



含 Re/Ru 镍基单晶合金的高温蠕变行为和损伤特征

闫化锦^{1,2}, 田素贵², 董志峰¹, 赵国旗², 田 宁², 张顺科²

(1. 中国矿业大学(北京) 机电与信息工程学院, 北京 100083;

2. 贵州工程应用技术学院 机械工程学院, 毕节 551700)

摘 要: 通过蠕变性能测试和组织观察, 研究 4.5%Re/3%Ru 镍基单晶合金在高温的蠕变行为和损伤特征。结果表明: 测定出该合金在(1100 °C, 140 MPa)下的蠕变寿命为 476 h。合金在高温稳态蠕变期间的变形机制是位错在 γ 基体中滑移和攀移越过筏状 γ' 相, 在蠕变后期的变形机制是位错在基体中滑移和剪切筏状 γ' 相。其中, 剪切进入 γ' 相的位错可由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面, 形成的 K-W 锁+APB 组态, 可改善合金的抗蠕变性能。随着大量 $\langle 110 \rangle$ 位错的交替滑移使筏状 γ/γ' 两相扭曲、折断及筏状 γ' 相的晶体旋转, 使其成为亚晶结构, 可降低合金的蠕变抗力。两滑移系的交替开动可使筏状 γ/γ' 两相界面出现微裂纹, 并沿与应力轴垂直方向发生裂纹的扩展, 直至蠕变断裂, 是合金在高温蠕变后期的损伤与断裂机制。

关键词: 镍基单晶合金; Re/Ru; 组织结构; 蠕变损伤; 变形机制

文章编号: 1004-0609(2021)-02-0401-09

中图分类号: TG146.1

文献标志码: A

引文格式: 闫化锦, 田素贵, 董志峰, 等. 含 Re/Ru 镍基单晶合金的高温蠕变行为和损伤特征[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(2): 401–409. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37713

YAN Hua-jin, TIAN Su-gui, DONG Zhi-feng, et al. Creep behavior and damage feature of Re/Ru-containing single crystal nickel-based superalloy at high temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(2): 401–409. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37713

镍基单晶合金的组织结构主要由 γ 、 γ' 两相组成, 其中, 具有 $L1_2$ 有序结构的 γ' 相是合金的强化相^[1], 且合金的蠕变抗力随 γ' 相的强度、数量、体积分数的增加而增加^[2–3], 并且随难熔元素(Re, W, Mo, Ta)含量增加, 合金的高温蠕变抗力增大^[4–5]。尽管高合金化程度的镍基单晶合金在高温服役条件下具有优异的蠕变抗力, 但蠕变损伤仍然是合金的主要失效形式^[4–6]。由于不同成分镍基单晶合金在不同条件下具有不同的变形与损伤特征, 因此, 具有不同成分镍基单晶合金在不同条件的蠕变行为需要进行广泛研究。

研究表明, 含 Re/Ru 合金在 1040 °C 的变形特征是位错剪切进入 γ' 相^[7], 不同成分合金具有

不同蠕变寿命的原因, 归因于合金中 γ 、 γ' 相具有不同的强度和体积分数的^[8]。此外, 镍基单晶合金表现出优异的蠕变抗力与蠕变期间位错发生交替滑移形成的 K-W 锁有关^[9]。也有文献报道, Ni_3Al 单晶在 700 °C^[10]、2%Re 镍基合金在 980 °C^[11]具有良好的抗蠕变性能, 也与形成的 K-W 锁有关。但在 1100 °C 高温蠕变期间含 Re/Ru 单晶合金是否形成和保留 K-W 锁, 仍不清楚。尽管元素 Re/Ru 可大幅度地提高单晶合金的蠕变抗力已得到了广泛的研究^[12–13], 但含 Re/Ru 单晶合金在高温的蠕变行为和变形特性并不清楚。

据此, 本文制备出一种含 4.5%Re/3%Ru 镍基单晶合金, 通过测试 1100~1140 °C 范围内的蠕变性

基金项目: 贵州省重点实验室项目(黔教合 KY 字[2019]053); 贵州省青年成长基金项目(黔教合 KY 字[2019]156); 毕节市联合基金项目(毕科联合字 G[2019]9 号)

收稿日期: 2020-03-17; **修订日期:** 2020-06-11

通信作者: 田素贵, 教授, 博士; 电话: 13889121677; E-mail: tiansugui2003@163.com

能及组织观察,研究了该合金在高温服役条件下的蠕变行为和变形机制。

1 实验

采用选晶法在高温梯度的真空定向凝固炉中制备出[001]取向的 4.5%Re/3%Ru 镍基单晶合金棒材,其试棒的生长方向与[001]取向的偏离控制在 7° 以内。为了避免热处理期间合金中低熔点共晶组织发生初熔,合金采用分级加热的固溶热处理方法。使用的热处理工艺如下: (1300 °C, 2 h)+(1310 °C, 4 h)+(1318 °C, 10 h)+(1325 °C, 10 h)+(1328 °C, 10 h)+(1332 °C, 5 h, AC) 均匀化及固溶热处理, (1180 °C, 4 h, AC) 一次时效处理, (870 °C, 24 h, AC) 二次时效处理。

经完全热处理后,将合金试棒切割成横断面为 2.5 mm×4.5 mm, 标距长为 20 mm 的片状蠕变试样。试样经机械研磨抛光后,置于 GWT504 型蠕变试验机中,测定出合金在不同条件的蠕变性能。

将蠕变断裂后的试样研磨和抛光后,用 20 g CuSO₄+5 mL H₂SO₄+100 mL HCl+80 mL H₂O 溶液进行化学腐蚀,采用 S3400 型扫描电镜观察不同状态合金的组织形貌。部分蠕变样品经过研磨和抛光后,制备成直径为 3 mm、厚度为 50 μm 的薄膜试样,采用 7%高氯酸和 93%乙醇(体积分数)组成的电解液在 253 K 下对试样进行双喷减薄,制备成 TEM 样品后,在透射电镜(TEM)下进行组织形貌的微观观察,研究合金在高温蠕变期间的组织演化和变形机制。

