

Fe-Ni 合金马氏体相变缺陷的 正电子湮没研究

何永枢 黄懋容

(中国科学院高能物理研究所)

王欣竹 马如璋 于恩华

(北京钢铁学院) (东北工学院)

1985年12月2日收到

提 要

本文中用正电子湮没技术研究了 Fe-Ni 系合金的马氏体相变。实验结果表明,含镍量 28.22—31.30wt% 的六种退火态合金,正相变后,产生了大量的缺陷,使正电子湮没平均寿命 $\bar{\tau}$ 及多普勒加宽线型参数 S 值分别约增加 30% 和 20%。对 28.93 wt%Ni 和 31.30 wt%Ni 两种马氏体亚结构不同的合金,观测了正电子湮没参数与处理温度之间的关系,发现:缺陷主要产生在爆发马氏体形成阶段;在等时退火曲线上形成两个明显的台阶,是由于空位和位错恢复引起的。

一、引 言

在 Fe-Ni 合金系中有呈现典型马氏体相变的合金。但用正电子湮没技术对成份相近的合金进行的研究结果,却是相互矛盾的^[1,2]。Troev 等人把没有观测到 29.5 at%Ni 合金正相变产生的缺陷归因于存在孪晶马氏体^[1]。Кардонский 等人也测量过 0—36 wt%Ni 合金淬火后的正电子寿命,对含镍量大于 24 wt% 的合金,他们同样未能观察到正电子在位错处湮没的信息,并认为 24 wt%Ni 是由位错型马氏体转变为孪晶型马氏体的临界合金成份。为此,我们对含镍量 28—37 wt% 的十三种合金进行了研究,并获得了有规律性的结果。

二、样品制备和实验方法

合金经真空冶炼、高温均匀化、热锻后,冷轧成 0.2 mm 的薄板(变形量>40%),然后加工成样品。合金的成份和样品处理工艺见表 1。对含镍量 28.93 和 31.30 wt% 的两种合金,高温退火后,自室温淬入 10—196℃ 的冷却介质中;经液氮处理后的部分样品,分别在 50—900℃ 温度之间进行 30 min 等时退火。样品的真空退火 (10^{-6} Torr) 在 900℃ 高

表 1 形变和退火态样品经液氮处理后正电子湮没参数的变化

合金 样品号	含 Ni 量 (wt%)	$\frac{S' - S}{S}\%$		$\frac{\bar{\tau}' - \bar{\tau}}{\bar{\tau}}\%$	
		形变	退火	形变	退火
1	28.22	-1.0	21.6	-1.3	32.9
2	28.50 ^(a)		22.0		27.9
3	28.93	-1.1	24.1	-1.3	33.8
4	29.12	-0.1	22.4		33.5
5	30.04	-1.7	23.6		33.7
6	31.30		19.2		35.0
7	33.69	-0.5	-0.6	-1.5	-1.0
8	35.06	-0.3	-0.5	-0.7	1.2
9	35.17	-0.3	-0.5	-0.7	1.2
10	35.28	0.2	0.3		2.0
11	35.61 ^(b)	0.2	0.0		-1.2
12	35.61 ^(c)		-0.6		1.0
13	37.22	0.7	-0.6		-1.5

(a) ——含 Si 0.24 wt%, (b) ——含 Pr 0.09 wt%; (c) ——含 Pr 0.36 wt% $S, \bar{\tau}$ ——形变或退火态样品的 $S, \bar{\tau}$ 值; $S', \bar{\tau}'$ ——上述样品经液氮处理后的 $S, \bar{\tau}$ 值

温下进行 4h。

正电子湮没参数的测量在室温下进行。测量多普勒加宽参数 S 使用高纯 Ge 探测器, 对 ^{85}Sr 514 keV γ 射线的能量分辨率 (FWHM) 为 1.0 keV。寿命谱仪采用快定时系统, 对 ^{60}Co 瞬发峰的时间分辨率 (FWHM) 为 260 ps。用夹在镍箔间的 ^{22}Na 作正电子源, 每个样品测量 2—5 次。单次测量的总计数 $> 7 \times 10^5$ 。测量误差, S 值 $< \pm 1\%$, $\bar{\tau}$ 值 $< \pm 2\%$ 。

