

文章编号: 1004-0609(2006)10-1749-07

电场处理对 GH4199 合金组织与变形行为的影响^①

刘 杨¹, 王 磊¹, 丁 扬¹, 崔 彤¹, 王延庆²

(1. 东北大学 材料各向异性与织构工程教育部重点实验室, 沈阳 110004;

2. 钢铁研究总院 高温材料研究所, 北京 100081)

摘 要: 将电场处理技术应用于 GH4199 合金, 研究电场对该合金组织和变形行为的影响。结果表明: 电场处理使 GH4199 合金塑性提高, 而合金强度无明显变化; 在电场强度为 2 kV/cm, 温度为 820 ℃条件下, GH4199 合金经 5 h 电场处理塑性提高 26.6%; 合金经电场处理后产生退火孪晶, 随处理时间的延长孪晶数量增加; 孪晶的出现可以改变变形过程中显微裂纹的扩展方向, 增加合金塑性变形功, 推迟断裂时间, 从而提高合金断裂延伸率; 此外, 电场处理提高了合金变形均匀性, 亦能改善合金塑性。

关键词: GH4199 合金; 镍基高温合金; 电场处理; 退火孪晶; 变形行为

中图分类号: TG 146.1; TG 132.3

文献标识码: A

Effects of electric field treatment on microstructure and deformation behavior of GH4199 superalloy

LIU Yang¹, WANG Lei¹, DING Yang¹, CUI Tong¹, WANG Yan-qing²

(1. Key Laboratory for Anisotropy and Texture of Materials,

Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110004, China;

2. Department of High-Temperature Materials,

Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

Abstract: The effects of electric field treatment on the microstructure and deformation behavior of GH4199 superalloy were studied. The results show that the electric field treatment increases the ductility of GH4199 alloy but no evident influence on the strength. The fracture elongation of GH4199 alloy reaches a peak value after electric field treatment at 820 ℃ for 5 h with a electric field intensity of 2 kV/cm. The annealing twins occur in GH4199 alloy with electric field treatment and the number of twins increases with the increasing holding time. It is found that the direction of microcrack propagation can be changed by the presence of the annealing twins during the tensile deformation, and it causes the increasing plastic deformation work and delays the fracture, these are considered as the reason of the increasing ductility of GH4199 alloy. On the other hand, since the plastic deformation uniformity can be improved by the electric field treatment, it also increases the fracture elongation of GH4199 alloy.

Key words: GH4199 superalloy; nickel-base superalloy; electric field treatment; annealing twin; deformation behavior

GH4199 合金是一种具有较高的高温强度、优良的抗氧化性能和一定的可焊接性能的镍基高温合金, 是目前国内时效强化板材中使用温度最高的高

温合金之一, 主要用于制造发动机加力燃烧室隔热屏、可调喷口隔热屏等相关部件, 具有很好的应用前景^[1, 2]。但近年的研究表明, 该合金在长期时效

① 收稿日期: 2005-11-29; 修订日期: 2006-08-17

通讯作者: 王 磊, 教授; 电话: 024-83687725; 传真: 024-23906316; E-mail: wanglei@mail.neu.edu.cn

过程中由于 TCP 相的出现, 塑性明显降低, 而采用传统的热处理方法调整其塑性已经无能为力^[3~5]。因而寻找新的方法恢复和改善该合金塑性, 成为保证该合金使用安全的至关重要的紧迫任务。电场处理作为一种新兴的金属材料强韧化处理方法, 受到广泛关注^[6], 目前, 电场在金属材料研究中的应用主要有两方面: 一方面是电场对金属凝固过程的影响, 有关电场在高温合金凝固过程的应用也取得了较多研究成果^[7, 8]; 另一方面, 是电场技术在金属材料热处理方面的应用, 研究表明, 电场处理对不同金属材料的再结晶、固态相变、组织结构以及淬透性、塑性变形能力、强度等有不同程度的影响^[9~15]。但电场技术在高温合金热处理方面的应用尚未见报道, 本文作者将电场处理方法应用于镍基高温合金中, 以期寻求恢复和改善经长期时效后的成品高温合金塑性的新方法。

1 实验

实验用 GH4199 合金采用双真空感应炉冶炼 d 250 mm 自耗锭, 经锻造成 70 mm × 180 mm 板坯后轧制成 1 mm 厚板材。表 1 列出了实验合金的化学成分。

表 1 GH4199 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4199 alloy		
Element	Mass fraction/ %	Mole fraction/ %
C	0.038	0.195
Mn	0.02	0.021 9
Si	0.08	0.174
S	0.001 2	0.002 28
P	0.004	0.007 9
W	9.99	3.301
Mo	5.12	3.24
Al	2.18	4.91
Ti	1.29	1.635
Cr	19.97	23.35
Ni	Bal.	Bal.

