

Ru 对单晶高温合金拉伸性能的影响

Effect of Ru on the Tensile Property in
Single Crystal Superalloys

刘丽荣¹, 祖国庆¹, 李晓宇¹, 金涛², 胡壮麒²

(1 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110870; 2 中科院金属研究所, 沈阳 110016)

LIU Li-rong¹, ZU Guo-qing¹, LI Xiao-yu¹, JIN Tao², HU Zhuang-qi²

(1 Materials Science and Engineering School, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China; 2 Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

摘要: 为了研究 Ru 在含 Re 单晶高温合金的作用, 利用扫描电镜和透射电镜以及电子拉伸实验机对不同 Ru 含量的三种单晶高温合金的拉伸性能和变形组织及形貌进行观察和分析, 研究表明: 三种合金随着 Ru 含量的增加, 合金热处理态 γ' 相尺寸逐渐减小, 立方度明显增加。900℃ 下的拉伸实验表明随着 Ru 含量的增加, 合金的屈服强度和抗拉强度都略有增加。900℃ 下三种合金的断裂方式均为纯剪切型断裂。变形机制为位错切割 γ' 位错对夹着反相畴界模式。因此, Ru 的加入略微增加了合金的强度, 但没有改变合金的变形机制和断裂特征。

关键词: Ru; 单晶高温合金; 屈服强度; 抗拉强度; 断裂特征; 位错; 纯剪切

中图分类号: TG146.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2012)06-0076-04

Abstract: In order to investigate the effect of Ru in single crystal superalloys containing rhenium, the tensile property and deformation microstructure were studied by scanning electron microscope and transmission electron microscope. The results show that with the increasing of ruthenium content, the size of γ' phase decrease and the cubic degree increase. At 900℃, the yield strength and tensile strength increase slightly, with the increase of Ru addition. The fracture mode is all pure shear mode for these three alloys. The deformation mechanism is the dislocation pair by anti-phase domain. The additions of ruthenium increase the tensile strength slightly, but not change the deformation mechanism and fracture characteristics.

Key words: Ru; single crystal superalloy; yield strength; tensile strength; fracture characteristic; dislocation; pear shear

随着发动机推力和效率的不断提高, 发动机涡轮进口温度不断上升, 这需要有更高性能的叶片材料。镍基单晶高温合金是航空发动机涡轮叶片用主要材料, Ru 是第四代镍基单晶高温合金的标志性元素, 但 Ru 在单晶高温合金中的作用还存在较大的争议^[1-3]。

大量的研究表明加入 Ru 能够提高合金的蠕变持久性能^[4-6], 然而, Zhang^[7]等的研究表明 Ru 不能像 Re 一样独立的提高蠕变性能, 而是 Ru 通过增强合金的组织稳定性, 减少有害的 TCP 析出而起的强化作用。

拉伸性能是表征单晶高温合金性能重要力学指标。由于高温合金的多组元带来的复杂性, Ru 的加入必然会对高温合金的力学性能产生深刻影响。Yeh^[8]等研究了 Re, Ru 对合金流变应力的影响, 结果表明

加入 Re 和 Ru 对 γ, γ' 均有一定的强化作用, 从而提高了合金的流变应力, 其中 Re 比 Ru 的效果更明显。Wang^[9]等的模拟计算表明, Ru 和 Re 占 Al 位。择优滑移方向是 (100)[110]。Re 和 Ru 都能增大两相界面的共格结合强度, 但 Re 更有效。Ru 和 Re 都有利于合金的塑性。

