

旋锻 W-Y₂O₃ 合金在 1400~1600°C 高温拉伸蠕变行为研究

涂成名¹, 王建豹¹, 封范¹, 赵栋¹, 王子杰¹, 金羽中¹, 练友运¹, 刘翔¹

(1.核工业西南物理研究院, 成都 610041)

摘要: 研究了粉末冶金和高温旋锻制备的 Y₂O₃ 弥散强化钨 (W-Y₂O₃) 合金在 1400~1600°C/150~180MPa 的拉伸蠕变行为。并与商业轧制纯钨的性能进行了对比。采用电子扫描显微镜 (SEM)、电子背散射衍射 (EBSD) 和透射电子显微镜 (TEM) 分析了蠕变前后样品晶粒、第二相颗粒、位错等的变化。实验结果表明, 旋锻 W-Y₂O₃ 合金的蠕变性能优于轧制纯钨, 其稳态蠕变率为 $8.22 \times 10^{-7} \sim 1.76 \times 10^{-4}$, 较轧制纯钨低 2 个数量级; 其主要原因在于 W-Y₂O₃ 合金的纳米级和亚微米级的弥散颗粒能够钉扎晶界和位错运动, 同时, W-Y₂O₃ 较大晶粒长径比减弱了扩散蠕变。随着温度和蠕变应力的提高, 第二相粒子发生团聚, 钉扎效应减弱导致晶粒长径比减小, 原子扩散和再结晶导致的晶界滑移主导的蠕变机制占比逐渐增大, 但旋锻 W-Y₂O₃ 主体上仍表现为位错运动控制。

关键词: Y₂O₃ 弥散钨; 拉伸蠕变; 弥散强化; 蠕变机制

中图分类号: TL62+7; TG146.4+11

文献标识码: A

文章编号:

钨 (W) 材料作为自然界中熔点最高的金属, 同时拥有高熔点、低热膨胀系数、低氢滞留率和高物理溅射阈值等优点, 被认为是最有前景的聚变堆面向等离子体材料 (PFM); 国际热核聚变实验堆 (ITER) 2024 年已经决定采用全钨内壁的方案^[1]。但由于纯钨材料存在低温脆性、再结晶温度较低、蠕变抗性等高温性能较差等问题, 限制了其在未来聚变堆中的运用; 为了改善钨的性能, 常用的手段有固溶合金化、颗粒弥散强化、钾掺杂等方法。

相比与 ITER, 未来聚变堆的服役工况更加严苛, 特别是稳态高热负荷可能达到 20 MW/m², 等离子体的运行时间也将更长^[2]; 长时间的稳态高热负荷会导致 PFM 长期处于高应力状态, 因此 PFM 需要具备优异的强度和抗蠕变、疲劳等高温性能。颗粒弥散强化是常用于改善钨材料蠕变抗性的手段, 例如 D. Gallet^[3]细致研究了不同类型钨基材料在较低温度和应力下的蠕变行为, 研究发现 La₂O₃ 颗粒的添加能够提高材料的再结晶温度从而提高材料的蠕变抗性。G.W. King^[4]对 ThO₂ 掺杂钨在较宽温度和应力区间的蠕变性能进行了研究, 结果表明在不同主导材料蠕变行为的机制下, ThO₂ 掺杂钨均表现出比纯钨更好的蠕变抗性。Witzke^[5]的研究表明, 在 W-4wt%Re 合金中添加 HfC 可以提高合金的强度和抗蠕变性, 高温下 HfC 颗粒能够钉扎合金中的位错, 显著增加位错运动阻力, 同时能够通过钉扎晶界达到稳定晶粒结构并抑制其长大的效果, 研究发现, 合金的断裂寿命与 HfC 含量有关, 当 HfC 含量在 0.35wt% 左右时断裂寿命最长。王琛瑞等^[6]也研究了 W-4Re-0.27HfC 合金在高

温下的蠕变行为, 实验表明 HfC 的存在增强了材料的蠕变抗性, 但随着温度上升第二相粒子与基体的界面开始脱落, 导致蠕变抗性降低。郑铮辉^[7]等探究了研究了 W-4Re-0.27HfC (wt%) 合金在 1800、1900、2000 °C 极高温下的蠕变性能, 研究发现随着蠕变温度的升高, 1800°C 以上的高温环境下大角度晶界增多第二相粒子氧化是导致蠕变性能变差的原因。

氧化钇 (Y₂O₃) 具有较高的熔点和化学惰性, 能很好的均匀且稳定的弥散在钨基体中, 从而有效提升材料的力学性能和高温稳定性, 是目前聚变领域 PFM 的重要研究方向^[8,9]。目前 Y₂O₃ 弥散强化钨已经取得了较好的进展, 例如 Wei M 等^[10]制备的高率锻 Y₂O₃ 弥散强化钨, 在室温下表现出较好的延伸率和强度, 同时其再结晶温度也提高到 1500°C 以上; Yao G^[11]等通过湿化学加电火花等离子放电烧结法制备了具有优异力学性能的 Y₂O₃ 增强钨复合材料; X.F.Xie^[12]等通过两步烧结制备了具有低晶粒度的 Y₂O₃ 增强钨复合材料, 其延展性相较于纯钨大幅提升。Feng F^[13]等通过旋锻工艺制备了在室温下具备极其优异延伸率和强度的 W-Y₂O₃。但是目前 W-Y₂O₃ 的高温力学性能研究还非常少, 特别是 W-Y₂O₃ 的高温蠕变行为未见相关的报道。

本文针对粉末冶金和高温旋锻制备的 W-Y₂O₃ 合金材料高温蠕变性能进行了测试, 开展了在 1400~1600°C 下应力区间在 150~180 MPa 下的材料蠕变行为研究。利用扫描电子显微镜 (SEM)、电子背散射衍射 (EBSD) 和透射电子显微镜 (TEM) 等技术手段对材料的微观组织变化进行了观察和分析, 探讨了微观结构与蠕变性能

基金项目: 国家磁约束核聚变能发展研究专项 (2019YFE03120003)

作者简介: 涂成名, 男, 2000 年生, 硕士, 核工业西南物理研究院, 四川 成都 610041, 电话: 18482598680, E-mail:tuchengming@swip.ac.cn

