

多场耦合作用下 GH4169 合金微观组织演变行为

安金岚¹, 谢玮², 王磊³, 回丽¹

(1. 沈阳航空航天大学 航空制造工艺数字化国防重点学科实验室, 辽宁 沈阳 110136)

(2. 西安热工研究院有限公司, 陕西 西安 710054)

(3. 东北大学 材料各向异性与织构教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

摘要: 基于典型航空结构材料 GH4169 合金微观组织精准控制进而优化合金综合性能, 本研究将多种能量场应用于 GH4169 合金, 利用透射电子显微镜和扫描电子显微镜研究微观组织演变规律及作用机理。结果表明, 与常规温度场/应力场作用下相比, 温度场/应力场/脉冲电流能量场耦合作用下, GH4169 合金晶界析出大量颗粒状 δ 相, 晶粒内 γ'' 相尺寸增大。原因在于脉冲能量场的引入促进位错运动, 进而增强原子的扩散能力, 有利于析出相的析出与长大。

关键词: GH4169 合金; 多场耦合; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG132.3²

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)07-2585-06

高温合金在国防建设和国民经济发展中有着重要的作用, 是先进航空发动机、燃气轮机、航天动力推进系统以及其它高端制造业不可或缺的关键材料^[1]。镍基高温合金已成为发动机高温复杂结构件的关键材料^[2,3]。GH4169 合金自 20 世纪 60 年代开始广泛应用以来, 已成为过去几十年最为成功的航空发动机涡轮盘用镍基变形高温合金^[4-7]。随着航空发动机推重比要求不断提高, 对发动机涡轮盘、涡轮轴和叶片等关键部件提出了更高的服役性能要求^[8], 优异的性能主要由稳定的微观结构控制。合理适当的成分设计以及变形方式等可以对 GH4169 合金微结构进行调控。Detor 等^[9]通过调整 GH4169 合金中 Al、Ti 和 Nb 含量, 在较慢的冷却速率 (0.6 °C/min) 下得到了尺寸小于 100 nm 的强化相。Mei 等^[10]研究发现 GH4169 合金冷轧过程中形成的位错可促进 γ'' 相的形核过程, γ'' 相的析出将导致贫 Nb 区域的形成, 从而延缓 δ 相的析出。

从冶炼工艺到变形方式以及后续热处理归根结底是不同形态的能量输入来调控材料微结构。人类文明不断发展对材料性能提出更高的要求, 通过传统方法制备材料和普通改性方法来优化材料性能已无法满足人类的需求, 因此人们不断探索寻找新型能量形式。1963 年 Troitskii 和 Likhtman^[11]两位科学家首次在锌单晶变形过程中施加脉冲电流 (electric-pulse current, EPC), 发现变形抗力降低、延伸率增加, 将其定义为“电致塑性效应”。近年来, 脉冲电流处理技术作为

一种新型材料改性的特种能量场, 在电能与热能的耦合作用下显著影响材料性能, 广泛应用于材料制备、加工和性能改善等诸多领域^[12,13]。脉冲电流作用下金属材料诸多冶金过程的研究表明, 脉冲电流强烈影响材料微观组织。研究发现^[14]脉冲电流加速 Zn-Al 合金中相转变, 其转变速率为常规时效处理的 1200 倍, 转化效率大大提高。AZ91 合金中施加脉冲电流, 脉冲电流加速合金中 β 相球化和溶解。脉冲电流诱导纳米相析出, 在低碳钢中发现纳米级 γ -Fe 相^[15]。脉冲电流加速层状 TiNi₃ 和 TiNi 相的长大^[16]。因此, 脉冲电流能量场具备改善材料微观组织的潜能。

基于上述背景, 本研究利用温度场/应力场/脉冲电流能量场多场耦合对 GH4169 合金进行处理, 探究多场耦合作用对合金微观组织的影响规律, 为进一步利用特种能量场精确控制高温合金的微观组织、优化力学性能提供可靠的数据支撑和理论依据。

