

CMSX-4 单晶高温合金在不同温度下的低周疲劳行为

赵玉娟, 玄伟东, 张翔宇, 戴睿卿, 李俊杰, 韩东宇, 丁彪, 任忠鸣

(上海大学 材料科学与工程学院 省部共建高品质特殊钢冶金与制备国家重点实验室,
上海市钢铁冶金新技术应用重点实验室, 上海 200444)

摘要: 研究了单晶高温合金 CMSX-4 在中温 760 °C 和高温 950 °C 下的低周疲劳行为。结果表明: 在 760 °C 下合金具有较长的疲劳寿命和较高的疲劳强度, 断面高度差大并与应力轴方向呈 45°角, 裂纹沿{111}面扩展; 而在 950 °C 下合金具有较短的疲劳寿命和较低的疲劳强度, 断面与应力轴垂直, 裂纹沿{001}面扩展。低周疲劳断口的扫描电镜结果表明, 760 °C 试样表面的微孔是主要的疲劳源, 而 950 °C 试样表面的氧化层是主要的疲劳源且呈多源开裂。低周疲劳断口的透射电镜结果表明, 中温 760 °C 下位错的变形机制包括平面滑移和波状滑移; 而高温 950 °C 下位错主要通过交滑移和攀移进行运动。

关键词: 单晶高温合金; 低周疲劳; 疲劳断口; 位错

中图分类号: TG132.3⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)11-4363-06

高温合金是航空发动机和燃气轮机热端部件不可替代的材料, 其中单晶高温合金消除了晶界这一高温下的薄弱环节, 提高了初始熔化温度^[1], 具有优异的抗蠕变和疲劳性能, 是现代航空发动机涡轮叶片的常用材料^[2]。

由于涡轮叶片等热端部件长期暴露在静应力和循环应力的作用下以及恶劣的服役环境中, 很容易发生低周疲劳损伤^[3], 据研究统计, 在各种零件的失效中, 约 80% 是由疲劳损伤引起的。一般认为, 温度是影响疲劳行为的主要因素, 温度升高低周疲劳寿命降低。低温(室温~600 °C)下低周疲劳的变形机制以平面滑移为主要模式, 在中温范围(600~800 °C)逐渐由平面滑移转变为波状滑移^[4, 5]。研究发现, 随着温度的升高, 单晶高温合金的 γ'/γ 相对强度和层错能均发生改变, 层错能和 γ'/γ 相对强度随着温度的升高而逐渐增大, 层错能的大小显著影响高温合金的变形机制^[6]。此外, 单晶高温合金在室温、中温和高温下位错的形貌和分布均有很大的差别, 所以在不同温度下表现为不同的变形机制^[7]。单晶高温合金在低周疲劳过程中位错的变形机制已经有了较全面的研究, 但不同温度下断口的宏观特征对研究低周疲劳行为也是很重要的, 因此有必要结合在不同温度下的低周疲劳断裂组织宏观

与微观形态, 从本质上更全面地了解单晶高温合金的低周疲劳断裂行为, 预防涡轮叶片的疲劳事故的发生。

鉴于此本工作研究第 2 代单晶高温合金 CMSX-4 在中温 760 °C 和高温 950 °C 下低周疲劳行为, 探究 CMSX-4 合金在 2 个不同温度下的低周疲劳行为。

1 实验

本实验采用的是通过 ALD 单晶炉定向凝固制备的[001]取向的第 2 代单晶高温合金 CMSX-4, 化学成分(质量分数, %)为 Ni-6.5Cr-9.0Co-6.0W-0.6Mo-5.6Al-1.0Ti-6.5Ta-3.0Re。对铸态 CMSX-4 合金棒进行热处理, 工艺如下: 1321 °C, 3 h, AC→1140 °C, 2 h, AC→870 °C, 20 h, AC (AC: air cooling, 空冷)。疲劳试样的标距部分直径为 5 mm、长度为 15 mm, 使用 MTS landmark23 伺服液压试验机、采用总应变控制的模式在中温 760 °C、高温 950 °C 下进行拉-压低周疲劳试验, 循环频率为 0.33 Hz, 应变比 $R(\epsilon_{\min}/\epsilon_{\max})$ 为 -1, 加载波形为三角波形。采取高应变幅值, 760 °C 实验选用的总应变幅为 1.5%, 1.6% 和 1.65%; 950 °C 实验选用的总应变幅为 1.1%, 1.2% 和 1.3%。试样在低周疲劳断裂之后,

