

44, 30(6)
A239-A247Ni9 钢的显微组织在变形-断裂
过程中的行为*

张弗天 楼志飞

(中国科学院金属研究所材料疲劳与失效分析国家重点实验室)

叶裕恭[✓] 李端义

(中国科学院力学研究所)

TG1462.79

A

摘要 利用使低温(-196℃)冲击裂纹停止在试样中和中止拉伸变形的准动态方法和变形-断裂进行时观察表面组织的动态方法,研究经 $\alpha+\gamma$ 相区处理的 Ni9 钢的显微组织在低温冲击和拉伸变形时的行为。结果表明:当样品中热稳定的沉淀奥氏体(γ')较多(≈ 10 v.-%)时,在冲击断裂影响区(IFEZ)内, γ' 转变为 α' (马氏体)并形成密度较大的空洞,良好的低温韧性(≈ 200 J)是相变增韧机制作用的结果;当 γ' 相很少时,IFEZ 内形成密度很高且扩展受阻的微裂纹,良好的低温韧性是微裂纹增韧机制作用的结果。在低温冲击值较低时,IFEZ 中只有稀疏的长裂纹。在裂尖前的拉伸变形使 α' 板条堆转动,板条界趋于与裂尖前进方向垂直,利于裂尖钝化和冲击韧性。表明高韧性材料的组织具有抵抗动载荷的自调节功能。

关键词 Ni9 钢,相变增韧,微裂纹增韧,抗冲击自调节机制

变形,断裂,显微组织,钢

Ni9 钢是唯一可在-196℃环境中服役的铁素体型钢,其-196℃ Charpy 冲击功高达 200—230 J⁽¹⁾,是低温韧性最好的实用材料。通常将其优异的低温韧性归因于沉淀奥氏体(γ')的存在,但其作用机理尚存在争议⁽²⁻⁵⁾。除了 γ' 相本身的塑性很好,无韧-脆转变现象等显而易见的理由外,其冲击变形乃至断裂时的相变行为与材料韧性的关系也是研究者瞩目的问题。Morris 等⁽⁶⁾发现 Ni6 钢的低温冲击断口上的变形层(也是应变诱导相变层)厚度与冲击功呈良好的线性关系,并认为应变诱导 $\gamma' \rightarrow \alpha'$ 相变产生的马氏体(α')是亚微米级的位错马氏体(Sub-micron sized dislocation martensite),其 $\gamma' - \alpha'$ 结晶学关系与一般的 $\gamma' - \alpha'$ 关系不同,后者常常以准解理方式开裂。作者也曾指出,在变形前已转变的 γ' (Thermal instable),在变形中转变的 γ' (Mechanical instable)和一直不转变的 γ' (Mechanical stable)对冲击韧性的影响不同,前者最差,次者最好,第三者居中⁽⁷⁾。已进行的工作的共同问题是:很重视 γ' 的作用,而对基体的作用关注不够。作者通过观察形变-断裂过程中组织结构的行为,探索包括基体在内的组织和韧性的关系,试图为更有效地使用传统材料以及为现代人造材料(复合材料、合成材料、粉冶或纳米材料等)的组织设计提供某些启示。

* 国家自然科学基金资助项目

1993 年 12 月 28 日收到

本文通讯联系人:张弗天,沈阳(110015)中国科学院金属研究所

1 实验方法

试料用优质(heat A)和普通的(heat B)商品 Ni9 钢. 成分(wt-%)如下:

Heat	C	Ni	Mn	Si	S	P	[O]	[N]
A	0.06	9.18	0.59	0.23	<0.003	0.013	0.0008	0.0076
B	0.08	9.10	0.69	0.24	0.006	0.010	0.0058	0.0070

Ni9 钢的 -196°C 冲击韧性, 取决于钢的质量和热处理工艺, 图 1 表明, 优质的比普通的, 经 $\alpha+\gamma$ 相区处理(Intercritical heat treatment, IHT)比经调质处理(Conventional heat treatment, CHT)的 Ni9 钢要好, 因此选定经 IHT 处理但回火温度不同, 因而低温韧性水平不同的样品(图 1 中标有代号的, 其中数字为回火温度)加以研究. 它们在回火前的处理都是 800°C 1 h 水淬+ 670°C 1 h 水淬, 再在不同温度回火 1 h, 其金相组织形态无可见的差别.

