

Fe₈₁Ga₁₉ 合金晶体生长取向与磁致伸缩性能*

李川 刘敬华 陈立彪 蒋成保[†] 徐惠彬

(空天先进材料与服役教育部重点实验室, 北京航空航天大学材料科学与工程学院, 北京 100191)

(2010年10月27日收到; 2010年12月16日收到修改稿)

通过区熔定向凝固法, 生长出[001]易磁化方向与晶体轴向之间存在不同取向差的 Fe₈₁Ga₁₉ 合金单晶体和 Fe₈₁Ga₁₉ 合金多晶体. 极图测试结果显示, Fe₈₁Ga₁₉ 合金单晶体的[001]方向与轴向取向差分别为 12°, 5° 和 3°. 采用电阻应变片法测定相应磁致伸缩应变, 与外加磁场方向平行的轴向磁致伸缩应变分别为 254×10^{-6} , 271×10^{-6} 和 291×10^{-6} . 由劳埃法确定并切取[001]取向 Fe₈₁Ga₁₉ 合金单晶体, 磁致伸缩应变达到 312×10^{-6} . 采用背散射取向分析方法(EBSD), 确定了定向生长 Fe₈₁Ga₁₉ 合金取向多晶体不同晶粒[001]易磁化方向与晶体轴向之间取向差, 其分别为 18.4°, 15.2° 和 14.8°, 轴向磁致伸缩应变分别为 180×10^{-6} , 230×10^{-6} 和 235×10^{-6} .

关键词: 磁致伸缩, Fe₈₁Ga₁₉ 合金, 晶体取向

PACS: 75.80.+q, 75.50.Bb, 81.10.-h

1. 引言

FeGa 合金是新型的磁致伸缩材料, 具有价格低、低场磁致伸缩性能高、力学性能好、受温度影响小等优点^[1-6], 比稀土磁致伸缩材料 TbDyFe 合金可能具有更广泛的应用前景. Fe₈₁Ga₁₉ 合金为单相固溶体, 属立方晶系, 空间群为 $Im\bar{3}m$, 其易磁化方向是 [001] 方向, 其晶体取向和磁致伸缩应变之间的关系是当前研究的热点问题^[7-10]. Clark 等人^[11] 测定 [001] 取向 Fe₈₃Ga₁₇ 合金单晶体的磁致伸缩应变为 275×10^{-6} ; Kellogg 等人^[12] 报道了 [001] 取向 Fe₈₁Ga₁₉ 单晶体的磁致伸缩应变约为 320×10^{-6} ; Summers 等人^[13] 制备出了 [110] 取向多晶 FeGa 合金, 其磁致伸缩应变达到 220×10^{-6} ; Srisukhumbowornchai 等人^[14] 获得近似 [001] 织构的 Fe_{72.5}Ga_{27.5} 多晶棒材, 其磁致伸缩应变可达 271×10^{-6} ; Summers^[13] 等人获得了 [001] 取向差为 10° 和 5° 的 Fe_{81.6}Ga_{18.4} 合金多晶棒材, 磁致伸缩应变可达到 160×10^{-6} 和 200×10^{-6} 左右. 然而, 晶体 [001] 易磁化方向与晶体轴向之间存在的取向差与相应磁致伸缩应变之间的关系尚不清楚.

本文生长了具有不同晶体学取向的 Fe₈₁Ga₁₉ 合

金单晶体, 和含有几个晶粒的 Fe₈₁Ga₁₉ 合金多晶体, 研究晶体取向差和磁致伸缩应变之间的关系, 以及多晶体中晶粒之间相互作用对磁致伸缩应变的影响.

2. 试验方法

采用高纯 Fe (99.9wt. %), Ga (99.99wt. %), 按照化学计量比配制成目标成分为 Fe₈₁Ga₁₉ 的母合金. 采用非自耗真空电弧炉进行合金的熔炼, 反复熔炼 4 次使之混合均匀, 然后铸成直径 7.2 mm, 长 70—110 mm 的 Fe₈₁Ga₁₉ 合金母棒. 通过区熔定向凝固法, 在真空度高于 5×10^{-3} Pa, 充氩气保护的条件下, 将母棒分别以 4 mm/h 和 10 mm/h 的速度生长出不同取向差的 Fe₈₁Ga₁₉ 合金单晶体和多晶体.

