

化学镀 Fe-Mo-B 非晶态合金的 交流磁性和结构

王玲玲 欧阳义芳 张邦维 易 舸 李立文

(湖南大学应用物理系, 长沙 410082)

摘 要 研究了成分及热处理对化学镀 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层交流磁性和结构的影响。讨论了样品在晶化过程中交流磁性和结构的变化。初步解释了样品交流磁性参数随成分的变化规律, 同时研究了样品在热处理过程中损耗随退火温度的变化规律。

关键词 化学镀 Fe-Mo-B 合金 交流磁性 结构

化学镀是 Brenner 和 Riddell 发现和开始加以应用的^[1]。近年来, 因该法工艺简单, 成本低, 可大面积镀覆, 在制备非晶态合金方面日益受到重视。目前, 化学镀主要集中于 Ni^[2] 和 Co^[2] 基合金镀层。铁族三元素的 Fe 基合金镀层由于施镀较困难, 迄今为止, 文献报道很少。Ruscior 等^[4] 首次用 Cu-Al 金属偶的方法镀制了 Fe-P 合金层。Hu 等^[5] 以 KBH₄ 为还原剂, 在碱性环境中得到了 Fe-B 合金镀层, 并研究了其磁性。但由于该合金镀层耐蚀性较差, 难于开发应用。由于 Fe 是铁族的主要元素, 开发该合金用于电子领域的薄膜存储材料及制作记忆元件将具有广泛应用前景。本文在 Fe-B 镀层基础上, 加入能够与其共沉积的元素 Mo, 首次得到 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层。有关该合金镀层的施镀工艺和形貌已有报道。这里进一步研究成分及热处理对其交流磁性和结构的影响规律, 并讨论这些规律的微观机制。

1 实验方法

以 KBH₄ 为还原剂, 用 Cu-Al 金属偶的方

法在碱性环境中于 Cu 片上制备厚度为 1~3 μm 的 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层。样品的 Fe、Mo 摩尔分数由能量散射 X 射线光谱 (EDAX) 分析, 镀层的 B 含量由 NaOH 滴定法确定。样品的损耗用交流互感电桥原理测量^[6], 工作频率为 500 Hz。样品的结构和相组成用 X 射线 CoK_α 辐射分析。

为了进行热处理研究, 样品在 300、400、500、560、620、650 和 700 °C 等不同温度下退火。退火前将样品用镍箔包好, 装入石英管, 置于真空炉中。将样品随炉加热至所需要的退火温度, 保持 60 min 后, 缓慢冷却至室温。

2 结果与讨论

2.1 成分的影响

化学镀 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层的交流磁性参数和结构强烈地依赖镀层的成分。图 1 为化学镀 Fe-Mo-B 合金镀层的 X 射线衍射谱。表 1 给出了该合金镀层的成分和结构。可以看出, 类金属元素 B 含量在 6.4%~30.0% (摩尔分数) 区域内, 系统镀层为非晶态结构。文

(1) 收稿日期: 1996-03-29; 修回日期: 1996-06-10 王玲玲, 女, 40 岁, 副教授, 硕士

(2) 湖南省科学技术委员会

献[7]指出,化学镀 Fe-B 合金镀层的非晶形成区为 B 含量 18% ~ 27.4% (摩尔分数)。Fukamich 等^[6]研究的液态淬火 Fe-B 非晶态合金的形成区为 B 含量 9% ~ 26% (摩尔分数)。这说明加入适当的 Mo 含量,可以使 Fe-B 镀层形成非晶态结构的 B 含量区域拓宽。

