

# 拉伸试验测试金属韧性的不确定性：中温脆性和应变速率脆性\*

徐庭栋<sup>†</sup> 刘珍君 于鸿垚 王凯

(钢铁研究总院高温材料研究所, 北京 100081)

(2014年6月26日收到; 2014年7月10日收到修改稿)

金属高温拉伸试验国际技术标准 ISO 6892-2-2011 认定, 拉伸试验的拉伸温度或应变速率的改变会引起拉伸试验测试力学性能结果的不确定性, 危及到拉伸试验技术的可靠性. 本文综述了拉伸试验测试断面收缩率或延伸率的不确定性: 中温脆性和应变速率脆性的实验现象和特征, 简述了多晶金属弹性变形微观理论的基本结果, 以此微观理论解释了上述两种测试不确定性的试验现象, 阐明了这两种测试不确定性是拉伸试验弹性变形阶段杂质晶界偏聚, 脆化了晶界引起的. 为修正金属拉伸试验技术标准, 避免断面收缩率测试的不确定性提供了理论基础.

**关键词:** 拉伸试验, 弹性变形, 晶界偏聚, 断面收缩率

**PACS:** 81.05.Bx, 68.35.Dv, 81.40.Jj, 81.70.Bt

**DOI:** 10.7498/aps.63.228101

## 1 引言

拉伸试验用于评价金属或合金的强韧性. 在金属拉伸试验中, 试样在一定的温度下以恒定的应变速率拉伸至断裂. 通过拉伸试验能获得的金属力学性能指标是弹性模量、屈服强度、抗拉强度、延伸率和断面收缩率等. 这些力学性能指标是工程设计的重要基础. 因此, 拉伸试验对于金属结构材料的加工、工程设计和应用也是重要的基础<sup>[1]</sup>. 1933年, ASTM组织就制定了金属高温拉伸试验技术标准<sup>[2]</sup>; 国际标准组织ISO也于1947年制定了相应的技术标准<sup>[3]</sup>. 此后, 大约每5年都对标准进行一次审查或修订. 但是, 对于这样一个应用如此广泛且重要的技术标准, ISO的金属力学性能测试技术委员会TC164于2011年指出, 拉伸试验由于拉伸温度或拉伸速率的改变, 引起了力学性能测试结果的不确定性(measurement uncertainty), 属于非试验设备引起的测试不确定性<sup>[3]</sup>. ISO TC164用图1和图2表述了这种不确定性. 图1是金属在给

定应变速率下不同温度拉伸获得的应力( $R$ )-应变( $e$ )曲线. 图2是在给定温度下不同应变速率拉伸获得的应力( $R$ )-应变( $e$ )曲线.

图1和图2表明, 对于具有相同热历史的同一合金, 拉伸试验的拉伸温度或拉伸应变速率的改变, 都会引起拉伸试验的应力-应变曲线的改变, 导致力学性能测试结果的变化. 这些试验结果的变化, 是在拉伸过程中产生的, 不是被测金属原始本征性能的表现. 国际标准组织金属力学性能测试技术委员会称此为拉伸温度改变和应变速率改变引起的力学性能测试结果的不确定性, 这里包括弹性模量、屈服强度、抗拉强度、延伸率和断面收缩率等的测试结果的不确定性<sup>[3]</sup>. 他们在标准ISO 6892-2-2011中指出: “由拉伸试验温度的改变和应变速率的改变引起的力学性能测试结果的不确定性, 必须通过试验来确定, 因为这种不确定性随被测金属的不同而极大的不同. 这种情况使现行的技术标准, 不可能对一个拉伸试验试样, 给定一个可预知的(predictable)拉伸试验温度和应变速率”<sup>[3]</sup>.

\* 国家自然科学基金(批准号: 51171050)资助的课题.

<sup>†</sup> 通讯作者. E-mail: xutingd@hotmail.com

这就显示了现行的拉伸试验技术在选取拉伸温度和应变速率上缺乏根据, 导致了对被测金属力学性能的误判, 对拉伸试验技术的可靠性形成了根本性的冲击. 可见, 该技术委员会提出的拉伸试验测试力学性能不确定性这一新概念, 动摇了金属力学性能科学的试验基础.

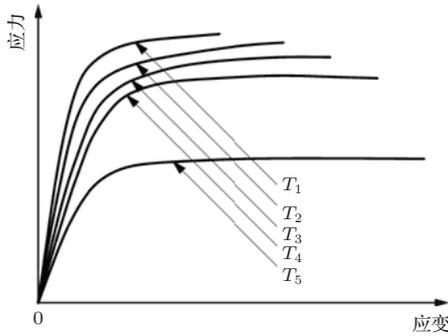


图1 金属在给定应变速率下不同温度拉伸获得的应力-应变曲线 [3]

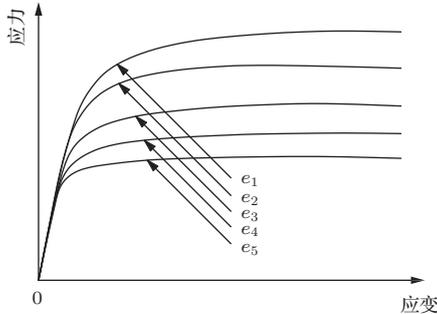


图2 金属在给定温度下不同应变速率拉伸获得的应力-应变曲线 [3]

## 2 测试不确定性现象

图1和图2只表明对于具有相同热历史的同一合金, 拉伸试验的拉伸温度和应变速率的改变能引起各个力学性能指标的改变, 其发生机理并不清楚. 各个力学性能指标是如何在拉伸过程中随拉伸温度和应变速率的改变而变的, 即测试不确定性的试验表象规律, 对研究不确定性的发生机理是至关重要的. 本节将描述拉伸温度和应变速率改变引起的断面收缩率(或延伸率)的测试不确定性的试验现象和特征, 以便在下节提出这种测试不确定性的发生机理.

### 2.1 温度改变引起的不确定性——中温脆性

图3是Sun等[4,5]用5种不同的应变速率, 在不同温度对Fe-17Cr不锈钢拉伸试验测试的结果.

