

快冷 $\text{Fe}_{71}\text{Al}_{29}$ 合金中的两个内耗峰^{*}

王 强¹⁾ 周正存²⁾ 韩福生²⁾

¹⁾合肥工业大学材料科学与工程学院,合肥 230001)

²⁾中国科学院固体物理研究所,合肥 230031)

(2003 年 10 月 13 日收到,2004 年 3 月 26 日收到修改稿)

用一个计算机控制的倒扭摆研究了快冷 $\text{Fe}_{71}\text{Al}_{29}$ 合金中的两个内耗峰.在快冷的 $\text{Fe}_{71}\text{Al}_{29}$ 样品中分别在 180°C (P_1), 340°C (P_2) 和 510°C (P_3) 出现了内耗峰,而在慢冷的 $\text{Fe}_{71}\text{Al}_{29}$ 样品中只发现了 P_3 峰.快冷样品中的 P_1 和 P_2 峰在从 650°C 冷却下来的测量过程中或在 350°C 经过较长时间的时效后消失,其峰高随时效时间的增加而下降,直至消失. P_1 和 P_2 峰都有弛豫特征,它们的激活能分别为: $H_1 = 1.03 \pm 0.08\text{eV}$ (P_1 峰); $H_2 = 1.64 \pm 0.05\text{eV}$ (P_2 峰). P_1 峰被认为是无序合金中 Al 原子在四面体点阵内的最近邻运动所引起, P_2 峰则是无序合金中 Al 原子在四面体点阵内的次近邻运动所引起.

关键词: Fe-Al 合金, 内耗

PACC: 6240, 6170E

1. 引言

以 Fe_3Al 为基的 Fe-Al 合金具有低比重、高强度、高温耐腐蚀、低制造成本等优点,因此具有广泛的应用前景.原子缺陷的可动性对 Fe-Al 合金的性能起着非常重要的作用,例如通过适当热处理,使有序度改变,使其力学性能发生显著变化.低温时效或者高温退火能使无序的 Fe-Al 合金产生有序,这种有序能改变其性能和结构,并导致替代式原子的重新分配^[1-6].研究表明,这些原子缺陷或溶质原子的可动性可用内耗方法进行准确描述和表征^[4],其中较有代表性的是 Tanaka^[7]和 Nagy 等人^[2]所做的关于时效处理对 Fe-Al 合金 Snoek 峰影响的工作.但是目前还缺少应用内耗技术系统研究 Al 原子在无序的 Fe-Al 合金中的运动规律.本文拟通过考察 Fe-Al 合金的内耗特征来研究低温时效和不同热处理制度对 Al 原子运动规律的影响.

2. 实验方法

将工业纯 Fe 和纯 Al 在真空感应电炉中配制成

含 29at% Al 的二元 Fe-Al 合金样品.用于内耗测量的样品尺寸为 68mm × 1.7mm × 0.9mm,用线切割机从铸锭上切取.热处理在氩气氛下进行,样品在 900°C 保温 1h,然后分别炉冷和空冷,对空冷的样品在 350°C 进行不同时间的时效处理.

内耗 (Q^{-1}) 和动态模量测量在计算机控制的多功能倒扭摆上进行,采取自由衰减和强迫振动两种方式测量.该仪器包括一个倒扭摆、一个温控仪和一个光电转换器.整个测量过程由一台 IBM[®] 586 计算机和一个 8087 处理器控制,实时数据处理.最大扭矩应变范围为 10^{-6} — 10^{-4} ,内耗测量精度为 1×10^{-4} ,详细情况和测量要点可参阅文献 [8].

除内耗测量外,还用 x 射线衍射 ($\lambda_{\text{Cu}} = 0.154056\text{nm}$) 对合金的相组成进行表征.

3. 结果与讨论

3.1. 热处理对内耗峰和微观组织的影响

图 1 和图 2 示出空冷和炉冷的 $\text{Fe}_{71}\text{Al}_{29}$ 合金从室温到 650°C 加热和冷却循环过程中的内耗曲线.

^{*} 国家自然科学基金(批准号 50171067)及安徽省自然科学基金(批准号 01044601)资助的课题.

