

抗氢合金 J75 中低 Σ CSL 晶界的形成与演化

胡红磊^{1,2}, 赵明久¹, 戎利建¹

(1. 中国科学院金属研究所 中国科学院核用材料与安全评价重点实验室, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国科学技术大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 以铁镍基抗氢合金 J75 为研究对象, 采用单步形变热处理和电子背散射衍射 (EBSD) 技术, 研究了低 Σ CSL 晶界的形成和演化过程。结果表明: 采用 5% 预变形+1000 °C 退火的单步形变热处理方法, 可将 J75 合金中低 Σ CSL 晶界的比例提升至 70% 以上, 形成具有 $\Sigma 3^n$ 取向关系的晶粒团簇; 退火过程中, 低 Σ CSL 晶界比例的提升主要是由于 $\Sigma 3^n$ 界面比例的提升, 其中 $\Sigma 3$ 占绝大比例。发现一种 $\Sigma 3$ 再生过程, 其机制在于: 由于 $\Sigma 3_{\text{c}}$ 迁移能力强, 在退火过程中与其他 $\Sigma 3$ 相遇会形成 $\Sigma 9$ 晶界, 而 $\Sigma 9$ 与 $\Sigma 3$ 相遇, 倾向于发生 $\Sigma 9+\Sigma 3 \rightarrow \Sigma 3$, 导致 $\Sigma 3$ 的再生; 不连续大角度随机晶界 (R) 与低 Σ CSL 晶界相遇会形成 R/ Σ 晶界, 当 R/ Σ 晶界为低 Σ CSL 晶界时, 则构成较多具有低 Σ CSL 晶界的网络, 打断了 R 晶界的连通性。

关键词: 铁镍基合金; J75; 低 Σ CSL 晶界; 晶界特征分布; 晶界演化

中图分类号: TG111

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)01-0131-07

“晶界工程 (GBE)”这一概念最初由 Watanable^[1] 于 1984 年提出, 旨在通过提高金属或合金中的低 Σ CSL (coincidence site lattice, $\Sigma \leq 29$) 晶界比例, 改善其抗晶间腐蚀^[2, 3]、蠕变疲劳^[4, 5]、沿晶断裂^[6]和应力腐蚀^[7, 8]等能力, 已经成功应用于单相奥氏体合金^[9, 10]、镍基合金^[11]、铅合金^[12]以及铜合金^[13, 14]等。

目前, 关于晶界工程的研究主要集中在 3 个方面, (1) 获得高比例低 Σ CSL 晶界的方法研究, 主要是单步和反复形变热处理 2 种方法的研究^[9, 15-18]。Wang^[19]通过反复形变热处理可使 Pb-Ca-Sn-Al 合金低 Σ CSL 晶界比例提高到 80%; 针对 316 不锈钢, Michiuchi^[9]采用单步形变热处理 (3% 预应变+1240 K/72 h), 将低 Σ CSL 晶界比例提升至 86%。(2) 低 Σ CSL 晶界及其晶界特征分布的作用研究。研究发现, 低 Σ CSL 晶界可有效改善材料的性能, 原因在于其相对完整的晶界结构和较低的晶界能^[19, 20], Randle^[14]认为高比例的低 Σ CSL 晶界可有效的增加 α -铜的断裂应变, 提高材料的塑性, 而 F. Otto^[5]研究发现 $\Sigma 3$ 界面可有效抑制铜合金中蠕变孔洞的产生, 提高材料蠕变性能。进一步研究表明, 仅依靠提升低 Σ CSL 晶界比例改善材料性能是不充分的, 还应考虑晶界特征分布^[17, 21]。Shimada^[3]发现, 引入大量低 Σ CSL 晶界所造成的不连续大角度随机晶界 (以下称 R 晶界, $\Sigma > 29$) 网络可抑制裂纹扩

展, 是提高 304 不锈钢抗晶间腐蚀能力的根本原因。

(3) 低 Σ CSL 晶界的形成与演化机制研究。目前较为一致的观点是, 不同类型的低 Σ CSL 晶界相遇, 所形成新晶界的 Σ 值遵循 $\Sigma A+\Sigma B \rightarrow \Sigma(A \times B)$ 或者 $\Sigma A+\Sigma B \rightarrow \Sigma(A/B)$ 规律^[22], 其中第 2 个规则的前提是 A/B 是整数, 且 $A > B$ 。Randle^[23]提出了“ $\Sigma 3$ 再生模型”, 认为低 Σ CSL 晶界比例的提升是由于共格 $\Sigma 3$ 孪晶的交互演化所致。Kumar^[24]提出了高 Σ 值 CSL 晶界分解模型, 认为低 Σ CSL 晶界比例的提升主要是通过高 Σ 值 CSL 晶界的分解来实现; W. G. Wang^[19]则认为, 高可动性非共格 $\Sigma 3$ 晶界的形成与演化是低 Σ CSL 晶界比例提升的主要原因。

