

鉄錳合金在正、反馬氏体型相变溫度範圍內出現的位錯內耗峯^{*1)}

馬 应 良 葛 庭 燧

(中国科学院)

提 要

用扭摆法測量了含錳 18.5% 的鉄錳合金的內耗,在正和反馬氏体型相变溫度範圍內都觀察到一个稳定的內耗峯。在降溫时,正馬氏体型相变區域內的內耗峯出現在 100°C 左右;在重新加熱时,反馬氏体型相变區域內的內耗峯出現在 200°C 左右。对于这两个变为稳定以后的內耗峯进行了系統的研究,它們的共同特征是:

1. 內耗峯的位置与測量內耗所用的振動頻率无关;
2. 稳定內耗峯的高度,随着測量內耗所用的应变振幅的增大而显著地升高;
3. 随着对于試样的加熱和冷却循环次数的增加,內耗峯的位置离相变开始点的溫度越远,而且內耗峯的高度也下降。

从以上的特点可以看出,內耗峯的位置与頻率无关表示产生內耗的基本过程不是受熱激活所控制的。此外,內耗与振幅有关这一现象进一步指出,产生內耗的机构不是一种滞彈性效应。电子衍射金相观测已經指出,作为扩展位錯的組成部分的堆垛层錯可以作为馬氏体型相变的核,因此,这种內耗现象可能是由于扩展位錯的应力感生加寬和收縮所引起的。这种模型可以統一地解释在鉄錳合金中所观察到的各种內耗现象。

一、引 言

王业宁和朱建中系統地研究了鉄錳合金在正和反的馬氏体型相变过程中所引起的內耗变化規律,发现內耗的大小决定于在振動一周內轉变量的多少,并討論了产生“內耗峯”的机构,认为主要由于馬氏体型相变是突然完成的,此时扭轉的外力可視為常数,从应力和不均匀物質交互作用能的計算,可以証明外力所做的功必須損失一半,因而引起內耗^[1]。

我們以往在研究碳鋼的回火分解时曾經指出,如果分解产物与母体具有共格性,則共格界面可以由于应力感生运动而引起一个內耗峯^[2,3]。这个內耗峯的特点是,內耗峯(內耗表示为溫度的函数)的位置不随測量內耗所用的頻率的改变而改变,內耗峯的高度随着測量內耗所用的应变振幅的增大而升高。由此,內耗峯不是一种弛豫过程所引起的,产生內耗的基本过程不受熱激活所控制。如所周知,在馬氏体型相变中,馬氏体与母体之間也具有共格性,所以根据以上的看法,馬氏体型相变“內耗峯”也可能表現上述的特点。为了驗

* 1963 年 8 月 27 日收到。

1) 本文的實驗工作在 1957 年完成,在最近进行整理时曾略作补充。

証这种看法,我們从 1956 年起开始了鉄锰合金(含锰 18.5%)的相变内耗的研究,初步观察到的結果与王业宁和朱建中的相同。在王业宁和朱建中的报导发表以后,我們在此基础上作了进一步的研究,观察到,并不只是在相变过程中才出現内耗峯,在相变达到稳定以后,在发生相变的温度范围内还出現一个稳定的内耗峯,这个稳定内耗峯的位置与頻率无关,但是随着应变振幅的增大而升高。下面报导这方面的結果,并对于产生内耗峯的机构提出看法。

二、实验装置和試样

測量内耗所用的仪器是扭摆。試样长约 200 毫米,直径 1.5 毫米,振动頻率約为 2 周/秒。試样是由含 18.5% 锰的鉄锰合金制成的,主要杂质是 0.39% 硅, 0.006% 硫和 0.068% 磷。当試样經過数次挤打最后达到直径 1.5 毫米时,放在 1000°C 湿氢中处理 10 小时,以除去試样中原来所含的碳和氮。随后所有的处理都是在干氢气氛中进行的,在 1000°C 保温 10 分钟以后淬入冷水中。經過这种处理以后的試样主要具有馬氏体和殘留奥氏体組織。

三、实验的結果与分析

1. 正和反馬氏体型相变温度范围内的内耗峯

将含锰 18.5% 的鉄锰合金在 1000°C 干氢中处理 10 分钟,淬入冷水中,然后升温測量内耗,观察到在 150—250°C 附近有一个内耗峯;当測量内耗至 400°C 以后再降温測量时,在

