

文章编号: 1004-0609(2003)04-0919-05

H68 黄铜断裂过程的透射电镜原位观察^①

戴品强¹, 何则荣¹, 毛志远²

(1. 福州大学 材料科学与工程学院, 福州 350002; 2. 浙江大学 材料科学与工程系, 杭州 310027)

摘 要: 采用透射电镜动态拉伸、原位观察研究了低层错能合金 H68 黄铜断裂的微观过程。结果发现: 黄铜薄膜试样拉伸时, 裂尖首先发射位错, 平衡时形成无位错区和反塞积位错群; 裂尖前方较厚区域可以发生孪生变形, 形成形变孪晶, 微裂纹在孪晶中形核、扩展, 导致裂纹呈 Z 字形扩展; 裂尖无位错区也可能形成微孪晶, 微裂纹在微孪晶中形核, 使裂纹呈不连续扩展; 微裂纹也可以从主裂纹顶端连续形核、扩展。

关键词: 断裂; 无位错区; 形变孪晶; 黄铜

中图分类号: TG 111.91

文献标识码: A

材料断裂的微观过程非常复杂, 采用透射电镜动态拉伸原位观察可以在位错层次和纳米尺度上研究断裂的微观机理, 能发现许多重要的现象和规律, 是研究断裂的有效方法之一。Ohr 等人^[1-3]采用透射电镜动态拉伸方法, 对多种面心立方金属和体心立方金属断裂过程进行原位观察, 直接观察到裂尖位错发射与运动过程, 发现裂尖前方存在无位错区和反塞积位错群。褚武扬等人^[4-8]在透射电镜中动态拉伸原位观察了脆性的 TiAl 合金、韧性的不锈钢和黄铜、纯镍等材料的断裂过程, 结果发现: 无论是韧性材料还是脆性材料, 加载时裂尖都能发射很多位错, 平衡时形成无位错区, 无位错区是一个畸变很高的弹性区^[4, 5]。纳米级微裂纹可以在无位错区中不连续形核, 也可以在原裂纹顶端形核。对韧性材料, 即使保持恒位移, 微裂纹也会钝化成空洞或缺口^[5, 6]; 对脆性材料, 纳米级微裂纹并不钝化而是解理扩展^[7]。裂尖塑性区的位错结构与合金的层错能有关: 高层错能的材料裂尖塑性区较宽, 有多列位错塞积在裂尖前方; 低层错能材料塑性区较窄, 一般只有一列位错塞积在裂尖, 并可能扩展为不全位错^[1, 9]。本文作者采用透射电镜动态拉伸、原位观察研究低层错能合金 H68 黄铜韧性断裂的微观过程, 探讨了低层错能合金韧性断裂的微观特点。

1 实验

H68 黄铜的化学成分(质量分数, %)为: Cu

67.72、Zn 32.1、Fe 0.13、Pb 0.04、Bi 0.008、P 0.01、Sb 0.01。试棒经过 550 ℃, 1 h 固溶处理后, 用线切割方法切取尺寸为 2.5 mm × 10 mm × 0.5 mm 薄膜拉伸试样毛坯, 经机械减薄至 0.05 mm, 然后在电解抛光仪上电解减薄至穿孔。电解液为 5% 高氯酸酒精, 温度为 -20 ~ -30 ℃, 电压为 50 ~ 60 V。在 JEM-2000EX 透射电镜中进行动态拉伸、原位观察黄铜韧性断裂的微观过程。

2 结果与分析

2.1 裂尖位错发射与无位错区

在薄膜拉伸试样双喷孔的边缘存在许多微缺口, 拉伸时缺口的开裂取决于缺口与拉伸轴的位向关系和缺口前方滑移系, 即取决于缺口处的 Schmid 因子。因此, 双喷孔周围缺口开裂的方向既可能垂直于拉伸轴, 也可能与拉伸轴斜交。图 1 所示为缺口开裂的方向与拉伸轴斜交的情况。拉伸时, 裂尖发射出大量的位错, 并离开裂尖迅速向前运动, 保持恒位移, 位错发射的数量逐渐减少, 达到平衡后裂尖前方形成无位错区, 位错反塞积于无位错区的端部, 如图 1 所示。

