

一种镍基合金高温蠕变过程的 电子显微镜透射观察

孔庆平 王 翔 倪群慧

(中国科学院固体物理研究所)

1984年9月8日收到

提 要

本文在文献[1]的基础上,用电子显微镜透射方法研究了一种镍基合金(Ni 80 Cr 20 Ti)在高温蠕变第一和第二阶段内的位错结构.对蠕变第一阶段进行了较多的观察和分析.结果表明,在高温蠕变第一阶段内,形成了大量的零散位错,它们一般不处在滑移面上,并且大多是混合型位错,因此,它们是刃型位错攀移和螺型位错交滑移联合作用的结果.

一、引 言

电子显微镜透射技术是研究固体内部微观结构的有效方法.它可以用来直接观察蠕变过程中形成的位错结构及其变化.最近二十多年来,蠕变过程中位错观察的工作已有不少,但大部分工作着重在蠕变第二阶段(稳态蠕变),对蠕变第一阶段(瞬态蠕变)的观察还不多.

文献[1]对一种镍基合金(Ni 80 Cr 20 Ti)的高温蠕变过程进行过一些电子显微镜透射观察,指出在蠕变第一和第二阶段,都有位错攀移的作用.当时为了便于制备薄膜,采用0.05 mm (50 μ m)厚的薄片试样.

本文在文献[1]的基础上,进一步研究这种镍基合金高温蠕变(着重第一阶段)的过程.采用2mm厚的板材试样,使之更能反映大块材料的情况.

Ni 80 Cr 20 Ti(即 Nimonic 75 型)合金是一种成分比较简单的常用镍基合金,基体是面心立方结构.研究这种合金的蠕变过程,在实际上和理论上都是有意义的.

蠕变是一个逐渐积累的过程.材料在蠕变过程中任一时刻的内部结构,都是以前的结构变化和发展的结果.因而,为了了解蠕变的全过程,研究蠕变起始的第一阶段,是必要的.

二、试样和实验方法

试样用高频感应电炉真空冶炼.成分为Cr为20.23%,Ti为0.42%,C为0.10%,其余为Ni.铸锭经过热锻、热轧成2mm厚的板材.蠕变试样标距部分的长度为30mm,宽

为 3mm. 热处理制度为 1000℃ 保温 20min, 空冷. 平均晶粒尺寸为 0.017mm.

蠕变实验温度为 800℃, 应力为 8kg/mm^2 . 实验温度 T 与熔点温度 T_m (均为绝对温度) 之比 T/T_m , 约等于 0.64.

经过不同蠕变量的试样, 用电火花切割、机械抛光和双喷电解抛光, 制成薄膜进行观察. 膜厚约 $4500\text{\AA}$. 用 JEM-200 CX 型高分辨透射电子显微镜进行观察, 工作电压 200 kV.

三、实验结果和分析

在未进行蠕变的试样中, 很少观察到位错. 在蠕变第一阶段内, 观察到大量的零散位错. 其中较多的是弯曲位错 (如图 1, 3, 4), 也有一些直位错 (如图 2). 图 1-4 试样的蠕变量均为 0.6%. 在蠕变第二阶段内, 这些零散位错发生聚集, 并逐渐形成亚结构边界 (如图 5). 图 5 试样的蠕变量为 1.6%. 在蠕变第一和第二阶段内, 都很少观察到位错塞积.

对蠕变第一阶段内形成的这些零散位错, 进行了较多的观察和分析. 结果表明, 它们一般不处在滑移面上, 并且大多是混合型位错.