收稿日期: 2022-04-25

基金项目: 国家自然科学基金(92060104); 国家科学技术重大项目(2017-VII-0008-0102); 上海市科学技术委员会(20511107700)

作者简介: 赵玉娟, 女, 1996 年生, 硕士, 上海大学材料科学与工程学院, 上海 200444, 电话: 021-66136579, E-mail: 2033278174@qq.com

采用扫描电镜(SEM, FEI Quanta 450)观察断口形貌, 采用透射电镜(TEM, JEM-2010F)观察变形区域的位错和滑移带。

2 结果与讨论

2.1 循环响应曲线

图 1 为 CMSX-4 合金在 760 和 950 °C 的循环应力响应曲线。结果表明应变幅值对 2 个温度下的疲劳寿命和合金可以承受的应力幅值均有很大的影响, 应力幅值随着应变幅的增大而提高, 而疲劳寿命反之, 随着应变幅的增大而显著缩短。此外, 从图中还可以看出, 与 950 °C 条件下的低周疲劳相比, 760 °C 下合金具有更高的疲劳寿命和疲劳强度。试样在 760 和 950 °C 下总是在循环初期发生短程的循环硬化, 根据先前文献的研究, 在疲劳循环过程中发生的硬化行为一般是由于组织中反相界剪切运行时的硬化现象、位错与滑移带的相互作用以及合金组织中位错之间的往复运动产生阻碍作用, 位错密度增加也会导致加工硬化^[8]。初始的循环硬化之后应力幅值上升到最大值后发生循环软化, 而对于循环软化的解释一般是关于析出相 γ' 相的改变: 析出相的溶解、析出相的长大、析出相的无序化以及多数学者认为的位错、滑移带对析出相的剪切作用^[9-11]。随后曲线则保持很长阶段的循环稳定直到试样发生断裂, 循环稳定是循环硬化和软化的共同结果。

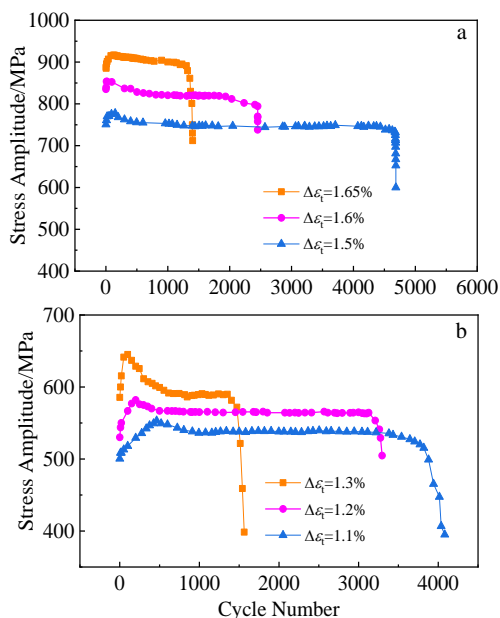


图 1 高温合金 CMSX-4 在不同温度下的循环应力响应曲线
Fig.1 Cyclic stress response curves of superalloy CMSX-4 at temperature of 760 °C (a) and 950 °C (b)

2.2 低周疲劳断口形貌

图 2 为 CMSX-4 合金在 760 和 950 °C 的宏观断口形貌。图 2a 的断口表面整体平滑呈斜坡状, 断面和应力轴方向几乎呈 45°角, 裂纹萌生区域是与应力轴垂直的{001}面, 随后裂纹沿单个或者多个{111}晶体学平面继续扩展。而 950 °C 的疲劳断口表面粗糙, 并且试样高温下氧化严重, 表面泛青绿色, 整个断面和应力轴方向几乎呈 90°角, 即裂纹的萌生是在{001}晶面并且沿着{001}晶面扩展并断裂, 如图 2b 所示。疲劳断裂在零件服役过程中是无征兆的, 具有突发性, 是典型的脆性断裂^[12], 所以断口是无颈缩的。

