第51卷 第3期 2022年 3月

Vol.51, No.3 March 2022

断口附近组织对 GH4080A 合金缺口 持久性能的影响

于 凯,乔峰源,张麦仓 (北京科技大学,北京 100083)

摘 要:以 630 ℃汽轮机紧固件备选合金 GH4080A 合金为研究对象,对美国 Special Metals Company(SMC)和抚顺特钢(FG)冶炼的材料经过标准热处理后分别在不同载荷下进行高温缺口持久试验,并结合光学显微镜(OM)和扫描电镜(SEM)及背散射电子衍射(EBSD)分析,研究合金持久寿命的分散性与持久样品断口附近组织的关联性。结果表明:GH4080A FG 边缘和芯部持久寿命不同的主要原因是两者晶粒大小不同,FG 芯部的晶粒尺寸最大,持久寿命最强。FG 边缘与 SMC 边缘持久寿命不同的主要原因是两者变形机制不同,前者为晶界滑移,后者为晶内变形与晶界变形协调作用。

关键词: GH4080A 合金; 断口附近组织; 缺口持久性能

中图法分类号: TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)03-0953-07

镍基高温合金具有较高的蠕变强度、应力断裂强度和高温抗氧化性能,在航空航天及电力行业应用广泛^[1]。近年来,随着高参数超超临界电站技术的发展,镍基合金结构件成为发电机组的高温热端部件的备选材料。与传统的航空航天用镍基合金不同,电站热端部件用镍基合金构件要求复杂环境下的高温长时服役性能(设计寿命接近10万小时)。对于备选合金,长时高温服役条件下的材料组织性能损伤是目前工程应用领域亟需解决的难题。

目前,针对典型镍基合金,如用于烟气轮机二次发电系统热端部件的 GH4738 合金的研究比较多,并分析了其在接近服役条件下的组织性能演化^[2],而用于超超临界电站的镍基合金主要集中于 GH4783 及用于汽轮机叶片的合金 GH4080A。随着汽轮机热端部件设计参数的提高,汽轮机高温长时服役的紧固件合金引起工程领域的关注。作为一种可服役温度在 630 ℃条件的典型镍基合金,GH4080A 在高温高压下具备优异的高温力学性能、高蠕变强度、高抗腐蚀及抗氧化性能,目前已应用于汽轮机的转子叶片。但是,由于服役工况不同,作为紧固件用备选合金,GH4080A 合金在高温长时及应力松弛条件下的组织性能演化研究较少。加之,实际构件热加工过程中,GH4080A 合金坯料不易获得均匀的微观结构,从而会引起局部区域性能不稳定,最终导致汽轮机工

作可靠性的降低^[3]。针对镍基合金,大量的研究集中于合金冶炼、热加工过程组织演化及传统组织性能分析^[4-8],对长时服役条件下的组织性能演化及损伤研究较少。

本研究以 630 ℃汽轮机紧固件备选合金 GH4080A 为研究对象,分别委托美国 Special Metals Company 和抚顺特钢冶炼、均匀化及锻造直径 110 mm 棒坯各 500 kg。在棒材上取样并进行标准热处理并进行高温缺口持久试验。进而,结合光学金相、扫描电镜及背散射电子衍射(EBSD)分析,研究 GH4080A 合金的断裂机理及GH4080A 缺口持久寿命分散性的影响因素,研究结果可为该合金的实际服役使用提供参考。

1 实验

实验材料为 GH4080A 合金,分别由美国 Special Metals Company (SMC)和抚顺特钢(FG)生产。SMC 生产的 GH4080A 合金材料冶炼工艺为真空感应+电渣重熔,FG 的为真空感应+真空自耗,随后都经过开坯、锻造成110 mm 的棒坯,其化学成分如表 1 所示。对 SMC 和 FG 生产的 GH4080A 合金材料均进行相同的热处理工艺,热处理工艺为: (固溶处理)1060 \mathbb{C} /8 h,空冷+(稳定化处理)845 \mathbb{C} /24 h,空冷+(时效处理)700 \mathbb{C} /16 h,空冷。

