

★ 材料科学技术进展

卷1

# 材料组织性能与先进制备加工技术

● 中国材料研究学会青年委员会

● 谢建新 朱强 主编



化学工业出版社



材料科学技术进展 卷 1

# 材料组织性能与先进制备加工技术

中国材料研究学会青年委员会  
谢建新 朱 强 主编

化学工业出版社  
·北 京·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

材料组织性能与先进制备加工技术/中国材料研究学会  
青年委员会. —北京: 化学工业出版社, 1999.9  
(材料科学技术进展: 1/谢建新, 朱强主编)  
ISBN 7-5025-2692-7

I. 材… II. 中… III. ①工程材料-结构性能②工程材  
料-加工技术 IV. TB303

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 61475 号

---

材料科学技术进展 卷 1  
材料组织性能与先进制备加工技术

中国材料研究学会青年委员会

谢建新 朱 强 主编

责任编辑: 徐蔓 夏叶清

责任校对: 洪雅妹

封面设计: 田彦文

\*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

新华书店北京发行所经销

\*

开本 787×1092 毫米 1/16 印张 6 $\frac{3}{4}$  字数 177 千字

1999 年 10 月第 1 版 1999 年 10 月北京第 1 次印刷

印 数: 1—1000

ISBN 7-5025-2692-7/TQ·1182

定 价: 20.00 元

---

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

## 前 言

材料是人类文明与社会进步的重要物质基础。目前新材料技术已成为现代工业和高技术发展中的共性关键技术，是当代和下世纪初最重要的、发展最快的科学技术之一。我国的新材料研究发展工作历来受到国家的重视，近年来取得了长足的进步。尤其令人兴奋的是，一大批高水平的青年材料科学家和专家脱颖而出，迅速成长起来，已成为我国材料领域的生力军。

由中国材料研究学会青年委员会和旅英中国材料协会联合主办的《第一届中英（华人）青年材料科学技术研讨会》，采用两地举行、互派代表的方式，是非常有意义的。这种方式既可以克服时空的限制，扩大交流的规模，又可以通过走出去、请进来，让在国内的青年学者了解世界，让在海外的学子了解国内青年材料科学技术工作者的拼搏进取风貌，了解祖国改革开放所取得的巨大成就，促成他们以各种可能与可行的方式为国服务。我作为特邀代表自始至终参加了他们的交流活动，耳闻目睹了材料科学技术领域国内青年学者和在英国的学子的拼搏进取精神和研究成果，倍感鼓舞。

为了反映和记录国内外华人青年材料科学技术工作者的研究成果和成长历程，中国材料研究学会青年委员会决定将今后有关的学术交流成果汇编成《材料科学技术进展》系列专著，这是一种很有意义的尝试。衷心祝愿这种努力能结出丰硕的成果。本书根据《第一届中英（华人）青年材料科学技术研讨会》参会代表的部分学术论文编辑整理而成，虽然内容的代表性还不够广泛，但仍能从一个侧面反映中英两国的华人青年学者在材料领域的研究开发动态，仍不失其较好的参考价值。

国家高技术新材料领域首席科学家

石力开

1999. 6. 6

# 目 录

<b>第一章 材料的组织与性能</b> .....	1
冷热循环对颗粒增强铝基复合材料微屈服行为的影响	
李义春 武高辉 孙东立 杨德庄.....	1
Fe <sub>3</sub> Al 合金中出现原位再结晶现象的变形速度条件	
杨 峥 方玉诚 周爱民 王 王 王 王.....	5
奥氏体不锈钢高温脆性对焊接热影响区开裂倾向的影响 刘 正 王 越.....	8
316L 不锈钢在恒电流条件下应力与 Cl <sup>-</sup> 共同作用的点蚀形核	
汪轩义 吴荫顺 张 琳 曹 备.....	16
疲劳应力诱发 316L 不锈钢马氏体相及其在 Cl <sup>-</sup> 离子介质中的电化学行为	
汪轩义 吴荫顺 张 琳 符连峰 丁保峰 李义春.....	20
固态置换反应的界面分析 陈永翀 孙加林 甘国友 陈敬超.....	23
纯稀土金属镧和铈对 722M24 钢离子氮化的影响	
张 津 孙 勇 P. Buchhagen D. Cleugh T. Bell.....	28
<b>第二章 先进制备与加工处理技术</b> .....	33
禁带宽度梯度化的半导体薄膜电极的溶胶凝胶法制备及其光电化学性质	
赵高凌 张溪文 韩高荣.....	33
用CVD法制备的硅镀膜玻璃结构	
朱 懿 余京松 赵高凌 汤兆胜 张溪文 韩高荣.....	36
不锈钢/二氧化锆混合粉末材料的烧结工艺	
张文泉 张长晶 杨志国 谢建新.....	39
连铸结晶器摩擦阻力的理论模型及其实验室测量方法	
杨文改 陈栋梁 干 勇 杜 挺.....	43
激光束在金属材料表面产生的温度场分布 陈庆华 李俊昌.....	48
振动在软体材料加工过程中的辅助作用 黄志红 M. Lucas M. Adams.....	51
连续浇铸 Cu-20Ag 原位纤维复合材料的组织与性能 李永年.....	55
轧制复合双金属组元层厚比的变化规律 史庆南 白海龙 林大超.....	58
泡沫锌成型工艺 刘荣佩 左孝青 杨晓源 顾 昆.....	62
<b>第三章 先进测试分析技术</b> .....	66
纳秒时间分辨超声显微镜——一种三维动态研究有机涂层/金属界面损伤的技术	
翟同广.....	66
材料断裂的 SPM 研究 张 跃 李启楷.....	70
新型扭摆器用于测量胶粘剂在固化过程中的机械性能变化 于 华 R. D. Adams.....	76
<b>第四章 计算机技术在材料研究开发中的应用</b> .....	81
计算机统计模拟在材料研究中的应用 石功奇.....	81
材料科学中建立统一计算机模拟模型的探讨 郭俊梅 邓德国 潘建生 胡明娟.....	85
计算机辅助铸造工艺设计的现状与发展 杨 屹 A. Rosochwski R. Balendra.....	89
高压铸造镁合金的充型能力与机械性能 刘 正 王 越.....	94
后记.....	101

# 第一章 材料的组织与性能

## 冷热循环对颗粒增强铝基复合材料微屈服行为的影响

材料的微屈服行为指的是在塑性应变变量很小时材料的应力与应变的关系 [通常指  $(1 \sim 2) \times 10^{-6}$  残余应变变量]。它反映了材料在微小变形量的情况下抵抗塑性变形的能力。所以,材料的微屈服行为与尺寸稳定化密切相关<sup>[1]</sup>。随着金属基复合材料的开发及应用,颗粒增强铝基复合材料的尺寸稳定性成为目前研究的焦点<sup>[2,3]</sup>。由于冷热循环处理可以消除材料中的残余应力,并稳定材料内部的位错组态,故在铝合金的尺寸稳定化处理工艺中常常被采纳<sup>[4~8]</sup>。因此,研究冷热循环处理对颗粒增强铝基复合材料微屈服行为的影响,可初步了解颗粒增强铝基复合材料的尺寸稳定性规律,对颗粒增强铝基复合材料的开发及应用有重要意义。

