

文章编号: 1004-0609(2005)05-0739-07

Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ 机械合金化纳米晶粉末的 特种烧结及磁性能^①

卢 斌¹, 易丹青¹, 刘 岩², 刘会群¹, 吴标理¹, 吴 炜¹, 马 瑞¹

(1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;

2. 中国科学院 上海硅酸盐研究所 特种材料研究与发展中心, 上海 200050)

摘 要: 研究了放电等离子烧结和高压烧结工艺条件对 MA Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ 纳米晶粉末的烧结块体合金的组织结构与磁性能的影响。结果表明: 球磨 70 h 后, 获得了单相 α Fe 纳米晶(约 9.5 nm)过饱和固溶体粉末; DSC 升温曲线中, 出现 4 个不同强度的放热峰, 依次发生了纳米晶过饱和固溶体的结构弛豫、非晶晶化以及过饱和固溶体相析出等过程, 且相析出过程分两个阶段完成; 在 $p = 30$ MPa, $t = 5$ min 放电等离子烧结 (SPS) 条件下, 当温度达到 1 050 °C 后, 可获得相对密度为 98.9%、主相为 α Fe 的纳米晶(100 nm)块体合金, 其中, $B_s = 1.34$ T, $H_c = 7.34$ kA/m, 在 $p = 5.5$ GPa, $t = 5$ min 条件下, 当 $P_w = 1\ 150$ W 后, 可获得相对密度约 99.1%、单相 α Fe 纳米晶(21.4 nm)块体合金, 其中, $B_s = 1.14$ T, $H_c = 8.22$ kA/m。

关键词: Fe 基合金; 机械合金化; 纳米晶; SPS 烧结; 高压烧结; 块体合金; 磁性能

中图分类号: TG 139

文献标识码: A

Sintering and magnetic properties of mechanical alloying Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ nanocrystalline powder

LU Bin¹, YI Dan-qing¹, LIU Yan², LIU Hui-qun¹,

WU Biao-li¹, WU Wei¹, MA Rui¹

(1. School of Materials Science and Engineering,

Central South University, Changsha 410083, China;

2. Special Materials Research and Development Centre,

Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Science, Shanghai 200050, China)

Abstract: The influence of spark plasma sintering and high-pressure sintering technique on microstructure and magnetic properties of bulk alloys of MA Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ nanocrystalline powder were investigated. The results show that after milling for 70 h, the single phase α Fe nanocrystalline supersaturate solid solution powder with average grain size 9.5 nm and bcc structure can be obtained. In DSC heating-up curve of MA powder, four exothermal peaks with different strength appear, which are corresponding to the structure relaxing process of distorted nanocrystalline supersaturate solid solution, crystallization process of trace amorphous phases and phase precipitation of supersaturate solid solution, respectively. The precipitation process of supersaturate solid solution is decided into two stages. Under the SPS sintering conditions at $p = 30$ MPa, $t = 5$ min, when sintering temperature is 1 050 °C, nanocrystalline (100 nm) bulk alloy with relative density of 99% and main phase of α Fe can be obtained, the magnetic properties of bulk alloy are: $B_s = 1.34$ T, $H_c = 7.34$ kA/m. Under the high-pressure sintering conditions of $p = 5.5$ GPa, $t = 5$ min, when $P_w = 1\ 150$ W, single phase α Fe nanocrystalline (21.4 nm) bulk alloy with relative density of 99.1% can be obtained, the magnetic properties of which are: $B_s = 1.14$ T, $H_c = 8.22$ kA/m.

① 基金项目: 湖南省自然科学基金资助项目(01JJY2056); 上海市科技攻关资助项目(0452nm086)

收稿日期: 2004-09-08; 修订日期: 2004-12-31

作者简介: 卢 斌(1962-), 男, 副教授, 博士。

通讯作者: 卢 斌, 副教授; 电话: 0731-8836319; E-mail: luoffice@mail.csu.edu.cn

Key words: Fe-based alloy; mechanical alloying; nanocrystalline; SPS sintering; high-pressure sintering; bulk alloy; magnetic properties

自 1988 年 Yoshizawa 等^[1]发现 $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ 纳米晶合金后, 这类纳米晶合金以其比 Fe 基非晶合金更优秀的软磁特性和高的饱和磁感应强度而一直引起世界各国的高度重视。然而, 实际工程应用中大多需要形状结构相对较复杂的块体磁芯材料。目前, 这类纳米晶合金通常是由非晶晶化方法获得的, 其形状与尺寸受到极大限制, 仅能提供薄带、粉末、细丝等形状。为拓展这类纳米晶合金的应用范围, 有必要将这些非晶软磁粉末或薄带制备成非晶或纳米晶块体合金。已有报道采用热压法^[2]、高压固结法^[3-5]、温热挤压法^[6]以及爆炸成型法^[7, 8]等工艺制备 Fe-Si-B、Co-B-Si、Fe-Zr-B 以及 Fe-Nb-B 系非晶或纳米晶块体软磁合金。但其制备粉末多由熔体快淬法获得, 存在粉末成型困难和成本高等问题。

