

岛津电子探针表征非晶合金 Fe-Si-B 的面分布特征和微区元素含量

EPMA-083

摘要：使用岛津电子探针对某类 Fe-Si-B 系非晶合金进行了元素面分布特征和微区定量测试，表征了此类非晶合金在样品制备时发生的晶化过程中元素的扩散变化情况。测试结果表明岛津电子探针通过配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，对于超轻元素具有很高的测试灵敏度，对于元素含量的相对波动变化具有很好的测试效果。

关键词：非晶合金 Fe-Si-B 系 面分析 电子探针 岛津

技术特点：

- ❖ 岛津电子探针配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，测试元素具有高灵敏度的特点；
- ❖ 岛津电子探针可以直观地表征 Fe-Si-B 在晶化过程中元素的扩散情况，可为金属中元素扩散现象与机理的研究提供数据支持。

金属合金通常情况下为晶体状态，具有晶体的一般性质。但当金属合金液体在快速冷却凝固时，合金液体的热量被迅速带走，合金原子的动能迅速降低，来不及扩散形成规则排列，而保持了与合金液体相似的结构，也就是所谓的长程无序，这种内部原子混乱排列结构的合金便是非晶态合金。但在几个原子的小区域内，非晶合金的近邻原子之间的化学短程作用比较强烈，原子间混合焓的大小对原子键有重要影响，因此具有短程、中程有序的特点。

非晶合金具有均匀性的特点。一是结构均匀，由于长程无序，所以非晶合金不像一般的金属合金一样具有孪晶、位错、晶界等尺寸较大的结构缺陷，其结构是单相无定型的；二是成分均匀，非晶合金在形成的过程中，一般经历过快速冷却，熔体中原子往往来不及扩散，因此非晶合金的成分是较为均匀的。

非晶合金相对于晶体具有较高的能量和熵，是热力学上的亚稳态。非晶合金的势能较晶体状态下

要高，是不稳定的，在外场作用下，非晶合金的能量状态变化明显，结构也会发生明显的改变。理论上，非晶合金会通过弛豫、结晶、长大，最后衰变、晶化等方式变成稳定的晶态物质。

显然，非晶合金是一类特殊材料，是具有均匀结构和热力学不稳定的矛盾统一体。正因为如此，非晶合金具有独特的优异性能，包括耐腐蚀性、高硬度、高强度、高疲劳抗力、高耐磨性、屈服时完全塑性、无加工硬化现象、优良的软磁和硬磁性能以及超导特性等。

本次实验的试样为 Fe-Si-B 铁基非晶合金，其软磁性能十分优秀，包括高饱和磁通密度、低矫顽力、高磁导率和低磁芯损耗，电阻率约为硅钢电阻率的三倍，与硅钢成本接近，并且铁基非晶合金具有独特的微观结构，拥有高强度、硬度、耐磨性，因此在工作频率为几百到几千赫兹的电机而言，铁基非晶合金是更理想的材料。

■ 仪器

岛津 EPMA-1720 型电子探针显微分析仪



■ 试样制备

本文选取 Fe-Si-B 铁基非晶合金作为 EPMA 的典型表征样品。

块状试样使用砂轮片切割，经过一系列不同粒度的砂纸磨制并使用金刚石悬浮液进行最终的抛光处理后，直接测试。试样较脆，切割过程中，碎掉的小块状，经过环氧树脂热镶嵌并磨制抛光后进行测试实验对比。

■ 结果与讨论

试样使用岛津电子探针显微分析仪 EPMA-1720 观察，发现有枝状晶存在，可能样品制备过程中发生了晶化现象。随机选择一点，加速电压使用 15 kV、束流 100 nA、束斑散焦至 50 μm ，进行定性分析，以确认其元素构成，其结果见图 1。