### 1 材料及试验方法

#### 1.1 材料

本试验所用的材料是采用 6061 铝合金为基体,以  $Al_2O_3$  和 SiC 颗粒为增强体的复合材料。用压铸技术制备。颗粒含量为 35% (Vol)。 $Al_2O_3$  颗粒是由日本四国化成公司制造,其平均粒度为  $0.3\mu m$ ,颗粒形状近似为球形;SiC 颗粒是由中国郑州白鸽集团制造,其平均粒度为  $1.8\mu m$ ,颗粒形状为不规则棱形(见图 1),晶体结构均为六方晶系结构。颗粒的物理性质见表 1。颗粒在基体中分布均匀,并具有很好的界面结合。采用高分辨透射电镜观察材料的界面结合情况,发现界面上非常“干净”,无析出物、孔隙和裂缝等缺陷存在(见图 2)。



(a)  $Al_2O_3$  颗粒 ( $0.3\mu m$ )

(b) SiC 颗粒 ( $1.8\mu m$ )

图 1 增强体颗粒形貌

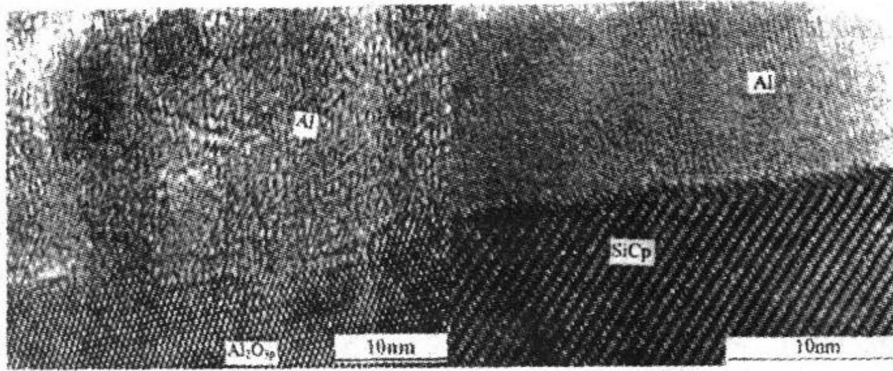
表 1 增强体颗粒的物理性质

颗粒	晶系	熔点/ $^{\circ}C$	密度/ $(g/cm^3)$	弹性模量/GPa	热膨胀系数/ $(10^6 \cdot ^{\circ}C^{-1})$
$Al_2O_3$	六方	2288	3.89	345	8.3
SiC	六方	2735	3.25	570	4.3

#### 1.2 试验方法

本试验采用 3 种冷热循环处理工艺,它们是在上限温度  $160^{\circ}C$  保温 4 小时后快冷至下限

• 本工作得到哈尔滨工业大学金属精密热加工国防科技重点实验室资助。



(a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061 (b) SiCp/6061

图2 颗粒增强铝基复合材料界面的 HREM 照片

温度 -196℃保温 2 小时, 分别循环 1、3 和 5 次。材料的微屈服强度在 Instron1186 电子拉伸试验机上测定。显微组织结构观察分为普通透射电镜观察和高分辨透射电镜观察。在 JSM-800 扫描透射电镜上主要观察试样的位错组态及其分布, 在 JEOL-2000FX 高分辨透射电镜上主要观察试样的析出相及界面。

## 2 试验结果及讨论

### 2.1 冷热循环处理对颗粒增强铝基复合材料的 $\sigma-\epsilon_p^{1/2}$ 曲线的影响

Brown 和 Lukens<sup>[1]</sup>根据位错理论提出金属材料微屈服应力同微塑变之间存在如下抛物线关系:

$$\epsilon_p = \frac{\rho d^3 (\sigma - \sigma_0)^2}{2G\sigma_0}$$

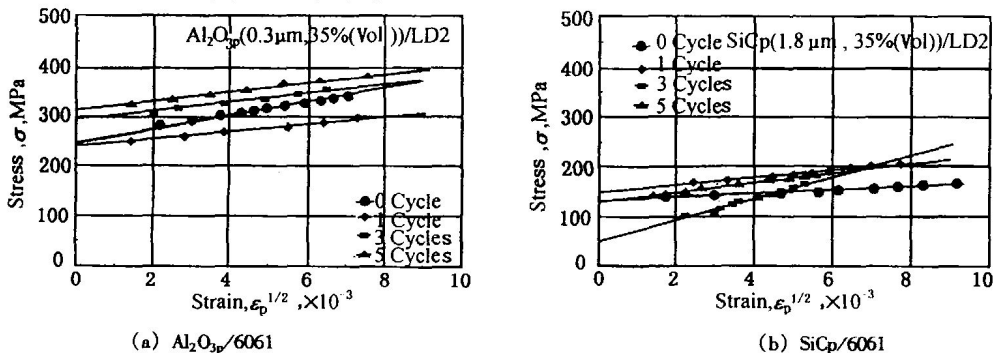
式中  $\rho$  为位错的密度,  $d$  为晶粒尺寸,  $\sigma$  为施加的应力,  $\sigma_0$  为第一个位错运动所必须的应力,  $G$  为切变模量。上式可以改写成如下形式:

$$\sigma = \sigma_0 + K\epsilon_p^{1/2}$$

式中  $K = \sqrt{2G\sigma_0/\rho d^3}$ 。很显然,  $\sigma_0$  和  $K$  均为材料组织结构敏感参数。复合材料中的颗粒体积分数、残余应力水平、不同的尺寸稳定化处理工艺均可对上述两个参数产生重要的影响。大量的实验事实表明, Brown 和 Lukens 的微屈服理论可以很好地描述金属材料的微屈服行为, 因此得到了广泛的应用<sup>[1]</sup>。

经不同冷热循环处理后, 颗粒增强铝基复合材料的  $\sigma-\epsilon_p^{1/2}$  曲线示于图 3。各种不同残余应变下的微屈服应力与循环次数的关系示于图 4。由图 3 和图 4 可以发现如下规律。

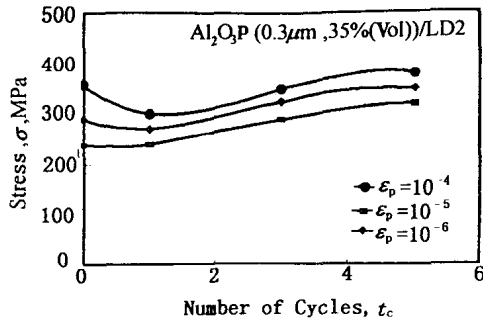
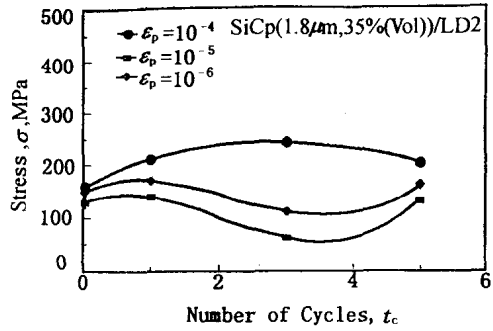
(1) 经过冷热循环处理后, 颗粒增强铝基复合材料的微屈服行为仍然可用上述的 Brown-Lukens 理论来描述; 也就是说, 经过不同次数的冷热循环处理后, 颗粒增强铝基复合材料的微屈服机制没有发生本质上的变化。