本工作通过对不同 Ru 含量单晶高温合金拉伸性能及断口形貌的分析, 研究了 Ru 对单晶高温合金力学性能的影响规律及机理。

1 实验材料和方法

1.1 原料及制备

实验材料为三种不同 Ru 含量的含 Re 镍基单晶

高温合金,含 Ru 质量分数分别为 0%,1.5%,3%。母合金经 ZG-0.01 型真空感应炉熔炼。不同成分的单晶高温合金是在 ZGG-0.002 真空高梯度单晶炉上制备的。试棒尺寸为 $\phi 15\text{mm}\times 75\text{mm}$ 。三种合金的铸态试棒在经过相应的固溶处理后,进行 $1150^{\circ}\text{C}/4\text{h}$ 的一次时效和 $870^{\circ}\text{C}/24\text{h}$ 的二次时效处理,利用 S3400N 扫描电子显微镜对不同合金热处理后的微观组织进行观察。热处理后的样品,加工成拉伸标准试样,用于测定合金的拉伸性能。拉伸实验在岛津 AG-25KNE 型电子拉伸试验机上进行,实验温度为 900°C ,横梁速率保持 $0.3\text{mm}/\text{min}$ 直至断裂(应变速率为 $3.3\times 10^{-4}\text{s}^{-1}$)。拉伸断口形貌及变形组织在 S3400N 型扫描电

镜和透射电镜下观察和分析。

2 实验结果和分析

2.1 Ru 对热处理态组织的影响

三种合金在相应热处理后的显微组织如图 1 所示。 γ' 相形貌总体规律如下:三种合金在时效温度处理后 γ' 相基本都呈立方体形态, γ' 相尺寸都是随 Ru 含量的增加而降低。不含 Ru 的 0Ru 合金的 γ' 相的边长大约为 $400\sim 450\text{nm}$,1.5Ru 合金的 γ' 相尺寸在 300nm 左右,3Ru 合金的 γ' 相在 250nm 左右,立方度都较好。

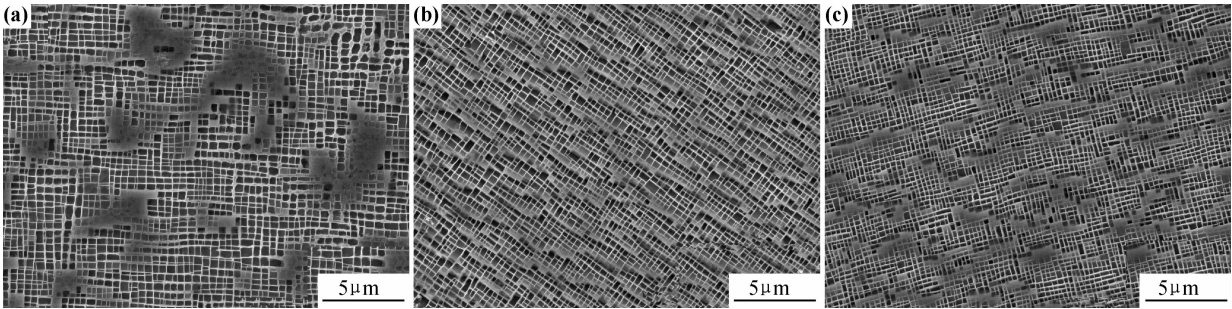


图 1 三种合金完全热处理后的 γ' 相形貌 (a)0Ru 合金;(b)1.5Ru 合金;(c)3Ru 合金;
Fig.1 Morphology of γ' in three alloys after full heat treatment (a)0Ru alloy;(b)1.5Ru alloy;(c)3Ru alloy

2.2 Ru 对拉伸性能的影响

2.2.1 拉伸行为

三种合金在 900°C 下拉伸条件下的应力应变曲线如图 2 所示。可以看出在 900°C 拉伸条件下,三种合金的屈服强度随 Ru 含量的增加而略有提高。三种合金在屈服后拉伸应力略有增加,产生轻微的加工硬化。

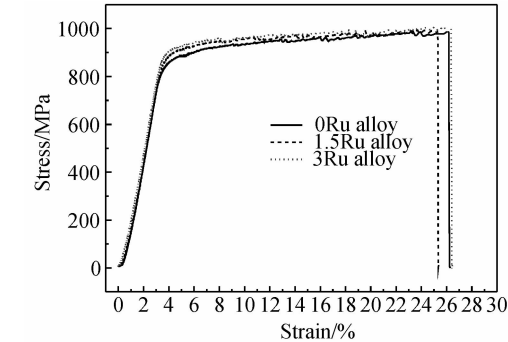


图 2 三种合金在 900°C 下的应力-应变曲线
Fig.2 Stress-strain curves of three alloys at 900°C

三种合金的拉伸性能数据见表 1。可以看出在 900°C 下,三种合金屈服强度和抗拉强度都随 Ru 含量增加而增大;三种合金的伸长率和断面收缩率大致相当,都表现出较好的塑性。