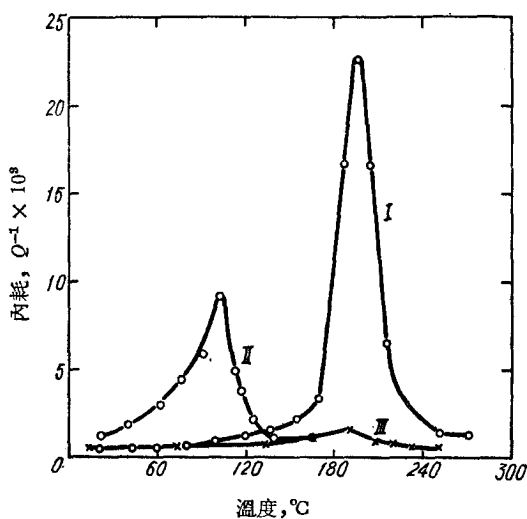


图1 鉄锰合金(18.5%Mn)正和反馬氏体型相变温度范围内的内耗峯

I——快速升温測量; II——快速降温測量;
III——慢速升温測量

120°C至室温范围内也有一个内耗峯,如图1的曲线 I 及 II。在这試样中,經 X 射线分析結果指出,在室温时是面心立方的 γ 相和六角密积的 ϵ 相。根据文献[4]上的記載,含锰 18.5% 的鉄锰合金有 $\gamma(\text{F.C.C.}) \rightleftharpoons \epsilon(\text{H.C.P.})$ 的正、反馬氏体型相变: 在降温达到 100°C 附近发生 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 的正转变,在升温达到 200°C 附近发生 $\epsilon \rightarrow \gamma$ 的反转变。所以内耗峯出現的温度范围即相当于 $\epsilon \rightleftharpoons \gamma$ 的温度区¹⁾。一般认为,这种内耗仅在相变过程中出現,在相变停止时,内耗很快下降。我們对于鉄锰合金所作的内耗測量指出,在升温或降温測量内耗时,内耗峯的高度与升温或降温測量内耗的速度有关,速度越慢,内耗峯越低(见图1曲线 III)。

这一現象与王业宁和朱建中所观察到的相同^[1]。由于内耗峯表現这样一个特点,所以我們在研究某些因素对内耗峯的影响时,必須

1) 王业宁和朱建中认为,在 17.5% Mn 的鉄锰合金中,这相当于 $\gamma \rightleftharpoons \alpha$ 的温度区。

严格控制在測量內耗时升温和降溫的速度。

2. 測量內耗所用振動頻率對內耗峯的影響

用不同頻率測量升温和降溫的內耗时,為了避免其他因素對它的影響,必須盡量把頻率以外的其他因素加以固定。關於這方面我們採取了以下的措施: (1)在改變頻率時,試樣所受的縱向應力(即扭擺和夾頭杆的重量)和測量內耗所用的應變振幅範圍保持不變; (2)由於內耗峯的高度與升溫和降溫的速度有關,所以在每次改變頻率測量內耗时都保證每次升(降)溫的速度一致,同時在每一溫度下測量內耗所經歷的時間也大致保持相同; (3)為保證試樣的組織結構相同,在每次改變頻率測量內耗时,都把試樣重新在 1000℃ 淬火,然後分別用 0.94, 1.47 和 2.09 周/秒三種頻率以每分鐘 3.2℃ 升溫和每分鐘 2℃ 的降溫速度測量了 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 的內耗峯,發現兩個內耗峯的位置都不因頻率改變而發生顯著移動(見圖 2)。