(a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061

(b) SiCp/6061

图3 经不同次数冷热循环处理后, 颗粒增强铝基复合材料的  $\sigma-\epsilon_p^{1/2}$  曲线

(a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061

(b) SiCp/6061

图4 不同残余应变下颗粒增强铝基复合材料的微屈服应力与循环次数的关系

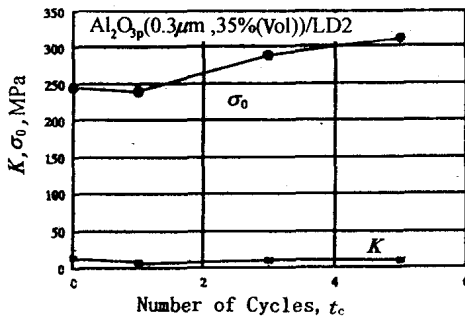
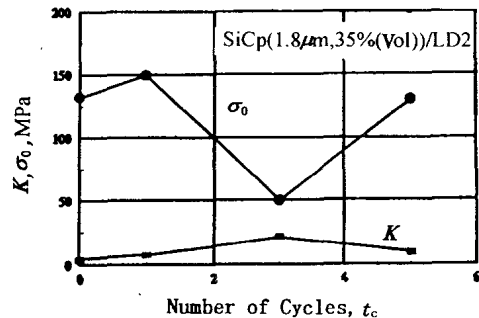
(2) 对于 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061 复合材料, 当循环次数多于一次时, 无论是在小应变量下, 还是在大应变量下, 循环次数越多, 微屈服应力越高, 表明冷热循环处理对提高 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061 复合材料的微屈服应力是有益的;

(3) 对于 SiCp/6061 复合材料, 当应变量比较小时, 随循环次数的增加, 微屈服强度先是降低, 而后升高; 当应变量较大时, 随循环次数的增加, 微屈服强度先是增加然后下降。

(4) 经过不同冷热循环处理以后,  $\sigma_0$  和  $K$  均发生不同程度的变化, 这些变化反映了颗粒增强铝基复合材料经过冷热循环处理后微观组织结构的变化。

## 2.2 冷热循环处理后颗粒增强铝基复合材料的微屈服机制

为了分析经过冷热循环处理后复合材料的微屈服机制, 用图 5 给出了  $\sigma_0$  和  $K$  与循环次数的关系。可以发现, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061 复合材料随循环次数的增加,  $\sigma_0$  逐渐增加,  $K$  值则逐渐减小; SiCp/6061 复合材料随循环次数的增加,  $\sigma_0$  先是下降, 而后上升。由  $K$  的解析式可知, 由于冷热循环的上限温度低于铝合金的再结晶温度, 且位错密度较低, 所以可以认为, 对  $K$  值影响最大的是  $\sigma_0$  和位错源 (可动位错) 密度  $\rho$ 。在较小应变量下,  $\sigma_0$  对微屈服强度的贡献很大, 从而使微屈服强度对循环次数的依赖关系类似于  $\sigma_0$  随循环次数的变化规律。

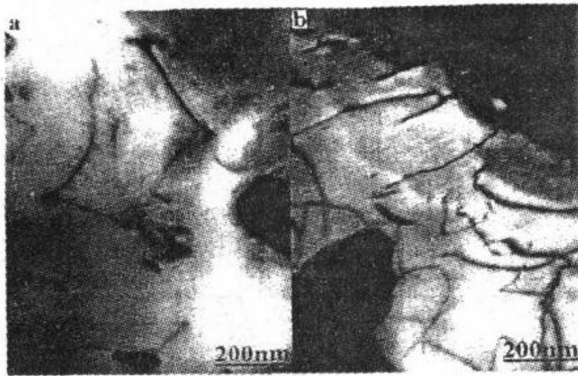
(a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061

(b) SiCp/6061

图5 颗粒增强铝基复合材料  $K$ 、 $\sigma_0$  与循环次数的关系曲线

为了进一步分析冷热循环对 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p/6061 复合材料微屈服行为的影响机制, 本文对经 1 次和 5 次循环处理后的复合材料的组织结构进行了 TEM 分析, 其结果分别示于图 6。由于 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒呈球状, 尽管随循环次数的增加复合材料基体中的位错密度有所提高, 但位错组态较为简单, 大部分位错呈直线状。因此对循环次数影响  $\sigma_0$  和  $K$  的机制可做如下分析; 随循环次数的增加, 复合材料的残余应力逐渐降低, 与之对应, 位错的起始运动阻力逐渐增加; 另一方面, 随位错密度的提高, 位错之间的相互作用增加, 这种位错间的交互作用提高了位错运动的阻力。在上述两个因素的影响下,  $\sigma_0$  随冷热循环次数的增加而增加, 由  $K$  的解析式可知, 由于冷热循环的上限温度低于铝合金的再结晶温度, 且位错密度较低, 所以可



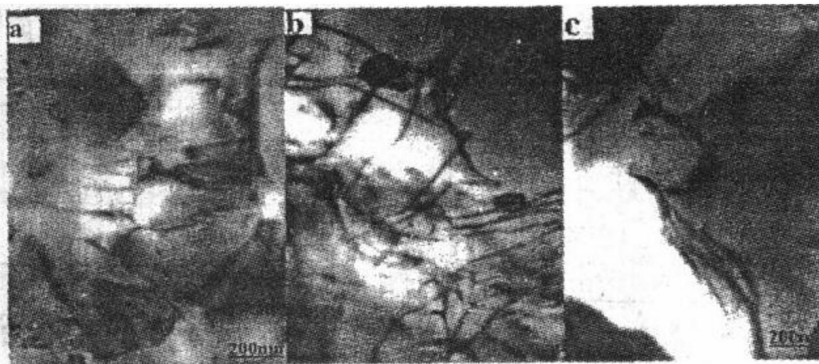


(a) 循环一次 (b) 循环五次  
图 6  $Al_2O_3p/6061$  复合材料经不同冷热循环处理后的 TEM 照片

以认为, 对  $K$  值影响最大的是  $\sigma_0$  和位错源 (可动位错) 密度  $\rho$ 。由图 6 可以发现, 随冷热循环次数的增加, 位错密度增加, 且位错基本上为直线状, 也就是说, 在 5 次循环范围内, 循环次数的增加提高了  $Al_2O_3p/6061$  复合材料基体中的可动位错密度。正因为如此, 循环次数增加导致了  $K$  值的下降。由图 4 (a) 还可以发现, 经过 1 次循环后,  $Al_2O_3p/6061$  复合材料的微屈服强度有所下降, 尤其是在较大残余应变下更是如此。这可通过 Brown-Lukens 关系式加以说明, 对于小应变而言, 微屈服强度主要由  $\sigma_0$  决定, 随着应变量的增加,  $K$  值对微屈服强度的影响越来越大。由于  $\sigma_0$  随循环次数的增加而增加,  $K$  随循环次数的

增加而降低, 所以在较大残余应变下, 当循环次数较小时, 复合材料的屈服强度表现为一定程度的降低。从以上的研究结果可以发现, 欲使大应变量和较小应变量下的屈服强度均有较大幅度的提高, 应当选择较多的循环次数。

对于  $SiCp/6061$  复合材料, 从图 5 (b) 可以发现, 当循环次数低于 3 次时, 随循环次数的增加,  $K$  值逐渐增加; 当循环次数高于 3 次时,  $K$  值随循环次数的增加而降低。这一变化规律与较大应变时的微屈服强度随循环次数的变化规律定性符合。这可由 Brown-Lukens 理论来理解, 当应变增加时,  $K$  值对材料微屈服强度的影响愈来愈大, 从而大应变时的微屈服强度随循环次数的变化规律便与  $K$  的变化规律定性符合。从图 7 可以发现, 随循环次数的增加, 复合材料基体中位错的密度逐渐增加, 且位错状态愈来愈复杂。当复合材料经过 3 次冷热循环处理后, 有些位错已经形成了网络状结构。由于  $SiC$  颗粒为带有棱角的多面体, 随循环次数的提高, 在颗粒尖角附近所造成的应力集中愈来愈大, 颗粒尖角附近基体



