

# 微波场作用下非晶合金 $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ 的纳米晶化\*

易健宏 李丽娅 彭元东

(中南大学粉末冶金国家重点实验室 长沙 410083)

**摘要** 研究了微波场对晶化的影响. 结果表明, 将非晶合金  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  在微波场作用下在 480 °C 短时间 (5 min) 晶化处理, 形成体积分数为 80%、尺寸约 15nm 的  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相; 适当延长晶化时间 (30 min) 使非晶合金完全晶化,  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相的晶粒不再长大, 原子层之间的距离降低至 0.2461 nm, 磁体具有最大  $M_s$  为 1.79 T. 与激光、激波、脉冲电场和脉冲磁场晶化处理相比, 微波场晶化处理可同时获得单一的、更小晶粒尺寸和更高体积分数的  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  晶化相, 使合金具有高的饱和磁化强度和优良的软磁性能. 微波场有利于非晶合金中的硼原子向空位跃迁, 使基体金属相  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相的形核率增大, 促进非晶合金的纳米晶化.

**关键词** 金属材料, 非晶  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ , 微波场, 晶化,  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$

**分类号** TM271, TG132

**文章编号** 1005-3093(2007)06-0632-05

## Nanocrystallization of amorphous $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ by microwave field treatment

YI Jianhong\*\* LI Liya PENG Yuandong

(State Key Laboratory for Powder Metallurgy of Central South University, Changsha 410083)

\* Supported by Natural Science Foundation of Hunan Province No.04JJ6029.

Manuscript received December 12, 2006; in revised form April 27, 2007.

\*\* To whom correspondence should be addressed, Tel:(0731)8877328, E-mail: yijianhong2004@yahoo.com.cn

**ABSTRACT** Amorphous  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  alloys have been nanocrystallized by microwave field annealing and the effect of microwave field on the nanocrystallization has been investigated. It is shown that by microwave field annealing at 480 °C for 5 min, 80% fine nanocrystalline  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  grains about 15 nm formed in the amorphous matrix. With increasing annealing time to appropriate value (30 min), the nanocrystallization completed and the grain size of the  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  phase stays nearly the same, but the lattice parameter decreases to 0.2461 nm, and the alloy has a very high  $M_s$  of 1.79 T. Comparing to annealing by laser, shock wave, current and magnetic field, after the alloy was annealed by microwave field single  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  phase, smaller grain size and higher crystal phase volume can simulantly obtained. It is also revealed that microwave field benefits the transition of atom B toward vacancy, which increases the nucleation rate of  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  phase and promotes the nanocrystallization of the alloy.

**KEY WORDS** metallic materials, amorphous  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ , microwave field, crystallization,  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$

1988 年 Yoshizawa 在 Fe-Si-B 非晶合金的基体中加入 Cu 和 M (M=Nb, Mo, W, Ta 等), 晶化退火后获得了性能优异的纳米晶 Finamit 软磁合金 [1], 其典型成分为  $\text{Fe}_{73.3}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ . 由于纳米晶软

磁合金具有饱和磁密度高、初始磁导率高、矫顽力小等优异的软磁性能, 出现了研究非晶纳米晶软磁材料的热潮 [2,3]. Finamit 合金通常的制备方法是通过熔体急冷获得非晶合金, 然后进行晶化处理制备纳米晶合金. 非晶晶化主要包括二次退火、脉冲电流退火 [4]、脉冲磁场退火 [5]、激波退火 [6] 以及激光辐照 [7] 等方法. 用激光辐照 [7] 可获得 15-20 nm 的  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  晶化相和非晶相的双相组织结构, 但晶化相的体积分数较小; 脉冲电流退火 [6] 可提高晶化相的

\* 湖南省自然科学基金 04JJ6029 资助项目.

2006 年 12 月 12 日收到初稿; 2007 年 4 月 27 日收到修改稿.

本文联系人: 易健宏, 教授

体积分数, 但容易形成  $\text{Fe}_3\text{Si}$  相; Miguel 等<sup>[5]</sup> 在应力和轴向磁场的作用下对  $(\text{Co}_{77}\text{Si}_{13.5}\text{B}_{9.5})_{90}\text{Fe}_7\text{Nb}_3$  非晶进行晶化处理, 获得了更加均匀的晶粒尺寸和沿轴向的均匀磁晶各向异性, 但工艺比较复杂. 微波场是一种高频电磁场, 频率可达 2.45 GHz. 目前微波加热已用于陶瓷<sup>[8]</sup> 或无机材料<sup>[9]</sup> 的合成, 本文用微波场晶化处理制备  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  纳米晶软磁合金, 研究微波场对非晶合金  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  纳米晶化的影响.