表明对于每一个确定的应变速率, 断面收缩率都随拉伸温度而变, 表现出拉伸温度改变引起的测试不确定性. 对于每一个应变速率, 都存在一个中间温度使脆性达到极大值(断面收缩率极小值), 称为中温脆性[4,5]. 随着拉伸应变速率的降低, 出现脆性极大值的温度向低温移动.

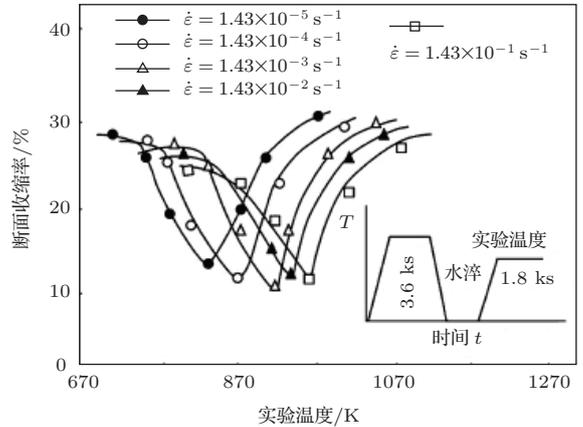


图3 经过热处理后Fe-17Cr合金断面收缩率的变化 ( $d = 0.60 \text{ mm}$ ) [4,5]

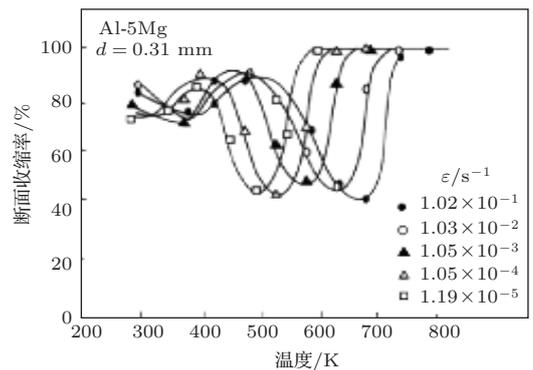


图4 Al-5Mg合金在不同应变速率条件下 ( $1.02 \times 10^{-1} - 1.19 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) 断面收缩率随测试温度的变化 [6]

图4是Otsuka和Horiuchi[6]用5种应变速率对Al-5.2 wt%Mg合金的拉伸试验结果, 表现出与上述Fe-17Cr不锈钢相同的中温脆性, 即拉伸温度改变引起的测试不确定性. 对于每一个确定的应变速率也存在一个中间温度, 使脆性达到极大值(断面收缩率极小值), 且随拉伸速率的降低, 取得脆性极大值的温度向低温移动.

图5是Nowosielski等[7]拉伸试验测试CuNi25合金的结果, 也表示出拉伸温度的改变引起的测试不确定性、中温脆性. 存在断面收缩率达到极小值的温度(脆性极大值的温度), 且此温度随应变速率的降低向低温移动.

对于热历史相同的同一金属, 在各个不同的温

度以相同应变速率拉伸试验,如图3—图5所示,其断面收缩率随拉伸温度的改变而变,且存在一拉伸温度使断面收缩率达到极小值(脆性极大值),此即为金属的中温脆性[8].所以中温脆性是拉伸试验技术标准ISO 6892-2-2011所认定的拉伸温度改变引起的断面收缩率的测试不确定性.也就是说,这种测试不确定性,是测试系统自身的要素—拉伸温度,干扰了断面收缩率的测试结果.自1877年中温脆性首先在铜合金中发现以来的100多年里,其发生机理一直是不清楚的,是材料科学与工程领域的难题[9].显然,中温脆性这种拉伸试验测试的不确定性,是在拉伸试验过程中发生的,只能从拉伸试验过程的每个阶段寻找其发生的机制,不是被测金属自身固有的性质.文献[8]首次指出,金属与合金的中温脆性是执行现行的拉伸试验技术标准引起的.

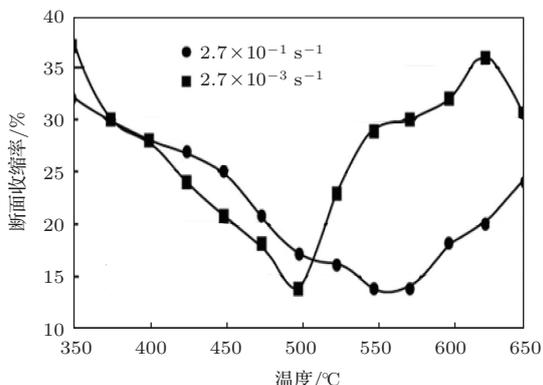


图5 CuNi25合金在不同应变速率条件下断面收缩率随测试温度的变化[7]

上述拉伸试验温度改变引起的断面收缩率测试的不确定性,或中温脆性,有以下特点:

- 1) 以一定的应变速率拉伸,断面收缩率随拉伸温度而变;
- 2) 存在一个拉伸温度,使断面收缩率达到极小值;
- 3) 降低拉伸应变速率,取得断面收缩率极小值的温度向低温移动.

## 2.2 应变速率改变引起的不确定性——应变速率脆性

图6是Suzuki在1373 K以不同的应变速率对Fe36Ni含Cu合金拉伸试验的结果[10].表明断面收缩率随应变速率的改变而变,表现出测试的不确定性,即应变速率脆性[11].存在一个应变速率,使

断面收缩率达到极小值,即临界应变速率.