目前, 晶界工程的研究主要集中在工艺、组织和性能之间的关系方面, 国内外的研究者也提出了相关的晶界迁移演化机制, 并解释了相关的晶界特征分布结果^[12]。但应指出的是, 关于退火过程中不同类型低 Σ CSL 晶界的形成, 以及其与随机晶界的交互演化这一动态过程尚缺乏直观认识, 而清晰了解这一过程对于确定相关模型和准则的适用性, 明确晶界的主要迁移演化机制, 以及获得高比例的低 Σ CSL 晶界均有着重要的意义。

本实验以沉淀强化铁镍基奥氏体抗氢合金 (以下称铁镍基合金) J75 为研究对象, 通过单步形变热处理方法获得高比例的低 Σ CSL 晶界, 并利用 EBSD 方法,

收稿日期: 2019-01-22

基金项目: 国家自然科学基金委员会与中国工程物理研究院联合基金项目(U1730140)

作者简介: 胡红磊, 男, 1990 年生, 博士生, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-28971499, E-mail: hlhu15b@imr.ac.cn

研究退火过程中不同类型晶界形成与演化的过程，确定不同类型晶界的交互演化规律，为相关模型与准则的完善，为进一步提高铁镍基合金中的相关性能提供理论支持。

1 实 验

实验所用 J75 合金采用真空感应炉熔炼制备，合金化学成分为 30Ni-15Cr-1.4Mo-2.1Ti-0.3Al-0.25Si-0.0015B-Fe(余量) (质量分数, %)。实验合金铸锭经 1160 °C 均匀化处理 12 h 后，于 1120 °C 锻造并轧制成厚度为 10 mm 的板材。轧制板材经固溶处理 (980 °C, 1.5 h+水淬)，加工成厚度为 3 mm 的板材，随后进行单步形变热处理，具体为：经四辊冷轧机进行变形量约为 5% 的冷轧变形后，在 1000 °C 进行不同时间的保温退火处理，随后空冷。

对试样表面进行打磨和抛光，采用 10% (体积分数) 的高氯酸乙醇溶液对样品进行电解抛光，电压为 15 V，时间为 1 min。利用配备在 ZEISS MERLIN Compact 场发射 SEM 上的 NordlysNano EBSD 附件对晶界类型进行标定，扫描区域为 1500 μm×1100 μm，步长为 3 μm，利用 HKL Channel 5 软件进行重构来获得取向成像显微图 (orientation image microscopy, OIM)，重构的 OIM 图可以给出晶粒取向分布和晶界结构特征，采用 Brandon 准则^[25] $\Delta\theta=15^\circ \Sigma^{-1/2}$ 来判定晶界类型。

晶界演化过程中的 EBSD 观察方法为：将 J75 合金进行 5% 冷轧变形，变形后的样品通过打显微硬度的方法进行区域标记，随后电抛，并在压痕划定区域内做 EBSD 分析；将标记样品真空密封于石英管中，在 1000 °C 进行退火处理，在不同退火时间下取出并进行短时电抛 (去除氧化层，厚度可忽略)，电抛后对同一区域 (压痕划定区域内) 进行 EBSD 分析，观察退火处理过程中不同类型晶界的形成与演化行为。

2 结果与讨论

2.1 不同工艺处理后的 J75 合金晶界特征分布

表 1 为不同处理工艺下 J75 合金中低 Σ CSL 晶界比例(长度比例)的统计结果 (表中给出 Σ 值为 1、3、9 和 27 的晶界比例统计结果，由于其他类型的低 Σ CSL 晶界占比较小，未予给出)。由表 1 可见，经过 5% 的预变形+1000 °C 退火处理后，合金中的低 Σ CSL 晶界比例显著提升。首先，经过固溶处理 (SA)，合金中的低 Σ CSL 晶界比例仅为 42.1%，而经过 5%+1000 °C, 120 min 处理后，该比例提高至 79.2%，增幅达 88%。其次，较之 SA，合金经 5% 变形 (CR) 后的 $\Sigma 3$ 比例略有下降，其原因在于变形使 $\Sigma 3$ 超出其容差范围

(Brandon 准则)；1000 °C, 20 min 退火处理后， $\Sigma 3$ 比例从 40.2% (SA) 提升到 59.4%，且随着保温时间的增加， $\Sigma 3$ 比例增幅不大，保持在 60%~65% 之间。再次，SA 中 $\Sigma 9$ 晶界比例仅为 0.2%，而通过单步形变热处理后则提升到 7% 左右，约为 $\Sigma 3$ 的 1/9；相似地， $\Sigma 27$ 晶界比例由 0.1% 提升至 4.6%。最后，CR 中因为进行了冷轧变形，故 $\Sigma 1$ 晶界 (小角度晶界) 比例提升；随着保温时间的增加，观察到 $\Sigma 1$ 晶界比例降低。

