

文章编号: 1004- 0609(2000) 01- 0043- 04

单晶镍基合金的蠕变特性及影响因素^①

田素贵^{1, 2}, 张禄廷², 张静华¹, 杨洪才³, 徐永波¹, 胡壮麒¹

(1. 中国科学院金属研究所 材料疲劳与断裂国家重点实验室, 沈阳 110015;

2. 沈阳工业大学 材料科学与工程系, 沈阳 110023; 3. 东北大学 材料与冶金学院, 沈阳 110006)

摘 要: 通过对[001]取向单晶镍基合金蠕变曲线和位错运动内摩擦力的测定及能谱微区成分分析, 研究了两种合金的蠕变特性。结果表明: 在 1 000 ℃和 120 MPa 条件下, 两合金位错运动的内摩擦力值相近, 随温度的升高, 两合金的内摩擦力差值增大; 随着温度的提高, 不含 Ta 的合金中 γ' 相尺寸和体积分数明显减少, 而 Al 和 Ta 元素含量较高的合金中, γ' 相保持较高的体积分数是合金蠕变抗力明显提高的主要原因。

关键词: 单晶镍基合金; 合金元素; 蠕变抗力; 位错攀移

中图分类号: TG111. 2; TG132. 3

文献标识码: A

由于单晶镍基合金具有高体积分数 γ' 相和优良的高温性能而得到众多研究者的重视。不同的合金具有不同的蠕变特征, 其原因应归结于具有不同的蠕变抗力。内摩擦力是位错运动所必须克服的阻力^[1~ 3], 它反映了材料在高温蠕变过程中的形变抗力。测定合金的内摩擦力, 结合变形合金的微观组织观察, 有助于探索合金形变抗力的本质及蠕变机制。本文测定了两种成分合金的蠕变曲线和稳态蠕变期间的内摩擦力; 结合 TEM 观察和 EDAX 微区成分分析, 讨论了影响合金蠕变特性的因素, 为进一步探讨合金的高温蠕变机制提供了依据。

1 实验方法

采用选晶法在高温度梯度真空定向凝固炉中制取[001]取向的两种不同化学成分的单晶镍基合金试棒, 样品的生长方向与[001]取向的偏差在 7°以内, 合金的化学成分列于表 1。选用的热处理制度为

合金 1: 1280 ℃, 6h, A. C. + 1310 ℃, 4h, A. C. + 1040 ℃, 4h, A. C. + 870 ℃, 20h, A. C. ;

合金 2: 1100 ℃, 8h, A. C. + 1240 ℃, 4h, A. C. + 1090 ℃, 2h, A. C. + 850 ℃, 24h, A. C.

经 X 射线劳埃背反射测定晶体取向后, 沿平行于[001]方向切取拉伸试样, 试样的横断面为 3.2 mm × 1 mm, 标距长为 22 mm, 试样的宽面法线

方向为[100]。采用应变瞬间浸渍试验(strain transient dip test)^[1], 在 HM-4135 型高温金相显微镜恒

表 1 试验合金的化学成分(质量分数, %)

Table 1 Compositions of experimental alloys

Alloy	Al	Ti	Ta	Cr	Mo	W	Co	Ni
Alloy 1	6.0	—	6.5	6.5	8.5	—	—	Bal.
Alloy 2(DD8)	3.9	3.4	—	16.0	—	6.0	8.5	Bal.

载拉伸装置中, 于真空条件下, 在待测定的温度点, 采用偿试法测定稳态蠕变期间位错运动的内摩擦力。定时在延伸仪上(延伸仪分辨率为 0.001 mm)读取应变数据, 绘制蠕变曲线; 用 TEM 观察组织形貌, 用 EDAX 进行微区成分分析。

2 结果与分析

2.1 两种合金的蠕变特征

图 1 为合金 1 与合金 2 在 120 MPa 外加拉应力条件下测定的内摩擦力值。在 1 000 ℃两合金的内摩擦力值相近, 随着温度的升高, 合金 1 的内摩擦力值降低平缓, 而合金 2 的内摩擦力值降低趋势较快(与合金 1 相比较); 在相同条件下, 两合金的内摩擦力之差, 随温度升高而增大, 说明在实验温度范围内, 合金 1 具有较高的蠕变抗力, 而合金 2 的蠕变抗力较低。

