

一种 2%Ru 镍基单晶合金的高温蠕变行为及断裂特征

梁爽, 孙雪娇, 刘智鑫, 纪良博

(营口理工学院, 辽宁营口 115000)

摘要: 通过蠕变性能测试和组织形貌观察, 研究了一种新型2%Ru镍基单晶高温合金的蠕变行为及断裂特征。结果表明, 合金在1 070~1 100 °C、127~147 MPa条件下具有较好的蠕变性能, 合金在稳态蠕变阶段的表现蠕变激活能 $Q=410.5$ kJ/mol, 应力指数 $n=4.74$ 。合金在蠕变稳态阶段的变形机制是位错在基体中滑移和攀移越过 γ' 相, 蠕变后期, 位错可剪切进入 γ' 相。在高温/低应力条件下, 合金中的 γ' 相可形成筏状组织, 裂纹由筏状 γ' 相与基体相界面处萌生, 随裂纹扩展、聚集、连通, 合金蠕变抗力急剧下降, 最终导致合金蠕变断裂。

关键词: Ru; 高温合金; 蠕变; 断裂; 位错

镍基单晶高温合金在实际工程中被广泛应用于涡轮叶片和导向叶片^[1-2], 所制备的零件其单晶生长方向为[001]取向, 在服役过程中主要受到离心力的作用, 其受力方向基本与[001]方向一致^[3]。蠕变是一种材料在应力影响下缓慢性永久性变形的趋势, 它发生时, 应力往往远远小于合金的屈服强度, 而且持续较长时间, 同时会随着温度的升高, 蠕变更剧烈^[4-5]。镍基合金叶片在服役过程中所受到的离心力大小远低于合金的屈服强度, 同时叶片服役过程伴随着较高温度, 这符合蠕变特征, 蠕变变形和蠕变断裂是材料失效的主要表现形式^[6-8]。所以, 提高合金的承温能力和蠕变寿命是研究镍基高温合金的终极目的^[9-10]。

第二代、第三代镍基高温合金分别添加了3%Re和6%Re^[11], 之后在其基础上又添加了不同含量的Ru, 继而研发出了第四代、第五代高温合金^[12]。Re元素虽然有较高的固溶强化效果, 但其在地球储量较小, 价格昂贵, 如何在不添加Re的情况下, 通过Ru效应提高合金的蠕变性能, 是广大科研工作者的研究方向之一^[13-14]。无Re/Ru合金和含Re/Ru合金的蠕变行为及断裂特征已有较多报道, 但含Ru无Re合金的相关报道较少, 据此本研究设计并制备了一种2%Ru合金, 通过蠕变性能测试及组织形貌观察, 研究其蠕变行为和断裂特征, 目的在于为单晶合金的开发与应用提供理论基础。

1 试样制备与方法

设计一种含2%Ru镍基单晶高温合金, 合金成分为6Al+7.5Ta+4.15Cr+3.9Co+6Mo+6W+2%Ru (质量分数), 其余为Ni。母合金通过真空感应炉熔炼并搅拌均匀后浇注至真空定向凝固炉, 凝固炉型号为: ZGD-2型真空高梯度单晶炉。制备选用0.08 mm/s的抽拉速率, 浇注温度1 500 °C。对铸态合金进行热差曲线测定, 确定合金的初熔温度为1 324 °C, 热差分析仪的型号为: TGA/SDTA851e。合金的热处理分为4个步骤, 分别为均质化处理、固溶处理、一次时效和二次时效。其中均质化处理目的是使各种元素分布均匀; 固溶处理是使粗大的 γ' 相及低熔点的 γ/γ' 共晶组织完全溶解, 减少共晶组织含量, 获得较好形态的 γ' 相; 一次时效和二次时效目的是获得尺寸适中与立方度较好的 γ' 相。具体热处理制度为: 1 280 °C × 2 h, AC+1 315 °C × 4 h, AC+1 070 °C × 4 h, AC+870 °C × 24 h, AC, (AC为空冷)。热处理在SX-2.5-12箱

