

落管中 Ni-Fe-Ti 合金的快速凝固机理及其磁学性能

朱海哲 阮莹 谷倩倩 闫娜 代富平

Rapid solidification mechanism and magnetic properties of Ni-Fe-Ti alloy prepared in drop tube

Zhu Hai-Zhe Ruan Ying Gu Qian-Qian Yan Na Dai Fu-Ping

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, **66**, 138101 (2017) DOI: 10.7498/aps.66.138101

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.138101>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2017/V66/I13>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

稀土元素在  $\alpha$ -Fe 和  $\text{Fe}_3\text{C}$  中分配行为的第一性原理研究

First-principles investigation on partitioning behavior of rare earth elements between  $\alpha$ -Fe and  $\text{Fe}_3\text{C}$

物理学报.2016, 65(24): 248101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.248101>

三元  $(\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5})_{100-x}\text{Sn}_x$  合金的热物理性质与液固相变机理

Thermophysical properties and liquid-solid transition mechanisms of ternary  $(\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5})_{100-x}\text{Sn}_x$  alloys

物理学报.2016, 65(22): 228101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.228101>

稀土 La 对 bcc-Fe 中 Cu 扩散行为影响的第一性原理研究

First-principles study of the effect of lanthanum on the Cu diffusion mechanism in bcc-Fe

物理学报.2014, 63(24): 248101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.248101>

拉伸试验测试金属韧性的不确定性: 中温脆性和应变速率脆性

Measurement uncertainty of metallic ductility in tensile tests: intermediate temperature embrittlement and strain rate embrittlement

物理学报.2014, 63(22): 228101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.228101>

不同加载条件下位错和溶质原子交互作用的数值模拟

Simulations of the interactions between dislocations and solute atoms in different loading conditions

物理学报.2014, 63(22): 228102 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.228102>

# 落管中Ni-Fe-Ti合金的快速凝固机理及其磁学性能\*

朱海哲 阮莹† 谷倩倩 闫娜 代富平

(西北工业大学应用物理系, 西安 710072)

(2017年3月6日收到; 2017年4月19日收到修改稿)

采用落管自由落体方法实现了Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub>合金在微重力无容器条件下的快速凝固, 获得了直径介于160—1050 μm的合金液滴. 理论计算表明冷却速率及过冷度随液滴直径减小而增大, 并呈指数函数关系, 实验获得的最大过冷度为210 K (0.14 T<sub>L</sub>). 随着过冷度增大, 凝固组织中粗大的γ-(Fe, Ni)枝晶逐渐细化, 二次枝晶间距减小, 溶质Ti在γ-(Fe, Ni)相中的固溶度显著扩展. 对不同直径合金液滴的凝固样品进行磁学性能分析, 结果表明随着凝固合金液滴直径减小, 其饱和磁化强度增大, 矫顽力减小, 矩形比下降, 软磁性能明显提高.

**关键词:** 快速凝固, 深过冷, Ni-Fe-Ti合金, 磁学性能

**PACS:** 81.05.Bx, 81.10.Mx, 81.05.Bx, 75.60.Ej

**DOI:** 10.7498/aps.66.138101

## 1 引言

快速凝固过程中合金熔体热力学远离平衡态, 合金的相组成、组织结构和成分分布都会出现新的规律, 而这些凝固组织特征决定着合金的应用性能<sup>[1-3]</sup>. 因此对快速凝固条件下合金的凝固组织规律和相关应用性能进行研究具有重要的理论和科学意义.

Ni-Fe合金是典型的包晶合金, 它在凝固科学领域已经被广泛研究<sup>[4-7]</sup>. 除其优异的耐腐蚀性和蠕变强度之外, 它也是一种高性能的软磁材料, 由于其高磁导率和低矫顽力而广泛应用于电子和电信领域<sup>[8]</sup>. 但是Ni-Fe合金凝固组织是单一的奥氏体, 合金的强度和硬度都不高, 也因此限制了它的应用. Ti是一种常用的晶粒细化剂, 在Ni-Fe合金中加入Ti元素, 第二相质点对晶界的钉扎作用能够有效地细化晶粒, 细晶强化和第二相强化作

用可以显著改善合金的力学性能<sup>[9,10]</sup>. 对于三元Ni-Fe-Ti合金, Cacciamani等<sup>[11]</sup>对Ni-Fe-Ti合金体系进行了热力学预测, 并提出了整个成分范围的液相线投影图. Zhou等<sup>[12]</sup>获得了Ni-Fe-Ti合金在1573 K时的互扩散系数, 并与理论计算结果取得了很好的一致性. 目前为止, 相关研究主要集中于相平衡、相组成、热力学特征及热物性等方面<sup>[11-16]</sup>. Ni, Fe和Ti作为重要的工业原料, 深过冷条件下三元Ni-Fe-Ti合金的快速凝固机制以及磁学性能研究可以为工业应用提供重要的科学依据.

