

重复热处理对 1J116 材料磁性能 及机械性能的影响

迟 淳, 张 勇

(西安航天发动机厂, 陕西 西安 710100)

摘 要: 为研究 Fe-Cr 耐蚀软磁合金 1J116 经重复热处理后其磁性能和机械性能的变化, 从数理统计、磁性能理论和微观组织分析等方面进行了比较研究和试验。结果表明重复热处理可显著提高材料的磁性能, 不会引起材料机械性能的恶化, 且使合金的塑性水平有一定程度的提高。

关键词: 软磁合金; 重复热处理; 磁性能; 机械性能

中图分类号: V46

文献标识码: A

文章编号: (2007) 06-0049-05

Effect of reheat treatment on magnetic and mechanical properties of 1J116 material

Chi, Chun, Zhang Yong

(Xi'an Space Engine Factory, Xi'an 710100, China)

Abstract: Based on statistic distribution analysis, magnetic theory and microstructure analysis, an investigation was made on the effect of reheat treatments on magnetic properties and mechanical properties. The results show that not only the magnetic properties are evidently improved by reheat treatment as well the plasticity in some extent while the mechanical properties are not degenerated. The results can be adopted by heat treatment technique for 1J116 soft magnetic alloy in practice.

Key words: soft magnetic alloy; reheat treatment; magnetic properties; mechanical properties

1 引言

Fe-Cr 耐蚀软磁合金 1J116 是航天产品中应

用最广泛的软磁合金, 大量用于在水气、氧化性介质和胍类等活性介质中工作的电磁阀。

生产中采用真空退火的工艺使零件达到所需的磁性能, 但是部分炉批材料经过一次真空退火

收稿日期: 2006-10-26; 修回日期: 2007-01-10。

作者简介: 迟淳 (1971—), 男, 高工, 研究领域为金相分析和失效分析。

处理后，磁性能不合格，需要进行重复热处理。但重复热处理与材料磁性能和机械性能的对应关系及重复热处理对材料的磁性能和机械性能有无不良影响是一个需要研究的问题。

2 研究方法

拟从下面两个方面对上述问题展开研究：对以往多炉批材料的重复热处理磁性能数据进行统计分析，寻找重复热处理与磁性能各参数之间的对应规律；采用试验件对热处理工艺进行模拟实验和对比分析，寻找重复热处理对材料机械性能的影响规律，并借助金相分析手段，从重复热处理后的材料组织变化等方面进行研究。

3 数理统计分析

利用统计学原理，对多年来经重复热处理的产品试环磁性能数据进行统计分析。每批材料按标准取三个试环进行磁性能测试，当其中出现一个试环不合格即判本批材料不合格。

3.1 数学模型的建立

采用数理统计学理论中的单因素方差分析方法予以分析。设在一项试验中，因素 A 有 r 个不同水平 A_1, A_2, \dots, A_r ，在水平 A_i 下的试验结果 X_i 服从正态分布 $N(\mu_i, \sigma^2)$ ($i=1,2,\dots,r$)，且 X_1, \dots, X_r 相互独立。现在水平 A_i 下做了 n_i 次试验，获得了 n_i 个试验结果 X_{ij} ($j=1,2,\dots,n_i$)，它可以看成是取自总体 X_i ($i=1,2,\dots,r$) 的一个样本。由于 X_{ij} 服从正态分布 $N(\mu_i, \sigma^2)$ ，故 X_{ij} 与 μ_i 的差可以看成是一个随机误差 ε_{ij} ， ε_{ij} 服从正态分布 ($i=1,2,\dots,r; j=1,2,\dots,n_i$)。于是单因素方差分析的数学模型可以表示为

$$\left. \begin{aligned} X_{ij} &= \mu_i + \varepsilon_{ij} \\ \varepsilon_{ij} &\sim N(0, \sigma^2) \end{aligned} \right\}$$

其中，诸 ε_{ij} 相互独立。现在的任务是检验上述同方差的 r 个正态总体的均值是否相等。

试验数据的数学模型可写为

$$X_{ij} = \mu + \alpha_i + \varepsilon_{ij} \quad (i=1,2,\dots,r; j=1,2,\dots,n_i)$$

