

Preparation of Giant Magnetostrictive Materials with $\langle 311 \rangle$ Axial Alignment by arc Melting Technique

Min-hong Jiang, Zheng-fei Gu, Gang Chen

School of Materials Science and Engineering, Guilin University of Electronic Technology, Guilin 541004, China

Email: jmhsir@tom.com

Abstract: $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ alloys with $\langle 311 \rangle$ axial alignment were prepared by an electric arc melting- directional solidification technique and controlling melting temperature and heat flux orientation. The results shows that $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ alloys have an higher magnetostriction, and the magnetostriction λ_s arrive 988×10^{-6} under 0MPa stress and $400 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ magnetic field. X-rays diffraction shows that there is (311) strongest peak for the axial orientation of alloy rod with (220) weak peaks, and there are (220) strongest peak for the transverse-cross orientation of alloy rod with (531), (620) weak peaks.

Keywords: magnetostriction; $\langle 311 \rangle$ axial alignment; material preparation

$\langle 311 \rangle$ 轴向取向超磁致伸缩合金的制备

江民红, 顾正飞, 成钢

桂林电子科技大学 材料科学与工程学院, 广西 桂林 541004

E-mail: jmhsir@tom.com

摘要: 利用非自耗真空电弧熔炼炉, 成功生长了具有 $\langle 311 \rangle$ 轴向取向的多晶稀土-铁系超磁致伸缩合金棒材。对其磁致伸缩性能测试结果表明, 所制备的棒材具有较高的磁致伸缩应变, 在 0MPa 压应力、 $400 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ 的磁场下, 其饱和磁致伸缩系数 λ_s 为 988×10^{-6} 。X-rays 衍射结果表明, 该材料在轴向主要有 (311) 强衍射峰, 同时还具有 (220) 等弱峰; 径向则有 (220) 强衍射峰, 同时还具有 (531), (620) 等弱峰, 证明该方向也具有一定的择优取向, 但取向性不如轴向。

关键词: 磁致伸缩; $\langle 311 \rangle$ 取向; 材料制备

1 引言

稀土超磁致伸缩材料(GMM)因具有诸多优异性能, 而引起国内外科技界的高度重视。由于 GMM 具有明显的磁晶各向异性, 使不同方向上的磁致伸缩性能差异很大, 定向生长特别是沿易轴方向取向生长具有更好的性能。因此, 科技工作者们分别采用单晶提拉法^[1]、区域熔炼法^[2]、丘克拉尔斯基法^[3]等方法制备 GMM, 这些材料均具有很高的磁致伸缩性能。作为比较, 表 1 列举了通过不同方法制备的不同取向 GMM 及其磁致伸缩性能。本工作曾介绍采用电弧熔炼法获得了双向定向磁致伸缩棒, 并研究了该材料的压应力效应及逆磁致伸缩效应^[4, 5], 在保证较高磁致伸缩性能条件下, 大大简化了制备工艺, 降低了生产成本。本工作通过改进制备工艺和控制工艺参数, 同样获得了文献^[6]报道采用区域熔炼法制备的轴

向为 $\langle 311 \rangle$ 取向生长的稀土超磁致伸缩合金棒, 且表现出较高的磁致伸缩性能。本文着重介绍 $\langle 311 \rangle$ 取向生长的稀土超磁致伸缩合金棒的电弧熔制与性能表征, 并进行必要的分析讨论。

Table1 Magnetostriction of crystals with different alignment

表 1 不同晶体取向样品的磁致伸缩系数

Prefeered orientation (axial)	Preparation condition (crystals status)	$\lambda_s / 10^{-6}$ (400 $\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}$)	References
$\langle 110 \rangle$	Vaccum arc furnace (as-cast)	1190	[7]
	Vaccum arc furnace (annealed)	1011	[8]
$\langle 211 \rangle$	Vaccum arc furnace (as-cast)	993	[5]
$\langle 311 \rangle$	Horizontal furnace (as-cast)	1540 (80 $\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}$)	[6]
$\langle 533 \rangle$	Vaccum arc furnace (as-cast)	856	[9]
$\langle 311 \rangle$	Vaccum arc furnace (as-cast)	988	This paper

基金项目: 广西自然科学基金资助项目(桂科基 0575095); 国家自然科学基金资助项目 (50661002)