机械合金化法(简称 MA 法)在制备纳米晶或非晶粉末方面具有优势, 与熔体快淬法相比, MA 法还具有工艺简单, 产率高以及容易规模化生产等优点, 而且所制备的粉末具有优良的流动性和压实性, 为通过烧结工艺制备纳米晶块状材料提供了一条新的技术途径。采用 MA 法制备 Fe 基非晶或纳米晶软磁合金粉末的研究报导较多^[9-12], 但很少见到由这类非晶或纳米晶粉末获得纳米晶块体材料的研究报导。

在上述各粉末冶金方法中, 提高烧结压力能明显促进晶化形核率和抑制晶粒长大^[13], 有利于获得纳米晶合金, 但其所需的特殊高压设备以及块体形状和尺寸的限制, 制约了该技术的发展与应用。由于六面顶高液压技术在腔体的高压化和大尺寸等方面的进步, 有望获得大尺寸的纳米晶块体合金。放电等离子烧结(简称 SPS)工艺作为一种新的粉末固化成型技术近年来引起关注。该工艺能在极短的时间内、较低的温度下实现烧结^[14], 因而, 被认为是制备非晶或纳米晶块体合金的理想工艺。Kojima 等^[14]和 Shen 等^[15]利用快淬非晶粉末和气雾化非晶粉末采用 SPS 烧结工艺成功地制备了非晶或纳米晶软磁块体合金。因此有必要探讨 MA 纳米晶粉末在 SPS 和高压烧结过程中的致密化和纳米晶粒粗化行为, 为制备纳米晶块体材料提供新的技术途径。

本文作者研究了 $\text{MAFe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ 纳米

晶粉末采用放电等离子烧结(SPS)工艺和超高压烧结工艺制备块体合金的组织结构与磁性能特点。

1 实验

实验合金名义成分(摩尔分数, %)为 $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ 。选用纯度优于 99.5%、粒度约 75 μm 的纯合金元素粉末, 在 QM-1SP 型行星式高能球磨机上进行机械合金化处理, 球磨过程中氩气保护, 球料质量比为 20:1, 球磨罐转速为 450 r/min。放电等离子烧结(SPS)实验在日本石炭株式会社 SPS3.20-MK-V 放电等离子烧结设备上, 压力为 30 MPa, 时间 5 min, 烧结温度 950 $^{\circ}\text{C}$ ~1050 $^{\circ}\text{C}$ 。在 HTDS-032A 六面顶液压机上, 进行高压烧结试验(以下简称 HHP), 其中, 烧结压力 5.5 GPa, 加热功率 530~1150 W, 加热时间 5 min, 高压腔体结构如图 1 所示。采用 Dmax-rA 型 X 射线衍射仪(XRD)分析样品相组成, Cu 靶, $\text{K}\alpha$ 谱线。应用 Sherrer 公式估算机械合金化粉末和烧结样品的平均晶粒尺寸, 即

$$D = 0.91 \lambda / (B \cos \theta)$$

式中 D 为晶粒直径; λ 为入射 X 射线波长(0.154 05 nm); B 为衍射峰半高宽; θ 为 Bragg 角, 计算时, 扣除仪器宽化及 $\text{K}\alpha_2$ 。采用阿基米德法测

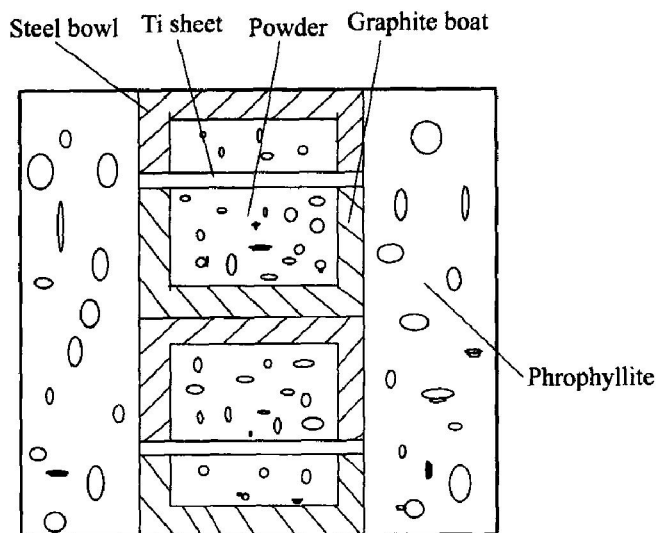


图 1 高压腔体结构示意图

Fig. 1 Sketch of structure of high pressure cavity

量样品的密度。烧结样品显微组织结构分析在日立 H-800 透射电子显微镜(TEM)上进行, 加速电压为 160 kV。TEM 样品制备采用电解双喷+离子减薄法。磁性能测量在美国 LDJ 9600 振动样品磁强计(VSM)上进行, 最大磁化磁场 $H_{\max} = 9.55 \times 10^6$ A/m。

