

定向凝固镍基高温合金的组织结构与中温蠕变行为

田 宁 赵国旗 潘 玲 张顺科 杨 娜 张卫华
(贵州工程应用技术学院机械工程学院)

摘 要 通过蠕变性能测试、组织形貌观察,研究了定向凝固镍基高温合金热处理后组织形貌及其在 760 ℃、700 MPa 条件下蠕变不同时间的损伤机制。结果表明,合金热处理后,枝晶间和枝晶干区域的 γ' 相尺寸差异较大,粗大的 γ' 相和细小的 γ' 相分别存在于枝晶间和枝晶干区域。在 760 ℃、700 MPa 条件下合金蠕变断裂后立方 γ' 相并不形成筏状组织,并且越接近断口区域的 γ' 相扭曲越剧烈,这是由于在蠕变过程中试样断口区域发生了较大程度颈缩所致。蠕变后期,合金中裂纹首先在晶界和未完全消除的共晶组织处萌生与扩展,其中,沿与应力轴成 45° 的晶界承受较大剪切应力,因此发生蠕变损伤几率较大。

关键词 定向凝固镍基合金;蠕变;晶界;裂纹萌生与扩展

中图分类号 TG115.9;TG132.3⁺3;TG146.1⁺5;TG249.9 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2022.07.004 **开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



Microstructure and Medium Temperature Creep Behavior of Directionally Solidified Nickel-based Superalloy

Tian Ning, Zhao Guoqi, Pan Ling, Zhang Shunke, Yang Na, Zhang Weihua
(School of Mechanical Engineering, Guizhou University of Engineering Science)

Abstract: The morphologies of directionally solidified nickel-based superalloy after heat treatment and damage mechanism of the alloy at 760 ℃ and 700 MPa for different creep duration were investigated by creep property test and microstructure observation. The results reveal that after heat treatment, the sizes of γ' phases between interdendritic region and dendrite arms are greatly different, where the coarse and fine γ' phase exist in interdendritic and dendrite arm region, respectively. The cubic γ' phase does not form raft structure after the alloy creep rupture at 760 ℃ and 700 MPa, and the closer to the fracture area, the more severe γ' phase distortion, which is attributed to the necking to a greater extent at the fracture during the creep. In the later stage, cracks in the alloy are firstly initiated and propagated at grain boundary and eutectic structure that is not eliminated, where the grain boundary at a 45 angle to the stress axis suffers the higher shear stress, enhancing creep damage probability.

Key Words: Directionally Solidified Nickel-based Superalloy, Creep, Grain Boundary, Crack Initiation and Propagation

与多晶合金相比,镍基高温合金采用了定向凝固技术消除横向晶界,因此具有更优异的力学性能,被广泛用于制造先进航空发动机的叶片部件^[1~3]。但在服役过程中,蠕变损伤仍仍是其主要的失效方式。航空发动机叶片在服役期间,经历了从中温/高应力到高温/低应力的过程,因此,叶片部件从开始启动到稳定运行经历了复杂的服役条件^[4~6]。此外,镍基高温合金在不同服役条件下的蠕变性能和损伤机制也存在较大差异,研究中温、高应力条件下合金的损伤方式对合金的开发与应用具有积极意义。

铸造镍基合金在高温蠕变变形期间,凝固过程中在 γ'/γ 两相界面处形成的微间隙可转化为微裂纹。随着蠕变进行,微裂纹可沿垂直于应力轴的 γ'/γ 两相界面扩展形成大裂纹,最终导致蠕变断裂^[7~10]。对 FGH95 粉末镍基合金高温蠕变断裂的研究发现,裂纹在晶界处萌生,并沿晶界扩展是合金的蠕变断裂机制^[11]。由于定向凝固镍基合金的蠕变行为、损伤机制与发动机的安全可靠密切相关,因此,研究镍基高温合金的中温蠕

