

析出相对 GH4141 合金蠕变持久断裂行为的作用机制

张 昭^{1,2}, 冯 旭³, 郭续龙⁴, 张维维⁴, 王楷萌^{1,2}, 信瑞山^{1,2},
裴丙红³, 肖东平⁴, 周 扬⁴

(1. 鞍钢集团北京研究院有限公司, 北京 102200; 2. 海洋装备用金属材料及其应用国家重点实验室, 辽宁 鞍山 114009; 3. 攀钢集团江油长城特殊钢有限公司, 四川 江油 621704; 4. 成都先进金属材料产业技术研究院股份有限公司, 四川 成都 610303)

摘 要:研究了析出相与 GH4141 合金蠕变持久断裂行为的交互作用, 涉及蠕变裂纹萌生和扩展。表征手段采用二次电子和电子背散射衍射技术, 重点关注了析出相(包括 MC、M₆C、M₂₃C₆ 型碳化物和 γ' 弥散强化相)、孔隙和晶界裂纹, 同时分析了晶粒塑性变形和强化机制。孔隙主要发生在晶界与 M₆C 和 M₂₃C₆ 碳化物的界面处, 相邻孔隙聚合形成链状形貌, 裂纹生长加剧了其前端区域的塑性变形。晶粒内部强化涉及 γ' 析出相对位错运动的抑制, 由于应变激活多个滑移系统, 加快了位错塞积和缠结现象, 起到强化晶粒的效果。

关键词:GH4141 合金; 蠕变持久; 析出相; 裂纹扩展; 析出强化

中图分类号: TG132.3, TG115 文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2024)04-0123-06

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2024.04.017

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



听
语
音
与
作
者
互
动
聊
科
研

Effect of precipitates on the creep rupture behavior of GH4141 superalloy

Zhang Zhao^{1,2}, Feng Xu³, Guo Xulong⁴, Zhang Weiwei⁴, Wang Kaimeng^{1,2}, Xin Ruishan^{1,2},
Pei Binghong³, Xiao Dongping⁴, Zhou Yang⁴

(1. Ansteel Beijing Research Institute Co., Ltd., Beijing 102200, China; 2. State Key Laboratory of Metallic Materials for Marine Equipment and Application, Anshan 114009, Liaoning, China; 3. Pangang Group Jiangyou Changcheng Special Steels Co., Ltd., Jiangyou 621704, Sichuan, China; 4. Chengdu Advanced Metallic Materials Industrial Technology Institute Co., Ltd., Chengdu 610303, Sichuan, China)

Abstract: This study focused on the effect of precipitates on the creep rupture behavior of GH4141 superalloy, involving creep crack initiation and propagation. Microstructures including carbides, γ' precipitate hardening phase, void and intergranular crack were characterized by SE and EBSD. Meanwhile, plastic deformation and hardening mechanisms for crystal grains were analyzed. Voids occurred at the interfaces of grain boundary and carbides. Voids coalescence with wavy morphology were observed. The increase in crack length enhanced plastic deformation degree in front of the crack tip. The crystal grain strengthening was caused by the suppression of dislocation motion resulting from γ' pinning effect. Due to the activation of multiple glide systems, dislocation piled up and tangled to enable crystal grain strengthening.

Key words: GH4141 superalloy, creep rupture, precipitate, crack propagation, precipitates hardening

收稿日期: 2023-06-01

作者简介: 张昭, 1987 年出生, 男, 北京人, 博士, 主要从事合金断裂失效机理方向的研究, E-mail: zhangzhao2084@163.com。

