⁰⁵ Термическое расширение сплава Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96}

© И.И. Мусабиров,¹ Х.Я. Мулюков,¹ В.В. Коледов,² В.Г. Шавров²

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, 450001 Уфа, Россия ² Институт радиотехники и электроники РАН, 125009 Москва, Россия e-mail: irekmusabirov@imsp.da.ru, mulyuk@anrb.ru

(Поступило в Редакцию 2 июня 2010 г.)

Проведены исследования температурной зависимости термического расширения поликристаллических образцов сплава Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96} в литом состоянии и после гомогенизационного отжига. Образец, в микроструктуре которого двойники преимущественно направлены перпендикулярно его длине, в процессе мартенситного превращения скачкообразно сокращается. Образец, в котором двойники параллельны его длине, скачкообразно удлиняется. После отжига на обоих образцах скачкообразного изменения длины при фазовом превращении не наблюдается. При охлаждении отожженного образца в магнитном поле в области фазового превращения вновь появляется скачкообразное изменение его длины.

Введение

В сплавах системы Ni₂MnGa в области структурного фазового превращения происходит скачкообразное изменение геометрических размеров монокристаллических образцов сплава. В зависимости от того, в каком из кристаллографических направлений монокристалла проводится измерение, длина образца при фазовом превращении может скачкообразно сокращаться или, наоборот, удлиняться [1–3]. На поликристаллических образцах этот эффект также наблюдается, но, по сравнению с монокристаллами, его величина оказалась меньше [4,5]. Однако в некоторых работах показано, что на поликристаллическом образце скачкообразное изменение длины вовсе отсутствует [1].

На сегодняшний день нет единого мнения о природе скачкообразного изменения длины образца при фазовом превращении. По мнению некоторых авторов, величина скачкообразного изменения длины образца определяется изменением параметров кристаллической решетки. При этом максимальное изменение длины образца должно определяться формулой $\varepsilon_m = (1 - c/a)$, где c, a – параметры решетки [6,7]. В действительности оно не достигается из-за существования в кристалле нескольких плоскостей двойникования. В других работах это явление объясняют существованием приоритетного направления двойников в структуре низкотемпературной фазы как в поликристаллическом, так и в монокристаллическом образцах [2]. В целях получения дополнительных данных для объяснения данного эффекта нами проведено исследование температурной зависимости термического расширения образцов сплава Ni2.08Mn0.96Ga0.96 в различных структурных состояниях, результаты которого приводятся в этой работе.

Методика

Исследуемые образцы были вырезаны из слитка сплава Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96}, изготовленного методом электронно-дуговой плавки. Слиток обладает острой текстурой, о чем можно судить по характеру двойниковой структуры. Поэтому для дилатометрических исследований были вырезаны два образца с размерами $1 \times 2 \times 7 \,\mathrm{mm}$ электроискровым методом таким образом, что в структуре первого образца двойники ориентированы преимущественно перпендикулярно его длине, а во втором — вдоль. После полировки эти же образцы использовались для структурных исследований. Выбранный для исследований сплав характеризуется следующими температурами фазового превращения: $M_s = 280, M_f = 265, A_s = 280, A_f = 295, T_C = 375 \text{ K}.$ Запись кривых температурной зависимости термического расширения проводилась в интервале температур от 230 до 350 К при скорости нагрева и охлаждения образца 5 К/min. Для исследования температурной зависимости термического расширения был использован специальный дилатометр, датчиком перемещения которого является дифференциальный трансформатор. Особенностью данного дилатометра является то, что в процессе измерения имеется возможность приложения к образцу магнитного поля, создаваемого электромагнитом ФЛ-1. Магнитное поле всегда прикладывалось вдоль направления измерения.

Отжиг образца проводился в вакууме при температуре 650°C в течение 5 h, последующее остывание которого до комнатной температуры происходило в печи.

Исследование микроструктуры образцов проводилось на оптическом микроскопе AXIOVERT-100A.

Результаты и их обсуждение

График температурной зависимости термического расширения первого образца $\Delta l/l = f(T)$, записанный при его охлаждении, представлен на рис. 1, *а*. Длина образца при его охлаждении до 280 К сокращается линейно, а в интервале 280–260 К происходит ее скачкообразное



Рис. 1. Температурная зависимость термического расширения поликристаллического образца сплава Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96}, вырезанного длинной стороной вдоль слитка, записанная при охлаждении (a), и изображение его микроструктуры низкотемпературной фазы (b).

