

# 用内耗方法研究铜的蠕变断裂过程

孔庆平 戴勇

(中国科学院固体物理研究所)

1986年7月21日收到

## 提 要

在文献[1]关于工业纯铝研究的基础上,研究了工业纯铜在不同条件下蠕变过程中晶界内耗峰的变化. 蠕变条件分为三类:(a)较高温度、较低应力;(b)中等温度、中等应力;(c)较低温度、较高应力;使试样分别发生晶间型、混合型 and 穿晶型的断裂.

由晶界内耗峰的变化可以推知:在较高温度、较低应力的蠕变过程中,晶界强度变化不大;在中等温度、中等应力的蠕变过程中,晶界强度有一定程度的提高;在较低温度、较高应力的蠕变过程中,晶界强度则有比较显著的提高. 这说明,在蠕变过程中,晶界强度是变化着的. 在不同的蠕变条件下,晶界强化的程度不同,最终导致了不同类型的蠕变断裂. 这对于“等强温度”概念是一个修正和补充.

## 一、引 言

晶界内耗峰由葛庭燧首先发现<sup>[2,3]</sup>,国际上通称为葛氏峰. 这种内耗峰只在多晶试样中出现,而在单晶试样中不出现,因而它是由晶界引起的<sup>[4]</sup>. 晶界内耗峰可以灵敏地反映晶界的状态. 通过晶界内耗峰的测量,研究微量元素在晶界偏聚的工作,在国内外均有不少. 但研究晶界内耗峰在力学实验过程中变化的工作还不多.

蠕变断裂有三种类型,即晶间型、穿晶型和混合型. 文献[1]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,从而推知晶界强度不同程度的变化.

铜和铝同是面心立方结构,都是工业上常用的金属,但铜的层错能较低. 本文用工业纯铜作试样,研究蠕变过程中晶界内耗峰的变化及其与断裂类型的关系,进一步肯定了文献[1]的结果.

## 二、实验装置和试样制备

实验装置是自己设计、制造和安装的真空蠕变内耗仪,其结构简图如图1. 该仪器是在真空正扭摆的下端,附加一个加载装置,因而可以在同一装置上,在真空中进行蠕变和内耗实验. 蠕变载荷在真空系统外面施加,由加载拉杆传递到真空系统内的试样上,加载拉杆与波纹管相焊接,以保持真空并容许试样伸长. 在进行蠕变实验时,除蠕变载荷外,还要施加一定的附加载荷(由实验校定),以平衡大气对波纹管的压力. 加载拉杆通过一段悬丝与试样下夹杆相连,这样就可于蠕变载荷下进行蠕变实验(也可同时测量内耗),并

可在卸载后立即测量内耗。

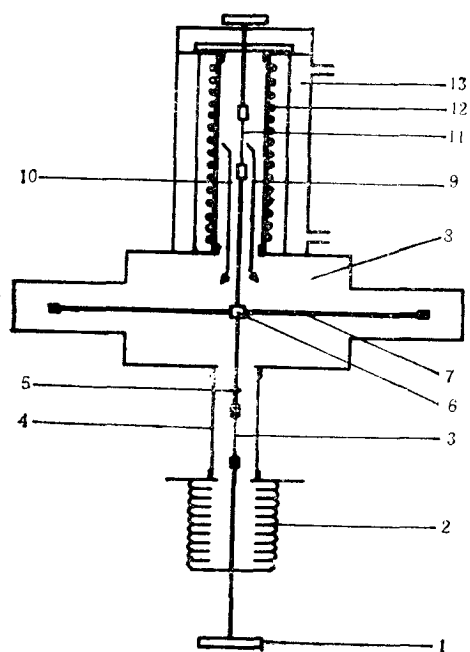


图1 真空蠕变内耗仪结构简图  
1为砝码盘;2为波纹管;3为悬丝;4为透明玻璃管;5为蠕变测量标记;6为反射镜;7为摆杆;8为真空室;9,10为热偶;11为试样;12为加热炉;13为水冷套

