

δ 相对 GH4169 合金强韧性的影响规律

申佳林^{1,2}, 韦贤毅^{1,2}, 徐平伟^{1,2,3}, 梁益龙^{1,2,3}, 周 烨^{1,2}, 梁 宇^{1,2,3}

(1. 贵州大学, 贵州 贵阳 550025)

(2. 贵州省材料结构与强度重点实验室, 贵州 贵阳 550025)

(3. 高性能金属结构材料与制造技术国家地方联合工程实验室, 贵州 贵阳 550025)

摘 要: 通过断裂韧度 $J_{0.2BL}$ 以及冲击韧性测试研究了 δ 相含量对 GH4169 合金韧性的影响。结果表明, 固溶温度从 940 °C 增加到 980 °C, δ 相含量从 1.54% 降低到 0.045%, 晶粒尺寸从 12.59 μm 长大到 35.21 μm , δ 相含量对拉伸强度无显著影响, 但断裂韧度 $J_{0.2BL}$ 从 112 kJ/m^2 增加到 355 kJ/m^2 , 冲击韧性从 35 J 增加到 75 J。 δ 相的析出会导致其周边出现无 γ'' 相析出区, 当大量 δ 相沿晶界分布时, 则沿晶界形成无强化相析出带, 在应力作用下, δ 相与无强化相析出区基体的应变差会导致界面开裂、形成孔洞。在无强化相析出区孔洞快速连接形成裂纹, 裂纹沿晶扩展与空洞汇合, 降低了裂纹扩展阻力, 加速了裂纹的扩展。因此 δ 相的存在为裂纹提供了扩展通道, 降低了材料的塑韧性。

关键词: GH4169 合金; δ 相; 强韧性; 裂纹扩展

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)05-1467-09

GH4169 高温合金是一种以 $\gamma(\text{fcc})$ 相为基体, 以 γ'' (亚稳态 Ni_3Nb)、 γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb})$) 为强化相的 Fe-Ni-Cr 基变形高温合金。GH4169 高温合金具有良好的强度、耐腐蚀性能、焊接性能和热加工性能, 除了在航空构件等高温条件服役零部件中使用, 由于其较好的耐蚀性能, 一些户外紧固件也采用 GH4169 合金制造, 如风电地脚螺栓、飞行器的对接螺栓等^[1-6]。 δ 相作为 GH4169 高温合金中重要的析出相, 对高温合金 GH4169 的服役性能有显著影响^[7-9]。

GH4169 高温合金的热处理方式主要以固溶和时效为主, 通过固溶处理改变 δ 相的含量及晶粒尺寸, 再通过时效处理得到弥散分布的强化相, 以提高材料的强度^[10, 11]。 δ 相析出形核位置与温度有关, 当固溶温度较低时, δ 相在 γ'' 相处形核转变, 但当温度高于 900 °C 时则主要沿晶界或孪晶界以非共格形式从基体中形核析出^[12, 13]。Wei^[13] 和 Lu^[14] 等认为 δ 相 (Ni_3Nb) 的析出消耗了周围的 Nb 元素, 从而形成了一个贫 γ'' 相的微塑性区, 微塑性区可以部分地消除高应力集中状态^[14], 因此一定量 δ 相可以起到降低缺口敏感性的作用^[15, 16]。沿晶分布的 δ 相可以限制晶界的移动, 因此在热变形前通过固溶处理预析出一定数量 δ 相, 能够在热变形后获得组织均匀细小的合金件^[12, 17], 获得的细小晶粒通常被认为可以提高材料的强韧性^[18-20]。并且 δ 相对晶界的限制作用,

一般被认为可以提高合金 GH4169 的高温蠕变寿命, 而孔^[21]和 Lu^[14] 等发现沿晶析出的 δ 相却降低了合金 GH4169 的高温蠕变性能, 并指出这与 δ 相提供了裂纹扩展通道有关, 但并未进行系统的论证。

GH4169 合金螺栓的安全可靠性主要依赖于螺栓的断裂行为, 螺栓的断裂通常由裂纹启裂和扩展两个阶段组成, 断裂韧度是表征材料阻止裂纹扩展的能力。室温条件下, δ 相对 GH4169 合金裂纹扩展阶段的影响机制, 目前还鲜有报道。本实验针对 GH4169 合金中 δ 相析出、长大规律, 通过固溶时效处理获得 δ 相含量不同的试样, 再进行室温拉伸性能、断裂韧性, 冲击韧性的测试, 主要研究 δ 相在常温条件下对合金力学性能的影响规律。

1 实 验

实验材料为 GH4169 热轧型材, 截面尺寸为 40 mm×120 mm。用 BRUKER Q4-130 TASMAN 全谱直读火花光谱仪(OES)测得其化学成分如表 1 所示。本研究中 GH4169 合金采用固溶+时效的热处理方式, 根据 δ 相的析出与回溶特点, 分别选择了 940, 960 和 980 °C 进行不同时间固溶(待炉温达到目标温度后, 将试样放入炉膛内, 并当炉温稳定回升到目标温度后开始计时), 水冷后再进行 720 °C, 8 h (60 °C/h)-620 °C, 8 h, AC(空冷) 时效处理, 设定 6 组热处理工艺如表 2 所示。

收稿日期: 2018-05-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51461007, 51761003); 贵州省自然科学基金 ([2015] 3012, [2014] 2003, [2014]6012)

作者简介: 申佳林, 男, 1992 年生, 硕士生, 贵州大学材料与冶金学院, 贵州 贵阳 550025, E-mail: 943651683@qq.com

室温拉伸试验在 MTS810 型拉伸试验机上进行, 拉伸速率为 2 mm/min。示波冲击试样加工成标准夏比 V 型缺口冲击试样, 开缺口方向垂直于轧制方向, 在 MTS ZBC2302-4 摆锤式示波冲击试验机上进行试验, 摆锤加载速度为 5.24 m/s。