收稿日期:2021-12-14;修改稿收到日期:2021-12-27

基金项目:贵州省科学技术基金资助项目(20201Y198);毕节市科学技术项目(20192);贵州省科技计划资助项目(20192843);贵州省教育厅青年科技人才成长计划资助项目([2022]121,[2022]125,[2022]129,[2022]134)

第一作者简介:田宁,男,1984 年出生,副教授,贵州毕节(551700),E-mail:529862239@qq.com

通信作者:赵国旗,男,1986 年出生,讲师,贵州毕节(551700),E-mail:zhaoguoqi1986@163.com

引用格式:田宁,赵国旗,潘玲,等. 定向凝固镍基高温合金的组织结构与中温蠕变行为[J]. 特种铸造及有色合金,2022,42(7):810-813.

TIAN N, ZHAO G Q, PAN L, et al. Microstructure and medium temperature creep behavior of directionally solidified nickel-based superalloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2022, 42(7):810-813.

变行为及蠕变期间的损伤机制尤为重要。虽然定向凝固合金的高温蠕变行为与损伤机制已有研究^[12],但定向凝固合金在中温蠕变期间的损伤行为与断裂机理并不清楚。因此,本课题对定向凝固镍基合金在 760 ℃、700 MPa 条件下进行蠕变性能测试,结合组织形貌观察,研究了定向凝固合金在高温、高应力条件下的蠕变行为和损伤机制,旨在为镍基合金的应用提供参考。

1 试验材料及方法

按表 1 的各元素比例(质量分数),将纯度为 99.9% 原材料(Al 锭 0.524 kg、Ta 锭 0.368 kg、Cr 锭 0.868 kg、Co 锭 0.98 kg、Mo 锭 0.212 kg、W 锭 0.708 kg、Ti 锭 0.094 kg、B 锭 0.001 2 kg、Hf 锭 0.152 kg、C 块 0.009 kg、Ni 锭 6.1 kg)置于 ZG-0.025B 真空感应炉中熔炼。熔炼时首先将除 Ti、Al 外的其他锭一同置于真空感应炉中进行熔炼,待 3 次冷冻结膜后再加入 Ti、Al 锭一同熔炼,最后得到 ϕ 83 mm 的母合金锭。然后采用定向凝固将制备的母合金置于真空定向凝固炉中制备出沿 [001]取向的 ϕ 16 mm 的定向凝固试棒。该合金标准热处理工艺为:1 180 ℃ $\times$ 2 h+1 230 ℃ $\times$ 3 h+空冷+1 100 ℃ $\times$ 4 h+空冷+870 ℃ $\times$ 20 h,空冷。将热处理后的合金试棒沿不同晶面切割成块状试样(10 mm $\times$ 5 mm $\times$ 2 mm),对其表面进行研磨和抛光后,用体积比为 1:2:3 的硝酸、氢氟酸、甘油腐蚀液进行化学腐蚀,利用 S-3400N 型 SEM 观察合金在不同状态的组织形貌。

表 1 母合金的名义化学成分

Tab.1 Nominal chemical composition of master alloys %									
w_B									
Al	Ta	Cr	Co	Mo	W	Ti	B	Hf	C
5.24	3.68	8.68	9.8	2.12	7.08	0.94	0.012	1.52	0.09
									余量

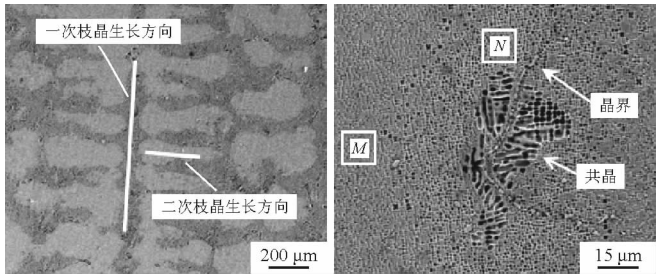
用线切割将热处理后的试棒加工成横截面尺寸为 4.5 mm $\times$ 2.5 mm,标距为 15 mm 的蠕变试样,并对其进行研磨,并将处理好的蠕变试样放入 GTW504 型蠕变试验机中,在 760 ℃、700 MPa 条件下进行蠕变性能测试。