落管技术为熔体凝固提供了一个“微重力、无容器、超高真空”的环境, 可以避免和消除合金熔体中的异质形核, 抑制晶体生长过程中的自然对流, 是研究合金熔体快速凝固的有效方法之一<sup>[17]</sup>. 此外, 落管技术也可以为3D打印提供高质量的粉体原料, 因其独特的快速凝固技术成为研制新型高性能三维块体材料的一种有效途径<sup>[18]</sup>. 本文选取三元Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub>合金作为研究对象, 采用3 m落管

\* 国家自然科学基金(批准号: 51327901, U1660108, 51671161)、航空科学基金(批准号: 2014ZF53069)和陕西省科学技术研究发展计划工业科技攻关项目(批准号: 2016GY-247)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: ruany@nwpu.edu.cn

实验装置实现其在微重力条件下的快速凝固, 研究不同过冷度和冷却速率等实验条件下的枝晶生长特征以及溶质分布规律, 并探讨过冷度对合金磁学性能的影响.

## 2 实验方法

Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub> 合金用高纯 Fe(99.99%), Ni(99.99%), Ti(99.99%) 在 Ar 气的保护下在超高真空电弧炉内熔配而成, 质量约为 2 g. 实验过程中, 把样品装入底部开有  $\Phi 0.3$  mm 小孔、尺寸为  $\Phi 16$  mm  $\times$  150 mm 的石英试管中, 然后将试管置于落管顶部, 将落管抽真空至  $2.0 \times 10^{-5}$  Pa 后, 反充高纯 He (99.999%) 和 Ar (99.999%) 的混合气体至 0.1 MPa. 采用高频感应熔炼装置加热使样品熔化并过热约 200 K, 在试管内吹入 Ar 气使合金熔体从试管底部喷出并在下落过程中快速凝固.

实验结束后, 将收集到的凝固合金液滴按尺寸大小进行分级镶嵌, 抛光和腐蚀, 采用的腐蚀剂为 40 mL C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH+1.5 mL HF+0.5 mL HNO<sub>3</sub> 溶液. 利用 FEI Sirion 200 型扫描电子显微镜观察金相显微组织特征; 采用 Oxford INCA energy 3000 型能量分析仪测定溶质分布; 利用 HH-15 振动样品磁强计对不同过冷度条件下凝固的合金液滴进行磁学性能分析, 其中外加场为 1000 kA/m.

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 液滴的冷却速率和过冷度

三元 Ni-Fe-Ti 合金的平衡相图如图 1 所示, 所选合金成分如 A 点所示, 该成分点位于  $\gamma$ -(Fe, Ni) 相区内, 液相线温度为 1544 K<sup>[19]</sup>. 合金液滴在下落过程中, 液滴大小直接关系着合金的冷却速率和过冷度, 并由此影响晶体生长和凝固组织形貌, 由于凝固过程中液滴温度变化的监测非常困难, 因此

采用牛顿冷却模型<sup>[20]</sup>对冷却速率进行理论计算. 液滴下落过程中的冷却速率  $R_c$  可表示为

$$R_c = \left| \frac{dT}{dt} \right| = \frac{6}{\rho_d C_p D} [\varepsilon \sigma (T^4 - T_g) + h(T - T_g)], \quad (1)$$

其中

$$h = \frac{\kappa_g}{D} (2 + 0.3 Pr^{0.33} Re^{0.6}), \quad (2)$$

$$Pr = \frac{C_p \mu}{\kappa_g}, \quad Re = \frac{\rho_g DV}{\mu}. \quad (3)$$

上式中,  $\rho_d$  是合金熔体的密度,  $C_p$  是合金熔体的比热,  $D$  是液滴直径,  $\varepsilon$  是合金的辐射系数,  $\sigma$  是 Stefan-Boltzmann 系数,  $h$  是气体的对流换热系数,  $T_g$  是落管中气体温度,  $\rho_g$  是气体的密度,  $\kappa_g$  是气体的导热率常数,  $\mu$  是运动黏度,  $Pr$  是普朗特数,  $Re$  是雷诺数,  $V$  是气体流速.