合金固溶处理后加工成图 1 (a) 所示的拉伸试样, 经时效处理后, 再进行电场热处理, 电场强度为 2 kV/cm, 具体处理制度如表 2 所示。为了与电场处理试样进行比较, 对应电场处理进行了相应的未加电场的试样处理。

高温拉伸实验(800 ℃)在 SANS-CMT5105 电

子万能试验机上进行, 拉伸横梁位移速率为 0.5 mm/min。利用 OLYMPUS GX71 金相显微镜及 Shimadzu SSX 505 扫描电子显微镜观察分析合金组织变化、晶粒尺寸和拉伸断口形貌, 利用 TECNAI G² 透射电子显微镜观察断口附近显微组织与结构, 用加速电压 200 kV 观察。

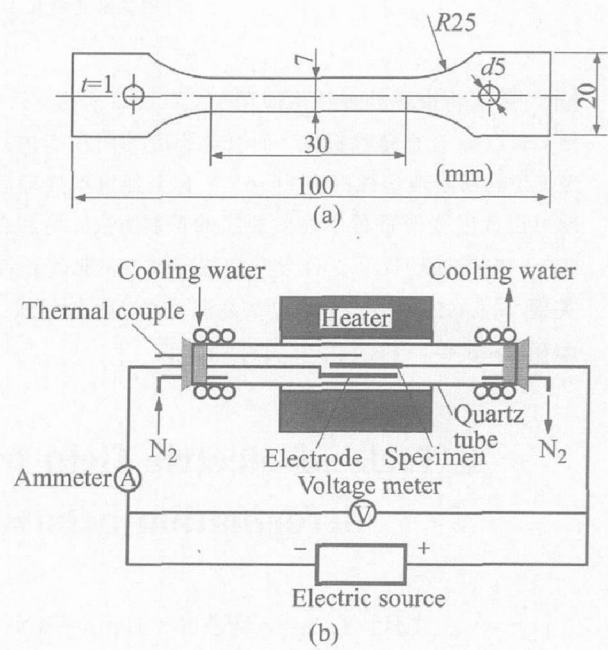


图 1 GH4199 合金试样及电场处理设备示意图

Fig. 1 Schematic illustration of tensile testing specimen(a) and electric field treatment(b) for GH4199 alloy

表 2 GH4199 合金的热处理制度

Table 2 Heat-treatment process parameters of GH4199 alloy		
Solution treatment	Aging treatment	Electric field treatment
1 150 ℃, 20 min, WQ	800 ℃, 200 h, AC	820 ℃, 0 h, WQ
		820 ℃, 2 h, WQ
		820 ℃, 5 h, WQ
		820 ℃, 10 h, WQ

2 结果与讨论

2.1 电场处理对 GH4199 合金拉伸性能的影响

GH4199 合金经电场处理后 800 ℃拉伸性能如表 3 及图 2 所示。

可见, 与未经电场处理(经 820 ℃, 10 h 时效处理)样品相比, 经电场处理后 GH4199 合金强度无明显变化, 断裂延伸率呈上升趋势, 塑性得到了改

表 3 820 ℃下不同时间电场处理后
GH4199 合金 800 ℃的拉伸性能

Table 3 Tensile properties (at 800 ℃) of
GH4199 alloy with electric field treated
at 820 ℃ for different holding time

Holding time/h	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%
10(no electric field)	678.4	498.5	25.2
2	670.6	487.2	26.5
5	673.1	488.3	31.9
10	673.8	490.3	30.3

善。当电场处理时间少于 5 h 时, 合金塑性随处理时间的增加而增加, 当电场处理时间超过 5 h 时合金塑性则有所降低, 合金塑性在 5 h 处出现峰值, 此时断裂延伸率提高 26.6%。合金的强度随处理时间的增加略有波动, 但幅度小于 1.1%。换言之, 经电场强度为 2 kV/cm, 820 ℃, 5 h 处理后, GH4199 合金强度基本不变, 而塑性得到较大改善。

2.2 电场处理后合金的组织变化

图 3 所示为相同电场强度(2 kV/cm)下, 显微组织随处理时间的变化情况。可见, 合金经电场处理后晶内有条带状组织出现, 而电场处理前后合金晶粒尺寸、析出相形貌等无显著差别。

