

快淬纳米复合 α -Fe/ $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 薄带的硬磁性研究

王 云¹⁾ 李宝河²⁾ 张庆海³⁾

(1) 北京化工大学应用数理系, 北京 100029; 2) 北京工商大学数理部, 北京 100037;

3) 石家庄军械工程学院基础部, 石家庄 050003)

摘 要: 通过熔体快淬法得到 α -Fe/ $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 纳米双相磁体, 研究了不同辊速快淬带的磁性能, 找到最佳直接快淬辊速条件, 并比较了直接快淬得到的样品和非晶薄带晶化后得到的样品的磁性能, 发现直接快淬得到的样品的矫顽力和机械性能优于非晶晶化样品。

关键词: 纳米复合磁体; 熔体快淬; 矫顽力; 交换耦合作用

中图分类号: O 482. 54

引 言

软磁相 α -Fe 与硬磁相 $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 在纳米量级混合起来, 在软磁相与硬磁相之间存在强烈的晶间交换耦合作用, 从而能利用软磁相的高饱和磁化强度及硬磁相的高矫顽力, 得到更好的硬磁性能, 大幅度降低了稀土含量, 使磁体成本降低, 应用前景广阔。纳米双相磁体的研究是近几年永磁材料研究的热点^[1~6]。通常得到纳米耦合磁体的方法有机械合金化法和熔体快淬法。这两种方法均是先得到非晶样品, 然后在合适的温度下晶化处理得到的。通过直接快淬法得到的样品, 不经过晶化处理, 即有很好的磁性能。本文对 α -Fe/ $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 纳米复合磁体的硬磁性进行了研究。

1 实验方法

利用真空电弧炉在 Ar 气氛下熔炼得到 $\text{Pr}_{10}\text{Fe}_{85}\text{B}_5$ 合金铸锭, 然后利用真空甩带机在 6.25 ~ 37.5 m/s 辊速下, 直接快淬得到样品。快淬条件: 将质量约 4 g 的铸锭置于石英管内, 石英管底部孔径为 0.6 mm, 石英管底部距铜辊 2 mm, 在 Ar 气环境下, 利用高频感应熔解铸锭, 再用 Ar 气将熔融液体喷射到转动的铜辊表面, 形成薄带状样品。部分非晶样品在 Ar 气氛下经过 500 ~ 800 °C、10 min 的晶化处理。

将条带固定在玻璃样品架上, 放在 Rigaku D/

max- A (Cu K 靶) 转靶 X 光衍射仪的样品池中, X 射线经过竖直方向狭缝照射到样品的表面上, 利用分光计测量衍射角, 衍射角及相应衍射光强度数据由计算机采集并处理, 最后给出样品 X 光衍射谱线。通过 X 射线衍射谱确定样品的晶化程度和主要成分。

利用最大磁场 1.6×10^6 A/m 的振动样品磁强计测量样品室温下的磁滞回线, 确定样品的矫顽力。测量方法: 将样品条带粘在测试杆顶部, 使条带平面平行于磁场方向, 开启振动源, 逐渐增加磁场强度, 饱和磁化后, 减小磁场至零, 磁场反向后重复操作, 得到样品的磁滞回线。磁化强度为零时的反向磁场的大小即为样品的矫顽力。

2 结果与讨论

2.1 快淬薄带的晶化程度

图 1 是不同辊速下快淬薄带的 X 射线衍射谱。由 X 射线衍射线形分析理论^[7], 谱线表明辊速为 6 m/s 和 10 m/s 的样品衍射峰很尖锐, 2θ 角为 29.2° (004)、 44.1° (006)、 60.6° (008) 的衍射峰强度与标准谱线比较有明显的增强 (标准峰相对强度 I/I_0 分别为 64, 70, 36)。说明在较低的辊速下快淬带的晶粒已经长大且呈取向生长, 即出现织构现象。辊速为 15 m/s、17.5 m/s、20 m/s 及 25 m/s 的样品主要由 Fe 和 $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 两相组成, 晶粒逐渐变小。辊速为 30 m/s、37.5 m/s 的样品硬磁相已经完全转变为非晶, 在 2θ 角为 44.7° 附近, 仍有一个小峰, 说明 Fe 还没有完全转变为非晶。