为了研究近断口端组织对 GH4080A 合金棒材持久性能的影响,在 SMC 和 FG 生产的 GH4080A 合金棒材

收稿日期: 2021-03-15

基金项目: 国家自然科学基金(51971016)

作者简介:于 凯,男,1996 年生,硕士,北京科技大学材料科学与工程学院,北京 100083,电话: 010-62332884, E-mail: s20190400@xs.ustb.edu.cn

表 1 GH4080A 化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4080A (ω/%)

Steel	Cr	Ti	Al	Fe	Si	Mn	Cu	C	N	Ni
SMC	19.76	2.43	1.42	0.55	0.06	0.062	0.03	0.065	0.0037	Bal.
FG	19.68	2.27	1.5	0.18	0.027	0.013	< 0.005	0.051	0.003	Bal.

边缘和芯部处取样并进行一系列的试验。缺口持久样品按 GB/T2039-2012 金属材料单轴拉伸蠕变试验方法标准加工,对 SMC 和 FG 的 GH4080A 合金进行试验温度为630 $^{\circ}$ C,初始载荷分别为 425 和 545 MPa 下的高温缺口持久试验,GH4080A 合金在 630 $^{\circ}$ C不同载荷条件下缺口持久试验结果见图 1。

对于断裂后的缺口持久试样,先采用线切割方法从断口表面以里 10 mm 切取圆柱样,使用 ZEISS SUPRA55 场发射扫描电镜观察断口的表面特征。然后将断口试样沿轴向一分为二,对其中一半切面进行磨抛、侵蚀,采用 DMR 型光学显微镜进行晶粒组织观察;对于另一半切面,机械研磨后进行电抛,用于 EBSD 观察。之后切取夹持端 10 mm 的圆柱样并进行磨抛、侵蚀以观察其热处理态的原始径向光学组织。采用三圆截线法统计断口附近及夹持部位的晶粒度和晶粒尺寸。

2 结果与讨论

2.1 晶粒分布对 GH4080A 合金缺口持久性能的影响

图 2 为 FG 和 SMC 公司生产的 GH4080A 合金棒材 经标准热处理后的晶粒组织。表 2 为由三圆截线法统计

的 GH4080A 合金的晶粒度和晶粒尺寸。从表 2 中可见,FG和 SMC的 GH4080A 合金材料晶粒度在 2.7~4.9之间,晶粒尺寸在 66.4~139 μ m 之间。FG 和 SMC 的 GH4080A 合金材料的边缘和芯部晶粒尺寸不同,芯部的晶粒尺寸要大于边缘,FG 的晶粒尺寸比 SMC 的大。FG 芯部的晶粒尺寸最大,约有 $139~\mu$ m。

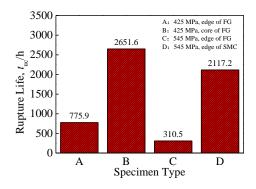


图 1 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺口持久试验结果 Fig.1 Results of GH4080A alloy notch stress rupture tests at 630 ℃ under different loads

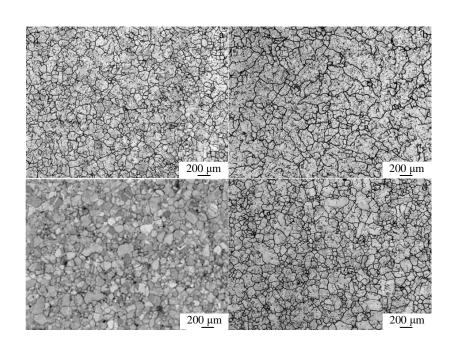


图 2 GH4080A 合金棒材标准热处理后的晶粒组织

Fig.2 Grain microstructures of GH4080A alloy bar after standard heat treatment: (a) edge of FG; (b) core of FG; (c) edge of SMC; (d) core of SMC

