

[14] J. S. Zhu and R. Gotthardt, *Phys. Lett. A*, 132 (1988), 279.  
 [15] J. X. Zhang and Z. C. Lin (林志成) *Mater. Sci.*

*Forum.*, 56—58(1990), 583.  
 [16] 朱劲松等, 南京大学学报(自然科学版), 28(1992), 70.  
 [17] S. K. Wu et al., *Acta Metall.*, 38(1990), 95.

## Cu-Zn-Al-Mn 合金的预贝氏体相变研究

沈惠敏 张志方 杨延清 芮煜明 王业宁

(南京大学固体微结构物理国家实验室, 南京 210008)

报道了用葛氏摆和 TEM 研究 Cu-Zn-Al-Mn 合金的预贝氏体相变的结果, 谨以此文祝贺葛老 80 大寿。

### 一、贝氏体相变机制的研究概况

贝氏体相变的机制目前还存在分歧, 主要有两种观点: 第一种观点认为具有过饱和溶质浓度的贝氏体开始时是马氏体地成核, 然后在长大过程中调整到平衡浓度(切变派)<sup>[1,2]</sup>; 另一种观点认为贝氏体一开始沉淀就具有平衡的溶质浓度, 然后扩散长大(扩散派)<sup>[3]</sup>。这两种观点在解释某些实验事实上都存在着困难。如前者不能解释为什么贝氏体的成核温度总比  $M_s$  高出许多, 而后者在解释贝氏体相变引起的宏观形变(如表面浮突)上也有困难。最近 Takezawa 等人<sup>[4]</sup>提出, 由于 Cu-Zn-Al 合金内部的应力场梯度使溶质原子扩散而造成贫 Zn 区和富 Zn 区, 贝氏体在贫 Zn 区马氏体地成核和成长。但他们没有测量记忆合金在贝氏体相变孕育期, 溶质原子 (Zn) 的浓度变化。本文用内耗和 TEM 等方法研究了 Cu-Zn-Al-Mn 合金的预贝氏体相变行为。

### 二、实 验

实验用的样品为 Cu-24.38wt% Zn-4.17 wt% Al-0.89wt% Mn 合金, 它的马氏体相变特征温度为  $M_s = 86^\circ\text{C}$ ,  $M_f = 48^\circ\text{C}$ ,  $A_s = 82^\circ\text{C}$ ,  $A_f = 126^\circ\text{C}$ , 电子浓度为 1.42。由于内

耗对结构和缺陷组态变化非常敏感, 因此用倒扭摆同时测量了内耗、模量及零点漂移随温度的变化, 同时还测量了相应的电阻变化。用 200CX 透射电镜观察了不同温度下的电子衍射花样和相应的暗场象。

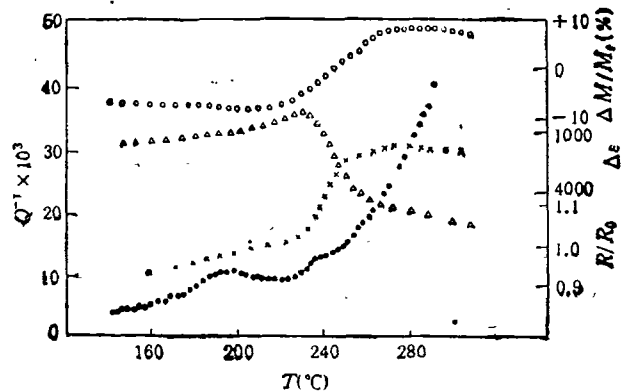


图 1 试样的内耗(·)、模量(O)、零点漂移(Δ)和电阻(X)随温度的变化曲线

图 1 是样品的内耗、模量、零点漂移及电阻随温度的变化曲线。实验所用的频率为 1.4Hz。在 190°C 附近有一内耗峰, 该内耗峰的峰温随频率增加而移向高温, 和变温速率无关, 属弛豫型内耗。由变频而引起的峰温变化求得其表观激活能为 1.23eV。该峰的峰宽约为德拜弛豫峰宽的 1.2 倍, 且峰形略不对称, 类似于 Al-Ag 合金中由于溶质原子的偏聚、沉淀而引起的弛豫峰<sup>[5]</sup>。沉淀弛豫峰起因于外应力下无序溶质

