

夹杂物对超高强度钢低周疲劳裂纹萌生及扩展影响的原位观测 *

王习术 梁 锋

(清华大学工程力学系, 北京 100084)

曾燕屏 谢锡善

(北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘要 采用扫描电镜原位观测了数微米大小夹杂物对超高强度钢疲劳裂纹萌生及扩展的影响，并用有限元法解释了夹杂物尺寸和形状对疲劳裂纹萌生及初期扩展的影响程度，得到了超高强度钢低周疲劳裂纹萌生与扩展特性和夹杂物对疲劳破坏的关键尺寸的估计值。同时，讨论了现行实验方法对确定铁基材料裂纹扩展速率的作用。

关键词 超高强度钢，夹杂物，疲劳裂纹萌生及扩展，原位观测

中图法分类号 TG111.8, TB302.3, O346.1 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2005)12-1272-05

SEM IN SITU OBSERVATIONS TO THE EFFECTS OF INCLUSIONS ON INITIATION AND PROPAGATION OF THE LOW CYCLIC FATIGUE CRACK IN SUPER STRENGTH STEEL

WANG Xishu, LIANG Feng

Department of Engineering Mechanics, Tsinghua University, Beijing 100084

ZENG Yanping, XIE Xishan

School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

Correspondent: WANG Xishu, associate professor, Tel: (010)62792972,

E-mail: xshwang@tsinghua.edu.cn.

Supported by National Basic Research and Development Programme of China (No.2004CB619304) and National Natural Science Foundation of China (No.50571047)

Manuscript received 2005-03-28, in revised form 2005-06-23

ABSTRACT SEM *in situ* observations for the effects of inclusions on the fatigue crack initiation and propagation behaviors of super strength steel indicate that the inclusion size and shape affect not only on the fatigue crack initiation location but also on the crack growth behavior. At the same time, the effects of inclusions on the fatigue crack initiation are discussed by finite element method (FEM) analysis. The critical size of inclusion in low cyclic fatigue crack propagation is proposed and the influence of fatigue crack growth rate is estimated.

KEY WORDS super strength steel, inclusion, fatigue crack initiation and propagation, SEM *in situ* observation

在冶炼与轧制过程中，随着温度的变化，钢铁材料（尤其是超高强度钢）中不可避免地存在着非金属夹杂物。尽管随着二次净化和控制技术的改进，超高强度钢的纯洁度得到了很大提高，一定程度上减少了非金属夹杂物的大小和含量，但事实上超高强度钢中的非金属夹杂物不仅存在而且还有少量的大夹杂物，并且这些非金属夹杂物很难用

常规方法检测到。另一方面，超高强度钢的失效形式之一是疲劳破坏，疲劳破坏又总是与钢中夹杂物密切相关^[1]。因此，夹杂物的大小和分布直接影响了超高强度钢的疲劳寿命及其它相关力学性能^[2-8]。研究表明，夹杂物的形状及尺寸对承受载荷钢件的可靠性和力学性能有很重要的影响。大量的实验结果也证实，钢构件在循环应力作用下，裂纹首先在夹杂物或者其它缺陷处萌生及扩展^[9-15]，且疲劳裂纹在大夹杂物附近发生的可能性最大。因此，超高强度钢中夹杂物的最大尺寸预测对含夹杂物的超高强度钢力学性能研究^[16-19]和炼钢工艺过程的评估有一定现实意义，特别是在基体材料细化－疲劳强度－夹杂

* 国家重点基础研究发展计划项目 2004CB619304 及国家自然科学基金项目 50571047 资助

收到初稿日期：2005-03-28, 收到修改稿日期：2005-06-23

作者简介：王习术，男，1959年生，副教授，博士

物尺寸间的关系研究方面，一直是近年来的关注热点。

本工作采用 SEM 原位跟踪超高强度钢夹杂物的形状及尺寸对疲劳裂纹的萌生及扩展行为，并进行了有限元分析，从而有助于了解夹杂物对疲劳破坏的贡献以及疲劳性能与夹杂物间的关系。

