; 而在 50 kHz 时, 则分别下降 1.4%、23.3%、10.6%。经 4 种退火工艺获得的铁芯中, 450 °C 预退火的铁芯样品具有最大的振幅磁导率 ($\mu_a=8.6 \times 10^4$, $f=10$ kHz) 和最小的比总损耗 ($P_{0.5/10k}=8.73$ W/kg, 其中: 磁通密度峰值 $B=0.5$ T, 频率 $f=10$ kHz)。

随着频率的增加各铁芯的 μ_a 减小, 主要是由于薄

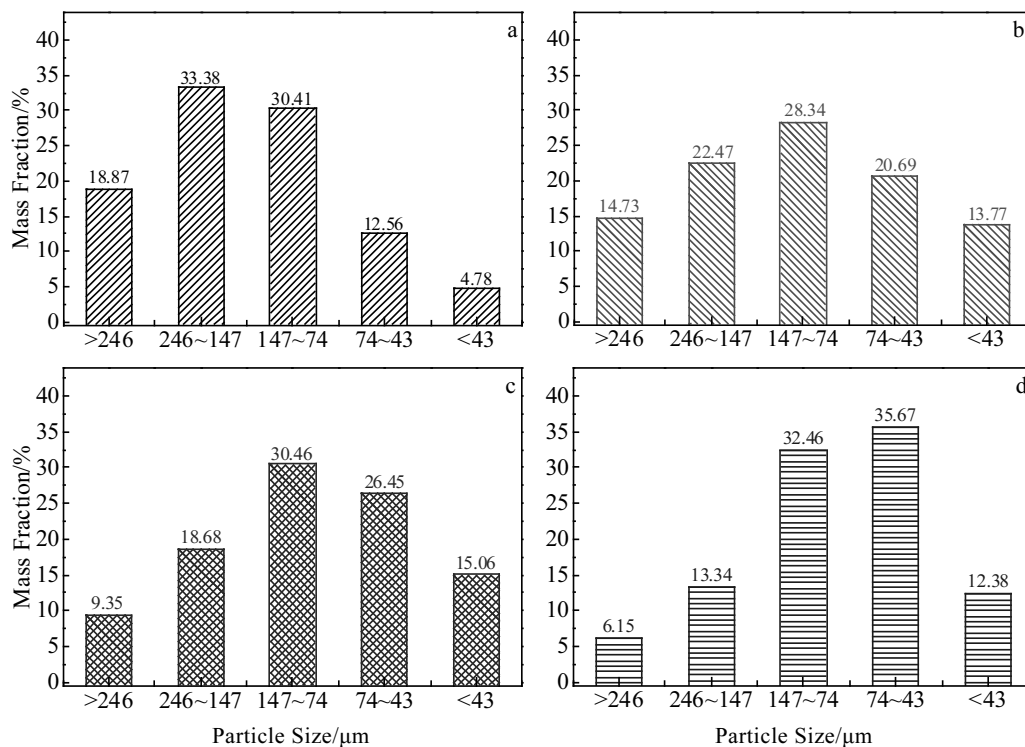


图 6 在不同温度预退火并在 540 °C 晶化退火的薄带经球磨后粉末的粒径分布

Fig.6 Particle size distribution of powder by ball-milling the ribbons without pre-annealed (a); pre-annealed at 400 °C (b), 450 °C (c), 480 °C (d) and annealed at 540 °C

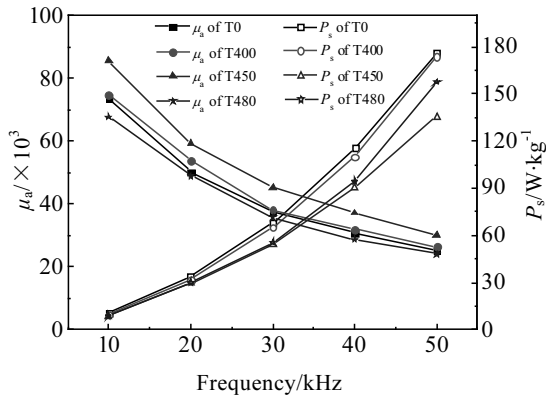


图 7 不同工艺退火后铁芯样品的振幅磁导率(μ_a)及比总损耗(P_s)随频率的变化

Fig.7 Amplitude permeability (μ_a) and total loss density (P_s) as a function of frequency for iron cores annealed under different conditions