内耗测量采用自由衰减法,用光电法记录,最大应变振幅为 $2 \times 10^{-5}$ 。内耗和频率测量、温度设定均由计算机控制,并自动作图。蠕变伸长用读数显微镜跟踪试样下夹杆上的标记进行测量,精度为0.005 mm。

所用试样材料是作电缆用的工业纯铜,纯度在99.9%以上。原材是拔丝状态,直径1 mm。在真空中在 $400^{\circ}\text{C}$ 退火12h,又在 $800^{\circ}\text{C}$ 退火4h,退火时的真空度为 $2 \times 10^{-5}$  mmHg。得到稳定的晶粒尺寸为0.1 mm。试样标距长度为100 mm。

将试样装入真空蠕变内耗仪以后,再在此装置内在真空中 $600^{\circ}\text{C}$ 退火1—2h,以消除装样时引入的冷加工。然后降温测量内耗,得出蠕变前的原始晶界内耗曲线,再进行恒温、恒载荷下的蠕变实验。经过不同蠕变量以后,卸掉载荷,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。测量内耗时平均降温速率均为每分钟1— $2^{\circ}\text{C}$ 。蠕变和内耗实验时的真空度为 $2 \times 10^{-4}$  mmHg。

蠕变实验的条件分为三类:(a)较高温、较低应力( $450^{\circ}\text{C}$ 、 $2.0 \text{ kg/mm}^2$ );(b)中等温度、中等应力( $400^{\circ}\text{C}$ 、 $4.0 \text{ kg/mm}^2$ );(c)较低温度、较高应力( $350^{\circ}\text{C}$ 、 $8.0 \text{ kg/mm}^2$ );使试样分别发生晶间型、混合型和穿晶型的断裂。

### 三、实验结果

未经蠕变的工业纯铜试样,当测量频率约为1 Hz时,在 $240^{\circ}\text{C}$ 附近出现一个内耗峰。前人的工作已指出<sup>[3,5,6]</sup>,此峰是晶界内耗峰。用改变频率的方法( $f_1 = 0.644 \text{ Hz}$ ,  $f_2 = 2.48 \text{ Hz}$ )测出此内耗峰所包含的激活能为 $1.52 \pm 0.013 \text{ eV}$  ( $35 \pm 3 \text{ kcal/mol}$ ),与文献中的数据在实验误差以内相符。

图2表示在较高温 $450^{\circ}\text{C}$  ( $0.53 T_m$ ,  $T_m$ 为熔点绝对温度)、较低应力 $2.0 \text{ kg/mm}^2$ 蠕变条件下的实验结果。曲线1是未经蠕变的原始内耗曲线,曲线2—5分别表示经过蠕变时间1, 30, 150和330 min(累计时间,下同)以后的内耗曲线。图中右下角的蠕变曲线上标明了测量内耗时的位置。试样在蠕变430 min后以晶间方式断裂。断裂延伸率为1.7%,稳态蠕变速率为 $5 \times 10^{-7}/\text{s}$ 。由图2可见,晶界内耗峰经过蠕变以后变化不大,只是高温背景逐渐增高。

