

Finemet 型纳米晶合金热处理工艺研究进展

邢彦兴^{1,2}, 周少雄^{1,2,3}, 董帮少^{2,3}, 王建²

(1. 钢铁研究总院 安泰科技股份有限公司, 北京 100081)

(2. 江苏集萃安泰创明先进能源材料研究院有限公司, 江苏 常州 213034)

(3. 华北电力大学 先进材料研究院, 北京 102206)

摘要: 热处理工艺是改善纳米晶合金软磁性能极为有效的方式, 本文对纳米晶带材的热处理工艺研究状况进行了系统总结, 并对不同热处理方式的优缺点进行了比较。常规退火和焦耳退火作为加热方式决定了合金退火后的晶粒尺寸和晶化相比例, 是获得最佳性能的前提; 磁场退火和应力退火作为外场施加方式, 可以改变合金在退火后的磁滞回线形状, 获得更高的感生各向异性, 降低材料在一定磁场强度下的恒定磁导率。常规加热和磁场退火的发展应用已比较成熟, 而焦耳加热方式和应力退火分别受工艺装备和生产效率的影响, 在应用方面存在滞后。然而, 焦耳退火的高效率和应力场退火后的高感生各向异性值也表现出极大的优势, 具备未来产业化应用的潜力。

关键词: 纳米晶合金; 热处理; 感生各向异性

中图分类号: TG132.2⁺71

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)04-1520-10

软磁材料作为一种应用广泛的功能材料, 在现代科技进步中扮演着日益重要的角色。随着电力电子磁性元器件的高频化、小型化的发展趋势, 人们对高性能软磁材料的要求也越来越高。根据软磁材料的发展历程, 先后诞生了硅钢、坡莫合金、软磁铁氧体、铁/钴基非晶合金、铁/钴基纳米晶合金和软磁复合材料等几种最具有竞争力的材料^[1]。按纳米晶合金开发的先后顺序, 典型的纳米晶软磁合金有 Finemet^[2]、Nanoperm^[3]、Hitperm^[4] 和 Nanomet^[5] 4 种, 其中, 以 Finemet 型合金的应用最为广泛。纳米晶软磁合金, 其制备态通过冷却速率高达约 10^6 °C/s 的快速凝固技术获得液态金属结构, 使合金结构表现出长程无序、短程有序的非晶态, 经晶化热处理后, 形成非晶纳米晶双相复合结构, 使其表现出高磁导率、高饱和磁感应强度、低损耗等优异的综合性能, 目前已广泛应用于配电变压器、消费电子、航空航天、智能家居等领域^[6-9]。

纳米晶软磁合金由 Yoshizawa 等人^[2]于 1988 年首次在 FeSiB 非晶合金的基础上通过添加 Cu、Nb 元素, 开发出典型成分为 $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ (at%) 的合金, 并将其命名为“Finemet”。与非晶合金一样, Finemet 合金的前驱体也是通过快速凝固技术获得, 在退火前为非晶态结构。在一次晶化温度和二次晶化温度之间热处理退火后, 获得尺寸为 10~20 nm 的纳米晶粒和晶间非晶相

的复合结构, 表现出优异的软磁性能。Finemet 型纳米晶的出现极大地吸引了研究者的兴趣, 对其性能的优化和改进主要有 2 个方式。一是调整合金成分, 即向合金体系中加入功能不同的合金元素或调整元素占比以达到优化晶粒尺寸、晶粒分布、晶化产物等作用^[10-12]; 二是调整热处理工艺, 调节晶粒尺寸、晶化比例或磁畴结构等, 进而改善磁化曲线, 获得理想的软磁性能, 如比较熟悉的常规热处理、磁场热处理^[13-15]。

制备态的非晶带材处于亚稳态, 在接近玻璃化转变温度附近但低于晶化温度下进行退火可以释放带材在快速凝固过程中产生的内应力, 改善磁性能。退火后带材内部原子位置局域重排, 降低了内部能量结合状况, 同时会伴随着合金的轻微致密化。对于纳米晶合金, 后续的热处理工艺对其软磁性能影响很大, 退火温度、保温时长以及施加的外场(如磁场和应力场)都可能对晶化过程中的晶粒尺寸、体积分数、磁畴结构等重要特征产生一定的控制作用, 并最终影响合金的软磁性能。自纳米晶合金问世以来, 研究人员便对热处理工艺进行了广泛的研究。众所周知, 合金的显微组织结构对磁软化程度有着显著影响, 因此大多数研究主要集中在控制微晶的尺寸和形貌。同时, 晶体取向及其分布(织构)也是控制磁软化程度的重要微观结构因素^[16]。

纳米晶合金的热处理工艺, 从加热方式可以区分为

收稿日期: 2022-04-07

基金项目: 国家自然科学基金(51971093); 国家重点研发计划(2021YFB3802900)

作者简介: 邢彦兴, 男, 1986 年生, 博士生, 钢铁研究总院安泰科技股份有限公司, 北京 100081, E-mail: qingshanjianke2000@163.com

常规退火和焦耳退火, 常规退火是通过退火炉中的电阻加热元件升温后以热辐射或热对流的方式对炉内样品加热, 样品温度一般滞后于炉温。焦耳加热一般是对金属样品通入电流, 通过材料自身的电阻发生焦耳放热, 因此热量产生于材料内部。在纳米晶材料的实际应用中, 一般会根据需要, 通过改变外场的方式在带材中达到预期的感生各向异性, 目前施加的外场一般为磁场和应力场, 分别对应于磁场退火和应力退火。本文总结了针对纳米晶合金的常规退火、焦耳退火、磁场退火和应力退火的研究现状, 并对各项技术的特点进行了分析总结, 从而为研究人员充分开发纳米晶软磁合金的性能和提升退火效率提供参考, 同时对纳米晶合金热处理工艺的研究方向进行了展望。

1 常规退火

常规退火是目前实验研究和工业化应用中最为普遍采用的退火方式, 通过调节温度和时长来形成不同的结构和组织, 从而获得理想的性能。铁基纳米晶软磁合金的退火温度一般选择在一次晶化温度和二次晶化温度之间(通常 500~600 °C), 保温一定的时长(通常 30~60 min)后, 获得预期的非晶纳米晶双相结构。例如, 对于经典的纳米晶软磁合金 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$, 在开发之初, 经 550 °C 退火 1 h, 得到尺寸约 10 nm 的 $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 纳米晶粒和晶间约 2 nm 左右的非晶薄层的双相结构, $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 微晶相被富 Nb 的剩余非晶相包围形成亚稳平衡态。获得的典型软磁性能参数为: 饱和磁感应强度 (B_s) 达 1.24 T, 矫顽力 (H_c) 仅 0.53 A/m, 有效磁导率 (μ_e) 高达 100 000 (1 kHz), 饱和磁致伸缩系数 (λ_s) 为 2.1×10^{-6} , 损耗 $P_{0.2 \text{ T}/100 \text{ kHz}}=280 \text{ kW/m}^{3[17]}$ 。董帮少等^[13]对该成分合金经 500 °C 退火后, 获得最佳静态磁性能, 得到最高的初始磁导率 $\mu_i=6.93 \times 10^4$ 和最大磁导率 $\mu_m=40.4 \times 10^4$, 以及最低的矫顽力 $H_c=0.34 \text{ A/m}$ 。

