

Fe 基形状记忆合金预应变过程的正电子湮没研究

Positron Annihilation Studies on Prestrain in Fe-based Shape Memory Alloys

夏瑞东 刘涛 刘冠威 马如璋 (北京科技大学材料物理系)
王文华 郭应焕 (中国科学院高能物理研究所核分析技术与开放实验室)

Xia Ruidong Liu Tao Liu Guanwei Ma Ruzhang
(Department of Material Physics, University of Science and Technology Beijing)
Wang Wenhua Guo Yinghuan
(Institute of High Energy Physics Chinese Academy of Sciences, LNAAT)

[摘要] 利用正电子湮没技术对一系列 Fe 基形状记忆合金的预应变过程进行了研究。结果显示了形变过程中不同阶段缺陷结构的变化, 对不同缺陷结构对合金形状记忆效应的影响进行了讨论。

关键词 形状记忆合金 缺陷结构 正电子湮没 马氏体相变

[Abstract] The positron annihilation technique was employed to investigate the strain process in a series of Fe-based shape memory alloy. The results indicate the variation of defect structure associated with the different stages in the prestrain. The influence of defects on the shape memory effect of alloys was discussed.

Keywords shape memory alloy defect structure positron annihilation technique martensite transformation

1 引言

Fe 基形状记忆合金具有良好的单程形状记忆效应, 价格低廉, 易于加工, 加入 Cr、Ni 等合金元素可以有效地提高抗腐蚀能力, 因此近年来得到广泛重视^[1, 2]。该合金是基于对奥氏体合金施加一形变, 产生一定量择优取向的马氏体, 加热时马氏体转变成奥氏体而产生形状记忆效应的。对应力诱发相变过程的深入研究, 有助于对马氏体相变和形状记忆效应的理解。目前这方面工作主要基于金相、电镜等手段对马氏体片形貌、数量等进行观察分析, 这种方法虽然直观, 但有时得到的是局部变化结果, 且对单空位及非常小的空位聚团(2nm)已不够敏感。正电子对材料中的空位型缺陷异常灵敏, 故可用以探测相变过程中的缺陷结构变化^[3]。近年来正电子湮没技术已广泛用于对镍钛及铜基合金相变过程的研究^[4, 5]。本文报道了用正电子湮没寿命谱和 Doppler 展宽谱测量几种 Fe 基形状记忆合金的预应变过程的研究结果。

2 实验过程

合金由真空感应炉熔炼, 成分如表 1。选取 1mm 厚的冷轧态薄板, 线切割成 30mm 长、8mm 宽的拉伸试样, 在管式炉内高纯氩气保护下从 600 加热至 1000 保温 8min, 然后淬火。在同一应变速率下将试样拉伸至不同的形变量; 将表面磨光, 并用 HNO₃ - CH₃CH₂OH = 1 : 4 的溶液侵蚀 1min, 以去除表面应力的影响。最后将每种形变量的样品截成 12mm × 8mm 的两片, 以制

表 1 四种 Fe 基形状记忆合金的成分
Table 1 Composition of four Fe-based shape memory alloys

No	Fe	Mn	Si	Ni	Cr	Al	C
1	62.35	14.01	5.76	4.82	8.45	4.60	< 0.02
2	67.55	14.21	5.21	4.57	8.46	-	< 0.02
3	67.43	21.89	5.67	-	4.70	-	< 0.02
4	61.90	27.62	5.72	-	5.35	-	< 0.02

作夹芯样品。

正电子湮没测量在寿命谱和 Doppler 展宽联合谱仪上进行。所用正电子源为两层 Kapton 膜密封成的²²Na 源,用两片同样的样品将源夹在一起。寿命谱和 Doppler 展宽谱分别在 ORTEC 快慢符合寿命谱仪和高纯锗探头的 Doppler 展宽谱仪上测量,每秒计数率各为 164ps、72ps,仪器分辨率为 285ps,总谱计数达 10⁶ 以上。对 Doppler 展宽谱计算 S 参数,S 参数定义为谱线中心区域面积与两翼面积之比,寿命谱拟合用 Positronfit-88 程序,拟合中没有进行源修正。

样品形状恢复率 (DSR) 由热膨胀法测得,并定义为 $DSR (\%) = (L_1 - L_2) / (L_1 - L_0) \times 100\%$, 其中 L_0 、 L_1 、 L_2 分别表示样品形变前、形变后及逆转后的长度。

