

文章编号: 1004 - 0609(2004)S1 - 0255 - 04

# EB-PVD 制备的 Ni-Cr-Al-Y 高温合金箔力学性能<sup>①</sup>

赫晓东, 关春龙, 李 焱, 孙 晔  
(哈尔滨工业大学 复合材料研究所, 哈尔滨 150001)

**摘 要:** 采用一种新型的制备工艺——电子束物理气相沉积(EB-PVD), 制备厚度为 0.2 mm 的 Ni-Cr-Al-Y 高温合金箔材, 并采用扫描电子显微镜(SEM)和透射电子显微镜(TEM)等测试手段研究了 Ni-Cr-Al-Y 高温合金的微观组织。结果表明, 制备态的样品中存在柱状晶, 这是由于制备过程中晶粒长大方式所导致的。经过 760 °C, 16 h 真空热处理后, 柱状晶转变为等轴晶, 并析出  $\gamma'$  相。拉伸断口的 SEM 形貌表明, 由于柱状晶之间组织疏松, 结合较差, 制备态样品沿柱状晶晶界发生脆性断裂, 而热处理态样品的断口为典型的韧性断口。力学性能的测试结果表明, 经过适当的热处理后, Ni-Cr-Al-Y 高温合金的室温和高温力学性能同制备态时相比, 有明显的改善。在 700 °C 时, 热处理态样品抗拉强度为 587.6 MPa, 应变为 11.3%。

**关键词:** 电子束物理气相沉积; 高温合金箔; 柱状晶; 力学性能; 脆性断裂

## Mechanical properties of Ni-Cr-Al-Y superalloy foil by EB-PVD

HE Xiao-dong, GUAN Chun-long, LI Yao, SUN Ye  
(Center for Composite Materials, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

**Abstract:** Ni-Cr-Al-Y superalloy foil with 0.2 mm thickness was fabricated by EB-PVD process, and its microstructure and mechanical properties were studied by SEM and TEM as well as mechanical analysis. The results show that there are column crystals in the as-deposited samples, which contribute to growing pattern of grains during the process of superalloy, and column crystals transform into equiaxed crystals after vacuum heat treatment at 760 °C for 16 h, and  $\gamma'$  phase is observed. Factographs of tensile specimens show that brittle rupture occur along the intergranular of column crystals of as-deposited specimens, which attribute to the loose structures with weak cohesion between column crystals, and the fractures of annealed specimens are tough fractures. Test results of mechanical properties show that mechanical properties at room and high temperature are improved sharply, compared with those as-deposited specimens. The tensile strength of annealed specimens is 587.6 MPa, and the fracture strain is 11.3%.

**Key words:** EB-PVD; superalloy foil; column crystals; mechanical properties; brittle rupture

高温合金具有较高的高温强度, 良好的抗氧化和抗热腐蚀性能, 被广泛用作高温结构材料。它是现代航空燃气涡轮, 舰船燃气涡轮机、地面涡轮和火箭发动机的重要金属材料<sup>[1,2]</sup>。Ni-Cr-Al 合金是在 80Ni-20Cr 合金的基础上加入 Al 元素发展起来的<sup>[3]</sup>, 由于该合金优良的耐高温腐蚀能力而被广泛地用于热防护涂层<sup>[4,5]</sup>。Tiwari<sup>[6]</sup>等利用低压等离子喷涂的方法制备了 L1<sub>2</sub> 型 Ni-Cr-Al 合金, 研究表明, 制备状态下材料塑性相对较低, 但由于高

温长时间保温后, B 元素扩散到晶界在 1 100 °C 保温 24 h 后, 材料的塑性增加到 1.9%。刘和曾等<sup>[7,8]</sup>对 Ni-Cr-Al 硬弹合金进行了深入的研究, 研究表明, 在 550 °C 时效 5 h 后, 在  $\gamma'$  相周围发现了大量颗粒细小且弥散分布的富 Cr ( $\alpha$ ) 相。但本文作者并没有观察到富 Cr ( $\alpha$ ) 相。

