

doi:10.19306/j.cnki.2095-8110.2023.06.014

冷却方式对超因瓦合金热膨胀与软磁性能的影响研究

白超垒¹, 高天逸飞¹, 于湘涛², 俞有幸¹

(1. 北京航空航天大学材料科学与工程学院, 北京 100191;

2. 北京自动化控制设备研究所, 北京 100074)

摘要:通过金相显微镜、X射线衍射分析、热膨胀性能测试和软磁性能测试等方法,研究了850℃均匀化退火后炉冷(FC)、空冷(AC)、水冷淬火(WQ)和液氮淬火(LNQ)四种冷却方式对FeNi₃₂Co₅合金的显微组织、热膨胀和软磁性能的影响,同时进一步分析了回火处理对合金综合性能的影响。结果表明,OS,FC,AC和WQ试样主要为面心立方(fcc)奥氏体相,同时含有少量的体心立方(bcc)相,LNQ试样出现大量bcc马氏体相,退火后各试样晶粒均发生粗化;WQ试样在20~100℃的平均线膨胀系数 $\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})}$ 仅为 $0.38\times 10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$,较原始OS试样降低了56.32%,并且最大磁导率 μ_m 提升至1.908 k,矫顽力 H_c 降低至91.32 A/m;对WQ试样进行315℃回火处理(WQ-TP)后有效改善了由热应力导致的软磁性能损伤,WQ-TP试样的最大磁导率 μ_m 进一步提升至2.993 k,矫顽力 H_c 降低至57.8 A/m,同时保持了优异的低膨胀性能($\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})} = 0.54\times 10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$)。综合考虑下,对均匀化退火后的合金进行水冷淬火和回火处理可获得兼具优异的软磁性能和低膨胀性能的FeNi₃₂Co₅合金。

关键词:FeNi₃₂Co₅合金;冷却方式;低膨胀性能;软磁性能;热处理

中图分类号: TG132.1

文献标志码: A

文章编号: 2095-8110(2023)06-0122-09

Effects of cooling methods on thermal expansion and soft magnetic properties of super-invar alloys

BAI Chaolei¹, GAO Tianyifei¹, YU Xiangtao², YU Youxing¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China;

2. Beijing Institute of Automatic Control Equipment, Beijing 100074, China)

Abstract: The effects of furnace cooling(FC), air cooling(AC), water cooling quenching(WQ) and liquid nitrogen quenching(LNQ) on the microstructure, thermal expansion and soft magnetic properties of FeNi₃₂Co₅ alloy after homogenization annealing at 850℃ are investigated by metallographic microscopy, X-ray diffraction analysis, thermal expansion property test and soft magnetic property test, and the effects of tempering treatment on the comprehensive properties are also further analyzed. The results show that the OS, FC, AC and WQ specimens are mainly consisted of fcc austenite phase with a small amount of bcc phase, while the LNQ specimens show a large amount of bcc martensitic phase, and the grains of each specimen are coarsened after annealing. The average linear expansion coefficient $\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})}$ of the WQ specimens is $0.38\times 10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$ at 20~100℃, which improves the thermal expansion performance by 56.32% compared with OS specimens, and the maximum permeability μ_m is increased to 1.908 k and the

收稿日期: 2023-08-07; 修订日期: 2023-10-16

作者简介: 白超垒(2001-),男,硕士研究生,主要从事软磁合金方面的研究。

通信作者: 于湘涛(1979-),男,博士,研究员,主要从事惯性仪表方面的研究。

coercive force H_c is reduced to 91.32 A/m. The soft magnetic property damage caused by thermal stress is effectively improved after tempering at 315 °C (WQ-TP). The maximum permeability μ_m of the WQ-TP specimens is further increased to 2.993 k and the coercivity H_c is reduced to 57.8 A/m, while maintaining excellent low expansion properties ($\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})} = 0.54 \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$). Under the comprehensive consideration, the FeNi₃₂Co₅ alloy with excellent soft magnetic and low expansion properties can be obtained by water-cooled quenching and tempering after homogenized annealing.

Key words: FeNi₃₂Co₅ alloy; Cooling methods; Low expansion properties; Soft magnetic properties; Heat treatment

0 引言

近年来,航天航空及国防工业迅速发展,传感器等精密器件对材料的研发和使用提出了更为苛刻和复杂的要求,大部分材料在受热时会因非简谐的晶格振动而膨胀,线膨胀系数过大或不匹配都会导致仪器精度降低。FeNi₃₂Co₅ 超因瓦合金在室温范围内具有极低的线膨胀系数,是制作室温附近尺寸恒定计量器件、热双金属被动层、谐振腔零件和天文仪器架构等的理想材料^[1-3]。然而加速度计、重力仪等元件在克服温度变化的同时还需要应对复杂磁场环境,对材料的软磁性能要求更高,当前商用超因瓦合金的软磁性能并不能满足这一需求($H_c > 79.6$ A/m),因此亟需发展兼具优异软磁性能与低膨胀特性的合金。当前针对因瓦系合金的研究主要集中在改善力学性能方面^[4-6],而磁学性能方面未得到应有的关注^[7]。FeNi₃₂Co₅ 作为一款软磁合金,其软磁性能与合金的热处理工艺紧密相关,因此可通过对 FeNi₃₂Co₅ 合金采用不同的热处理工艺调节合金的组织结构和内应力等,改善合金的综合性能。