之间的关系。

1 实验

1.1 实验材料

本文研究所使用的材料为核工业西南物理研究院制备的同类型旋锻 $W-Y_2O_3$ 棒材^[13]：(以下简称 WY)，该材料通过液/液制粉获得超细复合粉末，再通过冷等静压获得致密度为 70%的生坯，然后通过氢气烧结在 2050 °C 保温 7h 获得致密度为 92%的烧结坯，最后通过热塑性加工的方式 (1550 °C 旋锻) 获得变形量为 75%、致密度为 99%的旋锻 Y_2O_3 弥散强化钨棒；采用轧制商业纯钨板材(以下简称 PW)作为对比材料，PW 在 1300 °C 下轧制，轧制变形量为 60%；对钨板和钨棒各个取向进行了定义，AD (Axial Direction) 为棒材的轴向，rD (radial Direction) 为棒材的径向 (见图 1a)；轧板 RD (Rolling Direction) 为轧制方向，ND (Normal Direction) 表示接触轧辊且垂直于轧制方向的方向，TD (Transverse Direction) 为垂直于上述两个方向的方向 (见图 1b)。

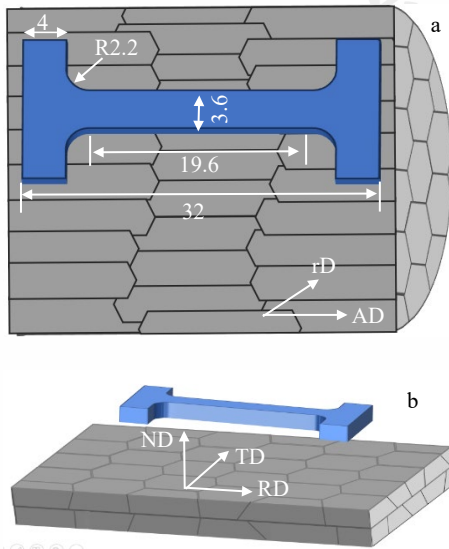


图 1 蠕变试样尺寸及取样方式，(a) WY 取样示意 (b) PW 取样示意

Figure 1 Dimensions and Sampling Methods for Creep Specimens (a) Schematic of WY Sampling (b) Schematic of PW Sampling

1.2 蠕变实验

蠕变试样取样方式和具体尺寸如图 1 所示。蠕变试

验在核工业西南物理研究院的超高温高真空力学实验平台 (ZKWD-2300B) 上进行，试验环境为真空，真空度为 5×10^{-3} Pa。以 ITER 偏滤器靶板为例，Hirai T^[14]指出靶板表面中心面临服役条件最苛刻，其最大温度达到 1600 °C 及以上，最大应力接近材料屈服强度。因此本文的试验温度设定为 1400~1600 °C，PW 的蠕变应力为 40, 60, 150 MPa，WY 蠕变应力为 150, 165, 180 MPa。对蠕变曲线的稳态蠕变阶段采用最小二乘法 and 线性回归法获得稳态蠕变速率 $\dot{\epsilon}$ 。然后通过以下公式，计算获得应力指数 n 和蠕变激活能 Q 。

$$n = \frac{\ln(\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2)}{\ln(\sigma_1/\sigma_2)} \quad (1)$$

$$Q = -R \frac{\ln(\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2)}{1/T_1 - 1/T_2} \quad (2)$$

其中， $\dot{\epsilon}$ 为实验获取的稳态蠕变速率， σ 为蠕变应力， T 为对应蠕变实验温度， R 为气体常数。

1.3 微观组织分析

在原始材料及试验后样品上取样，使用 200#、400#、600#、800#、1000#、1200#、1500#、2000# 砂纸进行研磨，用 2.5 μm 金刚石抛光液抛光，最后采用电解抛光 (抛光剂：5% NaOH，抛光电压：12 V) 制备 SEM 和 EBSD 样品，使用场发射扫描电子显微镜 (SEM, ZEISS 174C CZ, German) 观察 R-N 面微观组织，采用 EBSD 分析晶体取向。采用离子减薄法制备 TEM 样品，利用配备有能谱仪 (EDS) 的场发射高分辨透射电子显微镜 (TEM, Talos F200X, America) 分析了蠕变前后的微观组织差异。

2 实验结果

2.1 材料初始微观组织

图 2 展示了两种材料的晶粒形貌背散射显微图，通过图 2(a) 可见，PW 呈现典型轧制材料组织特征，在 R-N 面具有流线型组织，N-T 面晶粒形状类似于长条但是长径比小于 R-N 面。如图 2(b) 所示 WY 呈现典型旋锻材料组织特征，r-r 面表现为等轴晶特征，R-r 面表现出细长的流线型晶粒特征，同时可见第二相颗粒脱落后形成的腐蚀坑。

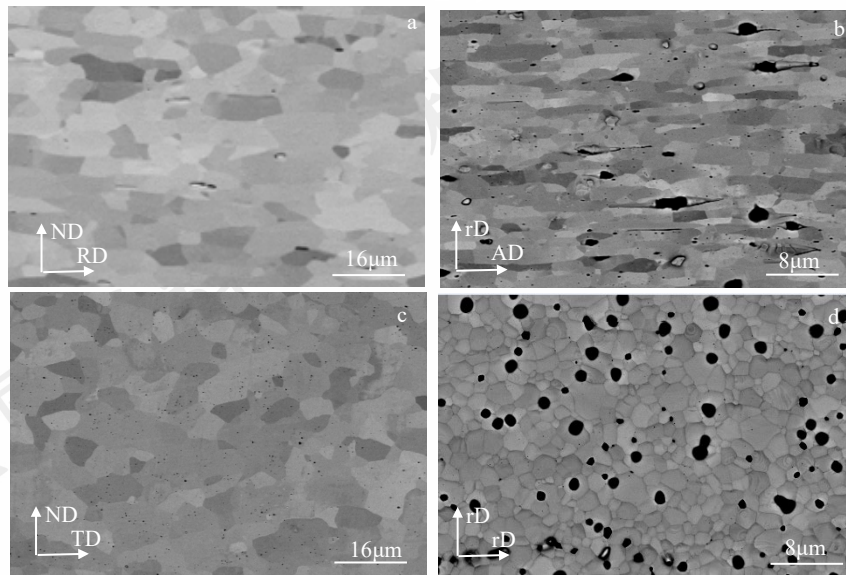


图2 材料背散射图, (a) PW R-N面 (b) WY R-N面 (c) PW N-T面 (d) WY N-T面

Figure 2 Back scattered Electron Imaging of materials: (a) PW R-N;(b) WY R-N (c)PW N-T (d)WY N-T