## 1 实验方法

采用中频感应熔炼炉熔炼  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  纳米晶软磁合金, 使用高纯氩气作为保护气体. 使用自制的单辊熔体急冷设备将熔炼后的合金锭制备成宽度为 4 mm、厚度约为 30  $\mu\text{m}$  的非晶薄带, 再将其在真空 ( $1 \times 10^{-5} \text{Pa}$ ) 中按设定的晶化处理制度分别进行微波晶化处理和传统晶化处理. 微波晶化处理在微波频率为 2.45 GHz 的自制多模谐振腔中进行, 采用  $\text{Al}_2\text{O}_3$  纤维作为保温体, 用红外测温仪监测晶化温度. 微波加热功率为 200–400 W, 加热温度为 400–600  $^{\circ}\text{C}$ , 加热时间为 5–40 min. 在马弗炉中进行常规晶化处理. 用 HH-20 型振动样品磁强计测量样品的静态磁性; 用日本理学 Rigadu X 射线衍射仪测量相结构, 测试条件:  $\text{CuK}\alpha$  单色光辐射, 管电压 35 kV, 管电流 20 mA; 透射电镜试样采用常规双喷方法制备, 显微组织观察与分析在 JEM-2000EX 电子显微镜上进行, 加速电压为 160 kV.

## 2 结果与讨论

### 2.1 晶化相的成分、平均晶粒尺寸和晶格常数

$\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  在 550  $^{\circ}\text{C}$  常规退火处理 5 min 后主要由非晶构成, 同时有少量的  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  晶化相形成. 延长至 15 min 时, 主要由  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相构成, 非晶相的体积分数大大减少, 再延长至 30 min 时,  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相的体积分数变化不大, 但从 XRD 图上很难判断出非晶相是否存在 (图 1).  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  在微波场下 480  $^{\circ}\text{C}$  晶化处理 5 min 时已完全晶化成  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相, 延长至 20 min 和 30 min, 衍射峰强度基本不变 (图 2).

使用 Scherrer 公式, 晶粒尺寸为

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

其中  $K$  为 Scherrer 常数, 一般取 0.89;  $\lambda$  为 X 射线波长, 取 0.154056 nm;  $\beta$  为对衍射峰进行校正后所测得峰的半高宽的弧度;  $\theta$  为衍射角. 根据 XRD 测量结

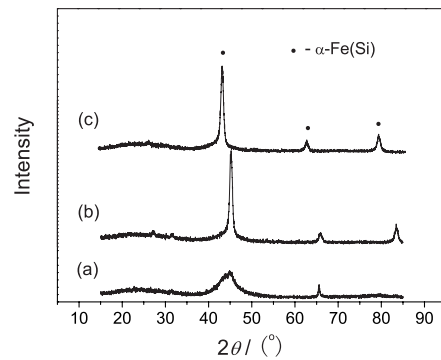


图 1  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  在 550  $^{\circ}\text{C}$  常规退火处理不同时间的 XRD 图

Fig.1 XRD analysis of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  submitted to annealing at 550  $^{\circ}\text{C}$  for 5 min (a), 15 min (b) and 30 min (c)

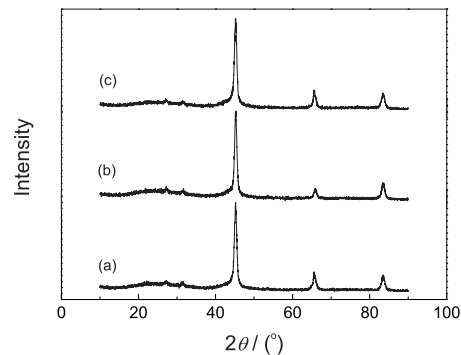


图 2  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  在微波场中 480  $^{\circ}\text{C}$  下晶化处理不同时间的 XRD 图

Fig.2 XRD image of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  annealed at 480  $^{\circ}\text{C}$  for 5 min (a), 30 min (b) and 40 min (c) in microwave field

