



6%Re/5%Ru 单晶镍基合金的超高温蠕变行为和影响因素

赵国旗^{1,2}, 田素贵^{1,2}, 刘丽荣¹, 田宁²

(1. 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110870;
2. 贵州工程应用技术学院 机械学院, 毕节 551700)

摘 要: 通过对 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金(质量分数)进行蠕变性能测试和组织观察, 研究了合金的超高温蠕变行为和影响因素。结果表明: 测定出合金在(1160 °C, 120 MPa)的蠕变寿命为 206 h。中期稳态阶段, 位错在基体中滑移和攀移越过 γ' 相是合金的变形特征, γ 基体中溶解的难熔元素可增加位错在基体中运动的阻力。超高温蠕变期间, 随温度提高 γ' 相发生溶解, 可减小筏状 γ' 相的尺寸, 提高位错攀移越过 γ' 相的速率, 特别是当温度大于 1170 °C 时, 合金的施加温度敏感性使筏状 γ' 相的尺寸减小, 应变速率提高, 这是合金蠕变寿命大幅度降低的主要原因。蠕变后期, 基体位错可在位错网破损处切入 γ' 相, 其中, 切入 γ' 相的位错可由 {111} 面交滑移至 {100} 面形成 K-W 锁, 抑制位错的滑移和交滑移, 可改善合金的蠕变抗力。而在颈缩区域较大的有效应力可开动位错的双取向滑移, 致使筏状 γ' 相扭折, 并在扭折区域发生裂纹的萌生和扩展, 直至断裂, 这是合金在超高温蠕变期间的变形和损伤机制。

关键词: 单晶镍基合金; 6.0%Re/5.0%Ru; 超高温蠕变; 位错网; 变形; 损伤; K-W 锁

文章编号: 1004-0609(2021)-04-0868-11

中图分类号: TG115.9

文献标志码: A

引文格式: 赵国旗, 田素贵, 刘丽荣, 等. 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金的超高温蠕变行为和影响因素[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(4): 868-878. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36605

ZHAO Guo-qi, TIAN Su-gui, LIU Li-rong, et al. Creep behavior and effect factors of 6%Re/5%Ru single crystal nickel-based superalloy at ultra-high temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(4): 868-878. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36605

单晶镍基合金无晶界, 且具有高体积分数的 γ' 强化相和优异的高温力学性能和蠕变抗力, 因此, 被广泛用于制备先进航空发动机的叶片部件^[1-2]。随着先进航空发动机功率和推重比需求的提高, 要求发动机热端部件制备材料有更高的承温能力^[1]。添加 W、Mo、Ta、Re 和 Ru 等难熔元素可提高合金的承温能力, 特别是含 Re 单晶合金中加入 Ru, 可有效抑制 TCP 相析出^[3-5], 并大幅度提高合金的承温能力^[6-7], 并认为在含 6%Re 合金(质量分数)中

加入 5%Ru, 是第五代单晶合金的主要成分特征^[8-10], 因此, 高浓度 Re/Ru 单晶镍基合金的组织与性能得到国内外研究者的广泛关注^[11-12]。

γ 、 γ' 相分别是单晶镍基合金的基体和强化相^[13], 两相均具有面心立方(FCC)结构, 有相近的晶格常数; 其中, γ' 相具有 $L1_2$ 有序结构, 且随合金中难熔元素含量增加, γ 、 γ' 两相中难熔元素合金化程度提高, 可提高两相和合金的强度。经完全热处理后, 合金中立方 γ' 相以共格方式均匀镶嵌在 γ 基

基金项目: 贵州省科技计划资助项目(黔科合基础[2020]1Y198, 黔科合支撑[2019]2870, 黔科合平台人才 20175502); 毕节市科学技术项目(毕科合字[2019]2, 毕科合字[2017]05); 贵州省高等学校特色重点实验室资助项目(黔教合 KY 字[2019]053); 贵州省科学技术基金资助项目(黔科合 LH 字[2014]7528)

收稿日期: 2020-07-01; 修订日期: 2020-10-25

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

体中。且随难熔元素溶入的浓度不同, 单晶镍基合金中 γ 、 γ' 两相的晶格常数略有差异, 并使 γ/γ' 两相的共格界面产生晶格错配度。

在高温蠕变和服役条件下, 单晶镍基合金中 γ 、 γ' 两相可发生粗化, 并在 γ/γ' 两相界面出现位错网^[14], 使原来 γ/γ' 两相的共格界面转变为半共格界面, 可降低两相界面的错配应力^[15], 改善合金的组织稳定性。特别是高温蠕变期间, 基体中位错运动至 γ 、 γ' 两相界面, 与位错网发生反应, 可改变位错的运动方向, 促使位错发生攀移^[16], 延缓应力集中。因此, 单晶镍基合金中存在位错网, 可协调因位错塞积产生的形变硬化和回复软化现象, 具有改善合金蠕变抗力的作用^[17]。但在蠕变期间, 温度是否对高浓度 Re/Ru 合金中 γ' 相的尺寸、体积分数和位错网的形成及作用有影响并不清楚。有文献报道^[18], 尽管在蠕变后期的无 Re/Ru 合金和含 Re/Ru 合金中, 剪切进入 γ' 相的位错既可分解形成不全位错+APB 组态, 又可形成不全位错+SISF 组态, 但高浓度 Re/Ru 单晶镍基合金的超高温蠕变行为和影响因素, 仍不清楚。

为此, 本文制备出一种含 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金, 在(1160~1180 °C, 110~130 MPa)范围内进行蠕变性能测试和组织观察, 结合位错组态的衍衬分析, 研究 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金在超高温条件下的蠕变行为和影响因素, 试图为该合金的开

发与应用提供理论依据。

1 实验

采用选晶法将名义化学成分为 Ni-Al-Ta-Cr-Co-Mo-W-6.0%Re-5.0%Ru 的母合金置于型号为 ZGD-2 的高温梯度真空定向凝固炉中, 采用螺旋选晶法制备出尺寸为 d 16 mm×200 mm、晶体取向为 [001] 的单晶镍基合金试棒, 定向凝固期间, 恒温温度均为 1550 °C, 抽拉速率均为 3.0 mm/min。采用 Laue 背反射法, 测定出试棒的生长方向与 [001] 取向的偏差在 7° 以内。

铸态合金中, (001) 晶面的枝晶干具有“十”字形貌特征, 如图 1(a) 所示。图 1(b) 和 (c) 所示分别为枝晶干和枝晶间区域的放大形貌。可以看出, 单晶镍基合金由 γ' 相和 γ 相组成, 枝晶干区域的 γ' 相较细小, 其尺寸分布及排列较不均匀, 呈现不规则的蝶状形貌, 尺寸为 0.2~0.5 μm ; 枝晶间区域的 γ' 相较粗大, 其尺寸为 0.9~1.3 μm 。