在纳米晶的退火过程中, 为防止带材在较高的温度下发生表面氧化影响磁性能, 一般会使得炉内处于真空状态或通流动的保护气体。在进行真空热处理时, 退火过程中需要不断的抽气或排气从而保证其真空度, 1 Pa 的真空环境近似于纯度为 99.999% 的高纯惰性环境。保护气体一般为惰性气体, 常见的有 Ar、He、 N_2 , 也可以是还原性气体, 如 H_2 ^[18]。在工业化生产中, 为降低生产成本, 一般采用 N_2 作为保护气体。在大多数的实验研究中, 较为普遍的采用 Ar 气作为保护气体。

真空环境和气体环境均能起到保护带材表面避免氧化的作用, 但 2 种保护环境会影响到带材的加热速率。真空环境主要依靠热辐射的方式传导热量, 其升温速率和温度的均匀性会明显受到炉体结构和样品摆放位置的

影响; 而气体环境因为气体分子的存在, 辅以气体的流动效果, 会获得更好的热传导性和炉温均匀性, 因此其热处理效率相对更高。张林等^[19]对比了铁基纳米晶磁芯在氮气保护和在真空环境下退火后的有效磁导率, 结果表明在各自的最佳工艺条件下, 铁基纳米晶磁芯在氮气保护下的有效磁导率明显高于经普通真空热处理后的有效磁导率。在测试频率 $f=1 \text{ kHz}$ 、100 kHz 时, 有效磁导率分别提高了 29%、27.1%, 结果表明氮气保护有利于提高磁芯性能。

在足够的保温时长下, 退火温度对纳米晶的结构起着决定作用。Vázquez 等^[20]研究了 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金在初晶温度以下退火对合金磁导率、矫顽力和磁致伸缩系数的影响。结果表明, 在退火温度不高于 380 °C 时, 随着淬态带材内应力的释放, 合金发生轻微的软磁化, 在温度约 400 °C 时发生了实质性的结构变化, 在 400~480 °C 范围内加热的样品中观察到明显的磁硬化现象, 这归因于合金中 Cu 团簇的形成。

课题组研究了退火温度对纳米晶合金磁化曲线的影响^[13], 以 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 纳米晶合金经不同温度退火后的磁化曲线为例, 如图 1 所示。根据磁化曲线的形状特征, 结合退火温度范围, 将磁化曲线分为 4 个阶段, 对应 4 种磁化状态, 即① 淬态~390 °C 为难磁化状态、② 420~480 °C 为较易磁化状态、③ 500~580 °C 为易磁化状态和④ 600~620 °C 为极难磁化状态。结果表明, 合金在 420 °C 退火已开始纳米晶化, 要远早于通常认为的 500 °C。分析认为纳米晶合金在不高于 390 °C 退火时, 淬态合金存在着因快速凝固产生的内应力, 使合金难于被磁化, 导致测得的 B_m 值较小。随着退火温度逐渐升高, 大量原子和原子团簇发生扩散迁移活动, 固体缺陷和空洞不断运动, 合金内应力得到释放和消除, 应力感生各向异性也随之减小, 降低了合金磁化的难度。在 420~580 °C 退火时, $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 相析出, 其具有比晶间非晶

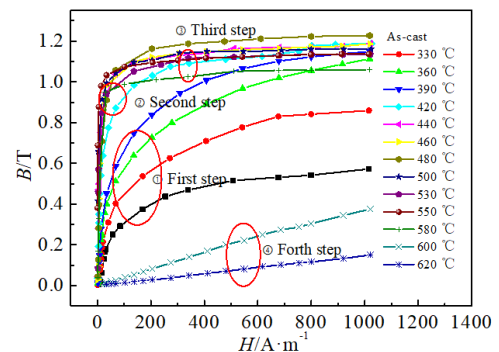


图1 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金经不同温度退火的磁化曲线

Fig.1 Magnetization curves of $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ alloy annealed at different temperatures^[13]

相更高的饱和磁感应强度 B_s ，由于纳米晶合金的总 B_s 值由组成相各自的 B_s 及相对体积分数决定，导致双相结构纳米晶合金的 B_m 值总体增加，并在 α -Fe(Si) 相达到 80% 时趋于稳定。

纳米晶合金在不同退火温度下的表现本质上是合金在升温过程内部应力释放和结构变化的反映。Finemet 合金（以 $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ 为例）的晶化过程分 3 个阶段进行，如下图 2 所示。第 1 阶段，在退火初期，铜团簇在整个材料中形成，成为形成纳米晶微观结构所必需的大量的 α -Fe(Si) 晶核异质形核点。第 2 阶段，在初始晶化阶段， α -Fe(Si) 晶粒在非晶基体内形核并长大。该相已被验证为无序的 bcc 或原子有序的 Fe_3Si (DO_3 结构)。纳米晶的初始晶化过程中，形成了非晶基体相包围的 α -Fe(Si) 相。在晶化过程中，非晶基体富集的 Nb 有助于细化晶粒，形成稳定的微观结构。在初始晶化温度附近，不考虑退火时长， α -Fe(Si) 晶化相的晶粒尺寸在 10 nm 左右趋于停止生长，并且 Si 含量增加到 20at% 左右。第 3 阶段，在更高的温度下，发生二次晶化，使剩余的非晶相晶化成 Fe_3B 、 Fe_2Si 、 Fe_2B 等金属间化合物。

纳米晶合金在晶化过程伴随着放热反应，因此对退火温度和保温时长都很敏感。 α -Fe(Si) 纳米晶相需要一定的时长才能从形核到长大，而退火温度会影响到晶粒长大所用的时长。Willard 等^[24]总结了 $Fe_{96-x}Si_xB_{2-x}Cu_1Nb_3$ 合金在不同温度、不同退火时长下对应的晶粒尺寸，建立这 2 个参数与晶粒尺寸之间的关系。结果表明，在初始晶化温度附近，晶粒的增长主要发生在前 1000 s 内，之后晶粒的生长极其缓慢。而大多数关于纳米晶的典型退火时长一般为 3600 s，因此这个时长足以使纳米晶粒得到充分的长大。

在很多情况下，纳米晶带材在退火前需要卷绕成具有一定叠厚的铁芯，如共模电感铁芯、互感器铁芯、高频变压器铁芯等。铁芯在晶化阶段释放出的热量会使铁芯温度在短时间内容易超出设定值，影响晶粒尺寸，恶

化磁性能。研究表明，增加铁芯的预退火处理，有利于改善铁芯薄带材微观结构和磁性^[25-27]。杜帅龙等^[27]对成分为 $Fe_{73}Si_{15}B_8Cu_1Nb_3$ 、尺寸为 30 mm×25 mm×25 mm 的纳米晶圆环铁芯进行了预退火处理研究，结果表明预退火的带材第 1 晶化峰温度不变，第 2 晶化峰温度增大，预退火过程能扩大晶化退火范围，提升性能的稳定性。增加预退火比直接退火的带材晶粒分布更加均匀，增加 450 °C 预退火的带材晶粒尺寸在 8~15 nm 之间，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 ($P_{0.5 T/10 kHz}=8.73$ W/kg)，分别比直接退火的铁芯提高了 16.0%，下降了 17.0%。