уменьшение на 0.2%. При более низких температурах длина образца снова начинает уменьшаться по линейному закону.

Изображение микроструктуры низкотемпературной фазы того же образца, кривая $\Delta l/l = f(T)$ которого описана выше, представлено на рис. 1, *b*. Как видно, структура состоит из зерен, размеры которых превышают 100 μ m. Характерной особенностью приведенной структуры является то, что зерна несколько вытянуты в направлении, перпендикулярном длине образца. Причиной формирования такой неравновесности зерен, повидимому, является сильный градиент температуры при кристаллизации слитка. Практически все зерна состоят из двойников шириной от единиц до нескольких десятков микрометров. Как уже упоминалось выше, такая морфология двойниковых пластин свидетельствует о текстурированности структуры.

График температурной зависимости термического расширения второго образца, вырезанного из слитка в направлении, перпендикулярном направлению предыдущего образца, приводится на рис. 2, *а*. В этом случае отличительной особенностью кривой $\Delta l/l = f(T)$, записанной также при охлаждении образца, является то, что в интервале температур 280–260 К происходит не сокращение, а наоборот, его скачкообразное удлинение на 0.24%.

В микроструктуре низкотемпературной фазы второго образца, в отличие от предыдущего, двойниковые пластины преимущественно ориентированы в направлении длины образца, что также свидетельствует о текстурированности структуры. Следует подчеркнуть, что ширина двойниковых пластин и в этом случае имеет самые различные значения. Таким образом, описанные микроструктуры 1-го и 2-го образцов показывают, что в процессе кристаллизации расплава вследствие градиента температуры формируется текстурированная и состоящая из разноразмерных зерен структура. В целях получения более равновесной структуры образцы были подвергнуты гомогенизирующему отжигу при 923 К в течение 5 h.

Кривые температурной зависимости термического расширения обоих образцов после гомогенизированного отжига становятся практически одинаковыми, поэтому здесь и далее представлены результаты только для первого образца.

Кривая охлаждения $\Delta l/l = f(T)$ образца после гомогенизирующего отжига представлена на рис. 3 (кривая *I*). Как видно, в этом случае на кривой $\Delta l/l = f(T)$



Рис. 2. Температурная зависимость термического расширения поликристаллического образца сплава Ni_{2.08} Mn_{0.96} Ga_{0.96}, вырезанного длинной стороной поперек слитка, записанная при охлаждении (a), и изображение его микроструктуры низкотемпературной фазы (b).



Рис. 3. Температурная зависимость термического расширения образца сплава $Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96}$ после гомогенизационного отжига: 1 — охлаждение без магнитного поля; 2 — охлаждение в магнитном поле напряженностью 640 kA/m.



Рис. 4. Микроструктура низкотемпературной фазы образца сплава Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96} после гомогенизационного отжига. *а* — двойниковая структура образца, полученная при охлаждении без магнитного поля, *b* — двойниковая структура образца, полученная при охлаждении в магнитном поле 560 kA/m.

никакого скачка длины не наблюдается. В области 280 К имеется слабый максимум.

Из приведенного на рис. 4, а изображения микроструктуры отожженного первого образца видно, что после отжига структура стала более однородной и крупнозернистой (размер зерен порядка 500 µm). Практически все зерна имеют двойниковую структуру. В этом случае разброс значений ширины двойников значительно меньше и рельеф поверхности более контрастный. Направления двойников в данной структуре распределены почти хаотически. Тем самым можно заключить, что гомогенизационный отжиг образца приводит не только к формированию более однородной структуры, состоящей из равноосных зерен, но и к снятию его текстуры, наблюдающейся в литом состоянии. Возникает вопрос, почему на отожженном образце не наблюдается скачкообразного изменения длины? Нам кажется, что отсутствие скачка на кривой $\Delta l/l = f(T)$ должно быть связано с исчезновением преимущественного направления двойников в структуре низкотемпературной фазы после отжига. В целях проверки данного предположения проводилось измерение кривой $\Delta l/l = f(T)$ в магнитном поле. Дело в том, что в работах [8–11] показано влияние магнитного поля на морфологию и распределение двойниковой структуры низкотемпературной фазы монокристаллических образцов сплавов данной системы. Кроме того, имеются работы, в которых показано существенное влияние магнитного поля на геометрические размеры как монокристаллических [7], так и поликристаллических [13] образцов при фазовом превращении. Следовательно, между влиянием магнитного поля на двойниковую структуру и на геометрические размеры образца данного сплава должна быть определенная связь.

