

文章编号: 1001-3806(2002)05-0344-02

## 激光氮化制备铁氮化合物的研究及应用<sup>\*</sup>

杨玉玲 孙凤久 齐小龙 张 多 白质明

(东北大学理学院,沈阳,110004)

**摘要:** 利用激光氮化方法(LN 方法)对铁氮化合物的制备进行了研究,并在此基础上对取向硅钢表面进行了局域激光氮化处理。利用 XPS 光电子能谱对样品进行了检测分析。结果表明,在一定的工艺参数下(激光功率、扫描速度等)可实现铁氮化合,形成铁氮化合物。选取合适的扫描速度,扫描间距及 N<sub>2</sub> 束流对取向硅钢表面进行激光氮化处理,在取向硅钢表面生成了铁氮化合物。利用磁畴观测装置进行观测发现,激光氮化处理后,取向硅钢的磁畴明显细化,从而可以降低取向硅钢的铁损。

**关键词:** 激光氮化(LN);铁氮化合物;取向硅钢;XPS 方法

**中图分类号:** TG156.99 **文献标识码:** A

## Study and application on the preparation of Fe-N compounds by laser nitridation

*Yang Yuling, Sun Fengjiu, Qi Xiaolong, Zhang Duo, Bai Zhiming*

(College of Science, Northeastern University, Shenyang, 110004)

**Abstract:** The preparation of Fe-N compound has been studied with laser nitridation method, based on it, local laser nitridation on the oriented silicon steel has been achieved. The samples have been analysed with XPS method. The results show that Fe-N compounds can be formed under some parameters (laser power, scan speed etc.). Fe-N compounds can be achieved on the surface of grain oriented silicon steel by controlling scan speed, scan space and N<sub>2</sub> velocity. The observations with domain observation equipment show that domain of the grain oriented silicon steel has been refined after the nitridation treatment, therefore, the total loss of grain oriented silicon steel can be decreased.

**Key words:** laser nitridation(LN); Fe-N compounds; grain oriented silicon steel; XPS method

### 引 言

氮化铁是一种高温稳定的化合物,具有优良的磁性能。目前,国内主要以铁粉氮化方法制备氮化铁,这种方法虽然能制得比较纯净的氮化铁,但因其工艺复杂,反应时间长,因此,很难推广。笔者提出了一种激光氮化方法,并应用于取向硅钢片以细化磁畴,降低铁损,提高时效性。

降低电工钢铁损是科研工作者历年来一直寻求解决的问题。降低电工钢铁损有两种途径,一种是冶金学方法,即在取向硅钢轧制过程中通过控制冶金学因素(如轧制方向,轧制速度及掺入其它元素等)来降低铁损。这种方法由来已久,但已趋于极限。另一种途径就是后续物理处理方法,对已成型的取向硅钢进行处理以细化磁畴,降低铁损。其中

以 80 年代发展起来的激光刻痕细化磁畴方法(LS 方法)最为突出。美国、日本和我国<sup>[1~3]</sup>都进行过这方面的研究,并取得了重大的应用价值。但该方法存在较明显的时效问题,即在高温退火过程中刻痕逐渐恢复原态而失去细化磁畴的作用。为解决这一问题,美国一项专利<sup>[4]</sup>曾在激光刻痕区涂以可热渗透的介质以改善时效性质,但并未根本解决问题。本研究组后来提出的激光表面局域合金化方法(LLSA 方法)<sup>[5]</sup>,使 Z8 牌号取向硅钢铁损降低 10% 左右,且获得了良好的高温时效性质,但因为引入的是固态合金元素,工艺复杂,成本较高,且处理后取向硅钢片的平整度降低。为了在细化磁畴、降低铁损、改善时效性质的同时,简化工艺、降低成本、并保证硅钢片的平整度,又在激光氮化制备铁氮化合物的基础上,对取向硅钢进行了局域激光氮化处理。引入氮作为合金化元素,根据 Fe-N 相图可知,温度在 600 ~ 700 时,Fe 和 N 可能结合成高温稳定的铁氮化合物。经聚焦的激光束在焦斑处可达到氮化所需的合适温度,通过控制激光工艺参数及氮束

<sup>\*</sup> 国家自然科学基金资助项目。

作者简介:杨玉玲,女,1973 年出生。博士研究生。主要从事材料的激光表面改性研究工作。

收稿日期:2001-07-09;收到修改稿日期:2001-11-27

流可实现光致铁氮结合。

### 1 实验方法

首先将取向硅钢样品进行除膜处理,用丙酮清洗干净后,表面进行黑化处理。选取合适的激光工艺参数,包括激光功率、扫描速度、扫描间距等,其中合适的扫描间距是至关重要的,关于这方面的研究,已有报道<sup>[4,5]</sup>,在此不再累述。在激光氮化处理前,首先要对氮气进行预处理,使尽可能多的 N<sub>2</sub> 处于激活的等离子体状态,以利于 Fe 与 N 的结合。实验过程中,先将 N<sub>2</sub> 加热至 600 ,然后通入特制的与激光束同轴的通气装置,在该装置内,激光束照射到 N<sub>2</sub> 分子上,由于高能激光的作用,致使部分 N<sub>2</sub> 分子离化成等离子体,随同激光束同轴照射到样品表面,在光斑处与取向硅钢化合形成高温稳定的铁氮化合物。处理后的样品利用 XPS 光电子能谱进行检测。并利用自制的 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 磁流体进行磁畴观测。