采用日本理学 D/max-RB 型 X 射线衍射仪极图分析测定定向生长的 Fe₈₁Ga₁₉ 合金样品取向差. 通过 YX-200 型 X 射线晶体取向系统, 根据劳埃法确定并切取 [001] 取向 Fe₈₁Ga₁₉ 合金单晶体. 利用 LE01450 背散射取向分析系统分析 Fe₈₁Ga₁₉ 取向晶体各个晶粒取向差. 采用 WKZ-1 型磁致伸缩测量系统, 采用电阻应变片法测量与外加磁场方向平行

* 国家自然科学基金 (批准号: 50971008, 50925101, 50921003) 和中央高校基本科研业务费专项资金资助的课题.

[†] 通讯联系人. E-mail: polotyli@163.com

的 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 单晶体和取向多晶体的轴向磁致伸缩应变 ($\Delta l/l$).

3. 实验结果分析与讨论

3.1. 单晶体取向与磁致伸缩应变

采用区熔定向凝固法,以 4 mm/h 的速度,生长获得 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶棒材 1#—3#. 距生长端 65 mm,切取 3 mm 薄片用于 XRD 和极图测试,确定轴

向取向差,主体部分约 60—65 mm 用于磁致伸缩应变测试,测量位置约距生长端 40—50 mm. 图 1 为测定的 3# 样品 $\{100\}$ 和 $\{110\}$ 面极图, $\{100\}$ 面极图在中心附近有唯一衍射峰, $\{110\}$ 面极图则有 4 个衍射峰,且 4 个峰对称,彼此之间夹角约为 90° ,与立方晶系 $\{100\}$ 和 $\{110\}$ 面的标准极图对比可知,各峰所在位置均为 $[001]$ 衍射特征峰,但 $[001]$ 方向和轴向偏离约 3° . 极图测试结果显示 1# 样品 $[001]$ 方向偏离轴向为 12° , 2# 样品 $[001]$ 方向偏离轴向约 5° , 3# 样品 $[001]$ 方向偏离轴向约 3° .

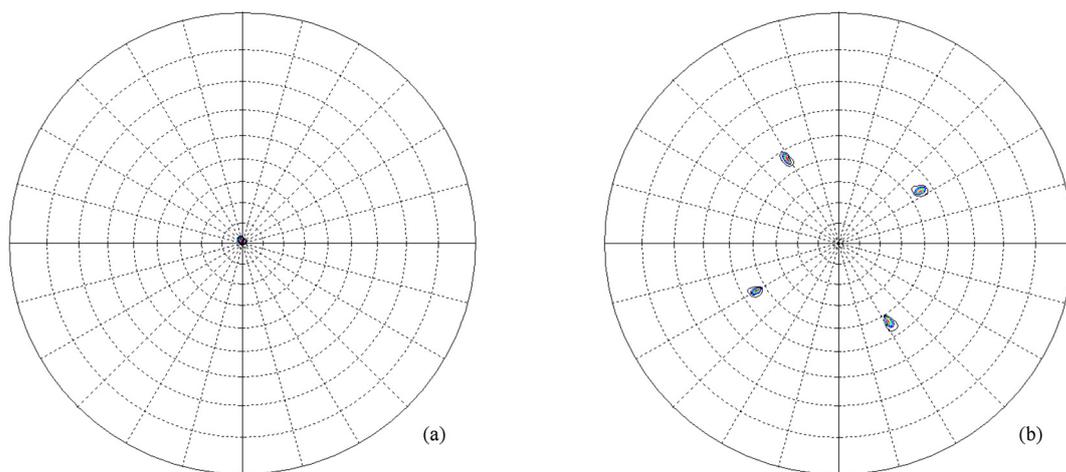


图 1 1# $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶样品 (a) $\{100\}$ 和 (b) $\{110\}$ 面极图

不同预压力下 1#—3# $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶体的磁致伸缩应变曲线如图 2(a)—(c),可见,随着取向差

的减小,磁致伸缩应变从 254×10^{-6} 增大到 291×10^{-6} ,且压力效应明显. 这是由于 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金易磁