表 1 三种合金拉伸性能数据对比

Table 1 Tensile property data of three alloys

No	$\sigma_{0.2}/\text{MPa}$	σ_b/MPa	$\delta/\%$	$\psi/\%$
0Ru alloy	811.44	989	26.4	23.4
1.5Ru alloy	850.72	994.15	25.2	23.4
3Ru alloy	868.84	1008.46	26	22.56

2.2.2 断口形貌

图 3 是三种合金试样在 900°C 拉伸条件下的断裂后的试样照片,可以看出三种合金的断裂表面均为较光滑斜面,其断口呈锋利的楔形,断裂面的法线方向与应力方向大约成 $50\sim 60^{\circ}$ 夹角,由此可确定断裂面即是面心立方晶体的 $\{111\}$ 滑移面,这是沿滑移面的分离剪切断裂。拉伸断裂试样的横截面都呈比较明显的椭圆度。这是单晶合金的各向异性造成的。三种合金断口进行比较可以看出 0Ru 合金在局部边缘已经形成了比较明显的韧窝状断口,出现了由解理状断面向韧窝状断面突然过渡的现象,断裂面不是非常平整光滑,3Ru 合金的断面最光滑平整。可见 Ru 的加入提高了合金的高温强度。

扫描电镜下观察三种合金的断面如图 4 所示都呈平面状,平面上偶尔存在一些孔洞,孔洞为合金中的预

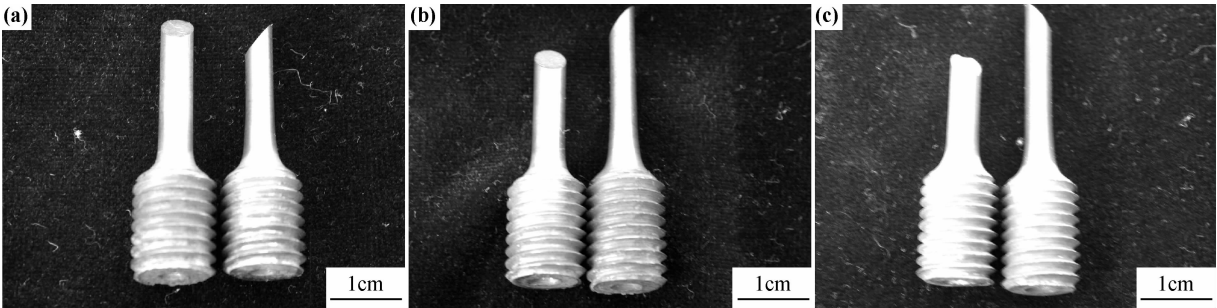


图 3 三种合金试样在 900℃ 拉伸条件下的断裂后的试样照片 (a)0Ru 合金;(b)1.5Ru 合金;(c)3Ru 合金
Fig. 3 Photographs of three alloys after tensile test at 900℃ (a)0Ru alloy;(b)1.5Ru alloy;(c)3Ru alloy

存孔洞或在拉伸过程中预存孔洞扩大形成的,断口上的孔洞对断裂面的走向没有影响,整个断裂过程呈现出瞬间滑断的特点。放大到 500 倍后能观察到微观的表面起伏。放大到 5000 倍后在断口表面均匀分布着

更微观的表面起伏,每个小坑或者小包尺寸大致在 400~500nm 左右,与合金中的 γ' 相尺寸一致。这种断口与文献[10]中的断口明显不同,没有观察到微孔聚集型断裂特征。