图 3 显示了电子背散射衍射 (EBSD) 晶粒取向图与反极图, PW 在法向 (ND) 呈现出显著的<111>织构特征, 其织构强度为 4.67, 见图 3 (a)。WY 材料在轴向 (AD) 表现出明显的<101>择优取向, 织构强度达 6.11, 见图 3 (b); 这种差异与材料制备过程中不同变形路径导致的晶体学取向演变有关。将两种材料的各类参数列于表 1, 可以发现 PW 和 WY 的微观组织存在明显的差异。将 2°–15°取向差的晶界归类为小角度晶界 (LAGBs), 将取向差大于 15°的晶界归类为大角度晶界 (HAGBs) [15]。PW 材料 LAGBs 占比较高为 79.7%, 而 WY 材料为 25.6%。PW 材料的平均晶粒尺寸为 8.7 µm, WY 材料为 4.65 µm。WY 材料的平均椭圆长径比 (Grain Aspect Ratio, GAR) 达

到 7.3, 而 PW 只有 2.7, 表明其晶粒沿轴向呈现显著伸长特征。

表 1 PW 和 WY 材料初始物理性质和微观结构

Table 1 Initial physical properties and microstructure of PW and WY

Property	WY	
	PW	WY
Average grain size/µm	8.7	4.65
Y ₂ O ₃ particle size/µm	-	0.35
Relative density/%	98.9	99.5
Textile strength	4.67	6.11
LAGBs /%	79.7	25.6
Grain aspect ratio	2.7	7.3

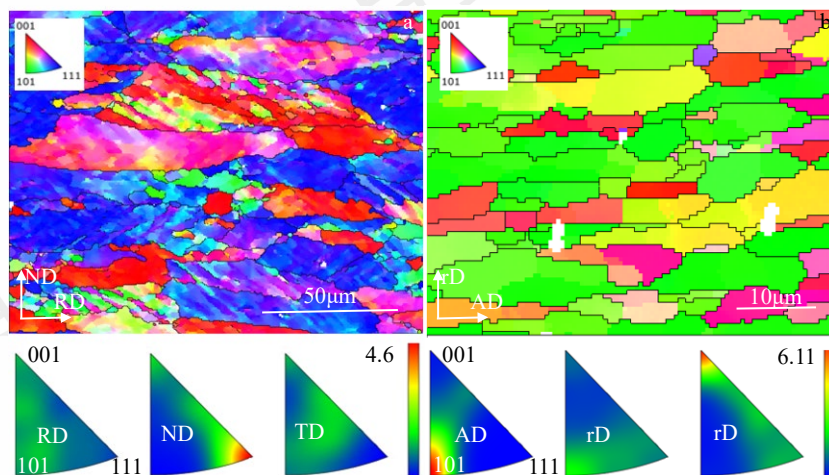


图 3 晶粒取向与反极图, (a) PW (b) WY

Figure 3 Grain Orientation and Reverse Polarity Diagrams:(a) PW;(b) WY

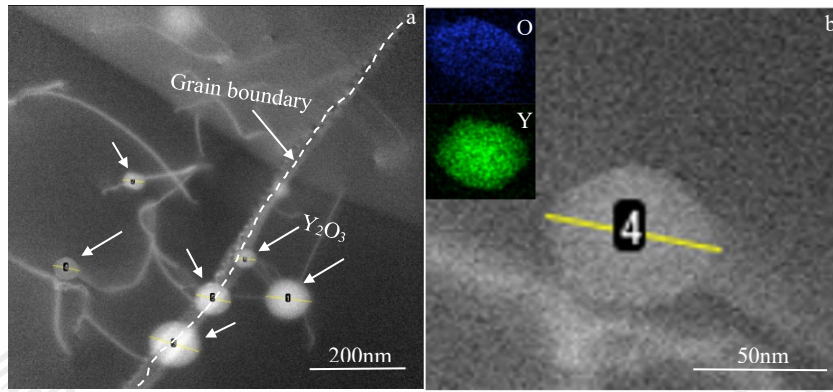


图 4 TEM 观察结果, (a) 第二相粒子分布 (b) 第二相粒子 EDS 结果

Figure 4 TEM observations: (a) Distribution of secondary phase particles; (b) EDS results for secondary phase particles

图 4 显示了 WY 材料 TEM 和 EDS 结果。从图中可以看出 Y_2O_3 颗粒在材料晶粒内部以及晶界均有分布, 其中纳米级 Y_2O_3 主要分布在晶内, 亚微米级 Y_2O_3 主要在晶界处分布。

2.2 蠕变性能

图 5 (a) 和 (b) 为 PW 在不同应力和温度条件下的蠕变时间-应变曲线图, 可以看出在 $1400\text{ }^\circ\text{C}/150\text{ MPa}$ 时, PW 在第一阶段出现了蠕变速率随时间增长的反常现象, 这可能是因为 PW 材料在此试验条件下发生动态再结晶行为; PW 在 $1400\text{ }^\circ\text{C}/150\text{ MPa}$ 时蠕变第二阶段所占时间约为蠕变寿命的 60% 左右, 稳态蠕变率为 $1.78\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$, 蠕变寿命约为 0.5 h。在 $1500\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 分别对 PW 材料进行了对 40, 60 MPa 两种应力条件下的 5 h 蠕变实验, 可

以发现 PW 在 40 MPa 时第一阶段占比相对较小, 仅有 1 h, 其稳态蠕变率为 $3\times 10^{-7}\text{ s}^{-1}$; 60 MPa 时第一阶段所占时间为 2.5 h, 其稳态蠕变率为 $1.21\times 10^{-6}\text{ s}^{-1}$ 。

图 5 (c) ~ (e) 为 WY 在不同应力条件和温度下的蠕变时间-应变曲线图, 可以发现 WY 在 $1400\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下, 当应力从 150 MPa 增至 180 MPa 时, 稳态蠕变速率由 $8.22\times 10^{-7}\text{ s}^{-1}$ 上升至 $9.86\times 10^{-6}\text{ s}^{-1}$, 提升了约 12 倍, 其蠕变寿命也从 50.5 h 骤降至 3.8 h。在相同应力水平下, $1500\text{ }^\circ\text{C}$ 相比 $1400\text{ }^\circ\text{C}$ 的最小蠕变速率提升约 5 倍; $1600\text{ }^\circ\text{C}$ 相比 $1500\text{ }^\circ\text{C}$ 的最小蠕变速率提高约 3.6 倍, 这表明随温度升高, 其温度敏感性逐步降低。与 PW 相比, 在相同测试条件下, WY 的最小蠕变率要低 2 个数量级。