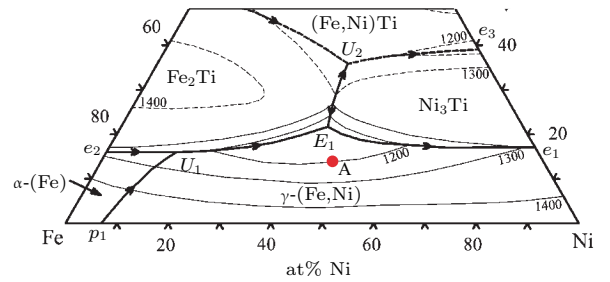


图 1 Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub> 合金在相图中的位置<sup>[12]</sup>

Fig. 1. Composition location of Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub> alloy in the phase diagram<sup>[12]</sup>.

液滴直径越小, 异质形核点越少, 同时小液滴能够更好地与外界进行热交换, 冷却速率相对较高, 因而容易获得更大的过冷度. 采用 Lee 和 Ann<sup>[21]</sup> 建立的热传输模型可计算过冷度随液滴直径的变化关系, 该模型通过推导出的两参考函数  $\Phi$  和  $\Psi$ , 建立起过冷度  $\Delta T$  与合金液滴直径  $D$  的关系. 函数  $\Phi$  和  $\Psi$  的表达式如下:

$$\frac{\Psi(T_N, D)}{T_N \cdot \Delta T^2} = \ln \Phi(T_N, D), \quad (4)$$

$$\Phi(T_N, D) = \frac{\frac{\pi}{6} D^3 K_V \Delta T^3 T_N^2}{\Psi(T_N, D) (-dT_d/dt) (3T_L - T_N) + [\kappa + 2\varepsilon(T_N - T_g)] \Delta T^3 T_N^2}, \quad (5)$$

$$\Psi(T_N, D) = \frac{16\pi\sigma_{SL}^3 T_L^2 f(D)}{3k_B \rho_d^2 \Delta H^2}, \quad (6)$$

$$\kappa = \frac{12\kappa_g}{\rho_d C_p D^2}. \quad (7)$$

其中,  $K_V$  是动力学参数, 此处为  $10^{40} \text{ m}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$ ;  $T_N$  是合金液滴形核温度;  $T_d$  是合金液滴的温度;  $T_L$  是液相线的温度;  $T_g$  是气体的温度;  $\varepsilon$  是热辐射系数;  $k_B$  是玻尔兹曼常数;  $k_g$  是气体热传导系数;  $\sigma_{SL}$  是液固界面能;  $\rho_d$  是合金液滴的密度;  $C_p$  是液态合金的比热;  $\Delta H$  是熔化焓;  $f(D)$  是异质形核的润湿角因子.

根据 (1)—(7) 式得到的计算结果如图 2 所示, 其中计算中所用的相关热物性参数值列于表 1. 冷却速率与液滴直径的关系满足

$$R_c = 1.89 \times 10^3 + 1.60 \times 10^5 e^{-0.0094D}, \quad (8)$$

过冷度均随着液滴直径的减小而逐渐增大并满足关系式

$$\Delta T = 37.47 + 282.98 e^{-0.0033D}. \quad (9)$$

冷却速率及过冷度与液滴直径均满足指数关系, 随着合金液滴直径由  $1050 \text{ }\mu\text{m}$  减小到  $160 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  合金的冷却速率由  $1.10 \times 10^3 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$  增大到  $3.87 \times 10^4 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$ , 并且液滴直径越小, 冷却速率增大得越快, 而过冷度随液滴直径减小逐渐从  $42 \text{ K}$  增大到  $210 \text{ K}$ .

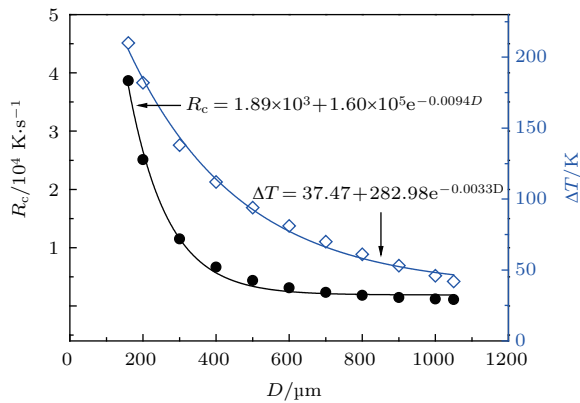


图 2 (网刊彩色) 不同液滴直径下  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  合金的冷却速率与过冷度

Fig. 2. (color online) Cooling rates and undercoolings of  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  alloys with different droplet diameters.