作者简介:

梁爽(1983-), 女, 博士, 副教授, 主要研究方向为高温合金材料。E-mail: 356463612@qq.com

中图分类号: TG146.1

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2019)

09-0971-06

基金项目:

国家自然科学基金(51271125); 辽宁省自然科学基金指导计划(2019-ZD-0376); 营口理工学院优秀科技人才支持计划(RC201908)。

收稿日期:

2019-02-13 收到初稿,

2019-03-19 收到修订稿。

式电阻炉进行。

将单晶试棒沿[001]方向制备成标准工字型蠕变试件,对合金进行高温、低应力条件下的多组蠕变性能测试并绘制蠕变曲线,根据蠕变曲线计算合金在蠕变稳态阶段的激活能及应力指数,蠕变试验机型号为GTW504。在SEM和TEM下观察合金在不同状态下的微观组织形貌,研究其在高温、低应力条件下的变形机制和断裂特征。

2 试验结果与分析

2.1 合金的蠕变行为

合金在不同条件下的两组蠕变曲线如图1所示。图1a是合金在137 MPa应力条件,不同蠕变温度下的蠕变曲线。当蠕变温度为1 070 °C时,合金具有较高的蠕变寿命,合金在383 h后蠕变断裂,蠕变稳态阶段时间较长,应变速率较低,应变速率仅为0.008 7%/h。当蠕变温度提高至1 080 °C,合金的蠕变寿命大幅降低,蠕变寿命仅为220 h,仅提高10 °C,蠕变寿命降幅达43%,这说明合金在1 070 °C或更高的温度下,具有较强的温

度敏感性。当温度提高至1 100 °C,合金的蠕变寿命降低至125 h。

合金在1 100 °C,不同应力条件下的蠕变曲线如图1b所示。可以看到,合金在施加应力为120 MPa、137 MPa、147 MPa时,合金的蠕变寿命分别为218 h、155 h、51 h,随蠕变应力的提高,合金的蠕变寿命大幅降低,当应力由137 MPa提高至147 MPa,仅提高10 MPa,合金的蠕变寿命降低59%。合金在稳态蠕变阶段的应变速率也随施加应力的提高而急剧减小,其应变速率分别为0.020 3%/h、0.039 7%/h、0.056 3%/h。以上试验结果表明,合金在该条件下具有较强的应力敏感性,尤其是当施加应力提高至147 MPa,其应力敏感性最大。

根据图1求得合金在该条件下蠕变稳态阶段的应变速率^[15],并绘制出应变速率与蠕变温度、应力之间的关系,如图2所示。其中图2a为应变速率与温度之间的关系,图2b为应变速率与应力之间的关系。计算出在该温度及应力条件下,合金在稳态蠕变阶段的表现蠕变激活能 $Q=410.5$ kJ/mol,应力指数 $n=4.74$ 。通过应力指