选择试样构成的几个主要元素进行元素的面分析。由于试样含有超轻元素 B，为了避免基体效应产生的连续 X 射线背景信号对超轻元素特性 X 射线信号的干扰，在做元素面分析的时候，同时选择测试元素 B 的峰位信号和背景信息，之后对这两组信号进行处理，获得其净强度信号，可避免不同基体的影响。其面分布特征结果见图 2。

为了进一步确认其组成成分的信息，使用 ZAF 微区定量测试方法，对背散射图像下不同衬度位置进行定量分析，不同特征点测试位置见图 3，定量结果见表 1。

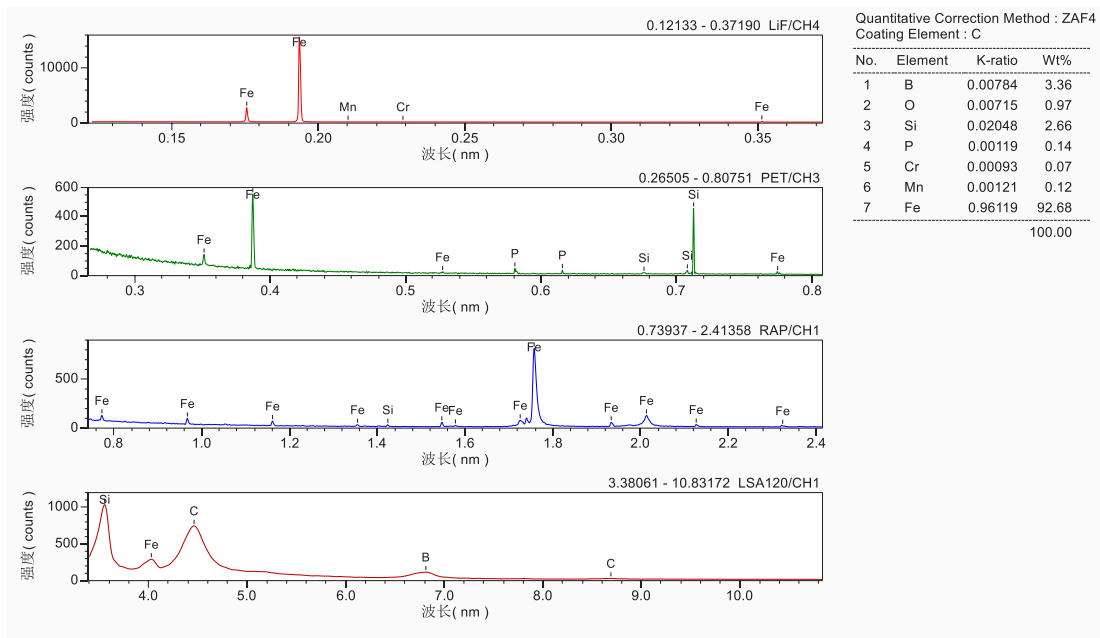


图 1 试样 Fe-Si-B 定性分析谱图

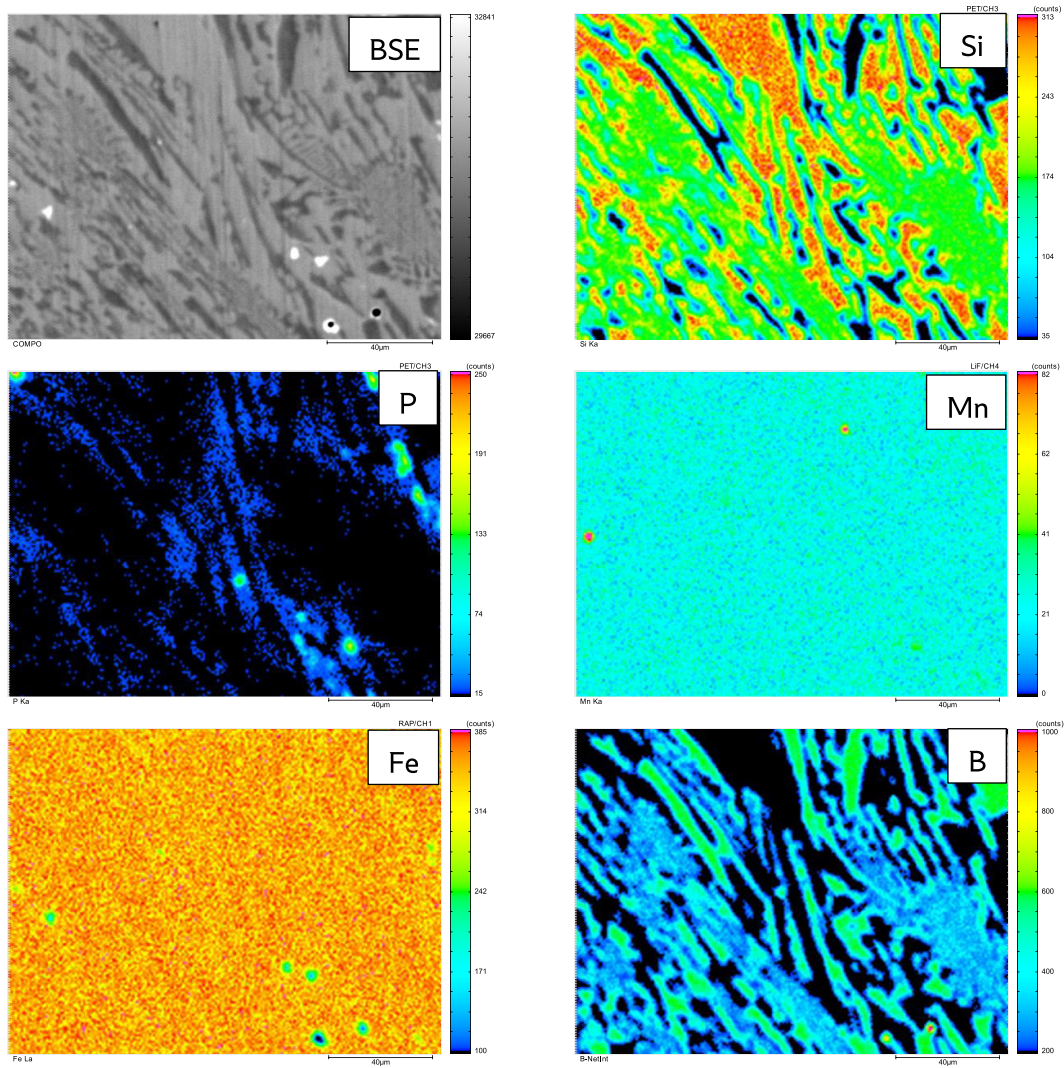


图 2 试样 Fe-Si-B 中元素微观面分布特征