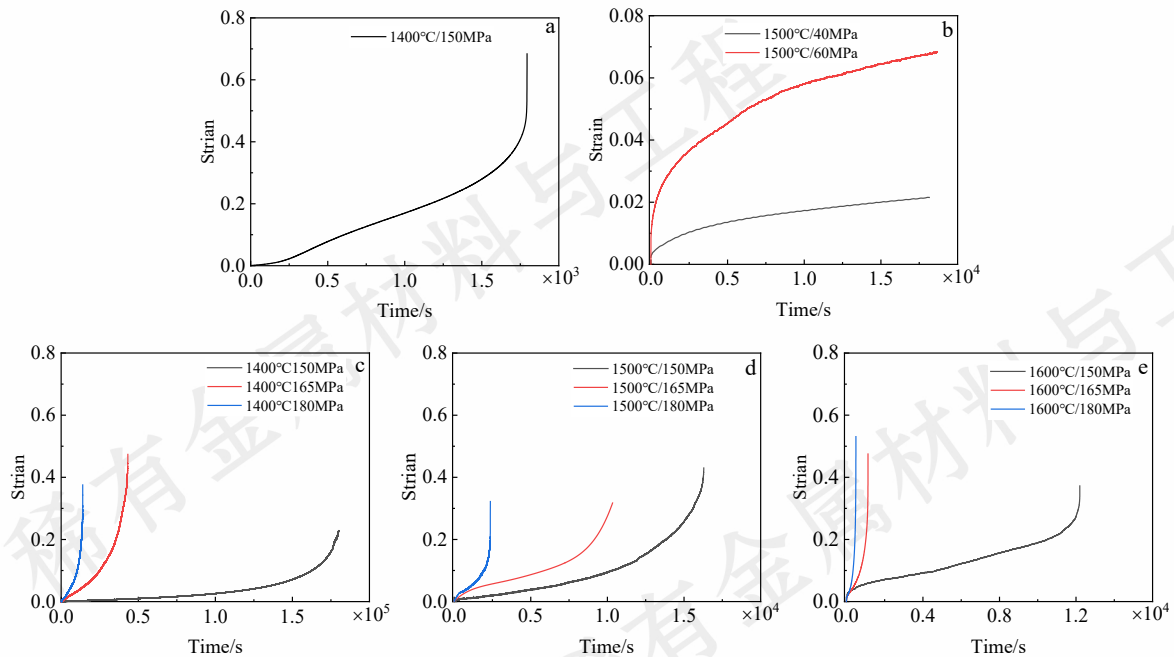


图 5 PW 和 WY 在不同温度和应力下蠕变曲线, (a) (b) PW (c) (d) (e) WY

Figure 5 Creep curves of PW and WY at different temperatures and stresses,(a)(b)PW(c)(d)(e)WY

表 2 PW、WY 最小蠕变率、蠕变寿命、应力指数、蠕变激活能汇总

Table 2 Summary of $\dot{\epsilon}$, Creep Life, n , and Q for PW and WY

Material	T/°C	σ /MPa	$\dot{\epsilon}/s^{-1}$	Time/h	n	$Q/kJ \cdot mol^{-1}$
PW	1400	150	1.78×10^{-4}	0.5	\	\
		40	3×10^{-7}	\	3.43	\
	1500	60	1.21×10^{-6}	\	\	\
1400		150	8.22×10^{-7}	50.5	19.33	
		165	5.19×10^{-6}	11.5	7.37	
	180	9.86×10^{-6}	3.8	7.37		
WY	1500	150	4×10^{-6}	4.5	20.78	380
		165	2.9×10^{-5}	2.8	6.26	
		180	5×10^{-5}	0.65	6.26	
	1600	150	1.41×10^{-5}	3.38	21.26	
		165	1.07×10^{-4}	0.3	5.71	
		180	1.76×10^{-4}	0.13	5.71	

表 2 为两种材料的应力指数 n 、蠕变激活能 Q 、最小蠕变速率等参数。实验结果和计算结果表明，两种材料呈现显著差异化的蠕变控制机制：PW 材料在 1500 °C/40 ~ 60 MPa 条件下表现出相对较低的应力敏感性 ($n=3.43$)，符合晶界滑动控制型蠕变的 Ashby-Verrall 模型特征 ($3 < n < 4$)^[16]；与纯钨不同，WY 材料展现出异常高的应力敏感性：在 150 ~ 165 MPa 区间 n 值高达 19 ~ 21，远超传统蠕变理论预测范围 ($n > 10$)，该现象可能与材料较高的 GAR 有关^[17]。Ashby^[18]的理论认为，较高的 GAR 能够抑制扩散活动，从而增强材料的蠕变抗性。随着温度和应力的提升， n 值下降至 5.7 ~ 7.3，表明晶界滑移和扩散机制随应力和温度上升而增强，这主要体现在更高的温度能够激活扩散行为而更高的应力能够提供更高的晶界驱动力。但尽管扩散蠕变和晶界滑移得到增强，但从 n 值来看 WY 材料主体蠕变机制仍为位错滑移机制；同时 WY 的蠕变激活能测得为 380 kJ/mol，接近于纯钨位错-核心扩散能^[19]，这也说明了 WY 材料的蠕变行为控制机制始终为位错运动控制。

2.3 蠕变组织演变与位错组态分析

图 6 (a) 为 PW 材料在 1400 °C/150 MPa 蠕变后 EBSD 结果，此时原始 ND 方向 $\langle 111 \rangle$ 织构完全消失，RD 方向发现新生 $\langle 101 \rangle$ 织构 (强度 5.85)；在 1500 °C/40 MPa 条件下，材料 RD 方向同样出现 $\langle 101 \rangle$ 织构 (强度 4.07)；当应力提升至 60 MPa 时，由图 6 (b) 可以看出材料织构无序化；结合表 3 统计数据可以看出，PW 材料在三种蠕变试验条件下的晶粒尺寸为 19.6 μm (1400 °C/150 MPa)、24.5 μm (1500 °C/40 MPa) 和 26.5 μm (1500 °C/60 MPa)，相较于原始尺寸均发生了晶粒尺寸大幅度增大，结合材料原始织构消失和小角度晶界降低可判断该晶粒长大主要由动态再结晶过程主导。表明此条件下动态再

结晶过程主导了材料的蠕变行为。

图 6 (e) ~ (f) 展示了 WY 试样蠕变后的 EBSD 晶粒取向分布图，EBSD 分析数据结果总结在表 3 中，可以发现 WY 沿旋锻方向的 $\langle 101 \rangle$ 织构变化与温度和应力密切相关：在 1400 ~ 1500 °C 范围内，随着应力由 150 MPa 增至 180 MPa， $\langle 101 \rangle$ 织构强度逐渐升高，其中 1500 °C/180 MPa 条件下达到峰值强度 18.22；同时在相同应力条件下，1500 °C 试验条件下的织构强度要高于 1400 °C。这表明在该温度和应力区间范围内，材料的晶粒旋转重排行为与温度和应力成正相关而与时间相关性不大，这说明位错运动是导致这一现象的主要原因。但值得注意的是，1600 °C 时，材料织构强度呈现非单调变化特征：150 MPa 条件下骤降至 5.78，165 MPa 时回升至 11.08，而在 180 MPa 时又回升至 13.76，对比蠕变寿命发现 1600 °C/150 MPa 显著长于 1600 °C 下其余应力条件实验，表明 1600 °C/150 MPa 条件下受时间效应影响的材料再结晶行为加剧。