均匀化处理可在一定程度上减小合金化学成分的不均匀性、改善组织偏析、消除内应力,从而改善合金的性能。超因瓦合金的均匀化退火温度选取在 820~880 °C 内^[8]。在均匀化处理过程中,冷却方式的选择尤为重要,不同的冷却方式往往会影响合金的组织结构,从而导致合金性能出现显著差别。其中炉冷、空冷、水冷及液氮冷却的冷却速率(v_{FC} 、 v_{AC} 、 v_{WQ} 及 v_{LNQ})依次增大。根据试样尺寸大小,炉冷冷却速率 $v_{FC} = 0.02 \sim 0.03$ °C/s,空冷冷却速率 $v_{AC} = 3 \sim$

5 °C/s,室温水冷冷却速率 $v_{WQ} > 140$ °C/s^[9],而液氮淬火冷却速率比水冷大 5 倍左右,汽化潜热是水的 1/11,在液氮中淬火实质上是气体冷却^[10]。Kim 等^[11]研究了因瓦合金在连铸过程中的热裂形成机理,发现合金脆性断裂向韧性断裂的转变温度会随着冷却速率的增加而升高,当冷却速率增加到 100 °C/min 时,转变温度升至低于固相温度 43 °C 左右处,合金组织由柱状枝晶转变为等轴枝晶,热裂纹在初生枝晶间形成;Sridharan 等^[12]研究了 Fe_{63.48}Ni_{30.55}Co_{5.72}C_{0.25} 及 Fe_{63.40}Ni_{30.10}Co_{6.50} 合金,发现可以通过变形、低温处理、改变奥氏体化温度和冷却速率来调整微观结构中奥氏体与马氏体的相对数量,进而调整合金的线膨胀系数。均匀化处理后为了减少冷却过程中产生的内应力往往要进行回火处理^[13],董亚强等^[14]在 Fe-Si-B-C-Cu 纳米晶合金中发现消除内应力后,会促进 α -Fe 晶体的生长,饱和磁感应强度 B_s 提高到 1.80 T,矫顽力 H_c 降低到 9.4 A/m,得到了优异的软磁性能。

本文采用不同的冷却方式对 FeNi₃₂Co₅ 超因瓦合金进行退火冷却处理,同时研究了退火冷却后材料中不同的显微组织和相结构变化对热膨胀性能和软磁性能的影响,并进一步分析了回火后合金性能的变化,探讨了性能改善的机制,以期优化 Fe-Ni₃₂Co₅ 合金的综合性能提供参考。

1 实验方法

实验所用材料为商用超因瓦合金(FeNi₃₂Co₅)棒材,铸锭开锻温度 1 050 °C,终锻温度大于 750 °C,合金成分见表 1。

表 1 超因瓦合金(FeNi₃₂Co₅)的化学组成

Tab. 1 Chemical composition of super-invar alloy (FeNi₃₂Co₅)

	wt%								
元素	Ni	Co	Cu	Mn	C	P	S	Si	Fe
含量	31.5~33	3.2~4.2	0.4~0.8	0.2~0.6	≤0.05	≤0.02	≤0.02	≤0.02	余量

为探究不同冷却方式下对超因瓦合金的组织性能影响,依据行业标准 YB/T 5241-2014《低膨胀铁镍、铁镍钴合金》中铁镍钴合金热处理工艺,首先将清洗完毕的试样封入真空石英管中进行均匀化热处理,在 850 °C 下保温 1 h 后,选取炉冷(FC)、空冷(AC)、以水为介质的淬火(WQ)和以液氮为介质的淬火(LNQ)四种冷却方式。封管热处理炉选用 ZHX-03173 型台式炉,控温精度为 ± 1 °C,满足实验需求。回火处理选择在 315 °C 下保温 2 h 后随炉冷却,选用 OTF-1200X 型真空管式炉(真空度为 10^{-4} Pa),控温精度 ± 1 °C,满足实验需求。

对不同热处理工艺下的试样进行微观分析、热膨胀性能测试和软磁性能测试:采用日本理学 D/MAX-2500 粉末衍射仪 Cu 靶 $K\alpha$ 射线测得 X 射线衍射谱;采用 LEICA DM4000 金相显微镜观察金相显微组织;依据 GB/T 6394-2002《金属平均晶粒度测定方法》中截点法测得合金晶粒度;采用 NIM-2000s 软磁材料磁性能测试系统对试样的软磁性能进行测试。依照国标 GB/T 13012-2008,试样为圆环状,尺寸为外径 $\Phi 24$ mm、内径 $\Phi 22$ mm、厚度 6 mm,磁化匝数 N_1 为 30,测量匝数 N_2 为 60。采用 NETZSCH DIL402C 热膨胀分析仪对试样的热膨胀性能进行测试,试样为圆柱状,尺寸为 $\Phi 4$ mm \times 25 mm,在 20~300 °C 内测得热膨胀性能。

2 结果与分析

2.1 不同冷却方式对 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 微观组织影响

$\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金经不同冷却方式处理后的 XRD 衍射谱如图 1 所示,其中液氮淬火 LNQ 试样的 XRD 图谱出现了明显的(110) α 和(211) α 峰,体心

