

DZ125 镍基合金的显微组织与蠕变行为

田 宁¹, 田素贵¹, 于慧臣², 孟宪林¹

(1. 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110870;

2. 北京航空材料研究院, 北京 100095)

摘 要: 通过蠕变性能测试及组织形貌观察, 研究 DZ125 合金的高温蠕变行为。结果表明: 经完全热处理后, 合金在枝晶干/间区域存在明显的组织不均匀性, 粗大 γ' 相存在于枝晶间, 细小 γ' 相存在于枝晶干。蠕变初期合金中 γ' 相已转变成筏状结构, 稳态蠕变期间合金的变形机制是位错攀移越过 γ' 相, 其中, 位错攀移期间, 易形成位错的割阶, 空位的形成和扩散是位错攀移的控制环节。而蠕变后期合金的变形机制是位错在基体中滑移和剪切进入筏状 γ' 相。在高温蠕变后期, 合金中裂纹首先在晶界处萌生与扩展, 且不同形态晶界具有不同的损伤特征, 其中, 沿应力轴成 45° 角晶界承受蠕变损伤的较大剪切应力可使其发生较大几率的蠕变损伤; 而加入的元素 Hf 促进细小粒状相沿晶界的析出, 可抑制晶界滑移, 提高晶界强度, 是合金蠕变断裂后晶界呈现非光滑表面的主要原因。

关键词: DZ125 镍基合金; 显微组织; 蠕变; 变形特征; 蠕变损伤

中图分类号: TG132.3

文献标志码: A

Microstructure and creep behavior of DZ125 nickel-based superalloy

TIAN Ning¹, TIAN Su-gui¹, YU Hui-chen², MENG Xian-lin¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China;

2. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: By means of creep-property measurement and microstructure observation, the creep behavior of DZ125 superalloy at high temperatures was investigated. The results show that after full heat treatment, the unhomogeneous microstructure still appears in the dendritic/interdendritic regions of the alloy. Fine cuboidal γ' precipitates locate in the dendrite arm regions, while coarse ones locate in the interdendritic regions. The cuboidal γ' phase in the alloy transforms into the rafted structure along the direction vertical to the stress axis in the primary stage of creep. Dislocation climbing over the rafted γ' phase is thought to be the deformation mechanism of the alloy during the steady creep stage. Thereinto, during the dislocation climbing, dislocation jogs are easy to form, and the formation and diffusion of vacancies are the controlling factors of dislocation climbing. In the latter stage of creep, the deformation mechanism of the alloy is dislocation sliding in γ matrix channels and shearing into the γ' phase, and the microcracks firstly initiate and propagate along the grain boundaries. The grain boundaries with different configurations display various damage characters during creep. Thereinto, bigger shearing stress during creep damage of the alloy is applied on the boundaries at 45° angle relative to the stress axis, which increases the creep damage probability of them. However, the addition of the element Hf can promote the precipitation of the fine particle-like phase along the boundaries, which can inhibit the slipping of the grain boundaries to improve the strength of them. This is the main reason why the boundaries have non-smooth surfaces after creep rupture of the alloy.

Key words: DZ125 nickel-based superalloy; microstructure; creep; deformation feature; creep damage

定向凝固镍基合金的组织结构由 γ 基体和 γ' 强化相组成, 由于合金在凝固期间沿(001)取向定向生长成为柱状晶结构, 已基本消除了与应力轴垂直的横向晶界^[1], 因而, 与普通多晶铸造镍基合金相比, 其承温能力和持久寿命都得到较大幅度的提高, 已被广泛应用于制备先进航空发动机的热端叶片部件^[2]。

尽管定向凝固镍基合金已消除了横向晶界, 但蠕变损伤仍是其高温服役期间的主要失效形式, 其蠕变损伤的主要特征包括: 合金中 γ' 相发生粗化、蠕变位错在基体中滑移和切割 γ' 相, 并在 γ/γ' 两相界面形成微裂纹等^[3]。由于高温蠕变期间位错的运动模式及裂纹萌生与扩展方式与合金的蠕变抗力密切相关, 因此, 定向凝固合金的蠕变行为得到广大研究者所重视。

研究表明, 单晶镍基合金在高温蠕变的不同阶段具有不同的变形特征, 其中, 蠕变初期是位错在基体中滑移, 随蠕变进行, 合金中 γ' 相发生筏形化转变, 并在 γ/γ' 两相界面形成位错网^[4], 稳态蠕变期间的变形机制是位错攀移越过筏状 γ' 相^[5], 而在蠕变后期, 合金的变形机制是位错在基体中滑移和剪切 γ' 相^[6]。DZ125 合金是目前性能水平较好的定向凝固镍基铸造合金之一^[7-8], 具有良好的中、高温综合性能及优异的热疲劳性能, 没有明显的薄壁效应。且随熔体处理温度的提高, 铸态合金中位错密度增大, 且位错呈波浪型和不规则网络状分布, 形成的位错网有利于提高合金的持久性能^[9]。DZ125 合金中含有的元素 Hf 使碳化物和硼化物相弥散分布且尺寸较小, 并呈现不规则粒状形态存在于晶界区域, 可延缓和抑制晶界处裂纹的萌生与扩展, 改善合金的晶界强度^[10]。尽管定向凝固合金的组织与性能已经得到广泛的研究^[11-13], 但 DZ125 合金在高温服役期间的蠕变行为报道很少, 且合金在蠕变不同阶段的变形机制也不清楚。

据此, 本文作者对 DZ125 定向凝固合金进行高温蠕变性能测试, 并对不同状态合金进行组织形貌观察, 研究该合金的高温蠕变行为和变形机制, 以期合金的应用提供理论依据。

1 实验

采用定向凝固技术在真空定向凝固炉中沿[001]取向制取直径为 16 mm、具有柱状晶结构的 DZ125 合金试棒, 其合金的化学成分如表 1 所列, 选取的热处理工艺为: (1180 °C, 2 h)+(1230 °C, 3 h, 空冷)+(1100 °C, 4 h, 空冷)+(870 °C, 20 h, 空冷)。合金经四级热处理后, 用线切割将试棒加工成横断面为 4.5 mm×