2 结果与分析

2.1 合金的蠕变行为

含 Re/Ru 镍基单晶合金在高温不同条件下测定的蠕变性能,如图 1 所示,其中,合金在 1100、1120、1140 °C 不同温度施加 140 MPa 测量的蠕变寿命分别为 476、241 和 67 h,各自的蠕变曲线如图 1(a) 所示。合金在 1100 °C 施加 140、150、160 MPa 不同应力测量的蠕变寿命分别为 476、351 和 177 h,如图 1(b) 所示。

在施加载荷的蠕变初期,合金的应变及应变速率瞬间增大,发生位错的大量增殖和塞积,增加了

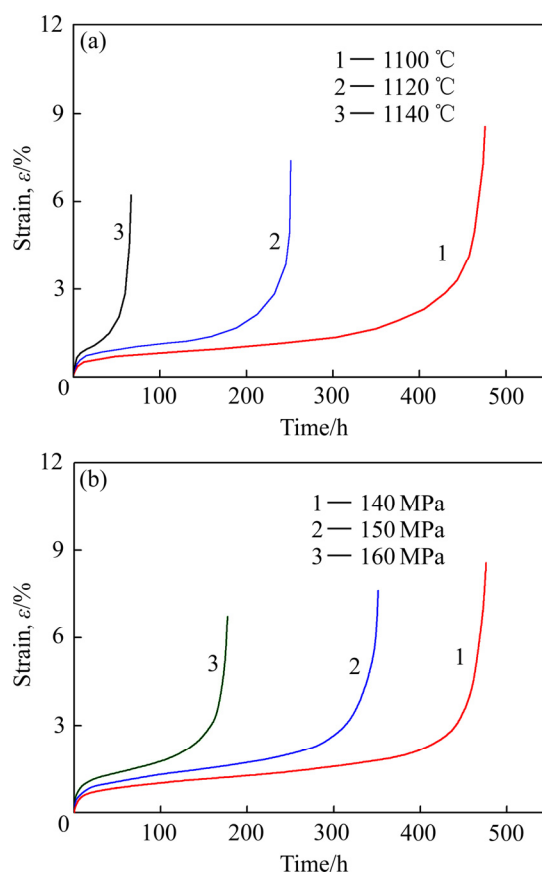


图 1 合金在高温不同条件下测定的蠕变曲线

Fig. 1 Creep curves of alloy under different conditions at high temperature: (a) Apply stress of 140 MPa at various temperatures; (b) Apply different stress at 1100 °C

位错运动的阻力,其产生的加工硬化现象,可降低合金的应变速率。随蠕变进行,热激活可促使位错发生攀移和交滑移(这种现象称之为回复软化),以维持蠕变的进行;随应变速率降低至最小值后,合金的应变速率保持恒定,此时,合金在蠕变期间发生的加工硬化与回复软化现象达到平衡,使合金的蠕变进入稳态阶段。在稳态蠕变期间,合金的应变速率与时间的关系,可用 Norton-Baily 定律表示,其中,蠕变激活能和应力指数可定量评价合金在蠕变条件下的蠕变抗力和变形机制。

其中,在施加温度和应力范围内,合金在稳态期间的蠕变激活能由式(1)表示:

$$Q = \frac{RT_1T_2}{T_1 - T_2} \ln \frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2} \quad (1)$$

式中: Q 是蠕变激活能; R 是摩尔气体常数; T_1 、 T_2 为蠕变温度; $\dot{\epsilon}_1$ 、 $\dot{\epsilon}_2$ 为不同温度下的应变速率。

同理, 在施加温度和应力范围内, 合金在稳态期间的应力指数可由式(2)表示:

$$n = \frac{\ln \dot{\varepsilon}_{S1} - \ln \dot{\varepsilon}_{S2}}{\ln \sigma_1 - \ln \sigma_2} \quad (2)$$

式中: n 为应力指数; σ_1 、 σ_2 为施加的不同应力。根据图 1 中蠕变曲线数据, 分别求出各自的应变速率, 代入式(1)和(2), 可计算出合金在稳态期间的蠕变激活能和应力指数分别为: $Q=517.8$ kJ/mol, $n=4.3$ 。表明在该蠕变温度区间, 合金具有较好的蠕变抗力, 其激活能数值已远高于 Ni 在 γ 基体的自扩散激活能, 且合金高的蠕变抗力与 Re/Ru 原子溶入 γ'/γ 两相, 增加晶格畸变和位错运动阻力有关。由于应力指数在 3~6 之间, 可以推断出合金在稳态蠕变期间的变形机制是位错在基体中滑移和攀移越过筏状 γ' 相^[14]。

随着蠕变进入后期, 位错交替剪切进入筏状 γ' 相, 合金的应变速率增加, 发生颈缩直至蠕变断裂, 这是合金在蠕变后期的损伤与断裂机制。

2.2 蠕变期间的组织演化和变形特征

经完全热处理后, 合金在(001)晶面的组织形貌如图 2 所示, 表明, 合金中的立方 γ' 相沿[100]和[010]方向规则排列, 立方 γ' 相的边缘尺寸约为 0.4~0.5 μm , γ 基体通道的尺寸约为 0.08 μm , 立方 γ' 相与 γ 基体之间未发现界面位错, 故可认为合金的组织结构为立方 γ' 相以共格方式镶嵌在 γ 基体中。