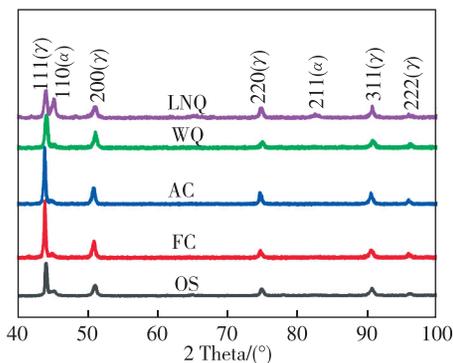
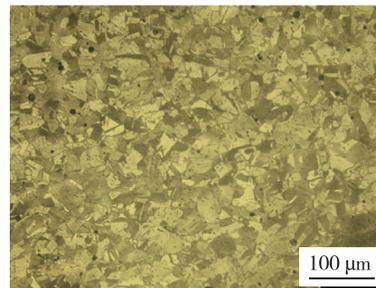


图 1 不同冷却方式下 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 的 XRD 衍射谱

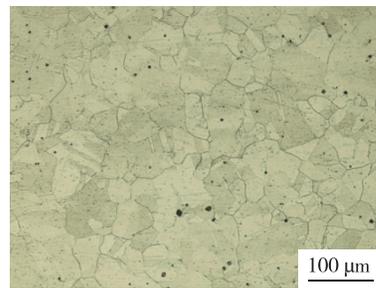
Fig. 1 XRD diffraction spectra of $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ under different cooling methods

立方(bcc)相含量为 40%左右。原始 OS 试样、炉冷 FC 试样、空冷 AC 试样和水冷淬火 WQ 试样 XRD 衍射结果表明基体主要为面心立方(fcc)奥氏体相,另外还出现了少量的 bcc 相,其相对含量分别为 10%,6%,7%和 9%左右。

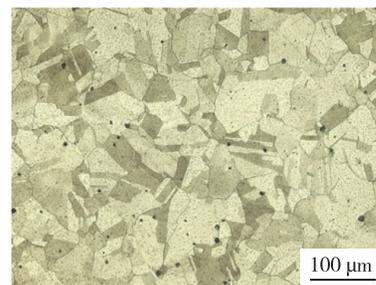
不同冷却方式下 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的金相显微组织如图 2 所示,从图 2(a)中可以看出,OS 试样的金相组织为均匀的等轴晶组织,晶粒尺寸较为细小。图 2(b),(c)和(d)分别为 FC,AC 和 WQ 试样的金相组织,可以看出经过退火后冷却后晶粒有明显粗化,尺寸分布均匀并伴有少量穿晶型和中止型的退火孪晶,但由于 bcc 相含量较少所以并未观察到明显的 bcc 马氏体相。图 2(e)中经液氮冷却后 LNQ 试样合金组织出现了大量透镜状马氏体,这与图 1 中 LNQ 试样的 XRD 衍射谱结果一致,合金组织由



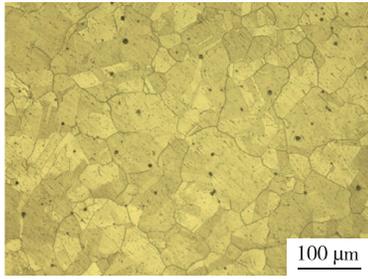
(a) OS



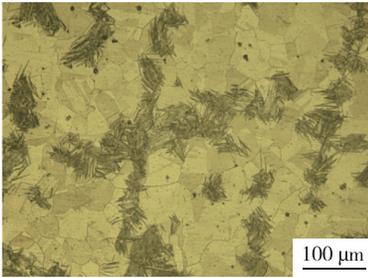
(b) FC



(c) AC



(d) WQ



(e) LNQ

图 2 不同冷却方式下 FeNi₃₂Co₅ 合金的金相显微组织

Fig. 2 Metallographic microstructure of FeNi₃₂Co₅ alloy with different cooling methods

bcc 马氏体和未转变的 fcc 奥氏体共同组成,其中马氏体相部分呈点状分布,部分呈交叉网状分布。表 2 为不同冷却方式下合金的晶粒度和晶粒尺寸,对比 FC,AC,WQ 和 LNQ 试样的晶粒尺寸可知,均匀化退火后三种冷却方式的晶粒尺寸均增大至 35 μm 左右,这表明在未发生相变时冷却方式的改变对 FeNi₃₂Co₅ 合金的晶粒尺寸影响不大。

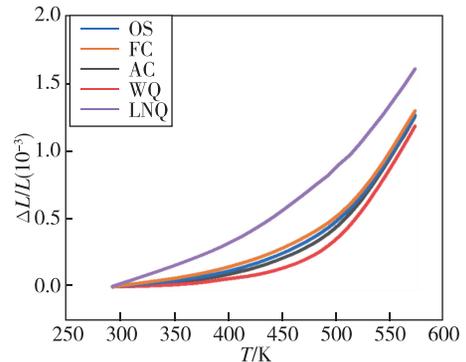
表 2 不同冷却方式下 FeNi₃₂Co₅ 合金的晶粒度和晶粒尺寸
Tab. 2 The grain size and grain size of specimens of FeNi₃₂Co₅ alloy with different cooling methods

冷却方式	晶粒度	晶粒尺寸/μm
OS	8.33	19.7
FC	6.78	33.7
AC	6.49	37.3
WQ	6.64	35.4
LNQ	6.59	36.0