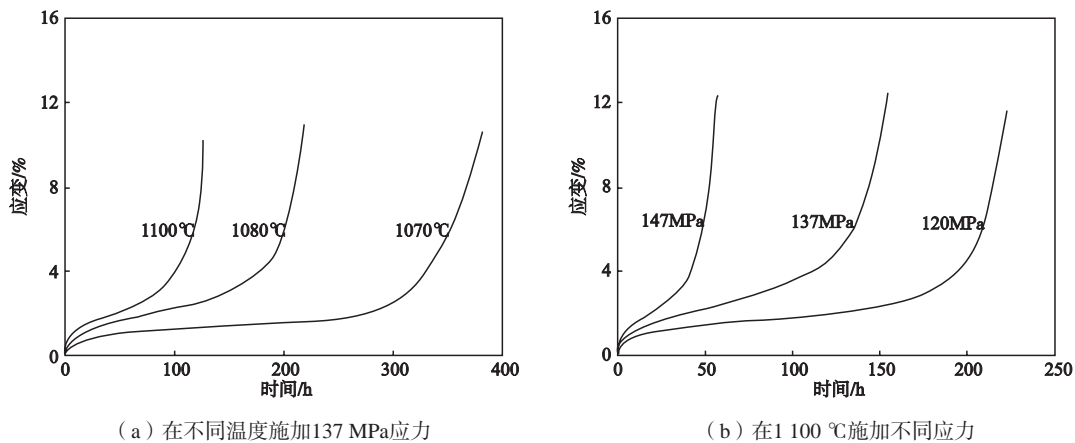


图1 合金的蠕变曲线
Fig. 1 Creep curves of alloy

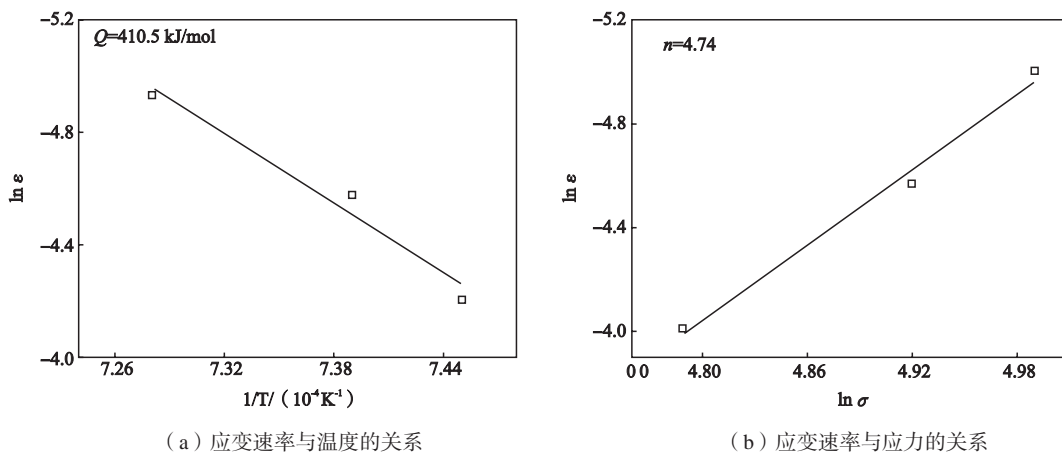


图2 应变速率与温度、施加应力的关系
Fig. 2 Relationships between strain rate and temperature as well as applied stress

数可以初步推断合金在高温/低应力条件下蠕变稳态阶段的变形机制是位错在基体中滑移和攀移越过 γ' 相。

2.2 合金的组织演化

合金在1 100 °C/137 MPa条件下蠕变断裂后，断裂试件不同区域的组织形貌如图3所示。图3a为观察区域示意图，图中双箭头所示为施加应力方向。

图3b为试件A区域的组织形貌，该区域远离断口，为低应力区域。可以看到，该区域的 γ' 相正在向N型筏状结构转变，较多相邻 γ' 相已经发生串联， γ' 相以共格方式镶嵌在基体中的组织结构遭到破坏。图3c是试件B区域的组织形貌。可以看到，该区域的 γ' 相已形成N型筏状结构， γ' 相保持了较好的连续性， γ/γ' 两相基本没有扭折。图3d是试件C区域的组织形貌。随观测区域逐渐接近断口，应力增大， γ/γ' 两相扭曲程度加重， γ' 相的尺寸增大。图3e是试件D区域的组织形貌，该区域已经接近断口， γ/γ' 两相出现了明显的扭折， γ' 相连续性遭到破坏， γ' 已经无法呈现连续的直线。图3f是试件E区域的组织形貌。该区域是断口区域，由于颈缩，该区域所受应力最大。断口区域的 γ' 相扭折最严重，筏状 γ' 遭到了严重的破坏， γ' 相已经不再呈现直线，而是被扭折的基体分割成了不同区域，扭折呈现30°。

