科 学 通 报
第 39 卷 第 10 期 CHINESE SCIENCE BULLETIN 1994 年 5 月

氢致微裂纹形核的透射电镜原位观察*

陈奇志 褚武扬 乔利杰 王燕斌 肖纪美
(北京科技大学材料物理系，北京 100083)

关键词 氢致开裂、微裂纹形核、无位错区、透射电镜

310 稳定型奥氏体不锈钢在严重电解充氢后能产生氢致滞后断裂[1, 2]. 当氢含量较高 K_I 较低时，断口形貌由原来的韧窝变为准解理[1—4]. 奥氏体不锈钢缺口试样在充氢时，缺口前端的塑性区及其变形量能随着充氢时间增长而不断增大[2]，即氢促进了位错的增殖和运动[5]，当这种氢致局部塑性变形发展到临界值时便引起氢致裂纹的形核[2]. 这表明，氢致脆性裂纹是以位错的增殖和运动为先决条件的，但细节并不清楚. 本文将通过充氢薄膜试样在透射电镜(TEM)中进行原位拉伸，研究氢致裂纹形核和位错发射及运动之间的关系；并和不含氢试样的类似研究进行对比，以揭示两者间的本质区别.

我们对不含氢的 310 不锈钢进行了 TEM 原位拉伸观察[6]. 结果表明，裂尖发射位借并形成无位错区(DFZ). 根据 DFZ 选区衍射斑点的分裂可算出 DFZ 中的平均弹性应变约为 0.1，即 DFZ 是畸变很高的非线弹性区，从而可用断裂力学计算 DFZ 中的应力. 结果表明，当外加 K_I 远小于 K_{IC} 时，DFZ 中的应力就可能等于原子键合力，从而导致长度仅为几个纳米的微裂纹在 DFZ 中择优形核. 一旦微裂纹在 DFZ 中形核，平衡就被破坏，在恒位移条件下，通过位错的发射、增殖和运动，微裂纹钝化成空洞. 当它长大和主裂纹连接后，便导致韧性裂纹扩展.

脆性金属间化合物(如 Ti_3Al, TiAl)原位拉伸时，裂尖也能发射大量位错并形成无位错区，它也是一个高应变的非线弹性区. 纳米级微裂纹也优先在 DFZ 中形核. 但和韧性材料不同的是，微裂纹并不钝化成空洞，而是连续扩展成解理微裂纹，并和主裂纹连接[7, 8]. 可见韧断和脆断的区别并不在于微裂纹在扩展前能否发射位错[9]，发出位错数目的多少[10]，以及位错能否离开裂尖[11]. 韧脆的区别在于 DFZ 中形成的微裂纹是钝化成空洞还是解理扩展. 如果这是一个普遍的规律，则对于充氢的不锈钢试样，当纳米级微裂纹在 DFZ 中形成后将不会钝化成空洞，而是连续解理扩展，这就是说，氢使奥氏体不锈钢由韧变脆的根本原因是氢抑制了 DFZ 中纳米级微裂纹向空洞的转化. 本文将用实验验证这个设想.

1 实 验 过 程

本工作采用稳定型的 310 不锈钢，其成分为：24.48Cr, 21.33Ni, 0.23Nb, 0.08C(wt.%). 材料在 1050°C 固溶处理(氩气保护)20min，淬入室温水中. 薄膜试样由 0.2mm 厚的不锈钢

1993-07-05 收稿，1993-12-30 收修改稿.
*国家自然科学基金资助项目.

带制成．首先用化学抛光法减薄到 50 μm 左右，化学减薄液成分为：HCl(30 ml), H_2SO_4(25 ml), H_2O(25 ml)．然后在 50 gH_2SO_4+250 mgAs_2O_3/L 水溶液中电解充氢，电流密度为 0.5 mA/cm^2．充氢时间为 50—120 h．充氢后立即用双喷电解法在 10%H_2SO_4 甲醇溶液中减薄至穿孔．充氢结束到开始原位拉伸观察所需时间约 1 h．用高温(约 1000°C)加热排气法证明，充氢 50 h 的试样在空气中放置 2 h 后，其氢浓度约为 200 ppm．拉伸薄膜试样在 JEOL 100-CX 上进行原位拉伸观察．