Кривая $\Delta l/l = f(T)$, полученная при охлаждении образца в магнитном поле, приводится на рис. 3 (кривая 2). Как видно, при охлаждении отожженного образца в магнитном поле напряженностью 640 kA/m она становится похожей на кривую охлаждения литого образца (рис. 1, *a*). Отсюда вытекает, что при охлаждении образца в магнитном поле как бы создается текстура за счет подавления двойников соответствующего направления. Следует отметить, что при отключении магнитного поля после охлаждения образца до 230 К его длина не возвращается к значению, полученному при этой температуре без магнитного поля.

Изменение характера кривой $\Delta l/l = f(T)$ при охлаждении гомогенизированного образца в магнитном поле должно быть обусловлено действием поля на микроструктуру низкотемпературной фазы. Для подтверждения этого на рис. 4, *b* приводится изображение микроструктуры того же участка образца, что и на рис. 4, *a*, полученной при его охлаждении в магнитном поле 560 kA/m. Сравнение этих структур показывает, что они действительно значительно отличаются. В одних зернах наблюдается изменение направления двойникования, в других — как изменение ширины мартенситных пластин, так и их исчезновение.

Заключение

Исходя из всего сказанного можно заключить следующее:

 Характер скачкообразного изменения длины образца сплава Ni_{2.08}Mn_{0.96}Ga_{0.96} при фазовом превращении зависит от преимущественного направления двойников в структуре низкотемпературной фазы.

2) Длина отожженного образца во всем интервале температур изменяется линейно, что обусловлено отсутствием текстуры в его структуре.

3) При охлаждении отожженного образца в магнитном поле напряженностью 640 kA/m вновь восстанавливается скачкообразное изменение его длины в процессе фазового превращения. Это объясняется действием магнитного поля на характер двойниковой структуры образца.

4) Таким образом, главной причиной скачкообразного изменения длины образца в процессе фазового превращения является наличие преимущественного направления двойников в его структуре, т. е. текстуры. Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 09-08-01177.

Список литературы

- Wang W.H., Wu G.H., Chen J.L., Yu C.H., Gao S.X., Zhan W.S., Wang Z., Gao Z.Y., Zheng Y.F., Zhao L.C. // Appl. Phys. Let. 2000. Vol. 77. N 20. P. 3245–3247.
- [2] Cui Y.T., Liu Z.H., Zhang M., Liu G.D., Li Y.X., Wang W.L., and Wu G.H. // IEEE Transact. on Magnetics. 2005. Vol. 41. N 3. P. 1086–1088.
- [3] Xiong F., Liu Y., Pagounis E. // J. of Magn. and Magn. Mater. 2005. Vol. 285. P. 410–416.
- [4] Vasilev A.N., Estrin E.I., Khovailo V.V., Bozhko A.D., Ischuk R.A., Matsumoto M., Takagi T., and Tani J. // Int. J. of Appl. Electromagn. and Mechanics. 2000. Vol. 12. P. 35–40.
- [5] Имашев Р.Н., Коледов В.В., Мулюков Х.Я., Шарипов И.З., Шавров В.Г. // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 10. С. 1867–1870.
- [6] Ullakko K., Huang J.K., Kantner C., O'Handley R.C., Kokorin V.V. // Appl. Phys. Lett. 1996. Vol. 69. P. 1966–1968.
- [7] Sozinov A., Likhachev A.A., Lanska N., Ullakko K. // Appl. Phys. Lett. 2002. Vol. 80. N 10. P. 1746–1748.
- [8] Liu G., Chen J., Cui Y., Liu Zh., Zhang M., Wu G., Bruck E., de Boer F.R., Meng F., Li Y., Qu J. // Solid State Communications. 2004. Vol. 130. P. 687–690.
- [9] Sullivan M.R., Ateya D.A., Pirotta S.J., Shah A.A., Wu G.H., Chopra H.D. // J. of Appl. Phys. 2004. Vol. 95. N 11. P. 6951–6953.
- [10] Okamoto N., Fukuda T., Kakeshita T., Takeuchi T., Kishio K. // Sci. and Techn. of Advanced Materials. 2004. Vol. 5. P. 29–34.
- [11] Likhachev A.A., Ullakko K. // Phys. Lett. A. 2000. Vol. 275. P. 142–151.
- [12] Мулюков Х.Я., Мусабиров И.И. // ЖТФ. 2008. Т. 78. Вып. 6. С. 129–130.