1 实验

本研究选用实验材料为厚度 2 mm 的 GH4169 热轧板, 化学成分见表 1。合金在 1050 °C 下固溶处理 6 min, 固溶处理后线切割加工成拉伸试样, 平行段长度为 30 mm。变形温度为 700 °C, 载荷横梁位移速率为 1 mm/min, 初始应变速率为 $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。图 1 为多场耦合作用下试样装卡示意图。试样夹持端用绝缘材料与 MTS 810 试验机进行绝缘。实验前用 400#砂纸打磨

收稿日期: 2021-07-15

基金项目: 国家自然科学基金 (51775355); 沈阳航空航天大学航空制造工艺数字化国防重点学科实验室开放基金 (SHSYS202003)

作者简介: 安金岚, 女, 1989 年生, 博士, 讲师, 沈阳航空航天大学航空制造工艺数字化国防重点学科实验室, 辽宁 沈阳 110136, 电话: 024-89728640, E-mail: anjinlan123@sau.edu.cn

表 1 热轧态 GH4169 合金化学成分

Table 1 Chemical composition of hot rolled GH4169 alloy (wt%)

Fe	Cr	Mo	Nb +Ta	Ti	Al	Si	C	B	S	Ni
18.73	18.93	3.04	5.26	1.00	0.56	0.08	0.031	0.004	0.008	Bal.

紫铜表面氧化层，保证紫铜与样品的接触电阻最小，确保脉冲电流的利用效率。脉冲电流发生装置引出 2 股导线，2 股导线分别联接板状紫铜，利用紫铜夹持试样夹持端，此时试样与脉冲电流发生装置串联。本研究脉冲电流频率为 10、30 和 40 Hz，脉冲电流为 500 A/mm²，脉宽为 20 μs。实验过程中在拉伸样品平行段中间位置焊接 K 型热电偶，实时测量试样温度，保证拉伸变形过程中温度始终保持在 700 °C 左右。试样加热至 700 °C 保温 5 min 后开始实验。利用 Shimadzu SSX 550 型扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM) 对合金侧面组织形貌进行观察，利用 JEOL-2100F 型透射电子显微镜 (transmission electron microscope, TEM) 对合金断口侧面析出相形貌和结构、位错组态等微观结构进行表征，利用 TEM 附带的能谱对析出相进行成分分析。利用 Nano-Measurer 软件对合金析出相的尺寸进行定量表征。

2 结果与讨论

2.1 多场耦合作用下 δ 相演化行为

图 2 中所示为 GH4169 合金多场耦合作用下断口侧面 SEM 组织形貌。温度场/应力场耦合作用下，合金晶界未发现析出相。温度场/应力场/脉冲电流多场耦合作用下，当脉冲电流频率较低为 10 和 30 Hz 时，合金晶界亦未发现析出相。脉冲电流频率增大至 40 Hz，合金晶界析出少量析出相，如图 2h 中箭头所示，进一步放大后组织形貌可清晰观察 (图 3a)，晶界处存在不连续分布颗粒状析出相。利用 SEM 附带的能谱获得基体和晶界析出相成分如图 3b, 3c 所示，颗粒状析出相富含 Nb 元素，结合相关研究结果^[17]及能谱分析结果表明析出相为 δ 相。当脉冲电流频率增大 40 Hz，多场耦合作用下诱导合金晶界析出大量颗粒状 δ 相。

2.2 多场耦合作用下 γ'' 相演化行为

多场耦合作用下断口侧面 TEM 组织如图 4 所示。温度场/应力场耦合作用下，晶粒内分布析出大量弥散细小的球状相，由图 4a 中选区电子衍射花样结果可知析出相主要为 γ'' 相及少量 γ' 相。温度场/应力场/脉冲电流耦合作用下，晶粒内亦分布析出大量弥散细小的球状 γ'' 相及少量 γ' 相。利用 Nano-Measurer 软件测量不同脉冲电流频率拉伸变形后 γ'' 相尺寸列于表 2。常规温度场/应力场耦合作用 γ'' 相尺寸为 6.3 nm 左

