

超细晶粒金属

〔美〕 约翰J.伯克 编
沃克·威斯

王燕文 张永昌 译 周宝群 校

国防工业出版社

超细晶粒金属

〔美〕 约翰J.伯克 编
沃克·威斯

王 燕 文 译
张 永 昌
周 宝 群 校

国防工业出版社

内 容 简 介

本书从实验技术和理论分析方面较全面地论述了超细晶粒金属。内容包括：超细晶粒的获得方法与原理；晶粒尺寸对力学性能的影响；超细晶粒金属的变形与破断机理；超细晶粒金属的超塑性及其成型应用等。

可供金属物理、金属学、材料强度、金属铸造和金属压力加工等专业的科技人员及大专院校师生阅读参考。

Ultrafine-Grain Metals
John J. Burke and Volker Weiss
Syracuse University Press 1970

超细晶粒金属

〔美〕 约翰 J. 伯克 编
沃克·威斯
王 燕 文 译
张 永 昌
周 宝 群 校

国防工业出版社出版

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
国防工业出版社印刷厂印装

850×1168 $\frac{1}{32}$ 印张 12 308 千字

1982年12月第一版 1982年12月第一次印刷 印数：0,001— 3,100册

统一书号：15034·2441 定价：1.50元

译者的话

晶粒尺寸直接关系到金属的性能。晶粒的超细化能使金属在低温下表现出相当高的强度；在高温时，则比一般材料，尤其是比粗晶材料的强度低得多。但有意义的是，超细晶粒金属在一定的温度和变形速度条件下会呈现出超塑性。金属的这种特异的超塑特性引起了学术界和工业界的广泛注意和重视，从六十年代中后期以来，已有不少科研论文发表。同时，有些超细晶粒材料的超塑性已在成形加工领域里获得了应用。

本书为美国 Sagamore 第 16 届军用材料研究会议的论文集，书中汇编了一些著名科学家的文章。这些论文对于细化晶粒的冶金方法和热处理方法、金属晶粒超细化后的力学性能和变形机理、超细晶粒金属呈现超塑效应的特点及其应用等作了较系统的论述和分析研究。

我国对于金属超塑性的研究虽然开展得比较晚，但进展较快，并已于 1977 年及 1980 年相继召开了全国性的超塑性技术交流会。因而，为了配合我国金属超塑性事业的发展，特翻译此书，供大家阅读参考。全书共十七篇论文，其中第 1、5、6、8、9、10、11、12、13 篇由一机部机电研究所王燕文翻译，第 2、3、4、7、14、15、16、17 篇由科学院金属研究所张永昌翻译，全书由宝山钢厂周宝群审校。

译者

目 录

1. 超细晶粒金属的强度特性	1
2. 用凝固法制取超细晶粒金属组织	28
3. 通过合金化控制获得超细晶粒	68
4. 用粉末冶金法制取细晶粒金属和合金	77
5. 按照拐点机制获得微细共格析出物组织	86
6. 用热循环法控制晶粒尺寸	123
7. 再结晶和晶粒细化	153
8. 超细晶粒合金的塑性	171
9. 晶粒尺寸影响金属流动应力的加工硬化模型	198
10. 晶粒尺寸对疲劳的影响	214
11. 晶间断裂	227
12. 晶界在裂纹生长过程中的作用	238
13. 细晶粒材料的非牛顿粘性扩散流变理论	269
14. 超塑性应用的现状	294
15. 超塑性细晶粒合金的板材成形	323
16. 微观复相的镍-铁-铬合金	343
17. 一种超塑性金属的交替应变行为	361

1. 超细晶粒金属的强度特性

R. W. Armstrong

摘 要

无论从实验的或理论的观点来看, 都很有必要研究超细晶粒金属的强度特性。实验表明, 超细晶粒金属在低温下强度极高, 而接近熔化温度时强度极低。在低温情况下, 超细晶粒金属的屈服强度、断裂强度、硬度和疲劳强度都由于晶粒细化而增加。低温强度的理论计算表明, 某种连续介质的分析并不适用, 而且在各种无联系的、表示屈服和断裂过程的晶粒位错模型之间存在着很大差别。高温时, 晶粒细化通常使晶界软化, 并在恒应力作用下会使塑性变形率不断增加。由于许多原因, 高温理论强度很不易估算, 主要是因为很难说明晶界的结构特征及其在变形过程中发生变化的本质。

引 言

为什么晶粒要超细化?

