

欠时效态 3J21 合金低温拉伸性能

Tensile Properties of Under-aged 3J21 Alloy at Low Temperatures

金晓鸥¹, 何世禹², 张松榆²

(1 黑龙江大学 建筑工程学院, 哈尔滨 150086;

2 哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001)

JIN Xiao-ou¹, HE Shi-yu², ZHANG Song-yu²

(1 School of Architecture and Engineering,

Heilongjiang University, Harbin 150086, China; 2 School of Materials

Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

摘要: 在万能拉伸机上对欠时效态 3J21 合金室温及低温条件下的拉伸性能进行研究, 并采用金相显微镜、X 射线衍射仪对冷轧状态和欠时效态的金相组织及物相进行分析, 采用 TEM 观察两种状态的组织和结构, 验证了 X 射线衍射结果。对欠时效态 3J21 合金不同温度下拉伸断口附近形变显微组织进行分析, 采用扫描电镜 (SEM) 对拉伸断口进行观察。结果表明: 欠时效态 3J21 合金的室温断口为韧窝断口, 而低温断口呈现混合断裂特征。随着温度降低, 脆性断裂的特征更为明显, 低温拉伸断口附近显微组织中可发现孪晶数量随温度的降低而增加; 欠时效态 3J21 合金的抗拉强度和屈服强度随温度的降低而明显提高, 其中抗拉强度提高的幅度较大, 而延伸率略有下降。对室温和低温对欠时效态 3J21 合金拉伸性能的影响进行了讨论。

关键词: 3J21 合金; 欠时效; 低温; 拉伸性能

中图分类号: TG113 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2007)10-0003-04

Abstract: The tensile properties of under-aged 3J21 alloy at room and low temperatures were studied on a universal tensile test machine. Moreover, a metallographic microscope and X-ray diffractometer were used to analyze the metallographic structure and physical phase of the alloy in a cold rolled and under-aged state. By employing a transmission electron microscope (TEM) the structure of the alloy under the above-cited two states was observed and the X-ray diffraction results being verified. An analysis of the microscopic structure of deformation near the tensile fracture of the under-aged alloy at different temperatures was also conducted. A scanning electron microscope was used to observe the tensile fracture. It was found that the room-temperature fracture of the under-aged 3J21 alloy was of a dimple, while the low-temperature fracture assumed a mixed rupture feature. With decreasing temperature, the characteristic feature of a brittle rupture became still more evident. In the microstructure near the low-temperature tensile fracture it has been found that the amount of twin crystals increased with a decreasing in temperature. The tensile strength and yield strength of the under-aged 3J21 alloy would increase conspicuously with a decreasing in temperature. The tensile strength increased while a relatively large margin of the elongation rate slightly decreasing. The influence of temperature on the tensile properties of the under-aged 3J21 alloy was discussed.

Key words: 3J21 alloy; under-aged; low temperature; tensile property

3J21 合金被认为是综合力学性能最好的钴基高弹性合金之一。已有的研究结果表明^[1-4] 对该合金进行形变热处理后, 可获得高的弹性性能、高的强度、硬度、耐磨性、耐疲劳性和无磁性等性能, 同时在许多介质中有很高的耐腐蚀能力, 具有一定的热稳定性和低的缺口敏感性。因此 3J21 合金在国防和民用工业领域都有广泛的应用。适宜制作小截面的弹性元件以及

航空航天器上的精密器件。航天器的空间工作环境具有特殊性和复杂性, 如: (1) 真空环境 (真空度约为 $10^2 \sim 10^{-12}$ Pa); (2) 高低温交变的环境 (约 $-200 \sim 199$ °C); (3) 紫外线和高能粒子的辐射; (4) 近地轨道原子氧的侵蚀。因此深入研究 3J21 合金的低温拉伸性能, 可为设计选材提供详实的理论依据, 具有十分重要意义。本工作主要以室温和低温大气环境下欠时效态