该 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金选用的热处理制度为: (1300 °C, 2 h)+(1310 °C, 6 h)+(1315 °C, 10 h)+(1323 °C, 10 h)+(1328 °C, 10 h)+(1332 °C, 5 h, 空冷); 之后, 在 1180 °C 保温 4 h, 空冷, 进行一次时效处理; 在 870 °C 保温 24 h, 空冷, 进行二次时效处理。

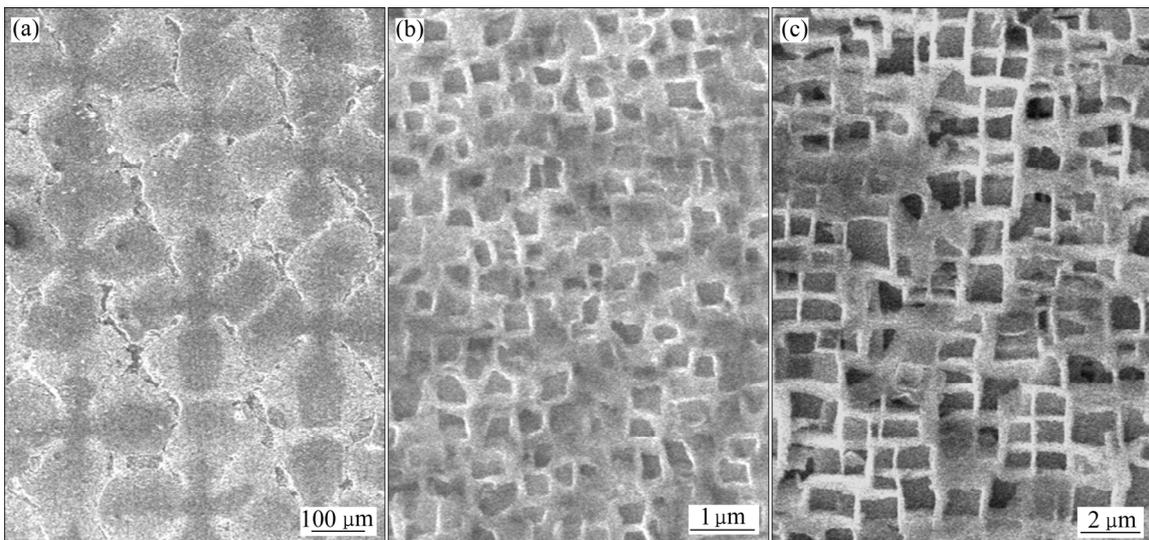


图 1 铸态合金中的枝晶形貌

Fig. 1 Creep curves of 6%Re/5%Ru-containing alloy at various conditions: (a) Dendrite morphology on (001) plane; (b) γ' phase in dendrite region; (c) γ' phase in inter-dendrite region

完全热处理后,将单晶镍基合金试棒加工成横断面为 $4.5\text{ mm}\times 2.5\text{ mm}$,标距长为 20 mm 的试样。经机械研磨和抛光后,将试样置入CTM504A型高温蠕变/持久试验机中,在 $1160\sim 1180\text{ }^\circ\text{C}$ 超高温条件下进行蠕变性能测试,研究 $6.0\%\text{Re}/5.0\%\text{Ru}$ 单晶镍基合金的超高温蠕变行为。采用型号为S3400的SEM和型号为JEM-2000FXII的TEM对蠕变不同时间和断裂后的单晶镍基合金进行组织观察,研究其在超高温蠕变期间的组织形态演化规律、位错网的特征和变形机制。

2 结果与分析

2.1 $6.0\%\text{Re}/5.0\%\text{Ru}$ 单晶镍基合金的高温蠕变行为

$6.0\%\text{Re}/5.0\%\text{Ru}$ 单晶镍基合金经完全热处理后,在 $1170\text{ }^\circ\text{C}$ 分别施加 110 MPa 、 120 MPa 和 130 MPa 的载荷,测定其蠕变曲线,如图2(a)所示。由图2(a)可见,较大的应变和应变速率发生在合金的蠕变初期,且持续时间较短,当应变量为 0.8% 时,单晶镍基合金的蠕变进入中期稳态阶段。测定出中期稳态期间的应变速率分别为 $0.0077\%/h$ 、 $0.0176\%/h$ 和 $0.0225\%/h$,单晶镍基合金的蠕变寿命分别为 193 h 、 155 h 和 115 h 。

单晶镍基合金在不同温度施加 120 MPa 应力测定的蠕变曲线,如图2(b)所示。由图2(b)可见,测定出中期稳态期间的应变速率分别为 $0.0083\%/h$ 、 $0.0176\%/h$ 和 $0.0219\%/h$,测定出合金的蠕变寿命分别为 206 h 、 155 h 和 55 h 。特别是当施加应力为 120 MPa ,蠕变温度由 $1170\text{ }^\circ\text{C}$ 提高至 $1180\text{ }^\circ\text{C}$ 时,单晶镍基合金的寿命由 155 h 降低至 55 h ,蠕变寿命的降低幅度达 64.5% 。这表明在 120 MPa 施加应力下,试验温度高于 $1170\text{ }^\circ\text{C}$ 时,单晶镍基合金的抗蠕变能力展示出强烈的施加温度敏感性。

单晶镍基合金的瞬间应变发生在高温加载的瞬间,其位错迅速增殖并在基体中滑移,充填在立方 γ' 相之间。在超高温蠕变期间,随时间延长,单晶镍基合金中激活的位错数量增加,其形变硬化的作用降低了合金的应变速率。同时,热激活促使单晶镍基合金中位错发生滑移和攀移,可减缓局部区域的应力集中,当应变硬化与回复软化达到平衡