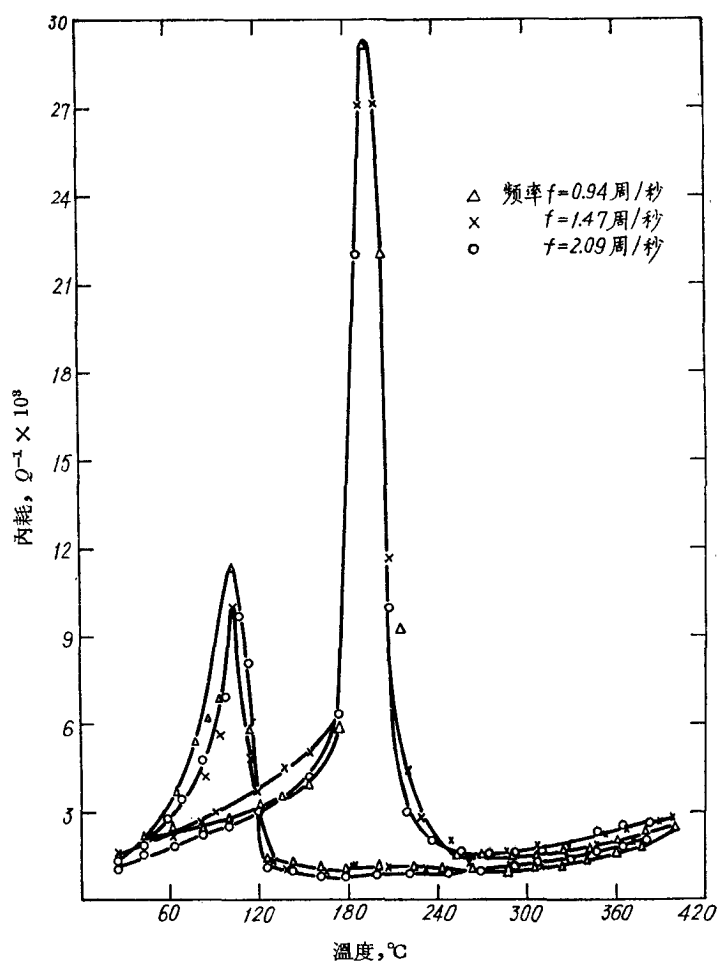


圖 2 用不同頻率測得的鉄錳合金的內耗峯
升溫速度, 3.2℃/分; 降溫速度, 2℃/分

為進一步肯定這一現象,我們用 0.55 和 2.0 周/秒兩種頻率測量了慢速升溫(內耗達

到稳定以后才测量)的内耗峰,也观察到同样的结果,如图3所示。这与我們研究共格界面内耗峰所得的相似^[3]。在铁锰合金中出现的内耗峰也与频率无关这一现象,说明产生内耗的基本过程也是不受热激活所控制的。

