

Fe-Ni-Nb-Ti-C 合金变形后等温弛豫过程中 位错与析出的相互作用*

苑少强^{1,2)} 杨善武¹⁾ 聂文金¹⁾ 贺信莱¹⁾

1) 北京科技大学材料物理系, 北京 100083

2) 唐山学院, 唐山 063000

摘要 对 Fe-Ni-Nb-Ti-C 合金在 850 °C 变形后的等温弛豫过程中位错组态的演变以及应变诱导析出过程进行了 TEM 观察分析. 样品的应力弛豫曲线可以明显地区分为三个阶段, 分别对应应变诱导析出的孕育、形核长大和粗化过程. 变形过程中产生的高密度、相互缠绕的位错在等温弛豫过程中密度降低, 并逐渐形成胞状结构. 应变诱导析出在离散位错与胞界的位错网络上均能形核, 但离散位错上颗粒析出密度更大. 析出对位错产生的钉扎作用减缓了位错组态演变的进程. 一旦析出颗粒发生粗化, 则其钉扎作用减弱, 而位错则以绕过机制摆脱析出颗粒的钉扎.

关键词 Fe-Ni 基合金, 应力弛豫, 应变诱导析出, 离散位错, 位错网络

中图分类号 TG111.5

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2004)08-0887-04

INTERACTION BETWEEN THE DISLOCATIONS AND STRAIN-INDUCED PRECIPITATES DURING STRESS RELAXATION AFTER DEFOR- MATION OF Fe-Ni-Nb-Ti-C ALLOY

YUAN Shaoqiang^{1,2)}, YANG Shanwu¹⁾, NIE Wenjin¹⁾, HE Xinlai¹⁾

1) Department of Materials Physics, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

2) Tangshan College, Tangshan 063000

Correspondent: YUAN Shaoqiang, Tel: (010)62334910, E-mail: shaoqiangyuan@163.com

Supported by National Key Research and Development Programme of China (No.G1998061507)

Manuscript received 2003-09-04, in revised form 2003-12-15

ABSTRACT Transmission electron microscopy (TEM) was used to investigate the evolution of dislocation configuration and the strain induced precipitation behavior during isothermal relaxation at 850 °C in a deformed Fe-Ni-Nb-Ti-C alloy. The stress relaxation curve can be divided into three stages, the incubation, nucleation and growth, and coarsening of strain-induced precipitates. The highly dense and twisted dislocations formed during the deformation develop into dislocation cells gradually and the density decreases with increasing relaxation time. The strain induced precipitates occur along the dispersed dislocations as well as the dislocation walls, while there are much more precipitates along the former. The dislocations were pinned by the precipitates which retard the evolution of the dislocation configuration. As the precipitates start to coarsen, the pinning effect becomes weak and finally the dislocations get rid of pinning through the bypassing mechanism.

KEY WORDS Fe-Ni base alloy, stress relaxation, strain-induced precipitation, dispersed dislocation, dislocation cell

金属基结构材料, 特别是钢的结构与性能在很大程度上取决于它的热加工历史. 正是基于这样的考虑, 微合金

钢的两阶段控轧理论与技术得到了迅猛的发展. 轧制变形道次间与终轧后的缺陷密度与组态是其主要控制目标. 钢的热加工主要在奥氏体区, 它在冷却到常温时将发生 γ - α 转变, 使得难以直接观测变形奥氏体中的缺陷组态及其演化. Fe-Ni 合金中奥氏体层错能在很大温度范围内与钢相近, 且能保持 fcc 结构^[1]. Adachi 等^[2] 及 Rainforth 等^[3] 利用 Fe-Ni 合金分别模拟了钢变形后奥氏体区的亚

* 国家重点基础研究发展规划资助项目 G1998061507

收到初稿日期: 2003-09-04, 收到修改稿日期: 2003-12-15

作者简介: 苑少强, 男, 1967 年生, 博士生

结构变化及 NbC 的析出规律,但未考虑它们之间的相互作用。本工作对含微量 Nb, Ti, C 的 Fe-Ni 合金高温变形后弛豫过程中位错组态演变与析出过程进行观察分析,以了解钢中变形奥氏体内发生的过程。