2 试验结果与分析

2.1 热处理后的合金组织形貌与蠕变行为

合金热处理后的微观组织形貌见图 1。可以看到,热处理后合金的枝晶形貌仍然清晰可见,一次枝晶生长方向(长线段)与二次枝晶的(短线段)相互垂直。由图 1b 可以看出,枝晶干 M 区域的 γ' 相较为细小,在两枝晶干之间的枝晶间 N 区域的 γ' 相较为粗大。由于两相邻枝晶之间存在取向差,故晶界位于枝晶间区域。虽然

热处理后合金中大部分共晶组织已消除,但仍有少量的共晶组织存在于枝晶间区域。

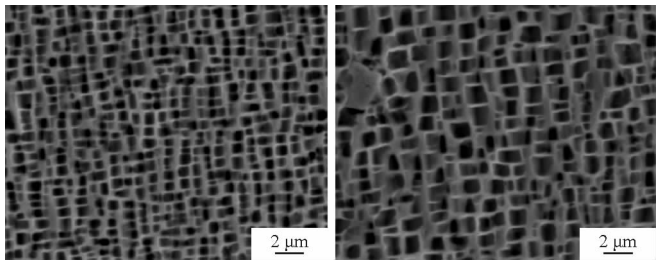


(a) (100)面枝晶形貌 (b) 枝晶/枝晶间区域的放大形貌

图 1 合金热处理后的组织形貌

Fig.1 Microstructure of alloy after heat treatment

图 2 为热处理后的枝晶干、枝晶间区域的组织形貌。图 2a 为图 1b 中枝晶干 M 区域的高倍形貌,可以看出,合金中的立方 γ' 相以共格方式镶嵌在 γ 基体中,其尺寸约为 0.4 μ m,并均匀分布在枝晶干区域;而枝晶间 N 区域的立方 γ' 相与 M 区域的 γ' 相相比明显较为粗大,其尺寸为 1.0~1.2 μ m,见图 2b。这表明合金经热处理后,并没有消除枝晶干、枝晶间区域存在的组织不均匀性。



(a) 枝晶干区域细小 γ' 相 (b) 枝晶间区域粗大 γ' 相

图 2 热处理后的合金枝晶干、枝晶间区域的组织形貌

Fig.2 Microstructure of alloy in the dendrite or interdendrite regions after heat treatment

合金在 760 ℃、700 MPa 条件下的蠕变曲线见图 3。可以看出,合金的蠕变初始阶段持续时间较短,随后合金蠕变进入稳态阶段,稳态蠕变阶段的应变速率为 0.026%/h,蠕变寿命为 218 h。

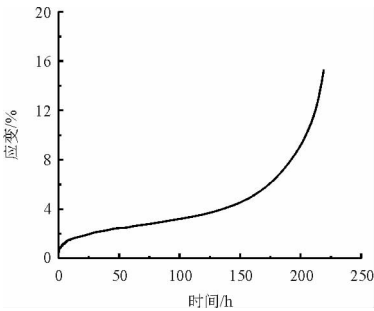


图 3 合金在 760 ℃、700 MPa 条件下的蠕变曲线

Fig.3 Creep curve of the alloy under at 760 ℃ and 700 MPa

2.2 蠕变期间的变形特征

图 4 为 760 ℃、700 MPa 条件下蠕变 218 h 断裂后试样不同区域的组织形貌。图 4a 为蠕变断裂取样位置示意图,由于试样不同区域承受应力不同,因此,试样的不同区域具有不同的组织特征,据此可分析试样在不同区域的变形程度。由图 4b 可以看出,区域 A 中 γ' 相的形态及尺寸均无明显变化,仍保持立方体形态,其尺寸约为 0.4 μm ,这归因于温度较低,合金中元素扩散速率较慢;区域 B 承受较小的拉应力,应变量较小,故合金中 γ' 相变化不明显,多数仍为立方体形态,仅沿平行于施加应力轴方向略有伸长,基体通道的宽度略有增加;随着离断口的距离减小,合金的变形量增大,区域 C、D 发生颈缩,试样的有效承载面积减小,有效应力增大, γ' 相的扭曲程度增大,且立方 γ' 相的边角逐渐变圆滑,并在 γ'/γ 两相界面处可观察到清晰的扭折特征。近断口 E 区域变形量最大, γ' 相发生的粗化及扭曲程度较大,故部分 γ' 相已转化为球状(见图 4f),并且 γ' 相已增大至 0.5 μm ,基体通道明显变宽,但 γ' 相未形成完整的筏形组织。

