

小角度晶界对单晶高温合金 N5 持久性能的影响

曲怀璞¹, 徐巧至², 王 栋³, 申 健³, 卢玉章³, 姜铸航⁴, 乐献刚⁴, 陈明辉¹

(1. 东北大学材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110819; 2. 沈阳工业大学材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110870;

3. 中国科学院金属研究所, 辽宁沈阳 110016; 4. 中国航发沈阳黎明航空发动机有限责任公司, 辽宁沈阳 110862)

摘要: 以二代N5单晶高温合金为研究对象, 利用高速凝固法(HRS)技术通过籽晶法制备了分别含有5.4°、9.8°、15.8°、18.4°小角度晶界的N5合金双晶板。对含不同小角度晶界的N5合金双晶板所制备的标准样品在870℃下进行高温拉伸性能测试, 在750℃/820 MPa和1 093℃/158 MPa条件下进行横向持久性能测试, 再借助扫描电镜对各断面形貌进行分析。结果表明: 随着小角度晶界取向差的增大, N5合金的拉伸性能逐渐变差, 塑性也逐渐减小, 合金的屈服现象逐渐消失, 合金的应变硬化现象逐渐减弱。除此之外, 随着小角度晶界取向差的增大, N5合金的持久性能降低, 伸长率减小。

关键词: 单晶高温合金; N5; 小角度晶界; 持久性能

镍基单晶高温合金具有优异的高温力学性能, 被广泛应用于各种航空发动机以及燃气轮机涡轮叶片中^[1-4]。随着我国航空事业的不断发展, 各种形状复杂的单晶叶片也应运而生, 但在制备复杂形状的单晶叶片过程中, 小角度晶界这类缺陷也会出现在单晶铸件之中^[5]。小角度晶界的出现会对单晶高温合金的力学性能有所影响^[6-8]。因此, 研究小角度晶界对单晶高温合金力学性能的影响有着重要的意义。

晶界是相邻晶粒之间的界面, 根据相邻晶粒之间位相差的大小, 把取向差小于10°的晶界称为小角度晶界^[9]。但是, 在单晶高温合金中, 由于消除了传统意义上的晶界, 一般以相邻枝晶的取向偏离来定义晶界, 如果枝晶间偏离夹角在2°~15°之间, 则被认为是小角度晶界^[10]。秦健朝^[11]等在研究DD5单晶高温合金中发现, 在760℃拉伸中, 晶界角度小于14.8°时, 材料的拉伸性能较好, 晶界角度大于14.8°后, 抗拉强度、伸长率以及断面收缩率随着晶界角度的增加开始下降, 屈服强度则没有显著变化, 始终维持在870 MPa以上; 在980℃拉伸中, 晶界角度小于19.4°时, 抗拉强度与屈服强度无明显变化, 伸长率以及断面收缩率则随晶界角度的增大而快速下降; 在870℃/551 MPa持久条件下, 当晶界角度小于7.8°时, 试样持久寿命始终大于110 h, 当晶界角度大于7.8°后, 试样持久寿命随晶界角度的增大而快速下降。赵金乾^[12]等和史振学^[13]等都对DD6合金进行了研究, 赵金乾等发现在800、850、900和950℃的温度条件下, 当晶界角度小于约9°时, 小角度晶界对DD6合金抗拉强度的影响较小, 不同晶界角度的小角度晶界的抗拉强度大致相当。史振学等发现合金叶片小角度晶界标准热处理后, 晶界上有一薄层 γ 相, 晶界两侧的 γ '相立方化较好, 但由于小角度晶界的存在, γ '立方体不完整。1 070℃长期时效500 h小角度晶界组织中, 晶界上析出粒状碳化物, 无TCP相析出, DD6合金叶片小角度晶界组织有很好的稳定性。

综上, 小角度晶界的产生会破坏单晶的完整性, 在高温服役条件下会成为铸件的薄弱环节。因此, 单晶高温合金中小角度晶界缺陷的研究逐渐受到了国内外研究者的关注。本工作对不同条件下内含不同角度的小角度晶界对N5单晶高温合金的持久性能进行探究, 通过持久寿命判断不同条件、不同角度下合金持久性能的优劣,

作者简介:

