

温度对镍基单晶高温合金 DD13 拉伸行为的影响

范志东^{1,2}, 李季¹, 马翼超¹, 张志博¹

(1. 西安热工研究院有限公司, 陕西 西安 710054)

(2. 中国科学院沈阳金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 研究了新一代抗热腐蚀单晶高温合金 DD13 在不同温度下的拉伸行为, 包括断口形貌、显微组织和位错组态等。结果表明: 温度对合金的屈服强度和塑性影响明显。室温下, 合金的屈服强度和抗拉强度分别为 1059 和 1097 MPa; 当实验温度在 700 °C 时, 合金的屈服强度和抗拉强度达到峰值, 分别为 1108 和 1340 MPa; 而随着实验温度的继续升高, 合金强度却呈明显的下降趋势, 当实验温度达到 1050 °C 时, 屈服强度和抗拉强度分别为 262 和 443 MPa。实验温度对合金塑性的影响则成相反趋势, 合金在 700 °C 时表现出相对较差的塑性。分析发现, 不同实验温度下, γ/γ' 界面的共格错配度和位错克服强化相 γ' 方式的差异是影响合金屈服强度的主要因素, 而合金达到屈服点后, 位错是否发生交割缠绕现象是影响抗拉强度和塑性的关键因素。700 °C 下, 在许多强化相 γ' 内均发现不同滑移系层错交割、缠绕现象。

关键词: 单晶高温合金 DD13; 拉伸强度; 塑性; 位错组态; 温度

中图分类号: TG146.1⁺⁵

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)04-1288-05

镍基合金因其优异的高温综合性能, 广泛应用于能源、航空、航天领域中的高温承载部件^[1-3]。与多晶高温合金相比, 利用高速定向凝固技术制备的单晶高温合金, 由于晶界的消除和优异的晶体取向, 具有高温强度高、组织稳定性优良及综合性能好等特点, 因此被广泛应用于航空航天用发动机、地面用燃气轮机等设备的涡轮叶片^[3,4]。镍基单晶高温合金具有体积分数高达 60%~70% 长程有序沉淀强化相 γ' , 并沿某一晶体学方向均匀分布在基体 γ 相, 这一特性造成了镍基高温合金的一些特殊力学性能规律。例如拉伸屈服强度和抗拉强度的中温 (700~800 °C 之间) 峰值及拉伸塑性的中温“脆性”现象, 这种现象在定向铸造的镍基单晶高温合金和定向高温合金中^[5-9] 比较常见。通常认为, 镍基单晶高温合金的屈服强度和位错与 γ' 相的相互作用有关, 但具体作用机制尚未形成统一认识^[5,7,10,11], 这可能由于已有研究多从位错切割 γ' 相的过程着手进行分析, 而忽略了镍基单晶高温合金虽然是沉淀强化型合金, 但 γ/γ' 界面的共格强化效应在其狭窄基体通道内应力场同样重要, 镍基单晶合金的拉伸强度随温度变化的反常现象很可能是多种机制协同作用的结果。

DD13 是新一代高强抗热腐蚀镍基单晶高温合金, 主要应用于海洋环境下的舰载机、地面燃气轮机等设备的发动机动叶片^[12]。本工作主要研究了温度对镍基

单晶高温合金 DD13 拉伸行为的影响, 并重点研究了其拉伸力学行为与位错组态的关系。

1 实验

本研究用镍基单晶高温合金 DD13 的化学成分如表 1 所示。按照表 1 所示成分进行配料, 用真空感应炉熔炼母合金。在 Bridgeman 高速定向凝固炉中制备直径为 16 mm, 长约 200 mm 的单晶试棒。合金的 $\langle 001 \rangle$ 方向与单晶试棒的凝固方向平行, 取向偏离度控制在 5° 以内, 合金的晶体取向由 EBSD 测得。对取向符合要求的试棒进行标准热处理: 1260 °C/4 h/空冷+1050 °C/4 h/空冷+870 °C/4 h/空冷; 热处理后组织如图 1 所示, 枝晶间未发现残余共晶 ($\gamma+\gamma'$), γ' 相均匀分布且具有较好方度。

经标准热处理后的单晶试棒被加工成标准拉伸试样。拉伸试验温度分别为室温、700、760、800、850、900、980、1000 和 1050 °C, 应变速率为 $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 。拉伸试验后, 用光学显微镜观察试样的一般金相组织,

表 1 DD13 合金的名义化学成分

Table 1 Nominal composition of DD13 superalloy ($\omega/\%$)							
Cr	Co	Mo	Ti	Al	Ta	C	Ni
10.8	8.6	2.1	4.2	4.0	5.2	0.06	Bal.