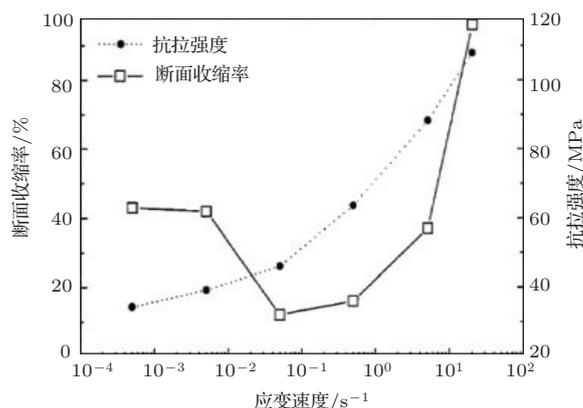


图6 在1373 K下Fe36Ni合金的完整应变速率脆性曲线[10]

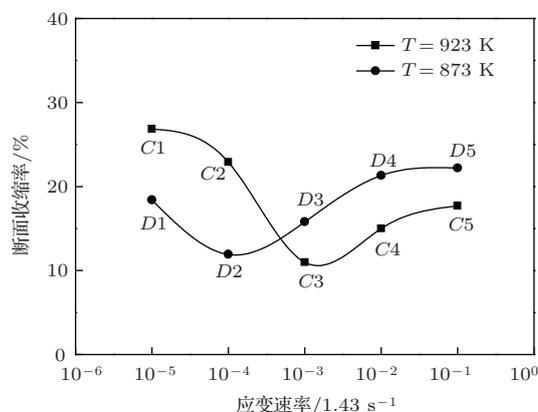


图7 从图3得出的在923 K(C)和873 K(D)不同应变速率下,两条完整应变速率脆性曲线 1)  $1.43 \times 10^{-5}$ , 2)  $1.43 \times 10^{-4}$ , 3)  $1.43 \times 10^{-3}$ , 4)  $1.43 \times 10^{-2}$  和 5)  $1.43 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$

图7来自图3,是图3试验结果的另一种表述形式[4,5].它表示Fe-17Cr不锈钢在温度923 K或873 K分别以5个不同的应变速率拉伸,应变速率的改变引起的测试不确定性、应变速率脆性,即断面收缩率随拉伸应变速率的改变而变.在各个温度都存在一个临界应变速率,使断面收缩率达到极小值.拉伸试验温度从923 K降至873 K,出现断面收缩率极小值的临界应变速率,也从 $1.43 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 降低至 $1.43 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

值得指出的是,对于图4 Al-5.2 wt%Mg合金的试验结果,也可以得到一定温度下五个不同应变速率拉伸的断面收缩率,比如在500 K和600 K,也会得到如图7所示的相同结果,即Al-5.2 wt%Mg合金的断面收缩率随拉伸应变速率的改变而变.在各个温度都存在一个临界应变速率,使断面收缩率达到极小值,且随拉伸温度降低,临界应变速率也降低(图略).

图8是Nagasaki等<sup>[12]</sup>在3个不同温度下,分别以不同的应变速率拉伸试验,测试C-Mn含S钢的断面收缩率的变化,也表现出应变速率改变引起的测试不确定性、应变速率脆性.在1173 K,试验钢也存在一个临界应变速率,在 $0.1\text{ s}^{-1}$ 至 $1\text{ s}^{-1}$ 之间,使断面收缩率达到极小值.在其他两个较高的拉伸温度,断面收缩率随应变速率的增加而降低,且对应相同的应变速率,较高拉伸温度1423 K的断面收缩率,都高于较低拉伸温度1273 K的断面收缩率.

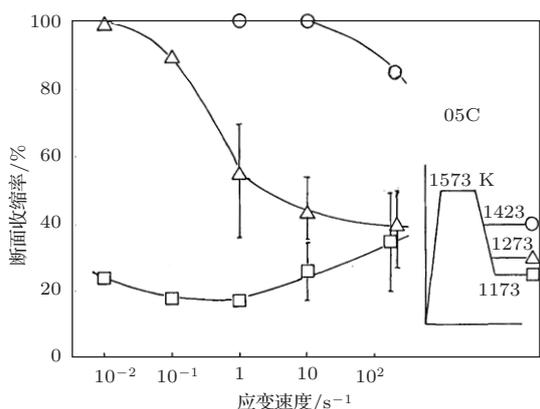


图8 含有杂质元素S的C-Mn钢在不同测试温度下热韧性<sup>[12]</sup>与应变速率依存关系

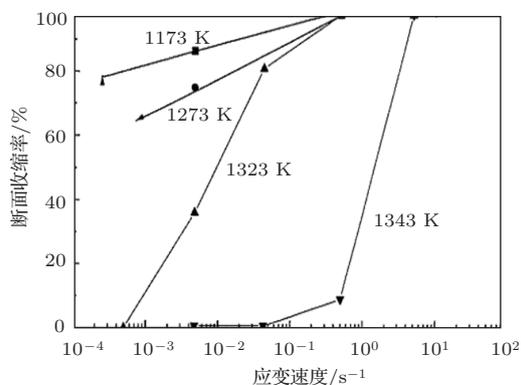


图9 含有杂质元素Cu的0.1C钢在不同测试温度下热韧性<sup>[10]</sup>与应变速率依存关系

图9是Suzuki<sup>[10]</sup>拉伸试验测试的C-Mn含Cu钢热脆性随拉伸应变速率的变化,也表现出应变速率的改变引起的测试不确定性、应变速率脆性.与图8相反,图9表明,断面收缩率随应变速率的增加而增加,且对应相同的应变速率,较低拉伸温度1173 K的断面收缩率都高于较高拉伸温度1273 K的断面收缩率,1273 K的高于1323 K的,1323 K的高于1343 K的等.

图10和图11是Kumar和Pang<sup>[13]</sup>分别在

$-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、室温和 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 三个温度测试的Fe-40Al-0.6C合金延伸率随拉伸应变速率的变化,也表现出拉伸应变速率改变引起的测试不确定性.图10和图9相似,都表明随拉伸应变速率的增加,脆性降低(延伸率增加),且对应相同的应变速率,较低拉伸温度 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的延伸率都高于较高拉伸温度室室的延伸率.