曲怀璞(1999-), 男, 硕士生, 研究方向为高温合金组织与性能。电话: 15542625280, E-mail: 1262008685@qq.com

中图分类号: TG146.1

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2023)

02-0115-05

收稿日期:

2022-09-22 收到初稿,

2022-11-14 收到修订稿。

通过对断口形貌的分析确定不同条件下的断裂方式。

1 试验材料与方法

采用二代单晶高温合金N5合金为试验材料,表1为N5合金的主要成分。

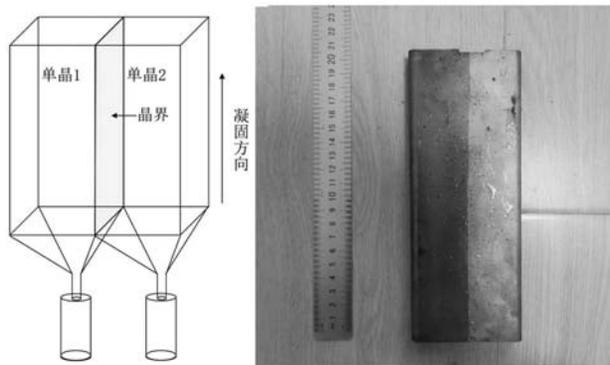
表1 N5高温合金元素含量
Table 1 Element contents of the N5 superalloy $w_B/\%$

C	Al	Re	Mo	Hf	Co	Ta	W	Cr	B	Y	Ni
0.043	6.27	3.23	2.00	0.22	7.84	6.87	5.41	7.29	0.041	0.007	8 余量

通过计算机模拟,确定了HRS法制备单晶合金的定向凝固工艺参数:上区加热温度为1 500 °C,下区加热温度为1 520 °C,精炼温度为1 550 °C,精炼时间为10 min,定向凝固抽拉速度为3 mm/min。利用HRS技术通过籽晶法制备了含小角晶界的N5合金双晶板,并利用化学分析仪测定了双晶合金的化学成分。

本研究采用籽晶法制备N5合金双晶板,选取的单晶籽晶尺寸为 $\Phi 14$ mm \times 40 mm,依据本研究欲最终获得的小角晶界角度分别约为5°、10°、15°与20°。在定向凝固过程中,采用双籽晶对长的方式以获得最终相对应的小角晶界角度。

按照相邻亚晶粒的旋转轴不同,将制备好的籽晶安装进双晶板型壳中。在确定好二次枝晶方向后,先将二次枝晶其中任意一个枝晶平行于双晶板的宽度方向,再旋转另一籽晶至两籽晶二次枝晶夹角目标角度,以分别获得含相应小角晶界的双晶板。上述籽晶制备含小角晶界双晶板方法的示意图见图1a所示,使用这种方法所获得的双晶板实物可见图1b。



(a) 双晶板示意图 (b) 双晶板实物图

图1 籽晶法制备的含小角晶界N5双晶板

Fig. 1 N5 twin crystal plate with low angle grain boundary prepared by the seed crystal method

所有双晶板均采用相同热处理制度(室温至1 280 °C/2 h+1 300 °C/2 h, AC; +1 120 °C/4 h, AC+1 080 °C/4 h, AC+900 °C/4 h, AC)。对时效态含有小

角晶界的N5双晶板进行拉伸和持久测试,以考察不同晶界类型与不同小角晶界对N5合金拉伸和持久性能的影响。

N5双晶板组织和性能试样均沿垂直双晶试板的抽拉方向切取,尽量使小角度晶界保持在试样中间或性能试样的标距间,以矩形持久试样和矩形拉伸试样为例,其取样示意图及工装图如图2所示。

在870 °C下进行高温拉伸性能测试,每个条件选取三个矩形试样作为平行试样和一个螺纹棒状试样;在750 °C/820 MPa和1 093 °C/158 MPa条件下进行横向持久性能测试,同样选取三个矩形试样作为平行试样和一个螺纹棒状试样。