图 1 为 SA 和单步形变热处理条件下 J75 合金中晶界特征分布结果。不同类型晶界用不同颜色表示，

表 1 不同处理条件下 J75 合金的晶界特征分布统计
Table 1 Fraction of low Σ CSL grain boundary in J75 alloy under different process conditions (%)

Σ CSL	SA	CR	1000 °C				
			10 min	20 min	40 min	60 min	120 min
$\Sigma 1$	1.2	13.2	8.7	1.9	1.7	1.8	1.4
$\Sigma 3$	40.2	35.2	39.1	59.4	61.2	60.2	65
$\Sigma 9$	0.2	1.6	2.1	5.9	6.6	6.4	6.9
$\Sigma 27$	0.1	0.4	0.7	4	4	4.3	4.6
$\Sigma \leq 29$	42.1	54.9	55.2	73.5	76.5	75.5	79.2

Note: SA-solution annealing (980 °C, 1.5 h+water quenching); CR-5% cold rolling

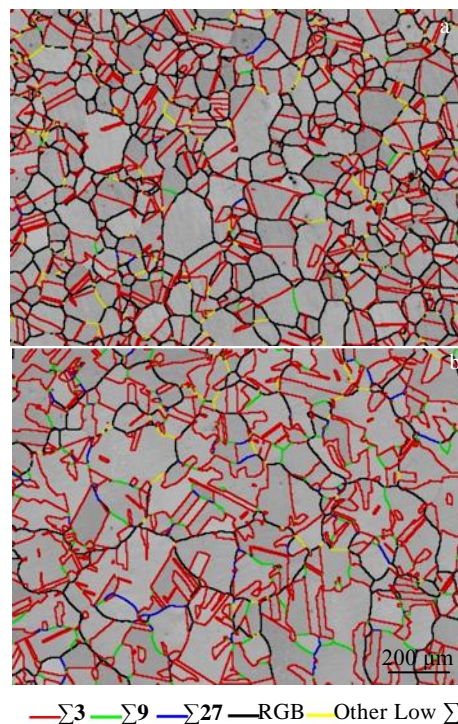


图 1 固溶与形变热处理态 J75 合金中的晶界特征分布
Fig.1 Grain boundary character distribution of J75 alloy after solution annealing (a) and single-step deformation heat treatment (5% rolling + 1000 °C, 120 min) (b)

红色为 $\Sigma 3$ 界面，绿色为 $\Sigma 9$ 晶界，蓝色为 $\Sigma 27$ 晶界，黄色为其他类型 $\Sigma \leq 29$ 的晶界（比例较少故不按类型逐一列出），黑色为随机晶界（random grain boundary, RGB），下文同样用这些颜色代表不同类型晶界。由图 1a 可知，SA 中三叉晶界主要由 R 晶界组成，并构成连续的 R 晶界网络。经 5% 变形+1000 °C, 120 min 处理（图 1b），合金中出现较多的 $\Sigma 3$ 及 $\Sigma 3^n$ 界面，并且构成了大量相互连接的 $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ - $\Sigma 27$ 等 $\Sigma 3^n$ （ $n=1, 2, 3$ ）类型的三叉晶界，形成了具有“互有 $\Sigma 3^n$ 取向关系的晶粒团簇”特征的晶界网络分布，打断了 R 晶界的连通性。

2.2 J75 合金中低 Σ CSL 晶界的演化过程

由表 1 可知，低 Σ CSL 晶界比例随着退火时间呈不同变化。形变过程中，低层错能材料中的位错难以发生交滑移，导致位错积累而产生较大的应变能。退火过程中，各类晶界表现的变化和迁移规律是不同的。

为研究不同类型低 Σ CSL 晶界的变化规律以及共格和非共格 $\Sigma 3$ 界面、 $\Sigma 9$ 、 $\Sigma 27$ 和 R 晶界的迁移特性及演化过程。本研究基于 EBSD 方法，即在不同保温时间，对样品同一区域（图 2 标记区域内）进行 EBSD 分析，观察退火过程中同一位置不同类型晶界的迁移演化过程。

2.2.1 $\Sigma 3$ 的形成

由表 1 可知，低 Σ CSL 晶界比例的提升主要基于 $\Sigma 3^n$ （ $\Sigma 3$ 、 $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ ）比例的提升，其中 $\Sigma 3$ 占绝大部分，其后依次为 $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 。对图 2 中 I 区域观察（图 3a、3b），铁镍基合金中，共格孪晶界的形成主要是由于晶粒长大过程中出现“长大事故”（growth accident）^[26] 造成的。在退火过程中由于预应变的作用，晶粒发生迁移，并在该过程中不断形成新的退火孪晶界。

