

位错发射与纳米裂纹形核的 TEM 实验观察

丘 波¹ 钱才富^{1*} 李惠芳¹ 高克玮²

(1. 北京化工大学机电工程学院, 北京 100029; 2. 北京科技大学材料物理系, 北京 100083)

摘 要: 进行了 1Cr18Ni9Ti (奥氏体 321 型不锈钢) 的 TEM 原位拉伸实验, 观察到了位错从裂纹尖端的发射、无位错区形成、纳米裂纹形核及位错塞积等物理现象。其中无位错区形状清楚, 和理论计算结果吻合, 无位错区中的纳米裂纹形核与长大验证了微孔聚合的裂纹扩展机理。

关键词: TEM 原位观察; 位错发射; 无位错区

中图分类号: TG111.91

在外加应力作用下, 裂纹尖端附近的材料会发生屈服, 说明裂纹前端有位错的产生和运动, 因此, 关于裂纹和位错相互作用的研究受到了普遍的关注。20 世纪 80 年代初期, 美国橡树岭国家实验室 Ohr^[1-2] 领导的一个固态物理研究组, 利用透射电镜 (TEM) 原位拉伸装置对 Ni-Cr 不锈钢、Mo、W、Cu 等单晶薄膜试样在单向及交变载荷作用下, 对裂纹尖端的形貌进行了仔细地观察, 生动证实了裂纹尖端发射位错的物理过程, 发现裂纹前方的塑性区是由已发射位错反塞积而成的, 而在裂纹尖端与塑性区之间存在着一个弹性畸变能很大的无位错区 (DFZ)。这一系列令人鼓舞的实验结果, 掀起了相关学科对材料的裂纹与位错交互作用的研究热潮。在国内, 褚武扬等进行了大量裂纹发射位错的 TEM 原位观察, 并考察了多种腐蚀环境的影响, 他们发现纳米裂纹可在裂纹尖端无位错区内萌生^[3-5]。

关于裂纹塑性区的大小和形状, 已有学者从宏观断裂力学的角度提出不同的简化模型加以估计^[6], 其中比较典型的是按 von Mises 或 Tresca 屈服准则确定裂纹塑性区形状。关于无位错区的大小, 不同的实验可能得到不同的结果, 而无位错区的形状则更难以观察到。Qian 等人^[7-8]从微观模拟了位错从裂纹尖端沿多个滑移面的发射, 得出不同类型裂纹前端的塑性区和无位错区, 并发现无位错区

内确实存在应力峰值。

本文以 1Cr18Ni9Ti (奥氏体 321 型不锈钢) 为材料, 进行 TEM 原位拉伸实验, 目的在于进一步探讨裂纹前端的变形状况和裂纹扩展机理。

1 实验部分

1.1 实验材料

实验样品材料为 1Cr18Ni9Ti, 它是奥氏体不锈钢中最典型的一种, 其化学成份如表 1 所示。

表 1 1Cr18Ni9Ti 奥氏体不锈钢中各种元素的质量分数

Table 1 Chemical composition of the austenitic stainless steel 1Cr18Ni9Ti

								%
C	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	S	P	Fe
0.05	18.40	9.65	0.80	0.79	0.36	0.010	0.20	其余

1.2 样品制备

在直径约为 7 mm 的圆柱形钢棒上, 采用线切割取得厚度为 0.2 mm、直径约为 7 mm 的圆形薄片试样; 清洁试样表面, 并用 502 胶水将其粘附于一表面平整光洁的金属块表面, 然后分别采用 180[#]、400[#]、800[#]、1200[#]、1500[#] 的砂纸, 小心轻磨试样的表面, 使表面尽量光滑、平整。当磨到适当程度之后, 将附带试样的金属块置于内酮溶液内浸泡数小时, 直至 502 胶溶解于丙酮溶液并能使试样剥离金属块表面。其后, 取出试样烘干, 清洗试样, 并再次用 502 胶水, 将原已研磨过的试样粘附于金属块表面, 接着重复上述步骤研磨试样表面。如此反复, 直到将试样的厚度磨薄至 50 μm 以下。

手工减薄试样结束后, 将其安置于双阴极喷射

收稿日期: 2005-09-15

基金项目: 国家自然科学基金 (10272020)

第一作者: 男, 1979 年生, 硕士生

*通讯联系人

E-mail: qiancf@mail.buct.edu.cn

装置中的试样支架上(电极的阳极),采用一台小型泵提升电解液,使之循环流过两个埋有阴极的喷嘴,电解液(阴极)不断溅射到作为阳极的试样上,最终获得中心穿孔试样。多次实验尝试表明,采用 95 % 乙酸(冰醋酸) + 5 % 高氯酸制成的电解液效果较好。

TEM 原位拉伸的材料试样被制成宽约 3 mm、长约 5 mm 的矩形金属薄片,并保证经电解双喷后,试样薄片中心由于电解腐蚀而出现极小穿孔,且小孔边缘的薄区厚度保持在 50 nm 以内,以确保透射电镜所发出的电子束能穿透试样。