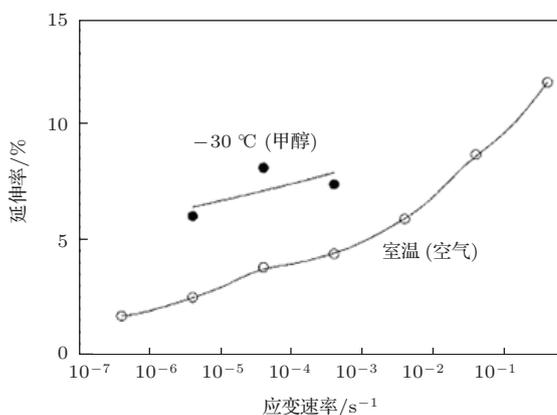


图10 经过挤压-低温退火的合金在室温和 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下应变速率对韧性的影响<sup>[13]</sup>

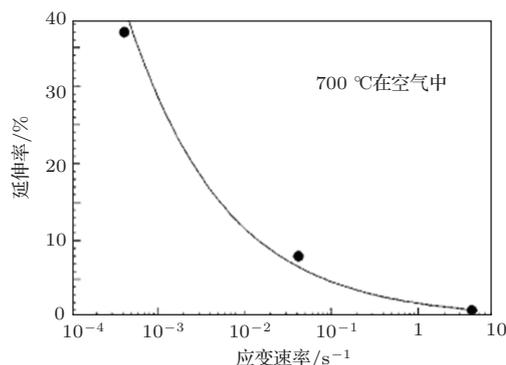


图11 经过挤压-低温退火的合金在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下应变速率对韧性的影响<sup>[13]</sup>

图11与图10是相同热历史的Fe-40Al-0.6C合金的拉伸试验结果.但是图11结果与图10表示的在室温和 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下延伸率随应变速率变化的趋势相反,在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 随拉伸应变速率的增加,延伸率降低.

对于热历史相同的同一金属,在一定的温度下以不同的应变速率拉伸试验,如图6—图11所示,金属的断面收缩率或延伸率随拉伸应变速率的改变而变,即应变速率脆性.往往存在一应变速率使断面收缩率达到极小值,称为临界应变速率.应变速率脆性是拉伸试验技术标准ISO 6892-2-2011所认定的拉伸应变速率改变引起的测试不确定性<sup>[11]</sup>.也就是说,这种测试不确定性是测试系统自身的要

素——拉伸应变速率, 干扰了断面收缩率或延伸率的测试结果. 这种不确定性也只能从拉伸试验应变速率改变引起的效应中寻找其发生机理.

归纳图 6—图 11 的试验结果, 可以得到应变速率改变引起的断面收缩率或延伸率的测试不确定性, 即应变速率脆性, 有以下实验规律和特征:

1) 在同一拉伸温度, 应变速率的改变能引起金属断面收缩率或延伸率的变化, 称为应变速率脆性;

2) 往往存在一个使断面收缩率达到极小值的应变速率, 称为临界应变速率;

3) 随着拉伸试验温度的降低, 临界应变速率也将降低;

4) 对于不出现临界应变速率的情况, 随着应变速率的增加, 断面收缩率既可以增加, 也可以降低; 对于断面收缩率(或延伸率)降低的情况, 对应相同应变速率, 较高拉伸温度的断面收缩率(或延伸率)总高于较低拉伸温度的断面收缩率(或延伸率); 但对于断面收缩率(或延伸率)增加的情况正好相反, 对应相同应变速率, 较低拉伸温度的断面收缩率(或延伸率)总高于较高拉伸温度的断面收缩率(或延伸率);

5) 对于具有相同热历史的同一种合金, 在不同的拉伸温度, 延伸率既可以随应变速率增加, 也可以随应变速率降低.

### 3 拉伸试验测试断面收缩率不确定性机理

本节将首先叙述多晶金属弹性变形的微观理论 [8,14-18], 然后用此理论解释上节所述的断面收缩率(或延伸率)测试不确定性的各种试验表象规律, 即中温脆性和应变速率脆性的实验规律和特征.

#### 3.1 金属弹性变形的微观理论

自英国物理学家 Hooke 于 17 世纪提出 Hooke 定律以来, 金属弹性变形理论一直停留在此定律所规范的宏观理论框架内. 自 20 世纪末, Xu 在 Hooke 定律的基础上, 逐步建立起与晶界溶质成分相关的多晶金属弹性变形的微观理论 [8,14-18].

##### 3.1.1 微观机制和临界时间

多晶金属在张应力下弹性变形, 晶界优先滞弹性弛豫 [19]. Xu 提出晶界滞弹性弛豫的微观机制是

晶界吸收基体中的空位, 空位与某些溶质原子形成空位-溶质原子复合体向晶界扩散, 引起超过晶界平衡浓度的溶质聚集在晶界处, 形成溶质的非平衡晶界偏聚. 因为是超过平衡浓度的溶质原子富集在晶界处, 导致晶界处的溶质原子扩散回晶内. 这样金属在一定温度  $T$  的弹性变形过程中, 同时有复合体向晶界的扩散流和方向相反的溶质原子返回晶内的扩散流. 因此, 存在着一个弹性变形时间, 使这两个扩散流相等(相互平衡), 并且此时晶界溶质浓度达到极大值, 此弹性变形时间称为弹性变形在温度  $T$  的临界时间, 并用 (1) 式表述它 [8,15].

$$t_c(T) = [r^2 \ln(D_c(T)/D_i(T)) / [\delta(D_c(T) - D_i(T))]] \quad (1)$$

其中  $r$  是晶粒半径,  $D_c(T)$  是空位-溶质原子复合体在弹性变形温度  $T$  的扩散系数,  $D_i(T)$  是溶质原子在温度  $T$  扩散系数,  $\delta$  是临界时间常数. (1) 式中各个物理量是弹性变形条件下的物理参数.

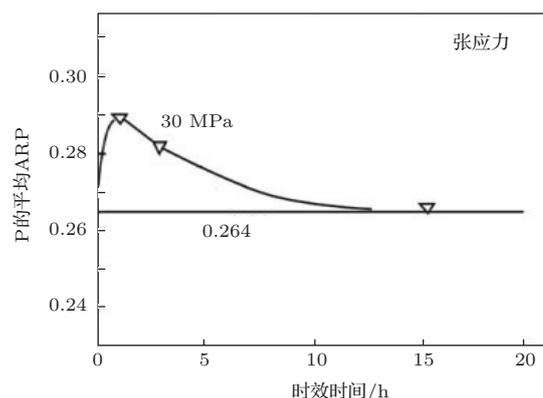


图 12 光滑试样在拉应力作用下 P 晶界偏聚量随时效时间的变化 [20]

弹性变形的临界时间已被多次试验证实 [20-22]. 图 12 是钢中磷在 773 K 弹性变形的临界时间, 大约在 1 h, 在此时间磷的晶界浓度达到极大值 [20]. Cr-Mo 低合金钢中, 磷在 520 °C 40 MPa 张应力下, 用俄歇谱测量晶界成分, 获得弹性变形的临界时间是 0.5 h [21]. 钢中硫在 883 K 张应力下弹性变形的临界时间大约在 3 h, 在此时间硫的晶界浓度达到极大值 [22].