选用恒电位选择性深腐蚀法显示微观组织(详见文献(7)). 其优点是能显示特定相(在本实验中是 γ' 相)的部分立体形貌. 微颗粒乃至 10^2nm 级微裂纹, 特别宜用于扫描电镜观察.

为了保留裂尖前方及裂纹两侧的组织, 制备了不完全冲断的样品. 方法是用位能较小的锤头冲击已冷却至 -196°C 的标准 Charpy 试样, 然后去掉两翼, 沿垂直于缺口方向中剖. 制备该剖面的金相样品并以恒电位深腐蚀法腐蚀. 拉伸变形后样品的制作方法与此类同.

原位观察 IHT585A 在拉伸时显微组织的行为. 试样的有效部分为 $10\times 4.5\times 0.5(\text{mm})$, 观察面经磨光、抛光、深腐蚀; 其背面贴电阻应变片测量载荷, 然后装入 HITACHI S-570 型扫描电镜加载装置上. 加载和延伸测量由螺旋测微仪完成, 测力由电阻应变片完成.

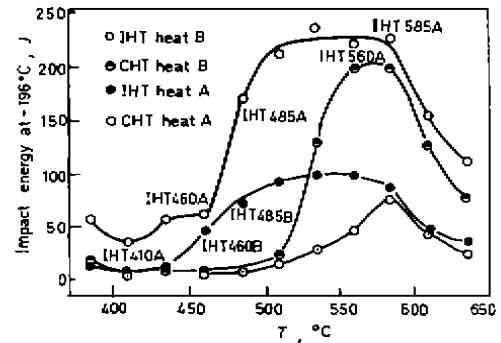


图 1 -196°C 冲击功与回火(1 h)温度关系

Fig.1 Impact energy at -196°C vs. tempering temperature for 1 h

2 实验结果

2.1 裂纹尖端钝化

在全部被观察的半断裂样品中, 裂尖都已钝化, 即使冲击功很小的 IHT410A 也不例外, 图 2 显示低韧性的 IHT460A 的 -196°C 冲击裂纹全貌, 裂纹张开程度不均匀, 在 A, B 处明显钝化, 裂纹前方出现下述现象: (1) 裂纹走向改变; (2) 裂尖分叉, 其中一支继续前进; (3) 冲击断裂影响区(impact fracture effected zone, IFEZ)内出现许多尺寸不一的孔洞以及相互孤立的微裂纹. 图 3a 显示高韧性的 IHT485A 的 -196°C 冲击裂纹全貌. 其特点是张开程度均匀, 裂尖呈半圆形.

