

· 研究简报 ·

用定角扫描法研究NiTi合金相变的动力学

林光明 黄清珠
(物理学系) (测试中心)**关键词** NiTi合金, 相变, X射线衍射

NiTi合金相变包括有 $\beta \rightleftharpoons M$, $\beta \rightleftharpoons R$, $R \rightleftharpoons M$ 过程。这些相变可以彼此分开相继发生, 也可以重叠出现^[1]。

通常的X射线衍射方法由于不易掌握各相开始出现和消失时刻, 特别是在像NiTi合金中几种相变情况下, 对结果分析有一定困难。本文采用定角扫描方法研究NiTi合金相变的动力学行为, 给出了各相在相变中消长的动态图象, 有助于了解NiTi合金相变的特征。

1. 实验材料与方法

试样直径为1.5mm的NiTi丝, 含Ni量为50.3at%。为使相变过程稳定, 经973K × 1/2hr冰水淬火后在室温至423K进行 $n = 40$ 次的热循环。试样A和B分别对应于无应力 $\sigma = 0$ 和有应力 $\sigma = 570\text{MPa}$ 下进行热循环。

X射线衍射是在日本理学D/MAX- IIA 衍射仪上进行, 采用高温纤维试样附件, $\text{CuK}\alpha$ 辐射。实验方法: (1)以一定速率升降温($\sim 5\text{K}/\text{分}$), 每隔10K或在关键温度处进行衍射扫描, 扫描速度 $1^\circ/\text{分}$; (2)将衍射仪探测器固定在各相特征谱线位置, 以恒定速率升降温直接记录各相特征谱线强度随温度的连续变化, 称为“定角扫描”方法。本文主要报道定角扫描的结果。

此外也对同一试样进行电阻测量, 方法同^[2]。

2. 实验结果

图1是试样A在室温和383K时的部份衍射图。室温时的衍射峰有 $M(002)$, $M(11\bar{1})$, $R(042)$ 和 $M(111)$, 说明试样中含有马氏体相M和R相; 高温时只存在母相 $\beta(110)$ 及残余 $R(042)$ 衍射线。试样B的室温和高温衍射图和试样A的相同, 说明二种试样均存在 $\beta \rightleftharpoons M$, R 的相变。

本文于1987年1月收到

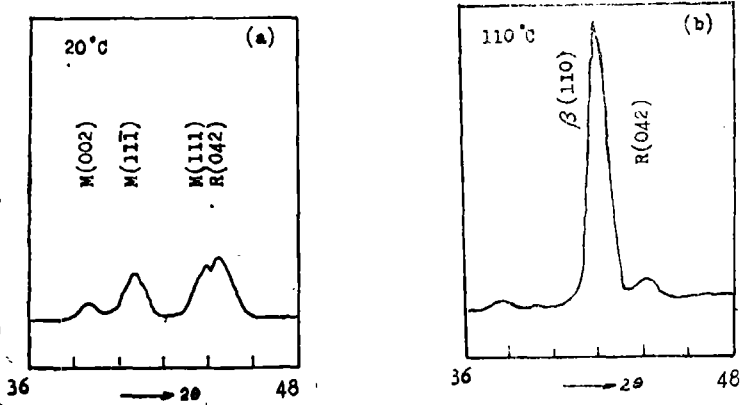


图1 试样A在室温(a)和110°C(b)时的部份衍射图(2θ: 36°-48°)

Fig. 1 X-ray diffraction patterns of sample A at R. T and 110°C(2θ: 36°-48°)

为研究试样β→M,R相变的动力学过程,对试样A和B进行了定角扫描,其结果见图2和图3。扫描时探测器位置分别位于2θ=42.3°,44.3°,41.3°处,分别对应于β(110),R(042)和M(111)衍射线。各相出现和消失的温度可由同时记录的温度曲线确定,结果总结于表1中。表中试样A升温时母相第一结束温度和降温时第二开始温度对应于降温时β相衍射线强度变化的拐点(参看图4)。

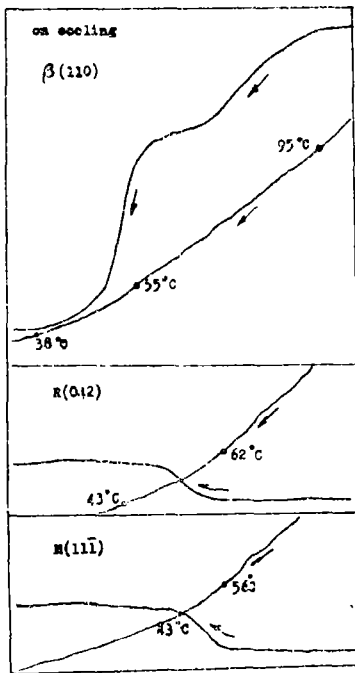


图2 试样A的定角扫描曲线(降温)

Fig. 2 Constant angle scanning curves of sample A (on cooling)

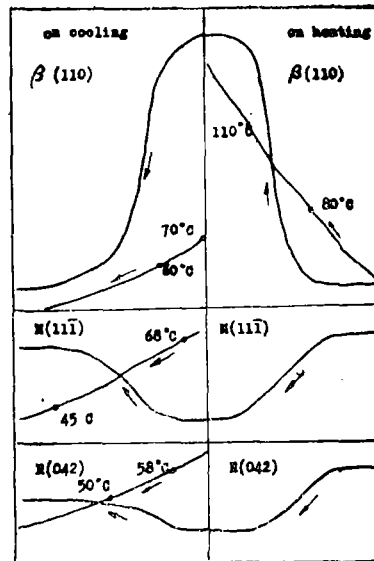


图3 试样B的定角扫描结果

Fig. 3 Constant angle scanning curves of sample B

表1 各相出现和消失的温度(K)
Tab. 1 The temperatures (K) where Phases appear and disappear

试样	衍射线	升 温			降 温		
		开始	结 束		开 始	结 束	
A	$\beta(110)$	349	370	423	368	328	311
	R(042)	358	391		335		316
	M(11T)	358	329				316
B	$\beta(110)$	353		423	343		315
	R(042)	363	384		331		323
	M(11T)	358	391		341		318