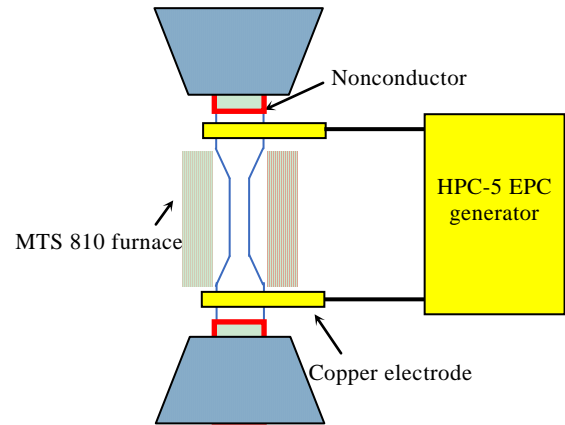


图 1 多场耦合作用下试样装夹示意图

Fig.1 Schematic of tensile samples clamped with multi-field coupling

右。引入脉冲电流能量场后，脉冲电流频率增大至 10 Hz，γ'' 相尺寸为 6.8 nm 左右，脉冲电流频率增大至 30 Hz，γ'' 相尺寸为 8.2 nm 左右，脉冲电流频率增大至 40 Hz，γ'' 相尺寸为 23.2 nm 左右，由此说明晶粒内 γ'' 相尺寸随脉冲电流频率增大而增大。多场耦合作用下诱导 GH4169 合金中 γ'' 相长大。

2.3 多场耦合作用对 GH4169 合金微观组织的影响机理

2.3.1 多场耦合诱导 δ 相析出的机理

常规温度场/应力场作用下合金晶界无 δ 相，温度场/应力场/脉冲电流多场耦合作用下，合金晶界分布析出少量颗粒状 δ 相。研究表明^[18,19]，δ 相于 900 °C 以上温度范围内，才可在晶界以胞状反应自基体直接析出。然而多场耦合作用下，700 °C 下 δ 相即可在晶界析出，由此说明 700 °C 多场耦合作用满足 δ 相在晶界析出的热力学和动力学条件。δ 相晶界析出包括形核和长大过程，非均匀形核过程需要满足结构和成分等热力学条件，长大过程需要满足原子扩散和界面迁移等动力学条件。δ 相的主要化学成分为 Ni₃Nb，在 δ 相的形核过程中，Nb 原子起到重要作用。作者前期研究及相关研究结果表明脉冲电流作用下原子能量升高，原子跃迁能垒降低^[20-22]，有利于 Nb 原子扩散。此外，脉冲电流能量场的引入，电子风力有利于位错运动^[23]。常规温度场/应力场耦合作用下断口侧面