### 3.2 $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$ 合金的快速凝固组织特征及溶质分布

实验获得三元  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  合金液滴直径在  $160\text{--}1050 \text{ }\mu\text{m}$  之间, 其快速凝固组织如图 3 所示. 合金的凝固组织由  $\gamma\text{-(Fe, Ni)}$  固溶体和  $\text{Fe}_2\text{Ti}$  金属间化合物两相组成<sup>[19]</sup>, 其中浅色相为  $\gamma\text{-(Fe, Ni)}$

固溶体相, 深色  $\text{Fe}_2\text{Ti}$  金属间化合物相主要分布在  $\gamma\text{-(Fe, Ni)}$  枝晶间. 图 3(a) 给出了直径为  $1050 \text{ }\mu\text{m}$  合金液滴的凝固组织, 对应过冷度为  $42 \text{ K}$ , 可以看出合金液滴内部均匀分布着粗大的柱状  $\gamma\text{-(Fe, Ni)}$  树枝晶组织. 从局部放大照片图 3(b) 中能够看到二次枝晶发达, 表现出明显的择优生长取向. 由于冷却过程中合金液滴向环境自由散热, 样品表面优先冷却, 因此枝晶优先从液滴表面形核, 向液滴内部生长, 枝晶的生长方向各不相同, 呈现出各向异性. 当液滴直径减小至  $160 \text{ }\mu\text{m}$  时, 对应过冷度为  $210 \text{ K}$ , 由图 3(c) 和图 3(d) 可以看出, 枝晶组织显著细化, 除个别枝晶转化为等轴晶外, 凝固组织仍然以枝晶为主要特征.

表 1 计算中所用的  $\text{Ni-40\%Fe-15\%Ti}$  合金物理参数  
Table 1. Physical parameters of  $\text{Ni-40\%Fe-15\%Ti}$  alloy used in the calculations.

Parameter	Value
Liquidus temperature, $T_L/\text{K}$	1544
Heat of fusion, $\Delta H_f/\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$	$2.13 \times 10^5$
Specific heat of liquid, $C_p/\text{J} \cdot \text{kg} \cdot \text{K}^{-1}$	700.17
Radiation coefficient, $\varepsilon$	0.37
Density, $\rho_d/\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$7.16 \times 10^3$
Viscosity of mixed gas, $\mu/\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$	0.0889
Thermal conductivity of environment gas, $\lambda/\text{J} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$1.77 \times 10^{-2}$
Temperature of environment gas, $T_g/\text{K}$	293.15
Stefan-Boltzmann constant, $\sigma/\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$	$5.67 \times 10^{-8}$
Boltzmann constant, $k_B/\text{J} \cdot \text{K}$	$1.38 \times 10^{-23}$

为了定量分析  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  合金凝固组织的细化效果, 实验测定了  $\gamma\text{-(Fe, Ni)}$  枝晶在不同过冷度条件下的二次枝晶间距, 并与熔融玻璃净化实验结果进行对比, 如图 4 所示. 落管条件下, 二次枝晶间距随着过冷度的增大而线性减小并满足关系式

$$\lambda_1 = 7.12 - 0.02\Delta T. \quad (10)$$

在  $42\text{--}210 \text{ K}$  的过冷度区间, 二次枝晶间距由  $7.31 \text{ }\mu\text{m}$  减小到  $2.41 \text{ }\mu\text{m}$ . 而在熔融玻璃净化实验中

$$\lambda_2 = 23.65 - 0.17\Delta T. \quad (11)$$

在  $29\text{--}62 \text{ K}$  的过冷度区间, 二次枝晶间距由  $18.8 \text{ }\mu\text{m}$  减小到  $13 \text{ }\mu\text{m}$ . 根据 (10) 式和 (11) 式可



知, 两种实验条件下枝晶间距相差较大. 熔融玻璃条件下合金的凝固速率范围为 16.07—27.40 K/s, 而落管条件下液滴冷却速率范围为  $1.10 \times 10^3$ — $3.87 \times 10^4$  K/s. 冷却速率越大, 液固界面处散热越快, 因此落管条件下得到的凝固组织更为细化.