0 引言

高温合金具有良好的力学性能和抗氧化性能,被广泛应用于航空航天热端部件。随着航空航天产业的飞速发展,要求航空发动机的转子高速旋转,输出更大的推力,因此要求热端部件具有较强的耐高温能力。新一代变形高温合金 GH4141 可以用来制作 870 ℃ 以下要求高强度、980 ℃ 以下要求抗氧化性能的部件,比广泛应用的 Inconel 718 合金的许用温度高出至少 200 ℃。GH4141 合金析出相包含 MC、 M_6C 、 $M_{23}C_6$ 三种类型碳化物和 γ' 弥散强化相。GH4141 时效处理促进固溶元素 Cr 在晶界偏析,降低晶粒内部强度,从而晶界析出了富含 Cr 的 $M_{23}C_6$ ^[1],同时晶粒内部析出的 γ' 强化相弥补了固溶元素 Cr 含量减少而造成的弊端。蠕变持久性能是高温合金重要的服役指标之一,长期高温导致微观组织退化,涉及析出相的形态、分布、相变,例如 Inconel 718 含有 laves、 δ 、NbC、 γ' 和 γ'' , 650 ~ 750 ℃ 温度范围内的力学测试结果显示, δ 和 γ' 随着温度升高而粗化,并且 δ 相密度增加是降力学性能的因素之一^[2],因此,通过热处理工艺优化 δ 相形态和密度可以有效改善蠕变持久性能^[3-4]。相变方面,大尺寸 MC 型碳化物转变为 M_6C 或 $M_{23}C_6$ 。此外,有报道显示 Waspaloy 合金长期暴露在 780 ℃ 高温下, γ' 强化相的粗化行为一方面是通过该析出相之间的相

互结合,另一方面是以细小 MC 型碳化物(<1 μm) 为核心而逐渐长大^[5],进而加快蠕变失效速率。笔者聚焦于 GH4141 析出相关联的蠕变持久断裂行为研究,明确析出相与裂纹源和扩展的作用机制,为优化 GH4141 合金的蠕变持久性能提供参考。

1 试验方法

试验所用的 GH4141 合金化学成分构成如表 1 所示,采用工业级真空感应和真空自耗双联冶炼工艺制备合金铸锭,经过多段式高温均匀化热处理改善元素偏析,并且消除枝晶组织,促进析出相回溶于基体。最终通过锻造获得 $\varnothing 250\text{ mm}$ 棒材。试样坯料取自锻棒横向 1/2 半径附近。热处理调控微观组织实现合金强韧化,首先采取 1 080 ℃ 固溶,保温 1 h 后迅速水冷获得较少碳化物的均匀的奥氏体基体组织,随后对其进行 760 ℃ 时效处理,保温 1 h 后室温冷却,此时奥氏体基体中弥散分布着 γ' 强化相。将材料加工成带有直径为 6.4 mm 缺口结构的蠕变持久试样,按照标准 AMS 5 713 开展 732 ℃/603 MPa 的持久试验。试验完成后,将夹持端从本体上切割取下,采用扫描电镜背散射(BSE)模式表征合金微观组织,二次电子(SE)模式观察试样断口形貌,能谱仪鉴别碳化物类型。基于电子背散射衍射(EBSD)成像技术,扫描条件为加速电压 20 kV 和电子束步长 40 nm,开展断口附近的微观组织分析研究。

表 1 GH4141 合金化学成分
Table 1 Chemical composition of GH4141 superalloy

C	Cr	Al	Ti	Co	Mo	B	Mn	Si	S	Fe	Ni
0.06 ~ 0.12	18 ~ 20	1.4 ~ 1.8	3 ~ 3.5	10 ~ 12	9 ~ 10.5	0.003 ~ 0.01	<0.1	<0.5	<0.015	<5.0	Bal.