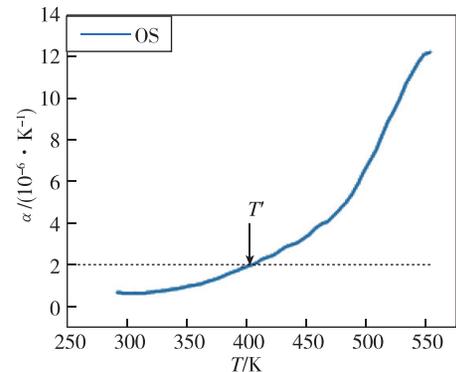
2.2 不同冷却方式下 FeNi₃₂Co₅ 的热膨胀性能

图 3(a)为不同冷却方式下 FeNi₃₂Co₅ 合金的相对长度改变量 $\Delta L/L$ 随温度变化曲线,对该曲线微分后得到不同冷却方式下(FC/AC/WQ/LNQ)合金的瞬时线膨胀系数 α 曲线(b)~(f),其中 T' 为低膨胀特性($\alpha = 2.0 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$)对应温度,表 3

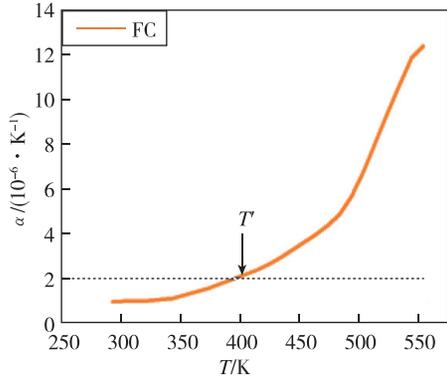
为不同冷却方式下 FeNi₃₂Co₅ 的平均线膨胀系数。从图 3(a)中可以看出发生马氏体相变的 LNQ 试样相对长度改变量 $\Delta L/L$ 较高,并随着温度的升高而急剧增大,其对应的 α 值随温度变化关系如图 3(f)所示,在 293~573 K 内,LNQ 试样的 α 值随温度的升高几乎呈线性增长,并始终高于 $2.0 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$,在温度升高至 375 K 后, α 值保持线性增长并迅速升高至 $10.0 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$ 以上,马氏体为 bcc 结构,奥氏体为 fcc 结构,两者结构致密度相差 6%,故而发生马氏体相变后发生线性膨胀^[15]。OS 试样与 FC 试样在 293~400 K 保持平缓, $\Delta L/L$ 值保持在 $0.1 \times 10^{-3} \sim 0.2 \times 10^{-3}$,其 α 值在此温度范围内始终保持在 $2.0 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$ 以下;AC 试样的 α 值在 293~425 K 内保持在 $2.0 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$ 以下,在 20~100 °C 内平均线膨胀系数 $\alpha_{(20 \sim 100 \text{ } ^\circ\text{C})}$ 为 $0.66 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$,线膨胀系数降低了 24.14%;WQ 试样在 293~440 K 内始终满足低膨胀合金性能要求,其低膨胀特性温度 T' 较 OS 试样升高了 40 K,并且 $\alpha_{(20 \sim 100 \text{ } ^\circ\text{C})}$ 仅为 $0.38 \times 10^{-6} \cdot K^{-1}$,较 OS 试样降低了 56.32%,在四种退火冷却试样中最佳。由上可以看出,除了发生马氏体相变的 LNQ 试样不满足低膨胀特性外,FC,AC 和 WQ 试样的低膨胀特性温度 T' 逐渐升



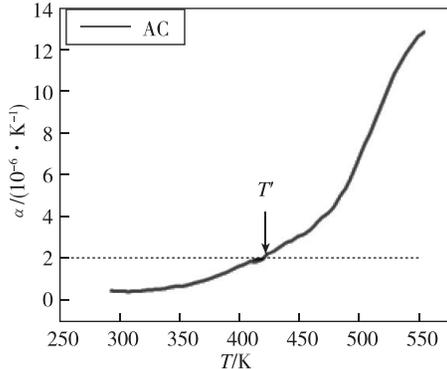
(a) 不同冷却方式下 FeNi₃₂Co₅ 合金的相对长度改变量 $\Delta L/L$ 随温度变化曲线



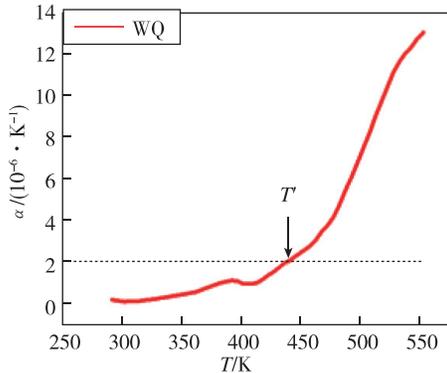
(b) OS 瞬时线膨胀系数 α 曲线



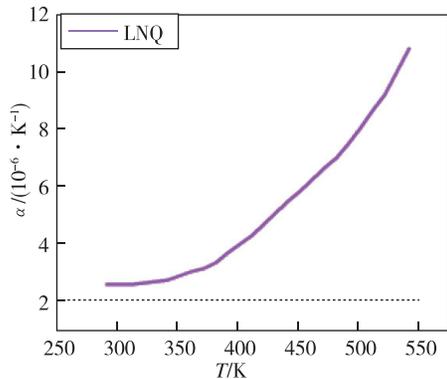
(c) FC 瞬时线膨胀系数 α 曲线



(d) AC 瞬时线膨胀系数 α 曲线



(e) WQ 瞬时线膨胀系数 α 曲线



(f) LNQ 瞬时线膨胀系数 α 曲线

图 3 不同冷却方式下 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的相对长度改变量 $\Delta L/L$ 随温度变化曲线及瞬时线膨胀系数 α 曲线

Fig. 3 Relative length change $\Delta L/L$ curve with temperature with different colling methods of $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ alloy and instantaneous linear expansion coefficient α curve