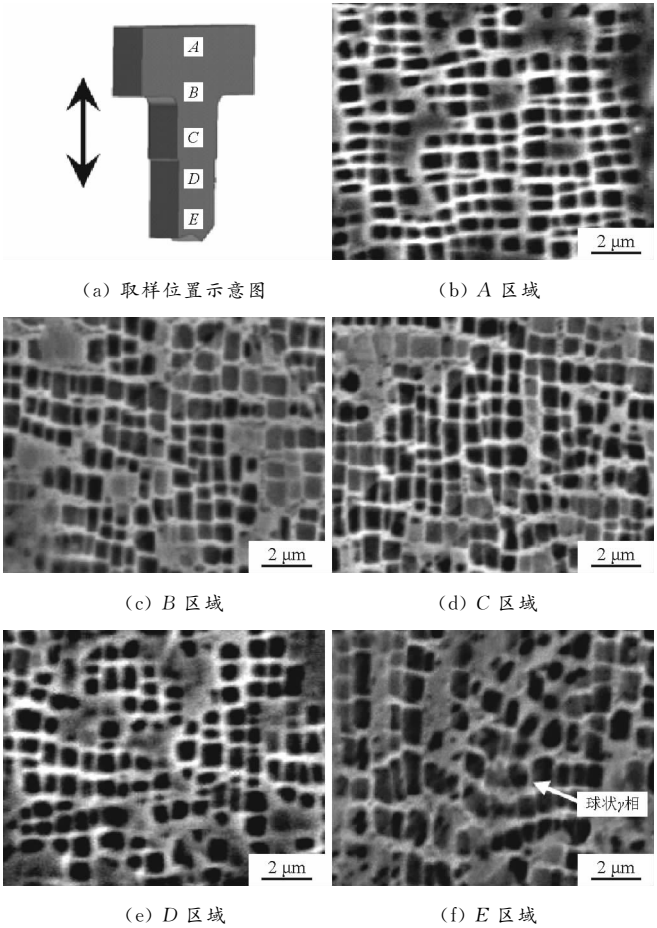


图 4 在 760 ℃、700 MPa 条件下蠕变 218 h 断裂后试样不同区域的组织形貌

Fig.4 Morphologies in the different regions of specimens crept for 218 h to fracture at 760 ℃ and 700 MPa

2.3 蠕变期间裂纹萌生与扩展

合金在 760 ℃、700 MPa 条件下蠕变后期,裂纹开始萌生与扩展,其形貌特征见图 5。施加应力的方向见图 5a。由图 5a 可以看出,试样刚进入蠕变加速阶段时合金中大部分 γ' 相仍保持完整的立方体形态。在蠕变加速阶段,由于合金的应变及应变速率迅速增大,促使大量位错在基体通道中滑移,当位错滑移至晶界,晶界可以阻碍位错的滑移,使位错塞积于近晶界区域,并引起应力集中。当应力集中值大于晶界的结合强度时,裂纹首先在晶界处萌生。

随着蠕变进行,微裂纹逐渐沿晶界扩展,并有新的裂纹萌生于晶界,致使合金的应变量增大,当多个萌生于晶界的微裂纹同时沿晶界扩展时,使相邻的微裂纹相互连通,形成大裂纹,直至发生合金的蠕变断裂。合金在 760 ℃、700 MPa 条件下蠕变断裂后,在倾斜晶界区域发生多个裂纹的扩展,形成大裂纹,见图 5b。这表明,合金在中温、高应力蠕变期间,沿晶界发生裂纹的萌生与扩展,直至蠕变断裂。分析认为,在中温、高应力条件下,且与 γ 基体相比,晶界是合金中蠕变强度较低的薄弱区域。