1 实验材料及方法

合金在 5 kg 真空感应炉上冶炼,真空浇注并快冷,铸坯重新加热到 1200 °C 后热锻成直径 14 mm 圆棒,其化学成分(质量分数,%)为: Ni 40.06, B 0.0052, C 0.032, Nb 0.08, Ti 0.094, 余量为 Fe。将圆棒再加热到 1250 °C 等温预处理 20 min 后水淬,车制成直径为 8 mm、长度为 12 mm 的热模拟试样,在 Gleeble-1500 热模拟机上加热到 850 °C 进行 $\epsilon=0.25$ 的压缩变形后保持恒定应变与温度,测定应力弛豫曲线,另外对变形后弛豫不同时间的样品水淬以保持瞬间的状态,用于透射电镜观察。样品在 H-800 分析电镜上于 200 kV 加速电压下进行观察。

2 实验结果

2.1 应力弛豫曲线

图 1 中曲线 1 为含微量元素合金样品的应力弛豫曲线,曲线依其斜率可分为三个阶段,开始阶段满足线性关系,符合一般回复规律^[4];当弛豫到 10 s 左右时,曲线斜率突然变小,进入第二阶段,应力随对数时间下降逐渐放慢,到 200 s 时曲线几乎变成水平。400 s 后曲线再次发生转折,进入第三阶段,其斜率与第一阶段接近。

根据对微合金钢的研究结果^[5],应力弛豫曲线上出现的平台(第二阶段)对应应变诱导析出的形核长大阶段,而第一和第三阶段分别对应析出的孕育期和粗化阶段。为确定本实验所得含 Nb, Ti 的 Fe-Ni 合金曲线是否可作上述同样的解释,对不含微合金元素的 Fe-40Ni 合金也进行了应力弛豫曲线的测定,发现其在变形后的弛豫阶段应力迅速下降,不存在应力下降受阻现象,如图 1 中曲线

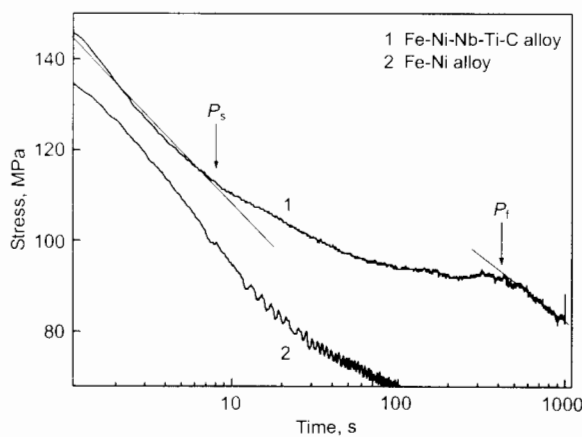


图 1 850 °C 真应变 0.25 后的应力弛豫曲线

Fig.1 Stress relaxation curves of the tested alloys after pre-deformation with strain 0.25 at 850 °C, 3 stages in curve 1 corresponding to incubation, nucleation and growth, and coarsening of precipitates

2 所示,表明以上对曲线 1 特征的解释是合理的。

2.2 弛豫过程中的位错组态演变

Fe-Ni-Nb-Ti-C 合金(以下均指这个合金)变形后立即水淬的样品中(图 2a),位错密度很高,呈无序分布,位错相互缠结。在经过 30 s 弛豫后(图 2b),位错胞的雏形形成。图 2b 中可以看到某些部分离散的位错逐渐趋于有序排列,而有些部分已出现位错胞的轮廓(箭头所指)。当弛豫时间达到 60 s 时(图 2c),较为完整的胞界已形成,可以看到胞内位错正在逐步并入胞界。当弛豫时间延长至 200 s 时(图 2d),胞上位错的排列更为整齐,胞内位错密度进一步降低,但位错的组态与弛豫 60 s 时接近,它表明从 60 s 到 200 s,位错演化进程较慢。对弛豫过程而言,材料各项指标的变化一般与对数时间成线性关系,通过对弛豫不同时间位错胞内的位错间距作半定量测量(不同弛豫时间的样品分别统计 12 个视场),如图 3 所示,可看到 d 随对数时间的增加而下降,但曲线的下降幅度明显偏离线性关系,这可能是由于析出颗粒对位错的钉扎作用阻碍了位错运动的结果。