2 焦耳退火

焦耳退火也称为电流退火，是将非晶态带材晶化处理的另一种方法。焦耳退火是利用金属材料的导电性，在样品通入电流时，样品电阻将电能转化为热能，释放出的热量对样品进行加热，通过控制电流大小和通电时长，使样品达到一定温度、保持足够时长，进而达到退火的目的。焦耳退火技术起先应用于非晶带材的退火，为了使非晶态合金在不晶化的条件下达到弛豫效果而发展起来的^[28-30]，经过后续的研究，目前也能成功地采用较高的电流密度来达到快速结晶，实现纳米晶的晶化退火^[31]。通过在带材中通入 10~50 MA/m² 的电流密度来提供带材晶化所需要的能量。电流可以是脉冲式、逐步施加，也可以在一定的电流下持续施加。

焦耳退火最大的特点是升温速率极高，大多数关于纳米晶合金焦耳退火的研究中，其通电时长一般在 60 s 以内。焦耳退火比常规退火有着天然的退火效率优势，如清华大学邱胜宝等^[32]采用高强脉冲电流下对 $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ 非晶态薄带退火，在约 30 s 内基本完成纳米晶化过程，而等温退火晶化则需要 30 min~1 h。

电流的大小和通电时长决定了样品退火后的物相结构，通电产生的焦耳热量与通电过程中样品散热失去的

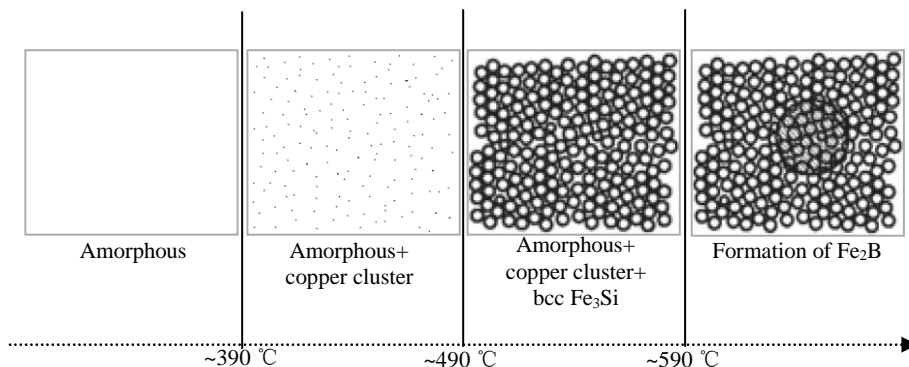


图 2 Finemet 合金在不同退火温度保温 1 h 的组织结构示意图

Fig.2 Schematic diagram showing the microstructures of $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ alloys at different annealing temperatures for 1 h^[21-23]

热量决定了样品单位时间内获得的热量净值, 再结合时长决定了材料可达到的最终温度, 进而决定着退火后形成的物相。图 3 展示了 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金非晶薄带在不同的电流密度和加热时长下结构的变化^[24]。可以看出, 在较低的电流密度和短时间下, 释放的焦耳热量不足以使带材发生晶化, 基体仍然为非晶相。随着电流密度的增大或退火时长的增长, 样品部分晶化成 $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 或 $\alpha'\text{-Fe}_3\text{Si}$ 相。在高电流密度和长时间下, 会由于温度太高导致二次晶化, 形成二次结晶相 Fe_2B 和 Fe_3B 。

根据焦耳定律, 电流加热功率主要受电流和材料电阻大小的影响, 对于尺寸固定的样品, 电流大小和材料的电阻最终决定了样品的升温速率和能达到的温度。相关研究表明^[33], 在通电 10~20 s 后, 总热量随外加电流和样品结构变化达到平衡。纳米晶带材的电阻值会随电流大小和通电时长发生变化, 这主要源于合金内部结构的变化。对于宽 50 mm, 厚 18 μm 的 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金带材, 通电电极距离 100 mm 时, 在较低的电流下 ($I \leq 2.5 \text{ A}$), 10 s 后电阻相对稳定, 样品的电阻增幅为 1.3%~4%, 样品仍为非晶态; 当电流继续增大 ($I > 2.5 \text{ A}$), 10 s 后电阻值增幅为 4.5%~6%, XRD 结果表明合金发生了晶化。

焦耳退火的样品可以获得更高的初始磁导率。Allia^[33]的研究结果表明, 与相同长度的 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 带材相比, 电流 2.6 A、通电 60 s 焦耳退火的样品比 823 K、 10^4 s 常规退火后的样品磁导率提升幅度达 50%。图 4 中对比了不同厚度 (15.0~37.5 μm) 的带材在淬态、常规退火和焦耳退火后的相对初始磁导率, 结果表明, 退火后的最佳初始磁导率, 焦耳退火 ($\mu_i/\mu_0 \approx 6000 \sim 11\ 000$) 比常规退火 ($\mu_i/\mu_0 \approx 2000 \sim 5000$) 的样品高 2~3 倍^[34]。

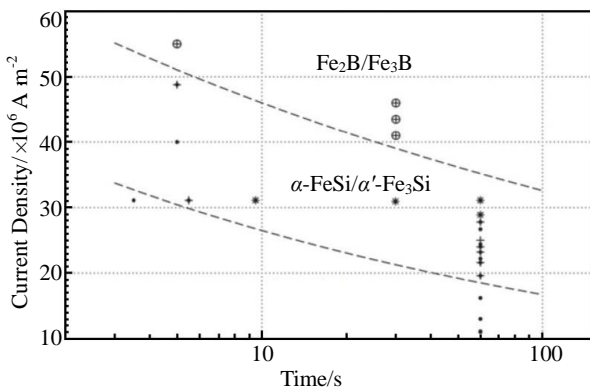


图 3 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金在给定的电流密度下随时间变化的物相转变图

Fig.3 Time-current density transformation diagram showing the crystallization transformation with varying exposure time to a given current density in $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ alloys^[24]

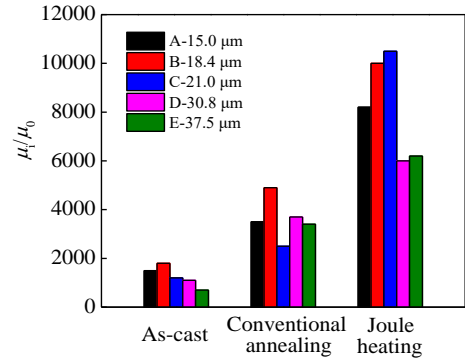


图 4 不同厚度的 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 带材在淬态、常规退火和焦耳退火后的相对初始磁导率 μ_i/μ_0 (μ_0 为真空磁导率)

Fig.4 Relative initial magnetic permeability μ_i/μ_0 (μ_0 is the vacuum magnetic permeability) of as-cast, furnace-annealed and Joule-heated ribbons^[34]