经1 100 °C/137 MPa蠕变断裂后，合金中滑移迹线的组织形貌见图4，图中白色双箭头方向为施加应力方向。试样近断口区域出现单取向滑移迹线的形貌，如图4a所示，滑移迹线的方向与应力轴方向呈45°角。白色平行线之间的区域为滑移带，平行线宽度即为滑移带宽度。可以看出，滑移带区域的组织已发生明显扭曲，这归因于滑移带两侧组织分别受到相反方向的剪切应力作用。分析认为，蠕变期间，试件所受最大剪

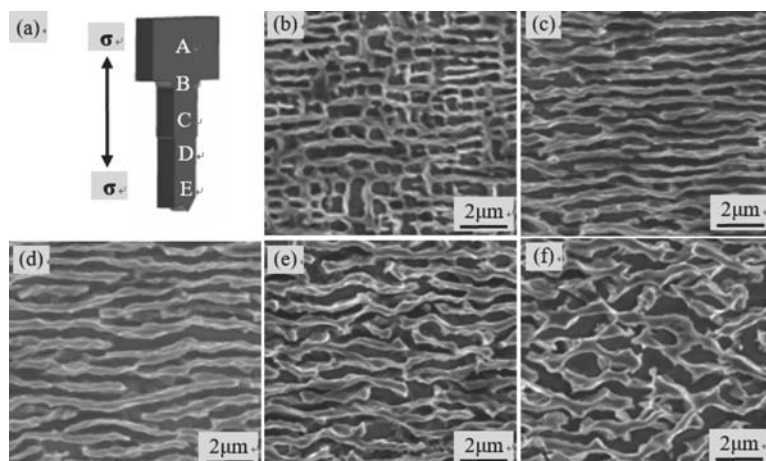
切应力方向为施加载荷的45°角方向，该最大剪应力方向与滑移迹线方向相同。

在试样另一区域，出现双取向滑移迹线的表面形貌，如图4b所示，其中，数字1、2为主滑移系，数字3为次滑移系，三个滑移系均与应力轴方向呈45°角，数字1、2滑移系与数字3滑移系之间的交角为90°。蠕变期间，主滑移系首先开动，然后，次滑移系开动，当开动的次滑移切割穿过主滑移系时，两滑移系发生切割，其交割区域如图中A、B区域所示。可以看到，两区域的组织已发生扭曲变形，次滑移切割主滑移系后，使主滑移系的滑移迹线发生错位。随蠕变进行，在滑移系交互作用区域的 γ/γ' 两相界面，出现裂纹的萌生、扩展。当不同横断面多个裂纹扩展，使其经撕裂棱相互连接时，合金可发生蠕变断裂。

2.3 合金的裂纹扩展

合金近断口区域的裂纹扩展组织形貌如图5所示。观察发现，合金中裂纹的萌生是由 γ/γ' 两相界面处开始，如图5a所示。随蠕变进行，裂纹继续生长，裂纹两侧存在尖端，应力集中，裂纹由尖端延伸，沿应力轴方向扩展，如图5b所示。随蠕变进行，裂纹继续扩展，并最终形成类“枣核”型，如图5c所示。此裂纹长度约为20 μm ，宽度约为3 μm 。

合金经1 100 °C、137 MPa条件下蠕变断裂后，部分区域孔洞形貌如图6所示，图中双箭头方向为施加应力方向。图6a为合金蠕变断裂后远断口区域的孔洞组织形貌图。可以看到，孔洞呈球形，尺寸约为6 μm 。该区域的 γ' 相已经形成了N型筏状结构，孔洞使得连续的 γ' 相中断，同时在孔洞的周围 γ' 相发生了扭折。图6b为合金在蠕变断裂后近断口区域的孔洞组织形貌。可以看到，孔洞的形状发生了改变，在孔洞的



(a) 试样选区示意图；(b) - (f) 图a中A-E区域形貌

图3 在1 100 °C/ 137 MPa蠕变125 h断裂后，合金不同区域的组织形貌

Fig. 3 Microstructures in different zones of alloy after crept up to fracture at 1 100 °C/ 137 MPa