如图 12 所示, 在弹性变形过程中, 溶质晶界浓度决定于弹性变形时间接近临界时间的程度. 当弹性变形时间短于临界时间, 随弹性变形时间的缩短, 越远离临界时间, 晶界浓度将越低; 当弹性变形时间长于临界时间, 随弹性变形时间的缩短, 越接近临界时间, 晶界浓度将越高. 只有当弹性

变形时间等于临界时间, 晶界溶质浓度才达到极大值 [15,16].

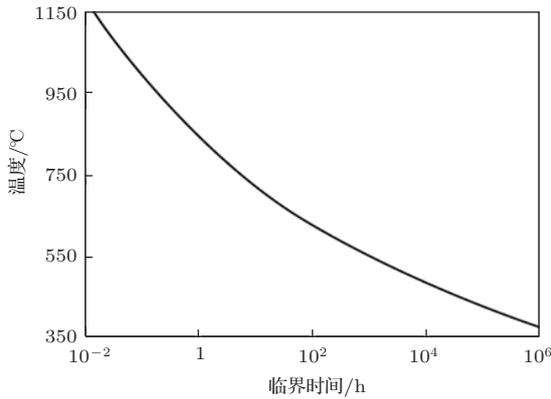


图 13 利用 (1) 式计算的钢中 P 的临界时间与时效温度之间的模拟示意图 [11,16]

因为缺乏弹性变形条件下的物理参数, 难以用 (1) 式定量计算临界时间与弹性变形温度之间的曲线关系. 图 13 是用 (1) 式模拟的临界时间与弹性变形温度之间关系的推理示意图. 随着变形温度的降低, 溶质和复合体的扩散速率都将降低, 两者达到扩散动态平衡的时间, 即临界时间也将延长. 如图 13 所示, 随着变形温度的降低, 临界时间延长. 这是弹性变形临界时间的基本特征之一 [15,16].

### 3.1.2 偏聚峰温度及其移动

金属在张应力作用下弹性变形, 晶界优先滞弹性弛豫. 当达到弛豫平衡时, 晶界停止吸收空位, 此时晶界溶质达到弛豫平衡下的浓度,  $X_u$  [15,16] 用 (2) 式表示这一晶界溶质浓度  $C_{b(\sigma=\sigma)}$ :

$$C_{b(\sigma=\sigma)} = C_{b(\sigma=0)} + (K_0/2)\sigma^2/E_{gb}F_v, \quad (2)$$

其中  $C_{b(\sigma=0)}$  是无应变状态下的晶界溶质平衡浓度,  $\sigma$  是作用的张应力,  $E_{gb}$  是晶界区弹性模量,  $F_v$  是在晶界区增加一个空位所需的能量,  $K_0$  是表示晶界法线方向与张应力方向之间夹角的参数.

在临界时间公式 (1) 和滞弹性弛豫平衡方程 (2) 的基础上,  $X_u$  [15,16] 建立了在一定温度下晶界溶质浓度随弹性变形时间变化的动力学方程. 对于弹性变形时间短于临界时间, 得到方程 (3)

$$\begin{aligned} & [C_b(t) - C_{b(\sigma=0)}]/[C_{b(\sigma=\sigma)} - C_{b(\sigma=0)}] \\ &= 1 - \exp(4D_c t/\alpha_{i+1}^2 d^2) \\ & \times \operatorname{erfc}[2(D_c t)^{1/2}/\alpha_{i+1} d]. \end{aligned} \quad (3)$$

对于弹性变形时间长于临界时间, 得到方

程 (4)

$$\begin{aligned} & [C_b(t) - C_g]/[C_b(t_c) - C_g] \\ &= (1/2)\{\operatorname{erf}[(d/2)/[4D_i(t - t_c)]^{1/2}] \\ & \quad - \operatorname{erf}[-(d/2)/[4D_i(t - t_c)]^{1/2}]\} \end{aligned} \quad (4)$$

其中  $C_g$  是溶质基体浓度,  $\alpha_{i+1} = C_{b(\sigma=\sigma)}/C_g$ ,  $D_v$  和  $D_i$  分别是复合体和溶质在弹性变形下的扩散系数,  $d$  是晶界偏聚富集层宽度.

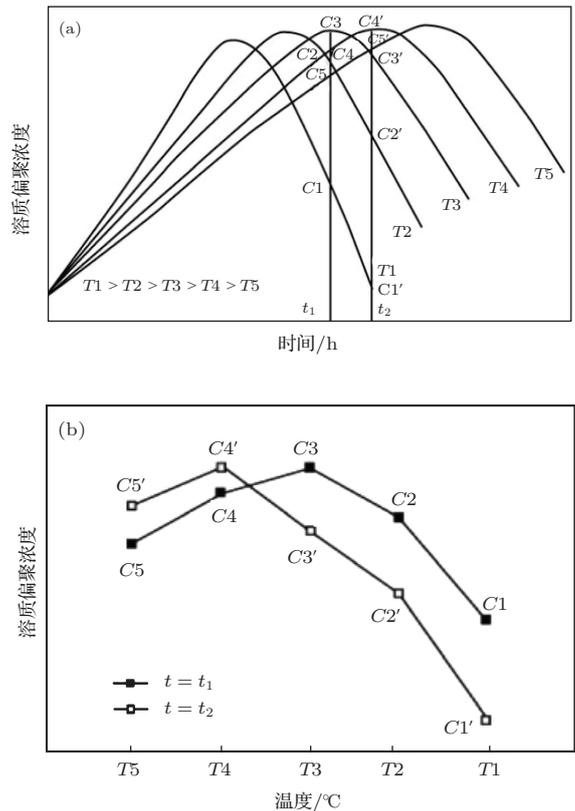


图 14 (a) 在不同测试温度下, 杂质元素晶界偏聚浓度与弹性变形时间关系的推理示意图, 竖线表示弹性变形时间  $t_1$  和  $t_2$  h; (b) 在不同温度下分别经过  $t_1$  和  $t_2$  h 弹性变形时间后杂质在晶界的偏聚浓度,  $T_1 > T_2 > T_3 > T_4 > T_5$  [8]