收稿日期: 2018-04-16

基金项目: 国家自然科学基金 (51601145)

作者简介: 范志东, 男, 1984 年生, 博士, 西安热工研究院有限公司, 陕西 西安 710054, 电话: 029-82002823, E-mail: fanzhidong@tpri.com.cn

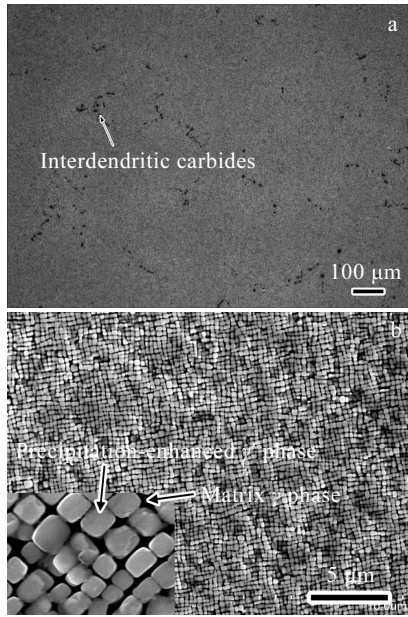


图 1 合金 DD13 经标准热处理后的组织

Fig.1 Microstructures of DD13 after heat treatment

用扫描电镜(SEM)观察合金的微观组织和断口形貌, 用 JEOL2010 透射电镜(TEM) 观察距断口 8~15 mm 处的位错组态。金相腐蚀采用化学腐蚀和电解腐蚀 2 种方法, 化学腐蚀所用的腐蚀剂为 4 g CuSO₄+20 mL HCl+20 mL H₂O, 电解腐蚀的腐蚀剂为 5% HNO₃+10% 冰乙酸+85%H₂O (体积分数), 电压为 10 V。EBSD 样

品采用电解抛光, 电解液为 10%高氯酸+90%乙醇 (体积分数), 电压为 10 V。TEM 测试样品磨至 50 μm 后再双喷减薄, 双喷液为 10%高氯酸+90%乙醇。

2 结果与讨论

2.1 拉伸温度对合金组织的影响

2.1.1 断口形貌

合金 DD13 在不同温度下的拉伸断口形貌如图 2 所示。一般认为拉伸断口由纤维区、辐射区和剪切唇区构成, 不同合金、不同实验条件, 3 种区域的比例有所不同^[11]。

室温下, 断口面总体与轴向呈约 50 °角, 垂直视角呈椭圆状 (图 2a); 断口中心区域呈不规则起伏状, 占断口较大比重, 并观察到大量韧窝、撕裂棱等纤维区特征^[13]; 外侧区域由若干小斜面构成, 上面观察到河流花样 (图 2b), 呈现剪切型断裂特征, 是合金在切应力作用下, 沿位错滑移面<111>面分离而造成的^[14-16]。700 °C 下, 断口椭圆度有所下降, 外侧可见一处明显的<111>滑移面 (图 2c)。断口中心区域以相互交叉的狭长斜面为主, 表明开动的滑移系有所增加且位错交互滑移较多, 利用扫描电镜的背散射模式, 在斜面交叉棱上可观察到大量碳化物和微裂纹, 且在中心区域未观察到韧窝、撕裂棱等 (图 2d)。1050 °C 下, 断口椭圆状消失, 整体起伏不平, 未观察到上述类似的剪切面, 但发现大量韧窝及撕裂棱, 韧窝处多发现碳化物或显微铸造疏松。