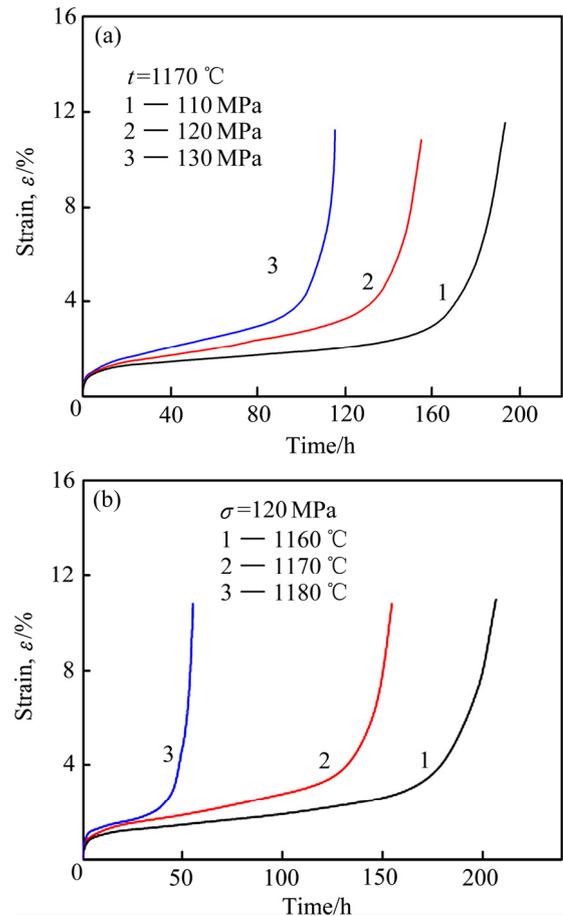


图2 $6\%\text{Re}/5\%\text{Ru}$ 单晶镍基合金在不同条件的蠕变曲线
Fig. 2 Creep curves of $6\%\text{Re}/5\%\text{Ru}$ single crystal nickel-based superalloy under various conditions: (a) Applied various stresses at $1170\text{ }^\circ\text{C}$; (b) Under various temperatures at 120 MPa

时,合金的蠕变进入中期稳态阶段。一旦蠕变进入中期稳态阶段,单晶镍基合金的应变速率保持恒定,其应变速率可用Dorn定律表示^[19]:

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

式中: A 为与材料相关的常数; R 为摩尔气体常数; n 为表观应力指数; σ_A 为施加应力; T 为热力学温度; Q 为表观蠕变激活能。

根据图2,求出单晶镍基合金在不同条件中期稳态阶段的应变速率,绘出合金在中期稳态阶段应变速率与施加温度、应力之间的关系,如图3所示。据此,计算出单晶镍基合金在 $1160\sim 1180\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $110\sim 130\text{ MPa}$ 范围内,中期稳态阶段的表观蠕变激活能和应力指数分别为: $Q=584.6\text{ kJ/mol}$ 和 $n=4.8$ 。

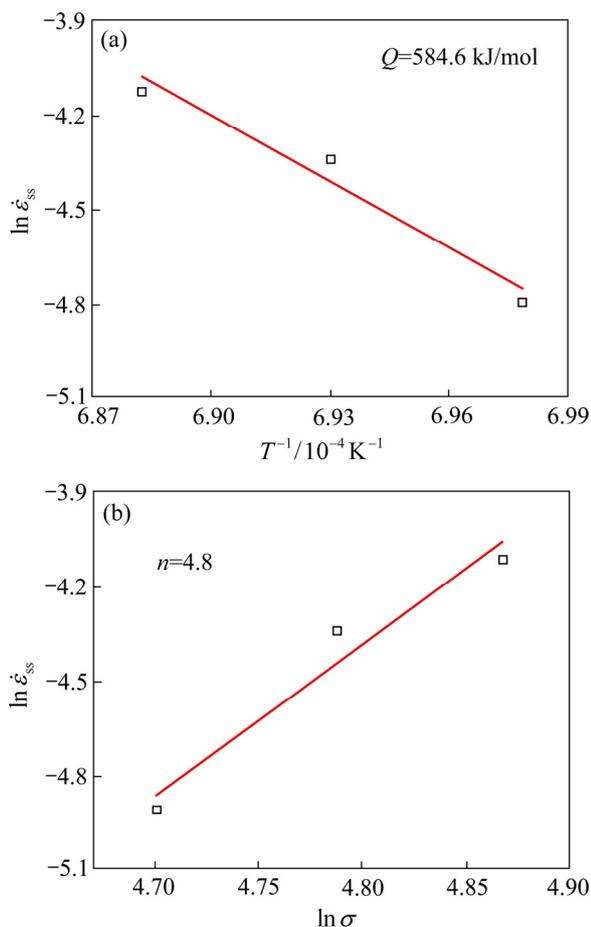


图3 中期稳态期间单晶镍基合金合金应变速率与施加温度、应力的关系

Fig. 3 Relationships between strain rate in middle creep period and applied temperatures and stresses: (a) Strain rates and temperatures; (b) Strain rates and applied stresses

根据计算的应力指数, 可以推断, 合金在中期稳态阶段的变形机制是位错在 γ 基体中滑移和攀移越过筏状 γ' 相。

2.2 蠕变期间的组织演化

经完全热处理后, 单晶镍基合金在(001)面的组织形貌, 如图4所示, 图中黑色衬度的立方体为 γ' 相, 尺寸约为 $0.4 \mu\text{m}$, 并沿[100]和[010]方向规则排列, 如图4中箭头所示, 并以共格方式嵌镶在 γ 基体中, 其中, 垂直和水平方向的白色组织为 γ 基体相, 其 γ 基体通道的尺寸约为 $0.08 \mu\text{m}$ 。

单晶镍基合金在 $1160 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $1170 \text{ }^\circ\text{C}$ 和 $1180 \text{ }^\circ\text{C}$ 施加 120 MPa 蠕变 35 h 终止实验, 并快速冷却至室温, 其 (100)晶面的组织形貌, 如图5所示, 其中电子

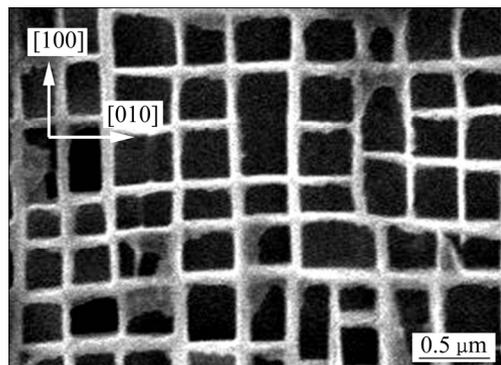


图4 6.0%Re/5.0%Ru 单晶镍基合金完全热处理后的组织形貌

Fig. 4 Morphology of 6.0%Re/5.0%Ru single crystal nickel-based superalloy on (001) plane after fully heat treated

入射束方向(B)为[100], 衍射矢量 $g=020$, 施加应力方向如图中箭头所示。由图2可见, 单晶镍基合金经不同温度蠕变 35 h , 仍处于中期稳态阶段; 随蠕变温度提高, 合金其应变率依次为 1.31% 、 1.68% 和 2.13% 。其中, 单晶镍基合金中立方 γ' 相已经完全转变为与应力轴垂直的N型筏状结构, 由于合金的应变率较小, 形成的筏状 γ' 相较为平直。尽管经 $1160 \text{ }^\circ\text{C}$ 超高温蠕变 35 h , 已有大量位错在合金基体通道中滑移, 和少量位错切入筏状 γ' 相, 但筏状 γ' 相厚度的平均尺寸仍约为 $0.7 \mu\text{m}$, 基体通道的尺寸约为 $0.25 \mu\text{m}$ 。此外, 基体通道中运动位错可发生反应, 形成的位错网存留于筏状 γ/γ' 两相界面^[20], 如图5中白色箭头所示。