采用焦耳退火后的带材还可以获得更好的力学性能, 如退火后的韧性和硬度^[33-35]。与常规退火相比, Allia 等^[33]采用直流焦耳加热后, 提升了 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金在非晶状态下的韧性。非晶带材在退火过程中晶化前发生的原子重排被认为是导致样品脆化和磁导率下降的原因。直流焦耳加热过程时间短, 一定程度上可以避免一部分原子重排, 因此比常规退火试样更容易得到具有大幅度高延展性的纳米晶带状组织, 并保持优良的软磁性能。Moya 等^[35]对比了焦耳退火和常规退火下带材的磁性能和力学性能, 研究表明, 焦耳退火的样品在晶化温度附近退火后表现出更小的脆性, 同时保持其优异的软磁性能。Hison 等人^[36]的研究结果也表明: $\text{Fe}_{87}\text{Zr}_7\text{Al}_2\text{B}_3\text{Cu}_1$ 合金经预退火加直流焦耳热处理后, 合金的退火脆性倾向降低。张伟等^[37]研究发现, 提高热处理升温速率不仅可以改善纳米晶合金的软磁性能, 还能有效抑制其退火脆性。 $\text{Fe}_{81.7}\text{Si}_4\text{B}_{13}\text{Cu}_{1.3}$ 合金的硬度随热处理升温速率的升高而略有降低, 但带材韧性显著提升。升温速率从 10 K/min 提升到 400 K/min 后, 断面由脆性断裂特征转化为人字纹花样, 说明合金在断裂过程中有部分塑性变形。合金的微观结构分析表明, 随热处理升温速率的提高, 合金的结晶化组织得到明显细化, 晶粒尺寸由 46.4 nm 下降至 29.2 nm。

焦耳退火升温速率极快, 其伴随的一个缺点是沿带材长度方向存在较大的温度变化 ($\pm 30 \text{ K}$)^[28], 这主要受带材厚度的一致性和表面微观形貌的影响。而对于非晶纳米晶双相复合材料, 其等温退火时温差一般在 5 K 范围内才能达到其最佳磁性能, 因此在退火过程中对材料的温度控制至关重要。对于具有一定叠厚的样品, 如环形、矩形铁芯, 一般都是采用常规加热的方式进行退火,

样品在热传导的过程中温度由样品外层向内层进行热传递，当外层带材开始发生晶化放热反应时，其放出的热量通过向温度滞后的内层传递，使带材在晶化放热时有助于避免温度太高而生产二次晶化相，保证了铁芯的磁性能。如果采用焦耳退火，前期的升温过程中每层带材之间的温度不会存在明显的差距，但是当带材内部发生晶化反应时，每层带材短时间内释放出大量的热量难以快速散去，尤其是铁芯叠层中间的带材，容易由于升温太高发生二次晶化。

焦耳退火的主要优势是其高效率和对磁性能、力学性能的提升，其不足之处在于退火时间短，温度波动较大，伴有纳米晶合金晶化过程的放热，使其退火过程极难控制，因此这也大大提高了焦耳退火对退火工艺装备的要求。

3 磁场退火

磁场退火可用于调节纳米晶软磁合金磁滞回线的形状，进而改善合金的软磁性能。通过在合金的热处理过程中施加一个外磁场，使合金内部磁性原子在扩散过程中因受外磁场影响而重新排布，得到新的原子排列方式和畴结构。常见磁场退火方式有：纵向磁场退火、横向磁场退火、旋转磁场退火等。因易于实现且可操作性强，避免了因调整成分而造成的高经济成本等弊端，对纳米晶软磁合金的磁场退火效应研究，已成为软磁合金研究的热点之一^[38]。

Finemet 纳米晶诞生的第 2 年便报道了纳米晶在不同类型磁场下退火的研究，磁场退火对样品磁滞回线的形状影响很明显^[15]。在 Finemet 型纳米晶合金中，纵向磁场退火形成了方形的磁滞回线，动态条件下以畴壁移动为主。横向磁场退火形成了类似于斜线型的磁滞回线，动态条件下以畴的转动为主。图 5 中展示了 $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ 合金在施加不同的磁场类型下，退火温度 540 °C 保温 1 h 时形成的不同形状的磁滞回线^[23]，曲线不同的倾斜角度对应着不同的感生各向异性，即磁场感生各向异性。此外，合金成分、退火时间和温度以及磁场强度均会影响磁场感生各向异性。

一般来说，随着退火时横向磁场强度的增大，合金的磁滞回线会朝水平方向倾斜，导致感生各向异性值增大，同时降低磁导率，这赋予材料更大的磁储能能力。假设磁滞较小且回线为线性（如图 5 中 F2），通过方程： $K_u = \mu_0 M_s H_K / 2$ 可知，诱导各向异性（ K_u ）与合金的饱和磁化强度（ M_s ）和各向异性场（ H_K ）相关。通过材料在各向异性场饱和的 $B-H$ 回线的斜率可以估计出一个最大磁导率。推导的相对磁导率 μ_r 的计算公式为： $\mu_r = \mu / \mu_0 = M_s^2 / 2K_u$ 。对于典型的 Finemet 纳米晶合金， $\mu_0 M_s = 1.24$ T，通过计

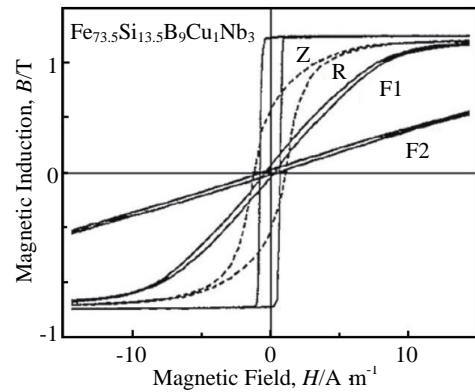


图 5 $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ 纳米晶在不同外磁场下 540 °C 保温 1 h 下的直流 (DC) 磁滞回线
Fig.5 DC hysteresis loops of nanocrystalline $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ annealed at 540 °C for 1 h without (R) and with a magnetic field applied parallel (Z) and transversely (F2) to the magnetic path (sample F1 was first crystallized at 540 °C and subsequently transverse field annealed at 350 °C)^[23]

算，可以得出对于 15、1000、8000 J/m^3 的诱导各向异性值，对应的磁导率分别为 40 800、610、76。

晶化过程中施加的磁场使合金产生沿外加磁场方向易轴的感生单轴各向异性，其磁场感生各向异性的大小为 5~50 J/m^3 。Madugundo^[18]研究了增大横向磁场强度对 $Fe_{74.1}Si_{15.7}B_{6.1}Cu_1Nb_{3.1}$ 合金磁晶各向异性的影响，当磁场强度从 0 T 增加到 7 T 时，磁场感生各向异性从 4 J/m^3 增大到 41 J/m^3 ，磁导率从 1.35×10^5 下降到 1.3×10^4 ，在 1 T 的磁场强度下，获得最小的矫顽力 0.74 A/m。图 6 展示了磁性能随退火过程中横向磁场强度变化的趋势。