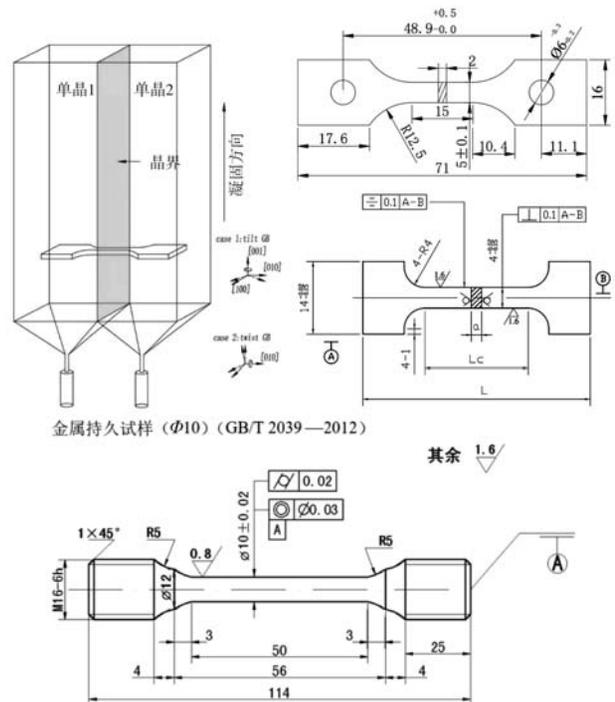


图2 含小角晶界双晶性能试样取样示意图

Fig. 2 Sampling diagram of the bicrystal property samples with the low angle grain boundary

2 试验结果

2.1 含不同位向差小角晶界的N5合金的拉伸性能对比

表2为870 °C下含5.4°、9.8°、15.8°和18.4°四种不同小角晶界的N5合金拉伸性能对比。可见,晶界对N5合金的抗拉强度和塑性变形有着显著的影响,随着晶界角度的增大,合金抗拉强度逐渐减小;对比之下,合金屈服强度的变化规律不明显,屈服强度的数值相差较小。晶界角度在10°以内时,N5合金的伸长率变化不大,超过10°后,伸长率随小角度晶界角度的增大而逐渐减小。由此可见,随着小角晶界取向差的增大,

表2 870 °C下含不同位向差的小角晶界的N5合金的拉伸性能对比

Table 2 Comparison of tensile properties of the N5 alloys with different low angle grain boundaries at 870 °C

晶界角度/ $^{\circ}$	$\sigma_{P0.2}$ /MPa	σ_b /MPa	δ /%
5.4	757	985	9.5
9.8	730	967	10
15.8	763	927	2.7
18.4	733	892	5.4

N5合金的拉伸性能逐渐变差，塑性也逐渐减小，因此，小角晶界对N5合金的拉伸性能具有一定的危害。

图3为位向差5.4°、9.8°和15.8°的N5合金螺纹试样的拉伸应力-应变曲线。由图可知，随着小角晶界位向差变大，合金的屈服现象逐渐消失，合金的应变硬化现象逐渐减弱。

图4为870 °C下含不同位相差的小角晶界的N5合金

的断口形貌，图4a为小角晶界位向差是5°的合金断口形貌。该试样为解理断裂，试样的宏观断口与应力轴的夹角约45°左右，且断口表面滑移开裂特征明显，这是由于断裂时产生一定的塑性变形，使微裂纹不断扩展和相互连接所造成的；图4b为晶界角度10°的断口形貌，断裂面与应力轴之间的夹角约45°，与晶界角度5°时相似，但断口在一定区域内出现一次枝晶形貌；图4c为晶界角度15.8°的断口形貌，断口表面依旧平整，但滑移方向与应力轴垂直，断口在宏观形貌上出现了枝晶形貌，且枝晶周围有一定的显微疏松。此时，该试样不再是沿着解理面断裂，而是由于裂纹沿晶界扩展而造成的沿晶断裂，由于晶界上有一薄层不连续的粒状碳化物，这些碳化物破坏了晶界的连续性，从而使试样在该处断裂。图4d为晶界角度18.4°的断口形貌与15.8°相似，但断口宏观起伏较大。