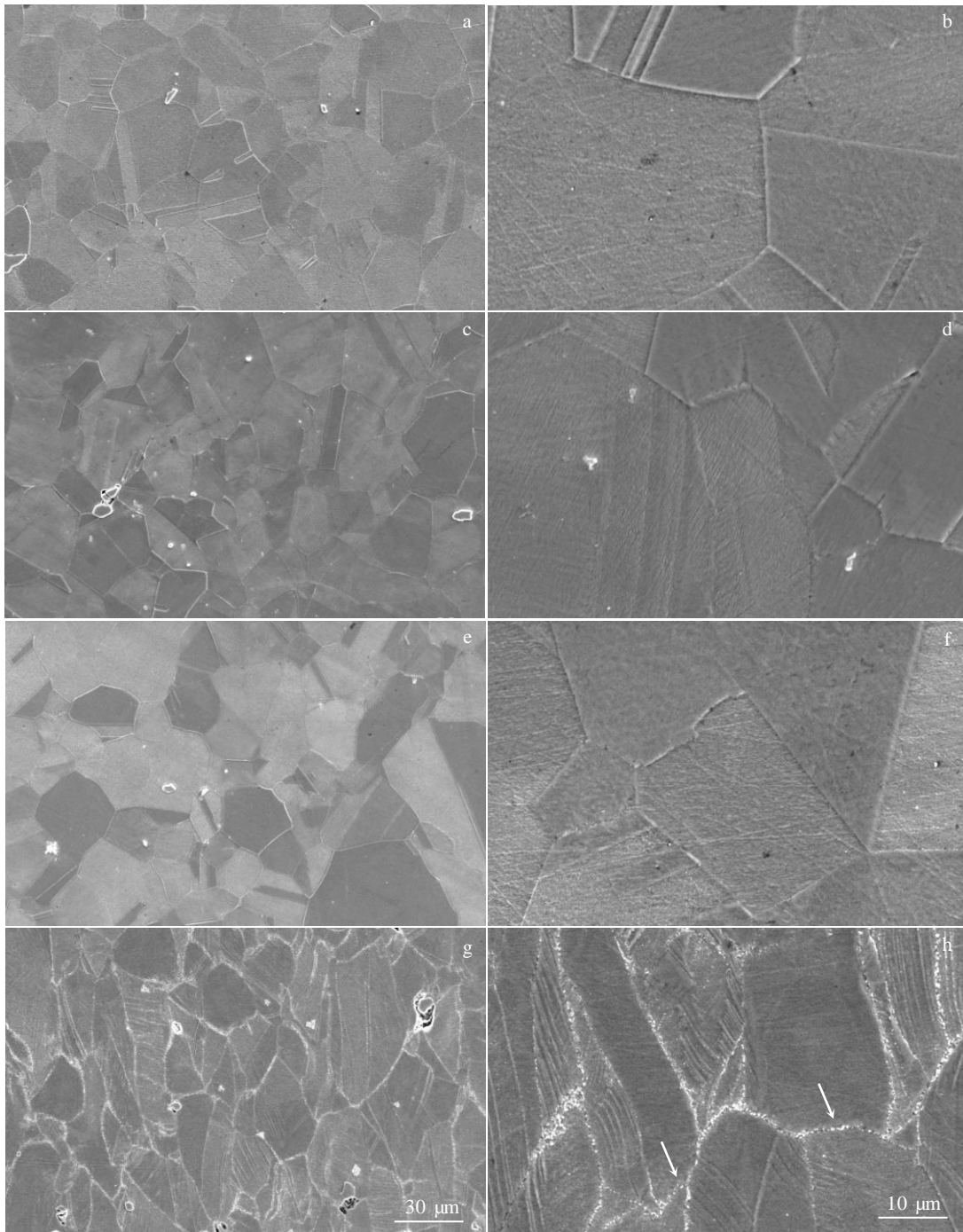


图 2 GH4169 合金多场耦合作用下断口侧面组织 SEM 形貌

Fig.2 SEM morphologies of cross-section near fracture surface in GH4169 alloy with multi-field coupling: (a, b) non-EPC, (c, d) 10 Hz-EPC, (e, f) 30 Hz-EPC, and (g, h) 40 Hz-EPC

TEM 组织如图 5a 所示, 合金中分布着大量位错。与常规温度场/应力场作用下相比, 多场耦合作用下位错缠结程度降低, 位错密度大大降低, 如图 5b 所示。原因在于脉冲能量场引入促进位错运动, 位错作为原子

扩散的高速通道, 位错运动过程中有利于 Nb 原子扩散。Nb 原子扩散激活能降低, 进而促进 δ 相于晶界析出。因此, 多场耦合作用下, GH4169 合金 700 °C 下 δ 相即可在晶界形核析出。