两侧出现了尖端,这说明孔洞的裂纹将沿着尖端延伸(与应力方向垂直),裂纹沿水平应力轴方向扩展。孔洞的尺寸同样发生了改变,整体上变大,沿应力轴方向尺寸约为 $10\ \mu\text{m}$,沿与应力轴垂直方向尺寸约为 $14\ \mu\text{m}$ 。可以看到,近端口区域的 γ' 相增粗并发生了扭曲,尤其孔洞附近 γ' 相的扭曲程度更为严重。分析认为,孔洞是合金在铸造时的缺陷,孔洞附近的组织形貌连续性被破坏, γ' 相扭曲程度更为严重,这说明孔洞是合金蠕变过程中的薄弱环节,它的存在同样可以成为有效的裂纹源。

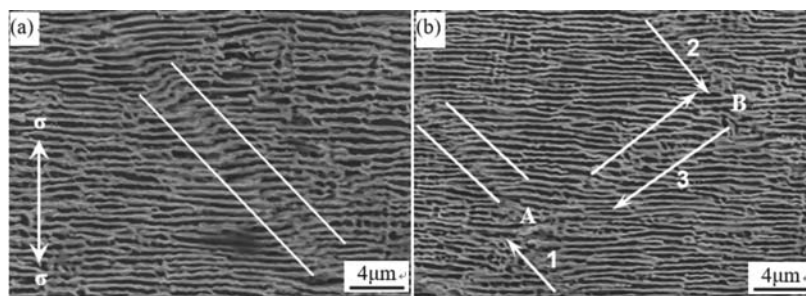
分析认为,合金在高温、低应力条件下,原本以共格方式镶嵌在 γ 基体中的 γ' 相可转变为筏状结构。蠕变后期,不同滑移系可交替开动,相互剪切,筏状 γ' 相出现严重扭曲,其连续性遭到严重破坏,尤其在近断口区域最为严重。合金中裂纹由 γ/γ' 两相界面处萌生,并沿应力轴方向扩展,随蠕变进行,大量裂纹扩展并连通,最终导致合金蠕变抗力急剧降低,直至蠕变断裂。同时,合金中的铸造孔洞是合金在高温蠕变阶段的薄弱环节,可以成为有效裂纹源。以上是合金在高温、低应力条件下的蠕变断裂特征。

2.4 合金的变形机制

合金在 $1\ 100\ ^\circ\text{C}/137\ \text{MPa}$ 条件下蠕变30 h和90 h时

的微观组织形貌如图7所示。图7a为合金蠕变30 h时的微观组织形貌,此时合金已进入蠕变稳态阶段。可以看到 γ' 相已经转变为N型筏状结构,其连续性较好, γ' 相厚度约为 $0.3\sim 0.4\ \mu\text{m}$,基体通道尺寸约为 $0.2\sim 0.3\ \mu\text{m}$ 。位错在基体中滑移, γ/γ' 两相界面处存在位错网,如图中白色箭头所示,该区域的放大图像见图片左下角。田素贵等人^[16-17]对不同成分的镍基单晶高温合金在高温蠕变行为的研究中同样发现了位错网。分析认为,位错不仅可以在基体中进行滑移,同时位错之间可发生交互作用,形成位错网络形貌。位错网可有效阻止位错剪切进入 γ' 相,进而提高合金的蠕变抗力。 γ' 相内未发现有位错切入。以上观察说明,合金在蠕变稳态阶段的变形机制为位错在基体中滑移和攀移越过 γ' 相。

图7b为合金蠕变90 h时的微观组织形貌,此时蠕变仍然处在稳态阶段,但是已进入稳态阶段后期,即将进入蠕变加速阶段。可以看到, γ' 相仍然呈现N型筏状结构,其仍然保持了较好的连续性, γ' 相的尺寸为 $0.4\sim 0.6\ \mu\text{m}$,相较蠕变30 h时的 γ' 相尺寸有所增大, γ 相的尺寸约为 $0.2\sim 0.3\ \mu\text{m}$,与蠕变30 h时的 γ' 相尺寸无明显差别。大量位错在基体中滑移, γ/γ' 两相界面处存在位错网,同时有少量位错剪切进入 γ' 相