2.2 裂尖前方形变孪晶与 Z 字裂纹扩展

黄铜薄膜试样在室温拉伸断裂过程中, 裂尖前方较厚区域可能突然发生孪生变形, 产生形变孪晶。形变孪晶形成后, 保持恒位移, 条状微裂纹在

① 基金项目: 福州大学科技发展基金(XKJ-0117)

收稿日期: 2002-09-26; 修订日期: 2002-12-23

作者简介: 戴品强(1963-), 男, 副教授, 博士。

通讯联系人: 戴品强, 博士; 电话: 0591-7893540; E-mail: pqdai@fzu.edu.cn

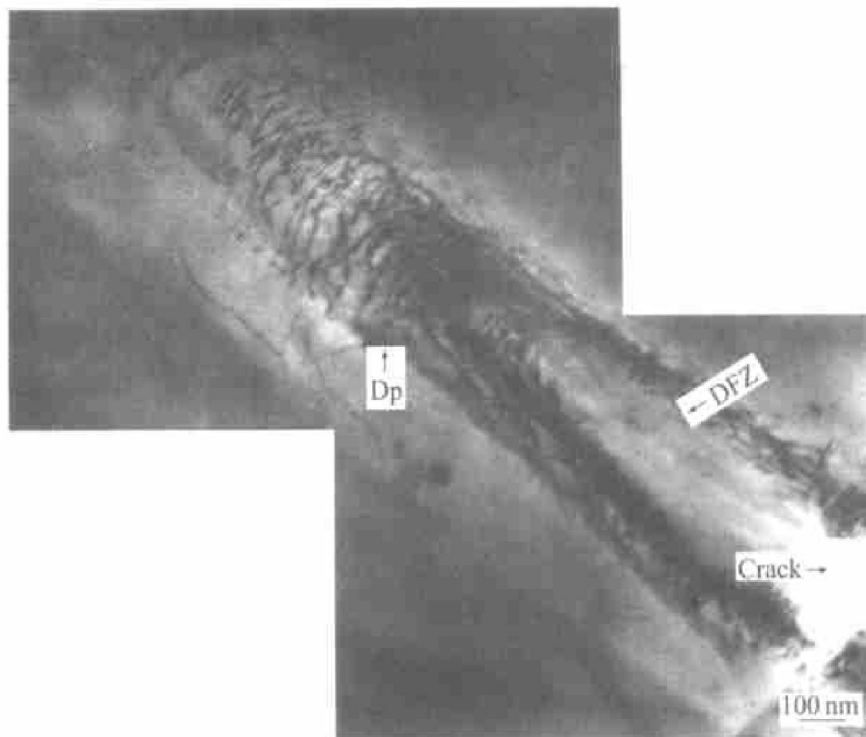


图 1 黄铜裂尖前方无位错区(DFZ)及反塞积位错群(Dp)

Fig. 1 Dislocation free zone(DFZ) and inverse pile-up dislocation group ahead of crack tip

许多孪晶中萌生, 然后扩展为四边形裂纹, 有些已经沿孪晶界互相连接, 如图 2(a) 所示。孪晶的选区电子衍射谱如图 2(b) 所示, 标定结果如图 2(c) 所示。再次微量拉伸, 孪晶界相对滑动, 裂纹沿孪晶界滑开与扩展, 使裂纹呈 Z 字形扩展, 如图 2(d) 所示。

金属塑性变形的主要方式是滑移和孪生。一般认为体心立方金属在高速变形(如冲击)或低温变形时, 可以出现孪生; 密排六方金属, 如镁、镉等由于滑移系少, 塑性变形也常以孪生的方式进行; 而面心立方金属或合金在室温以常规应变速率变形时不会出现孪生变形。本实验发现黄铜薄膜试样在室温拉伸时, 裂尖前方存在形变孪晶。面心立方合金中形变孪晶可以按极轴机制产生^[10], 在适合的应力条件下, 全位错 $\frac{a}{2}[110]$ 发生如下分解:

$$\frac{a}{2}[110] \rightarrow \frac{a}{3}[111] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$$