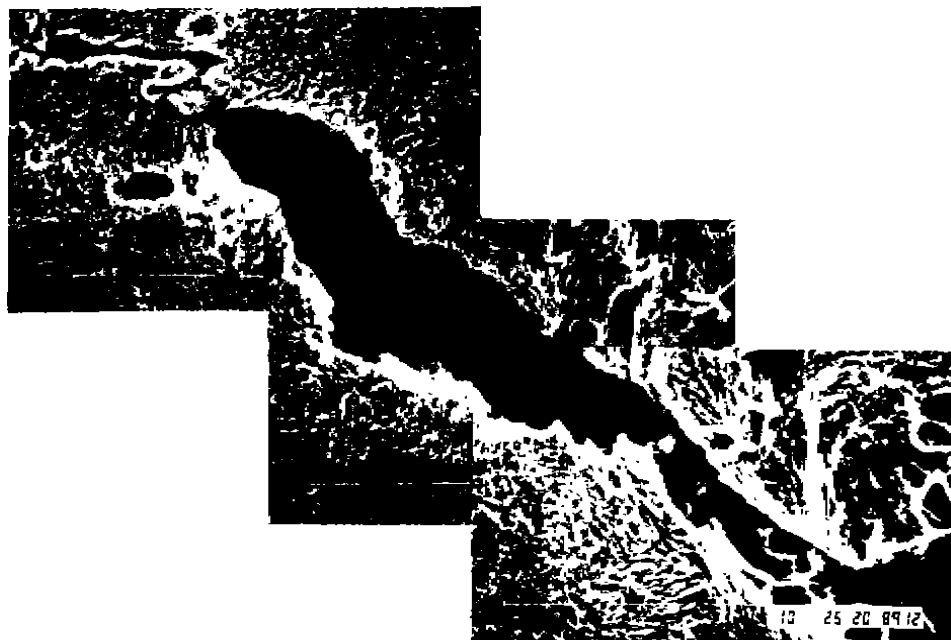


图 2 IHT460A 在 -196°C 冲击的裂纹全貌

Fig.2 Morphology of an impact crack for IHT460A tested at -196°C

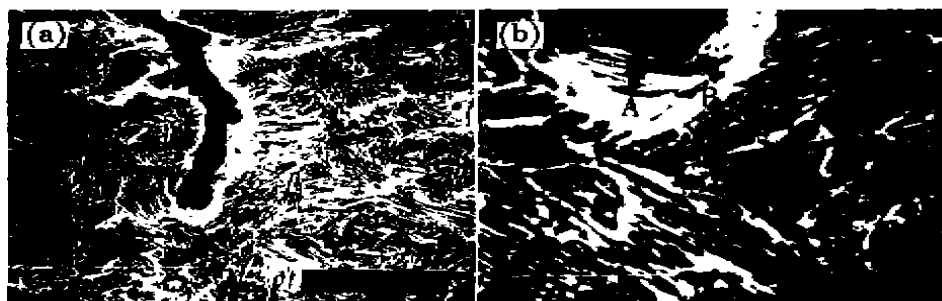


图 3 IHT485A 在 -196°C 冲击时,断裂影响区的组织

Fig.3 Microstructure of IFEZ for IHT485A impacted at -196°C

(a) full view (b) ahead and side of main crack tip

2.2 IFEZ 内组织

2.2.1 高韧性的 IFEZ 组织 图 4a 系 IHT560A 的正常组织, 图 4c 左侧是断裂表面, 其右面的 IFEZ 组织与图 4a 完全不同, 是明显的变形-相变区域, 厚约 $25\ \mu\text{m}$; 图 4b 显示的细节表明由板条状的 γ' 和 α' 晶粒交叠组成的板条堆(图 4a)已不复存在, 代之以众多的孔洞以及在孔洞边缘和晶界上的点状(实际上是针状) γ' 相, 此组织有明显取向: 与裂纹方向垂直或成大锐角(图 4d), 裂尖正前方的组织与图 4b 右边的过渡区类似, 且范围很小, 说明裂尖前方

所受影响较小,明显的组织变化是裂纹增宽时进行的.

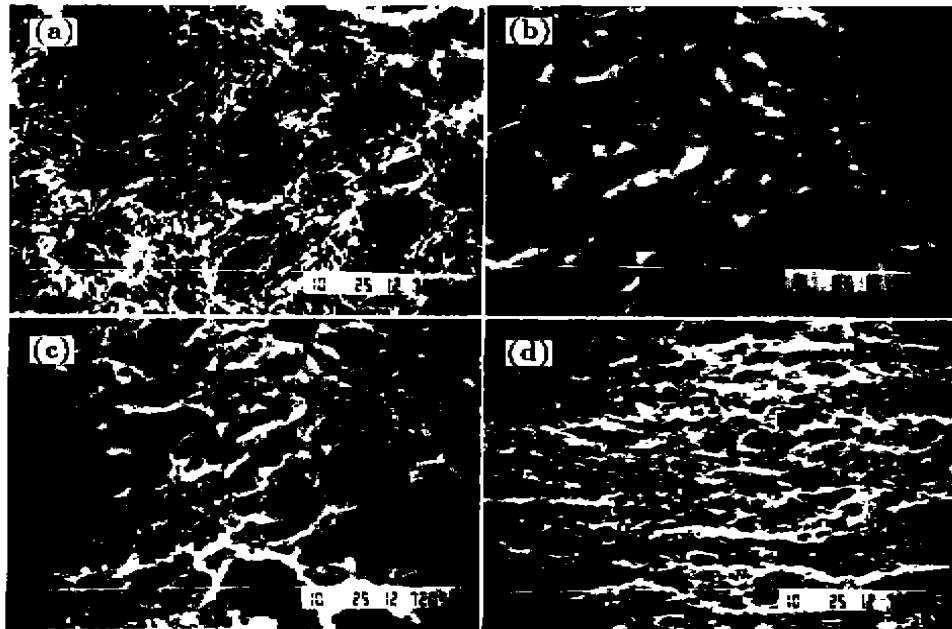


图 4 IHT560A 在 -196°C 冲击时,断裂影响区的显微组织
Fig.4 Microstructure of IFEZ for IHT560A impacted at -196°C
(a) original (b)–(d) main crack side

