

马氏体钢亚晶结构的 TEM 研究

秦 勇

(中国科学院固体物理研究所, 安徽 合肥 230031)

现代马氏体钢 G-X12CrMoVNbN 10-1-1 作为耐热抗形变材料广泛用于发电工业。钢的蠕变强度是和其微结构密切相关的^[1]。本文报道用 TEM 定量研究退火和蠕变过程中马氏体钢亚晶结构变化的实验结果。

实验所用材料为铸造马氏体钢 G-X12CrMoVNbN 10-1-1, 其化学成份 (wt. %, bal. Fe) 为 0.13C, 0.29Si, 0.82Mn, 9.51Cr, 1.02Mo, 0.059Nb, 0.52Ni, 0.19V, 1.02W, 0.014P, 0.0414N, 0.014Al。材料的初始态由热处理确定, 其过程为 1343K/12h, 空冷 + 1003K/12h, 空冷 + 1003K/10h, 炉冷到 573K。

研究四种蠕变状态: (1) $T = 823\text{K}$, $\sigma_0 = 211\text{MPa}$, $t = 12434\text{h}$, $\epsilon = 12.9\%$; (2) $T = 898\text{K}$, $\sigma_0 = 120\text{MPa}$, $t = 3540\text{h}$, $\epsilon = 17.4\%$; (3) $T = 923\text{K}$, $\sigma_0 = 90\text{MPa}$, $t = 2842\text{h}$, $\epsilon = 20\%$; (4) $T = 923\text{K}$, $\sigma_0 = 76\text{MPa}$, $t = 9634\text{h}$, $\epsilon = 23\%$; 其中 t 和 ϵ 均为蠕变至断裂时的值。蠕变样品取自断口附近, 而蠕变样品的两个端部未发生形变, 但经历了相应的温度和时间, 可视为退火态。

TEM 样品制备采用双喷技术, 电解液为醋酸: 高氯酸 = 10:1, 温度 283K, 电压 20V。在 Philips CM 200 和 JEM-2010 透射电镜上观察, 加速电压 200kV。

亚晶尺寸可用如下方法测得: 拍摄亚晶的 TEM 明场像; 作一组平行线, 使其与亚晶拉长方向成 45° , 测量这些线与亚晶界相交的交点间长度 w_i ($i = 1, 2, 3, \dots$); 由 w_i 数据作出亚晶尺寸分布曲线; 从而可计算出平均亚晶尺寸。为减少误差, 需要尽可能多的亚晶尺寸数据, 即 TEM 实验中要观察尽可能大的区域。本实验中每一种样品的观察区域均在 $70\mu\text{m}^2$ 以上。

图 1 是由 TEM 明场像得到的亚晶尺寸分布曲线, F_{cum} 是累积频率 (Cumulative frequency), 即对应于 w_i , 所有小于 w_i 的亚晶尺寸所占的百分数。由图 1a 可以看出, 不同退火条件得到的亚晶尺寸分布曲

线几乎重合, 且相对于初始亚晶尺寸分布曲线没有明显的位移, 这表明退火过程中亚晶没有发生粗化。对于蠕变状态, 情形则完全不同, 图 1b 表明蠕变态的亚晶尺寸分布曲线相对于初始亚晶尺寸分布曲线均发生了右移, 即向大尺寸方向移动, 这表明蠕变过程中亚晶粗化, 且在高温度低应力条件亚晶长大更明显。

亚晶长大受应变和应力控制, 是一个动力学过程。随着蠕变应变的增加, 亚晶尺寸从初始值 w_0 增加并逐步接近其稳态值 w_s , 其变化服从下列指数规律^[2]:

$$\log w = \log w_s + \log(w_0/w_s) \exp(-\epsilon/k_w) \quad (1)$$

式中 $k_w \approx 0.12$ 为增长常数。 w_s 只和施加的应力有关, 可由半经验公式:

$$w_s = k G b / \epsilon \quad (2)$$

表示, 其中 $G = -0.0388T + 97.398$ 是切变模量, b 是 Burgers 矢量长度, k 是系数约等于 10。图 2 表示亚晶尺寸随应变的变化, 实线和虚线分别对应于方程 (1) 和 (2), 而点则为蠕变断裂时实验得到的亚晶尺寸。由图可见计算结果与实验数据符合得较好。此外, 根据方程 (1) 可以发现, 在给定的应力下, 从实际的亚晶尺寸估计蠕变应变是可能的。在这个意义上亚晶尺寸可作为一种传感器用来预测应变和残余寿命。

TEM 观察还表明, 随着蠕变过程中亚晶长大, 亚晶界上的析出粒子数明显减少。

参考文献:

- [1] Eggeler G, Nilsvang N, Ilchner B. Steel Res, 1987, 58: 97.
- [2] Straub S, Hennige T, Polcik P, Blum W. Steel Res, 1995, 66: 394.