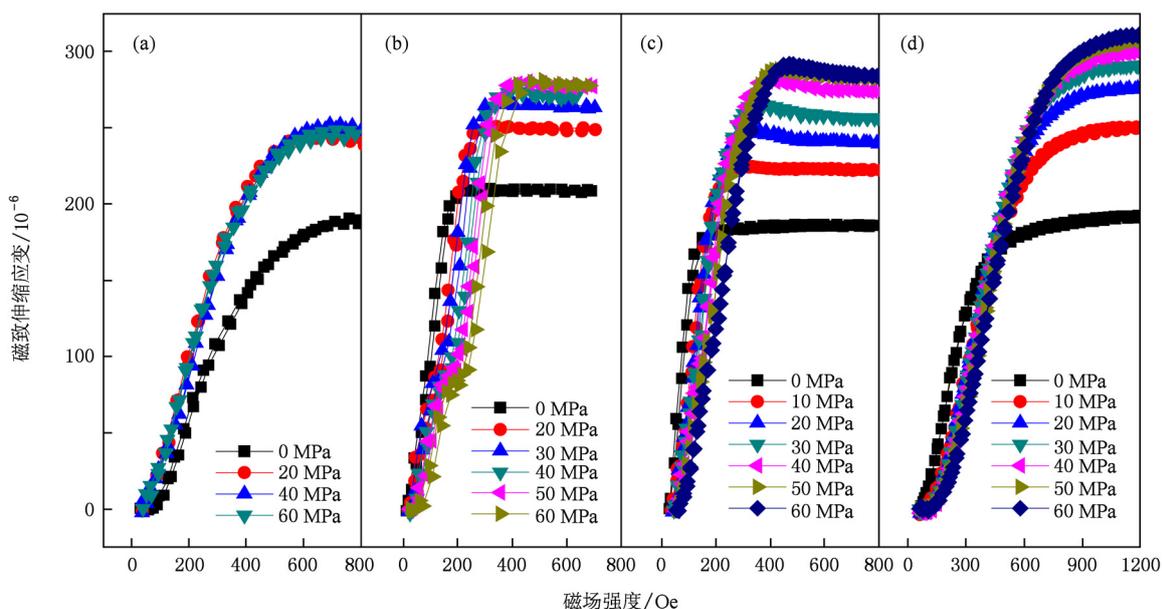


图 2 不同预压力下,不同取向差 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶的磁致伸缩性能曲线 (a) 偏离 $[001]$ 方向 12° ; (b) 偏离 $[001]$ 方向 5° ; (c) 偏离 $[001]$ 方向 3° ; (d) $[001]$ 取向 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 单晶

化方向为[001]方向,且[001]方向磁致伸缩应变最大约为 312×10^{-6} (实测值),因此[001]方向与轴向偏角越小,则轴向磁致伸缩应变大幅提高. 其饱和和磁场强度为 300—500 Oe (1 Oe = 79.5775 A/m), 远远小于 TbDyFe 合金的饱和磁场强度,饱和场强度主要与样品形状有关,受取向差影响较小^[15].

通过劳埃法确定 $2^{\#}$ $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶体的 [001] 晶体学方向,然后沿 [001] 方向进行线切割,从而获得 [001] 取向 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶. 在不同预压力下测量 [001] 单晶体的磁致伸缩应变曲线如图 2 (d),在 60 MPa 压力下磁致伸缩应变增至最大值 312×10^{-6} ,压力效应显著. 切后 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金棒的 [001] 方向与轴向完全一致,在没有外磁场时,磁畴随机分布,当轴向加压力后,磁畴转动方向与轴向垂直,此时沿轴向加外磁场 H ,则磁畴沿磁场方向转动,趋于与轴向一致,最大转动角度到达 90° 时,轴

向磁伸缩应变达到最大值. 但饱和磁场强度有所增加,约为 800 Oe,这是因为切割后样品比较的短小 (长约 30 mm),样品的退磁因子增大所造成的.

3.2. 多晶体取向与磁致伸缩应变

以 10 mm/h 速度,生长获得 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金取向多晶棒材,距生长端 60mm 处切取 3mm 薄片并电解抛光,采用 EBSD 技术对其进行取向分析,测试结果如图 3 所示. 图 3 (a) 为各个晶粒取向标定图,显示多晶 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金棒材有三个晶粒,晶粒 1 最大,在淘汰过程中占据一定优势,晶粒 2 次之,晶粒 3 则最小,竞争力最弱;晶粒 1 轴向取向差最小约为 14.8° (平均值),晶粒 2 的轴向取向差约为 15.2° ,而晶粒 3 轴向取向差最大为 18.4° . 图 3 (b) 为多晶 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金 {100} 面极图,呈现出多晶体 [001] 取向织构特征.

