

矿业技术

# 热处理对 Fe-13at% Ga 合金内耗行为的影响

李先雨<sup>1</sup> 郝刚领<sup>1\*</sup> 韩福生<sup>2</sup> 王伟国<sup>1</sup>

(延安大学物理与电子信息学院<sup>1</sup>, 延安 716000; 中国科学院固体物理研究所<sup>2</sup>, 合肥 230031)

**摘要** 研究了热处理对 Fe-13at% Ga 合金内耗行为的影响。实验发现,该合金对热历史和测量条件有高度敏感性。经过高温热处理,低温范围内合金的阻尼能力都得到了极大地提高。认为低温范围内,其阻尼来源于相变及由磁畴的不可逆运动引起的磁机械滞后作用,是一种综合机制;高温内耗峰具有典型的弛豫特征,是一个晶界弛豫峰。

**关键词** Fe-13at% Ga 合金 内耗 高阻尼材料 磁机械滞后

**中图分类号** TG166.7; **文献标志码** A

Fe-Ga 合金具有优良的磁学性能和力学性能,是一种研究和应用均比较广泛的铁磁性材料。Fe-Ga 合金作为 21 世纪最新发展起来的新型磁致伸缩材料,目前对 Fe-Ga 合金的研究主要集中在其磁致伸缩性能方面<sup>[1-5]</sup>,2011 年, T. A. Lograsso 等人<sup>[6]</sup>研究得到,单晶 Fe-Ga 合金沿(100)晶向的饱和磁致伸缩系数达到  $400 \times 10^{-6}$ 。众所周知,铁磁材料由于磁畴的不可逆运动而具有优良的阻尼性能<sup>[7]</sup>,该合金是一种铁磁材料,研究发现, Ga 原子百分比小于 20% 的合金由于其具有高的磁致伸缩系数而具有很高的阻尼性能,然而,然而对其内耗行为及其相关内耗机制的研究少有报道。Golovin 对 Fe-Ga 合金的内耗行为进行了初步研究,发现了由热激活现象引起的内耗峰<sup>[8]</sup>,并建议这些内耗峰是由材料内部结构转变引起的。另外关于 Fe-Gr<sup>[9]</sup>、Fe-Al<sup>[10-12]</sup>、Fe-Ge<sup>[13,14]</sup> 合金的内耗行为研究也有了一些报道,这些研究发现合金具有良好的阻尼性能是由于不同内耗机制引起的。Fe-Ga 合金由于具有高的磁致伸缩系数而具有高的阻尼性能。为了了解 Fe-Ga 合金的基本阻尼行为及其与组织状态和测试条件的关系,通过不同热加工手段,获得了一系列不同的组织状态,在低频倒扭摆内耗仪上对 Fe-13at% Ga 合金的内耗行为进行了研究,并结合微观组织观

察和结构表征等手段,对相关特征内耗现象进行了分析。

## 1 实验

实验研究的 Fe-Ga 合金是在真空电弧炉内氩气保护下熔炼,原材料为工业纯 Fe(99.9%)和纯 Ga(99.999%)。铸锭被热锻成厚度大约为 5 mm 的片状,测量内耗的试样用电火花线切割机在此 Fe-Ga 合金片上切取,尺寸为  $50 \times 2 \times 0.8 \text{ mm}^3$ 。为了获得不同的微观组织,将试样进行不同制度的热处理。试样微观组织用 XRD(X-ray diffraction)进行表征。内耗测量是在中科院固体物理研究所研制的多功能内耗仪上采用受迫振动的方法完成的,具体实验原理见参考文献<sup>[15]</sup>。