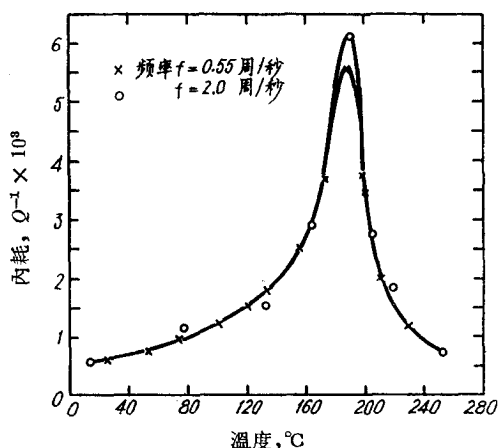


图3 慢速升温测得的内耗峰

测量内耗的最大应变振幅范围: $1.7-1.56 \times 10^{-4}$

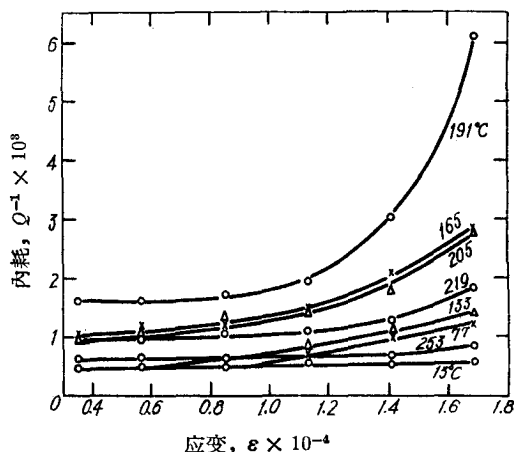


图4 铁锰合金的内耗在不同温度下的振幅效应

3. 测量内耗所用应变振幅对内耗峰的影响

以上测量内耗所用的最大应变振幅范围在没有特别注明时,一般是 $0.42-0.28 \times 10^{-4}$ 。通常用扭摆测量内耗时(自由衰减法)是从最大振幅开始的,由于在一定温度下保温的时间越长,内耗值越低(如图1的曲线III所示),所以很可能用大振幅所测得的内耗值大于随后用较小振幅所测得的。这种表现上的振幅效应是由于测量内耗时保温效应所引起的。为了判定内耗是否有真正的振幅效应,必须待内耗在一定的振幅下达到稳定值后再测量。根据我們试测的结果,保温10分钟以后内耗值已趋稳定。这时我們才开始测量内耗的振幅效应。测量的方法是从大振幅开始,测定在随后的各个一定的振幅范围内的内耗值。由图4可见,在77—250°C范围内出现明显的振幅效应。为了进一步证实大振幅测得的内耗较大并不是由于保温时间效应所引起的,我們在每测完一次振幅效应后,隔五分钟再测一次,也得到完全同样的结果。若从图4中把不同温度下用相同振幅范围所测得的内耗表示为温度的函数,则在200°C附近出现一个内耗峰(与图1和2所示的相同)。逐次取不同的振幅范围用同样手续画图,发现内耗峰的高度随着应变振幅的增加而增加(如图5所示)。在降温测量内耗时,当内耗在一定振幅下达到稳定值后才测量,也在55°C附近观察到一个与振幅有关的内耗峰,如图6所示。这个降温内耗峰是由于 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 转变所引起的,内耗峰出现的温度略低于图1和图2所示的。进一步的试验结果还指出,这个内耗峰的高度和位置都与试样在馬氏体点(在100°C左右)以上的保温温度及保温时间有关。保温温度越高,或者保温时间越长,都使内耗峰高度降低并移向较低的温度(最低曾移到40°C左右)。显然,这是由于奥氏体稳定化效应所致。如所周知,在馬氏体转变点以上保温,不仅奥氏体转变量减少,同时也把馬氏体点移向低温。图1的曲线II和图2中的降温内耗峰都是以每分钟2°C左右的降温速度测量的,而图6的降温内耗峰则

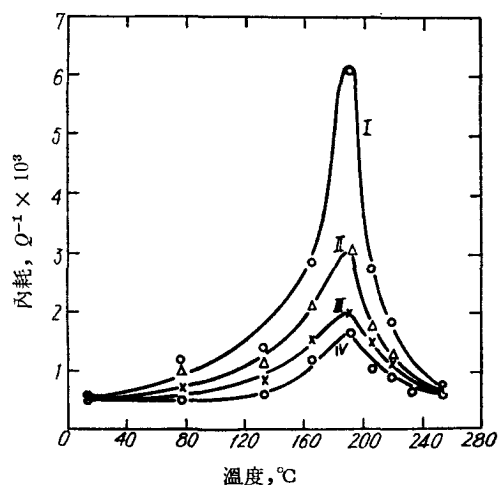


圖5 用不同应变振幅測得的鉄錳合金升温的内耗峯
最大应变振幅范围:

I— $1.7-1.56 \times 10^{-4}$; II— $1.4-1.27 \times 10^{-4}$;
III— $1.13-0.99 \times 10^{-4}$; IV— $0.56-0.42 \times 10^{-4}$

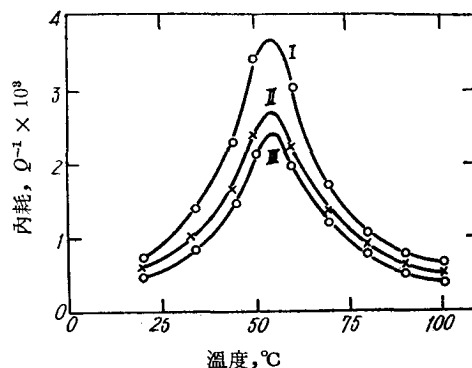


圖6 用不同应变振幅測得的鉄錳合金的降温内耗峯
最大应变振幅范围:

I— $1.7-1.56 \times 10^{-4}$; II— $0.85-0.70 \times 10^{-4}$;
III— $0.35-0.28 \times 10^{-4}$

是在每一溫度下保溫 10 分鐘当內耗达到稳定后才測量的。前者奧氏体稳定化較少,而后者奧氏体稳定化較严重,所以圖 6 的內耗峯的位置較圖 1 或圖 2 的为低。

應該指出: 圖 5 和圖 6 所示的內耗曲綫都是当內耗达到恒定以后才測量的(即使保溫半小时,內耗也并不降到背景值)。所以这两个內耗峯都是稳定的內耗峯,并不是只在相变进行的过程中才出現。