(a) 循环一次 (b) 循环三次 (c) 循环五次  
图 7  $SiCp/6061$  复合材料经不同冷热循环处理后的 TEM 照片

中所储存的应变能愈来愈高。所以当循环次数为 5 次时, 部分位错在复合材料于循环温度上限保温时已经发生了回复。由此而造成的亚晶界在图 7 中清晰可见。由于冷热循环处理提高了颗粒尖角附近基体中的应力集中, 这种应力集中使得位错开动的临界外切应力下降, 所以循环次数增加时,  $\sigma_0$  先随循环次数的提高而下降。当位错发生回复以后 (循环次数为 5 次), 回复过程造成了应力集中的释放或部分释放, 从而使复合材料的  $\sigma_0$  值又开始升高。当应力集中所造成的位错密度愈来愈高, 特别是当位错网络形成时, 作为位错源的位错密度愈来愈小,  $K$  值便愈来愈高, 所以随循环次数的增加,  $K$  值先是增加。而当复合材料发生回复以后, 减少了位错之间的相互缠结, 使得可动位错的数量提高, 所以  $K$  值又随循环次数的提高而下降。

### 3 结 论

3.1 冷热循环次数对颗粒增强铝基复合材料微屈服行为的宏观规律没有本质的影响。

3.2 颗粒增强铝基复合材料的微屈服行为可用 Brown-Lukens 理论加以描述。即  $\sigma - \epsilon_p^{1/2}$  曲线为直线。

3.3 冷热循环次数对  $Al_2O_3p/6061$  复合材料的微屈服行为有重要影响。在小应变量下的微屈服强度而言, 冷热循环次数越多, 微屈服强度越高。

3.4 冷热循环次数影响颗粒增强铝基复合材料微屈服行为主要原因是其位错组态和残余应力在不同的循环次数下, 有明显的不同。

#### 参考文献

- 1 M. J. 亨金, H. X. 洛克申著. 精密机械制造中金属与合金的尺寸稳定性. 蔡安源, 杜树芳译. 北京: 科学出版社, 1981
- 2 W. R. Mohn and D. Vukobratovich. J. Mater. Eng. 1988, 10: 225
- 3 Mohn W R. SAMPE Journal. 1988, 1: 26
- 4 E. Kula. Residual Stress and Stress Relaxation. New York: Plenum, 1982
- 5 王荫曾. 航空精密机械工程. 1986, 1: 1
- 6 R. J. Arsenault and M. Taya. Acta Metall. Mater. 1987, 35: 651
- 7 C. Y. Barlow and N. Hansen. Acta Metall. Mater. 1991, 39: 1171
- 8 S. Kumar and R. N. Singh. Acta Metall. Mater. 1995, 43: 2417

李义春(清华大学材料系, 北京 100084) 武高辉 孙东立 杨德庄(哈尔滨工业大学材料学院 哈尔滨 150001)

## $Fe_3Al$ 基合金中出现原位再结晶 现象的变形速度条件\*

$Fe_3Al$  基合金具有优良的抗高温氧化与硫蚀性能, 密度低、比强度高、材料成本低, 因而引起人们的广泛重视。近年来, 有关该合金的研究主要集中在提高其室温塑性和高温抗蠕变性上<sup>[1-4]</sup>, 而有关  $Fe_3Al$  基合金高温变形特性和变形行为的研究则很少。现已证实,  $Fe_3Al$  在  $600^\circ C$  以上具有良好的塑性甚至出现超塑性<sup>[5]</sup>。有报道认为  $Fe_3Al$  合金在高温变形过程中发生原位再结晶, 是其高温下良好塑性的主要原因<sup>[6,7]</sup>。本文研究了不同变形速度下  $Fe_3Al$  的塑性和微观组织, 探讨了  $Fe_3Al$  高温变形过程中原位再结晶现象出现的变形速度条件和不同变形速度下  $Fe_3Al$  合金的高温变形行为。

### 1 实验方法

试验用  $Fe_3Al$  合金的材料成分% (at) 为 Fe-28Al-5Cr, 采用 25kg 真空感应炉冶炼成 20kg 的铸锭。铸锭经  $1000^\circ C$ 、24h 的均匀化处理, 在  $800 \sim 1000^\circ C$  之间用 750kg 空气锤开坯热锻为  $40 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$  方坯, 然后热轧为  $\phi 8 \text{ mm}$  的盘条。拉伸试样由盘条直接加工制成, 其有效部位尺寸为  $\phi 5 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ 。高温拉伸试验分别在 Shimadzu Autograph 材料试验机和 Gleeble 1500 热模拟机上进行。试样升温至  $900^\circ C$  保温 15min 后分别以 1、5、10mm/min 的变形速度在 Shimadzu Autograph 材料试验机上拉断, 以 100、1000mm/min 的变形速度在 gleeble 1500 热模拟机上拉断。拉断后立即用盐水淬冷至室温。金相观察采用 MM-8 光学显微镜, 腐蚀液为 30mlHCOOH + 20mlHNO<sub>3</sub> + 10mlHCl。用 EM-400 电子显微镜观察位错和亚晶, 加速电压为 120kV, TEM 样品制取过程为: 线切割取样后用砂纸研磨, 最后进行双喷减薄, 电解液为 90% (Vol) 无水乙醇 + 10% (Vol) 高氯酸。

\* 国家 863 高科技资助项目; 杨峥, 硕士研究生, 北京钢铁研究总院高温材料研究所, 研究方向: 金属间化合物, 材料热加工性能, 金属多孔材料, 先进高温除尘工艺。

## 2 实验结果

表 1 是本实验 Fe-28Al-5Cr 合金 900℃ 下不同拉伸速度时的塑性指标。从表中可以看到 Fe-28Al-5Cr 合金在 900℃ 时具有良好的热塑性，不论高速变形还是低速变形，都具有高达 95% 以上的断面收缩率。但是断后伸长率却有较大的差异。高速变形时 (100 ~ 1000mm/min) 的伸长率值大大低于低速变形时 (1 ~ 10mm/min) 的伸长率值。而且从拉断后试样的形状来看，高速变形与低速变形也存在较大的不同。以 1、5、10mm/min 变形的试样，在整个标距内变形十分均匀，标距两端到断口处，直径逐渐缓慢变细，形成细长的锥状。而以 100 mm/min 和 1000mm/min 变形的试样，断口附近发生明显的缩颈，减径较为突然，变形主要集中于缩颈区内。

表 1 Fe-28Al-5Cr 合金 900℃，不同拉伸速度时的塑性指标\*

拉伸速度/(mm/min)	1	5	10	100	1000
断后伸长率/%	173	184	189	71	82
断面收缩率/%	98	99	99	96	97

\* Gleeble 1500 热模拟机上的断后伸长率数据进行了根据其均温区的修正。

金相观察表明，在 900℃ 的高温变形过程中，Fe<sub>3</sub>Al 都会发生再结晶现象。但是不同变形速度时的再结晶形式却有较大的不同。低速变形时的再结晶晶粒主要形成于原始晶粒内部，没有明显的择优形核位置，再结晶晶粒尺寸明显细化而且很均匀。再结晶发生前，原始晶粒的晶界在发生再结晶后仍能够辨别出来。但有些原始晶界，已由于再结晶晶粒的发展而模糊和消失，是典型的原位再结晶 [图 1 (a)]。高速变形时，再结晶过程则优先发生在晶界上，不是很均匀，再结晶晶粒尺寸差异也较大，表现出明显的不连续动态再结晶特征见图 1 (b)。

