

晶粒细化对 K417G 高温合金蠕变性能的影响*

都贝宁 杨金侠 崔传勇 孙晓峰

(中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

摘要 研究了晶粒细化对 K417G 高温合金在 760 °C/645 MPa, 900 °C/315 MPa 和 950 °C/235 MPa 下的蠕变性能的影响. 结果表明, 晶粒细化对合金蠕变性能的影响与温度和施加应力有关. 在 760 °C/645 MPa 下合金的蠕变性能随晶粒细化而提高, 变形以晶内变形为主; 900 °C/315 MPa 下的蠕变性能随晶粒细化先升高后降低, 变形为晶内变形和晶界滑移竞争作用; 950 °C/235 MPa 下的蠕变性能随晶粒细化而降低, 变形以晶界滑移为主. TEM 观察表明, 760 °C/645 MPa 下, 位错切过 γ' 相, 基体通道中没有位错网产生; 900 °C/315 MPa 和 950 °C/235 MPa 下位错通过 Orowan 机制绕过 γ' 相, 基体通道中产生位错网, 并且 $M_{23}C_6$ 在晶内析出.

关键词 高温合金, 晶粒尺寸, 蠕变性能

中图法分类号 TG113.25 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(2014)11-0000-00

EFFECTS OF GRAIN REFINEMENT ON CREEP

PROPERTIES OF K417G SUPERALLOY

DU Beining, YANG Jinxia, CUI Chuanyong, SUN Xiaofeng

Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: CUI Chuanyong, professor, Tel: (024)83978292, E-mail: chycui@imr.ac.cn

Supported by National Science Foundation of China (Nos.51171179, 51128101, 51271171 and 11332010), National Basic Research Program of China (No.2010CB631206) and Program of One Hundred of Talented People of Chinese Academy of Sciences

Manuscript received 2014-05-07, in revised form 2014-07-02

ABSTRACT Grain size is one of the most important parameters which affect the mechanical properties of cast polycrystalline superalloys. To study the effect of grain refinement on the creep behaviors of K417G superalloy, the creep behaviors of K417G superalloy with four grain sizes were investigated at 760 °C/645 MPa, 900 °C/315 MPa and 950 °C/235 MPa. The longitudinal

*国家自然科学基金项目 51171179, 51128101, 5127117 和 11332010, 国家重点基础研究发展计划项目 2010CB631206 及中国科学院百人计划项目资助

收到初稿日期: 2014-05-07, 收到修改稿日期: 2014-07-02

作者简介: 都贝宁, 女, 1989 年生, 博士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00245

section of the fracture surface, crack propagation path, dislocation structure and plastic deformation distribution the

vicinity of the cracks were investigated by using SEM, TEM and EBSD techniques, thus the deformation mechanism and effect of grain refinement on the creep properties of K417G superalloy were determined under different creep conditions. The results showed that the effects of grain refinement on the creep property of the alloy varied with the temperatures and stress. At 760 °C/645 MPa, grain refinement improved the creep life and reduces the steady-state deformation rate of the alloy. The creep deformation was dominated by intragranular deformation. At 900 °C/315 MPa, as grain size decreased, the creep life increased firstly and then decreased, while the steady-state deformation rate decreased firstly and then increased. The creep deformation showed a competitive effect of intragranular deformation and grain boundary sliding. At 950 °C/235 MPa, the creep life decreased and the steady-state deformation rate increased with the decrease of the grain size. Grain boundary sliding was the main deformation mode. At the same time, grain refinement could cause a refinement of the dendrite and carbide of the alloy, which would also affect the creep behavior of the alloy to a small extent. The TEM observation showed that at 760 °C/645 MPa, the dislocations interacted with γ' particles through shearing mechanism and no dislocation network was found in the matrix. While at 900 °C/315 MPa and 950 °C/235 MPa, the dislocations crossed the γ' particles through Orowan bypass mechanism, dislocation network formed in the matrix, and $M_{23}C_6$ precipitated in the interior of the grains, which had a $[001]_{M_{23}C_6} // [001]_{Matrix}$ orientation relationship between the $M_{23}C_6$ precipitates and matrix.

KEY WORDS superalloy, grain size, creep

K417G 合金是一种 γ' 相析出强化铸造镍基高温合金, 具有低密度、优异的高温强度以及良好的蠕变抗力, 广泛应用于中低温环境下服役的热端部件^[1~3]. 在中低温条件下, 合金的力学性能对晶粒尺寸尤为敏感. 普通熔模精铸条件下生产的高温合金铸件一般晶粒粗大, 是造成合金性能下降、应用水平降低的关键因素之一. 晶粒细化能够改善合金的力学性能^[4~10], 是提高多晶铸件使用寿命、延缓失效的有效手段.

同时, 晶粒细化后合金中析出相和碳化物也得到了细化^[8], 对提高合金的强度有利. 然而, 晶粒细化并不能提高材料在所有条件下的强度. 研究^[7,10,11]表明, 随着材料承载温度的升高, 晶粒细化对材料强度的提高作用逐渐减弱, 甚至会出