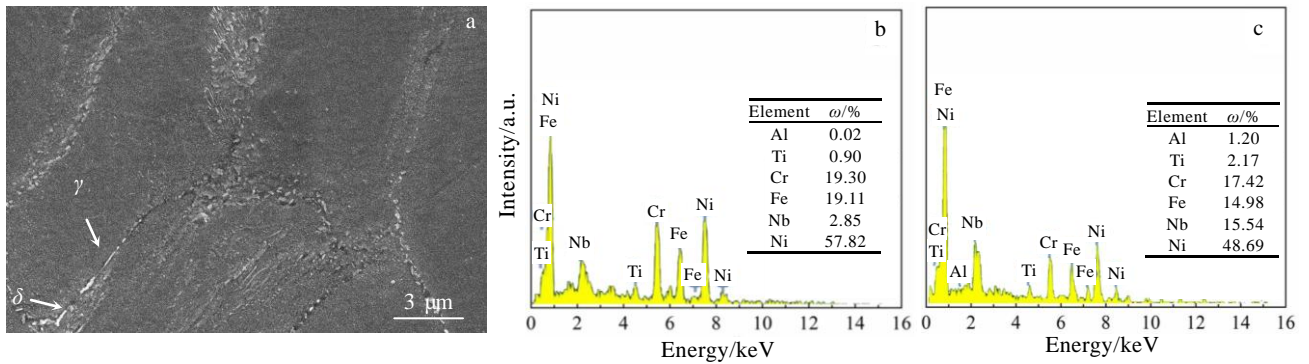


图 3 GH4169 合金多场耦合作用下 (频率 40 Hz) 断口侧面晶界 δ 析出相和基体成分

Fig.3 SEM morphology (a) and chemical composition of γ matrix (b) and grain boundary δ phase (c) of cross-section near fracture surface in GH4169 alloy with multi-field coupling (40 Hz-EPC)

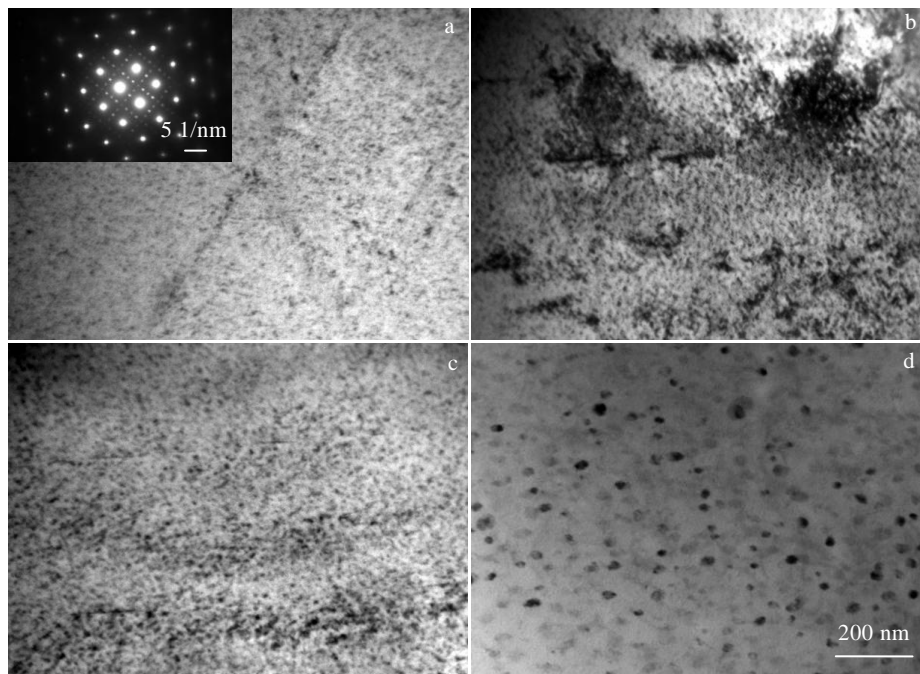


图 4 GH4169 合金多场耦合作用下断口侧面 TEM 组织

Fig.4 TEM microstructures of cross-section near fracture surface in GH4169 alloy with multi-field coupling: (a) non-EPC (inset: SAED pattern of γ'' and γ'), (b) 10 Hz-EPC, (c) 30 Hz-EPC, and (d) 40 Hz-EPC

表 2 GH4169 合金多场耦合作用下断口侧面 γ'' 相尺寸

Table 2 γ'' phase size of cross-section near fracture surface in GH4169 alloy with multi-field coupling

Frequency of EPC/Hz	Non-EPC	10	30	40
Size of γ'' /nm	6.3 \pm 0.3	6.8 \pm 0.5	8.2 \pm 0.4	23.2 \pm 0.6