即可检验假设 $H_0: \alpha_1 = \alpha_2 = \dots = \alpha_r \leftrightarrow H_1$ ，至少有一个 $\alpha_i \neq 0$ ($i=1,2,\dots,r$) 是否成立的问题。这里采用离差平方和分解的方法予以计算，具体推导步骤见文献 [3]。将所有分析列成方差分析表，见表 1。

表 1 方差分析公式
Tab.1 Variance analysis formula

方差来源	离差平方和	自由度	平均离差平方和	F 值	显著性
组间	$Q_A = \sum_{i=1}^r n_i (\bar{X}_i - \bar{X})^2$	$r-1$	$\bar{Q}_A = \frac{Q_A}{r-1}$		
组内	$Q_E = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - \bar{X}_i)^2$	$n-r$	$\bar{Q}_E = \frac{Q_E}{n-r}$	$F = \frac{\bar{Q}_A}{\bar{Q}_E}$	*
总和	$Q_T = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - \bar{X})^2$	$n-1$			

给定显著性水平 α ，从 F 分布数值表中查得 $F_\alpha(r-1, n-1)$ 的值，使

$$P\{F \geq F_\alpha(r-1, n-r)\} = \alpha$$

一次抽样后由样本值计算得 F 的数值，若

$$F \geq F_\alpha(r-1, n-r)$$

则拒绝假设 H_0 ，即可认为在显著性水平 α 下，因素的不同水平对实验结果有显著影响；若

$$F < F_\alpha(r-1, n-r)$$

则接受假设 H_0 , 即可认为在显著性水平 α 下, 因素的不同水平对实验结果无显著影响。

表中 Q_T 在计算 F 值时并未用到, 它只用以核对 $Q_T=Q_A+Q_E$ 是否成立, 起校核作用。其中显著性一栏, 当 $\alpha=0.05$ 时, 若检验显著, 打一个“*”号; 当 $\alpha=0.01$ 时, 若检验显著, 打两个“**”号; 若检验不显著, 则不打“*”号。

3.2 数据计算

对首次处理后磁性能不合格和合格, 并分别经两次和三次热处理的试环磁性能进行分析计算, 得出两次和三次热处理对 1J116 材料磁性能影响的评估。

试样磁性能测试数据方差分析结果见表 2。

表 2 磁性能测试值方差分析
Tab.2 Variance analysis for magnetic property testing results

试样分类	评估参数	F 值	$F_{0.01}$	显著性
经二次热处理试环	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 89.93 B_{800} 46.89 B_{3200} 4.84 H_c 81.75	6.72	**
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 7.06 B_{800} 46.89 B_{3200} 0 H_c 17.97		
	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 84.50 B_{800} 25.00 B_{3200} 4.17 H_c 39.40		
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 0.70 B_{800} 0.065 B_{3200} 0 H_c 4.29		
经三次热处理试环	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 89.93 B_{800} 46.89 B_{3200} 4.84 H_c 81.75	7.22	**
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 7.06 B_{800} 46.89 B_{3200} 0 H_c 17.97		
	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 84.50 B_{800} 25.00 B_{3200} 4.17 H_c 39.40		
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 0.70 B_{800} 0.065 B_{3200} 0 H_c 4.29		
经三次热处理试环	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 84.50 B_{800} 25.00 B_{3200} 4.17 H_c 39.40	4.71	**
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 0.70 B_{800} 0.065 B_{3200} 0 H_c 4.29		
	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 84.50 B_{800} 25.00 B_{3200} 4.17 H_c 39.40		
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 0.70 B_{800} 0.065 B_{3200} 0 H_c 4.29		
经三次热处理试环	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 84.50 B_{800} 25.00 B_{3200} 4.17 H_c 39.40	7.56	**
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 0.70 B_{800} 0.065 B_{3200} 0 H_c 4.29		
	首次热处理磁性能不合格试环	B_{240} 84.50 B_{800} 25.00 B_{3200} 4.17 H_c 39.40		
	首次热处理磁性能合格试环	B_{240} 0.70 B_{800} 0.065 B_{3200} 0 H_c 4.29		

3.3 统计结果分析

对于经首次热处理后磁性能不合格的试环, 由热处理对 1J116 材料磁性能影响的评估所得到的计算结果可以看出, 重复热处理 (二到三次) 对磁感应强度 B 值中 B_{240} 、 B_{800} 和矫顽力 H_c 值影