表 1 550  $^{\circ}\text{C}$  晶化处理后的晶粒尺寸  $D$  与晶格常数  $a$

Table 1 Grain size  $D$  and crystal lattice constant  $a$  of the magnet annealed at 550  $^{\circ}\text{C}$

$t/\text{min}$	$\beta$	$D/\text{nm}$	$\theta/^{\circ}$	$a/\text{nm}$
5	0.950	9.1	22.460	0.2480
15	0.603	14.5	22.629	0.2462
30	0.617	14.1	22.590	0.2466

果, 还可以计算出晶格常数

$$a = \frac{1.23\lambda}{2\sin\theta} \quad (2)$$

在 550  $^{\circ}\text{C}$  常规退火处理后  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  的晶粒尺寸随着晶化时间的延长而很快增长, 但是晶化时间达 15 min 后晶粒尺寸基本不变, 约为 14.1 nm.  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  的晶格常数  $a$  由最初的 0.2480 nm 很快降至 0.2462 nm (表

1). 在微波场作用下 480 °C 晶化处理,  $\alpha$ -Fe(Si) 的晶粒尺寸在 5 min 内就达到 15.1 nm, 延长晶化时间晶粒尺寸基本不变;  $\alpha$ -Fe(Si) 相的晶格常数为 0.2461–0.2467 nm(表 2), 在 480 °C 处理 30 min 时为最小, 说明此时原子层之间的距离最小. 在用两种方法制备的  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  中  $\alpha$ -Fe(Si) 相的晶格常数均小于体心立方结构的  $\alpha$ -Fe 的晶格常数 ( $a=0.2892$  nm). 主要原因是在  $\alpha$ -Fe 中溶入了一定量的 Si, 较小的 Si 原子替代了 bcc  $\alpha$ -Fe 中的 Fe 原子使点阵常数减小<sup>[10]</sup>.

表 2 480 °C 晶化处理后样品的晶粒尺寸  $D$  与晶格常数  $a$

Table 2 Grain size  $D$  and crystal lattice constant  $a$  of the magnet heat treated at 480 °C

$t/\text{min}$	$\beta$	$D/\text{nm}$	$\theta/^\circ$	$a/\text{nm}$
5	0.579	15.1	22.590	0.2466
30	0.593	14.7	22.640	0.2461
40	0.588	14.8	22.589	0.2467

## 2.2 晶化相的形貌

$\alpha$ -Fe(Si) 相镶嵌于非晶基体相内(图 3). 550 °C 常规退火处理 5 min 后在磁体主要由非晶结构和少量的  $\alpha$ -Fe(Si) 相构成,  $\alpha$ -Fe(Si) 相的晶粒尺寸约为 9–10 nm(图 3a); 当晶化处理时间延长至 15 min 时, 有大量的  $\alpha$ -Fe(Si) 相生成, 其晶粒尺寸长大为 15 nm 左右, 但是在  $\alpha$ -Fe(Si) 相的周围仍有大量的非晶相存在,  $\alpha$ -Fe(Si) 相所占的体积分数约为 50%–60%(图 3b). 微波场作用下 480 °C 晶化处理 5 min 后磁体晶化相  $\alpha$ -Fe(Si) 相的体积分数达 80%,  $\alpha$ -Fe(Si) 相的平均晶粒尺寸约为 15 nm(图 3c); 继续延长晶化时间, 晶粒尺寸和晶化相的体积分数变化不大. 由此可见, 微波场晶化处理可提高晶化相的形核率. 与激光晶化处理、微波晶化处理、脉冲电场和脉冲磁场晶化处理相比, 微波场晶化处理可同时获得单一的  $\alpha$ -Fe(Si) 晶化相、更小的晶粒尺寸和更高的晶化相体积分数, 而  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  的饱和磁化强度主要由  $\alpha$ -Fe(Si) 晶粒的成分和体积分数决定, 所以合金具有高的饱和磁化强度和优良的软磁性能.

