

- 1989,80: 101
- 2 Ding J et al. J. Magn. Magn. Mater., 1993, 124: 1
 - 3 金清裕和. 特殊钢, 1994, 43(7): 19
 - 4 Withanawasam L. et al. J. Appl. phys., 1994, 76: 7065
 - 5 Kneller E F et al. IEEE Trans. Magn., 1991, 27: 3588
 - 6 唐与谏. 最新科技信息(内部资料), 1995, (1, 2): 4
 - 7 Schrefl T et al. J. Appl. Phys., 1994, 76: 7053
 - 8 Stoner E C et al. Philos. Trans. R. Soc., 1948, 240: 599
 - 9 Skomski R. J. Appl. Phys., 1994, 76: 7059
 - 10 金清裕和ほか. 住友金属, 1995, 47(1): 39
 - 11 Yao J M et al. J. Appl. Phys., 1994, 76: 7071
 - 12 O'Donnell K et al. J. Appl. Phys., 1994, 76: 7068

纳米磁性粉末成形新工艺——爆炸烧结

Advanced Sintering Technique of Nanometer
Magnetic Powder——Explosive Consolidation

高举贤 徐小鸿 秦建武 朱瑞珍

(中国科学院力学研究所) (冶金部钢铁研究总院)

摘要 纳米磁性材料是发展方向之一。本文就纳米磁性粉末采用爆炸烧结新工艺的可行性进行了全面分析和实验验证, 得到了肯定的结论。

关键词 纳米磁性材料 爆炸烧结 成形工艺

自1981年Gleiter H. 提出纳米材料的设想以来, 人们对研究纳米粉末材料投注了极大兴趣。这种材料几乎50%或更多原子处于缺陷和晶粒边界的位置, 使其具有许多独特的优异的物理和力学性能^[1]。目前, 虽有单辊快淬法制成非晶带, 然后采用适当的热处理工艺制成极薄带的纳米晶材料, 但更广泛使用的是发展纳米粉末制备技术, 如等离子喷雾沉积技术、化学还原技术等。制备纳米粉末的技术和工艺已趋成熟, 可对各种材料制备成纳米尺度的粉末。但如何将纳米粉末制备成块体, 并使之仍保持纳米粉末所具有的晶粒尺度和特性, 是有待研究攻关的难题, 因现有的烧结工艺, 如常规烧结、热等静压烧结、等离子体烧结和微波烧结等都

需要较长的加热时间, 致使被烧结体晶粒长大一两个数量级, 甚至更多, 从而丧失纳米粉末原有的特性。为此, 八十年代发展了爆炸烧结新工艺。爆炸烧结的压力远高于其他烧结方法为0.1GPa~10²GPa, 温度在10³K量级, 温度和压力随爆炸参数可以调节, 升温速度快, 为10⁹~10¹¹K/s。高温只限于粉末颗粒表面极薄层(由颗粒间运动摩擦所引起), 而颗粒内部仍保持低温。高温层的冷却速度为10⁷~10⁹K/s, 整个烧结过程在几微秒的时间内完成。由此可见, 爆炸烧结是瞬时高温高压过程。因此, 这种烧结工艺不仅可使纳米粉末达到良好的烧结, 而且可保持它原有的晶粒大小和特性, 这是其他烧结工艺所无法做到的。

对纳米磁性材料的研究已证实，机械合金化方法可制备出具有超高矫顽力的 $Sm_2Fe_{17}N_x$ 或 $Sm_{20}Fe_{70}Ti_{10}$ 的纳米晶粉末，前者如掺以锌粉冷压后室温矫顽力达到 43.60 kOe，后者达 50.3kOe。进一步发展的潜力在于纳米晶粉末的成型工艺(2,3)，Y.Yoshizawa(4)也证明纳米晶具有优异的软磁性能，良好的时间和温度的稳定性，由微晶化制成的电感铁芯损耗小、Q值高、高频响应好、电感量大、体积小、重量轻(5)。因此，纳米磁性材料是很有潜力的发展方向之一，引起各国科学家的广泛重视。

爆炸烧结新工艺应用于纳米磁性材料有两个关键问题需加以研究证实：一是爆炸烧结是否改变粉末预置取向和内禀磁性；其二，爆炸烧结是否会使纳米粉末晶粒长大。前一问题已有肯定的回答，模拟实验材料采用微米尺度的 $Sm_2Fe_{17}N_x$ 磁性粉末，采用爆炸烧结工艺制备烧结型磁体。研究结果，X射线衍射分析表明，爆炸烧结没有破坏预

成型时的取向，烧结磁体仍保持磁粉的原始组织结构，所测磁化强度随温度的变化曲线表明，爆炸烧结不影响 $Sm_2Fe_{17}N_x$ 的内禀磁性，并改进了退磁曲线的矩形度（与粘结样品比较），从而提高了磁能积(6,7)。

本文将对后一问题进行证实。模拟实验材料采用50nm的 Si_3N_4 非晶态粉末和88 nm SiC粉末(晶粒尺寸为20nm)进行爆炸烧结研究，选用陶瓷粉末是由于它是最难于烧结的材料，烧结特性与硬磁材料相近，对其研究结果同样适用于较易烧结的铁基软磁材料。

1 实验及结果

采用柱形装药聚合激波烧结方案(8)，使用黑索金和铵油混合炸药，调整混合比例以有效地调节爆速D、爆压 P_H 、比冲量I和比能量q(9)。从而找出爆炸参数与粉末烧结规律之间的关系。粉末在真空下进行烧结。为提高初始装粉密度 ρ_0 ，纳米粉末先进行预团粒处理。表1给出对两种粉末所使用的爆炸烧结参数。