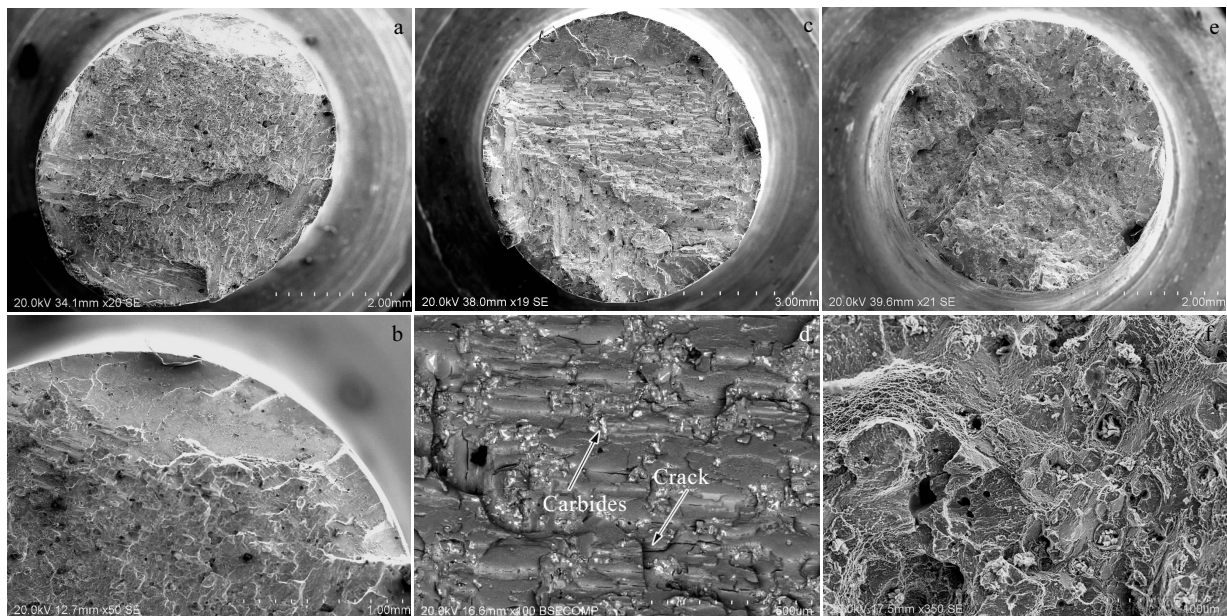


图 2 不同温度下 DD13 的拉伸断口形貌

Fig.2 Fracture morphologies of DD13 tension specimens at RT (a, b), 700 °C (c, d), and 1050 °C (e, f)

断口的椭圆度是因为偏离<001>取向的试样在外加轴向应力的作用下会不断发生晶格转动，以获得最大的 Schmid 因子，而随着变形量的加大，最终使试样的几何形状发生了改变。试样的晶格转动过程大致分两步：(1) 试样取向转向[001]-[111]边界，(2) 沿此边界转向[001]轴。显然，除晶格取向，实验温度也是影响拉伸试样断口椭圆化程度的关键因素；温度越高，晶格阻力低，滑移系易开动，完成上述晶格转动过程的变形量减少；高温下的位错攀移也增加了试样变形的均匀性，一定程度上降低了试样断口的椭圆化。

2.1.2 显微组织

不同温度下拉伸实验后试样显微组织如图 3 所示。与蠕变不同，所有温度下的拉伸试样中的 γ' 强化相并未出现“筏化”和球化的现象^[17]，依然保持了较

好的方度；此外在所有试样的外表面区域均观察到了与轴向成约 50°的滑移线，甚至部分沿滑移线扩展的裂纹（如图 3a），这与断口外围区域外侧多呈<111>面解理面相符。

值得注意的是，在 700 和 1050 °C 试样的中心区域的碳化物及缩孔附近均观察到了孔洞；其中，1050 °C 试样内孔洞在数量和尺寸上都高于 700 °C 试样。但是，700 °C 试样中心区域孔洞多能观察到 2 个左右的滑移线（图 3b），这与其断口形貌特征相符（图 2d）；而在 1050 °C 试样内的孔洞附近未观察到滑移线，并且部分孔洞有相互连接的趋势（图 3c）。