2 结果与分析

2.1 MA 合金粉末的制备

图 2 所示为 Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ 机械混合粉末经过 25~70 h 球磨后粉末的 X 射线衍射谱。由图可见, 球磨 25 h 后仅存在 α Fe 相的衍射峰, 随着球磨过程的进行, 各衍射峰宽化现象更加明显。X 射线衍射分析表明: 该 MA 粉末形成了单相 α Fe 过饱和固溶体。根据 Sherrer 公式计算各样品粉末中的 α Fe 相的平均晶粒尺寸 D 值, 计算结果显示, 随着机械合金化的进行, D 值逐渐减小, MA 70 h 后, D 值可达到 9.5 nm 左右。

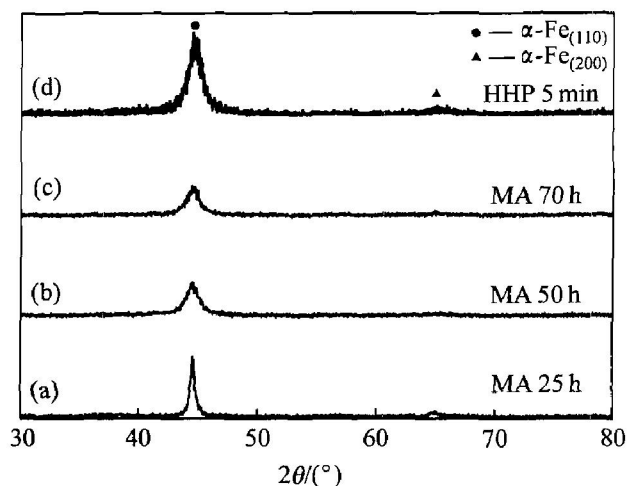


图 2 不同时间球磨后粉末和高压烧结样品的 X 射线衍射谱

Fig. 2 XRD patterns of powder and high-pressure sintering samples after different milling times

2.2 MA 粉末的热稳定性

图 3 所示为 MA 70 h 纳米晶粉末的 DSC 谱。从图中可以看出, 共出现了 4 个不同强度的放热峰: 第一个是范围宽、强度弱、峰位约为 430 °C 的低平放热峰, 第二个是峰位约 525 °C 的弱放热峰, 后两个峰位分别约为 700 °C 和 818 °C 的相对较强的放热峰。第一个宽化的低平峰的出现属于机械合金化粉末的普遍现象, 与该过程形成的晶粒大小分布

较宽、晶格发生畸变的 α Fe 纳米晶相过饱和固溶体发生结构弛豫和纳米晶粒长大过程有关^[6, 11, 12]。第二个弱小放热峰的出现可能与机械合金化过程中形成了非晶相在随后加热过程中发生晶化现象有关^[11]。后两个峰应与 α Fe 过饱和固溶体发生金属间化合物(如 Fe₂B、Fe₃B 等相)的析出过程有关, 显示出固溶体相的析出反应分两个阶段完成, 这与文献[11]中报导的结果有所不同。由此可以认为, 在机械合金化过程中, 除了形成 α Fe 相过饱和固溶体外, 还形成了少量仅凭 X 射线衍射技术无法确定的非晶相。由此可见, 为了避免析出金属间化合物相而降低块体合金的磁性能, 烧结温度的选择应低于 700 °C。