现晶粒越细, 材料强度越低的现象, 这是因为材料的晶界强度和晶内强度均会随着实验温度升高而降低, 晶界强度下降速率更快, 在某一温度下晶界强度与晶内强度相等, 该温度称为等强温度. 当实验温度高于等强温度时, 晶内强度大于晶界强度, 此时晶粒细化反而会降低合金性能. 大量研究^[7,11~14]发现, 在较高温度条件下的蠕变实验中, 合金晶界产生滑动, 引起沿晶界断裂. 这种条件下, 晶粒细化反而会降低合金性能. 所以晶粒细化对合金力学性能的影响与实验条件密切相关, 关于晶粒尺寸对高温合金力学性能的影响一直是研究的热点. 研究人员^[5]以 Waspaloy 高温合金为例, 通过计算发现晶粒尺寸会对滑移带中局部不可逆塑性变形大小产生影响, 从而影响裂纹的产生. 在研究金属镍的室温疲劳性能^[15]时发现, 粗大晶粒会促使滑移带的产生, 从而诱发疲劳裂纹, 导致细晶合金的疲劳寿命长于粗晶合金. 并且疲劳裂纹更容易产生在大晶粒处^[4], 晶粒细化会降低疲劳裂纹产生可能性. 对疲劳裂纹的扩展与晶粒细化之间关系的研究^[16]发现, 当疲劳裂纹扩展至晶界附近区域时, 其扩展速率降低, 从而证明晶粒细化会降低疲劳裂纹扩展速率. 而在研究晶粒尺寸对合金蠕变性能的影响中发现, IN792 合金在 650~760 °C 的蠕变性能均随晶粒尺寸增大而提高^[17]. 随着晶粒尺寸增加, U720LI 合金在 20, 600 和 760 °C 下的屈服强度均减小, 而 760 °C/370MPa 下的蠕变抗力增加, 600 °C 的低周疲劳强度轻微减少^[7]. 近年来对不同晶粒度的镍基高温合金 NR6 在 700 °C/700 MPa 下的蠕变变形行为研究^[13]中发现, 粗大晶粒尺寸会增加晶内蠕变变形不均匀性, 但是会减小晶界蠕变变形的不均匀性, 并且会导致晶界滑移滞后. 关于晶粒细化对铸造高温合金力学性能的影响也有很多研究. 研究人员^[8]对晶粒细化与 IN713-LC 铸造高温合金室温拉伸强度的关系进行分析, 认为随着晶粒细化, 该合金的室温屈服强度逐渐提高, 而当晶粒细化到 25 μm 时, 由于疏松含量较高, 抗拉强度会下降. 通过研究加入细化剂对 K4169 合金进行晶粒细化后合金的力学性能, 发现细晶组织明显提高了合金室温和中温拉伸性能, 特别是提高了合金 760 °C/480 MPa 下的持久寿命^[9]. Quested 和 Osgerby^[18]研究了晶粒细化对 IN939 铸造高温合金蠕变性能的影响, 结果表明高应力下的最小蠕变速率随着晶粒细化而减小, 低应力下最小蠕变速率随晶粒细化而增加. 尽管晶粒尺寸与高温合金力学性能之间关系的研究较多, 但是关于晶粒细化对铸造高温合金蠕变性能及其变形机理的影响的研究并不详尽. 因此, 本工作研究了 4 种不

同晶粒尺寸的 K417G 高温合金在 3 种不同条件下的蠕变性能, 并对 3 种条件下的蠕变变形机理进行深入分析, 从而研究晶粒细化对 K417G 合金不同条件下的蠕变性能所产生的影响及原因, 对 K417G 合金的工程应用提供指导作用.

1 实验方法

K417G 合金的化学成分为(质量分数, %): C 0.13~0.22, Cr 8.50~9.50, Al 4.80~5.70, Ti 4.10~4.70, Mo 2.50~3.5, Co 9.00~11.00, V 0.60~0.90, B 0.012~0.024, Zr 0.05~0.09, S \leq 0.010, P \leq 0.015, Ni 余量. 采用不同的浇注温度在 10 kg 真空感应炉浇注出 4 种不同晶粒度的 K417G 合金, 合金未经过热处理. 分别取不同晶粒度蠕变样品各 1 支, 切取试棒工作段制备圆柱形试样, 经过打磨、抛光并用成分为 20 g CuSO₄+100 ml HCl+100 ml H₂O 腐蚀液进行化学腐蚀, 用 Axio Observer ZIm 金相显微镜(OM)及 INSPECT F50 扫描电镜(SEM)分析 4 种不同晶粒度样品的晶粒尺寸和微观组织, 用 SEM 配带的型号为 Oxford 的能谱分析(EDS)探头对微观组织进行成分分析. 采用型号为 CSS3905 蠕变实验机进行蠕变实验, 在蠕变实验中, 每种晶粒度样品各取 3 支进行平行实验, 实验结果取平均值. 采用 SEM 观察蠕变断口纵截面组织, 以分析断裂机制. 用电子背散射衍射(EBSD)面扫观察蠕变断口纵截面断口附近塑性变形分布情况. 在距离断口约 5mm 处切取薄片样品, 经过打磨后采用成分为 10%HClO₄+90%C₂H₅OH 的双喷液进行双喷处理, 制备出透射电镜试样, 采用 JEOL2100 透射电镜(TEM)观察蠕变断裂后的位错组态以及微观组织变化.

2 实验结果

2.1 晶粒度及微观组织分析

根据晶粒尺寸由大到小将试样分别编号为 A, B, C, D. 分别测出试样标距段横截面处平均晶粒尺寸, 结果如表 1 所示. 经过对晶粒度进行分析, A 样品晶粒粗大, 并且有相当一部分晶粒尺寸大于 3 mm, B 样品晶粒尺寸主要分布于 0.7~3 mm 之间, C 样品晶粒尺寸大多分布于 100~500 μ m, D 样品晶粒尺寸则大多数分布于 0~100 μ m 范围内.

表 1 K417G 合金的平均晶粒尺寸及碳化物和 γ' 相的平均尺寸

Table 1 Average size of grains, carbides and γ' phase of K417G superalloy

Sample	Grain Size / mm	Carbides / μm	γ' phase / nm
A	2.500	4.4	750
B	1.700	4.4	670
C	0.430	3.7	650
D	0.075	3.3	580

