文章编号: 1004-0609(2013)05-1269-06

# 晶界滑移对镍基合金失延开裂的影响

崔 巍,陈静青,陆 皓,陈俊梅

(上海交通大学 材料科学与工程学院, 上海 200240)

摘 要:为了研究镍基合金焊材 FM-52M 的高温失延裂纹(DDC),采用改进的应变-裂纹(STF)实验方法,提出新的裂纹敏感性判据——晶界滑移量。并将之与裂纹数量相结合定量评估不同温度、不同变形量条件下材料的 DDC 敏感性。结果表明:本研究中所得到的材料临界变形量 6%大于传统 STF 方法得到的 4%的临界变形量。预热处理、峰值温度、变形速率等条件都能显著影响 DDC 的敏感性。此外,利用显微硬度标记了许多微区,并对实验前后的微区进行了 SEM 观察,探讨晶界滑移与析出物在 DDC 的萌生与扩展过程中的作用。

关键词: 晶界滑移; 高温失延裂纹; 镍基合金

中图分类号: TG116

文献标志码: A

# Influence of grain boundary sliding on ductility-dip cracking of Ni-based alloy

CUI Wei, CHEN Jing-qing, LU Hao, CHEN Jun-mei

(School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

**Abstract:** According to the improved strain-to-fracture test (STF) method, the value of grain boundary sliding was used as a new criterion to evaluate the susceptibility of ductility-dip cracking (DDC) in Ni-based alloy filler metal 52M(FM-52M) under various temperature and deformation conditions. The results show that the threshold strain of the test is 6%, which is larger than 4% obtained by previous STF method. Heat pretreatment, peak temperature, strain rate all have a great influence on the DDC susceptibility. Microhardness was used to mark interested micro-regions, from which SEM images were made before and after the test in order to explain the roles of grain boundary sliding and precipitates in DDC.

Key words: grain boundary sliding; ductility-dip cracking; Ni-based alloy

迄今为止,核能发电已经得到广泛应用,核电设备的许多部件属于锻焊结构,常常在高温、高压、腐蚀、动载和辐射等多种恶劣环境并存的条件下工作,因此,对焊接接头的要求很高。在诸多核电金属材料中,Ni-Cr-Fe系列固溶强化合金因具有良好的高温力学性能以及优异的抗腐蚀能力,常被用于核电设备的关键部件。然而,近期研究发现,这类材料对高温失延裂纹(DDC)非常敏感<sup>[1-4]</sup>。

DDC 是一种发生在固相线以下某一温度区间(通 常为熔点温度的 0.5 到 0.8 倍)的沿晶裂纹。材料在这 一温度区间表现出很低的延塑性,在高拘束焊接中极 易出现微裂纹。由于 DDC 尺寸较小,很难被常规的 检测方法检测,所以潜在危害很大。由 NISSLEY 等<sup>[5]</sup> 提出的基于 Gleeble 热模拟机的 STF 实验方法是目前 应用最广泛的 DDC 研究方法。通过比较不同温度、 不同变形量条件下的裂纹数量和长度来确定材料的 DDC 敏感性。影响 DDC 敏感性的因素很多,包括合 金体系、第二相析出物、晶粒尺寸、杂质元素的偏析、 变形速率、晶界与力的角度关系等<sup>[6-10]</sup>。因此,DDC 产生的机理十分复杂,目前仍存在 3 种假说:碳化物

**基金项目**:国家自然科学基金资助项目(51204107,50975176)

收稿日期: 2011-07-21; 修订日期: 2012-12-28

通信作者: 陆 皓,教授,博士; 电话: 13701926033; 传真: 021-34202548; E-mail: luhao@sjtu.edu.cn

诱导裂纹机理<sup>[11]</sup>、杂质元素偏聚机理<sup>[12-13]</sup>和晶界滑移 机理<sup>[14-17]</sup>。

为此,本文作者采用改进的 STF 实验方法,以晶 界滑移量为判据,研究温度、预热处理、峰值温度和 变形速率对镍基合金 DDC 敏感性的影响。并借助 SEM 探讨晶界滑移和析出物在 DDC 中的作用。