在 1400 ~ 1500 °C 温度区间，WY 平均晶粒尺寸稳定在 4.5 ~ 5.4 μm 范围，平均晶粒尺寸随应力水平增加而增大；分析 GAR 数据发现，材料的 GAR 在 180 MPa 下较小，由于蠕变行为中的扩散和位错运动通常只会增大 GAR，因此高应力下的 GAR 减小主要是由于再结晶行为的增强，这也能印证上一节中提到的当应力提高后，材料受晶界滑移的影响加剧；小角度晶界占比在 20.8 ~ 29.6% 之间，而 LAGBs 在 165 MPa 时最小，表明 GAR 和 LAGBs 同时受应力水平和蠕变时间影响。当温度升至 1600 °C 时，材料呈现异常结构演变：150 MPa 条件下晶粒粗化至 6.9 μm (GAR=3.7)，同时小角度晶界占比激增至 61.1%；而 180 MPa 时晶粒进一步粗化至 7.7 μm ，但小角度晶界占比仅为 23.9%。这种反常现象可能与高

温低应力下的时间效应影响的强烈动态再结晶过程有关。

表 3 WY 蠕变实验后晶粒大小、GAR、小角晶界占比

Table 3 Grain Size, GAR, and Small-Angle Grain Boundary Proportion After WY Creep Testing

Material	T/°C	Stress/MPa	Texture strength <101>	Grain Size/ μm	GAR	LAGBs/%
PW	1400	150	5.85	19.6	2.4	67.1
		40	4.07	24.5	2.7	5.06
	1500	60	2.99	26.5	2.0	36.8
WY	1400	150	14.31	4.7	2.7	29.6
		165	12.92	4.8	3.4	24.0
		180	12.92	5.0	2.9	25.9
	1500	150	14.31	4.5	2.9	27.6
		165	13.95	4.7	3.7	20.8
		180	18.22	5.4	2.7	28.8
	1600	150	5.87	6.9	3.7	61.1
		165	11.08	5.5	2.6	30.4
		180	13.76	7.7	3.2	23.9

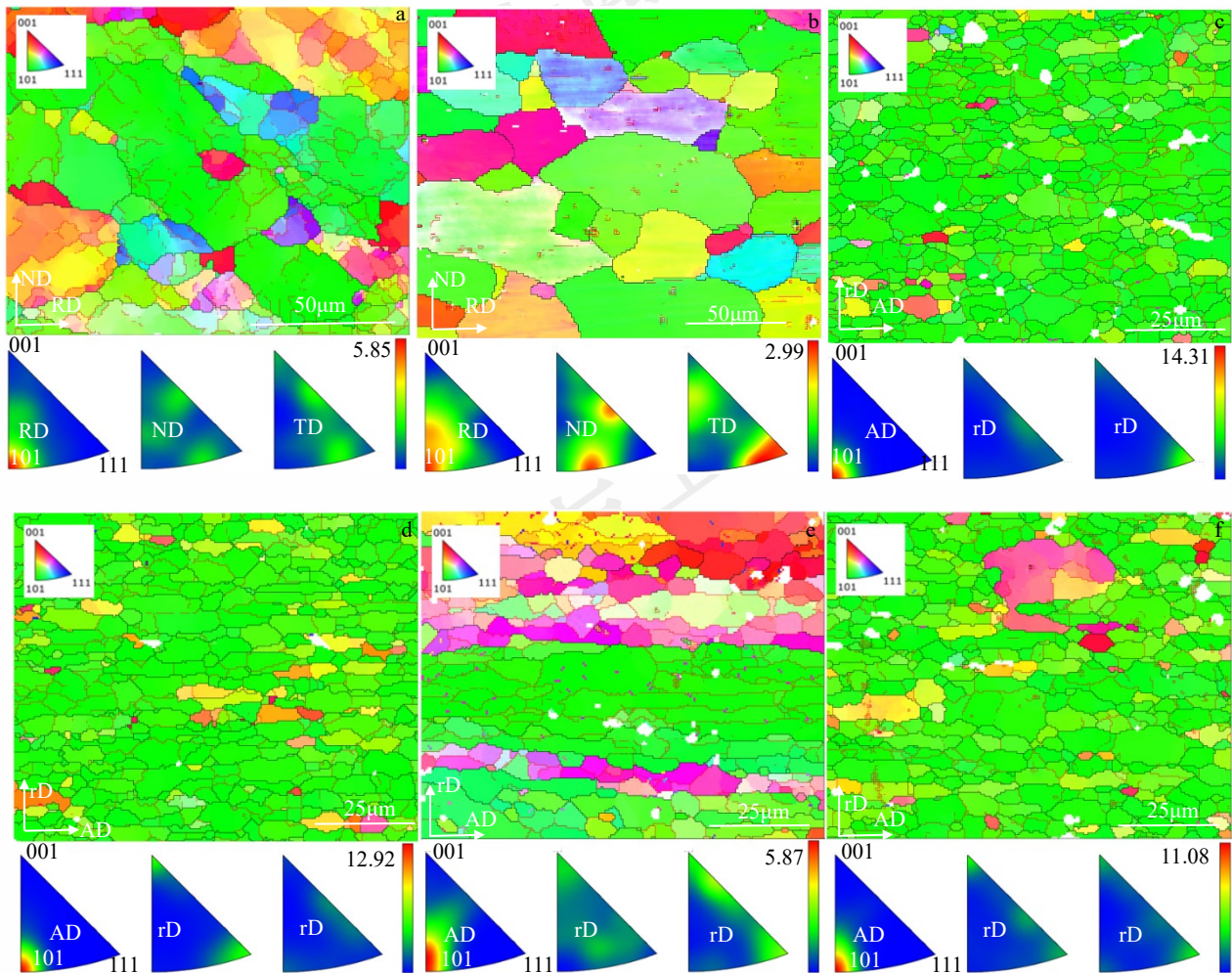


图 6 蠕变试验后 PW 和 WY 材料 EBSD 结果, (a) PW1400°C/150MPa (b) PW1500°C/60MPa (c) WY1400°C/150MPa (d) WY1400°C/180MPa (e) WY1600°C/150MPa (f) WY1600°C/165MPa

Figure 6 EBSD Results of Material After Creep Testing: (a)PW1400°C/150MPa;(b)PW1500°C/60MPa;(c)WY1400°C/150MPa;(d)WY1400°C/180MPa;(e)WY1600°C/150MPa;(f)WY1600°C/165MPa