4. 循环加热和冷却的影响

用相同頻率和相同升温($3.2^\circ\text{C}/\text{分}$)和降温($2^\circ\text{C}/\text{分}$)速度測量了循环加热和冷却对內耗峯的影响。圖 7 的曲綫 I 表示試样在 300°C 保溫后冷到室温,再开始升温測量所得的內耗曲綫。当达到 300°C 后再降温測量,則得到曲綫 II。曲綫 III—VI 是依次重复进行測量所得的一些曲綫。圖 7 的曲綫 I—VI 指出,随着对于試样的加热和冷却循环次数的增加,升温內耗峯巔值溫度向高溫側移动,降温的內耗峯巔值溫度略向低温側移动,而且內耗峯的高度也相应地下降。在王业宁和朱建中的工作中也曾經观察到这种現象^[1],它可能与循环加热或冷却引起的相变冷作硬化(亦即发生奧氏体稳定化現象)有关^[5]。

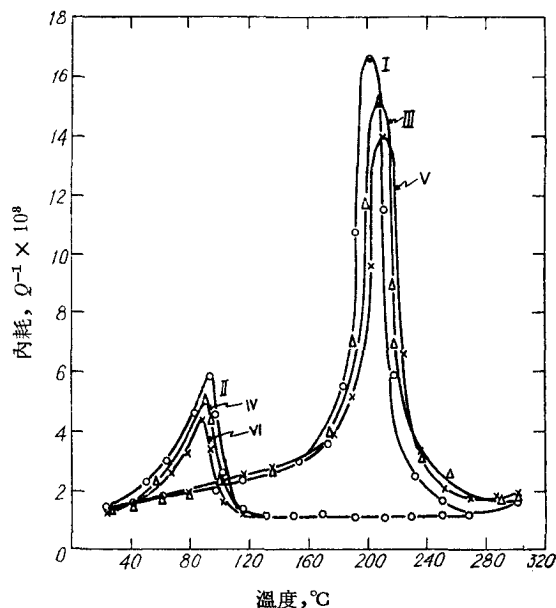


圖7 循环加热和冷却对于鉄錳合金內耗峯的影响
I, II 和 III—升温測量; II, IV 和 VI—降温測量

圖 7 的內耗曲綫是在連續升(降)溫并在相同的振幅范围($0.42-0.28 \times 10^{-4}$)下測量

的。下面我们又在內耗达到恒定值以后测量了它的振幅效应,为的是观察试样在发生了奥氏体稳定化以后,应变振幅对于內耗的影响。图 8 是当测量內耗的温度达到 250℃ (图 5)左右冷却后重新升温测量的。由图可见,这个內耗峰同样具有振幅效应,但內耗峰的高度远比图 5 的为低(与同一振幅比较)。

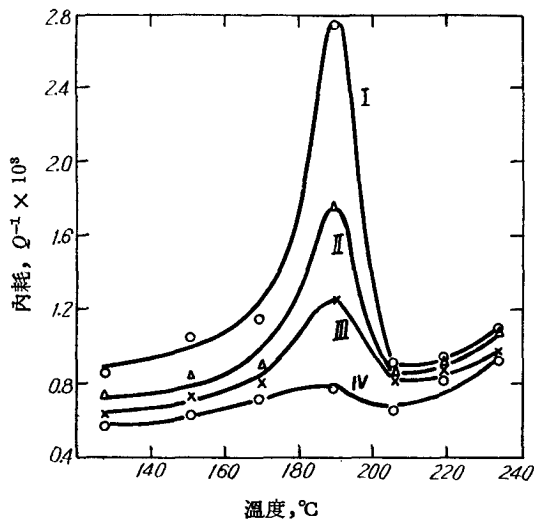


图 8 发生了奥氏体稳定化以后的铁锰合金的內耗峰的振幅效应

最大应变振幅范围:

I— $1.7-1.56 \times 10^{-4}$; II— $1.4-1.27 \times 10^{-4}$;
III— $1.13-0.99 \times 10^{-4}$; IV— $0.35-0.28 \times 10^{-4}$

变,即 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 。图 10 表示升温测量內耗时,在 100℃附近有一个与振幅有关的內耗峰,它的峰值温度与降温时由 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 转变时的內耗峰的大致相同。因此,可以认为,这个內耗峰是由于残留的奥氏体转变为 ϵ 相所引起的。把这个试样继续升温测量,还可以得到由 $\epsilon \rightarrow \gamma$ 转变所引起的升温內耗峰,如图 10 中所示。