某些实用性的考虑

许多实验数据表明, 在力学试验过程中, 倘若试验温度相当的低而可以忽略由于扩散而产生的物质迁移的话, 退火金属的强度会随着晶粒的细化而增加^[1~14]。这种强化作用通常认为是由晶粒细化本身而引起的, 并已在各种机械性能的测试中得到了证实。这就是说, 许多金属和合金, 当晶粒细化时, 例如由常规的平均

晶粒直径 1 毫米细化到 10 微米时,其屈服强度^[1~4]、各种应变程度时的流动应力^[5~7]、断裂强度^[4,5,8]、硬度^[9~12]和疲劳强度^[13,14]都有提高。所有这些测试在五十年以前均已作过。这些测量值清楚地说明,在上述晶粒直径范围内,晶粒尺寸的细化是材料机械性能获得全面提高的有效措施。

高温时,由于扩散过程亦成为一种在原子水平上的塑性变形机制,那么晶粒尺寸对强度性能的影响就同上述情况恰恰相反^[1,15]。即材料因晶粒尺寸的减小而弱化。但在这样的温度范围内,能测定金属强度与晶粒尺寸关系的试验方法极少,也很少有可能对每一种性能进行测量。在研究低温下晶粒尺寸如何提高金属强度的一些早期的测试数据中发现,如果温度相当高时,细晶材料就比粗晶材料弱^[1]。有篇报告指出^[15],在不同晶粒尺寸的试样上(其晶粒尺寸变化幅度相当显著)进行恒应力蠕变试验时发现,在小晶粒尺寸情况下,最低蠕变速率随着晶粒尺寸的减小而增大。根据恒应力条件下塑性应变速率的不同,可用来作为评价材料强度的另一种方法,其结果可看作是晶粒弱化的一个例子。新近的一些金属的超塑性拉伸试验数据表明^[16,17],在塑性变形范围内,为使应力值保持恒定,就要随着晶粒逐步细化的不同试样而相应地增大其变形速率。

毫无疑问,存在着某些可实际利用的可能性,即只要设法使材料的晶粒细化,就能使该材料在高温应用时弱化。在许多情况下,这是很有利的,因为由于材料的微细晶粒,在高温下就极易进行大变形量加工,而在低温时却有很高的强度。

某些理论上的考虑

目前尚没有任何完整的理论可用于定量估算晶粒尺寸对低温强度或高温强度的影响。在低温强度方面的最新理论认为,晶粒尺寸会对各个滑移带上的应力集中特性产生影响(此应力集中是由外应力中的剪切应力分量所造成的^[2~7,18,19])。这种理论的基础是:多晶体晶界往往是传播位错滑移和孪生过程的主要障碍因素。

因而, 一般情况下, 使材料发生屈服、塑性变形或断裂的内应力集中与晶粒尺寸无关。根据这些前提, 在任何一种以滑移带应力集中特性为基础的模型中, 其剪切应力 τ 与滑移带长度或平均晶粒直径 l 的关系可写成下式

$$\tau = \tau_0 + k_s l^{-1/2} \quad (1)$$

式中 τ_0 为没有晶界阻力情况下导致滑移的剪切应力, k_s 为发生于滑移带顶端的应力集中值^[2~4, 18, 19]。

对于整块材料宏观塑性变形的研究资料也相当充分地反映了微观范畴的塑性变形。就是说, 当大块的多晶体变形时, 流动应力几乎会作用于材料的所有晶粒上, 也会作用于每个晶粒内相当多的变形系统上, 这样就保持了晶粒间局部塑性流变的连续性。此种考虑包含了平均方位因子 m 的计算, 而此因子是用来使晶粒内作用的切应力系统向整体的应变张量坐标系统转换的。从而, 等式 (1) 中的 τ 值与外应力 σ 的关系^[20~22] 为

$$\sigma = m\tau \quad (2)$$

假设多晶体的每一个晶粒经受了与整体材料相同的应变, 则已估算出几种类型多晶体结构的 m 值。面心立方 (FCC) 结构的 $m = 3.1$ ^[20], 体心立方 (BCC) 结构的 $m \approx 2.9$ ^[23], 密排六方 (HCP) 金属的 $m \approx 6.5$ ^[7]。

上面的论述表明, 即使多晶体最简单的塑性变形过程中, 也必须懂得两个主要的概念: 各个滑移带要突破晶粒的边缘, 必须有如等式 (1) 所示的剪切内应力的集中; 而在考虑材料内部应变的连续性时, 就要考虑到这些切应力必然和外加应力之间有等式 (2) 所示的那种关系。等式 (1) 和 (2) 的组合, 得出应力和晶粒尺寸的关系^[7, 24]

$$\sigma = m\tau_0 + mk_s l^{-1/2} \quad (3)$$

当材料屈服变形时, τ_0 应看作是单晶体塑性变形时在很多滑移系上起作用的切应力^[25]。这种应力通常略大于使单晶体的单一滑移系开始塑性流变所需的切应力。将等式 (3) 与 FCC、BCC