基于弹塑性力学模型, 本实验断裂韧性选择断裂韧度 $J_{0.2BL}$ 测试方法, 采用基于柔度卸载的单试样法。按照国标 GB/T21143-2007 金属材料准静态断裂韧度的统一测试方法。三点弯曲试样先用线切割机切取 8 mm 深的缺口, 开口方向垂直于轧制方向。在 Instron8501 电液伺服万能试验机上, 先采用恒 delta K 的控制方法预制疲劳裂纹 3 mm, 再通过柔度加载得到 30 个试验点, 加载速率为 2 mm/min。断裂韧度实验完成后, 用线切割机沿半厚度平面切下含有裂纹扩展路径的试样, 研磨、抛光后用饱和草酸溶液电解腐蚀, 用于裂纹扩展路径的观察。再将余下的三点弯曲试样压断, 用于断口观察。

热处理试样经过研磨、抛光及电解腐蚀后, 通过 OLYMPUS 金相显微镜随机拍摄多张金像图片, 并利用 image tool 软件采用直线截点法进行晶粒尺寸的统计。通过 SUPRA40-41-90 型扫描电镜观察 δ 相形貌, 选择 10 张 3000 倍的背散射电子图片, 并利用 Image-pro plus 软件对背散射电子图片进行 δ 相面积分数统计, 平均数值作为 δ 相的体积分数。试样裂纹扩展路径、断裂韧度断口和冲击断口形貌均采用 SUPRA40-41-90 型扫描电镜进行观察。透射试样经离子减薄后, 采用 Tecnai G2 F20 S-TWIN 透射电镜观察微观结构形貌。

2 结果与分析

2.1 固溶时效后 GH4169 合金的组织特征

高温合金 GH4169 6 组热处理试样的微观组织形貌如图 1 所示, δ 相的析出峰温度为 940 °C, 开始溶解温度为 980 °C^[22]。在 940、960 °C 固溶 20 min 时, δ 相主要以颗粒状沿晶界析出分布(图 1a、1b)。当固溶时间延长至 60 min 时则为短棒状沿晶界分布, 体积分数增加(图 1d、1e)。固溶温度升高到 980 °C, 试样中 δ 相开始回溶, 数量明显减少, 以细小颗粒状为主。940 °C 保温 60 min 时 δ 相的体积分数最多(1.54%), 980 °C 下固溶时其颗粒状 δ 相体积分数为 0.05% 左右。同时由于 δ 相的回溶, 限制晶界移动的作用减弱, 因此 980 °C 固溶试样的晶粒明显长大。平均晶粒尺寸及 δ 相体积分数统计结果列于表 3 中。GH4169 合金在 940 °C 经过不同时间固溶处理, 平均晶粒尺寸为 13 μm 左右。在 980 °C 固溶 60 min 时, 平均晶粒尺寸达到 35.21 μm 。

2.2 固溶时效后 GH4169 合金的拉伸力学性能

图 2 为高温合金 GH4169 不同热处理条件下拉伸试样的工程应力应变曲线, 其强度指标及塑性指标分别绘制成图 3 和图 4。由图 3 及表 3 发现 940 °C 试样与 960 °C 试样 δ 含量差别较大(如 940 °C, 20 min 试样是 960 °C, 20 min 试样的 7.35 倍), 而平均晶粒尺寸是接近的, 其强度指标也是相近的。反观 980 °C 条件下的试样, 980 °C, 60 min 试样平均晶粒尺寸是 940 °C, 20 min 试样的 2.8 倍, 屈服强度相差 131.6 MPa (是 980 °C, 60 min 试样的 10.27%), 最大抗拉伸强度相差 101.7 MPa (是 980 °C, 60 min 试样的 6.99%)。980 °C, 60 min 试样的晶粒明显长大, 粗大晶粒的试样表现出较低的强度, 这符合 Hall-Petch 关系。

表 1 实验用 GH4169 的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4169 alloy (wt%)

| Element | Ni | Cr | Fe | Nb | Mo | Ti | Al | C |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Content | 52.14 | 18.86 | 18.23 | 5.348 | 3.187 | 1.096 | 0.547 | 0.036 |

表 2 实验用热处理工艺

Table 2 Experimental heat treatment process

| Number | Solid solution | Aging heat treatment | Abbreviation |
|--------|------------------------------------|---|----------------|
| 1 | 940 °C, 20 min, WC (water cooling) | 720 °C, 8 h (60 °C/h)-620 °C, 8 h, AC (air cooling) | 940 °C, 20 min |
| 2 | 940 °C, 60 min, WC | 720 °C, 8 h (60 °C/h)-620 °C, 8 h, AC | 940 °C, 60 min |
| 3 | 960 °C, 20 min, WC | 720 °C, 8 h (60 °C/h)-620 °C, 8 h, AC | 960 °C, 20 min |
| 4 | 960 °C, 60 min, WC | 720 °C, 8 h (60 °C/h)-620 °C, 8 h, AC | 960 °C, 60 min |
| 5 | 980 °C, 20 min, WC | 720 °C, 8 h (60 °C/h)-620 °C, 8 h, AC | 980 °C, 20 min |
| 6 | 980 °C, 60 min, WC | 720 °C, 8 h (60 °C/h)-620 °C, 8 h, AC | 980 °C, 60 min |

