第 24 卷 第 3 期
1975 年 5 月

物 理 学 报
ACTA PHYSICA SINICA

Vol. 24, No. 3
May, 1975

用测量晶界内耗的方法研究蠕变断裂过程*

孔庆平 常春城
(沈阳金属研究所)

提 要

本文研究了工业纯铝在不同断裂类型的蠕变过程中晶界内耗峰的变化. 由晶界内耗曲线所包围的面积求出晶界弛豫度, 而晶界弛豫度的下降意味着晶界强度增高. 根据实验结果可以推知: 在沿晶型断裂过程中, 晶界不发生强化; 在混合型断裂过程中, 晶界发生了强化; 在穿晶型断裂过程中, 晶界则发生了显著的强化. 这说明: 发生不同类型的蠕变断裂, 不仅决定于晶界和晶粒在蠕变试验前的相对强度, 而且与蠕变过程中晶界强化的程度有关.

金属在不同蠕变条件下, 可以发生不同类型的断裂, 即沿晶型、混合型和穿晶型断裂. 一般认为[1,2], 发生不同类型的蠕变断裂, 与晶界的强度有密切关系. 但是, 在不同断裂类型的蠕变过程中, 晶界强度变化的情况还很少有人研究.

晶界内耗峰的发现已有二十七年的历史[3], 它可以灵敏地反映晶界的状态[3-6]. 本文利用晶界内耗峰的测量作为工具, 研究蠕变过程中晶界强度的变化及其与断裂类型的关系.

一、实验方法和试样制备

内耗测量的装置是扭摆[3]. 测量内耗时改变温度, 不加负荷. 恒温度恒负荷的蠕变实验用直接加荷的方法在同一装置上进行.

蠕变实验的条件分为三类: (1) 高温度、低应力; (2) 中等温度、中等应力; (3) 低温度、高应力; 使试样分别发生沿晶型、混合型和穿晶型的断裂.

由于工业纯铝在不同蠕变条件下的断裂类型和显微结构变化已有详细的研究[7,8], 并且它有一个明显的晶界内耗峰[4], 故选用工业纯铝作为试样. 所用试样的纯度是 99.6%. 铝锭经过锻造和旋锻(打丝), 最后得到的试样直径是 1.68 毫米, 标距长度 100 毫米.

试样预先在 600℃ 退火 3 或 4 小时, 以获得稳定的晶粒尺寸. 蠕变实验的温度都远低于 600℃, 在蠕变过程中不发生晶粒长大.

试样装入扭摆装置以后, 再在蠕变温度下保温 3 或 4 小时, 使试样中的杂质分布接近蠕变温度下的平衡状态. 然后降温测量内耗, 得出蠕变前的原始晶界内耗曲线. 经过不同时间的蠕变以后, 卸荷, 并立即降温测量内耗, 即得出不同蠕变量以后的晶界内耗曲线.

* 1973 年 9 月 24 日收到.

二、实验结果

图 1 表示试样（晶粒尺寸 0.6 毫米，预先曾在 600℃ 退火 4 小时）在高温度、低应力（480℃，0.34 公斤/毫米²）蠕变条件下晶界内耗峰的变化．曲线 I 是蠕变前的原始内耗曲线，测量前曾在蠕变温度下保温 4 小时．曲线 II—VI 分别是经过蠕变时间 5，350，1400，1860，2255 分钟（累积时间，下同）以后的内耗曲线．为避免在较高温度下卸荷引起蠕变回复，曲线 II—VI 均是炉冷到 330℃ 卸荷，并立即降温测量得到的．由于每次测量内耗的系统不变，而试样发生了伸长，故测量频率依次递减如下：1.47，1.47，1.47，1.46，1.45，1.43 周/秒．图中右下方蠕变曲线上的各点是测量内耗时的位置．试样最后以沿晶方式断裂．