表 3 不同冷却方式下 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的平均线膨胀系数
Tab. 3 Average coefficient of linear expansion coefficient of $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ alloy samples with different cooling methods

冷却方式	20~100 °C ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)	20~200 °C ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)	20~300 °C ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)
OS	0.87	1.85	4.50
FC	1.18	2.07	3.41
AC	0.66	1.61	4.46
WQ	0.38	1.14	4.21
LNQ	2.76	3.85	5.69

高,其热膨胀性能也逐渐提升。这是由于在未发生马氏体相变时,随着冷却速率的增大,缺陷密度增大导致晶格畸变区增多^[16],这些畸变区的热弛豫部分弥补了升温导致的体积膨胀,但畸变区的增多在优化膨胀性能的同时也会降低合金的软磁性能。

2.3 不同冷却方式下 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 的软磁性能

不同冷却方式下 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的软磁性能如图 4 所示,原始 OS 试样软磁性能较差,其初始磁导率 μ_i 与最大磁导率 μ_m 分别为 0.264 6 k 和 0.862 9 k,矫顽力 H_c 为 265.5 A/m。其中,磁导率及矫顽力为结构敏感参数,受晶粒尺寸及杂质等因素影响,而饱和磁感应强度 B_s 对结构不敏感,它取决于材料的化学成分和密度等^[17],因此随着冷却方式的改变, B_s 数值虽然先增大后减小,但整体变化不大。图 4(a)所示为不同冷却方式处理下初始磁导率 μ_i 与最大磁导率 μ_m 的变化情况,二者变化趋势相同, μ_i 与 μ_m 均先增大后减小。其中 AC 试样的 μ_i 与 μ_m 值分别为 1.469 k 和 3.711 k,相较于 OS 试样分别提高了约 4.5 倍和 3.3 倍,矫顽力 H_c 仅为 39.52 A/m,在四种冷却方式中最低,仅为 OS 试样的 1/7 左右,软磁性能表现最佳。LNQ 试样的 μ_i 与 μ_m 值分别为 0.288 3 k 和 0.645 6 k,矫顽力 H_c 增大至 319.6 A/m,这是由于马氏体相变增加了大量微观缺陷,如位错、层错和孪晶等,这会增大对磁畴壁的钉扎作用,从而会在一定程度上降低合金的软磁性能^[18];一般来说,矫顽力 H_c 主要随晶粒大小变化,与晶粒尺寸往往成反比^[19-20],而 WQ 试样的晶粒尺寸仅与 AC 试样相差 5%,但矫顽力 H_c 却是 AC 试样的 2.3 倍,为 91.32 A/m,原因是水冷淬火的冷却速率远高于空冷,试样经历汽膜期、沸腾期和对流期三个冷速差异极大的阶段,热冲击等产生的应力损伤会

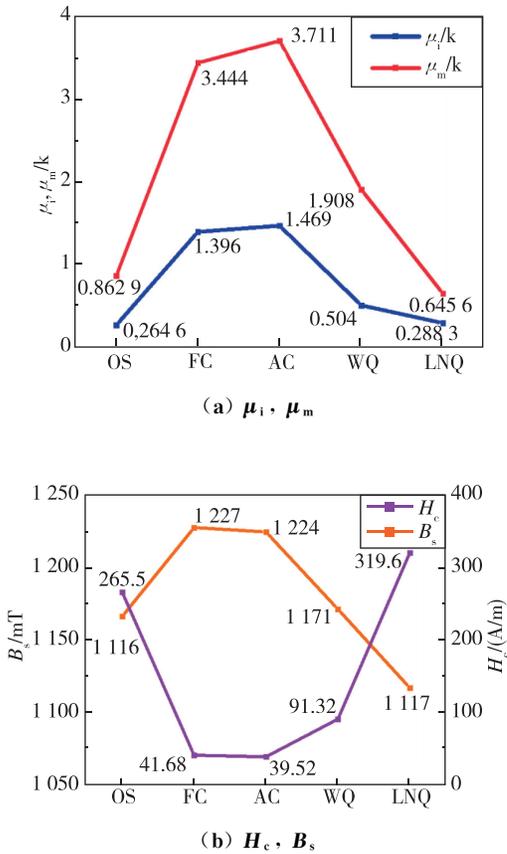


图 4 不同冷却方式下 FeNi₃₂Co₅ 合金的软磁性能
Fig. 4 Soft magnetic properties of FeNi₃₂Co₅ alloy with different cooling methods

降低合金的软磁性能。

2.4 回火处理对 FeNi₃₂Co₅ 合金的膨胀性能及软磁性能影响

为了减少热冲击带来的应力损伤,对 WQ 试样和 LNQ 试样进行了回火处理(WQ-TP, LNQ-TP)。图 5 为 WQ 试样回火前后的软磁性能对比,可以看出 WQ 试样在回火后矫顽力 H_c 由 91.32 A/m 降至 57.8 A/m,降幅为 36.71%,最大磁导率 μ_m 由 1.908 k 提高至 2.993 k,增幅为 36.25%,是 OS 试样的 3.5 倍左右,软磁性能提升明显,这说明回火处理可有效改善 WQ 试样由热应力导致的软磁性能恶化问题。LNQ 试样在淬火过程中发生马氏体相变,回火处理后矫顽力有所降低,为 276.7 A/m,仍处于较高水平,原因是回火处理虽然可改善由热应力导致的软磁性能恶化问题,但不能消除马氏体相,马氏体相的钉扎作用可显著增大矫顽力,是影响 LNQ 软磁性能的主要原因。