2.5 mm, 标距为 15 mm 的板状拉伸蠕变试样。

DZ125 合金的蠕变试样经机械研磨和抛光后, 将其置入 GWT504 型高温蠕变/持久试验机中, 在高温不同条件下进行蠕变曲线及性能测定, 分别在蠕变不同时间终止试验, 将蠕变不同时间的样品机械研磨和抛光后, 使用 2 mL HNO₃+4 mL HF+6 mL C₃H₈O₃ 腐蚀剂, 对抛光后的样品进行化学腐蚀, 采用扫描电镜观察组织形貌。将蠕变试样制成 d 3 mm 的 TEM 样品(采用高氯酸(7%)+无水乙醇(93%, 体积分数)的减薄液对其进行双喷减薄), 并采用透射电镜进行组织形貌观察, 结合蠕变期间位错组态的衍衬分析, 考察合金在蠕变期间的组织演化规律和蠕变不同阶段的变形特征。

表 1 DZ125 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of DZ125 superalloy (mass fraction, %)

Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ta	Hf	B	C	Ni
8.68	9.80	7.08	2.12	5.24	0.94	3.68	1.52	0.012	0.09	Bal.

2 结果与分析

2.1 合金的组织结构

经完全热处理后, 合金样品经腐蚀后的组织形貌如图 1 所示。可以看到, 合金经热处理后仍保持着完整的枝晶形貌, 图中长线段为合金中一次枝晶的生长方向, 短线段为二次枝晶生长方向, 且二次枝晶与一次枝晶相互垂直, 如图 1(a)所示。其枝晶的局部放大形貌如图 1(b)所示。可以看出, 合金的组织结构由 γ' 和 γ 相组成, 细小的立方 γ' 相存在于枝晶干区域, 两枝晶干之间为枝晶间区域, 并在枝晶间区域存在粗大的 γ' 相, 由于两枝晶之间存在取向差, 故晶界位于枝晶间区域, 如图 1(b)中箭头所示。枝晶干 A 区域的放大形貌示于图 1(c), 可以看出, 细小立方 γ' 相的尺寸约为 0.4 μm , 并在枝晶干区域均匀分布; 而在枝晶间 B 区域的立方体 γ' 相形貌较为粗大, 其边缘尺寸为 1~1.2 μm , 如图 1(d)所示, 且立方 γ' 相的尺寸分布并非均匀, 较小尺寸的立方 γ' 相约为 0.7 μm , 如图中短箭头所示, 较大尺寸的立方 γ' 相约为 1.5 μm , 如图中长箭头所示。表明合金经完全热处理后, 在枝晶干/间区域存在明显的组织不均匀性。

2.2 合金的蠕变行为

合金在不同条件测定的蠕变曲线如图 2 所示, 在

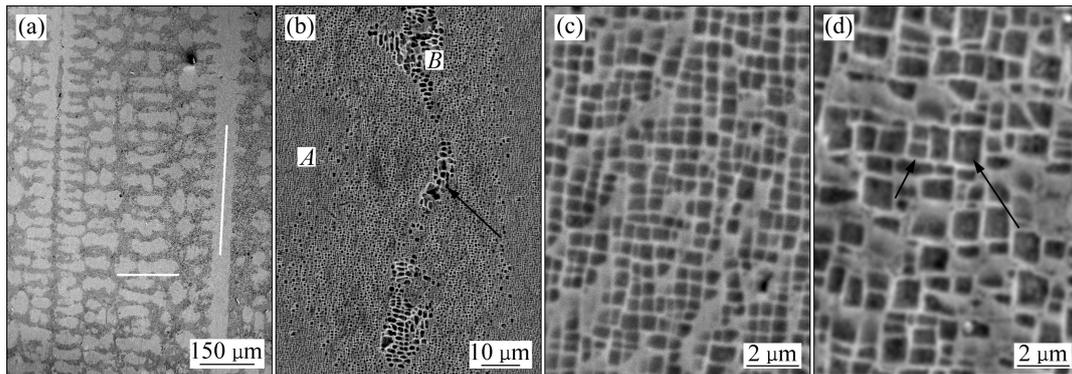


图1 合金经完全热处理后的组织形貌

Fig. 1 Microstructures in local region of alloy after fully heat treatment: (a) Dendrite morphology on (100) plane; (b) Magnified morphology in dendrite/inter-dendrite region; (c) Fine cubical γ' phase in dendrite region; (d) Coarser cubical γ' phase in inter-dendrite region

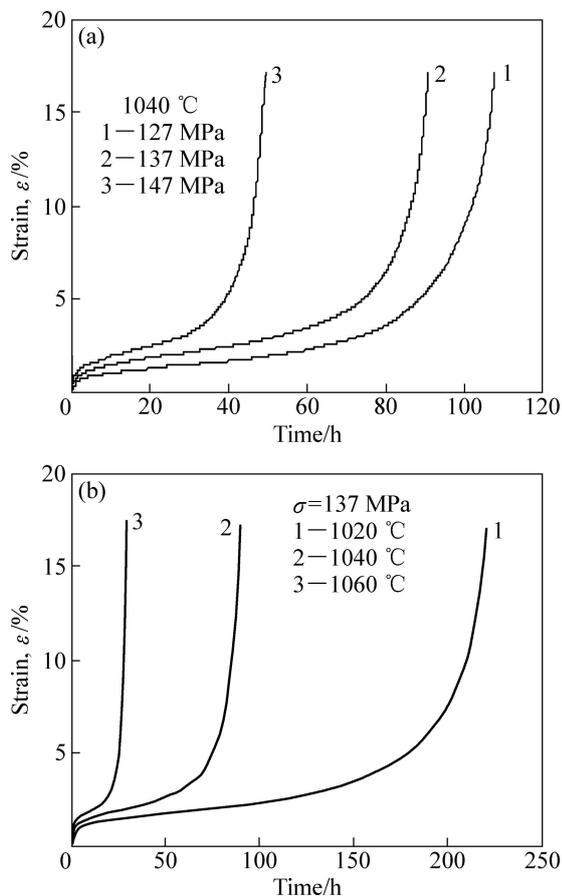


图2 合金在不同条件测定的蠕变曲线

Fig. 2 Creep curves of alloy under different conditions: (a) Applied different stresses at 1040 °C; (b) Applied different temperatures at 137 MPa