3 结果和讨论

对四种成分样品不同形变量下的各寿命谱作三组份自由拟合效果较好,且结果表明:表征缺陷类型的 τ_2 值变化很小,取其平均值 210ps,相当于单空位缺陷的捕获态寿命^[3],而 τ_1 在 90 ~ 100ps、 τ_3 在 500ps 左右,可分别看作基体、空位团中正电子寿命。为研究单空位数量随预应变量的变化,用 $\tau_2 = 210ps$ 对各谱作三组份强制拟合,得到 τ_2 的强度 I_2 ,如图 1 所示,同时给出 τ_3 的相对强度 I_3 ($I_1 + I_2 + I_3 = 1$) 随预应变量的变化。图 2 给出平均寿命 τ 和正电子湮没线型 S 参数随 ϵ 的变化。

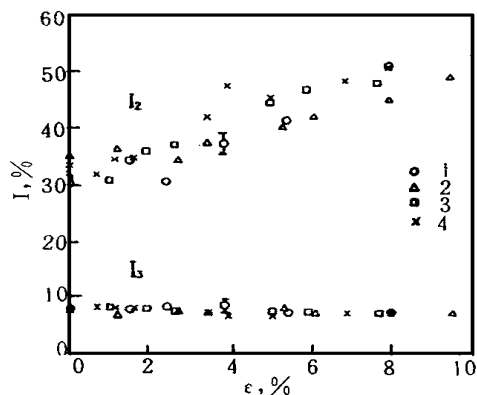


图 1 强度 I_2 随预应变量的变化曲线

Fig. 1 Variation of I_2 and I_3 , intensity of lifetime τ_2 and τ_3 , with the amount of prestrain in various Fe-based shape memory alloys

由图 1 可见,单空位的强度 I_2 随 ϵ 的变化较显著,而且对试样成分的依赖性不是很大。进一步分析可知,

在形变的前一阶段(3% 以内), I_2 随 ϵ 增加变化较小,而在 $> 3\%$ 以后, I_2 增加的较显著。其变化与一些常规金属和合金的变化规律有很大不同,即不是很快地趋于饱和^[6,7]。 I_2 的变化与图 2 中 τ 和 S 的规律也很接近,表明尽管在 Fe 基形状记忆合金中的缺陷组态及其强度变化很复杂,但起主导作用的还是单空位。应当指出,上述结果中包含源寿命的影响,但这种影响对所有样品都是相同的,而我们主要关心的是晶体中缺陷随预应变量的变化趋势,因此忽略了源寿命的影响。

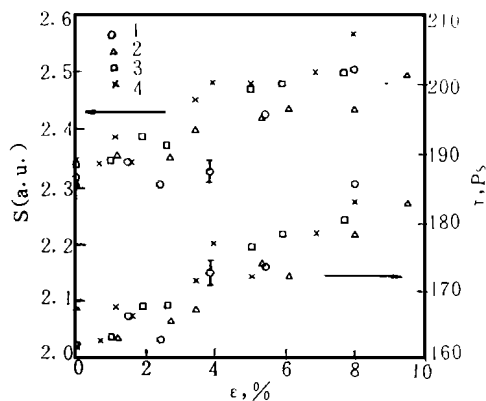


图 2 S 参数和平均寿命 τ 随 ϵ 的变化曲线

Fig. 2 Variation of S parameter and τ with the amount of prestrain in various Fe-based shape memory alloys

Fe 基形状记忆合金经高温淬火后,冻结大量过饱和空位和空位团,可作为正电子的捕获中心。

形变对马氏体相变的影响表现为,一方面形变增加了相变驱动力,使相变容易发生;另一方面,形变促使原有的马氏体长大,并诱导出新的核坯。在较低的应力或应变下,在奥氏体中形成层错、孪晶等晶体缺陷,这些缺陷可作为马氏体形核地点,同是应变促使不全位错定向运动,诱发奥氏体 \rightarrow 马氏体相变,并伴随产生宏观变形。层错、孪晶等晶体缺陷是不属于空位型的致密缺陷,对正电子并不敏感,这与王景成等人对铜基形状记忆合金的实验观察结果一致^[8]。透射电镜的观察结果也表明,在预应变较小时,相变并不导入位错或滑移^[9]。因此表现在正电子湮没参数上, τ 、 τ_2 和 I_2 在 $< 3\%$ 以内的变化并不大。

与此相应,当应力或应变进一步增加时,除有应力促进 $\gamma \rightarrow \beta$ 相变外,施加的应力达到母相的屈服强度,此时的宏观变形部分地产生于母相滑移形成的塑性变形,这一过程伴随着大量空位型缺陷的产生,从而使正电子湮没参数明显地增加。