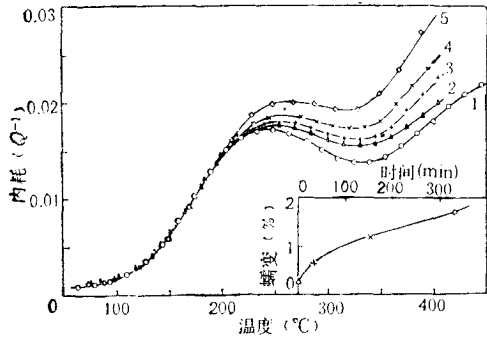


图 2 铜在 450°C, 2.0 kg/mm<sup>2</sup> 蠕变条件下晶界内耗峰的变化

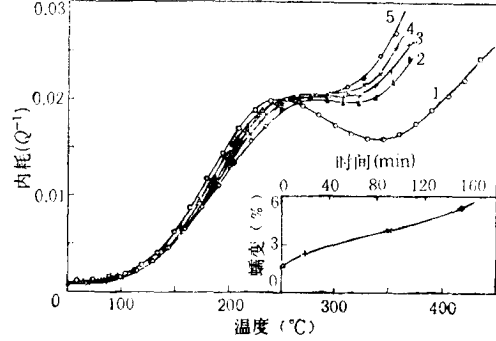


图 3 铜在 400°C, 4.0 kg/mm<sup>2</sup> 蠕变条件下晶界内耗峰的变化

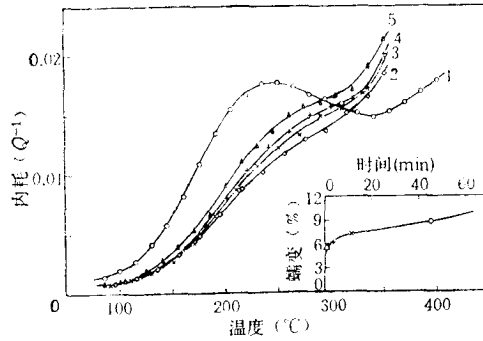


图 4 铜在 350°C, 8.0 kg/mm<sup>2</sup> 蠕变条件下晶界内耗峰的变化

图 3 表示在中等温度 400°C (0.5  $T_m$ )、中等应力 4.0 kg/mm<sup>2</sup> 蠕变条件下的实验结果。曲线 1 是蠕变前的原始内耗曲线, 曲线 2—5 分别表示经过蠕变时间 30s, 20, 90 和 150min 以后的内耗曲线。试样在蠕变 160 min 后断裂。断裂方式是兼有晶间型和穿晶型的混合型。断裂延伸率为 5.3%, 稳态蠕变速率为  $3 \times 10^{-6}$ /s。由图 3 可见, 经过蠕变以后的晶界内耗峰渐趋平坦。将内耗曲线分解后可知(见下节), 晶界内耗峰是渐逐降低的, 高温背景则逐渐增高。

图 4 表示在较低温度 350°C (0.46  $T_m$ )、较高应力 8.0 kg/mm<sup>2</sup> 蠕变条件下的实验结果。曲线 1 是蠕变前的原始内耗曲线, 曲线 2—5 分别表示经过蠕变时间 30 s, 3, 11 和 45 min 的内耗曲线。试样在蠕变 75 min 后, 以穿晶型为主的方式断裂。断裂延伸率为 10.5%, 稳态蠕变速率为  $8 \times 10^{-6}$ /s。由图 4 可见, 经过蠕变以后的晶界内耗峰逐渐变得不明显。

图 5(a), (b) (见图版 I) 分别表示图 2 和图 4 试样断口的扫描电子显微镜照片。前者显示晶间型断裂, 后者显示穿晶型为主的断裂。

曾经在图 2 至图 4 的蠕变温度下, 将试样保温, 但不加载, 保温时间分别达到图 2 至图 4 中最长的蠕变时间, 然后降温测量内耗。结果晶界内耗峰和背景均与原始内耗曲线重合。这说明, 仅仅保温, 并不引起晶界内耗峰的变化, 图 2 至图 4 中晶界内耗峰的变化

是由于蠕变引起的。

#### 四、实验数据分析

由图 2 至图 4 可见,在不同断裂类型的蠕变过程中,晶界内耗峰发生了不同的变化。由于晶界内耗峰不只包含单一的弛豫时间,并且蠕变后的晶界内耗峰在高度和形状上均有所变化,故晶界弛豫强度不能简单地由内耗峰高度求出,而需要由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  $Q^{-1}$  与弛豫强度  $\Delta$  的关系为<sup>[7]</sup>

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

式中  $\omega$  为角频率,  $\tau$  为弛豫时间。对于晶界弛豫而言,  $\tau$  满足 Arrhenius 方程

$$\tau = \tau_0 \cdot \exp(H/kT), \quad (2)$$

$H$  为激活能,  $k$  为 Boltzmann 常数,  $\tau_0$  为常数。将(2)式代入(1)式,得出  $(Q^{-1}-1/T)$  内耗曲线所包围的面积为