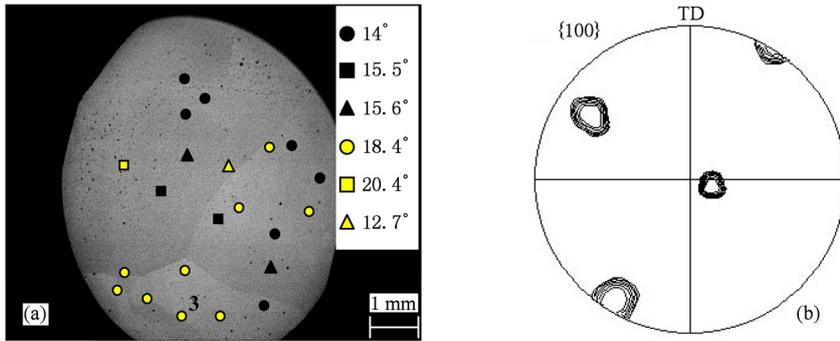


图 3 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金多晶的各晶粒取向图 (EBSD) 以及 {100} 面极图 (a) EBSD 取向图; (b) {100} 极图

不同预压力下磁致伸缩应变曲线如图 4 (a)—(c),三个晶粒磁致伸缩应变在 60 MPa 压力下饱和值分别为 180×10^{-6} , 230×10^{-6} 和 235×10^{-6} ,压力效应显著. 结果表明,晶体生长过程中,晶粒 1 择优生长明显优于晶粒 3,且磁致伸缩应变随取向差的减小而增加,由偏离 18.4° 的 180×10^{-6} 增加至偏离 14.8° 时的 235×10^{-6} . 相比较于 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶体,多晶体晶粒之间存在相互制约,导致实测轴向磁致伸缩应变值较小.

3.3. 磁致伸缩的唯象计算与实验值的拟合分析

根据唯象理论,当外加磁场方向和测量方向一致时,磁致伸缩应变轴向长度变化可表示为^[16]

$$\lambda_s = \frac{3}{2} \lambda_{100} \left(\alpha_1^2 \beta_1^2 + \alpha_2^2 \beta_2^2 + \alpha_3^2 \beta_3^2 - \frac{1}{3} \right) + 3 \lambda_{111} (\alpha_1 \alpha_2 \beta_1 \beta_2 + \alpha_2 \alpha_3 \beta_2 \beta_3 + \alpha_3 \alpha_1 \beta_3 \beta_1). \quad (1)$$

当 [001] 方向和轴向偏离角度为 θ 时 (为计算简便,

设 θ 在 (100) 晶面内), $\alpha_1 = \beta_1 = \cos\theta$, $\alpha_2 = \beta_2 = \cos(\pi/2 - \theta)$, $\alpha_3 = \beta_3 = 0$,则方程简化为

$$\lambda_s = \frac{3}{2} \lambda_{100} \left(\cos^4\theta + \sin^4\theta - \frac{1}{3} \right) + 3 \lambda_{111} (\cos^2\theta \sin^2\theta). \quad (2)$$

实验测得 [001] 取向 $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ 合金单晶体的 λ_{100} 值为 312×10^{-6} ,由于 λ_{111} 值很小,不易测量,在此引用文献 [17] 中推测值,约 -13×10^{-6} ,将 λ_{100} 和 λ_{111} 代入 (2) 式,可计算得到 [001] 方向偏离轴向 1° — 20° 时,相应磁致伸缩应变值,实测和计算磁致伸缩应变值列于表 1.

[001] 方向与轴向的取向差和磁致伸缩应变关系如图 5 所示,可见,计算和实测磁致伸缩应变值均随晶体择优取向差的增大而逐渐变小. 由于综合应变 λ_s 只与 λ_{100} 和 λ_{111} 有关,当 [001] 方向与轴向取向差为 0 时,由于外加磁场方向和 [001] 方向一致,