表 2 GH4080A 合金的晶粒度及晶粒尺寸

Table 2 Grain size (ASTM) and grain size of GH4080A alloy

Sanaiman tuma	Edge of	Core of	Edge of	Core of	
Specimen type	FG	FG	SMC	SMC	
Grain size (ASTM)	4	2.7	4.9	4.1	
Grain size/μm	90.4	139	66.4	87	

晶粒大小对力学性能有重要影响,一般认为,高温 合金的持久断裂时间随晶粒尺寸的增大而提高, 大晶粒 材料一般有较高的持久强度与蠕变强度,小晶粒材料却 表现出较高的抗拉强度与疲劳强度[9]。原因在于高温状 态下, 晶界是薄弱部位, 当晶粒尺寸增大时, 晶界面积 减少,削减了持久裂纹沿晶扩展的通道;而在细晶样品 中,由于增加了阻碍位错运动的晶界数量,变形抗力增 大,相互协调困难,需要更多的滑移系开动,使整个试 样晶界处应变集中很明显,从而降低了合金的持久性能, 但具有粗大晶粒的合金, 其晶界处塑性变形的不均匀性 会减小。GH4080A 合金经热处理后在 630 ℃/425 MPa 条件下,FG 生产的棒材芯部的晶粒尺寸要大于其边缘, 所以 FG 芯部试样的缺口持久寿命比边缘的时间长; 在 630 ℃/545 MPa 条件下, SMC 边缘试样的晶粒尺寸比 FG 边缘试样的晶粒尺寸小,但 SMC 边缘试样缺口持久 寿命远大于 FG 边缘试样。两者持久寿命不同有可能是 由于在持久载荷下多晶体变形时需要满足各晶粒间的应 力协调, 而两者晶粒大小不同, 取向变化也存在差异, 变形协调性也不同,从而导致持久寿命不同。

2.2 断口形貌及纵剖组织

图 3 为 GH4080A 合金在 630 ℃不同应力条件下的 缺口持久断裂形貌, 630 ℃/425 MPa 条件下, FG 试样的 边缘部分的断口呈现沿晶脆性断裂特征,断裂平面上产生 滑移带,而 FG 试样的芯部部分的断口形成大量韧窝,呈 现韧性断裂特征; $630 \, ^{\circ} C/545 \, MPa \, 条件下, FG 试样的边缘部分的断口呈现沿晶脆性断裂特征,同时存在少量 韧窝,表明 FG 试样的边缘部分在 <math>630 \, ^{\circ} C/545 \, MPa$ 下的晶界强度低于晶粒内部强度。而 SMC 试样的边缘部分的断口形成大量韧窝,呈现韧性断裂特征。

4 种试样缺口持久断裂基本上均为冰糖状的沿晶断裂方式,同时断面上还有浅浅的韧窝;545 MPa 下的"冰糖状"断口形貌比425 MPa 的更加明显,能看到完整的晶粒,间接说明应力增加会加大材料的缺口敏感性。

图 4 为 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺口持久断口附近纵剖面微观组织,在缺口持久试样的断口纵剖面组织中能够发现,在 545 MPa 下,缺口持久试样的沿晶裂纹比 425 MPa 下明显要多,并且 545 MPa 下FG GH4080A 合金缺口持久试样的沿晶裂纹多于 SMC。这表明,试样在同一温度不同应力条件下进行持久试验,应力增加会导致晶界对裂纹扩展的敏感性增加。由图 1可见,在 630 ℃/545 MPa 的持久条件下,SMC 边缘试样的持久寿命为 2117.2 h,比 FG 边缘试样的持久寿命高出近 6 倍。在 630 ℃/425 MPa 的持久条件下,FG 芯部的持久寿命为 2651.6 h,比 FG 边缘试样的持久寿命高出近 3 倍。同一温度下,试样的持久寿命随着给定条件应力的升高而降低。

2.3 断口附近晶界特征对缺口持久性能的影响

2.3.1 晶粒取向演化

图 5 为 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺口 持久断口附近纵截面组织的晶粒取向。630 ℃/425 MPa 条件下,在 FG 边缘和芯部持久试样的晶粒取向图