磁场退火可以在合金晶化过程中或晶化后进行。然而，当采用两步退火工艺时（先晶化退火，然后在较低的温度磁场退火，如图 5 中 F1），感生各向异性值 K_u

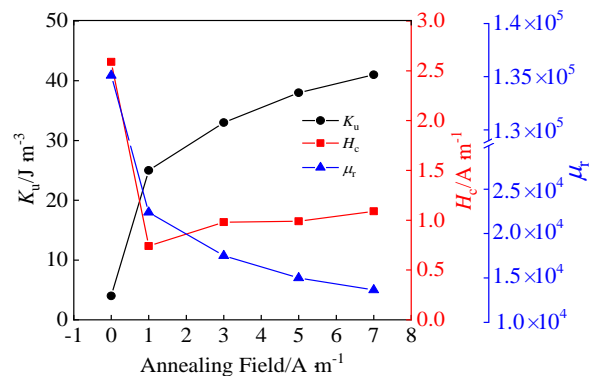


图 6 580 °C 退火时，合金的 K_u 、 μ_r 、 H_c 随退火时横向磁场强度大小的变化
Fig.6 Dependence of K_u 、 μ_r 、 H_c on the annealing field at 580 °C of annealing temperature^[18]

会大大降低。Lovas 等^[39]对 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金在 48~192 kA/m 的横向磁场中在 530 °C 进行单步退火, 得到 30~50 J/m³ 的感生各向异性。相比之下, 相同成分的合金在 530 °C 下退火形成纳米晶组织, 随后在 192 kA/m 的横向磁场中 450 °C 退火, 其感生各向异性值仅约 8 J/m³。

从前述对加热方式的介绍可知, 退火温度和时长对合金退火后的组织结构起着决定性的作用。磁场对纳米晶粒的形成也起着重要作用, Tsurekawa 等人^[40]发现, 在非晶相和 $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 晶化相的居里温度之间施加磁场可以在合金中产生 {110} 织构。由于磁场的存在, {110} 取向的晶粒优先形核。通过晶化动力学的研究表明, 在 6 T 的磁场强度下, $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金中 $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 相的形核速率比无磁场的条件下提升了 3 倍, 同时, 晶化相的体积分数也有所增加。图 7 为无磁场和磁场强度为 6 T 的条件下, $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金在 450 °C 退火时, 在 TEM 像中观察到的单位体积形核密度随退火时长的变化。

类似的研究表明^[16], $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 晶化相中的 {110} 织构比例随着磁场强度的增大而增加, 磁场引起 {110} 取向的晶核优先形核。通过对 FeSiBCuNb 非晶合金在磁场热处理中的晶化动力学分析, 得出外加磁场能增大晶粒形核速率而不影响晶粒长大速率。李明瑞等^[41]研究了 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金在横向磁场电流从 60 A 增加到 100 A 后, 在 530~540 °C 的退火温度下, 晶化相的平均晶粒尺寸变化不大, 但体积分数增加了 3%~5%。分析认为磁场对晶粒长大影响的不足, 很可能是由于在普通退火条件下, 该合金晶粒长大极其缓慢的原因。非晶相中形成的 Cu 团簇阻止了微晶与非晶相界面的迁移, 或者是 $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ 微晶中被排斥的 Nb 原子向非晶相的扩散率

很低。此外, 纳米晶合金在磁场退火后, 其磁畴结构中钉扎位消失, 磁畴界面更加清晰, 磁畴方向多沿外场方向分布^[38]。

采用横向磁场退火还能进一步降低合金的损耗。周国华等^[42]对成分为 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 的尺寸为 30 mm×20 mm×10 mm 的环形铁芯进行横磁退火, 随着退火时磁场强度从 0 mT 增加到 100 mT, 铁芯在 0.5 T/20 kHz 的条件下的损耗从 25 W/kg 下降至 9.6 W/kg。董帮少等^[13]对尺寸为 60 mm×50 mm×50 mm 的相同成分的铁芯进行横向磁场退火后, 合金的损耗进一步降低, 在 0.5 T/20 kHz 的条件下达到 7.3 W/kg, 为目前报道的铁芯最低损耗。He 等^[43]最新的研究结果表明, 对成分为 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_{14}\text{B}_6\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 的尺寸为 22.59 mm×19.79 mm×10 mm 的纳米晶圆环进行横向磁场退火, 与无磁场退火相比, 在约 100 mT 的横向磁场强度下退火后的铁芯损耗 1.0 T/1 kHz 条件下降低了 36%, 同条件下的动态矫顽力下降 39%。经损耗分离分析发现, 铁芯损耗的下降主要是剩余损耗的降低, 这主要归因于横向磁场退火诱导了带材表面弱取向的纤维织构和相对均匀的枝状晶, 在带材内部和表面诱导了均匀的各向异性, 从而促进了表面光滑磁畴壁的运动和内部磁畴的磁化旋转。

磁场退火对合金退火后磁滞回线的调节作用, 以及其易于实现的产业化装备, 获得了研究人员和工程应用人员的青睐, 使其成为目前开发最为成熟和工业化应用最为普遍的外场退火方式。但横向磁场退火对磁滞回线倾斜程度的影响有限, 使其无法获得在一定磁场下更低的恒定磁导率, 从而影响了纳米晶合金在低导磁、恒导磁领域的应用。

4 应力退火

应力退火是指合金在退火时的内应力释放过程中、晶化过程中或晶化后, 通过对材料施加应力使纳米晶带材产生诱导各向异性的一种技术。大多数关于纳米晶带材应力退火的实验研究, 是通过在带材两端施加负重的方式在带材内部产生张力, 然后结合常规退火^[35,44-45]或结合电流退火^[35,46-49]的方式进行应力场退火。

应力退火最明显的特点和优势是其感生各向异性与应力大小成正比, 且比磁场感生各向异性值大一两个数量级^[50]。应力感生各向异性值与张力大小呈正比, 目前报道的最高值约 8 kJ/m³, 约是前述磁场感生各向异性最大值的 160 倍, 这可以在很大程度上降低磁导率, 意味着合金的恒定磁导率可以调低至 80。应力退火可以明显的改善合金的磁导率和损耗性能, 安泰科技潘贇等^[51]对 $\text{Fe}_{74.1}\text{Si}_{15}\text{B}_{6.9}\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 纳米晶合金进行张力退火, 在 620 °C 的炉体中、张力为 67 MPa 的条件下退火 30 s 后, 将带

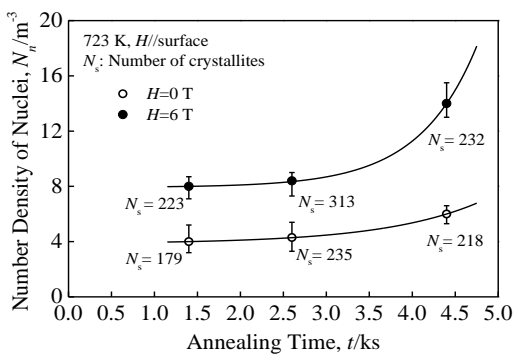


图 7 磁场强度 $H=0$ 和 $H=6$ T 条件下, $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金在 450 °C 退火时单位体积形核密度随退火时长的变化