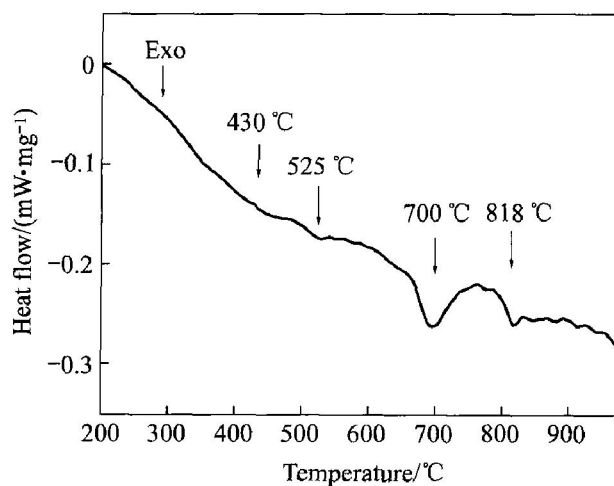


图 3 MA 70 h 纳米晶粉末的 DSC 曲线

Fig. 3 DSC curve of MA nanocrystalline powder milled for 70 h

2.3 块体合金的制备

为了兼顾致密度和避免固溶体发生第二相的析出反应, 考虑到高压烧结工艺中加热温度与加热功率的对应关系以及 SPS 的工艺特点, 分别选取了烧结工艺参数, 其中, 高压烧结条件: $p = 5.5$ GPa, $P_w = 530 \sim 1150$ W, $t = 5$ min; SPS 条件: $t = 5$ min, θ 为 950、1050 °C。实验发现, 在高压烧结中, 随着 P_w 的提高, 烧结样品的相对密度也增加, 当 $P_w = 980$ W 时, 相对密度达 98.4%, 当 $P_w = 1150$ W 后, 相对密度已达到 99.1%。典型的未经腐蚀处理的高压烧结块合金的光学金相组织照片见图 4。金相观察显示, 呈黑色、球状孔洞的尺寸与数量均随着 p_w 增加而明显减小。在 SPS 中, 当 $\theta = 950$ °C 时, 烧结样品的相对密度为 89.0%, 当 $\theta = 1050$ °C 后, 相对密度急剧增加到 98.9%。实验结果表明, 在 SPS 和高压烧结工艺中, 采用适当的烧结

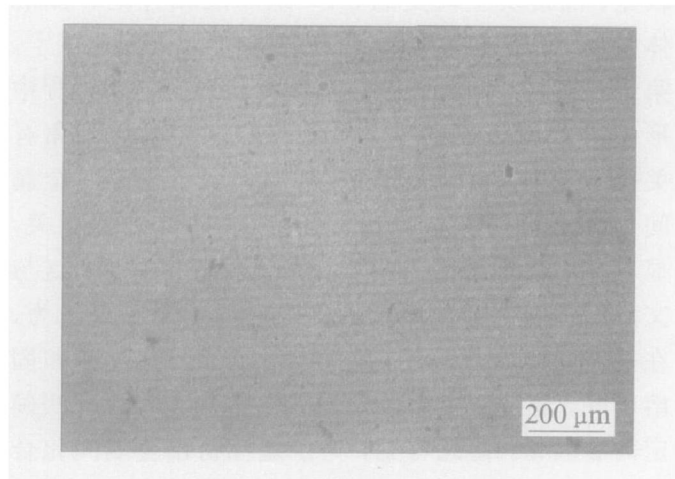


图 4 未腐蚀处理的高压烧结块体合金的光学金相照片

Fig. 4 OM image of high pressure sintering bulk alloy without corrosion
 $p = 5.5 \text{ GPa}$, $P_w = 980 \text{ W}$, $t = 5 \text{ min}$

工艺条件均可获得高致密度的块体合金。

图 2 中曲线(d)为 $p = 5.5 \text{ GPa}$, $P_w = 1150 \text{ W}$, $t = 5 \text{ min}$ 高压烧结条件下获得的块体样品的 X 射线衍射谱。可以看出, 该合金仅出现 αFe 相的衍射峰, 与 MA 70 h 的合金相比, 衍射峰略显示出锐化现象, 表明晶体结构的完整性有所提高和纳米晶粒发生长大。依据 Sherrer 公式估算出 αFe 相的平均晶粒尺寸约为 13.5 nm 。

图 5 所示为在 $p = 30 \text{ MPa}$, $t = 5 \text{ min}$ 放电等离子烧结条件下烧结温度对块体样品 X 射线衍射谱的影响。可以看出, 这些样品中除了主相 αFe 外, 还存在少量的斜方结构 Fe_3B 相和立方结构 Fe_{23}B_6 相, 随着烧结温度的提高, 相应的 αFe 相各衍射峰型锐化现象更加明显, 且第二相相对含量有增加。由此可见, 它们均可获得相对密度达 98% 以上致密烧结体, 但是, 由于 SPS 烧结温度高于 αFe 过饱和和固溶体相的相分解反应温度, 故出现 Fe_3B 相和 Fe_{23}B_6 相等第二相现象。

图 6 所示为 $p = 5.5 \text{ GPa}$, $P_w = 1150 \text{ W}$, $t = 5 \text{ min}$ 高压烧结条件(图 6(a)和(b)) 和 $p = 30 \text{ MPa}$, $t = 5 \text{ min}$ SPS 条件下(图 6(c)和(d)) 获得的烧结样品典型的 TEM 组织照片和相应的选区电子衍射花样(SAD)。从图中可以看出, 它们微观组织特征均为基体中存在着大量尺寸比较均匀的纳米晶粒。数字电子图像分析仪定量测定结果表明, 高压烧结合金的平均晶粒直径为 21.4 nm , SPS 烧结合金平均晶粒直径约 100 nm 。SAD 分析也表明, 前者的衍射花样属于 bcc 结构的 αFe 固溶体相的衍射花样,