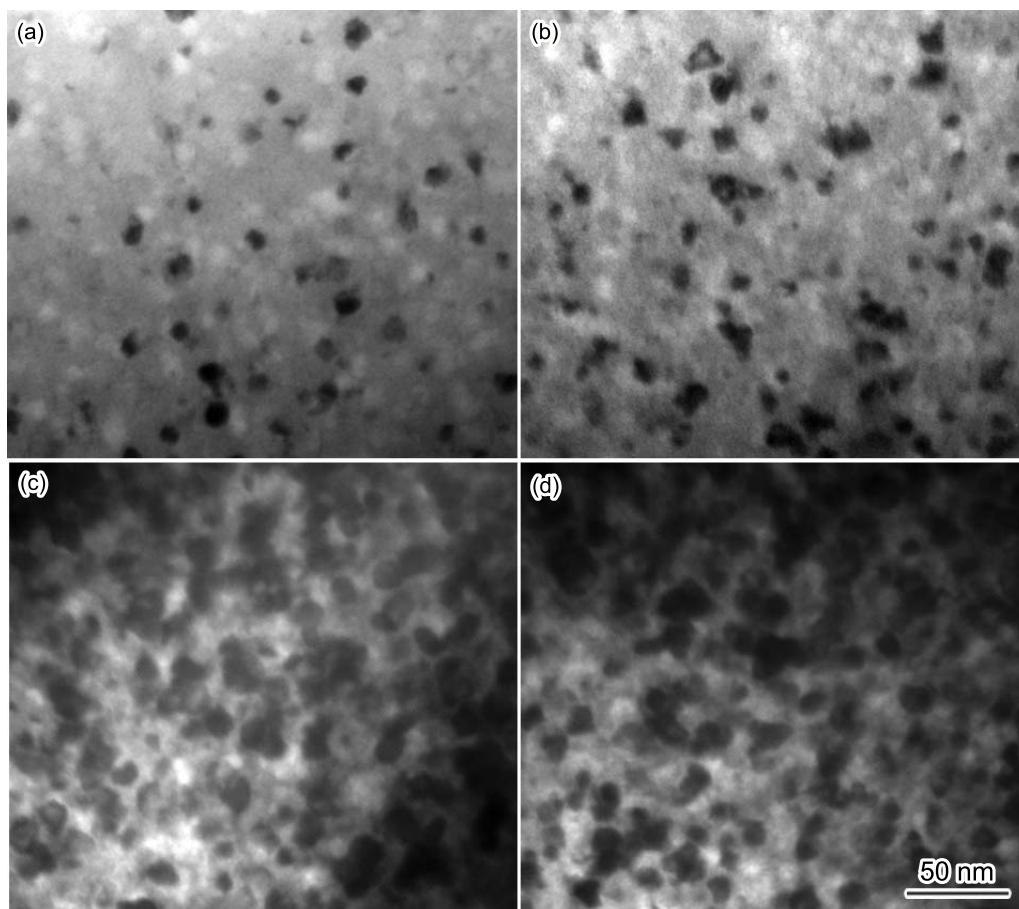


图 3  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  的 TEM 显微结构

Fig.3 TEM morphology of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  crystallized at 550 °C for 5 min (a), 15 min (b) in traditional furnace and at 480 °C for 5 min (c), 30 min (d) by microwave field

表 3  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  在不同条件下晶化处理后的  $M_s$  值Table 3  $M_s$  value of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  submitted to annealing at different condition

Annealing in traditional furnace at 550 °C for different time			Annealing by microwave field at 480 °C for different time			Annealing by microwave field at different temperature for 20 min	
$t/\text{min}$	$M_s/\text{T}$	$M_r/\text{T}$	$t/\text{min}$	$M_s/\text{T}$	$M_r/\text{T}$	$T/^\circ\text{C}$	$M_s/\text{T}$
5	1.57	1.09	5	1.48	1.21	450	1.24
15	1.70	1.33	20	1.58	1.22	480	1.58
20	1.50	1.23	30	1.79	1.54	500	1.52
30	1.49	1.20	40	1.48	1.10	550	1.20

### 2.3 在微波场作用下非晶合金的晶化机理

非晶合金在微波作用下晶化时,合金吸收的微波能量为<sup>[10]</sup>:

$$P = \omega(\varepsilon_0\varepsilon''E^2 + \mu_0\mu''H^2) \quad (3)$$

其中  $\omega$  为微波频率,  $\varepsilon_0$  为空间介电常数,  $\varepsilon''$  介电损耗,  $E$  为微波电场强度,  $\mu_0$  为空间磁导率,  $\mu''$  磁损耗,  $H$  为微波磁场强度. 在微波磁场中,非晶合金的自由能中起主要作用的是外磁场能  $G_H$  和磁弹性能  $G_\lambda$ (磁致伸缩能)<sup>[11]</sup>. 其中外磁场能