用两颗小螺丝钉,通过两块金属小压片,将试样固定在加载台上。通过加载台手柄内的小电机拉动压在加载台上的试样,来实现在 TEM 原位拉伸实验过程中给试样加载。

本实验所采用的透射电镜为日本日立和电子公司(JEOL)生产的 JEM-1000 型透射电子显微镜。

2 结果与讨论

薄膜试样双喷时,试样中心的孔洞周围会存在着一些微裂纹。将制好的 TEM 试样固定安装在电镜拉伸台上,放入 JEM1000 电镜中进行原位拉伸实验观察。观察过程中,试样以极微小的速度保持恒定位移加载。当裂纹尖端位错组态不再改变时,可缓慢加载,一旦发现裂尖位错组态有所改变,则在恒定载荷作用下观察,并且以拍照的形式记录下所观察到的现象。

2.1 裂纹边缘晶体形貌

广义来说,晶体缺陷包括位错、层错、晶界、孪晶界、第二相析出物、成分不均匀性、空位、亚微观孔洞等。总之,一切破坏正常点阵周期性的微观或亚微观结构,均可称为晶体缺陷。图 1 为试样裂纹边缘在加载过程中的整个概貌。其中 A 为晶界, B 为层错, C 为位错, D、E 为等倾线等。

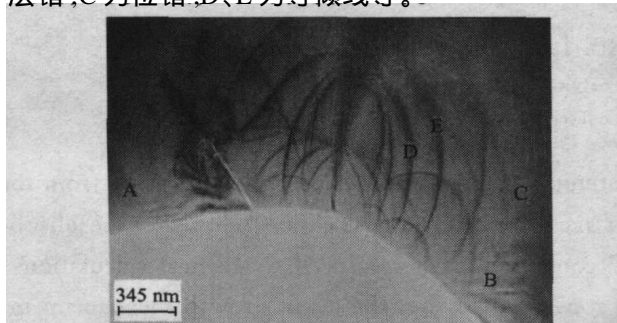


图 1 裂纹边缘在加载过程中的晶体缺陷形貌

Fig. 1 Crystal defects at the edge of the crack

2.2 位错发射与无位错区形状

在原位拉伸实验过程中,当加载到一定程度时,与拉伸轴近似垂直的裂纹(多为 + 复合型纹)尖端发生屈服,有位错发射如图 2 所示。继续加载,位

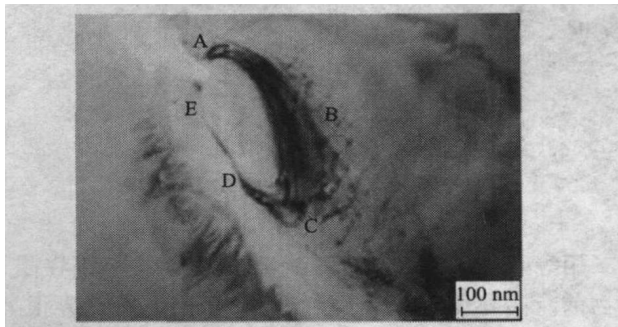


图 2 位错从裂纹尖端发射与无位错区的形成

Fig. 2 Dislocation emission from the crack tip and the formation of a dislocation-free zone (DFZ)

错不断地从裂纹尖端发出。位错成弓形向远离裂尖方向凸出,这表明它们正向远离裂尖的方向运动。如稍稍降低外载荷,裂尖停止发射位错。从图 2 中可以看出,由弓形位错构成的位错区与裂纹尖端(在 A 附近)之间存在一明显的无位错区,这种外凸的无位错区形状和 型或 + 复合型裂纹的位错与裂纹相互作用理论计算结果吻合^[8];另外,从图 4 还清楚看出,发射出的位错反塞积于无位错区外边缘。

当再次缓慢小量加载试样后,从裂纹尖端又观察到有新的位错从裂纹尖端以发散的形式迅速移至无位错区外,同时排挤着先前生成的位错继续向着远离裂尖的方向,以发散状移动,当小量加载再一次停止后,裂纹附近区域的位错也相应停止了运动。其结果产生了更多的排列有序的位错,反积塞在无位错区的边沿。同时,每经一次加载,在裂纹前端所形成的无位错区的区域也随位错的移动逐渐扩大。

2.3 裂纹在无位错区中的形核

在一些 TEM 原拉伸实验加载过程中,还发现在无位错区中,由于大量原子键断裂,而产生新的纳米裂纹的现象,如图 3 所示,图中 A 为主裂纹, B、C 为新生成的纳米裂纹。若继续加载,主裂纹与新生的裂纹都将同时扩展,最终两个裂纹汇合,形成更大的主裂纹。再继续加载,新的主裂纹发射位错,形成新的无位错区(DFZ),出现新的微裂纹。这样不断重复的结果使得主裂纹不断向前扩展。