图 3b 显示 IHT485A 的裂尖表面和前方的组织形态,左上方表明在裂尖前进方向上横亘着一组板条状 γ' 晶粒,如箭头 A 所指,其右侧(箭头 B)和左侧(箭头 C)是二组与其成大角度的板条堆,表明裂尖钝化与组织取向密切相关.图 3b 右上方的裂尖侧面和左下的裂尖正前方密布着微裂纹,它们是沿着板条晶界切变和张开时形成的,所有的微裂纹以及由它相互连接形成的长裂纹(箭头 D)都和裂尖前和裂纹两侧的 $\alpha' - \gamma'$ 板条堆一样,与裂尖前进方向垂直或成大锐角.图 3b 还表明,严重的变形使许多板条状晶粒破碎或者诱发了 $\gamma' \rightarrow \alpha'$ 相变.作者⁽⁷⁾已经论证图中的小白点(以及图 4b 中的白色点状相)是 $\gamma' \rightarrow \alpha'$ 相变后残余的 γ' 相.裂纹两侧的 IFEZ 宽度不均匀,最宽可达 $600\mu\text{m}$.



图 5 IHT485B 在 -196°C 冲击时裂纹尖端前方的显微组织
Fig.5 Microstructure at ahead of a main cracktip for IHT485B impact at -196°C

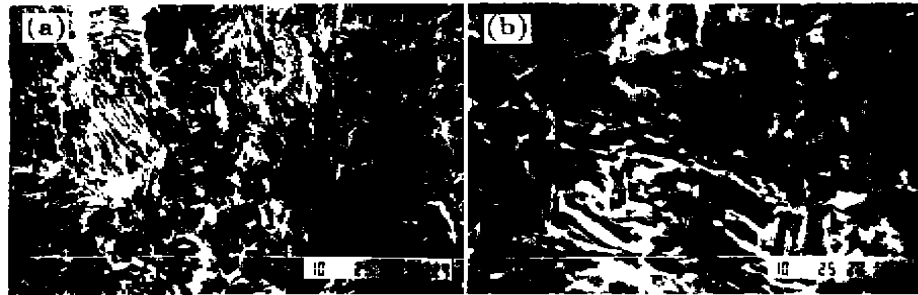


图 6 拉伸变形后 IHT560A 的显微组织
Fig.6 Microstructure of specimen IHT560A stretched (a)
and micro-cracks limited by lath boundaries (b)

2.2.2 低韧性的 IEFZ 组织 IHT485B 的裂尖正前方的组织(图 5)中,存在着稀疏的、沿亚晶界开裂的细裂纹,应注意其中若干条(箭头所指)与裂尖前进方向一致。另外,只有少许板条界开裂,微裂纹密度小,裂纹两侧的情况也相似。观察还表明,随回火温度降低和 -196°C 冲击值下降,IEFZ 内微裂纹密度也下降。IHT410A 的裂尖正前方已看不到微裂纹。

2.3 拉伸时显微组织变化

图 6a 表明 IHT560A 在低温拉伸时,宏观变形主要是通过沿晶界和板条堆界切变实现的。箭头 A 指向一个原始奥氏体晶界,其中点状颗粒和箭头 B 所指板条堆内已变成点划线形态的 γ' 板条状颗粒,应与图 4b 中的点状颗粒同属 γ' 相,是板条状 γ' 部分转变为 α' 的结果。值得注意的是,在拉伸过程中,板条方向(均指板条晶粒的长轴方向)向平行于拉伸方向(图中上下方向)转动,箭头 B 所指板条堆是明显的一例。图 6a 还表明在拉伸时有很多板条晶界切变、开裂。但这些密集而相互平行的微裂纹被限制在板条堆界范围内,其延伸受阻于相邻的板条堆界面,见图 6b。而图 7 表明拉伸变形并未使 IHT410A 的板条堆转动,却在大致垂直于拉力方向(图中上下方向)上产生一条由板条堆界面裂纹连接成的 W 型长裂纹。