为与文献中利用电阻测量分析NiTi合金中相变的结果比较^[3], 还测量了试样的电阻 ρ -温度曲线, 结果如图4,图5, 同时在图中画出相应的定角扫描结果。

3. 讨论

根据对电阻温度曲线特征的分析^[3], 说明在试样中除存在 $\beta \leftrightarrow M$ 相变外, 还可有 $\beta \leftrightarrow R$, $R \leftrightarrow M$ 相变, 这和X光的结果相符。同时由电阻温度曲线反映的相变温度和定角扫描曲线的基本相同。其中试样B升温定角扫描曲线的相变温度范围明显比电阻-温度曲线的偏高, 这是由于试样B在升温定角扫描时升温速率过高所致(约10K/分, 比测电阻时的快一倍)。

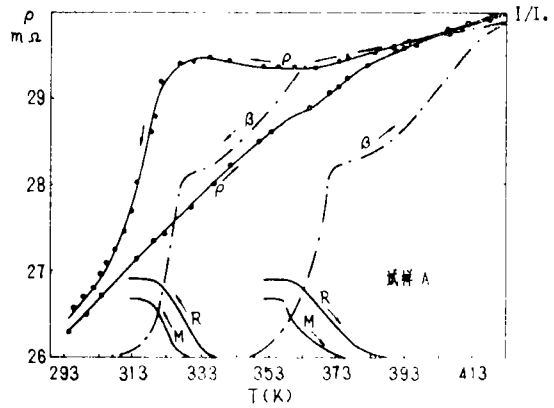


图4 试样A的电阻温度曲线(ρ -T)和定角扫描曲线
Fig. 4 Resistance vs. temperature curve and constant angle scanning curves for sample A

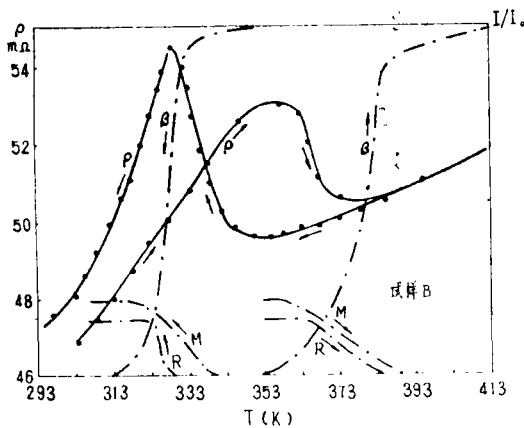


图5 试样B的电阻温度曲线(ρ -T)和定角扫描曲线
Fig. 5 Resistance vs. temperature curve and constant angle scanning curves for sample B

检查试样A的定角扫描曲线(图4),可见降温时 $\beta(110)$ 衍射强度的下降明显地分为二个阶段:第一阶段下降缓慢,只在后期才有少量新相(M相和R相)出现。该阶段的温度范围相当于电阻曲线中最低点往上增加接近最高电阻值的温度范围。估计衍射强度的下降与母相晶格失稳,衍射能力下降有关;第二阶段强度下降很陡,同时伴随着低温相的出现,相应于通常的马氏体相变阶段。在升温相变中, $\beta(110)$ 强度变化可逆地增长,同样出现二个阶段,但在电阻温度曲线上没有明显变化,反映了电阻分析的局限性。

由图5可见试样B的 $\beta(110)$ 定角扫描曲线与试样A的有很大不同。在试样B中 $\beta(110)$ 强度变化温区较窄,较陡,二个阶段区分不明显。由于试样B是经应力作用下进行热循环的,上述差别可从应力对相变的影响给予解释。表1的数据表明试样A中R相相变温区比M相相变温区宽;而试样B的情况却相反,M相相变温区宽于R相相变温区。另外在应力作用下,试样B的相变温度产生移动,降温时M相的相变温度明显提前,升温时M相的相变温度明显拖后,上述效果均可从比较图4和图5的曲线关系中直观地表现出来。这些因素最终导致 $\beta(110)$ 线的强度变化特征由试样A的分为二个阶段,温度范围宽过渡为试样B时几乎为单一阶段,温度范围窄。

参 考 文 献

- [1] V.N. Khachin, et. al., *Phys. Met. Metall*, 46(1979), 49.
- [2] 林光明、李东阳, 中山大学学报(自然科学版), 1985, 4, 5.
- [3] C.M. Hwang, et. al., *ICOMAT-82*, C4-231.

A X-ray Study of $\beta \rightleftharpoons R, M$ Transition Dynamic in NiTi Alloy

Lin Guangming Huang Qingzhu

Abstract

The X-ray diffraction intensity vs. temperature curves have been measured directly by method of constant angle scanning for parent phase, martensite and R-phase in NiTi alloy respectively. On heating and cooling, two stages have been found in variation of X-ray diffraction intensity of parent phase. On cooling, the first stage of diffraction intensity reduction corresponds to lattice unstability, but the second one corresponds to normal martensitic transition and R-transition. The two stage curve of diffraction intensity becomes to one stage curve under action of load. This phenomenon can be explained by transition temperature shifting when alloy undergoes a thermal cycling under load.

Keywords NiTi alloy, Transformation, X-ray diffraction.