3J21 合金为典型材料, 研究不同低温对合金拉伸性能的影响。

1 实验材料及方法

实验用材料为 3J21 合金, 其化学成分见表 1。

表 1 3J21 合金化学成分

Table 1 Chemical composition of 3J21 alloy

Element	C	Si	Mn	Co	Ni	Cr	Mo
Mass fraction/ %	0.08	0.55	1.9	40	15	20	7.0

3J21 合金在真空炉中进行固溶处理, 工艺为 1180℃±5℃保温 1.5h 水淬后, 经 30% 冷轧变形制成 1.1mm 薄板, 在 450℃ 的恒温箱中进行时效^[5], 时效过程中每间隔一定时间取样进行维氏硬度测试, 硬度实验在 HVS-5 型维氏硬度试验机上进行, 载荷为 1000g, 加载时间为 10s, 物镜放大倍数为 40 倍。所得时效硬化曲线如图 1 所示。该曲线的变化规律与时效过程中发生冷变形应力的消失和回复以及第二相粒子从固溶体中析出这两个过程有关。但在本阶段尚未有深入研究它们的微观结构, 不能准确解释该曲线的变化规律, 有待进一步研究。

本工作选定的欠时效时间为 4h, 时效后将薄板沿轧制方向剪成板状试样。拉伸实验在 3-71 万能拉伸机上进行, 夹头的移动速度为 2.4mm/min, 采用计算机与记录仪同时记录应力-应变曲线, 实验温度范围为

-196~27℃。对 3J21 合金冷轧状态组织进行金相分析, 采用 X 射线衍射仪和 TEM 对欠时效状态合金的组织与微观结构以及拉伸断口附近的微观组织进行观察和分析, 采用 SEM 扫描电镜观察拉伸断口形貌。

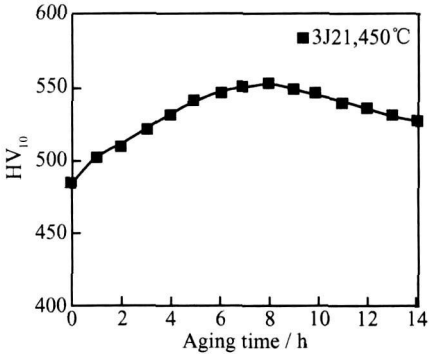


图 1 3J21 合金 450℃ 时效硬化曲线

Fig. 1 Age hardening curve of 3J21 alloy at 450℃

2 实验结果

2.1 微观组织

2.1.1 金相组织分析

图 2 为 3J21 合金的金相组织。可以观察到 3J21 合金经固溶处理冷轧后的组织为单一的、晶粒大小较为均匀的、面心立方结构的 γ(Co) 固溶体。经欠时效处理后的金相组织与冷轧状态相同, 晶粒大小接近, 平均晶粒尺寸约为 3μm。

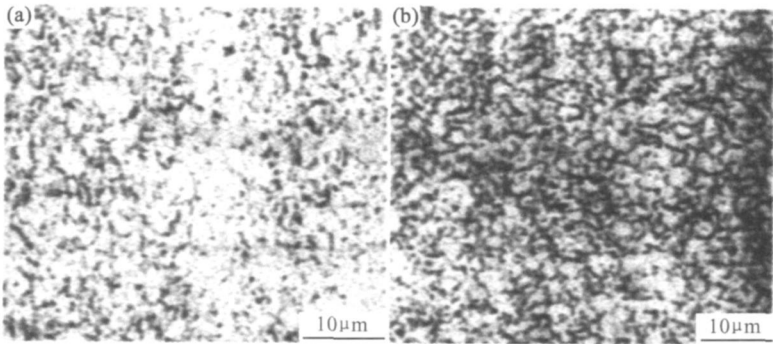


图 2 不同状态 3J21 合金金相组织 (a) 冷轧状态; (b) 欠时效态

Fig. 2 Metallographic structure of 3J21 alloy at different states (a) cold rolled state; (b) under aged state

2.1.2 XRD 分析

图 3 为冷轧状态和欠时效态 3J21 合金的 X 射线衍射图。结果表明, 3J21 合金经固溶处理冷轧后的组织为面心立方结构的 γ(Co) 固溶体。欠时效态 3J21 合金结构未发生改变, 仍然是面心立方结构, 而且在 450℃ 没有发现第二相。

有资料认为^[6,7], 3J21 合金回火的强化主要是弥散的第二相金属间化合物 Fe₃Mo 和碳化物析出所致。

但多数研究证实, 只有当回火温度大于 600℃ 时才可发现第二相。小角度 X 射线衍射结果证明, 当回火温度为 600~650℃ 时, 只可看到 1~10nm 不均匀区, 当回火温度为 700℃ 时才出现碳化物相。