和 HCP 金属的屈服强度与晶粒尺寸关系的实验数据进行比较后,证明了这种相互关系的理论。假设晶粒尺寸无穷大 ($l^{-1/2}=0$), 则外推的多晶体屈服应力值通常表示为 σ_0 。此 σ_0 值与镁^[5,26]、铝^[8]、 α -铁^[27]和弹壳黄铜^[28]等单晶体的临界切应力实验值相一致。

多晶体屈服强度与晶粒尺寸的关系用斜率值 k_y 表示, 理论上此值可根据等式 (3) 确定如下

$$k_y = m k_s \quad (4)$$

因而, 如果 m 和 (或) k_s 能达到很大值, 则 k_y 值也很大。实验表明, 钢和某些 BCC 金属的 k_s 值很大, 主要是因为晶界上偏析的填隙杂质有增强作用。在没有这些杂质的特殊偏析效应时, BCC 的 k_y 值将不会与纯 FCC 材料的 k_y 值有很大的差别, 因为两者的 m 值并无很大差别。此理论已为实验进一步所证实: 当铁脱碳后, 测得的 k_y 值 (正如预计的那样) 减小^[7,29]。可以认为, 某些溶质在 FCC 合金晶界上的偏析使这种结构形式获得大的 k_y 值, 这很可能就是在弹壳黄铜上测得大 k_y 值的一个原因^[7]。HCP 金属的 k_y 值应是相当大的, 因为理论上认为此种金属具有大的 m 和 k_s 值。此种金属之所以能容易地获得大 m 值, 是因为易于激活而且参与变形的滑移系较少的缘故。为了保持塑性变形时的应变连续性, 就必需有足够大的切应力作用于晶界区域上, 以便活化那些难变形的滑移系, 从而可望获得某种大 k_s 值。同理, HCP 纯金属的 k_y 值大于 BCC 纯金属所测得的 k_y 值^[7,26]。多晶体镁的 k_y 值与温度的关系与用另外方法独立测定的活化棱形系 $\{11\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 滑移^[26]所需的切应力分量相一致, 且根据早先金相学的研究, 此应力对协调晶粒间的塑性流变有重要的作用。

其它一些不太直接的测试进一步证实了等式 (3) 所包含的某些理论观点。钢铁应变时效特性与晶粒尺寸关系的测定结果和碳原子在多晶体晶界上的扩散模型相一致^[30]。在某些钢^[31]、钼^[32]、铌^[32]和镍^[33]材料的晶界上测得了因晶界偏析而引起的一种特殊的显微硬度。对于铌来说, 认为溶质原子会优先在亚晶界

上偏析, 甚至在多晶体材料中也成为滑移带的主要障碍^[34]。最近在铌单晶亚晶界上测得的特殊显微硬度, 似可进一步证实这种看法^[35]。

BCC、FCC 和 HCP 金属的脆性^[4,5]和韧性^[8,36]的断裂强度(按照下式)也与其晶粒尺寸的平方根倒数有关

$$\sigma_F = \sigma_{o_F} + k_F l^{-1/2} \quad (5)$$

式中 σ_{o_F} 和 k_F 为实验常数。断裂过程的 k_F 值可由产生不稳定裂纹模型的位错理论明确地估算如下

$$k_F \geq \left[\frac{6\pi G\gamma}{(1-\nu)} \right]^{1/2} \quad (6)$$

式中 G 为剪切模量, γ 为材料表面能, ν 为泊桑比^[37]。用更精确的计算获得的结果与此基本相同^[38]。根据位错理论, k_F 应大于 k_y 。因为, 为了产生不稳定裂纹要比产生塑性流变需要更高的应力集中。这点已在许多情况下得到明确的证实^[4,5,8,36], 同时, 这就形成了以细化晶粒降低退火 BCC 和 HCP 金属韧性-脆性转化温度的基础^[26,39]。虽然不是经常地但却往往出现这样的情况, 即材料的加工硬化很少受晶粒尺寸的影响^[7], 因而 k_y 和 k_s 的差别反映了由于晶粒细化而增加的韧性。晶粒细化能增加材料强度和韧性的这种潜力, 将会大大促进微细晶粒材料的生产。