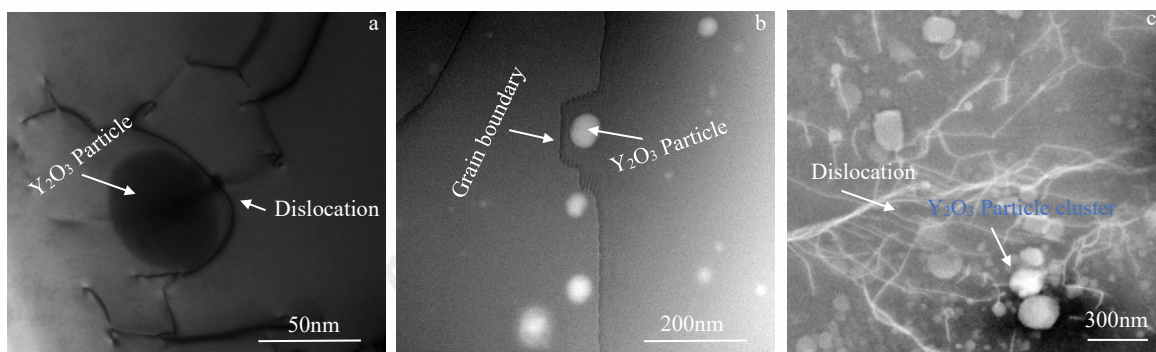


图 7 不同条件试验后 WY 材料 TEM 图像, (a) (b) 1400°C/150MPa (c) 1400°C/180MPa

Figure 7 TEM image of WY material after testing under different conditions:(a) (b)1400°C/150MPa;(c)1400°C/180MPa

通过透射电镜观察系统揭示了 WY 材料在不同蠕变条件下第二相粒子和位错结构的演变规律。由图 7 (a) (b) 可知在 1400 °C/150 MPa 工况下: 直径 < 100 nm 的纳米 Y₂O₃ 粒子在晶粒内部通过 Orowan 机制钉扎位错运动, 而尺寸较大的亚微米级 Y₂O₃ 粒子则在晶界处钉扎晶界滑移。当应力提升至 180 MPa 时 (图 7 c), 可以明

显观察到位错密度显著增加, 同时第二相粒子发生动态粗化, 并且粗化粒子发生偏聚, 导致对位错和晶界的钉扎作用减小。在 1600 °C/150 MPa 条件下 (图 8 a~c), 观察到材料呈现显著的结构重构, 观察到晶内位错密度大幅降低, LAGBs 增多, 第二相粒子进一步粗化在晶界聚集形成团簇。

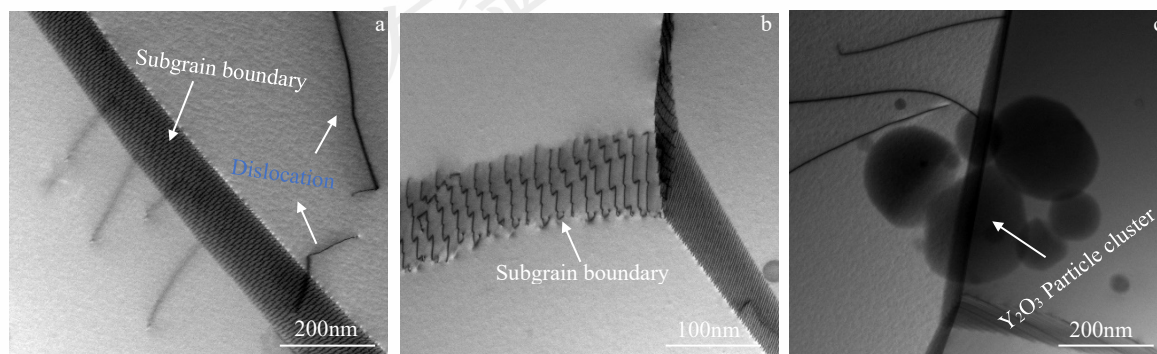


图 8 1600°C/150MPa 蠕变试验后 WY 材料 TEM 图像, (a) (b) 位错亚晶界; (c) 第二相粒子团簇

Figure 8 TEM image of WY material after creep testing at 1600°C/150 MPa: (a) (b) Dislocation subgrain boundary; (c) Particle cluster formation

3 讨论

与商业轧制 PW 材料对比, WY 材料的蠕变抗性大幅提高。在 1400 °C/150 MPa 水平下最小蠕变率约为 PW 的 1/216, 蠕变寿命约为 PW 的 100 倍。如此大的差异, 主要来源于高温高应力诱导的两种材料的蠕变机制不同。由于高温和高应力均会导致材料的再结晶行为加剧; 再结晶行为会产生促进材料晶界滑动的晶界, 同时再结晶后的晶粒内部位错运动更容易, 从而增大材料蠕变速率, 极大的降低了材料的蠕变抗性。Y₂O₃ 第二相粒子的添加能够很好的够钉扎晶界抵抗晶界滑移, 提升钨的抗蠕变性能; 同时旋锻工艺导致较大的 GAR 能够进一步抑制扩散蠕变从而降低蠕变速率。

两种材料蠕变后<101>//RD 织构的增强则可能是由于钨作为 bcc 金属在高温下有三个可开动的滑移系, 分别为{110}、{112}和{123}面族, 而滑移方向有<111>(主

要)和<100>(次要)^[20]。沿着拉伸方向的<101>织构取向, 能够最大程度的为晶粒内部滑移系的开动提供分切应力。在蠕变过程中, 晶粒会发生转动, 此时当<101>取向转动到平行于拉伸方向 (RD) 时, 晶粒能够可以同时激活多个滑移系, 使得该取向非常稳定, 因此材料趋向于沿 RD 方向呈现<101>织构, Manel^[21]的试验和计算模拟也指出, 随着钨丝拉拔变形量的增加, 其沿着拉伸方向的<101>织构强度增强。

WY 材料在 1600 °C/150 MPa 条件下尽管晶粒粗化至原始尺寸的 1.65 倍, 但小角度晶界占比却激增至 61.1%。结合 TEM 分析, 这种矛盾现象源于高温诱导的动态回复和位错重组机制——TEM 显示 Y₂O₃ 粒子在晶界处粗化团聚至 200 ~ 500 nm, 晶内第二相粒子密度降低, 导致其对晶界和位错的钉扎作用减弱; 同时晶粒内部位错滑移阻力降低, 滑移面上方向相反的两个刃型位错相互靠近时, 可以通过攀移移动到同一滑移面上并湮