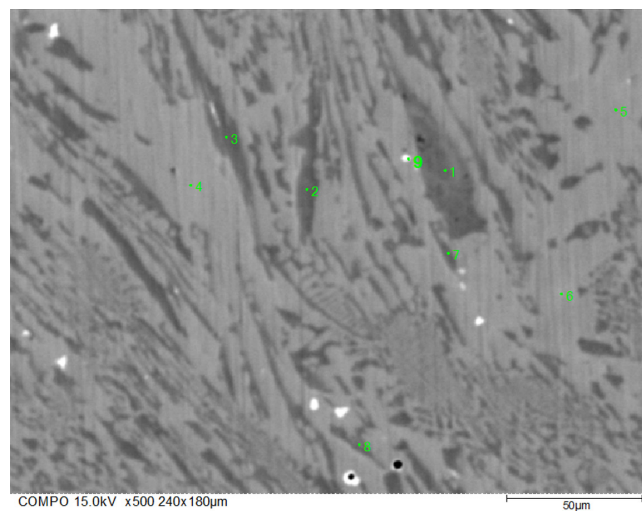


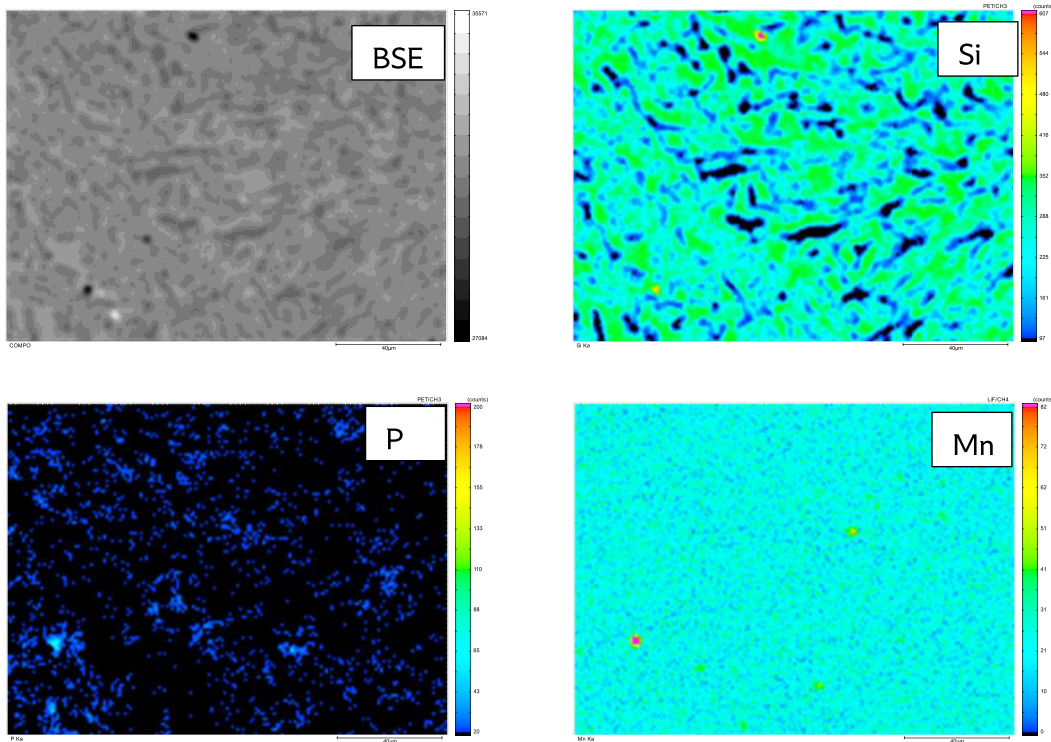
图 3 试样微观上不同特征定量测试位置示意图

表 1 试样 Fe-Si-B 不同特征位置定量分析结果 (Wt%)

Data	B	Si	Cr	P	Mn	Fe	Total
1	8.122	0.020	0.044	0.004	0.084	93.028	101.302
2	8.388	0.015	0.043	0.000	0.079	93.150	101.675
3	8.352	0.015	0.045	0.000	0.073	92.423	100.909
4	0.407	5.802	0.000	0.132	0.058	94.880	101.280
5	0.158	5.765	0.020	0.114	0.040	95.221	101.318
6	0.424	5.855	0.009	0.159	0.034	95.079	101.561
7	0.348	5.516	0.000	0.558	0.019	94.534	100.975
8	0.503	5.602	0.012	0.370	0.063	94.202	100.751
9	1.462	2.029	0.031	7.494	0.104	89.574	100.693

面分析结果显示，原子序数较大的主元素 Fe 和微量元素 Mn 总体上分布较为均匀，个别位置有 Mn 随机分布的特点，B、Si 和 P 的枝晶分布明显。定量结果显示，富 B 区域主要为稳定性较好的 Fe_2B 相，含有少量的未转换完全的非稳定相 Fe_3B ；富 Si 枝晶为 $Fe(Si)$ 相及少量 $(Fe,Si)_3B$ 相。