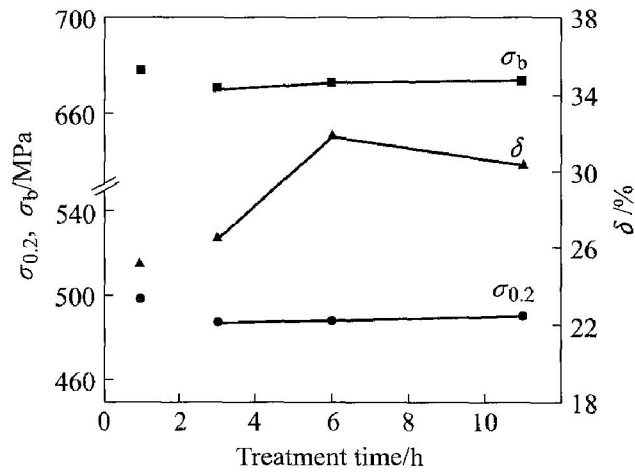


图 2 GH4199 合金拉伸性能
随电场处理时间的变化

Fig. 2 Variation of tensile properties of
GH4199 alloy with different holding time of
electric field treatment

条带状组织的出现明显增加了合金中的界面数量, 随电场处理时间的延长, 条带状组织明显增加。当处理时间达到 5 h 后, 这种条带状组织数量基本保持不变。经 TEM 的形貌观察与选区电子衍射分析(图 4), 确认电场处理 5 h 后合金中条带状组织为孪晶, 孪晶面为 (112)。当孪晶界与观察面垂直时, 可以观察到条带状组织与基体的界面两侧 γ 相明显的对称关系(图 4(a))。图 4(c) 中孪晶内衬

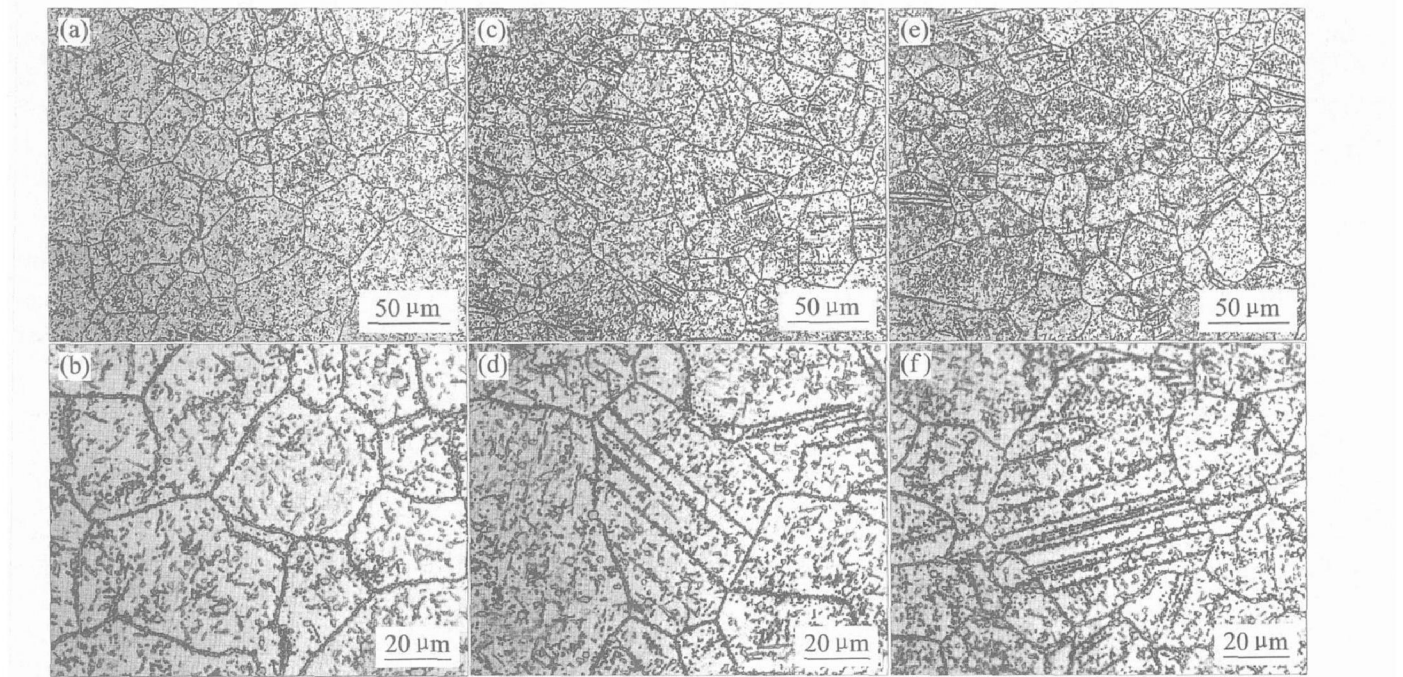


图 3 电场热处理不同时间后 GH4199 合金的显微组织

Fig. 3 Microstructures of GH4199 alloy after electric field treated at 820 ℃
for 0 h (a and b), 5 h (c and d) and 10 h (e and f)

