# GH4145 合金应力松弛性能研究

## 曾燕屏<sup>1</sup>,姚大志<sup>1</sup>,蔡文河<sup>2</sup>,王智春<sup>2</sup>,董树青<sup>2</sup>,李炜丽<sup>2</sup>,赵卫东<sup>2</sup>

(1. 北京科技大学,北京 100083) (2. 华北电力科学研究院有限责任公司,北京 100045)

摘 要:在 566 ℃、0.2% 恒定应变条件下对 GH4145 合金进行 2000 h 拉伸应力松弛试验。结果表明:该合金具有良好 的抗应力松弛性能。应力松弛试验前,GH4145 合金由等轴晶组成,且晶粒大小不均匀,存在着尺寸相差较大的大、小 2种晶粒。应力松弛试验后,小尺寸晶粒明显长大,致使合金的平均晶粒尺寸显著增大。应力松弛试验过程中,GH4145 合金中各种形态和尺寸的二次 y'相长大缓慢, 立方形二次 y'相的体积分数稍有增大, 同时析出了尺寸更加细小的球形三 次 y'相,致使合金的硬度升高。

关键词: GH4145 合金; 应力松弛; 显微组织; 硬度 中图法分类号: TG132.3<sup>+</sup>2 文献标识码: A

目前,火力发电厂广泛使用的汽轮机组主要有亚

临界、超临界和超超临界3种,汽轮机的安全稳定运 行对保障电厂安全具有重要的现实意义。螺栓是汽轮 机上广泛使用的紧固件,是保障汽轮机安全运行的重 要部件。

由于 GH4145 合金在 980 ℃以下具有良好的耐腐 蚀和抗氧化性能,800 ℃以下具有较高的强度,700 ℃ 以下具有良好的抗蠕变性能,540 ℃以下具有良好的 抗松弛性能<sup>[1,2]</sup>,故这种合金已被广泛用作亚临界机组 汽轮机汽缸、主汽门、法兰等部件的紧固螺栓,而且目 前对于600 MW 以上的超(超)临界机组也开始使用该材 料制作紧固螺栓,其最高使用温度可达 677 ℃<sup>[3,4]</sup>。

GH4145 螺栓在服役过程中会发生应力松弛,当 剩余应力低于最小密封应力时,汽缸等的结合面就会 漏气甚至错位,致使汽轮机非正常停机。目前,国内 外有关该合金在超(超)临界工况下的应力松弛性能的 文章编号: 1002-185X(2017)11-3316-05

研究报道极为少见, 故本研究拟对 GH4145 合金在超 (超)临界工况下的应力松弛性能进行研究,以便为保 障超(超)临界机组的安全运行提供技术支持。

#### 实 验 1

试验材料为国产GH4145轧制棒材(直径60mm), 其化学成分见表 1,标准热处理工艺为固溶处理 (1130 ℃/2 h/空冷)+双时效处理 (845 ℃/24 h/炉冷 +705 ℃/20 h/空冷),标准热处理后的室温力学性能如 表2 所示。

按照《金属材料 拉伸应力松弛试验方法》(GB/T 10120-2013)将试验材料加工成直径为 10 mm、标距为 50 mm 的标准试样,在 566 ℃、0.2% 恒定应变条件下 对其进行应力松弛试验,试验时间为 2000 h,试验设 备为 CSS-3905 型电子蠕变试验机。

30~60 s, 制得用来观察金相组织的试样。采用 20%

表 1 认验材料的化学成分														
			Tabl	e 1 Chemi	ical co	mpositio	n of the i	nvestigated	l material	( <i>w</i> /%)				
С	Cr	Fe	Ti	Nb	Al	Si	Mn	S	Р	Cu	Mg	Zr	Ni	
0.048	15.3	3 6.96	2.58	0.99	0.74	0.10	0.05	0.0010	0.0040	< 0.07	0.0043	0.050	Bal.	
Table :	表: 2 Roo inve	2 试验材料 om temperat estigated ma	斗的室温 ture tens iterial	力学性能 sile propert	ies of t	he	mn	从应力 n×6 mm	松弛试验 的试块,	总前后的 采用不	试样上约 同型号的	战切割出 り砂纸对	10 mm  平行于   「	×8 试
Yield strer	ngth/	Tensile stren	ngth/ l	Elongation/	Red	uction	件	纵截囬旳	试状衣围	1进行打	<b>焙</b> ,	山畑加元	后,仕	15
MPa		MPa		%	of a	rea/%	g (	$CuCl_2+10$	0 mL H	Cl+100	$mL \ C_2H$	[₅OH 溶	液中侵	蚀
634		1090		18.8	1	8.5	30/	~60 s. 借	14日来	观察全相	相组织的	试样。	采田 20	%