2.3 纳米级应变诱导析出颗粒与位错之间的相互作用

变形奥氏体的等温弛豫过程也是合金内的应变诱导析出过程^[6]。细致的观察表明,在变形后未经弛豫的样品中,没有析出颗粒存在。在弛豫 30s 后样品中已出现大量尺度在 10 nm 以下的析出颗粒,这些颗粒均位于离散的位错线上与初步形成的位错网络上,而且发现离散的位错线上析出颗粒的密度更大。析出颗粒能形成于离散的位错上,表明析出颗粒在运动的位错上也能形核。由于析出颗粒的钉扎作用,它将阻碍位错的进一步运动,从而阻碍回复过程。由图 4 可见,在受到析出颗粒的钉扎后,位错发生弯曲,表明它的运动明显受阻。

在弛豫 200 s 的样品中,在位错线之外观察到大量析出颗粒存在(图 5),这是离散位错摆脱钉扎后留在原处的析出颗粒。而脱离钉扎的离散位错逐渐排列成位错胞界。由图 5a, b 可见,位错是通过绕过机制摆脱析出颗粒的钉扎。图 5a 箭头所指处为位错绕过动作的开始阶段,析出颗粒之间的位错段已开始发生弯曲。而图 5b 中箭头所指处,位错绕过析出颗粒的动作已接近完成。图 5c 箭头所指处为位错绕过析出颗粒留下的位错圈(图中左下角为该位错圈的放大部分),由于套住析出颗粒的位错圈为降低能量而逐渐向析出颗粒收缩,在透射电镜下难以显现,仅在位错刚绕过时才有可能观察到。这些现象表明位错主要是以绕过机制摆脱析出颗粒的钉扎。

3 讨论

本实验中观察到的两个值得注意现象的是:①与位错网络相比,离散位错上有更多析出颗粒形成;②位错以绕过机制摆脱钉扎。

当位错处于运动之中时,若设想合金元素的原子通过

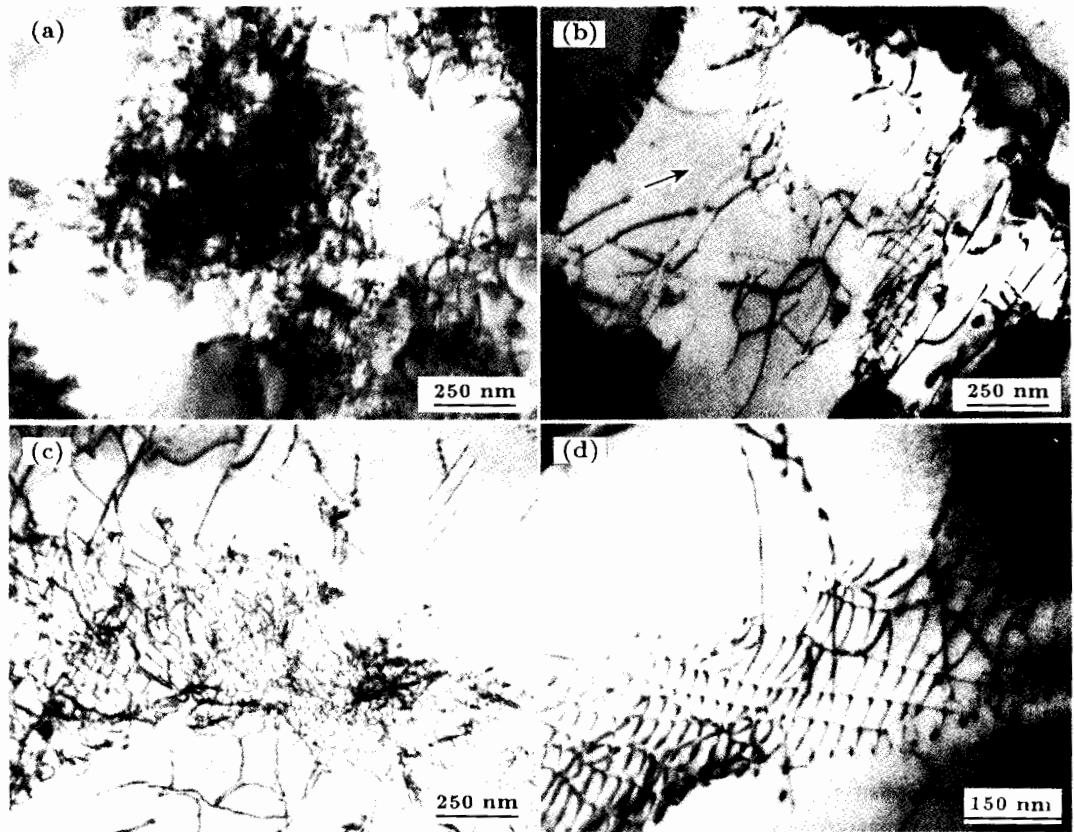


图 2 Fe-Ni-Nb-Ti-C 合金弛豫不同时间样品中的位错组态

Fig.2 TEM micrographs showing the evolution of dislocation configurations in Fe-Ni-Nb-Ti-C deformed specimens relaxed at 850 °C for different times