## 1 实验

## 1.1 实验材料

实验材料为 FM-52M(ERNiCrFe-7A)合金, 其成分 如表 1 所列。

#### 表1 FM-52M 材料的化学成分

 Table 1
 Chemical composition of FM-52M material (mass fraction, %)

Cr	Fe	Mn	Nb	Мо	Al
28-31	7-11	<1	0.5-1	< 0.5	< 0.7
Ti	С	S	Р	Ni	
< 0.7	< 0.04	< 0.01	< 0.01	Bal.	

## 1.2 试样制备

通过 TIG 焊将 FM-52M 焊丝堆焊在厚度为 10 mm 的碳钢上,堆焊层厚度约为 9 mm。然后,用线切割 取距表面 3 mm 的堆焊层,并加工成 STF 的拉伸试样,如图 1 所示。



图1 STF 试样尺寸

Fig. 1 Dimensions of STF specimen (unit: mm)

为研究析出物对晶界滑移以及 DDC 敏感性的影响,在 750 ℃下对部分试样进行 5 h 的预热处理。在此温度和时间下保温的样品没有明显的晶粒长大,但满足析出物析出的条件。

STF 试样经过粗磨、抛光后,用细砂纸沿拉伸方 向划线,作为观察晶界滑移的刻线。之后,用高铬酸 进行电解腐蚀。

传统的 STF 法通过引伸计测量标距内的平均变形,但 Gleeble 热模拟机采用电阻法加热,试样上存

在明显的温度梯度,试样中心的均温区(温差在 20 ℃ 以内)只有 4 mm,这时引伸计测定的变形已经不能反映均温区内的变形。为了获得局部变形量,需用激光 在试样中间沿垂直于拉伸方向每隔 1 mm 划线,将标 距段细分成 20 个条状区域,并分别编号,如图 1 所示。 用激光打标法代替传统的引伸计可以很精确地得到每 个条状区在实验中的变形。

均温区变形量由宏观显微镜标出,为均温区内变 形最大的3个条状区的平均值;裂纹数量在光学显微 镜下统计,为上述3个区裂纹数量的总和;晶界滑移 量在 SEM 下标出,为上述3个区中所有晶界滑移量 的平均值。

为了研究 DDC 起裂的机理,本研究中在显微观 察方面也进行了改进,用显微硬度在试样上标记一些 微区,便于实验前后对相同微区进行金相和 SEM 观 察。

#### 1.3 STF 实验设计

实验在 Gleeble 3500 热模拟机上进行,主要有 3 种实验方案,如图 2 所示。

1) 直接升温到指定温度后以 0.1 mm/s 的变形速 率加载(图 2(a))。

2) 先升温到 1 200 ℃, 保温 10 s, 再降温到 950 ℃ 进行加载(图 2(b))。

3) 升温到1 050 ℃后以3 µm/s 的变形速率加载 (图 2(c))。

## 2 实验结果

#### 2.1 STF 实验结果

图 3(a)所示为裂纹与温度和变形量的关系(括号 外数据为晶界滑移量,µm; 括号内数据为裂纹数量)。 由图 3(a)可以看出,裂纹最敏感的温度区间是1000~ 1150℃。裂纹开裂的临界变形量为6%。由于局部变 形量测量的引入,实验结果比传统 STF 实验方法下得 到的临界变形量 4%大。

图 3(b)所示为晶界滑移量随温度的变化曲线(括 号外数据为晶界滑移量,μm; 括号内数据为裂纹数 量)。图 3(b)中每个实验点的上方都标出了晶界滑移量 和裂纹数量。当变形量相同时,温度越高,晶界滑移 量越大。因为随温度的升高,晶界强度比晶内强度下 降的快,晶界滑移更容易发生。此外,不同温度下材 料对晶界滑移的敏感性也不同。温度越高,出现裂纹 的临界晶界滑移量越大。一方面是因为受力的不同, 要达到相同的晶界滑移量,低温时需要更大的外力驱动;另一方面是晶粒内部对晶界滑移的协调能力不同, 温度越高,位错运动越活跃,晶界滑移导致的应变集 中能够更好地被转移。