1 实验方法

本工作采用 VIM+VAR(真空感应熔化 + 真空电渣重熔)方法得到实验用材料。其主要化学成分(质量分数，%)有：Ni 18, Co 8, Mo 4.8, Ti 0.5, Fe 68.6 及少量 Al。主要力学性能参数为： $\sigma_{0.2}=1910$ MPa, $\sigma_b=2100$ MPa, 延长率 $\delta=11\%$, 弹性模量 $E=190$ GPa (强度略高于大试样实验结果)。主要热处理过程为：将材料在 940—970 °C 加热保温 1 h，在空气中缓慢冷却降至 90 °C，再加温至 (790 ± 14) °C，保持 1.5 h 后空冷至室温，然后加热到 (455 ± 14) °C 并保持 9 h，空冷至室温。夹杂物类型主要是 TiN(弹性模量 $E=600$ GPa)。

为在光学显微镜下寻找夹杂物并根据 SEM 原位观测要求，将经上述处理后的材料加工成哑铃状试件(承载直线段，其尺寸(长 × 宽 × 厚)为：14 mm × 1.4 mm × 0.4 mm)。试样表面经磨削后适当酸洗，尽可能暴露出夹杂与基体界面以便于观察。实验设备采用日本岛津公司的 SEM(550)-SERVO 带扫描电镜高温伺服疲劳系统。该系统主要由常规 SEM 电镜、试样夹具和常规电液伺服驱动 3 部分有机组成，由计算机精确控制。为了能动态观测试样表面缺陷演化过程，通过调节一个电磁环的磁力大小使扫描电镜的电子束产生摆动，摆动频率与试样变形频率一致，从而实现高精度下实时、清晰、原位观测试样表面裂纹萌生与扩展情况。所有实验均采用载荷控制、应力比为 0.1 的正弦波加载方式，试样的工作频率及观测频率分别为 4 和 0.01 Hz，电镜的真空度为 10^{-4} Pa。由于大多数夹杂物尺寸为 2—6 μm，为了能快速、准确地寻找到待观测的夹杂，实验前在夹杂附近用 1 kg, 30 s 的加载方式人工制备了目标压痕。这些压痕无疑会对夹杂物产生一个残余应力，增加了精确、定量评价夹杂物对疲劳裂纹萌生的作用的难度，但并不影响对疲劳裂纹扩展速率的精确定量评价，为此，根据实验要求尽可能让压痕远离观测夹杂物。关于压痕残余应力大小及分布对裂纹萌生的定量分析将另文报道，本文提到的裂纹萌生效应含压痕的影响。

2 实验结果与讨论

2.1 夹杂物形状对疲劳裂纹萌生及扩展的影响

选择两种极端形状的夹杂物(长轴为垂直或水平方向)，在平行或垂直外力的作用下，夹杂物附近将出现裂纹萌生及初期扩展。因夹杂是硬质夹杂(其弹性模量为 600 GPa，远大于基体材料的弹性模量 190 GPa)，故本文只讨论硬质夹杂对裂纹萌生及扩展的贡献。

图 1 给出一长轴平行于加载方向($\beta=0^\circ$)的夹杂物

中出现裂纹的 SEM 图像，其中图 1a, b 为静态拉伸原位观测裂纹演化结果。从图 1a(此时拉伸应力为 185 MPa，相对于材料的实际强度，这个应力对裂纹萌生没有贡献)可见，其中大夹杂中部有两条平行的痕迹，这是因为压痕过于靠近夹杂，直接压裂了夹杂物；但上方的小夹杂没有受到影响。随着拉伸应力增至 2026 MPa，已经接近断裂强度(见图 1b)。铁基材料表面在经受最大拉伸载荷前无明显塑性变形，但当试样继续承受外力作用时，夹杂物附近的基体出现明显塑性变形痕迹。这些塑性变形并未导致