由内向外的衍射环依次对应 αFe 固溶体相的 $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 和 $\{211\}$ 晶面的衍射; 后者的衍射花样中除了属于 bcc 结构的 αFe 相外, 在这些衍射环之间, 隐约可以看到一些衍射强度极弱的斑点, 应与 X 射线衍射谱中发现的第二相(如 Fe_2B 相和 Fe_{23}B_6 相)相对应。

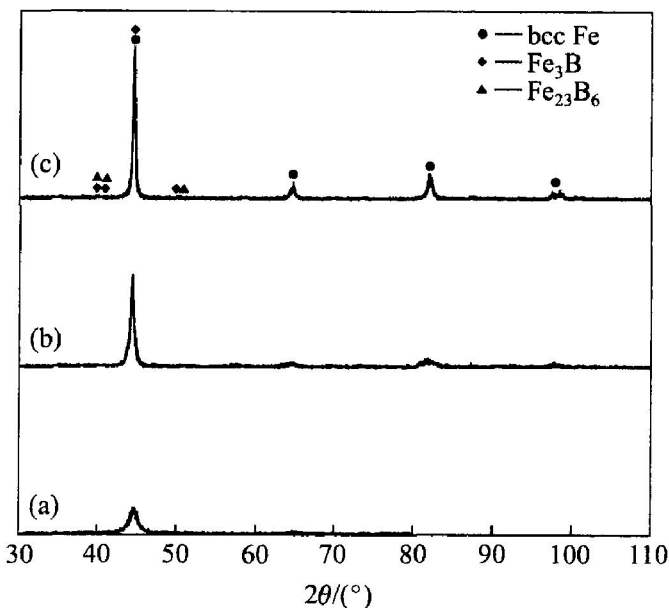


图 5 不同 SPS 温度下烧结样品的 X 射线衍射谱

Fig. 5 XRD patterns of sintering samples at different SPS temperatures

(a) —MA 70 h; (b) —950 °C; (c) —1050 °C

2.4 块体合金的磁性能

采用振动样品磁强计(VSM)测量了 MA 纳米晶粉末高压烧结和 SPS 烧结样品的磁滞回线, 其典型的磁滞回线如图 7 所示。由磁滞回线可以计算出它们的饱和磁感应强度 B_s 和矫顽力 H_c , 其中, 在 $p = 5.5 \text{ GPa}$, $P_w = 1150 \text{ W}$, $t = 5 \text{ min}$ 高压烧结条件获得的样品合金磁性能为 $B_s = 1.14 \text{ T}$, $H_c = 8.22 \text{ kA/m}$; 对于 SPS 样品, 当温度从 950 °C 提高到 1050 °C 后, B_s 由 1.33 T 增加至 1.34 T, H_c 则由 9.04 kA/m 降到 7.34 kA/m。可以看出, SPS 样品的磁性能略优于高压烧结样品。此外, 实验所获得的块体合金的 H_c 明显高于非晶晶化法获得的纳米晶/非晶组织合金^[1, 6, 14], 但低于 MA 纳米晶粉末的矫顽力^[11]。由前面分析可知, SPS 烧结样品的晶粒尺寸约 100 nm , 其相组成为 αFe 相和少量的 Fe_2B 相和 Fe_{23}B_6 相, 而高压烧结样品则为单相 αFe 纳米晶(21.4 nm)组织。研究表明^[16], 当晶粒尺寸大于 100 nm 时, H_c 与晶粒直径 D 成反比, 即 $H_c \propto 1/D$; 但当晶粒尺寸小于 100 nm 后, H_c 则随