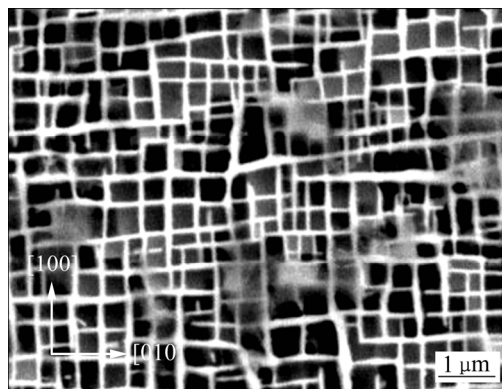


图 2 合金经完全处理后的组织形貌

Fig. 2 Microstructure of alloy after fully treatment

合金经(1100 $^{\circ}\text{C}$, 140 MPa)蠕变不同时间的微观组织形貌, 如图 3 所示。合金蠕变 30 h 的形貌, 如图 3(a)所示。此时, 合金中仅部分 γ' 相相互连接, 转变为垂直于应力轴的筏状结构, 如图 3(a)中区域 A 所示, 另有部分 γ' 相仍为粒状形态, 如图 3(a)中区域 B 所示, 且 γ' 相内无位错。 γ 基体通道的厚度尺寸约为 0.2 μm , 筏状 γ' 相的厚度尺寸约为 0.4~0.5 μm , 且在筏状 γ'/γ 两相界面存在位错网, 如图中箭头所示, γ 基体通道中存在大量位错, 而 γ' 相中无位错。

合金在 1100 $^{\circ}\text{C}$ /140 MPa 蠕变 300 h 后的组织形貌, 见图 3(b), 可以看出, 合金中 γ' 相已完全转变成与应力轴垂直的筏状结构, 筏状 γ' 相略有粗化, 且筏状 γ'/γ 两相的弯曲程度较小, 有位错网位于筏

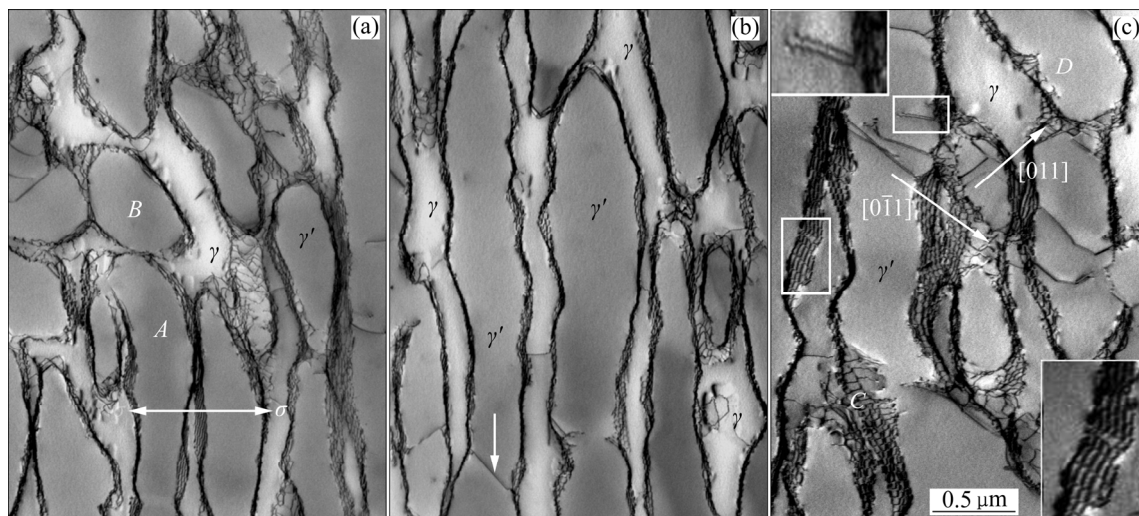


图 3 合金经(1100 $^{\circ}\text{C}$, 140 MPa)蠕变不同时间的组织形貌

Fig. 3 Microstructures of alloy creep for different time at (1100 $^{\circ}\text{C}$, 140 MPa): (a) 30 h; (b) 300 h; (c) 400 h

状 γ'/γ 两相界面, 且仅有少量位错剪切进入 γ' 相, 如图 3(b) 中垂直箭头标注所示。此时, 合金的蠕变应变变量约为 2%, 合金 γ' 相中无位错、或仅有少量位错剪切进入 γ' 相的事实表明, 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, 稳态蠕变期间, 合金中蠕变位错在 γ 基体中运动至筏状 γ'/γ 两相界面, 可与位错网发生反应, 其位错反应的分解分量改变了原来的运动方向, 可促进位错攀移越过筏状 γ' 相^[15]。

合金在 (1100 °C, 140 MPa) 蠕变 400 h 后的组织形貌如图 3(c) 所示。可以看出, 合金中 γ' 相仍保持筏状结构, 筏状 γ' 相已粗化至 0.6 μm , 规则的位错网仍分布在筏状 γ'/γ 两相的界面, 如图 3(c) 的竖直线框中, 其竖直线框区域的放大形貌如图 3(c) 的右下方插图。此时, 合金的蠕变应变约为 2.3%, 并有多位错剪切进入 γ' 相, 由于沿施加应力的 45° 角承受最大剪切应力, 因此, 切入筏状 γ' 相的位错迹线方向多为 $\langle 110 \rangle$, 如图 3(c) 中箭头标注所示。分析认为, 迹线方向为 $[001]$ 的位错为 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面所致, 如图中水平方框所示, 其放大形貌示于该图的左上方, 表明该位错已发生分解, 形成了两不全位错+反向畴界 (APB) 的组态。在较大的塑性变形期间, 位错的交替滑移使合金中筏状 γ' 相发生扭曲, 其扭曲的筏状 γ'/γ 两相形态如图 3(c) 中的区域 C 和 D 所示。

合金经 (1100 °C, 140 MPa) 蠕变 476 h 后断裂, 其试样不同区域的组织形貌, 如图 4 所示。图 4(a) 所示为样品观察区域示意图, 样品 A~D 区域的组织