带中畴壁运动以及磁弛豫效应。其中, 频率越大, 畴壁运动越困难, 弛豫效应越明显^[20]。

对于铁芯的损耗, 由文献[21]可知:

$$P_s = P_{\text{hyst}} + P_e + P_r \quad (1)$$

其中, P_s 为样品总的损耗, P_{hyst} 为动态磁滞损耗, P_e 为涡流损耗, P_r 为残余损耗。又由于

$$P_{\text{hyst}} = \int H dM \quad (2)$$

$$P_e = P_{\text{class}} + P_{\text{exc}} + P_i \quad (3)$$

$$P_i \propto (fB_m w)^2 / r \quad (4)$$

其中, f 为工作频率, H 为磁场强度, M 为磁化强度, P_{class} 为经典涡流损耗, P_{exc} 为过剩涡流损耗, P_i 为层间涡流损耗, B_m 为最大磁感应强度, w 为材料宽度, r 为电阻率。

当其它条件一定时, P_{hyst} 、 P_e 中的 P_{class} 与 P_i 均随着频率的增加而增加, 进而 P_s 的值增大是正常规律。

薄带的总损耗中磁滞损耗与矫顽力有关, Finemet 型薄带中的矫顽力随晶粒尺寸的减小而降低^[22], 由图 5 中薄带的微观结构分析已知, 经 450 °C 预退火处理过的薄带具有更小的纳米晶粒, 且纳米晶的尺寸比较一致, 纳米晶分布更加均匀。因此, 增加 450 °C 预退火最有助于优化薄带的微观结构与改善薄带的软磁性能。

3 结 论

1) 快淬薄带在 450 °C 以下预退火, 薄带内部结构仍保持与快淬薄带相同的非晶态; 快淬薄带的韧性优于预退火处理的薄带, 且随着预退火温度从 400 °C 升到 480 °C, 薄带的韧性逐渐变差; 并且, 在 480 °C

预退火时薄带已经开始晶化。

2) 对快淬薄带进行预退火会改变薄带的原晶化温度。随着预退火温度从 400 °C 提高到 480 °C, 薄带的第 2 晶化峰值温度从 685.7 °C 升高至 688.2 °C, 而第 1 晶化峰值温度变化不大, 保持在 530.0 °C 左右。经 450 °C 预退火的快淬薄带的两晶化峰值温度的差值最大, 为 $\Delta T = 156.2$ °C, 增加预退火扩大了薄带晶化退火的温度范围, 有利于获得性能更稳定的非晶纳米晶薄带。

3) 经 450 °C 预退火处理及后续在 540 °C 晶化退火后, 薄带中的晶粒尺寸为 8~15 nm, 较直接退火薄带中的纳米晶尺寸有所减小, 且更均匀镶嵌在残余的非晶基体中, 即对 Fe₇₃Si₁₅Nb₃B₈Cu₁ 快淬薄带增加 450 °C 预退火处理有助于细化晶粒。

4) 随着预退火温度从 400 °C 提高到 480 °C, 再经 540 °C 晶化退火后, 退火薄带的韧性随预退火温度的升高而变差, 且增加预退火的退火薄带其韧性要低于直接退火薄带的。

5) 经预退火处理的铁芯振幅磁导率较直接退火的铁芯有所升高, 而比总损耗值有所降低, 其中经 450 °C 预退火处理的铁芯具有最大的振幅磁导率 ($\mu_a = 8.6 \times 10^4$, $f = 10$ kHz) 和最小的比总损耗 ($P_{0.5/10k} = 8.73$ W/kg), 分别较直接退火的铁芯升高 16.0% 与下降 17.0%。