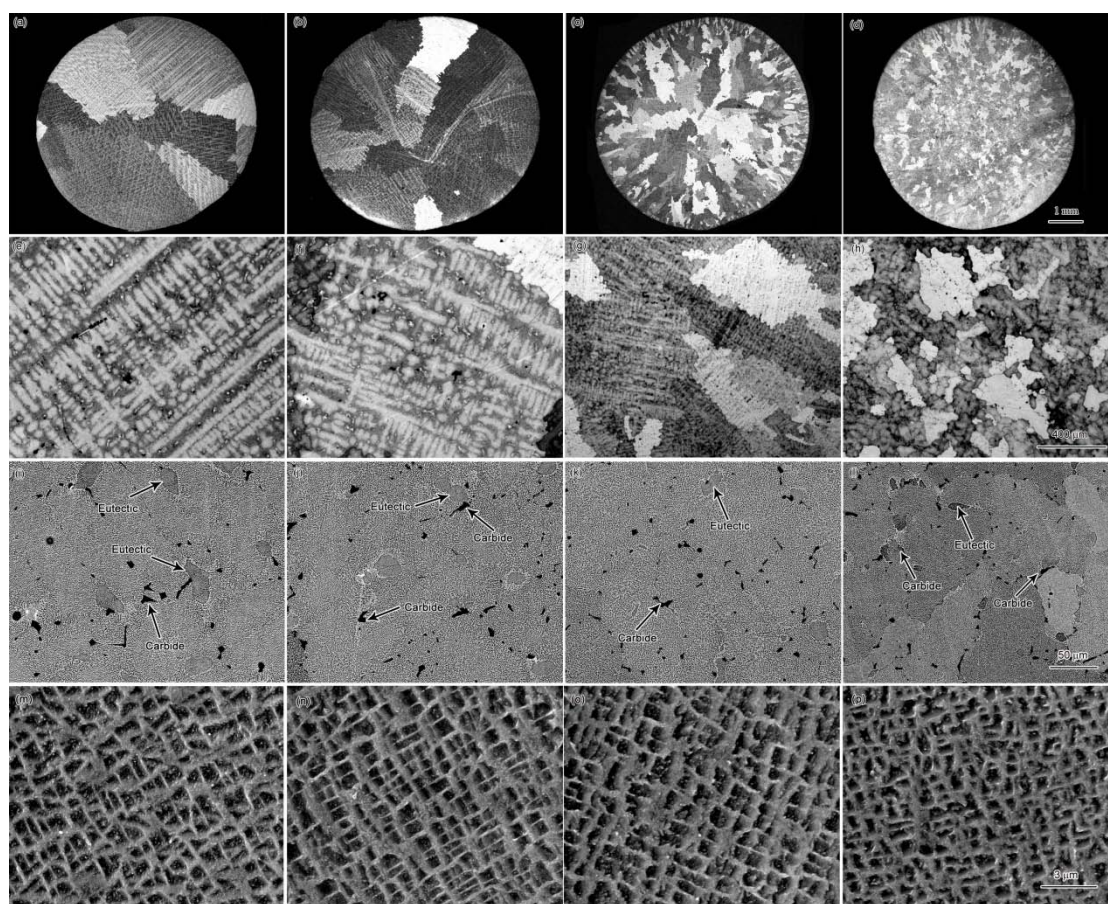


图 1 K417G 合金试棒晶粒分布与微观组织形貌

Fig.1 Morphologies of grain distributions (a~d), dendrites (e~h), carbides (i~l) and γ' phase (m~p) for K417G superalloy specimen A (a, e, i, m), B (b, f, j, n), C (c, g, k, o), D (d, h, l, p)

不同晶粒尺寸样品的微观组织如图 1 所示. 样品晶粒内部均呈枝晶形态, 由图 1e~h 可见, 随晶粒尺寸减小, 晶内枝晶组织逐渐细化, 而在晶粒尺寸最小试样 D 中, 枝晶形态特征已不明显. 碳化物呈块状、条状弥散分布于枝晶间和晶界处,

成分分析表明碳化物主要组成元素包括 Ti, Mo, Cr, Co 和 V 等. 经统计, 4 种不同晶粒度样品中碳化物总含量面积百分比均约为 1.7%~2.0%, 对 4 种晶粒度样品中碳化物平均尺寸进行统计, 结果如表 1 所示. 并且由图 1i~l 可见, 碳化物尺寸随晶粒尺寸减小而减小. 共晶组织呈葵花状分布于枝晶间、或呈链状分布于晶界处, 其尺寸也随晶粒尺寸减小而减小. 枝晶干的 γ' 相呈立方体状, 枝晶间的 γ' 相则呈不规则状. 如图 1m~p 所示, 随着晶粒尺寸减小, γ' 相尺寸逐渐减小, 分别统计 4 种样品内部 γ' 相平均尺寸, 结果如表 1 所示.

2.2 蠕变性能

A~D 样品在 760 °C/645 MPa, 900 °C/315 MPa 和 950 °C/235 MPa 3 种条件下的蠕变寿命如表 2 所示.

表 2 A~D 样品在不同条件下的蠕变寿命

Table 2 Creep lives of specimens A~D under different conditions

Creep life/h	760 °C/645 MPa	900 °C/315 MPa	950 °C/235 MPa
A	60.7	126.4	90.2
B	79.0	166.2	76.2
C	87.5	113.9	70.0
D	105.4	105.5	54.7

760 °C/645 MPa 条件下, 随着 K417G 合金晶粒尺寸减小, 其蠕变寿命从 60.7 h 逐渐增加到 105.4 h. 此时晶粒最细小的试样 D 蠕变性能最佳. 900 °C/315 MPa 条件下, 平均晶粒尺寸由 2.5 mm 减小到 1.7 mm 时, 合金的蠕变寿命由 126.4 h 增加到 166.2 h, 但由 1.7 mm 减小到 0.075 mm 时, 合金的蠕变寿命由 166.2 h 逐渐降低到 105.5 h. 在此实验条件下合金的蠕变性能随晶粒尺寸减小呈现先升高后降低趋势, 试样 B 具有最好的蠕变性能. 950 °C/235 MPa 条件下, K417G 合金的蠕变寿命随晶粒尺寸由 2.5 mm 到 0.075 mm 减小而降低, 从 90.2 h 减小到 54.7 h, 此时晶粒最粗大的试样 A 蠕变性能最好, 而 D 蠕变寿命最低.