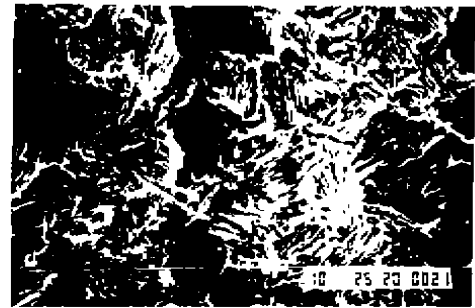


图 7 拉伸时 IHT410A 中形成的 W 型长裂纹
Fig.7 W-type long crack formed in IHT410A to be stretching out

原位观察拉伸时试样表面组织行为的结果见图 8。图 8a、b 是拉伸前和拉伸载荷最大时,视场范围完全相同的一个局部的组织(图中左右方向为拉伸方向)。比较二者,可见拉伸使试样延伸 6.4%、横向收缩 5%、面积增大 12%。拉伸变形使其中的任一界面增宽,使界面-拉应力间交角(θ)变小,而且原始的 θ 愈接近 90° ,界面增宽愈显著, θ 变化愈小(简单的分析即可证明,原始的 θ 为 45° 时,则拉伸时 θ 改变最大)。例如,比较箭头 A、B 所指界面,在拉伸前后,界面 A-拉力间夹角 θ_A 由 $\sim 60^{\circ}$ 变为 $\sim 45^{\circ}$,而界面 B-拉力间夹角 θ_B 仍维持 $\sim 90^{\circ}$ 未变。

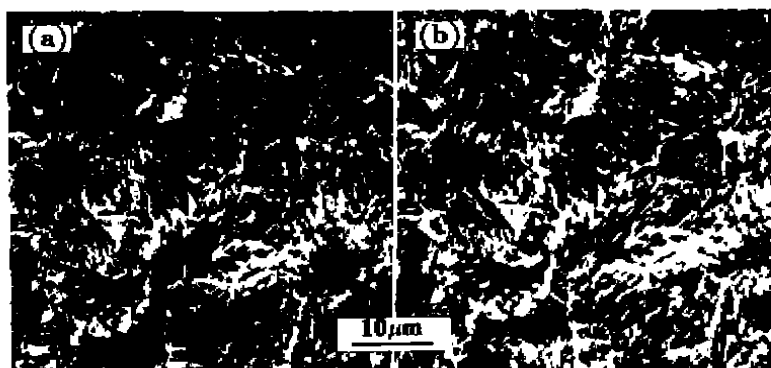


图 8 原位观察 IHT560A 在拉伸时的组织行为

Fig.8 *In situ* observation of microstructural behaviour for stretching IHT560A
(a) before stretch (b) after stretch

但增宽程度后者明显大于前者. 应注意的是, 未见哪个界面(不论是否增宽, 均可视为微裂纹)是因为拉伸而延长了, 界面以外的相组元亦未发生明显可见的变化. 可以说, 拉伸变形导致被观察面积增大, 主要是因为形成微裂纹空间引起的.

3 讨 论

3.1 关于裂尖锐化

在制作不完全冲断的样品时, 发现所有停留在样品中的裂尖都已钝化, 而不论其冲击功水平如何. 制作裂尖未钝化的不完全冲断样品的种种努力都未成功. 图 2 和图 3a 显示裂尖组织特点, 即板条堆横亘于裂尖前进方向上, 造成裂尖钝化和前进受阻. 增大外加载荷使裂尖继续前进必然要伴随裂尖附近产生剧烈变形, 如图 2 左上角所示. 宏观表现为冲击韧性高.

比较图 2 和图 3a, 可见冲击韧性较低时, 冲击裂纹宽度不均匀, 冲击值较高时, 冲击裂纹较宽(约为 $12\ \mu\text{m}$)而且均匀. 而裂纹只有在其尖端受阻或钝化时才增宽, 因此, 前者意味着只有部分裂尖行程是受阻和钝化良好的, 后者则意味着在全部行程中裂尖都是钝化良好的. 说明材料的冲击韧性应与裂纹全长上的平均钝化程度有关.

作者已经证明, 在 IHT460A 中, γ' 相析出量很少⁽⁷⁾, 在 IHT410A 中的析出相是渗碳体而非 γ' 相⁽⁸⁾, 它们在低温冲击时, 裂尖都可以钝化, 这说明 γ' 相的存在并非裂尖锐化的必要条件.