## 2 结果与讨论

图 1 为铸态 Fe-13at% Ga 合金的 XRD 图谱,可以看出,铸态 Fe-13at% Ga 合金 XRD 衍射图由  $2\theta = 40^\circ \sim 90^\circ$  之间的三个衍射峰组成。与 bcc-Fe 标准衍射图谱对照,可以确定为(110)、(200)、(211)衍射峰,但是与标准图谱相比,衍射峰的位置有了一定程度的偏移。由于 Ga 原子以置换 Fe 原子的方式固溶在合金中,同时 Ga 原子半径比 Fe 原子半径稍大,所以 Ga 原子置换 Fe 原子后,合金仍然保持体心立方结构,但是会引起晶格畸变,其点阵参数发生变化导致衍射峰的位置发生偏移。

图 2 为不同热处理条件下的 Fe-13at% Ga 合金的 X 射线衍射图谱,与铸态合金的 X 射线图谱类似,衍射图谱中同样包括(110)、(200)、(211)三个明显衍射峰。可以得到,热处理后合金仍然保持了 bcc 结构,为 A2 相。合金中可能出现其他相,如

2014 年 6 月 3 日收到

陕西省教育厅项目(12JK0439)、

延安市科技局工业攻关(2011kg-12)、

陕西省科技厅项目(2013KJXX-11)资助

第一作者简介:李先雨(1982—),男,山东沂水人,硕士研究生。研究方向:金属功能材料。E-mail: lixianyu\_631@126.com。

\* 通信作者简介:郝刚领(1979—),男,山东东明人,副教授,博士。陕西省青年科技新星。

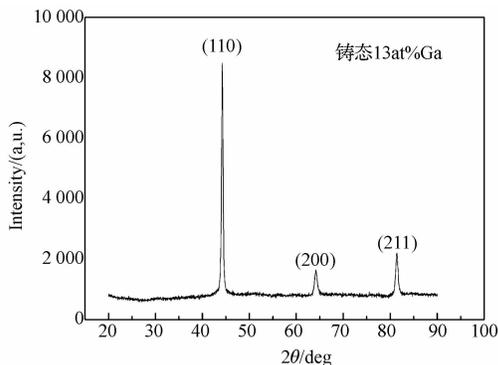


图1 铸态 Fe-13at% Ga 合金 XRD 图谱  
Fig. 1 The XRD of as-cast Fe-13at% Ga alloy

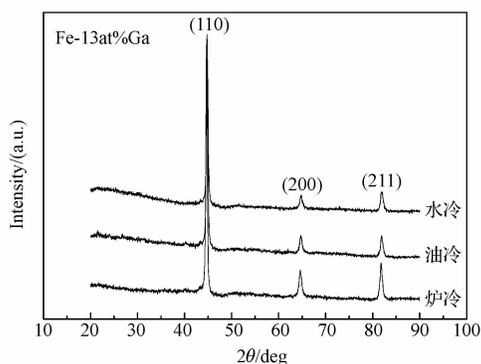


图2 Fe-13at% Ga 合金经过不同热处理后的 XRD 图谱  
Fig. 2 The XRD of Fe-13at% Ga alloys after different heat treatments

DO<sub>3</sub> 和 B2 相,但由于散射因子相似且原子半径相近,导致这两种相的峰强较弱且与 A2 相衍射峰相似,故不能确定样品中是否含有 DO<sub>3</sub> 和 B2 相。据有关文献报道,慢冷处理后样品的 X 射线衍射图谱出现了“劈峰”现象,这表明图谱中出现了新的衍射峰。结合 Fe-Ga 合金相图可知,慢冷试样中出现了 L1<sub>2</sub> 相。Fe-13at% Ga 合金从高温慢冷至室温,合金由无序的 bcc 结构进入由无序的 bcc 结构和有序的 L1<sub>2</sub> 结构组成的两相区,L1<sub>2</sub> 结构为有序面心立方的 Fe<sub>3</sub>Ga 相,但是 L1<sub>2</sub> 相的析出非常缓慢,合金以亚稳相 DO<sub>3</sub> 结构形式存在。