2 结果与讨论

实验表明，预充氢的 310 不锈钢试样在拉伸过程中从裂尖能发射大量位错，平衡时能形成无位错区(DFZ)，如图 1(a) 上 A.B所示．应当指出，同一试样不同裂纹前的 DFZ 的尺寸相差很大，既使同一裂纹，在其扩展的不同阶段，裂纹前 DFZ 的尺寸也相差很大．因此，不能用对比含氢和不含氢试样中 DFZ 的尺寸来研究氢对 DFZ 尺寸的影响．在保持恒位移的条件下，通过 DFZ 外围区域中位错的增殖和运动，原裂尖张开，同时在 DFZ 中形成纳米级微裂纹 c，如图 1(b) 所示．继续保持恒位移，通过离裂尖较远处位错的增殖和运动，原裂尖和微裂纹 c 均张开，同时在主裂尖和微裂纹之间又形成新的不连续微裂纹 a 和 b，如图 1(c) 所示．通过主裂纹及纳米级微裂纹 a，b，c 的相互连接，导致氢致裂纹的脆性扩展，如图 1(d) 所示．注意这些微裂纹略微变宽，但并不钝化成空洞，也不解理扩展．图 1(d) 中的新裂纹前端 D 仍保持很尖锐．

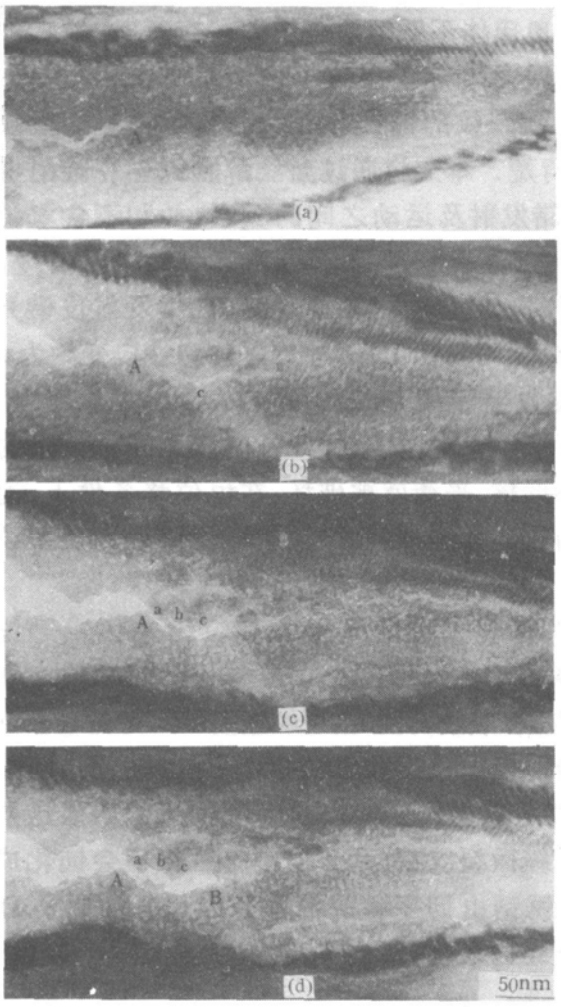


图 1 在无位错区中微裂纹不连续形核(预充氢样品)

DFZ 是一个应变很高的非线弹性区，对 310 不锈钢实测的应变约为 0.1[6]．用缺口断裂力学可以算出，当 K_I 大于某一临界值 K_{Ii} 时，无位错区中靠近裂尖某一范围内 ($r \leqslant r_0$) 的应力可以等于原子键合力 σ_{th}，即 $\sigma_y(r \leqslant r_0) = \sigma_{th}$，从而纳米级微裂纹有可能在 DFZ 中不连续形核[6]．在含氢的条件下，这种微裂纹形核后，在恒位移条件下并不钝化成空洞，而是通过多个微裂纹的形核和连接，导致氢致裂纹的脆性扩展．