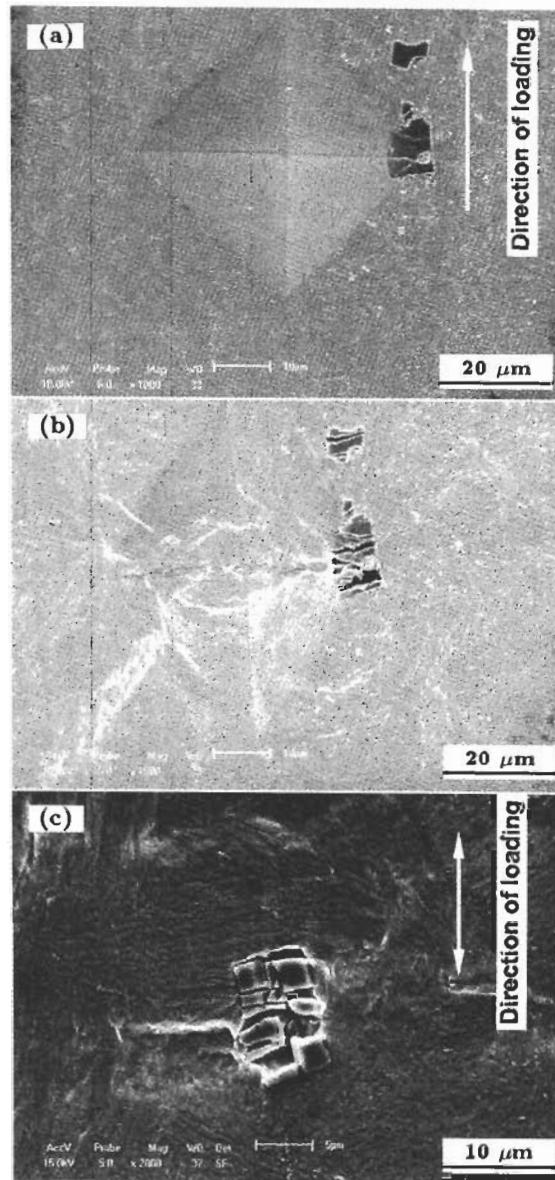


图 1 在不同载荷条件下夹杂物内裂纹萌生的 SEM 图像

Fig.1 SEM images of crack initiation in inclusion under different loadings

(a) tensile loading, $\sigma=185$ MPa, no crack appeared

(b) tensile loading, $\sigma=2026$ MPa, cracks appeared and the fine cracks resulting from indenting

(c) cyclic loading, $\sigma=1400$ MPa, $N_f=15 \times 10^3$, several fracture appeared in inclusion

硬质夹杂物与基体界面脱粘，而是使硬质夹杂物内部出现更多裂纹（大夹杂物表面有4条基本平行的裂纹，其中2条为压痕诱发，另2条为外加应力所致，同时上方的小夹杂物表面上也出现1条裂纹）。人工压痕诱发的2条裂纹在外加载荷作用下变化不大；但外加应力导致的裂纹张开明显比压痕诱发的裂纹大。这些裂纹相互平行且垂直于加载方向，夹杂物内部的多条平行裂纹主要是周边基体材料的塑性变形使夹杂物内部残余应力过大，导致夹杂物发生了脆性断裂。比较图1a, b可知：（1）裂纹只在夹杂物内部形成，断裂前并未向基体内扩展。这主要由夹杂物的形状决定，当夹杂物的长轴与外力方向平行时，基体的变形使硬质夹杂内的残余应力增加，而夹杂物界面受到的应力较小，因此夹杂物易发生脆性断裂。（2）由于夹杂物几何尺寸较小（ $8\text{ }\mu\text{m} \times 10\text{ }\mu\text{m}$ ），即使出现裂纹亦未演化成断裂的主裂纹。这是因为夹杂物内部的残余应力通过开裂释放了大部分应变能，驱动夹杂物边缘裂纹萌生的动力很小；另外由于基体材料晶粒尺寸极小（纳米尺度），故其抗疲劳裂纹扩展阻力较大。