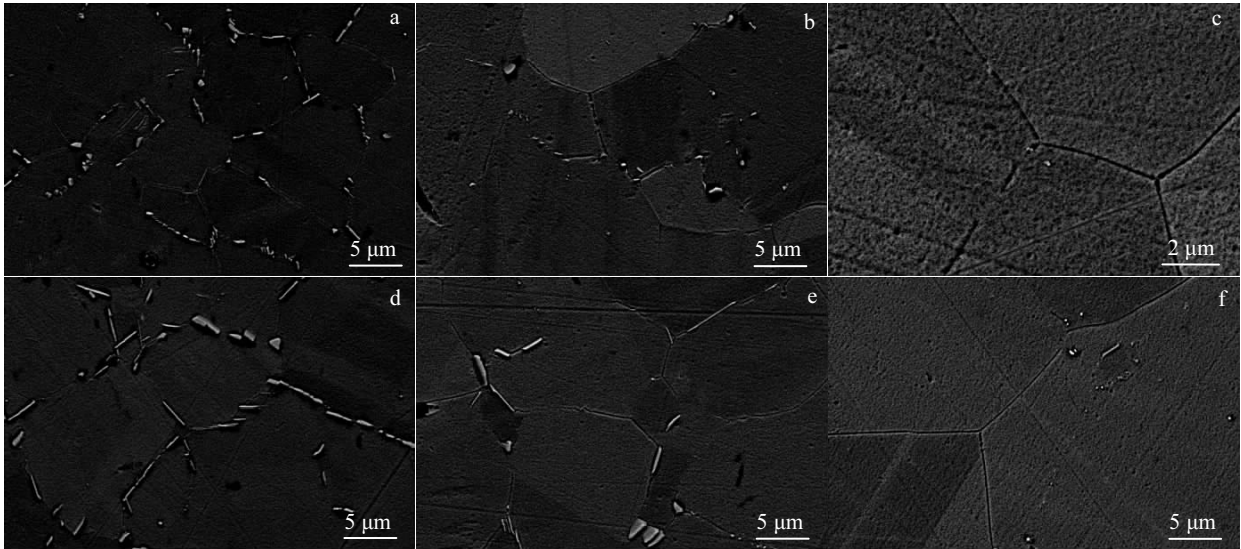


图 1 GH4169 合金不同条件下 SEM 照片

Fig.1 SEM morphologies of GH4169 alloy under different heat treatment: (a) 940 °C, 20 min; (b) 960 °C, 20 min; (c) 980 °C, 20 min; (d) 940 °C, 60 min; (e) 960 °C, 60 min; (f) 980 °C, 60 min

表 3 固溶处理后试样中 δ 相的体积分数和平均晶粒尺寸

Table 3 Volume fractions of δ phase and average grain size for samples after heat treatment

| Sample | 940 °C, 20 min | 940 °C, 60 min | 960 °C, 20 min | 960 °C, 60 min | 980 °C, 20 min | 980 °C, 60 min |
|---------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| δ phase, $v_f/\%$ | 1.08 | 1.54 | 0.147 | 0.624 | 0.045 | 0.069 |
| Grain size/ μm | 12.59 | 12.72 | 13.39 | 16.74 | 24.84 | 35.21 |

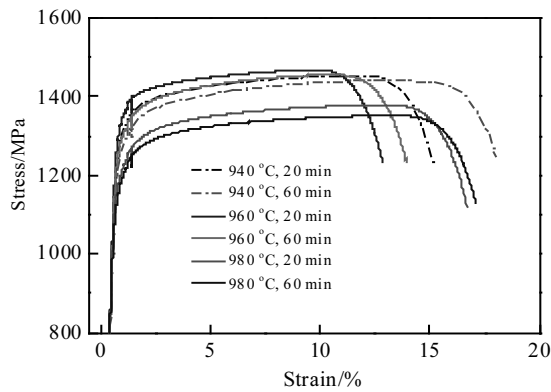


图 2 拉伸应力应变曲线

Fig.2 Typical stress-strain curves of the tensile samples of GH4169 alloy

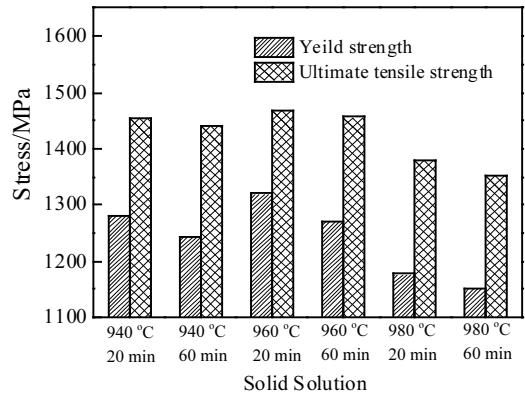


图 3 热处理对强度的影响

Fig.3 Influence of heat treatment on strength of GH4169 alloy

试样的塑性可以通过伸长率和断面收缩率反映,其中伸长率反映的是材料均匀变形阶段(屈服点到抗拉强度之间的变形)和非均匀阶段的总体变形能力。而断面收缩率反映的是非均匀阶段材料的变形程度,反映静载条件下心部空洞连接成裂纹以及裂纹扩展过程的快慢,更多的受第

二相的影响。图 4 所示断面收缩率的变化趋势与晶粒尺寸的变化并不一致,而与 δ 相含量具有对应性,因此 940、960 °C 试样断面收缩率的下降可能与 δ 相的析出量有关。

2.3 断裂韧性 $J_{0.2BL}$ 试验

对 6 组三点弯试样通过单试样法进行柔度卸载实

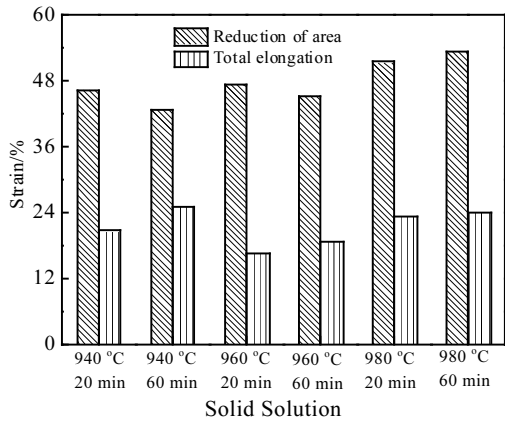


图 4 热处理对塑性的影响

Fig.4 Influence of heat treatment on plasticity of GH4169 alloy

验得到 30 个实验点 J_0 (稳定裂纹扩展对应的未修正的 J 值), 采用幂指数函数对实验点 J_0 进行数据拟合, 拟合公式为^[23-25]:

$$J = \alpha + \beta \Delta a^\gamma \quad (1)$$

J 为 J 积分的实验当量, Δa 为包括钝化区的稳定裂纹扩展量, 拟合参数要满足: $\alpha \geq 0$ 、 $\beta \geq 0$ 、 $0 \leq \gamma \leq 1$, 拟合曲线如图 5 所示。国标 GB/T21143-2007 对 $J-\Delta a$ 曲线(裂纹扩展阻力曲线)中实验点 J_0 的分布有一定的要求: 在钝化线 $\Delta a=0.1$ 和 $\Delta a=0.3$ 的偏置线之间至少要分布 1 个数据点, 在钝化线 $\Delta a=0.1$ 和 $\Delta a=0.5$ 的偏置线之间至少要分布 2 个数据点。