单晶镍基合金在 $1170 \text{ }^\circ\text{C}$ 蠕变 35 h 的组织形貌, 如图5(b)所示。与在 $1160 \text{ }^\circ\text{C}$ 时的组织形貌相比, 筏状 γ' 相的平均厚度略有减小, 约为 $0.58 \mu\text{m}$, 基体通道的厚度约为 $0.28 \mu\text{m}$, 并在基体通道中存在细小粒状 γ' 相, 如图5(b)中黑色方框所示。单晶镍基合金在 $1180 \text{ }^\circ\text{C}$ 蠕变 35 h 时, 筏状 γ' 相的平均厚度约为 $0.45 \mu\text{m}$, 基体通道的尺寸约为 $0.3 \mu\text{m}$, 如图5(c)所示, 且筏状 γ/γ' 两相界面存在的位错网清晰可见。在中期稳态阶段, 位错主要在基体通道中运动, 无位错或仅有少量位错切入 γ' 相, 这一事实说明, 合金中 γ' 相仍有良好的蠕变抗力。但随蠕变温度由 $1160 \text{ }^\circ\text{C}$ 依次提高到 $1170 \text{ }^\circ\text{C}$ 和 $1180 \text{ }^\circ\text{C}$, 单晶镍基合金中筏状 γ' 相的平均厚度由 $0.7 \mu\text{m}$ 减小到

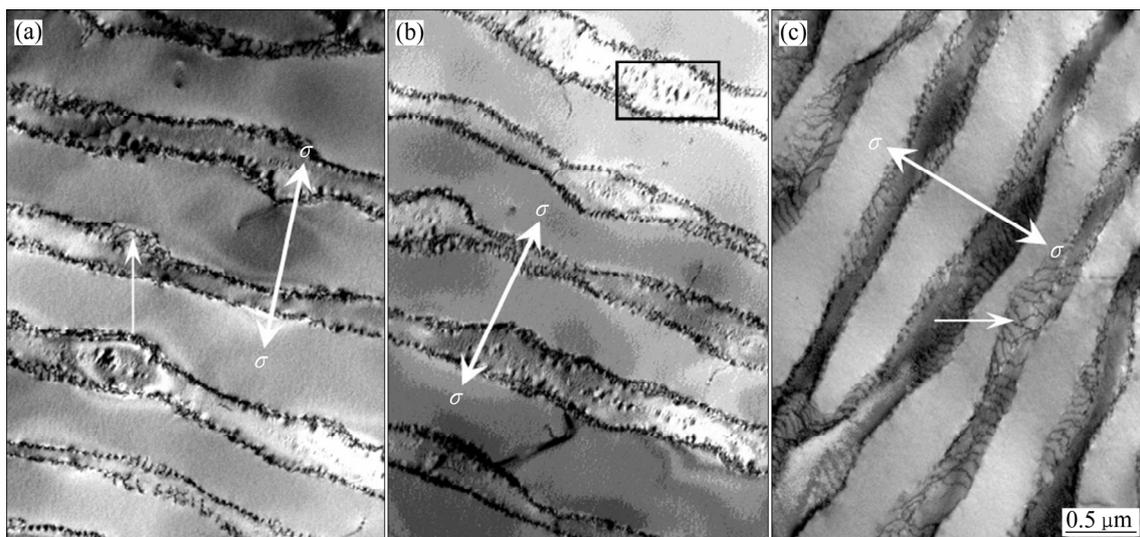


图5 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金经不同温度蠕变 35 h 的组织形貌

Fig. 5 Microstructures of 6%Re/5%Ru single crystal nickel-based superalloy crept for 35 h at various temperatures and 120 MPa: (a) Crept at 1160 °C, $B=[100]$; (b) Crept at 1170 °C, $B=[100]$; (c) Crept at 1180 °C, $B=[100]$

0.58 μm 和 0.45 μm , 使 γ' 相体积分数减小, 而 γ 基体的体积分数增加。这表明在超高温条件下, 随蠕变温度提高, γ' 相可略有溶解, 使单晶镍基合金中筏状 γ' 相的尺寸和体积分数减小, 导致蠕变寿命降低以及蠕变抗力表现出较强的温度敏感性, 如图 2(b) 所示。

2.3 蠕变期间的位错网

经(1160 °C, 120 MPa)蠕变 120 h 后, 单晶镍基合金的组织结构如图 6 所示。由图 6 可见, 单晶镍基合金中筏状 γ' 相的平均厚度仍为 0.6~0.7 μm , 基体通道的平均尺寸约为 0.25 μm , 并在筏状 γ'/γ 两相界面存在位错网, 如图中方框所示, 其放大的位错网示于照片左下方。此时, 合金的蠕变应变变量已达 2.3%, 蠕变期间合金的应变主要发生在 γ 基体中, 而无位错或仅有少量位错剪切 γ' 相的事实表明, 合金在中期稳态阶段的变形机制, 是位错攀移越过筏状 γ' 相。

研究表明^[20], 蠕变期间, 单晶镍基合金中位错首先在基体中激活, 且激活的两组滑移位错在基体中相遇, 发生反应可形成位错网, 并依附于筏状 γ'/γ 两相界面, 如图 6 所示, 该位错网具有三叉节点的六角形特征。随蠕变进行, 基体中位错滑移至界面, 与位错网发生反应, 可改变位错原来的运动方向, 促使位错攀移^[20], 以维持稳态阶段的蠕变应变, 并

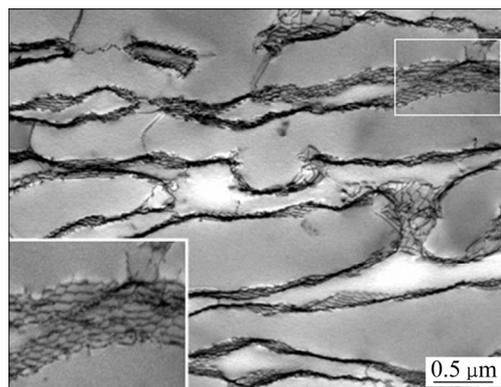


图6 经(1160 °C, 120 MPa)蠕变 120 h 后单晶镍基合金的组织形貌

Fig. 6 Morphology of single crystal nickel-based superalloy creeping 120 h at (1160 °C, 120 MPa)