为了比较加载方式对裂纹萌生及扩展的作用以及消除压痕诱发残余应力的影响，疲劳试样表面没有人工制备压痕，采用恒定载荷控制，载荷恒定最大值为1400 MPa。当循环次数N达到 15×10^3 时，（断裂循环次数为 16×10^3 ），得到如图1c所示的结果。这一结果表明：（1）疲劳裂纹与静态拉伸裂纹的发生均为瞬间行为。（2）压痕虽然能在夹杂物上诱发裂纹，但可以认为它只是使残余应力增加，从而增加了裂纹的条数。（3）无论是采用静态拉伸还是循环载荷，均在夹杂物表面形成多条相同的平行裂纹，但疲劳前沿使夹杂物的界面张开。因此，比较图1b, c可以看出，虽然加载方式不同，但夹杂物破裂的机理相同。由于裂纹没有在基体内扩展，因此这种夹杂内部裂纹多半不是导致断裂的主要原因。

为了考察夹杂物形状对裂纹萌生及扩展的影响，选择夹杂物长轴与外加载荷方向垂直（ $\beta=90^\circ$ ）样品进行疲劳实验，实验结果如图2a—d所示。图2a表明，压痕没有在夹杂内部造成初始裂纹，该夹杂物的长轴约为20 μm，垂直于外加载荷方向；短轴约为5 μm。在外加最大载荷 $\sigma_{\max}=1411\text{ MPa}$ ($\sigma_{\max}/\sigma_{0.2}=0.74$) 作用下循环数千次后，界面裂纹开始形成。这表明：（1）当夹杂物长轴与外力方向垂直时，裂纹主要沿界面萌生，夹杂内部并未产生裂纹（比较图1, 2所示结果）。这主要是由于夹杂物的几何长轴与外力方向角度的变化，使得夹杂物内部的残余应力分布逐渐边缘化，当夹杂物的几何长轴与外力方向垂直时边沿化达到最大，因此界面裂纹最容易形成。（2）在循环载荷作用下，夹杂物界面裂纹主要在夹杂物长轴中央很快形成并向两端延伸，但界面裂纹向基体扩展缓慢。随着裂纹长度的增加，夹杂物几何形状对裂纹扩展的影响逐渐