2 实验方法

采用纯度为 99.95% (质量分数/%，下同) Dy 和 Tb, 99.99%纯 Fe 为原料, 按 $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ 配料 (考虑稀土烧损, Dy, Tb 各多加 5%)。将配好的料置于真空非自耗电弧炉中充氩熔炼, 充氩前熔炼室内真空被抽至 $6 \times 10^{-3} Pa$, 充氩后气压为 2.0Pa。翻熔 3 遍后用顶铸法在水冷铜模中浇铸成 $\phi 6mm$ 圆柱体铸件。采用 D8-ADVANCE 型 X 射线衍射仪进行物相分析, 用 JSM-5610LV 扫描电子显微镜观察组织形貌, 用电阻应变片技术测量样品的磁致伸缩系数 λ , 饱和磁致伸缩系数记为 λ_s , 样品的轴向平行于磁场方向时测得伸缩系数记为 $\lambda_{//}$, 垂直于磁场方向时记为 λ_{\perp} , λ_s 按式 $\lambda_s = 2/3 (\lambda_{//} - \lambda_{\perp})$ 计算。

3 实验结果及讨论

图 1 是合金样品纵、横截面显微组织的 SEM 图。由图 1(a)、(b)可知, 所研制的稀土磁致伸缩合金样品的组织主要是由基体相和晶界组成, 基体相是面心立方结构的 RFe_2 化合物, 晶界相处主要为富稀土相。从图 1 (b) 还可看出, 径向截面显示为柱状晶组织, 其形状为层状, 且呈现较明显、规则的择优取向排列, 图 1 (a) 所示的横向截面组织也类似, 但规则性稍逊于纵向截面。说明本实验所制备的合金样品的轴向具有优异的择优取向生长性, 径向也具有一定的择优取向, 但取向性不如轴向。随后的 x 射线衍射分析证实了这一推断。

图 2 分别为合金粉末试样及棒状试样纵、横截面的 x 射线衍射比较图谱。由图 2 可知, 该材料在轴向具有 (311) 强衍射峰, 只存在 (220) 等极微弱的衍射峰; 径向则有 (220) 强衍射峰和 (531), (620) 等弱衍射峰。这进一步证实了本工艺所制备的超磁致伸缩合金棒在轴向存在优异的 $\langle 211 \rangle$ 择优取向, 径向也具有一定的 $\langle 220 \rangle$ 择优取向。

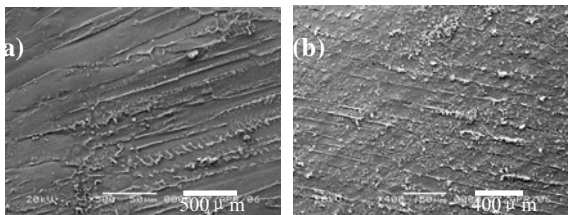


Fig.1 The microstructure of $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ alloy rod (a) the transverse cross-section; (b) the longitude cross-section

图 1 $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ 合金棒金相组织 SEM 图片

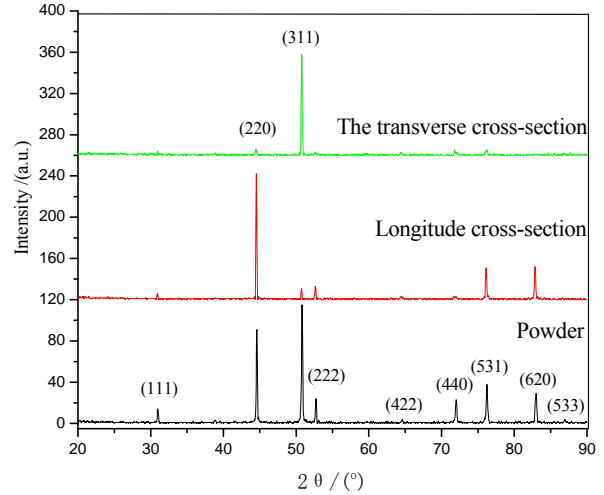


Fig.2 X-ray diffraction patterns of alloy powder and rod 图 2 合金粉末与棒状试样的纵、横截面 x 射线衍射图谱