灭。无法湮灭的同号位错，为了降低总的应变能，会在内应力的驱动下，通过攀移和滑移，重新排列成能量更低的位错墙（LAGBs）。

由于本文聚焦于高温高应力条件下的材料蠕变行为，而该方向的研究相对有限。现有文献多集中于第二相粒子弥散强化的钨铼合金。例如 W-Re-HfC 的高温蠕变研究表明：1600℃左右较低应力情况下，由于 Re 固溶增强再结晶抗性和第二相粒子钉扎位错，蠕变机制为扩散控制。应力升高后，第二相粒子粗化失效，位错开动，蠕变机制转为位错运动控制^[6]；而在超高温（1800℃~2000℃）情况下第二相粒子氧化后与钨基体结合度降低，导致材料蠕变过程中位错运动和再结晶行为明显^[7]。与此类似的还有 W-Re-ZrC 在高温低应力下的蠕变行为，研究者把蠕变抗性的失效归因于 ZrC 粒子在高温下的粗化行为^[22]。

单一弥散强化钨合金蠕变研究更为少见。在 La₂O₃ 弥散强化钨合金的高温高应力蠕变研究中，W-La₂O₃ 合金表现出较高的应力指数和细长的原始晶粒结构。研究者认为轧制 W-La₂O₃ 合金相比轧制纯钨蠕变性能更好的原因不仅是因为第二相粒子在晶内和晶界起到的钉扎作用，也与热加工和退火后保留的稳定亚结构相关^[23]。ThO₂ 弥散强化钨合金的高温蠕变低应力试验研究中指出：相较于轧制纯钨，ThO₂ 粒子的添加显著抑制了蠕变过程中的晶粒长大现象；但在 2200℃退火后，材料晶界强度急剧下降，蠕变抗力大幅降低^[24]。综上可见，第二相粒子的引入可在高温低应力条件下有效抑制位错运动与再结晶，同时保留热加工过程中形成的亚结构，从而进一步增强蠕变抗力。此时，材料的失效及蠕变性能退化主要归因于第二相粒子粗化所导致的位错钉扎效果与再结晶抗力的削弱。

与过往研究一致的是，由于第二相粒子对位错及晶界的钉扎作用，加之高温旋锻工艺所形成的细长晶粒结构，本文所研究的 WY 材料表现出优于轧制纯钨的蠕变性能。不同之处在于，过往研究主要关注位错运动蠕变与扩散蠕变，因此重点探讨了第二相粒子对位错运动的钉扎效应；而本文主要聚焦于高温高应力条件下的蠕变行为，此时晶界滑移蠕变占主导地位，因此重点关注第二相粒子对晶界滑移的钉扎作用。

材料蠕变抗性的降低，则源于高温高应力条件下第二相粒子的显著粗化与聚集，从而导致其对晶界钉扎力的下降。对比本文在 1400℃下不同应力环境中的第二相粒子演化可知：在 180 MPa 条件下，第二相粒子发生了更为显著的长大与团聚现象。根据传统粗化动力学理论中奥斯特瓦尔德熟化（Ostwald）机制^[25]，若第二相粒子粗化主要受温度影响的体扩散驱动，则第二相粒子平均

直径应与加热时间成如下式的关系：

$$r^n - r_0^n = K(T, \sigma) \cdot t \quad (3)$$

其中 K 为常数，若主要受温度驱动则相同温度下不同应力下的 K 值相差不大；t 为加热时间；n 粗化指数；r₀ 为粒子初始尺寸。

Wang M 等^[26]通过等温退火实验研究了钨基体中粗化机制为扩散主导的 Y₂O₃ 第二相粒子 Ostwald 熟化（n = 3），结果表明 Y₂O₃ 粒子尺寸和加热时间成正相关。但从本文试验现象可明显看出：在 1400℃/150MPa（50h）下的第二相粒子大小都远小于 1400℃/180MPa（3.8h）工况。这说明导致 Y₂O₃ 在 1400℃/180MPa 下异常粗化的主导机制可能并非扩散影响的 Ostwald 机制。

Arai H^[25]通过理论推导得出，应力影响的 Ostwald 熟化现象对应力的敏感性要高于时间。因此可推测，在高应力蠕变环境下，第二相粒子受到应力场及高密度位错运动的共同作用，致使粒子发生异常粗化；同时，晶界迁移能的提高促进了晶界迁移，使晶界处的粒子被“扫掠”并聚集形成团簇。

根据经典 Zener 钉扎理论^[27]，对于固定体积分数的圆形第二相粒子钉扎：其对晶界的总钉扎力大致符合以下公式。

$$F_z = \frac{3f}{4R} \quad (4)$$

其中 f 为第二相粒子体积分数，R 为第二相粒子平均球半径。可以从上式中推导出，当 WY 中第二相平均粒子半径变为原来的 3~5 倍后，其总体钉扎力下降为原来的 20%~33%。这表明，当应力由 150MPa 提高到 180MPa 时，由于钉扎力大幅度下降和晶界驱动力提升，动态再结晶不再受到阻碍，因此材料此时的蠕变行为才会转变为受再结晶行为控制。再结晶后第二相粒子被移动的晶界聚集成团簇进一步降低对晶界的钉扎作用，导致高温高应力下的第二相粒子的抵抗蠕变效果基本消失。