学论社教的化学出公

收稿日期: 2016-11-05

作者简介:曾燕屏,女,1963年生,博士,副教授,北京科技大学材料科学与工程学院,北京 100083, E-mail: zengyanping@mater.ustb.edu.cn

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+80%CH<sub>3</sub>OH 溶液对上述打磨试块进行电解抛 光(电解电压为 20 V,时间为 20 s),然后将其在 150 mL H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>+10 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+15 g CrO<sub>3</sub>溶液中进行电解侵蚀 (电解电压为 5 V,时间为 3 s),制得用于观察析出相 的试样。采用光学金相显微镜观察试块的金相组织。 采用 ZEISS SUPRA 55 型场发射扫描电子显微镜观察 试块中的析出相。利用 Photoshop 软件采用截线法测 定试块的平均晶粒尺寸,利用 Image-Pro Plus 软件采 用面积法测定试块中大、小晶粒的平均尺寸,综合利 用 Photoshop 和 Image-Pro Plus 软件测定试块中析出相 的平均尺寸和体积分数。

#### 2 结果与分析

#### 2.1 GH4145 合金的应力松弛性能

GH4145 合金的应力松弛曲线如图 1 所示,该曲 线为典型的应力松弛曲线,试验初期应力下降较快, 为松弛第 1 阶段;随着试验时间的延长,应力下降逐 渐变慢,进入松弛第 2 阶段。试验初始应力为 364.7 MPa,2000 h 后剩余应力为 327.3 MPa,应力仅下降了 37.4 MPa,这表明 GH4145 合金具有良好的抗应力松 弛性能。

2.2 GH4145 合金应力松弛试验前后的显微组织

#### 2.2.1 金相组织

应力松弛试验前后 GH4145 合金的金相组织如图 2 所示。可以看出,试验前后合金均由等轴晶组成, 且晶内有孪晶和沿轧制方向呈带状分布的夹杂物(即 一次碳化物)存在,晶粒大小不均匀,存在着尺寸相差 较大的大、小 2 种晶粒,大晶粒的平均尺寸约为 326 µm,小晶粒的平均尺寸约为 28 µm。应力松弛试验后, 大尺寸晶粒变化不大,小尺寸晶粒明显长大,其平均 尺寸增大至 49 µm,致使合金的平均晶粒尺寸也从试 验前的 118 µm 增大到了试验后的 160 µm。小尺寸晶 粒长大的驱动力是晶界自由能(即界面能)。晶粒越小, 晶界面积越大,界面能就越高。为了减小晶界面积, 从而降低界面能,在应力松弛试验过程中,小尺寸晶 粒必然会自发地长大。

#### 2.2.2 y'强化相

据文献报道, GH4145 合金中的析出相主要为 y' 强化相和碳化物<sup>[5-8]</sup>。图 3a 显示出了应力松弛试验前 合金中析出相的形貌。可以看出,除 y'强化相外,在 晶界还存在着断续分布的长条状碳化物。对这些碳化 物和晶内一次碳化物进行 EDS (energy dispersive spectrometry)能谱分析,结果表明:无论是晶界碳化 物还是晶内一次碳化物,其中 Nb 和 Ti 的含量均明显 高于基体(见图 4),说明这些碳化物均为富 Nb、Ti 的 *M*C 型碳化物<sup>[7]</sup>。