响较大, 在经过重复热处理后 B_{240} 、 B_{800} 和 H_c 值得到了明显提高; 而重复热处理对 B_{3200} 影响不大, B_{3200} 值对重复热处理反应迟钝。从理论角度讨论, 这些试环在经首次热处理时, 内部的晶粒没有充分长大, 材料内部仍存在一些小区域成分偏析、组织偏析和杂质。这些因素的存在对材料的磁性能 (特别是 B_{240} 、 B_{800} 和 H_c 值) 会造成不利影响, 而随着热处理次数的增加, 组织均匀化程度的提高, 杂质元素向真空中不断挥发, 晶粒不断长大, 材料得到了净化, 磁性能也相应得到了提高, 逐步趋近于材料本身的饱和磁性能。

对于经首次热处理后磁性能合格的试环, 由计算结果可以看出, 二次热处理对 B_{240} 和 H_c 值影响相对较大, 对 B_{800} 、 B_{3200} 影响不显著。而三次热处理对 B_{240} 、 B_{800} 、 B_{3200} 和 H_c 值影响均不大。这些磁环只经过单次热处理, 其内部晶粒就已经充分长大, 组织得到净化, 磁性能已经达到合格的程度, 也就是说接近于材料本身的饱和磁性能, 这时增加热处理次数也不会再对材料的磁性能产生显著影响。

4 模拟试验分析

4.1 试验位置及分组

用试验件对热处理工艺进行模拟试验和对比分析, 研究重复热处理对材料机械性能的影响。

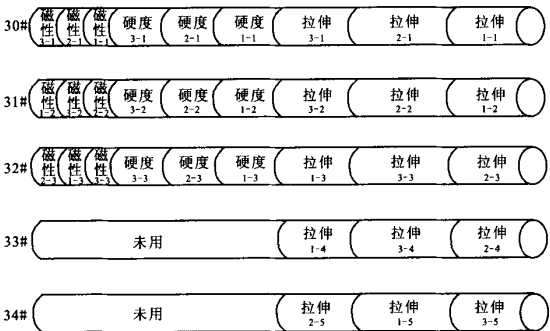


图 1 试验取样示意图

Fig.1 Sampling positions

试样采用一次复验合格的 $\Phi 45\text{mm}$ 棒材, 试

样位置见图 1，图中数字为试样编码，试样分组情况见表 3。

表 3 试样分组情况

Tab.3 Sample groups

组 别	拉 伸 试 样					硬 度 试 样			磁 性 试 样		
第一组 (模拟一次退火)	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-1	1-2	1-3	1-1	1-2	1-3
第二组 (模拟二次退火)	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-1	2-2	2-3	2-1	2-2	2-3
第三组 (模拟三次退火)	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-1	3-2	3-3	3-1	3-2	3-3