图 14 (a) 是用 (1)–(4) 式模拟计算的在 5 个不同弹性变形温度下, 溶质晶界浓度随弹性变形时间变化的推理示意图 [8,18]. 图 14 (b) 来自图 14 (a), 它表示在各个弹性变形温度变形相同的时间  $t_1$  或  $t_2$  ( $t_1 < t_2$ ), 溶质晶界浓度随变形温度的变化.

由图 14 可以得出如下结论 [8]:

1) 在各个不同的弹性变形温度变形相同的时间, 必存在一个变形温度, 其弹性变形的临界时间等于或最接近变形时间, 在此温度下溶质晶界浓度最高, 高于其他所有变形温度, 称为弹性变形的偏聚峰温度;

2) 在各个弹性变形温度的变形时间延长, 偏聚峰温度将向低温移动, 称为偏聚峰温度移动.

在下一节中, 我们将用弹性变形引起晶界成分变化的这些基本规律, 阐明上节描述的断面收缩率测试不确定性的实验现象.

### 3.2 弹性变形引起断面收缩率测试不确定性

按照金属材料高温拉伸试验技术标准<sup>[2,3]</sup>, 拉伸试验是在一定的温度以不变的应变速率拉伸至断裂. 拉伸试验过程包括弹性变形阶段和其后的塑性变形至断裂. 在一定温度下拉伸试验, 金属经受的弹性变形量是一个不变的常数. 因此, 对于一个不变的应变速率, 拉伸试验过程的弹性变形时间是一定的, 用EDT (elastic deformation time) 表示这一弹性变形时间, 而且随着拉伸应变速率的降低, EDT将单调延长. 另外, 弹性变形的临界时间随拉伸试验温度的降低而单调延长. 拉伸试验中应变速率对应的EDT和拉伸温度对应的临界时间之间的相互关系的变化, 将用于阐明断面收缩率测试不确定性的各种试验现象.

#### 3.2.1 临界时间引起应变速率脆性

在一定的温度下, 以不同的应变速率拉伸至断裂, 每一个应变速率都对应着一个确定的EDT, 随着应变速率的降低, EDT延长. 因此必有一个应变速率, 其对应的EDT等于或最接近于拉伸试验温度的弹性变形的临界时间, 以此应变速率拉伸, 杂质的晶界浓度和相应的脆性达到极大值(断面收缩率达到极小值), 此即临界应变速率. 快于或慢于此应变速率, 其对应的EDT都短于或长于拉伸温度的临界时间, 相应的晶界杂质浓度和脆性都将降低(断面收缩率升高). 这就产生了图6—图8所示的分别对Fe36Ni含Cu合金、Fe-17Cr不锈钢和C-Mn含S钢拉伸试验得到的应变速率脆性, 即断面收缩率随拉伸应变速率而变, 存在一个应变速率, 使脆性达到极大值(断面收缩率极小值), 即临界应变速率. 图6的临界应变速率在 $10^{-1}$ — $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 之间. 图7中在923 K拉伸, 临界应变速率在 $1.43 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , 在873 K拉伸, 临界应变速率在 $1.43 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . 图8中在1173 K拉伸, 临界应变速率在 $0.1$ — $1 \text{ s}^{-1}$ 之间.

降低拉伸试验温度, 相应的弹性变形的临界时间延长. 这样就需要一个较慢的应变速率, 对

应一个较长的EDT等于或最接近于此较低拉伸温度的临界时间. 因此, 取得断面收缩率极小值的应变速率将降低, 即临界应变速率降低. 这就如图7所示的Fe-17Cr不锈钢的情况, 拉伸试验温度从923 K降低至873 K, 临界应变速率也从 $1.43 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 降低至 $1.43 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . 如前已述, 从图4 Al-5 %Mg合金的试验结果也会得到如图7所示的结果. 因此, 对Al-5%Mg合金也会得出上述分析结果.

拉伸试验所采用的应变速率不一定达到临界应变速率, 存在拉伸应变速率快于和慢于临界应变速率的两种情况.

1) 对于拉伸速率快于临界应变速率的拉伸试验, 其对应的EDT都短于临界时间, 随应变速率的增加, EDT缩短, 越远离临界时间, 晶界杂质浓度和相应的脆性降低, 金属断面收缩率或延伸率增加, 同时对应相同应变速率, 较低拉伸温度的断面收缩率或延伸率总要高于较高拉伸温度的断面收缩率或延伸率, 这是由于随拉伸试验温度降低, 临界应变速率将也降低引起的, 如图7所示. 如图9和图10所示的分别在C-Mn含Cu钢和Fe-40Al-0.6C合金的情况: 对于图9 C-Mn含Cu钢, 随应变速率的增加, 金属脆性降低, 断面收缩率增加, 且对应相同的应变速率, 较低拉伸温度的断面收缩率总要高于较高拉伸温度的断面收缩率, 即1173 K的断面收缩率高于1273 K的断面收缩率, 1273 K的高于1323 K的, 1323 K的高于1342 K的等. 对于图10 Fe-40Al-0.6C合金, 随应变速率的增加, 延伸率增加, 且对应相同的应变速率, 较低拉伸温度 $-30 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 的延伸率总要高于较高拉伸温度——室温的延伸率.