2 试验结果

2.1 微观组织构成

图 1 显示了蠕变持久试验前后的微观组织均包含 MC、 M_6C 、 $M_{23}C_6$ 三种类型碳化物,背散射技术成像模式下,MC 显现出暗色,形貌不规则,相比之下,亮白色的 M_6C 表现为两种形态,一种呈现尺寸较大的椭圆形,另一种为细小的颗粒状,并且与 $M_{23}C_6$ 共同分布在晶界区域。此外,暴露在 39 h 高温环境下的颗粒状 $M_6C+M_{23}C_6$ 在晶界上大量析出,并且粗化,形成链状形貌。

2.2 断口表征

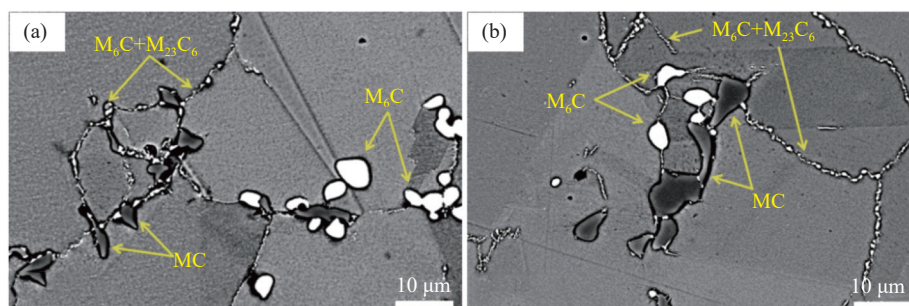
经过 39 h 的蠕变持久试验,732 ℃ 高温造成试样断口边缘发生一定程度的氧化现象,呈现出深色,与断口内部颜色的对比度格外明显(图 2(a))。局部区域呈现滑移剪切导致的穿晶断裂模式,断裂面相对其它形貌平整(图 2(b)),同时滑移带痕迹说明塑性应变触发多个滑移系统并且形成网格状形貌(图 2(c))。与穿晶断裂模式(图 2(d)中标记的 4 和 5 号晶粒)形成对比明显的沿晶开裂模式,表现出多个晶粒面的特点(图 2(d)中标记的 1 ~ 3 号晶粒),具有一定的典型性。进一步放大穿晶断裂面,其不仅具有滑

移带痕迹, 而且表面布满细小韧窝形貌, 反应了穿晶断裂具有良好韧性(图 2(e))。局部位置裸露出 MC 型碳化物, 黄色曲线表示其关联的韧窝形貌(图 2(d))。