图 5 以 940 °C, 60 min 试样为例, 采用单试样法的三点弯曲试样柔度卸载的 $J-\Delta a$ 曲线图, 钝化线 $\Delta a=0.2$ 与曲线的交点的值称为 $J_{Q0.2BL}$, 当测试试样的实验数据的分布与拟合曲线都符合判据时, 则 $J_{Q0.2BL}$ 定义为断裂韧度值 $J_{0.2BL}$ (相当于 J_{IC})。6 组热处理状态下实验点 J_0 的分布和 J_0 的拟合公式都符合国标 GB/T21143-2007 的规定, 表 4 为 6 组试样的拟合公式和试样尺寸的判定结果, 6 组试样所需的最小尺寸厚度均小于 10 mm, 符合判据。所以 6 组试验的断裂韧度 $J_{0.2BL}=J_{Q0.2BL}$ 。

试验结果表明在 940 °C 下固溶 20、60 min 的试样

断裂韧度值分别为 112、115 kJ/m², 差别不大。960 °C 固溶 20、60 min 的试样断裂韧度值分别为 162、193 kJ/m²。在 980 °C 固溶 20、60 min 的试样断裂韧度值明显增大, 分别为 225、355 kJ/m²。

图 6 为 3 种固溶温度条件下断裂韧度测试试样启裂区断口形貌, 其中 B 区为预制裂纹阶段的断口形貌, 断口以细小的疲劳条带特征为主。A 区为断裂韧度试验启裂区的断口形貌, 主要由撕裂棱和韧窝构成。两种断口有明显的分隔界面, 并且部分试样界面上存在开裂现象。图 6a 为 940 °C, 60 min 试样断口形貌, 在分隔界面上存在长而宽的裂纹。960 °C, 60 min (图 6b) 试样, 分隔界面上的裂纹尺寸减小。而 980 °C, 60 min (图 6c) 试样裂纹明显变浅。这与断裂韧度 $J_{0.2BL}$ 的变化具有一致性, 即材料抵制裂纹起裂和扩展的能力越强, 材料越不容易开裂。

2.4 冲击韧性

断裂韧度 $J_{0.2BL}$ 反映试样裂纹失稳扩展过程中所消耗的能量, 冲击韧性则反映整个断裂过程中消耗的总能量, 并且力的加载速率更大, 但两者都可以在一定程度上反映裂纹扩展的难易程度。各组高温合金 GH4169 试样示波冲击力-位移曲线如图 7 所示, 表 5 列出 6 组示波冲击的数值结果。比较发现 940 °C 固溶处理的试样冲击功最低($a_k \approx 38.5$ J), 晶粒尺寸较大的 980 °C 固溶处

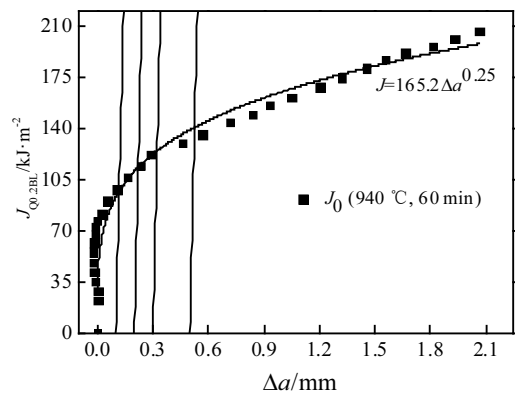


图 5 GH4169 合金试样的裂纹扩展阻力曲线($J-\Delta a$ 曲线)

Fig.5 Curve of $J-\Delta a$ for GH4169 alloy treated at 940 °C, 60 min

表 4 GH4169 合金断裂韧度试验结果

Table 4 Experimental results of fracture toughness for GH4169 alloy

| Solid solution | Fitting equation | $40J_{Q0.2BL}/(R_{p0.2}+R_m)/mm$ | $J_{Q0.2BL}/kJ \cdot m^{-2}$ | $J_{0.2BL}=J_{IC}/kJ \cdot m^{-2}$ | $(1\sim2)\delta_c/\mu m$ |
|----------------|--------------------------|----------------------------------|------------------------------|------------------------------------|--------------------------|
| 940 °C, 20 min | $J=179.3\Delta a^{0.31}$ | 1.64 | 112 | 112 | 43.7~87.4 |
| 940 °C, 60 min | $J=165.2\Delta a^{0.25}$ | 1.71 | 115 | 115 | 46.2~92.4 |
| 960 °C, 20 min | $J=271.4\Delta a^{0.35}$ | 2.3 | 162 | 162 | 61.4~122.8 |
| 960 °C, 60 min | $J=305\Delta a^{0.4}$ | 2.83 | 193 | 193 | 75.9~151.9 |
| 980 °C, 20 min | $J=382.6\Delta a^{0.45}$ | 3.52 | 225 | 225 | 95.6~191.2 |
| 980 °C, 60 min | $J=484.7\Delta a^{0.28}$ | 5.68 | 355 | 355 | 154.3~308.7 |

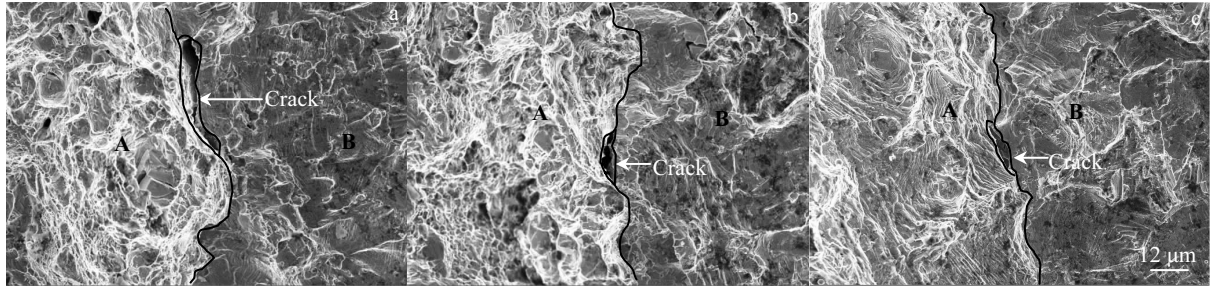


图 6 GH4169 合金断裂韧性试样断口形貌

Fig.6 Fracture SEM morphologies of the toughness test sample for GH4169 alloy under different heat treatment: (a) 940 °C, 60 min, (b) 960 °C, 60 min, and (c) 980 °C, 60 min