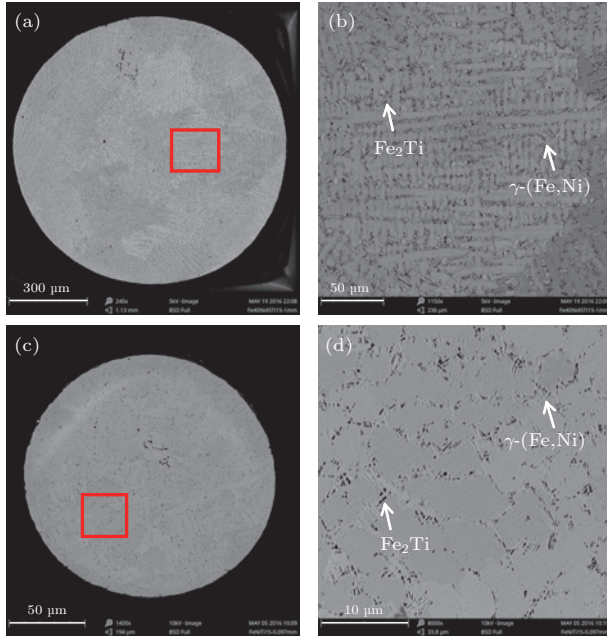


图3 不同合金液滴直径下  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  合金的微观组织形貌 (a)  $D = 1050 \mu\text{m}$ ; (c)  $D = 160 \mu\text{m}$ ; (b), (d) 分别是 (a), (c) 的组织放大图

Fig. 3. Microstructural morphologies of the  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  alloy with different droplet diameters: (a)  $D = 1050 \mu\text{m}$ , (c)  $D = 160 \mu\text{m}$ ; (b) and (d) are the local enlargements of (a) and (c) respectively.

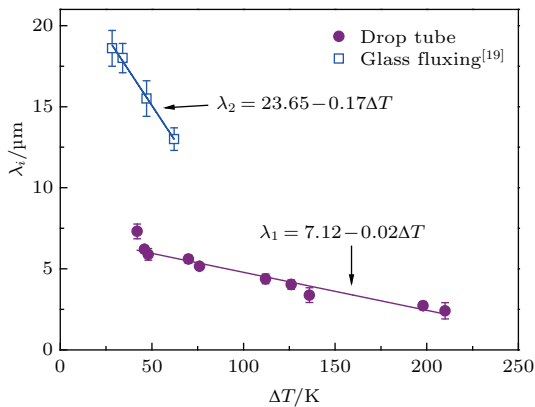


图4 两种实验条件下  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  合金的二次枝晶间距

Fig. 4. Secondary dendrite arm spacing of  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  alloy solidified at two experiment conditions.

对不同过冷度下合金液滴的凝固组织进行成分分析, 图 5 给出了不同过冷度下 Ti 和 Ni 两种元

素在  $\gamma$ -(Fe, Ni) 枝晶中的含量变化. 可见, 溶质 Ti 在  $\gamma$ -(Fe, Ni) 中的含量随着过冷度的增大而增大. 过冷度为 42 K 的最大尺寸合金液滴中, 溶质 Ti 的含量为 11.88 at.%, 当过冷度增大到 210 K 时, Ti 元素含量达到了 13.04 at.%. 此外, 随着过冷度的增大,  $\gamma$ -(Fe, Ni) 枝晶中 Ni 含量由 42.97 at.% 增大到 53.69 at.%. 在落管深过冷条件下, 溶质 Ti 在  $\gamma$ -(Fe, Ni) 相中的固溶度明显扩展, 发生了溶质截留效应.

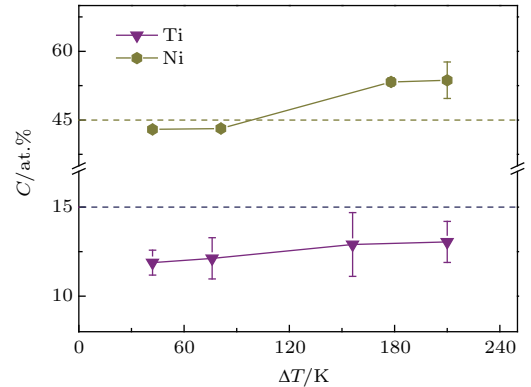


图5  $\gamma$ -(Fe, Ni) 相元素含量随过冷度的变化  
Fig. 5. Solute contents inside the  $\gamma$ -(Fe, Ni) phase versus undercooling.