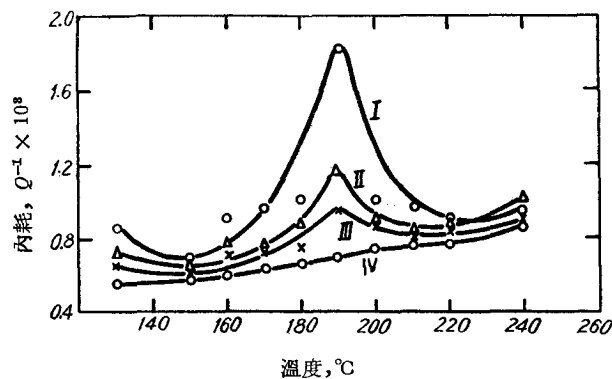


图 9 按图 8 试样经过进一步稳定化后所呈现的內耗峰的振幅效应

最大应变振幅范围: I— $1.7-1.56 \times 10^{-4}$;
II— $1.4-1.27 \times 10^{-4}$;
III— $1.13-0.99 \times 10^{-4}$;
IV— $0.35-0.28 \times 10^{-4}$

图 9 是当测量了图 8 的曲线以后冷至室温,又重新升温测量的,此时內耗峰下降更为显著,甚至在小的应变振幅范围 ($0.35-0.28 \times 10^{-4}$) 已几乎观察不到內耗峰。由于以上测的內耗峰是在 250℃ 冷却后测量的,此时离反马氏点相变的温度不远,相变冷作硬化(稳定化)更为显著。从以上分析可以看出,內耗峰的高度大致上可以反映稳定化的程度。

5. 与稳定化效应有关的一些实验

以上的结果指出,随着对试样循环加热和冷却次数的增加, $\epsilon \rightarrow \gamma$ 转变时的內耗峰变得越低,表示残留的奥氏体增加。如果升温到离 $\epsilon \rightarrow \gamma$ 的转变点不远(250℃以下),然后冷却,这时,残留的奥氏体在升温测量內耗时会发生转变

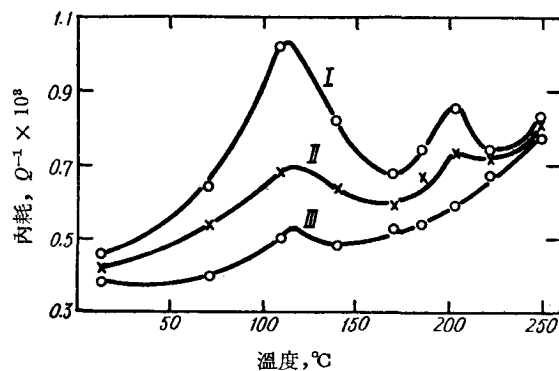


图 10 残留奥氏体的 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 转变所引起的内耗峰和 $\epsilon \rightarrow \gamma$ 转变所引起的内耗峰

最大应变振幅范围: I— $1.7-1.56 \times 10^{-4}$;
II— $1.13-0.99 \times 10^{-4}$; III— $0.35-0.28 \times 10^{-4}$

四、討 論

1. 相变过程中的内耗与稳定内耗

在王业宁和朱建中关于铁锰合金(含锰 17.5%)内耗的研究工作里,他们认为,内耗峰的出现是伴随着正、反马氏体相变的过程而产生的,若突然停止升温 and 降温,转变也随着很快会停止,因而相变内耗值也很快降为零。我们关于含锰 18.5% 的铁锰合金的内耗研究也指出这内耗随着升温(或降温)的速度的增加而增加,但是不同之处在于,我们观察到,在停止升温 and 降温(即转变停止)时,内耗虽然大大降低,但是并不降低到背景值或零值,而是在发生相变的温度区域内出现一个稳定的内耗峰(如图 5 和图 6 所示)。因此,所观测到的内耗显然是由两部分内耗所组成的,一部分是在相变过程中才出现的内耗,一部分是相变达到一定程度停止相变后仍然出现的稳定内耗。下面把这两种内耗分别予以讨论。