根据 M. H. Mueller 修正的 Harris 方法^[6], 可用试样某晶面法向上的轴密度参量 P_{HKL} 来粗略衡量晶体在该方向上的取向程度, 计算 P_{HKL} 的公式^[10]如下:

$$P_{HKL} = \frac{I_{HKL}}{I_{0HKL}} \bigg/ \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{I_{HKL}}{I_{0HKL}}$$

式中: I_{HKL}, I_{0HKL} 分别为试样与标样在 (HKL) 方向上的衍射峰强度; n 为计算时所取衍射峰条数。经计算可得轴向 XRD 衍射图谱中 $P_{311} = 9.04$, 说明样品在轴向具有良好的 $\langle 311 \rangle$ 择优取向, 即轴向具有较强的 (311) 织构。径向 XRD 衍射图谱中 $P_{220} = 7.53$, 说明样品在径向也具有一定的 $\langle 220 \rangle$ 择优取向。这与 XRD 和 SEM 分析结果一致。

图 3 为 $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ 合金棒在外磁场下测得的磁致伸缩系数 (λ) 与外磁场强度 (H) 的关系曲线。由图 3 可知, λ 随 H 增加缓慢线性增大, 当磁场强度趋于 $300 kA \cdot m^{-1}$ 时, λ 趋于饱和; 当磁场强度约为 $400 kA \cdot m^{-1}$ 时, $\lambda = 988 \times 10^{-6}$, 具有较高的磁致伸缩性能。 $\langle 311 \rangle$ 轴向取向稀土超磁致伸缩合金具有较高的磁致伸缩应变的原因, 可能与该合金具有良好的易磁化轴向取向、定向生长的大晶粒及磁矩转动容易有关。图 3 中所示 $\langle 533 \rangle$ 对应的 λ 与 H 的关系曲线是本课题组所制备的 $\langle 533 \rangle$ 轴向取向 $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ 合金的^[9]。

从晶体学角度看, $\langle 311 \rangle$ 与 $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ 的夹角分别为 $32.27^\circ, 7.96^\circ$ 。合金的易磁化方向为 $\langle 111 \rangle$, 其次为 $\langle 110 \rangle, \langle 211 \rangle$ 。 $\langle 311 \rangle$ 与易磁化方向的夹角

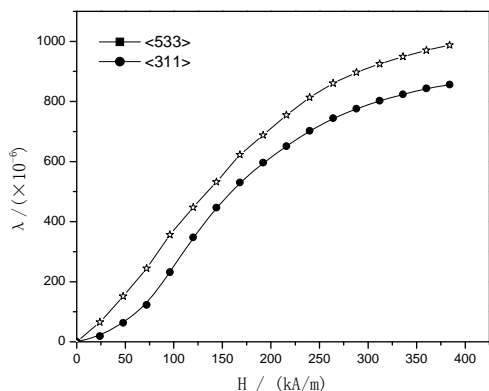


Fig.3 The dependence of λ of $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ alloy on H
图3 $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ 合金棒试样的 λ 与 H 的关系曲线

较小, 因此较容易磁化, 在较低磁场下磁矩就能较容易地转动至外磁化方向的轴向, 因此材料在较低的外磁场下就具有较高磁致伸缩应变, 同时它的饱和磁致伸缩系数 λ_s 也较高。另外, 由图 2 可知, 合金棒的径向也具有一定的<220>择优取向, 说明该棒材具有良好的织构, 因此合金呈现较高的磁致伸缩性能。便于对比, 表 1 列出了本实验获得的<311>轴向取向与曾经制得的<110>, <211>, <311>和<533>轴向取向的超磁致伸缩合金的磁致伸缩系数与制备条件。

4 结论

(1) 采用真空非自耗电弧熔炼炉, 生长了具有<311>轴向取向的多晶稀土-铁系超磁致伸缩合金棒材。经计算可得轴向(合金棒的横截面)XRD 衍射图谱中<311>方向的轴密度 $P_{211} = 9.04$, 径向 XRD 衍射图谱中 $P_{220} = 7.53$, 说明样品在轴向具有良好的<311>择优取向, 在径向也具有一定的<220>择优取向, 样品具有良好的织构。

(2) 材料的 λ 随 H 增加而增大, 当外磁场强度趋于 $400 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ 时, λ 趋于饱和, 饱和 λ_s 为 988×10^{-6} , 具有较高的磁致伸缩性能。