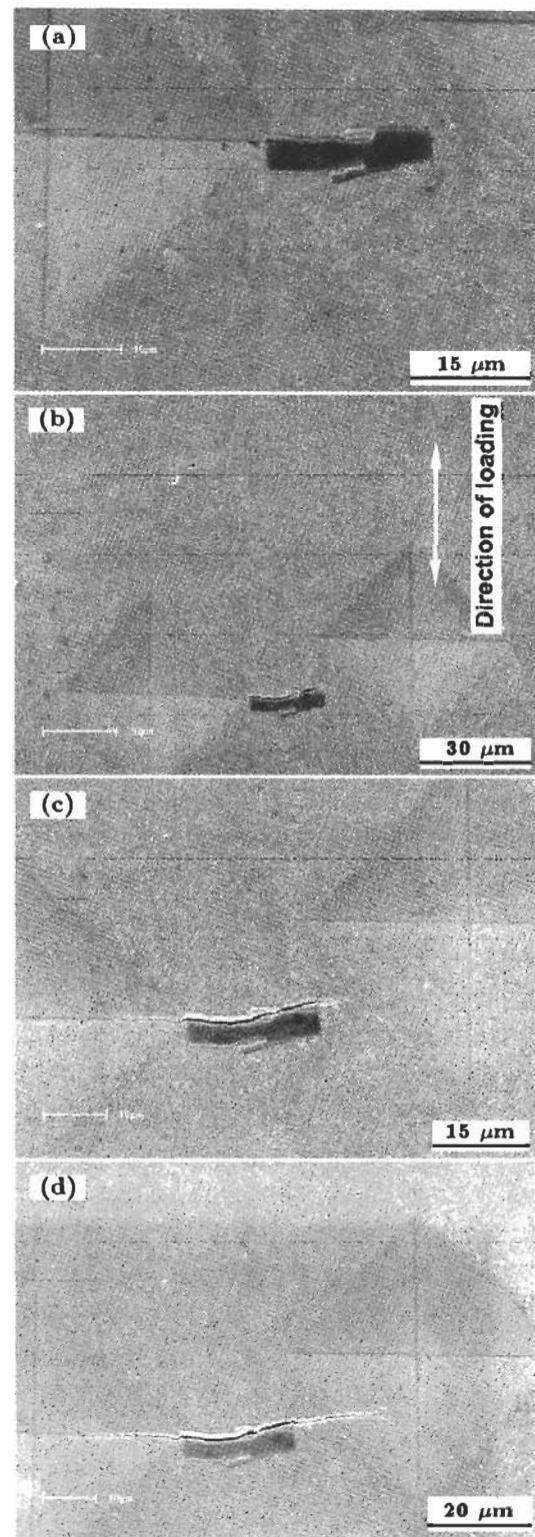


图2 不同循环次数下夹杂附近裂纹萌生及扩展的SEM图像

Fig.2 SEM images of crack initiation and propagation near inclusion under $\sigma=0$ (a) and $\sigma=1411\text{ MPa}$ (b-d)

- (a) $N=0$, no crack induced by indentation
- (b) $N=4.180 \times 10^3$, interface crack initiated
- (c) $N=40.700 \times 10^3$, crack growing
- (d) $N=219.355 \times 10^3$, crack growing into matrix

减小。当裂纹在基体内的扩展长度超过夹杂物的长轴时，夹杂物对裂纹扩展的贡献几乎为零。这直接证明：夹杂物的大小对材料的疲劳断裂破坏有重要作用；同时根据超高强度钢冶炼的特点，研究准确地确定夹杂物临界尺寸比单纯强调减少夹杂尺寸更经济而且更重要。(3)由于超高强度钢基体材料的晶粒尺度相当小，裂纹扩展缓慢，疲劳裂纹尖端的张开位移(COD)很小。即在最大外力($\sigma_{\max}=1411 \text{ MPa}$)和最小外力($\sigma_{\min}=141 \text{ MPa}$)作用下，原位观测到的裂纹长度相差很大，图2c所示的基体裂纹长度在最小载荷下几乎全部闭合，只测得夹杂物界面上的裂纹长度，这说明母材的疲劳裂纹扩展阻力很大。另外，裂纹观测方法对准确评价超高强度钢裂纹扩展速率和寿命预测有很大影响，研究超高强度钢疲劳裂纹扩展速率和疲劳寿命预测方法的最佳实验方式是SEM原位观测。

2.2 夹杂物尺寸对疲劳裂纹萌生及初期扩展的影响

夹杂物尺寸对超高强度钢的疲劳裂纹萌生、扩展及其寿命的影响是公认的事实，但如何界定一个临界尺寸尚无明确结论，Murakami等^[16,18]从统计学角度给出以夹杂投影面积估算夹杂对疲劳寿命影响的方法已被普遍采用，但这种方法还存在着一定的不确定性，这主要因为它是事后统计结果，因此依据该方法的估计值偏保守。

