

晶界 η 相对 Fe-Ni-Cr 奥氏体合金力学性能的影响 *

李秀艳 戎利建 李依依
(中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

摘要 通常认为 Fe-Ni-Cr 合金在过时效后晶界上析出的 η 相为裂纹源, 恶化合金性能. 通过对一种 Fe-Ni-Cr 合金进行过时效后晶界上析出 η 相的研究发现, 由于晶界 η 相与合金基体保持共格关系, η 相对合金的室温性能影响不大; 并且在高温变形条件下 η 相形成凸起, 阻碍晶界滑动, 减小在晶角处的应力集中, 从而提高合金的高温塑性. 断口扫描电镜观察表明, 晶界 η 相的析出使合金高温断裂方式由原来的沿晶脆性断裂转变为穿晶韧窝状断裂. 通过在合金中添加 Nb, 可以在晶界上析出更为弥散的 η 相, 从而使得合金在高温下获得相当高的塑性.

关键词 Fe-Ni-Cr 合金, η 相, 共格, 晶界滑动, 高温塑性

中图法分类号 TG142.25

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2005)11-1155-04

EFFECTS OF GRAIN BOUNDARY η PHASE ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF Fe-Ni-Cr ALLOY

LI Xiuyan, RONG Lijian, LI Yiyi

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

Correspondent: LI Xiuyan, Tel: (024)23971979, E-mail: xyli@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China and Chinese Academy of Engineering Physics (No.10476030)

Manuscript received 2005-06-30

ABSTRACT The microstructures and mechanical properties of an Fe-Ni-Cr austenite alloy undergone different ageing treatments have been examined. The η phase precipitated on the grain boundary of the over-aged alloy. Contrary to be crack sources and make mechanical properties of alloys deteriorate as it has been always considered, η phase was found to have little effect on room temperature properties and furthermore, it improved the high temperature ductility of the alloy via blocking the grain boundary slip due to its coherency with the austenite matrix. SEM fractography shows that the 1023 K tensile fracture transforms from intergranular mode to microvoid coalescence mode due to the presentation of η phase. Addition of Nb causes more dispersed distribution of η phase along grain boundaries and therefore results in higher high temperature ductility.

KEY WORDS Fe-Ni-Cr alloy, η phase, coherent, grain boundary slip, high temperature ductility

高温合金总是在等强温度或更高温度下使用, 而晶界强化是高温合金的基本问题之一. 这是因为在等强温度以上高温变形中, 晶界强度低于晶粒本身, 在高温下裂纹的萌生和发展中, 晶界滑动引起的应力集中与空位的扩散起着重要的作用, 使晶界成为高温变形的薄弱环节^[1], 导致合金高温变形的沿晶开裂^[2]. 除提高合金纯度和微合金化强化晶界外, 在高温合金中往往希望通过弯曲晶界来处理来强化晶界、提高合金的高温性能, 但到目前为止, 在

对许多合金的实验并中没有得到满意的结果.

人们对高温合金中的相进行过大量的研究, 其中, 晶界析出相往往在含量很少的情况下就对合金的性能, 尤其是高温性能产生很大的影响, 因而受到了广泛的关注^[3,4]. η 相 (Ni_3Ti) 为密排六方有序相, 合金中的 η 相可分为两种, 一种是在铸造凝固过程中直接从液相析出的共晶类型的初生 η 相; 另一种是次生 η 相, 它是由合金中的 γ' 相经高温过时效转变而来, 一般出现在晶界. 通常认为这两种 η 相的析出对奥氏体合金的力学性能非常有害^[5,6]; 本文的研究表明在沉淀强化奥氏体合金中, 在晶界析出一定量的 η 相时, 合金的高温塑性却得到了明显改善.