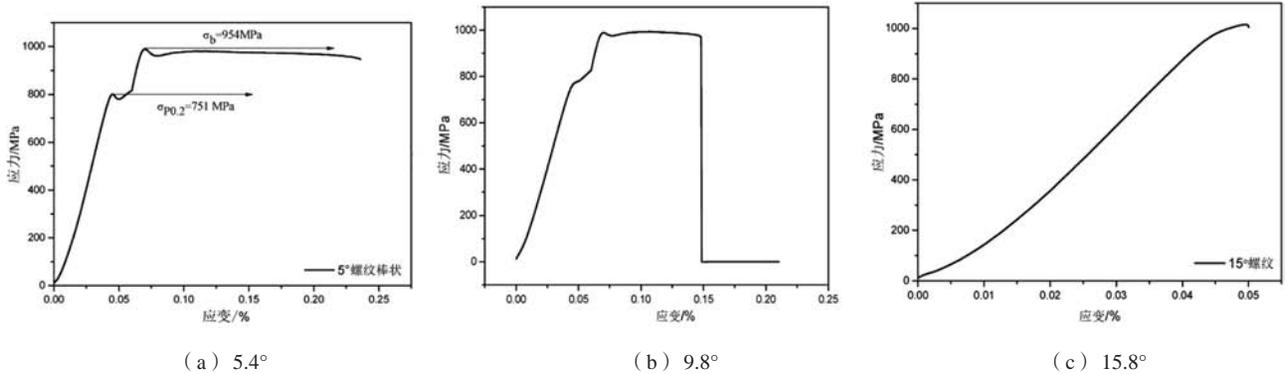


图3 870 °C下不同位相差的N5合金螺纹试样的拉伸曲线

Fig. 3 Tensile curves of the N5 alloys thread specimen with different phase differences at 870 °C

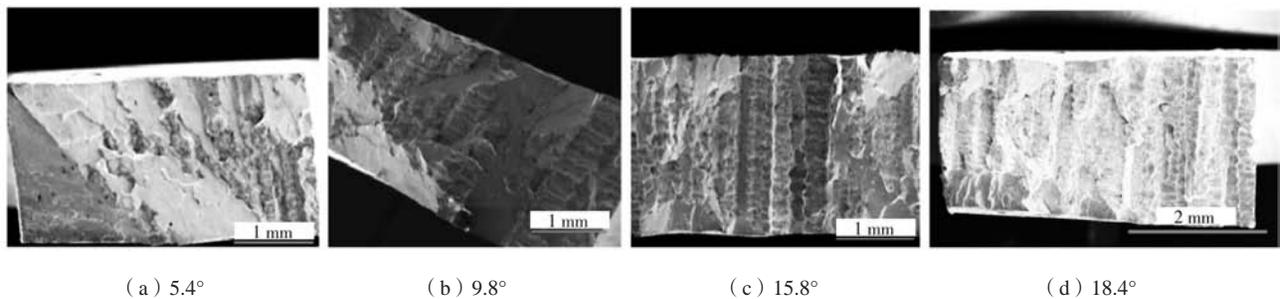


图4 870 °C不同小角晶界的N5合金小角度晶界的拉伸断口形貌

Fig. 4 Tensile fracture morphologies of the N5 alloys with different low angle grain boundaries at 870 °C

2.2 含不同位向差的小角晶界的 N5 合金的持久性能对比

(1) 750 °C/820 MPa。表3为750 °C/820 MPa条件下含5.4°、9.8°和15.8°小角晶界的N5合金的持久性能。可知，随着小角晶界位向差的增加，合金的持久性能降低，伸长率减小。

(2) 1 093 °C/158 MPa。表4是1 093 °C/158 MPa条件下含5.4°、9.8°、15.8°和18.4°小角晶界的N5合金的持久性能，可知，随着小角晶界位向差的增加，合金的持久性能降低，伸长率减小。图5为1 093 °C/158 MPa持久条件下的典型断口形貌。

表3 750 °C/820 MPa条件下不同小角晶界下的N5合金试样的持久性能

Table 3 Endurance properties of the N5 alloy specimens with different low angle grain boundaries at 750 °C/820 MPa

晶界角度/°	矩形板状试样		螺纹棒状试样	
	持续时间/h	δ /%	持续时间/h	δ /%
5.4	33	4.2	26	3.0
9.8	29	2.4	9.7	3.2
15.8	0.2	0.4	1.2	0.5

表4 1 093 °C/158 MPa条件下含不同位相差小角晶界的N5合金的持久性能

Table 4 Endurance properties of the N5 alloys with different low angle grain boundaries at 1 093 °C/158 MPa