三、实验结果及讨论

对加工态样品测量的结果见表 1。由于冷加工能产生大量的位错和空位, 超过一定变形量后, 缺陷对 e^+ 的捕获便达到饱和。因此, 经液氮处理后, 不管合金能否发生正相变或产生何种马氏体, $S, \bar{\tau}$ 值都不变。

对退火态样品测量的结果也列于表 1。可见, 经液氮处理后, 正电子湮没参数的变化与合金的成份有关。与退火标样的 S_0 值比较, 含镍量高的七种合金, $\bar{\tau}, S$ 值不变; 含镍量 28.22—31.30 wt% 的六种合金, 分别增加了约 30 和 20%, 与冷加工样品的 $\bar{\tau}, S$ 值相近。由于样品是自室温直接浸入液氮中的, 低镍合金正电子湮没参数的显著变化, 只能用正相变产生了大量的缺陷来解释。高镍合金的 M_s 点已在液氮温度附近或更低, 甚至为单一奥氏体组织, 经液氮处理后, 自然也就不会产生大量的缺陷。用金相和 X 射线衍射方法进行检测的结果表明, 高镍合金无马氏体, 31.30 wt% Ni 合金形成孪晶马氏体, 而 28.93 wt%

合金形成的是位错马氏体与少量孪晶马氏体混合组织。电子显微镜观察证实,在两种不同马氏体亚结构的合金中都存在大量位错,并有由相变应力引起的孪晶片扭曲、断开现象。上述结果证实,正相变形成的,无论是位错型板条马氏体,还是孪晶型片状马氏体,都存在大量相变缺陷。这就与文献^[1,3]获得的结果不同,而与 Hautojarvi 等人的结果一致^[2]。

对 28.93 和 31.30 wt%Ni 两种马氏体亚结构不同的合金又做了进一步的研究,以观察经不同冷却介质温度淬火后正相变引起的缺陷的增加、经高温等时退火后缺陷的消失过程以及逆相变对缺陷变化的影响。由图 1 和图 2 可见,两种合金的 S 值与处理温度的关系,变化规律相似;而等时退火实验的结果表明,正相变产生的缺陷及其恢复过程,明显地呈现两个回火阶段,分别与空位及位错消失相对应。空位和位错约分别自 100°C 和 450°C 开始消失,直至恢复到退火状态。同样,对冷加工态样品也曾获得类似的结果。可见,马氏体相变与形变产生的缺陷本质上是一样的。

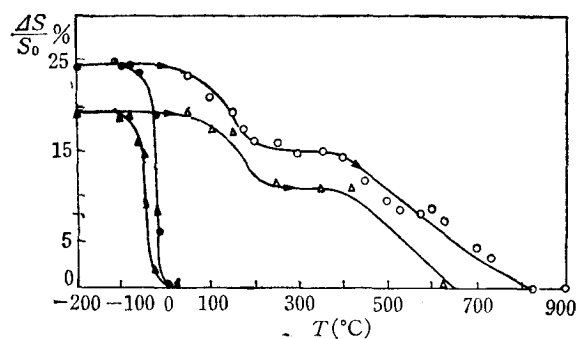


图 1 退火态样品的 S 值与处理温度的关系 ●, ○——样品自室温淬入冷却介质中; △, ○——样品经液氮处理后进行等时退火;
●, ○——Fe-28.93 wt%Ni; ▲, △——Fe-31.30 wt%Ni;
 S_0 ——标准样品的 S 参数; ΔS ——样品经上述处理后的 S 值变化

与文献[2]一样,我们没有观察到逆相变时 S , $\bar{\tau}$ 值有明显的增加。电子显微镜观察证实,经 425°C 退火的样品,逆相变时,在奥氏体内存在许多位错,其中包括从马氏体中遗留下来的。可能是,正相变后已产生高密度的位错,在逐步升温过程中,部分位错先行消失。逆相变后在奥氏体内产生的新位错,局部密度虽然可能较高,但总数还是较少,在样品中的总位错密度也就不会明显地增加,而且,随着退火温度升高,再结晶的不断进行,缺陷会逐渐减少,并恢复到原始退火状态。