图 2 STF 实验示意图

Fig. 2 Schematic diagrams of STF process: (a) Control;(b) Peak temperature; (c) Low strain rate

## 2.2 热处理对晶界滑移的影响

由于 FM-52M 是单相奥氏体组织,析出物对材料 性能的影响很大。在本研究中采用两种试样,一种是 未经热处理,称为原试样;另一种是热处理试样(750 ℃,5h)。图4(a)所示为950℃时8%和12%两种变形



图 3 STF 实验结果

**Fig. 3** STF results: (a) Crack statistics; (b) Grain boundary sliding values



图4 不同热处理温度对晶界滑移量的影响

**Fig. 4** Influence of heat treatment on grain boundary sliding at different temperatures: (a) 950  $^{\circ}$ C; (b) 1 050  $^{\circ}$ C

量下原试样和热处理试样晶界滑移量的对比(括号外数据为晶界滑移量,µm;括号内数据为裂纹数量); 图 4(b)所示为1050℃的对比结果。由图 4 可以看到, 热处理试样的晶界滑移量和裂纹数量都小于原试样的 晶界滑移量和裂纹数量。这表明晶界析出物可以阻碍 晶界滑移,降低 DDC 的敏感性。

## 2.3 峰值温度对晶界滑移的影响

图 5(a)所示为 950 ℃下两类试样在升温阶段和降 温阶段加载时晶界滑移量和裂纹数量的对比。由 图 5(a)可以看到,降温阶段加载的试样晶界滑移量和 裂纹数量都远远大于升温阶段加载的试样晶界滑移量 和裂纹数量,它们的区别主要体现在是否经历峰值温 度。降温阶段加载的试样在1 200 ℃下保温后,晶界 上会有部分析出物重新分解,使得材料的晶界弱化。

#### 2.4 变形速率对晶界滑移的影响

图 5(b)所示为1 050 ℃下变形速率对晶界滑移的 影响。变形速度越小,材料的晶界滑移量和裂纹数量 越大。慢速拉伸对热处理试样的影响尤其明显,晶界 滑移增加了 0.66 µm,裂纹数量从 3 条增加至 39 条。 一方面,慢速拉伸需在 1 050 ℃停留 210 s,此时会有 大量析出物发生重溶,使晶界脆化;另一方面,当变 形速度减慢时,扩散的影响变大,材料的失效更接近 于蠕变的机制<sup>[18]</sup>。

# 3 分析与讨论

### 3.1 晶界滑移的作用

在 DDC 产生过程中,晶界滑移有两个主要作用。





首先,在外力作用下,晶界上发生 Rachinger 滑移, 晶界两边的晶粒产生相对位移,如果此过程无法得到 协调,那么会在局部区域产生缺陷,进而转化成裂纹 源。图 6 (a)中的晶界较为平直,微裂纹易在结合力弱 的晶界处出现;图 6(b)中的裂纹出现在晶界拐点处,



图 6 晶界滑移产生裂纹的机理

Fig. 6 Crack formation mechanism of grain boundary sliding: (a)-(c) Crack initiation; (d)-(f) Crack propagation

#### 第23卷第5期

晶界滑移在此处受阻,从而产生应变集中;图 6(c)中 晶界滑移到三叉晶界处后被迫停止,产生应变集中, 裂纹常在临近的晶界上形核。

其次,在沿晶裂纹的扩展过程中,晶界主要受垂 直于晶界的拉应力和平行于晶界的剪切应力作用。当 晶界与外力方向垂直时,拉应力达到最大,裂纹的张 开位移较大;当晶界与外力方向呈 45°角时,切应力 最大,裂纹的张开位移较小,此时裂纹尖端的晶界会 在剪切力的作用下发生滑移,促使裂纹向下一个敏感 区域扩展。图 6(d)中的裂纹从下向上扩展,中间的晶 界没有开裂,但通过晶界滑移使裂纹在上方晶界得到 延续。图 6(e)中虽有析出物阻碍了裂纹扩展,但裂纹 仍可通过晶界滑移,绕过析出物继续扩展。图 6(f)中, 裂纹受到晶界拐点和析出物的双重抑制,停止扩展。