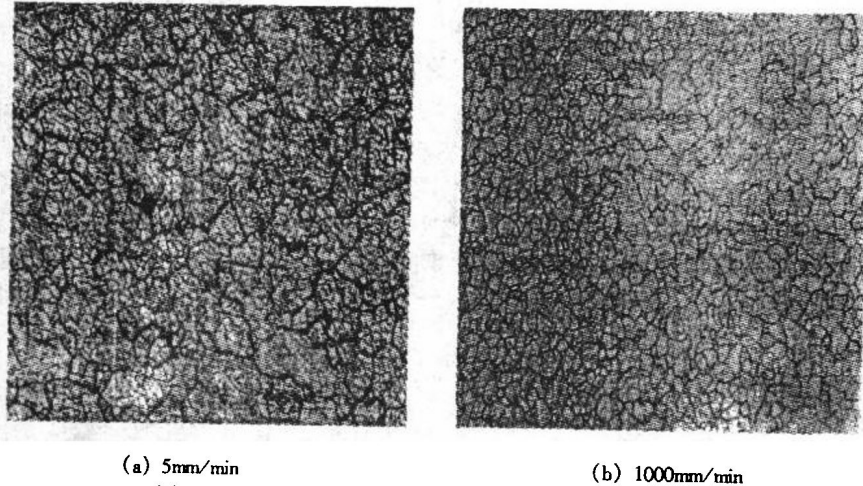
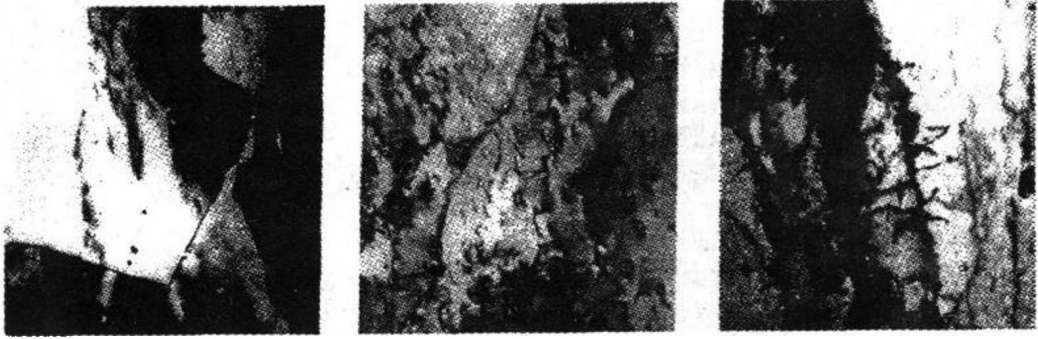


图 1 900℃ 时，不同拉伸速度 Fe<sub>3</sub>Al 试样的金相组织

关于高温拉伸过程的变形行为，TEM 观察发现：低速变形时晶内有较明显的亚晶出现，亚晶界平直整齐，亚晶内位错密度较低 [图 2 (a)]。而高速变形时，晶内观察不到亚晶的出现，而是在其晶界上出现动态再结晶晶粒的形核。图 2 (b) 和图 2 (c) 清楚地显示出了动态再结晶形核的过程。在大角晶界上，由于晶界两边的位错密度差异产生了畸变能差异，使大角晶界的一段突然向位错密度高的一边弓起，呈弯曲突出，消除了位错产生的严重畸变，形成再结晶晶核并逐渐发展为再结晶晶粒。因此高速变形 TEM 观察到的再结晶晶粒多为椭圆形。

TEM 观察位错组态，高速变形与低速变形也有很大区别。低速变形时晶粒内部位错密度低，位错形态平直，而且大多在同一滑移系内均匀分布 [图 3 (a)]，而在高速变形的情况下，晶内位错密度很高，而且呈弯曲和缠结形貌，形成位错网状结构，可以看出晶内有多

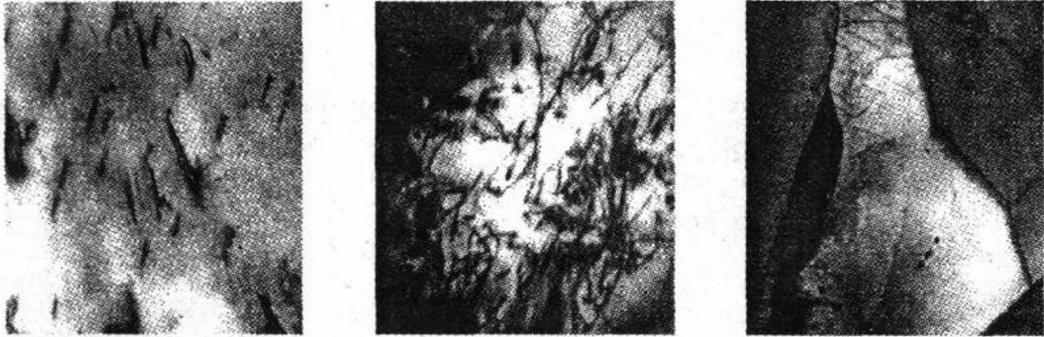


(a) 5mm/min (b) 1000mm/min (c) 1000mm/min

图 2 900℃时, 不同拉伸速度拉伸后 Fe<sub>3</sub>Al 试样的晶粒 TEM 观察

个滑移系在同时开动见图 3 (b)。

图 4 示出了 Fe<sub>3</sub>Al 基合金高温低速变形过程中, 亚晶处于不断的演化中, 并且亚晶内塞积位错的攀移和滑移在其中起了重要的作用。



(a) 5mm/min (b) 1000mm/min

图 3 900℃时, 不同拉伸速度拉伸后 Fe<sub>3</sub>Al 试样的位错组态

图 4 900℃时, 10mm/min 拉伸后 Fe<sub>3</sub>Al 试样内的亚晶和塞积位错

### 3 分析讨论

文献 [7] 认为, Fe<sub>3</sub>Al 在高温的良好塑性主要是因为存在有应变的情况下, 变形时产生的晶格位错通过攀移或交滑移形成位错墙, 位错墙吸收变形产生的晶格位错, 降低系统的能量同时增大自身取向差, 发生动态回复。位错密度高到一定程度的亚晶界会在周围晶体中引起显著的弹性畸变, 使亚晶界在外力的作用下较易迁移、滑移、或转动; 当亚晶界取向差达到临界值  $\theta_m$  时, 亚晶界的能量大于具有相应取向差的“普通”晶界, 此时由位错组成的亚晶界通过界面原子的弛豫使界面位错分解为无限小位错, 亚晶界转化成由周期性结构单元组成的连续错配的大角晶界, 即发生了原位再结晶 (ISR)。原位再结晶避免了加工硬化, 其晶粒细化作用使形变时总有最有利的滑移系存在, 滑移集中在某一滑移系内进行, 能够提高晶粒的协调变形能力, 从而使 Fe<sub>3</sub>Al 具有良好的高温塑性。

我们的实验研究结果表明, 高温低速变形时, Fe<sub>3</sub>Al 确实能够发生原位再结晶, 其主要依据有以下几个方面: 其一, TEM 观察未发现不连续再结晶形核, 且晶内位错密度很低, 不连续再结晶形核从能量上很难实现; 其二, 晶内存在大量亚晶, 且亚晶由于塞积位错的攀移和滑移处于不断的演进中, 再结晶晶界逐渐取代原始晶粒晶界; 其三, 再结晶晶粒均匀形成于原始晶粒内部, 再结晶晶粒明显细化。