Fig.7 Changes in the number density of nuclei per unit volume in $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ amorphous alloy during annealing at 450 °C with a 6 T magnetic field and without a magnetic field^[40]

材卷绕成尺寸为 22 mm×17 mm×6.5 mm 的磁环进行测试,在磁场强度 H 为 0~800 A/m、频率 f 为 1 kHz~3 MHz 的测试条件下合金的有效磁导率 (μ_e) 保持在 800 左右,表现出恒导磁特性。在 $B_m=300$ mT、 $f=100$ kHz 条件下合金的单位质量损耗值 (P_m) 随着退火张力的增大而减小,退火张力为 67 MPa 时合金的单位质量损耗值为 68 W/kg,比无张力退火降低约 67%^[51]。

与常用的铁氧体铁芯相比,纳米晶带材在较宽的频率范围内产生了随应力大小可调的磁导率,同时其具有较大的饱和磁化强度,因此不存在有害的漏磁问题。典型的应力感生各向异性场随应力变化如下图 8^[52]所示。Herzer^[53]通过引入归一化各向异性参数 k 来描述纳米晶 FeSiBCuNb 合金的应力诱导各向异性 K_σ 与外加拉应力 (σ) 的关系,即 $K_\sigma=-2k\sigma/3$,研究认为 k 与材料的饱和磁致伸缩相关。而磁致伸缩系数与局部原子环境相关(非晶基体的非弹性极化),因此磁弹性各向异性是引起应力感生各向异性的主要原因,它是由样品在结晶时的感生应力和非晶基体的弹性极化共同作用的结果。应力感生各向异性与退火过程中的晶化状态密切相关,若退火过程中的晶化反应进行不完全,则会得到相对较低的各向异性值。在所有温度下,诱导各向异性都随着外加应力的增加而增加,但当温度达到可以使带材充分晶化的情况下,应力才能发挥更充分的作用^[54]。

研究表明,应力退火会影响到晶粒大小和晶化相体积分数。Fan 等人^[55]用同步辐射 X 射线衍射和透射电镜研究了 FeSiBCuNb 非晶合金在应力纳米化过程中的微观结构演变。结果表明,应力退火试样和无应力退火试样的平均晶粒尺寸分别为 8.6 和 10.9 nm。晶粒尺寸随应力大小的变化如图 9 所示。保温结束后,应力退火样品的 α -Fe(Si)相体积分数从 7%增加到 64%,无应力退

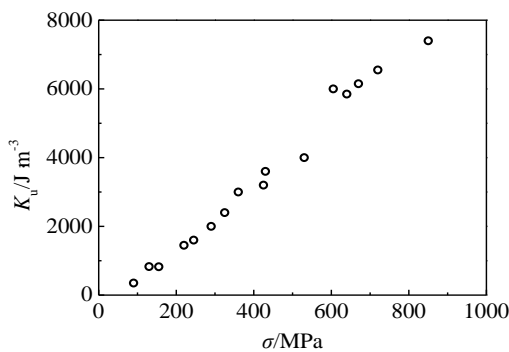


图 8 Fe_{73.5}Si_{13.5}B₉Cu₁Nb₃ 合金在 813 K、60 min 保温时长下的应力感生各向异性随应力的变化趋势

Fig.8 Dependence of the induced anisotropy of Fe_{73.5}Si_{13.5}B₉Cu₁Nb₃ alloy on the mechanical tensile stress (type I annealing, $T=813$ K, $t=60$ min)^[52]

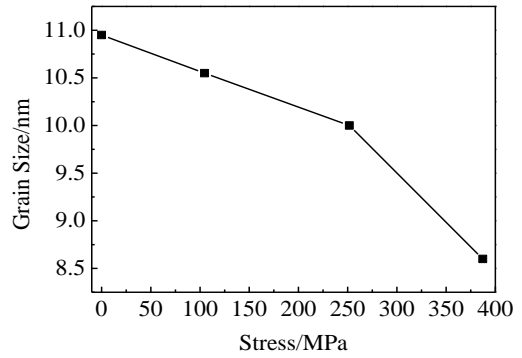


图 9 晶粒尺寸随施加应力大小的变化

Fig.9 Grain size as function of the applied tensile stress^[55]

火样品的 α -Fe(Si)相体积分数从 1%增加到 62%。不同应力退火试样的晶粒尺寸也随着拉伸应力的增加而减小。分析认为,退火过程中的拉伸应力降低了吉布斯自由能,从而提高了成核速率,导致晶粒尺寸显著减小。

应力退火对纳米晶合金的磁滞回线和磁畴结构存在明显的影响。潘贇等^[51]对 Fe_{74.1}Cu₁Nb₃Si₁₅B_{6.9}(at%)纳米晶合金进行的张力退火研究结果,可以很好地说明这一点,如图 10、图 11 所示。随着应力值的增大,磁滞回线与 x 轴的夹角越来越小,意味着应力感生各向异性值越来越大,对应的磁畴结构由宽度不规则的条形向宽度一致的条形逐渐转变,且宽度随应力增加而减小。

纳米晶合金中的应力诱导各向异性被认为源于磁弹性效应、原子短程有序以及残余非晶相的非弹性极化。应力退火样品没有表现出晶体学织构或晶粒伸长^[45,52],Kraus^[45]认为在退火过程中晶间非晶相形成的非弹性应变导致了原子间键的极化而产生应力诱导各向异性。Herzer^[53]发现纳米晶的磁致伸缩和诱导各向异性与合金成分 Fe_{96-z}Si_xB_{z-x}Cu₁Nb₃ 中 Si 含量的函数有关,将诱导各向异性归因于非晶基体中键合的非弹性极化引起的晶相

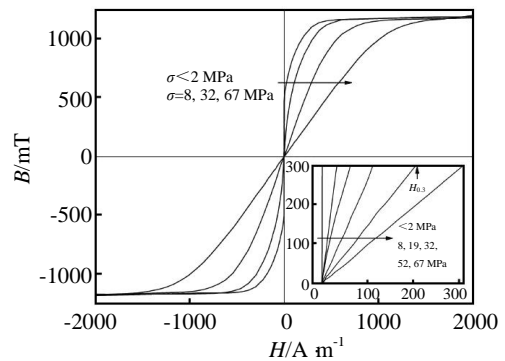


图 10 不同张力退火下 Fe_{74.1}Si₁₅B_{6.9}Cu₁Nb₃ 合金的直流磁滞回线
Fig.10 DC hysteresis loops of Fe_{74.1}Si₁₅B_{6.9}Cu₁Nb₃ alloy obtained after different tensile stress annealing^[51]