微裂纹从缺口顶端形核的情况如图 2 所示．应该说明，微裂纹是从缺口顶端形核还是在 DFZ 中不连续形核，是根据动态观察实验记录来区分的，而不是从底片记录的形貌来判断．因此，避免了将在 DFZ 中不连续形核但已和主裂纹连通的微裂纹和在缺口顶端形核的微裂

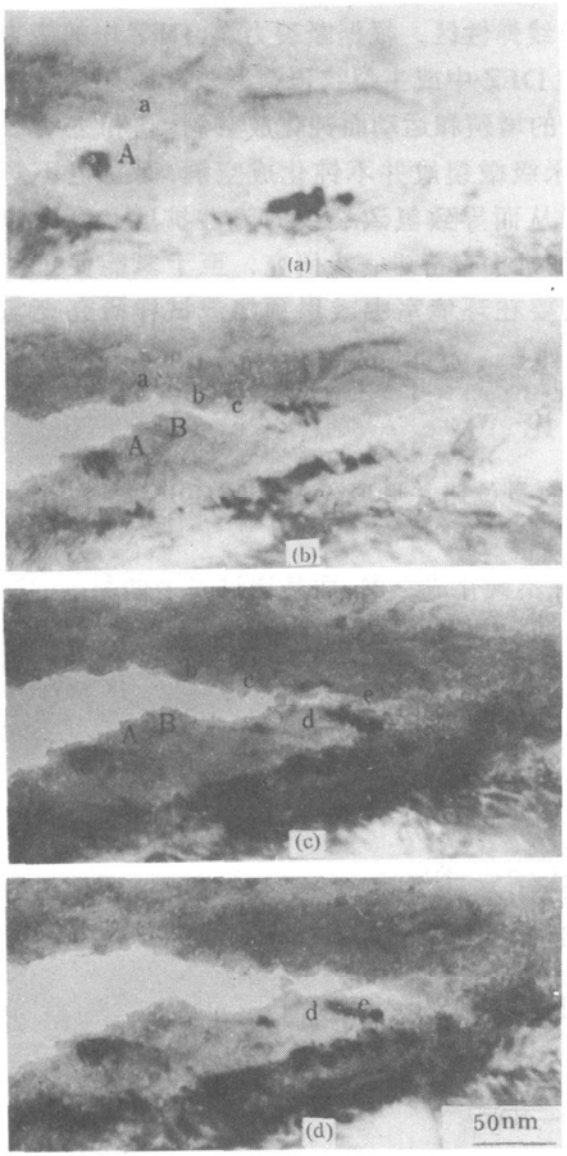


图 2　微裂纹在缺口顶端及在无位错区中形核（预充氢样品）

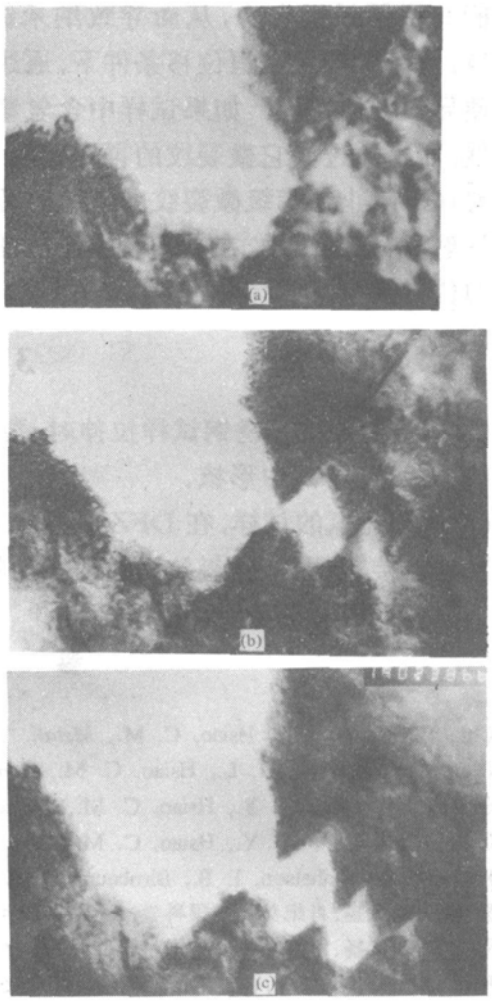


图 3　微裂纹钝化成空洞（不含氢样品）

纹相混淆．在图 2(a) 中从缺口顶端 A 形成一个微裂纹 a，在图 2(b) 中微裂纹 a 张开，裂纹 b 已和缺口 B 相连，而微裂纹 c 在 DFZ 中形核．图 2(c) 中微裂纹 b 和 c 相连并张开，同时微裂纹 d 和 e 又在 DFZ 中不连续形核．图 2(d) 表明，微裂纹 d 和主裂纹已连接并略微张开，微裂纹 e 将和微裂纹 d 相连接，这个过程的继续将导致氢致裂纹的脆性（准解理）扩展．

如果试样中不含氢（机械减薄并离子轰击薄化），在保持恒位移的条件下，DFZ 中形成微裂纹后将钝化成空洞，见图 3 所示．在图 3(a) 中主裂纹已明显钝化．微裂纹 a 则钝化成空洞．空洞和主裂纹连接导致裂纹韧性扩展，并在空洞前方又形成一个不连续的微裂纹，并钝化成空洞 b，如图 3(b) 所示．空洞 b 以剪切脱开的方式和主裂纹连接，同时空洞 b 前方又有微裂纹 c 形核，如图 3(c) 所示．

由此可见，对于310奥氏体不锈钢，不论是否含氢，加载时裂尖均能发出大量位错，并形成无位错区(DFZ)，而且这个DFZ是一个高应变的非线弹性区．根据断裂力学，DFZ中的应力有可能等于原子键合力，从而导致纳米级微裂纹在DFZ中或主裂纹顶端形核．如果试样中不含氢，这个微裂纹在恒位移条件下，通过周围位错的增殖和运动而钝化成空洞，它和主裂纹连接便导致韧性扩展．如果试样中含氢量较高，纳米级微裂纹并不钝化成空洞，而且也不解理扩展，而是通过其它微裂纹的再形核而互相连接，从而导致氢致裂纹的脆性扩展．氢的作用主要在于阻止纳米级微裂纹向空洞的转化，其详细机构有待进一步研究．至于氢能促进位错的发射、增殖和运动，在本实验中无法证实．这需要在环境室中或用预加载试样研究充氢前后的位错变化．