然而当变形速度较快时, Fe<sub>3</sub>Al 的变形行为是不相同的。首先从断后伸长率来看, 高速

变形伸长率比低速变形大大降低。而且缩颈现象十分明显。说明高速变形时,材料的抗缩颈能力较差,其应变速率敏感指数  $m$  值较低,变形更多地集中在局部进行。宏观上塑性行为如此大的差异,使我们认为两种情况下微观组织的行为是不同的。高温下高速变形时,从金相来看再结晶晶粒主要形成于原始晶界上,并且晶粒大小极不均匀。说明再结晶晶粒的形核具有择优地点,发生在畸变和错配较严重的晶界上。并且,在再结晶发生的同时,也发生了晶粒长大,而且由于变形的不断进行,在长大晶粒的晶界上又有再结晶形核出现。从 TEM 来看,高速变形时,晶内位错稠密而且相互缠结,说明远未达到稳定流变阶段;而晶内未发现亚晶,却存在晶界弓出形成的再结晶核心。以上均表明在高温较高变形速度时,由于应变速率敏感指数  $m$  值较低,变形集中于局部地区,由于局部变形量较大,许多并不处于最有利位置的滑移系同时开动,形成位错缠结的网状结构,晶内位错密度很高,晶界附近尤其如此。当晶界两边的位错密度不同时,在畸变能差的驱动下,晶界的一段向位错密度高的一边弓起,晶界扫过的地方位错密度降低,形成再结晶核心,即发生不连续动态再结晶。之后在界面能的驱动下,再结晶晶粒长大,吞并小晶粒。与此同时,由于变形的不断进行,位错的不断开动、增殖和运动,长大的再结晶晶界上又产生新的再结晶晶核。

由于不连续动态再结晶(即一般所说的动态再结晶)同样能够消除加工硬化,细化晶粒和提高晶粒的协调变形能力,所以在高温和高速变形条件下,Fe<sub>3</sub>Al 同样具有较大的变形能力,断面收缩率达到 95% 以上。只是这种变形不十分均匀,集中在局部发生,因此伸长率不高。

## 4 结 论

试验研究和观察分析表明:Fe<sub>3</sub>Al 高温变形时的原位再结晶现象,只有在变形速度较低时才能出现,而在变形速度较高时,由于应变速率敏感指数  $m$  值较低,造成局部区域的剧烈变形,使晶内位错密度很高,变形过程以不连续动态再结晶为主。

### 参考文献

- 1 Liu C T, Mckamey C G, Lee E H. *Srip Met.* 1990, 24 : 385
- 2 Mckamey C G, Liu C T. *Srip Met.* 1990, 24 : 2119
- 3 Sikka V K. *Sampe Quarterly*, 1991 : 2
- 4 Mckamey C G, Maziasz P J, Jones J W. *J Mater Res.* 1992, 7 : 2089
- 5 单爱党,林栋梁,陈明伟,酈定强. *金属学报.* 1995, 31: B35
- 6 Hanada S, Sato T, Watanabe S, Izumi O. *J Jpn Inst Met.* 1981, 12 : 1285
- 7 陈明伟,单爱党,林栋梁,梁伟. *金属学报.* 1995, 31: A165

杨峰 方玉诚 周爱民 王兢(钢铁研究总院,北京 100081)

## 奥氏体不锈钢高温脆性对焊接热影响区开裂倾向的影响

在过去的 50 多年里,人们为了探索材料焊接 HAZ 开裂敏感性问题曾经作了大量的尝试,设计出了 150 多种不同的试验方法<sup>[1]</sup>,纵观这些方法的共性可将其归纳为两大类,即再现性试验和模拟性试验。本文所用的热拉力试验方法属于最典型的物理模拟试验方法。这种方法的优点有三,其一是研究原形而脱离原形,在不经焊接的条件下去研究 HAZ 开裂敏感性,故重点突出,方法简单;其二是有利于把握材料的物理本质,通过所测材料的宏观参量同材料内部属性之间的本质联系,深刻地揭示 HAZ 致脆开裂的微观机制;其三是所测反映材料本质的宏观参数可定量地表示,有利于建立各种材料 HAZ 开裂敏感性的档案库,使选材和制定焊接工艺更具有主动性和科学性。为了更清楚地说明热拉力试验的物理模拟实质,作为对比,现以典型的再现性试验——点应变限制试验为例,来说明两类试验对相同问题的不同描述。

点限制应变试验用焊接时焊点周围受加热和拉应力的双重作用所萌生的许多 HAZ 裂纹

中的最大裂纹长度 MCL 来衡量材料的 HAZ 开裂敏感性，即相同试验条件下材料的 MCL 越大，其 HAZ 开裂敏感性就越高，反之则越低。由图 1 所示的试验结果<sup>[2]</sup>中，人们发现点限制应变试验与热拉力试验的结果竟然惊人地相似，点限制应变产生的 HAZ 裂纹起始于热拉力试验测得的 NST（尼尔强度为零的温度），终止于热拉力试验测得的 NDT（尼尔韧性为零的温度）。因此热拉力试验并不是直接用裂纹形态，而是用物理参数 NST 与 NDT 或 NST 与 DRT（冷却时的韧性恢复温度）的差值 ZDR（零韧性区域）来描述材料 HAZ 开裂敏感性的大小。

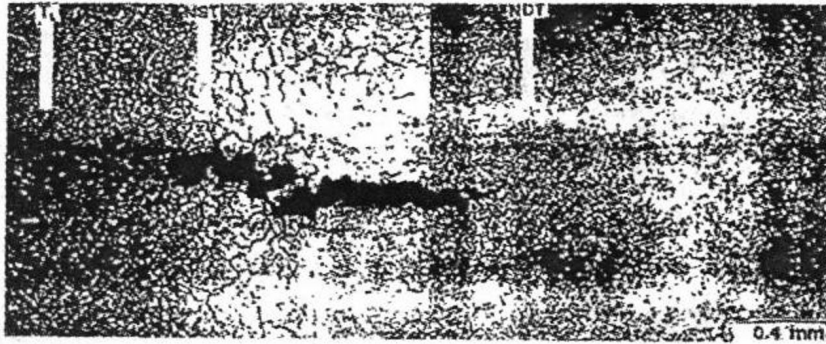


图 1 A286 合金的点应变限制试验的 HAZ 裂纹与其上的热拉力试验参数

由于作为核电站高压热水管道的含铌或含钛类奥氏体不锈钢材料在使用前必然要经历焊接工艺，因此其本身所固有的优异性能将会受到焊接热影响区状态的制约。本研究试图应用 Gleeble 2000 热机模拟系统，通过热拉力试验预测含铌或含钛两种类型奥氏体不锈钢，以及其成分在标准范围变化时的 HAZ 开裂敏感性，在此基础上也将讨论其 HAZ 致脆开裂机理及其影响因素。

## 1 试验设备及方法

### 1.1 测试材料

测试材料为含铌或含钛类奥氏体不锈钢，其牌号和化学成分如表 1 所示。试样沿长度方向取自核电站高压热水管道，其热拉力试验所用试样的外形尺寸如图 2 所示。

表 1 测试材料的化学成分

材料	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	Nb	Ti	V
X6CrNiNb1810	0.025	0.43	1.01	0.001	0.027	17.6	10.1	0.32	0.28		
X10CrNiNb189	0.06	0.42	1.81	0.005	0.031	17.5	11.3	0.44	0.57	0.01	0.06
X6CrNiTi1810	0.015	0.17	1.85	0.008	0.011	18.11	12	0.45	—	0.335	—
X10CrNiTi189	0.06	0.35	1.71	0.014	0.028	17.8	9.3	0.44	0.06	0.15	0.1