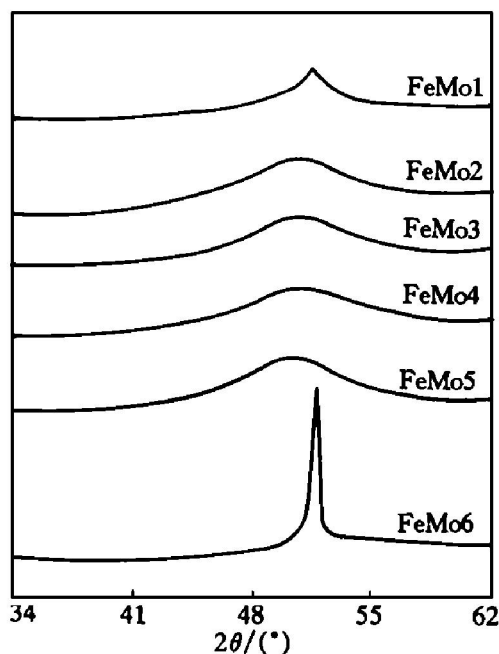


图1 化学镀 Fe-Mo-B 合金镀层的 X 射线衍射谱

表1 化学镀 Fe-Mo-B 合金镀层的成分 (摩尔百分数) 和结构

No.	Fe	Mo	B	结构
FeMo1	74.7	18.9	6.4	非晶态+微量晶态
FeMo2	73.6	16.3	10.1	非晶态
FeMo3	71.1	14.0	14.9	非晶态
FeMo4	63.4	13.3	23.3	非晶态
FeMo5	58.7	11.3	30.0	非晶态
FeMo6	55.1	11.1	33.8	晶态

铁基非晶态合金是一种很有前途的变压器铁芯材料。作为功率变压器铁芯,在最适合的成分条件下,还应具备以下性能:优异的交流磁性,如高饱和磁感应强度和低损耗;磁性的高热稳定性;较强的玻璃形成能力。图2为化学镀 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层的磁损耗、饱和磁化强度和约化玻璃转变温度随 B 含量的变化关系。可见,磁损耗随 B 含量增加先降低,

然后增加,在 B 含量为 14% ~ 24% (摩尔分数) 范围内出现较小值。另一方面,约化玻璃转变温度 t_g/t_m 随 B 含量的变化规律有相反的趋势。 t_g/t_m 反映了合金的玻璃形成能力。因此,图2指出具有较高玻璃形成能力的成分对降低磁损耗更有利。饱和磁化强度随 B 取代 Fe 连续增加。这里的结果与 Sato 等^[9]报道的 Fe-Si-B, Fe-Si-B-C 液态淬火非晶态合金的规律相吻合。

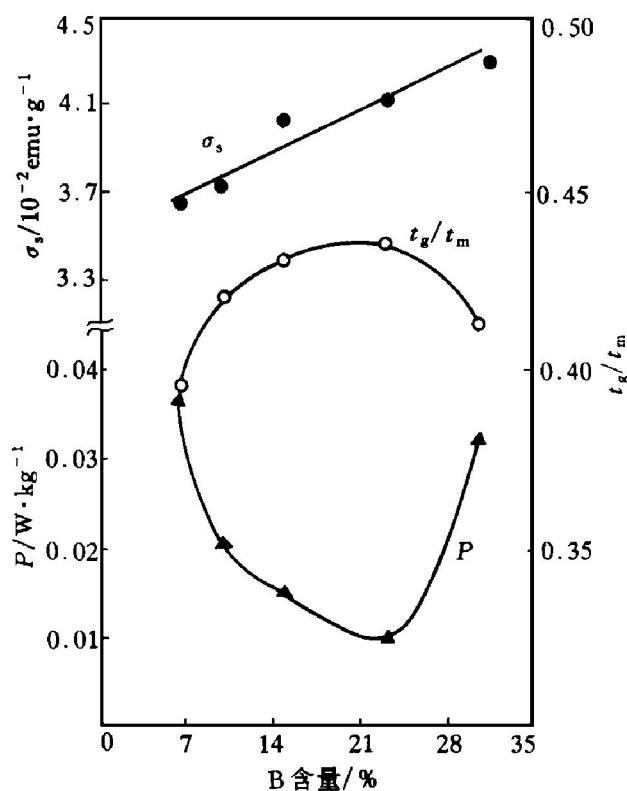


图2 FeMo1~ FeMo5 合金的磁损耗 P 、饱和磁化强度 σ_s 及约化玻璃转变温度 t_g/t_m 与 B 含量的关系

对于较低磁损耗具有较高玻璃形成能力和饱和磁化强度的原因,可以由具有高玻璃形成能力的合金中形成了完全的非晶相,从而导致低矫顽力来解释。

2.2 热处理的影响

为了研究热处理对化学镀 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层的交流磁性和结构的影响,将 FeMo1~ FeMo5 制备态样品在 300 至 700 °C 退火 60 min。表2给出了在不同温度退火的样品的 X 射线衍射分析结果。可见,相组成随着温