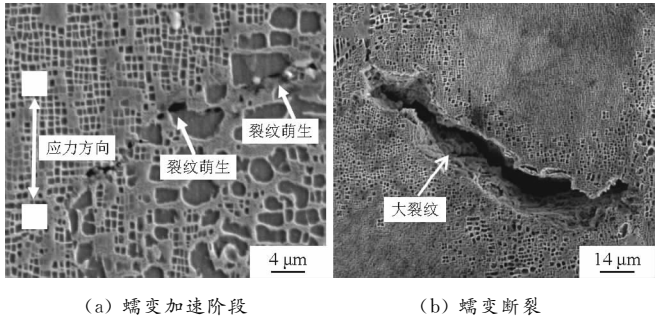


图 5 合金在 760 ℃、700 MPa 条件下蠕变不同阶段的表面形貌

Fig.5 Surface morphologies of the specimen crept for different duration at 760 ℃ and 700 MPa

经传统工艺热处理后,在 760 ℃、700 MPa 条件下蠕变断裂后合金中的共晶组织形貌见图 6。可以看出,共晶组织存在于枝晶间区域的粗大 γ' 相之中,蠕变期间,裂纹可以从共晶组织处萌生并扩展。分析认为,由于共晶组织形成于凝固的最后阶段,合金中的杂质和

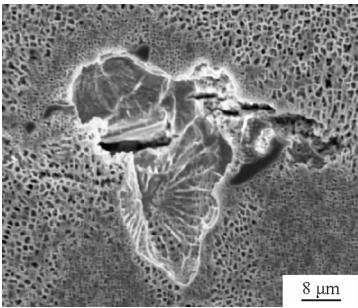


图 6 蠕变断裂后合金中的共晶组织形貌

Fig.6 Eutectic morphologies of alloy after creep fracture

低熔点物质富集于共晶组织的边界区域,使共晶组织成为蠕变过程中的薄弱环节,因此,裂纹容易在共晶组织中产生。

3 讨 论

虽然采用定向凝固技术可以消除合金中与应力轴垂直的横向晶界,但在合金的枝晶间区域仍然存在与应力轴倾斜的晶界。分析认为,合金中倾斜晶界仍是蠕变断裂的薄弱环节,蠕变期间,位错首先在合金的基体中激活并滑移,当位错滑移至晶界受阻,可在晶界处塞积,并产生应力集中。其中,因位错塞积在晶界区域引起的应力集中值,可表示为^[12]:

$$\sigma = n\sigma_0$$

式中, σ 为晶界承受的应力集中值; σ_0 为施加应力;上式表明,蠕变期间,合金晶界区域产生的应力集中值约为施加应力的 n 倍,因此,晶界是合金蠕变强度的薄弱环节。此外,合金中存在与应力轴平行或倾斜的晶界,由于晶界与应力轴的角度与晶界的受力状态有关,因此,合金中不同形态晶界的裂纹萌生与扩展具有不同的特征。

合金中倾斜晶界发生裂纹的萌生与扩展,其示意图见图7。合金中的晶界与应力轴成 45° 角。由于与应力轴成 45° 的晶界在蠕变过程中承受最大的剪切应力,因此,在蠕变过程中 45° 晶界处易于形成空洞^[13],见图7a。随蠕变进行,空洞易在晶界处生成,并沿晶界扩散至空洞,空洞吸收空位而长大,可形成微裂纹。并且,随着蠕变进行,微裂纹进一步沿晶界扩展,可形成较大的裂纹,见图7b。不同横截面的大裂纹进一步扩展,致使大裂纹相互连接,直至合金蠕变断裂,是蠕变后期合金的损伤与断裂机制,以上分析与图5观察结果相一致。