### 3.3 快速凝固条件下 $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$ 合金的磁学性能

深过冷快速凝固条件下合金的微观组织和结构特征都与常规凝固方法制备而成的合金有很大差异, 这将进一步影响合金的磁学性能. 落管条件下  $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{40}\text{Ti}_{15}$  合金的磁滞回线如图 6(a) 所示, 饱和磁化强度  $M_s$  值、剩余磁化强度  $M_r$  值和矫顽力  $H_c$  值列于表 2. 磁滞回线均呈倾斜状且狭长, 磁滞回线包围面积非常小, 磁滞损耗很小, 表现出良好的软磁性能. 矩形比  $M_r/M_s$  是衡量磁学性能的一个重要参数, 其随过冷度的变化关系如图 6(b) 所示, 随着过冷度增大, 合金的矩形比从 0.05 减小到 0.02, 磁学性能显著提高.

随着过冷度增大, 饱和磁化强度  $M_s$  由 22.47 增大到  $41.82 \text{ Am}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ . 当过冷度由 40 K 增大到 94 K 时, 饱和磁化强度增大迅速, 当过冷度  $\Delta T > 94 \text{ K}$  时, 饱和磁化强度的变化不明显. 传统铁磁学认为饱和磁化强度属于非结构敏感量, 取决于材料的成分及密度, 不受杂质和晶粒尺寸的影响 [22]. Hamzaoui 等 [23] 和 Jartych 等 [24] 发现,

合金的饱和磁感应强度不但与其成分有关,也其与合金的磁畴和磁畴壁特别是晶格常数等有关,由于材料的磁性能是由材料内部属于不同原子、处于未饱和电子轨道上的电子与电子之间的交换作用决定的,这种交换作用所产生的交换能与晶格常数密切相关.快速凝固技术可以通过改变晶格常数而提高合金的磁学性能.

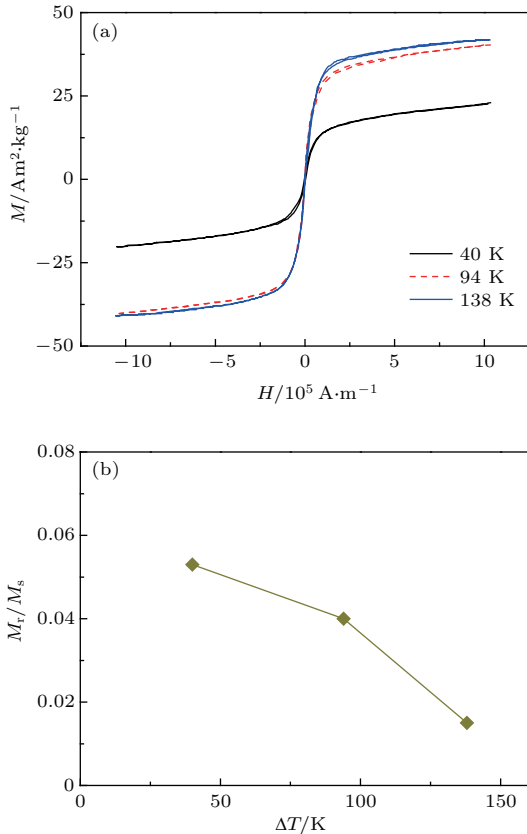


图6 (网刊彩色)不同过冷度条件下Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub>合金液滴的磁学性能 (a)磁滞回线;(b)矩形比

Fig. 6. (color online) Magnetic properties of Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub> alloy droplets solidified at different undercoolings: (a) Magnetic hysteresis loops; (b) squareness ratio.

表2 不同过冷度条件下合金液滴的磁学性能参数

Table 2. Magnetic parameters of droplets solidified at different undercoolings.

$\Delta T/K$	$M_s/Am^2 \cdot kg^{-1}$	$M_r/Am^2 \cdot kg^{-1}$	$H_c/K \cdot Am^{-1}$
40	22.47	1.18	3.33
94	40.21	1.62	1.66
138	41.82	0.63	0.80

矫顽力的影响因素较多,如组织形态、晶粒尺寸、杂质含量、内应力<sup>[25]</sup>等.随着过冷度增大,矫顽力 $H_c$ 由3.33减小到0.80 K·Am<sup>-1</sup>,合金的磁学

性能明显提高.对于微晶软磁合金,磁晶各向异性的多个小晶粒之间存在铁磁相互作用,若晶粒直径为 $d$ 、铁磁交换长度为 $L_{ex}$ 且 $d$ 远小于 $L_{ex}$ 时, $H_c$ 与 $d^6$ 呈正比,即随着晶粒尺寸减小矫顽力也降低<sup>[26]</sup>.但由于典型铁磁交换长度数值为几十纳米,Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub>合金液滴凝固组织的晶粒尺寸远大于典型铁磁交换长度,因此过冷度对Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub>合金矫顽力的作用机制需要进一步探讨.