原子群的强关联运动。根据 Ngai 的相关态理论<sup>[6]</sup>, 弛豫时间

$$\tau(t) = \tau_0 e^{n\gamma} (E_c t)^{-n} \quad (0 \leq n < 1, E_c t > 1),$$

式中  $\tau_0 = \tau_\infty \exp(E_s/kT)$ ,  $E_s$  是无强关联 ( $n=0$ ) 下的激活能,  $n$  称为关联率(或红外发射率),  $\gamma = 0.577$  是欧拉常数,  $E_c$  是关联态激活能的上限。响应函数也由德拜型的  $\varphi(t) = \varphi_0 \exp(-t/\tau)$  变为

$$\varphi(t) = \varphi_0 \exp[-(t/\tau_p)^{1-n}] \quad 0 \leq n < 1.$$

由弛豫方程

$$\dot{\varphi}(t) = -\frac{1}{\tau(t)} \varphi(t)$$

求得

$$\varphi(t) = \varphi_0 \exp[-t^{1-n}/(1-n)\tau_0 \exp(n\gamma)E_c^n].$$

将它和上式相比, 可得

$$\tau_p = [(1-n)\tau_0 \exp(n\gamma)E_c^n]^{1/(1-n)}.$$

令  $\tau_p = \tau_p^* \exp(E_s^*/kT)$ , 可得

$$E_s = (1-n)E_c^*.$$

这一非德拜型内耗可以由涨落耗散理论求得

$$Q^{-1} = \pi \Delta \omega \tau_p Q_\alpha(\omega \tau_p),$$

式中  $\Delta$  是弛豫强度,  $Q_\alpha(\omega \tau_p)$  是 Levy 函数。

令  $\omega \tau_p = z$ ,  $\alpha = 1-n$ ,  $u = t/\tau_p$ , 则

$$Q_\alpha(z) = \int_{-\infty}^{\infty} \exp(-izu - u^\alpha) du.$$

调整  $\alpha$ , 由计算机模拟  $Q^{-1}/Q_{\max}^{-1}$  与  $1/T$  的关系曲线, 和实验值相比较, 求出  $n = 0.3$ ,  $E_s = 0.91 \text{ eV}$ 。

为了进一步证实这弛豫峰的起因是与偏聚或沉淀的溶质原子有关, 用电镜观察了试样在不同温度下的电子衍射图及相应的暗场象。实验中发现在  $150^\circ\text{C}$  出现一些新的电子衍射环叠加在母相 ( $B_2$ ) 的衍射花样上, 如图 2 所示。相应的暗场象上有一些小的亮点, 说明有东西从母相中析出并杂乱分布在母相中。根据衍射环的消光条件, 沉淀物可能是  $\text{ZnO}$ , 因为环的消光规律和  $\text{ZnO}$  的衍射卡 (21 箱 1486 号) 符合得很好。Ghilarducci 等人<sup>[7]</sup> 和杨大智等<sup>[8]</sup> 人也观测到  $200^\circ\text{C}$  附近的弛豫峰, 他们都认为这是与点缺陷有关的德拜弛豫峰。那么随溶质原

物理

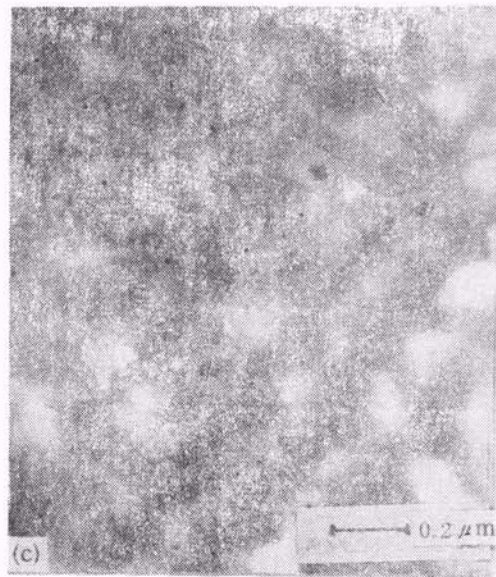
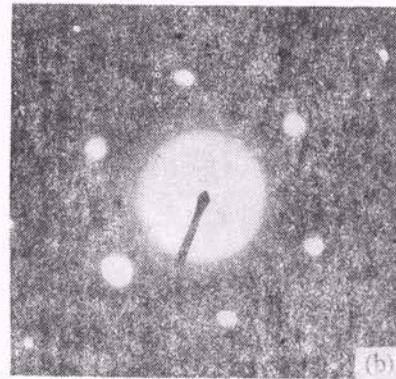
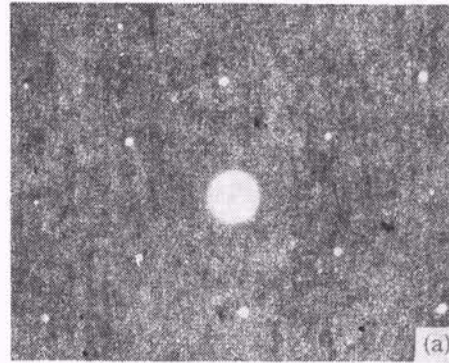