1040 °C施加不同应力测定的蠕变曲线如图2(a)所示。由图2可知,合金在不同条件具有不同的蠕变特征,且在初始蠕变阶段有较短的持续时间和较低的应变

量,随后进入稳态蠕变阶段。在施加127 MPa下,合金在稳态蠕变期间的应变速率为 $1.83 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$,其蠕变寿命为109 h。随施加应力提高到137 MPa,合金在稳态蠕变期间的应变速率提高至 $2.38 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$,合金的蠕变寿命降低到90 h。随施加应力进一步提高到147 MPa,合金在稳态蠕变期间的应变速率提高到 $3.13 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$,蠕变寿命进一步降低到49.5 h。表明,随着施加应力的提高,合金在稳态蠕变期间的应变速率增大,蠕变寿命迅速降低,特别是当施加应力大于137 MPa时,合金呈现出明显的施加应力敏感性。

合金在不同温度施加137 MPa压力测出的蠕变曲线,结果如图2(b)所示。其中,1020 °C测定出合金在稳态蠕变期间的应变速率为 $1.49 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$,蠕变寿命为220 h。随蠕变温度提高到1040 °C,合金在稳态蠕变期间的应变速率提高到 $2.38 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$,蠕变寿命降低到88 h。随温度进一步提高到1060 °C,合金在稳态期间的应变速率为 $3.73 \times 10^{-4} \text{ h}^{-1}$,蠕变寿命降低到30 h。结果表明:随着蠕变温度提高,合金的应变速率增大,蠕变寿命大幅度降低。

合金在高温施加应力的瞬间,产生瞬间应变,随蠕变进行,合金中的位错密度提高,应变速率降低,直至进入稳态阶段。一旦蠕变进入稳态阶段,合金的应变保持恒定,故合金在稳态蠕变期间的应变速率服从于Dorn定律:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = A \sigma_A^n \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right) \quad (1)$$

式中: $\dot{\epsilon}_{ss}$ 为稳态蠕变速率; A 为与材料组织有关的常数; σ_A 为外加应力; n 为表观应力指数; R 为摩尔气体常数; T 为热力学温度; Q_a 为表观蠕变激活能。

根据图2中的蠕变曲线数据,求出合金在不同条

件稳态蠕变期间的应变速率, 绘制该合金在稳态期间的应变速率与施加温度、应力之间的关系, 结果如图 3 所示, 其中, 应变速率与温度倒数之间的关系示于图 3(a), 应变速率与施加应力之间的关系示于图 3(b)。由此计算出 1020~1060 °C 和 127~147 MPa 施加温度和应力范围内, 合金在稳态蠕变期间的表观蠕变激活能为 $Q=328.75$ kJ/mol, 应力指数为 $n=3.7$ 。根据计算的应力指数可以确定: 在试验的温度和应力范围内, 合金在稳态蠕变期间的变形机制主要为位错的攀移(当 $n=4\sim 6$ 时蠕变由位错的攀移所控制^[14])。

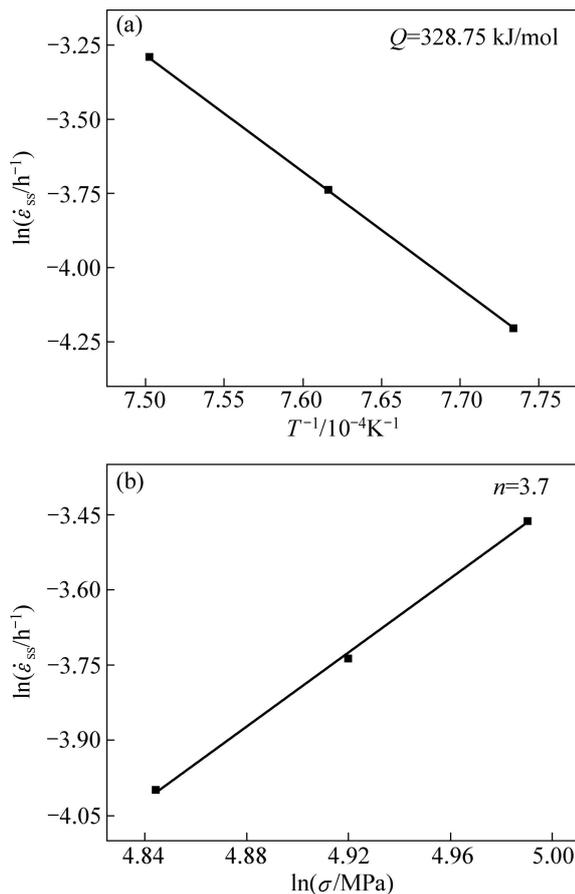


图 3 合金在稳态蠕变期间的应变速率与施加温度、应力之间的关系

Fig. 3 Relationships among strain rates and applied temperatures, stresses during steady state creep: (a) $\ln \dot{\epsilon}_{ss} - T^{-1}$; (b) $\ln \dot{\epsilon}_{ss} - \ln \sigma$

2.3 蠕变期间的变形特征

合金经 1040 °C、137 MPa 蠕变 40 h 的显微组织形貌如图 4 所示。此时, 合金的蠕变已经进入稳态阶段, 蠕变应变量为 1.8%, 其立方 γ' 相已经完全转变成 N-型筏状结构, 筏状 γ' 相的取向与应力轴垂直(应力轴方向如图箭头标注所示), 且在 γ/γ' 两相界面存在