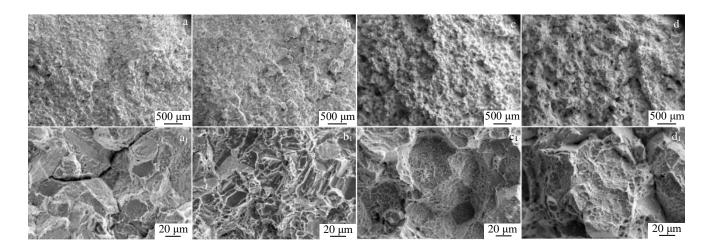


图 3 GH4080A 合金在 630 ℃不同应力条件下的缺口持久断裂形貌

Fig.3 Fracture morphologies of GH4080A alloy notch stress rupture tested specimens at 630 °C under different loads: (a, a₁) 425 MPa, edge of FG; (b, b₁) 425 MPa, core of FG; (c, c₁) 545 MPa, edge of FG; (d, d₁) 545 MPa, edge of SMC

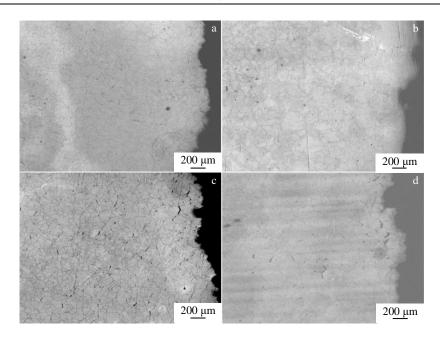


图 4 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺口持久断口附近纵剖面微观组织

Fig.4 Longitudinal section microstructures of GH4080A alloy notch stress rupture tested specimens under different loads at 630 °C near fracture zone: (a) 425 MPa, edge of FG; (b) 425 MPa, core of FG; (c) 545 MPa, edge of FG; (d) 545 MPa, edge of SMC

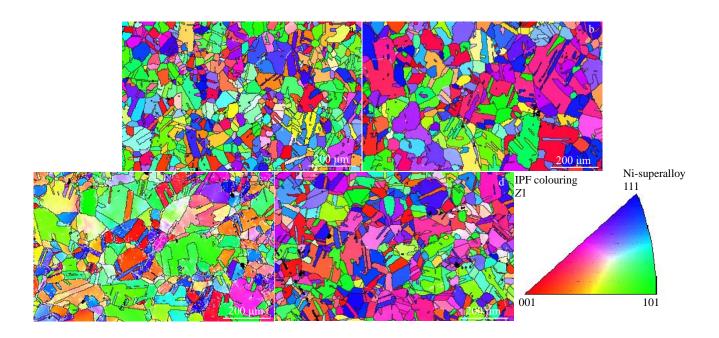


图 5 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺口持久断口附近纵截面组织的晶粒取向

Fig.5 Grain orientation distributions of longitudinal section of GH4080A alloy notch stress rupture tested specimens at 630 °C under different loads: (a) 425 MPa, edge of FG; (b) 425 MPa, core of FG; (c) 545 MPa, edge of FG; (d) 545 MPa, edge of SMC

中能够发现,两者晶粒基本呈等轴状,无大变形晶粒,并且取向均匀,未观察到晶粒的择优取向,但 FG 芯部持久试样的晶粒比 FG 边缘持久试样的大; 630 ℃/545 MPa 条件下,FG 边缘持久试样的晶粒沿着变形方向明显被拉长,发生明显的塑性变形,并且晶粒取向趋于<101>;

SMC 边缘的持久试样的晶粒基本呈等轴状, 无大变形晶粒, 并且取向均匀。相对于 FG 边缘试样, SMC 边缘试样中的<111>取向更多。

根据材料科学基础,<101>取向具有 4 个等价的 {111}<110>滑移系,滑移系较少其变形协调能力较低,

所以持久寿命短。<111>取向具有6个等价的{111}<110>滑移系,滑移系数目居中使其变形协调较好,且各滑移系间的位错交截几率高,可形成位错网,具有较强的形变阻力。以上两方面使该取向同时具有高的持久寿命和较好的持久塑性^[10],所以在相同持久加载条件下,SMC边缘的持久寿命高于 FG 边缘试样。