3.2 冲击韧性与 IFEZ 内显微组织行为

在冲击变形-断裂过程中, IFEZ 内进行着滑移、晶界裂纹萌生和扩展、相变、空洞形成及长大等过程. 界面切变和裂纹形成主要在低温回火(IHT410A, IHT460B, IHT485B, IHT485A)的样品中发生. 在这 4 个样品中, 随冲击值的提高, IFEZ 中的微裂纹密度明显增

大. 在冲击值很高的 IHT485A 中, 微裂纹密度很大, 但绝大多数受阻于板条束界. 极少量的长裂纹, 是由多个微裂纹相互连接而不是由一个微裂纹延伸而成的, 见图 3b 箭头 D 所指(亦见于图 3a 箭头 D). 在 IFEZ 中还发生少许 $\gamma' \rightarrow \alpha'$ 相变. 相变和空洞则在 560—585℃ 回火的样品中(例如 IHT560A, 图 4b)发生, 且主要在裂纹两侧, 裂尖前方组织变化很小, 这说明裂尖附近的应力已被有效地松弛了.

关于 Ni6 钢的工作表明, 冲击功与相变层厚度成正比⁽⁶⁾. 冲击功是 IFEZ 内发生的全部事件消耗能量的总和. 考虑到冲击断口通常由芯部和周边剪切唇组成, 且剪切唇与样品表面大致成 45° 角, 于是冲击功 A_k 为

$$A_k = \sqrt{2}(1-C)(B_s + \sum d_{si} \cdot m_{si} \cdot E_i) + C(B_r + \sum d_{ri} \cdot m_{ri} \cdot E_i)$$

式中, C 为芯部面积分量; 脚标 s, r 分别代表剪切唇和芯部; B 为单位表面积形成能. 在按名义尺寸计算 B 时, 应考虑到其粗糙程度, 并予以修正; d_{si}, d_{ri} 为剪切区和芯部发生 i 事件的平均厚度; m_{si}, m_{ri} 为剪切区和芯部发生 i 事件的密度; E_i 为完成每个 i 事件所需能量.

在影响韧性的诸因素中, 最重要的是 m . 当回火温度较低时, i 主要是微裂纹, 高 m_i 值与微裂纹延伸受阻直接相关. 在取向呈随机分布的板条堆组成的组织中, 板条晶界微裂纹延伸受相邻的、取向不同的板条堆阻止, 导致相互平行的、密度很大的板条晶界裂纹连续萌生. 即使数个微裂纹能够相互连接成长裂纹(图 3b 箭头 D), 甚至已经张开较大距离(如图 2, 箭头 C), 也会因受力状态变化而不再延伸. 其结果是消耗能量多, 宏观表现为冲击值高. 此即所谓“微裂纹增韧机制”. 当回火温度较高时, i 主要是 $\gamma' \rightarrow \alpha'$ 相变和形成空洞. $\gamma' \rightarrow \alpha'$ 相变增加韧性的机制已经论证过⁽⁷⁾. 它使导致断裂的张应力松弛. 空洞是在张应力作用下产生的, 也使张应力松弛. 结果是空洞难以再长大和连接, 减小了裂尖处的应力集中. 裂尖正前方的组织基本未变化就是证明. 这同“相变增韧”机制是一致的.

3.3 抵抗冲击载荷的组织自调节机制

在冲击断裂过程中, 裂尖前方承受的拉应力最大, 变形量也最大. 该拉应力是垂直于裂尖前进方向的, 因而对于 IHT485A 和 IHT560A 等样品而言, 绝大部分板条堆(只有方向与裂尖前进方向完全一致的除外)在裂尖到达前都能在一定程度上调整自身的方向, 使之有利于阻碍裂尖前进和使其钝化. 结果导致如下现象: (1) 裂纹与其两侧的板条堆间全成 90° 或大锐角(见图 4d, 3b), 尽管非 IFEZ 中的板条堆方向是随机分布的. (2) 裂尖在其经过的全部行程中钝化都很好, 裂纹宽度较大而且均匀(图 3a). 宏观表现为吸收的冲击功很高.