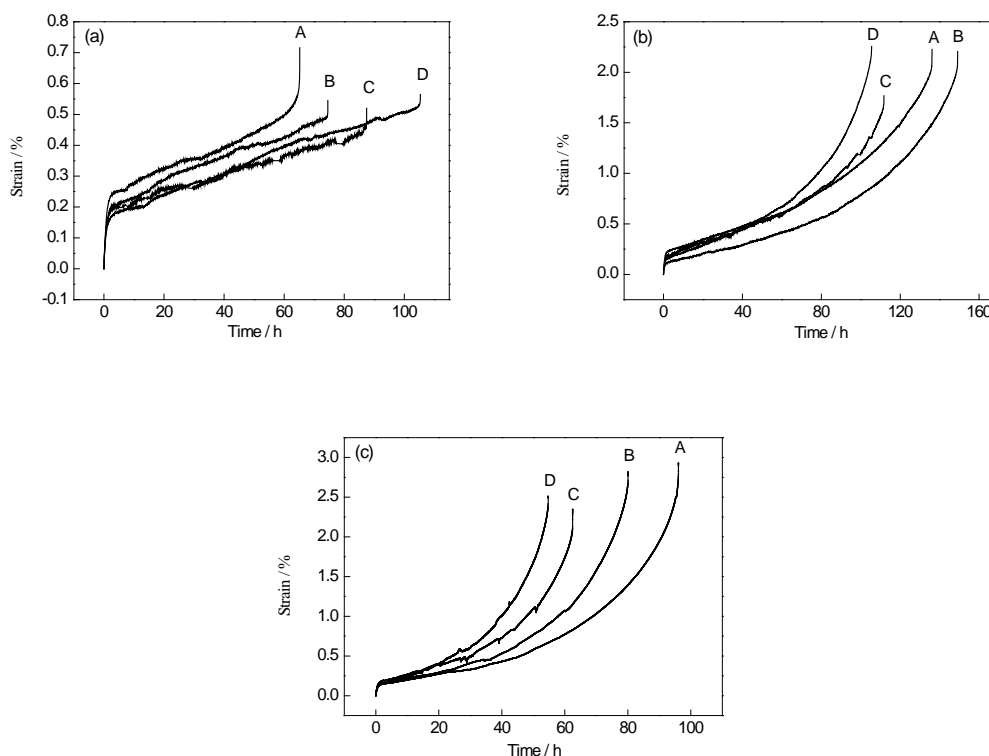


图 2 A~D 样品在 3 种不同实验条件下的蠕变曲线

Fig.2 Creep curves of specimens A~D under 760 °C/645 MPa (a), 900 °C/315 MPa (b) and 950 °C /235 MPa(c)

图 2 所示为不同晶粒度试样 A~D 在 3 种实验条件下的蠕变变形曲线。蠕变变形曲线第 2 阶段在整个蠕变寿命中所占比例随实验条件由 760 °C/645 MPa 到 900 °C/315 MPa, 950 °C/235 MPa 变化而逐渐减小。

蠕变变形曲线的第 2 阶段速率近似恒定, 用 K 表示稳态蠕变变形速率。求出 A~D 样品在 3 种实验条件下的 K 值, 结果如表 3 所示。760 °C/645 MPa 条件下, K 值随着晶粒尺寸减小呈逐渐减小趋势, 而 D 样品出现反常。4 个晶粒度样品 K 值相差较小, 说明此时稳态蠕变变形速率相差不大。同时可以看出, A~D 样品蠕变曲线的第 2 阶段几乎平行。900 °C/315 MPa 条件下, 随着晶粒尺寸由 2.5 mm 减小到 1.7 mm, K 值减小, 晶粒尺寸由 1.7 mm 减小到 0.075 mm, K 值逐渐增加, 晶粒度为 1.7 mm 的样品的 K 值最大。950 °C/235 MPa 条件下 K 值随着晶粒尺寸由 2.5 mm 到 0.075 mm 而逐渐增加, 晶粒尺寸为 0.075 mm 的样品的 K 值最大。

表 3 4 种晶粒尺寸的 K417G 合金在不同条件下的稳态变形速率 K 值

Table 3 Steady-state deformation rate K for K417G alloy with four different grain sizes at different

Sample	conditions (s ⁻¹)		
	760 °C/645 MPa	900 °C/315 MPa	950 °C/235 MPa
A	0.00406	0.00660	0.00692
B	0.00376	0.00440	0.00762
C	0.00290	0.00639	0.01222
D	0.00350	0.00746	0.01465

2.3 断口纵截面形貌

分别对合金在 3 个条件下的蠕变试样断口纵截面组织进行观察, 结果如图 3 所示. 在 760 °C/645 MPa 下, 断口附近部分区域 γ' 相向着所施加应力方向拉长, 而另一部分区域 γ' 相保持其原来形态, 断口附近可以看到大量碎裂或与基体分离的碳化物, 如图 3a 所示. 裂纹呈穿晶型模式扩展, 如图 3c 所示, 说明裂纹是由于碳化物碎裂或与基体脱粘而产生微裂纹, 微裂纹之间相互连接而形成的.

在 950 °C/235 MPa 条件下, 裂纹均沿晶界扩展, 纵截面上断口附近可观察到大量晶界开裂. 断口附近 γ' 相筏化现象更严重, 筏化方向垂直于应力方向, 如图 3e 和 f 所示. 断口附近没有晶内碳化物开裂或脱粘. 该条件下的蠕变断裂是由于晶界处碳化物碎裂或脱粘产生微裂纹, 微裂纹之间沿晶界相互连接而产生的.

在 900 °C/315 MPa 实验条件下, 裂纹呈穿晶和沿晶混合型模式扩展. 如图 3b 和 d 所示, 样品断口纵截面上同时存在穿晶型裂纹和沿晶型裂纹. 样品 A 和 B 晶粒较粗大, 裂纹更多呈穿晶型扩展. 而在晶粒尺寸细小的样品 C 和 D 断口纵截面上可以观察到较多二次裂纹向内部沿着晶界扩展现象, 即裂纹更多呈沿晶界扩展模式. 断口附近 γ' 相有轻微筏化现象, γ' 相之间相互连接, 如图 3b 和 d 所示. 此时仍有部分碳化物开裂和脱粘现象. A, B 样品晶粒较粗大, 晶界裂纹较晶内裂纹少, 因此穿晶模式占主导地位. 而 C, D 样品晶粒细小, 晶界裂纹较晶内裂纹多, 沿晶模式占主导地位.

在 3 种实验条件下的断口纵截面处, 没有明显的共晶碎裂现象, 因此共晶对该合金 3 种条件下的蠕变断裂影响可忽略.