1 实验方法

两种成分实验合金由 25 kg 真空感应炉熔炼, 其名义

* 国家自然科学基金委员会与中国工程物理研究院联合资助项目
10476030

收稿日期: 2005-06-30

作者简介: 李秀艳, 女, 1979 年生, 博士

化学成分(质量分数, %)分别为: Ni 31, Cr 15, Mo 4.5, Ti 2.4, Al 0.3, Nb 0.3, V 0.2, Si 0.15, 余为 Fe(A 合金)和 Ni 31, Cr 15, Mo 4.5, Ti 2.4, Al 0.3, Nb 1.5, V 0.2, Si 0.15, 余为 Fe(B 合金). 为降低合金在过时效处理中晶界上的碳化物对结果的影响, 合金中的碳含量应尽量低. 这两炉合金中的碳含量分别为 0.008% 和 0.009%. 实验用料取自 12 mm 的热轧棒材. 所有试样在 1253 K 进行 1 h 的固溶处理后水淬, 之后分别在 993 K 进行 16 h 峰值时效和在 1123 K 进行 36 h 的过时效处理. 拉伸试样从时效后的坯料加工, 直径为 5 mm, 标距为 25 mm. 室温和 1023 K 高温拉伸实验在 10T-DCS 万能试验机上进行.

扫描电镜二次电子像和 EBSD(electron back scattered diffraction) 分析在 FEI XL30 FEG ESEM 上进行. 试样抛光后用 10% 的铬酸水溶液进行轻度的电解腐蚀, 以去除表面应力层, 用于显微组织观察. 电解腐蚀后立即进行 EBSD 分析, 以防止试样表面污染对实验结果产生影响. 透射电镜薄膜试样在约 243 K 用 6% 的高氯酸酒精溶液双喷减薄制得, 在 EM400 TEM 上进行观察分析.

2 实验结果与讨论

对含 0.3%Nb 的 A 合金不同热处理后组织的金相和扫描电镜观察表明, 不同处理后合金的组织为等轴晶, 晶粒尺寸为 25—30 μm , 合金中少量的碳化物为 TiC 或 Ti(C, N), 且基本都在晶内析出, 晶界有少量的 Cr_{23}C_6 . 在 993 K 时效 16 h 的样品晶界上无 η 相; 1123 K 时效 36 h 的样品晶界上有 η 相片层出现, 如图 1 所示.

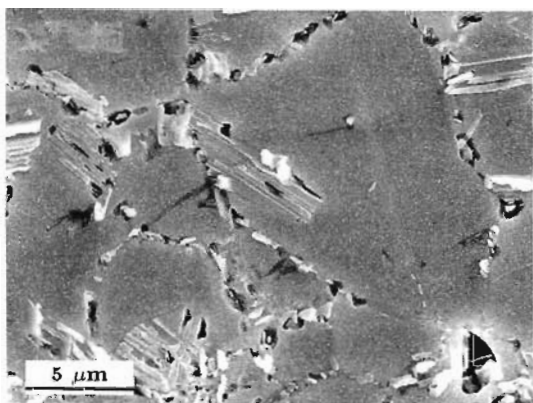


图 1 A 合金 1123 K 时效 36 h 后的显微组织

Fig.1 Microstructure of A alloy aged at 1123 K for 36 h, lamella-like η phase precipitated at grain boundaries

2.1 η 相与合金的位向关系

对 η 相的研究发现^[7], 晶界 η 相首先在无规晶界 γ' 相处通过不全位错滑移产生堆垛层错带的方式形核, 之后通过原子控制长程扩散机制的台阶方式在基体中长大, 进入晶界另一侧与之匹配差的晶粒中, 晶界随之一同迁动.

生成的 η 相与基体之间保持良好的共格关系: $\{001\}_{\eta} \parallel \{111\}_{\gamma}$, $\langle 110 \rangle_{\gamma} \parallel \langle 210 \rangle_{\eta}$ ^[6], 如图 2a 所示.

图 2b 中箭头所指黑斑处对应 η 相析出, 而黑线所示为 η 相析出以前的原始晶界. 可以看出有 η 相片层析出的区域的基体的取向由原来的取向变为与相邻析出 η 相的晶粒相同, η 相的析出使得原始晶界转变成凹凸不平的晶界.