其中, 不全位错 $\frac{a}{3}[111]$ 为极轴位错, 不全位错 $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ 为扫动位错。极轴位错具有螺型分量 $\frac{a}{3}[111]$, 使(111)面扭曲为竖直的螺旋面。位于(111)面上的不全位错 $\frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ 一端被极轴所固定, 则不全位错只能绕极轴转动, 每当它在(111)面上扫过一圈, 就产生一个单原子层的孪晶, 同时螺旋面上上升一层。如此重复, 就在晶体中产生一个有一

定厚度的孪晶。由此可见: 形变孪晶与不全位错的运动有密切的关系, 形变孪晶所需的不全位错是在一定应力条件下, 由滑移位错(全位错)分解而成的。因此形变孪晶是在晶体已发生一定形变的情况下才开始的, 这与实验结果一致。低层错能的合金全位错易分解为不全位错, 有利于发生形变孪晶, 故低层错能的黄铜裂尖前方易产生形变孪晶。在高锰钢薄膜试样拉伸中也曾发现形变孪晶^[11]。

薄膜拉伸试样中易产生孪生变形的另一原因是表面能的作用。位错滑移会在薄膜表面产生滑移台阶, 从而增加表面能, 相当于增加滑移的临界分切应力, 因此, 薄膜拉伸时较易发生孪生变形。

综上所述, 低层错能合金薄膜拉伸时, 裂尖前方较厚区域可以发生孪生变形。

2.3 无位错区中微孪晶与裂纹不连续扩展

黄铜裂纹扩展过程裂尖无位错区也可能产生微孪晶, 使裂纹在无位错区中呈现 Z 字形不连续扩展, 如图 3 所示。图 3(a) 所示为一裂尖钝化的主裂纹。微量拉伸, 裂尖发射位错, 裂纹从原裂纹顶端连续扩展, 同时在裂纹前方出现微孪晶(T_m), 在微孪晶中产生一个起始于孪晶界的微裂纹(C_i), 如图 3(b) 所示。再次微量拉伸, 主裂纹尖端张开, 微裂纹 C_i 扩展, 如图 3(c) 所示。继续拉伸, 微裂纹 C_i 与主裂纹连接, 主裂纹钝化, 同时在裂纹前方又有