[†] 通讯联系人, E-mail: fshan@issp.ac.cn

从图 1 可见,在空冷样品的加热曲线上有三个内耗峰出现,分别位于 180℃(称为 P_1),340℃(称为 P_2)和 510℃(称为 P_3),对应于三个内耗峰,动态模量出现了快速下降(模量亏损).可是,在同一样品的冷却测量曲线上,却没有发现 P_1 峰和 P_2 峰,只有 P_3 峰出现,相应的模量亏损也只在对应的 P_3 峰处出现.对于退火的样品,在加热和冷却测量中仍然可观察到 P_1 峰和 P_2 峰的出现,但其高度远远低于空冷样品,如图 2 所示.图 1 和图 2 的结果表明, P_1 和 P_2 两个峰是不稳定的,且空冷样品中产生 P_1 和 P_2 峰的机理已经在升降温测量过程中消失,此时样品的结构特征可能已经发生改变.由于 P_3 峰是稳定的,且独立于样品状态,因此它应该由其他机理引起.本文暂不讨论.

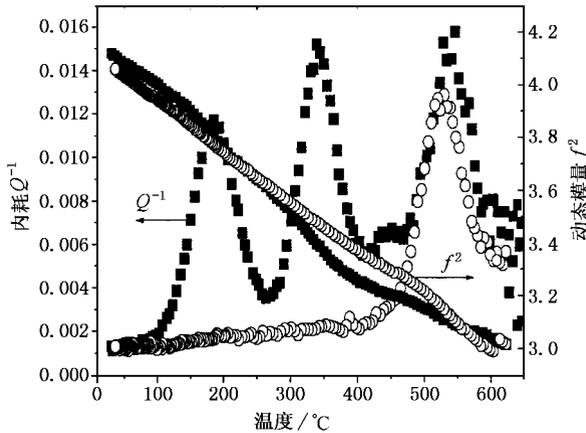


图 1 空冷样品在加热(■)和冷却(○)循环过程中的内耗和动态模量曲线.自由衰减,应变振幅为 4.5×10^{-5} .样品在 900℃保温 1h,然后空冷,加热速率为 6℃/min

为了确定空冷、炉冷样品的结构特征,在室温下对这两种状态的样品分别进行了 x 射线衍射分析,结果如图 3 所示.可以看出,空冷样品与炉冷样品的衍射曲线上有不同的衍射峰.在炉冷样品的曲线上有一个(100)衍射峰,这是形成局部短程有序结构的直接证据,类似于 DO_3 结构^[9,40],反之,在空冷样品的衍射曲线上没有(100)峰,表明炉冷样品比原始空冷样品含有较多的有序结构,这些结果与 Fe-Al 相图一致^[5].此外还可以注意到,空冷样品的(200)峰与炉冷样品相比显著下降,其原因有待进一步核实.根据相图我们知道,Fe₇₁Al₂₉合金在高温下由无序的 A2 结构或 B2 结构组成,从高温慢冷到 550℃以下时,这些无序的结构转变成有序的 DO_3 结构.这种

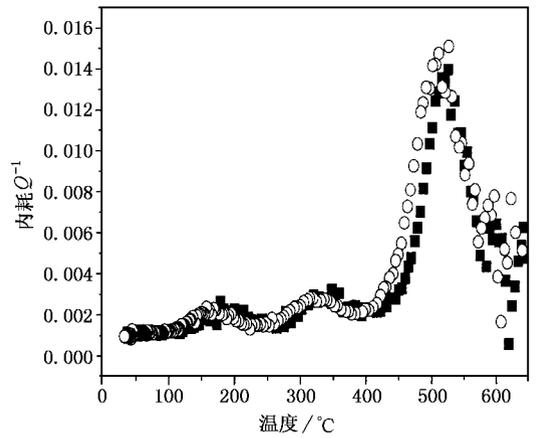


图 2 炉冷样品在加热(■)和冷却(○)循环过程中的内耗曲线.样品在 900℃保温 1h,然后炉冷.其余条件同图 1

从无序到有序的转变可通过从高温快冷来抑制,使得高温态的无序结构能部分或完全保留到室温而得到一个无序的结构.当然,这种经快冷获得的无序结构也能通过时效转变成有序结构,尽管需要的时间相当长^[3,6].