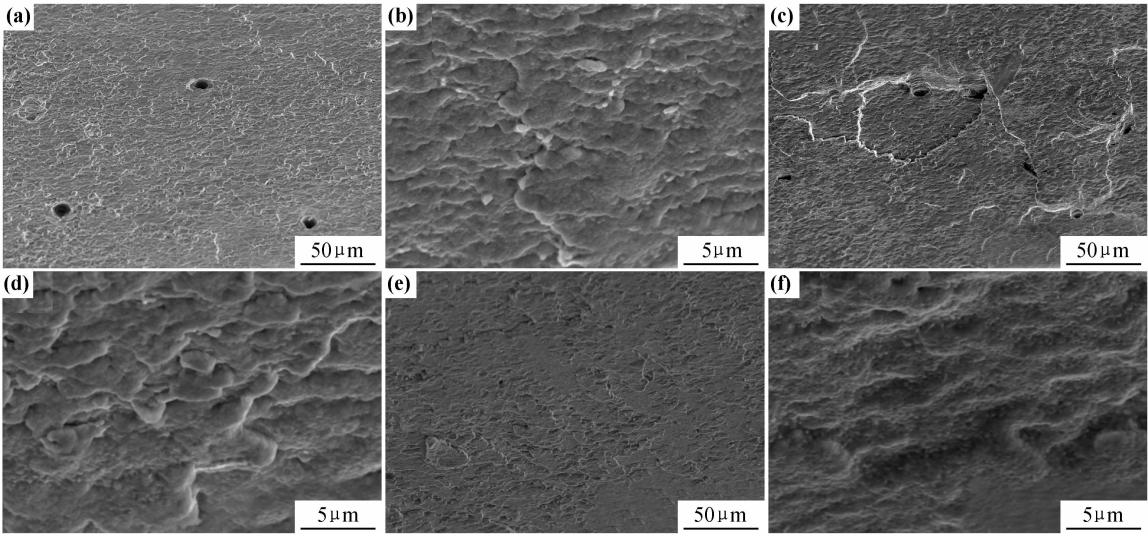


图 4 三种合金试样 900℃ 下拉伸断裂后断口形貌 (a,b)0Ru 合金;(c,d)1.5Ru 合金;(e,f)3Ru 合金
Fig. 4 Tensile fractographs of three alloys at 900℃ (a,b)0Ru alloy;(c,d)1.5Ru alloy;(e,f)3Ru alloy

2.2.3 断裂试样的 TEM 组织观察

图 5 显示了三种合金在 900℃ 下拉伸断裂后的位

错特征,可见, γ' 相仍为立方体形貌, γ' 内没有出现层错条纹,即位错切割 γ' 的过程为反相畴界模式。 γ' 内

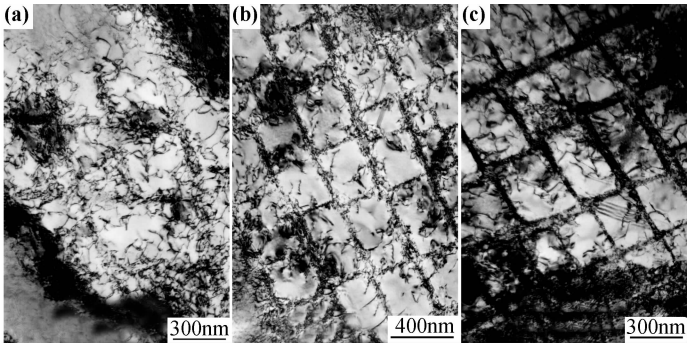


图 5 三种合金试样 900℃ 下位错组态 (a)0Ru 合金;(b)1.5Ru 合金;(c)3Ru 合金
Fig. 5 Dislocation configuration of three alloys after tensile rupture at 900℃ (a)0Ru alloy;(b)1.5Ru alloy;(c)3Ru alloy

的位错变得扭曲混乱,见图 4(a),位错平行排列的规则程度显著下降。只有 3Ru 合金 γ' 内的位错尚保持一定程度的平行排列。这表明 900℃ 时,位错的线能量已显著下降,不能将位错保持在直线形态。