表 2 在不同温度退火的化学镀 FeMoB 非晶态镀层的相组成

No.	制备态	300 ℃	400 ℃	500 ℃	650 ℃
FeMo1	非晶态+微量晶态	α-Fe	α-Fe+ Mo ₂ B	α-Fe+ Mo ₂ B+ Fe ₃ B	α-Fe+ Mo ₂ B+ Fe ₃ B
FeMo2	非晶态	非晶态	α-Fe+ Mo ₂ B	α-Fe+ Mo ₂ B+ Fe ₃ B	α-Fe+ Mo ₂ B+ Fe ₃ B
FeMo3	非晶态	非晶态	非晶态+ α-Fe	α-Fe+ Mo ₂ B	α-Fe+ Mo ₂ B
FeMo4	非晶态	非晶态	α-Fe+ Mo ₂ B	α-Fe+ Mo ₂ B	α-Fe+ Mo ₂ B+ Fe ₃ B
FeMo5	非晶态	非晶态	α-Fe+ Mo ₂ B	α-Fe+ Mo ₂ B	α-Fe+ Mo ₂ B+ Fe ₃ B

度的改变而变化。与文献[10] 报道的急冷非晶态 Nd₁₂Fe₈₁B₇ 合金晶化过程中 α-Fe 含量随着退火温度的改变而变化的现象不同, FeMoB 系统在整个晶化过程中, α-Fe 的含量始终随退火温度的升高而增加, 如图 3 所示。

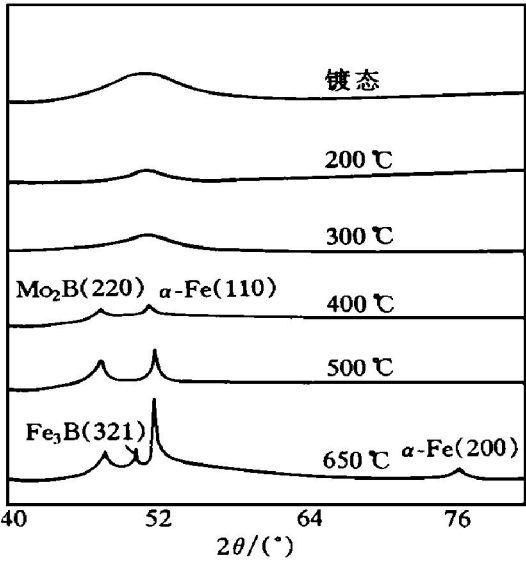


图 3 化学镀 FeMo5 合金经不同温度退火后的 X 射线衍射谱

对于较低磁损耗具有较高玻璃形成能力的另一个原因可由对样品进行退火来解释。图 4 表示 FeMo1~ FeMo5 合金的磁损耗及 FeMo5 合金的饱和磁化强度随退火温度的变化关系。可见, 由于原子的扩散, 经 300 ℃退火, 样品的损耗均下降。由表 2 可见, 在 300 ℃退火, 合金的相组成基本上仍为非晶态。在 400 ℃退火的样品的 X 射线衍射谱上开始出现 α-Fe 和 Mo₂B 的衍射峰。损耗均随退火温度的升高而增加, 表明这些合金在 400 ℃内应力充分释放, 已开始部分晶化。该合金系统的起始晶化

温度为 330 ℃。400 ℃已高于起始晶化温度, 损耗急剧上升。σ_s 随退火温度的变化规律说明, 低于 300 ℃退火, 由于结构弛豫使原子磁矩排列趋于均匀, 导致 σ_s 增加。高于 300 ℃退火, 原子热运动加剧。随退火温度升高, 原子排列混乱程度逐渐增加。在 650 ℃退火的样品的 X 射线衍射谱上除了 α-Fe 和 Mo₂B 的衍射峰外, 还有 Fe₃B 的衍射峰。这表明非晶态 FeMo5 合金的晶化分两阶段进行。首先晶化出部分 α-Fe 和 Mo₂B, 然后在高温再晶化到 Fe₃B 相。由于析出新的亚稳相, 同时晶化相的含量随退火温度升高而增加, 使 σ_s 再次下降。