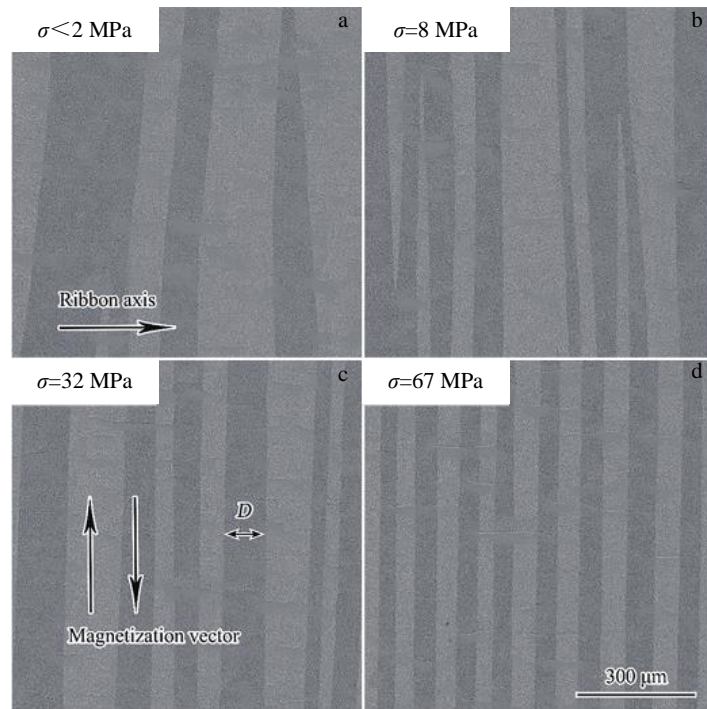


图 11 不同张力退火下 $\text{Fe}_{74.1}\text{Si}_{15.5}\text{B}_{6.9}\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金的磁畴结构

Fig.11 Domain patterns of alloy annealed at different tensile stress: (a) $\sigma < 2$ MPa, (b) $\sigma = 8$ MPa, (c) $\sigma = 32$ MPa, and (d) $\sigma = 67$ MPa^[51]

磁弹性效应, 该效应发生在应力退火过程中。Ohnuma 等人^[56]的工作表明, 在应力退火的 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金中, 当样品平行和垂直于外加应力方向旋转时, 从 Fe_3Si 相(620)晶面的 X 射线衍射光束中存在各向异性。随着退火过程中施加的应力从 10 MPa 增加到 621 MPa, 面间距在平行和垂直方向上的偏差也随之增大。该研究为应变退火过程中残余非晶相的塑性流动提供了物理证据, 从而得出诱导各向异性起源于磁弹性。近期 Nutor 等人^[57]利用同步辐射 XRD 研究了 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金中应力诱导各向异性的形成机理。结果表明, 与未经应力退火的试样相比, 应力退火的试样具有正的和更大的结构各向异性, 而未经应力退火的试样具有不显著的负的结构各向异性。宏观应变和微观应变测量表明, 应力退火样品的结构各向异性在退火过程后作为残余应变释放, 这证实了应力诱导的各向异性起源于磁弹性。

虽然应力退火在较低磁导率的应用方面有明显的优势, 但对其商业应用仍存在一定的困难。非晶带材的应力退火一般是在薄带退火过程对合金施加拉应力, 而带材退火过程中发生的晶化会导致合金脆化, 从而限制了该技术的普遍使用。通过应力退火得到较长条带的相关报道相对较少, Yanai 等人^[58]在炉温为 530~570 °C, 恒温区约 200 mm 的连续应力退火炉中, 获得了拉应力为 50~150 MPa, 长为 500 mm 的 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 合金条带, 制成了内径为 3 mm 的磁芯, 但并没有讨论带材

的脆性。Fukunaga 等人^[59]获得了张力为 200 MPa, 长为 650 mm 的 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 应力退火条带, 并将其卷绕成不同内径(10~32 mm)的圆环, 但并未介绍退火装置、退火温度以及退火后带材的脆性。中国安泰科技潘贇等人^[51]通过连续应力退火, 获得了成分为 $\text{Fe}_{74.1}\text{Si}_{15.5}\text{B}_{6.9}\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ 、最大张力为 67 MPa、退火温度为 503~630 °C 的纳米晶合金条带, 并将其卷绕成 22 mm×17 mm×6.5 mm 的圆环, 研究人员展示了连续张力退火设备示意图、退火后的带材卷绕成的磁芯, 文中未讨论带材脆性, 但退火时长仅 30 s, 有望获得韧性较好的带材。

综上所述, 应力退火可以获得很高的感生各向异性值, 很低的恒定磁导率, 但其不足之处在于其较低的退火效率和退火后带材的韧性问题。因此, 更加高效的应力退火装备和退火后力学性能更好的带材是解决应力退火产业化应用的关键。

5 结 语

1) 纳米晶合金的热处理是影响合金的物相结构和软磁性能的重要因素, 常规退火和电流退火决定了合金退火后的晶粒尺寸和晶化相比例, 是获得最佳性能的前提; 磁场退火和应力退火作为外场施加方式, 可以改变合金退火后磁滞回线的形状, 获得更高的感生各向异性, 降低材料在一定磁场强度下的损耗和恒定磁导率, 从而扩大材料的应用领域。

2) 纳米晶的退火工艺方面的基础理论研究已经比较全面, 常规退火和磁场退火的应用已相对成熟。但是具有更高加热效率的焦耳退火和可获得更高感生各向异性值的应力退火在商业化应用方面发展存在滞后。这固然与其实现方式的困难相关, 因为这需要更加精细的控制、质量更好的带材、或者更高要求的退火设备等条件。但是这些具有应用潜力的方向应该获得更多研究者的重视, 这对于提升纳米晶行业的生产效率和扩展纳米晶材料的应用领域具有重大意义。