此外,应力松弛试验前合金中 y' 强化相的形状和 尺寸也不尽相同(见图 3a 和 5a),弥散分布于晶内的近 似立方形的 y'相尺寸较大,其平均尺寸约为 97.5 nm; 在这些立方形 y'相之间以及在晶界和晶内碳化物周围 分布的近似球形的 y'相尺寸较小,前者的平均尺寸约 为 39.6 nm;后者的平均尺寸约为 20.7 nm。

时效过程中镍基合金中 y'相的形态变化序列一般 是:小球形→大球形→立方形→二隅体或八隅体<sup>[9,10]</sup>。 对于 y'相与基体之间错配度较小的合金,析出初期界 面能是控制 y'相形状的主要因素,故刚析出的 y'相呈 球形,且与基体共格;随着 y'相的长大,弹性应变能 逐渐增大,当其达到一定值后,y'相就会从球形转变



图 1 566 ℃下 GH4145 合金的应力松弛曲线

Fig.1 Relationship of remaining stress of the investigated material vs relaxation time at 566  $\,^\circ\mathbb{C}$ 



图 2 应力松弛试验前后 GH4145 合金的金相组织

Fig.2 Optical microstructures of the investigated material



图 3 应力松弛试验前后 GH4145 合金组织中的析出相

Fig.3 Precipitates in the investigated material before (a) and after (b) stress-relaxation test at 566  $\,\,^\circ\!C$ 

成立方形,其与基体间的界面也会变为半共格或非共格界面,因为在此过程中弹性应变能的减少大于界面能的增加,系统总能量会降低。此后,弹性应变能成为控制 y'相形状的主要因素。为了降低系统的弹性应变能,立方形 y'相会通过在自身不同部位发生回溶而分裂,最终变成二隅体或八隅体形状。

应力松弛试验前,本研究合金中尺寸较大的近似 立方形的 y'相是在双时效前期(第一次时效时)析出的 <sup>[11]</sup>,此时充足的 y'相形成元素和足够的时间使其可以 充分长大,当其尺寸长大到一定值后便由球形转变成 了立方形。而立方形 y'相之间的球形 y'相则是在双时 效后期(第二次时效时)形成的,它们因其周围基体不 能在较短时间内提供足够的 y'相形成元素而不能充分 长大,因而尺寸较小,仍保持球形。由于晶界和晶内 碳化物均为含 Nb、Ti 的 *M*C 型碳化物,这些碳化物的 析出必然会使其周围基体中 Nb、Ti 的含量降低,又由 于 Nb、Ti 是 y'相形成元素,它们的贫化必然会推迟 y' 相的析出和长大,因而晶界和晶内碳化物周围的 y'相 尺寸较小,呈球形<sup>[11,12]</sup>。由于应力松弛试验前 GH4145 合金中的 y'相都是在双时效过程中形成的,故均为二 次 y'相<sup>[13]</sup>。

应力松弛试验后,GH4145 合金中二次 y'相的形态 和分布无明显改变(见图 3b),但其平均尺寸却稍有增 大(见表 3)。不仅如此,合金晶内立方形二次 y'相的体 before (a) and after (b) stress-relaxation test at 566 °C 积分数也有所增大(由试验前的 20.3%增大到了试验后的 29.4%),并且还出现了尺寸更加细小的球形三次  $\gamma'$ 相(见图 5b)。这是由于应力松弛试验温度远低于合金的时效温度,在此温度下  $\gamma'$ 相形成元素在合金中的溶解度显著减小的缘故。

#### 2.3 GH4145 合金应力松弛试验前后的硬度

表 4 给出了 GH4145 合金应力松弛试验前后的布



图 4 GH4145 合金中晶界和晶内碳化物的 EDS 能谱

Fig.4 EDS spectra of the carbides in GH4145 alloy: (a) matrix,(b) intergranular carbide, and (c) primary intragranular carbide



图 5 应力松弛试验前后 GH4145 合金晶内弥散分布的 y'相

Fig.5 Dispersed precipitates in the investigated material

before (a) and after (b) stress-relaxation test at 566  $\,^\circ C$ 

表 3 应力松弛试验前后 GH4145 合金中 y'相的平均尺寸

Table 3Average size of  $\gamma'$  precipitates in the investigatedmaterial before and after stress-relaxation test at