位错网, 如图中长箭头标注所示, 可以看出, 筏状 γ' 相内仅有少量位错, 如图中短箭头标注所示。

蠕变 40 h 后, 在合金另一区域存在界面位错网的形貌示于图 5。可以看出, 在蠕变稳态阶段, 合金中形成的筏状 γ' 相内无位错, 位错仅在合金基体中滑移, 并在筏状 γ'/γ 两相界面出现界面位错网, 方框区域的放大形貌示于照片的左上角, 表明界面位错中存在位错割阶。其中, 位错可以通过割阶运动实现攀移。经高温低应力蠕变 40 h 后合金的应变量为 1.8%, 而筏状 γ' 相内仅有少量位错的事实表明, 合金在稳态蠕变期间的变形机制是位错攀移越过筏状 γ' 相。分析认为, 蠕变期间合金基体中的位错运动至 γ' 相界面, 与位错网相遇可发生反应, 其位错反应分解的分量改变了原来的运动方向, 使其向前攀移至另一滑移面, 可减缓蠕变期间的应力集中, 并使稳态蠕变继续进行。因此, 可以认为位错网对合金稳态蠕变期间的形变硬化和回复软化具有重要的协调作用。

经 1040 °C、137 MPa 蠕变 90 h 断裂后, 合金不同区域的微观组织形貌如图 6 所示。合金在远离断

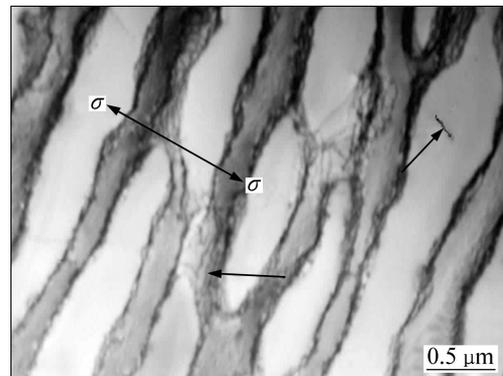


图 4 稳态蠕变期间合金的组织形貌
Fig. 4 Microstructure of alloy during steady state creep

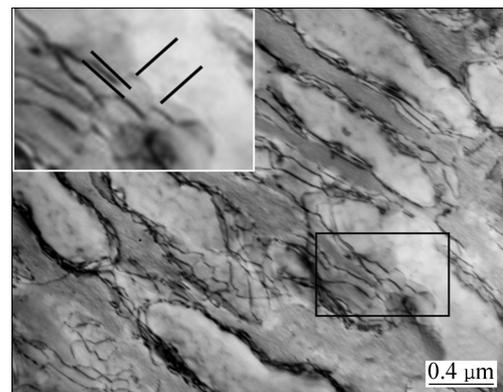


图 5 位错在 {111} 晶面沿 <110> 方向攀移产生的攀移台阶
Fig. 5 Dislocation climbing on {111} crystal plane along <110> direction

口区域的组织形貌如图 6(a)所示,可以看出,合金中的 γ' 相已经完全转化为与应力轴垂直的 N-型筏状结构,其中施加应力的方向如图中箭头标注所示。蠕变温度较高,其筏状 γ' 相的厚度尺寸略有增加,约为 0.6 μm ,筏状 γ' 相已发生扭转,且在 γ'/γ 两相之间存在大量界面位错,并有位错切入筏状 γ' 相内,如图中黑色箭头标注所示。

合金在近断口区域的组织形貌如图 6(b)所示。由图 6可知,由于合金的形变量较大,局部区域的界面位错网已被破坏,故大量位错在位错网损坏区域切入

γ' 相,致使合金的应变量进一步增大。蠕变后期,大量位错切入 γ' 相的事实表明,此时合金已经失去蠕变抗力。随蠕变的进行,合金中发生位错的交替滑移使筏状 γ' 相扭曲程度加剧,如图 6(b)中区域 A 所示,并在筏状 γ' 相扭曲程度较大的界面形成微裂纹。随着蠕变的进一步进行,在筏状 γ'/γ 两相界面发生孔洞的聚集和微裂纹扩展,直至发生合金的蠕变断裂^[15]。

经 1020 $^{\circ}\text{C}$ 、137 MPa 蠕变断裂后,合金中筏状 γ' 相内的位错组态,如图 7 所示,其中,切入 γ' 相内的位错分别用字母标注为 A、B、C 和 D。当衍射矢量为

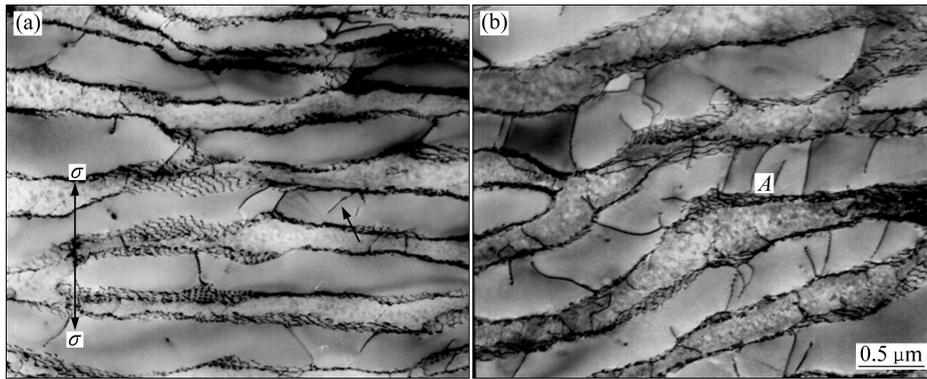


图 6 合金在 1040 $^{\circ}\text{C}$ 、137 MPa 条件下蠕变 90 h 断裂后的组织形貌

Fig. 6 Microstructures of alloy crept for 90 h up to fracture at 1040 $^{\circ}\text{C}$ and 137 MPa: (a) Twist of rafted γ' phase; (b) Alternated slipping of dislocations