正在进行详细的研究^[19], 以求进一步从理论上估算等式(3)~(6)中的参数。主要的问题在于正确估算各种位错机构中的 k 值。从等式(3)和等式(5)中可以看出, 在计算微细晶粒时, 对所计算的任何一个 k 值, 即使有微小的变化都会对 σ 产生极大的影响。因此, 在超细晶粒情况下, 单个滑移带上每一位错对于应力集中的影响就极为重要。为了在滑移带顶端形成应力集中 τ^* , 其所需要的有效切应力 τ_e 取决于滑移带上的位错数 n 。当位于平面滑移带上的同号刃型位错为无限长时^[40,41], 则

$$\tau_e = \frac{\tau^*}{n} \quad (7)$$

对于常规范围内的晶粒尺寸和屈服强度值来说, n 值在100和1000之间。滑移带上每增加1个位错所引起的应力的相对变化可由(7)式得出

$$\frac{\Delta\tau_e}{\tau_e} = -\frac{1}{n} \quad (8)$$

若 n 值不大——比如10左右时, 则其中任意的一个 n 值都会使 τ_e 发生实质性的变化^[42]。由于有如此大的应力变化, 就有可能通过极细晶粒材料的强度测量来发现各个位错的不连续性。用微细晶粒的脆性金属在微应变试验机上进行拉伸试验是达到此目的的有效方法。

以上论述从理论角度表明, 根据下列理由检查极细晶粒材料的低温强度是重要的, 这些理由是: (1) 需要确定应力与 $l^{-1/2}$ 的关系是否正确; (2) 需要在各种位错模型中区分出哪些模型用来解释在常规晶粒尺寸下测得的 k 值; (3) 为了能区分出单个位错对于超细晶粒材料的理论预计极限强度的影响。

由于晶粒细化增强的材料性能

实验结果

如图1所示, 测定了再结晶工业纯银的屈服强度和韧性断裂强度(晶粒直径的范围达到将近1微米)^[43]。图中还列出了一些常规晶粒尺寸范围的早期测试数据^[44]。根据图1中的新数据, 在5%和20%应变时测得的流动应力和晶粒尺寸的关系, 其 k_f 值(在一定应变量 ε 下流动应力对于 $l^{-1/2}$ 的斜率)基本上与由原始屈服强度所确定的关系相一致。这些测量表明, k_y 值的确定对屈服强度值是不敏感的, 而加工硬化主要是对 σ_0 有影响。与 k_y 相比, k_p 值较大, 这是由于在晶粒细化时均匀延伸明显增大而造成的。手册上关于银的屈服强度和断裂强度数值, 大体上同图1所示的平均应力的水平相当^[45]。然而, 由于晶粒细化, 最细晶粒材料的屈服强度和断裂强度却是上述各值的三倍。对银所测得的新 k 值并