减缓局部区域的应力集中。因此, 位错网对单晶镍基合金中产生的应变硬化和回复软化具有协调作用。

经(1160 °C, 120 MPa)蠕变 206 h 断裂后, 单晶镍基合金中筏状 γ'/γ 两相界面形成的位错网, 如图 7 所示, 该位错网呈不规则六角形分布, 衍衬分析选取的位错 1、2、3 节点区域, 示于白色方框中, 其放大形貌, 示于照片的右上角。由图 7 可知, 在 $g=[002]$ 和 $g=[\bar{1}11]$ 操作矢量下, 位错 2、3 显示衬度, 位错 1 消失衬度, 如图 7(a) 和 (c) 所示。根据位错不可见判据, 位错 1 的柏氏矢量确定为 $g_{[002]} \times g_{[\bar{1}11]} = b_1 = (1/2)[\bar{1}10]$ 。鉴定出位错 1 的迹线方向为

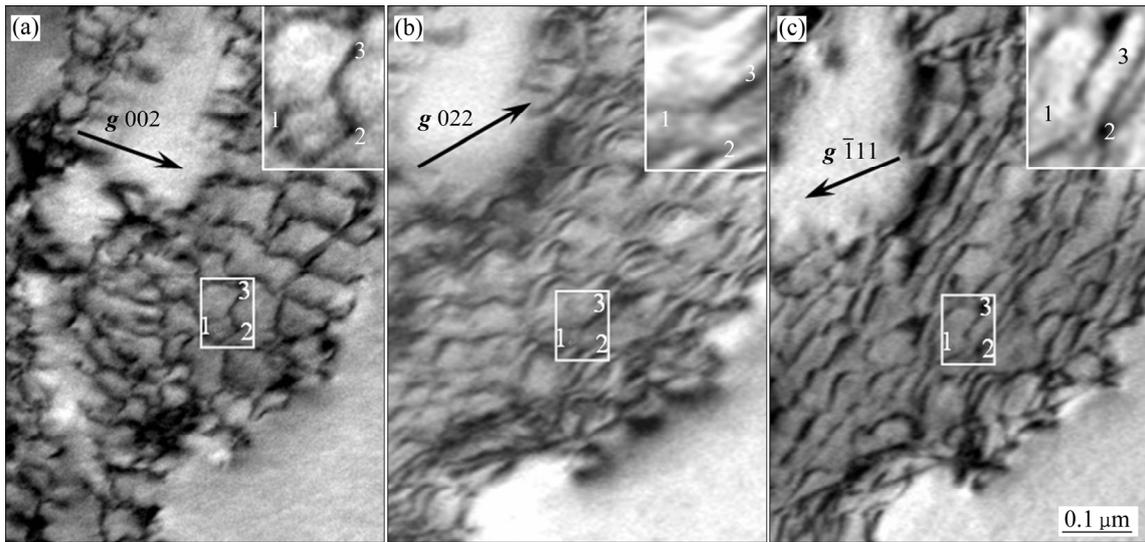


图 7 合金经(1160 °C, 120 MPa)蠕变 206 h 断裂后在筏状 γ/γ' 两相界面的位错网

Fig. 7 Dislocation networks in interface of rafted γ/γ' phases after crept up to fracture at (1160 °C, 120 MPa): (a) $g=002$; (b) $g=022$; (c) $g=\bar{1}11$

$\mu_1=[\bar{1}11]$, 因此, 位错 1 的滑移面为 $b_1 \times \mu_1 = (111)$ 面。当 $g=[022]$ 时, 位错 1 和位错 3 显示衬度, 位错 2 失去衬度, 如图 7(b) 所示, 可确定出位错 2 的柏氏矢量为 $b_2=(1/2)[0\bar{1}1]$ 。由于位错 2 的迹线方向为 $\mu_2=[1\bar{1}2]$, 因此确定出位错 2 的滑移面为 $b_2 \times \mu_2 = (\bar{1}11)$ 。根据节点位错反应的特征, $b_1+b_2=b_3$, 可求出位错 3 的柏氏矢量为 $b_3=(1/2)[\bar{1}01] = (1/2)[\bar{1}10] + (1/2)[0\bar{1}1]$ 。由于位错 3 的迹线方向为 $\mu_3=[022]$, 因此位错 3 的滑移面为 $b_3 \times \mu_3 = (1\bar{1}1)$ 。当(111)面滑移的位错 1 与 $(\bar{1}11)$ 面滑移的位错 2 在两晶面相交处相遇时, 可发生位错反应生成位错 3, 并在 $(1\bar{1}1)$ 面滑移。

2.4 蠕变后期的变形特征

单晶镍基合金经(1160 °C, 120 MPa)蠕变 206 h 断裂后, 近断口区域位错切入筏状 γ' 相的形貌, 如图 8 所示, 施加应力的方向如图中箭头标注所示。其中, 一组具有相似形态及迹线方向与 $[020]$ 平行的位错, 用字母 A 表示; 另一组迹线方向与 $[020]$ 垂直的位错, 用字母 B 表示, 如图 8(a) 所示。此外, 具有相互垂直迹线特征的位错, 分别记为 C_1 和 C_2 , 其迹线方向分别与 $[022]$ 和 $[0\bar{2}2]$ 平行。

衍衬分析确定出位错 C_1 和 C_2 的柏氏矢量为 $b_{C_1}=b_{C_2}=a[101]$, 根据两位错的迹线方向, 确定出位

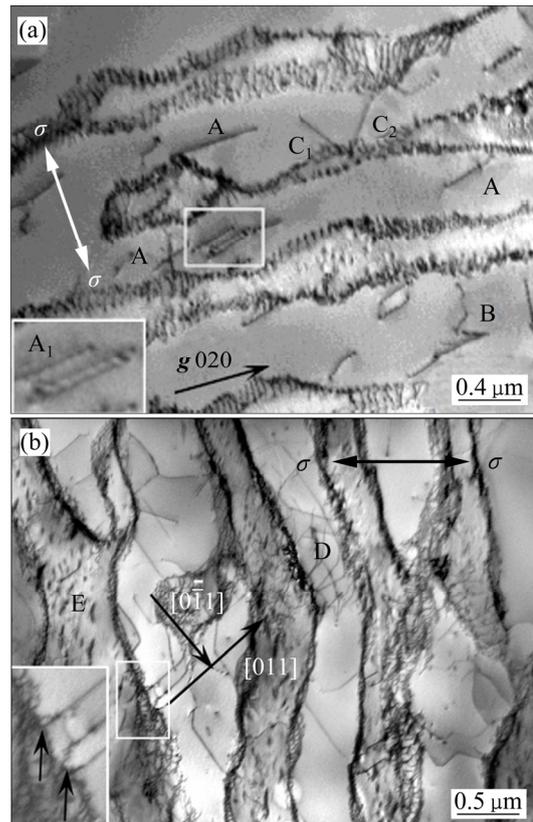


图 8 单晶镍基合金经(1160 °C, 120 MPa)蠕变断裂后的组织形貌

Fig. 8 Morphologies of single crystal nickel-based superalloy crept up to fracture under applied stress of 120 MPa at 1160 °C: (a) Dislocations on $\{100\}$ plane; (b) Alternated sliding of dislocations