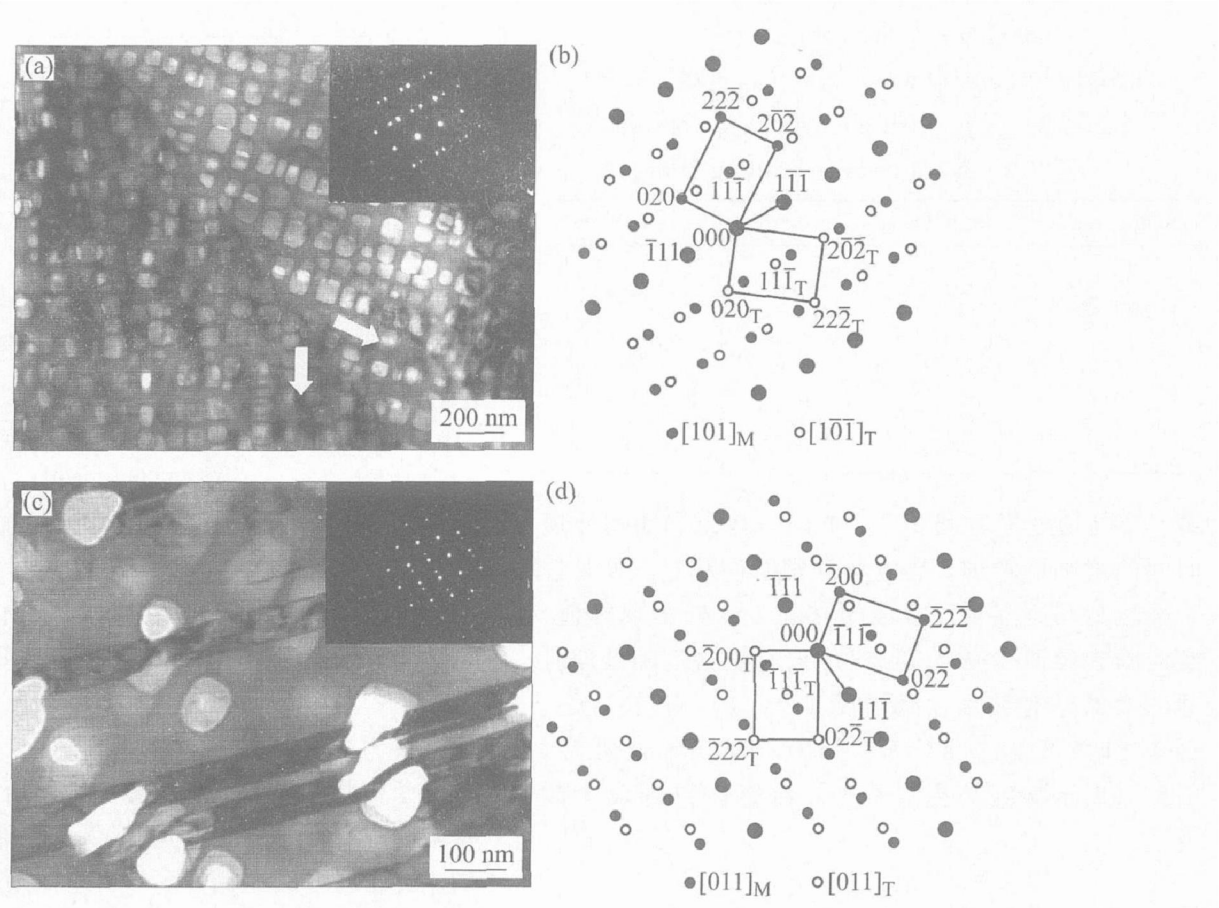


图 4 退火孪晶 TEM 形貌和选区电子衍射花样及诠释

Fig. 4 TEM morphologies, selected area electronic diffraction pattern(a, c) and analysis(b, d) of annealing twin for GH4199 alloy

度不同是由于倾斜的孪晶面而导致的消光条纹。

表 4 所列为经电场处理后 800 ℃拉伸试样断口附近晶粒变形情况。可以看出，经电场处理后拉伸试样断口附近晶粒沿拉伸方向长宽长增大，晶粒变形程度与未经电场处理试样相比明显增大，随处理时间的延长，这种趋势继续增加。

表 4 不同电场处理时间
拉伸试样断口近旁晶粒的变形

Table 4 Grain size variation near fracture surface of tested specimens with different holding time of electric field treatment			
Holding time/ h	Average width of grain/ μm	Average length of grain/ μm	Lengthr width ratio
0	25.6	39.5	1.543
2	25.0	40.8	1.632
5	23.9	42.1	1.762
10	23.2	43.7	1.881