图 3 所示的是铸态 Fe-13at% Ga 合金在升降温测量过程中的内耗/模量—温度谱。可以看出,在升降温测量过程中,内耗曲线是非常相似的,然而模量曲线却表现出明显的不同。从室温到 500 °C 内耗基本保持不变并处于较低水平,随着温度的进一步升高,内耗急剧上升并在大约 575 °C 时出现峰值。然而,模量曲线在升降温测量过程中虽具有相似的变化规律,即随着温度的升高模量逐渐降低;但是,升温测量过程的模量曲线明显低于降温过程;这些变

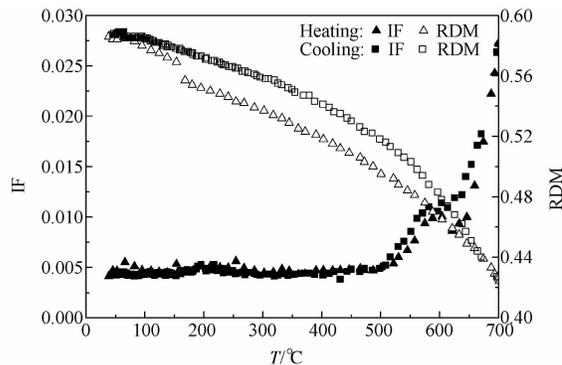


图3 铸态合金的内耗/模量温度谱  
Fig. 3 The IF and RDM as functions of temperature in a thermal cycle for the as-cast specimen

化说明在升温过程中铸态合金的内部结构可能发生了某些变化。

从图 3 还发现,升温过程中模量曲线上出现两个拐点,一个与内耗曲线上 575 °C 出现的内耗峰相对应,另一个与 200 °C 出现的小峰对应,考虑到模量曲线的这种软化现象,内耗曲线上的这个小峰应该也是一个内耗峰。

一般认为,铁磁合金的主要阻尼机制为磁机械滞后阻尼,其微观物理过程是磁畴在应力作用下发生不可逆运动,形成磁机械滞后作用,从而把机械振动能以热能的形式耗散掉。铸态合金组织中有较多的残余应力和组织缺陷,它们对磁畴起强烈的钉扎作用,阻碍了磁畴的运动,因此铸态合金的磁机械滞后阻尼很低。大约 200 °C 出现的低温内耗峰应该与材料内部结构的变化有关。根据相图,大约 200 °C 为材料的相变温度,此时发生相变 ( $\alpha$ -Fe)  $\rightarrow$  ( $\alpha$ -Fe +  $\alpha$ -Fe<sub>3</sub>Ga),但是这个内耗峰非常微弱。

铁磁性阻尼合金中磁畴结构以及在外力作用下磁畴畴壁的移动能力直接影响到合金的内耗行为。合金的磁机械滞后型内耗很大程度上取决于热处理工艺,目前比较统一的观点是热处理工艺能够改变合金的微观组织,例如晶粒尺寸、内应力、晶格缺陷等,从而影响阻尼性能。阻尼性能的本质是依靠磁畴的移动来实现的,热处理工艺对阻尼性能的影响显然是通过对磁畴结构及其行为的影响来实现的。

将实验样品以 4 °C/min 的加热速率加热到 1 000 °C,保温 1 h 然后对其进行油冷、炉冷处理,内耗测试结果如图 4、图 5 所示。不难发现,与铸态试样相比,在升温测量过程中,油冷试样在室温到 300 °C 范围内,内耗有了很大程度的提高,并且低温内耗峰也变的非常明显;随后的降温测量过程中低温内耗峰消失并且在低于 500 °C 时内耗处于很低水平;然而高温内耗峰在升降温过程中几乎没什么变化,