此外，对图 2 中 II 区域观察（图 3c 和 3d）发现，小变形中，晶粒“碎化”引入的显微带倾向于平行滑移面 $\{111\}$ ^[27]。在退火过程中，再结晶晶核优先在点阵弯曲和位错密度比较高的显微带中形成，形成的再结

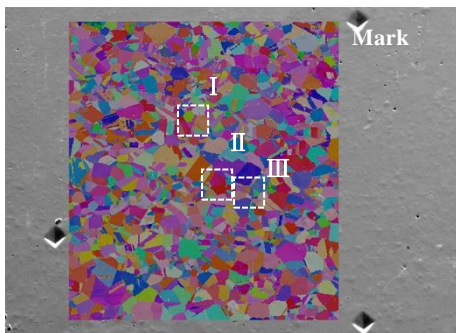


图 2 EBSD 标定与扫描观察区域

Fig.2 Observation areas of EBSD analysis

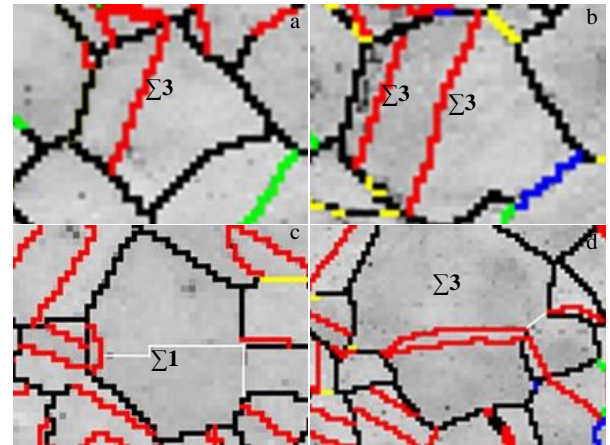


图 3 $\Sigma 3$ 的形成过程

Fig.3 Generation of the $\Sigma 3$ in J75 alloy during annealing treatments: (a) 1000 °C, 15 min; (b) 1000 °C, 35 min; (c) 5%; (d) 1000 °C, 15 min

晶晶核大都与基体保持着 $\Sigma 3$ 的界面关系，因而退火过程中部分 $\Sigma 1$ 转化为 $\Sigma 3$ ，进一步促进 $\Sigma 3$ 比例提升。这也很好的解释了表 1 中 $\Sigma 3$ 比例提升的同时伴随着 $\Sigma 1$ 的减少。

2.2.2 $\Sigma 3$ 晶界交互演化过程

由表 1 还可以看出，除了 $\Sigma 3$ 外， $\Sigma 9$ 比例也获得了大幅度提升，这主要是由于 2 条 $\Sigma 3$ 界面的一次反应。随保温时间延长，图 2 中 I 区域内的 $\Sigma 3$ 演化过程如图 4 所示。图 4a 中弯曲的 $\Sigma 3$ 界面为非共格 $\Sigma 3$ 晶界（ $\Sigma 3_{ic}$ ）^[19]，另一条为共格 $\Sigma 3$ 界面。由于 $\Sigma 3_{ic}$ 晶界的迁移能力大于共格 $\Sigma 3$ ^[28]，故在保温过程中 $\Sigma 3_{ic}$ 晶界会发生迁移。短时退火过程（1000 °C, 3 min）中， $\Sigma 3_{ic}$ 与共格 $\Sigma 3$ 相遇（图 4b），发生 $\Sigma 3_{ic} + \Sigma 3 \rightarrow \Sigma 9$ 这一演化过程，形成 $\Sigma 9$ 晶界；随保温时间的延长， $\Sigma 9$ 逐渐取代 $\Sigma 3$ （图 3c），该过程有助于提升 $\Sigma 9$ 比例。

值得注意的是，与 Randle^[23, 29]等人提出的 $\Sigma 9$ 是由 2 条共格 $\Sigma 3$ 反应产生的观点不同。本研究发现 $\Sigma 9$ 晶界的产生与 $\Sigma 3_{ic}$ 晶界迁移有关。王卫国^[19]在反复形变热处理对 Pb-Ca-Sn-Al 合金晶界特征分布影响的研究中也观察到了同样的现象。

2.2.3 $\Sigma 3$ 与 $\Sigma 9$ 晶界交互演化过程

由前面可知， $\Sigma 9$ 是由 2 条 $\Sigma 3$ 的一次反应形成的，而 $\Sigma 27$ 是由 $\Sigma 3$ 与 $\Sigma 9$ 相遇，属于二次反应，故其比例相较于 $\Sigma 9$ 更低（表 1）。图 2 中 III 区域内 $\Sigma 3$ 与 $\Sigma 9$ 晶界演化过程如图 5 所示。比较图 5a 和 5b，短时退火（1000 °C, 3 min）过程中，R 晶界会向下发生迁移；随退火时间增加， $\Sigma 3_{ic}$ 与 $\Sigma 9$ 间发生 $\Sigma 3_{ic} + \Sigma 9 \rightarrow \Sigma 27$ 这一演化过程，导致形成 $\Sigma 27$ 晶界（图 5b），提升了 $\Sigma 27$