4.2 试验结果

重复热处理次数对材料磁性能、机械性能的影响曲线分别见图 2 和图 3。

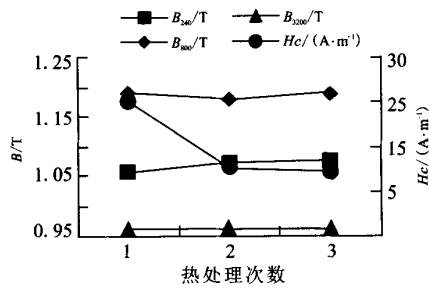


图 2 热处理次数对磁性能的影响

Fig.2 The effect of reheat treatment on magnetic properties

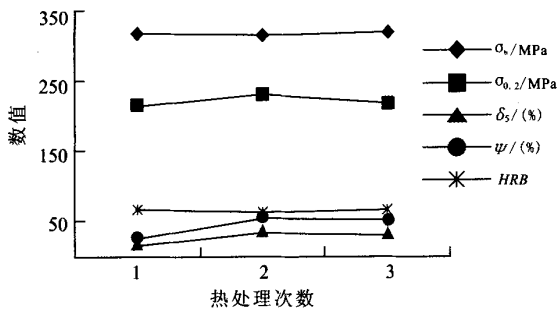


图 3 热处理次数对力学性能的影响

Fig.3 The effect of reheat treatment on mechanical properties

重复热处理对材料金相组织的影响见图 4、图 5 和图 6。

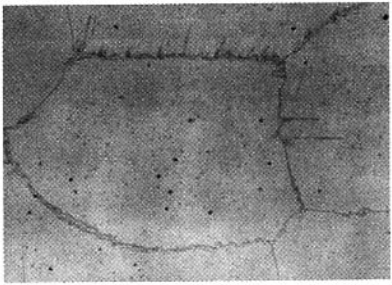


图 4 一次热处理金相组织

Fig.4 Microstructure after one heat treatment

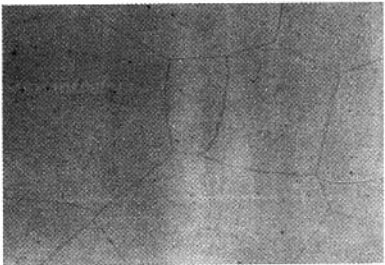


图 5 二次热处理金相组织

Fig.5 Microstructure after two heat treatments

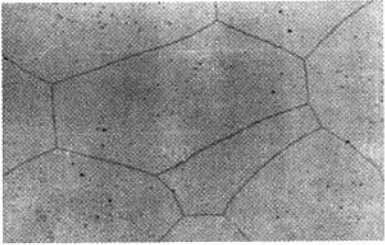


图 6 三次热处理金相组织

Fig.6 Microstructure after three heat treatments

4.3 试验结果分析

在低磁场强度下,一次热处理合格的材料经二次热处理后,其磁感应强度 B_{240} 值略有增加,但经三次热处理后 B_{240} 值几乎保持不变;在中等及高磁场强度下,一次热处理合格的材料经二、三次热处理后,其磁感应强度 B_{800} 、 B_{3200} 值基本不发生变化,与一次热处理保持在同一水平;矫顽力 H_c 值在经二次热处理后大幅度下降,降幅几乎达到一次热处理值的一半,但在经三次热处理后变化不大;重复热处理对一次热处理合格材料的强度 σ_b 、 $\sigma_{0.2}$ 及硬度没有明显影响,其数值维持在同一水平。只有塑性指标 δ_5 、 ψ 在经第二次热处理后有较明显的提高,而在随后的第三次热处理后几乎维持不变。

结合图4、图5和图6分析,经一次热处理磁性能合格的材料,其等轴大尺寸 α 铁素体晶粒已经形成,该组织是利磁性能、且具有较高稳定性的组织,决定了材料在磁场中会表现出接近饱和程度的磁感应强度。少量沿晶析出相的存在对磁感应强度影响很小,但对矫顽力 H_c 有明显影响,随着重复热处理析出相不断溶解,组织应力减小且更加趋于稳定,促使矫顽力 H_c 降低至较理想的水平。

5 结论

对于经首次热处理后磁性能不合格的试环来说,重复热处理(二到三次)能够显著提高

1J116 产品的磁性能 B_{240} 、 B_{800} 、 H_c ,但对 B_{3200} 贡献不大;对于经首次热处理后磁性能合格的试环来说,二次热处理对 B_{240} 和 H_c 值影响相对较大,对 B_{800} 、 B_{3200} 影响不显著,而三次热处理对 B_{240} 、 B_{800} 、 B_{3200} 和 H_c 值均无显著影响。

重复热处理不会对 1J116 材料的使用性能造成不良影响,反而能显著降低矫顽力 H_c ,且能产生使磁感应强度 B_{240} 有一定程度提高的效果。同时重复热处理不会引起 1J116 材料机械性能的恶化,相反在一定程度上还提高了合金的塑性水平,更有利于它的使用。

参考文献:

- [1] 董哲,陈国钧,彭伟锋.高温应用软磁材料[J].金属材料,2005,(1):35-41.
- [2] 王笑天 主编.金属材料学 [M].北京:机械工业出版社,1988.
- [3] 数理统计编写组编.数理统计[M].西安:西北工业大学出版社,2001.
- [4] 冈毅民 主编.中国不锈钢腐蚀手册[M].北京:冶金工业出版社,1992.
- [5] 刘筱薇,杨治立,张明运,等.不锈钢软磁合金研究 [J].功能材料,2005,36(12):1820-1823.
- [6] 何时金,刘亚丕,任旭余.软磁材料的发展趋势[J].磁性材料及器件,2003,(3):26-29,32.
- [7] 刘筱薇,雷亚,杨治立,等.新型耐蚀软磁合金的研制[J].功能材料,2006,37(12):1884-1887.

(编辑:陈红霞)