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

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,并且这些基元过程的激活能相等或接近。于是,总的晶界弛豫强度  $\Sigma\Delta$  就可按下式由晶界内耗曲线所包围的面积(扣除背景后  $Q^{-1}-1/T$  曲线所包围的面积)求出。

$$\Sigma A = \Sigma \frac{\pi}{2} \cdot \frac{k}{H} \cdot \Delta = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{k}{H} \cdot \Sigma\Delta. \quad (4)$$

图 6 曲线 1 是将横坐标改为  $1/T$  以后的实验内耗曲线。曲线 2 是按指数律

$$Q_0^{-1} = a \cdot \exp\left(-\frac{b}{kT}\right) \quad (5)$$

作出的背景内耗曲线,  $a, b$  均为常数。曲线 1 减去曲线 2, 得出晶界内耗曲线 3。由曲线 3 所包围的面积  $\Sigma A$  (以下简记为  $A$ ), 即可按(4)式求出总的晶界弛豫强度  $\Sigma\Delta$  (以下简记为  $\Delta$ )。

仿图 6 的方法, 将图 2 至图 4 中所有实验内耗曲线逐个改以  $1/T$  为横坐标作图, 用同样的方法扣除背景并求出面积  $A$ 。这样便可按(4)式求出图 2 至图 4 中各内耗曲线的晶界弛豫强度。由于本文实验结果表明, 蠕变前后晶界内耗

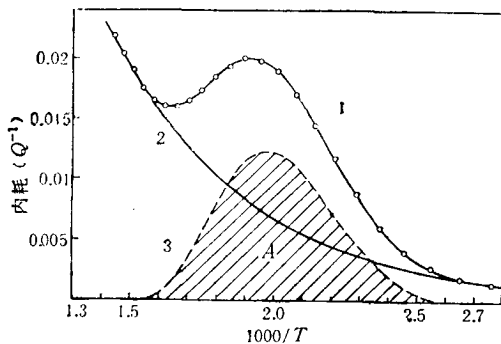


图 6 根据晶界内耗曲线所包围的面积求晶界弛豫强度的例子 1 为实验曲线; 2 为背景内耗; 3 为晶界内耗峰所包含的激活能在误差以内不变, 故在计算弛豫强度时, 采用了同样的  $H$  值 (1.52 eV)。

图 7 曲线 1, 2, 3 分别表示在图 2 至图 4 的蠕变过程中晶界弛豫强度的变化(以蠕变前的  $\Delta_1$  为单位)。图中横坐标  $t/t_1$  是蠕变时间  $t$  与断裂时间  $t_1$  之比。图中的水平虚线表