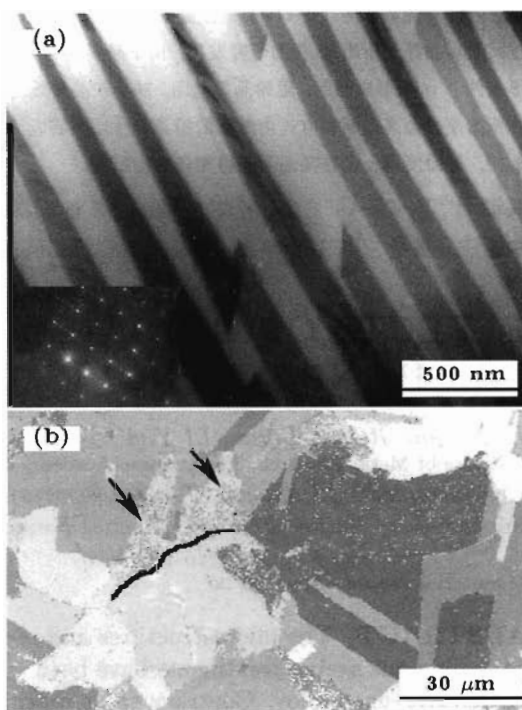


图 2 A 合金 1123 K 时效 64 h 后的 TEM 和 EBSD 照片^[7]

Fig.2 TEM morphology and composite EDP of $[110]_{\gamma}$ and $[210]_{\eta}$ (a) and EBSD image (b) of A alloy aged at 1123 K for 64 h^[7], arrows in Fig.2b indicating the precipitated η phases, dark line to be the primary boundary

2.2 η 相对合金室温力学性能的影响

经过不同热处理合金的室温和高温拉伸性能见表 1. 对比不同时效处理合金的室温拉伸性能可知, 过时效处理对合金的室温抗拉强度影响不大, 略降低合金的屈服强度, 使得室温塑性有所降低, 这是因为过时效样品中, 晶界 η 相的出现降低了相邻晶粒协调形变的能力. 此外, 晶界碳化物在过时效过程中的长大也会降低合金室温性能. 对拉伸断口的扫描电镜观察证实, 无 η 相的试样断口呈现出大而深的韧窝特征(图 3a), 而有 η 相的试样断口韧窝变浅, 个别区域还呈现出沿晶断裂的特征(图 3b), 这是由 η 相和个别分布在晶界上碳化物共同作用所致.

2.3 η 相对合金 1023 K 高温力学性能的影响

从表 1 中可以看出, 过时效处理 A 合金的 1023 K 高温强度略有下降, 而 A 合金的塑性大幅度提高, 面缩

表 1 不同时效处理合金的室温和 1023 K 高温拉伸性能
Table 1 The mechanical properties of alloys aged at different temperatures

Alloy	Ageing treatment	Room temperature				1023 K			
		σ_b	$\sigma_{0.2}$	δ	ψ	σ_b	$\sigma_{0.2}$	δ	ψ
		MPa	MPa	%	%	MPa	MPa	%	%
A	993 K, 16 h	1180	763	33	51	773	670	13	13
A	1123 K, 36 h	1156	703	25	43	735	653	33	52
B	993 K, 16 h	1053	747	34	48	705	655	11	11
B	1123 K, 36 h	997	673	21	27	663	620	78	92

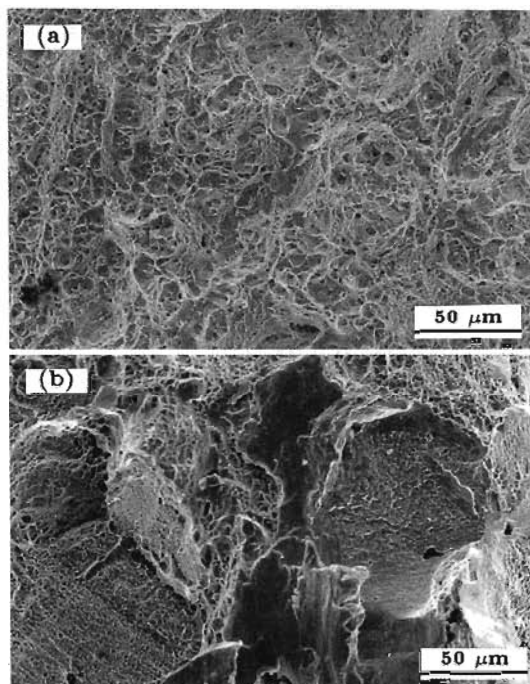


图 3 不同时效处理 A 合金的室温拉伸断口形貌

Fig.3 RT tensile fractographs of A alloy aged at 993 K for 16 h (a) and 1123 K for 36 h (b)