900℃ 时,虽然错配度仍保持负值,共格界面强化具有很高的水平,如图 5 所示。但是由于 γ' 的有序度已开始降低,APB 能开始下降,相反地,层错能随温度的升高而增大,所以基体位错切割 γ' 的方式为位错对夹着反相畴界模式。由于较强的共格强化作用,合金中第二滑移系的启动受到抑制,因此三种合金都表现为很低的加工硬化能力。但由于热激活的作用,位错可以通过交滑移转变到同一滑移系中的另一平行滑移面上,进而使滑移带变宽,变形分布的集中程度降低,合金表现出较高的伸长率,但断裂模式仍为剪切断裂。综合分析三种合金的微观组织和变形组织以及断裂特征,可以看出 Ru 的加入略微提高了合金的强度,并没有改变合金的变形方式和断裂特征。

3 结论

(1)随着 Ru 含量的增加,合金热处理态 γ' 相尺寸逐渐减小,立方度明显增加。

(2)900℃ 拉伸实验表明随着 Ru 含量的增加,合金的屈服强度和抗拉强度略有增加。

(3)900℃ 下三种合金的断裂方式为纯剪切型断裂。变形机制为位错切割 γ' 位错对夹着反相畴界模式。

参考文献

- [1] 陈荣章. 单晶高温合金发展现状[J]. 材料工程, 1995, (8): 3—12.
- [2] KOIZUMI Y, KOBAYASHI T, YOKOKAWA T, et al. Development of next generation Ni-base single crystal superalloys[A]. GREEN K A, POLLOCK T M, HARADA H. Superalloys 2004 [C]. Warrendale, PA: TMS, 2004. 35—43.
- [3] YOKOKAWA T, OSAWA M, NISHIDA K, et al. Partitioning behavior of platinum group metals on the γ and γ' phases of Ni-base superalloys at high temperatures[J]. Scripta Mater, 2003, 49 (10): 1041—1046.
- [4] HOBBS R A, ZHANG L, RAE C M F, et al. The effect of ruthenium on the intermediate to high temperature creep response of high refractory content single crystal nickel-base superalloys[J]. Mater Sci Eng A, 2008, 489(1—2): 65—76.
- [5] CARROLL L J, FENG Q, MANSFIELD J F, et al. High refractory, low misfit Ru-containing single crystal superalloys[J]. Metall Mater Trans A, 2006, 37(10): 2927—2938.
- [6] CARROLL L J, FENG Q, MANSFIELD J F, et al. Elemental partitioning in Ru-containing nickel-base single crystal superalloys [J]. Mater Sci Eng A, 2007, 457(1—2): 292—299.
- [7] ZHANG J X, MURAKUMO T, KOIZUMI Y, et al. Interfacial dislocation networks strengthening a fourth-generation single-crystal TMS-138 superalloy[J]. Metall Mater Trans A, 2002, 33 (12): 3741—3746.
- [8] YEH A C, SATO A, KOBAYASHI T, et al. On the creep and phase stability of advanced Ni-base single crystal superalloys[J]. Mater Sci Eng A, 2008, 490(1—2): 445—451.
- [9] WANG C, WANG C Y. Density functional theory study of Ni/Ni₃Al interface alloying with Re and Ru[J]. Surface Science, 2008, 602(14): 2604—2609.
- [10] 赵明汉, 张继, 冯滢. 高温合金断口分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006.
- [11] 袁美蓉, 卢锦堂, 孔纲. 硅酸钠模数对热镀锌件转化膜耐蚀性的影响[J]. 材料保护, 2009, 42(10): 13—16.
- [12] 袁美蓉, 卢锦堂, 孔纲. 硅酸钠模数对热镀锌件转化膜耐蚀性的影响[J]. 材料保护, 2009, 42(10): 13—16.
- [13] 袁美蓉, 卢锦堂, 孔纲. 硅酸钠模数对热镀锌件转化膜耐蚀性的影响[J]. 材料保护, 2009, 42(10): 13—16.
- [14] 袁美蓉, 卢锦堂, 孔纲. 硅酸钠模数对热镀锌件转化膜耐蚀性的影响[J]. 材料保护, 2009, 42(10): 13—16.
- [15] 袁美蓉, 卢锦堂, 孔纲. 硅酸钠模数对热镀锌件转化膜耐蚀性的影响[J]. 材料保护, 2009, 42(10): 13—16.
- [16] HAMDY A S. Corrosion protection of aluminum composites by silicate/cerate conversion coating [J]. Surface & Coatings Technology, 2006, 200(12—13): 3786—3792.
- [17] 马淑杰, 辛敏谦, 冯典英, 等. 硅酸钠和硅铝酸钠溶液的研究 [J]. 高等学校化学学报, 1987, 8(2): 109—111.
- [18] BASS J L, TURNER GARY L. Anion distributions in sodium silicate solutions. Characterization by ²⁹Si NMR and infrared spectroscopies, and vapor phase osmometry [J]. Journal of Physical Chemistry B, 1997, 101(50): 10638—10644.
- [19] 曹德光, 苏达根, 宋国胜. 低摩尔比硅酸钠溶液的结构及其键合反应特性[J]. 硅酸盐学报, 2004, 32(8): 1036—1039.
- [20] 曹楚南, 张鉴清. 电化学阻抗谱导论[M]. 北京: 科学出版社,