理试样冲击功最高($a_k \approx 77$ J), 粗晶粒反而具有较高的冲击韧性, 这与相关报道^[26-28]的晶粒细化能阻碍裂纹扩展, 提高裂纹扩展能量相矛盾。因此, 对冲击韧性的影响还存在其他因素。裂纹扩展功与冲击总功的比值(a_{k2}/a_k)在一定程度上反映了裂纹扩展的难易程度。980 °C, 60 min 试样总冲击功为 75.32 J, 其 a_{k2}/a_k 值为 56.1%, 而晶粒尺寸相对细小, 但 δ 相含量较高的 940 °C, 60 min 试样总冲击功为 41.59 J, a_{k2}/a_k 值为 49.05%。说明 GH4169 合金在冲击过程中, δ 相降低了总冲击功, 其中裂纹扩展功的占比也降低, 即裂纹扩展所需能量下降。表 5 中随 δ 相含量的增加, 冲击总功降低, 其中裂纹扩展功的占比均降低, 说明 δ 相导致了裂纹扩展能量减少。

图 8a 为 940 °C, 60 min 冲击断口低倍 SEM 图像, A 区为缺口前沿裂纹萌生区域(启裂区), B 区域为裂纹扩展区。图 8b 为启裂区 SEM 照片, 断口表面可明显观察到数量较多的孔洞以及孔洞底部存在的 δ 相。图 8c 为该试样扩展区的 SEM 照片, 断口由小尺寸韧窝所构成, 其中可观察到晶界上的棒状 δ 相首尾相连成藕节状(如图 8d), 图 8e 为断口上 δ 相能谱。图 8f 为 980 °C, 60 min 试样冲击断口启裂区 SEM 照片, 该区域具有层状撕裂特征, 孔洞数量较少。图 8g 为该试样裂纹扩展区 SEM 照片, 相比较于图 8c, 孔洞及沿晶界析出的 δ 相不明显, 断口韧窝尺寸较大。GH4169 合金冲击过程中, 在缺口前沿应力场中, 基体 γ 相与 δ 相之间由于应变量的差异, 导致空洞在其界面上产生。缺口前沿应力场中, 如果 δ 相数量较多, 尺寸较大, 则 δ 相与基体界面上孔洞形核率高, 所形成的高密度、大尺寸的空洞加速了裂纹之间的连接, 尺寸快速达到临界裂纹尺寸后发生失稳扩展, 表现出较低的冲击功和较低的裂纹扩展功占比。

3 讨论

图 9 为 940 °C, 60 min 试样的 TEM 组织及选区电子衍射花样, 其中图 9a 可观察到 γ'' 相和棒状 δ 相, δ 相附近区域与其他区域在衬度上具有差异, 这说明了 δ 相附近强化相 γ'' 的含量明显下降。图 9b 为 γ'' 相选区斑点, 图 9c 为 δ 相斑电子衍射花样。由于 δ 相沿晶界析出的特征, 同时 δ 相周围会形成无 γ'' 相的微塑性区, 这种条件下会在晶界附近, 形成伴随 δ 相分布的无强化相析出带^[13, 14]。

裂纹的扩展服从应力和强度原则: 应力原则控制裂纹主扩展方向, 而强度原则控制裂纹的具体方向。 δ 相周围形成 γ'' 相的无析出区, 具有较低的强度和较好的塑性。在裂纹扩展时, 会优先沿着强度较低的无析出区扩展, 当偏离一定程度后返回主扩展方向, 如图 10a 为断裂韧性裂纹扩展路径 SEM 照片, 裂纹形成“Z”字型扩展路径。当 δ 相沿晶析出时, 晶界附近形成界面无强化相析出带, 使得裂纹更容易发生晶界扩展。 δ 相是硬而脆的相, 与基体之间为非共格界面, 在受力塑性变形过程中无强化相析出区会成为应变集中区。因此在承受应变时容易在 δ 相与基体之间的界面上开裂, 形成孔洞。裂纹扩展经过这些区域时降低了裂纹消耗的能量, 如图 10b 所示。当第二相密集分布时, 空洞间更容易相互连接, 形成短裂纹。

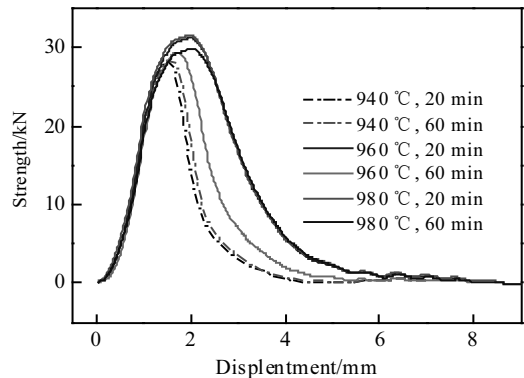


图 7 示波冲击力-位移曲线

Fig.7 Force-displacement curves of instrumented impact samples for GH4169 alloy

关于显微组织与断裂韧性的研究中指出断裂韧性受裂纹前沿很小范围内(1~2 倍临界裂纹张开位移 δ_c)显微组织的微观塑性影响^[29,30], 根据 δ_c 与其断裂韧度之间关系表达式:

$$\delta_c = \frac{J_{Ic}}{n\sigma_{0.2}} \quad (2)$$

其中 $\sigma_{0.2}$ 为屈服强度, n 为关系因子, 平面应变状态 $n=2$ 。采用临界张开位移 δ_c 所表示的微观塑性影响区尺寸列于表 4 中。由表 4 发现裂纹尖端塑性影响区尺寸大于晶粒尺寸, 如 940 °C, 60 min 试样的平均晶粒

尺寸为 12.72 μm , 但微观塑性影响区为 46.2~92.4 μm 。塑性半径越大, 其中 δ 相数量越多, 则 δ 相与基体之间界面上由于应变差导致开裂形成孔洞密度相对越大。