图 3 为 CMSX-4 合金经过 760 °C 低周疲劳断裂后的断口形貌。低周疲劳典型的断口形貌一般由 3 个部分组成: 疲劳源区、疲劳裂纹扩展区和瞬断区。如 3a1, 3b1 和 3c1 所示, 随着应变幅的增大, 断口表面的平坦区面积增多。断口表面可明显观察到一定数量的微孔, 这是因为合金经过高温的固溶处理后由于柯肯达尔效应产生固溶微孔, 使合金内部的微孔数量变多^[13], 微孔易造成应力集中萌生裂纹并加速裂纹的扩展。从图中看出, 合金在 760 °C 的低周疲劳源均靠近试样表面。图 3a2, 3b2 和 3c2 所示为疲劳源区, 疲劳源均是试样近表面的微孔, 试样表面的应力在微孔处集中到一定量时会开始发生滑移, 局部发生塑性变形, 再经过多次的拉-压应力循环则会萌生裂纹。疲劳源区和扩展区的连接处一般具有放射状条纹, 条纹预示着裂纹扩展的方向。裂纹稳定扩展区存在多条相互平行的疲劳条带, 每个条带代表着试样的一次疲劳循环。图 3a3, 3b3 和 3c3 为疲劳扩展区, 观察到随着总应变幅的增大, 疲劳条带的宽度增加, 这表明随着总应变幅的增大, 施加的应力增大, 从而使试样在每一次疲劳循环过程中裂纹扩展的距离增大。随着疲劳循环的进行, 裂纹不稳定扩展使断裂进入裂纹瞬断阶段, 如图 3a4, 3b4 和 3c4 所示为瞬断区, 瞬断区是断口最粗糙的区域, 一般具有解理台阶、撕裂纹和山棱状等凸起的特征。

图 4 为 CMSX-4 合金经过 950 °C 的低周疲劳断裂后的断口形貌。总的来看, 3 个不同应变幅下的断口表面较粗糙。由图 4a1, 4b1 和 4c1 可知, 试样在 950 °C 下疲劳源均处在试样表面附近, 这是由于高温下合金表面产生严重的氧化, 试样表面脆弱的氧化层使得应力集中于表面, 从而产生裂纹。图 4a2, 4b2 和 4c2 为疲劳源区, 断口表面会出现多个疲劳源, 属于多源开裂, 不过随循环加载的进行会出



图 2 单晶高温合金 CMSX-4 低周疲劳断口宏观特征
 Fig.2 Macro-morphologies of low cycle fatigue fracture of single crystal superalloy CMSX-4 at temperature of 760 °C (a) and 950 °C (b)

现一个主疲劳源,主疲劳源发挥主要作用继续扩展。疲劳源区存在一些放射状条纹,裂纹初始扩展时,条纹方向由表面向试样中心,表明裂纹由表面向中心扩展。图 4a3, 4b3 和 4c3 为疲劳扩展区,疲劳条带是疲劳断裂最典型的形貌特征之一,疲劳扩展区呈现细密的不连续的疲劳条带,表现出脆性断裂的特征。疲劳瞬断区和扩展区的界限明显,如图 4a4, 4b4 和 4c4 所示的瞬断区呈现出宽度较小疲劳台阶,瞬断区面积随着应变幅的增大略有增大,低周疲劳寿命随之减短。这是由于疲劳寿命的 80%由疲劳源区和疲劳扩展区组成,所以一般瞬断区面积占比变大,疲劳寿命就会缩短。

2.3 断后位错和滑移带形态

图 5 为 CMSX-4 合金在低周疲劳断裂后的位错形态。图 5a~5c 为 CMSX-4 合金在高温 760 °C、 $\Delta\epsilon_t=1.6\%$ 的条件下的位错形貌。总体来看, γ' 相排列规则,呈现立方状,没有出现棱角溶解或筏化,说明试样断裂过程中没有发生蠕变损伤。由图 5a 可知,位错不均匀分布并且剪切 γ' 相,部分位错单独分布在 γ' 相中,位错对 γ' 相的剪切会降低 γ' 相的