WQ 及 LNQ 试样回火前后的热膨胀性能如图 6 所示,图 6(a)为 WQ 试样与 LNQ 试样回火前

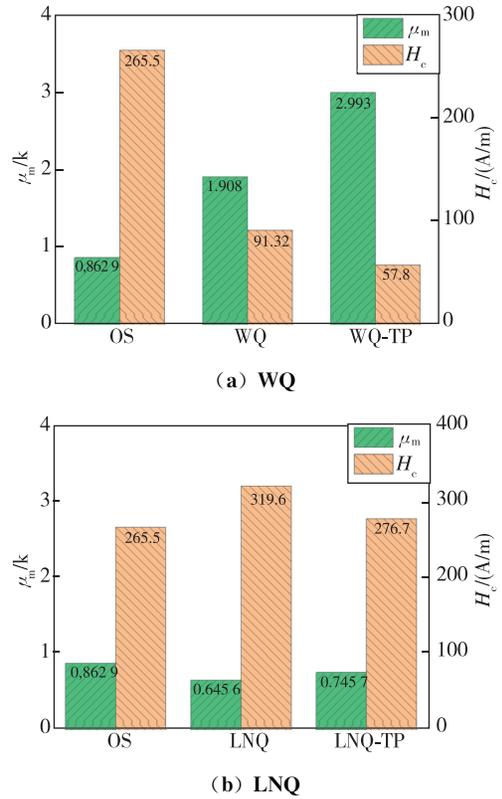
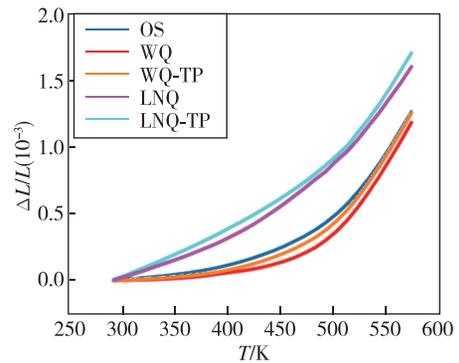
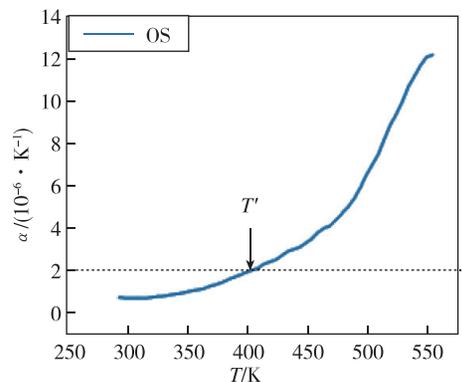


图 5 回火后 FeNi₃₂Co₅ 合金的软磁性能
Fig. 5 Soft magnetic properties of FeNi₃₂Co₅ alloy after tempering



(a) 回火前后 FeNi₃₂Co₅ 合金的相对长度改变量 $\Delta L/L$ 随温度变化曲线



(b) OS 瞬时线膨胀系数 α 曲线

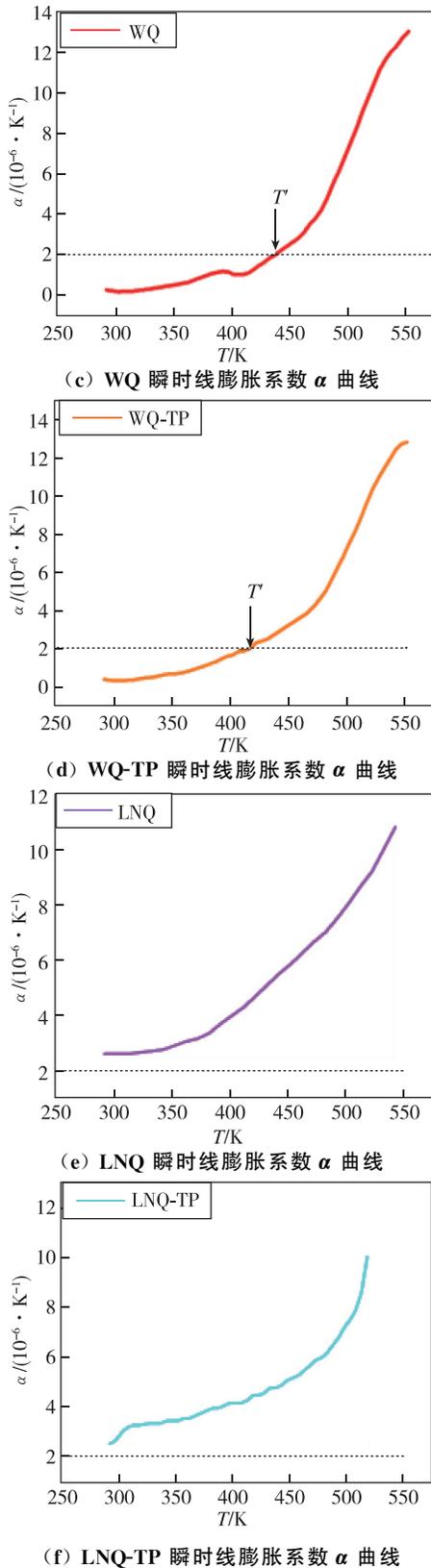


图 6 回火前后 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的相对长度改变量 $\Delta L/L$ 随温度变化曲线及瞬时线膨胀系数 α 曲线