图 11 为断裂韧度试样沿半厚度(0.5B)剖面的裂纹扩展路径 SEM 照片。从图 11a 中发现 940 °C, 60 min 固溶试样裂纹扩展路径具有沿晶倾向, 从图 11b 可看出裂纹沿 δ 相(晶界)偏转一定角度后回到主扩展方向。由于 δ 相析出所形成的沿晶界无强化相析出带使裂纹容易沿着晶界扩展, 在 940、960 °C 固溶处理的试样晶粒尺

表 5 GH4169 合金示波冲击试验结果

Table 5 Experimental results of instrumented impact for GH4169 alloy

| Sample | Impact energy, a_k/J | Crack propagation energy, a_{k2}/J | $a_{k2}/a_k, R/\%$ |
|----------------|------------------------|--------------------------------------|--------------------|
| 940 °C, 20 min | 35.36 | 18.26 | 51.64 |
| 940 °C, 60 min | 41.59 | 20.4 | 49.05 |
| 960 °C, 20 min | 77.19 | 43.12 | 55.86 |
| 960 °C, 60 min | 52.27 | 28.66 | 54.83 |
| 980 °C, 20 min | 78.84 | 43.42 | 55.07 |
| 980 °C, 60 min | 75.31 | 42.25 | 56.1 |

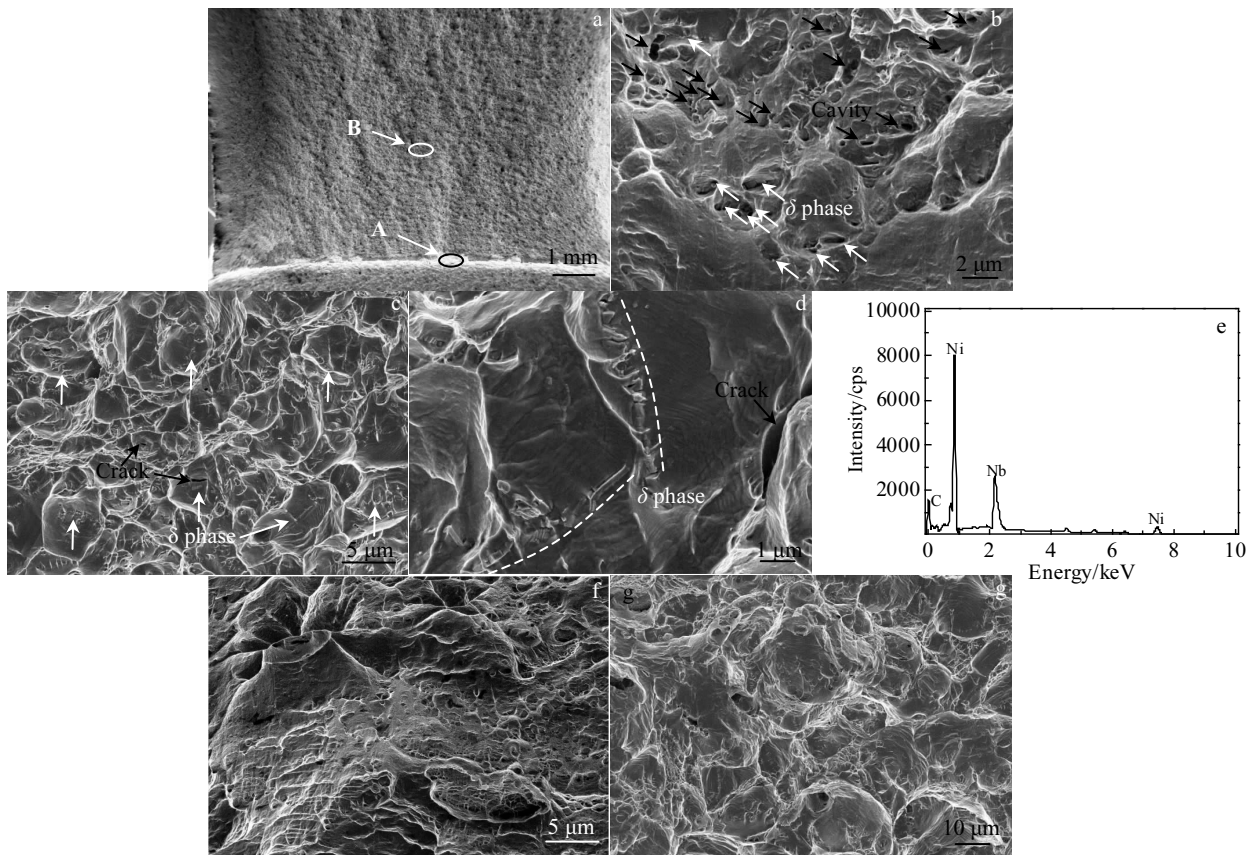


图 8 冲击试样断口 SEM 照片

Fig.8 Fracture SEM morphology of the impact samples for GH4169 alloy: (a-d) 940 °C, 60 min, (e) EDX analysis confirming the δ phase on the fracture surface, (f, g) 980 °C, 60 min

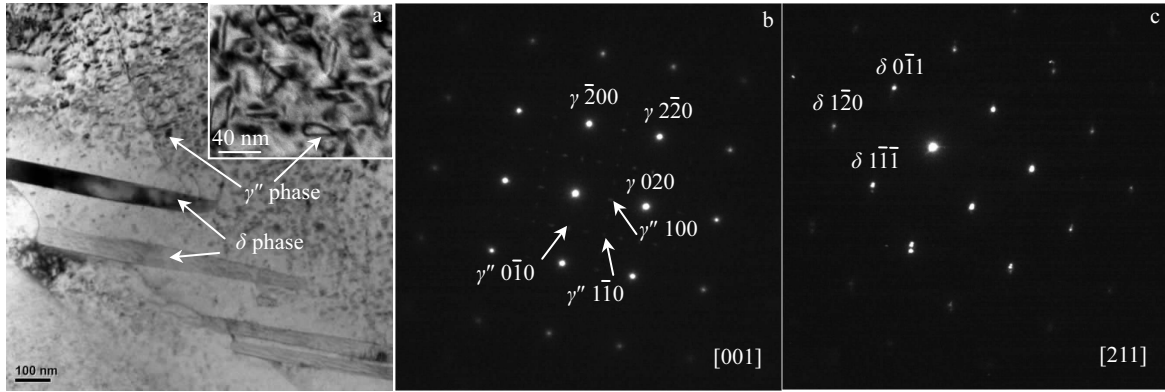


图 9 GH4169 合金 940 °C, 60 min 试样的组织 TEM 照片及选区电子衍射花样

Fig.9. TEM morphology (a) and composite SAED patterns of γ' phase (b) and δ phase (c) in GH4169 alloy under heat treatment at 940 °C for 60 min