图 2 是在 1040 ℃和 120 MPa 条件下测定的蠕

① 基金项目: 国家自然科学基金资助项目 59871052

收稿日期: 1998- 11- 05; 修订日期: 1999- 01- 04

作者简介: 田素贵(1952-), 男, 博士, 副教授

变曲线。可知,两合金的蠕变特性有明显的差别,蠕变初期合金1的应变量大,合金2的应变较小;但稳态蠕变期间,合金1的应变速率小于合金2。

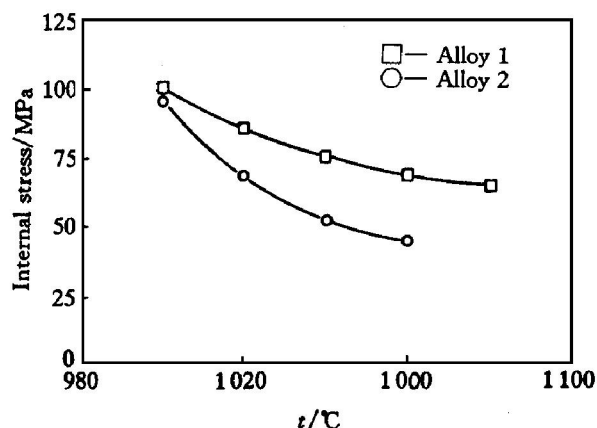


图1 120 MPa下两种合金内应力值的比较

Fig. 1 Internal stress of Alloy 1 compared with that of Alloy 2 under 120 MPa

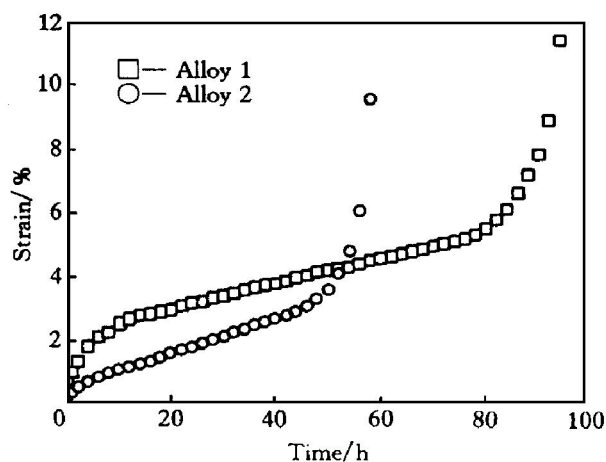


图2 两种合金的蠕变曲线特征比较

Fig. 2 Creep behaviour of Alloy 1 and Alloy 2 at 1040 °C and 120 MPa

2.2 组织形貌与成分分布

图3(a)为合金1在标准热处理状态下的组织形貌,可见立方 γ' 相以共格方式嵌入 γ 基体中。图3(b)为在1040 °C和120 MPa下蠕变50 h的组织形貌,可见位错网规则分布在 γ'/γ 相界面之间,已有位错切入 γ' 相之中。

图4(a)为合金2(DD8)在标准热处理状态下的组织形貌。图4(b)为在1040 °C和120 MPa下蠕变58 h的组织形貌,可见基体中的位错数量较少,在A处,位错由基体切入 γ' 相内清晰可见;与图4(a)相比较可知,随蠕变温度的升高, γ' 相尺寸及体积分数减小;与图3(b)比较可以看出, γ'/γ 相界面

