

DSC方法在非晶合金 FeNiV SiB研究上的应用

林木良¹⁾ 林德明²⁾ 王华生²⁾

(1) 中山大学测试中心, 2) 中山大学物理系, 广州 510275)

摘要 用差示扫描量热法 (DSC) 研究了非晶态合金 FeNiV SiB 的热稳定性及晶化规律得到满意的结果. 这对于非晶合金的热处理加工工艺的确定和它的使用条件有着重要的指导意义.

关键词 非晶态合金, 晶化, 热稳定性, 晶化热焓值, 差示扫描量热法 (DSC)

分类号 O 657. 99

非晶态合金材料内部结构处于热力学亚稳态. 它的原子排列长程无序, 因此, 体系的自由能较高. 当温度等外界因素发生变化时, 就会发生结构变化, 即在一定温度条件下, 就会发生亚稳态变化或晶化, 这时非晶态将向新的亚稳态或晶态转化, 随着晶化的发生, 非晶合金原有的特性就会消失. 因此, 如何研究评价非晶合金结构、性能的稳定性的一个重要课题, 是关系到如何准确控制非晶合金的热处理加工条件和使用条件, 准确评价它的工业实用价值的重要问题.

从用差示扫描量热法 (DSC) 研究非晶合金的热稳定性及晶化规律得到满意的结果, 说明它是研究非晶合金热稳定性及晶化规律的一种比较简便、快速、准确的好方法.

1 实验部分

1.1 实验样品 所用非晶合金试样是淬态样和淬态样再用各种热处理温度、经过不同热处理时间处理后所得的样品.

1.2 DSC实验 使用美国 Perkin-Elmer 公司的热流型差示扫描量热仪, 在高纯氮气气氛中, 以 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率进行测定, 参比物为 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. 所得结果如图和表所示.

2 结果与讨论

从图 1 (a) 中可看到在 415°C 和 430°C 下经 500 和 800 min 热处理与未经热处理 (淬态) 的试样所得的 DSC 曲线图. 从所得结果可知非晶合金经热处理, 其晶化温度和晶化热焓值与未经热处理的基本一样, 晶化温度都在 $463\sim 565^{\circ}\text{C}$ 之间, 晶化热焓值为 114.5J g^{-1} . 这说明它在 415°C 和 430°C 是稳定的.

从图 1 (a) 还可以看到在 460°C 温度下热处理 350 min; 在 470°C 温度下热处理 250 min; 在 480°C 温度下热处理 150 min 的试样的 DSC 曲线, 没有任何峰出现. 说明经过这种条件