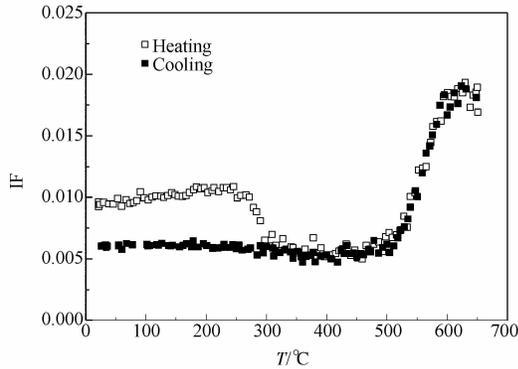


图4 油冷 Fe-13 at% Ga 合金的内耗-温度谱  
Fig. 4 The IF as a function of temperature in a thermal cycle for the oil-quenched specimen

这些现象说明升降温测量过程中低温内耗峰是不可逆的,而高温内耗峰是可逆的。

经过高温热处理,合金内的一些缺陷及内应力得到消除,材料内部组织缺陷、内应力等对磁畴的钉扎作用减弱,内耗测试过程中,磁畴在应力作用下发生转动,因此经过高温热处理的合金,其磁机械滞后阻尼明显提高。对油冷试样,在 0 ~ 300 °C 范围内,内耗逐渐升高并在 200 °C 时达到峰值,此时相变( $\alpha$ -Fe)  $\rightarrow$  ( $\alpha$ -Fe +  $\alpha$ -Fe<sub>3</sub>Ga) 发生,材料内部结构的有序化导致低温内耗峰的出现。从铸态合金的内耗曲线可以知道,低温内耗峰非常微弱,可以认为,经热处理后,磁机械滞后阻尼的提高在一定程度上掩盖了低温内耗峰的存在,使低温内耗峰并不明显。另外,当测试温度高于 200 °C 时,内耗快速下降直至最低水平,经过热处理的样品处于铁磁状态,磁畴有着自发磁化的任意位向,在应力作用下通过磁弹耦合引起畴壁的运动,产生阻尼特性。随着温度的升高铁磁材料磁性下降,因此产生于磁畴运动的阻尼也随着温度的升高而下降。

磁畴在应力作用下做不可逆运动,形成磁机械滞后作用,从而把机械振动能以热能的形式耗散掉。升温测量过程中,在应力作用下磁畴已经发生不可逆运动,因此在降温测量过程以及接下来的第二次升温过程中(图5)都观察不到 0 ~ 300 °C 范围内的磁机械滞后阻尼。

图6为炉冷 Fe-13at% Ga 合金的内耗-温度谱,从中发现,低温范围内,磁机械滞后阻尼也得到极大提升,也就是说试样不管经过怎样的热历史,其磁机械滞后阻尼都得到很大提升,达到  $10^{-2}$  量级,满足高阻尼材料的要求。另外,在 0 ~ 350 °C 温度范围内,内耗没有上升的趋势,而是一非常平坦的、与温度变化无关的平台区。由前面 XRD 分析可知,炉冷试样内部已经生成部分有序结构,在内耗升温测量

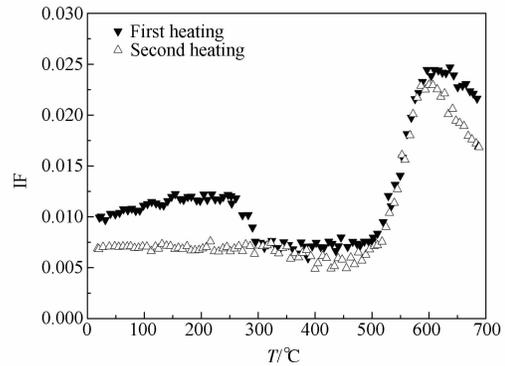


图5 油冷 Fe-13 at% Ga 合金连续两次升温测量的内耗-温度谱

Fig. 5 The IF as functions of temperature in two continuous heating processes for the oil-quenched specimen

过程中,200 °C 时相变( $\alpha$ -Fe)  $\rightarrow$  ( $\alpha$ -Fe +  $\alpha$ -Fe<sub>3</sub>Ga) 就不易发生,这就是 0 ~ 350 °C 温度范围内,观察不到炉冷试样低温内耗峰的原因。