图3a, b示出小夹杂附近萌生的裂纹形貌，这是与图

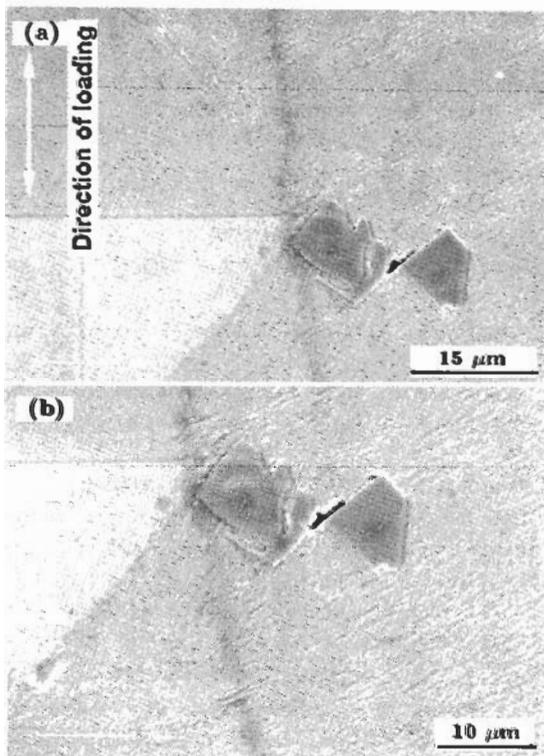


图3 小夹杂附近裂纹萌生的SEM图像

Fig.3 SEM images of crack initiation near inclusions under different cycles ($\sigma=1411 \text{ MPa}$)

(a) $N=0$ (b) $N=15.251 \times 10^3$

2 实验条件相同情况下得到的结果。由于夹杂物长轴与外加载荷方向上的差别，在相同循环次数下并未出现界面裂纹或明显的夹杂物内部裂纹。这是由于图中大夹杂长轴尺寸约为 $10 \mu\text{m}$ ，小于图2所示的夹杂物的尺寸，且长轴方向与外加载荷方向又呈约 45° 角。另一小夹杂物尺寸约为 $7-8 \mu\text{m}$ 。这表明夹杂物尺寸和外力作用方向对裂纹萌生起了关键作用。本文作者其它一系列疲劳实验结果^[20]表明，通过改变外加载荷幅值大小使相对应力值 $\sigma_{\max}/\sigma_{0.2}$ 在 $0.70-0.90$ 范围内(即低周疲劳条件下夹杂物长轴与外力方向垂直($\beta=90^\circ$))，且夹杂物长轴几何尺寸在 $20 \mu\text{m}$ 以上时均出现基体裂纹扩展，而夹杂物长轴几何尺寸小于 $10 \mu\text{m}$ 则未见基体裂纹。这说明夹杂物尺寸在 $10-20 \mu\text{m}$ 是影响超高强度钢疲劳裂纹萌生及扩展的关键尺寸。当夹杂物尺寸(特别是长轴尺寸)小于 $10 \mu\text{m}$ 时，夹杂物对超高强度钢的疲劳裂纹萌生的影响很小。

2.3 有限元模拟分析

由于超高强度钢中的多数非金属夹杂物的几何形状均带尖角，在有限元或力学模型建立时，这些尖角处的应力是发散的。因此，在所报道的有限元计算中假设夹杂物的形状为椭圆形，重点考虑了由于椭圆长轴与加载方向夹角的变化引起的应力场的变化。另外，考虑到椭圆形夹杂内部的应力场分布比较复杂，故计算过程中在夹杂物区域内采用四边形单元进行划分，而在母材区则用三角形单元。由于篇幅限制，有限元的计算过程略去，详细本构关系见文献[5, 21—24]。以下分别考虑夹杂物长轴与外力呈 3 种夹角下的计算结果。

图4a—c分别给出夹杂物长轴与外力方向间的夹角分别为 0° , 90° , 45° 时，夹杂物周边第一主应力的分布场。远场外力为 1500 MPa ，应力比 $R=0.1$ 。当夹杂物的长轴与外力方向平行($\beta=0^\circ$)时，如图4a所示，母材中应力集中的最大值出现在椭圆夹杂的两个短轴端点附近，同时椭圆夹杂内部长轴附近也有高应力区出现，而夹杂物边缘的应力值较小。当夹杂物的长轴转到与外力方向垂直($\beta=90^\circ$)时，如图4b所示，应力集中在夹杂物短轴附近且在夹杂物的界面上，在这些地方就容易萌生裂纹。此时，夹杂内部的应力相对较小，但夹杂物长轴两端点局部有较大的应力集中，这个应力集中有助于引导夹杂上、下界面裂纹快速向基体内扩展。当夹杂物的长轴与外力方向呈 45° 时，如图4c所示，夹杂边缘附近的应力比夹杂内部的应力要小。从图4c中的应力分布来看，裂纹首先在夹杂内部萌生(如果是硬质夹杂将会出现多条裂纹)，然后杂物边缘也可能出现裂纹。此时，夹杂边缘应力大小介于图4a, b两种情况之间。夹杂物边缘是否萌生裂纹主要由夹杂物的尺寸决定，当夹杂物的尺寸大于 $20 \mu\text{m}$ 时，很可能出现夹杂界面和内部裂纹，但夹杂对界面裂纹的贡献相对于图4b的情形要弱一些。