2. 引起稳定内耗峰的可能机构

由上述的结果可以看出,铁锰合金(含锰 18.5%)在正、反马氏体型相变温度范围内的稳定内耗峰的主要特点有二:(1)内耗峰(内耗表示为测量温度的函数)的位置不随测量内耗所用频率的改变而改变;(2)内耗峰的高度随着测量内耗所用的应变振幅的增大而升高。这些表现很类似于一种静滞后现象。我们以前研究高碳和低碳钢的回火分解时,曾经观察到分解产物与母体的共格界面可以引起一种静滞后型的稳定内耗峰^[3]。由于马氏体型相变的新、旧相之间的界面具有共格性,所以我们很容易想象现在所观察到的稳定内耗峰也是由于马氏体与母体的共格界面的应力感生运动所引起的。我们可以根据这种看法进一步地考察这种共格界面的本性。

Fe-Mn 合金的相变与 Co 或 Co-Ni 合金的相变相同,在高温时属于面心立方结构,在低温时属于六角密积结构。现在对于这种相变机构的了解是比较透彻的。电子显微镜观测^[6]和 X 射线分析^[7]的结果指出,在 Co 和 Fe-Mn 中的 F.C.C. $\rightarrow$ H.C.P. 的转变中,成核是在具有六角密积的堆垛层错中开始的。作为二维马氏体晶核的堆垛层错的边界是不全位错,这不全位错与所联系的堆垛层错组成一个扩展位错。在电子显微镜观测中,这

个扩展位错可以由于电子束在薄膜试样中所引起的热应力而发生收缩和加宽^[7]。因此,在相变温度范围内所出现的内耗可能是由于扩展位错的应力感生加宽和收缩所引起的。在扩展位错加宽和收缩时,它所联系的层错也相应地发生加宽和收缩,但是由于层错能是一种弹性能,在周期性应力作用下所发生的能量变化是可逆的,所以并不引起内耗。与此同时,这扩展位错所联系的不全位错也相应地发生往复的运动,这种运动所需要克服的点阵阻是一种摩擦型的力,所以不全位错的应力感生运动引起内耗。因此,我们所观察到的静滞后型的内耗主要是由于不全位错的应力感生运动所引起的。这种不全位错的运动主要是受外加应力的控制,而不是受热激活的控制,所以所观察到的内耗与振动频率无关。但是,当应变振幅较大时,不全位错能够移动较大的距离,从而消耗较大的功,所以内耗随着振幅的增加而增加。

图 7 和图 8 指出,随着对于试样的加热和冷却循环次数的增加,内耗峰的位置离相变点的温度越远,而且内耗峰的高度也下降,这显然是与奥氏体的稳定化有关^[5]。电子显微镜的观察也指出^[6],循环加热以后,层错的数量减少。这与上述内耗测量的结果相符合。

3. 内耗随着温度的改变而出现内耗峰的原因

图 3 的内耗峰是在恒温下内耗达到稳定后才测量的,这表示所测得的内耗峰是一个稳定的内耗峰。上面曾经分析了内耗的来源是扩展位错的应力感生运动所引起的,现在我们来讨论内耗随着温度的改变而出现内耗峰的原因。电子显微镜的观察指出^[6], F.C.C. $\rightarrow$ H.C.P. 相变的成核是在层错中开始的,而且层错宽度随着温度降低而加宽。由此,可以认为,当降温测量内耗的温度 T 在相变点 T_M 之上(即 $T \gg T_M$)时,两个相的结构具有较大的自由能差,在平衡状态下,不全位错之间的距离 d 小,因而在一定振幅的应力的作用下,不全位错所能够移动的距离很小,所以所作之功小,内耗就低。当 $T \simeq T_M$ 时,即测量内耗是在相转变点温度附近时,两个相的自由能差最小,处于一种不稳定的平衡,原子结构状态使 F.C.C. $\rightarrow$ H.C.P. 的转变非常敏感。此时,在与前相同的一定的应力作用下,原子迁移的距离较大,所以作功大,内耗也就大。过了转变点 T_M 以后,内耗之所以又降低,可能是由于各扩展位错之间发生了交互作用。这时,每一扩展位错已经变得相当宽,因而各扩展位错彼此已经隔得很近,它们彼此间的交互作用使不全位错在一定的应力作用下所能够移动的距离又变小,因而内耗也又变小。同理,也可以用来解释升温时 H.C.P. $\rightarrow$ F.C.C. 转变所引起的内耗峰。