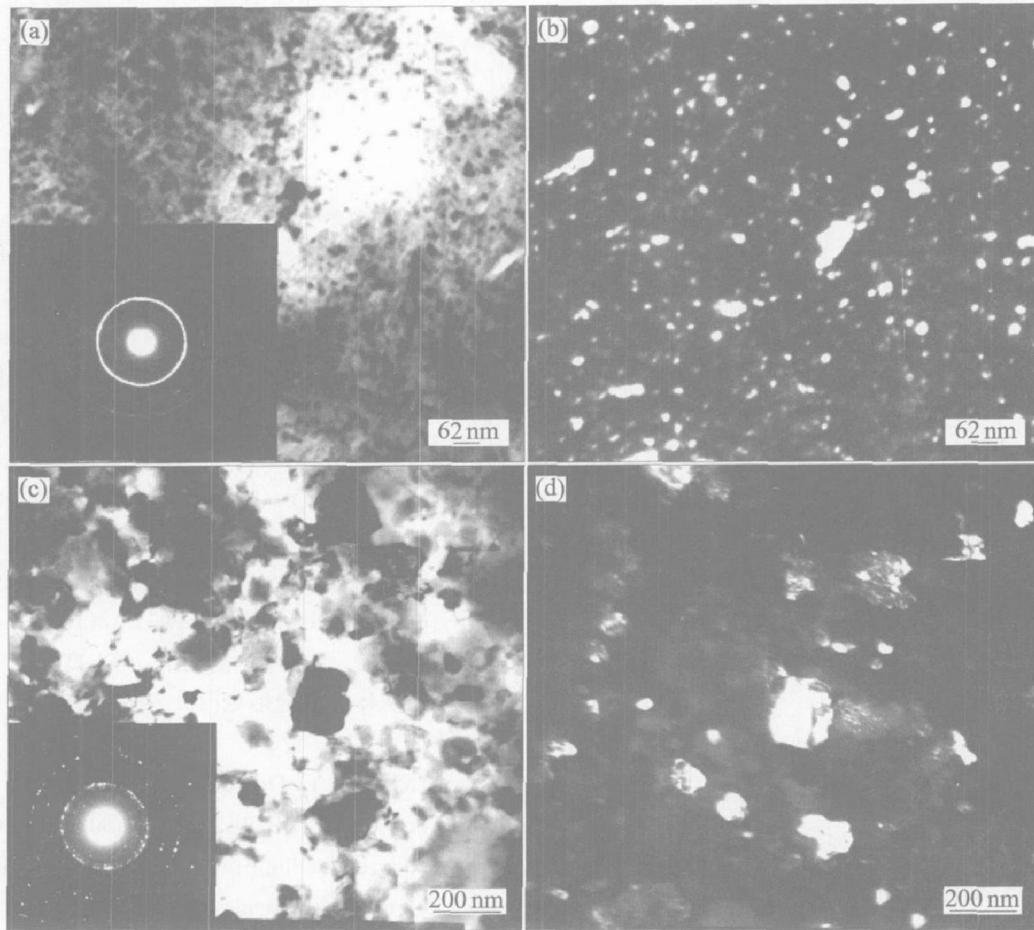


图 6 高压烧结和 SPS 烧结样品的 TEM 像及 SAD 花样

Fig. 6 TEM images and SAD patterns of high pressure sintering and SPS sintering samples

- (a), (b) —Bright field and dark field images of high pressure sintering samples, respectively ($p = 5.5 \text{ GPa}$, $P_w = 980 \text{ W}$, $t = 5 \text{ min}$);
 (c), (d) —Bright field and dark field images of SPS sintering samples, respectively, $p = 30 \text{ MPa}$, $t = 5 \text{ min}$, $\theta = 1050 \text{ }^\circ\text{C}$

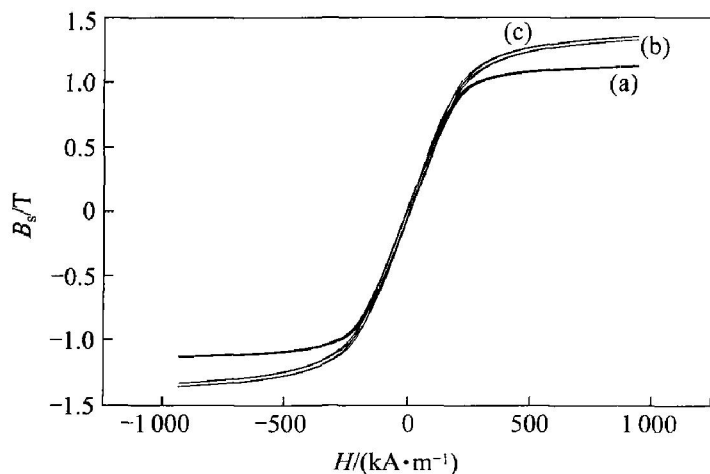


图 7 高压烧结和 SPS 烧结样品的磁滞回线

Fig. 7 Hysteresis loops of sintering samples

- (a) —High pressure sintering sample, $p = 5.5 \text{ GPa}$, $P_w = 1150 \text{ W}$, $t = 5 \text{ min}$;
 (b), (c) —SPS sintering samples, $p = 30 \text{ MPa}$, $t = 5 \text{ min}$