可见,晶界滑移在 DDC 中发挥非常重要的作用, 它不仅可以定量评估 DDC 敏感性,也是 DDC 起裂的 重要机理之一。为减轻晶界滑移的影响,一方面可以 通过改善材料对晶界滑移的协调作用,消除局部应变 集中;另一方面可以通过添加微量元素,改变晶界形 貌、增加晶界上析出物的数量,从而阻碍晶界滑移。

#### 3.2 析出物的作用

如图 7 所示, FM-52M 中主要析出物是 NbC。经 热处理后,晶界上析出物的数量明显增加。析出物的 EDS 能谱分析结果如表 2 所列。图 8 (a)和(b)所示为热 处理试样 STF 实验前后的 SEM 像。图 8(c)~(f)分别是 图 8(b)中红圈区域的放大图。析出物对 DDC 的影响较 为复杂。一方面,析出物会阻碍晶界滑移和沿晶裂纹 的扩展,如图 8(c)所示;另一方面,如果局部应变过



图 7 析出相的 EDS 能谱分析

Fig. 7 EDS analysis of precipitates

#### 表2 析出相元素分析结果

Table 2Elemental analysis results of precipitates (massfraction, %)

Phase	Nb	С	Ni	Cr	Fe	Mn	Si
Precipitate	61.2	14.17	12.89	8.91	2.21	0.62	0
Matrix	2.51	0.33	56.61	29.82	9.17	1.57	0.33



### 图8 实验前后析出物的 SEM 像

Fig. 8 SEM images of precipitates and cracking: (a) Before test; (b) After test; (c)–(f) Local areas c, d, e and f in Fig. (b), respectively

大,部分与晶界结合力较弱的析出物反而会转变为新的裂纹源,如图 8(d)~(f)所示。

## 4 结论

1) 采用改进的 STF 实验方法获得的临界变形量 为 6%, 大于传统 STF 法得到的临界变形量 4%。

2) 以晶界滑移量为判据研究温度、预热处理、峰 值温度和变形速率对 DDC 的影响,结果表明析出物 具有阻碍晶界滑移的作用。若试样在1050 ℃以上停 留时,部分析出物会重新分解,进而增强 DDC 的敏 感性。

3)当晶界上析出物较少时,晶界滑移非常严重,裂纹易在结合力弱的晶界处、晶界拐点处以及三叉晶界处出现;当晶界析出物的数量较多时,晶界滑移和裂纹扩展都受到了一定的抑制,但是,如果应变集中进一步增大,与晶界结合力弱的析出物又会转变成新的裂纹源。

## REFERENCES

- 吴 伟,陈佩寅,张 锐. 镍基焊接材料 DDC 裂纹的研究现 状及研究趋势[J]. 焊接, 2005(5): 5-8.
   WU Wei, CHEN Pei-yin, ZHANG Rui. Development and research on ductility-dip cracking of filler metals of Ni-based alloy[J]. Welding and Joining, 2005(5): 5-8.
- [2] RAMIREZ A J, LIPPOLD J C. High temperature behavior of Ni-base weld metal. Part 1: Ductility and microstructural characterization[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 380(1): 259–271.
- [3] RAMIREZ A J, LIPPOLD J C. High temperature behavior of Ni-based weld metal. Part 2: Insight into the mechanism for ductility dip cracking[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 380(1): 245–258.
- [4] 陈俊梅,陆 皓,陈静青,崔 巍. 镍基合金焊缝 DDC 裂纹 形成机制和调控研究进展[J]. 焊接, 2012(4): 7-13.
   CHEN Jun-mei, LU Hao, CHEN Jing-qing, CUI Wei. Formation mechanism and control of ductility-dip cracking in the weldment of Ni-based alloy[J]. Welding and Joining, 2012(4): 7-13.
- [5] NISSLEY N E, LIPPOLD J C. Development of the strain-to-fracture test: A new test has been established for evaluating ductility dip cracking susceptibility in austenitic alloys[J]. Welding Journal, 2003, 82: 355–364.
- [6] NISSLEY N E, LIPPOLD J C. Ductility-dip cracking susceptibility of nickel-based weld metals. Part 1: Strain-to-fracture testing[J]. Welding Journal, 2008, 87: 257–264.
- [7] NISSLEY N E, LIPPOLD J C. Ductility-dip cracking