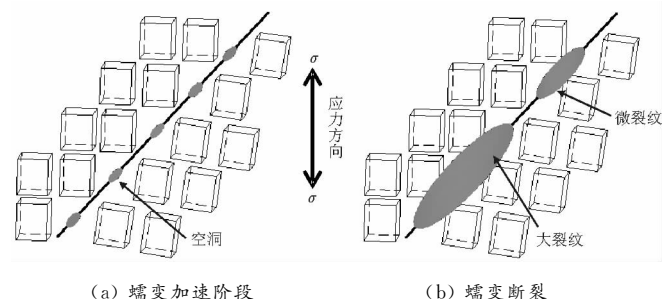


图7 裂纹沿晶界萌生及扩展的示意图

Fig.7 Schematic diagram of cracks initiation and propagation along the grain boundary

4 结 论

(1)镍基高温合金热处理后,枝晶间和枝晶干区域的 γ' 相尺寸具有较大的差异,粗大 γ' 相和细小 γ' 相分

别存在于枝晶间和枝晶干区域。

(2)镍基高温合金在中温高应力条件下蠕变断裂后立方 γ' 相并不形成筏状组织,并且越接近断口区域的 γ' 相扭曲越剧烈,这是由于在蠕变过程中靠断口区域试样发生了较大程度颈缩所致。

(3)在蠕变后期,镍基高温合金中裂纹首先在晶界和热处理并未完全消除的共晶组织处萌生与扩展,其中,沿与应力轴成 45° 的晶界在蠕变过程中承受的较大剪切应力可使其在蠕变过程中发生较大几率的蠕变损伤。

参 考 文 献

- [1] 杨薇,刘恩泽. Re对定向凝固镍基高温合金热腐蚀性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2015, 35(7): 777-779.
- [2] 夏鹤翔,杨聪,许庆彦. 镍基单晶高温合金定向凝固微观组织模拟及试验验证[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(11): 1 334-1 338.
- [3] 刘贵群,冯丽,王贺明,等. 镍基单晶高温合金一次枝晶间距的统计研究[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(2): 153-157.
- [4] 吴笑非,宋尽霞,康永旺,等. 微量元素对定向凝固高温合金 DZ125 微观组织和力学性能的影响[J]. 航空材料学报, 2021, 41(3): 126-132.
- [5] 张健,王莉,王栋,等. 镍基单晶高温合金的研发进展[J]. 金属学报, 2019, 55(9): 1 077-1 094.
- [6] 梁爽,孙雪娇,刘智鑫,等. 一种2%Ru镍基单晶合金的高温蠕变行为及断裂特征[J]. 铸造, 2020, 69(9): 971-976.
- [7] KASSNER M E, HAYES T A. Creep cavitation in metals-Science-Direct[J]. International Journal of Plasticity, 2003, 19(10): 1 715-1 748.
- [8] 顾欣,杜洪强,于兴福,等. 吹砂时间对定向凝固 DZ125 合金再结晶厚度及蠕变性能的影响[J]. 铸造, 2017, 66(3): 228-233.
- [9] HU X A, YANG X G, SHI D Q, et al. Constitutive modeling of a directionally solidified nickel-based superalloy DZ125 subjected to thermal mechanical creep fatigue loadings[J]. Rare Met., 2019, 38: 922-936.
- [10] 崔仁杰,黄朝晖,管凯,等. 一种镍基单晶高温合金长期时效后 γ' 相的粗化动力学[J]. 材料热处理学报, 2020, 41(6): 154-161.
- [11] 田素贵,谢君,周晓明,等. 固溶温度对 FGH95 合金组织和持久性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2010, 31(11): 122-127.
- [12] 张俊善. 材料的高温变形与断裂[M]. 北京: 科学出版社, 2007.
- [13] 丁智,张军,王常帅,等. DZ125 镍基高温合金高温持久断裂后的位错组态[J]. 金属学报, 2011, 47(1): 47-52.

(编辑:刘晨辉)

欢迎使用在线稿件处理系统

投稿、查稿、审稿

敬请登录 www.special-cast.com