之间的规则位错网已经消失,界面处的位错密度减小,筏状 γ' 相体积分数小于合金1。两种合金的EDAX微区成分分析结果列于表2。

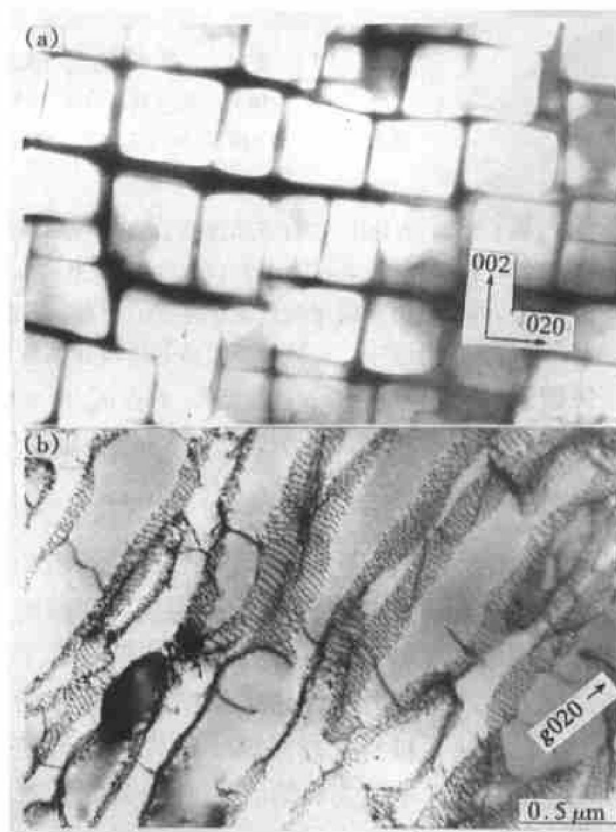


图3 不同条件下合金1的组织形貌

Fig. 3 Morphologies of Alloy 1 at different conditions

(a) —Cuboidal γ' precipitates embedded in matrix at standard heat treatment state;

(b) —At 1040 °C and 120 MPa for creeping 50 h

从表2可以看出: γ' 相富含Al, Ti和Ta,而 γ 相富含Mo和Cr,这些元素分别在 γ' 或 γ 两相中具有较大的分配比值,而W和Co的分配比值较小,并较多地溶解在 γ 基体相中。

3 讨论

3.1 合金蠕变特性的影响因素

在蠕变初期, γ' 相发生定向粗化而成为筏状形态, γ' 相内无位错,其变形机制是位错在基体通道的八面体滑移系中运动^[3~5],表明 γ' 相具有较高的形变抗力,形变主要发生在基体 γ 相。合金1和2的蠕变曲线特征的差别,应归因于基体 γ 相形变抗力的差别。合金2在蠕变初期应变较小,其原因是合金2的 γ 相中溶解有较多的W, Co, Cr等合金元素(如表2所示),总量达46.4%,而合金1

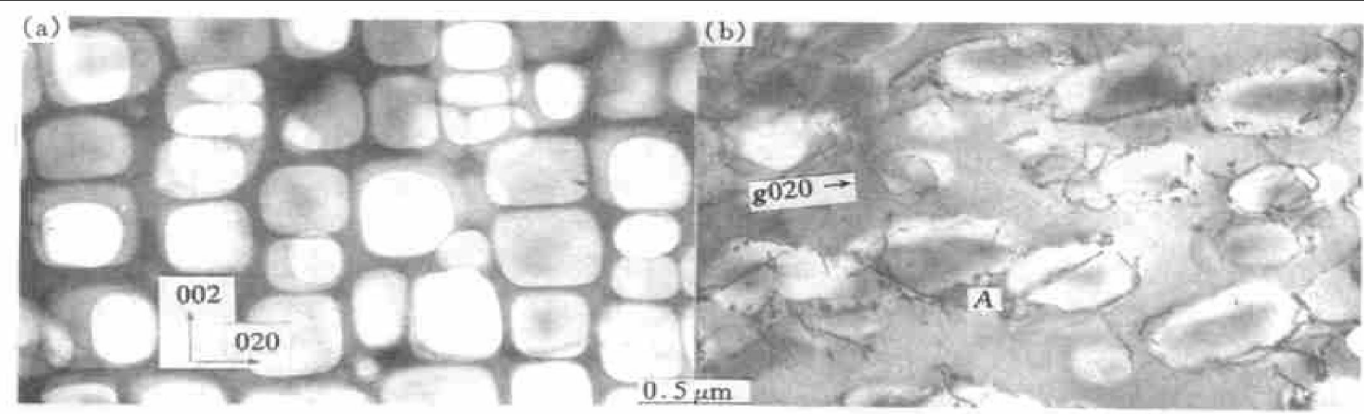


图 4 不同条件下合金 2 的组织形貌

Fig. 4 Morphologies of Alloy 2 at different conditions

(a) —At standard heat treatment state; (b) —At 1 040 °C and 120 MPa for creeping 58 h