2.3.2 晶界占比

通常通过利用重合位置点阵(coincidence site lattice, CSL)模型来描述两侧晶粒之间的取向关系。若将 2 个无限延伸,具有相同点阵结构晶体中的一个,相对于另一个晶体绕某一低指数的晶轴旋转某特定的角度后,这 2 个晶体点阵中的某些阵点位置会有规则地重合起来。这些重合位置的阵点在空间将构成三维空间的超点阵,称为重位点阵。在 CSL 模型中退火孪晶与母体晶粒之间就存在 Σ 3 取向关系,所以称之为 Σ 3 晶体(Σ 就是重合位置密度,它表示在 CSL 模型中重合的点阵位置数与总共的点阵位置数比值的倒数, Σ 值越小重合点阵位置就越多)[11]。共格孪晶界有着十分低的晶界自由体积及自由能,因此具有优良的性能。

图 6 为 GH4080A 合金在 630 °C不同载荷条件下缺口持久断口附近的晶界特征。黑线为大角度晶界,白线为小角度晶界,红线为孪晶界。630 °C/425 MPa 条件下,FG 芯部的孪晶界占 70.4%,FG 边缘的孪晶界占 64.8%,已有成熟理论将 CSL 晶界中的 Σ 3~29 为储能较低的特殊晶界,而将 Σ >29 的 CSL 晶界视为随机晶界,与普通大角

度晶界均具有较高的能量。研究表明,对于随机的、非 CSL 大角度晶界决定了材料局部晶间腐蚀的抗力。同理,从能量的角度来看,碳化物和强化相更倾向于在高能量的晶界上形成,CSL 晶界尤其是 Σ 值越小的 CSL 晶界相对于随机大角度晶界能量低,不易于析出相的形核,裂纹更易于在材料中存在的少量随机大角度晶界或者 Σ 值较大的 CSL 晶界上形核并引起开裂^[12],故而 FG 芯部的缺口寿命比较长;630 $\mathbb{C}/545$ MPa 条件下,FG 边缘试样小角度晶界占 2.0%,孪晶界占 69.8%。 SMC 边缘试样小角度晶界占 22.1%,孪晶界占 52.5%,虽然 SMC 的孪晶界占比少于 FG 边缘,但 SMC 小角度晶界占比远大于FG 边缘。

晶内大角度晶界比例高时,晶内局部应力场变化越剧烈,再加上较大角度取向改变处原子排列的相位差较大,原子匹配性较差,变形协调较难,使晶内取向差较大处很容易出现裂纹而显著降低合金的持久寿命。晶内小角度晶界的比例越高时,则表现出较高的持久寿命,这是因为小角度晶界在变形时,也会出现位错塞积现象,这样晶界内外的协同变形对持久过程起到一定的缓冲作用。图 7 为多晶合金的高温持久变形示意图,包括晶内变形和晶界变形。多晶体在发生变形时主要以晶界滑移为主,但在 630 ℃/545 MPa 条件下变形时,SMC边缘试样晶内形成胞状亚结构,对应于此时中存在的小角度晶界,晶界内外二者之间的协调变形导致其持久性能比 FG 边缘的试样在同等条件下试验的寿命更长。

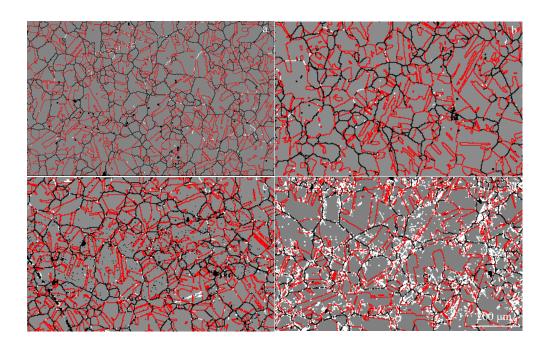


图 6 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺口持久断口附近的晶界特征

Fig.6 Grain boundary characteristics of GH4080A alloy notch stress rupture tested specimens at 630 °C under different loads near fracture zone: (a) 425 MPa, edge of FG; (b) 425 MPa, core of FG; (c) 545 MPa, edge of FG; (d) 545 MPa, edge of SMC