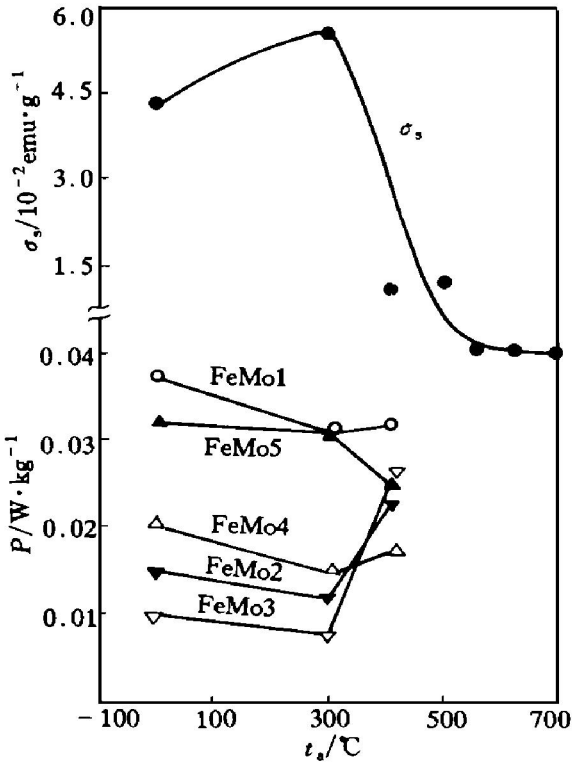


图 4 FeMo1~ FeMo5 合金的磁损耗 P、FeMo5 合金的饱和磁化强度 σ_s 与退火温度 t_a 的关系(退火时间 1 h)

上述实验结果表明, 化学镀 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层在 B 含量为 14% ~ 24% (摩尔分数) 范围内具有最佳的玻璃形成能力, 同时具有较低的磁损耗。在退火过程中, 磁损耗强烈地依赖于退火温度。可以通过合理地控制施镀条件, 采用最佳退火工艺, 得到同时具备优异的磁性能、磁性的高热稳定性和较强玻璃形成能力的合金镀层。

3 结论

(1) 用化学镀方法成功制备了 Fe-Mo-B 非晶态合金镀层。

(2) 该合金系统在 B 含量为 14% ~ 24% (摩尔分数) 范围内具有最佳的玻璃形成能力, 同时具有较低的磁损耗。

(3) 合金的磁损耗强烈地依赖于构成镀层

的物相成分及其含量、退火温度。

参考文献

- 1 Brenner A, Riddell G. Proc AES Annual Tech Conf, 1946, 33: 16.
- 2 Gonzalez O M, White R E, Cocke D L. Plat Surf Fini, 1990, 77: 63.
- 3 Osaka T, Kasai N, Koiwa I. J Electrochem Soc, 1983, 130: 790.
- 4 Ruscior C, Croiala E. J Electrochem Soc, 1971, 118: 696.
- 5 Hu Wangyu, Zhang Bangwei. Trans Inst Metal Finish, 1993, 71: 30.
- 6 王玲玲, 张邦维, 张恒等. 湖南大学学报, 1996, 23(2): 25.
- 7 Hu Wangyu, Zhang Bangwei. Physica, 1991, B175: 396.
- 8 Fukamich K. Solid State Comm, 1977, 23: 985.
- 9 Sato T, Ozawa T, Nagumo M. In: Proc 4th Int Conf on Rapidly Quenched Metals. Sendai. 1981: 961.
- 10 顾本喜, 翟宏如, 沈保根. 物理学报, 1990, 39: 1164.

AC MAGNETIC PROPERTIES AND STRUCTURE OF ELECTROLESS PLATING Fe-Mo-B AMORPHOUS ALLOY DEPOSITS

Wang Lingling, Ouyang Yifang, Zhang Bangwei, Yi Ge, Li Liwen
Department of Applied Physics, Hunan University, Changsha 4100082

ABSTRACT The influences of the composition and heat treatment on AC magnetic properties and structures of electroless plating Fe-Mo-B amorphous alloy deposits were studied. The crystallization process of amorphous alloys and its effect on the property parameters of the alloys with the composition were explained. Simultaneously, the changes of the loss of the alloys with annealing temperature were studied.

Key words electroless plating Fe-Mo-B alloys AC magnetic properties structures

(编辑 彭超群)