图4很好地模拟了图1—3的几种夹杂的形状及尺寸

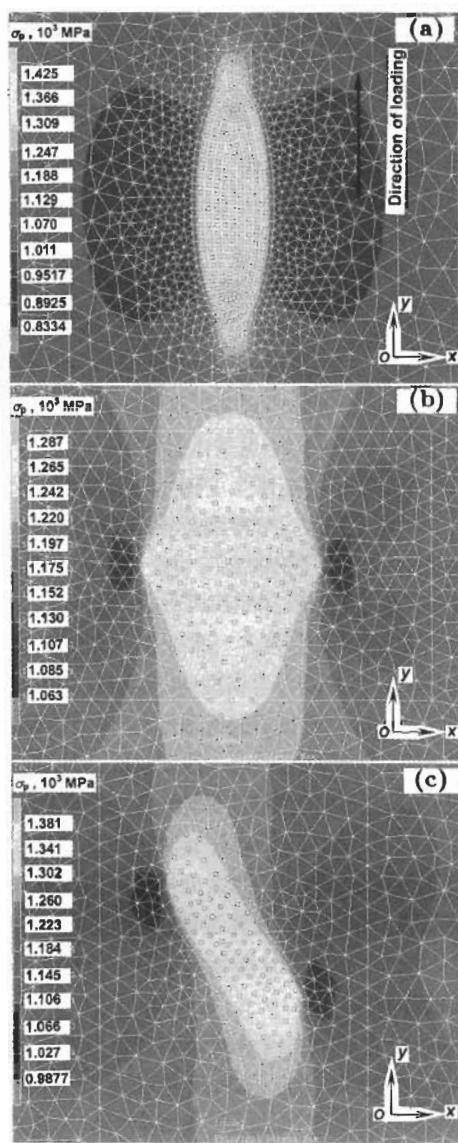


图 4 椭圆形长、短轴比 $a/b=3/1$ 时不同角度下的第一主应力分布场

Fig.4 FEM simulated main stress distributions near elliptical inclusions with different angles between the long axis and applied force (1500 MPa, $R=0.1$)
 (a) $\beta=0^\circ$ (b) $\beta=90^\circ$ (c) $\beta=45^\circ$

对疲劳裂纹萌生及扩展的情形，且定性地进行了解释。

3 结论

(1) 超高强度钢中夹杂物几何长轴与外力方向间的夹角决定了裂纹萌生的位置。夹角 $\beta=0^\circ$ 时，裂纹多发生在夹杂内部，且载荷类型（静拉伸与疲劳）对裂纹萌生位置的影响很小； $\beta=90^\circ$ 时，裂纹多在夹杂物边缘（界面）萌生，上、下边缘发生的概率近似相等； $\beta=45^\circ$ 时，裂纹主要发生在夹杂物内部，但夹杂物尺寸超过 $20 \mu\text{m}$ 后，夹杂物边缘也存在裂纹萌生的可能。

(2) 界面裂纹向基体内扩展过程中，夹杂物的几何尺寸对其贡献限定在基体裂纹长度小于夹杂物长轴尺寸。在

最大和最小载荷下，基体裂纹长度差别很大。依据常规读取裂纹长度法预测的裂纹扩展速率偏小，预测的寿命偏长。因此，通过 SEM 原位观测研究超高强度钢的疲劳问题是有效的方法。