另一方面, 随回火温度下降, 板条堆界面的切变能力降低, 在拉伸时越来越难以转动, 裂尖只能在原本就垂直于其前进方向的板条堆处受阻并钝化、展宽, 而在与裂尖前进方向比较接近的板条堆处受阻较轻, 钝化程度也低, 其结果是导致如下现象: (1) 主裂纹宽度不均匀; (2) 裂纹两侧的板条堆方向是随机分布的; (3) 冲击断口上可见许多类似准解理的小平面⁽⁸⁾. 宏观表现为材料吸收的冲击功较少, 冲击韧性较差.

实验事实说明, 如果 α' 板条堆界面具有适当的切变能力, 则材料就有抵抗冲击载荷的组织自调节功能. 这是在相变增韧和微裂纹增韧机制之外, 具有更好冲击韧性的又一原因.

4 结 论

(1) 在制成的不完全断裂样品中,裂尖都已钝化.但低韧性材料的裂尖只在它遇到取向合适的板条堆时才钝化;高韧性材料的裂尖在其全部行程中都钝化.最有效的钝化不是 γ' 相而是横亘于裂尖前的板条堆造成的.

(2) 在高韧性样品中,垂直于裂尖的拉力使板条堆转向能有效的阻滞裂尖前进的方向.此即抵抗冲击载荷的组织自调节机制.而在低韧性样品中无此现象.

(3) 当材料中含有较多 γ' 相(~ 10 v.-%)时,IFEZ内进行 $\gamma' \rightarrow \alpha'$ 相变并形成密集的孔洞.高韧性是“相变增韧”机制作用的结果.在较低温度(485 $^{\circ}\text{C}$ 或低于485 $^{\circ}\text{C}$)回火后, γ' 相很少或没有,材料的韧性水平取决于IFEZ内微裂纹密度和数量.其中IHT485A的高韧性是“微裂纹增韧”机制作用的结果.而在低韧性样品中未察觉上述钝化机制的作用.

参 考 文 献

- 1 Ooka T, Mimura H, Yano S, Sugino K, Toizum T. *J Jpn Inst Metals*, 1966; 20: 442.
- 2 Yano S, Sakurai H, Mimura H, Wakita N, Ozawa T, Aoki K. *Tetsu-to-Hagane*, 1973; 59: 752
- 3 Suzuki M, Fujita M. *Tetsu-to Hagane*, 1964; 50: 1957
- 4 Hardwick D. *Iron and Steel*, 1961; 34: 414
- 5 Hasegawa M, Sano M. *Instability of tempered austenite in 9% nickel steel* Proc ICSTIS Suppl
- 6 Fultz B, Morris J W. *Trans Met*, 1985; 16A: 173
- 7 Zhang F, Hu M, Lou Z. *Steel Research*, 1993; 64: 178
- 8 Zhu S, Zhang F, Guo Y, Shi C. *Steel Research*, 1990; 61: 236

BEHAVIOUR OF MICROSTRUCTURE OF Ni9 STEEL UNDER DEFORMING-FRACTURING

ZHANG Futian, LOU Zhifei (State Key Laboratory for Fatigue and Failure of Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang).

YE Yugong, LI Duanyu (Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing)

(Manuscript received 28 December, 1993)

ABSTRACT The behaviour of $\alpha+\gamma$ region treated microstructure of Ni9 steel during -196°C cryogenic impact and tensile deformation has been studied by using both a quasi-dynamic method in which the low temperature (-196°C) impact cracks stopped in the specimen and the tensile deformation halted, and a dynamic method to observe the surface structure under deformation to fracture. The results show that if more (about 10 v.-%) thermally stable γ' -phase occurred in specimens, the excellent cryogenic toughness is resulted in γ' to α' transformation and very dense cavities formed in the impact fracture effected zone (IFEZ); in case of little γ' -phase, high cryogenic toughness is caused by the high density of hindered tiny cracks in IFEZ; while no γ' -phase, the cryogenic toughness may be poor owing to some sparse and longer cracks only. The tensile deformation ahead of the crack tip makes the lathy packet turn toward the direction being beneficial to crack tip passivation and to toughness. It is shown that the structure of materials with high toughness can adjust oneself to resist the impact load.

KEY WORDS Ni9 steel, phase transition toughening, microcrack toughening, self-adjusting mechanism of impact resistance

Correspondent: ZHANG Futian, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015