566 C (nm)			
Precipitate	Before test	After test	
Cuboidal secondary $\gamma'$	97.5	104.3	
Dispersed spherical secondary $\gamma'$	39.6	44.4	
Aggregated spherical secondary $\gamma'$	20.7	21.5	
Spherical tertiary $\gamma'$	-	17.1	

表 4 GH4145 合金应力松弛试验前后的布氏硬度值 Table 4 Brinell hardness of the investigated alloy before and after stress-relaxation test at 566 ℃ (MPa)

Hardness, HBW 5/750	Before test	After test
Value	3000	3460

氏硬度值。可以看出,应力松弛试验后,合金的硬度 明显升高。

众所周知,螺栓的应力松弛是由蠕变引起的,为 了提高螺栓抗应力松弛性能,就必须降低其蠕变速率。 而蠕变变形主要是通过空位(或原子)扩散、位错滑移 和晶界滑动实现的。因此,只有减缓这些过程,才能 降低蠕变速率。

GH4145 合金中含有 15.33%的铬和 0.99%的铌(见表 1),这些元素固溶于基体中不仅能对基体产生固溶强化作用,而且还能增强固溶体中原子之间的结合力,降低原子的扩散能力<sup>[14]</sup>以及基体的堆垛层错能<sup>[15]</sup>,使扩展位错容易形成,进而有效地阻碍位错的攀移或交滑移,降低蠕变速率。

GH4145合金是以 y'[Ni<sub>3</sub>(Al, Ti, Nb)]相为主要强化 相的时效硬化型镍基变形高温合金<sup>[1,5]</sup>。从图 3a 可以 看出,该合金中存在大量形态和尺寸不尽相同的 y'相, 这些相弥散分布于晶内,能强烈阻碍位错的滑移,因 而能显著降低合金的蠕变速率<sup>[4]</sup>。铌、钛进入 y'相取 代部分铝,可增大 y'相与基体之间的错配度<sup>[5]</sup>,从而 使 y'相周围形成高的弹性应力场,增强强化效果。另 外,从表 3 和图 3b 可以看出,在应力松弛试验过程中, 尽管二次 y'相有所长大,但其长大速率非常缓慢,对 合金的蠕变速率影响不大。相反,在此过程中立方形 二次 y'相体积分数的增大与尺寸更加细小的球形三次 y'相在晶内的析出,将使合金的强度、硬度升高,蠕 变速率进一步降低。

与常温形变不同,在高温蠕变条件下晶界将参与 形变,并且其形变量有时可占总形变量的 50%。因此, 晶界参与形变是蠕变变形中不容忽视的一个重要问 题。晶界参与形变是通过晶界的滑动来实现的,在沿 晶界的分切应力作用下,晶界位错沿晶界面移动,而 使晶界发生沿晶界面的相对运动即晶界滑动。从图 3 可以看出,GH4145 合金晶界存在大量含 Nb、Ti 的碳 化物,它们的形态和尺寸在应力松弛试验过程中均无 明显改变,可有效阻碍晶界位错的运动,从而减慢晶 界滑动的速度<sup>[16]</sup>。此外,从图 2 可以看出,在应力松 弛试验过程中,GH4145 合金中小尺寸晶粒明显长大, 致使合金的平均晶粒尺寸显著增大,由晶界滑动引起 的形变减少,蠕变速率减慢<sup>[17]</sup>。综上所述,GH4145 合金具有良好的抗应力松弛性能。

### 3 结 论

在 566 ℃、0.2%恒定应变条件下对 GH4145
合金进行拉伸应力松弛试验,2000 h 后应力仅下降了
37.4 MPa,表明该合金具有良好的抗应力松弛性能。

2) 应力松弛试验前,GH4145 合金由等轴晶组成, 且晶内有孪晶和带状夹杂物存在。晶粒大小不太均匀, 存在着尺寸相差较大的大、小2种晶粒。应力松弛试 验后,合金中大尺寸晶粒变化不大,小尺寸晶粒明显 长大,致使合金的平均晶粒尺寸显著增大。