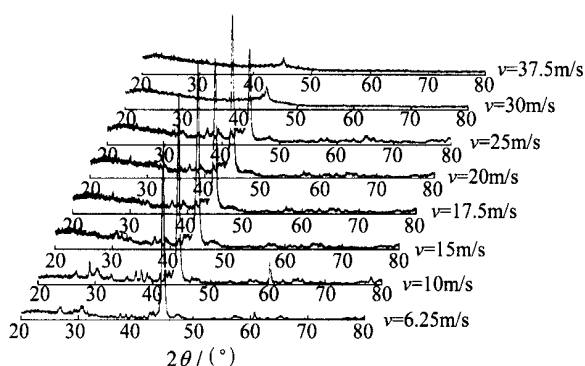


图 1 不同辊速快淬样品的 X 射线衍射谱

Fig. 1 X-ray diffraction spectrum of the melt-spun at various wheel speeds

2.2 快淬薄带的磁滞回线及矫顽力与辊速的关系

图 2 所示为不同辊速快淬样品的磁滞回线,其中 M 为任何单元的磁化强度。根据样品的磁滞回线的形状,大致可以分成四种类型:(a)和(b)为第一种类型,磁滞回线表现为单一硬磁行为,但矫顽力较低,说明样品中硬磁相与软磁相有交换耦合作用,但由于辊速低,样品冷却时间慢,Fe 的晶粒尺寸较大,造成矫顽力大幅下降;(c)和(d)为第二种类型,磁滞回线仍表现为单一硬磁行为,但矫顽力提高,磁滞回线的矩形度较好。可见当辊速为 15 m/s 和 17.5 m/s 时,样品中硬磁相晶化较好,软磁相的晶粒尺寸适当^[1],这样样品的矫顽力较大且磁滞回线具有较好的矩形度;(e)和(f)为第三种类型,磁滞回线具有

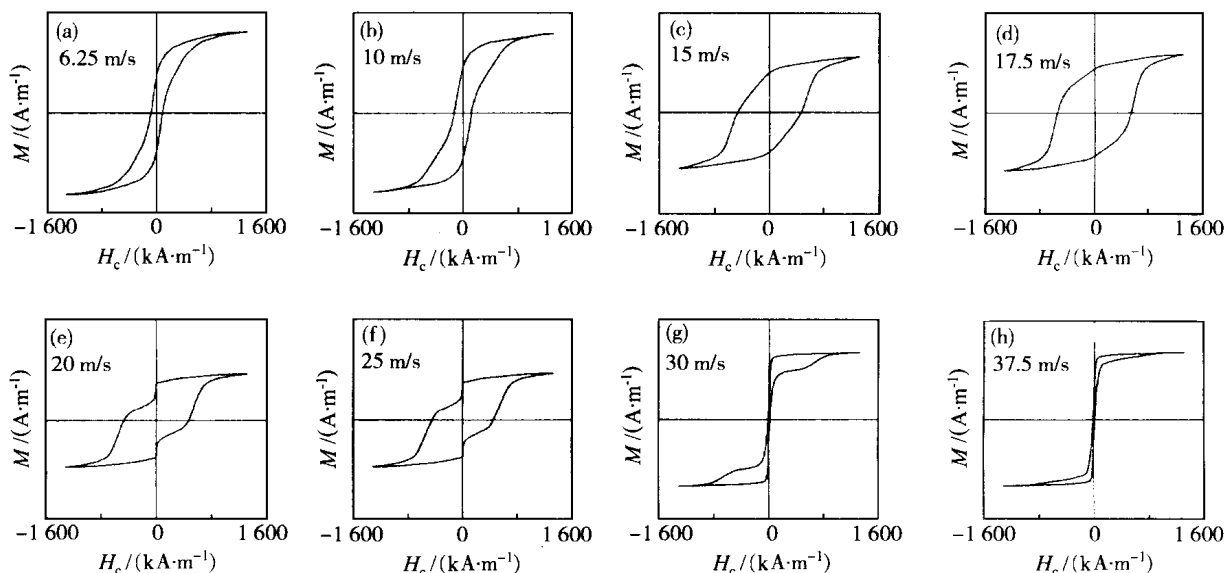


图 2 不同辊速快淬样品的磁滞回线

Fig. 2 Magnetic hysteresis loop of the melt-spun at various wheel speeds

一个明显的峰腰,即当加很小的反向磁场时,样品的磁化强度迅速下降,表现软磁行为,但当反向磁场继续增加,样品磁化强度又出现一个平台,表现为硬磁行为且具有较大的矫顽力。这是由于辊速较大时,样品中的非晶相所占比例过大所导致,在宏观上表现为软、硬磁相简单混合行为;(g)和(h)为第四种类型,样品矫顽力非常低,总体表现软磁行为。辊速为 30 m/s 的样品,在磁滞回线的下部仍然能看到一个小的峰腰,说明仍有很少量的硬磁相存在,但当辊速达到 37.5 m/s 后,样品表现为单一软磁行为,说明已无硬磁相存在,这与 X 射线衍射谱得到的结果是一致的。