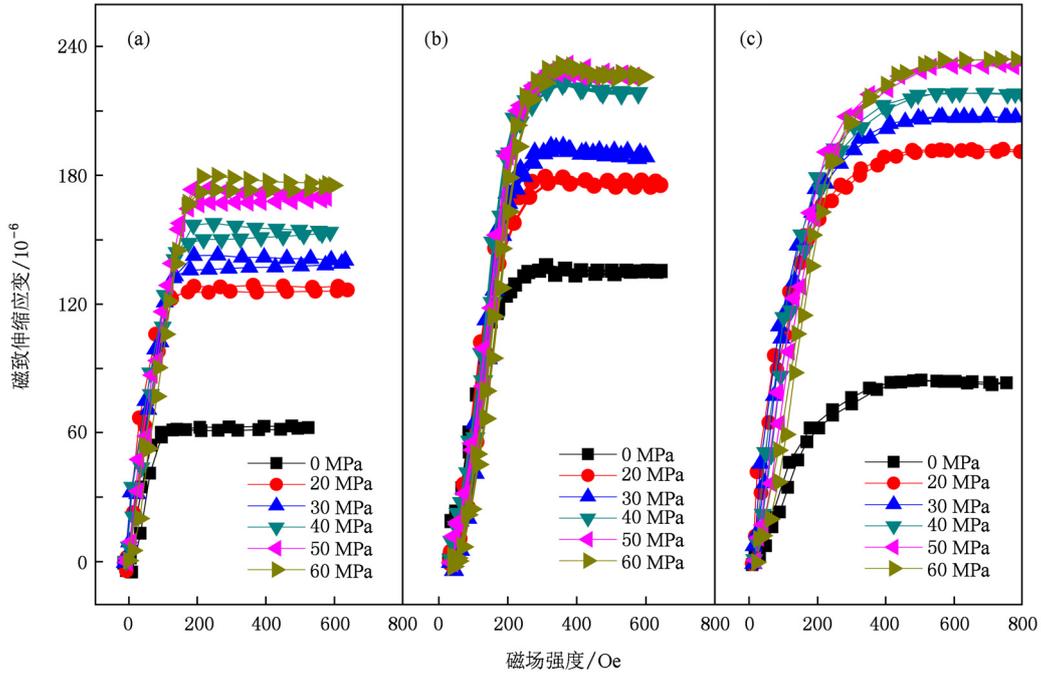


图4 不同预压力多晶 Fe₈₁Ga₁₉合金各个晶粒磁致伸缩性能曲线 (a)晶粒1; (b)晶粒2; (c)晶粒3

磁畴在外磁场的作用下发生转动,最终与轴向一致,磁伸缩应变达到最大值(即 λ_{100}),此时 λ_s 达到最大值 312×10^{-6} ,随[001]方向偏离轴向角度增加,磁畴转动的最终方向与轴向逐渐偏离, λ_{100} 在轴向矢量变小, λ_{111} 在轴向矢量则变大,因此轴向磁致伸缩应变 λ_s 随取向差的增大逐渐减小.

表1 实测和计算不同取向差相应磁致伸缩应变值

偏离角/(°)	计算值/($\times 10^{-6}$)	测量值/($\times 10^{-6}$)
0.0	312.0	312.0
3.0	309.3	291.2
5.0	304.6	280.9
12.0	271.7	254.5
14.8	252.5	234.5
15.2	249.6	230.5
18.4	224.5	179.3

实测值低于计算值(18—40) $\times 10^{-6}$,这主要是因为测量过程中,采用贴应变片法测量磁致伸缩应变时,无法保证测量方向无法与轴向的晶体学方向严格一致,因此,实测磁致伸缩应变值和计算值有一定偏差.

4. 结论

1. 不同 Fe₈₁Ga₁₉合金单晶体的[001]方向和轴

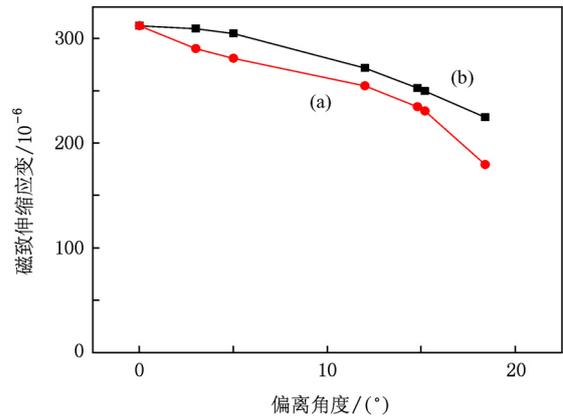


图5 Fe₈₁Ga₁₉合金晶体取向差与磁致伸缩应变曲线 (a)实测值; (b)计算值

向的取向差分别为 $12^\circ, 5^\circ$ 和 3° ,相应轴向磁致伸缩应变分别是 $254 \times 10^{-6}, 271 \times 10^{-6}$ 和 291×10^{-6} ,切取[001]取向 Fe₈₁Ga₁₉合金单晶体的磁致伸缩应变为 312×10^{-6} ;磁致伸缩应变均随[001]方向与轴向取向差的变小而逐渐增大;

2. Fe₈₁Ga₁₉合金取向多晶体中晶粒取向差分别为 $18.4^\circ, 15.2^\circ$ 和 14.8° ,其相应轴向磁致伸缩应变随[001]方向与轴向取向差的变小而逐渐增大,分别为 $180 \times 10^{-6}, 230 \times 10^{-6}$ 和 235×10^{-6} ;