2.1.3 TEM 分析

图 4 为冷轧状态和欠时效态 3J21 合金的 TEM 照片。观察显示 3J21 合金经固溶处理冷轧后位错密度增高, 形成胞状亚结构, 有大量的滑移痕迹。欠时效

态 3J21 合金位错密度明显降低,但仍可看到大量的滑移痕迹。采用 TEM 观察两种状态的组织和结构,与 X 射线衍射结果一致。

2.2 拉伸性能

欠时效态 3J21 合金室温及低温下的应力-应变曲

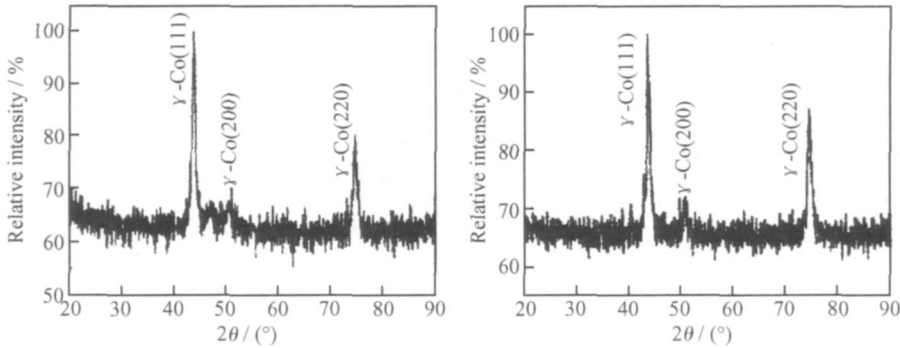


图 3 不同状态 3J21 合金 X 射线衍射图 (a) 冷轧状态; (b) 欠时效态
Fig. 3 X-ray diffraction diagram of 3J21 alloy at different states (a) cold rolled state; (b) under aged state

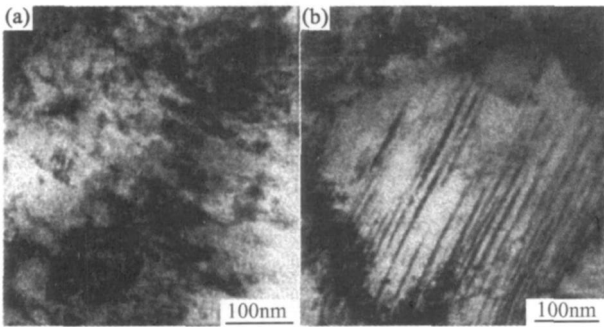


图 4 不同状态 3J21 合金的 TEM 照片
(a)冷轧状态; (b) 欠时效态

Fig. 4 TEM micrograph of 3J21 alloy at different states
(a) cold rolled state; (b) under aged state

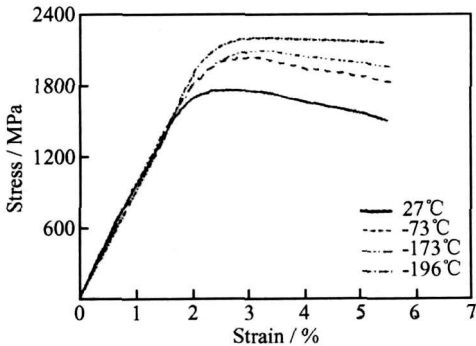


图 5 欠时效态 3J21 合金室温及低温条件下应力-应变曲线
Fig. 5 Stress-strain curve of the under aged 3J21 alloy at room and low temperature

屈服强度随着温度的变化表现出相同的趋势,即它们都随着温度的降低而有明显提高,其中抗拉强度提高幅度较大。当温度从室温(27℃)降到液氮温度(-196℃)时,延伸率略有下降,如表 2 所示。可见,延伸

率受温度影响较小,该合金在不同温度条件下具有较好的塑性。

从图 6 中可见,欠时效态 3J21 合金的抗拉强度和

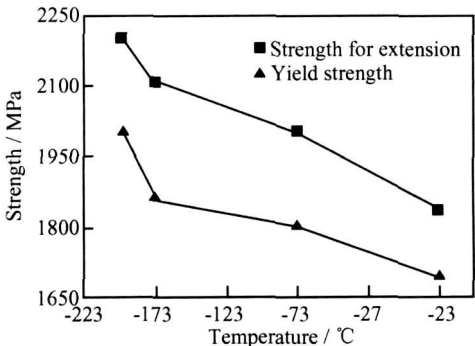


图 6 欠时效态 3J21 合金强度与温度关系曲线
Fig. 6 Strength-temperature curve of the under aged 3J21 alloy