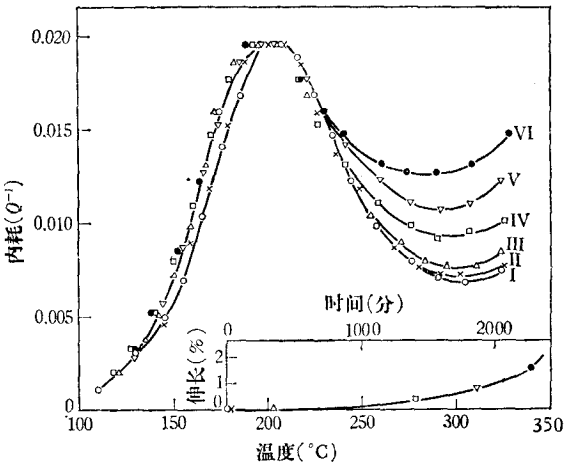


图 1　工业纯铝在沿晶型断裂的蠕变条件下，经过不同蠕变时间以后的内耗

I——蠕变前；II——蠕变时间 5 分钟；III——350 分钟；IV——1400 分钟；V——1860 分钟；VI——2255 分钟

由图可见，晶界内耗峰在蠕变过程中的变化不明显．

曾经在 370℃，0.6 公斤/毫米²的蠕变条件下进行过类似的测量（试样也是沿晶断裂），所得规律与图 1 相同．

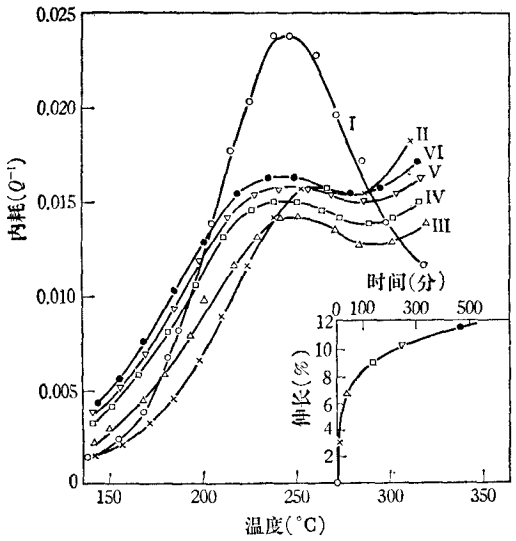


图 2　工业纯铝在混合型断裂的蠕变条件下，经过不同蠕变时间以后的内耗

I——蠕变前；II——蠕变时间 5 分钟；III——35 分钟；IV——135 分钟；V——245 分钟；VI——465 分钟

图 2 表示试样（晶粒尺寸 0.5 毫米，预先曾在 600℃ 退火 3 小时）在中等温度、中等应力（320℃，1.5 公斤/毫米²）蠕变条件下晶界内耗峰的变化．曲线 I 是蠕变前的原始内耗曲线，测量前曾在蠕变温度下保温 3 小时．曲线 II—VI 分别是经过蠕变时间 5，35，135，245，465 分钟以后的内耗曲线．蠕变后立即在蠕变温度 320℃ 卸荷，并降温测量内耗．测量频率依次为 1.47，1.42，1.36，1.31，1.29，1.27 周/秒．图中右下方蠕变曲线上的各点是测量内耗时的位置．试样以混合型方式断裂．

由图可见，晶界内耗峰在加荷的初期（蠕变第一阶段内）明显地降低，在随后的蠕变过程中（蠕变第二阶段内），内耗峰高度的变化不显著．

图 3 表示试样(晶粒尺寸及热处理同图 2 试样)在低温度、高应力(300℃, 1.9 公斤/毫米^2) 蠕变条件下晶界内耗峰的变化. 曲线 I 是蠕变前的原始内耗曲线, 测量前曾在蠕变温度下保温 3 小时. 曲线 II—IV 分别是经过蠕变时间 3, 13, 38 分钟以后的内耗曲线. 蠕变后立即在蠕变温度 300℃ 卸荷, 并降温测量内耗. 测量频率依次为 1.45, 1.36, 1.33, ~1.30 周/秒 (最后一个频率是估计值). 图中右下方蠕变曲线上的各点是测量内耗时的位置. 试样以穿晶方式断裂.