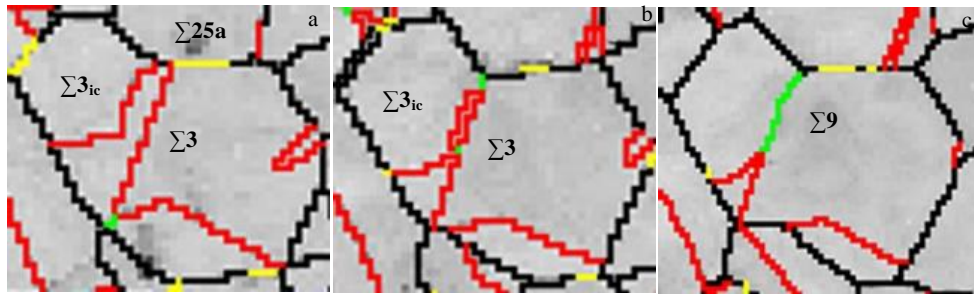


图 4 $\Sigma_{3ic}+\Sigma_3\rightarrow\Sigma_9$ 演化过程

Fig.4 EBSD observation of the $\Sigma_{3ic}+\Sigma_3\rightarrow\Sigma_9$ in J75 alloy during annealing treatments: (a) 5%; (b) 1000 °C, 3 min; (c) 1000 °C, 7 min

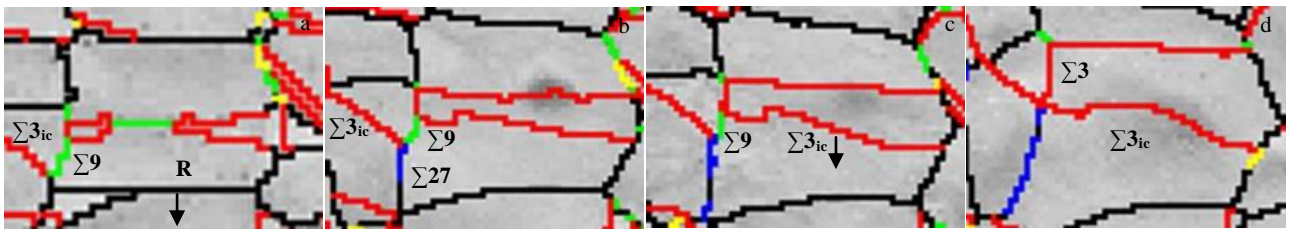


图 5 $\Sigma_{3ic}+\Sigma_9\rightarrow\Sigma_{27}$ 和 $\Sigma_9+\Sigma_{3ic}\rightarrow\Sigma_3$ 演化过程

Fig.5 EBSD observation of $\Sigma_{3ic}+\Sigma_9\rightarrow\Sigma_{27}$ and $\Sigma_9+\Sigma_{3ic}\rightarrow\Sigma_3$ in J75 alloy during annealing treatments: (a) 1000 °C, 3 min; (b) 1000 °C, 7 min; (c) 1000 °C, 11 min; (d) 1000 °C, 25 min

晶界比例。进一步增加退火时间，观察到 Σ_{3ic} 晶界向下发生迁移并与 Σ_9 晶界相遇(图 5c)，但并未形成 Σ_{27} 晶界，而是发生 $\Sigma_9+\Sigma_{3ic}\rightarrow\Sigma_3$ ，形成 Σ_3 (图 5d)，这即是 Σ_3 的再生过程。

还应看到的是，形变热处理后，J75 合金中的 Σ_{27} 晶界比例虽较固溶态显著增加(表 1)，但仍远小于 Σ_3 晶界比例，且低 Σ CSL 晶界主体仍为 Σ_3 界面。由此推断，退火过程中， $\Sigma_{3ic}+\Sigma_9\rightarrow\Sigma_{27}$ 和 $\Sigma_9+\Sigma_{3ic}\rightarrow\Sigma_3$ 这两个过程虽可同时发生，但后者发生的可能性高于前者。由此可见， Σ_3 的再生也是 Σ_3 比例提升的重要原因。

目前，有关 Σ_9 与 Σ_3 演化生成 Σ_3 (Σ_3 再生过程)的主要观点^[23, 29]是，晶粒长大过程中 2 条共格 Σ_3 相遇，会形成可移动性强的 Σ_9 晶界；当 Σ_9 晶界与另 1 条共格 Σ_3 相遇时，则有可能形成 Σ_{3ic} 晶界。该观点核心是，共格 Σ_3 界面在 Σ_3 再生过程中起着关键作用。但与之不同的是，本研究发现，在 Σ_3 的再生过程中， Σ_{3ic} 晶界的作用至关重要。也就是说，由于 Σ_{3ic} 的迁移能力强，在退火过程中会优先发生迁移，当 Σ_{3ic} 与 Σ_9 晶界相遇，就会形成新的 Σ_3 ，实现 Σ_3 的再生，促进 Σ_3 和低 Σ CSL 晶界比例的提升。