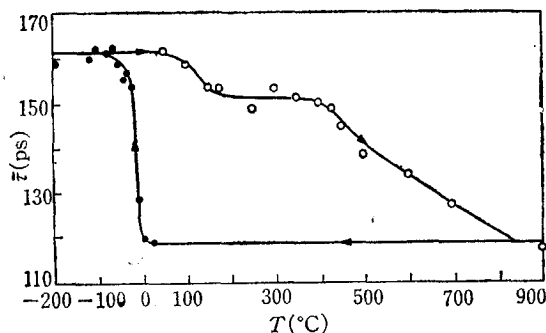


图 2 退火态样品 Fe-28.93 wt%Ni 的正电子湮没平均寿命与处理温度的关系 ●, ○——同图 1

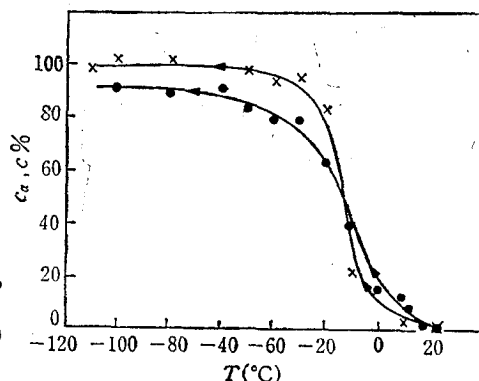


图 3 对于 Fe-28.93 wt%Ni 合金, 马氏体量 c_a 及缺陷浓度的相对变化 c 与冷却介质温度的关系 ●—— c_a ; ×—— c

对 28.93 wt% Ni 合金, 用 X 射线衍射仪测得 M_s , M_f 点在 23 和 -67°C , 用磁称法测得 A_s , A_f 点在 398 和 480°C , 用 X 射线衍射仪测得的马氏体含量 c_α 及其与冷却介质温度的关系见图 3. 图 3 中还同时给出由 $\bar{\tau}$ 导出的缺陷浓度的相对变化 c . 可见, 随着冷却介质温度降低, 马氏体量及缺陷浓度同时增加, 但两者增加的百分率是不同步的, 在开始阶段, 温度较高, 生成的马氏体较少, 相变易于进行, 缺陷浓度比马氏体量增加得少; 冷却介质温度降低到 -10 — -20°C 之间, 大量马氏体爆发形成, 相变阻力急剧地增加, 缺陷比马氏体增加得多, 随后又都逐渐减缓, 直至相变结束, 缺陷对 e^+ 的捕获达到饱和. 由此可见, S , $\bar{\tau}$ 曲线的变化规律, 反映的正是相变缺陷浓度的相对变化以及爆发马氏体形成的相变特征.

工作中得到王蕴玉同志的帮助, 杨巨华同志参加了部分工作, 谨致谢意.

参 考 文 献

- [1] G. D. Troev *et al.*, *Appl. Phys.*, **13**(1977), 105.
- [2] P. Hautojärvi *et al.*, *Proc. 5th Int. Conf. Positron Annihilation*, (1979), p. 149.
- [3] В. М. Кардонский и др., *Доклады Академии Наук СССР*, **253** (1) (1980), 94.

POSITRON ANNIHILATION STUDY OF DEFECTS IN MARTENSITIC TRANSFORMATION OF Fe-Ni ALLOYS

HE YONG-SHU HUANG MAO-RONG

(*Institute of High Energy Physics, Academia Sinica*)

WAN XIN-ZHU MA RU-ZHANG

(*Beijing Institute of Iron and Steel Technology*)

YU EN-HUA

(*Northeast Institute of Technology, Shenyang*)

ABSTRACT

The martensitic transformation in thirteen Fe-Ni alloys has been studied by positron annihilation technique. The experimental results show that the values of the average lifetime $\bar{\tau}$ and the lineshape parameter S increase by about 30% and 20% respectively in six annealed and liquid nitrogen quenched alloys (28.22—31.30 wt% Ni). This confirms that the direct transformation produces a great number of defects in these alloys. The changes of the positron parameters with treating temperature have been determined in two different martensitic substructure alloys. It has been detected that the defects are chiefly produced in the stage of the burst martensitic transformation. Two distinct stages in the isochronal annealing curve confirm that the defects formed in the direct transformation mainly consist of vacancies and dislocations.