3) 应力松弛试验前,GH4145 合金中存在着形状和尺寸不同的二次 y'相,弥散分布于晶内的近似立方形的 y'相尺寸较大,在这些立方形 y'相之间近似球形的 y'相尺寸较小,在晶界和晶内一次碳化物周围聚集分布的近似球形的 y'相尺寸最小。应力松弛试验后,合金中各种二次 y'相的形态和分布无明显改变,其平均尺寸稍有增大,立方形二次 y'相的体积分数增大,并且还出现了尺寸更加细小的球形三次 y'相,致使合金硬度升高。但合金晶界碳化物的尺寸却变化不大。

#### 参考文献 References

- [1] Academic Committee of the Superalloys, CSM(中国金属学会高温材料分会). China Superalloys Handbook(中国高温合金手册)[M]. Beijing: Standards Press of China, 2012: 672
- [2] Rubel H, Marschke D, Tautz J et al. Nucl Eng Des[J], 1989, 112(3): 329
- [3] National Development and Reform Commission(中华人民共和国国家发展和改革委员会). The Technical Guide for High-temperature Bolt of Fossil-fired Power Plant(火力发电厂高温紧固件技术导则), DL/T 439-2006[S]. Beijing: Standards Press of China, 2006
- [4] Ye D, Wang Z, Yin X. J Mater Sci[J], 2005, 40(24): 6483
- [5] Del Valle J A, Picasso A C, Alvarez I et al. Scripta Mater[J], 1999, 41(3): 237
- [6] Sinha A K, Moore J J. Metallography[J], 1986, 19(1): 75

- [7] Sinha A K. Metallography[J], 1987, 20(1): 37
- [8] Sinha A K, Moore J J. Metallography[J], 1986, 19(1): 87
- [9] Qiu Y Y. J Alloy Compd[J], 1998, 270(1-2): 145
- [10] Doi M, Miyazaki T, Wakatsuki T. Mater Sci Eng[J], 1985, 74(2): 139
- [11] Nembach E, Pesicka J, Mohles V et al. Acta Mater[J], 2005, 53(8): 2485
- [12] Krol T, Baither D, Nembach E. Acta Mater[J], 2004, 52(7): 2095
- [13] Furrer D U, Fecht H J. Scripta Mater[J], 1999, 40(11): 1215

- [14] Zachert C L, Shang S L, Kim D E et al. Superalloys 2012: Proceedings of the 12th International Symposium on Superalloys[C]. New Jersey: A John Wiley & Sons, Inc, Publication, 2012: 455
- [15] Shang S L, Zacherl C L, Fang H Z et al. J Phys Condens Matter[J], 2012, 24(50): 505 403
- [16] Kekkonen T, Hanninen H. Corrosion Sci[J], 1985, 25(8-9): 789
- [17] Torster F, Baumeister G, Albrecht J *et al. Mater Sci Eng A*[J], 1997, A234-23(8): 189

#### **Stress Relaxation Behavior of GH4145 Alloy**

Zeng Yanping<sup>1</sup>, Yao Dazhi<sup>1</sup>, Cai Wenhe<sup>2</sup>, Wang Zhichun<sup>2</sup>, Dong Shuqing<sup>2</sup>, Li Weili<sup>2</sup>, Zhao Weidong<sup>2</sup>

(1. University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

(2. North China Electric Power Research Institute Co. Ltd, Beijing 100045, China)

**Abstract:** Stress relaxation behavior of GH4145 alloy at 566 °C was investigated. The results show that the alloy has good resistance to stress relaxation. Before the stress relaxation test, the GH4145 alloy is composed of equiaxed grains in a wide size range. After the stress relaxation test, the small particles grow obviously and thus the average particle size increases. Although the average grain size of the alloy obviously increases, the coarsening rate of secondary  $\gamma'$  phase is very slow. The hardness of the alloy is increased by the increase of the volume fraction of cuboidal secondary  $\gamma'$  particles with larger size and the precipitation of spherical tertiary  $\gamma'$  particles with smaller size. **Key words:** GH4145 alloy; stress relaxation; microstructure; hardness

Corresponding author: Zeng Yanping, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P. R. China, E-mail: zengyanping@mater.ustb.edu.cn