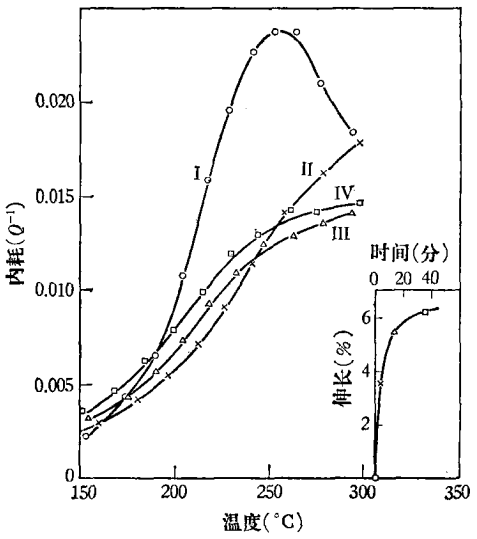


图 3 工业纯铝在穿晶型断裂的蠕变条件下, 经过不同蠕变时间以后的内耗

I——蠕变前; II——蠕变时间 3 分钟; III——13 分钟; IV——38 分钟

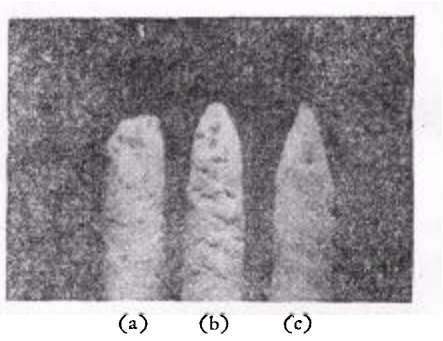
这时, 晶界内耗峰在加荷初期(蠕变第一阶段内)几乎完全消失, 在随后的蠕变过程中(蠕变第二阶段内), 晶界内耗峰仍不明显.

图 1—3 试样的断裂类型、断裂时间和延伸率示于表 1.

图 4(a), 4(b) 和 4(c) 依次是图 1—3 试样的宏观断口照片 (×5).

表 1 图 1—3 试样的断裂类型、断裂时间和延伸率

图	断裂类型	断裂时间(分)	延伸率(%)
1	沿 晶 型	2435	5
2	混 合 型	490	13
3	穿 晶 型	81	10



(a) (b) (c)

图 4 图 1—3 试样的宏观断口照片

(a)——图 1; (b)——图 2; (c)——图 3(×5)

三、实验数据分析

由图 1—3 可见, 在不同断裂类型的蠕变过程中, 晶界内耗峰的变化有不同的特点, 即晶界弛豫度 (relaxation strength, 也可译为弛豫强度, 或弛豫程度) 在不同断裂类型的条件下变化的规律不同.

由于晶界内耗峰不只包含单一的弛豫时间, 并且蠕变过程中晶界内耗峰在高度和形状上均有所变化, 故晶界弛豫度不能简单地由内耗峰高度求出, 而需要通过扣除背景后的晶界内耗曲线所包围的面积求出.

在单一弛豫时间的情况下, 内耗 Q^{-1} 与弛豫度 Δ 的关系是[9]

$$Q^{-1} = \Delta \cdot \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}, \tag{1}$$

式中 ω 是角频率，τ 是弛豫时间．对于晶界弛豫而言，τ 满足 Arrhenius 方程：

$$\tau = \tau_0 e^{H/RT}, \tag{2}$$

H 是激活能，R 是气体常数，T 是绝对温度．根据 (1)，(2)两式可以求出$\left(Q^{-1} - \frac{1}{T}\right)$内耗曲线所包围的面积是

$$A = \int_0^\infty Q^{-1} d\left(\frac{1}{T}\right) = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{R}{H} \cdot \Delta \tag{3}$$

假定实验上测出的晶界内耗峰是一系列具有单一弛豫时间的基元过程的迭加．于是，晶界内耗曲线所包围的面积与总弛豫度的关系为

$$\sum A = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{R}{H} \cdot \sum \Delta, \tag{4}$$