$$G_H = \mu_0\vec{M}_s \cdot \vec{H}_p = -\mu_0M_sH_p \quad (4)$$

其中  $\mu_0$  为真空中的磁导率,  $M_s$  为磁畴的自发磁化强度,  $H_p$  为脉冲磁场强度. 而磁弹性能

$$G_\lambda = -\frac{2}{3}\lambda_s\sigma\cos^2\phi \quad (5)$$

其中  $\phi$  为应力  $\sigma$  方向与  $M_s$  方向的夹角,  $\lambda_s$  为饱和磁致伸缩系数. 如果电场引起的能量变化为  $G_E(\phi)$ , 则在微波场中总自由能为

$$G = G_H + G_\lambda + G_E \quad (6)$$

$$G = -\mu_0M_sH_p\sin\phi - \frac{2}{3}\lambda_s\sigma\cos^2\phi + G_E(\phi) \quad (7)$$

在满足相变热力学自由能极小原理的条件下(即  $\partial G/\partial\phi=0$ ) 三种作用达到平衡,在微波场中在非晶合金内必然产生线磁致伸缩. 以熔体急冷法形成的非晶合金,内应力波动导致原子密度分布波动的产生,使非晶合金中出现原子密度高于平均密度的压缩区即 p 型区和原子密度低于平均密度的扩展区即 n 型区,其中 n 型区含有较多空位<sup>[12]</sup>. 在一个脉冲宽度内,磁场强度  $H_p$  在一定范围内变化,磁致伸缩和微波的高频电流促进原子振动并在非晶内产生间隙扩散和空位型缺陷的迁移. 同时,为了降低非晶合金系统的能量,非晶间隙中的过饱和硼原子将向空位跃迁,为基体金属相  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  的优先形核析出创造条件<sup>[13]</sup>.

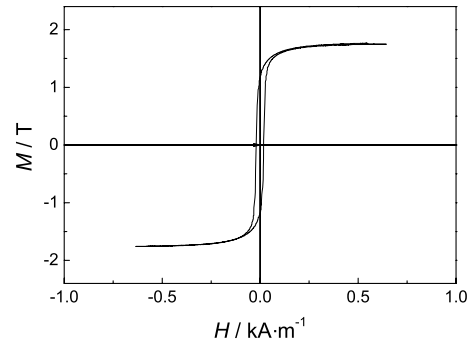


图 4  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  在微波场 480 °C 晶化处理 30 min 的  $M-H$  曲线

Fig.4  $M-H$  curve of  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  annealed at 480 °C for 30 min in microwave field

振动的硼原子获得的能量越高,向空位跃迁的速度越快,有助于基体金属  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相的形核率增大,促进纳米晶化.

### 2.4 微波场晶化处理后 $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ 合金的软磁性能

在 550 °C 常规退火 15 min,合金  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  的  $M_s$  和  $M_r$  均达最大值,其中  $M_s$  为 1.70 T(表 3). 在微波场作用下 480 °C 晶化处理,磁体的  $M_s$  先随着晶化时间的延长而增大,当晶化时间延长到 30 min 时,  $M_s$  为 1.79 T 和  $M_r$  为 1.54 T 均达最大值,并随着时间的进一步延长而降低. 调节微波功率使晶化温度从 450 °C 升高到 480 °C,则  $M_s$  从 1.24 T 增加到 1.58 T,并随着功率的进一步提高,晶化温度升高导致  $M_s$  降低(表 3).

## 3 结 论

$\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  非晶在 550 °C 常规退火 5 min,主要由非晶和少量  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  晶化相构成;晶化时间长至 15 min 晶化完成,  $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$  相的体积分数大大增加,其饱和磁化强度  $M_s$  达到最大值(1.70 T). 在微波场下 480 °C 晶化处理 5 min,

Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 非晶已完全晶化, 形成  $\alpha$ -Fe(Si) 相和少量残余非晶相,  $\alpha$ -Fe(Si) 相的晶粒尺寸约为 15 nm; 晶化时间延长到 30 min, 晶粒不再长大, 其饱和磁化强度  $M_s$  达到最大值 (1.79 T). 与激光晶化处理、微波晶化处理、脉冲电场和脉冲磁场晶化处理相比, 微波场晶化处理可同时获得单一的  $\alpha$ -Fe(Si) 晶化相、更小的晶粒尺寸和更高的晶化相体积分数, 使合金具有高的饱和磁化强度和优良的软磁性能. 微波场有利于非晶合金中的硼原子向空位跃迁, 导致基体金属相  $\alpha$ -Fe(Si) 相的形核率增大, 促进合金的纳米晶化.