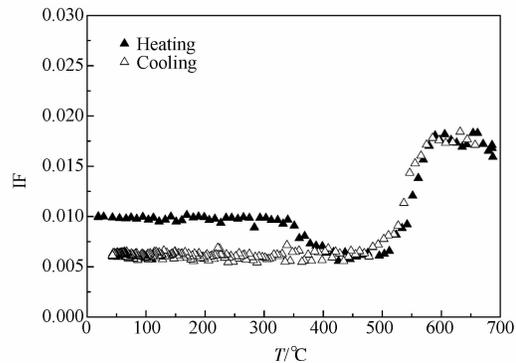


图6 炉冷 Fe-13 at% Ga 合金的内耗-温度谱  
Fig. 6 The IF as a function of temperature in a thermal cycle for the oil-quenched specimen

实验还考察了频率对合金内耗行为的影响,如图7所示,内耗随着频率的增加而升高,低温内耗峰的峰温对频率没有明显的依赖关系,然而高温内耗峰随着测量频率的增加,峰高变高且峰温向高温方向移动,这符合弛豫峰的典型特征。另外,高温内耗峰在升降温测量过程及第二次升温过程都能观察到,因此高温内耗峰是可逆的。有关文献通过热激活参数已经说明高温内耗峰是一个晶界弛豫峰。

### 3 结论

经过热处理后合金的磁机械滞后阻尼得到明显提高,其内耗曲线可大致分为两部分。①0 ~ 300 °C 范围内,内耗产生是一种综合作用,包括磁机械滞后型内耗与相变内耗;②高温范围内,属于与磁无关的晶界位错阻尼,高温内耗峰具有典型的弛豫特征,是一个晶界弛豫峰。

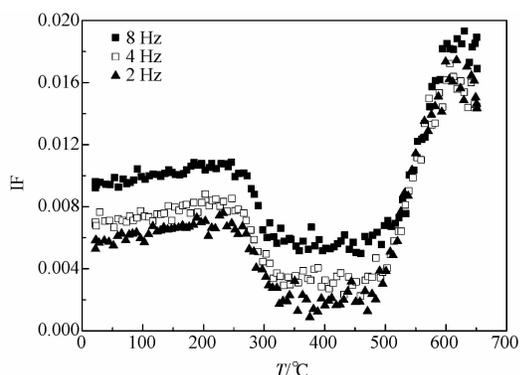


图7 频率对油冷合金内耗行为的影响  
Fig. 7 The effect of frequency on the IF for the oil-quenched specimen during heating