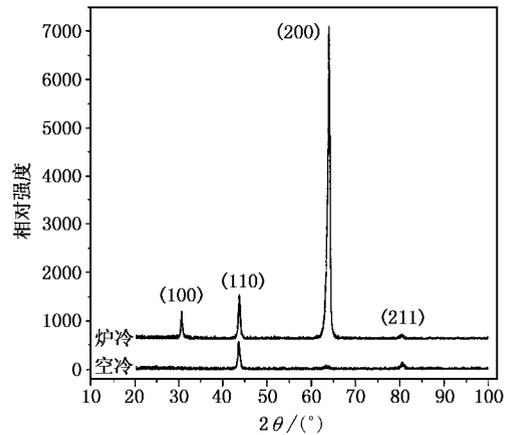


图 3 空冷和炉冷样品的 x 射线衍射曲线.样品在 900℃保温 1h

已经显示不同的冷却方式对 P_1 和 P_2 峰有强烈的作用,因此, P_1 和 P_2 两个峰应对加热温度和加热时间有一定的相关性.为了考察加热温度的作用,首先将空冷样品以 6℃/min 的速度在倒扭摆上分别原位加热到 280℃、480℃和 650℃,然后以相同的速度冷却,同时分别测量它们的内耗曲线,结果如图 4 所示.可以看出,随原位加热温度的增加, P_1 和 P_2 峰变弱,甚至消失,表明在加热和冷却过程中产生 P_1 和 P_2 峰的因素已经消失,其衰减程度随原位加热温度的升高而加强.为进一步证实 P_1 和 P_2 峰与

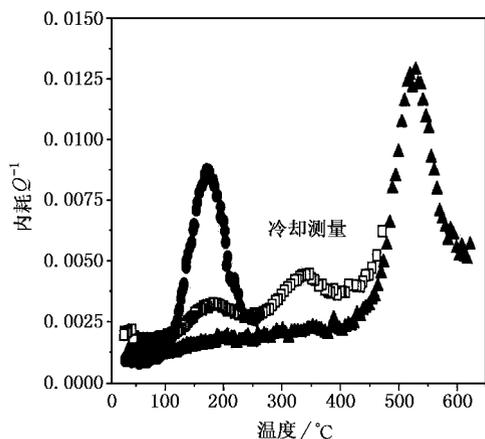


图 4 空冷样品从不同温度冷却时的内耗曲线 自由衰减,应变振幅同图 1.加热温度为 650°C(▲) 480°C(□) 和 280°C(●)

时效时间的相关性,又对样品在 350°C 进行了时效处理,结果发现时效引起空冷样品中 P_1 和 P_2 峰高度下降,随时效时间增加,其下降程度增加,直至 P_1 和 P_2 两个峰完全消失,如图 5 和图 6 所示。

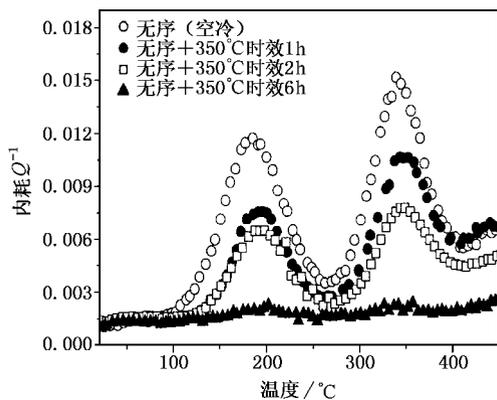


图 5 时效时间对空冷样品内耗峰的影响 自由衰减,应变振幅同图 1

3.2. 振动频率对 P_1 和 P_2 峰的影响

不同频率下的内耗测量显示 P_1 峰和 P_2 峰都是弛豫型的,其峰温随振动频率的增加移向高温,如图 7 所示.根据 Arrhenius 关系和弛豫峰产生的条件,计算出它们的激活能分别为 $1.03 \pm 0.08\text{eV}$ 和 $1.64 \pm 0.05\text{eV}$.