2.3 微裂纹表征

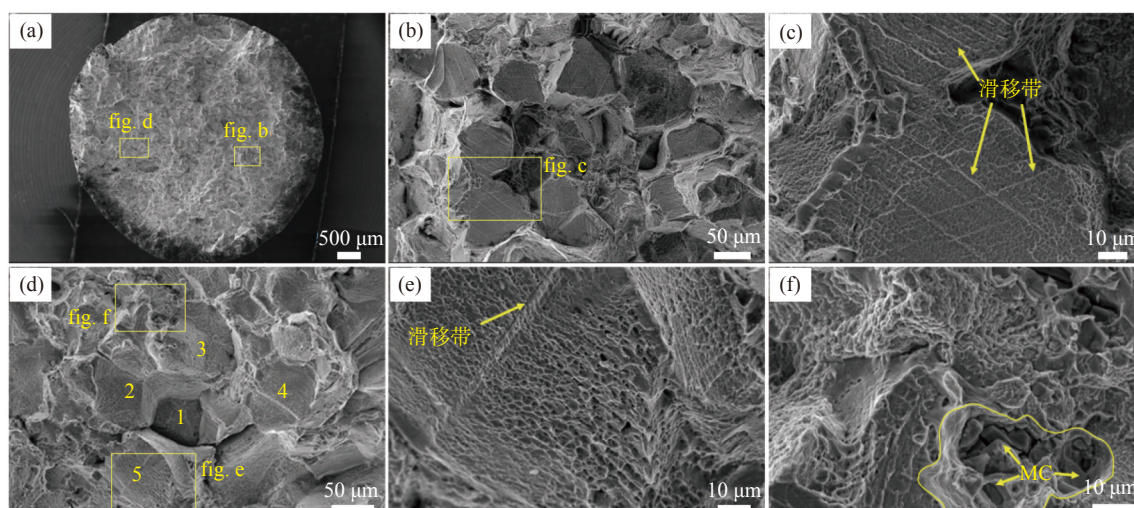
图 3 显示了 M_6C 与基体之间形成了尺寸近似

$0.5\ \mu\text{m}$ 的空隙, 然而尺寸较大的 MC 碳化物周围未发现空隙。碳化物之间形成了非连续性分布, 其中细小碳化物颗粒与 γ' 强化相尺寸相当(近似 $158\ \text{nm}$), 该尺寸的 M_6C 和 $M_{23}C_6$ 碳化物对位错运动均有抑制作用^[6-7]。



(a) 蠕变持久试验前; (b) 蠕变持久试验 39 h 后

图 1 背散射成像下的 GH4141 合金微观组织
Fig. 1 BSE images of microstructures in GH4141



(a) 断口全局形貌; (b) 剪切滑移导致的穿晶断裂形貌; (c) 不同方向的滑移带; (d) 沿晶断裂形貌(图中标记 1~3 所示)和穿晶断裂形貌(图中标记 4 和 5); (e) 伴有滑移带和密集韧窝的穿晶断裂面; (f) 嵌入在韧窝(黄色曲线区域)内部的 MC 型碳化物

图 2 蠕变持久 39 h 后断口形貌及局部放大

Fig. 2 Fracture morphology and local magnified images after 39 h creep tests

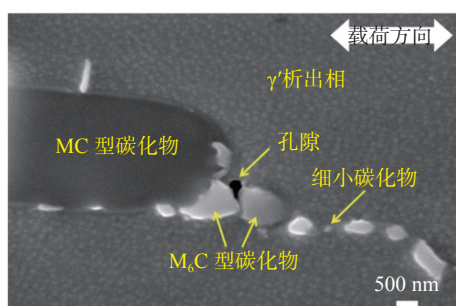


图 3 断口附近微观组织表征

Fig. 3 Microstructure near the fracture region

图 4 为蠕变持久试验中发生的沿晶开裂现象, 二次电子图像及其对应的能谱分析结果显示, 晶界区域和裂纹中间区域聚集的碳化物主要是富含 Mo 元素的 M_6C 型, 局部区域呈现含 Ti 元素 MC 型, 和富含 Cr 元素的 $M_{23}C_6$ 型(能谱分析结果中黄色区域所示)。为了进一步考察碳化物与裂纹的关系, 二次电子图像经过 45° 倾角和 30° 转角调整, 中间聚集的 $M_6C+M_{23}C_6$ 型碳化物集群所在表面与试样观察表面形成一定角度(图 4(b)), 该现象说明微观组织开裂沿着碳化物分布面扩展, 同时形成了韧窝形貌(图 4(c))。