3 结 论

(1)预充氢310不锈钢试样拉伸时，裂尖能发射大量位错并形成无位错区(DFZ)．纳米级微裂纹择优在DFZ中形核．

(2)对于充氢的试样，在DFZ中形成的微裂纹并不钝化成空洞，而是通过多个微裂纹的形核并互相连接，从而导致氢致裂纹的脆性扩展．

参 考 文 献

[1] Chu, W. Y., Yao, J., Hsiao, C. M., *Metall. Trans.*, 1984, **15A**(4): 729—733.
[2] Chu, W. Y., Wang, H. L., Hsiao, C. M., *Corrosion*, 1984, **40**(9): 487—492.
[3] Qiao, L. J., Chu, W. Y., Hsiao, C. M., *Corrosion*, 1987, **43**(8): 479—483.
[4] Qiao, L. J., Chu, W. Y., Hsiao, C. M., *Corrosion*, 1988, **44**(1): 50—55.
[5] Rozenak, P., Rohetson, I. B., Birnbaum, H. K., *Acta Metall.*, 1990, **38**(11): 2031—2040.
[6] 陈奇志、褚武扬、肖纪美，中国科学，A辑，1994, **24**(3): 291—297.
[7] 张 跃、褚武扬、王燕斌等，中国科学，A辑，1994, **24**(5): 551—560.
[8] Rice, J. R., Thomsen, R., *Phil. Mag.*, 1974, **29**(1): 73—97.
[9] Argon, A. S., *Acta Metall.*, 1987, **35**(1): 185—196.
[10] Chiao, Y. H., Clarke, D. R., *Acta Metall.*, 1989, **37**(1): 203—219.