2.2.4 低 Σ CSL 晶界与 R 晶界交互演化过程

由图 1b 可知，形变热处理后，R 晶界的连通性被打断。按重合位置点阵模型，R 晶界可看作是高 Σ 值

晶界，R 晶界的迁移能力较强。图 6 是图 2 中 I 区域内低 Σ CSL 晶界与 R 晶界交互演化过程。由图可见，退火(1000 °C, 15 min)过程中，图 2 中 I 区域内下方的 R 晶界会向上发生迁移(图 6a 和 6b)，当其与 Σ_3 相遇时，新产生的晶界 Σ 值相对于 R 晶界会减少 3 倍^[29]，即存在 $R+\Sigma_3\rightarrow R'$ 这一过程。EBSD 分析结果表明，新形成的 R' 晶界仍为大角度随机晶界，即其 Σ 仍大于 29(图 6b)。继续增加退火时间(1000 °C, 35 min)， Σ_3 晶界逐渐转变为 R'，如图 6c 所示。

由图 6 还可见，退火过程中图 6a 左侧的 R 晶界向右发生迁移，当与 Σ_9 晶界相遇就会发生 $R+\Sigma_9\rightarrow R/9$ ，演化形成 Σ_{27} 晶界(图 6b)，这与文献^[30]提到的 R 晶界与 Σ_3 、 Σ_9 和 Σ_{27} 相遇反应时只能遵循“积”的原则不同。当退火时间增加到 35 min 后，R 晶界逐渐被 Σ_{27} 晶界所取代(图 6c)，形成具有互联 Σ_3 关系的晶粒团簇。该过程一方面可以解释退火过程中低 Σ 晶界代替 R 晶界致使 R 晶界数量减少，另一方面也很好的阐述了打断了 R 晶界的连通性的原因。

目前，有关阻断 R 晶界连通性的机制研究结果各不相同。有些学者认为^[19]，变形晶界(最初为 R 晶界)两侧的 2 条 Σ_{3ic} 晶界与变形晶界(R 晶界)相遇演化形成 Σ_9 和 Σ_{27} 晶界是打断 R 晶界连通性的的主要原因；还有学者认为^[3]，所有的共格孪晶对都能在 R 晶

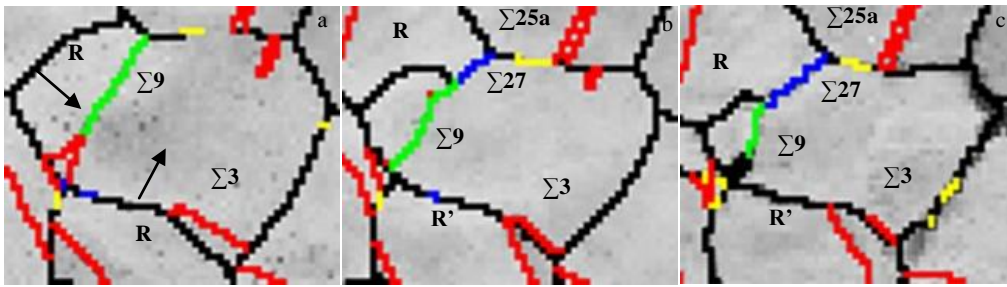


图 6 R+ Σ →R/ Σ 演化过程

Fig.6 EBSD observation of the R+ Σ →R/ Σ in J75 alloy during annealing treatments: (a) 1000 °C, 15 min; (b) 1000 °C, 25 min; (c) 1000 °C, 35 min

界网络上引入低 Σ CSL 晶界片段，从而可阻断 R 晶界的网络连通性。与之不同的是，本研究发现，R 晶界与低 Σ CSL 晶界相遇可演化形成 R/ Σ (≤ 29) 的晶界，取代 R 晶界，打断了 R 晶界的网络连通性。

2.2.5 低 Σ CSL 晶界演化过程模型

基于上述的研究结果，提出了 J75 合金中低 Σ CSL 晶界的演化过程模型，如图 7 所示。形变后的初始退火阶段，因为 J75 合金层错能较低，故晶粒内部易形成退火孪晶 ($\Sigma 3$ 界面)，如图 7a。随后的退火过程中晶界发生迁移， $\Sigma 3_{ic}$ 晶界与 R 晶界相遇演化形成 Σ 值为 R/3 的新晶界，同时 $\Sigma 3_{ic}$ 与其它 $\Sigma 3$ 相遇形成 $\Sigma 9$ 晶界 (图 7b)；继续增加退火时间，R 晶界扫过低 Σ CSL 晶界形成 R/ Σ 晶界 (此模型中的低 Σ CSL 晶界为 $\Sigma 9$ 晶界)， $\Sigma 9$ 与 $\Sigma 3$ 相遇会演化形成 $\Sigma 27$ 或 $\Sigma 3$ (图 7c)；此外，退火过程中不断有新的 $\Sigma 3$ 形成，从而促使低 Σ CSL 晶界比例不断提