对热镶嵌的试样进行相同的元素面分布特征分析，结果见图 4。对比直接制样测试的结果，发现枝晶没那么明显了，且发生了部分的细化、球化现象。



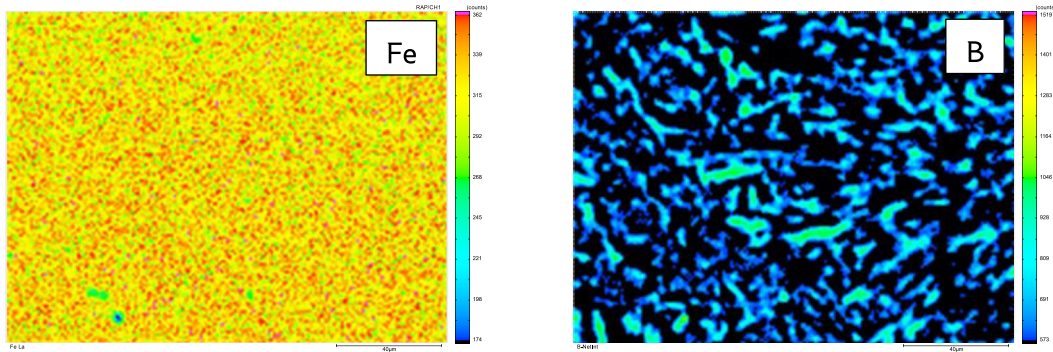


图 4 试样 Fe-Si-B 热镶嵌处理后元素微观面分布特征

非晶合金总体成分分布较为均匀，这给其优异的综合性能提供了很好的基础。但同时非晶结构又有很高的势能熵，处于热力学上的非稳定状态，容易发生晶化现象。资料显示，Fe-Si-B 系非晶态合金在晶化的初始阶段首先同时析出 α -Fe(Si) 和 $(\text{Fe},\text{Si})_3\text{B}$ 相，随后亚稳态的 $(\text{Fe},\text{Si})_3\text{B}$ 相又分解为 α -Fe(Si) 相和稳定的 Fe_2B 相。

上述的元素特征面分析与不同特征点的定量分析测试结果也印证了这种晶化过程规律。试样在经过砂轮片切割过程时迅速升温，相当于对非晶合金进行了一次急速加热，切割完毕后在空气中冷却，这个热处理过程中非晶状态会发生晶化现象。高速切割过程中，当温度高于晶化温度时，非晶态将转变为晶态，大部分非晶相转变为稳定的 Fe_2B ，保留了一些未完全转变的 $(\text{Fe},\text{Si})_3\text{B}$ 和 Fe_3B 相，试样本身会丧失非晶态性能特点。随后对试样的热镶嵌处理，相当于一次低温再回火的热处理过程。在整个“热处理”过程中，原子半径较小的元素扩散速度更快一些，所以分布变化较大，而主体元素迁移较慢总体上相对分布较为均匀。

超轻元素是微区分析领域的一大难点。从测试结果也可以看出，岛津电子探针通过配置高位 52.5° 的 X 射线检出角以及兼具灵敏度和分辨率的全聚焦分光晶体，对于超轻元素具有很高的测试灵敏度和准确性，对于超轻元素 B 的元素面分布特征分析和特征点定量分析都能够获得理想的结果。

■ 结论

使用岛津电子探针对某类 Fe-Si-B 系非晶合金进行了元素面分布特征和微区定量表征，测试发现此类 Fe-Si-B 在样品制备过程中发生的晶化过程中，主体元素分布仍然相对比较均匀，而原子半径较小的 Si、B 等元素扩散速度较快，伴随着从非稳定的 $(\text{Fe},\text{Si})_3\text{B}$ 和 Fe_3B 相到稳定的 α -Fe(Si) 和 Fe_2B 相过程，发生了枝晶析出后续再细化的现象。

测试结果也反映了岛津电子探针对于轻元素 Si 及超轻元素 B 的浓度变化具有很好的响应，能够获得灵敏度较高、准确性较好的测试结果。

岛津应用云