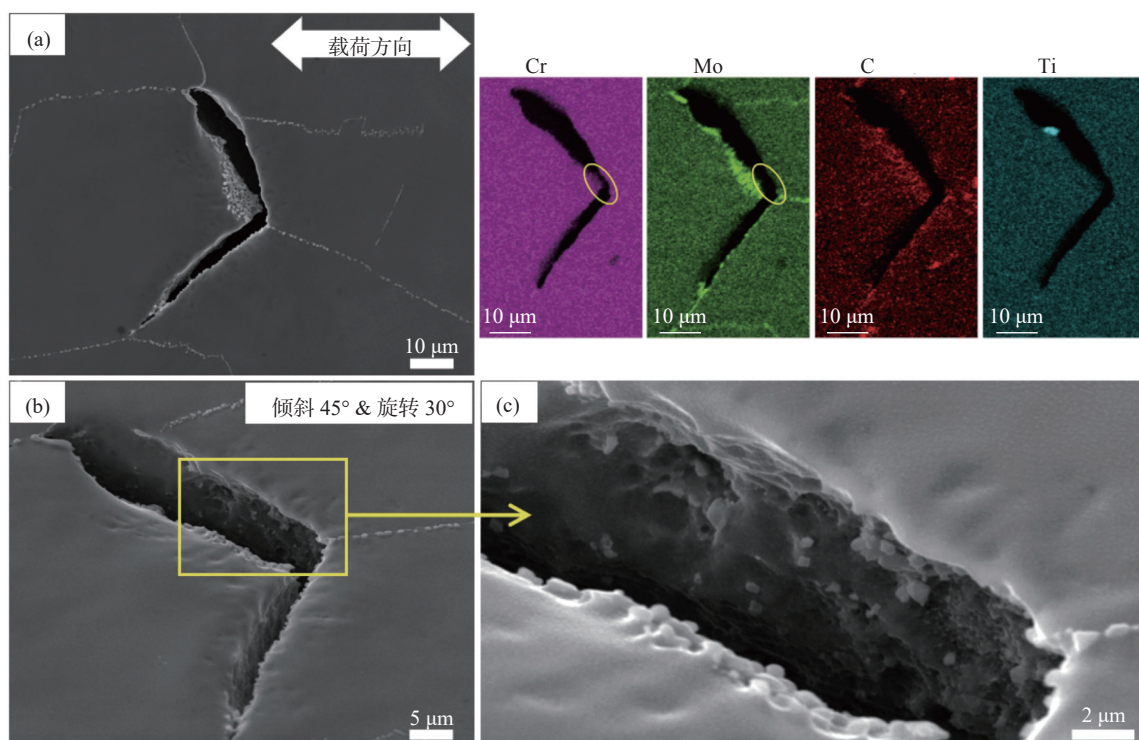


图 4 (a) 沿晶微裂纹及其周边碳化物; (b) 不同视角下的微裂纹及其 (c) 断裂面局部放大

Fig. 4 (a) Intergranular small cracks and the surrounding carbides, (b) the same crack observation in different view and (c) the magnified image of fracture surface

图 5(a) 呈现了蠕变过程中的微孔聚合现象, 微孔衔接区域表现为涟漪形貌; 图片右侧存在一条沿晶裂纹, 该裂纹左侧明显分布着碳化物颗粒。局部位置(图 5(c) 所示)放大后发现, 损伤可以发生在碳化物之间, 也可以发生在碳化物同侧。此外, 一些碳化物发生解理开裂, 其裂纹扩展方向与载荷方向大致为 45° 角, 该现象的主要原因是碳化物所在晶界方向与最大剪切力方向大致相同(图 5(c))。图 5(a) 对应的 EBSD 菊池带衬度图显示出清晰的滑移带, 以及部分晶粒在应变作用下发生扭曲变形, 特别是靠近晶界区域(图 5(d)), 并且对应的 KAM 图也显示了应变量较大区域集中在晶界和滑移带周围(图 5(e)), 导致这些区域出现了明显的晶体取向差异(图 5(f))。

3 分析与讨论

3.1 蠕变裂纹萌生与扩展行为

基于 SE 和 EBSD 成像结果, 虽然晶界处碳化物与基体之间未出现孔隙和裂纹, 但是这些区域塑性应变程度较大, 为蠕变裂纹的萌生提供了条件(图 5(a) 和 5(d))。由于碳化物与基体之间存在应变不一致的情况, 二者界面形成孔隙并且逐渐形成

沿晶微裂纹。相邻孔隙的扩大行为导致孔隙聚合, 造成涟漪形貌(图 5(a))。伴随着蠕变裂纹生长, 裂纹前端塑性区域扩大, 加剧了其范围内晶粒扭转程度, 并且促进新的孔隙产生(图 5(a) 和 5(e))。