2.4 位错积塞

除图 2 所示的位错区外反塞积外,从裂纹尖端发射出来的位错,若遇到阻碍,如晶界、亚晶界或第

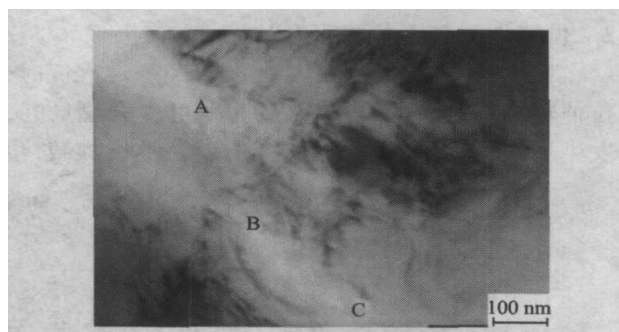


图3 纳米裂纹在无位错区中形核

Fig. 3 Nucleation of nanocracks in the DFZ

二相等时,位错将会以不断沉积的形式塞积在阻碍物前。图4为一晶界照片,晶界两侧形貌差异很大,在晶界一侧A-B段,有位错塞积现象。

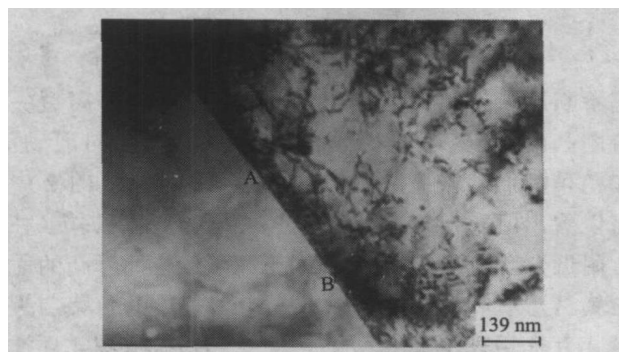


图4 位错群塞积在晶界边缘的情况

Fig. 4 Pile-up of dislocations against a boundary

3 结论

(1) 当外加的载荷达到一定的数值后,一系列有序的位错从裂纹尖端沿各个方向发射出来。

(2) 当裂纹发出的位错达到平衡后,在裂纹前端形成一个无位错区。这里得到的无位错区形状清

楚,和理论计算结果吻合。从裂纹发射出的位错群反塞积在这个无位错区的外边缘。

(3) 在无位错区形成之后,若再继续加载,在无位错区中,有可能出现大量的原子键断裂而产生纳米级裂纹。继续加载,新生的微裂纹与主裂纹都将继续扩展,并最终汇合在一起,形成更大的裂纹。

(4) 若发射出来的位错群前方有障碍,如晶界等,从裂纹尖端发射出来的位错群,将塞积在晶界等障碍前。

参 考 文 献

- [1] Ohr S M. An electron microscope study of crack tip deformation and its impact on dislocation theory of fracture [J]. Mater Sci Eng, 1985, 72: 1 - 35.
- [2] Ohr S M, Narayan J. Electron microscope observation of shear cracks in stainless steel single crystals [J]. Phil Mag A, 1980, 41: 81 - 95.
- [3] 黄克智,肖纪美. 材料的损伤断裂机理和宏微力学理论[M]. 北京: 清华大学出版社, 1999, 1 - 57.
- [4] Chen Q Z, Gao K W, Zhang Y, et al. Nucleation, blunting or propagation of a nanocrack in dislocation-free zone of thin crystals [J]. Fatigue Fract Eng Mater Struct, 1998, 21: 981.
- [5] 褚武扬, 乔利杰, 陈奇志, 等. 断裂与环境断裂[M]. 北京: 科学出版社, 2000, 45 - 66.
- [6] 哈宽富. 断裂物理基础[M]. 北京: 科学出版社, 2000.
- [7] Qian C F, Chu W Y, Qiao L J. Micro-mechanical analysis and TEM study of crack initiation in dislocation-free zone[J]. Intl J Fracture, 2002, 117: 313 - 321.
- [8] 钱才富, 姜忠军, 陈平, 等. 裂纹尖端塑性区和无位错区的微观模拟[J]. 金属学报, 2004, 40(2): 159 - 162

TEM observation of dislocation emission and nano-crack nucleation

QIU Bo¹ QIAN Cai-fu¹ LI Hui-fang¹ GAO Ke-wei²

(1. College of Mechanical and Electrical Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China;

2. Department of Materials Physics, University of Science and Technology, Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: In-situ TEM observation was carried out on an austenitic stainless steel. Dislocation emission from the crack tip, formation of dislocation-free zones, nucleation of nanocracks and dislocation pile-ups were all observed. The shape of the dislocation-free zone was clear and consistent with results of theoretical calculations. Nucleation and growth of nanocracks in the dislocation-free zone verified that the crack growth mechanism involves micro-crack coalescence.

Key words: in-situ TEM; dislocation emission; dislocation-free zone