### 2 结果与讨论

图 1 为激光氮化处理后的样品中 Fe ,N 两种元素的 XPS 谱图。由图可见,经上述工艺处理的样品表面有氮化物生成。这说明用激光氮化方法确实能制备出铁氮化合物。依据解谱数据(见表 1),并利用原子灵敏度因子方法可计算出 Fe ,N 两种元素的原子浓度之比约为 2.08 1,由此可知,氮化物中主要以 Fe<sub>3</sub>N 和 Fe<sub>4</sub>N 为主。图 2 为样品激光氮化前后及退火后的磁畴结构照片,对比 a ,b 两图可看出,

Table 1 XPS datasheet of laser nitrided sample

|    | peak position /eV | peak area | count gene | facility gene | peak intensity |
|----|-------------------|-----------|------------|---------------|----------------|
| Fe | 713.44            | 21.4      | 0.40       | 3.80          | 30.40          |
|    | 709.64            | 54.5      |            |               |                |
| N  | 399.82            | 3.16      | 0.07       | 0.38          | 0.79           |
|    | 398.34            | 6.02      |            |               |                |

激光氮化处理样品磁畴明显细化,磁畴细化的原因主要在于激光氮化处理过程中,因激光与样品的相互作用,使得刻痕区附近位错密度增高,产生大量的晶格缺陷,形成亚晶界,导致硅钢晶粒细化,从而优化了磁畴结构。由图 2b,图 2c 两图可知,该样品经 800 真空保温退火后,磁畴结构基本不发生变化,这说明激光氮化后,确实改善了硅钢的时效性

能。激光氮化之所以能改善硅钢的时效性,是因为在氮化区形成的铁氮化合物具有高温稳定的特点,在升温过程中不会分解,从而对刻痕形成的亚晶界起到钉扎作用,阻止了亚晶界扩散,改善了时效性能。

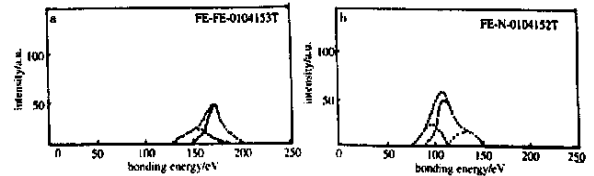


Fig. 1 a - XPS spectrum of Fe in nitrided sample  
b - XPS spectrum of N in nitrided sample

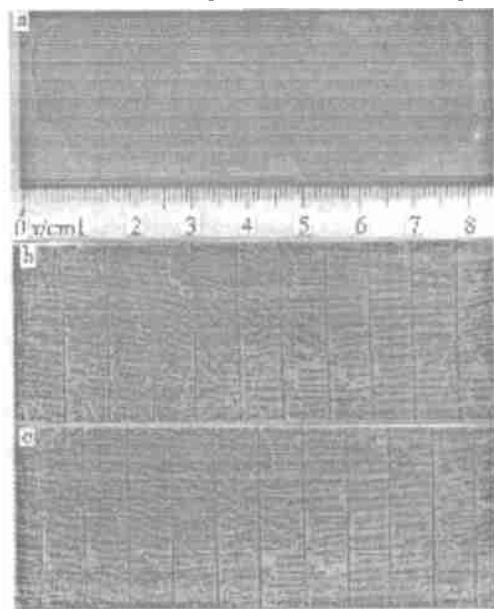


Fig. 2 a - domain structure of the sample before laser nitriding  
b - domain structure of the sample before annealing  
c - domain structure of the sample after annealing

### 3 结论

(1) 通过控制激光工艺参数和 N<sub>2</sub> 束流因素可实现硅钢表面激光氮化;(2) 激光氮化处理可细化取向硅钢的磁畴,从而降低铁损;(3) 激光氮化处理可以改善取向硅钢的高温时效性质。

#### 参 考 文 献

[1] Rauch G C, Krause R F. J. A. P., 1985, 57(1) :4209.  
 [2] Iuchi T, Yamaguchi S, Ichiyame T. J. A. P., 1982, 53(3) :2410.  
 [3] Sun F J, Ye X, Bai Zh M. Proc of 4th APPC, 1990, 2:1457.  
 [4] Toshiya W, Osainu T, Takatoshi E *et al.* Method for producing a grain oriented silicon steel sheet having a low watt loss. United States Patent :4863531, 1989.  
 [5] Sun F J, Peng X J. Proc PRICM-2, 1995, 1:613.