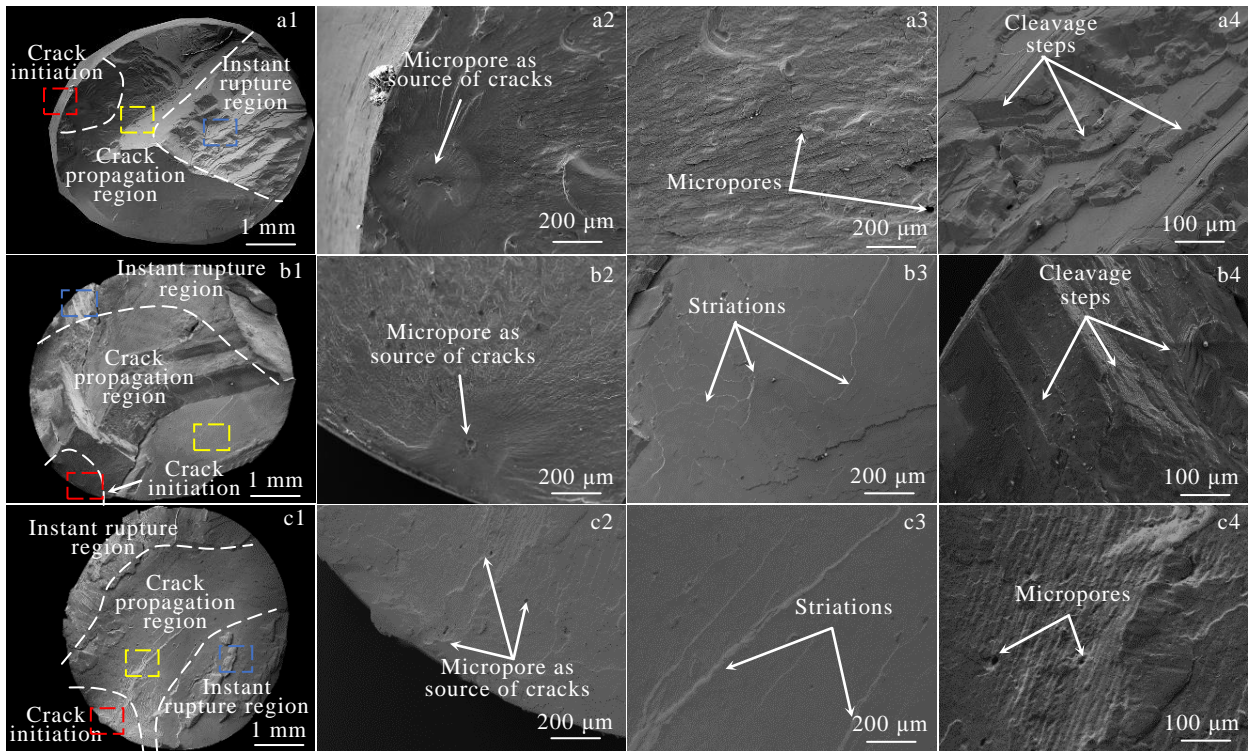


图 3 高温合金 CMSX-4 在 760 °C 下的 SEM 断口形貌
 Fig.3 SEM fracture morphologies of superalloy CMSX-4 at 760 °C: (a) $\Delta\epsilon_t=1.5\%$, (b) $\Delta\epsilon_t=1.6\%$, (c) $\Delta\epsilon_t=1.65\%$ (1-fracture surface, 2-magnified images of crack initiation region in red rectangular area in fracture surface; 3-magnified images of crack propagation region in yellow rectangular area in fracture surface; 4-magnified images of instant rupture region in blue rectangular area in fracture surface)