图 2 试样在不同温度下的电子衍射图

- (a)  $130^\circ\text{C}$  下  $B_2$  相 [111] 电子衍射图;
- (b)  $150^\circ\text{C}$  时一些新的电子衍射环出现并叠加在母相 ( $B_2$ ) 的电子衍射花样上;
- (c) 相应于衍射环的暗场象

子的偏聚或沉淀, 内耗应下降。为此, 我们在  $142^\circ\text{C}$  到  $185^\circ\text{C}$  之间连续热循环, 测量内耗的变

化,发现内耗首先增加,三次热循环后,内耗不再变化,如图3所示。这进一步说明190°C峰( $f = 1.4\text{Hz}$ )和溶质原子的偏聚或沉淀有关。此外,我们还把试样在190°C时效一小时,在电镜上测量Zn原子浓度随距离的变化,并和淬火样品作了比较,如图4所示。时效样品的Zn原子分布起伏较大,此时,试样内贝氏体还没有形成,说明在贝氏体形成之前,母相中已形成贫Zn区。由于Zn含量减少,将提高 $M_s$ 温度,即相变驱动力增加。当驱动力大于贝氏体相变阻力时,贝氏体就可以在贫Zn区马氏体地成核。

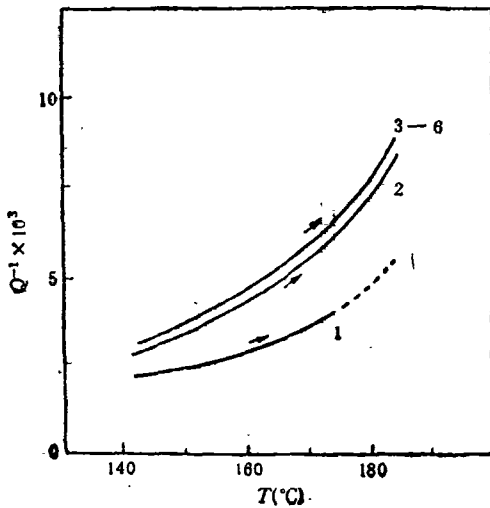


图3 142—185°C时热循环对内耗的影响

图1还显示在240°C附近有许多反常:电阻迅速增加,模量出现极小值,内耗出现肩状峰并伴有零点漂移,且峰温与频率关系不大,这些均类似于马氏体相变内耗的行为,说明在240°C附近发生了类似于马氏体相变的贝氏体相变。天津大学汉民等人<sup>[9]</sup>通过电镜观察也提出Cu-24.3Zn-4.7Al-0.8Mn合金最初是由切变形成9R贝氏体。

上面提到的结构变化也被190°C等温内耗所证实。内耗开始由于溶质原子从母相析出而增加,然后9R贝氏体马氏体地形成,表现为出现静态内耗峰,并伴有切变模量极小和零点漂移,如图5所示。

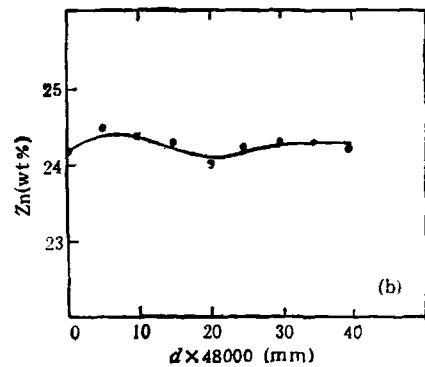
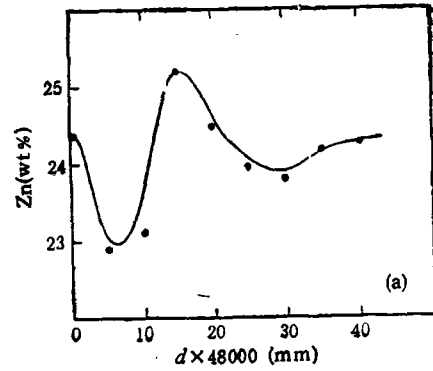