形貌分别示于图 4(b)~(e)。区域 A 是样品肩部, 为样品无应力区, 该区域 A 的组织形貌, 如图 4(b) 所示。可以看出, 合金中该区域仅部分 γ' 相沿垂直于应力轴方向转变成筏状结构, 筏状 γ' 相的厚度尺寸约为 0.6 μm , 且大部分 γ' 相仍保持粒状形态, 如图 4(b) 中箭头所示。区域 B 的组织形貌如图 4(c) 所示, 该区域有较大的承载面积, 故仅承受较小的应力, 该区域在高温长时间承受较小应力作用下, 合金中 γ' 相已完全沿垂直于应力轴方向转变成 N-型筏状结构, 筏状 γ' 相形态较为平直, 其厚度尺寸约为 0.6 μm 。

在施加较大拉应力的区域 C, 合金中 γ' 相仍为筏状结构, 筏状 γ' 相的厚度尺寸已粗化至 0.7 μm , 由于该区域应变变量较大, 其筏状 γ' 相已发生较大的扭曲变形, 筏状 γ'/γ 两相的取向与垂直于应力轴方向的扭曲角度约为 35°, 如图 4(d) 的线段标注所示。在近断口的区域 D, 筏状 γ'/γ 两相的粗化加剧, 粗化后的 γ'/γ 两相厚度尺寸约为 0.8 μm , 其较大的塑性变形使其筏状 γ'/γ 两相扭曲程度加剧, 筏状 γ'/γ 两相扭曲后, 与垂直于应力轴方向的扭曲角度约为 35°, 如图 4(e) 的线段标注所示。此外, 由于样品在该区域发生颈缩, 其较大的变形量使该区域筏状 γ' 相发生扭曲, 直至折断, 转变成的类似块状形态, 如图 4(e) 中箭头所示。

合金经 (1100 °C, 140 MPa) 蠕变 476 h 断裂后, 近断口区域的微观组织形貌, 如图 5 所示, 可以看出, 在该区域合金中 γ' 相已发生粗化, 较大 γ' 相尺寸已粗化至约 0.8 μm , γ 基体通道的尺寸约为

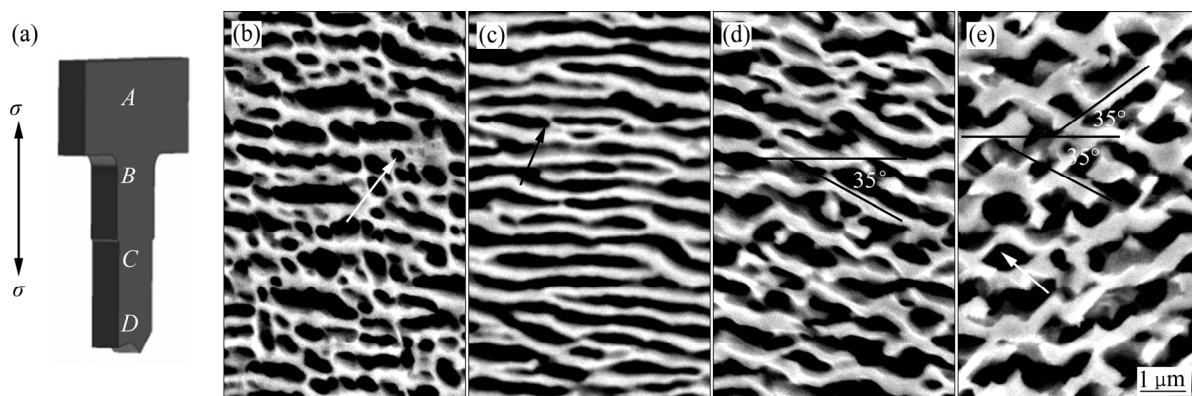


图 4 合金经 (1100 °C, 140 MPa) 蠕变 467 h 断裂后试样不同区域的组织形貌

Fig. 4 Microstructures of different regions of sample after crept for 467 h up to fracture at (1100 °C, 140 MPa): (a) Schematic diagram of marking observed regions in sample; (b), (c), (d), (e) SEM images of A, B, C and D regions, respectively

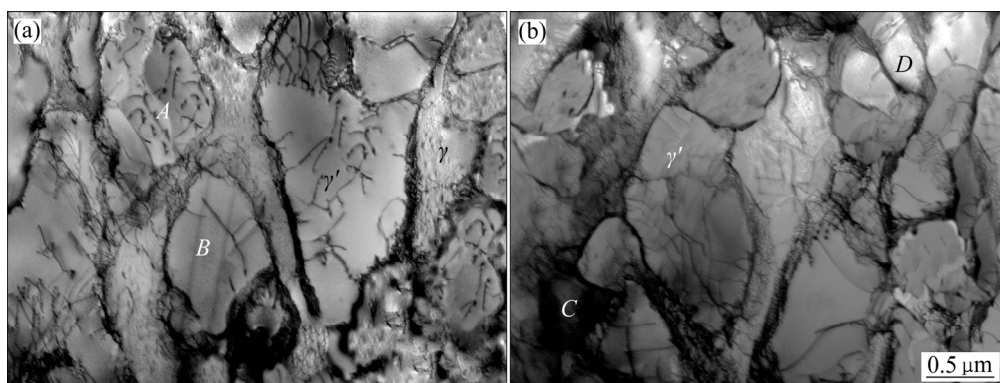


图5 合金经(1100 °C, 140 MPa)蠕变 467 h 断裂后的组织形貌

Fig. 5 Microstructure of alloy crept for 476 h up to fracture at (1100 °C, 140 MPa): (a) Dislocations shearing γ' phase; (b) Subgrain formed in region near fracture

0.3~0.4 μm , 如图 5(a)所示。由于该区域发生较大的塑性变形, 致使其原来完整平直的筏状 γ' 相已发生扭曲和破碎, 转变成块状形态, 如图 5(a)中区域 A、B 所示, 并有大量位错剪切进入 γ' 相, 其中, γ' 相中的位错迹线方向各异, 呈现位错缠结特征。大量位错剪切进入 γ' 相的事实表明, 蠕变后期, 在合金的该区域已失去蠕变抗力。