2.1.3 位错

不同温度下静态拉伸试样位错如图 4 所示。可见，温度对拉伸试样的位错组态影响较大。室温拉伸试样

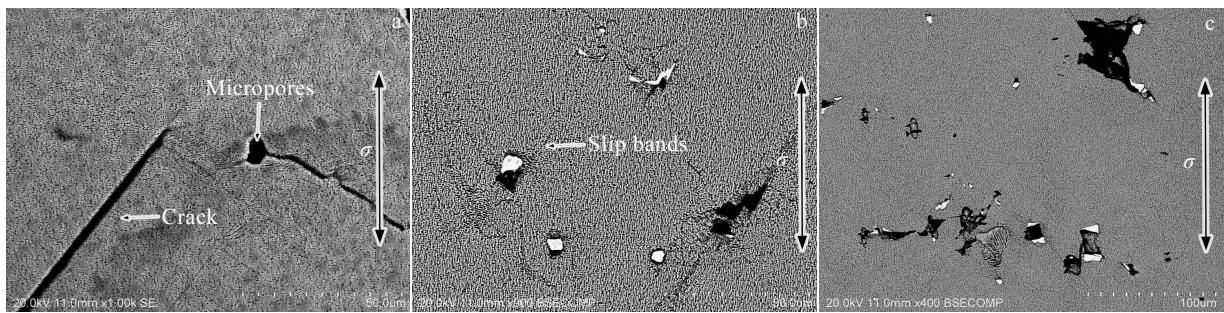


图 3 不同温度拉伸 DD13 合金试样的显微组织

Fig.3 Microstructures of DD13 specimens after tension tests at RT (a), 700 °C (b) and 1050 °C (c)

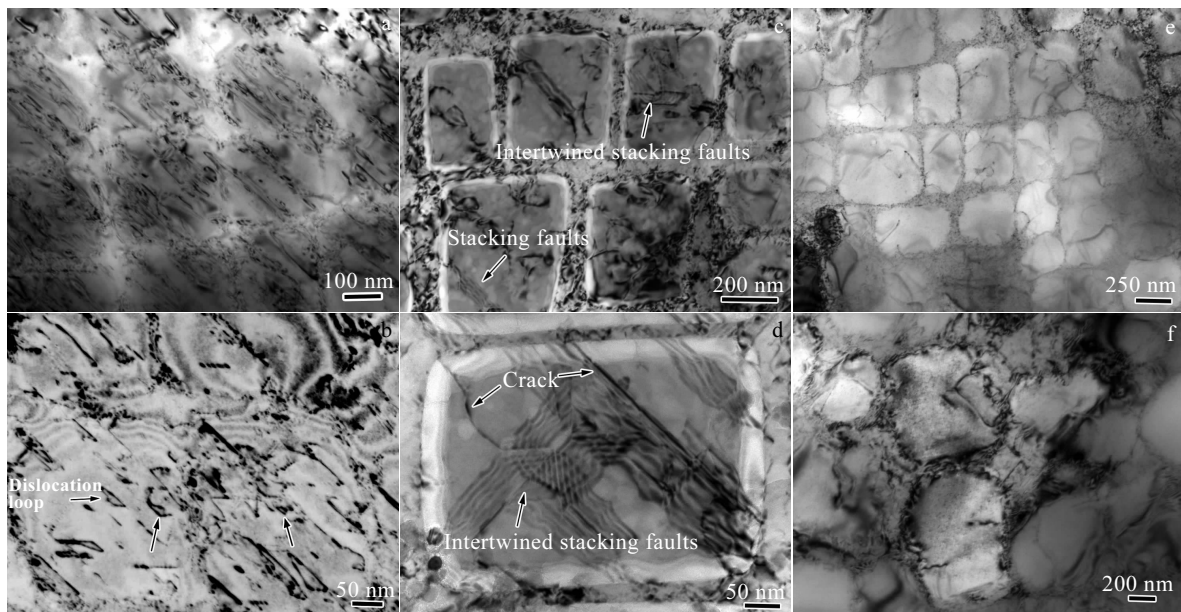


图 4 不同温度拉伸试样位错

Fig.4 TEM images of dislocations in tension specimens at RT (a, b), 700 °C (c, d), and 1050 °C (e, f)

在 TEM 下可观察到位向单一的大量平行的位错线(图 4a), 大部分位错集中在相互平行的滑移带上, 开动的滑移系数有限, 塑性变形相对集中; 位错线直线性较强, 未观察到常见的基体“之”字型位错线, 表明位错无交滑移现象^[18], 位错克服 γ' 相的方式以全位错切割为主, 且未观察到不同滑移面位错相互交割、缠绕现象, 这也是室温下屈服强度和抗拉强度差值较小的原因之一。此外, 还观察到了尺寸较小的环状位错线(图 4b), 推断其为基体通道内位错环, 位错通过位错环而非攀移的方式绕过尺寸较小的障碍物。700 °C 下, 位错组态发生明显变化, 在 γ' 相内观察到了大量层错, 表明此温度下, 位错克服 γ' 相的方式发生了变化; 部分 γ' 相内发现取向不同的层错相互交割、缠绕现象, 甚至在层错边缘观察到微裂纹, 表明位错在切入 γ' 相后的滑移并不顺畅, 因此 700 °C 下屈服强度和抗拉强度的差值最大; 在基体内仍以完成位错为主, 形态却以弯曲短小位错线为主, 还有部分弯曲长位错线(图 4c 和图 4d)。1050 °C 下(图 4e 和图 4f), 位错密度明显下降, 表明高温回复作用下部分位错发生湮没; 基体通道内观察到少量弯曲短位错线, γ' 相内仍以层错为主, 此外在基体与 γ' 相的界面处观察到了较密集的位错。