参考文献 References

- [1] Silveyra J M, Ferrara E, Huber D L *et al. Science*[J], 2018, 362(6413): 195
- [2] Yoshizawa Y, Oguma S *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1988, 64(10): 6044
- [3] Suzuki K, Kataoka N, Inoue A *et al. Materials Transactions, JIM*[J], 1990, 31(8): 743
- [4] Willard M A, Laughlin D E, Mchenry M E *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1998, 84(12): 6773
- [5] Makino A, Men H, Kubota T *et al. Materials transactions*[J], 2009, 50(1): 204
- [6] Azuma D, Ito N, Ohta M. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2020, 501: 166 373
- [7] Suzuki K, Parsons R, Zang B *et al. AIP Advances*[J], 2019, 9(3): 35 311
- [8] Ma Haijian(马海健), Wei Wenqing(魏文庆), Bao Wenke(鲍文科) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(8): 2904
- [9] Inoue A, Kong F L. *Encyclopedia of Smart Materials*[J], 2022, 5: 10
- [10] Liu T, Wang A D, Zhao C L *et al. Materials Research Bulletin*[J], 2019, 112: 323
- [11] Gheiratmand T, Hosseini H R M. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2016, 408: 177
- [12] Lashgari H R, Chu D, Xie S S *et al. Journal of Non-Crystalline Solids*[J], 2014, 391: 61
- [13] Dong Bangsha(董帮少), Zhou Shaoxiong(周少雄), Zhi Qizheng(支起铮) *et al. Electric Power*(中国电力)[J], 2021, 55(2): 1
- [14] Pan Yun(潘贇), Liu Tiancheng(刘天成), Chen Feifei(陈非非) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2020, 41(3): 89
- [15] Yoshizawa Y, Yamauchi K. *IEEE Transactions on Magnetism*[J], 1989, 25(5): 3324
- [16] Fujii H, Yardley V A, Matsuzaki T *et al. Journal of Materials Science*[J], 2008, 43: 3837
- [17] Yoshizawa Y, Yamauchi K. *Mater Trans JIM*[J], 1990, 31(4): 307
- [18] Madugundo R, Geoffroy O, Waeckerle T *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2017, 422: 475
- [19] Zhang Lin(张林). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Nanchang: Nanchang University, 2013
- [20] Vázquez M, Marin P, Davies H A *et al. Applied Physics Letters*[J], 1994, 64(23): 3184
- [21] Hono K, Ping D H, Ohnuma M *et al. Acta Materialia*[J], 1999, 47(3): 997
- [22] Ayers J D, Harris V G, Sprague J A *et al. Acta Materialia*[J], 1998, 46(6): 1861
- [23] Herzer G. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(3): 718
- [24] Willard M A. *Handbook of Magnetic Materials*[J], 2013, 21: 173
- [25] Han Y B, Wang A D, He A N *et al. Journal of Materials Science: Materials in Electronics*[J], 2016, 27(4): 3736
- [26] Noh T H, Pi W K, Kang I K. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 1993, 128(1-2): 129
- [27] Du Shuailong(杜帅龙), Sun Jibing(孙继兵), Zhang Shuodong(张硕东) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(10): 3352
- [28] Allia P, Tiberto P, Baricco M *et al. Review of Scientific Instruments*[J], 1993, 64(4): 1053
- [29] Allia P, Baricco M, Tiberto P *et al. Physical Review B*[J], 1993, 47: 3118
- [30] Jagielinski, T. *IEEE Transactions on Magnetism*[J], 1983, 19(5): 1925
- [31] Allia P, Baricco M, Knobel M *et al. Philosophical Magazine Part B*[J], 1993, 68(6): 853
- [32] Qiu Shengbao(邱胜宝), Zhang Chengyu(张程煜), Yao Kefu(姚可夫). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2007, 43(1): 5
- [33] Allia P, Tiberto P, Baricco M *et al. Applied Physics Letters*[J], 1993, 63(20): 2759
- [34] Allia P, Baricco M, Knobel M *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 1994, 133(1): 243
- [35] Moya J, Cremaschi V, Silva F *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2001, 226: 1522
- [36] Hison C L, Chiriach H, Lupu N *et al. Sensors and Actuators A: Physical*[J], 2006, 129(1-2): 45
- [37] Zhang Guozhong(张国忠), Li Yanhui(李艳辉), Wu Licheng(吴立成) *et al. Materials Reports*(材料导报)[J], 2020, 34(3): 3165
- [38] Shi Ruimin(史瑞民). *Heat Treatment Technology and Equipment*(热处理技术与装备)[J], 2021, 42(3): 58
- [39] Lovas A, Kiss L F, Varga B *et al. Le Journal de Physique IV*[J],

- 1998, 8: 291
- [40] Tsurekawa S, Fujii H, Yardley V A *et al. Materials Science Forum*[J], 2007, 558-559: 1371
- [41] Li Mingrui(李明瑞), Cheng Hao(程皓), Li Weihuo(李维火). *Journal of Function Materials(功能材料)*[J], 2020, 51(2): 2188
- [42] Zhou Guohua(周国华), Ouyang Yougen(欧阳有根), Wu Jinfang(吴进方) *et al. Hot Working Technology(热加工工艺)*[J], 2016, 45(24): 104
- [43] He A N, Li J W, Wang M K *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2022, 120: 1
- [44] Lachowicz H K, Neuweiler A, Popkawski F *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 1997, 173(3): 287
- [45] Kraus L, Závěta K, Heczko O *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 1992, 112(1-3): 275
- [46] Yanai T, Shimada A, Takahashi K *et al. IEEE Transactions on Magnetics*[J], 2006, 42(10): 2781
- [47] Miguel C, Zhukov A P, Gonz áez J. *Physica Status Solidi A*[J], 2002, 194: 291
- [48] Miguel C, Murillo N, Gonz áez J. *Journal of Applied Physics*[J], 2000, 88(11): 6623
- [49] Gonz áez J, Murillo N, Blanco J M *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1994, 76(2): 1131
- [50] Herzer G, Budinsky V, Polak C. *Physica Status Solidi B*[J], 2011, 248(10): 2382
- [51] Pan Yun(潘贇), Liu Tiancheng(刘天成), Li Guangmin(李广敏) *et al. Chinese Journal of Materials Research(材料研究学报)*[J], 2020, 34(10): 753
- [52] Hofmann B, Kronmüller H. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 1996, 152(1-2): 91
- [53] Herzer G. *IEEE Transactions on Magnetics*[J], 1994, 30(6): 4800
- [54] Alves F, Desmoulins J B, H érisson D *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2000, 215-216: 387
- [55] Fan X Z, He X W, Nutor R K *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2019, 469: 349
- [56] Ohnuma M, Hono K, Yanai T *et al. Applied Physics Letters*[J], 2003, 83(14): 2859
- [57] Nutor R K, Fan X Z, He X W *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 774: 1243
- [58] Yanai T, Ohya T, Takahashi K I *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2005, 290: 1502
- [59] Fukunaga H, Tanaka H, Yanai T *et al. Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2002, 242: 279

Research Progress on Annealing Process of Finemet-Type Nanocrystalline Alloys

Xing Yanxing^{1,2}, Zhou Shaoxiong^{1,2,3}, Dong Bangshao^{2,3}, Wang Jian²

(1. Advanced Technology and Materials Co., Ltd, Central Iron & Steel Research Institute Group, Beijing 100081, China)

(2. Jiangsu JITRI Advanced Energy Materials Research Institute Co., Ltd, Changzhou 213034, China)

(3. Institute of Advanced Materials, North China Electric Power University, Beijing 102206, China)

Abstract: The annealing process is a very effective way to improve the soft magnetic properties of nanocrystalline alloys. In this paper, the research status of annealing process of nanocrystalline alloys were summarized and the characteristics of different annealing process were compared. Conventional annealing and Joule annealing are the key to determine the final grain size and crystallization ratio of the alloy, which is the premise to obtain the best properties. Magnetic field annealing and stress annealing can change the shape of the hysteresis loop after annealing, obtain higher induced anisotropy and reduce the constant permeability of the material under a certain magnetic field strength. Up to now, furnace annealing and magnetic field annealing are already widely applied, while joule annealing and stress annealing are affected by process equipment and production efficiency respectively, resulting in the lag of their industrial application. However, the high efficiency of Joule annealing and the extremely high induced anisotropy of stress field annealing also have significant advantages, which means the potentiality of further industrial application.

Key words: nanocrystalline alloys; annealing process; induced anisotropy

Corresponding author: Zhou Shaoxiong, Ph. D., Professor, Advanced Technology and Materials Co., Ltd, Central Iron & Steel Research Institute Group, Beijing 100081, P. R. China, E-mail: sxzhou@atmcn.com