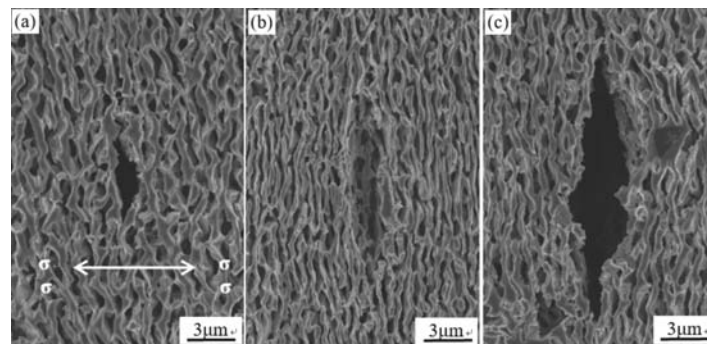


(a) 单取向滑移迹线

(b) 双取向滑移迹线

图4 在 $1\ 100\ ^\circ\text{C}/137\ \text{MPa}$ 蠕变断裂后,合金中滑移迹线的组织形貌

Fig. 4 Deformation feature in alloy specimen crept up to fracture at $1\ 100\ ^\circ\text{C}/137\ \text{MPa}$



(a) 裂纹的萌生

(b) 裂纹的发展

(c) 裂纹的扩展

图5 合金在 $1\ 100\ ^\circ\text{C}/137\ \text{MPa}$ 蠕变断裂后裂纹沿 γ'/γ 相萌生与扩展的组织形貌

Fig. 5 Initiation and propagation of crack along interface of γ'/γ phase in zone near to fracture of alloy crept at $1\ 100\ ^\circ\text{C}/137\ \text{MPa}$

中，如图中白色箭头所示。

合金在1 080 °C/137 MPa蠕变断裂后将透射试样样品置于TEM下，不同区域的微观组织形貌如图8所示。其中图8a是蠕变断裂后远离断口区域的微观组织形貌，图8b是蠕变断裂后近断口区域的微观组织形貌，图中双箭头所示为应力轴方向。相较于蠕变稳态阶段，合金远断口区域的组织形貌没有明显变化， γ' 相的扭曲程度稍严重。而近断口区域的 γ' 相扭曲程度明显加重如图8b中线框区域所示，同时可见大量位错剪切进入 γ' 相。分析认为，合金在蠕变后期，颈缩愈发明显，近断口区域的受力面积减小，应力迅速增大。结合图3可发现，近断口区域 γ' 相扭曲程度较大，结合图5可发现裂纹的萌生是由 γ/γ' 两相界面处产生。综上，大量位错剪切进入 γ' 相破坏了筏状 γ' 相的连

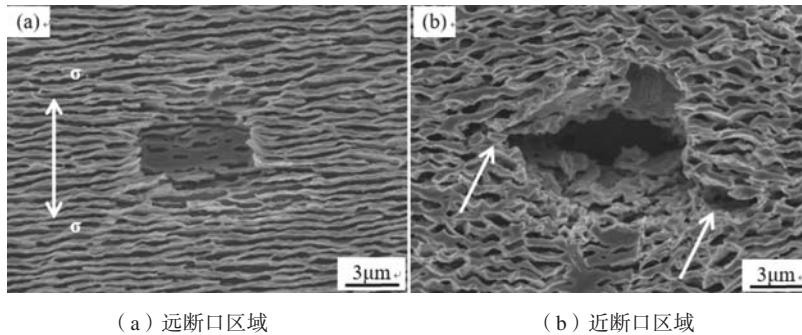
续性，这是蠕变后期近断口区域 γ' 相扭曲严重的主要原因。 γ' 相的严重曲折可导致 γ/γ' 两相界面微孔的形成，微孔聚集形成裂纹源，如图5a所示，这是蠕变后期合金抗力急剧降低、合金应变速率急剧增大的主要原因。