在近断口另一区域的组织形貌, 如图 5(b)所示, 可以看出, 该区域中筏状 γ' 相也已发生粗化, 合金 γ 基体中存在大量位错, 并有大量位错剪切进入筏状 γ' 相。由于该区域已发生较大塑性变形, 且筏状 γ' 相的粗化和扭曲程度加剧, 特别是该区域中筏状 γ' 相已转变成类似块状形态, 且块状形态的 γ' 相衬度表现出与其它区域明显不同, 表现出亚晶结构特征, 如图 5(b)中区域 C、D 所示。分析认为, 蠕变后期, 较大塑性变形致使蠕变样品在该区域发生缩颈, 其大量位错剪切进入 γ' 相, 使部分 γ' 相发生晶体旋转, 致使该 γ' 相与相邻 γ' 相的晶体取向发生偏差, 从而形成亚晶结构^[16]。因此, 在相同衍射条件下, 发生晶体旋转、形成亚晶结构的 γ' 相衬度与相邻 γ' 相的衬度具有明显差别。

2.3 裂纹的萌生与扩展

经 1100 °C/140 MPa 蠕变 476 h 断裂后, 在近断口区域沿 γ/γ' 两相界面, 合金中裂纹发生萌生与扩展的形态如图 6 所示, 施加应力的方向如图中箭头标注所示。

蠕变后期, 大量位错在合金基体中滑移至筏状

γ' 相界面受阻, 并在界面区域发生塞积, 产生应力集中, 当应力集中的数值超过合金中 γ' 相的屈服强度时, 筏状 γ/γ' 两相界面的位错网被损坏^[17], 使位错在 γ/γ' 两相界面处切入 γ' 相。随蠕变进行, 切入 γ' 相的位错数量增加, γ' 相的蠕变抗力降低, 并促使合金发生较大的塑性变形。在施加载荷的最大剪切应力作用下, 合金中 (110) 位错剪切进入筏状 γ' 相, 如图 3(c)所示, 位错的交替滑移致使合金中筏状 γ' 相发生扭曲, 其扭曲的筏状 γ/γ' 两相形态(见图 5), 并导致筏状 γ/γ' 两相界面形成微孔, 如图 6(a)区域 A 所示。

随蠕变进行, 筏状 γ/γ' 两相界面的微孔发生聚集, 形成微裂纹, 并在该裂纹尖端区域再次产生应力集中, 其应力集中值可促使该裂纹沿与应力轴垂直方向扩展, 其中, 裂纹扩展的初始形貌如图 6(b)中区域 B 所示。随着蠕变进行, 在不同横断面裂纹扩展后形成宏观大尺寸裂纹如图 6(c)所示, 使合金承载的有效面积减小, 蠕变抗力急剧下降。当不同横断面扩展的裂纹由撕裂棱相互连接时, 合金发生蠕变断裂, 这被认为是合金在高温蠕变后期的损伤与断裂机制。

3 讨论

3.1 γ' 相的筏形化机理

在高温低应力蠕变条件下, 合金中 γ' 相发生了形筏化转变, 其中, 蠕变期间的筏形化转变对合金的蠕变特征与机制有重要的影响。对 γ' 相筏形化原

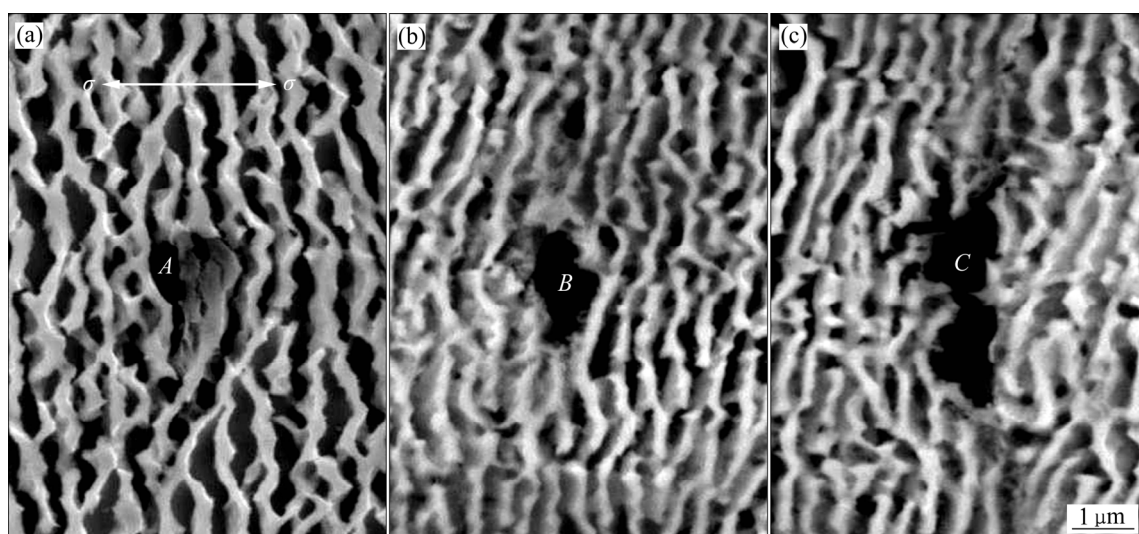


图 6 合金经(1100 °C, 140 MPa)蠕变 476 h 断裂后, 近断口区域裂纹的萌生与扩展

Fig. 6 Initiation and propagation of crack in region near fracture after crept for 476 h at (1100 °C, 40 MPa): (a) Initiation of crack; (b) Growth of crack; (c) Crack propagated along γ/γ' phase interface