错 C_1 和 C_2 的滑移面分别为 $(11\bar{1})$ 和 $(\bar{1}11)$ 面。此外, 确定出位错 A 的柏氏矢量均为 $b_A=a[01\bar{1}]$, 根据迹线方向 $\mu_A=[020]$, 确定出位错 A 的滑移面为 $b_A \times \mu_A=(100)$ 。进一步确定出位错 B 的柏氏矢量为 $b_B=a[011]$, 迹线方向 $\mu_B=[002]$, 因此, 滑移面为 $b_B \times \mu_B=(100)$ 。

此外, 白色方框中的位错 A 显示双线衬度为位错分解所致, 记为位错 A_1 , 如图 8(a) 中放大区域所示, 其两不全位错之间存在反向畴界(APB)。分析认为, 蠕变期间激活的 $a[01\bar{1}]$ 位错首先在 $\{111\}$ 面滑移, 当该位错滑移受阻, 可由 $\{111\}$ 面交滑移至 (100) 面, 并在 (100) 面分解, 形成 $(a/2)[01\bar{1}]$ 不全位错, 其分解反应可表示为:

$$a[01\bar{1}]_{A_1}=(a/2)[01\bar{1}]_{A_1}+(APB)_{(100)}+(a/2)[01\bar{1}]_{A_1} \quad (2)$$

以上分析表明, 超高温蠕变后期, 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金的变形机制是位错在基体中滑移和切入 γ' 相, 切入 γ' 相的位错即可在 $\{111\}$ 面滑移, 也可在 $\{100\}$ 面滑移, 其中, $\{100\}$ 面的位错均来自于 $\{111\}$ 面的交滑移, 这种由 $\{111\}$ 交滑移至 $\{100\}$ 的面-角位错, 称为 K-W 位错锁。由于 K-W 锁是不动位错, 可抑制位错的滑移和交滑移, 提高合金的蠕变抗力。特别是 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金在 1160 °C 超高温蠕变期间, 位错仍可由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面, 并发生位错分解, 形成和保留不全位错+(APB)的组态。此外, 所选区域的位错分析表明, 在 $\{111\}$ 面滑移的位错数量远小于位于 $\{100\}$ 面的位错数量, 而位于 $\{100\}$ 面的位错均为由 $\{111\}$ 面交滑移而形成的 K-W 锁。由于单晶镍基合金在 1160 °C 超高温蠕变期间仍能形成和保留高数量的 K-W 位错锁组态, 因此, 该合金在该超高温蠕变期间可保持良好的蠕变抗力。

单晶镍基合金经(1160 °C, 120 MPa)蠕变 206 h 断裂后, 近断口另一区域的组织形貌, 如图 8(b) 所示。尽管该区域的 γ' 相仍保持筏状形态, 但筏状 γ' 相扭曲程度加剧, 厚度尺寸已粗化至约为 0.8 μm 。有位错网位于 γ/γ' 两相界面, 且 γ 基体中存在大量位错, 并有较多位错切入筏状 γ' 相, 如区域 D 所示。而基体通道中存在细小粒状 γ' 相, 如图 8(b) 区域 E 所示。其中, 白色方框区域为基体中位错沿两相界面切入 γ' 相的形貌, 其放大形貌示于图 8(b) 的左下

方。可以看出, 位错网位于 γ/γ' 两相界面, 并已被损坏, 且在位错网损坏处有基体位错切入筏状 γ' 相, 如放大区域的细小箭头所示。切入 γ' 相的位错迹线方向为 $[01\bar{1}]$ 和 $[011]$, 与施加应力轴方向呈 45° 角, 承受施加载荷的最大剪应力, 如图中标注所示。蠕变后期大量位错切入 γ' 相的事实表明, 此时单晶镍基合金在该区域已失去蠕变抗力。

分析认为, 蠕变后期, 高密度位错塞积于单晶镍基合金的基体中, 致使筏状 γ/γ' 两相界面的位错网损坏, 其高密度位错区域产生的应力集中, 可使蠕变位错由基体剪切进入筏状 γ' 相。随蠕变进行, 在最大剪应力作用下, 激活的位错发生双取向滑移, 如图 8(b) 所示。其激活位错的双取向滑移交替开动, 使筏状 γ/γ' 两相扭折, 并在扭折 γ/γ' 两相界面的凸起区域发生裂纹的萌生。随蠕变进行, 萌生于 γ/γ' 两相界面的裂纹沿垂直于应力轴方向扩展, 一旦撕裂棱将不同横断面的扩展裂纹相互连接, 则发生合金的蠕变断裂^[21-22]。

3 讨论

3.1 位错在基体中滑移的阻力

初始蠕变期间在高温及施加应力的作用下, 元素发生定向扩散, 单晶镍基合金中原立方 γ' 相发生形态变化, 使其沿垂直于应力轴方向转变成 N 型筏状结构。随蠕变进入稳态阶段, 筏状 γ' 相不发生明显形态变化, 单晶镍基合金的变形特征是位错在基体中滑移, 且无位错或仅有少量位错切入筏状 γ' 相, 如图 5 所示。计算出单晶镍基合金中期稳态阶段的表现应力指数为 $n=4.8$, 而合金经(1160 °C, 120 MPa)蠕变 120 h 的应变约为 2.3%, 如图 2(b) 所示, 且无位错切入 γ' 相的事实表明, 位错攀移越过 γ' 相是合金中期稳态阶段的变形机制, 其攀移速率是蠕变应变的限制性环节。

蠕变期间, 当施加载荷使位错在单晶镍基合金基体中运动受阻(如: 相邻高密度位错、晶格畸变、Re 原子团簇及细小粒状 γ' 相的应力场等)时, 其外加应力及热激活的共同作用, 可促使位错继续滑移和攀移越过障碍, 使合金的蠕变得以进行。

分析认为, 位错在单晶镍基合金基体中运动的

阻力为: 1) 基体中高密度相邻位错产生的应力场作用(τ_i); 2) 基体中溶解的较大半径重原子、Re 原子团及细小粒状 γ' 相的阻碍作用(τ_j), 因此, 位错在基体中滑移越过障碍的阻力为 $\tau_R = \tau_i + \tau_j$ 。

超高温蠕变期间, 外加应力 τ 大于位错在基体中运动的阻力(τ_R)时, 可将外加应力表示为:

$$\tau = \tau_R + \tau_e \quad (3)$$

式中: τ_e 为有效应力。式(3)表示在有效应力和热激活共同作用下, 位错可发生滑移, 克服局部阻力。设作用在长度为 l 位错线的作用力为 $f(x)$, x 为位错的滑移距离。在外力 $f = \tau_R \cdot b \cdot l$ 作用下, 位错滑移至位错线的平衡位置为 x_1 , 其中, b 为位错的柏氏矢量。当热激活使位错由 x_1 滑移至 x_2 时, 热激活使位错滑移越过障碍, 其体系的自由能变化, 可表示为^[23]:

$$\Delta G = \int_{x_1}^{x_2} [f(x) - \tau b l] dx = \Delta F - \tau_e \cdot b \cdot \Delta a \quad (4)$$