参考文献 References

- [1] Shuvaeva E, Kaloshkin S, Churyukanova M et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 743: 388
- [2] Pan H L, Li X, Zhang Q et al. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2017, 452: 502
- [3] Osinalde M, Infante P, Domínguez L et al. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2017, 443: 124
- [4] Wen L X, Wang Z, Han Y et al. *Journal of Non-Crystalline Solids*[J], 2015, 411: 115
- [5] Kobayashi K, Shingu P H, Ozaki R. *Journal of Materials Science*[J], 1976, 11(3): 399
- [6] Fan Bin(范彬), Wen Mingcai(文明才), Liao Jianyong(廖建勇). *Hot Working Technology(热加工工艺)*[J], 2015, 44(12): 187
- [7] Noh T H, Pi W K, Kang I K. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 1993, 128(1-2): 129
- [8] Willard M A, Laughlin D E, Mchenry M E et al. *Journal of Applied Physics*[J], 1998, 84(12): 6773
- [9] Zhu Zongqiang(朱宗强), Fu Mingxi(傅明喜), Li Bingding(李丙丁) et al. *Special-Cast and Non-ferrous Alloys(特种铸造及有色合金)*[J], 2015, 35(2): 208

- [10] Kaloshkin S, Churyukanova M, Zadorozhnyi V *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509(6): 400
- [11] Nowosielski R, Wysocki J J, Wnuk I *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2006, 175(1-3): 324
- [12] Wei Dandan(魏丹丹), Chen Qingjun(陈庆军), Gao Jiwen(高霁雯) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2009, 38(S1): 80
- [13] Smith C, Katakam S, Nag S *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2014, 45(7): 2998
- [14] Um C Y, Johnson F, Simone M *et al.* *Journal of Applied Physics*[J], 2005, 97(10): 2946
- [15] Jiang Minqiang(蒋敏强). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2014, 33(5): 257
- [16] Cao Xingguo(曹兴国), Huang Jinliang(黄金亮). *Metallic Functional Materials*(金属功能材料)[J], 1999, 6(3): 107
- [17] Kaevitser E V, Kaloshkin S D, Tcherdyntsev V V *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2003, 258-259(1-2): 539
- [18] Xie Z Y, Wang Z, Han Y. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 2016, 672: 332
- [19] Gavrilović A, Rafailović L D, Minić D M *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509(6): 119
- [20] Hakim M A, Hoque S M. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2004, 284(6): 395
- [21] Azuma D, Hasegawa R. *IEEE Transactions on Magnetics*[J], 2011, 47(10): 3460
- [22] Alben R, Becker J J, Chi M C. *Journal of Applied Physics*[J], 1978, 49(3): 1653

Heat Treatment Process of Fe₇₃Si₁₅Nb₃B₈Cu₁ Core Ribbons

Du Shuailong¹, Sun Jibing¹, Zhang Shuodong¹, Wang Shu¹, Dong Zhixin¹, Zhang Lei²

(1. Key Laboratory for New Type of Functional Materials in Hebei Province, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

(2. Tianjin Sun Hope New Energy Technology Co., Ltd, Tianjin 300401, China)

Abstract: Finemet-type Fe₇₃Si₁₅Nb₃B₈Cu₁ ribbon cores were prepared through adding pre-annealing treatment before crystallization annealing at 540 °C, and the effect of pre-annealing temperature on the microstructure, mechanical properties, thermodynamic property and soft magnetic properties of iron core ribbons were studied. Results show that with an increase of the pre-annealing temperature, the toughness of the pre-annealed and the final crystallization annealed ribbons gradually decreases; and the second crystallization peak temperature shifts toward the higher temperature, although the difference among the first crystallization temperatures of the amorphous ribbons by pre-annealing treatment at different temperatures is not obvious. Namely, the pre-annealing expands the crystallization annealing temperature range for the amorphous ribbon, which is beneficial to more stable and high performance amorphous nanocrystalline ribbons. The grain size of the additional pre-annealed ribbons is more uniform than that of the direct crystallization annealed ribbons, which is in the range of 8~15 nm for the ribbons by additional pre-annealing at 450 °C. The amplitude permeability and total loss density of iron cores with pre-annealing treatment have been significantly improved compared with those of directly annealed samples, particularly, the core pre-annealed at 450 °C has the largest amplitude magnetic permeability ($\mu_a=8.6\times 10^4$, $f=10$ kHz) and the smallest AC total loss density ($P_{0.5/10k}=8.73$ W/kg), which are increased by 16.0% and decreased by 17.0%, respectively.

Key words: amorphous-nanocrystalline ribbons; melt-spinning; heat treatment; microstructure; magnetic properties

Corresponding author: Sun Jibing, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, P. R. China, Tel: 0086-22-60202288, E-mail: hbgdsjb@126.com