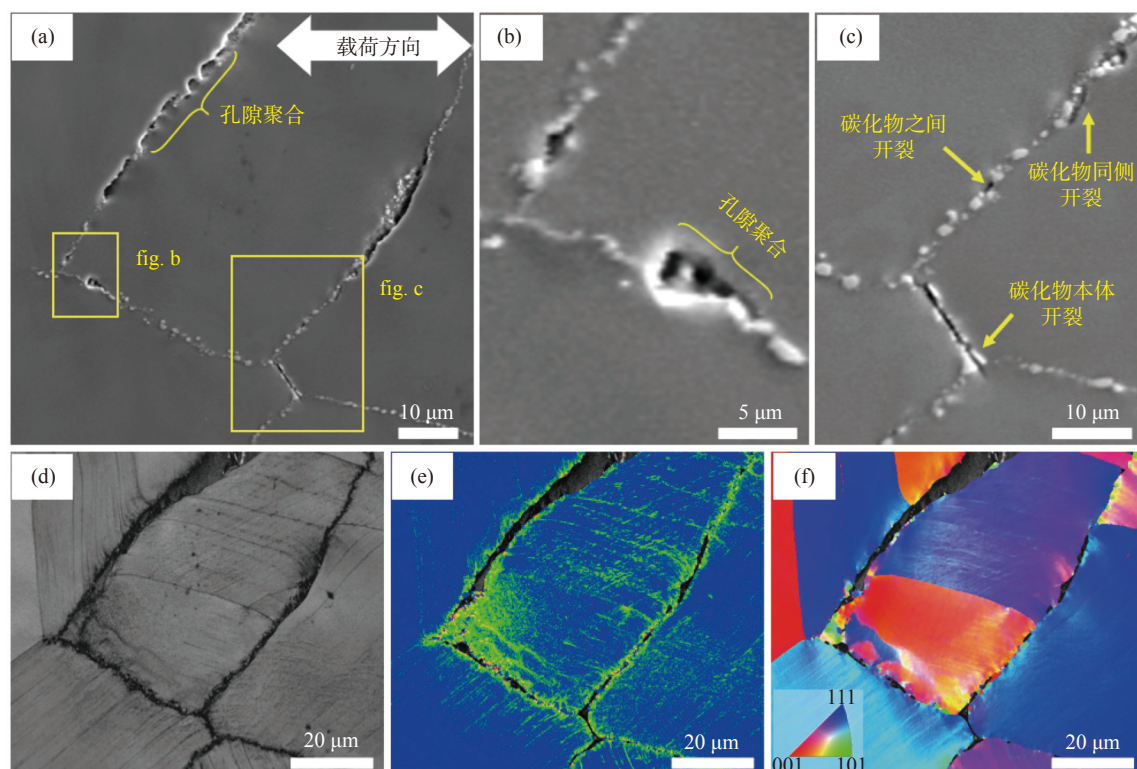
基于上述对微裂纹萌生和扩展行为特点的讨论, 可以断定断口表征结果中呈现的穿晶断裂现象是由于裂纹生长至一定长度后, 裂纹前端应力强度因子, 即塑性变形程度达到晶粒内部开裂水平, 致使晶粒内部发生变形, 如图 5(d) 所示, 相应的 KAM 图中呈现出大范围塑性区域及其对应晶粒取向差异。基于晶粒取向分布随机性以及裂纹沿着碳化物分布面扩展的事实(图 4), 图 5(e) 所示大范围塑性变形区同时存在次表面开裂的可能。上述结果及分析证明了蠕变裂纹生长经历三个阶段: ① 载荷作用下, 碳化物与基体应变相互协调造成界面孔隙; ② 孔隙逐步扩大或者相邻孔隙聚合形成微裂纹; ③ 微裂纹生长增加前端塑性区域范围, 加快了新的孔隙生成, 同时促进了穿晶裂纹的形成。