2.3 电场处理对合金变形行为的影响

图 5 所示为 GH4199 合金经不同时间电场处理

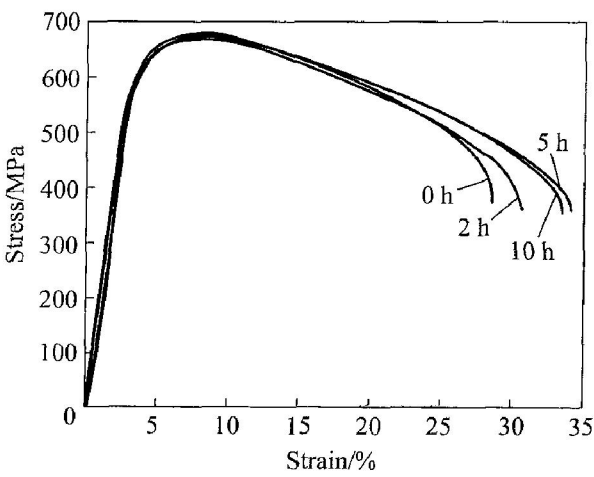


图 5 电场处理后 GH4199 合金 800 ℃ 拉伸实验应力—应变曲线

Fig. 5 Stress—strain curves of tensile test at 800 ℃ for GH4199 alloy after electric field treatment

后 800 ℃拉伸实验的典型应力—应变曲线。在弹性变形阶段和最大载荷点之前的塑性变形阶段，电场处理对合金性能无明显影响。而在最大载荷点之后

的塑性变形阶段, 电场处理时间对合金应力应变曲线影响较大, 在相同载荷条件下, 经电场处理的试样应变增加, 而且随处理时间的延长, 应变量的增加幅度呈上升趋势。当处理时间超过 5 h 后, 应变量的增加幅度减小。

图 6 所示为合金经不同时间电场处理, 拉伸后断口附近宏观照片。与电场处理 2 h 的试样相比, 电场处理 5 h 的试样拉伸断口附近微裂纹数量明显增多, 并且产生微裂纹的范围明显增大。晶粒沿拉伸方向长宽比的增大与断口附近微裂纹数量增加, 可见电场处理可以提高合金塑性变形均匀性。

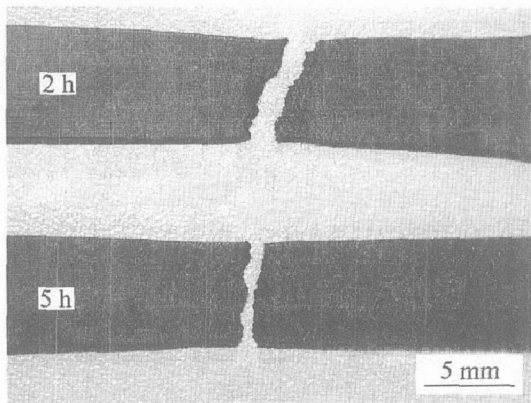


图 6 不同电场处理时间

GH4199 合金拉伸断口处宏观照片

Fig. 6 Macroscopic view of GH4199 alloy near tensile fracture surface after electric field treated for 2 h and 5 h, respectively

图 7 所示为电场处理 5 h 后 GH4199 合金拉伸断口处微裂纹形貌, 可见当微裂纹遇到孪晶后扩展方向发生改变。在拉伸实验过程中最大载荷点之后的塑性变形阶段, 合金中的微裂纹扩展遇到孪晶时, 裂纹尖端在孪晶界处受阻, 裂纹扩展产生停滞乃至被迫改变扩展的方向。随着变形量的增加, 微裂纹尖端的应力集中也随之增加, 当应力增加到一定程度后, 裂纹或者沿孪晶界转向后继续运动, 或者孪晶内滑移系开始启动, 微裂纹才穿过孪晶界继续扩展。

GH4199 合金经电场处理后产生孪晶的原因主要是电场促进了空位向晶界或晶体表面运动, 并且为原子运动提供能量, 加速原子扩散速度, 由于以面心立方为基体的 GH4199 镍基合金的层错能较低, 空位及原子的运动使得晶体内部局部原子堆垛次序发生错排, 形成层错。另一方面, 因共格孪晶界的界面能小于大角度晶界的界面能^[16], 层错得以稳定存在构成孪晶核心。在电场处理温度和电场强