这里的 H 是一系列具有单一弛豫时间的基元过程的平均值．用原始试样改变频率测量，得出 $H = 38{,}000\ (\pm 2{,}000)$ 卡/克分子．

图 5 曲线 I 和 II 分别是图 1 曲线 I 和 VI 当横坐标改为 $1/T$ 以后的实验内耗曲线，图中虚线是相应的背景内耗曲线．在作背景内耗曲线时，考虑到了在扣除背景后，内耗在峰的两侧(在采用 $1/T$ 坐标时)的对称性．用求积仪求出实验内耗曲线与背景内耗曲线间包围的面积，就可以根据 (4) 式求出这两种情况下的弛豫度分别是 0.068 和 0.064．仿图 5 的方法，将图 1 和图 2 的所有内耗曲线逐个改为以 $1/T$ 为横坐标作图．这样便可得出图 1 和图 2 各内耗曲线的晶界弛豫度．

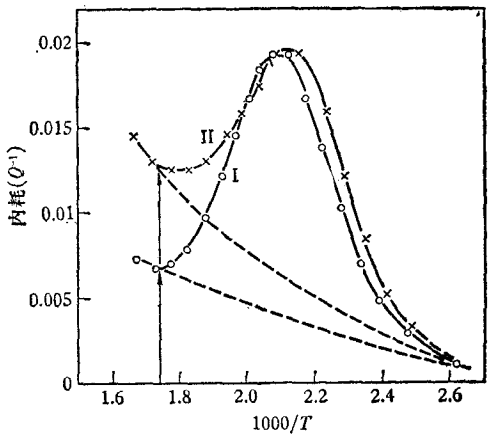


图 5　根据晶界内耗曲线所包围的面积求晶界弛豫度的例子

I——由图 1 曲线 I 改画；

II——由图 1 曲线 VI 改画

图 6(a) 和 6(b) 分别表示在图 1 和图 2 的蠕变条件下晶界弛豫度 (以蠕变前的为单

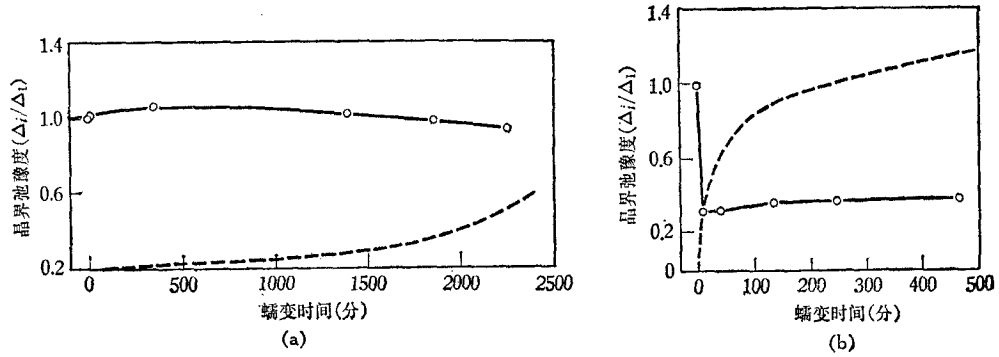


图 6　蠕变过程中晶界弛豫度(蠕变后与蠕变前的比值)的变化

(a)——对应图 1；　(b)——对应图 2

位)的变化,图中的虚线是相应的蠕变曲线.

从图 3 看出,蠕变以后的晶界内耗峰已不明显,因而难以按图 5 的方法求出晶界弛豫度. 但从图 1—3 的对比可以肯定,在图 3 的蠕变条件下晶界弛豫度随时间而下降的程度,远比图 6(a) 和 6(b) 更为显著.

曾经在 480℃ (图 1 的蠕变温度)将试样保温 2100 分钟,结果保温前后的晶界弛豫度精确地相等,仅背景内耗有微弱的升高. 这说明图 6 所示的晶界弛豫度的变化是由于蠕变所引起的.

由晶界弛豫度的变化,可以推知晶界强度的变化. 根据定义[9],

$$\Delta = \frac{M_U - M_R}{M_U}, \tag{5}$$

式中 M_U 是未弛豫的弹性模量, M_R 是完全弛豫的弹性模量. 对同一试样而言,晶界弛豫度的下降,表示跨过晶界的应力弛豫所能够引起的应变减小,即标志着晶界强度增高.