2.2 温度对合金拉伸性能的影响

合金 DD13 在不同温度下的拉伸强度(屈服强度 $\sigma_{0.2}$, 抗拉强度 σ_b) 和拉伸塑性(延伸率 δ , 断面收缩率 ψ) 如图 5 所示。可见, 屈服强度和抗拉强度均随实验温度的升高呈上升趋势, 均在 700 °C 时达到峰值, 但屈服强度的升幅较小而抗拉强度升幅明显; 但温度继续升高时, 合金屈服强度和抗拉强度均迅速下降。合金 DD13 的拉伸塑性随温度变化的趋势刚好相反, 在 700 °C 达到最低值, 之后随温度升高而呈现增加的趋势。温度对合金的拉伸强度和塑性的影响趋势

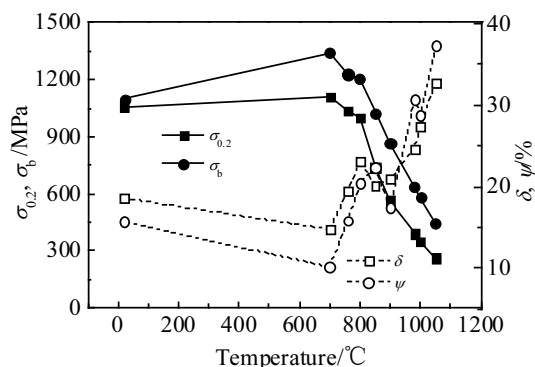


图 5 不同温度下合金 DD13 的拉伸性能

Fig.5 Tensile properties of DD13 alloy at different temperatures

与其它同类型合金相同^[11,12]。

3 影响机制分析

单晶高温合金主要依赖于 γ' 相的沉淀强化, 其本质在于位错与 γ' 相的相互作用, 而位错滑移的难易程度决定了单晶高温合金的强度和塑性^[19]。位错滑移首先需要克服的是 γ/γ' 界面的共格强化效应, 而研究^[20]表明, 合金中两相 (γ/γ') 晶格错配度的绝对值随温度提高而增大, 共格强化效应也随之增强。之后, 位错还需要克服 γ' 相才能继续滑移。作为有序金属间化合物, γ' 相内的位错运动与其反相畴界能、层错能等息息相关^[21]。超位错 $\langle 110 \rangle - \langle 111 \rangle$ 要分解为 2 个 $1/2 \langle 110 \rangle$ 超偏位错, 它们之间是反相畴界, 其反相畴界能随温度升高呈升高的趋势, 位错滑移的难度也相应增加^[22]。在这种情况下, 合金的屈服强度显然是随温度升高而增加的。随着温度的升高, 层错能下降直至低于反相畴界能, 此时超位错转变为部分位错+层错的形式。显然, 此时温度升高对位错在 γ' 相内的滑移是有益的, 但与此同时, 合金内开动的滑移系数也在增加, 不同滑移系位错交割、缠绕的几率也增加, 这将大大增加位错滑移的难度, 因此合金 DD13 的屈服强度在 700 °C 时达到峰值而塑性达到最低值。温度继续升高, 位错克服 γ' 相的方式由切割开始向攀移转变, 作为一个热激活的过程, 温度越高, 位错攀越容易; 此外, 位错攀移可以有效释放合金应变硬化效应, 从而促进位错进一步的顺畅滑移^[23], 合金的屈服强度也迅速降低。

4 结论

1) 合金 DD13 的屈服强度和抗拉强度在 700 °C 时达到峰值, 而拉伸延伸率和断面收缩率等塑性参数达到谷值。

2) 断口椭圆度随实验温度的升高而逐渐消失, 滑移带的数量也逐渐增多; 韧窝往往在枝晶间的碳化物或显微疏松处形成。

3) γ/γ' 相共格错配度引起的共格强化效应和位错克服 γ' 强化相方式的变化, 是影响合金 DD13 的屈服强度主要因素, 是否发生不同滑移系的位错相互交割、缠绕是影响合金变形强化和塑性的关键因素。