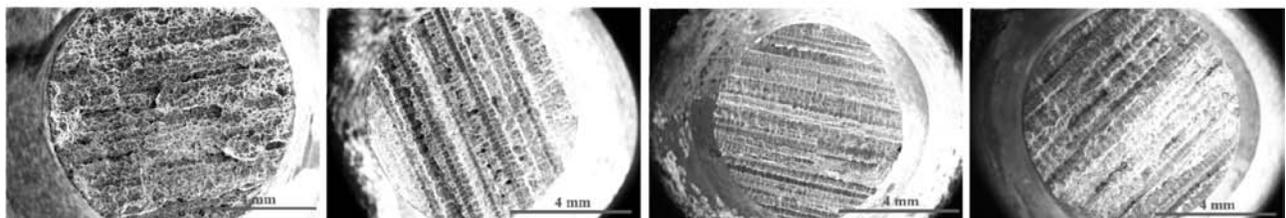
晶界角度/°	持续时间/h	δ /%
5.4	24	6.5
9.8	10	0.6
15.8	2.3	0.7
18.4	2.3	0.1

3 分析与讨论

持久性能结果表明, 随着小角度晶界角度的增加, 合金持久寿命出现了大幅降低, 由此可以看出, 小角度晶界角度对合金持久寿命有着重要的影响。晶界两端原子排列的连续性和角度差是晶界的重要特

征。晶界角度不同, 应力集中程度也不同。晶界角度差越大, 晶界区局部应力增加得越剧烈^[14]。众所周知, 小角度晶界可以被看作是由位错线这种晶体缺陷构成的, 这些位错之间的间距可由伯氏矢量与晶界角度定量的表征出来, 且位错间距与晶界角度具有反比关系, 即小角度晶界角度越大, 位错间距越小, 也就是说, 当小角度晶界角度越大时, 构成小角晶界的位错越密集。在持久变形过程中, 当可动位错与小角晶界相遇时, 构成小角晶界的固有本质位错密度(即小角晶界角度)越大, 可动位错所受阻碍越大, 更多的可动位错将在晶界位置塞积, 造成晶界处微观组织损伤越发严重, 样品寿命降低^[11, 15]。

除此之外, 通过对断口的分析也能得到同样的结论, 如图5所示, 随着晶界取向差的增加, 断口形貌逐渐变得起伏不平, 且一次枝晶的形貌也逐渐清晰。当取向差5°时, 微观上分布有大量韧窝, 韧窝通过撕裂棱相互连接, 属于典型的韧性断裂; 随着取向差的增大, 微观下枝晶断裂形貌逐渐充满断口, 韧窝的数量也逐渐减少。试样的断裂位置在中间, 通过图5可以看出, 超过10°以后, 断口表面布满枝晶, 且断口中间的突起, 表明试样最后断裂的位置在断口中间, 因此可推断出试样在断口中间沿枝晶断裂, 随着裂纹的扩展, 受力面积逐渐减小, 真实应力增大。因此, 随着小角度晶界角度的增加, 样品的持久性能降低。



(a) 5.4°

(b) 9.8°

(c) 15.8°

(d) 18.4°

图5 1 093 °C/158 MPa条件下螺纹试样含不同取向差小角晶界的N5合金的断口形貌

Fig. 5 Fracture morphologies of the N5 alloys with different low angle grain boundaries in the threaded samples at 1 093 °C/158 MPa

4 结论

(1) 在870 °C下, 随着小角晶界取向差的增大, N5合金的拉伸性能逐渐变差, 塑性也逐渐减小。

(2) 晶界角度为5°和10°产生的是解理断裂, 但10°断口在一定区域内出现一次枝晶形貌, 晶界角度15.8°和18.4°的断口表面平整, 宏观形貌上出现了枝晶

形貌, 且枝晶周围有一定的显微疏松, 试样不再沿着解理面断裂, 而是由于裂纹沿晶界扩展而造成的沿晶断裂。

(3) 在750 °C/820 MPa和1 093 °C/158 MPa条件下, 随着小角晶界位向差的增加, 合金的持久性能均降低, 伸长率减小。

参考文献:

- [1] 黄乾尧, 李汉康. 高温合金 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000.
- [2] LI Y S, XUAN W D, YANG J, et al. Evolution mechanism of recrystallization in a nickel-based single crystal superalloy under various cooling rates during heat treatment [J]. China Foundry, 2022, 19 (1): 27-34.
- [3] 张健, 楼琅洪. 铸造高温合金研发中的应用基础研究 [J]. 金属学报, 2018, 54 (11): 1637-1652.
- [4] 梁琳, 李媛智. 单晶高温合金行业现状及其数值模拟应用综述 [J]. 计算机辅助工程, 2015, 24 (6): 42-46.
- [5] 谢光, 张少华, 郑伟, 等. 大尺寸单晶叶片中小角度晶界的形成与演化 [J]. 金属学报, 2019, 55 (12): 1527-1536.
- [6] SHI Z X, LI J R, LIU S Z, et al. Effect of LAB on the stress rupture properties and fracture characteristic of DD6 single crystal superalloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2012, 41: 962-966
- [7] YANG W P, LI J R, LIU S Z, et al. Microstructures of low angle boundaries of a third generation single crystal superalloy DD9 [J]. Materials Science Forum, 2017, 4502: 413-421.
- [8] 郭苗苗, 刘新宝, 朱麟, 等. 基于EBSD技术的P91钢蠕变过程中小角度晶界演化行为表征 [J]. 材料导报, 2018, 32 (10): 1747-1751.
- [9] 邓安华. 金属材料简明辞典 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1992.
- [10] 霍苗, 刘林, 黄太文, 等. 镍基单晶高温合金小角度晶界的形成机制、影响因素与控制措施 [J]. 材料导报, 2018, 32 (19): 3394-3404.
- [11] 秦健朝, 崔仁杰, 黄朝晖. 小角度晶界对DD5镍基单晶高温合金中、高温条件下力学性能的影响 [J]. 材料工程, 2020, 48 (10): 114-122.
- [12] 赵金乾, 李嘉荣, 刘世忠, 等. 小角度晶界对单晶高温合金DD6拉伸性能的影响 [J]. 材料工程, 2008 (8): 73-76.
- [13] 史振学, 李嘉荣, 刘世忠, 等. DD6单晶高温合金叶片小角度晶界组织 [J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40 (12): 2117-2120.
- [14] 曹亮, 周亦甯, 金涛, 等. 晶界角度对一种镍基双晶高温合金持久性能的影响 [J]. 金属学报, 2014, 50 (1): 11-18.
- [15] 赵金乾, 李嘉荣, 刘世忠, 等. 小角度晶界对DD6单晶高温合金980 °C拉伸性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2007 (12): 2232-2235.

Effect of Low Angle Grain Boundaries on Rupture Properties of Single Crystal Superalloy N5

QU Huai-pu¹, XU Qiao-zhi², WANG Dong³, SHEN Jian³, LU Yu-zhang³, JIANG Zhu-hang⁴, YUE Xian-gang⁴, CHEN Ming-hui¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Northeast University, Shenyang 110819, Liaoning, China; 2. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, Liaoning, China; 3. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, Liaoning, China; 4. AVIC Shenyang Liming Aeroengine Co., Ltd., Shenyang 110862, Liaoning, China)

Abstract:

The second generation N5 single crystal superalloy was studied. The N5 alloy twin plates containing 5.4°, 9.8°, 15.8° and 18.4° low angle grain boundaries were prepared by seed crystal method using HRS technology. The standard samples prepared from N5 alloy twin plates with different low angle grain boundaries were tested for tensile properties at 870 °C, transverse rupture properties at 750 °C /820 MPa and 1 093 °C /158 MPa, and the fracture morphology was analyzed by means of scanning electron microscope. The results showed that with the increase of the orientation difference of low angle grain boundary, the tensile properties of the N5 alloy gradually became worse, the plasticity gradually decreased, the yield phenomenon of the alloy gradually disappeared, and the strain hardening phenomenon of the alloy gradually weakened. In addition, with the increase of the low angle grain boundary orientation difference, the stress rupture property and elongation of the N5 alloy decreased.

Key words:

single crystal superalloy; N5; low angle grain boundary; rupture performance