图 3 给出了样品的矫顽力与辊速的关系。发现随着辊速的提高,矫顽力存在一个极大值, $H_c = 360$ kA/m。由此笔者认为最佳的直接快淬条件为 $v = 17.5$ m/s。这种条件下快淬样品,不需要晶化热处理即可得到很好的磁性能。

2.3 快淬薄带的晶化处理

图 4 所示为不同热处理温度下,辊速为 30 m/s 和 37.5 m/s 的样品晶化 10 min 后的磁滞回线。热处理温度在 600 ~ 800 范围内,样品均表现为单一硬磁行为,但样品的矫顽力大小不同。图 5 所示辊速为 30 m/s 和 37.5 m/s 的快淬薄带晶化后的矫顽力与热处理温度的关系。样品晶化后矫顽力均在 700 出现一个峰值,但在相同处理温度下辊速为 30 m/s 的快淬薄带的矫顽力比辊速为 37.5 m/s 的

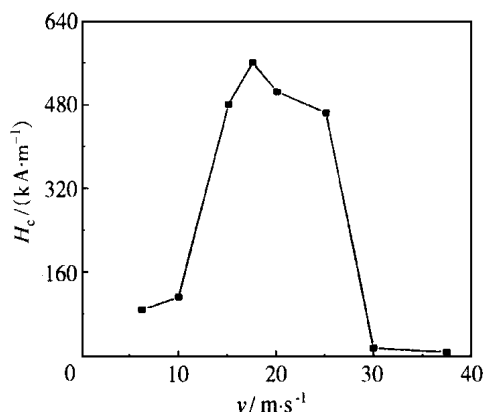


图3 快淬样品的矫顽力与辊速的关系

Fig. 3 Coercivity of the melt-spun at various wheel-speeds

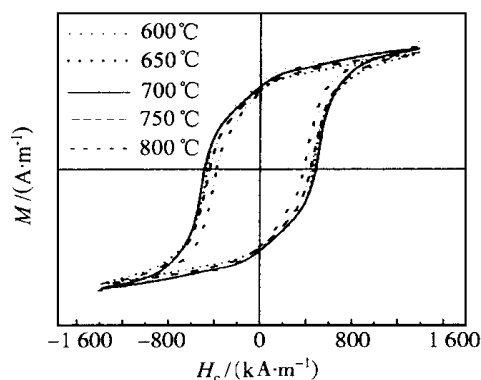


图4 辊速 30 m/s 快淬样品在不同温度晶化 10 min 后的磁滞回线

Fig. 4 Magnetic hysteresis loop of the melt-spun (at 30 m/s wheel-speed) treated for 10 min in various temperatures

大。这是由于辊速高的快淬带非晶程度高,在晶化处理时完全晶化所需的时间长,但时间过长, -Fe 的晶粒变大,不利于产生高的矫顽力。辊速为 30 m/s 的快淬薄带晶化后最大矫顽力为 $H_C = 496 \text{ kA/m}$ 。由此找到最佳的热处理条件:热处理温度为 700 ,时间为 10 min。由图 3 和图 5 可以知道,在最佳直接快淬条件下得到样品的矫顽力高于在最佳热处理条件下非晶晶化样品的矫顽力。

2.4 不同辊速快淬薄带的形貌特征

当铜辊速度不同时,快淬得到的样品薄带长度和厚度也不同,辊速越低,样品薄带越长(有的样品长度达 10 cm),厚度也越大。图 6 所示为快淬薄带的厚度与铜辊转速之间的关系。直接快淬样品的厚度要比非晶样品的厚度大 2 倍,而且还减少了非晶

晶化工序,降低了制备成本。直接快淬样品要比非晶晶化样品具有更大的优势。

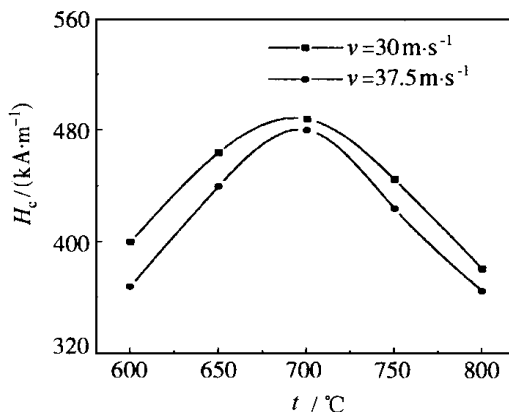


图5 辊速为 30 m/s 和 37.5 m/s 的快淬样品的矫顽力与热处理温度的关系

Fig. 5 Magnetic hysteresis loop of the melt-spun (at 30 m/s and 37.5 m/s wheel-speeds) treated in various temperatures