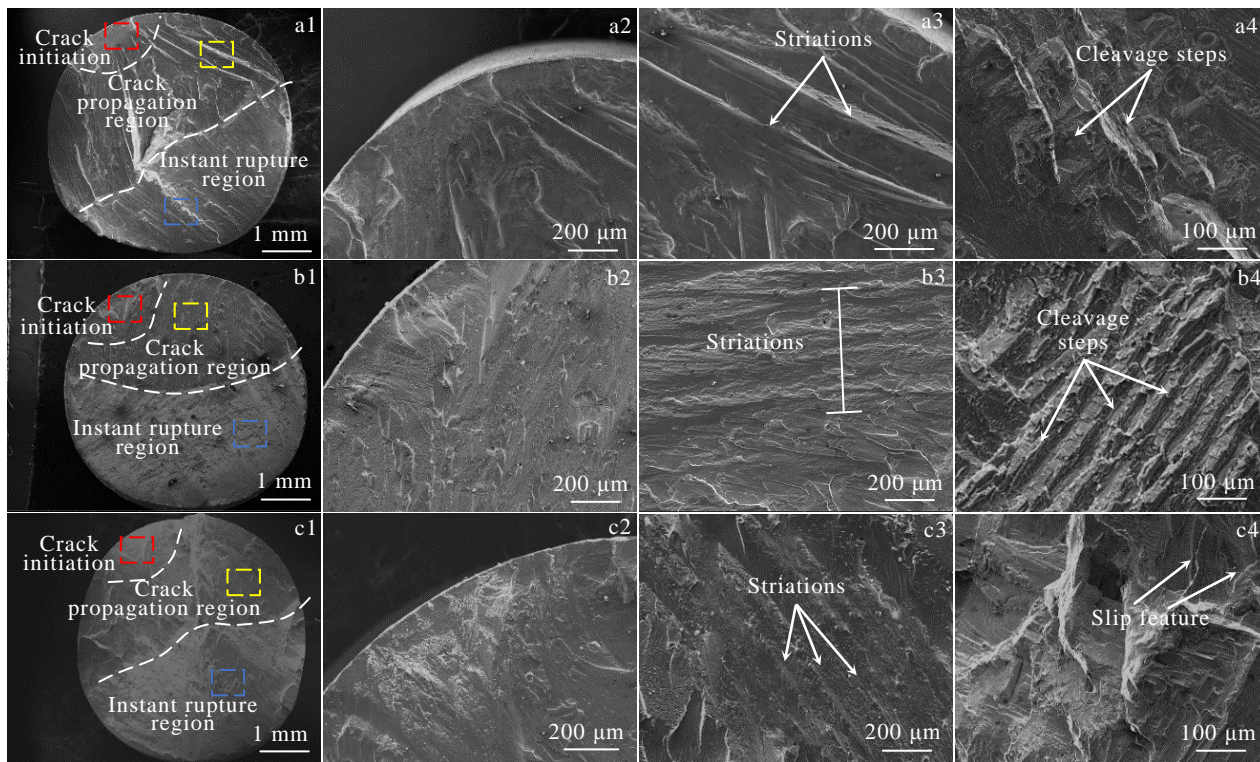


图 4 高温合金 CMSX-4 在 950 °C 下的 SEM 断口形貌

Fig.4 SEM fracture morphologies of superalloy CMSX-4 at 950 °C: (a) $\Delta\epsilon_t=1.1\%$, (b) $\Delta\epsilon_t=1.2\%$, (c) $\Delta\epsilon_t=1.3\%$ (1-fracture surface, 2-magnified images of crack initiation region in red rectangular area in fracture surface; 3-magnified images of crack propagation region in yellow rectangular area in fracture surface; 4-magnified images of instant rupture region in blue rectangular area in fracture surface)

强化作用从而在低周疲劳循环过程中出现循环软化现象。此外，还存在部分位错相互交错形成不规则位错网格，位错之间的相互作用阻碍了位错的运动，从而导致循环硬化。滑移带由低密度的位错形成，经测量滑移带的宽度为 $0.3 \mu\text{m}$ ，滑移带对 γ' 相的连续剪切同样也会造成循环软化。图 5b 所示的滑移带，其宽度也近似为 $0.3 \mu\text{m}$ ，观察到狭长的波状位错缠结形成规则的矩形网格，并且观察到少量的基体位错和界面位错。此外，还观察到少部分位错缠结和交错的波浪状位错，如图 5c 所示，这种波浪状位错的形成是由于螺旋位错在 $\{111\}$ 晶面交叉滑移并交错于 γ/γ' 界面附近，这是波状滑移的特征。CMSX-4 合金在 $760 \text{ }^\circ\text{C}$ 的低周疲劳循环过程中的位错既通过平面滑移也通过波状滑移运动，并且疲劳循环断后的位错形态与拉伸以及蠕变后的无差别^[14, 15]。这和以往的研究结果是一致的，在中温阶段 ($600\sim 800 \text{ }^\circ\text{C}$) 位错的运动模式由平面滑移转向波状滑移，所以在中温下低周疲劳断裂机理既有平面滑