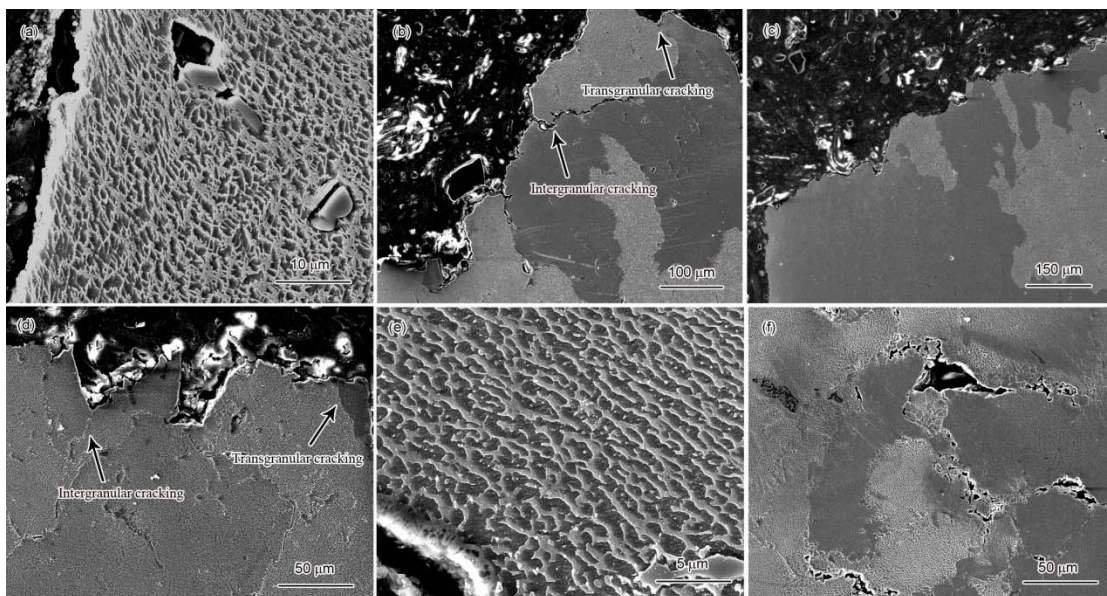


图 3 蠕变实验后 K417 合金断口纵截面微观组织以及裂纹扩展路径

Fig.3 Microstructures of specimen A tested at 760 °C/645 MPa (a), specimen B tested at 900 °C /315 MPa (b), specimen C tested at 760 °C/645 MPa (c), specimen D tested at 900 °C/315 MPa (d), and 950 °C/235 MPa (e, f)

2.4 断口纵截面 EBSD 像

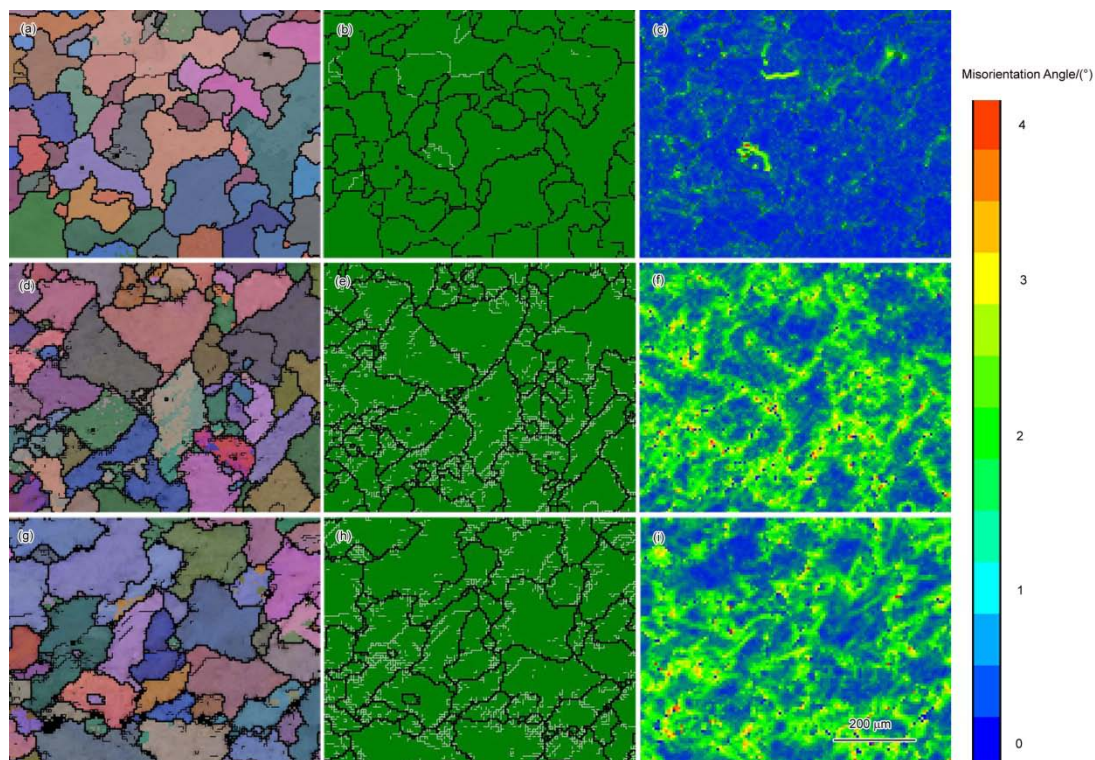


图 4 样品 D 断口附近 EBSD 面扫描形貌

Fig.4 All Euler images (a, d, g), grain boundary images (b, e, h) and local misorientation images (c,

f, i) of specimen D tested at 760 °C/645 MPa (a~c), 900 °C/315 MPa (d~f) and 950 °C/235 MPa (g~i)

采用 EBSD 可以研究材料中微观组织和塑性变形的相互作用, 评估经过塑性变形后的多晶高温合金的变化^[19~22]. 由于塑性变形引起晶粒内部大量位错运动, 导致同一个晶粒内部不同区域产生取向差. 而塑性变形在晶粒内分布不均匀, 塑性变形量大的区域其局部取向差也大^[21]. 因此 EBSD 像中的局部取向差图可以展现出塑性变形的分布, 通过与欧拉图和晶界图相对应, 可直观展现出 D 样品在不同蠕变条件下塑性变形在晶界和晶内的分布情况. 在 760 °C/645 MPa, 900 °C/315 MPa 以及 950 °C/235 MPa 蠕变实验后 D 样品断口附近组织的 EBSD 相如图 4 所示.

在 760 °C/645 MPa 下, 晶界图显示晶粒内部存在白线(图 4b), 即塑性变形引起了小角度倾转. 图 4c 显示局部取向差大的位置位于晶内, 与晶界图中白线位置正好对应, 说明此时 D 断口附近塑性变形集中于晶粒内部滑移带上, 晶界处变形量不大.

在 900 °C/315 MPa 和 950 °C/235 MPa 下, 图 4e 和 h 显示晶界处有较多白线分布, 即晶界附近存在塑性变形引起的小角度倾转. 图 4f 和 i 显示局部取向差大的位置位于晶界处, 说明这 2 种条件下, D 样品的塑性变形主要集中于晶界处.