理的分析认为^[18], 在高温施加[001]拉应力作用下, 合金中立方 γ' 相的(100)和(010)晶面沿[001]方向发生晶格扩张应变, 而立方 γ' 相的(001)晶面发生晶格收缩^[19], 其收缩的晶格可排斥较大半径的 Al、Ta 原子, 而扩张的晶格应变可吸收较大半径的 Al、Ta 原子, 其立方 γ' 相中排斥和吸收原子引起的自由能变化, 可促使合金中较大半径的 Al、Ta 原子发生由(001)晶面扩散至(100)和(010)晶面的扩散。其中, 与立方 γ' 相(100)和(010)晶面相邻的竖直 γ 基体相发生晶格扩张, 其扩张的晶格应变可吸收较大半径的 Al、Ta 原子, 使其竖直通道中的 γ 基体相转变成 γ' 相, 故促使合金中原立方 γ' 相沿垂直于应力轴方向, 定向生长成为 N-型筏状结构。而与立方 γ' 相相邻的竖直通道中 γ 基体相转变成 γ' 相后, 可排斥竖直通道 γ 基体中 W、Mo、Cr 等原子; 随 γ' 相的定向生长, 竖直通道中排斥的 W、Mo、Cr 原子数量增加, 其浓度差可促使该类原子由竖直通道扩散至水平通道, 使合金中与应力轴垂直的水平通道 γ 基体厚度尺寸增加, 如图 3 所示。

此外, 单晶合金中 γ' 相在高温的弹性模量大于 γ 基体相的弹性模量^[20], 即在高温时: $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$ 。在高温施加拉应力作用下, 合金中 γ 基体相发生的应变较大(应变能较大), 而吸收较大半径的 Al、Ta 原子, 使其转变成 γ' 相的过程, 可降低合金的应变能。因此, 在高温拉应力蠕变期间, 合金中立方 γ' 相总

是沿着[010]和[100]方向定向生长, 其中, γ' 、 γ 两相的弹性模量差异也是促使合金中 γ' 相发生筏形化转变的重要原因之一。

蠕变期间的组织观察表明, 在高温恒定载荷的稳态蠕变期间, 合金中 γ' 相已完全转变成与应力轴垂直的筏形结构, 随蠕变至后期, 样品的应变增大直至发生颈缩, 使样品至近断口的不同区域承载有效面积较小, 有效应力增大。特别是随样品施加恒定载荷的有效应力增大, 合金中 γ' 相的粗化和扭曲程度增加(如图 4 所示), 这表明合金中 γ' 相的粗化程度随施加有效应力的增加而增大。此外, 由于样品的颈缩区域发生较大的塑性变形, 大量位错剪切进入筏状 γ' 相, 可促使合金中筏状 γ' 相发生扭折, 使其筏状 γ' 相转变成与垂直于应力轴呈 35°角的扭曲形态, 进一步发生折断, 使其转变成粒状结构, 或发生晶体旋转, 使其形成亚晶结构, 如图 4 和图 5 所示。其中, 高温蠕变期间, 样品夹头限制拉伸轴线的偏转, 是使其发生晶体旋转的原因之一。此外, 蠕变后期试样发生颈缩后, 样品的应力状态也由单轴拉应力转变成三向应力, 这也可促使颈缩区发生晶体转动。

有关合金中 γ' 相发生定向粗化的研究表明^[20-21], 合金发生颈缩后的多轴应力, 可加剧 γ' 相沿平行于应力轴方向的尺寸粗化。此外, 蠕变初期, 合金中 γ' 相由立方体形态转变成筏状结构, 使合金单位体

积 γ/γ' 两相的界面面积减少,可提高合金的组织稳定性,降低合金的应变速率,如图1所示。而在蠕变后期,合金的较大应变量使其筏状 γ' 相碎化,增加了 γ/γ' 两相的界面面积,也可加速合金的应变速率,直至发生合金的蠕变断裂,如图1的蠕变曲线中第三阶段。以上分析与实验结果相一致。

3.2 K-W 锁对高温蠕变机制的影响

组织观察表明,高温蠕变后期,剪切进入 γ' 相的位错可由(111)面交滑移至(100)面,形成具有面角特征的 K-W 锁,交滑移进入(100)面的位错也可发生分解形成不全位错,两不全位错之间形成反相畴界(APB)如图3(c)方框中所示。位错剪切进入筏状 γ' 相,并发生交滑移及分解,其形成不全位错+APB的示意图,如图7所示。图中箭头表示位错滑移和交滑移的方向,位错所在滑移面如图中黑色粗实线所示。

单晶镍基合金中 γ/γ' 两相均具有面心立方结构(FCC), {111} 为易滑移面。高温蠕变后期在应力集中作用下,基体中滑移位错可由 {111} 面剪切进入 γ'

相,而 γ' 相中位错再由 {111} 面交滑移至 {100} 面,形成 K-W 锁,图3(c)中方框及示意图7(a)中箭头所示。进一步,交滑移至 {100} 面的位错可发生分解,形成不全位错+APB 的组态,如图7(b)所示,其位错反应式如下:



由于位于 {100} 面的 $(a/2)\langle 011\rangle$ 位错为不动位错,可抑制位错的滑移和交滑移,为使 {100} 面位错再次激活,重新在 {111} 面滑移,需要更高的能量。因此,高温蠕变期间形成的 K-W 锁位错组态,可改善合金的蠕变抗力,提高蠕变的蠕变性能^[22]。

此外,关于 Re/Ru 作用的研究表明^[23],一方面 Ru 元素可使合金中筏状 γ' 相的厚度尺寸增加,导致位错攀移越过筏状 γ' 相的速率降低;另一方面, Ru 与 Re、W 原子的相互作用,或形成的 Re 原子团也可抑制和延缓 γ' 相中元素的扩散,阻碍位错在基体中运动^[24],并延缓 K-W 锁中位错的释放,使其在高温蠕变期间合金 γ' 相中仍可保留大量 K-W 锁,这是含 Re/Ru 合金在高温仍保持良好蠕变抗力的另一重要原因。