率甚至提高了 3 倍, 达到 52%, 可见 η 相对提高合金的高温塑性是非常有利的。

不同温度的拉伸实验表明, 不含 η 相的该合金在 923 K 拉伸断裂的方式由穿晶模式过渡到沿晶模式, 表明该合金的晶内与晶界的等强温度在 923 K 左右。因而在 1023 K 合金的晶内强度高于晶界强度, 晶界滑动引起的应力集中起着重要的作用, 并且 1023 K 时该合金的塑性出现最小值。图 4 为 A 合金 1023 K 拉伸断口附近所取横截面的组织, 图 4a 中无 η 相合金的裂纹显然是由于晶界滑动在晶角造成应力集中所致。而在含有 η 相的合金图 4b 中裂纹萌生并分散在晶界各处, 不特别择优于晶角。这是由于晶界滑动在晶界 η 相的凸起处受阻所致, 由于 η 相与基体晶粒为共格关系, 由上述 η 相与基体的关

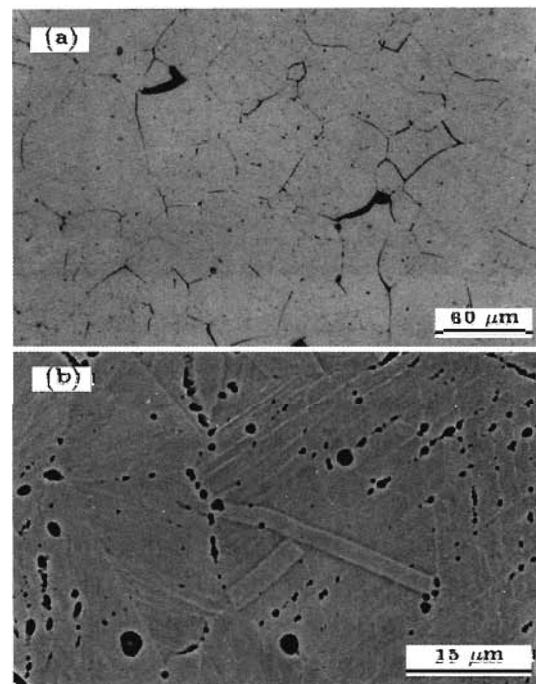


图 4 1023 K 拉伸断口附近 A 合金试样横截面上的裂纹情况

Fig.4 The cracks on the cross section near the fracture surface of A alloy tensioned at 1023 K

(a) specimen without η phase, cracks appeared at the joint of grain boundaries

(b) specimen containing η phase, cracks (dark holes) appeared at grain boundaries and within grains

系分析可见, η 相的析出并不会弱化此处晶界的结合力, 而是使得该处的晶界发生了弯曲, 形成阻碍晶界滑动的凸起, 从而强化了合金的晶界, 提高合金的高温塑性。

扫描电镜观察 1023 K A 合金拉伸断口也证实: 晶界不析出 η 相的合金拉伸断口为明显的沿晶断裂特征 (图 5a), 而晶界析出 η 相的合金, 颈缩非常明显, 断口由韧窝组成 (图 5b)。