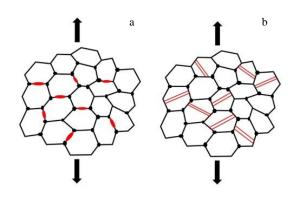


图 7 高温持久变形示意图

Fig.7 Schematic diagrams of stress rupture deformation at high temperature: (a) grain boundary slip and (b) intracrystalline plastic deformation

2.3.3 局部取向差

位错会导致晶格畸变,其随位错的增加而增大,畸变的累积会导致材料内部发生变形,变形会使材料局部出现小角度的取向变化,从而形成位错墙、显微带甚至亚晶界等亚结构^[13]。因此在塑性变形显著的情况下,可以依据材料内局部取向差变化反映位错密度的大小。局部取向差是指 EBSD 面扫描数据中每个晶粒内部任一数据点与相邻数据点之间的取向差。利用局域取向差可以研究塑性变形金属中晶粒内部的取向变化,尽管不能直

接测量位错密度,但可以通过取向变化来衡量位错密度的相对大小。

图 8 为 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺 口持久断口附近的局部取向差分布。核心平均取向差 (KAM) 值可以定量反应材料应变硬化的程度,通常 用来描述晶界处的应变集中情况[14]。其中,不同的颜 色深度表示不同程度的应变集中,反应了各个区域的变 形能力。从图 8a、8b 中看出,630 ℃/425 MPa 条件下, FG 边缘与 FG 芯部的塑性变形都集中在晶界处,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,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[15],所以在相同持 久载荷条件下,FG 芯部的缺口持久寿命大于FG 边缘的 缺口持久寿命; 从图 8c、8d 可以看出 630 ℃/545 MPa 条件下, SMC 边缘应变主要集中于晶内, 晶界也有一 些,而FG边缘应变主要集中于晶界上。当大部分应变 集中位于晶内,说明此时断口附近塑性变形主要集中于 晶粒内部滑移带上,变形有充足时间进行协调且缓慢进 行; 当应变主要集中于晶界, 应变集中明显, 进而宏观 变形协调性优异但大范围的应变集中导致应力场变化 剧烈[16],极其容易出现裂纹而显著降低合金的持久寿 命。所以在相同持久载荷条件下, SMC 边缘的缺口持 久寿命大于 FG 边缘的缺口持久寿命。

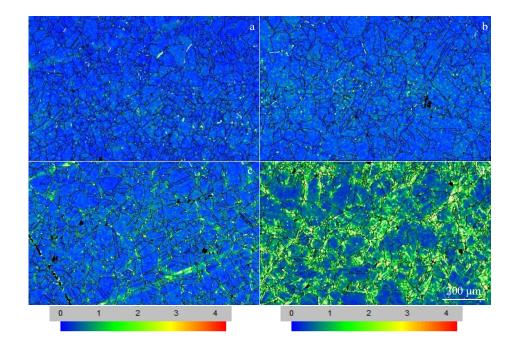


图 8 GH4080A 合金在 630 ℃不同载荷条件下缺口持久断口附近的局部取向差分布

Fig. 8 Grain boundary misorientation distribution for GH4080A alloy notch stress rupture tested specimens under different loads at 630 °C: (a) 425 MPa, edge of FG; (b) 425 MPa, core of FG; (c) 545 MPa, edge of FG; (d) 545 MPa, edge of SMC