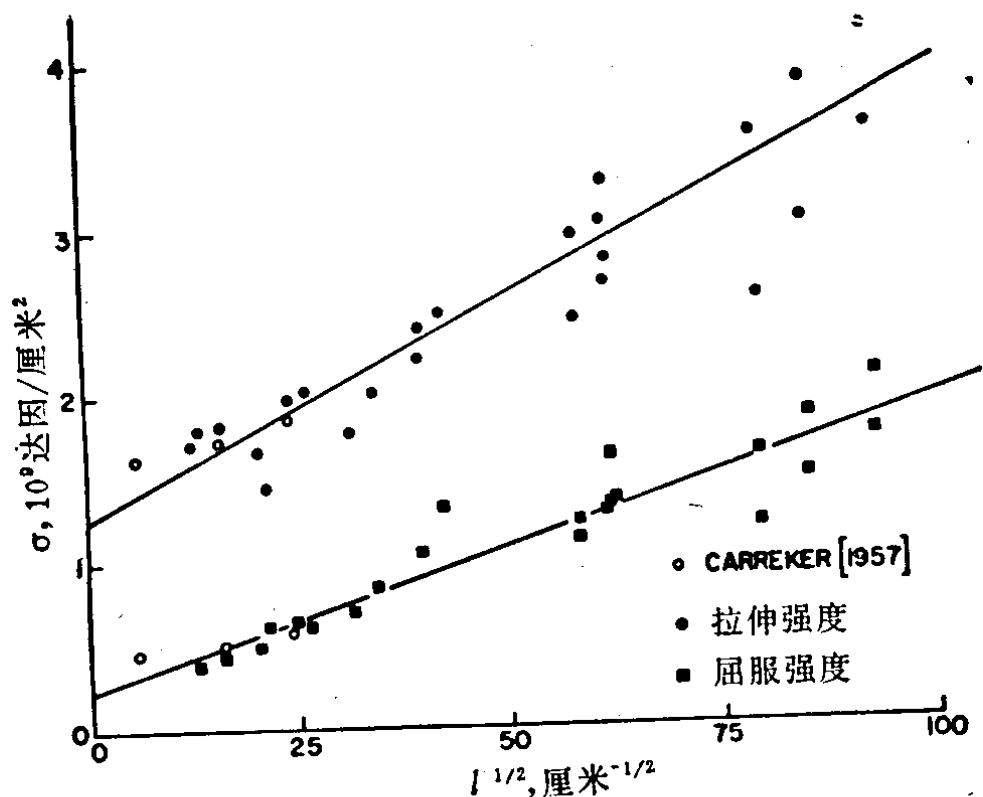


图1 银的屈服强度和断裂强度与晶粒尺寸的关系

不比其它标准的纯 FCC 金属的 k 值格外的大。因而，在不纯的 FCC、BCC 或 HCP 金属中，就可能在相同的晶粒尺寸范围内观察到更大的强化作用。

使 α 钛晶粒细化到超细晶粒所增加的硬度值示于图 2^[46]。此时，用金刚石角锥测得的硬度 H 遵循下列关系

$$H = H_0 + k_H l^{-1/2} \quad (9)$$

式中 H_0 和 k_H 为实验常数^[47]。这些硬度-晶粒尺寸数据所包括的晶粒尺寸范围比任何先前测量中所用的都宽。例如，这些数据可与图 2 中所示的附加数据点相比较，即与常规晶粒尺寸范围的多晶材料的数据相比较^[48]；而 $l^{-1/2} = 0$ 处即表示了单晶体的硬度测定值^[49]。这些情况说明，当流动应力和应变为某些特殊数值时，硬度与流动应力-晶粒尺寸曲线有关^[10,12]。因而图 2 的数据表明， α 钛的屈服强度和流动应力可因晶粒细化而明显增加。这点与常规晶粒尺寸范围的 α 钛的最新实验数据相一致^[50]。

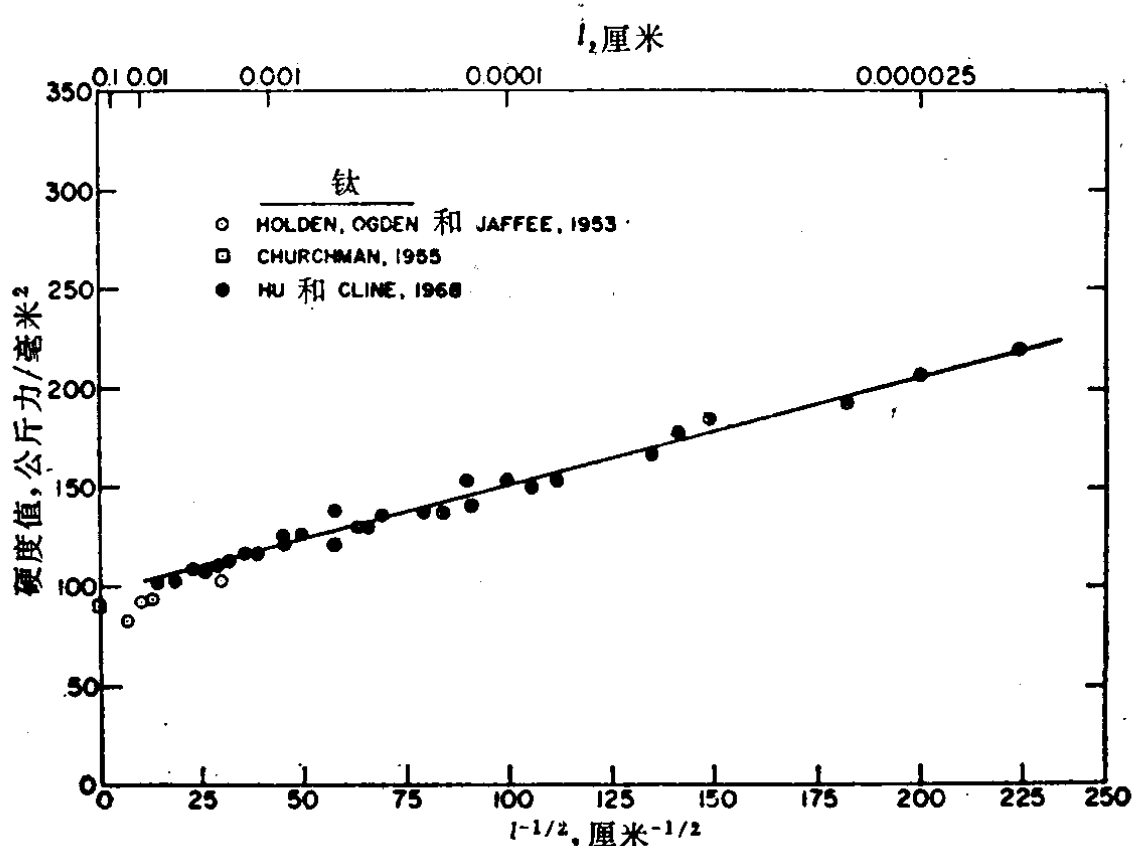


图2 α 钛的硬度与晶粒尺寸的关系

在晶粒尺寸相当小的低碳钢中, 发现材料的疲劳极限与晶粒尺寸有关。不发生疲劳断裂的最低应力 σ_{FL} (疲劳极限) 随着晶粒细化而增加。图3表明, σ_{FL} 的实验数据遵循下式关系^[14]