2) 对于拉伸应变速率慢于临界应变速率的拉伸试验, 其对应的EDT都长于临界时间, 随应变速率的增加, EDT缩短, 越接近临界时间, 晶界杂质浓度和相应的脆性升高, 金属脆性增加, 断面收缩率或延伸率降低, 同时对于相同的应变速率, 较低拉伸温度的断面收缩率总要低于较高拉伸温度的断面收缩率, 这也是由于拉伸试验温度降低, 临界应变速率也将降低引起的, 如图7所示. 这就是图8所示的, 在C-Mn含S钢的情况, 随应变速率的增加, 金属脆性增加, 断面收缩率降低, 同时对应相同的应变速率, 较低拉伸温度1273 K的断面收缩率总要低于较高拉伸温度1423 K的断面收缩率.

对于具有相同热历史的同一合金, 在不同温度

拉伸试验, 由于临界应变速率随拉伸试验温度的降低而降低, 这就出现了同一合金在不同温度拉伸, 在每个温度拉伸速率既可能快于此温度的临界应变速率, 也可能慢于此温度的临界应变速率, 从而出现了图 10 和图 11 所示的情况: 对于 Fe-40Al-0.6C 合金, 在室温或  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 拉伸应变速率快于临界应变速率, 随应变速率增加, 合金的延伸率升高. 在  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 拉伸应变速率慢于临界应变速率, 随应变速率增加, 合金的延伸率降低.

值得指出的是, 试验已经证实, 图 6—图 11 所表示的应变速率脆性, 都是各个合金中的溶质元素或杂质元素富集在晶界处引起的沿晶界脆性断裂, 是晶界效应. 对于图 6 和图 9 所示的应变速率脆性, Fe36Ni 含 Cu 合金和 0.1C 钢中的 Cu 沿晶界的偏聚起着主要作用, 引起晶间脆性断裂<sup>[10]</sup>. Fe-17Cr 不锈钢中的磷和硫在晶界的偏聚引起了图 7 中的应变速率脆性<sup>[4,5]</sup>. 图 8 的作者 Nagasaki 等表示, 正是 C-Mn 钢中的硫偏聚到晶界上, 弱化了晶界导致了图 8 中的脆性断裂<sup>[12]</sup>. 对于图 10 和 11 的应变速率脆性, 其作者 Kumar 和 Pang 指出, Fe-40Al-0.6C 合金中的沿晶界断裂, 证实了碳元素偏聚到晶界上可能对于阻碍沿晶界脆断是无效的<sup>[13]</sup>. 这表明了晶界和碳的偏聚在确定 Fe-40Al-0.6C 合金的脆性上起着主导作用.

上述所有试验结果都支持了如下结论: 在一定温度下以不同的应变速率拉伸的试验, 随着应变速率的降低, 引起拉伸试验的弹性变形阶段的持续时间 (EDT) 延长, 总存在一个应变速率, 其对应的 EDT 等于或最接近于此温度的弹性变形的临界时间, 使晶界杂质浓度和脆性达到极大值, 此应变速率即为临界应变速率; 弹性变形的临界时间随试验温度的降低而延长, 导致临界应变速率随试验温度的降低而降低; 金属断面收缩率 (或延伸率) 受应变速率的这种影响, 即应变速率脆性是拉伸试验弹性变形引起断面收缩率测试的不确定性.

### 3.2.2 偏聚峰温度引起中温脆性

以不变的应变速率在各个温度拉伸, 各个温度都对应一个大体不变的 EDT, 这就相当于 3.1.2 节所述的, 在各个温度都弹性变形相同的时间, 必存在一个晶界杂质偏聚峰温度引起脆性峰温度 (断面收缩率极小值温度), 并且当拉伸试验的应变速率降低, 对应的 EDT 延长, 偏聚峰温度和相应的脆性峰温度向低温移动. 这正如图 3—图 5 所

示的分别对 Fe-17Cr 不锈钢、Al-5 wt%Mg 合金和 CuNi25 合金的拉伸试验. 对于图 3 的 Fe-17Cr 不锈钢, 每一个应变速率都有一个取得断面收缩率极小值的温度, 且随着应变速率从  $1.43 \times 10^{-1}\text{ s}^{-1}$  降至  $1.43 \times 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ , 取得断面收缩率极小值的温度也从大约 970 K 降至 800 K 左右. 对于图 4 的 Al-5 wt%Mg 合金, 每一个应变速率都有一个取得断面收缩率极小值的温度, 且随着应变速率从  $1.02 \times 10^{-1}\text{ s}^{-1}$  降至  $1.19 \times 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ , 取得断面收缩率极小值的温度也从大约 700 K 降至 450 K 左右. 对于图 5 的 CuNi25 合金, 两个应变速率的每一个都有一个取得断面收缩率极小值的温度, 且随应变速率从  $2.7 \times 10^{-1}\text{ s}^{-1}$  降至  $2.7 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ , 取得断面收缩率极小值的温度也从大约  $570\text{ }^{\circ}\text{C}$  降至  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

中温脆性是杂质晶界偏聚引起的晶间脆性, 是一种晶界效应<sup>[8]</sup>. 图 3 作者 Sun 等实验确定了 Fe-17Cr 不锈钢的中温脆性是磷和硫的晶界偏聚引起的晶界脆性<sup>[4,5]</sup>. Horikawa 等研究表明, Al-5.2%Mg 合金中极微量的 Na (1.8 ppm) 作为杂质元素偏聚到晶界上, 引起了图 4 所示的合金的中温脆性<sup>[23]</sup>. 图 5 的作者发现脆性裂纹沿晶界开裂, 虽没有研究何种杂质引起晶界脆化, 但也明确了中温脆性的晶界效应<sup>[7]</sup>.

因此, 对于以不变的应变速率在各个不同的温度拉伸至断裂的拉伸试验, 随着拉伸温度的降低, 其弹性变形阶段对应的临界时间也单调变长, 必有一拉伸温度, 其临界时间与应变速率对应的 EDT 最接近, 此拉伸温度晶界杂质浓度最高, 脆性最大 (断面收缩率极小). 高于或低于此温度, 对应的临界时间都短于或长于应变速率对应的 EDT, 杂质晶界浓度和脆性都将降低, 断面收缩率升高, 这样形成了各种合金的中温脆性, 即拉伸温度改变引起的断面收缩率的测试不确定性<sup>[8]</sup>.