表 2 合金中 γ' 和 γ 相的化学成分(质量分数, %)

Table 2 Chemical composition of γ' and γ phases in superalloys analyzed by EDAX

	Phase	Al	Ti	Ta	Mo	Cr	Co	W	Ni
Alloy 1 crept for 95 h	γ' phase	7.2±0.4	—	9.4±0.4	3.0±0.2	3.3±0.3	—	—	Bal.
	γ phase	3.2±0.3	—	3.4±0.3	10.1±0.4	12.2±0.7	—	—	Bal.
Partitioning ratio of γ' / γ		2.25		2.77	0.30	0.27			
Alloy 2 crept for 110 h	γ' phase	5.7±0.4	6.9±0.4	—	—	5.2±0.4	5.5±0.3	5.7±0.3	Bal.
	γ phase	2.4±0.2	1.9±0.1	—	—	23.5±0.7	10.3±0.4	8.3±0.4	Bal.
Partitioning ratio of γ' / γ		2.38	3.63			0.22	0.53	0.69	

的 γ 相中主要含有 Mo 和 Cr, 总量仅为 28.9%, 致使合金 2 中基体 γ 相的固溶强化作用大于合金 1, 因此合金 2 基体的形变抗力大于合金 1。

γ' 相为高温合金的主要强化相, 随 γ' 相体积分数的增加, 合金的抗蠕变能力和持久寿命明显提高^[6,7]。合金 1 中 Al 和 Ta 元素的含量较高, 高温下 γ' 相有较稳定的体积分数, 因而在稳态蠕变阶段具有较好的蠕变抗力; 而合金 2 中 Al 和 Ti 元素含量中等, 无 Ta 元素, 随温度的升高, γ' 相体积分数减少。这表明: Al 和 Ta 元素对 γ' 相的稳定化作用较强, 而 Ti 元素对 γ' 相的稳定化作用较弱。因而, 合金 2 在 1 040 °C 高温蠕变条件下, 筏状 γ' 相的体积分数减小, 强化作用减弱, 蠕变速率增大。

3.2 位错攀移的影响因素

Weertman^[8]认为稳态蠕变的微观机制是位错的攀移。位错的攀移可通过割阶沿位错线运动而实现。正应力作用于刃位错, 使其在 γ' 相界的八面体滑移系中运动, 位错运动受阻后向前攀移至另一滑移面, 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。从图 5 可看到, 有多组位错同时通过割阶沿位错线运动而实现攀移, 每条位错线有多个攀移割阶。

由于高温割阶处于热平衡状态, 攀移的激活能

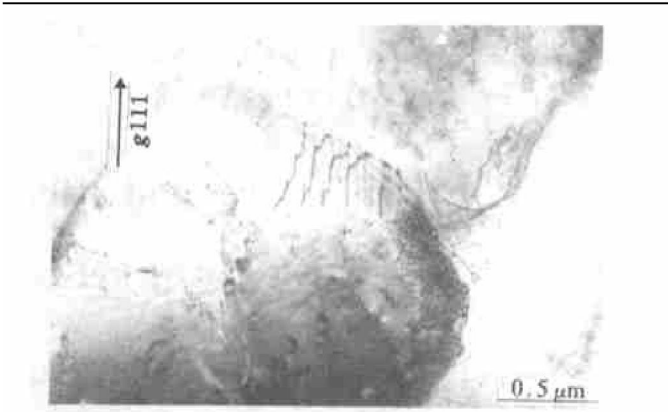


图 5 位错攀移的组织形貌

Fig. 5 Morphology of dislocation climb

为^[9]

$$U = U_f + U_d + U_i \tag{1}$$

式中 U_f —空位形成能; U_d —空位扩散激活能; U_i —割阶形成能。

$$C_i = b/x = \exp(-U_i/RT) \tag{2}$$

式中 C_i —割阶浓度; b —割阶高度; x —一位错线上割阶的平均距离。

在图 5 中测量的 $b = 23.7 \text{ nm}$, $x = 100 \text{ nm}$, 将其值代入式(2) 求出割阶的形成能为 15.7 kJ/mol 。分析表明: 割阶易于形成, 空位的形成和扩散是位错攀移的控制因素。因此, 可用空位的扩散流量表