Fig. 6 Curve of relative length $\Delta L/L$ of $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ alloy with temperature and instantaneous linear expansion coefficient α curve before and after tempering

后的相对长度改变量 $\Delta L/L$ 在 293~573 K 范围内随温度变化曲线,可以看出经过回火后, WQ 试样在 293~400 K 内的相对长度改变量 $\Delta L/L$ 几乎没有变化,在温度升高至 400 K 后略有增大。WQ 试样与 WQ-TP 试样的瞬时膨胀系数 α 随温度变化曲线如图 6(c)和(d)所示,其中 WQ-TP 试样的低膨胀特性温度 T' 为 420 K,较 WQ 试样降低了 20 K。表 4 为回火前后 WQ 试样和 LNQ 试样的平均线膨胀系数,可以看出, WQ-TP 试样在 20~100 °C 内的平均线膨胀系数 $\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})}$ 由 $0.38 \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ 增大至 $0.54 \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$,仍远低于 OS 试样,且该低膨胀特性与目前多种类型的低膨胀合金相比更具优势^[21-24]。经过回火后 WQ 试样的热膨胀性能略有降低,但相较于 OS 试样,仍保持着优良的低膨胀特性。LNQ 试样与 LNQ-TP 试样的瞬时线膨胀系数 α 随温度变化曲线如图 6(e)和(f)所示, LNQ-TP 试样未出现低膨胀区,从表 4 中可以看到 LNQ-TP 试样的平均线膨胀系数进一步增大, $\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})}$ 为 $3.35 \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ 。

表 4 回火前后 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的平均线膨胀系数

Tab. 4 Average coefficient of linear expansion coefficient of $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ alloy after tempering

试样名称	20~100 °C ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)	20~200 °C ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)	20~300 °C ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)
OS	0.87	1.85	4.50
WQ	0.38	1.14	4.21
WQ-TP	0.54	1.54	4.46
LNQ	2.76	3.85	5.69
LNQ-TP	3.35	4.06	6.04

3 结论

1) $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的显微组织经不同冷却方式处理后有明显差异: FC, AC 和 WQ 试样基体主要为 fcc 奥氏体相,同时含有少量 bcc 相,经过退火后其晶粒较原始 OS 试样明显发生粗化,但不同冷却方式之间的晶粒尺寸差异不大。液氮淬火 LNQ 试样发生马氏体相变,在金相组织中观察到大量透镜状马氏体相,合金组织由奥氏体和马氏体共同组成。

2) 不同冷却方式对 $\text{FeNi}_{32}\text{Co}_5$ 合金的综合性能影响显著: 其中 FC, AC 和 WQ 试样在 20~100 °C 内的平均线膨胀系数 $\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})}$ 逐步降低,低膨胀特性温度 T' 逐渐提高。FC, AC 和 WQ 试样经退火冷却后晶粒发生粗化,软磁性能均有提升,其中 AC 的最

大磁导率 μ_m 达到了 3.711 k, 矫顽力 H_c 为 39.52 A/m, 软磁性能最佳。

3) 对水冷淬火试样进行 315 °C 回火处理有效地改善了由热应力导致的软磁性能恶化问题, WQ-TP 试样的 μ_m 增大至 2.993 k, H_c 为 57.8 A/m, 同时保持了优异的低膨胀性能 ($\alpha_{(20\sim 100\text{ }^\circ\text{C})} = 0.54 \times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)。综合考虑 FeNi₃₂Co₅ 合金的性能指标, 对均匀化热处理后的合金进行水冷淬火和回火处理可获得兼具优异的软磁性能和低膨胀性能的 FeNi₃₂Co₅ 合金。