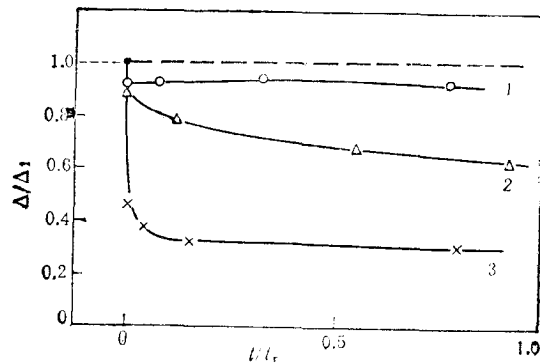


图7 蠕变过程中晶界弛豫强度的变化  
1, 2, 3 分别对应图 2, 图 3, 图 4

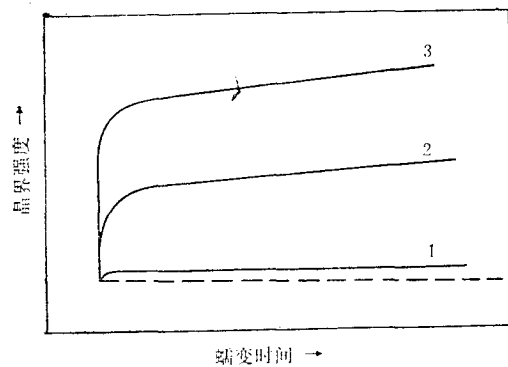


图8 不同实验条件的蠕变过程中晶界强度变化示意图  
1, 2, 3 分别导致晶间型、混合型、穿晶型断裂

示,在不加蠕变载荷而仅在蠕变温度保温的情况下,晶界弛豫强度不随保温时间而变化。

由晶界弛豫强度的变化,可以推知晶界强度的变化。根据 Zener 滞弹性理论<sup>[7]</sup>,

$$\Delta = \frac{M_U - M_R}{M_R} = \frac{\varepsilon - \varepsilon_0}{\varepsilon_0}, \quad (6)$$

式中  $M_U$  和  $M_R$  分别为未弛豫的和完全弛豫的弹性模量,  $\varepsilon_0$  和  $\varepsilon$  分别为未弛豫的和完全弛豫的弹性应变。由(6)式可知,晶界弛豫强度表示跨过晶界的应力弛豫所能引起的滞弹性应变的大小。它反映着晶界滑动的难易程度。对于同一种材料而言,晶界弛豫强度降低,则晶界滑动变得比较困难,即晶界强度增高。

因而,根据图 7 的实验结果,可以作出在不同实验条件的蠕变过程中晶界强度变化的示意图,如图 8。

由图 7 和图 8 可见,在不同实验条件的蠕变过程中,晶界强度的变化不同。在较高温度、较低应力的蠕变过程中(图 2),晶界强度变化不大。在较低温度、较高应力的蠕变过程中(图 4),晶界强度显著提高。在中等温度、中等应力的情况下(图 3),介于上述二者之间,即晶界强度有一定程度的提高。

另外,图 2 至图 4 中扣除背景后的晶界内耗峰在蠕变以后稍稍向高温移动。这三个图中的曲线 5 与原始曲线 1 相比,晶界内耗峰分别向高温移动约 3, 6 和 12°C。晶界内耗

峰向高温移动的程度,与弛豫强度降低的程度一致。即弛豫强度降低得较多者,峰温向高温移动得也较多。

出现内耗峰的条件为

$$\omega\tau = \omega\tau_0 \exp(H/kT) = 1. \quad (7)$$

在蠕变过程中,由于试样伸长,测量频率是逐次稍稍降低的。频率的降低,本应使峰温向低温移动。上述内耗峰向高温移动的现象,表示在同一温度下的弛豫时间 $\tau$ 增长。前面已经指出,晶界内耗峰所包含的激活能在蠕变前后在实验误差以内不变。因而内耗峰向高温移动,是由于(7)式中的 $\tau_0$ 增加所引起的。而

$$\tau_0 = \nu_0^{-1}, \quad (8)$$

$\nu_0$ 为频率因子。 $\tau_0$ 增加,表示 $\nu_0$ 减小,意味着晶界滑动的原子过程变得比较缓慢。

上述分析表明,蠕变对晶界内耗峰有两个方面的影响。第一,弛豫强度降低,表示滞弹性应变的极限值减小,即晶界滑动所能产生的应变减小。第二,弛豫时间增加,表示弛豫过程减慢,即晶界滑动的速率减慢。这两个因素都反映了晶界滑动过程变得比较困难。但二者可能是由于同一微观机制引起的。

传统的“等强温度”(equicohesive temperature)概念认为,在不同蠕变实验条件下发生不同类型的断裂,决定于实验温度下晶界与晶粒的相对强度。根据本文的结果看来,晶界强度在蠕变过程中是变化着的。在不同蠕变实验条件下,晶界的强化程度不同,最终的断裂类型就不同。在较高温度、较低应力的蠕变过程中,晶界强度变化不大,最终发生晶间型断裂。在较低温度、较高应力的蠕变过程中,晶界强度显著提高,最终发生穿晶型断裂。在中等温度、中等应力的蠕变过程中,情况介于上述二者之间,最终发生混合型断裂。因而,我们认为,蠕变过程中晶界强度的不同变化,是导致不同类型断裂的重要原因。这对于“等强温度”概念,是一个修正和补充。