升，当较多的低 Σ CSL 晶界取代 R 晶界后，R 晶界的连通性被打断。

本研究的铁镍基 J75 抗氢合金是在单相奥氏体合金的基础上，添加合金元素发展起来的。J75 合金的强度虽较单相奥氏体合金显著提高 (屈服强度在 700 MPa 以上)，但抗氢损伤能力明显下降 (氢致塑性损减 ψ_L 达 40%)，远高于单相奥氏体合金 ($\psi_L < 10\%$)^[31]。究其原因，主要是因为 γ' 和氢原子的共同作用下，导致严重位错平面滑移，提高了位错运输氢原子的能力；当位错在晶界处塞积，会引起晶界处氢浓度增加，促进裂纹沿晶界处萌生与扩展，造成沿晶开裂，致使合金抗氢损伤能力下降^[32, 33]。由此分析，在 J75 合金中引入高比例的低 Σ CSL 晶界，有望降低氢致沿晶裂纹的形成，降低合金的氢损伤程度，这部分的研究工作正在进行中。

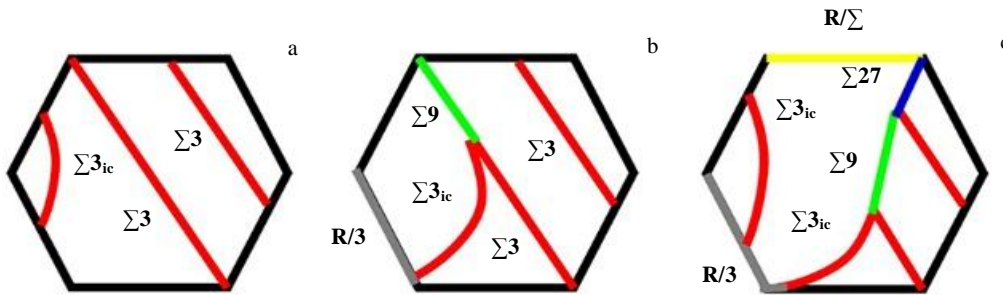


图 7 J75 合金中低 Σ CSL 晶界的产生和演化模型

Fig.7 Generation and evolution model of low Σ CSL grain boundaries in J75 alloy

3 结 论

1) 通过单步形变热处理，可以将 J75 合金中的 $\Sigma 3$ 比例提升至 60% 以上，低 Σ CSL 晶界比例提高至 70% 以上。

2) 通过单步形变热处理可优化 J75 合金晶界特征分布，促使形成较多相互连接的 $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ - $\Sigma 27$ 等 $\Sigma 3^n$ ($n=1, 2, 3$) 类型的三叉晶界，形成具有“互有 $\Sigma 3^n$ 取向关系的晶粒团簇”特征的晶界网络分布，打断了 R 晶界的连通性。

3) 低 Σ CSL 晶界比例提升主要基于 $\Sigma 3^n$ 比例提升, 其中 $\Sigma 3$ 占主要部分。 $\Sigma 9$ 晶界的产生与 $\Sigma 3_{ic}$ 有着重要的联系, 这是因为 $\Sigma 3_{ic}$ 移动性较强, 当与其它 $\Sigma 3$ 相遇时会形成 $\Sigma 9$ 晶界; $\Sigma 3$ 与 $\Sigma 9$ 相遇, 会同时发生 $\Sigma 3+\Sigma 9 \rightarrow \Sigma 27$ 和 $\Sigma 9+\Sigma 3 \rightarrow \Sigma 3$ 两个过程, 且后者的可能性更大; 发现 $\Sigma 3$ 的再生与 $\Sigma 3_{ic}$ 有关, 该再生过程是 $\Sigma 3$ 和低 Σ CSL 晶界比例提高的重要原因。