## 4 结 论

1) 理论计算表明,Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub>合金液滴的冷却速率及过冷度与液滴直径密切相关.随着液滴直径从1050减小到160 μm,冷却速率由 $1.10 \times 10^3$ 增大到 $3.87 \times 10^4$  K·s<sup>-1</sup>,最大过冷度达到210 K.

2) 合金液滴的凝固组织由 $\gamma$ -(Fe, Ni)固溶体和Fe<sub>2</sub>Ti金属间化合物两相组成,随着过冷度增大, $\gamma$ -(Fe, Ni)相发生晶粒细化,其二次枝晶间距呈线性减小,凝固组织主要以枝晶为主要特征.溶质Ti在 $\gamma$ -(Fe, Ni)相中的固溶度由11.88 at.%提高到13.04 at.%.

3) 快速凝固Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub>合金液滴表现出良好的软磁性能.随着液滴直径由1100减小到300 μm,矩形比减小了约四倍,饱和磁化强度由22.47增大到41.82 Am<sup>2</sup>·kg<sup>-1</sup>,矫顽力由3.33减小到0.80 K·Am<sup>-1</sup>,落管无容器处理技术可以有效提高合金的磁学性能.

在实验及分析过程中得到吕鹏、刘未、王傲等同事的帮助和建议,在此一并致谢.

## 参考文献

- [1] Woodcock T G, Shuleshova O, Gehrmann B, Löser W 2008 *Metall Mater. Trans. A* **39** 2906
- [2] Ruan Y, Wang X J, Chang S Y 2015 *Acta Mater.* **91** 183
- [3] Yang S, Su Y P, Liu W J, Huang W D, Zhou X H 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 81 (in Chinese) [杨森, 苏云鹏, 刘文今, 黄卫东, 周尧和 2003 物理学报 **52** 81]
- [4] McDonald N J, Sridhar S 2003 *Metall. Trans. A* **34** 1931
- [5] Sumida M 2003 *J. Alloys Compd.* **349** 302
- [6] Eckler K, Gartner F, Assadi H, Norman A F, Greer A L, Herlach D M 1997 *Mater. Sci. Eng. A* **226** 410
- [7] Vandyoussefi M, Kerr H W, Kurz W 2000 *Acta Mater.* **48** 2297

- [8] Preston S, Johnson G W 1984 *J. Magn. Magn. Mater.* **43** 227
- [9] Wang F, Liu Z L, Qiu D, Taylor J A, Easton M A, Zhang M X 2015 *Metall. Mater. Trans. A* **46** 505
- [10] Chen S H, Zhao M J, Rong L J 2013 *Mater. Sci. Eng. A* **571** 33
- [11] Cacciamani G, de Keyzer J, Ferro R, Klotz U E, Lacaze J, Wollants P 2006 *Intermetallics* **14** 1312
- [12] Zhou Z, Liu Y J, Sheng G, Lei F Y, Kang Z T 2015 *Calphad* **48** 151
- [13] Gupta K P 2001 *J. Phase Equilib.* **22** 171
- [14] Riani P, Cacciamani G, Thebaut Y, Lacaze J 2006 *Intermetallics* **14** 1226
- [15] de Keyzer J, Cacciamani G, Dupin N, Wollants P 2009 *Calphad* **33** 109
- [16] Duarte L I, Klotz U E, Leinenbach C, Palm M, Stein F, Löffler J F 2010 *Intermetallics* **18** 374
- [17] Ruan Y, Wang N, Cao C D, Wei B B 2004 *Chin. Sci. Bull.* **49** 1830 (in Chinese) [阮莹, 王楠, 曹崇德, 魏炳波 2004 科学通报 **49** 1830]
- [18] Sunol J J, Gonzalez A, Escoda L 2004 *J. Mater. Sci.* **39** 5147
- [19] Ruan Y, Zhu H Z, Wang Q Q, Dai F P, Geng D L, Wei B 2017 in preparation
- [20] Tkatch V I, Denisenko S H, Beloshov O N 1997 *Acta Mater.* **45** 2821
- [21] Lee E, Ahn S 1994 *Acta Metal Mater.* **42** 3231
- [22] Adler E, Geory W 1989 *Int. J. Powder Metall.* **25** 319
- [23] Hamzaoui R, Elkedim O, Gafft E 2004 *J. Mater. Sci.* **203** 129
- [24] Jartych X, Zurawicz J K, Oleszak D, Pekala M 2000 *J. Magn. Magn. Mater.* **208** 22
- [25] Liu G F, Zhang Z D, Dang F, Cheng C B, Hou C X, Liu S D 2016 *J. Magn. Magn. Mater.* **412** 55
- [26] Herzer G 1989 *IEEE Trans Magn* **25** 3327