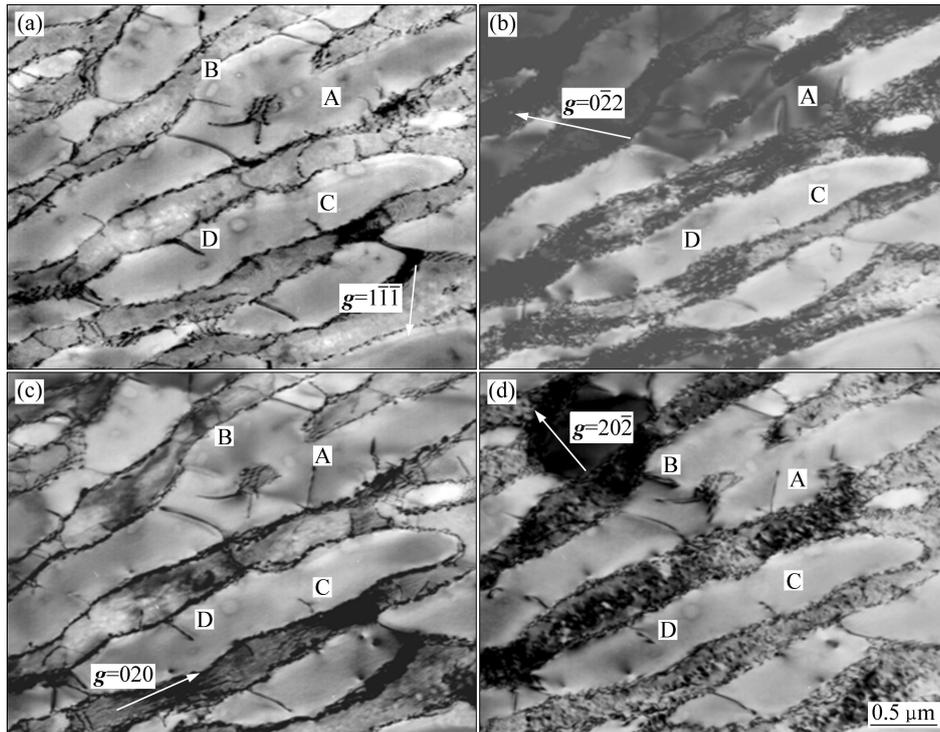


图 7 合金经 1020 $^{\circ}\text{C}$ 、137 MPa 蠕变断裂后 γ' 相内的位错组态

Fig. 7 Dislocation configuration within γ' phase after alloy crept up to fracture at 1040 $^{\circ}\text{C}$ and 137 MPa: (a) $g=\bar{1}\bar{1}1$; (b) $g=0\bar{2}2$; (c) $g=1\bar{3}1$; (d) $g=\bar{1}31$

$g=1\bar{1}\bar{1}$ 时,位错A消失衬度,如图7(a)所示,当衍射矢量 $g=0\bar{2}2$ 、 $g=020$ 和 $g=20\bar{2}$ 时,位错A显示衬度,分别如图7(b)、(c)和(d)所示,根据 $g\cdot b=0$ 位错不可见判据,可以确定位错A是柏氏矢量为 $b_A=[01\bar{1}]$ 的超位错。

当衍射矢量为 $g=020$ 时,位错B消失衬度,如图7(c)所示,当衍射矢量为 $g=1\bar{1}\bar{1}$ 、 $g=0\bar{2}2$ 和 $g=20\bar{2}$ 时,位错B显示衬度,分别如图7(a)、(b)和(d)所示,根据 $g\cdot b=0$ 位错不可见判据,可以确定,位错B是柏氏矢量为 $b_B=[10\bar{1}]$ 的超位错,由于位错B的线矢量为 $\mu=0\bar{2}2$,由 $b_B\times\mu_B=(111)$ 可确定,该位错在(111)面滑移。当衍射矢量为 $g=0\bar{2}2$ 时,位错C、D消失衬度,如图7(b)所示,当衍射矢量 $g=1\bar{1}\bar{1}$ 、 $g=020$ 和 $g=20\bar{2}$ 时,位错C、D显示衬度,如图7(a)、(c)和(d)所示,根据 $g\cdot b=0$ 位错不可见判据,可以确定,位错C、D是柏氏矢量为 $b_C=b_D=[011]$ 的超位错,其中,由于位错C的线矢量为 $\mu=\bar{2}20$,由 $b_C\times\mu_C=(111)$ 可确定,该位错在(111)面滑移。

2.4 蠕变期间裂纹的萌生与扩展

在1040℃、137MPa蠕变后期,样品表面发生裂纹萌生与扩展的形貌,如图8所示,样品施加应力的方向如图中箭头标注所示。合金蠕变65h进入蠕变加速阶段,如图2所示,由于合金的应变及应变速率增加,激活的大量位错在基体中滑移,当位错滑移至晶界受阻,可塞集于近晶界区域,并引起应力集中,当应力集中值大于晶界的结合强度时,在晶界处首先发生萌生的裂纹,其近垂直晶界处裂纹萌生的形貌如图8(a)中箭头所示。随蠕变进行至75h,近垂直晶界处的微裂纹发生沿晶界的扩展,其形貌如图8(b)中白色

方框区域所示。图8(b)白色方框区域放大形貌示于图8(c),可以看出,立方 γ' 相已经完全形成筏状结构,其中,近晶界区域的 γ' 相筏状结构发生扭曲,这表明与基体相比,晶界是合金中强度较低的薄弱区域,故随蠕变进行,裂纹首先在合金的晶界处萌生。

随蠕变进行,逐渐发生微裂纹沿晶界的扩展,致使合金的应变增大,同时,裂纹的沿晶界扩展,使相邻的微孔洞或微裂纹相互连通,直至发生蠕变断裂是合金的蠕变断裂机制。其中,合金蠕变88h断裂后,在倾斜晶界区域裂纹扩展的形貌示于图8(d),由于定向凝固合金中的晶界呈现不规则形态(见图1(b)),因此,裂纹可在倾斜晶界处萌生与扩展,且样品发生裂纹沿倾斜晶界扩展的形貌呈现非光滑锯齿状形态,表明,合金的晶界具有较高的结合强度。