移的特征也存在波状滑移的特征^[16]。

CMSX-4 合金在高温 $950 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $\Delta\epsilon_t=1.2\%$ 的条件下低周疲劳断裂后的位错形貌如图 5d~5f 所示，由图可知，基体相宽度略有增大， γ' 相棱角有溶解的现象，从原本规则的立方状变成近球状，这是高温蠕变损伤的特征，说明 CMSX-4 合金在 $950 \text{ }^\circ\text{C}$ 的拉-压应力循环的作用下也发生了蠕变损伤。如图 5d 所示，波浪状的位错在 γ 通道内进行交叉滑移，由于 γ' 相棱角的溶解使位错更容易绕过 γ' 相，所以位错主要分布在 γ 基体和 γ/γ' 界面中，位错聚集在 γ/γ' 界面处以攀移的运动形式绕 γ' 相。如图 5e 所示，位错密度大的区域很容易发生位错缠结，高密度位错的变形区域和低密度位错的区域形成明显界限，并且高密度位错区域主要由基体位错和界面位错组成，位错以交滑移和攀移进行运动，也观察到有少量位错剪切 γ' 相。在变形区域观察到由高密度位错形成的位错网格，如图 5f 所示，在排列不规则的位错网格中存在矩形网格和六边形网格，根据文献[17]，这些

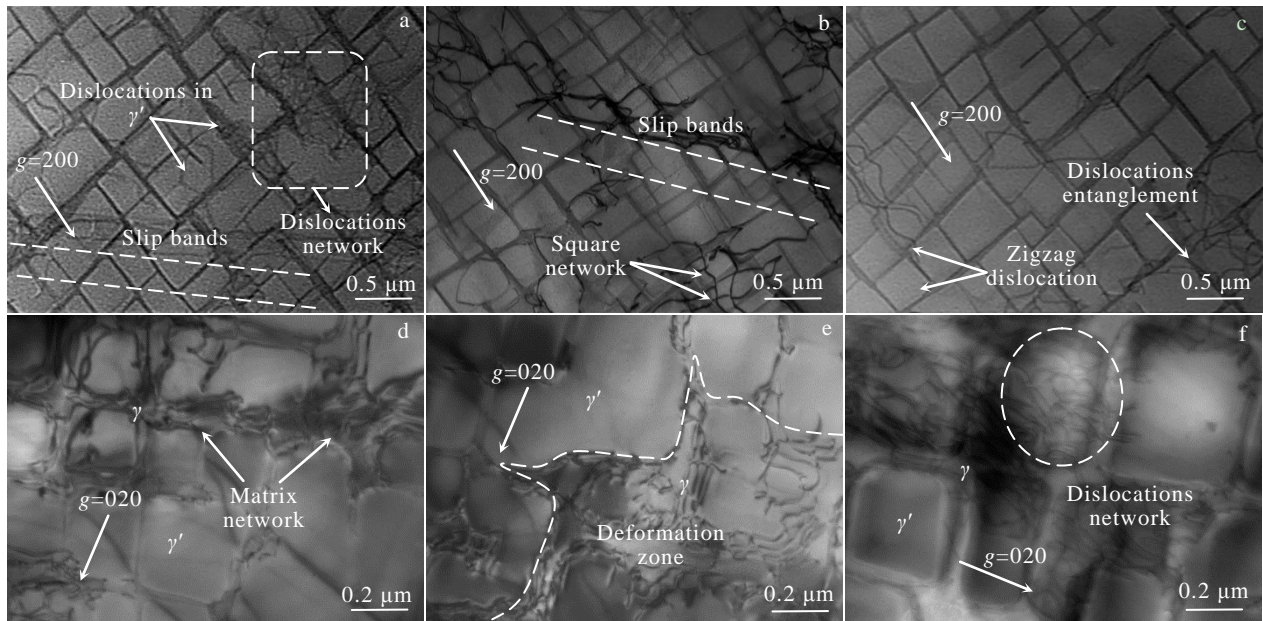


图 5 高温合金 CMSX-4 在 760 °C ($\Delta\epsilon_f=1.6\%$)和 950 °C ($\Delta\epsilon_f=1.2\%$)下断口附近的位错形貌

Fig.5 Dislocation morphologies near the fracture surface of superalloy CMSX-4: (a~c) 760 °C, $\Delta\epsilon_f=1.6\%$; (d~f) 950 °C, $\Delta\epsilon_f=1.2\%$

是蠕变损伤初级阶段的典型位错网格结构。在 950 °C 高温下的低周疲劳测试过程中, CMSX-4 合金也发生了蠕变损伤, 并且变形区域没有发现明显的滑移带。由于高温下合金有较高的层错能, 并且强化相 γ' 相强度较高, 位错很难切过 γ' 相进行运动, 主要以交滑移和攀移为主要变形机制。