3.3. P_1 和 P_2 峰产生的机理

资料显示,在淬火的 Fe_3Al 合金中 Fe 空位的迁移能为 $1.3 \pm 0.1\text{eV}^{[11]}$,可以看出,现在的 P_1 和 P_2

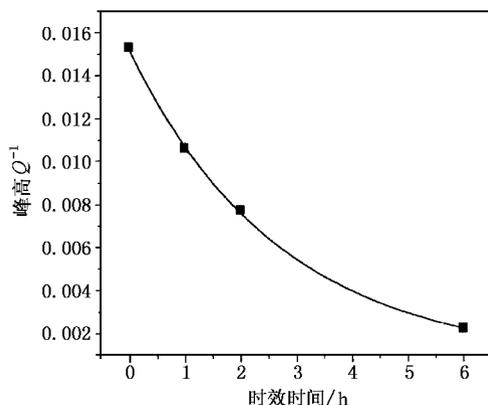


图 6 P_2 峰对时效时间的依赖性

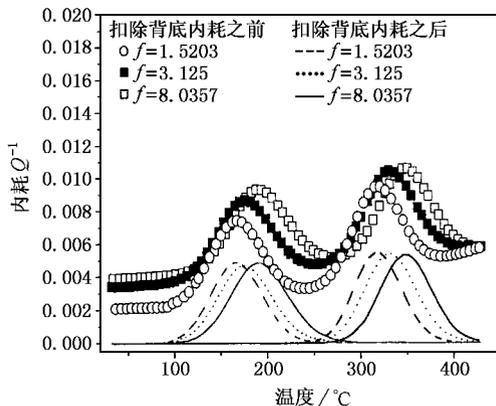


图 7 P_1 和 P_2 峰对振动频率的依赖性 样品在 900°C 保温 1h,然后空冷,加热速率为 3°C/min

峰可能与空位(或 Al 原子)的迁移(或运动)有关.已经知道,淬火的 Fe-Al 合金中存在大量的空位,并且淬火合金是无序的,而退火的 Fe-Al 合金含有较少的空位,并且是有序的^[5,12,13].如图 8 所示,Al 原子在不同的结构中占有不同的亚点阵.在无序的 A2 结构中,Fe 原子和 Al 原子随机分布在体心立方点阵上;而在 B2 结构中,Al 原子只能占有 b 和 d 位置,Fe 原子则占去了所有的 a 位置;在完全有序的 DO_3 结构中,Al 原子只占有 b 位置,其余晶格完全被 Fe 原子占有.从图 8 还可以看出,不论是 A2 结构、B2 结构,还是 DO_3 结构,它们的晶格类型都没有变化,都属于体心立方结构,在这些结构转变过程中,只是 Al 原子和 Fe 原子的位置发生了变化.

依据这样一个结构特征,在完全有序的 DO_3 结构中,在 a 位置上的 1 个 Fe 原子被 4 个 Fe 原子和 4 个 Al 原子包围,而在 d 位置上的 Fe 原子和在 b 位置上的 Al 原子只有 Fe 原子作为最近邻原子.这种

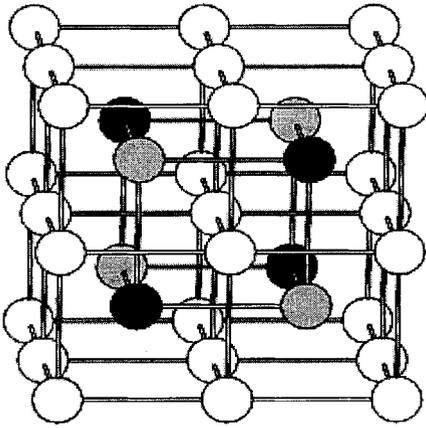


图8 体心立方晶胞中的原子分布 ○代表 a 位置, ●代表 b 位置, ⊕代表 d 位置. 完全的 DO_3 结构: Fe 原子占有 a, d 位置, Al 原子占有 b 位置; $B2$ 结构: Fe 原子占有 a 位置, Al 原子占有 b, d 位置; 无序的 $A2$ 结构: Fe 原子和 Al 原子自由地分布在 a, b, d 位置

结构使 Fe 原子能够在不破坏有序的情况下与其他 Fe 原子通过最近邻的跳动交换位置. 相反, 在 b 位置上的 Al 原子只有通过次近邻跳动迁移到 d 位置上或者通过最近邻跳动跃至 Fe 原子所在的点阵上. 这两种跳动只有在高温下才能进行, 并伴随无序结构形成. 因此, 在有序 DO_3 结构中的 Al 原子相当稳定, 在低于 500°C 时不会产生有效的跳动.

对于成分在理想配比的 DO_3 结构附近的 Fe-Al 合金倾向于形成有序的 DO_3 结构, 以降低体系的应变能, 因此, 由快冷得到的无序的具有较高应变能的 $A2$ 结构不稳定. 这种不稳定是由 Al 原子在晶格中的位置引起的, 即一些在 a 位置上的 Al 原子不稳定, 它能在温度和循环应力诱导下靠淬火所产生的

空位在不同的亚点阵之间迁移和运动. 如此, 两个内耗峰应该由两种不同的 Al 原子运动所引起.

如图8所示, 如果单胞的点阵常数为 a_0 , 那么最近邻原子间距离则为 $\frac{\sqrt{3}}{2}a_0$ ($a \leftrightarrow b, d$), 次近邻原子间距离应为 a_0 ($b \leftrightarrow d$). 显然, 最近邻的跳动因距离短要比次近邻容易. 如果最近邻的跳动和次近邻的跳动都能产生内耗峰, 那么前者产生的内耗峰的激活能和峰温应该小于或低于后者. 因此根据峰温和激活能, 可以认为 P_1 峰产生于 Al 原子在四面体点阵中最近邻位置之间的跳动, P_2 峰产生于 Al 原子在四面体点阵中次近邻位置之间的跳动. 当然, Al 原子的跳动实际上受控于 Fe 空位的迁移, 快冷 Fe-Al 合金中的大量 Fe 空位无疑对这些跳动起了促进作用^[12, 43]. 在加热测量和时效过程中, 这些空位很容易被湮没, 如果加热的温度和时间足以使空位完全消失, 那么, Al 原子将不能借助于空位运动, 从而导致 P_1 和 P_2 峰在冷却过程中或在较长时间时效后消失.