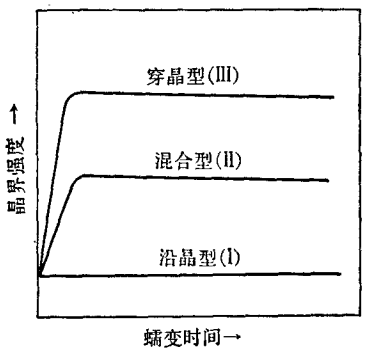


图 7 不同断裂类型的蠕变过程中晶界强度变化的示意图

根据这一概念,晶界强化的变化应该与图 6 中晶界弛豫度的变化有相反的趋势. 即在沿晶断裂的蠕变过程中,晶界强度不发生明显的变化;在混合型断裂的蠕变过程中,晶界强度有一定程度的增加;在穿晶断裂的蠕变过程中,晶界强度则有比较显著的增加. 这三种情况下晶界强度在蠕变过程中变化的示意图,如图 7 所示.

从图 6 和图 7 还可以看出,蠕变过程中所发生的晶界强化主要发生在蠕变第一阶段;而在蠕变第二阶段,晶界强度的变化不显著.

四、讨 论

关于蠕变过程中晶界强化的原因,可以从结构变化得到解释. 根据 Servi 和 Grant[7,8] 在工业纯铝 (2S) 中的研究结果可知:在沿晶断裂的情况下,蠕变过程中主要发生晶界滑动 (即晶粒整体的相对移动);在穿晶断裂的情况下,蠕变过程中主要发生晶粒内部的滑移. 混合型断裂的情况,应当介于这两者之间.

由此可见,晶界本身的滑动基本上不引起晶界强化;而晶粒内部的滑移才引起晶界强化. 这就表明晶界强化的原因可能是:由于相邻晶粒的取向不同,晶粒内位错的滑移受阻于晶界,使晶界附近发生了畸变,因而晶界强度增加.

值得注意的是:不同类型的蠕变断裂与蠕变过程中晶界强化的程度有对应关系. 这是可以理解的. 在图 1 的情况下,晶界的相对滑动不引起晶界强化,因而随着晶界滑动的发展最后导致沿晶断裂. 在图 3 的情况下,由于晶界附近的畸变使晶界发生了显著的强化,因而最后以穿晶方式断裂. 在图 2 的情况下,蠕变过程中也发生了晶界强化,但强化的程度不及图 3 的情况,因而发生混合型的断裂.

关于蠕变断裂的传统观点认为[1,2]，在不同蠕变条件下发生不同类型的断裂，决定于晶界和晶粒的原始相对强度．根据本文的结果来看，还应该考虑到在蠕变过程中所引起的晶界强化的程度，对于产生不同类型断裂的附加作用．

从图 1—3 还可看出，高温背景内耗经过蠕变后也有变化．但由于高温背景内耗的机制还不清楚，它可能包含着位错和晶界的综合贡献[10]，故对此暂不讨论．

参　考　文　献

[1] Z. Jeffries, *Jour. Inst. Metals*, **11** (1918), 300.
[2] R. C. Gifkins, Symposium on Fracture (1959), p. 579.
[3] Kê T. S. (葛庭燧), *Phys. Rev.*, **71** (1947), 533.
[4] Kê T. S. (葛庭燧), *Jour. Appl. Phys.*, **20** (1949), 274.
[5] 葛庭燧、孔庆平，物理学报，**10** (1954), 365；中国科学，**4**(1955),55.
[6] D. Siddell, Z. C. Szkopiak, *Metall. Trans.*, 3(7) (1972), 1907.
[7] I. S. Servi, N. J. Grant, *Trans. AIME*, **191** (1951), 909.
[8] I. S. Servi, N. J. Grant, *Trans. AIME*, **191** (1951), 917.
[9] C. Zener, 金属的弹性与滞弹性，孔庆平、周本濂等译，科学出版社(1965)，第五章．
[10] D. T. Peters, J. C. Bisseliches and J. W. Spretnak, *Trans. AIME*, **230** (1964), 530.