参考文献 References

- [1] Xu Songqian(徐松乾), Wang Tingting(王婷婷). *Thermal Power Generation(热力发电)*[J], 2016, 45(6): 63
- [2] Jiang Tao(姜涛), Wang Jianguang(王建光), Zhang Zhibo(张志博) et al. *Thermal Power Generation(热力发电)*[J], 2016, 45(1): 93

- [3] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications* [M]. New York: Cambridge University Press, 2006
- [4] Zhang J, Lou L H. *J Mater Sci Technol*[J], 2007, 23: 289
- [5] Lall C, Chin S, Pope D P. *Metall Mater Trans A*[J], 1979, 10A: 1323
- [6] Chu Z K, Yu J J, Sun X F *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527(12): 3010
- [7] Nembach E. *Mater Sci Eng A*[J], 2006, 429(1-2): 277
- [8] Miner R V, Gabb T P, Gayda J *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1986, 17(3): 507
- [9] Wang L N, Liu Y, Yu J J *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2009, 505(1-2): 144
- [10] Link T, Feller-Kniepmeier M. *Metall Mater Trans A*[J], 1992, 23(1): 99
- [11] Ebrahimi F, Yanevich J, Deluca D P. *Acta Materialia*[J], 2000, 48(2): 469
- [12] Wang Dong(王栋), Liu Chang(刘畅), Zhang Gong(张功) *et al. Chinese Patent*(中国专利), CN103114225A[P], 2013
- [13] Su Xijiu(苏锡九), Chen Ying(陈英). *Fracture Analysis and Atlas of Metallic Materials*(金属材料断口分析及图谱)[M]. Beijing: Science Press, 1991: 27
- [14] Cong Peijuan(丛培娟), Hou Jieshan(侯介山), Zhou Lanzhang(周兰章) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2011, 21(4): 747
- [15] Li Jiarong(李嘉荣), Shi Zhenxue(史振学), Yuan Hailong(袁海龙) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2008(12): 6
- [16] Wang Xiaoguang(王效光), Li Jiarong(李嘉荣), Yu Jian(喻健) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2015, 51(10): 1253
- [17] Jin Tao(金涛), Zhou Yizhou(周亦胄), Wang Xinguang(王新广) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2015, 51(10): 1153
- [18] Zhang J X, Wang J C, Harada H *et al. Acta Materialia*[J], 2005, 53(17): 4623
- [19] Huang Qian Yao(黄乾尧), Li Hankang(李汉康). *Superalloy*(高温合金)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000: 2
- [20] Wang Minggang(王明罡), Tian Sugui(田素贵), Yu Xingfu(于兴福) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(2): 268
- [21] Wang X G, Liu J L, Jin T *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 626: 406
- [22] Tang Renzheng(唐仁正). *Journal of Materials Science and Engineering*(材料科学与工程学报)[J], 1987(4): 8
- [23] Gao S, Fivel M, Ma A *et al. Journal of the Mechanics & Physics of Solids*[J], 2017, 102: 209

Effect of Temperature on Tensile Behavior of Nickel-Based Single Crystal Superalloy DD13

Fan Zhidong^{1,2}, Li Ji¹, Ma Yichao¹, Zhang Zhibo¹

(1. Xi'an Thermal Power Research Institute Co. Ltd, Xi'an 710054, China)

(2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: The tensile behaviors of a nickel-based single crystal superalloy DD13 were studied from room temperature to 1050 °C. Results show that both of yield strength and tension strength reach the peak value, namely 1108 and 1340 MPa when the testing temperature reaches 700 °C. However, a converse trend is observed for the temperature dependence of plastic properties. Model of dislocation overcoming the precipitation strengthening phase (γ') takes a key role on yield strength, which changes from shearing to climbing with the rising testing temperature. After the yield point, both of tension strength and plastic property are decided by that whether dislocations could slide smoothly or not. Relational twisting of partial dislocations with stacking fault from different slipping systems is observed at 700 °C.

Key words: single crystal superalloy DD13; tension strength; plastic property; dislocation; temperature

Corresponding author: Fan Zhidong, Ph. D., Xi'an Thermal Power Research Institute Co. Ltd, Xi'an 710054, P. R. China, Tel: 0086-29-82002823, E-mail: fanzhidong@tpri.com.cn