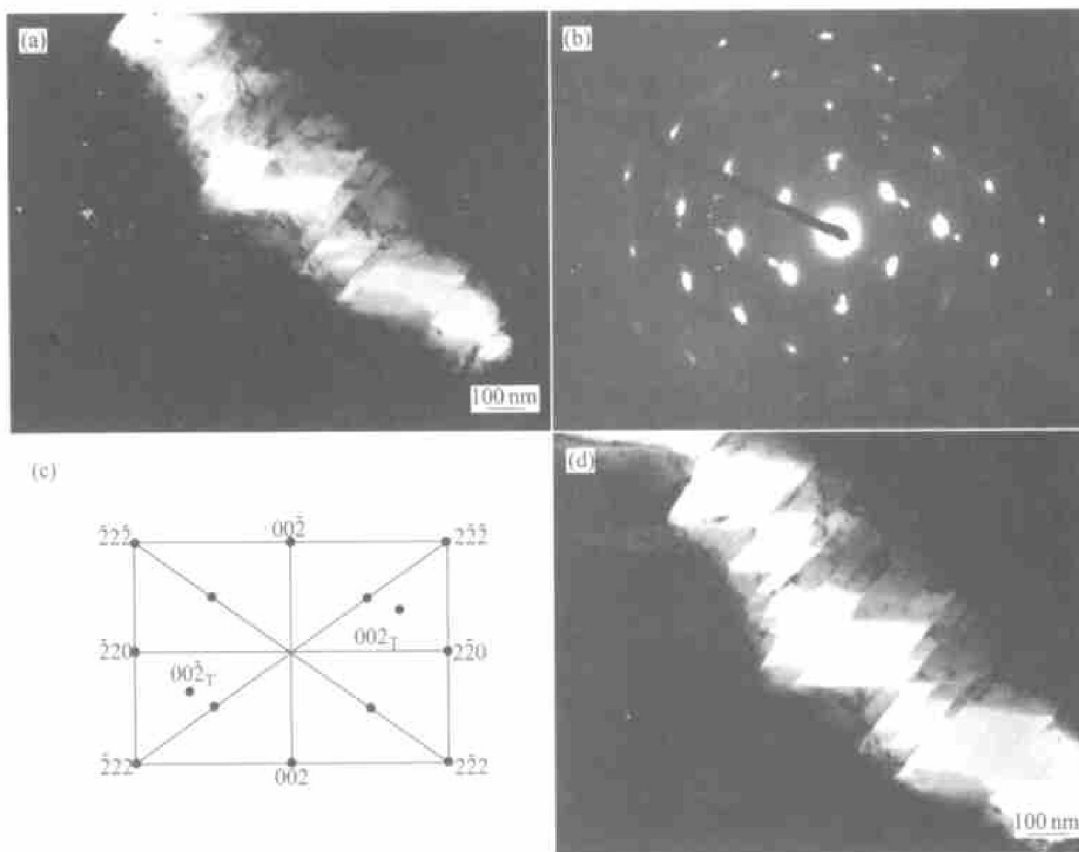


图 2 裂尖形变孪晶与 Z 字形裂纹扩展

Fig. 2 Mechanical twin ahead of crack and zig-zag crack propagation

(a) —Mechanical twin and quadrilateral crack; (b) —SADP of mechanical twin;