3.2 析出相对蠕变裂纹的影响

载荷作用下, 晶界滑移是高温合金蠕变失效的主要模式, 一些研究显示, 晶界碳化物可以阻碍位错运动, 进而造成位错塞积以及背应力的增加, 可以有

效降低蠕变速率,甚至可以完全抑制晶界滑移^[8],实现强化晶界的效果。随着蠕变时间增加,高温下 MC 型碳化物相变形成 $M_{23}C_6$ 型碳化物,晶界碳化物总体形态逐渐粗化,并且连续性增强^[9],促使裂纹沿着碳化物与基体界面扩展速率较快,相应的,断口

呈现沿晶断裂模式(图 4);当碳化物呈现非连续性分布,并且孔隙萌生在碳化物之间时(图 5(c)),因为碳化物可以抑制位错运动,所以延缓了孔隙演变成微裂纹的进程^[10]。



(a)孔隙聚合导致的涟漪形貌局部放大;(b)碳化物附近形成孔隙聚合现象;(c)碳化物关联的裂纹;图(a)对应的 EBSD 数据以不同形式呈现:(d)菊池带衬度图;(e)KAM 图;(f)取向图

图 5 塑性应变区域二次电子图像及其 EBSD 数据

Fig. 5 Secondary electron images of the plastic strain region and the corresponding EBSD data

如上述提到,孔隙萌生源于碳化物和基体界面处,当孔隙聚合发生形成长裂纹,并且裂纹尖端应力强度因子大于材料断裂韧性时,假设裂纹扩展模式是剪切型,裂纹继续扩展进入晶粒内部,激活裂纹尖端附近多个滑移系统,致使穿晶断裂面呈现不同方向滑移带的交织现象。由于 γ' 相具有位错钉扎作用,钉扎位置容易出现位错堆积和缠结现象^[11],促进工作硬化,可以抑制裂纹尖端的位错发射,最终实现晶粒内部抵抗变形的强化效果。对于孔隙演变成微裂纹的过程,位错在外载荷驱动下不断从孔隙发射,并且受到 γ' 相的阻碍,应力强度因子小于材料断裂韧性时,裂纹尖端逐渐钝化(图 3)并且停止扩展。当外载荷较大时,晶粒内部位错运动切过 γ' 相或者形成位错环,继续前进的位错移动至晶界处形成位错

增值现象,增加晶界应力集中(图 5(e)),促使晶界损伤加剧。

4 结语

1)随着蠕变时间的增加,晶界碳化物尺寸粗大并且形成链状形态,相应的断口形貌表征结果中,以碳化物为中心形成的韧窝形貌与碳化物类型和尺寸无明显关联。

2)孔隙在碳化物与基体界面形成,裂纹可以沿着 M_6C 或 $M_{23}C_6$ 碳化物与基体界面扩展,然而,对于晶粒内部的 MC 型碳化物,未发现明显的开裂迹象。