3 结论

(1) 合金在高温/低应力条件下具有较好的蠕变性能，其在1 070 °C/137 MPa条件下，蠕变寿命达到383 h，当蠕变温度提高到1 100 °C，合金的蠕变寿命仍然有125 h。

(2) 在高温、低应力条件下，合金在稳态蠕变阶段的表现蠕变激活能 $Q=410.5$ kJ/mol，应力指数 $n=4.74$ 。

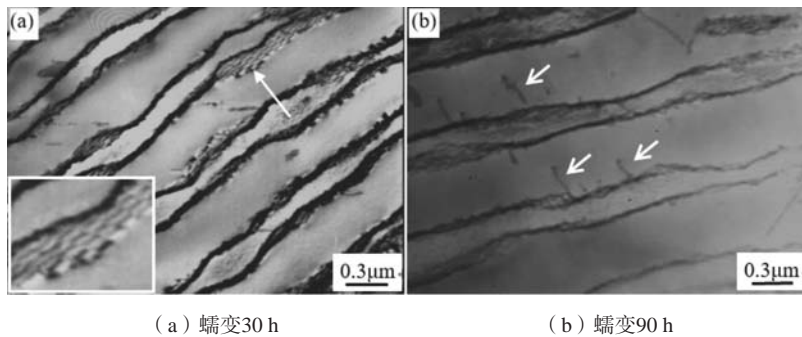
(3) 在高温、低应力条件下，合金中 γ 相可转变



(a) 远断口区域 (b) 近断口区域

图6 合金在1 100 °C/137 MPa蠕变断裂后的孔洞形貌

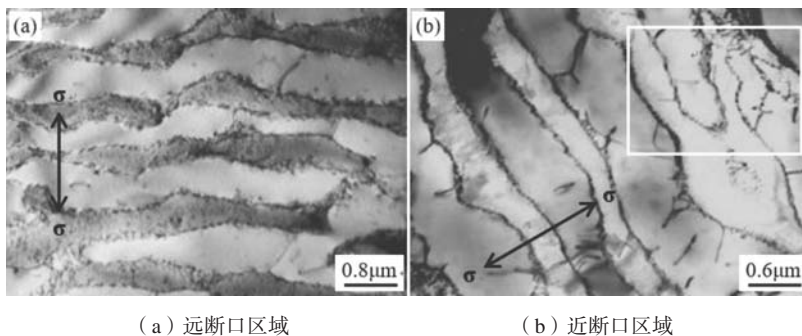
Fig. 6 Cavities defect taken in zones near to and far from fracture of alloy specimen crept at 1 100 °C/137 MPa



(a) 蠕变30 h (b) 蠕变90 h

图7 合金在1 100 °C/137 MPa条件下蠕变不同时间的微观组织形貌

Fig. 7 Dislocation configuration in alloy specimens crept at 1 100 °C/137 MPa for 30 and 90 h, respectively



(a) 远断口区域 (b) 近断口区域

图8 合金在1 080 °C/137 MPa蠕变断裂后不同区域的TEM图像

Fig. 8 TEM images taken in zones near to and far from fracture of alloy specimen crept at 1 080 °C/137 MPa

为筏状结构。在随观测点逐渐接近端口区域, 筏状 γ 相结构扭曲愈加严重。

(4) 在高温、低应力条件下, 合金中裂纹由 γ/γ' 两相界面处萌生, 并沿应力轴方向扩展, 随蠕变进行, 大量裂纹扩展并连通, 最终导致合金蠕变抗力急剧降低, 直至蠕变断裂。铸造孔洞也可成为有效裂纹源。

(5) 合金在高温、低应力条件下, 蠕变稳态阶段的变形机制为位错在基体中滑移和位错剪切进入 γ' 相。蠕变进入急速阶段, 位错大量塞积至相界面处, 应力集中导致位错可切入 γ' 相。

参考文献:

- [1] 张卫国, 刘林, 赵新宝, 等. 定向凝固高温合金的研究进展 [J]. 铸造, 2009, 58 (1): 1-6.
- [2] 唐中杰, 郭铁明, 付迎, 等. 镍基高温合金的研究现状与发展前景 [J]. 航空材料, 2014 (1): 36-40.
- [3] 王建明, 杨舒宇. 镍基铸造高温合金 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2014: 15-17.
- [4] 李丹, 宋珏蓉, 曾明, 等. 镍基单晶高温合金蠕变行为研究进展 [J]. 热加工工艺, 2018 (2): 56-59.
- [5] SZELIGA D, KUBIAK K, MOTYKA M, et al. Directional solidification of Ni-based superalloy castings: Thermal analysis [J]. Vacuum, 2016, 131: 327-342.
- [6] 孙永辉, 高强, 唐晓华, 等. DD5单晶高温合金在长期时效和持久性能试验中的 γ 相演化 [J]. 铸造, 2018, 67 (9): 20-23.
- [7] 史振学, 李嘉荣, 刘世忠, 等. 一种单晶高温合金的高温蠕变性能 [J]. 铸造, 2014, 63 (6): 541-546.
- [8] WANG X, LI J, LIU S, et al. Microstructural evolution of an experimental third generation single crystal superalloy after long-term thermal exposure at 1 100 °C [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2017, 46 (3): 646-650.
- [9] GAO S, YANG C, XU J H, et al. Study on surface roughness of nickel-based superalloy during honing [J]. China Mechanical Engineering, 2017 (2): 223-227.
- [10] YU Z H, LIU L, ZHANG J. Effect of carbon addition on carbide morphology of single crystal Ni-based superalloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24 (2): 339-345.
- [11] 王明罡. 元素Re对单晶镍基合金TCP相形态及蠕变行为的影响 [D]. 沈阳: 沈阳工业大学, 2010.
- [12] LIU E Z, GUAN X R. Effect of Ru on corrosion resistance of high Cr content superalloy [J]. Materials and Corrosion, 2016, 67 (12): 1269-1273.
- [13] 潘晓光, 彭志江, 李宝峰, 等. DZ125合金枝晶与拉晶速率的关系及对蠕变性能的影响 [J]. 铸造, 2016 (12): 1224-1227.
- [14] 刘心刚. Mo和Ru在镍基单晶高温合金中的作用 [D]. 沈阳: 中国科学院金属研究所, 2013.
- [15] HAN F F, CHANG J X, LI H, et al. Influence of Ta content on hot corrosion behaviour of a directionally solidified nickel base superalloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 619: 102-108.
- [16] 田素贵, 朱新杰, 田宁, 等. Ru对镍基单晶合金组织结构与蠕变行为的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2018 (2): 275-284.
- [17] 田宁, 田素贵, 于慧臣, 等. DZ125镍基合金的显微组织与蠕变行为 [J]. 中国有色金属学报, 2014 (5): 1232-1240.

High Temperature Creep Behavior and Fracture Characteristics of a 2%Ru Nickel Based Single Crystal Superalloy

LIANG Shuang, SUN Xue-jiao, LIU Zhi-xin, JI Liang-bo
(Yingkou Institute of Technology, Yingkou 115000, Liaoning, China)

Abstract:

The creep behavior and fracture characteristics of a new 2%Ru nickel base single crystal superalloy were studied through measurement of creep properties and microstructure observation. The results show that the alloy has good creep properties at 1 070-1 100 °C and 127-147 MPa. The apparent activation energy of creep is $Q=410.5$ kJ/mol and the stress index is $n=4.74$ at the steady creep stage. The deformation mechanism of alloy in the steady state of creep is the dislocation slip in the matrix and climb over the γ' phase in the matrix, and the dislocation can be cut into the γ' phase in the late stage of creep. Under high temperature and low stress, the γ' phase of the alloy can form raft structure, and the crack initiation starts at the interface between the raft γ' phase and the matrix phase. With the crack propagation, aggregation and connectivity, the creep resistance of the alloy decreases sharply, which eventually leads to creep rupture of the alloy.

Key words:

Ru; superalloy; creep; fracture; dislocation