(c) —Index of SADP; (d) —Crack slip and propagation along twin boundary

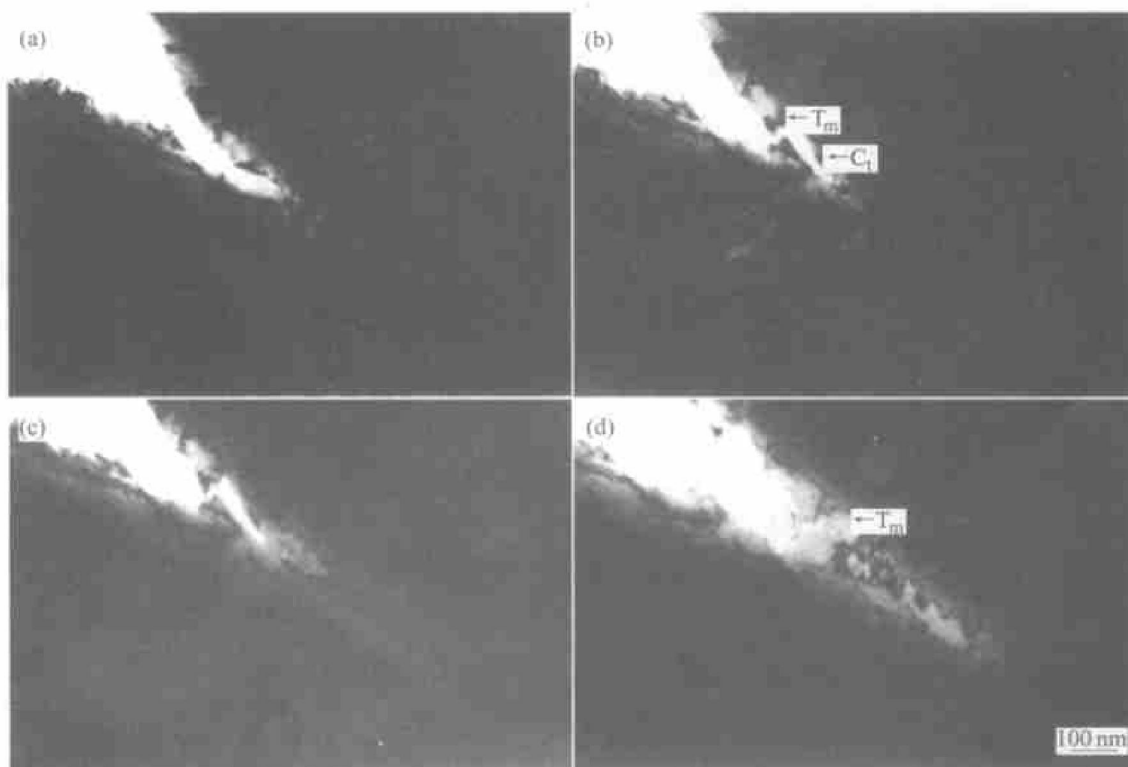


图 3 无位错区中微孪晶及其对裂纹形核与扩展的影响

Fig. 3 Micro-twin in DFZ and effect on microcrack initiation and propagation

(a) —DFZ ahead of crack tip; (b) —Micro-twin (T_m) in DFZ and microcrack (C_t);

(c) —Microcrack propagation; (d) —Microcrack connecting with main crack, and micro-twin forming in DFZ again

微孪晶形成,微孪晶的前方为位错塞积群,如图 3(d)所示。

2.4 微裂纹从钝化的主裂纹顶端连续形核扩展

裂尖发射位错形成封闭型的无位错区后,裂尖钝化,如图 4(a)所示;微量拉伸时,裂纹从原钝化的裂纹顶端连续扩展,位错塞积群向前运动,使无位错区增大,如图 4(b)所示;再次微量拉伸,裂纹连续从原裂纹顶端扩展,位错塞积群继续向前运



图 4 裂纹从原裂纹顶端连续扩展

Fig. 4 Micro-crack propagated from main crack tip continuously

- (a) —Main crack and DFZ ahead crack tip;
 (b) —Micro-crack propagating from main crack tip continuously;
 (c) —Micro-crack propagating ahead again under further tension

动,如图 4(c)所示。由此可见,黄铜断裂时,微裂纹既可能在无位错区中形核、不连续扩展,也可能在钝化的主裂纹顶端形核、连续扩展,这是由裂尖应力分布特点所决定的。Ohr^[12]根据裂尖位错分布函数,考虑了外加应力引起的裂尖应力集中和所有位错的应力场之和,求出裂尖前方应力分布,结果表明裂尖前方存在应力奇点,无位错区中应力很高,高于点阵阻力 σ_f 。对于 I 型裂纹,位错发射后裂尖钝化为一个缺口,用离散位错有限元计算缺口前方的正应力场,发现在缺口前方存在两个应力峰,第一个峰处在缺口顶端,第二个峰处在无位错区内^[13]。用超位错模型计算了 Fe_3Al 裂尖的应力分布,结果发现最大正应力在离裂尖一定距离的无位错区中^[14]。采用不同方法计算裂尖的应力分布结果不尽相同,但都表明裂尖前方微区存在应力集中,并可能达到原子的键合力。当无位错区中的应力集中达到孪晶形成的临界应力时,无位错区中就可能形成微孪晶。当应力进一步增大到原子键合力时,则产生微裂纹,导致裂纹的不连续形核、扩展。而当最大应力集中位于裂尖时,微裂纹则在原裂纹顶端形核、连续扩展。本研究和其他实验结果均发现这两种形核扩展方式是随机的,都可能出现。

3 结论

- 1) 黄铜薄膜试样室温拉伸断裂时,裂尖首先发射出位错并向前运动,平衡时在裂尖前方留下无位错区,位错反塞积在无位错区的端部。
- 2) 裂尖前方较厚区域可以发生孪生变形,产生形变孪晶;裂纹在各孪晶处形核、扩展,然后沿孪晶界滑开而相互连接,导致裂纹呈 Z 字形扩展。
- 3) 裂尖无位错区可能产生微孪晶,微裂纹在微孪晶中形核,呈 Z 字形扩展。
- 4) 微裂纹可以从钝化的裂纹顶端形核、连续扩展,也可以在无位错区形核扩展。

REFERENCES

- [1] Ohr S M. An electron microscope study of crack tip deformation and its impact on the dislocation theory of fracture[J]. Mater Sci Eng, 1985, 72(1): 1-35.
- [2] Kobayashi S, Ohr S M. In situ observation of the formation of plastic zone ahead of a crack tip in copper[J]. Scr Metal, 1981, 15(3): 343-348.
- [3] Ohr S M, Kobayashi S. In situ observation of crack propagar