参考文献

- [1] 杨正, 刘晓鹏, 符佳, 等. Mn 元素对 Fe-Ni-Co 合金热膨胀性能影响[J]. 稀有金属, 2013, 37(3): 501-505.
YANG Zheng, LIU Xiaopeng, FU Jia, et al. Thermal expansion properties of Fe-Ni-Co super-invar alloy with Mn[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2013, 37(3): 501-505(in Chinese).
- [2] 邢绍美. 4J32 低膨胀合金及其工艺性[J]. 航天工艺, 1998(6): 33-35.
XING Shaomei. 4J32 low-expansion alloys and processability[J]. Aerospace Manufacturing Technology, 1998(6): 33-35(in Chinese).
- [3] ZAKHAROV A I, PEREPELKINA A M, SHIRYAEVA A N. Effect of alloying on thermal expansion of superinvar alloy[J]. Metal Science and Heat Treatment, 1972, 14(6): 539-541.
- [4] SRIDHARAN K, WORZALA F J, DODD R A. Heat treatment and microstructure of an Fe Ni Co Invar alloy strengthened by intermetallic precipitation[J]. Materials Characterization, 1992, 29(4): 321-327.
- [5] 陈保安, 张强, 王瑞红, 等. 热处理对 Fe-Ni 合金丝力学性能和膨胀特性的影响[J]. 工程科学学报, 2018, 40(11): 1351-1357.
CHEN Baoan, ZHANG Qiang, WANG Ruihong, et al. Influence of heat treatments on the tensile properties and thermal expansion behavior of Fe-Ni wire[J]. Chinese Journal of Engineering, 2018, 40(11): 1351-1357(in Chinese).
- [6] ZHAO Y, SATO Y S, KOKAWA H, et al. Microstructure and properties of friction stir welded high strength Fe-36wt%Ni alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(25): 7768-7773.
- [7] 龙毅, 周兰, 强文江, 等. 钴、铜元素含量对超因瓦合金磁性温度稳定性的影响[J]. 功能材料, 1999(1): 21-23.
LONG Yi, ZHOU Lan, QIANG Wenjiang, et al. Influence of cobalt and copper element contents on the magnetic temperature stability of superinvar alloys [J]. Journal of Functional Materials, 1999(1): 21-23 (in Chinese).
- [8] 石照夏, 颜晓峰, 段春华, 等. 成分与热处理对 4J36 合金力学和物理性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2014, 35(12): 31-36.
SHI Zhaoxia, YAN Xiaofeng, DUAN Chunhua, et al. Effect of composition and heat treatment on mechanical and physical properties of 4J36 alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2014, 35(12): 31-36(in Chinese).
- [9] 高志廷, 闫焉服, 宋克兴, 等. 不同温度水的冷却特性及 45 钢的水淬[J]. 热处理, 2012, 27(5): 60-62.
GAO Zhiting, YAN Yanfu, SONG Kexing, et al. Cooling power of different temperature water and quenching of 45 steel in water[J]. Heat Treatment, 2012, 27(5): 60-62(in Chinese).
- [10] 超低温淬火(液氮淬火)[J]. 金属热处理, 2011, 36(12): 26.
Ultra-low temperature quenching (liquid nitrogen quenching)[J]. Heat Treatment of Metals, 2011, 36(12): 26(in Chinese).
- [11] KIM S K, LEE Y D, HANSSON K, et al. Influence of cooling rate on the hot cracking formation of Nickel rich alloys[J]. ISIJ International, 2002, 42(5): 512-519.
- [12] SRIDHARAN K, WORZALA F J, DODD R A. Martensitic transformation and invar effect in Fe-Ni-Co alloys [J]. Materials Chemistry and Physics, 1991, 30(2): 115-119.
- [13] 刘俊杰. 残余应力对软磁材料磁性能的影响[J]. 航空兵器, 2004(6): 28-31.
LIU Junjie. Effect of residual stress on the magnetic properties of soft magnetic materials [J]. Aero Weaponry, 2004(6): 28-31(in Chinese).
- [14] JIA X, ZHANG B, ZHANG W, et al. Direct synthesis of Fe-Si-B-C-Cu nanocrystalline alloys with superior soft magnetic properties and ductile by melt-spinning [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 108: 186-195.
- [15] 孙悦. Fe-Ni 合金因瓦效应影响因素探究[D]. 北京: 中国石油大学, 2019.
SUN Yue. Study on the influencing factors of Invar effect of Fe-Ni alloy[D]. Beijing: China University of Petroleum, 2019(in Chinese).

- [16] MIAO J, FAN Y, LI H, et al. Revealing the effects of cooling rate on soft magnetic properties of $(\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1})_{86}\text{Ni}_1\text{B}_{13}$ amorphous alloy [J]. *Intermetallics*, 2022, 146: 107583.
- [17] 徐兰兰. 1J50合金磁性能和尺寸稳定性优化工艺及机理的研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2013.
XU Lanlan. Study on the optimized process and mechanism of 1J50 alloy magnetic properties and dimensional stability[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2013(in Chinese).
- [18] 曹光明. 退火对软磁合金的最大磁导率影响的机理研究[J]. 潍坊高等专科学校学报, 2000(1): 41-42.
CAO Guangming. Study on mechanisms of the effect of annealing on maximum permeability of soft magnetic alloy[J]. *Journal of Weifang College*, 2000(1): 41-42(in Chinese).
- [19] ADLER E, PFEIFFER H. The influence of grain size and impurities on the magnetic properties of the soft magnetic alloy 47.5% NiFe[J]. *IEEE Transactions on Magnetics*, 1974, 10(2): 172-174.
- [20] RAMESH R, THOMAS G, MA B M. Magnetization reversal in nucleation controlled magnets. II. Effect of grain size and size distribution on intrinsic coercivity of Fe-Nd-B magnets[J]. *Journal of Applied Physics*, 1988, 64(11): 6416-6423.
- [21] 毕梦熊. 因瓦合金(INVAR)100年[J]. 上海冶金情报, 1997(4): 20-26.
BI Mengxiong. Invar(INVAR)100 years[J]. *Shanghai Metallurgical Information*, 1997(4): 20-26(in Chinese).
- [22] SVISTUNOVA E L, GULYAIEV A A. Effect of composition and heat treatment on the structure and properties of Fe-Ni-Be invar alloys[J]. *Metal Science and Heat Treatment*, 1992, 34(2): 128-132.
- [23] 孙中华, 孙道柱, 刘洁, 等. 合金元素对热轧 Fe-36Ni 因瓦合金组织和性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2017, 38(4): 87-92.
SUN Zhonghua, SUN Daozhu, LIU Jie, et al. Influence of alloy elements on microstructure and properties of hot-rolled Fe-36Ni invar alloy[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2017, 38(4): 87-92(in Chinese).
- [24] 李研, 冯佃臣. Fe-Ni-Cu 低膨胀系数合金的研究[J]. 内蒙古石油化工, 2010, 36(5): 19-20.
LI Yan, FENG Dianchen. Study of Fe-Ni-Cu low expansion coefficient alloys[J]. *Inner Mongolia Petrochemical Industry*, 2010, 36(5): 19-20(in Chinese).

(编辑: 黄利华)