达位错攀移的速率^[9]。

将位错攀移越过高度为 h 的第二相所需临界张应力值 $\sigma_1 = (\mu b) / [8\pi(1 - \nu)h]$ 代入位错攀移的速率方程^[9]后, 表达式为

$$v = A' D_v c_0 b^3 (\mu b) / [8\pi(1 - \nu)h] kT \quad (3)$$

式中 D_v —空位扩散系数; c_0 —晶体中(无位错时)的空位浓度; b^3 —一个空位的体积; A' —常数; k —波尔茨曼常数; T —绝对温度; μ —剪切模量; b —柏氏矢量; ν —泊松比。

稳态蠕变速率($\dot{\epsilon}$)与位错攀移速率成正比, 与攀移的距离 h 成反比, 表达式为

$$\dot{\epsilon} = A(v/h) = AD_v c_0 b^3 (\mu b) / [(1 - \nu)kTh^2] \quad (4)$$

式中 A —修正后的常数。由式(4)可以看出: 应变速率与 h^2 成反比, 随第二相尺寸(h)减小, 应变速率增加敏锐。合金2因高温筏状 γ' 相尺寸减小, 位错攀移速率加快, 因而导致蠕变速率高于合金1(如图2所示)。以上分析与实验结果相一致。

REFERENCES

[1] Ahlquist C N and Nix W D. The measurement of internal stresses during creep of Al and Al-Mg alloys [J]. Acta Metall, 1971, 19: 373~385.

[2] Rouault-Rogez H, Dupeux M and Ignat M. High temperature tensile creep of CMSX-2 nickel base superalloy single crystals [J]. Acta Metall Mater, 1994, 42(9): 3137~3148.

[3] TIAN S G, ZHOU H H, ZHANG J H, *et al.* Creep behaviour of single crystal nickel base superalloy [J]. Mater Sci Tech, 1998, 14(8): 751~756.

[4] Pollock T M and Argon A S. Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals [J]. Acta Metall Mater, 1992, 40(1): 1~30.

[5] TIAN Su-gui(田素贵), ZHOU Huì-hua(周惠华), ZHANG Jing-hua(张静华), *et al.* 一种单晶镍基合金蠕变初期的位错组态 [J]. Acta Metall Sin(金属学报), 1998, 34(2): 123~128.

[6] Nathal M V and Ebert L J. Elevated temperature creep rupture behavior of the single crystal nickel base superalloy NASAIR 100 [J]. Metall Trans, 1985, 16A: 427~439.

[7] MacKay R A, Nathal M V and Pearson D D. Influence of molybdenum on the creep properties of nickel base superalloy single crystals [J]. Metall Trans, 1990, 21A: 381.

[8] Weertman J. Steady-state creep through dislocation climb [J]. J Appl Phys, 1957, 28(3): 362~364.

[9] HA Kuang-fu(哈宽富). Microtheories of Metal Mechanics Properties(金属力学性质的微观理论) [M]. Beijing: Science Press, 1983. 520.

Creep features and affection factors for single crystal nickel base superalloys

TIAN Su-gui^{1,2}, ZHANG Li-ting², ZHANG Jing-hua¹, YANG Hong-cai³, XU Yong-bo¹, HU Zhuang-qi¹

1. State Key Laboratory for Fatigue and Fracture of Materials,

Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015, P. R. China;

2. Department of Materials Science and Engineering,

Shenyang Polytechnic University, Shenyang 110023, P. R. China;

3. School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110006, P. R. China

Abstract: The affection factors of the creep behaviour for two single crystal nickel base superalloys with [001] orientation were studied by measuring the creep curves and internal stress of dislocation motion, and by EDAX composition analysis as well. It is shown that the size and volume fraction of the γ' phase in alloy containing no element Ta are obviously decreased with the increasing of temperature. The main reason for the better creep resistance of the alloy, containing more elements Ta and Al, during steady creep is that it keeps a high volume fraction of γ' phase.

Key words: single crystal nickel base superalloys; alloying elements; creep resistance; dislocation climb

(编辑 袁赛前)