率受温度影响较小,该合金在不同温度条件下具有较好的塑性。

表 2 不同实验温度下欠时效态 3J21 合金延伸率值
Table 2 Elongation rate of the under aged 3J21 alloy at different temperatures

Temperature/ °C	Elongation rate/ %			Average / %
	Specimen 1	Specimen 2	Specimen 3	
27	4. 22	3. 40	3. 44	3. 69
- 73	3. 74	3. 05	3. 73	3. 51
- 173	3. 54	3. 92	3. 02	3. 49
- 196	3. 30	3. 74	3. 39	3. 48

2.3 拉伸断口分析

2.3.1 宏观拉伸断口分析

图 7 为欠时效态 3J21 合金不同温度下宏观拉伸断口扫描电镜(SEM) 照片。可观察到不同温度下的断口都是正断,由中间粗糙不平的纤维区和边缘剪切唇组成,纤维区又由无数纤维状“小峰”组成,“小峰”的

小斜面 and 拉伸轴线大约成 45° 角。随着温度的降低, 纤维区逐渐变小, 而剪切唇区域逐渐增大。在 - 196℃ 时, 纤维区域很小, 剪切唇区域较平整。在靠近断口区

域, 都发生颈缩。进一步证明该合金在低温条件下也具有较好的塑性。不同温度下的宏观断口均未呈现光亮的金属亮色, 这也证明断裂均为延性断裂。

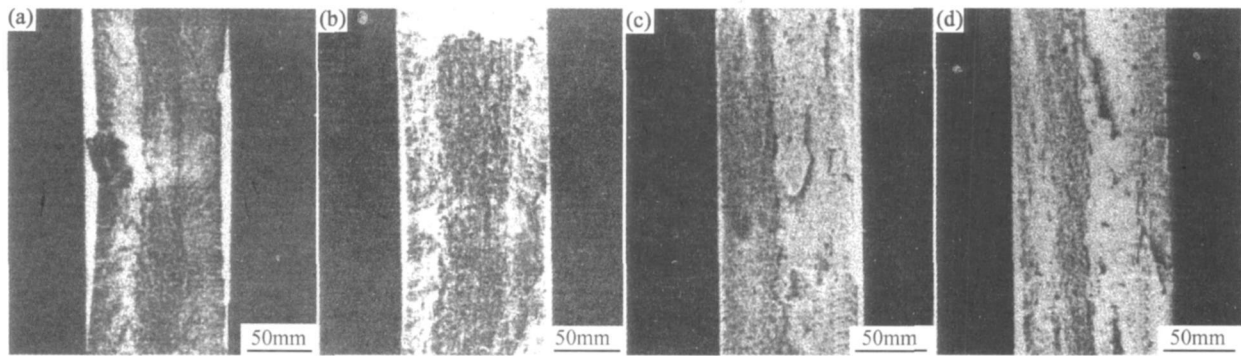


图 7 欠时效态 3J21 合金不同温度下宏观拉伸断口扫描电镜(SEM) 照片 (a) 27℃; (b) - 73℃; (c) - 173℃; (d) - 196℃

Fig. 7 SEM macrographs of tensile fracture of under-aged 3J21 alloy at different temperatures
(a) 27℃; (b) - 73℃; (c) - 173℃; (d) - 196℃

欠时效态 3J21 合金不同温度下的微观拉伸断口扫描电镜(SEM) 照片如图 8 所示。可见, 不同温度下的断口都是由大量的韧窝、撕裂棱组成。随着温度降低, 断口逐渐出现混合断裂特征。断口上韧窝的比例减少, 深度渐浅, 撕裂棱分布不均匀, 撕裂越来越大, 断