### 参 考 文 献

- 1 Y.Yoshizawa, S.Oguma, K.Yamauchi, New Fe-based soft magnetic composed of ultrafine grain structure, *Journal of Applied Physics*, **64**(10), 6044(1988)
- 2 N.Iturriza, C.García, L.Fernández, J.J.del Val, J.González, J.M.Blanco, G.Vara, A.R.Pierna, Structural, magnetic, and magnetostriction behaviors during the nanocrystallization of the amorphous Ni<sub>5</sub>Fe<sub>68.5</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub> alloy, *Journal of Applied Physics*, **99**(8), 08F104(2006)
- 3 R.V.Ramanujana, Y.R.Zhang, Solid state dendrite formation in an amorphous magnetic Fe<sub>77.5</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> alloy observed by in situ hot stage transmission electron microscopy, *Applied Physics Letters*, **88**(18), 182506(2006)
- 4 G.Principia, A.Maddalena, A.Gupta, N.Bhagat, N.Malhotra, B.A.Dasannacharya, H.Amenitsch, S.Bernstorff. Furnace and current annealing of the amorphous Fe<sub>72</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>4.5</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> alloy, *Journal of Applied Physics*, **87**(9), 7109(2000)
- 5 C.Miguel, A.P.Zhukov, J.J.del Val, A.Ramírez de Arellano, J. González, Effect of stress and/or field annealing on the magnetic behavior of the (Co<sub>77</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9.5</sub>)<sub>90</sub>Fe<sub>7</sub>Nb<sub>3</sub> amorphous alloy, *Journal of Applied Physics*, **97**(3), 034911(2005)
- 6 Zhao Heyun, Kan Jiade, Liu Qingju, Liu Zuoquan, Novel physical effects in amorphous alloy crystallization induced by shock wave, *Acta Physica Sinica*, **54**(4), 1711(2005)  
(赵鹤云, 阚家德, 柳清菊, 刘佐权, 几种铁基非晶合金激光波诱导晶化中的若干奇异物理效应研究, *物理学报*, **54**(4), 1711(2005))
- 7 CHEN Suiyuan, LIU Changsheng, CAI Qingkui, Ma Lixia, TUO Jinhong, Nanocrystallization of amorphous Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> irradiated by laser, *Chinese Journal of Lasers*, **32**(5), 697(2005)  
(陈岁元, 刘常升, 才庆魁, 马利霞, 佗劲红, 非晶合金 Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13.5</sub>B<sub>9</sub> 的激光纳米晶化研究, *中国激光*, **32**(5), 697(2005))
- 8 M.Mizuno, S.Obata, S.Takayama, S.Ito, N.Kato, T.Hirai, M.Sato, Sintering of alumina by 2.45 GHz microwave heating, *Journal of the European Ceramic Society*, **24**(3), 387(2004)
- 9 B Mikula, BPuzio, Determination of trace metals by ICP-OES in plant materials after preconcentration of 1,10-phenanthroline complexes on activated carbon, *Talanta*, **71**(1), 136(2007)
- 10 R.Roy, R.Peelamedu, C.Grimes, J.Cheng, D.Agrawal, Major phase transformations and magnetic property changes caused by electromagnetic field at microwave frequencies, *Journal of Materials Research*, **17**(12), 3008(2002)
- 11 GUO Hong, CHAO Yuesheng, Nano-crystallization and its mechanism of amorphous alloy Fe<sub>78</sub>Si<sub>9</sub>B<sub>13</sub> treated in lower frequency pulse magnetic field, *Materials for Mechanical Engineering*, **28**(3), 40(2004)  
(郭红, 晁月盛, 低频脉冲磁场致非晶合金 Fe<sub>78</sub>Si<sub>9</sub>B<sub>13</sub> 纳米晶化及机制, *机械工程材料*, **28**(3), 40(2004))
- 12 T.Egamt, Structure and magnetism of amorphous alloys, *IEEE Transactions on Magnetics*, **17**, 2600(1981)
- 13 Y.Swilem, Analysis of nanocrystallization process in Fe<sub>73.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>15.5</sub>B<sub>7</sub> alloys by cumulant expansion of EXAFS. *Physica B*, **371**(3), 182(2006)