4 结论

1) 测定出含 4.5%Re/3%Ru 单晶合金在 (1100 °C, 140 MPa) 下的蠕变性能为 476 h, 具有良好的高温蠕变性能。

2) 高温稳态蠕变期间,合金中 γ' 相已转变成与应力轴垂直的筏形结构,并在筏形 γ/γ' 两相界面形成规则的位错网;合金在稳态蠕变期间的变形机制是位错在 γ 基体中滑移和攀移越过筏形 γ' 相。

3) 合金在高温蠕变后期的变形机制是位错在基体中滑移和剪切筏状 γ' 相,其中,剪切进入 γ' 相的位错可由 {111} 面交滑移至 {100} 面形成 K-W 锁+APB 的组态,该位错组态可抑制位错的滑移和交滑移,改善合金的高温蠕变抗力。

4) 高温蠕变后期,位错剪切进入筏状 γ' 相的数量增加,大量 $\langle 110\rangle$ 位错的交替滑移即可使筏状 γ/γ' 两相扭曲、折断,也可使筏状 γ' 相发生晶体旋转,使其成为亚晶结构,并降低了合金的蠕变抗力。进一步,两滑移系的交替开动使筏状 γ/γ' 两相界面发生微孔聚集,形成微裂纹,并沿与应力轴垂直方向

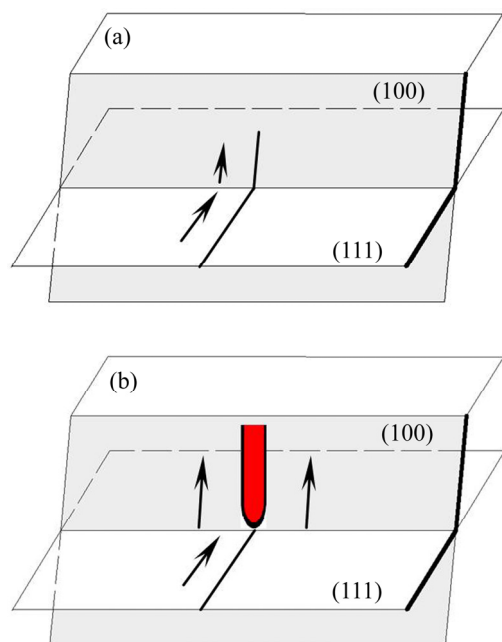


图7 位错由{111}面交滑移至{100}面形成 K-W 锁的示意图

Fig. 7 Schematic diagrams of K-W locks being formed by cross-slipping of dislocations from {111} to {100} plane: (a) Cross slip of dislocations; (b) Decomposition of dislocation

发生裂纹扩展,直至蠕变断裂,是合金在高温蠕变后期的损伤与断裂机制。

REFERENCES

- [1] FUCHS G E. Solution heat treatment response of a third generation single crystal Ni-base superalloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 300(1/2): 52–60.
- [2] CUI Ren-jie, HUANG Zhao-hui. Microstructural evolution and stability of second generation single crystal nickel-based superalloy DD5[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2016, 26(8): 2079–2085.
- [3] 孙晓峰, 金涛, 周亦胄, 等. 镍基单晶高温合金研究进展[J]. *中国材料进展*, 2012, 31(12): 1–11.
SUN Xiao-feng, JIN Tao, ZHOU Yi-wei, et al. Research progress of nickel base single crystal superalloy[J]. *Materials China*, 2012, 31(12): 1–11.
- [4] XIANG J Y, XIE F Q, WU X Q, et al. Study on development trend of superalloy in China based on patent analysis[J]. *Materials Review*, 2014, 28(2): 100–106.
- [5] GUO J T, ZHOU L Z, YUAN C, et al. Microstructure and properties of several originally invented and unique superalloys in China[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2011, 21(2): 237–249.
- [6] 王小蒙, 王天佑, 赵子华, 等. 涡轮叶片蠕变损伤行为及固溶处理对叶片材料性能的影响[J]. *航空学报*, 2014, 35(10): 2784–2793.
WANG Xiao-meng, WANG Tian-you, ZHAO Zi-hua, et al. Effect of creep damage behavior and solution treatment on properties of turbine blades[J]. *Journal of Aeronautics*, 2014, 35(10): 2784–2793.
- [7] HEMKER K J, MILLS M J, NIX W D. An investigation of the mechanisms that control intermediate temperature creep of Ni_3Al [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1991, 39(8): 1901–1913.
- [8] ZHANG J X, WANG J C, HARADA H, et al. 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.
- [9] TIAN S G, ZHANG B S, SHU D L, et al. Creep properties and deformation mechanism of the containing 4.5Re/3.0Ru single crystal nickel-based superalloy at high temperatures[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2015, 643: 119–126.
- [10] HECKL A, NEUMEIER S, GOKEN M. The effect of Re and Ru on γ/γ' microstructure, γ -solid solution strengthening and creep strength in nickel-base superalloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2011, 528: 3435–3444.
- [11] TIAN S G, WU J, SHU D L, et al. Influence of element Re on deformation mechanism within γ' phase of single crystal nickel-based superalloys during creep at elevated temperatures[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2014, 616: 260–267.
- [12] 田宁, 田素贵, 张宝帅, 等. 应力时效对 DZ125 镍基合金组织演化及蠕变抗力的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2018, 28(3): 536–546.
TIAN Ning, TIAN Su-gui, ZHANG Bao-shuai, et al. Effect of stress aging on microstructure evolution and creep resistance of DZ125 nickel superalloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2018, 28(3): 536–546.
- [13] YEH A C, TIN S. Effects of Ru and Re additions on the high temperature flow stresses of Ni-based single crystal superalloys[J]. *Scripta Materialia*, 2005, 52(6): 519–524.
- [14] LIU S, LIU C, GE L, et al. Effect of interactions between elements on the diffusion of solutes in Ni-X-Y systems and γ' -coarsening in model Ni-based superalloys[J]. *Scripta Mater*, 2017, 138: 100–104.
- [15] SHI Z X, LI J R, LIU S Z, et al. Effect of Ru on stress rupture properties of nickel-based single crystal superalloy at high temperature[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012, 22(9): 2106–2111.
- [16] 梁爽, 田素贵, 刘智鑫, 等. 含 Mo 单晶镍基合金的高温蠕变及损伤行为[J]. *中国有色金属学报*, 2017, 27(5): 911–919.
LIANG Shuang, TIAN Su-gui, LIU Zhi-xin, et al. Creep and damage behavior of containing Mo nickel-based single crystal superalloy at high temperature[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2017, 27(5): 911–919.
- [17] 田素贵, 李秋阳, 郭忠苹, 等. 固溶温度对单晶镍基合金成分偏析和蠕变行为的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2014, 24(3): 668–677.
TIAN Su-gui, LI Qiu-yang, GUO Zhong-ping, et al. Influence of solution temperature on composition segregation and creep behaviors of single crystal nickel based superalloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2014, 24(3): 668–677.
- [18] 彭志方, 任遥遥, 樊宝珍, 等. 镍基单晶高温合金 γ' 的定向粗化机理[J]. *金属学报*, 1999(1): 9–14.
PENG Zhi-fang, REN Yao-yao, FAN Bao-zhen, et al. A mechanism for directional coarsening of γ' precipitates in single crystal nickel-base superalloys[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 1999(1): 9–14.
- [19] TIAN S G, WANG M G, LI T, et al. Influence of TCP phase