着晶粒尺寸 D 的减小而迅速降低。在前者情况下, 由于晶粒尺寸超过了布洛赫畴壁的厚度 δ_w , 晶界则起到阻碍磁畴壁运动的作用, 因此, 晶粒尺寸越小 H_c 反而越大。对于晶粒尺寸小于 100 nm 纳米晶软磁材料而言, Herzer^[17] 认为, 在一个交换关联的特征尺寸 L_{ex}^0 内, 必须包含相对较多的纳米晶软磁相晶粒, 这些晶粒间充分交换耦合将使软磁相的磁晶各向异性常数 K 被平均到一个较低的数值, 即 H_c 可表示为

$$H_c = \frac{P_c \cdot (\bar{K})}{J_s} \approx P_\mu \cdot \left[\frac{K^4 \cdot D^6}{J_s \cdot A^3} \right] \quad (1)$$

式中 $\bar{K}$ 为平均各向异性常数; D 为晶粒直径; A 为交换劲度; K 为各向异性常数; P_c 和 P_μ 为比例常数; J_s 为饱和磁化强度。由式(1)可知, H_c 与晶粒直径 D 的负六次方成正比, 即 $H_c \propto D^{-6}$ 。因此, 当晶粒尺寸减小到一定程度后, 材料的平均或有效各向异性很小, 相应地材料的 H_c 也很小。由上述

分析可知, SPS 烧结样品(晶粒尺寸约 100 nm) 具有较高的 H_c , 但是, 对于高压烧结样品(晶粒尺寸约为 21.4 nm) 来说, 其应该具有低的 H_c , 但事实上却相反。如所知, 矫顽力 H_c 属于组织结构敏感性能, 它除了与晶粒尺寸大小有关外, 还与晶粒的形状、晶体缺陷、微观应力分布状态以及第二相等有很大关系。较高的矫顽力表明其磁畴壁的运动阻力也大。从图 6 中可以看出, αFe 相晶粒尺寸分布范围较宽, 出现了一些几倍于平均晶粒尺寸的大颗粒。这些分布范围较宽的晶粒很可能造成它们之间的交换耦合作用减弱, 不利于使软磁相的磁晶各向异性常数 K 降到一个较低的数值, 结果导致 H_c 明显提高。此外, 对于 MA 纳米晶粉末来说, 高能球磨在形成纳米晶合金的同时还造成了粉末内部大量的微观内应力, 由于烧结过程是在快速加热条件下进行的, 内应力尚无法根除, 残存的微观内应力将严重地影响合金的矫顽力。另外, 由于烧结尚未实现完全致密化, 导致由原料粉末反畴界、孔洞等引起的磁畴壁阻碍等因素的影响作用加大, 以及在烧结过程中重新引入的内部微观应变(尤其是高压烧结样品)和粉末的氧化均也影响着烧结合金的软磁性能, 这些因素的综合作用结果明显提高了烧结样品的矫顽力。由此看来, 进一步开展优化烧结工艺和改善组织结构的研究工作, 有望改善烧结样品的软磁性能。另外, SPS 样品的磁性能优于高压烧结很可能还与 SPS 的烧结机制有关, 但目前对其烧结机制还不是很清楚^[18]。

3 结论

1) $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ 机械混合粉末经过 70 h 球磨后, 可获得平均晶粒尺寸约 9.5 nm、bcc 结构的单相 αFe 纳米晶过饱和固溶体粉末。

2) 在 MA 粉末的 DSC 升温曲线中, 分别出现 4 个不同强度强弱的放热峰, 依次对应着发生了畸变的纳米晶过饱和固溶体的结构弛豫过程、少量非晶晶化过程以及过饱和固溶体的相析出过程, 且过饱和固溶体析出过程分两个阶段完成。

3) 在 $p = 30 \text{ MPa}$, $t = 5 \text{ min}$ SPS 条件下, 当烧结温度大于 1050°C 后, 可获得相对密度达到 98.9%、主相为 αFe 的纳米晶(100 nm)块体合金, 其磁性能为: $B_s = 1.34 \text{ T}$, $H_c = 7.34 \text{ kA/m}$, 在 $p = 5.5 \text{ GPa}$, $t = 5 \text{ min}$ 高压烧结条件下, 当 $P_w = 1150 \text{ W}$ 后, 可获得相对密度约 99.1%、单相 αFe 纳米