3 讨论

3.1 位错攀移越过 γ' 相的理论分析

在稳态蠕变期间,合金中 γ' 相已转变成与应力轴垂直的N-型筏状结构,且无位错切入 γ' 相(见图4),其变形特征是位错在 γ 基体通道中运动,并以攀移方式越过筏状 γ' 相,其中,位错攀移是应变速率的控制环节,且位错的攀移可以通过割阶沿位错线运动而逐步实现。随着蠕变的进行,合金的变形量增加,当位错在基体通道中运动至筏状 γ' 相受阻,在切应力作用下可向前攀移至另一滑移面,并继续沿相同方向滑移^[16],特别是当基体中的位错运动至界面,与界面位错网发生反应时,可改变运动方向,并促使位错发生攀移越过筏状 γ' 相^[17]。如果认为位错的攀移与空位的扩散相联系,则可用空位的扩散流表达位错的攀移速率。

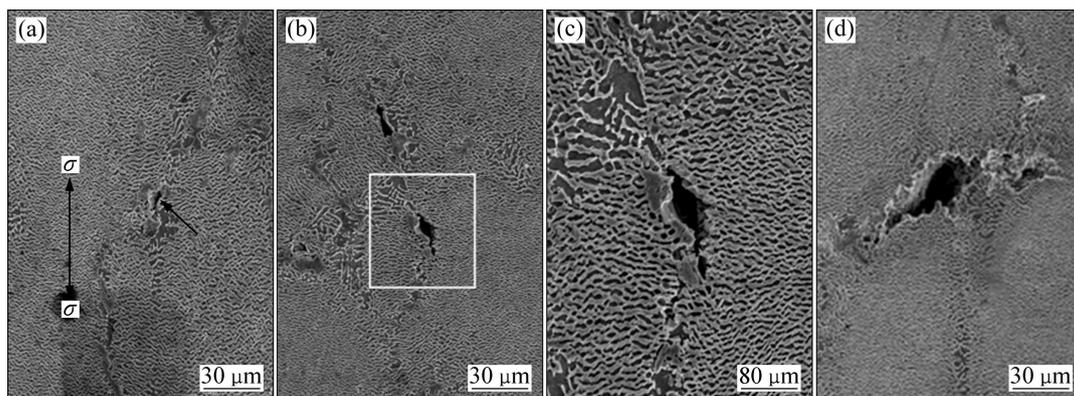


图8 合金在1040℃、137MPa蠕变不同时间的表面形貌

Fig. 8 Surface morphologies of alloy crept for different times at 1040℃ and 137MPa: (a) Crept for 65 h; (b) Crept for 75 h; (c) Amplified morphology of Fig. 8(b); (d) Crept for 90 h up to fracture

由于合金在稳态蠕变期间的应变速率正比于位错攀移速率和施加应力，而反比于位错攀移高度，因此，可推导出稳态蠕变期间合金的应变速率与施加应力、位错攀移高度的关系式。

正应力作用于刃位错，使其刃位错在 γ'/γ 两相界面的 $\{111\}$ 面沿 $\langle 110 \rangle$ 方向滑移，位错运动受阻后向前攀移至另一滑移面，并继续沿相同方向滑移，位错运动过后，留下一与位错线垂直的割阶，同时伴随有空位的扩散。其中多组刃位错通过割阶沿位错线运动而实现攀移的形貌如图 5 所示，且每一位错线有多个攀移台阶，可将 γ'/γ 两相界面形成的位错割阶视为位错攀移的高度。

高温蠕变期间，位错攀移形成的割阶处于热平衡状态，其位错攀移的激活能可表示为^[18]

$$U = U_f + U_d + U_i \quad (2)$$

式中： U_f 为空位形成能； U_d 为空位扩散激活能； U_i 为割阶形成能^[19]。其中割阶的浓度 c_i 表示为

$$c_i = \frac{b}{x} = \exp\left(\frac{-U_i}{RT}\right) \quad (3)$$

式中： c_i 为割阶浓度； b 为割阶的平均高度； x 为割阶的平均距离。根据图 5 测定出割阶的平均高度 $b=88$ nm，且割阶的平均距离为 $x=266.6$ nm，将其代入式(3)，求出割阶的形成能为 9.59 J/mol。进一步分析表明：合金在稳态蠕变期间发生位错攀移时，易形成位错的割阶，空位的形成和扩散是位错攀移的控制环节。因此，位错攀移速率可用空位的扩散流表示。

在单位长度的位错线上，空位扩散的流量(J)可以表示为

$$J = \frac{D_v c_o n \sigma B^3}{kT} \quad (4)$$

式中： D_v 为 $\dot{\epsilon}$ 空位的扩散系数； c_o 为晶体中的空位浓度； B^3 为一个空位的体积； n 为塞积群中的位错个数； k 为波尔茨曼常数； T 为热力学温度。

外力与塞积位错群引起张力平衡时，领先位错攀移的速率(v)为

$$v = A'J = \frac{A'D_v c_o n \sigma B^3}{kT} \quad (5)$$

位错攀移越过高度为 h 的筏状 γ' 相所需临界应力值为

$$\sigma = \frac{\mu \cdot b}{8\pi(1-\nu)h} \quad (6)$$

式中： μ 为剪切模量； b 为柏氏矢量； ν 为泊松比。

塞积群中位错数量 n 正比于位错攀移的临界应力 ($n\propto\sigma$)，将其代入位错攀移的速率方程后，领先位错攀移的速率可表示为

$$v = \frac{A'D_v c_o B^3 b^2}{[8\pi(1-\nu)h]^2 kT} \quad (7)$$

由于稳态蠕变速率($\dot{\epsilon}$)与位错的攀移速率成正比，与攀移的距离(h)成反比，因此，位错攀移的速率可表示为

$$\dot{\epsilon} = A''\left(\frac{v}{h}\right) = \frac{AD_v c_o B^3 b^2}{(1-\nu)^2 h^3 kT} \quad (8)$$