3)蠕变过程中,塑性变形晶粒扭曲,甚至激活晶粒内部多个滑移系统,断口上可以观察到位错滑移

形成的网状痕迹,相应的 KAM 图进一步证实了位错运动导致的穿晶断裂。

4)本次研究中,晶界碳化物连续性影响蠕变持

久性能的证据尚不充分,但碳化物形态受到成分、热变形、热处理等多方面影响,尤其是热处理影响更为显著,其对碳化物形态的影响要得到充分重视。

参考文献

- [1] Yu Huichen, Xie Shishu, Zhao Guangpu, *et al.* High temperature tensile and creep rupture properties in Ni-based superalloy GH141[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2003, (9): 3-6.
(于慧臣, 谢世殊, 赵光普, 等. GH141合金的高温拉伸及持久性能[J]. *材料工程*, 2003, (9): 3-6.)
- [2] Radavich J F, Korth G E. High temperature degradation of alloy 718[C]// *Proceedings of Seventh International Symposium on Superalloys*, Seven. Springs, MD. 1992: 497-506.
- [3] Kuo C M, Yang Y T, Bor H Y, *et al.* Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2009, 510: 289-294.
- [4] Lin Y C, Yin L X, Luo S C, *et al.* Effects of initial δ phase on creep behaviors and fracture characteristics of a nickel - based superalloy[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2018, 20(4): 1700820.
- [5] Liu Gang, Xiao Xueshan, Muriel Véron, *et al.* The nucleation and growth of η phase in nickel-based superalloy during long-term thermal exposure[J]. *Acta Materialia*, 2020, 185: 493-506.
- [6] Wang D, Zhang J, Lou L H. Formation and stability of nano-scaled $M_{23}C_6$ carbide in a directionally solidified Ni-base superalloy[J]. *Materials Characterization*, 2009, 60(12): 1517-1521.
- [7] He L Z, Zheng Q, Sun X F, *et al.* Effect of carbides on the creep properties of a Ni-base superalloy M963[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2005, 397(1-2): 297-304.
- [8] Furillo F T, Davidson J M, Tien J K, *et al.* The effects of grain boundary carbides on the creep and back stress of a nickel-base superalloy[J]. *Materials Science and Engineering*, 1979, 39(2): 267-273.
- [9] Buerstmayr R, Theska F, Webster R, *et al.* Correlative analysis of grain boundary precipitates in Ni-based superalloy René 41[J]. *Materials Characterization*, 2021, 178: 111250.
- [10] Li Q, Tian S, Yu H, *et al.* Effects of carbides and its evolution on creep properties of a directionally solidified nickel-based superalloy[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2015, 633: 20-27.
- [11] Zhang K, Liu X, Fan P, *et al.* Characterization of geometrically necessary dislocation evolution during creep of P91 steel using electron backscatter diffraction[J]. *Materials Characterization*, 2023, 195: 112501.

编辑 邓淑惠

(上接第 112 页)

- [19] Tian Ye, Chen Shujun, Sun Yanqin, *et al.* Settlement process of iron in titania bearing blast furnace slag[J]. *Iron Steel Vanadium Titanium*, 2016, 37(3): 91-97.
(田野, 陈树军, 孙艳芹, 等. 含钛高炉渣中铁沉降行为研究[J]. *钢铁钒钛*, 2016, 37(3): 91-97.)
- [20] Ma Shiwei. Research on the mechanism of foaming for the blast furnace slag bearing high titania[D]. Chongqing: Chongqing University, 2013.
(马世伟. 高钛型高炉渣泡沫化机理的研究[D]. 重庆: 重庆大学, 2013.)
- [21] Huang Xihu. Principles of iron and steel metallurgy[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2013.
(黄希祜. 钢铁冶金原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2013.)
- [22] Wang Xiaoliu. Iron and steel metallurgy (ironmaking)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2018.
(王筱留. 钢铁冶金学(炼铁部分)[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2018.)
- [23] Donald R Askeland, Pradeep P Phulé. Essentials of materials science and engineering[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2015.
(Donald R Askeland, Pradeep P Phulé. 材料科学与工程基础(影印本)[M]. 北京: 清华大学出版社, 2015.)
- [24] Du Hegui. Principle of smelting vanadium-bearing titanomagnetite in blast furnace[M]. Beijing: Science Press, 1996.
(杜鹤桂. 高炉冶炼钒钛磁铁矿原理[M]. 北京: 科学出版社, 1996.)
- [25] Hu Qingqing, Ma Donglai, Zhou Kai, *et al.* Phase transformation and slag evolution of vanadium-titanium magnetite pellets during softening-melting process[J]. *Powder Technology*, 2022, (396): 710-717.
- [26] Tang Wendong, Yang Songtao, Xue Xiangxin. Effect of titanium on the smelting process of chromium-bearing vanadium titanomagnetite pellets[J]. *JOM*, 2021, 73(5): 1362-1370.

编辑 邓淑惠