电子束物理气相沉积(EB-PVD)工艺是以电子束为热源的一种蒸镀方法, 几乎可以蒸发所有的物质。该工艺的具体工艺过程为: 电子束通过磁场或

① 基金项目: 国家“八六三”计划资助项目

作者简介: 赫晓东(1961-), 男, 教授, 博士。

通讯作者: 关春龙, 博士; 电话: 0451-86849354; E-mail: gc-hit@yahoo.com.cn

电场聚焦在蒸发源锭子上,使材料融化,然后在真空环境下蒸发锭料使气相原子通常沿直线从熔池表面运动到基片表面,从而沉积成膜<sup>[9,10]</sup>。目前,利用此技术制备热障涂层已成为世界各国研究的热点<sup>[11,12]</sup>,但是用其来制备合金箔报道较少。

本文作者采用电子束物理气相沉积技术制备厚度为0.2 mm的NiCrAlY高温合金箔材,并探讨了利用EB-PVD技术制备高性能高温合金箔材的可能性,对其制备态和时效态的室温及高温力学性能进行研究。

## 1 实验

采用电子束物理气相沉积(EB-PVD)的方法制备NiCrAlY高温合金箔材。NiCrAlY合金的成分为:Cr 18%~22%;Al 4%~5%;Y 0.4%~0.6%;Fe 0.1%~0.3%;Ni余量。图1所示为制备此高温合金箔材的结构示意图。

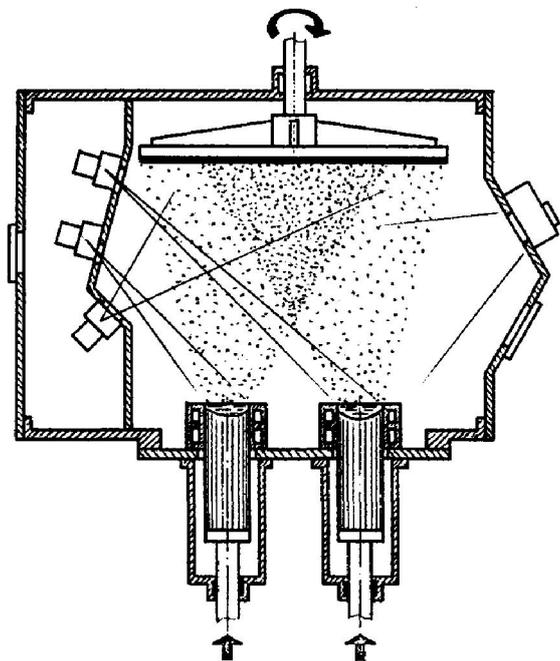


图1 高温合金箔材制备的结构示意图

为了防止沉积材料与基板之间发生粘结,在制备合金箔之前,首先在基板上沉积一层厚度约为15  $\mu\text{m}$ 的抗粘结层。将直径为100 mm和高度为200 mm的棒料放入水冷铜坩埚中,其蒸发速率可由电子枪的功率和料棒的进给速率来调节。在该实验中,基板的温度为900  $^{\circ}\text{C}$ ,真空室的真空度为 $5 \times 10^{-4}$  Pa,基板转速为36 min,棒料的蒸发速率为1.8  $\mu\text{m}/\text{min}$ ,制备高温合金箔的总厚度为0.2 mm。

利用线切割将板材加工成拉伸试样,标距尺寸

为5 mm  $\times$  20 mm,并对其进行760  $^{\circ}\text{C}$ ,16 h的真空热处理。将试样表面磨光后,在Instron 5500万能试验机进行室温拉伸实验及700  $^{\circ}\text{C}$ 高温拉伸实验,拉伸速率为0.5 mm/min。为了减少实验误差,在每个温度下均进行3次拉伸实验,取其平均值作为最后结果。利用日立S-570型扫描电镜对断口形貌进行观察,用Philips CM12型透射电子显微镜对合金热处理前后的组织形貌及时效析出的 $\gamma'$ 相进行观察。

