

热双金属稳定化热处理效果的电阻分析*

倪 华¹ 文玉华¹ 严 密¹ 张忠民²

(1. 浙江大学 硅材料国家重点实验室 浙江 杭州 310027; 2. 上海钢铁研究所, 上海 200940)

摘 要: 通过电阻和 X-Ray 衍射分析方法, 研究了热双金属 5J20110 及其组元在稳定化热处理过程中电阻率和残余应力随循环次数的变化。研究表明经第一次循环热处理后, 热双金属的残余应力下降最显著, 与合金电阻率的变化趋势相同。通过电阻率的分析可以确定稳定化热处理的效果。

关键词: 热双金属 电阻率 稳定化热处理 残余应力

中图分类号: TB331

文献标识码: A

文章编号: 1001-9731(2004)05-0566-02

1 引言

热双金属是由二种或多种具有不同热膨胀系数的金属或其它材料所组成的一种复合材料。制备热双金属的方法主要有室温固相复合法、热轧复合法、液相复合法、爆炸复合法等^[1]。热双金属在加工成形的过程中产生的残余加工应力, 是造成热双金属工作不稳定的原因之一。当温度变化时, 由于组元热膨胀系数不同, 相互约束产生热应力, 再与残余加工应力叠加, 使组元产生塑性变形, 致使热双金属的动作发生不可逆地变化——重复动作时不能恢复到原始出发点, 工程技术上称之为“零点漂移”。因此, 热双金属在使用前, 一般都要进行稳定化热处理, 消除残余加工应力。检验稳定化热处理效果的方法有 (1) 测定热双金属的内应力, 例如用剥层 X-Ray 衍射方法^[2]; (2) 模拟实际应用进行重复加热-冷却循环^[3]。然而, 因热双金属结合得非常牢固, 剥层 X-Ray 衍射法受到很大的限制, 而加热-冷却循环需要做相当次数的热循环, 工艺烦琐。

由金属物理性能^[4]知道试样的应力状态和晶体缺陷对电阻率有显著的影响。本文尝试通过测量加热和冷却循环过程中电阻率的变化, 推测试样中的应力大小和状态, 为热双金属稳定化热处理工艺参数的确定, 提供一种快速简便的方法。

2 试验材料和方法

本试验所用试样为 5J20110(简称 5J11)热双金属及其主动层 $Mn_{75}Ni_{15}Cu_{10}$ 、被动层 Fe64Ni36(Invar 合金)。5J11 热双金属是通过固相复合而成, 状态为冷轧态。

合金电阻率的测定采用自行设计改装的示差四端电阻法^[5]。

试样的应力测定均在室温下进行, 所用仪器为 Rigaku 型 X 射线衍射仪, 选用 $CuK\alpha$ 射线, 衍射晶面选择被动层 $Fe_{64}Ni_{36}$ 的 (420) 晶面。采用 $\sin^2\psi$ 法进行应力计算^[6]。公式如下:

$$\sigma = \frac{-E}{\lambda(1+\nu)} \cot\theta_0 \frac{\pi}{180} M$$

式中 E 、 ν 分别为试样的弹性模量、泊松比; θ_0 为无应力时的布拉格衍射角; ψ 为反射晶面法线与试样表面法线之间的夹角; θ_ψ 为有应力时的布拉格衍射角; M 为最小二乘法求得的 $2\theta_\psi - \sin^2\psi$ 直线的斜率。

3 试验结果

3.1 稳定化热处理循环对 5J11 热双金属电阻率的影响

图 1 给出了 5J11 热双金属从室温开始加热到 300℃, 保温 1h 后随炉冷却至室温循环时, 加热过程中电阻率与温度的关系。

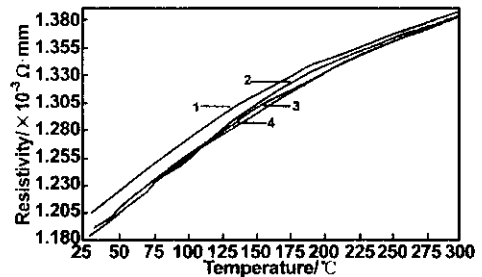


图 1 稳定化循环热处理加热过程中电阻率与温度曲线

Fig 1 Resistivity-temperature curves during heating process of stability thermal cycling treatment

从图 1 中可以看出, 加热时合金的电阻率首先随温度的升高呈直线增加。温度高于 150℃ 后, 电阻率随温度的升高增加速度变缓慢。从图 1 中可以看出, 冷轧态的电阻率最大, 但经 1 次稳定化热处理循环后电阻率显著下降, 循环 2 次后, 合金的电阻率随循环次数的增加几乎无变化。