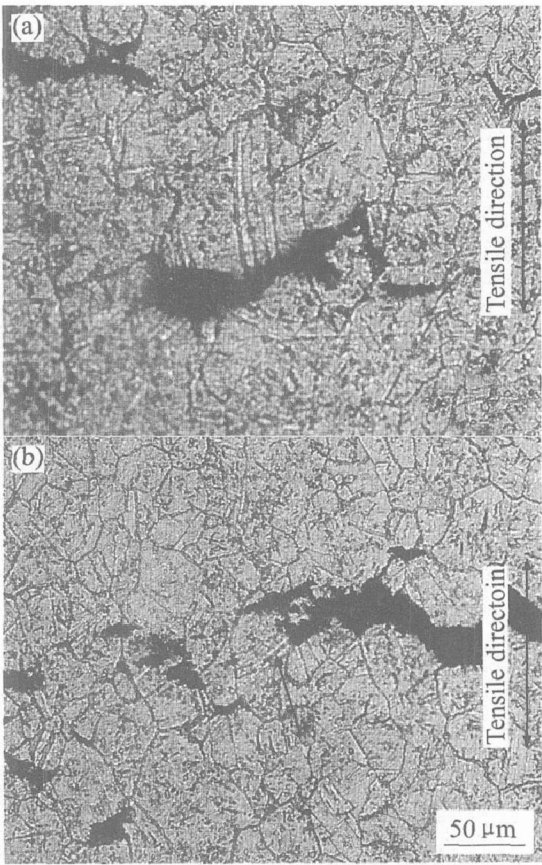


图 7 电场处理 5 h 后

GH4199 合金拉伸断口附近微裂纹

Fig. 7 Micro-cracks near fracture surface of GH4199 alloy after tensile test with electric field treated for 5 h

度不变的情况下, 随着电场处理时间的增加, 不断为原子热运动提供能量, 使得孪晶数量增多, 并且形核后的孪晶得以继续长大。电场处理后合金中退火孪晶的出现一方面破坏晶粒完整性, 增加晶体内部界面数量, 起到细化晶粒的作用。另一方面, 孪晶的产生必然改变一部分晶体的取向, 使原来不利于滑移的晶体能够产生滑移, 应力集中得以松弛, 增大断裂前的塑性变形量。同时, 退火孪晶的出现可以改变裂纹扩展的方向, 提高塑性变形功, 推迟断裂时间, 进而使合金塑性得到提高。

多晶体的塑性变形是各晶粒及晶界变形的结果, 各晶粒取向差和晶界是阻碍塑性变形的主要因素。图 8 所示为不同电场处理时间 GH4199 合金拉伸断口形貌, 可见未经电场处理样品断口以延性区为主, 存在脆性断裂区域。随电场处理时间的延长拉伸试样断口塑坑数量增多, 密度增加。这表明经电场处理后合金的塑性变形均匀程度增加。图 9 所示为电场处理后试样拉伸断口附近位错组态, 可见未经电场处理的样品断口处位错密度高, 缠结现象

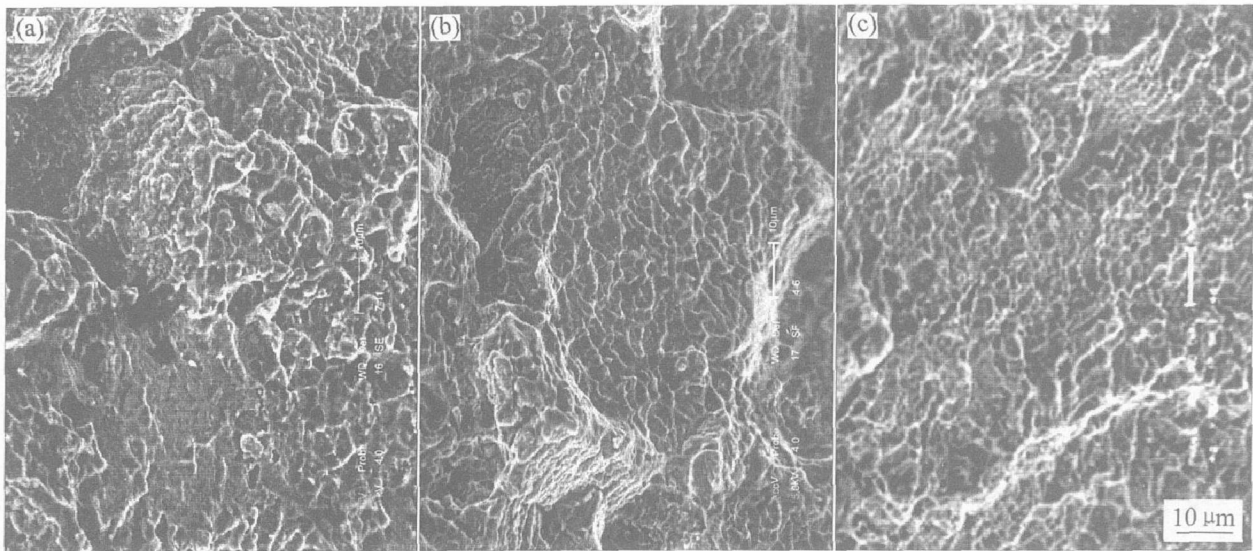


图 8 不同处理时间 GH4199 合金的拉伸断口形貌

Fig. 8 Fracture morphologies of GH4199 alloy after tensile test with electric field treated for 0 h (a), 2 h (b) and 5 h (c)