## 2 结果与讨论

### 2.1 显微结构分析

由于材料的制备采用EB-PVD工艺,所以制备态合金的晶粒尺寸很小,在光学显微镜下几乎分辨不出晶粒的大小。本实验采用透射电子显微镜来观察制备态和热处理态合金的晶粒大小,如图2所示。为了在照片上能够反应材料晶粒的真实尺寸,调整入射束使其垂直于样品。由图2(a)可以看出,制备态合金的晶粒尺寸很小。取3个视野的平均值,得出制备态合金的平均晶粒尺寸约为150 nm,而材料经760  $^{\circ}\text{C}$ ,16 h热处理后,晶粒明显长大,其平均晶粒尺寸约为4  $\mu\text{m}$ 。材料热处理后,析出颗粒状细小弥散的 $\gamma'$ 相,图3所示为其明场和暗场相及其超点阵衍射斑点。

### 2.2 材料的力学性能

表1给出制备态和热处理态合金在不同温度下的断裂强度和断裂应变。由表可看出,本实验制备态合金断裂强度远小于热处理态的合金,室温下合金断裂应变仅为0.45%,制备态合金拉伸变形很小,塑性很差。760  $^{\circ}\text{C}$ ,16 h热处理明显改善了合金的抗拉强度和塑性。柱状晶的形成是由于基板的温度较低,材料的蒸发速率较高,且基板采用不锈钢,其表面的粗糙度较大等因素造成的。基板表面具有一定的粗糙度,即基板表面的某些部位会显露出来,当蒸气原子遇到这些部位时就会优先形核。而且基板的温度较低,沉积的合金原子的迁移率比较低,而材料的蒸发速率比较高,沉积到基板上的原子就会沿一定的方向很快的优先生长,从而制备态合金具有柱状晶结构。由于柱状晶之间结合不紧密,当材料被拉伸时,就会发生沿柱状晶晶界的脆性断裂。

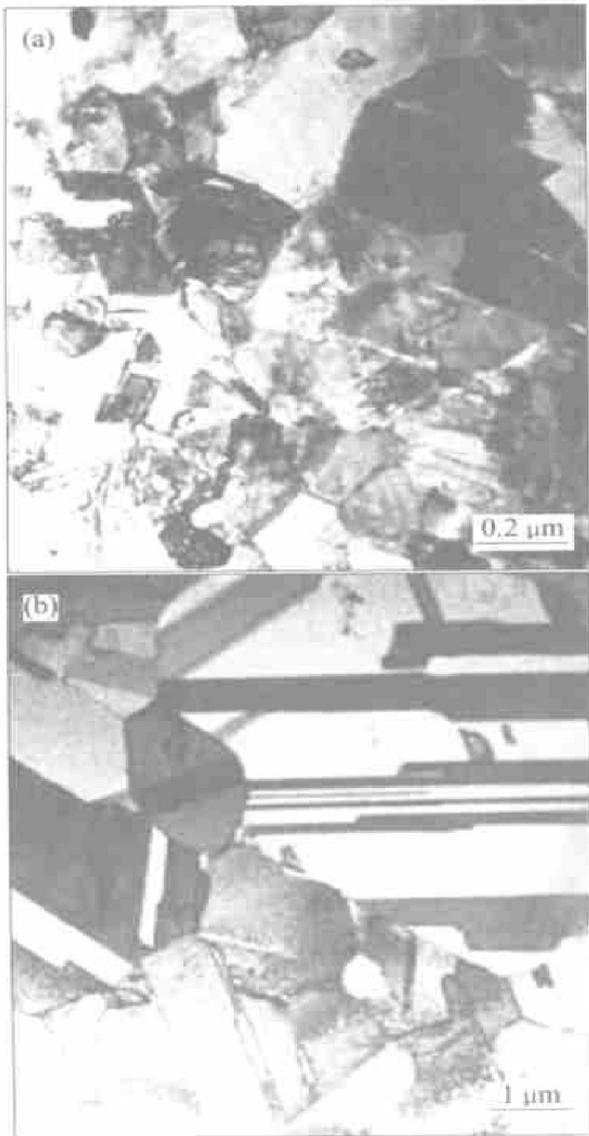


图 2 制备态和热处理态合金的 TEM 照片

表 1 制备态和热处理态合金在不同温度下的断裂强度和断裂应变

温度/℃	断裂强度/MPa		断裂应变/%	
	制备态	热处理态	制备态	热处理态
20	710.1	1052.8	0.5	8.1
700	174.7	587.6	0.4	11.3