3. Fe₈₁Ga₁₉合金的磁致伸缩应变试验测量值与由唯象理论计算的计算值基本一致.

- [1] Guruswamy S, Srisukhumbowornchai N, Clark A E, Restorff J B, Wun-Fogle M 2000 *Scr. Mater.* **43** 239
- [2] Clark A E, Wun-Fogle M, Restorff J B, Lograsso T A, Cullen J R 2001 *IEEE Trans. Magn.* **37** 2678
- [3] Clark A E, Restorff J B, Wun-Fogle M, Lograsso T A, Schlagel D L 2000 *IEEE Trans. Magn.* **36** 3283
- [4] Clark A E, Hathaway K B, Wun-Fogle M, Restorff J B, Lograsso T A, Keppens V M, Petculescu G, Taylor R A 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 8621
- [5] Datta S, Atulasimha J, Mudivarthi C, Flatau A B 2010 *J. Magn. Magn. Mater.* **322** 2135
- [6] Kellogg R A, Russell A M, Lograsso T A, Flatau A B, Clark A E, Wun-Fogle M 2004 *Acta Mater.* **52** 5043
- [7] Zhou J K, Li J G 2008 *Appl. Phys. Lett.* **92** 141915
- [8] Hatchard T D, George A E, Farrell S P, Steinitz M O, Adams C P, Cormier M, Dunlap R A 2010 *J. Alloys. Compd.* **494** 420
- [9] Li J H, Gao X X, Zhu J, Bao X Q, Xia T, Zhang M C 2010 *Scr. Mater.* **63** 246
- [10] Mahadevan A, Evans P G, Dapino M J 2010 *J. Appl. Phys.* **96** 012502
- [11] Clark A E, Wun-Fogle M, Restorff J B, Lograsso T A, Ross A R, Schlagel D L 2000 *Proceedings of the 7th International Conference on New Actuators*, Ed. H. Borgmann, Messe Bremen GmbH, Bremen, Germany, 111
- [12] Kellogg R A, Flatau A B, Clark A E, Wun-Fogle M, Lograsso T A 2002 *J. Appl. Phys.* **91** 7821
- [13] Summers E, Lograsso T A, Snodgrass J D 2004 *Smart Mater. Struct.* **5387** 448
- [14] Srisukhumbowornchai N, Guruswamy S 2001 *J. Appl. Phys.* **90** 5680
- [15] Kumagai A, Fujita A, Fukamichi K, Oikawa K, Kainuma R, Ishida K 2004 *J. Magn. Magn. Mater.* **272-276** 2060
- [16] Zhong W D 2000 *Ferromagnetism* (Beijing: Science Press) p21—37 (in Chinese) [钟文定 2000 铁磁学 (北京: 科学出版社) 第21—37页]
- [17] Summers E M, Lograsso T A, Wun-Fogle M 2007 *J. Mater. Sci.* **42** 9582

Crytalographic orientation and magmetostriction of FeGa crystals *

Li Chuan Liu Jing-Hua Chen Li-Biao Jiang Cheng-Bao[†] Xu Hui-Bin

(Key Laboratory of Aerospace Materials and Performance (Ministry of Education) School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China)

(Received 27 October 2010; revised manuscript received 16 December 2010)

Abstract

$\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ single crystals and polycrystals with different orientations are prepared by zone melting directional solidification. Pole figures show that the deviation degrees between [001] orientation and axis are 12° , 5° and 3° , and the in corresponding axial magnetostrictions parallel to external magnetic field are 254×10^{-6} , 271×10^{-6} and 291×10^{-6} . The [001] orientation single crystal is determined by back-reflection Laue, and the magnetostriction is 312×10^{-6} . The results reveal the relationship between crystallographic orientation and magnetostriction, and the increase of magnetostrictions with deviation degree decreasing. The deviation degrees between [001] orientation and axis of polycrystals are determined by Electron Backscattered Diffraction to be 18.4° , 15.2° and 14.8° , and thir corresponding magnetostrictions are 180×10^{-6} m, 230×10^{-6} and 235×10^{-6} .

Keywords: magnetostriction, $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ alloy, crystallographic orientation

PACS: 75.80.+q, 75.50.Bb, 81.10.-h

* Project supported by National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 50971008, 50925101 and 50921003), and the Fundamental Research Funds for the Central Universities.

[†] Corresponding author. E-mail: polotyli@163.com