3 结 论

1) CMSX-4 合金的低周疲劳性能和温度有关, 对比在高温 950 °C 下, 中温 760 °C 下合金具有较长的低周疲劳寿命和较高的疲劳强度。

2) 760 °C 的低周疲劳断面和应力幅呈 45° 角, 疲劳裂纹主要萌生在近表面的微孔处, 裂纹主要沿单个或者多个 $\{111\}$ 面扩展。而 950 °C 的低周疲劳断面和应力幅几乎垂直, 疲劳裂纹主要萌生于试样表面, 沿 $\{001\}$ 面扩展并断裂。

3) CMSX-4 合金在中温 760 °C 下存在位错和滑移带剪切 γ' 相, 也存在 γ/γ' 界面附近交错的波浪状位错, 所以中温 760 °C 下 CMSX-4 合金的低周疲劳变形机制既有平面滑移的特征也存在波状滑移的特征。CMSX-4 合金在 950 °C 高温下发生了蠕变损伤, 以基体位错和界面位错为主, 只存在少量的位错切过 γ' 相, 变形机制主要以交滑移和攀移绕过 γ' 相为主。

参考文献 References

[1] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and*

Applications[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006

[2] Ott M, Mughrabi H. *Materials Science and Engineering A*[J], 1999, 272(1): 24

[3] Yang Jinlong(杨金龙), Zhu Xiaomin(朱晓闽), Chen Qi(陈祺) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(9): 3235

[4] 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

[5] Sundararaman M, Chen W, Wahi R P *et al. Acta Metallurgica et Materialia*[J], 1992, 40(5): 1023

[6] Li P, Li Q Q, Jin T *et al. International Journal of Fatigue*[J], 2014, 63:137

[7] Wang X G, Liu J L, Jin T *et al. Scripta Materialia*[J], 2015, 99: 57

[8] Lerch B A, Gerold V. *Metallurgical Transactions A*[J], 1987, 18(12): 2135

[9] Feltner C E, Laird C. *Acta Metallurgica*[J], 1967, 15(10): 1621

[10] Stoltz R E, Pineau A G. *Materials Science and Engineering*[J], 1978, 34(3): 275

[11] Wilhelm M. *Materials Science and Engineering*[J], 1981, 48(1): 91

[12] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys*(高温合金材料学)[M]. Beijing: Science

- Press, 2008: 456
- [13] Anton D L. *Acta Metallurgica*[J], 1984, 32(10): 1669
- [14] Wang X G, Liu J L, Jin T *et al. Materials and Design*[J], 2014, 63: 286
- [15] Zhang J X, Wang J C, Harada H *et al. Acta Materialia*[J], 2005, 53(17): 4623
- [16] Liu L, Meng J, Liu J L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 734: 1
- [17] Sun N, Zhang L, Li Z G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 606: 175

Low Cycle Fatigue Behavior of Single-Crystal Superalloy CMSX-4 at Different Temperatures

Zhao Yujuan, Xuan Weidong, Zhang Xiangyu, Dai Ruiqing, Li Junjie, Han Dongyu, Ding Biao, Ren Zhongming
(State Key Laboratory of Advanced Special Steel & Shanghai Key Laboratory of Advanced Ferrometallurgy, School of Materials Science and Engineering, Shanghai University, Shanghai 200444, China)

Abstract: The low cycle fatigue behaviors of single-crystal superalloy CMSX-4 were investigated at 760 and 950 °C. At 760 °C, specimens have longer fatigue lives and higher strength under higher strain amplitude. The fracture sections of specimens at 760 °C have a large height difference with an angle of 45° to the stress axis direction, and the cracks expand along the {111} plane. While the fracture sections of specimens at 950 °C are perpendicular to the stress axis, and the cracks expand along the {001} plane. Scanning electron microscope was employed to analyze the fatigue fracture, and it is found that the micropore near the surface of specimens at 760 °C is the main fatigue source, while the fatigue cracks originated from the oxide layer near the surface of specimens at 950 °C is the main fatigue source and it shows multiple sources of cracking. Transmission electron microscope was employed to analyze the dislocation motion modes. The deformation mechanism of low cycle fatigue at 760 °C includes planar slip and wavy slip. Whereas, the dislocation at 950 °C mainly moves by cross-slip and a process of gliding and climbing.

Key words: single-crystal superalloy; low cycle fatigue; fatigue fracture; dislocation

Corresponding author: Xuan Weidong, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Shanghai University, Shanghai 200444, P. R. China, Tel: 0086-21-66136579, E-mail: wdxuan@shu.edu.cn