图 4 为热处理态在室温下的拉伸断口, 与制备态合金的断口相比有着很大的区别, 该断口具有明显的韧性断口特征, 由大量的韧窝组成。材料的塑性也明显提高, 这与其断口特征相符合。在制备态材料中, 存在着制备过程中产生的空穴等缺陷及内应力, 在热处理的过程中, 空穴与缺陷会发生复合, 使材料内的缺陷密度下降。同时, 内应力也会得到释放, 这些都有利于改善材料的塑性。此外, 材料在热处理过程中, 元素能够充分扩散, 并且析

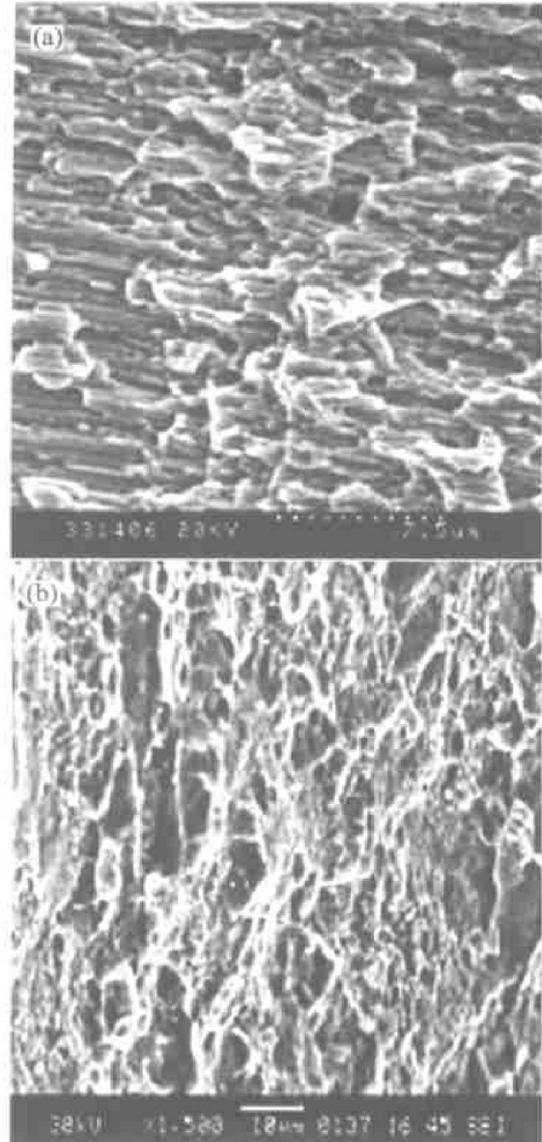


图 4 制备态和热处理态合金室温拉伸断口形貌

出弥散细小的第二相。在 TEM 观察中发现, 在样品的晶粒内部分布很多细小的  $\gamma'$  相 (见图 3)。细小弥散有序相的析出是材料在高温下具有较高强度的重要因素。在 700 °C 时, 热处理后合金抗拉强度为 587.6 MPa, 应变为 11.3%。这表明利用电子束物理气相沉积 (EB-PVD) 技术, 并经过适当的后续处理可以制备出性能优良的高温合金箔材。为高温合金箔材的生产提供了又一新的途径。

### 3 结论

验证了采用电子束物理气相沉积 (EB-PVD) 方法制备高温合金箔材的可行性, 为高温合金箔材的生产提供了又一新的途径。制备态合金的组织结构为柱状晶, 它们之间结合疏松, 其室温断口呈沿柱状晶边界的脆性断裂。材料经 760 °C, 16 h 热处理