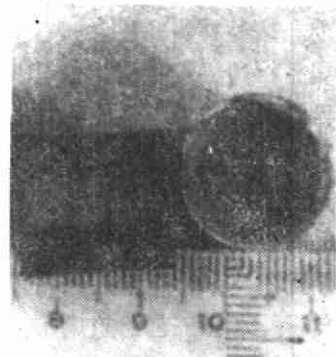
表1 爆炸烧结参数

材料	粉末平均尺寸nm		ρ_0 %TD	P_H GPa	I NS/cm ²	q J/g
	颗粒尺寸	晶粒尺寸				
Si_3N_4	50	非晶态	43~49	6.4~9.4	23.8~33	13.7~20.6
SiC	88	20	49.5~54	7.5~12.7	47.3~56.3	27.2~30.9

实验结果表明，无论 Si_3N_4 或 SiC 纳米粉末都能有效地进行爆炸烧结，烧结件无宏观裂纹、无马赫孔（见照片1）。 Si_3N_4 爆炸烧结后维氏硬度 $HV = 22GPa$ ，密度 $\rho = 92\%$ TD，爆炸烧结后对试件进行了扫描电镜、透射电镜和X射线衍射分析(见照片2和3)，透射电镜的观察和电子衍射的分析结果表明，爆炸烧结后烧结件仍保持原粉末的晶粒大小。 Si_3N_4 仍保持非晶态，SiC烧结件晶粒尺寸仍为20nm，SiC烧结件的密度 $\rho = 95\%$ TD)。

2 讨论与小结

本研究工作证明，采用爆炸烧结工艺，可使纳米粉末烧结后，仍保持原粉末所具有



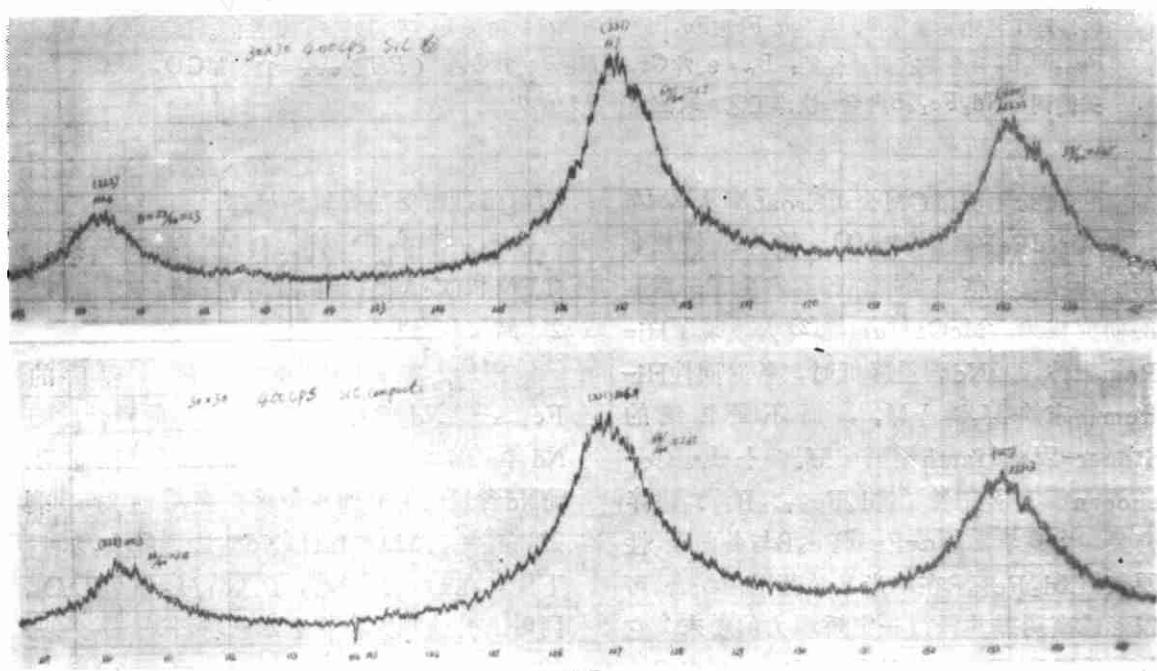
照片1 Si_3N_4 爆炸烧结件的外形照片

的晶粒尺寸。同样的工作已证明，爆炸烧结不改变预成型时的取向，烧结磁体仍保持磁

照片2 Si₃N₄粉末断口的扫描电镜照片

粉的原始组织结构和内禀磁性，并改进了退磁曲线的矩形度（与粘结样品相比）和烧结密度，从而提高了磁能积。

从原则上讲爆炸烧结工艺可烧结任意尺寸、任何形状（圆柱形、圆环、平板等）的工件，而且不需大的设备投资，成本低，可适用于任何材料。因此，对发展纳米磁性材料具有广泛的适用性和发展前景。



照片3 纳米SiC粉末爆炸烧结前后X射线衍射照片（上面为粉末，下面为烧结体）

参考文献

- 1 Gleiter H. Progress in Materials Science, 1989, 33: 223
- 2 Kuhrt C et al. Appl. Phys. Lett., 1991, 60 (26): 3316
- 3 Schnitzke K et al. Appl. Phys. Lett., 1990, 57 (26): 2853
- 4 周桂琴等. 第八届全国磁学磁性材料会议, 1993, 465
- 5 丘渝青等. 同上, 1993, 471
- 6 Murr L E. Metallurgical Applications of Shock-Wave and High-Strain-Rate Phenomena, Edited by Murr L E et al. 1986, 329
- 7 张登霞等. 同4, 1993, 183
- 8 Gao Juxian et al. J. Appl. Phys., 1991, 69 (11): 7547
- 9 高举贤等. 金属学报, 1990, 26 (6): B460