晶(21.4 nm)块体合金, 其磁性能为: $B_s = 1.14 \text{ T}$, $H_c = 8.22 \text{ kA/m}$ 。

REFERENCES

- [1] Yoshizawa Y, Oguma S, Yamauchi K. New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure[J]. J Appl Phys, 1988, 64: 6044 - 6046.
- [2] LU Bin, YI Dan-qing, YAN Biao, et al. Hot-press sintering of MA Fe-based nanocrystalline/amorphous soft magnetic powder[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2004, 14(4): 686 - 691.
- [3] Kawamura Y, Inoue A, Kojima A, et al. Consolidation of amorphous Fe-Zr-B powders by hot-pressing method[J]. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, 1995, 42(1): 40 - 46.
- [4] 卢 斌, 易丹青, 刘会群, 等. 高压下 $\text{Fe}_{84}\text{Nb}_7\text{B}_9$ 纳米晶块体合金的形成[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(2): 173 - 178.
LU Bin, YI Dan-qing, LIU Hui-qun, et al. Preparation of $\text{Fe}_{84}\text{Nb}_7\text{B}_9$ nanocrystalline soft magnetic bulk alloy under high-pressure[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(2): 173 - 178.
- [5] LU Bin, YI Dan-qing, BIAO Yan, et al. Formation of $\text{Fe}_{86}\text{Zr}_{5.5}\text{Nb}_{5.5}\text{B}_3$ nanocrystalline bulk alloy under high pressure[J]. Materials Science Forum, 2005, 475 - 479: 3467 - 3470.
- [6] Kojima A, Horikiri H, Kawamura Y, et al. Production of nanocrystalline b. c. c. Fe-Nb-B bulk alloys by warm extrusion and their magnetic properties[J]. Mater Sci Eng A, 1994, A179/A180: 511 - 515.
- [7] Sato T, Taniguchi T, Kondo K, et al. Effect of shock duration time on magnetic properties of dynamically compacted amorphous powder[J]. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, 1988, 35(3): 96 - 100.
- [8] 邱 军, 解子章, 扬 让, 等. 非晶粉末爆炸固结材料的磁性能[J]. 北京科技大学学报, 1994, 16(4): 330 - 334.
QIU Jun, XIE Zhi-zhang, YANG Rang, et al. The magnetic properties of the explosive consolidating amorphous powder[J]. Journal of University of Science and Technology Beijing, 1994, 16(4): 330 - 334.
- [9] 李 凡, 季亚林, 吴炳饶, 等. 机械合金化制备 Fe-Ni-P-B 磁性非晶合金的研究[J]. 金属学报, 1999, 35(11): 1183 - 1186.
LI Fan, JI Ya-lin, WU Bing-yao, et al. Fe-Ni-P-B amorphous alloy prepared by mechanical alloying[J]. Acta Metallurgica Sinica, 1999, 35(11): 1183 - 1186.

- [10] Chiriac H, Moga A E, Urse M, et al. Formation and magnetic properties of mechanically alloyed Fe-Cu-Nb-Zr-B nanocrystalline powders [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1999, 203: 159 - 161.
- [11] Manivel M, Chattopadhyay R K, Majumder B. A nanayansamy structure and soft magnetic properties of finemet alloys [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2000, 297: 199 - 205.
- [12] 卢 斌, 易丹青, 刘会群, 等. MA 法制备 $\text{Fe}_{83}\text{Nb}_7\text{B}_9\text{Cu}_1$ 纳米晶粉末及其热稳定性 [J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(6): 1214 - 1217.
LU Bin, YI Danqing, LIU Huifun, et al. Preparation of nanocrystalline $\text{Fe}_{83}\text{Nb}_7\text{B}_9\text{Cu}_1$ powders by mechanical alloying and their thermal stability [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(6): 1214 - 1217.
- [13] 林晓敏, 姚 斌, 苏文辉. 静高压下非晶 ($\text{Fe}_{0.99}\text{M}_{0.01}$) $_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ 合金晶化过程的热力学研究 [J]. 高压物理学报, 1997, 11(4): 260 - 265.
LIU Xiao-min, YAO Bin, SU Wen-hui. A thermodynamic study on the crystallization processes of amorphous ($\text{Fe}_{0.99}\text{M}_{0.01}$) $_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ alloy under high pressure [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 1997, 11(4): 260 - 265.
- [14] Kojima A, Mizushima T, Makino A, et al. Soft magnetic properties of bulk nanocrystalline $\text{Fe}_{90}\text{Zr}_7\text{B}_3$ alloys consolidated by spark-plasma sintering [J]. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, 1996, 43(5): 613 - 618.
- [15] Shen B L, Kimura H, Inoue A A, et al. Consolidation of Fe-Co-Ga-P-C-B glassy powders by spark-plasma sintering and their magnetic properties [J]. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, 2001, 48(9): 858 - 862.
- [16] Michael E M, Matthew A W, David E L. Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets [J]. Progress in Materials Science, 1999, 44: 291 - 433.
- [17] Herzer G. Nanocrystalline soft magnetic materials [J]. J Magn Magn Mater, 1992, 112: 258 - 262.
- [18] 张久兴, 刘科高, 周美玲. 放电等离子烧结的发展和应用 [J]. 功能材料, 2001, 32(增刊): 1593 - 1598.
ZHANG Jiu-xing, LIU Ke-gao, ZHOU Mei-ling. The status of development and application of spark-plasma sintering [J]. Functional Materials, 2001, 32 (Suppl): 1593 - 1598.

(编辑 龙怀中)