式中： A 为修正后的常数。由式(8)可以得出结论，随温度提高，合金中 γ' 相逐渐溶解，体积分数减少， γ' 相的厚度尺寸(h)减小，合金的应变速率提高，蠕变寿命降低，这与图 2 的结果相一致。

3.2 裂纹沿晶界萌生与扩展的理论分析

多晶镍基合金在 670 °C、700 MPa 蠕变期间，微裂纹首先在垂直于应力轴的晶界处产生，随蠕变进行，裂纹逐渐沿晶界扩展，直至发生合金在蠕变期间的沿晶断裂，且断口中的断裂晶粒表面光滑，无析出物^[20]，说明合金中晶界是蠕变强度的薄弱环节。尽管采用定向凝固技术制备的 DZ125 合金中已基本消除了与应力轴垂直的横向晶界，但在一次枝晶间区域仍存在晶界，如图 1(b)所示。且高温蠕变期间，裂纹的萌生与扩展首先发生在晶界区域，如图 8 所示，这表明定向凝固合金中的晶界仍是蠕变强度的薄弱环节。由于合金中的晶界形态各异，且晶界与应力轴成不同角度倾斜，故裂纹的萌生与扩展特征各不相同。

分析认为，蠕变期间，样品沿与应力轴成 45°角方向具有最大剪切应力，在最大剪切应力作用下合金发生蠕变损伤，且最大剪切应力沿晶界方向的投影可视为合金中晶界损伤的有效剪切应力。在恒定载荷的蠕变期间，与应力轴成不同角度的晶界承受不同水平的有效剪切应力，故合金中不同形态的晶界具有不同的蠕变损伤特征，如图 8 所示。当合金中晶界与应力轴垂直时，最大剪切应力沿晶界的投影值较小，致使晶界损伤的有效剪切应力值较小，而合金中晶界与应力轴成 45°角时，最大剪切应力沿晶界的投影值最大，致使晶界损伤的有效剪切应力值最大，故 45°角晶界发生蠕变损伤的几率较大，且损伤特征明显，如图 8(d)所示。

尽管 DZ125 合金的蠕变损伤首先发生在晶界区域，但裂纹沿晶界的萌生与扩展表现出非光滑断裂表

面,表明裂纹沿晶界扩展与滑移具有较大的阻力,其中,合金中加入微量元素 Hf 是改善晶界结合力、增加晶界滑移阻力的主要原因。合金中加入的元素 Hf 偏聚于晶界区域,可吸收偏析于晶界区域的硫等有害杂质,具有净化晶界、提高晶界强度的作用。加之,元素 Hf 可促使细小碳化物、硼化物相沿晶界弥散析出,该细小粒状化合物弥散分布于晶界区域具有钉扎作用^[21-22]。蠕变期间,在最大剪切应力作用下,合金中晶界发生滑移,其晶界区域细小粒状化合物的钉扎作用,增加了晶界滑移的阻力,滑移过后其晶界表面存留划伤痕迹是使合金蠕变断裂后晶界呈现非光滑表面的主要原因,以上分析与试验结果相一致。

4 结论

1) 经完全热处理后, DZ125 合金的组织结构由立方 γ' 相和 γ 基体相组成,并沿一次枝晶间区域存在晶界,粗大 γ' 相存在于枝晶间区域,细小 γ' 相存在于枝晶干区域,在枝晶干/间区域存在明显的组织不均匀性。

2) 在蠕变初期合金中 γ' 相已转变成筏状结构,稳态蠕变期间合金的变形机制是位错攀移越过 γ' 相,其中,位错攀移期间,位错的割阶易于形成,空位的形成和扩散是位错攀移的控制环节。而蠕变后期合金的变形机制是位错在基体中滑移和剪切进入筏状 γ' 相,且在 $\{111\}$ 面滑移。

3) 在高温蠕变的后期,合金中裂纹首先在晶界处萌生与扩展,且不同形态晶界具有不同的损伤特征,其中,沿应力轴成 45° 角晶界承受蠕变损伤的较大剪切应力,可使其发生较大几率的蠕变损伤;而加入的元素 Hf 促进细小粒状相沿晶界析出,可抑制晶界滑移,提高晶界强度,是使合金蠕变断裂后晶界呈现非光滑表面的主要原因。

REFERENCES

[1] HENDERSON P J, MCLEAN M. Creep transients in the deformation of anisotropic nickel-base alloys[J]. *Acta Metallurgica*, 1982, 30(6): 1121-1131.

[2] NYSTROM J D, POLLCK T M, MURPHY W H, GARG A. Discontinuous cellular precipitation in a high-refractory nickel-base superalloy[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1997, 28(12): 2443-2452.

[3] SHUI L, TIAN S G, JIN T, HU Z Q. Influence of pre-compression on microstructure and creep characteristic of a

single crystal nickel-base superalloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2006, 418(1/2): 229-235.