4. 结 论

在空冷的 $Fe_{71}Al_{29}$ 合金中发现了三个内耗峰. 两个低温峰产生于 Al 原子在不同的亚点阵之间的运动. 在 180°C 出现的 P_1 峰产生于 Al 原子的最近邻跳动, 在 340°C 出现的 P_2 峰则产生于 Al 原子的次近邻跳动. 这两种运动都是借助于淬火空位来进行的. P_1 和 P_2 峰都有弛豫特征, 它们的激活能分别为: $H_1 = 1.03 \pm 0.08\text{eV}$ (P_1 峰); $H_2 = 1.64 \pm 0.05\text{eV}$ (P_2 峰).

- [1] Nishino Y, Asano S and Ogawa T 1997 *Mater. Sci. Eng. A* **234**: 236-271
- [2] Nagy A, Harms U, Klose F and Neuhauser H 2002 *Mater. Sci. Eng. A* **324**: 68
- [3] Morris D G, Leboeuf M, Gunther S and Nazmy M 1994 *Phil. Mag.* **A 70**: 1067
- [4] Golovin I S 2000 *J. Alloys Comp.* **310**: 356
- [5] Kubaschewski O 1982 *Iron-Binary Phase Diagrams* (Berlin: Springer)
- [6] Morris D G and Gunther S 1997 *Acta Mater.* **45**: 811
- [7] Tanaka K 1971 *J. Phys. Soc. Japan* **30**: 404

- [8] Han F S, Zhu Z G, Shi C Y and Wang Y 1998 *Acta Phys. Sin.* **47**: 1161 [in Chinese] 韩福生、朱震刚、石纯义、王月 1998 物理学报 **47**: 1161
- [9] Udovenko V A, Chudakov I B and Polyakova N A 1997 *Am. Soc. Test. Mater.* **130A**: 204
- [10] Hou B H, Sui Y X, Han S Y, Yi S and Shen B G 1999 *Acta Metall. Sin.* **48**: 527 [in Chinese] 侯碧辉、睢云霞、韩世莹、易俗、沈保根 1999 金属学报 **48**: 527
- [11] Wurschum R, Grupp C and Schaefer H E 1995 *Phys. Rev. Lett.* **75**: 97
- [12] Riviere J P 1977 *Mater. Res. Bull.* **12**: 995
- [13] Lafi H, Dirand M, Bouriden L, Hertz J, Weber D and Lesbats P 1986 *Acta Metall.* **34**: 425

The two internal friction peaks in rapidly cooled Fe₇₁Al₂₉ alloy^{*}

Wang Qiang¹⁾ Zhou Zheng-Cun²⁾ Han Fu-Sheng^{2)†}

¹⁾*School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230001, China*

²⁾*Institute of Solid State Physics, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China*

(Received 13 October 2003 ; revised manuscript received 26 March 2004)

Abstract

Three internal friction peaks were found around 180°C (termed as P_1), 340°C (termed as P_2) and 510°C (termed as P_3) in rapidly cooled Fe₇₁Al₂₉ alloy, while only the P_3 peak can be observed in slowly cooled specimens. Only the P_1 and P_2 peaks were investigated using a computer-controlled inverted torsion pendulum in the present study. The P_1 and P_2 peaks in air-cooled specimens disappear during cooling or after long term ageing at 350°C. They decline even disappear with increasing ageing time. Both the P_1 and P_2 peaks have relaxation features and their activation energy values are $H_1 = 1.03 \pm 0.08\text{eV}$ for the P_1 peak and $H_2 = 1.64 \pm 0.05\text{eV}$ for the P_2 peak. It is suggested that P_1 peak originates from the nearest-neighbor jumps of Al atoms within tetrahedral lattices and P_2 peak from the next-nearest-neighbor jumps of Al atoms within tetrahedral lattices in quenched alloys.

Keywords : Fe-Al alloy , internal friction

PACC : 6240 , 6170E

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 50171067), and the Natural Science Foundation of Anhui Province, China (Grant No. 01044601).

[†] Corresponding author. E-mail: fshan@issp.ac.cn