- tion by transmission electron microscope[J]. J Met, 1980, 32(5): 35 - 38.
- [4] CHEN Q Z, GAO K W, GU B, et al. Nucleating, blunting and propagation of a nanocrack in DFZ of thin crystals[J]. Fatigue Frac Eng Mater Stru, 1998, 21(11): 1415 - 1423.
- [5] Chen Q Z, Chu W Y, Hsiao C M. In-situ TEM observation of nucleation and bluntness of nanocrack in 310stainless steel [J]. Acta Metall Mater, 1995, 43(12): 4371 - 4376.
- [6] GU Biao, CHU Wu-yang, QIAO Li-jie, et al. Nucleation and blunting of nanocracks in brass[J]. J Mater Sci Technol, 1998, 14(3): 273 - 276.
- [7] CHU W Y, GAO K W, WANG Y B, et al. Nucleation and propagation of nanocrack in dislocation free zone in brittle materials[J]. Science in China A, 1995, 38: 1501 - 1509.
- [8] 李金许, 王燕斌, 乔利杰, 等. 纯 Ni 中氢致开裂的透射电镜原位观察[J]. 金属学报, 2001, 37(9): 911 - 916.
- LI Jin-xu, WANG Yan-bin, QIAO Li-jie, et al. In situ TEM study on hydrogen induced cracking of nickel[J]. Acta Metall Sinica, 2001, 37(9): 911 - 916.
- [9] 吕 铮, 徐永波, 胡壮麒. 钴基高温合金裂尖塑性区位错结构的原位观察[J]. 金属学报, 1998, 34(2): 129 - 133.
- Li Zheng, XU Yong-bo, HU Zhuang-qi. In situ observation of dislocation behaviour in plastic zone ahead of crack-tip in a Co-base superalloy[J]. Acta Metall Sinica, 1998, 34(2): 129 - 133.
- [10] 杨德庄. 位错与金属强化机制[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1991.
- YANG De-zhuang. Dislocations and Strengthening Mechanism of Metals[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1991.
- [11] 张静武, 刘文昌, 段志翔, 等. 22Mn-13Cr-5Ni-0.2N 钢裂纹 Z 字形扩展的 TEM 原位分析[J]. 金属学报, 1997, 33(9): 927 - 931.
- ZHANG Jing-wu, LIU Wen-chang, DUAN Zhi-xiang, et al. In situ observation of Z form propagation of cracks in 22Mn-13Cr-5Ni-0.2N steel[J]. Acta Metall Sinica, 1997, 33(9): 927 - 931.
- [12] Chang C J, Ohr S M. Dislocation-free zone model of fracture[J]. J Appl Phys, 1981, 52(12): 7174 - 7181.
- [13] ZHU T, YANG W, CUO T. Quasi-cleavage processes driven by dislocation pileups[J]. Acta Mater, 1996, 44(8): 3049 - 3058.
- [14] MAO X, QIAO L. On the nanocrack nucleation and propagation mechanisms of Fe₃Al intermetallics[J]. Acta Mater, 1996, 44(6): 2327 - 2335.

In situ TEM observation on fracture of H68 brass

DAI Pin-qiang¹, HE Ze-rong¹, MAO Zhi-yuan²

(1. School of Materials Science and Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350002, China;

2. Department of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

Abstract: The micro process of crack initiation and propagation in H68 brass with low stock fault energy was observed by in situ tensile test in TEM. The results show that many dislocations are emitted from a loaded crack tip and move forward. A dislocation free zone(DFZ) is formed between crack tip and the inversely pile-up dislocations when the dislocation emission and motion reach equilibrium. Mechanical twin forms in the thicker area ahead of crack, and then the micro-crack initiates and propagates in the mechanical twin, which result in a zig-zag crack propagation. The micro-twin forms in the DFZ and the micro-crack initiates in the micro-twin, resulting in the crack propagation discontinuously. Sometimes the micro-crack propagates from a blunted crack tip continuously.

Key words: fracture; dislocation free zone; mechanical twin; brass

(编辑 何学锋)