关于晶界强度变化的原因,可以从蠕变过程中的结构变化<sup>[6]</sup>得到解释。在较高温度、较低应力下,晶界滑动在蠕变变形中占主导地位。在较低温度、较高应力下,晶粒内部的滑移占主导地位。这表明,晶界强化的原因可能是,晶粒内部位错的滑移受阻于晶界,使晶界附近发生了畸变,阻碍了晶界滑动,因而使晶界强度增加。而晶界本身的滑动并不引起晶界强化。晶界强化的微观机制尚待进一步研究。

由图2至图4还可以看出,高温背景内耗经过蠕变后也有变化。由于高温背景内耗的机制还不清楚,故对此暂不讨论。

## 五、结 语

本文建立了一套真空蠕变内耗仪。在此装置上研究了工业纯铜的晶界内耗峰在蠕变过程中的变化。由晶界内耗曲线所包围的面积求出晶界弛豫强度,而晶界弛豫强度的下降意味着晶界强度增高。

根据实验结果可以推知,在不同实验条件的蠕变过程中,晶界强度发生了不同的变化。在较高温度、较低应力的蠕变过程中,晶界强度变化不大,最终发生了晶间型断裂。在较低温度、较高应力的蠕变过程中,晶界强度显著提高,最终发生了穿晶型断裂。在中等

温度、中等应力的蠕变过程中,情况介于上述二者之间,最终发生了混合型断裂。

根据本文结果看来,发生不同类型的蠕变断裂,与蠕变过程中晶界强化的程度有关。这对于“等强温度”概念是一个修正和补充。

蠕变过程中晶界强化的原因,可能是由于晶界内部位错的滑移受阻于晶界,使晶界附近发生了畸变,因而阻碍了晶界的滑动。其微观机制尚待进一步研究。

本工作得到了葛庭燧教授的热情支持和指教。周芷仙、倪群慧和顾春辉同志在建设设备过程中给予了大力帮助。作者对他们表示衷心的感谢。

### 参 考 文 献

- [1] 孔庆平、常春城,物理学报, **24**(1975), 168.
- [2] T. S. Kê (葛庭燧), *Phys. Rev.*, **71** (1947), 533.
- [3] T. S. Kê (葛庭燧), *J. Appl. Phys.*, **20**(1949), 274.
- [4] T. S. Kê (葛庭燧), P. Cui (崔平) and C. M. Su (苏全民), *Phys. Stat. Sol.(a)*, **84**(1984), 157.
- [5] L. Rotherham and S. Pearson, *Trans. AIME*, **206**(1956), 881.
- [6] T. M. Williams and G. M. Leak, *Acta Metall.*, **15**(1967), 1111.
- [7] 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.
- [8] H. Conrad, Paper in “Mechanical Behavior of Materials at Elevated Temperatures” (Ed. J. E. Dorn), (1961), p. 218.

## A STUDY OF CREEP RUPTURE IN COPPER BY MEASUREMENTS OF INTERNAL FRICTION

KONG QING-PING DAI YONG

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

### ABSTRACT

On the basis of our previous work [1] on commercially pure aluminum, the change of internal friction peak of grain bound- (Kê peak) in commercially pure copper has been studied in the course of creep. Creep experiments were conducted under different conditions: (a) high temperature and low stress; (b) medium temperature and medium stress; (c) low temperature and high stress; which lead to intergranular, mixed type and transcrystalline rupture respectively.

From the changes of grain boundary peak under different creep conditions, it can be deduced that the strength of grain boundaries is changed little during creep at high temperature and low stress; somewhat increased at medium temperature and medium stress; and considerably increased at low temperature and high stress.

The present work indicates that the strength of grain boundaries is changeable during creep. The extent of strengthening of grain boundaries is different under different creep conditions, which is believed to be an important role to lead to different type of creep rupture. This provides a modification and complement of the idea of “equicohesive temperature”.