口表面明显凸凹不平。这说明随着温度的降低, 合金强度有所提高, 而塑性有所降低。

2. 3. 2 拉伸断口附近的组织分析

图 9 为欠时效态 3J21 合金不同温度下拉伸断口附近组织的 TEM 照片。

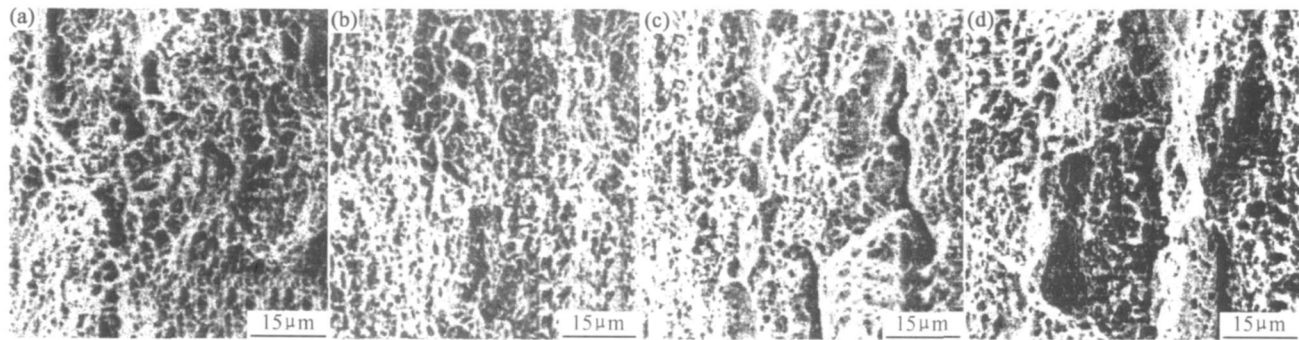


图 8 欠时效态 3J21 合金不同温度下微观拉伸断口扫描电镜(SEM) 照片 (a) 27℃; (b) - 73℃; (c) - 173℃; (d) - 196℃

Fig. 8 SEM micrographs of tensile fracture of under-aged 3J21 alloy at different temperatures
(a) 27℃; (b) - 73℃; (c) - 173℃; (d) - 196℃

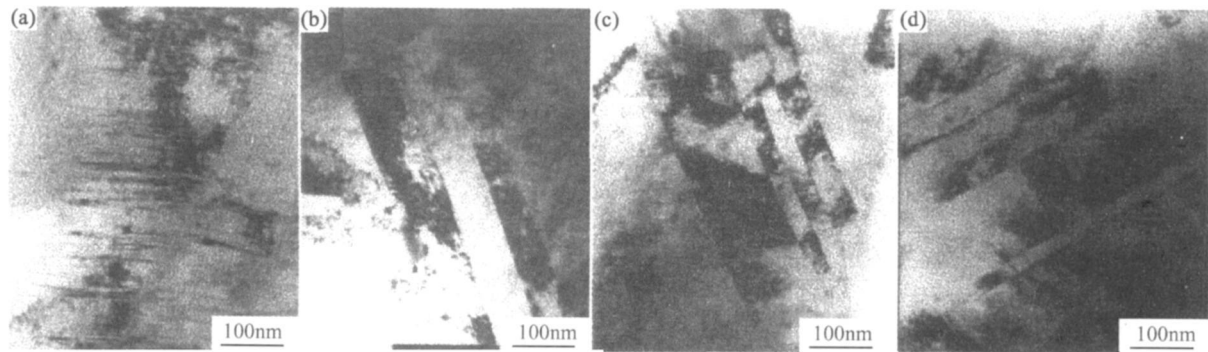


图 9 欠时效态 3J21 合金不同温度下拉伸变形组织 TEM 照片 (a) 27℃; (b) - 73℃; (c) - 173℃; (d) - 196℃

Fig. 9 TEM macrographs of tensile deformation structure of under-aged 3J21 alloy at different temperatures
(a) 27℃; (b) - 73℃; (c) - 173℃; (d) - 196℃

‘mechanor active’ scaffold for tissue engineering[J]. Biomaterials, 2002, 23 (10) : 2119- 2126.

[3] WANG X J, LI Y B, WEI J, et al. Development of biomimetic nano-hydroxyapatite/ poly hex amethylene adipamide composites [J]. Biomaterials, 2002, 23(24) : 4787- 4994.

[4] WANG X H, LID P, WANG W J, et al. Crosslinked collagen/ chitosan matrix for artificial livers [J]. Biomaterials, 2003, 24(19) : 3213- 3220.

[5] HOCKIN H K X, JANET B Q, SHOZO T, et al. Synergistic reinforcement of in situ hardening calcium phosphate composite scaffold for bone tissue engineering[J]. Biomaterials, 2004, 25 (6): 1029- 1037.

[6] 闫玉华, 张宏泉, 李世普. 生物陶瓷及制品的研究现状和发展前景 [J]. 中国陶瓷, 1998, 34(2): 36- 37.

[7] LARRY H L. Bioceramics: from concept to clinic [J]. J Am Ceram Soc, 1991, (7): 1487- 1510.

[8] 王迎军, 刘康时. 生物医学材料的研究与发展[J]. 中国陶瓷, 1998, 34(5): 26- 29.