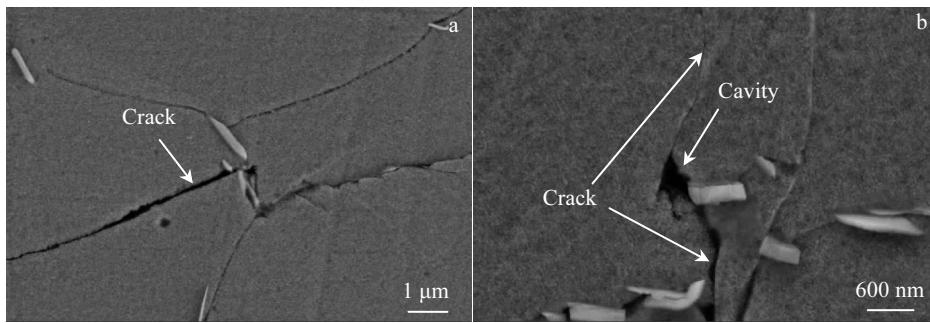


图 10 δ 相对裂纹扩展的影响

Fig.10 Effect of δ phase on crack propagation of GH4169 alloy under heat treatment at 940 °C for 20 min: (a) the δ phase changed the path of crack propagation and (b) the crack passed through the cavity

寸较小, 也促使裂纹发生沿晶界扩展^[30,31]。裂纹沿晶扩展与前方的孔洞汇合, 降低了裂纹扩展阻力, 裂纹前沿孔洞密度越大, 则其连接速度越快。沿晶扩展虽然导致裂纹发生拐折, 增加了裂纹的总路径, 但由于晶粒较小, 裂纹偏离主扩展方向距离较短, 加上无强化相析出带沿晶界分布, 裂纹扩展单位长度消耗的能量降低, 表现为

裂纹更容易发生失稳扩展, 即断裂韧度 $J_{0.2BL}$ 的值较小。图 11c 所示的裂纹并非沿着 δ 相和基体 γ 相之间的界面扩展, 而是从 δ 相一端穿过, 这种路径同样也经过了 δ 相附近的无析出区, 裂纹尖端的应力场促进了该区域的变形, 因此在断口上可以观察到晶界上藕节状的变形特征或 δ 相颗粒, 如图 8d 所示。

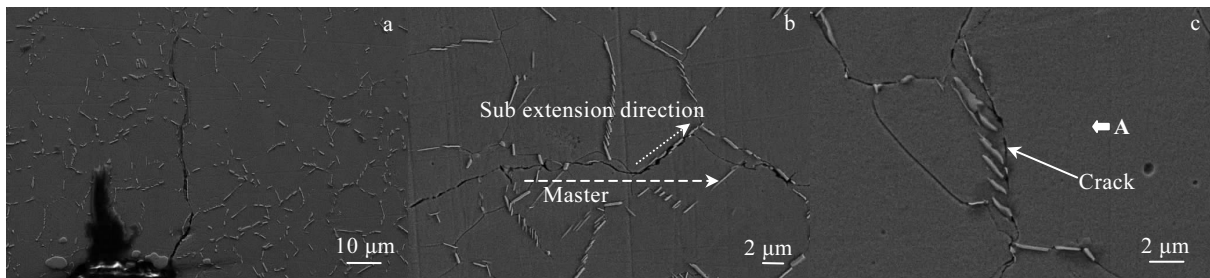


图 11 GH4169 合金断裂韧度试样裂纹扩展形貌

Fig.11 Crack path morphologies at crack growth tips of fracture toughness specimens for GH4169 alloy under heat treatment at 940 °C for 60 min

4 结 论

1) GH4169 合金在 940 °C 固溶处理 60 min, 沿晶 δ 相析出量最高(1.54%), 晶界 δ 相能限制晶界的滑移, 阻碍固溶过程中晶粒的长大, 940、960 °C 固溶处理时晶粒尺寸为 12~17 μm 。980 °C 固溶时, δ 相发生溶解, 含量明显下降(最低为 0.069%), 对晶界的限制作用减弱, 晶粒发生长大, 当固溶时间为 60 min 时, 平均晶粒尺寸达到 35.21 μm 。

2) 在拉伸变形中, δ 相对拉伸强度的影响不大, 但断裂韧度与冲击韧性的试验结果表明, 晶界 δ 相含量的增加能降低裂纹扩展功。随固溶温度的增加, δ 相含量的减少, 其冲击功从 35 J 增加到 75 J, 而断裂韧度 $J_{0.2\text{BL}}$ 从 112 kJ/m^2 增加到 355 kJ/m^2 。相对于 δ 相含量的影响, 晶粒尺寸对断裂韧度与冲击韧性的影响相对较弱。

3) δ 相周围会形成贫 γ'' 相析出区, 沿晶 δ 相析出会形成无强化相析出带, 裂纹尖端应力作用下 δ 相与 γ 基体应变差会导致其界面上形成孔洞, 孔洞沿晶界无析出带快速连接成裂纹并失稳扩展。总冲击功中裂纹扩展功的占比(a_{k2}/a_k)较低, 因此高应变速率条件下, δ 相同样是通过促进裂纹的失稳扩展显著降低合金的韧性。