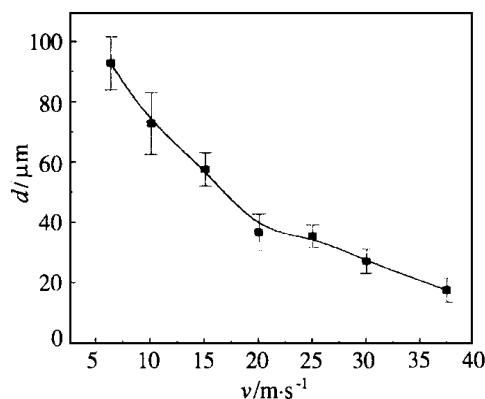


图6 快淬样品的厚度与辊速的关系

Fig. 6 Thickness of the melt-spun ribbon at various wheel-speeds

3 结 论

(1) 不同辊速快淬样品的矫顽力不同,当辊速为 17.5 m/s 时,样品的矫顽力最大, $H_C = 560 \text{ kA/m}$ 。当辊速超过 30 m/s 时,样品基本为非晶态,几乎没有矫顽力。

(2) 对于快淬得到的非晶薄带,在不同温度下晶化处理,非晶程度较高的样品晶化后的矫顽力略低,两个样品随热处理温度的增加,矫顽力均出现一个极大值,对于辊速 30 m/s 非晶薄带在 700 热处理 10 min 后得到的样品矫顽力最大, $H_C = 496 \text{ kA/m}$ 。

(3) 在最佳条件下直接快淬得到的纳米复合磁

体的矫顽力高于非晶晶化样品。而且直接快淬得到的样品的长度和厚度均大于非晶晶化样品,因此直接快淬方法比通常非晶晶化方法制备纳米复合磁体具有一定的优势。

致谢:本实验工作得到了中国科学院物理研究所磁学国家重点实验室张宏伟博士和张健博士的大力帮助,在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] Kneller E F, Hawig R. The exchange-spring magnet: A new material principle for permanent magnets. *IEEE Tran Magn*, 1991, 27: 3588~3591
- [2] Ji C, Yang J, Mao W, et al. Micromagnetic study of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B/ -Fe}$ and $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B/ Fe}_3\text{B}$ nanocomposite magnets. *Solid State Communications*, 1999, 111: 113~117
- [3] Coehoorn R, De Mooij D B, De Waard D. Melt-spun permanent magnet materials containing Fe_3B as the main phase. *J Magn Mag Mat*, 1989, 80: 101~104
- [4] Schrefl T, Fidler J, Kormnüller H. Remanence and coercivity in isotropic nanocrystalline permanent magnets. *Phys Rev B*, 1994, 49: 6100~6104
- [5] Liu J F, Davies H A. Magnetic properties of cobalt substituted $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B/ -Fe}$ nanocomposite magnets processed by overquenching and annealing. *J Magn Mag Mat*, 1996, 157: 29~30
- [6] Crespo P, Neu V, Schultz L. Mechanically alloyed nanocomposite powders of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B/ -Fe}$ with additional elements. *J Phys D: Appl Phys*, 1997, 30: 2298~2303
- [7] Wang Yuming. X-ray line profile analysis of deformed *ai*. *J Appl Cryst*, 1982, 15: 35~38

The hard magnetic properties of nanocomposite -Fe/ $\text{Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ribbons

WANG Yun¹⁾ LI Bao-he²⁾ ZHANG Qing-hai³⁾

(1) Department of Applied Mathematics and Physics, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029;

2) Department of Mathematics and Physics, Beijing Technology and Business University, Beijing 100037;

3) Department of Basic Courses, Ordnance Engineering College, Shijiazhuang 050003, China)

Abstract: The hard magnetic properties of nanocomposite $\text{-Fe/Pr}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ prepared by melt spinning have been investigated. A single magnetic hard phase behavior can be found in the ribbons prepared by direct melt spinning or subsequent annealing. The mechanical properties and coercivity of ribbons prepared by direct melt spinning are preferable to those by subsequent annealing. A higher coercivity, $H_c = 576 \text{ kA/m}$, was obtained in the ribbons prepared by direct melt spinning at an optimal wheel speed.

Key words: nanocomposite magnets; melt-spun; coercivity; exchange-coupled interaction

化学工程学院二项成果通过鉴定

® 由超重力工程中心周绪美教授主持的国家“八五”重点科技攻关项目“超重力用于吸收硫酸厂尾气中二氧化硫的工业侧线研究”,已于5月15日在北京通过了由国家石油化工局科技办主持的科技成果鉴定。

® 由生物化工系谭天伟教授主持的国家“九五”重点科技攻关项目“青霉菌丝体综合利用——生物法生产壳聚糖、麦角固醇、氨基葡萄糖”,于日前在山东东营市通过了国家石油化工局组织的专家鉴定并验收。

(科技处)