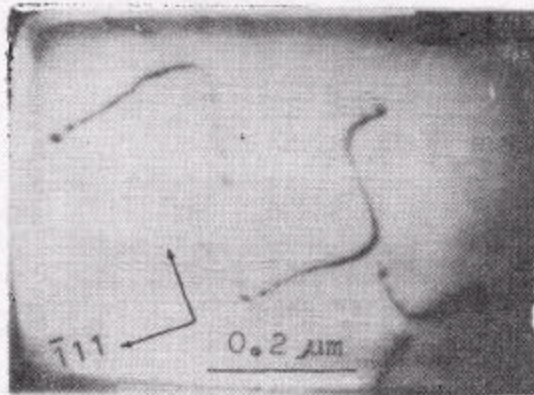


图 1 蠕变第一阶段内的位错结构

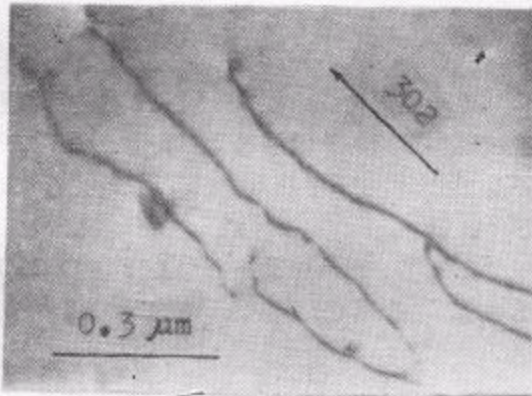


图 2 蠕变第一阶段内的位错结构

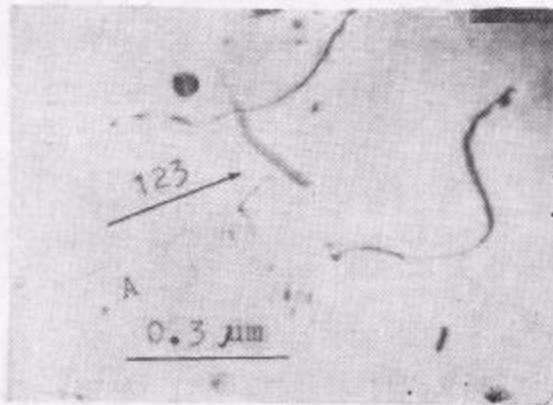


图 3 蠕变第一阶段内的位错结构

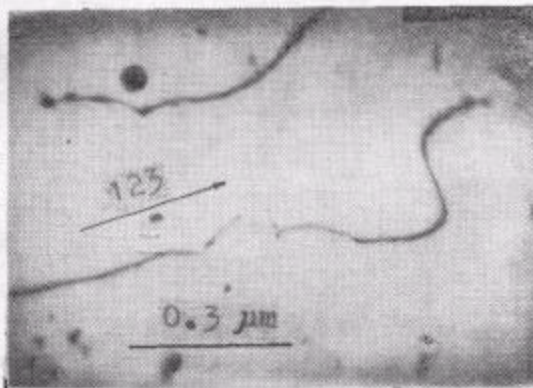


图 4 蠕变第一阶段内的位错结构

以图 1 中的位错为例。由相应的选区衍射可知, 图 1 膜面的法线方向近似为 $[01\bar{1}]$ 。迹线分析表明, 图 1 中的这些位错都不处在 $\{111\}$ 滑移面上。因为由晶体学算出的 $\{111\}$ 面与膜面的交线、以及 $\{111\}$ 面在膜面的投影宽度, 与观察到的位错投影不符。在满足双光束条件下, 当衍射矢量分别为 $g_1 = [224]$, $g_2 = [442]$ 时, 位错像消失。利用 $g \cdot b = 0$ 位错有效不可见判据, 由 $b = g_1 \times g_2$ 关系式, 求出柏氏矢量 b 的方向为 $[1\bar{1}0]$ 。图中位错近似直线部分的投影方向分别为 $[\bar{1}11]$ 和 $[211]$ 。它们均与 b 既不平行, 也不垂直。因而图 1 中的位错是混合型的, 即包含有刃型分量和螺型分量。

图 2 显示比较平直位错的情况。图 2 膜面的法线方向近似为 $[\bar{2}13]$ 。由迹线分析可知, 图 2 中的这些位错也不在 $\{111\}$ 滑移面上。当衍射矢量 $g = [424]$ 时, 位错像消失。由此可知, 位错的柏氏矢量 b 的方向为 $\pm[10\bar{1}]$ 。图 2 中位错线的投影方向近似为 $[302]$, 它与 b 既不平行, 也不垂直。因而图 2 中的位错也是混合型的。

图 3, 4 为同一视场下拍摄的位错组态, 但试样倾斜的角度不同。图 3 为 $[1\bar{2}1]$ 平行于电子束入射方向时的电子显微像。迹线分析表明, 位错 A 在 $(\bar{1}11)$ 滑移面上, 其它的位错不在 $\{111\}$ 面上。注意此时位错 A 上有一弓出的位错环。位错 A 近似直线部分的投影方向为 $[123]$ 。将试样在电子显微镜内旋转 26° 后 (转轴与 $[123]$ 一致), 位错 A 弓出的位错环消失, 其投影与位错 A 线段重合, 如图 4。图 4 为 $[0\bar{1}1]$ 平行于电子束入射方向时的电子显微像。位错线 A 的投影方向为 $[123]$ 。因而, 位错环所在的平面包含 $[123]$ 和 $[0\bar{1}1]$, 即 $(5\bar{1}\bar{1})$ 。由图 3 中位错环弓出距离的投影长度, 可以算出, 位错环在 $(5\bar{1}\bar{1})$ 面上弓出的实际距离约为 $1500 \text{ \AA}$ 。 $(5\bar{1}\bar{1})$ 面与 $(\bar{1}11)$ 滑移面的夹角为 39° 。形成这样位错环的过程, 必然包含着位错攀移和交滑移的联合作用。在图 3, 4 的情况下, 位错通过攀移和交滑移而离开原来滑移面的过程, 是由局部开始, 而不是沿整个位错同时进行的。