4) 研究发现, R 晶界与低 Σ CSL 晶界相遇会形成 R/ Σ 晶界, 当 R/ Σ 晶界为低 Σ CSL 晶界时, 则可打断 R 晶界网络连通性。

参考文献 References

- [1] Watanabe T. *Res Mechanica*[J], 1984, 11(1): 47
- [2] Xia S, Zhou B, Chen W. *Journal of Materials Science*[J], 2008, 43(9): 2990
- [3] Shimada M, Kokawa H, Wang Z J *et al.* *Acta Materialia*[J], 2002, 50(9): 2331
- [4] Lillo T, Cole J, Frary M. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40(12): 2803
- [5] Otto F, Payton E J, Frenzel J *et al.* *Journal of Materials Science*[J], 2012, 47(6): 2915
- [6] Bechtle S, Kumar M, Somerday B P *et al.* *Acta Materialia*[J], 2009, 57(14): 4148
- [7] Telang A, Gill A S, Kumar M *et al.* *Acta Materialia*[J], 2016, 113: 180
- [8] Telang A, Gill A S, Tammana D *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2015, 648: 280
- [9] Michiuchi M, Kokawa H, Wang Z J *et al.* *Acta Materialia*[J], 2006, 54(19): 5179
- [10] Fang X, Zhang K, Guo H *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 487(1-2): 7
- [11] Liu T, Xia S, Li H *et al.* *Materials Letters*[J], 2014, 133(10): 97
- [12] Xia Shuang(夏爽), Zhou Bangxin(周邦新), Chen Wenjue(陈文觉) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2006, 42: 129
- [13] Pinto A L, da Costa Viana C S, de Almeida L H. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2007, 445-446: 14
- [14] Randle V, Davies H. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2002, 33(6): 1853
- [15] Mandal S, Bhaduri A K, Subramanya Sarma V. *Journal of Materials Science*[J], 2010, 46(1): 275
- [16] Li B, Tin S. *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 603: 104
- [17] Schuh C A, Kumar M, King W E. *Acta Materialia*[J], 2003, 51(3): 687
- [18] Alexandreanu B, Capell B, Was G S. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 300(1): 94
- [19] Wang W G, Guo H. *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 445(6): 155
- [20] Sakaguchi N, Ichinose H, Watanabe S. *Journal of the Japan Institute of Metals*[J], 2007, 72(11): 886
- [21] Lehockey E M, Brennenstuhl A M, Thompson I. *Corrosion Science*[J], 2004, 46(10): 2383
- [22] Gertsman V Y. *Acta Crystallographica Section A Foundations of Crystallography*[J], 2001, 57(6): 649
- [23] Randle V. *Acta Materialia*[J], 1999, 47(15-16): 4187
- [24] Kumar M, Schwartz A J, King W E. *Acta Materialia*[J], 2002, 50(10): 2599
- [25] Brandon D G. *Acta Metallurgica*[J], 1966, 14(11): 1479
- [26] Burke J E. *JOM*[J], 1950, 2(11): 1324
- [27] Yu Yongning(余永宁). *The Principles of Metal Science*(金属学原理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000
- [28] Olmsted D L, Holm E A, Foiles S M. *Acta Materialia*[J], 2009, 57(13): 3704
- [29] Randle V. *Acta Materialia*[J], 2004, 52(14): 4067
- [30] Wang Weiguo(王卫国), Zhou Bangxin(周邦新), Feng Liu(冯柳) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2006, 42: 715
- [31] Li Yiyi(李依依), Fan Cungan(范存淦), Rong Lijian(戎利建) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46: 1335
- [32] Guo Z, Zhao M, Li C *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 555(5): 77
- [33] Zhao M, Guo Z, Chen S *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2014, 30(11): 1155

Formation and Evolution of Low Σ CSL Grain Boundaries in J75 Hydrogen-Resistant Alloy

Hu Honglei^{1,2}, Zhao Mingjiu¹, Rong Lijian¹

(1. Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. School of Materials and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, China)

Abstract: The researches in the area of grain boundary engineering were mainly focused on the relationship between process, microstructure and properties. However, little attention had been paid to the formation and evolution process of low Σ CSL grain boundaries. To better understand the dynamic process, electron backscatter diffraction (EBSD) was used to analyze the grain boundary migration and evolution in J75 alloy. Single-step deformation heat treatment with 5% pre-deformation and 1000 °C annealing was used to increase the proportion of low- Σ CSL grain boundaries to over 70%, and formed grain clusters with $\Sigma 3^n$ orientation relationship to break the connectivity of random grain boundaries. During the annealing process, the migration ability of $\Sigma 3_{ic}$ was strong, and when it encountered other $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ would be formed; in addition, $\Sigma 3$ with $\Sigma 9$ would lead to $\Sigma 3+\Sigma 9 \rightarrow \Sigma 27$ or $\Sigma 9+\Sigma 3 \rightarrow \Sigma 3$ processes, and the latter was more likely to occur. The $\Sigma 3$ regeneration was closely related to the $\Sigma 3_{ic}$ grain boundary; a mechanism for breaking the connectivity of random grain boundary network was proposed. When random grain boundary met low Σ CSL grain boundary, R/Σ would form. If the ratio $(R/\Sigma) \leq 29$, the connectivity of random grain boundaries network could be interrupted.

Key words: Fe-Ni based alloys; J75; low Σ CSL grain boundary; grain boundary character distribution; grain boundary evolution

Corresponding author: Zhao Mingjiu, Professor, Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971985, E-mail: mjzhao@imr.ac.cn