式中: $\Delta F = \int_{x_1}^{x_2} [f(x) - \tau_i b l] dx$ 为位错越过阻力所需的自由能; $\Delta a = l \Delta x$ 为热激活过程中位错扫过的面积; 式(4)中第二项($\tau_e \cdot b \cdot \Delta a$)为有效应力提供的能量。因此, 根据位错越过多重阻力的频率, 推导出热激活促使位错滑移, 引起单晶镍基合金发生蠕变的应变速率可表示为:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{RT}\right) = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta F - \tau_e b \Delta a}{RT}\right) \quad (5)$$

式中: $\dot{\epsilon}_0 = b \rho_m \lambda v_0$; λ 为障碍间距; ρ_m 为位错密度; v_0 为位错的振动频率。根据式(5)可以得出结论: 随着温度的提高, 单晶镍基合金中细小 γ' 相逐渐溶解, 细小 γ' 相的间距(λ)增大, 位错密度减小, 可提高合金的应变速率。

3.2 位错攀移的影响因素

初始蠕变期间, 单晶镍基合金中立方 γ' 相已沿垂直于应力轴方向转变成筏状结构, 如图 5 所示, 并在筏状 γ'/γ 两相之间出现界面位错网。当基体中 $\langle 110 \rangle$ 位错运动至两相界面, 与位错网反应, 可改变位错原来的运动方向, 促进其攀移, 得以维持合金在稳态期间的应变速率。其中, 位错攀移可以通

过割阶沿位错线运动而逐步实现。

单晶镍基合金蠕变进入稳态阶段后, 当位错在基体中滑移受阻, 并塞积于近筏状 γ' 相的界面引起应力集中时, 可导致位错从区域 A 攀移到区域 B, 其过程示意于图 9。

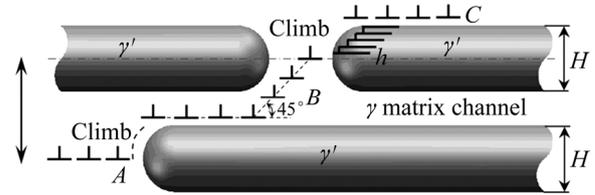


图9 位错滑移/攀移越过筏状 γ' 相示意图

Fig. 9 Schematic diagram of dislocations sliding and climbing over γ' rafts

由于位错的攀移与空位的扩散密切相关, 当把位错攀移速率与空位扩散流相关联时, 单晶镍基合金中期稳态阶段位错攀移越过筏状 γ' 相的速率, 可由下式表示^[24]:

$$\dot{\epsilon} = A'' \left(\frac{V}{h}\right) = \frac{A \cdot D_v \cdot h \cdot C_0 \cdot B^3 (\mu \cdot b)^2}{(1-\nu)^2 H^3} \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \quad (6)$$

式中: A 为常数; D_v 为扩散系数; C_0 为空位浓度; ΔG 为因形成割阶和空位引起的自由能变化; B 为空位体积; μ 为剪切模量; b 为柏氏矢量; ν 为泊松比; H 为筏状 γ' 相厚度。

这表明在中期稳态阶段, 单晶镍基合金的应变速率与空位浓度(C_0)、扩散系数(D_v)和割阶的高度(h)成正比, 与筏状 γ' 相厚度的三次方(H^3)成反比, 因此, 随 γ' 相的厚度增加, 合金的应变速率降低。由此得出结论, D_v 和 C_0 随温度提高而增大, 可加速合金的应变速率, 且割阶高度(h)随位错网间距减小而降低, 可减缓位错的攀移速率。此外, 筏状 γ' 相的厚度与温度有关, 当蠕变温度超过一定值, 随温度提高 γ' 相发生溶解, 可减小筏状 γ' 相的厚度(H), 并提高合金中期稳态阶段的应变速率。

在 1160 °C 蠕变期间, 单晶镍基合金中筏状 γ' 相的厚度是 0.7 μm , 随温度提高到 1170 °C 和 1180 °C, 筏状 γ' 相的厚度依次为 0.58 μm 和 0.44 μm 。这表明随蠕变温度提高, 单晶镍基合金中筏状 γ' 相发生溶解, 使 γ' 相的厚度尺寸略有减小。特别

是当蠕变温度大于 1170 °C 时, 单晶镍基合金的施加温度敏感性使 γ' 相的厚度减小, 应变速率增大, 是使合金蠕变寿命大幅度降低的主要原因。以上分析与试验结果相一致。

4 结论

1) 设计和制备的 6%Re/5%Ru 单晶镍基合金在超高温条件下有良好的蠕变抗力, 测定出合金在 (1160 °C, 120 MPa) 的蠕变寿命为 206 h, 测算出合金在 1160~1180 °C 和 110~130 MPa 稳态期间的激活能为 584.6 kJ/mol。

2) 蠕变初始阶段, 多组位错在基体中滑移相遇, 可形成位错网, 并依附于筏状 γ'/γ 两相界面; 位错在基体中滑移和攀移越过 γ' 相是中期稳态阶段合金的变形特征; 随难熔元素含量提高, 位错在基体中运动的阻力增加, 单晶镍基合金的应变速率降低。

3) 超高温蠕变期间, 随着的温度提高, 单晶镍基合金中 γ' 相发生溶解, 筏状 γ' 相的尺寸减小, 可提高位错攀移越过 γ' 相的速率; 特别是当温度大于 1170 °C 时, 单晶镍基合金的施加温度敏感性使筏状 γ' 相的尺寸减小, 应变速率增大, 这是合金蠕变寿命大幅度降低的主要原因。

4) 蠕变后期, 位错可在位错网破损处剪切进入筏状 γ' 相, 其中, 切入 γ' 相的位错由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面形成 K-W 锁, 可抑制位错的交滑移和滑移, 改善单晶镍基合金的蠕变抗力; 而在颈缩区域较大的有效应力可开动位错的双取向滑移, 致使筏状 γ'/γ 两相扭折, 并促使裂纹在该区域发生萌生和扩展, 直至断裂, 是单晶镍基合金在超高温蠕变期间的变形与损伤特征。