3 结 论

- 1) 630 ℃/425 MPa 条件下, FG 边缘和芯部蠕变变形为晶界滑移, 导致 FG 边缘和芯部缺口持久寿命不同的主要原因是晶粒大小不同, FG 芯部的晶粒尺寸的最大, 持久寿命最强。
- 2) 630 ℃/545 MPa 条件下, FG 边缘蠕变变形为晶界滑移, SMC 边缘晶内变形与晶界变形共同协调作用, 导致 FG 边缘与 SMC 边缘缺口寿命不同的主要原因是 SMC 边缘内存在许多位错, 引起位错塞积, 引发晶界软化; 而 FG 位错比较少, 应力集中于晶界, 引发裂纹。

参考文献 References

- [1] Cheng Z Y, Yang S F, Li J S et al. Metals (Basel)[J], 2014, 11(6): 1024
- [2] Jiang He(江 河), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1211
- [3] Zhao Baoda(赵宝达), Zhang Qi(张 琪), Zhang Maicang(张麦仓).

 Journal of Material Heat Treatment(材料热处理学报)[J], 2020, 41(1): 102
- [4] Chen Z Y, Yang S F, Li J S et al. Materials[J], 2018, 11(6): 1024
- [5] Phaniraj M P, Prasad M J N V, Chokshi A H. Materials Science & Engineering A[J], 2006, 463(1): 231
- [6] Wen D X, Lin Y C, Li H B et al. Materials Science & Engineering A[J], 2014, 591: 183

- [7] Sajjadi S A, Chaichi A, Ezatpour H R et al. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2016, 25(4): 1269
- [8] Gopinath K, Gogia A K, Kamat S V et al. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2008, 39(10): 2340
- [9] Huang Qianyao(黄乾尧). *Superalloy*(高温合金)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000: 39
- [10] Liu Jinlai(刘金来), Jin Tao(金 涛), Zhang Jinghua(张静华) et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J], 2001, 37(12): 1233
- [11] Xia Shuang(夏 爽), Li Hui(李 慧), Zhou Bangxin(周邦新) *et al. Chinese Journal of Nature*(自然杂志)[J], 2010, 32(2): 36
- [12] Xia Shuang(夏 爽), Zhou Bangxin(周邦新), Chen Wenjue(陈文 觉). *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*(电子显微学报)[J], 2008, 27(6): 461
- [13] Meng Yang(孟 杨), Ren Qun(任 群), Ju Xinhua(鞠新华).

 Journal of Material Heat Treatment(材料热处理学报)[J], 2014, 35(11): 122
- [14] Feng Ce(冯 策), Li Defu(李德富), Guo Shengli(郭胜利) *et al.***Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(12): 3128
- [15] Du Beining(都贝宁), Yang Jinxia(杨金侠), Cui Chuanyong(崔传勇) et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J], 2014, 50(11): 1384
- [16] Cao Liang(曹 亮), Zhou Yizhou(周亦胄), Jin Tao(金 涛) et al.

 Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J], 2014, 50(1): 11

Effects of Microstructure Near Fracture Zone on Notch Stress Rupture Properties of GH4080A Alloy

Yu Kai, Qiao Fengyuan, Zhang Maicang (University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: Taking GH4080A alloy as an alternative alloy for fastener application the steam turbine running at the temperature near 630 °C high-temperature notch stress rupture tests under different loads were carried out on the standard heat treated materials which were melted from Special Metals Corporation (SMC) and Fushun Special Metal Company (FG). Then, the relationship between characteristics of microstructure near facture zone and the dispersivity of rupture life was investigated by OM, SEM and EBSD analysis. The results show that the difference of rupture life for specimens melted from FG is mainly due to the different grain size distribution at edge and at the center of the billet bar. The grain size of the core parts of FG is the largest and the rupture life is the strongest. The reason for the difference of rupture life for specimens at the billet bar edge melted from FG and SMC is the different deformation mechanisms under rupture loads. Grain boundary sliding is the dominant deformation for specimens melted from SMC is the coordination between grain boundary sliding and intracrystalline plastic deformation.

Key words: GH4080A alloy; microstructure near facture zone; notch stress rupture property

Corresponding author: Zhang Maicang, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P. R. China, Tel: 0086-10-62332884, E-mail: mczhang@ustb.edu.cn