缺陷结构对 Fe 基形状记忆合金的形状记忆效应有

重要的影响。图3给出了四种成分样品形状恢复率随预应变量的变化,由图可见,即使在 $\epsilon = 1.0\%$ 左右时,合金也没有达到完全恢复。并且 $\epsilon < 3\%$ 时,随 ϵ 增加DSR迅速减小, $\epsilon > 3\%$ 后DSR逐渐趋于饱和,这是由于Fe基形状记忆合金在预应变较低时,奥氏体基体上析出的马氏体片未产生较大的晶格畸变和过多的缺陷;少量的孪晶、层错缺陷提供了马氏体转变的形核中心,对相变是有利的,此时产生的宏观变形,大部分由相变提供。但进一步形变,除产生滑移导致永久变形外,还使得钉扎在相界附近及存在于变体内部的空位增加,大量空位在形变过程中有可能聚集、崩塌,形成空位环或位错环,从而对马氏体的进一步生成及对加热时马氏体逆相变起到阻碍作用,使得合金的形状记忆效应下降。这表明空位型缺陷对马氏体相变过程以及形状记忆效应是不利的。且由图1、图2可见,空位型缺陷的变化对样品成分没有明显的依赖性,因此成分变化对Fe基合金的形状记忆效应没有显著影响。

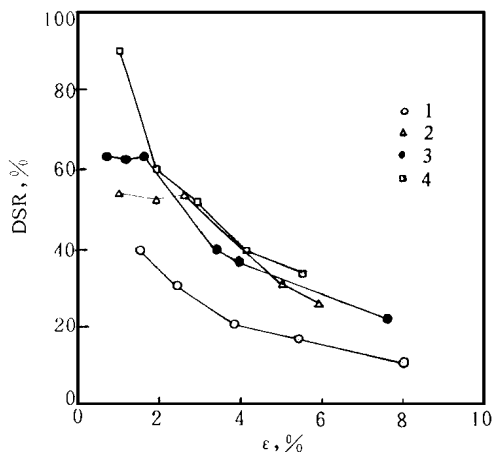


图3 形状恢复率与拉伸应变关系

Fig. 3 The degree of shape recovery (DSR) as a function of tensile strain, ϵ_p

4 结论

利用正电子湮没寿命谱、多普勒展宽谱联合谱仪,研究了几种Fe基形状记忆合金的预应变过程。结果表明,应变初期的变形由相变提供,产生的空位型缺陷较少;当施加应力达到母相屈服强度时,产生的塑性变形伴随大量的空位型缺陷,这种单空位型缺陷对形状记忆效应有重要的影响。

参考文献

- 1 A. Sato, E. Chishima. Acta metal, 1982, 30 (6): 1177

- 2 A. Sato, E. Chishima. Acta Metal. 1984, 32 (4): 539
- 3 何元金等译. 正电子湮没技术. 北京科学出版社, 1983, 222
- 4 I. Hurtado et al. Scripta metall. Mat. 1995 (33): 741
- 5 Wang Jing-cheng et al. Scripta Metall Mat. 1990 (24): 1847
- 6 I. K. Mackenzie et al. Phys. Lett., 1970, 33 (5) (A): 279
- 7 J. Baram et al. Phys. Stat. Sol., 1973, 16 (a): 263
- 8 Wang Jing-cheng et al. Scripta Metall Mat., 1990 (24): 1511
- 9 J. H. Yang et al. Metall. Trans. A. 1992 (23A): 1431

收稿日期: 1997. 3. 4

本课题由国家自然科学基金资助, 59371019

夏瑞东, 女, 1963年10月生, 讲师(在职博士生), 研究方向—形状记忆合金。联系地址: 北京朝阳区育慧里二区8#楼三门602号(100101)。

(上接第31页)

设必要的辅助横浇道等。

6 结论

(1) Ti-Pd合金大型薄壁风机叶轮的整体铸造研制获得了圆满成功。无论从铸造叶轮的尺寸和壁厚程度, 还是从单件重量来衡量, 都达到先进水平。

(2) 采用加工石墨铸铁组合型, 真空电弧凝壳熔炼、静止、底铸方式铸造工艺研制风机叶轮是科学的成功的途径。铸件的化学成分和力学性能均符合ASTM B367-83的要求; 铸件的质量和几何尺寸都符合图纸要求。

(3) 铸造风机叶轮的实际工作性能达到了焊接叶轮的同等水平, 这说明用整体铸造代替焊接获得了完全成功。

(4) 以整体铸造代替焊接制造大型薄壁风机叶轮, 具有良好的技术经济效益, 为进一步推广应用创造了有利条件。

收稿日期: 1996. 12. 9

孙福民, 男, 工程师, 在北京航空材料研究院从事铸钛研究工作。联系地址: 北京市81信箱15分箱(邮编100095)