2.5 位错组态观察

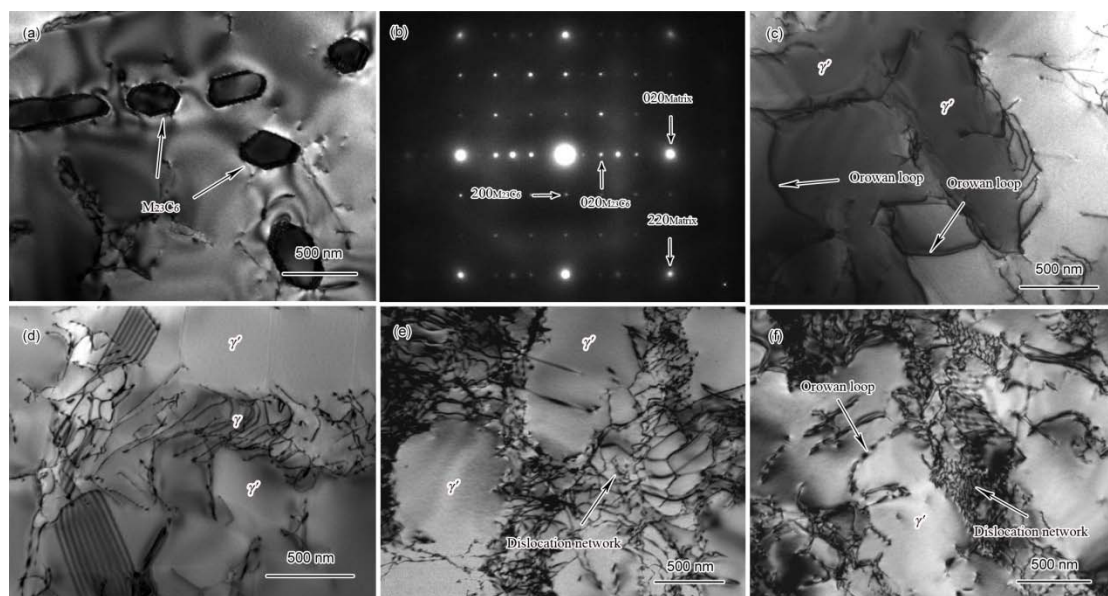


图 5 不同条件后 K417G 合金的位错组态及微观组织的 TEM 像

Fig.5 TEM image of precipitates (a), selected area diffraction pattern (b) and dislocation structure

(c) of specimen C tested at 950 °C/235 MPa, TEM images of specimen D tested at 760 °C/645 MPa (d), 900 °C/315 MPa (e) and 950 °C/235 MPa (f)

如图 5d 所示, 样品 D 经过 760 °C/645 MPa 蠕变实验后, γ' 相中存在大量的层错, 说明位错通过不全位错切过机制通过 γ' 相. 而在 900 °C/315 MPa 和 950 °C/235 MPa 蠕变实验后的样品中没有观察到层错, 位错主要通过 Orowan 机制绕过 γ' 相, 如图 5c 所示.

760 °C/645 MPa 蠕变实验后, 基体通道中位错密度较低, 大部分形态相似并且平行分布(图 5d). 而 900 °C/315 MPa 和 950 °C/235 MPa 蠕变实验后, 基体通道中位错密度则较高, 并且形成位错网(图 5e 和 f). 其中, 950 °C/235 MPa 实验后样品中形成的位错网形态更规则(图 5f).

如图 5a 所示, 在 900 °C/315 MPa 和 950 °C/235 MPa 蠕变实验后样品中发现有颗粒状相析出, 尺寸约为 300 nm. EDS 成分分析表明, 该相中含有大量的 Cr 及少量的 Mo, Ni 和 Co. 选区衍射结果(图 5b)表明, 该析出相与基体存在 $[001]_{M_{23}C_6}/[001]_{Matrix}$ 取向关系. 通过斑点标定证明其为碳化物 $M_{23}C_6$, 其晶格常数约为 1.058nm, 这是由于合金在承受载荷过程中, γ' 相发生筏化, 将 Cr 和 Mo 等元素排出基体通道, 从而在 γ 基体通道中产生 Cr, Mo 等元素富集区. 并且在蠕变过程中 γ/γ' 相界面形成高密度位错网, 而 C 原子倾向于被吸引至位错网附近, 形成 C 元素富集区域. Cr, Mo 等原子和 C 原子在蠕变过程中的富集促进了 $M_{23}C_6$ 碳化物的形成和长大^[23~25].