4. 关于相变过程中的内耗

王业宁和朱建中曾考虑过产生相变内耗的几种可能性^[1]。我们认为,产生内耗的主要原因之一可能是由于在马氏体相变过程中在基体中引起范性形变^[5],而这种范性形变引起一定的能量消耗。如果我们认为马氏体的共格界面是由于一系列的位错组成的^[8],那么在相变当中,这位错组发生运动(从而引起范性形变),测量内耗所附加的交变应力使运动中的位错组作不对称的运动,引起较大的内耗,这情况与在范性形变过程中所观察到的大内耗相象^[9]。在铁锰合金(含锰 18.5%)的情形,由于马氏体的核是堆垛层错,所以情况便简化得多,因为这时的共格界面就是不全位错的本身(如果只考虑二维马氏体的话)。

应该解答一个重要问题是:为什么相变过程中的内耗峰(不稳定的)同稳定的内耗峰

大約出現在相同的溫度范围？前已指出，穩定內耗峯的巔值溫度之所以出現在 T_M 附近，是与层錯寬度随溫度的变化有关的。相变过程中所測得的內耗值是与在該溫度下正在进行相变的量有关的，所以內耗峯的位置与馬氏体型轉变初速和溫度的关系曲綫相当（即所謂 C 型曲綫），即內耗峯也出現在 T_M 附近。

参 考 文 献

- [1] 王业宁、朱建中，科学通报，**17**(1957)，530；物理学报，**15** (1959)，341.
- [2] 葛庭燧、馬应良，物理学报，**11** (1955)，479.
- [3] 馬应良、葛庭燧，物理学报，**20** (1964)，72.
- [4] Troiano, A. R. and McGuire, F. T., *Trans. ASM*, **31** (1943), 340.
- [5] Максимова, О. П., Никонорова, А. И., Эстин, Э. И., Проблемы металловедения и физики металлов, четвертый сборник трудов (Металлургиздат, 1955), 165.
- [6] Vofava, E., *Acta Met.*, **8** (1960), 901; Bollmann, W., *Acta Met.*, **9** (1961), 972; Habraken, L., *J. Inst. Met.*, **90** (1961—62), 85.
- [7] Spreadborough, J., *Acta Cryst.*, **13** (1960), 603.
- [8] Cottrell, A. H., *Theoretical Structure Metallurgy* (Edward Arnold, 1955), p. 239 [中譯本 (肖紀美等譯, 中国工业出版社, 1961年), 305 頁].
- [9] 葛庭燧、容保粹、張肇源，科学記錄，新輯，**1** (1957)，213.

DISLOCATION DAMPING PEAKS APPEARING WITHIN THE TEMPERATURE RANGE FOR THE DIRECT AND INVERSE MARTENSITIC TRANSFORMATIONS OF AN IRON-MANGANESE ALLOY

Y. L. MA T. S. KÄ

(*Academia Sinica*)

ABSTRACT

Internal friction in an iron-manganese alloy containing 18.5% Mn was measured by a torsion pendulum; a stable internal friction peak was observed within the temperature range for the direct as well as for the inverse martensitic transformation of this alloy. When measurement was taken in descending temperatures, the internal friction peak associated with the direct martensitic transformation appeared round 100°C; and that associated with the inverse martensitic transformation appeared round 200°C when measurement was taken in ascending temperatures.

Systematic studies were made on these two internal friction peaks after they became stable and they were found to have the following characteristic features:

1. The position of the peak is independent of the vibration frequency used;
2. The height of the peak increases appreciably with an increase of the strain amplitude used in the measurement of internal friction;
3. With an increase of the number of cycles of heating and cooling given to the specimen, the position of the peak shifts to a temperature further apart from the initial transformation temperature, and the height of the peak decreases consecutively.

The independence of the position of the peak on frequency indicates that the basic process giving rise to internal friction is not controlled by heat activation. The dependence of the height of the peak on strain amplitude indicates further that the mechanism of internal friction is not concerned with anelasticity. Observations by transmission electron microscopy have revealed that the stacking fault associated with an extended dislocation may serve as nuclei for martensitic transformation of the Fe-Mn alloy studied, so that the stable internal friction peaks observed may be associated with the stress-induced expansion and contraction of the extended dislocations in the specimen. Such a model can explain the internal friction phenomena observed in the Fe-Mn alloy in a unified manner.