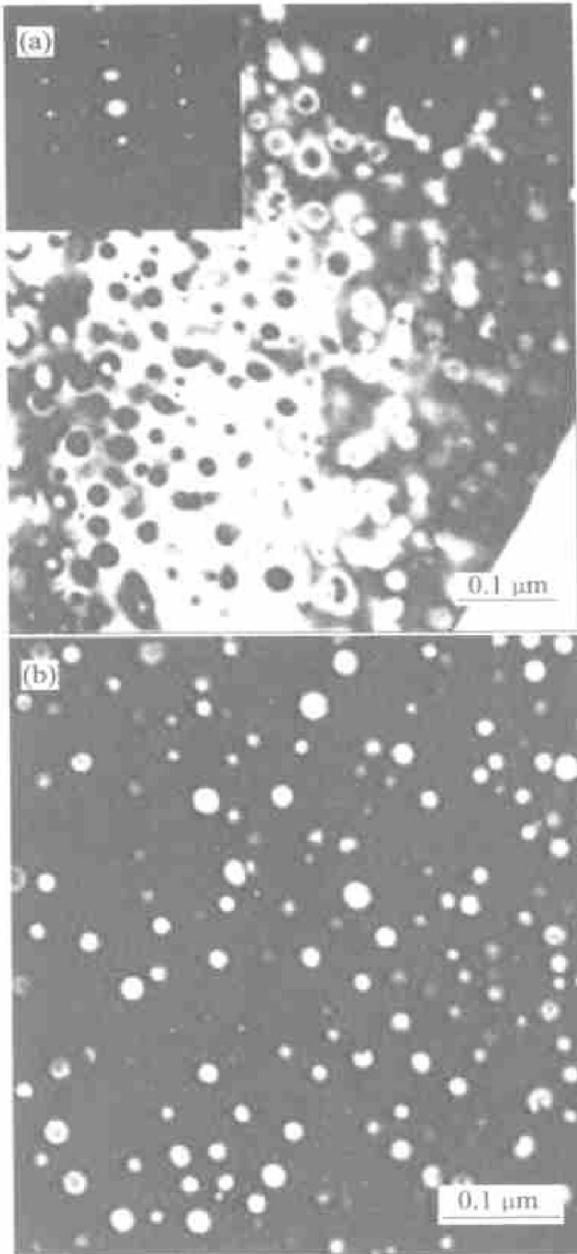


图3  $\gamma'$ 相明场和暗场像及其超点阵斑点

后,强度和塑性都得到明显改善,其断口由脆性断口转化为韧性断口。

## 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,2000.9-66.
- [2] 张和善.国外航空材料结构新材料发展简述[J].宇航材料工艺,1998,28(4):1-8.
- [3] Kniazepa G G. the research of machine properties[J]. Metallurgizdat, 1971, 78(5): 134-139.
- [4] Liu Z Y, Gao W, Dahm K, et al. The effect of coating grain size on the selective oxidation behaviour of Ni-Cr-Al alloy[J]. Scripta Materialia, 1997, 37(10): 1551-1558.
- [5] Chen G F, Lou H Y. Predicting the oxide formation of Ni-Cr-Al alloys with nano-sized grain[J]. Materials Letter, 2000, 45(9): 286-291.
- [6] Tiwari R, Sampath S, Gudmundsson B, et al. Microstructure and tensile properties of L12-type Ni-Cr-Al alloy by vacuum plasma spray forming[J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1995, 33(7): 1159-1162.
- [7] 刘桂兰,邹宇操.回火温度对硬弹合金组织和力学性能的影响[J].东北大学学报,1994,15(4):399-402.
- [8] 刘桂兰,曾桂仪.时效处理对Ni-Cr-Al-Ce高硬弹合金组织和性能的影响[J].东北大学学报,1995,16(2):194-197.
- [9] 徐滨士,刘世参.表面工程新技术[M].北京:国防工业出版社,2001.214-291.
- [10] 关春龙,李 晔,赫晓东.电子束物理气相沉积技术及其应用现状[J].航空制造技术,2003,46(11):35-37.
- [11] Movchen M, Rudoy Y. Composition, structure and properties of gradient thermal barrier coatings produced by EB-PVD[J]. Materials and Design, 1998, 19(5/6): 253-258.
- [12] Schulz U, Fritscher K, Komnik Y F, et al. Thermal cyclic behavior of microstructurally modified EB-PVD thermal barrier coatings[J]. Mat Sci Forum, 1997, 251/256(2): 957-964.

(编辑 李艳红)