3 分析讨论

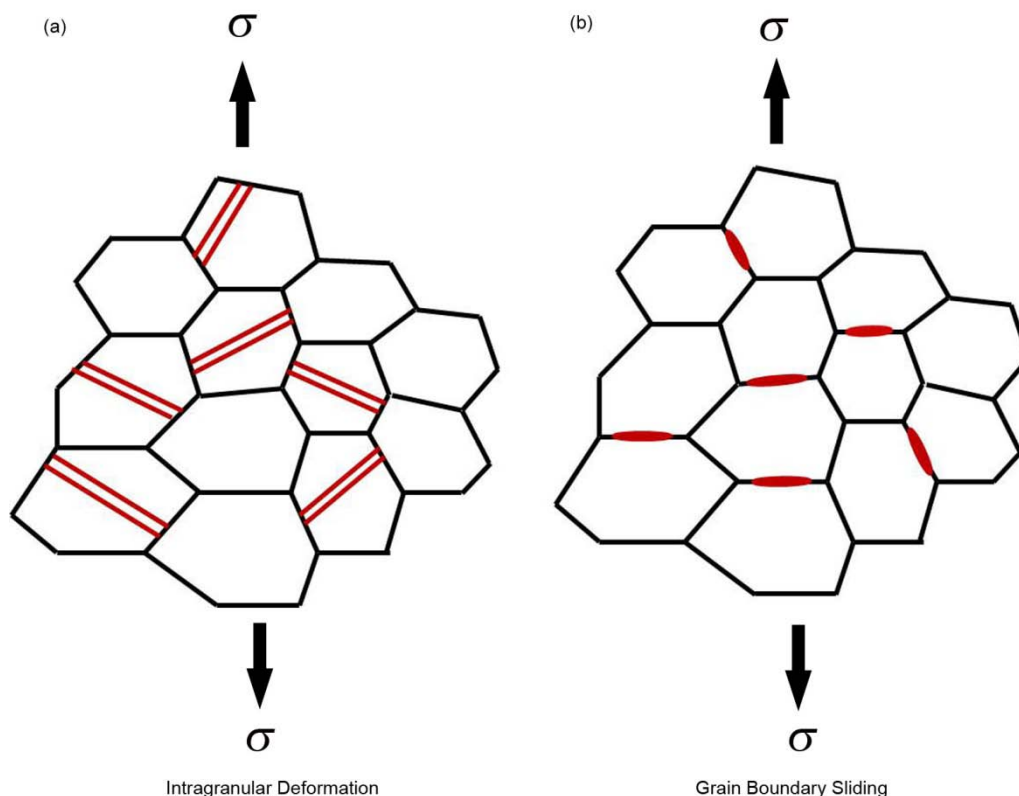


图 6 晶内变形和晶界滑移简图

Fig.6 Schematic diagrams of intragranular deformation (a) and grain boundary sliding (b)

(σ —applied stress)

多晶合金的蠕变变形包括晶内变形和晶界滑移^[11,13], 示意图如图 6 所示. 在 760 °C/645 MPa 下, 断口纵截面观察显示蠕变裂纹呈穿晶模式扩展(图 3c), 塑性变形集中于晶粒内部滑移带中(图 4a~c), 说明晶界强度高于晶内强度. 此时, 蠕变变形模式主要为晶内滑移, 即位错集中于晶粒内部滑移带中的运动. 晶粒尺寸越小, 滑移带长度越短, 局部应力集中越小, 晶粒内部变形越均匀, 并且各晶粒之间变形协调作用也越容易, 从而晶粒内部的应力集中小, 产生裂纹的可能性越小^[13]. 所以晶粒细化可以提高合金 760 °C/645 MPa 时的蠕变寿命, 并降低稳态变形速率 K 值. 但是此时由于变形温度较低, 稳态变形速率值均较小, 因此易出现反常现象, 如 D 样品的 K 值大于 C 样品.

在 950 °C/235 MPa 下, 断口纵截面观察显示裂纹呈沿晶模式扩展(图 3f), D 样品 EBSD 面扫结果显示塑性变形集中在晶界处(图 4g~i), 说明此时蠕变变形为晶界滑移所控制. 而晶粒细化会增加晶界含量, 促进晶界滑移而产生裂纹. 并且 Kevin 等^[13]在研究多晶镍基高温合金的蠕变性能时发现, 具有粗大晶粒的合金晶

界处的塑性变形分布更加均匀, 因此粗晶样品的晶界处应变集中更小, 不容易产生裂纹. 所以在 950 °C/235 MPa 下, 晶粒尺寸越小, 蠕变寿命越短, 并且稳态变形速率 K 值越大.

而在 900 °C/315 MPa 下, 断口纵截面观察显示蠕变裂纹呈沿晶和穿晶混合模式扩展(图 3b 和 d), 此时蠕变变形为晶内变形和晶界滑移共同作用. 对于晶内变形, 透射电镜观察显示位错通过 Orowan 机制绕过 γ' 相. 根据公式:

$$\Delta\tau = Gb/L \quad (1)$$

式中, $\Delta\tau$ 为位错通过 Orowan 机制绕过 γ' 相的阻力, G 为合金的剪切模量, b 为位错的 Burgers 矢量模, L 为 γ' 相之间间距. 由于晶粒细化可以细化 γ' 相, 并使 γ' 相之间间距 L 变小, 导致 $\Delta\tau$ 变大, 也就是位错通过 Orowan 机制绕过 γ' 相阻碍变大, 所以晶粒细化会提高合金蠕变变形抗力^[26]. 而对于晶界滑移, 晶粒细化会增加晶界数量, 促进晶界滑移而产生裂纹, 因此晶粒细化会降低合金蠕变变形抗力^[13]. 因此在 900 °C/315 MPa 下, 晶粒尺寸对合金蠕变寿命的影响是晶内变形和晶界滑移 2 个机制竞争作用的结果. A 和 B 样品晶粒均粗大, 晶界含量少, 晶内变形占主要地位, 因此随晶粒尺寸减小蠕变寿命升高; 而晶粒尺寸由 B 到 D 变化时, 晶界含量逐渐增多, 晶界滑移占主要地位, 因此随着晶粒尺寸减小蠕变寿命降低. 所以 900 °C/315 MPa 下试样 B 具有最大蠕变寿命.

对于晶内变形, 很多研究^[27~30]发现, 稳态蠕变变形速率与界面位错网的形成有关. 界面位错网是位错在基体通道中运动过程中, 不断沉积在 γ/γ' 界面而逐渐形成的^[26,27]. 随着应变增加, 基体通道中位错密度增加, 位错之间的弹性应力场相互作用, 导致更多位错进入基体通道阻力越来越大, 蠕变变形速率逐渐降低, 最后达到最小值, 此时蠕变变形进入稳态阶段^[26], 同时界面位错网也形成. 900 °C/315 MPa 蠕变实验后样品位错组态观察显示 γ/γ' 界面形成了位错网(图 6c). 晶粒尺寸减小, γ' 相尺寸也减小, γ' 相之间的基体通道变窄, 能容纳的位错网宽度变小, 因此随着应变增加时, 位错进入基体通道更难, 导致第二阶段变形速率减小. 而对于晶界滑移, 晶粒尺寸减小会增加晶界数量, 从而加快蠕变变形速率.

900 °C/315 MPa 下, A 和 B 样品晶粒尺寸仍然较大, 此时晶内变形占主要地位, 因此随晶粒尺寸由 A 减小到 B, 蠕变变形第二阶段变形速率减小, K 值减小. 而当晶粒尺寸由 B 减小的 D 时, 晶界滑移占主要地位, 因此随着晶粒尺寸减小,

蠕变变形第二阶段变形速率增加, K 值增大.