2.3.2 多场耦合作用下 γ'' 相长大的机理

常规温度场/应力场作用下断裂后合金 γ'' 相尺寸为 6.3 nm 左右, 温度场/应力场/脉冲电流多场耦合作

用下, 脉冲电流频率增大至 40 Hz, 合金中 γ'' 相尺寸约为 23.2 nm, 多场耦合作用下诱导 γ'' 相长大。众所周知^[24,25], 析出相长大过程主要依据 Ostwald 熟化理论。与尺寸较小的 γ'' 相周围的 Nb、Fe、Cr 等溶质原子浓度相比, 尺寸较大的 γ'' 相周围的 Nb、Fe、Cr 原子浓度较高, 浓度差驱使溶质原子从小尺寸 γ'' 相周围扩散至大尺寸 γ'' 相周围, 促进小尺寸 γ'' 相溶解, 进而大尺寸 γ'' 相长大。粗化过程主要由原子扩散过程控制。应力场作用下合金塑性变形是位错增殖运动的过程^[26],

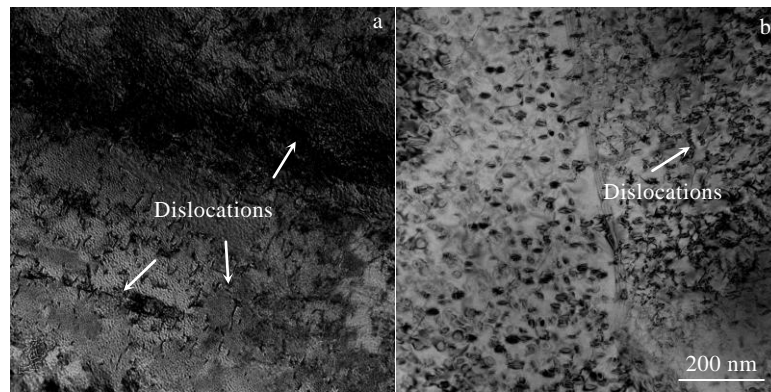


图5 GH4169合金多场耦合作用下断面侧面位错

Fig.5 Dislocation of cross-section near fracture surface in GH4169 alloy with multi-field coupling: (a) non-EPC and (b) 40 Hz-EPC

随着变形进行合金中位错密度增大,位错缠结加剧,可动位错密度降低。大量研究表明^[23],拉伸变形过程中施加脉冲电流,脉冲电流促进位错运动,降低位错缠结。与常规温度场/应力场作用相比,脉冲电流能量场的引入,位错在电子风力作用下加速运动。位错是溶质原子扩散的快速通道,可动位错密度增大,因此有利于溶质原子的扩散。脉冲电流作用下大量高速运动的漂移电子与晶格点阵发生碰撞,合金中原子能量增大,原子跃迁的能垒降低^[27]。综上所述,脉冲电流作用下有利于合金中溶质原子扩散,从而促进合金中 γ'' 长大。

3 结论

1) 与常规温度场/应力场作用下相比,多场耦合作用下,脉冲电流能量场的引入诱导GH4169合金晶界析出大量颗粒状 δ 相,同时促进晶粒内 γ'' 相尺寸增大。

2) 多场耦合作用下促进晶界 δ 相析出、晶粒内 γ'' 相长大原因在于:脉冲电流能量场的引入,有利于原子扩散,进而促进GH4169合金中析出相析出与长大。

参考文献 References

- [1] Zhong Zengyong(仲增墉). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1
- [2] Furrer D, Fecht H. *JOM*[J], 1999, 51(1):14
- [3] Li Yuli(李宇力), Zhou Xuan(周宣), Ma Tengfei(马腾飞) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(7): 2470
- [4] Liu Yongchang(刘永长), Guo Qianying(郭倩颖), Li Chong(李冲) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2016, 52(10): 1259
- [5] Liu Yongchang(刘永长), Zhang Hongjun(张宏军), Guo