(3) 在低周疲劳范围内，超高强度钢夹杂物对疲劳裂纹萌生及扩展的关键尺寸是 $10\text{--}20 \mu\text{m}$ 。当夹杂物尺寸（特别是长轴尺寸）小于 $10 \mu\text{m}$ 时，夹杂物对超高强度钢疲劳裂纹萌生的影响很小。

(4) 有限元计算结果很好地解释了夹杂物形状与尺寸对疲劳裂纹萌生及扩展影响的实验观测结果。

参考文献

- [1] Zhou S, Murakami Y, Beretta S, Fukushima Y. *Mater Sci Technol*, 2002; 18: 1535
- [2] Pan T, Yang Z G, Bai B Z, Fang H S. *Acta Metall Sin*, 2003; 39: 1037
(潘涛, 杨志刚, 白秉哲, 方鸿生. 金属学报, 2003; 39: 1037)
- [3] Goto H, Miyazawa K, Tanaka T. *ISIJ Int*, 1995; 5: 286
- [4] Shih T Y, Araki T. *Trans Irons Steel Inst Jpn*, 1973; 13:11
- [5] Wang X S, Li Y Q. *Acta Mech Solid Sin*, 2003; 16: 327
- [6] Zhang J M, Zhang J F, Yang Z G, Li S X, Hui W J, Weng Y Q. *Acta Metall Sin*, 2004; 40: 846
(张继明, 张建峰, 杨振国, 李守新, 惠卫军, 翁宇庆. 金属学报, 2004; 40: 846)
- [7] Yang Z G, Zhang J M, Li S X, Chu Z M, Hui W J, Weng Y Q. *Acta Metall Sin*, 2004; 40: 367
(杨振国, 张继明, 李守新, 褚作明, 惠卫军, 翁宇庆. 金属学报, 2004; 40: 367)
- [8] Hui W J, Dong H, Weng Y Q, Shi J, Nie Y H, Chu Z M, Chen Y B. *Acta Metall Sin*, 2004; 40: 561
(惠卫军, 董瀚, 翁宇庆, 时捷, 聂义宏, 褚作明, 陈蕴博. 金属学报, 2004; 40: 561)
- [9] Wang X S, Zhu S Q, Kawagoishi N, Nisitani H. *Acta Metall Sin (Engl Lett)*, 2001; 14: 271
- [10] Wang X S, Kawagoishi N. *J Iron Steel Res Int*, 2003; 10(2): 58
- [11] Wang X S, Lu X, Wang D H. *Mater Sci Eng*, 2004; A364: 11
- [12] Wang X S, Fan J H. *J Mater Sci*, 2004; 39: 2617
- [13] Wang X S, Xu Y, Xu X Q. *J Appl Comp Mater*, 2004; 11: 145
- [14] Wang X S, Xu Y. *J Nucl Mater*, 2004; 328(2-3): 243
- [15] Wang X S, Li Y Q, Yu S W. *J Exp Technol*, 2003; 27(2): 31
- [16] Murakami Y, Endo M. *Eng Fract Mech*, 1983; 17: 1
- [17] Wu C Z, Shih T S. *Mater Trans*, 2003; 44: 995
- [18] Murakami Y, Endo M. *Int J Fatigue*, 1994; 16: 163
- [19] Yates Y, Shi G, Atkinson H V, Sellars C M, Anderson C W. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*, 2002; 25: 667
- [20] Wang X S, Zhang L N, Xie X S. *J Mater Sci Technol*, in press
- [21] Melander A. *Int J Fatigue*, 1990; 12: 154
- [22] Tanaka T, Mura T. *J Appl Mech*, 1981; 48: 97
- [23] Patton E M, Santare M H. *Int J Fract*, 1990; 46: 71
- [24] Santare M H, Keer L M. *Trans ASME*, 1986; 53: 382