- (a) 0 s, WQ after 850 °C deformation, densely twisted dislocations
- (b) 30 s, dislocation walls formation indicated as arrow
- (c) 60 s, dislocation walls with denser dislocations
- (d) 200 s, nearly perfect dislocation walls

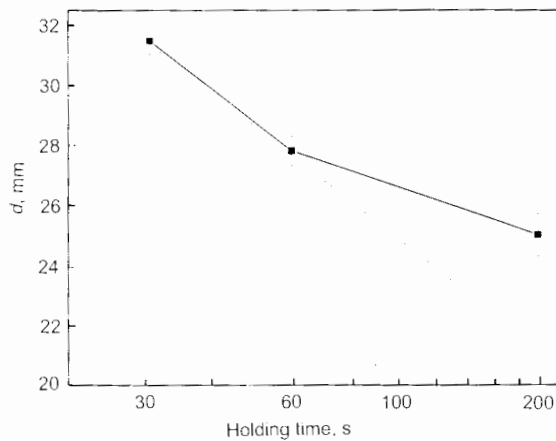


图 3 弛豫时间为 30、60 和 200 s 时位错胞界内的位错间距

Fig.3 Change of the spacing (d) of dislocations in dislocation wall with relaxed time

追赶位错以产生析出, 则显然相对静止的位错 (如网络中的位错) 上更易产生析出, 但这与本实验结果不符, 实际

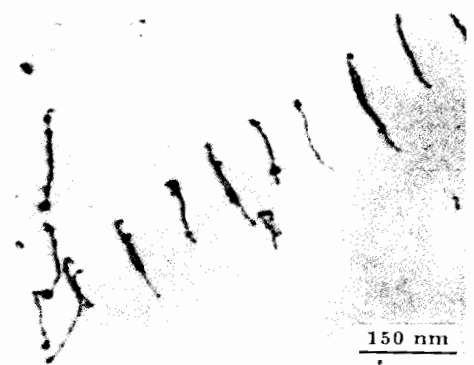


图 4 弛豫 30 s 时离散位错上的析出质点

Fig.4 TEM image of the precipitates along dispersed dislocations after relaxation for 30 s

上, 由于离散位错存在着长程应力场, 这使得溶质原子在该应力场的作用下易于向离散位错扩散, 而且, 离散位错易于运动, 由于位错与溶质原子之间相对运动使它能收集

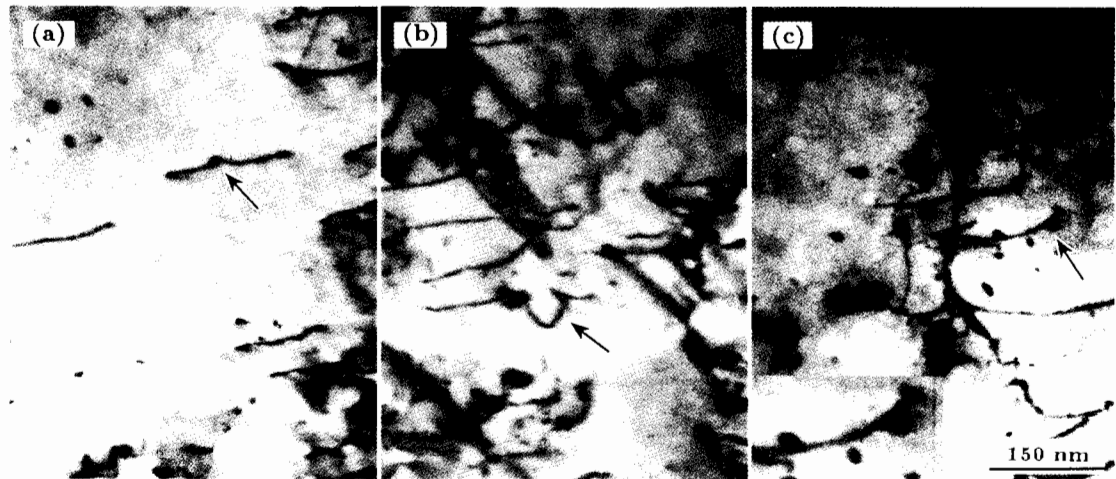


图5 弛豫 200 s 时位错与析出的相互作用

Fig.5 TEM images showing the interaction between the dislocations and the precipitates after relaxation for 200 s (a) a dispersed dislocation starting to bypass a precipitate (pointed by an arrow) (b) the final stage of the bypassing process (pointed by an arrow) (c) a ball-like precipitate left behind dislocation (pointed by an arrow), the inset to be its magnified image