至此, 拉伸试验温度改变和应变速率改变引起的断面收缩率 (或延伸率) 的测试不确定性的各种实验现象, 在拉伸试验弹性变形的临界时间, 和应变速率对应的弹性变形时间 (EDT) 之间的关系及其变化的基础上, 得到统一的阐述. ISO 金属力学性能测试技术委员会认定的拉伸试验温度和应变速率改变引起金属力学性能指标的测试不确定性, 将导致对金属拉伸试验技术的全新认识. 本文只讨论了表示金属塑性的力学指标——断面收缩率或延伸率测试结果不确定性发生的微观机制. 拉伸试验

弹性变形阶段引起晶界成分的改变, 是否会引起其他力学性能指标的测试结果的不确定性? 以及如何影响这些力学性能指标的测试不确定性? 还有什么其他机制引起力学性能的测试不确定性? 都是需要进一步研究的课题. 为此, 首先需要大量的试验, 获得各力学性能指标测试不确定性的实验表象规律.

## 4 结 论

拉伸试验引起的中温脆性和应变速率脆性是拉伸温度和应变速率改变引起的断面收缩率(或延伸率)测试结果的不确定性. 近期发展起来的与晶界成分相关的多晶金属弹性变形的微观理论能阐明这两种测试不确定性的各种试验现象. 表明这两种测试不确定性, 是拉伸试验的弹性变形阶段晶界、空位和溶质原子之间的交互作用, 诱发了溶质或杂质原子的晶界偏聚, 脆化了晶界引起的.

## 参考文献

- [1] Zhang C L, Han P D, Wang X H, Zhang Z X, Wang L P, Xu H X 2013 *Chin. Phys. B* **22** 126802
- [2] ASTM International: 2003 *Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials* ASTM International, Designation: E21-03a, 1
- [3] International Standard 2011 *ISO 6892-2, Metallic Materials-Tensile Testing Part 2: Method of Test at Elevated Temperature* (1st Ed.) 9
- [4] Sun D S, Yamane T, Hirao K 1991 *J. Mater. Sci.* **26** 689
- [5] Sun D S, Yamane T, Hirao K 1991 *J. Mater. Sci.* **26** 5767
- [6] Otsuka M, Horiuchi R 1984 *J. Jpn. Inst. Met.* **48** 688
- [7] Nowosielski R, Sakiewicz P, Mazurkiewicz J 2006 *J. Ach. Mater. Manuf. Eng.* **17** 93
- [8] Xu T D, Zheng L, Wang K, Misra R D K 2013 *Inter. Mater. Rev.* **58** 263
- [9] Xu T D 2009 *10000 Selected Problems in Sciences: Physics* (Beijing: Science Press) p523 (in Chinese) [徐庭栋 2009 10000 个科学难题·物理学卷 (北京: 科学出版社) 第 523 页]
- [10] Suzuki H G 1997 *ISIJ Inter.* **37** 250
- [11] Xu T D, Yu H Y, Liu Z J, Zheng Z W 2013 *A Technical Report for ISO TC164 2013 Annual Meeting*, 1
- [12] Nagasaki C, Aizawa A, Kihara J 1987 *Trans. ISIJ* **27** 506
- [13] Kumar K S, Pang L X 1998 *Mater. Sci. Eng. A* **258** 153
- [14] Xu T D 2000 *J. Mater. Sci.* **35** 5621
- [15] Xu T D 2003 *Phil. Mag.* **83** 889
- [16] Xu T D, Cheng B 2004 *Prog. Mater. Sci.* **49** 109
- [17] Xu T D 2007 *Phil. Mag.* **87** 1581
- [18] Zheng Z W, Xu T D, Wang K, Shao C 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 246202 (in Chinese) [郑宗文, 徐庭栋, 王凯, 邵冲 2012 物理学报 **61** 246202]
- [19] Zener C (translated by Kong Q P, Zhou B L, Qian Z Q, Ma Y L) 1965 *Elastic and Anelastic of Metals* (Beijing: Science Press) pp3-40 (in Chinese) [甄纳 C 著 (孔庆平, 周本濂, 钱知强, 马应良 译) 1965 金属的弹性与滞弹性 (北京: 科学出版社) 第 3-40 页]
- [20] Shinoda T, Nakamura T 1981 *Acta Metall.* **29** 1631
- [21] Song S H, Wu J, Wang D Y, Weng L Q, Zheng L 2006 *Mater. Sci. Eng. A* **430** 320
- [22] Misra R D K 1996 *Acta Mater.* **44** 885
- [23] Horikawa K, Kuramoto S, Kanno M 2001 *Acta Mater.* **49** 3981

# Measurement uncertainty of metallic ductility in tensile tests: intermediate temperature embrittlement and strain rate embrittlement\*

Xu Ting-Dong<sup>†</sup> Liu Zhen-Jun Yu Hong-Yao Wang Kai

(High Temperature Materials Research Institute, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

( Received 26 June 2014; revised manuscript received 10 July 2014 )

## Abstract

International Standard, ISO 6892-2, Metallic Materials-Tensile Testing: Method of Test at Elevated Temperature maintained that the strain rate variations and test temperature variations can induce the measurement uncertainty of mechanical properties in tensile testing, which will imperil the reliability of tension tests. In this paper, the measurement uncertainties of shrinkage rate or elongation rate in tensile testing cross-section, intermediate temperature embrittlement and strain rate embrittlement are first described experimentally. Second, the fundamental results on the microscopic theory of elastic deformation in metals are briefly mentioned. Then the phenomena of the measurement uncertainties are explained based on the microscopic theory. It is expounded that the elastic deformation of tension tests induces the impurities to segregate to grain boundaries and the relative embrittlement which produces the measurement uncertainties of reduction in area. This work gives a theoretical basis for correcting the present standard method of tension testing to avoid the measurement uncertainty of reduction in area.

**Keywords:** grain boundary segregation, elastic deformation, tension testing, reduction in area

**PACS:** 81.05.Bx, 68.35.Dv, 81.40.Jj, 81.70.Bt

**DOI:** [10.7498/aps.63.228101](https://doi.org/10.7498/aps.63.228101)

---

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 51171050).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: [xutingd@hotmail.com](mailto:xutingd@hotmail.com)