参考文献 References

- [1] Yu Z S, Zhang J X, Yuan Y *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2015, 634: 55
- [2] Lin Y C, Li K K, Li H B *et al.* *Materials & Design*[J], 2015, 74: 108
- [3] Mei Y, Liu Y, Liu C *et al.* *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2015, 649(3): 949
- [4] Sun Haofang (孙昊昉), Tian Sugui(田素贵), Jin Ying(金莹). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(2): 449
- [5] Wang Fei(王飞). *Thesis for Master Degree*(硕士论文)[D]. Shanghai: Donghua University, 2012: 2
- [6] Zhuang Jingyun(庄景云), Du Jinhui(杜金辉), Deng Qun(邓群). *Microstructure and Properties of the Wrought Superalloy GH4169*(变形高温合金 GH4169 组织与性能)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2011: 1
- [7] Wang Yan(王岩), Shao Wenzhu(邵文柱), Zhen Liang(甄良). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2011, 21(2): 341
- [8] Wui Xianping(魏先平), Zheng Wenjie(郑文杰), Song Zhigang(宋志刚) *et al.* *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2012, 33(8): 53
- [9] Zhang S H, Zhang H Y, Cheng M. *Materials Science & Engineering A* [J], 2011, 528(19): 6253
- [10] Zhao Xinbao(赵新宝), Gu Yuefeng(谷月峰), Lu Jintao(鲁金涛) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(3): 768
- [11] Du Jinhui(杜金辉), Lv Xudong(吕旭东), Deng Qun(邓群). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(8): 1830
- [12] Azadian S, Wei L Y, Warren R. *Materials Characterization*[J], 2004, 53(1): 7
- [13] Wui Xianping, Zheng Wenjie, Song Zhigang *et al.* *Journal of Iron and Steel Research*[J], 2014, 21(3): 375
- [14] Lu X, Du J, Deng Q *et al.* *Journal of Materials Research & Technology*[J], 2014, 3(2): 107
- [15] Deleume J, Cloué J M, Andrieu E. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2008, 382(1): 70
- [16] Cai D, Zhang W, Nie P *et al.* *Materials Characterization*[J], 2007, 58(3): 220
- [17] Zhang Haiyan(张海燕), Zhang Shihong(张士宏), Cheng Ming(程明). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2009, 45(12): 1451
- [18] Curry D A. *Nature*[J], 1978, 276(5683): 50
- [19] Ritchie R O, Knott J F, Rice J R. *Journal of the Mechanics & Physics of Solids*[J], 1973, 21(6): 395
- [20] Shu Delin(束德林). *Mechanical Properties of Engineering Materials*(工程材料力学性能)[M]. Beijing: China Machine Press, 2007: 80
- [21] Kong Yonghua(孔永华), Li Long(李龙), Chen Guosheng(陈国胜) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(S1): 472
- [22] Editorial Board of China Superalloys Handbook(中国高温合金手册编委会). *China Superalloys Handbook*(中国高温合金手册上卷)[M]. Beijing: Standards Press of China, 2012: 689
- [23] Li Hongying(李红英), Zhang Xiwang(张希旺), Ding Changwei(丁常伟). *Journal of Materials Science and Engineering*(材料科学与工程学报)[J], 2008(4): 599
- [24] Geng Ping(耿平), Zeng Meiguang(曾梅光), Qian Cunfu(钱存福) *et al.* *Journal of Northeastern University*(东北大学学报)[J], 1997(5): 99
- [25] GB/T21143[S]. *Metallic Materials-Unified Method of Test for Determination of Quasistatic Fracture Toughness*《金属材料准静态断裂韧度的统一试验方法》. 2007
- [26] Lambert-Perlade A, Sturel T, Gourgues A F *et al.* *Metallurgical & Materials Transaction A*[J], 2004, 35(13): 1039
- [27] Diaz-Fuentes M, Iza-Mendia A, Gutierrez I. *Metallurgical &*

- Materials Transaction A*[J], 2003, 34(11): 2505
- [28] Zhao M C, Hanamura T, Qiu H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 395(1-2): 327
- [29] Mcmeeking R M. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*[J], 1977, 25(5): 357
- [30] Liang Yu(梁宇), Xiang Song(向嵩), Liang Yilong(梁益龙) *et al. Materials Review(材料导报)*[J], 2017, 31(2): 77
- [31] Sun Qian(孙茜), Wang Xiaonan(王晓南), Zhang Shunhu(章顺虎) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2013, 49(12): 1501

Influence of δ Phase on Strength and Toughness of GH4169 Alloy

Shen Jialin^{1,2}, Wei Xianyi^{1,2}, Xu Pingwei^{1,2,3}, Liang Yilong^{1,2,3}, Zhou Ye^{1,2}, Liang Yu^{1,2,3}

(1. Guizhou University, Guiyang 550025, China)

(2. The Key Laboratory for Mechanical Behavior and Microstructure of Materials, Guiyang 550025, China)

(3. National & Local Joint Engineering Laboratory for High-performance Metal Structure Material and Advanced Manufacturing Technology, Guiyang 550025, China)

Abstract: Influence of the δ phase on toughness of GH4169 alloy was investigated by fracture toughness $J_{0.2BL}$ and instrumented impact experiment. Results indicate that with the increase of solution temperature from 940 °C to 980 °C, δ phase content decreases from 1.54% to 0.045%, and grain size grows up from 12.59 to 35.21 μm . δ phase content has no obvious effect on the strength of the material, but the fracture toughness $J_{0.2BL}$ increases from 112 kJ/m^2 to 355 kJ/m^2 , and the impact toughness increases from 35 J to 75 J. δ phase is mainly distributed along the grain boundary, and there is no strengthening phase precipitation around it. The zone with no strengthening phase near the grain boundary will be formed, which promotes the crack propagation along the grain boundary. Moreover, the δ phase itself is the intermetallic compound. Under certain plastic deformation conditions, it is easy to separate from micro plastic zone and form a cavity. In the micro plastic zone, the cavities are rapidly interlinked to form a crack, and the crack grows along the grain boundary with the cavity, which reduces the crack propagation resistance and accelerates the crack propagation. Therefore, the presence of δ phase provides an extended channel for the crack and reduces the toughness of the material.

Key words: GH4169 alloy; δ phase; strength and toughness; crack propagation

Corresponding author: Liang Yu, Professor, School of Materials and Metallurgy, Guizhou University, Guiyang 550025, P. R. China, E-mail: xq.liangyu@126.com