2.4 Nb 的影响

可以预想, 若晶界上此类因 η 相析出形成的凸起越多且弥散, 则越不易在晶角产生应力集中, 对合金的高温塑性越有利。

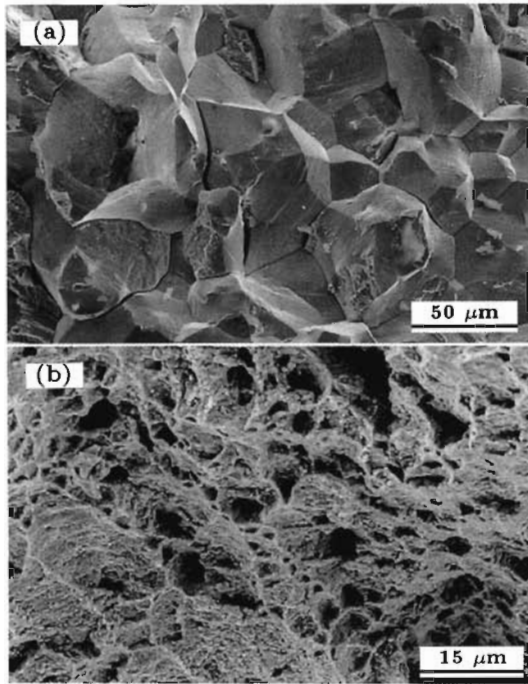


图5 A合金1023 K拉伸断口形貌

Fig.5 Fractographs of A alloy tensioned at 1023 K

- (a) specimen without η phase
(b) specimen containing η phase

由于 η 相由 γ' 相转变而来,而在众多的合金元素中,除Ti和Al外,Nb与Ni可以形成 γ' 相.进入合金中的Nb通过影响合金中 γ'/γ 相界处的能量,使得合金在高温长时间时效转变过程中产生的 η 相的分布和形态发生变化.含1.5%Nb的B合金在1123 K时效36 h后,沿晶界析出的 η 相较A合金多而细小,如图6a所示.这是因为Nb进入 γ' 相后,增大 γ' 相的点阵常数,即增大了基体与析出相之间的点阵错配度,从而使得 γ' 相与基体之间的共格应变能升高,即增加了晶内 $\gamma'/$ 基体相界面处的能量,使得 γ' 相的不稳定性增加,从而 η 相析出的几率增加.Nb含量进一步增至2%以上将导致 η 相在晶内析出.高温拉伸结果表明,B合金在1023 K下的断口(图6b)为韧窝状,延伸率和断面收缩率高达75%以上,证实了弥散的 η 相对合金的高温塑性有利.

3 结论

- (1) η 相相对合金的室温性能影响不大,略降低合金的室温强度和塑性.
- (2) η 相的析出与长大使晶界凸凹不平,阻碍了晶界

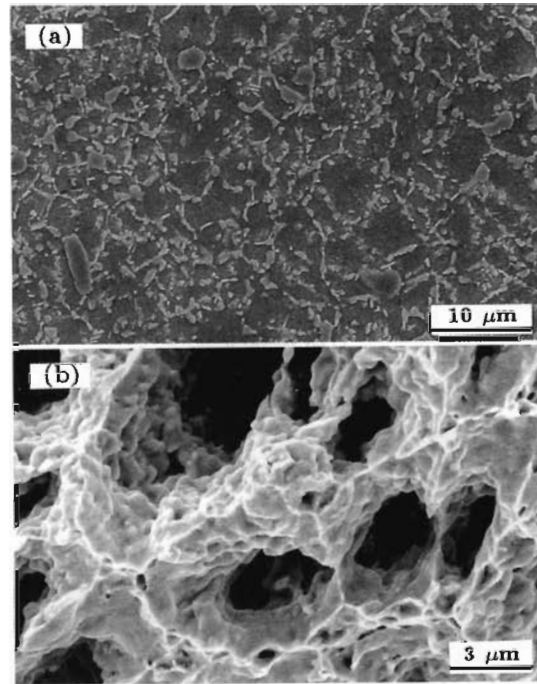


图6 1123 K时效处理36 h后含1.5%Nb的B合金的显微组织和1023 K拉伸断口

Fig.6 Microstructure (a) and 1023 K tensioned fractograph (b) of B alloy aged at 1123 K for 36 h, η phases precipitated at grain boundaries more and fine

滑动,减小在晶角处的应力集中,从而提高了合金的高温塑性.

(3) 通过在合金中添加适量Nb,可以在晶界上析出更为弥散的 η 相,从而使得合金1023 K高温塑性增至75%以上.

参考文献

- [1] Krupp U, Kane W M, Laird C, McMahon C J. *Mater Sci Eng*, 2004; 387-389A: 409
- [2] Sajjadi S A, Nategh S, Isac M, Zebarjad S M. *J Mater Process Technol*, 2004; 155: 1900
- [3] Straumal B B, Ziba P, Gust W. *Int J Inorg Mater*, 2001; 3: 1113
- [4] Gifkins R C. *Int J Fatigue*, 1995; 17: 231
- [5] Zhao S Q, Xie X S, Smith G D, Patel S J. *Mater Sci Eng*, 2003; 355A: 95
- [6] Sullivan C P, Donachie M J. *Met Eng Quarterly*, 1971; Suppl.1-11
- [7] Li X Y, Zhang J, Rong L J, Li Y Y. *Chin J Mater Res*, in press

(李秀艳, 张 建, 戎利建, 李依依. 材料研究学报, 已接收)