图4 试样中Zn原子浓度的分布  
(a) 在190°C时效1小时的样品;  
(b) 刚淬火的样品

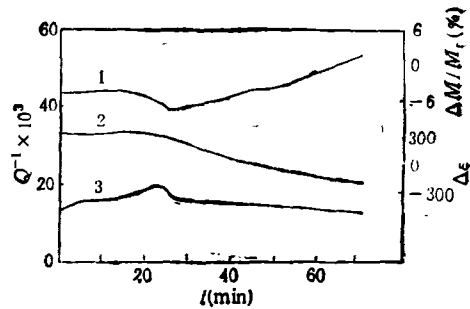


图5 在190°C等温过程中内耗(曲线3)、零点漂移(曲线2)和模量(曲线1)随温度的变化

上面的结果说明,在贝氏体的孕育期确实发生了溶质原子的扩散,即溶质原子偏聚,它使母相形成贫Zn区,然后9R贝氏体马氏体地成核,并随升温或等温时间增加而长大。

[1] P. E. Flewitt and J. M. Towner, *J. Inst. Met.*, **96** (1967), 273.

- [ 2 ] I. Cornelis and C. M. Wayman, *Acta Metall.*, 22 (1974), 301.
- [ 3 ] G. W. Lorimer et al., *Scripta Metall.*, (1975), 271.
- [ 4 ] K. Takezawa and S. Sato, *Metall. Trans., A*, 21 (1990), 1541.
- [ 5 ] A. C. Damask and A. S. Nowick, *J. Appl. Phys.*, 26 (1955), 1165.
- [ 6 ] K. L. Ngai, *Comments Solid State Phys.*, 9(1979), 127.
- [ 7 ] A. Ghilarducci and M. Ahlers, *J. Phys. F.*, 13(1983), 1757.
- [ 8 ] 杨大智等,材料科学进展,2(1988),29.
- [ 9 ] 韩明等,金属学报,26(1990), A81.

## 内耗方法在研究蠕变和蠕变断裂中的应用

孔庆平

(中国科学院固体物理研究所,合肥 230031)

综述了我们近年来用内耗方法研究蠕变和蠕变断裂过程的结果。文中指出,内耗作为一种无损检测方法,在研究材料蠕变和蠕变断裂的微观机制方面,有其独特的优点,并提供了一些新的知识。

材料在恒定载荷(或恒定应力)的持续作用下,形变量随着时间的延长而逐渐增加的现象称为蠕变。由蠕变引起的断裂,称为蠕变断裂。固体材料(尤其是金属材料)的蠕变随着温度的升高而愈来愈显著,因而蠕变和蠕变断裂便成为材料特别是金属高温材料的重要性能指标。对其微观过程的研究在材料科学中占有重要的地位。

关于蠕变和蠕变断裂的微观过程,人们用金相、电子显微镜和X射线衍射等方法进行了大量的研究,积累了丰富的知识。但这些研究一般要在中途停止试验,并使试样受到损坏,因而有一定的局限性。

内耗是物体作机械振动时由于内部原因所引起的振动能量的损耗。内耗测量作为一种无损检测方法,可以灵敏地反映材料内部的原子、电子和各种微观缺陷(点、线、面缺陷)的运动变化。把内耗测量与其他微观观察方法结合起来,可以更深入地阐明材料内部的各种微观过程。

葛庭燧教授一贯倡导用内耗方法研究材料力学性质的微观过程。我们在他的倡导下,用内耗方法(并配合其他方法)对蠕变断裂和蠕变变形的微观过程进行了一系列研究。本文扼要综述近年来这方面的研究结果,详细报道见文

献[1—12]。

### 一、实验方法

通常的蠕变和内耗实验是分别在不同的装置上进行的。为了便于用内耗方法研究蠕变和蠕变断裂过程,我们建立了“真空蠕变内耗仪”(简称蠕变内耗仪)<sup>[1,6]</sup>。它将葛氏扭摆和拉伸蠕变仪结合为一体,可以在真空中或大气中和在蠕变过程中不卸载的情况下连续测量内耗,

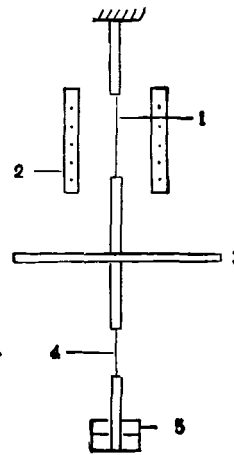


图1 蠕变内耗仪示意图

1. 试样; 2. 加热炉; 3. 扭摆; 4. 柔性悬丝; 5. 蠕变载荷