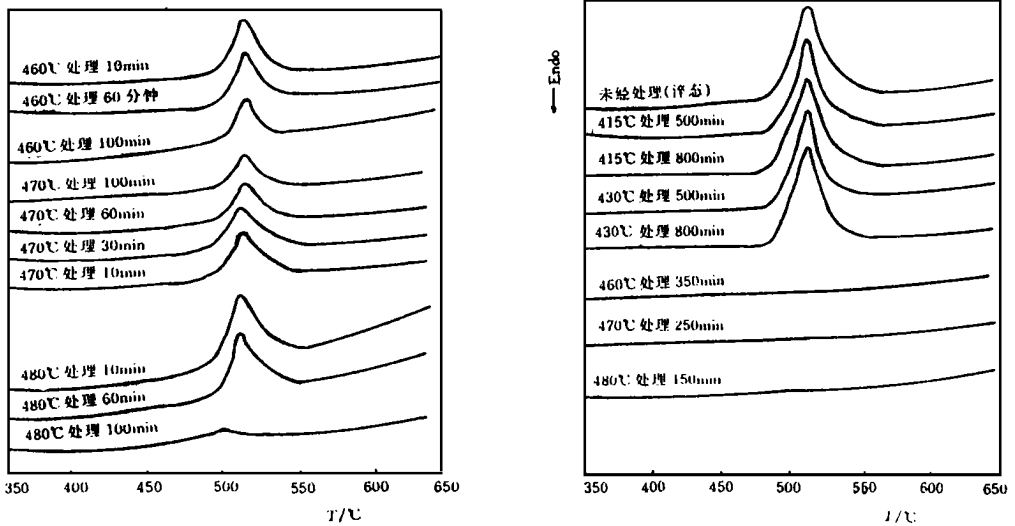


图1 在不同处理条件下 FeNiV SiB合金样品的 DSC曲线图

处理后, 非晶都已晶化了, 即没有非晶成分了。

从图 (1b) 可见在 460°C , 470°C 和 480°C 下经 10, 30, 60, 100 min 热处理的试样所测得的 DSC 曲线图. 大约在 463°C 到 565°C 之间都有一个放热峰, 峰值在 512°C 左右, 这是非晶合金由非晶态向晶态转变过程中放出大量能量而形成的, 从 X 射线衍射测得的结果也表明在这个温度范围, 非晶合金在进行晶化, 晶化析出主要是: 体心立方相 $\alpha\text{-Fe}(\text{Ni})$ (Ni 约占 6% 原子), 面心立方相 $\gamma\text{-}(\text{NiFe})$ (Ni 约占 52%) 和体心四方相 $(\text{FeNiV})_3\text{B}$ 三种晶相^[1]. 而从峰的大小变化来看它们都服从这样的规律: 就是在达到晶化温度时, 在相同温度下, 随热处理时间的增加, 晶化程度增加, 未晶化部分减少, 所以测得的 DSC 峰逐渐变小. 从表列出的由 DSC 曲线图计算处理得出的热焓值数据来看也完全符合这一规律即随热处理时间增加热焓值减小.

表1 经热处理后非晶合金的晶化热焓值 $Y/\text{J g}^{-1}$

热处理时间 t/min		10	30	60	100	150	200	250	350	500	800
热 处 理 温 度 $T/^{\circ}\text{C}$	480	87.4	80.7	67.3	20.1	0					
	470	103.2	97.6	83.6	67.7		2.0	0			
	460	104.5		97.8	87.4	53.5	3.8		0		
	430									114.5	114.5
	415									114.5	114.5
未经热处理 (淬态) 试样		114.5									
晶化温度 $T/^{\circ}\text{C}$		463~ 565									

对这些数据应用最小二乘法进行线性化处理得到表达在相同温度下, 热焓值与热处理时间

的关系的公式

$$460^{\circ}\text{C时: } Y_t = -0.38X_t + 115.5 \quad r = 0.970$$

$$470^{\circ}\text{C时: } Y_t = -0.54X_t + 113.8 \quad r = 0.997$$

$$480^{\circ}\text{C时: } Y_t = -0.74X_t + 101.2 \quad r = 0.960$$

式中, Y_t 为晶化热焓值; X_t 为热处理时间; r 为相关系数.

从图 1 (b) 可知热处理时间为 60 min 时随着热处理温度的增高而 DSC 峰缩小, 从表 1 的数据可得随着热处理温度增高热焓值减小, 这是由于温度增高晶化速率加快, 在同样时间中则晶化程度增加, 未晶化部分减少的缘故. 对这些数据应用最小二乘法进行线性化处理得

$$Y_T = -1.35X_T + 800 \quad r = 0.999$$

式中, Y_T 为晶化热焓值; X_T 为热处理温度; r 为相关系数.

造成以上变化规律的缘由是当热处理温度达到某一温度时非晶合金中原来的结构发生变化, 原子从原来的长程无序的排列开始调整向有序的排列, 随着热处理温度的增高和热处理时间的增加, 原子有序排列数量越来越多而无序排列的原子剩下越来越少, 所以就出现了在相同温度下, 随热处理时间的增加晶化程度增加, 则 DSC 峰即晶化峰缩小, 晶化热焓值减小规律; 同样在相同热处理时间时, 随着热处理温度增高晶化速率加快因而晶化程度增加, 所以也出现 DSC 峰即晶化峰缩小, 晶化热焓值减小的规律.

另外还可看到, 在非晶合金 FeNiVSiB 达到晶化温度的热处理过程中, 提高温度和延长对晶化的影响是等效的.

参 考 文 献

- 1 翁志农, 林木良. 非晶态合金 $\text{Fe}_{47}\text{Ni}_{32}\text{V}_{1.5}\text{Si}_6\text{B}_{13}$ 的结构弛豫和晶化过程的差热分析方法研究. 中山大学研究生学刊 (自然科学版), 1991, 12 (2): 37
- 2 陈镜泓, 李传儒编著. 热分析及其应用. 北京: 科学出版社, 1985. 365
- 3 (日) 神户博太郎编. 热分析 (刘振海等译). 北京: 化学工业出版社, 1982. 77, 117

Applications of DSC Method on Amorphous Alloy FeNiVSiB Study

Lin Muliang Lin Deming Wang Huasheng*

Abstract A series of amorphous FeNiVSiB was studied by DSC techniques. The good results were obtained for thermal stability and crystallization. It is important that decide the conditions of annealing technology and practical utilizing an amorphous alloy.

Keywords amorphous alloy, crystallization, thermal stability, crystallizing enthalpy, differential scanning calorimetry (DSC)

* Instrumental Analysis and Research Center, Zhongshan University, Guangzhou 510275