### 参考文献

- Liao Longlong, Fang Meiling, Zhu Jie, *et al.* Influence of Al on the magnetostriction of Fe-Ga polycrystal alloys under compressive stress. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2014; 21(1): 52—57
- Srisukhumbowornchai N, Guruswamy S. Large magnetostriction induction alloy solidified Fe-Ga and Fe-Ga-Al alloys. *J Appl Phys*, 2001; 90(11): 5680—5688
- Cullen J R, Clark A E, Wun-Fogle M, *et al.* Magnetoelasticity of Fe-Ga and Fe-Al alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2001; 226—230; 948—949
- 胡权霞, 于敦波, 杨红川, 等. Fe-Ga 磁致伸缩材料研究进展. *稀有金属*, 2013; 37(1): 164—170  
Hu Quaxia, Yu Dunbo, Yang Hongchuan, *et al.* Development of magnetostrictive properties of Fe-Ga alloy. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2013; 37(1): 164—170
- 张光睿, 江丽萍, 吴双霞, 等. 新型磁致伸缩材料 Fe-Ga 合金的研究现状. *金属功能材料*, 2007; 14(4): 36—39  
Zhang Guangrui, Jiang Liping, Wu Shuangxia, *et al.* Present research of new magnetostrictive material of Fe-Ga alloy. *Metallic Functional Materials*, 2007; 14(4): 36—39
- Xing Q, Lograsso T A. Effect of cooling rate on magnetoelasticity and short-range order in Fe-Ga alloys. *Scripta Materialia*, 2011; 65: 359—362
- 周正存, 严勇健, 杨洪. 铁磁合金阻尼机理的研究. *苏州市职业大学学报*, 2009; 20(1): 1—4  
Zhou Zhengcun, Yan Yongjian, Yang Hong. On the research of damping mechanisms of ferromagnetic alloys. *Journal of Suzhou Vocational University*, 2009; 20(1): 1—4
- Golovin I S, Riviere A. Mechanisms of anelasticity in Fe-13Ga alloy. *Intermetallics*, 2011; 19: 453—459
- 梅峰, 车成卫, 潘松诗. Fe-Gr 系合金内耗机理分析. *湖北大学学报*, 2001; 23(1): 48—52  
Mei Feng, Che Chengwei, Pan Zongshi. The origin analysis of magnetomechanical damping properties of Fe-Cr based alloys. *Journal of Hubei University*, 2001; 23(1): 48—52
- 孙蔚, 吴杰, 韩福生. Fe-Al 合金中与 Al 反位置原子弛豫有关的内耗峰. *金属学报*, 2007; 43(3): 311—314  
Sun Wei, Wu Jie, Han Fusheng. The internal friction peak correlated to the relaxation of Al antisite atoms in Fe-Al alloy. *Acta Metallurgica Sinica*, 2007; 43(3): 311—314
- 吴杰, 崔洪芝, 迟静, 等. Fe-Al 合金有序化过程中的内耗峰. *金属学报*, 2009; 45(4): 396—399  
Wu Jie, Cui Hongzhi, Chi Jing, *et al.* Internal friction peak in B2 Fe-Al alloys during ordering process. *Acta Metallurgica Sinica*, 2009; 45(4): 396—399
- 周正存, 韩福生. Al 含量对 Fe-Al 合金 Zener 弛豫的影响. *物理学报*, 2005; 54(1): 251—255  
Zhou Zhengcun, Han Fusheng. Influence of Al content on Zener relaxation in Fe-Al alloys. *Acta Physica Sinica*, 2005; 54(1): 251—255
- Golovin I S, Neuhäuser H, Sinning H R, *et al.* Structure and anelasticity of ordered and disordered Fe-Ge alloys. *Intermetallics*, 2010; 18(5): 913—921
- Belamri Z, Hamana D, Golovin I S. Study of order-disorder transitions in Fe-Ge alloys and related anelastic phenomena. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013; 554: 348—356
- Han F S, Liu C S, Gao J C. Damping behavior of foamed aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999; 30: 771—776

## Effects of Heat Treatment on Internal Friction Behavior of Fe-13at% Ga Alloy

LI Xian-yu<sup>1</sup>, HAO Gang-ling<sup>1\*</sup>, HAN Fu-sheng<sup>2</sup>, WANG Wei-guo<sup>1</sup>

(College of Physics and Electronic Information, Yanan University<sup>1</sup>, Yanan 716000, P. R. China;

Key Laboratory of Materials Physics, Institute of Solid State Physics, Chinese Academy of Sciences<sup>2</sup>, Hefei 230031, P. R. China)

[Abstract] The internal friction behaviour of Fe-13at% Ga was studied. It is found that the internal friction behaviour of the alloys shows high sensitivities to thermal history and measuring conditions. In the low temperature range, the damping capacity of the alloys raised greatly after heat treatment. It can be concluded that the low-temperature internal friction can be attributed to the phase transition and magnetomechanical hysteresis caused by the irreversible motion of magnetic domain while the high-temperature IF peak with typical relaxation natures originates from the grain boundary relaxation.

[Key words] Fe-13at% Ga alloy internal friction high damping materials magnetomechanical hysteresis