$$\sigma_{FL} = \sigma_{O_{FL}} + k_{FL} l^{-1/2} \quad (10)$$

式中, 同一材料的实验常数 $\sigma_{O_{FL}}$ 和 k_{FL} 分别大于和小于 σ_{O_y} 和 k_y 。图1中银的 k_{FL} 值比 k_y 值大50%, 且与无明显屈服点的纯铁的 k_y 值相同^[7]。图3中表示的阿姆可 (Armco) 铁的补充试验数据曲线可作比较之用^[51]。这些数据表明, 只有在微细晶粒尺寸时疲劳强度才小于屈服强度^[52~55]; 对于中等晶粒尺寸的阿姆可铁来说, 疲劳强度^[52]和屈服强度^[53]数值差不多相同; 如果是大晶粒尺寸, 则在疲劳试样中仅有少数晶粒能经受大应力作用, 多晶体的疲劳强度会高于屈服强度; 同样, 在单晶体中亦是如此, 其疲劳强度^[54]大于所作用的临界屈服剪切应力^[55]。

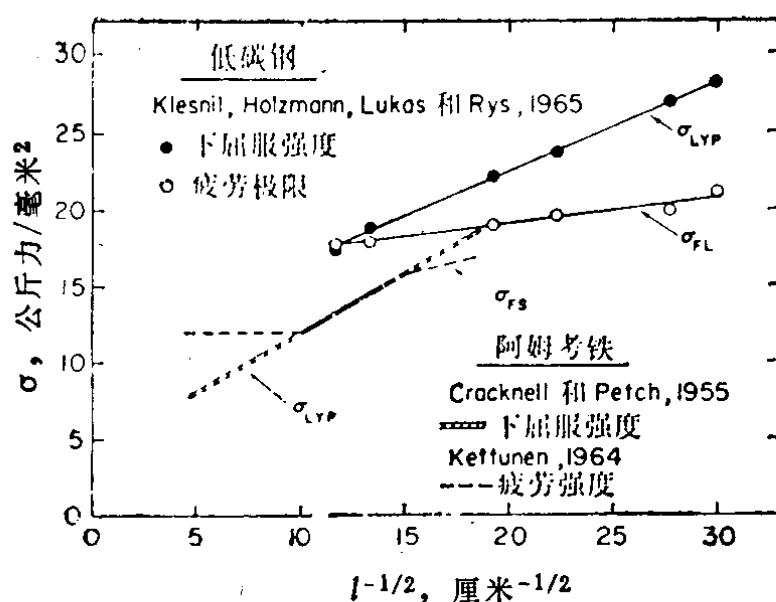


图 3 不同试样尺寸及晶粒尺寸的铁和钢的疲劳强度

实验数据的外推

不同显微组织的铁和钢所能达到的各种屈服强度值的范围列于图 4。这里,是用含碳铁晶体^[55]和铁晶须^[56]的平均剪切强度和最近计算所得的完整晶体理论剪切强度的比值^[57]与试样直径 t 除以 $(a/3) \langle 111 \rangle$ 位错的布氏矢量 b 的平方根倒数之间的关系来表示的。普通退火钢的数据范围^[58]与由 σ_y/m 所求得的剪切强度的水平相当, 这里 $m = 2.9$ 。这是对碳含量达 0.2% (重量) 的钢的强度水平而言的。图 4 中引用了经过大拉拔变形的珠光体线材的数据, 按照原研究者的建议^[59], 以共析体层片间距作为有效晶粒尺寸来表示 $l^{-1/2}$ 值。最细珠光体线材所显示的强度水平差不多比大块的含碳铁单晶大七十倍。这种明显的增强, 除因晶粒细化外, 很难作任何其它解释。但是, 如图 4 所示, 珠光体线材的强度水平要比铁晶须强度水平低 60%。这些数据确实表明, 用某些材料制造特殊的晶体也可望达到意外的高强度水平。由图 4 的应力-晶粒尺寸数据的外推说明, 倘若多晶体晶粒尺寸减到原子一般大小时, 可望得到屈服强度的理论最高极限值。