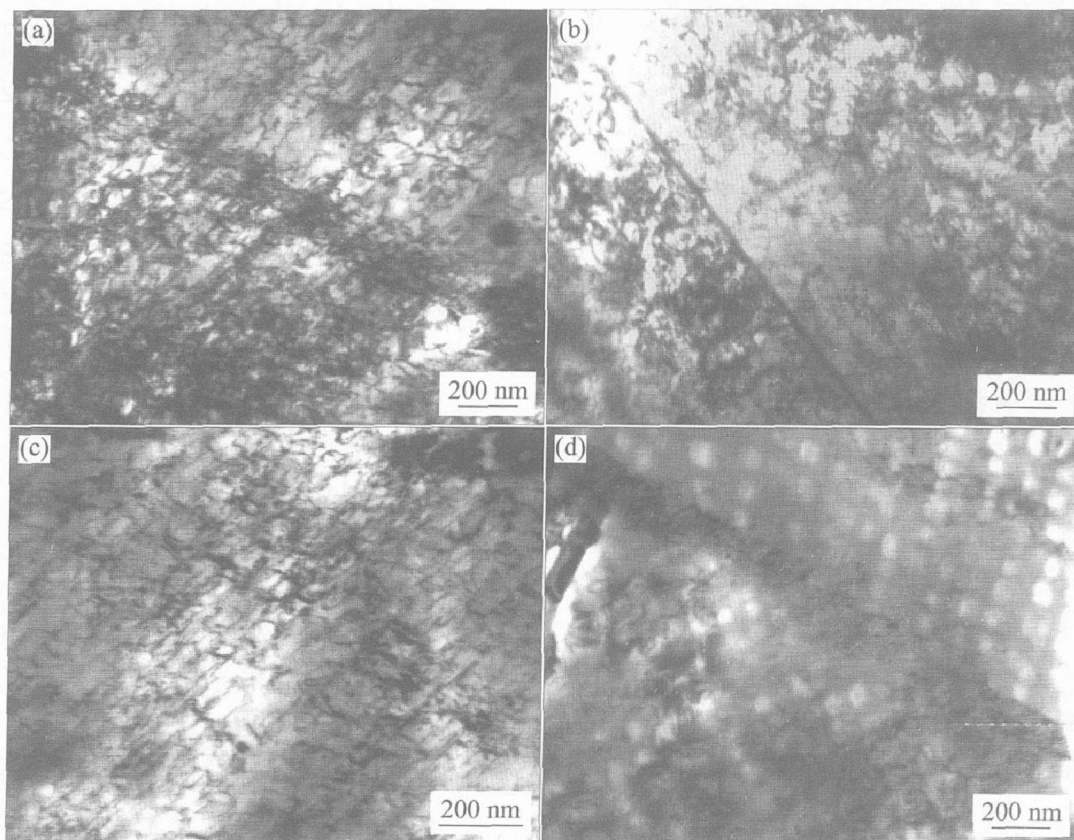


图 9 不同处理时间 GH4199 合金拉伸断口附近位错组态

Fig. 9 Dislocation structures near tensile fracture surface of GH4199 alloy after electric field treated for 0 h (a), 2 h (b), 5 h (c) and 10 h (d)

明显, 随电场处理时间的延长, 特别是当电场处理时间超过 5 h 后, 拉伸试样断口附近位错密度明显降低, 位错缠结现象减轻。在外加电场情况下, 传导电子迁移对位错产生推动力^[6], 为位错运动储存

更多的能量, 使塑性变形过程中位错运动更容易, 导致变形后合金中的位错密度降低。另一方面电场处理对晶界滑移具有促进作用^[17], 这也增强了晶界的变形能力。这两方面因素使合金塑性变形均匀性提高, 降低应力集中的形成, 合金塑性得到改善。

3 结论

1) GH4199 合金长期时效后, 经电场处理塑性提高, 在电场强度为 2 kV/cm, 温度为 820 ℃条件下, 经 5 h 电场处理塑性提高幅度达 26.6%。而合金强度受电场影响不大。