- Qianying(郭倩颖) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2018, 54(11): 1653
- [6] Zhang Bing(张兵), Yue Lei(岳磊), Chen Hanfeng(陈韩锋) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(1): 212
- [7] Shen Jialin(申佳林), Wei Xianyi(韦贤毅), Xu Pingwei(徐平伟) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(5): 1467
- [8] Gao P, Zhang K F, Zhang B G et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2011, 21(2): 315
- [9] Detor A J, DiDomizio R, Moshtaghin R S et al. *Metall Mater Trans*[J], 2018, 49: 708
- [10] Mei Y P, Liu Y C, Liu C X et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 649: 949
- [11] Troitskii O A, Likhtman V I. *Soviet Physics Doklady*[J], 1963, 8(3): 91
- [12] Xiao Suhong(肖素红), Guo Jingdong(郭敬东), Wu Shiding(吴世丁) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2002, 38(2): 161
- [13] Zhang Hongbin(张弘斌), Fang Ruirui(房蕊蕊), Deng Nana(邓娜娜) et al. *Journal of Netshape Forming Engineering*(精密成形工程)[J], 2021, 13(1): 95
- [14] Zhu Y H, To S, Lee W B et al. *Journal of Materials Research*[J], 2009, 24(8): 2661
- [15] Campbell J, Conrad H. *Scripta Metallurgica et Materialia*[J], 1994, 31(1): 69
- [16] Zhou Y, Wang Q, Sun D L et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2010, 509(4): 1201
- [17] Azadian S, Wei L Y, Warren R. *Materials Characterization* [J], 2004, 53(1): 7
- [18] Liu Yang(刘杨), Wang Lei(王磊), Feng Fei(冯飞) et al.

- Journal of Materials and Metallurgy*(材料与冶金学报)[J], 2011, 10(4): 288
- [19] Hunag Y, Langdon T G. *Journal of Materials Science*[J], 2007, 42(2): 421
- [20] An Jinlan, Wang Lei, Song Xiu *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 724: 439
- [21] An Jinlan, Wang Lei, Song Xiu *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 707: 356
- [22] Zhou Y Z, Qin R S, Xiao S H *et al. Journal of Materials Research*[J], 2000, 15(5): 1056
- [23] Okazaki K, Kagawa M, Conrad H. *Scripta Metallurgica*[J], 1978, 12(11): 1063
- [24] Ustyugov Y M. *The Physics of Metals and Metallography*[J], 2007, 104(5): 453
- [25] Lifshitz I M, Slyozov V V. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*[J], 1961, 19(1-2): 35
- [26] Zuev L B, Gromov V E, Kurilov V F *et al. Soviet Physics Doklady*[J], 1978, 23(3): 199
- [27] Jiang Y B, Tang G Y, Shek C *et al. Acta Materialia*[J], 2009, 57(16): 4797

Microstructure Evolution Behavior of GH4169 Alloy During Multi-field Coupling

An Jinlan¹, Xie Wei², Wang Lei³, Hui Li¹

(1. National Defense Key Discipline Laboratory of Aerospace Manufacturing Process Digitization, Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, China)

(2. Xi'an Thermal Power Research Institute Co., Ltd, Xi'an 710054, China)

(3. Key Lab for Anisotropy and Texture of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

Abstract: Based on the precise control of the microstructure of the typical aerospace structural material GH4169 alloy, the comprehensive properties of the alloy were optimized. In this study, a variety of energy fields were applied to GH4169 alloy, and transmission electron microscope/scanning electron microscope were used to characterize the microstructure of the alloy, so as to explore the evolution law and action mechanism of microstructure under the action of multi-field coupling. The results show that, compared with the conventional temperature field/stress field, a large number of granular δ phases are precipitated in the grain boundaries of GH4169 alloy under the coupling action of temperature field/stress field/pulse current energy field, and the size of γ'' phase in the grain increases. The reason is that the introduction of pulse energy field significantly enhances the dislocation motion and the diffusion ability of atoms, which is conducive to the growth of precipitated phase.

Key words: GH4169 alloy; multi-field coupling; microstructure; mechanical property

Corresponding author: An Jinlan, Ph. D., Lecturer, National Defense Key Discipline Laboratory of Aerospace Manufacturing Process Digitization, Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, P. R. China, Tel: 0086-24-89728640, E-mail: anjinlan123@sau.edu.cn