susceptibility of nickel-based weld metals. Part 2: Microstructural characterization[J]. Welding Journal, 2009, 88: 131–140.

- [8] COLLINS M G, LIPPOLD J C. An investigation of ductility dip cracking in nickel-based filler materials—Part 1[J]. Welding Journal, 2003, 82: 288–295.
- [9] COLLINS M G, LIPPOLD J C. An investigation of ductility dip cracking in nickel-based filler materials—Part 2[J]. Welding Journal, 2003, 82(12): 348–354.
- [10] 侯介山,丛培娟,周兰章,秦学智,袁 超,郭建亭. Hf 对抗 热腐蚀镍基高温合金微观组织和力学性能的影响[J].中国有 色金属学报, 2011, 21(5): 945-953.
  HOU Jie-shan, CONG Pei-juan, ZHOU Lan-zhang, QIN Xue-zhi, YUAN Chao, GUO Jian-ting. Effect of element Hf on microstructure and mechanical behavior of hot corrosion resistant Ni-based superalloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(5): 945-953.
- [11] YOUNG G A, CAPOBIANCO T E, PENIK M A, MORRIS B W, MCGEE J J. The mechanism of ductility dip cracking in nickel chromium alloys[J]. Welding Journal, 2008, 87: 31–43.
- [12] SAIDA K, TANIGUCHI A, OKAUCHI H, OGIWARA H, NISHIMOTO K. Prevention of microcracking in dissimilar multipass welds of alloy 690 to type 316L stainless steel by Ce addition to filler metal[J]. Science and Technology of Welding and Joining, 2011, 16(6): 553–560.
- [13] NISHIMOTO K, SAIDA K, OKAUCHI H. Microcracking in multipass weld metal of alloy 690. Part 1: Microcracking susceptibility in reheated weld metal[J]. Science and Technology of Welding and Joining, 2006, 11(4): 455–461.
- [14] NOECKER F F, DUPONT J N. Metallurgical investigation into ductility dip cracking in Ni-based alloys. Part 1[J]. Welding Journal, 2009, 88: 7–20.
- [15] LIPPOLD J C, NISSLEY N E. Further investigations of ductility-dip cracking in high chromium, Ni-base filler metals[J].
   Welding in the World, 2007, 51(9/10): 24–30.
- [16] TORRES E A, CARAM R, RAMIREZ A J. Grain boundary sliding phenomenon and its effect on high temperature ductility of Ni-base alloys[J]. Materials Science Forum, 2010, 638/654: 2858–2863.
- [17] UNFRIED J S, RAMIREZ A J. Intergranular cracking in alloy 690 with Nb, Mo, and Hf additions: In situ SEM high temperature deformation study[J]. Materials Science Forum, 2012, 706/709: 945–950.
- [18] 张 姝,田素贵,梁福顺,于莉丽,钱本江.孔洞形态对镍基 单晶合金蠕变行为的影响[J].中国有色金属学报,2011,21(4): 762-768.

ZHANG Zhu, TIAN Su-gui, LIANG Fu-shun, YU Li-li, QIAN Ben-jiang. Influence of cavity morphology on creep behaviors of single crystal nickel-base superalloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(4): 762–768.