REFERENCES

- [1] POLLOCK T M. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure, and properties[J]. *Journal of Propulsion & Power*, 2006, 22(2): 361–374.
- [2] TAN X P, LIU J L, JIN T, et al. Effect of Ru additions on very high temperature creep properties of a single crystal Ni-based superalloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2013, 580: 21–35.
- [3] WANG Y J, WANG C Y. The alloying mechanisms of Re, Ru in the quaternary Ni-based superalloys γ'/γ interface: A first principles calculation[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 490(1/2): 242–249.
- [4] YEH A C, SATO A, KOBAYASHI T, et al. On the creep and phase stability of advanced Ni-base single crystal superalloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 490(1): 445–451.
- [5] MULLER L, GLATZEL U, FELLE-KNIPMEEIER M. Modelling thermal misfit stress in nickel-base superalloy containing of high volume fraction of γ' phase[J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1992, 40(6): 1321–1327.
- [6] SATO A, HARADA H, YOKOKAWA T, et al. The effects of ruthenium on the phase stability of ruthenium on the phase stability of fourth generation Ni-based single crystal superalloys[J]. *Scripta Materialia*, 2006, 54(9): 1679–1684.
- [7] SUN F, ZHANG J X. Influence of Ru on microstructure of Ni-base single crystal superalloys[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2011, 32(10): 1–8.
- [8] KOIZUMI Y, KOBAYASHI T, YOKOKAWA T, et al. Development of next-generation Ni-base single crystal superalloys[C]//*Superalloys 2004*. Warrendale, PA: TMS, 2004: 35–43.
- [9] HARADA H. High temperature materials for gas turbines: The present and future[C]//*Proceedings of the International Gas Turbine Congress 2003*. Tokyo, 2003: 1–9.
- [10] ZHANG J X, MURAKUMO T, KOIZUMI Y, et al. Slip geometry of dislocations related to cutting of the γ' phase in a new generation single-crystal superalloy[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(17): 5073–5081.
- [11] 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.
- [12] ZHANG J X, MURAKUMO T, HARADA H, et al. Dependence of creep strength on the interfacial dislocations in a fourth generation SC superalloy TMS-138[J]. *Scripta Materialia*, 2003, 48(3): 287–293.
- [13] JIN D, LIU Z. Effect of cutting speed on surface integrity and chip morphology in high-speed machining of PM nickel-based superalloy FGH95[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2012, 60(9/12):

- 893–899.
- [14] ZHAO Guo-qi, TIAN Su-gui, ZHANG Shun-ke, et al. Deformation and damage features of a Re/Ru-containing single crystal nickel base superalloy during creep at elevated temperature[J]. *Progress in Natural Science Materials International*, 2019, 29(2): 210–216.
- [15] ZHANG J H, HU Z Q, XU Y B, et al. Dislocation structure in a single-crystal nickel-base superalloy during low cycle fatigue[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1992, 23(4): 1253–1258.
- [16] GABRISCH H, MUKHERJI D, WAHI R P. Deformation-induced dislocation networks at the γ - γ' interfaces in the single-crystal superalloy SC16: A mechanism-based analysis[J]. *Philosophical Magazine A*, 1996, 74(1): 229–249.
- [17] TIEN J K, COPLEY S M. The effect of uniaxial stress on the periodic morphology of coherent gamma prime precipitates in Nickel-base superalloy crystals[J]. *Metallurgical & Materials Transactions B*, 1971, 2(1): 215–219.
- [18] ZHANG J X, MURAKUMO T, KOIZUMI Y, et al. Strengthening by γ/γ' interfacial dislocation networks in TMS-162 toward a fifth-generation single-crystal superalloy[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, 35(6): 1911–1914.
- [19] FENG Q, NANDY T K, POLLOCK T M. The Re (Ru)-rich δ -phase in Ru-containing superalloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 373(1/2): 239–249.
- [20] CARROLL L J, FENG Q, POLLOCK T M. Interfacial dislocation networks and creep in directional coarsened Ru-containing nickel-base single-crystal superalloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2008, 39(6): 1290–1307.
- [21] TIANS G, DING X, GUO Z G, et al. Damage and fracture mechanism of a nickel-based single crystal superalloy during creep at moderate temperature[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2014, 594: 7–16.
- [22] ZHANG J X, MURAKUMO T, KOIZUMI Y, et al. The influence of interfacial dislocation arrangements in a fourth generation single crystal TMS-138 superalloy on creep properties[J]. *Journal of Materials Science*, 2003, 38(24): 4883–4888.
- [23] ZHANG J S. High temperature deformation and fracture of materials[M]. Beijing: Science Press, 2004.
- [24] 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(Suppl C): 119–126.

Creep behavior and effect factors of 6%Re/5%Ru single crystal nickel-based superalloy at ultra-high temperature

ZHAO Guo-qi^{1,2}, TIAN Su-gui^{1,2}, LIU Li-rong¹, TIAN Ning²

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

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

Abstract: Through the creep properties test and microstructure observation of a 6%Re/5%Ru single crystal nickel-based superalloy, the ultra-high temperature creep behavior and influencing factors of the alloy were studied. The results show that the creep life of the alloy at (1160 °C, 120 MPa) is 206 h. The deformation features of alloy in the middle creep period is large number of dislocations sliding in γ matrix and climbing over γ' phase, the refractory elements dissolving in γ matrix may increase the resistance of dislocation movement. During creep at ultra-high temperature, the γ' phase dissolves as the temperature increases, which can reduce the size of the rafted γ' phase and increase the rate of dislocations climbing over the rafted γ' phase. Especially, when the temperature is higher than 1170 °C, the applied temperature sensitivity of the alloy diminishes the size of the rafted γ' phase and increases the strain rate, which is the main reason for drastically reducing creep life of the alloy. In the later creep period, the dislocations can shear into γ' phase from the damaging region of dislocation networks. The K–W locks can be formed by the cross-slip of dislocations from the {111} plane to the {100} plane, which can inhibit the slip and cross-slip of dislocations. The larger effective stress in the necking area can activate the double orientations sliding of dislocations, causing the rafted γ' phase to twist, and crack initiation and propagation in the contorted regions until fracture, which is the mechanism of the deforming and damaging features of alloy during creep at ultra-high temperature.

Key words: single crystal nickel-based superalloy; 6%Re/5%Ru; ultra-high temperature creep; dislocation networks; deformation; damage; K–W locks

Foundation item: Projects(QKHJC[2020]1Y198, QKHZC[2019]2870, QKHPTRC[2017]5502) supported by the Science and Technology Foundation Project of Guizhou Province, China; Projects(BKHZ[2019]2, BKHZ[2017]05) supported by the Science and Technology Project of Bijie City, China; Project(QJHKYZ[2019]053) supported by the Characteristic Key Laboratory of University of Guizhou Province, China; Project (QKHLHZ[2014]7528) supported by the Science and Technology Foundation of Guizhou Province, China

Received date: 2020-07-01; **Accepted date:** 2020-10-25

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

(编辑 何学锋)