在普通晶粒尺寸范围内, 低碳钢的下屈服强度、在几种应变程度下相应的流动应力以及韧性断裂强度与晶粒尺寸 $l^{-1/2}$ 的关系

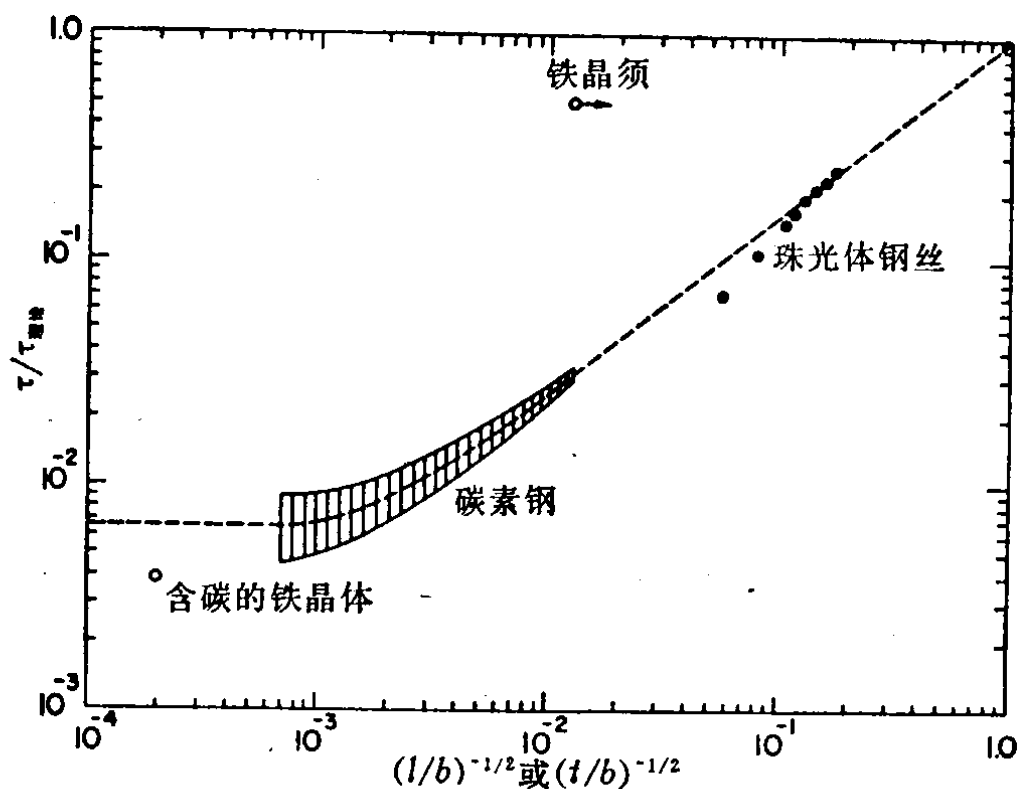


图 4 α 铁晶体和多晶体钢的剪切强度与试样尺寸及晶粒尺寸的关系

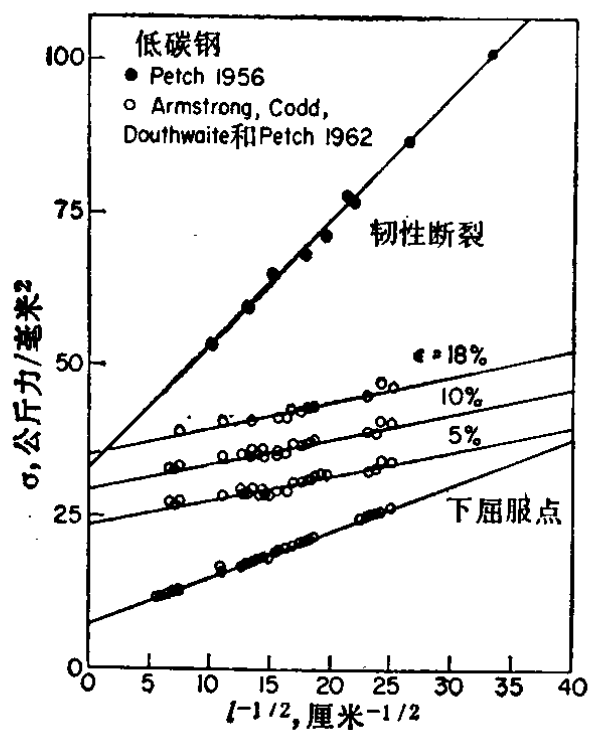


图 5 钢的屈服强度、流动应力和断裂强度与晶粒尺寸的关系

示于图 5^[7, 36]。下屈服强度与晶粒尺寸关系的数据与图 4 所示的数据相一致。其中韧性断裂强度值, 由于缩颈产生三向应力的缘故, 因而作了修正。这些断裂强度值及其相应的 k 值与低碳钢的低温脆性断裂强度值并无很大出入^[36]。把图 5 中的下屈服强度曲线和韧性断裂强度曲线重新标于图 6 的中央部位上, 图 6 所包括的应力、晶粒直径或裂纹直径尺寸 c 的范围更广。在此图中, 拉伸屈服强度和断裂强度均已除以弹性模量 E 。在屈服强度和断裂强度之间的斜线区包括了图 5 应力-应变曲线的全部应力值。将屈服和断裂曲线延长到很大的晶粒尺寸处, 则可得到基本上是常数的应力值 σ 。(与坐标轴的截距); 也可延长到极细晶粒尺寸处, 该处表示由晶粒细化可得到明显的强化。