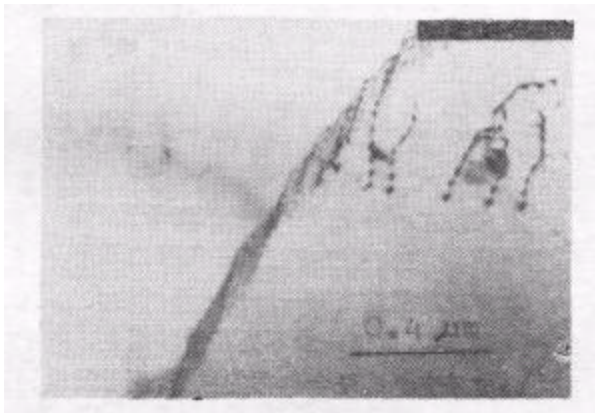


图 5 蠕变第二阶段内的位错结构

图 5 显示蠕变第二阶段内形成的亚结构边界。图 5 中膜面的法线方向近似为 $[10\bar{2}]$ 。迹线分析表明, 图 5 中亚结构边界不处在 $\{111\}$ 面上。形成这样的亚结构边界需要借助位错攀移。

四、讨 论

根据上述观察结果及其分析, 对于在高温蠕变第一阶段内, 脱离滑移面的零散位错的形成过程, 可以提出如图 6 的图象。蠕变加荷后, 在应力作用下由位错源发出的位错在滑移面上滑移, 如图 6 中左下方所示。当原滑移面上的滑移阻力增加时 (由于某种加工硬化的原因), 位错将力图脱离原来的滑移面。其中的螺型线段将通过交滑移进入另外的滑移面, 其中的刃型线段和刃型割阶则通过攀移离开原来的滑移面。攀移的速率受割阶密

度、局部空位浓度等因素控制,在蠕变第一阶段内,这些因素尚处于非平衡状态。因而,一般说来,一条位错上各部分的攀移速率就可能不同。这样,通过攀移和交滑移的联合作用,就形成了不处在滑移面上的空间弯曲位错,如图6右上方所示。

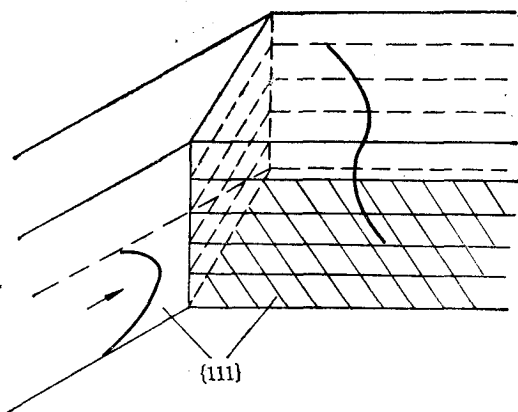


图6 通过攀移和交滑移联合作用而形成的位错组态(示意图)

按照这样的模型,高温蠕变第一阶段内的蠕变变形,由位错的滑移(包括交滑移)产生。而蠕变速率则决定于位错攀移的速率以及加工硬化的效应。

迄今公认的高温蠕变第一阶段的位错理论^[2,3],假定位错塞积后发生刃型位错的攀移。后来有人提出^[4],带割阶的螺型位错交滑移可用来解释高温蠕变第一阶段。虽然这两种理论都可导出 Andrade 蠕变律

$$\varepsilon = \beta t^{1/3}, \quad (1)$$

式中 ε 为蠕变量, t 为时间, β 为常数。但它们都缺乏位错观察的验证。本文观察到的、高温蠕变第一阶段内的位错组态,是刃型位错攀移和螺型位错交滑移联合作用的结果,而毋需位错塞积作为形成这种组态的条件。这样的模型,比较符合实验观察结果。

五、结 论

本文用大块蠕变试样进行的电子显微镜透射观察,肯定了文献[1]用薄片蠕变试样所得的结果,即在高温蠕变的第一和第二阶段,都有位错攀移的作用。

本文对高温蠕变第一阶段内形成的大量零散位错,进行了比较细致的观察和分析。结果表明,这些位错一般不处在滑移面上,并且大多是混合型位错,它们是刃型位错攀移和螺型位错交滑移联合作用的结果,而毋需位错塞积作为形成这种位错组态的条件。

感谢李宗全、张立德和刘霞锦等同志在电子显微镜工作中给予的帮助。

参 考 文 献

- [1] 孔庆平、龙起易,物理学报,24(1975),83.
- [2] 孔庆平、李有柯,晶体缺陷与金属强度(下册),科学出版社,(1963),100页.
- [3] N. F. Mott, *Proc. Roy. Soc.*, 220(1953), 1.
- [4] J. Weertman, in "Rate Processes in Plastic Deformation of Materials", Ed. J. C. M. Li and A. K. Mukherjee, ASM, (1975), p. 315.

OBSERVATIONS ON HIGH TEMPERATURE CREEP PROCESSES OF A NICKEL BASE ALLOY BY TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY

KONG QING-PING WANG XIANG NI QUN-HUI

(Institute of Solid State Physics, Academia Sinica, Hefei)

ABSTRACT

On the basis of the previous paper [1], dislocation structures in the primary and secondary stages of high temperature creep of a nickel base alloy (Ni80Cr20Ti) have been studied by transmission electron microscopy. The observations and analyses have been emphasized on the primary stage. It is shown that, in the primary stage of high temperature creep, a large number of individual dislocations are formed. They generally do not lie on the slip planes. The majority of them are shown to be mixed type dislocations. It is concluded that such kind of dislocations is a product of the combination of climbing of edge dislocations and cross slipping of screw dislocations.