[9] 钱国栋, 王民权. 生物陶瓷的发展、应用与展望[J]. 材料科学与工程, 1995, 13(1): 16- 20.

[10] ITO M, YAMAGISHI T, YAGASAKI H, et al. In vitro properties of a chitosan bonded bone filling paste: studies on solubility of calcium phosphate compounds[J]. J Biomed Mater Res, 1996, 32(1): 95- 98.

[11] 祝昌华, 蒋俊, 高玲, 等. 氮化硅陶瓷的制备及进展[J]. 山东陶瓷, 2001, 24(3): 12- 15.

[12] 甄玉花, 尹衍升, 李爱菊, 等. Si₃N₄及其复合材料强韧化研究进展[J]. 现代技术陶瓷, 2003, (4): 13- 18.

[13] 王正祥, 付佩玉, 张志. Si₃N₄/TiC 复合材料的微观结构和化学反应[J]. 国外材料科学与工程, 1995, (2): 36- 39.

[14] 陈贵清, 韩杰才, 杜善义, 等. Si₃N₄-TiN-SiC 复相陶瓷的燃烧合成[J]. 宇航材料工艺, 1999, (3): 46- 50.

[15] 邹红, 邹从沛. TiN 颗粒增韧 Si₃N₄ 复合材料氧化行为的研究 [J]. 核动力工程, 2002, 23(4): 1- 4.

[16] 唐鹰, 翁文剑. 生物陶瓷的发展与应用[J]. 材料科学与工程, 1994, 12(2): 63- 64.

[17] 李爱民, 孙康宁, 尹衍升, 等. 氮化硅/ 羟基磷灰石复合材料的制备研究[J]. 化工进展, 2004, 23(1): 68- 71.

[18] 李爱民. CNTs/HAp 生物复合材料的制备及其生物相容性研究 [D]. 济南: 山东大学博士学位论文, 2004.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(30540061, 50672051)
收稿日期: 2006-11-06; 修订日期: 2007-04-18
作者简介: 刘爱红(1981-), 女, 博士研究生, 主要从事生物医学材料领域的研究工作, 联系地址: 山东省济南市山东大学(南校区) 材料学院工程陶瓷实验室(250061)。

(上接第 6 页)

可以看到断口附近的组织有很大的变化。室温拉伸时, 微观组织中只有大量的层片状组织, 但随着温度降低, 断口附近出现大量的变形孪晶组织。而且温度越低, 孪晶组织越多。这与温度降低, 合金的抗拉强度和屈服强度提高相吻合。

3 结论

- (1) 冷轧状态 3J21 合金经过欠时效处理后, 晶粒大小相近, 两种状态合金的结构均为面心立方结构, 且欠时效态没有发现析出相。
- (2) 冷轧状态 3J21 合金中位错密度高, 存在大量的胞状亚结构和大量滑移痕迹。欠时效态 3J21 合金中位错密度明显减小, 但仍存在大量滑移痕迹。
- (3) 随着温度降低, 欠时效态 3J21 合金的抗拉强度和屈服强度提高明显, 其中抗拉强度提高的幅度较大, 而延伸率略有下降。
- (4) 欠时效态 3J21 合金的室温断口为韧窝断口, 而低温断口呈现混合断裂特征。随着温度降低, 韧窝

尺寸减小, 分布不均匀, 脆性断裂的特征更为明显, 低温拉伸断口附近显微组织中可发现孪晶数量随温度的降低而增加。

参考文献

[1] 束德林. 金属力学性能[M]. 北京: 机械工业出版社, 1987.

[2] 潘肃, 李成功. 金属功能材料在航天航空工业方面的应用[J]. 金属功能材料, 1995, (1): 1- 4.

[3] 阿· 诺伊曼. 材料和材料的未来[R]. 北京: 科学普及出版社, 1986.

[4] 何开元. 精密合金材料学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1991.

[5] 庞芳仙. 弹性合金的热处理[J]. 金属热处理, 1996, (6): 42- 44.

[6] 陈复民, 李国俊. 弹性合金[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1986.

[7] 师昌绪. 新型材料与材料科学[R]. 北京: 科学出版社, 1988.

基金项目: 国家重点基础研究发展规划项目(G1999065005)
收稿日期: 2006-05-08; 修订日期: 2006-12-24
作者简介: 金晓鸥(1962-), 女, 副教授, 主要从事材料可靠性模拟研究, 联系地址: 黑龙江省哈尔滨市学府路 209 号黑龙江大学建筑工程学院(150086)。