- [4] 丁智, 张军, 王常帅, 苏海军, 刘林, 傅恒志. 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.
- DING Zhi, ZHANG Jun, WANG Chang-shuai, SU Hai-jun, LIU Lin, FU Heng-zhi. Dislocation configuration in DZ125 Ni-based superalloy after high temperature stress rupture[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2011, 47(1): 47-52.
- [5] 钱本江, 田素贵, 王明刚, 于丽丽, 谢军, 伦建伟. 一种含 4.2%Re 单晶镍基合金的蠕变行为与组织演化规律[J]. *材料工程*, 2009, z2: 272-281.
- QIAN Ben-jiang, TIAN Su-gui, WANG Ming-gang, YU Li-li, XIE Jun, LUN Jian-wei. Creep behaviour and microstructure evolution of A single crystal nickel-based superalloy containing 4.2%Re[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2011, 2009, z2: 272-281.
- [6] 水丽, 金涛, 胡壮麒. [011]取向镍基单晶合金蠕变特征[J]. *金属学报*, 2009, 45(1): 1349-1355.
- SHUI Li, JIN Tao, HU Zhuang-qi. Creep characteristics of a Ni-base single crystal superalloy with [011] orientation[J]. *金属学报*, 2009, 45(1): 1349-1355.
- [7] 闵志先, 沈军, 王灵水, 刘林, 傅恒志. 定向凝固镍基高温合金 DZ125 平界面生长的微观组织演化[J]. *金属学报*, 2010, 46(9): 1075-1080.
- MI Zhi-jun, SHEN Jun, WANG Ling-sui, LIU Lin, FU Heng-zhi. Microstructural evolution of directionally solidified Ni-based superalloy DZ125[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2010, 46(9): 1075-1080.
- [8] 闵志先, 沈军, 熊义龙, 王伟, 杜玉俊, 刘林, 傅恒志. 高温梯度定向凝固镍基高温合金 DZ125 的组织演化[J]. *金属学报*, 2011, 47(4): 397-402.
- MIN Zhi-xian, SHEN Jun, XIONG Yi-long, WANG Wei, DU Yu-jun, LIU Lin, FU Heng-zhi. Microstructural evolution of directionally solidified Ni-based superalloy DZ125 under high temperature gradient[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2011, 47(4): 397-402.
- [9] 胡聘聘, 陈晶阳, 冯强, 陈艳辉, 曹腊梅, 李相辉. Mo 对镍基单晶高温合金组织及持久性能的[J]. *中国有色金属学报*, 2011, 21(2): 332-340.
- HU Pin-pin, CHEN Jing-yang, FHENG Qiang, CHEN Yan-hui, CAO La-mei, LI Xiang-hui. Effects of Mo on microstructure and stress-rupture property of Ni-based single crystal superalloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous metals*, 2011, 21(2): 332-340.
- [10] 侯介山, 丛陪娟, 周兰章, 秦学智, 王勇, 李谷松. Hf 对抗热腐蚀镍基高温合金微观组织和力学性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2011, 21(5): 945-954.
- HOU Jie-shan, CONG Pei-juan, ZHOU Lan-zhang, QIN Xue-zhi, WANG Yong, LI Gu-song. Effect of Hf on microstructure and

- mechanical behavior of hot corrosion resistant Ni-based superalloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2011, 21(5): 945-954.
- [11] 贾丽娜, 李小溅, 沙江波, 张 虎. 定向凝固对 Nb-14Si-22Ti-2Hf-2Al-4Cr 合金组织和高低温力性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2010, 39(8): 1476-1749.
JIA Li-na, LI Xiao-jian, SHA Jiang bo, ZHANG Hu. Effects of directional solidification on microstructure and mechanical properties of Nb-14Si-22Ti-2Hf-2Al-4Cr alloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2010, 39(8): 1476-1749.
- [12] HEMKER K J, MILLS M J, NIX W D. An Investigation of the creep properties of Ni3Al single crystals at intermediate temperatures[J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1991, 39(8): 1901-1913.
- [13] 马文友, 李树索. 热处理对镍基单晶合金微观组织和高温持久性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2006, 16(6): 937-944.
MA Wen-you, LI Shu-suo. Effect of heat treatment on microstructure and stress rupture life of Ni-base single crystal superalloy[J]. *Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2006, 16(6): 937-944.
- [14] LAGNEBORG R, BERGMAN B. The stress/creep rate behavior of precipitation-hardened alloy[J]. *Metal Science*, 1976, 10(1): 20-28.
- [15] TIAN S G, ZENG Z, LIANG F S, ZHANG C, LIU C. Creep behavior of a 4.5%-Re single crystal nickel-based superalloy at intermediate temperatures[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2012, 543: 104-109.
- [16] ZHANG J X, WANG J C, HARADA H, KOIZUMI Y. The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep[J]. *Acta Materialia*, 2005, 53(17): 4623-4633.
- [17] 吴文平, 郭亚芳, 汪越胜, 徐 爽. 镍基单晶高温合金界面位错网在剪切载荷作用下的演化[J]. *物理学报*, 2011, 60(5): 1-7.
WU Wen-ping, GUO Ya-fang, WANG Yu-sheng, XU Shuang. Evolution of interphase misfit dislocation networks in Ni-based single crystal superalloy under shear loading[J]. *Acta Physica Sinica*, 2011, 60(5): 1-7.
- [18] 冯 端, 王业宁, 丘第荣. 金属物理[M]. 北京: 科学出版社, 1975: 234.
FENG Duan, WANG Ye-ning, QIU Di-rong. *Metal physics*[M]. Beijing: Science Press, 1975: 234.
- [19] SVOBODA J, LUKAS P. Creep deformation modelling of superalloy single crystals[J]. *Acta Materialia*, 2000, 48(10): 2519-2528.
- [20] 李振荣, 田素贵, 赵忠刚, 陈礼清, 刘相华. 一种热连轧 GH4169 合金的蠕变行为与断裂机制[J]. *航空材料学报*, 2011, 31(5): 71-76.
LI Zhen-rong, TIAN Su-gui, ZHAO Zhong-gang, LIU Xiang-hua. Creep behavior and fracture mechanism of HCR GH4169 superalloy[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2011, 31(5): 71-76.
- [21] 李志军, 周兰章, 郭建亭, 姚 俊. 新型抗热腐蚀镍基高温合金 K44 的高温低周疲劳行为[J]. *中国有色金属学报*, 2006, 16(1): 136-141.
LI Zhi-jun, ZHOU Lan-zhang, GUO Jian-ting, YAO Jun. Low cycle fatigue behavior of corrosion-resistant nickel base superalloy K44[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2006, 16(1): 136-141.
- [22] 郑运荣, 蔡玉林, 阮中慈, 马书伟. Hf和Zr在高温材料中作用机理研究[J]. *航空材料学报*, 2006, 26(3): 25-34.
ZHANG Yun-rong, CAI Yu-lin, RUAN Zhong-ci, MA Shu-wei. Investigation of effect mechanism of hafnium and zirconium in high temperature materials[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2006, 26(3): 25-34.

(编辑 龙怀中)