# Rapid solidification mechanism and magnetic properties of Ni-Fe-Ti alloy prepared in drop tube\*

Zhu Hai-Zhe Ruan Ying<sup>†</sup> Gu Qian-Qian Yan Na Dai Fu-Ping

(Department of Applied Physics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

( Received 6 March 2017; revised manuscript received 19 April 2017 )

## Abstract

Ni-Fe-Ti ternary alloys, as a type of structural and magnetic material, have received more attention in the industrial fields in recent decades. For the purpose of providing necessary experimental data and theoretical basis for industrial appliance of these alloys, the researches of rapid solidification mechanism and relevant application performances of Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub> ternary alloy are carried out in this paper. Rapid solidification of undercooled Ni<sub>45</sub>Fe<sub>40</sub>Ti<sub>15</sub> ternary alloy is realized in a 3 m drop tube under the condition of containerless and microgravity state. In an experiment, the sample with a mass of 2 g is placed in a  $\Phi 16$  mm  $\times$  150 mm quartz tube with a 0.3-mm-diameter nozzle at its bottom. The quartz tube is then installed in the induction coil on the top of the drop tube. The tube body is evacuated to a pressure of  $2 \times 10^{-5}$  Pa and backfilled with the mixture gas of Ar and He gases to about  $1 \times 10^5$  Pa. After that the sample is melted by induction heating and superheated to about 200 K above its liquidus temperature. Under such a condition, the melt is ejected through the nozzle by a flow of Ar gas and dispersed into fine liquid droplets. These liquid droplets solidify rapidly during free fall, and the droplets with the diameters ranging from 160 to 1050  $\mu\text{m}$  are achieved. As droplet diameter decreases, both cooling rate and undercooling of the alloy droplet increase exponentially, i.e., from  $1.10 \times 10^3$  to  $3.87 \times 10^4$   $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$  and from 42 to 210 K ( $0.14T_L$ ) respectively. The microstructure consists of  $\gamma$ -(Fe, Ni) solid solution and interdendritic Fe<sub>2</sub>Ti intermetallic compound. As undercooling increases, the coarse  $\gamma$ -(Fe, Ni) dendrites become refined, the secondary dendrite arm spacing linearly decreases. Compared with the result in the glass fluxing experiment, the dendrites are much refined by drop tube processing due to the higher cooling rate obtained. The amounts of solute Ni and Ti content in the  $\gamma$ -(Fe, Ni) phase enlarge evidently with the increase of undercooling, suggesting the occurrence of solute trapping. The magnetic properties of the alloy droplets are also analyzed. When droplet diameter decreases from 1100 to 300  $\mu\text{m}$ , the saturation magnetization increases from 22.47 to 41.82  $\text{Am}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ , the coercive force decreases from 3.33 to 0.80  $\text{KAm}^{-1}$ , and the squareness ratio decreases approximately by four times. This indicates that the soft magnetic properties of the alloy are improved remarkably by drop tube processing. Furthermore, the mechanism for substantial effect of undercooling on magnetic parameter such as coercive force needs to be further investigated.

**Keywords:** rapid solidification, undercooling, Ni-Fe-Ti alloy, magnetic properties

**PACS:** 81.05.Bx, 81.10.Mx, 81.05.Bx, 75.60.Ej

**DOI:** 10.7498/aps.66.138101

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 51327901, U1660108, 51671161), Aviation Science Foundation of China (Grant No. 2014ZF53069) and Shaanxi Industrial Science and Technology Project (Grant No. 2016GY-247).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: [ruany@nwpu.edu.cn](mailto:ruany@nwpu.edu.cn)