另外,晶粒细化同时会导致枝晶、碳化物以及共晶组织的细化.在蠕变条件下,碳化物碎裂或脱粘产生的微裂纹导致蠕变裂纹产生,随着晶粒细化,碳化物尺寸逐渐减小,因此产生微裂纹的能力也降低,所以会抑制蠕变裂纹的产生.但是由于晶粒细化导致的碳化物尺寸减小并不明显,所以它对蠕变寿命的作用也不明显.而共晶组织对蠕变寿命的影响可忽略.对于 $760\text{ }^{\circ}\text{C}/645\text{ MPa}$ 蠕变条件下的 A~D 样品和 $900\text{ }^{\circ}\text{C}/315\text{ MPa}$ 蠕变条件下的 A、B 样品,穿晶型断裂为主要断裂模式.在穿晶型断裂模式中裂纹呈现沿枝晶扩展特征,而随着晶粒细化,枝晶也得到细化,因此枝晶的细化也会对裂纹的穿晶型扩展起到阻碍作用.

4 结论

- (1) 在 $760\text{ }^{\circ}\text{C}/645\text{ MPa}$ 下,晶粒细化会提高 K417G 合金蠕变寿命; $900\text{ }^{\circ}\text{C}/315\text{ MPa}$ 下,晶粒细化使合金蠕变寿命呈现先升高后降低趋势; $950\text{ }^{\circ}\text{C}/235\text{ MPa}$ 下,晶粒细化使合金蠕变寿命降低.
- (2) 在 $760\text{ }^{\circ}\text{C}/645\text{ MPa}$ 下,晶粒细化会降低稳态蠕变变形速率; $900\text{ }^{\circ}\text{C}/315\text{ MPa}$ 下,晶粒细化使稳态变形速率则呈现先降低后升高趋势; $950\text{ }^{\circ}\text{C}/235\text{ MPa}$ 下,晶粒细化会提高稳态变形速率.
- (3) 在 $760\text{ }^{\circ}\text{C}/645\text{ MPa}$ 下,蠕变变形由晶内变形主导; $900\text{ }^{\circ}\text{C}/315\text{ MPa}$ 下,蠕变变形由晶内变形和晶界滑移竞争作用; $950\text{ }^{\circ}\text{C}/235\text{ MPa}$ 下,蠕变变形由晶界滑移主导.
- (4) 晶粒细化的同时,碳化物和枝晶等微观组织也得到了细化,也会对合金的蠕变性能产生一定的影响.
- (5) $900\text{ }^{\circ}\text{C}/315\text{ MPa}$ 和 $950\text{ }^{\circ}\text{C}/235\text{ MPa}$ 蠕变变形后,有细小的 $M_{23}C_6$ 碳化物析出,与基体呈 $[001]_{M_{23}C_6}/[001]_{\text{Matrix}}$ 取向关系.

参考文献

- [1] Yang Y H, Xie Y J, Wang M S, Ye W. *Mater Des*, 2013; 51: 141
- [2] Xu Y, Guo S R. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 1249
(徐 岩, 郭守仁. 金属学报, 1999; 35: 1249)
- [3] Zheg L. *J Aeronaut Mater*, 2006; 26: 7
(郑 亮. 航空材料学报, 2006; 26: 7)
- [4] Andersson J. *Int J Fatigue*, 2005; 27: 847
- [5] Ho H, Risbet M, Feaugas X, Moulin G. *Scr Mater*, 2011; 65: 998

- [6] Kobayashi K, Yamaguchi K, Hayakawa M, Kimura M. *Mater Lett*, 2005; 59: 383
- [7] Torster F, Baumeister G, Albrecht J, Lütjering G, Helm D, Daeubler M A. *Mater Sci Eng*, 1997; A234: 189
- [8] Wei C N, Bor H Y, Ma C Y, Lee T S. *Macromol Chem Phys*, 2003; 80: 89
- [9] Xiong Y H, Liu W, Yang A M, Zhang R, Liu L. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 689
(熊玉华, 柳伟, 杨爱民, 张蓉, 刘林. 金属学报, 1999; 35: 689)
- [10] Yang A M. *PhD Dissertation*. Northwestern Polytechnical University, Xi'an, 2002
(杨爱民. 西北工业大学博士学位论文, 西安, 2002)
- [11] Soula A, Renollet Y, Boivin D, Pouchou J L, Locq D, Caron P. *Mater Sci Eng*, 2009; A510: 301
- [12] Yuan Y, Gu Y F, Cui C Y, Osada T, Tetsui T, Yokokawa T. *Mater Sci Eng*, 2011; A528: 5106
- [13] Thibault K, Locq D, Caron P, Boivin D, Renollet Y, Bréchet Y. *Mater Sci Eng*, 2013; A588: 14
- [14] Shingledecker J P, Evans N D, Pharr G M. *Mater Sci Eng*, 2013; A578: 277
- [15] Morrison D J, Moosbrugger J C. *Int J Fatigue*, 1997; 19: 51
- [16] Qiao Y, Chakravarthula S S. *Int J Fatigue*, 2005; 27: 1251
- [17] Larson J M, Floreen S. *Metall Trans*, 1977; 8A: 51
- [18] Qested P N, Osgerby S. *Mater Sci Technol*, 1986; 2: 461
- [19] Kuhn F, Zeismann F, Brueckner-Foit A. *Int J Fatigue*, 2014; 65: 86
- [20] Miao J, Pollock T M, Wayne Jones J. *Acta Mater*, 2009; 57: 5964
- [21] Miao J, Pollock T M, Wayne Jones J. *Acta Mater*, 2012; 60: 2840
- [22] Brewer L N, Field D P, Merriman C C. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. New York: Springer, 2009: 18
- [23] Wang D, Zhang J, Lou L H. *Mater Charact*, 2009; 60: 1517
- [24] Liu L R, Jin T, Zhao N R, Sun X F, Guan H R, Hu Z Q. *Mater Sci Eng*, 2003; A361: 191
- [25] Guo Y, Wang B H, Hou S F. *Acta Metall Sin*, 2013; 26: 307
- [26] Zhang J X, Murakumo T, Harada H, Koizumi Y. *Scr Mater*, 2003; 48: 287
- [27] Nategh S, Sajjadi S A. *Mater Sci Eng*, 2003; A339: 103
- [28] Zhu Y, Li Z, Huang M. *Comput Mater Sci*, 2013; 70: 178
- [29] Tian S G, Zhou H H, Zhang J H, Yang H C, Xu Y B, Hu Z Q. *Mater Sci Eng*, 2000; A279: 160
- [30] Hantcherli M, Pettinari-Sturmel F, Viguier B, Douin J, Coujou A. *Scr Mater*, 2012; 66: 143
-