图 2 给出了 5J11 热双金属分别加热至 300℃ 和 350℃ 保温 1h 再随炉冷却到室温的循环过程中, 第 N 次稳定化热处理后的室温电阻率与第 $(N+1)$ ($N \geq 0$) 次的室温电阻率之差。

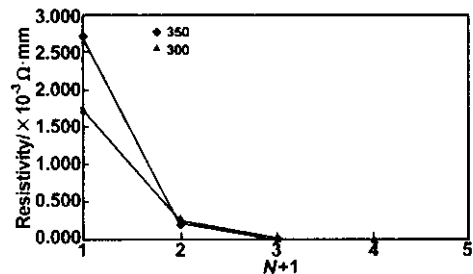


图 2 第 N 次稳定化热处理后的室温电阻率与第 $(N+1)$ ($N \geq 0$) 次的差

Fig 2 Difference at room temperature between the resistivity after N times stability thermal treatment and the one after $(N+1)$ ($N \geq 0$) times

* 基金项目 国家自然科学基金资助项目(50171065)

收稿日期 2003-11-26 通讯作者 文玉华

作者简介 倪 华 (1979 -) 男 江西萍乡人 在读硕士 2001 年于南昌大学获工学学士学位 现在浙江大学材料系 师承周密教授 从事复合材料研究。

从图2中可以看出,在同样条件下,经一次循环后,温度越高,电阻率下降得越大。加热至300℃时下降了 $1.772 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$,加热至350℃时下降了 $2.728 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$ 。随循环次数的增加,电阻率的变化越来越小,经3次循环后,电阻率保持稳定。

3.2 热双金属组元电阻率与温度的关系

图3给出了相同冷轧变形量的主动层 $Mn_{75}Ni_{15}Cu_{10}$ 和被动层 $Fe_{64}Ni_{36}$ 经稳定化热处理(加热到300℃保温1h后随炉冷却)2次后,第3次稳定化热处理时加热过程中的电阻率与温度的关系。

从图3可看出两组元的电阻率均随温度的升高而升高。在温度低于150℃时,电阻率随温度的升高呈直线增加;高于150℃后,随温度的进一步升高,电阻率的增加变缓慢。由图中还可以看出主动层 $Mn_{75}Ni_{15}Cu_{10}$ 的电阻率比被动层 $Fe_{64}Ni_{36}$ 的高得多,约为1倍,且随温度变化较小。

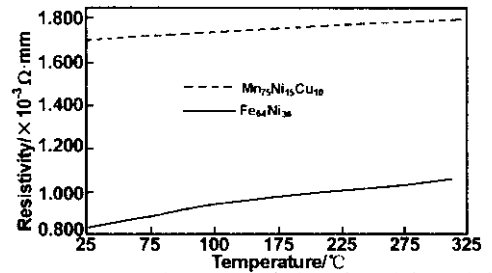


图3 $Mn_{75}Ni_{15}Cu_{10}$ 和 $Fe_{64}Ni_{36}$ 合金的电阻率与温度曲线

Fig 3 Resistivity-temperature curves of $Mn_{75}Ni_{15}Cu_{10}$ and $Fe_{64}Ni_{36}$ alloys

3.3 稳定化循环热处理对热双金属残余应力的影响

表1给出5J11经不同循环次数稳定化热处理后,被动层(420)晶面的X射线衍射数据。表中 M 为最小二乘法求得的 $2\theta_{\psi} - \sin^2\psi$ 直线的斜率。将 M , $E = 1.50 \times 10^{11} Pa$, $\nu = 0.31$,代入应力公式(1)求得经不同次数稳定化热处理后的残余应力 σ ,见表1。

表1 经不同循环次数稳定化热处理后被动层 $Fe_{64}Ni_{36}$ 的X射线衍射数据

Table 1 X-ray diffraction data of passive layer $Fe_{64}Ni_{36}$ after different thermal stability cycling times

	冷轧态			稳定化热处理一次后			稳定化热处理两次后		
	-50°	-20°	10°	-50°	-20°	10°	-50°	-20°	10°
ψ									
$2\theta_{\psi}$	138.471	138.319	138.291	138.425	138.330	138.225	138.457	138.389	138.384
$\sin^2\psi$	0.587	0.117	0.03	0.587	0.117	0.03	0.587	0.117	0.03
M		0.323			0.187			0.136	
σ		-122MPa			-71MPa			-52MPa	