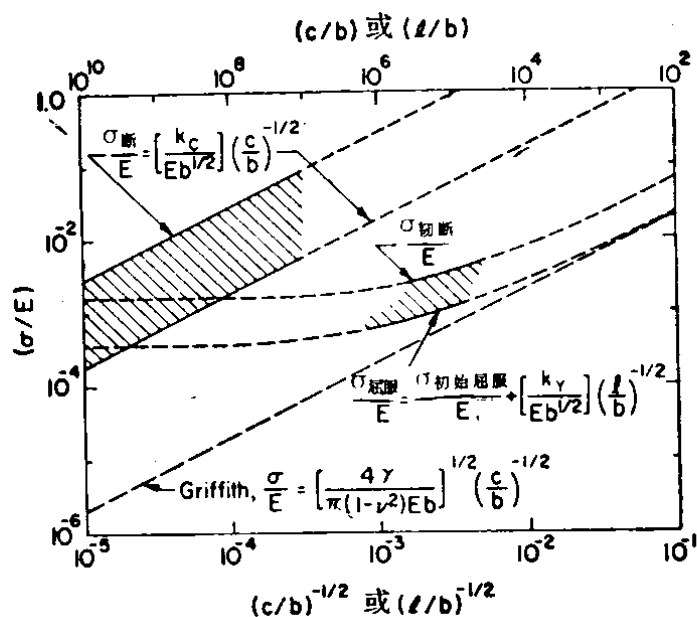


图 6 裂纹尺寸和晶粒尺寸对钢的强度的影响

图 6 中最下方的虚线表示具有全封闭裂纹的低碳钢的 Griffith 断裂强度^[60], 其数值如下式所示

$$\frac{\sigma}{E} = \left[\frac{4\gamma}{\pi(1-\nu)^2Eb} \right]^{1/2} \left(\frac{c}{b} \right)^{-1/2} \quad (11)$$

式中 γ 为材料的表面能。对于低碳钢, Griffith 应力与晶粒尺寸减小时的屈服强度差不多。可是, 低碳钢在 Griffith 应力作用下不发生通常的破坏, 因为此种计算模式并不适用。在晶体材料中,

裂纹的形成和扩展通常需有位错运动。在小应变情况下，为产生断裂需要较高水平的应力。因为需要相当大的应力分量来推动位错参与断裂过程，同时还需要大量的内应力集中使位错集聚为裂纹。

由图 6 纵坐标向 $(c/b)^{-1/2}$ 高值方向扩展的斜线区，包括了有大裂纹的低碳钢材料的断裂试验数据，这些数据是按照断裂力学方法测定的^[61]。用这种方法求得只有一个裂纹的材料的断裂强度 σ_F ，其公式如下

$$\sigma_F = k_0 c^{-1/2} \quad (12)$$

式中的 k_0 通常由实验求得，其裂纹尺寸仅局限于小范围内。从图 6 可以看出，大多数 σ_F 实验数值都大于没有裂纹的低碳钢的常规屈服强度值。因此，若完整材料的断裂强度水平接近于理论极限——例如 $E/30$ 时，则可以预计材料中的裂纹尺寸与晶粒尺寸为同一个数量级。但是，这种预计并不完全为实验或理论结果所证实，所以，可以认为，等式 (12) 并不适用于大范围裂纹尺寸的情况。

表 I 低碳钢普通晶粒尺寸和超细晶粒尺寸的强度性能

低 碳 钢	100微米	0.1微米
屈服强度	15公斤/毫米 ²	≈250公斤/毫米 ²
断裂强度	55公斤/毫米 ²	≈700公斤/毫米 ²
布氏硬度	95公斤/毫米 ²	≈500公斤/毫米 ²
疲劳极限	15公斤/毫米 ²	≈75公斤/毫米 ²

① 低碳钢的机械性能是在晶粒尺寸为 100微米时测定的，并外推至 0.1 微米的晶粒尺寸。

表 I 列出了低碳钢常规晶粒尺寸100微米和理想晶粒尺寸0.1微米的几种机械性能的对比。外推图 3 和图 5 的数据，获得了超细晶粒材料的屈服强度、断裂强度和疲劳强度。布氏硬度由最近实测数据外推而得，这些数据与维氏硬度数据基本上相同^[12]。表