4 结论

（1）旋锻 Y₂O₃ 弥散强化钨相较于轧制纯钨能够极大的提升材料的蠕变抗性，在 1400℃/150MPa 其稳态蠕变率低于轧制纯钨 2 个数量级，

（2）在未发生严重再结晶情况下的蠕变样品中，均发现材料有沿拉伸方向出现<101>择优织构的情况。材料晶粒大小、GAR 均随温度、应力以及蠕变时间上升有一定增大。

（3）旋锻 WY 拥有纳米级和亚微米级的第二相粒子，能够显著钉扎位错和晶界运动，提升蠕变抗性；同时旋锻工艺形成较高的 GAR 能够抑制扩散蠕变的行为。

（4）WY 表现出对应力的高敏感性而对温度敏感性

较低，其主要的蠕变行为控制机制为位错运动。在较高的应力和温度下，第二相粒子的团聚长大和再结晶行为增强，扩散和晶界运动主导的蠕变行为加剧 n 值下降。

5 参考文献示例

参考文献 References

- [1] Coblenz L. Summary of Presentation by Pietro Barabaschi, ITER Director-General[Z]. *ITER Director-General* 2024-07-03
- [2] 宋强, 杨锦宏, 陆野, 等. 基于 TSC 的 CFETR 偏滤器靶板热流数值模拟[J]. *核科学与技术*, 2022, 10: 103.
- [3] D. Gallet, J. Dhers, R. Levoy, P. Polcik, Creep laws for refractory tungsten alloys between 900 °C and 1100 °C at low stress, in: G. Kneringer, P. Rodhammer, H. Wildner (Eds.), *15th Int. Plansee Seminar*, vol. 1, 2001.
- [4] King G W. The stress-dependence of high temperature creep of tungsten and a tungsten-2 Wt pct ThO₂ alloy[J]. *Metallurgical Transactions*, 1972, 3(4): 941-945.
- [5] W. Witzke, Composition Effects on the Mechanical Properties of Tungsten Rhenium-Hafnium-Carbon Alloys, *NASA Technical Note*, NASA TN D-7210 (1973).
- [6] 王琛瑞, 董帝, 应雯清, 等. W-4Re-0.27 HfC 合金的 1500~1700°C 拉伸蠕变性能及损伤机理[J]. *稀有金属材料与工程*, 2023, 52(10): 3600-3607.
- [7] 郑铮辉, 赖陈, 董丽然, 董帝, 熊宁, 王滢, 苗国威, 张迎晓, 王金淑. W-Re-HfC 合金的超高温蠕变性能与失效机制[J]. *稀有金属材料与工程*, 2025, 54(9): 2319~2324.
- [8] Kim J H, Ji M, Choi W J, et al. Effect of Y₂O₃ nanoparticles on enhancing microstructure and mechanical properties of oxide dispersion strengthened W alloy[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2024, 119: 106534.
- [9] Lemahieu N, Linke J, Pintsuk G, et al. Performance of yttrium doped tungsten under 'edge localized mode'-like loading conditions[J]. *Physica scripta*, 2014, 2014(T159): 014035.
- [10] Wei M, Feng F, Wang J, et al. Room temperature ductile W-Y₂O₃ alloy with high thermal shock resistance[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2023, 114: 106261.
- [11] Yao G, Liu X, Zhao Z, et al. Excellent performance of W-Y₂O₃ composite via powder process improvement and Y₂O₃ refinement[J]. *Materials & Design*, 2021, 212: 110249.
- [12] Xie X F, Jing K, Xie Z M, et al. Mechanical properties and microstructures of W-TiC and W-Y₂O₃ alloys fabricated by hot-pressing sintering[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, 819: 141496.
- [13] Feng F, Wang J, Lian Y, et al. Achieving low-temperature tensile ductility in a swaged W-Y₂O₃ alloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 857: 144109.
- [14] Hirai T, Panayotis S, Barabash V, et al. Use of tungsten material for the ITER divertor[J]. *Nuclear Materials and Energy*, 2016, 9: 616-622.
- [15] Sheng H, Sun Z, Uytendhouwen I, et al. Temperature and deformation effect on the low and high angle grain boundary structure of a double forged pure tungsten[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2015, 50: 184-190.
- [16] Ashby M F, Verrall R A. Diffusion-accommodated flow and superplasticity[J]. *Acta metallurgica*, 1973, 21(2): 149-163.
- [17] Wright P K. The high temperature creep behavior of doped tungsten wire[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1978, 9: 955-963.
- [18] Raj R, Ashby M F. On grain boundary sliding and diffusional creep[J]. *Metallurgical transactions*, 1971, 2(4): 1113-1127.
- [19] Webb J, Gollapudi S, Charit I. An overview of creep in tungsten and its alloys[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2019, 82: 69-80.
- [20] Takahashi T, Freise E J. Determination of the slip systems in single crystals of tungsten monocarbide[J]. *Philosophical Magazine*, 1965, 12(115): 1-8.
- [21] Ripoll M R, Očenášek J. Microstructure and texture evolution during the drawing of tungsten wires[J]. *Engineering fracture mechanics*, 2009, 76(10): 1485-1499.
- [22] Luo A, Jacobson D L. Creep behavior of a tungsten-3.6% rhenium-0.33% zirconium carbide alloy[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 1992, 11(2): 97-103.
- [23] Mabuchi M, Okamoto K, Saito N, et al. Deformation behavior and strengthening mechanisms at intermediate temperatures in W-La₂O₃[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 1997, 237(2): 241-249.
- [24] McCoy H E. Creep-Rupture Properties of Tungsten and Tungsten-Base Alloys[R]. *Oak Ridge National Lab., Tenn.*, 1966.
- [25] Arai H. Role of Induced Stress in Ostwald Ripening in Solid Matrices[J]. *Transactions of the Japan institute of metals*, 1986, 27(3): 151-159.
- [26] Wang M, Wang Z, Qiu J, et al. Improvement in thermal stability of ODS-W alloy through formation of complex oxide dispersoids[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2024, 1002: 175484.
- [27] Nes E, Ryum N, Hunderi O. On the Zener drag[J]. *Acta metallurgica*, 1985, 33(1): 11-22.

Study on the Tensile Creep Behavior of Swaged W-Y₂O₃ Alloy at High Temperatures of 1400–1600°C

Tu Chengming¹ Wang Jianbao¹ Feng Fan¹ Zhao Dong¹ Wang Zijie¹ Jin Yuzhong¹ Lian Youyun¹ Liu Xiang¹

(1. Southwest Institute of Physics, Chengdu 610041, China)

Abstract: The tensile creep behavior of Y₂O₃-dispersion-strengthened tungsten (W-Y₂O₃) alloys prepared via powder metallurgy and high-temperature rotary swaging was investigated at temperatures ranging from 1400 to 1600°C under pressures of 150 to 180 MPa. Changes in grain structure, second-phase particles, and dislocations before and after creep were analyzed using scanning electron microscopy (SEM), electron backscatter diffraction (EBSD), and transmission electron microscopy (TEM). Experimental results indicate that the creep performance of rotary-forged W-Y₂O₃ alloys surpasses that of rolled pure tungsten, with a steady-state creep rate ranging from 8.22×10^{-7} to 1.76×10^{-4} —two orders of magnitude lower than rolled pure tungsten. The superior creep performance of rotary-forged W-Y₂O₃ primarily stems from the pinning of grain boundaries and dislocation motion by nanoscale and submicron-sized Y₂O₃ particles, coupled with the suppression of diffusion creep due to the larger grain aspect ratio. As temperature and creep stress increase, the agglomeration pinning effect of second-phase particles weakens. This results in a decrease in the grain aspect ratio and the proportion of creep mechanisms dominated by grain boundary slip due to atomic diffusion and recrystallization gradually increases. However, dislocation motion control remains the primary mechanism in the W-Y₂O₃ matrix.

Key words: Y₂O₃-dispersed tungsten; tensile creep; dispersion strengthening; creep mechanism

Corresponding author: Tu Chengming, Southwest Institute of Physics, Chengdu 610041, P. R. China, E-mail: tuchengming@swip.ac.cn