从表1中数据可以看出冷轧态试样应力最大,稳定化热处理1次后,试样表面应力下降较大,2次稳定化热处理后,下降值相对较小。应力的变化与室温电阻率随稳定化热处理次数的变化相同,见图4。

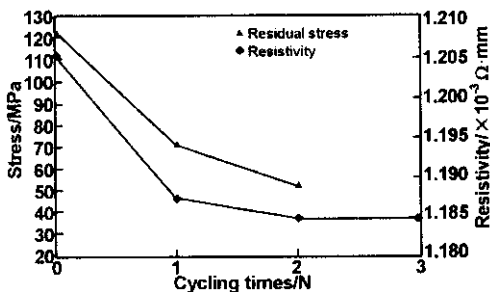


图4 稳定化热处理次数对室温电阻率和残余应力的变化

Fig 4 Effects of stability thermal cycling times on resistivity and residual stress at room temperature

4 讨论分析

冷轧变形后,热双金属有较大的残余加工应力,因此热双金属在应用前都要进行稳定化热处理来减小或消除残余应力,避免“零点漂移”现象。残余应力的大小对合金的电阻率也会产生影响,见式(2)^[4]:

$$\Delta\rho = C\varepsilon^n \quad (2)$$

式中 C 是比例常数, n 在0~2之间变化。

经稳定化热处理后,残余应力将减小,因此电阻率将随稳定化热处理次数的增加而下降。我们的实验结果也证明了这一点,见图4。

当室温电阻率随稳定化次数的增加不发生变化时,可认为试样中的残余应力达到稳定。因此可以通过测试室温电阻率的变化来确定稳定化热处理的效果,进而确定稳定化热处理的参数(即热处理温度、保温时间、循环次数)。

从图3中可以得到室温时主动层 $Mn_{75}Ni_{15}Cu_{10}$ 的电阻率 $\rho_1 = 1.701 \times 10^{-3} \Omega \cdot mm$,被动层 $Fe_{64}Ni_{36}$ 的电阻率 $\rho_2 = 0.833 \times 10^{-3} \Omega \cdot mm$ 。经光学显微镜测得试样两组元的厚度比为1.16。忽略热双金属中间层对电阻率的影响,根据公式(3)可以求出没有应力存在时,仅热双金属两组元简单并联时室温的电阻率 $\rho = 1.147 \times 10^{-3} \Omega \cdot mm$ 。

$$\frac{1}{\rho} = \frac{1}{l+1} \left(\frac{1}{\rho_1} + \frac{1}{\rho_2} \right) \quad (3)$$

式中 l 为两组元的厚度比。

从图1中可以得到5J11试样经3次循环后室温的实际电阻率 $\rho' = 1.185 \times 10^{-3} \Omega \cdot mm$,比没有应力时的理论值高3%。这表明即使经过3次稳定化热处理,试样中还有残余应力。但这个残余应力主要是冷轧热扩散后冷却到室温过程中因组元热膨胀系数差异较大所致,这种应力是不能通过热稳定化处理消除的,但在反复使用过程中是稳定不变的,不会导致热双金属动作温度的漂移。

5 结论

(1) 经第一次循环热处理后,热双金属的残余应力下降最显著,与合金电阻率的变化趋势相同。

(2) 通过测试室温电阻率,可以表征热双金属稳定化热处理的效果,确定稳定化处理参数。(下转第570页)

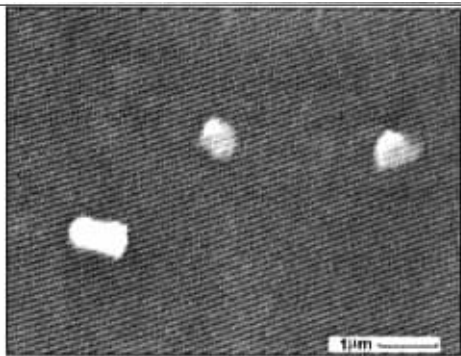


图6 ZrW_2O_8 粉末颗粒在 $\times 20000$ 下的扫描形貌图

Fig 6 SEM image of ZrW_2O_8 powder

4 结 论

(1) 经 X 射线衍射分析,化学沉淀法可以在 1150 ~ 1200℃ 短时间内生成单一的 ZrW_2O_8 粉末。

(2) 通过 TG-DSC 和 XRD 结果分析得出了化学沉淀法制备 ZrW_2O_8 粉体的反应历程。

(3) 经扫描电镜分析 ZrW_2O_8 粉末的粒径最小在 0.5 μm 左右。

参考文献:

- [1] Mary T A ,Evan J S O ,Vogt T ,et al. [J]. Science ,1996 272 90.
- [2] Morito Y ,Wang Shaorong ,Ohshima Y ,et al. [J]. Journal of the Ceramic Society of Japan ,2002 ,110(6) 544-548.
- [3] Morito Y ,Takahashi K ,Wang Shaorong et al. [J]. Journal of the Ceramic Society of Japan ,2002 ,110(9) 807-812.
- [4] Perottoni C A ,da Jornada J A H. [J]. Science ,1998 280(8) 886-889.
- [5] 郑昌琼 ,冉均国. 新型无机材料 [M]. 北京 : 科学出版社 ,2003. 308-309.
- [6] Morito Y ,Wang Shaorong et al. [J]. Journal of the Ceramic Society of Japan ,2002 ,110(6) 544-548.

Synthesis and high temperature transformation of ZrW_2O_8

ZHANG Mei-fen ,YANG Juan ,YAN Xue-hua ,CHENG Xiao-nong

(School of Material Science and Technology , Jiangsu University , Zhenjiang 212013 , China)

Abstract : The compound material ZrW_2O_8 displays special property of isotropic negative thermal expansion (NTE). The precursor of ZrW_2O_8 was prepared by using precipitation route , which was heated at different temperature and showed the transformation process from the precursor to ZrW_2O_8 in heat treatment. The precursor of ZrW_2O_8 was studied by using thermogravimetric and differential scanning calorimeter (TG-DSC) and confirms the range of heat temperature. High temperature X-ray diffraction analysis of the precursor of ZrW_2O_8 shows the transformation process in heat treatment under 1000℃. After the heat treatment up 1000℃ and hardening the powder , X-ray diffraction analysis of the production shows that the purity of ZrW_2O_8 was high which was heated at 1150 ~ 1200℃ for 1h. Scanning electron microscope (SEM) analysis shows micro-appearance and size of ZrW_2O_8 powder about 0.5 μm .

Key words : ZrW_2O_8 precipitation ; high temperature transformation

(上接第 567 页)

参考文献:

- [1] 廖如清. [J]. 仪表材料 ,1990 21(2) :104-110.
- [2] 陈玉安 ,周上棋. [J]. 无损检测 NDT 2001 23(1) :19-22.
- [3] 陶志刚. [J]. 仪表材料 ,1989 20(6) 330-334.
- [4] 田 蔚 ,李秀臣 ,刘正堂. 金属物理性能 [M]. 北京 : 航空工业出版社 ,1994. 27-32.
- [5] 徐启华. 电阻的测量与非电量测 [M]. 陕西 : 陕西科学技术出版社 ,1981. 179-180.
- [6] 周 玉 ,武高辉. 材料分析测试技术 [M]. 哈尔滨 : 哈尔滨工业大学出版社 ,1998. 98-101.
- [7] Hsu Yu-jung ,Chang Yen-hwei ,Chai Yin-lai ,et al. [J]. Thin Solid Films 2002 418 :189-196.
- [8] Hsu Yu-jung ,Hsu ,Chang Yen-hwei ,Chai Yin-lai ,et al. [J]. Sensors and Actuators A 2002 ,101 :160-167.
- [9] Slepyan L ,Ryvkin M ,Fuchs M B. [J]. Acta Astronautica ,1995 37 : 95-103.
- [10] Sudhakar K V. [J]. Engineering Failure Analysis 2002 9 221-225.

Effect analysis of thermal bimetal during stability thermal treatment through resistance

NI Hua¹ , WEN Yu-hua¹ , YAN Mi¹ , ZHANG Zhong-min²

(1. State Key Laboratory of Silicon Materials , Zhejiang University , Hangzhou 310027 , China ;

2. Shanghai Iron and Steel Research Institute , Shanghai 200940 , China)

Abstract : The resistivity and the residual stress of thermal bimetal 5J20110 and its components as a function of stability thermal cycling times were investigated by means of the resistance and X-ray diffraction methods. The results show that after the first stability thermal cycling the decrease of residual stress in 5J20110 was the largest , which was the same as the dependence of resistivity on stability thermal cycling times. The effect of stability thermal cycling treatment can be evaluated through the analysis of resistivity.

Key words : thermal bimetal ; resistivity ; stability thermal treatment ; residual stress