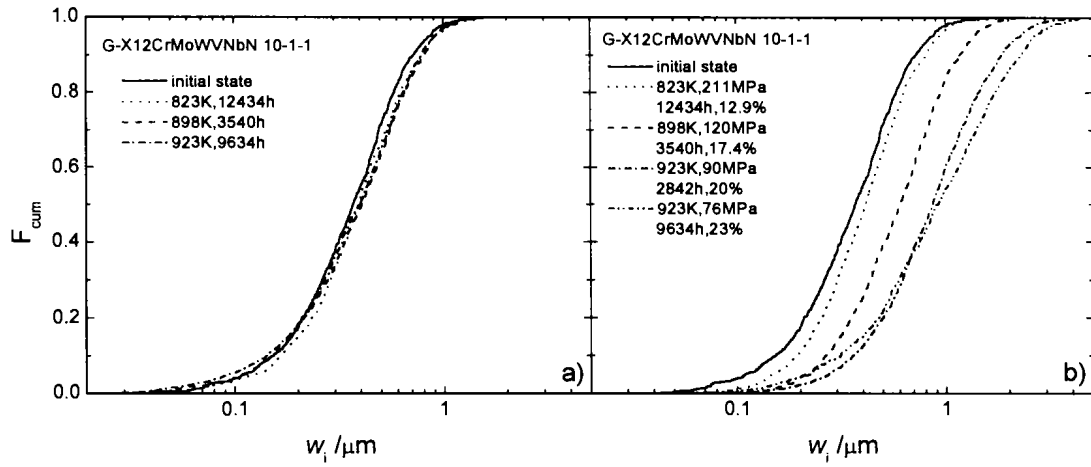


图 1 亚晶尺寸分布曲线, a) 退火态; b) 蠕变态。

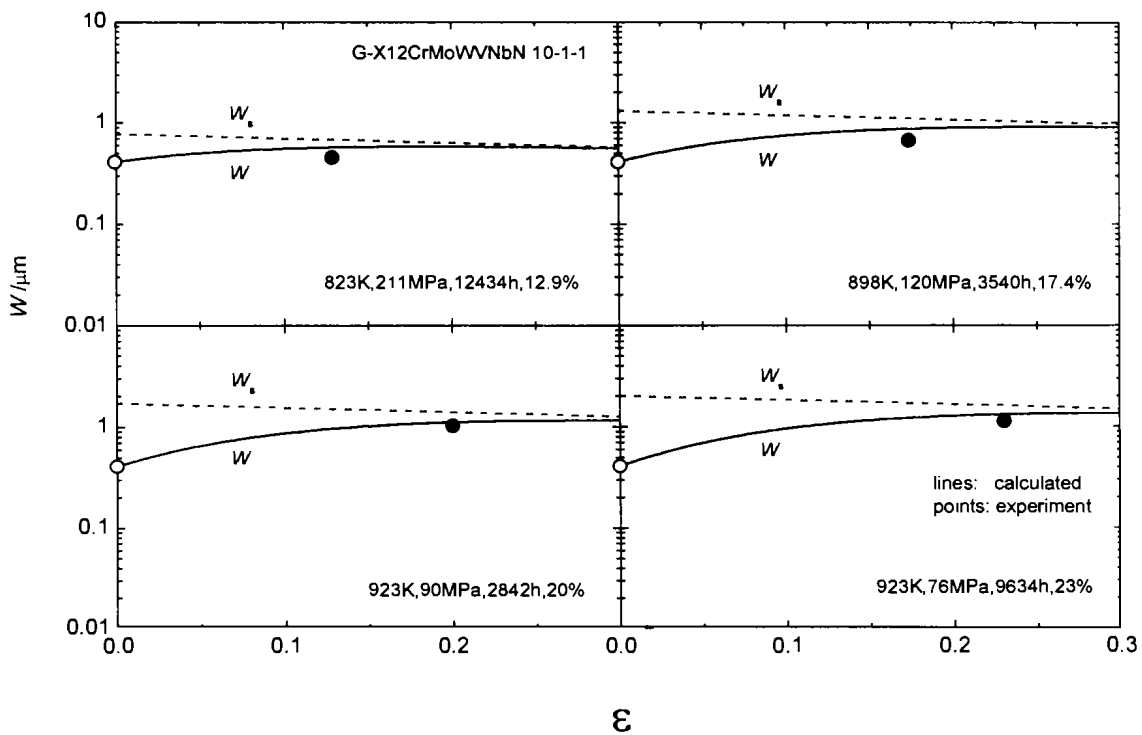


图 2 亚晶尺寸随蠕变应变的变化。