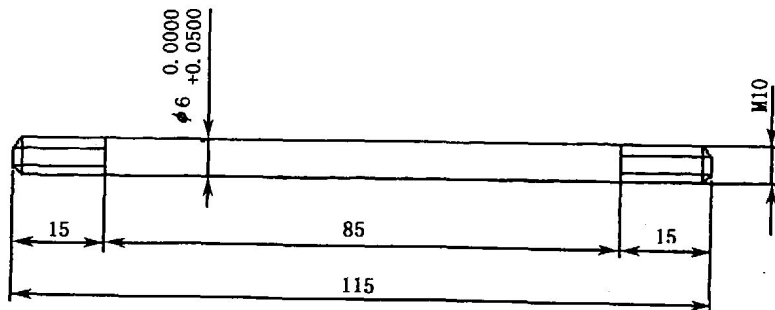
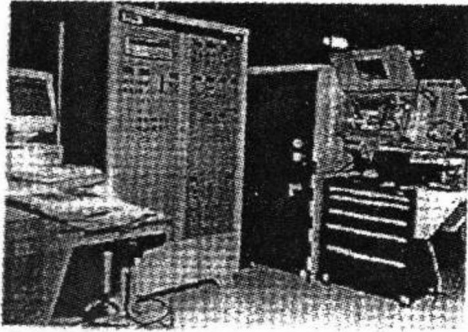


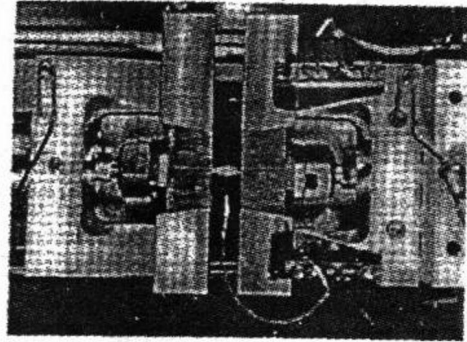
图 2 热拉力试验用试样尺寸

### 1.2 测试设备

测试设备采用美国动力学系统公司 90 年代新产品 Gleeble 2000A-A, 如图 3 所示。这一设备主要由三大系统组成, 即加热和冷却系统, 加载和真空系统, 计算机控制和数据采集系统。试验过程全部由计算机通过试验者应用 GPL (Gleeble Programming Language) 语言编写的程序控制完成。试验结束后, 还可通过 DPS (Data Plotting System) 对数据分析整理或输出。机器的主要技术参数是: 加热功率 75kVA, 最高加热速度 10000K/s, 应变速  $2 \times 10^4$  mm/s 到 1m/s, 最大载荷 8.3t, 真空度 10 托 (1.33kPa), 机械式应变测量仪精度为  $2.5\text{mm} \times 10\text{mm}$ , 激光式应变测量仪精度为  $1\text{mm} \times 10\text{mm}$ 。



(a) Gleeble 2000 A-A System

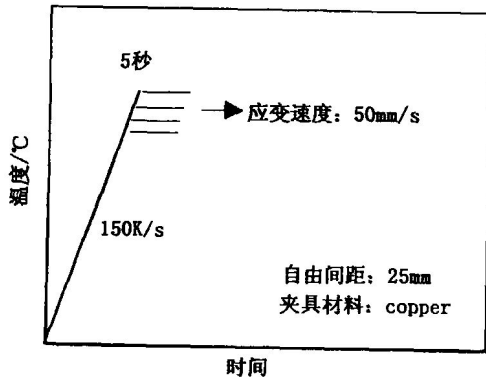


(b) 试验室中试样正在被加热和加载

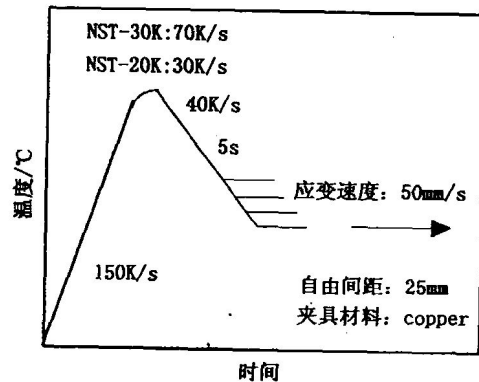
图 3 热机械模拟系统 Gleeble 2000 A-A

### 1.3 测试方法

本研究主要采用热拉力试验的热强度和热韧性试验。其中测量 NST 的热强度试验测试条件为: (1) 试样截面直径为 6mm; (2) 载荷为 80N; (3) 在  $T_1 \sim 50\text{K}$  温度范围时加热速度为  $1^\circ\text{C}/\text{s}$ 。其他参数, 即 NDT 和韧性谷底温度 DDT (Ductility-Dip-Temperature) 则通过热韧性试验确定, 热韧性试验包括加热和冷却两个系列。试验中热电偶焊于试样中部, 所测径向应变位置必须始终与热电偶保持在同一截面。试样夹头材料为紫铜, 试样两端夹头区域为 60mm, 夹头之间试样自由段为 25mm, 其它试验参数如图 4 所示。



(a) 加热过程

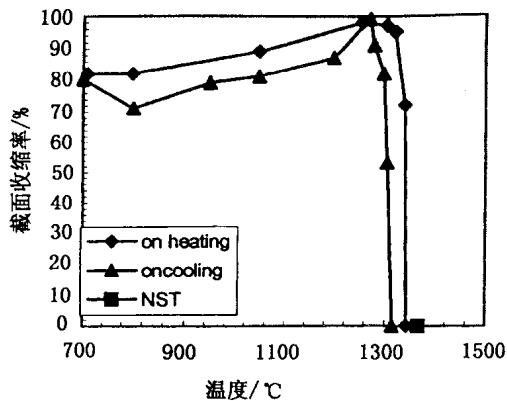


(b) 冷却过程

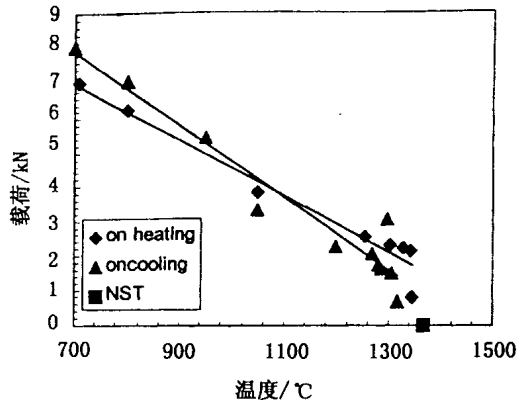
图 4 热韧性试验参数

## 2 实验结果

图 5 ~ 图 8 是由热拉力试验测得的试样截面收缩率和所承受的最大载荷随温度变化的曲线, 图 5 ~ 图 8 (a) 可见, 材料的韧性随温度增加先是升高, 至峰值 PDT 时则开始迅速下降, 至 NDT 时韧性已降为零, 由 NDT 至 NST 时材料的韧性始终为零, 材料处于绝对脆性状态, 由图 5 ~ 图 8 (b) 可见, 这时材料所