- and its morphology on creep properties of single crystal nickel-based superalloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(21): 5444–5451.
- [20] REHMAN H U, URST K D, NEUMEIER S. Nanoindentation studies of the mechanical properties of the μ phase in a creep deformed Re containing nickel-based superalloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2015, 634(Supplement C): 202–208.
- [21] MATUSZEWSKI K, RETTIG R, MATYSIAK H, et al. Effect of ruthenium on the precipitation of topologically close packed phases in Ni-based superalloys of 3rd and 4th generation[J]. *Acta Materialia*, 2015, 95(Supplement C): 274–283.
- [22] 李 影, 苏 彬. 镍基单晶高温合金的反常屈服行为与变形机制[J]. *材料工程*, 2004(3): 45–48.
- LI Ying, SHU Bin. Abnormal yield behavior and deformation mechanism of nickel base single crystal superalloy[J]. *Material Engineering*, 2004(3): 45–48.
- [23] 陈晶阳, 赵 宾, 冯 强, 等. Ru 和 Cr 对镍基单晶高温合金 γ/γ' 热处理组织演变的影响[J]. *金属学报*, 2010, 46(8): 897–906.
- CHEN Jing-yang, ZHAO Bin, FENG Qiang, et al. The effect of Ru and Cr on microstructure evolution of nickel-based single crystal superalloy γ/γ' heat treatment[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2010, 46(8): 897–906.
- [24] 彭志方, 严演辉. 镍基单晶高温合金 CMSX-4 相形态演变及蠕变各向异性[J]. *金属学报*, 1997, 33(11): 1147–1154.
- PENG Zhi-fang, YAN Yan-hui. Phase morphology evolution and anisotropic creep behaviour of nickel-base single crystal superalloy CMSX-4[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2010, 33(11): 1147–1154.

Creep behavior and damage feature of Re/Ru-containing single crystal nickel-based superalloy at high temperature

YAN Hua-jin^{1,2}, TIAN Su-gui², DONG Zhi-feng¹, ZHAO Guo-qi², TIAN Ning², ZHANG Shun-ke²

(1. School of Mechanical Electronic & Information Engineering, China University of Mining & Technology, Beijing 100083, China;

2. School of Mechanical Engineering, Guizhou University of Engineering Science, Bijie 551700, China)

Abstract: The creep behavior and damage feature of a 4.5%Re/3%Ru-containing single crystal nickel-based superalloy at high temperature were investigated of creep property measurement and microstructure observation. The results show that the creep life of alloy at (1100 °C, 140 MPa) is measured as 476 h. During steady state creep at high temperature, the deformation mechanism of alloy is dislocation slipping in γ matrix and climbing over the rafted γ' phase. In the later stage of creep, the deformation mechanism of alloy is dislocations slipping in γ matrix and shearing into the rafted γ' phase. Wherein the dislocations shearing into γ' phase can cross-slip from $\{111\}$ to $\{100\}$ planes to form the configuration of K-W locking + APB, which may improve the creep resistance of alloy. The alternated slipping of a large number of $\langle 110 \rangle$ dislocations causes both the twisting and breaking of the rafted γ/γ' phases and the crystal rotation of γ' phase to form the sub-grain structure, which may reduce the creep resistance of alloy. Furthermore, the alternated activation of the initiation/secondary slipping systems may promote the initiation of cracks occurring in the rafted γ/γ' interface, and the cracks are propagated along the interface perpendicular to the stress axis until creep fracture, which is the damage and fracture mechanism of alloy in the later stage creep at high temperature.

Key words: single crystal nickel-based superalloy; Re/Ru; microstructure; creep damage; deformation mechanism

Foundation item: Project(Qianjiaohe KY [2019] 053) supported by Guizhou Key Laboratory, China; Project (Qianjiaohe KY [2019] 156) supported by Youth Growth Foundation of Guizhou Province, China; Project(Bike joint word G [2019] No.9) supported by Jiont Foundation of Bijie, China

Received date: 2020-03-17; **Accepted date:** 2020-06-11

Corresponding author: TIAN Su-gui; Tel: +86-13889121677; E-mail: tiansugui2003@163.com

(编辑 王 超)