(3) <311>与<110>, <111>的夹角分别为 32.27° , 7.96° , 与易磁化方向的夹角很小, 接近易磁化方向, 由此亦可进一步解释<311>轴向取向 $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_2$ 合金具有高磁致伸缩应变的原因。

(4) 虽然通过控制热流方向和过冷度大小、利用电弧熔炼技术, 可以制得沿某一些晶向定向生长的超磁致伸缩合金。但由于热力学条件, 如晶粒形核与生

长条件的不稳定性, 定向生长方向具有较大的随机性, 要可控地制备某一确定晶向定向生长的多晶合金仍存在较大的困难, 也是值得注意的一个重要研究方向。

References (参考文献)

- [1] Chang Wang, Qiang Li, Yinxiang Li, et al. The Applied Study of $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_{1.95}$ Single Crystal [J]. *Journal of Wuhan University of Technology*, 2002, 24(2): 1-4.
王昌, 李强, 李银祥, 等. $Tb_{0.3}Dy_{0.7}Fe_{1.95}$ 单晶的应用研究[J]. 武汉理工大学学报, 2002, 24(2): 1-4.
- [2] Guo He, Shouzeng Zhou, Zhenghua Shi, et al. Preparation of Rare Earth-Iron Magnetostrictive Material by Directional Solidification [J]. *Journal of the chinese rare earth society*, 1998, 16 (1): 26-30
何国, 周寿增, 史振华, 等. 定向凝固法制备稀土超磁致伸缩材料[J]. 中国稀土学报, 1998, 16 (1): 26-30.
- [3] Qiming Ying, Zixian Luo, Dongpei Li, et al. Study on giant magnetostrictive materials [J]. *Journal of the chinese rare earth society*, 1999, 20(1): 72-74.
应启明, 罗梓贤, 李东培, 等. 稀土大磁致伸缩材料研究[J]. 中国稀土学报, 1999, 20(1): 72-74.
- [4] Yechao Zhu, Minhong Jiang, Pingsheng Yang. Magnetic Properties of Bi-directionally Solidified GMM [J]. *Chinese rare earths*, 2005, 26(1):42-46.
朱业超, 江民红, 杨平生. 双向定向凝固超磁致伸缩材料的磁性性能研究[J]. 稀土, 2005, 26(1):42-46.
- [5] Yechao Zhu, Minhong Jiang, Pingsheng Yang. Preparation of Bi-directional Solidification GMM [J]. *Journal of Nanchang University (Natural Science)*, 2004, 28(1): 73-76.
朱业超, 江民红, 杨平生. 双向定向凝固稀土超磁致伸缩材料的制备[J]. 南昌大学学报(理科版), 2004, 28 (1) : 73-76.
- [6] Xuexu Gao, Maocai Zhang, Xiaoqian Bao, et al. Preparation and Properties of Rare Earth-Iron Giant Magnetostrictive Material with <113> Axial Alignment [J]. *Journal of the chinese rare earth society*, 2004, 22 (2): 234-237.
高学绪, 张茂才, 包小倩, 等. <113>轴向取向稀土超磁致伸缩材料的制备与性能[J]. 中国稀土学报, 2004, 22(2): 234-237.
- [7] JIANG Cheng-bao, ZHAO Yan, XU Li-hong, et al. Orientation, morphology and magnetostriction of a heat-treated <110> oriented TbDyFe alloy [J]. *Journal of alloys and compounds*, 2004, 373(1-2): 167-170.
- [8] ZHAO Yan, JIANG Cheng-bao g, ZHANG Hu, et al. Magnetostriction of <110> oriented crystals in the TbDyFe alloy [J]. *Journal of alloys and compounds*, 2003, 354(1-2):263-268.
- [9] Minhong Jiang, Zhengfei Gu, Gang Cheng, et al. Preparation and Properties of Rare Earth-iron Giant Magnetostrictive Material with <533>Axial Alignment [J]. *Journal of materials engineering*, 2008, (4):5-7.
江民红, 顾正飞, 成钢, 等. <533>轴向取向稀土超磁致伸缩合金棒的制备与性能[J]. 材料工程, 2008, (4):5-7.
- [10] Shutang Li. X-rays diffraction fundament of crystals [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1990.23-26.