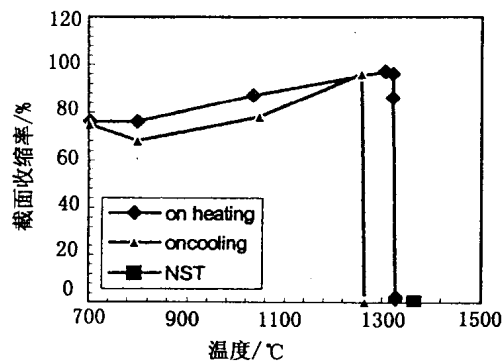


(a) 韧性

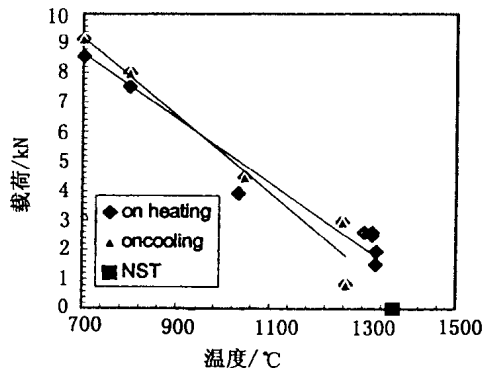


(b) 最大载荷

图 5 X6CrNiNb1810 的热韧性曲线

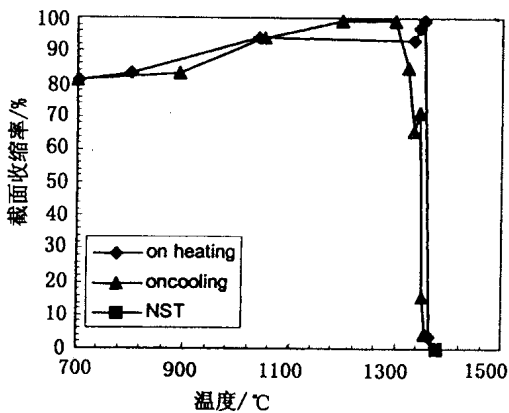


(a) 韧性

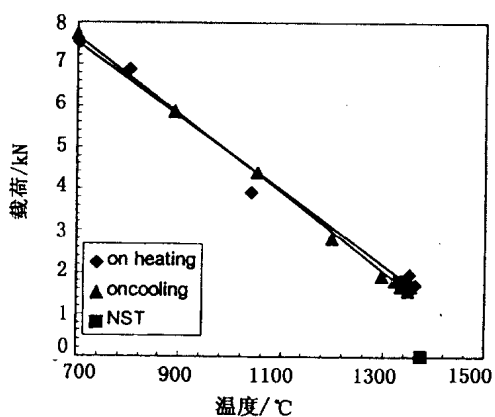


(b) 最大载荷

图 6 X10CrNiNb189 的热韧性曲线



(a) 韧性



(b) 最大载荷

图 7 X6CrNiTi1810 的热韧性曲线

能承受的最大载荷也非常小，微小的拉应力也将会导致发生断裂，它已经处于不堪一击状态。由 NST 开始的冷却过程 [见图 5~图 8 (a)]，材料由 NST 至 DRT 期间仍然处于零韧性状态，但经过 DRT 时材料的韧性将迅速恢复，达到峰值后又缓慢降低，有些材料在中温段还会出现明显的韧性波谷 (ductility-dip)，如图 8 (a) 所示的 X10CrNiTi189 钢的冷却热韧性曲线，经历韧谷时试样截面收缩率由 1350°C 时的峰值 96% 跌至 1045°C 时的谷值 42%，至



700℃时又重新回升致 76%。根据图 5~图 8 的试验结果, 各种材料 ZDR 值的大小如图 9 所示。由图 9 可见: 含铌钢的 ZDR 值远大于含钛钢, 且两种钢的 ZDR 值均随其中 Nb 或 Ti 含量的增加而增加。考虑到 X6CrNiTi189 钢的热韧性曲线中温段的韧性波谷, 应当是 X10CrNiTi1810 具有最低的 HAZ 开裂敏感性。不过 X6CrNiTi189 钢的中温脆性可通过降低形变速度得以改善, 其试验结果如图 10 所示。

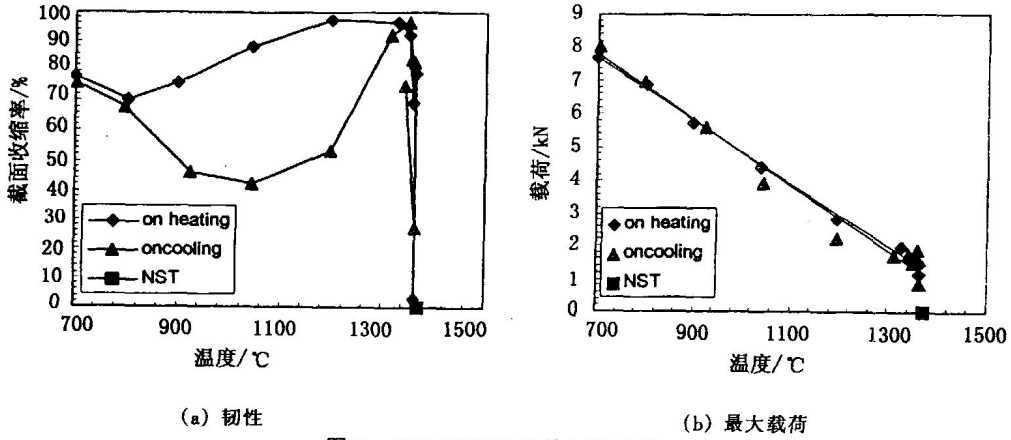


图 8 X6CrNiTi189 的热韧性曲线

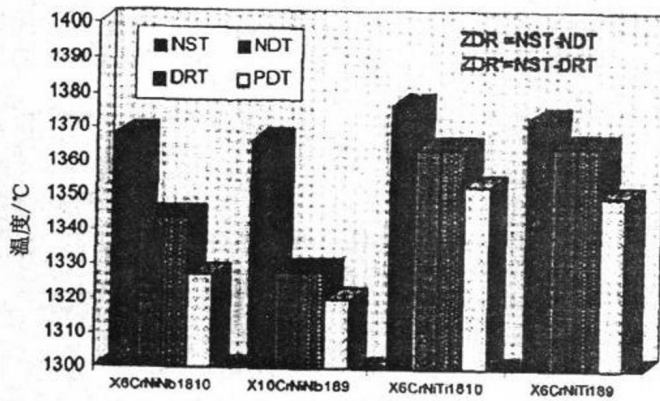


图 9 各种材料的 ZDR 值

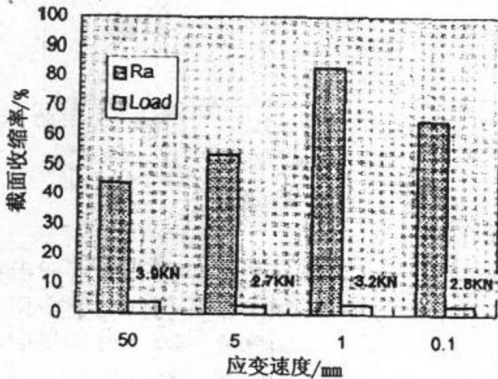


图 10 形变速度对 X10CrNiTi 中温韧性的影响

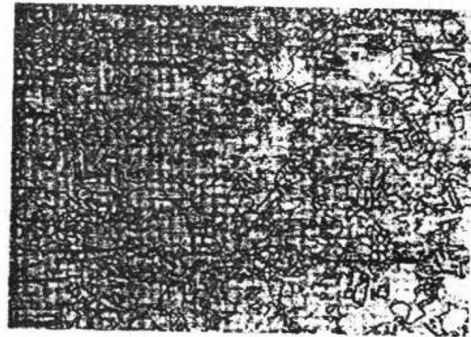


图 11 X10CrNiNb189 的原始金相组织