更大范围内的溶质原子。高温时溶质原子运动较快，这些已被收集的溶质原子能随之运动，因而使得运动位错周围的溶质原子浓度不断升高，析出易于发生。当离散位错形成胞状结构后，由于位错胞界结构比较稳定，整体运动缓慢，况且胞界内位错间距很小，位错之间相互作用使长程应力被抵消^[7]，这样，距离胞界较远处的溶质原子只能以无规行走方式扩散到胞界上，所以同运动的离散位错相比，位错网络上的析出颗粒相对少一些。

当位错弯成半圆时，相应的应力达到最大值，此时的临界应力为

$$\tau_c = \frac{\mu b}{2R} = \frac{\mu b}{l} \quad (1)$$

其中 l 为沿位错线分布的析出颗粒间距，约为 100 nm； μ 为合金的切变模量； b 为 Burgers 矢量模，对 fcc 结构 b 为 $\frac{\sqrt{2}}{2}a$ ；晶格常数 a 约为 0.4 nm。因此

$$\tau_c = \frac{\mu b}{l} \approx 2.83 \times 10^{-3} \mu \quad (2)$$

合金克服点阵阻力所需要的临界切应力，即 P-N 力为^[7]：

$$\tau_p = \frac{2\mu}{(1-\gamma)} e^{-2\pi s/[b(1-\gamma)]} \quad (3)$$

此处 s 为滑移面 (111) 的间距，等于 $\frac{\sqrt{3}}{3}a$ ； γ 为 Poisson 比，一般为 0.3 左右，可得 $\tau_p \approx 1.87 \times 10^{-3} \mu$ 。实际合金要考虑杂质和其它缺陷的影响，P-N 力高于此值。同式 (2) 计算值相比，两者数值接近。绕过力与 P-N 力相当，表明它低于无析出颗粒时 Fe-Ni 基体的切变强度 (除 P-N 力外，还包括溶质拖曳力等)，而 NbC 的切变强

度远高于 Fe-Ni 基体的切变强度，位错要切过析出相，受力需超过 NbC 的切变强度，即远超过绕过阻力。所以实际上位错是以 Orowan 机制绕过析出颗粒，因而绕过机制成为最可能的选择。

4 结论

(1) Fe-Ni-Nb-Ti-C 合金应力弛豫曲线分为三个阶段，分别对应应变诱导析出的孕育、形核长大和粗化。

(2) 在弛豫过程中，离散位错上析出颗粒的密度更大，离散位错将逐渐形成胞状结构，这一过程受到应变诱导析出的阻碍，位错以绕过机制摆脱析出颗粒的钉扎。

参考文献

- [1] Yoshitaka A. In: Enomoto M ed., *New Structure Steels and New Design of Constructions, 6th Workshop on the Ultra-steel*, Tsukuba: The Iron and Steel Institute of Japan, 2002: 91
- [2] Adachi Y, Tomida T, Himotani S. *ISIJ*, 2003; 40: S194
- [3] Rainforth W M, Black M P, Higginson R L, Palmiere E J. *Acta Mater*, 2002; 50: 735
- [4] Lai Z H. *Crystal Defects and Mechanical Properties of Metals*, Beijing: Metallurgy Industry Press, 1988: 294 (赖祖涵. 金属的晶体缺陷与力学性能, 北京: 冶金工业出版社, 1988: 294)
- [5] Yang S W, Shang C J, Wang X M, He X L. *J Univ Sci Technol Beijing*, 2001; 3: 214
- [6] Yang S W, He X L, Chen M Z, Dang Z J, Ke J. *Mater Sci Eng*, 1994; 2: 49 (杨善武, 贺信来, 陈梦滴, 党紫九, 柯俊. 材料科学与工程, 1994; 2: 49)
- [7] Feng D. *Physics of Metals*, Vol.1, Beijing: Science Press, 2000: 266 (冯端. 金属物理学, 第一卷, 北京: 科学出版社, 2000: 266)