2) 电场处理使 GH4199 合金中产生退火孪晶, 随处理时间的延长, 孪晶数量增多。

3) 电场处理后 GH4199 合金中孪晶的出现改变变形过程中裂纹扩展方向, 增加合金塑性变形功, 推迟断裂时间, 提高合金塑性。此外, 电场处理提高合金变形均匀性, 亦改善合金塑性。

REFERENCES

- [1] 乔雪璁, 王延庆, 蒙肇斌. 燃烧室用新高温合金—GH4199[J]. 钢铁研究学报, 2004, 16(3): 1-5.
QIAO Xue-ying, WANG Yan-qing, MENG Zhao-bin. New superalloy applied for combustion chamber of gas turbine engine—GH4199[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2004, 16(3): 1-5.
- [2] Movchan B A, Malashenko I S, Yakovchuk K Y, et al. Two- and three-layer coatings produced by vacuum deposition for protection of gas turbine blades[J]. Surface & Coatings Technology, 1994, 67(1): 55-63.
- [3] Cui T, Zhang Y S, Guo S W, et al. Study of TCP phase precipitating in GH4199 superalloy[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2004, 17(5): 645-650.
- [4] 张小彬, 刘常升, 吕俊英, 等. 镍基高温合金长期时效过程中第二相的析出[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2005, 26(4): 253-256.
ZHANG Xiao-bin, LIU Chang-sheng, LÜ Jun-ying, et al. Secondarily precipitated phases of a Ni-based superalloy during durable thermal treatment[J]. Journal of Northeastern University (Natural Science), 2005, 26(4): 253-256.
- [5] 崔彤, 齐爽, 王磊, 等. 一种新型镍基合金相的析出规律[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2005, 26(6): 558-561.
CUI Tong, QI Shuang, WANG Lei, et al. Phase precipitation of a new kind of Ni-base superalloy[J]. Journal of Northeastern University (Natural Science), 2005, 26(6): 558-561.
- [6] Conrad H. Enhanced phenomena in metals with electric and magnetic fields: I electric fields[J]. Materials Transactions, 2005, 46(6): 1083-1087.
- [7] 李万峰, 杨院生, 于力, 等. 直流电场作用对 K417G 镍基高温合金凝固组织的影响[J], 材料工程, 2001, 26(9): 7-13.
- LI Wan-feng, YANG Yuan-sheng, YU Li, et al. Effect of direct current electric field on the microstructure of nickel-based superalloy K417G[J]. Journal of Materials Engineering, 2001, 26(9): 7-13.
- [8] YANG Yuan-sheng, FENG Xiao-hui, CHENG Gen-fa, et al. Solidification of nickel-based crystal superalloy by electric field[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2005, 18(6): 679-685.
- [9] Conrad H, Karam N, Mannan S. Effect of prior cold work on the influence of electric current pulses on the recrystallization of copper[J]. Scripta Metallurgica, 1984, 18(3): 275-280.
- [10] Conrad H, Karam N, Mannan S, et al. Effect of electric current pulses on recrystallization kinetics of copper[J]. Scripta Metallurgica, 1988, 22(2): 235-238.
- [11] Jung K, Conrad H. External electric field applied during solution heat treatment of the Al-Mg-Si alloy AA6022[J]. Journal of Materials Science, 2004, 39(21): 6483-6486.
- [12] Liu W, Liang K M, Zheng Y K, et al. Study of the diffusion of Al-Li alloys subjected to an electric field[J]. Journal of Materials Science, 1998, 33(4): 1043-1047.
- [13] 胡卓超, 赵骧, 左良, 等. 电场退火对 3104 铝合金板显微组织与再结晶组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(8): 1366-1371.
HU Zhuo-chao, ZHAO Xiang, ZUO Liang, et al. Effects of electric field annealing on microstructure and recrystallization texture of 3104 aluminum alloy sheets[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(8): 1366-1371.
- [14] 胡卓超, 赵骧, 左良. 电场退火对 08Al 深冲钢板再结晶组织的影响[J]. 金属学报, 2003, 39(2): 213-216.
HU Zhuo-chao, ZHAO Xiang, ZUO Liang. Effects of electric field annealing on the recrystallization texture of cold rolled 08Al killed steel sheet[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2003, 39(2): 213-216.
- [15] Liu W, Wu T K, Godfrey A, et al. Effects of electrical field treatment on recrystallization of copper single crystal[J]. Scripta Materialia, 2005, 52(6): 495-499.
- [16] 胡赓祥, 钱苗根. 金属学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1980. 105-107.
HU Geng-xiang, QIAN Miao-gen. Metallography [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 1980. 105-107.
- [17] Cao W D, Lu X P, Sprecher A F, et al. Superplastic deformation behavior of 7475 aluminum alloy in an electric field[J]. Mater Sci Eng A, 1990, A129(2): 157-166.

(编辑 李向群)