- opment of next generation Ni-base single crystal superalloys[A]. GREEN K A, POLLOCK T M, HARADA H. Superalloys 2004 [C]. Warrendale, PA: TMS, 2004. 35—43.
- [3] YOKOKAWA T, OSAWA M, NISHIDA K, et al. Partitioning behavior of platinum group metals on the γ and γ' phases of Ni-base superalloys at high temperatures[J]. Scripta Mater, 2003, 49 (10): 1041—1046.
- [4] HOBBS R A, ZHANG L, RAE C M F, et al. The effect of ruthenium on the intermediate to high temperature creep response of high refractory content single crystal nickel-base superalloys[J]. Mater Sci Eng A, 2008, 489(1—2): 65—76.
- [5] CARROLL L J, FENG Q, MANSFIELD J F, et al. High refractory, low misfit Ru-containing single crystal superalloys[J]. Metall Mater Trans A, 2006, 37(10): 2927—2938.
- [6] CARROLL L J, FENG Q, MANSFIELD J F, et al. Elemental partitioning in Ru-containing nickel-base single crystal superalloys [J]. Mater Sci Eng A, 2007, 457(1—2): 292—299.
- [7] ZHANG J X, MURAKUMO T, KOIZUMI Y, et al. Interfacial dislocation networks strengthening a fourth-generation single-crystal TMS-138 superalloy[J]. Metall Mater Trans A, 2002, 33 (12): 3741—3746.
- [8] YEH A C, SATO A, KOBAYASHI T, et al. On the creep and phase stability of advanced Ni-base single crystal superalloys[J]. Mater Sci Eng A, 2008, 490(1—2): 445—451.
- [9] WANG C, WANG C Y. Density functional theory study of Ni/Ni₃Al interface alloying with Re and Ru[J]. Surface Science, 2008, 602(14): 2604—2609.
- [10] 赵明汉, 张继, 冯滢. 高温合金断口分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50901046)

收稿日期: 2011-01-15; 修订日期: 2011-07-07

作者简介: 刘丽荣(1976—), 女, 副教授, 博士, 主要从事高温结构材料研究, 联系地址: 沈阳市经济技术开发区沈辽西路 111 号沈阳工业大学材料科学与工程学院(110870), E-mail: lrlu866@sohu.com

(上接第 53 页)

- [16] HAMDY A S. Corrosion protection of aluminum composites by silicate/cerate conversion coating [J]. Surface & Coatings Technology, 2006, 200(12—13): 3786—3792.
- [17] 马淑杰, 辛敏谦, 冯典英, 等. 硅酸钠和硅铝酸钠溶液的研究 [J]. 高等学校化学学报, 1987, 8(2): 109—111.
- [18] BASS J L, TURNER GARY L. Anion distributions in sodium silicate solutions. Characterization by ²⁹Si NMR and infrared spectroscopies, and vapor phase osmometry [J]. Journal of Physical Chemistry B, 1997, 101(50): 10638—10644.
- [19] 曹德光, 苏达根, 宋国胜. 低摩尔比硅酸钠溶液的结构及其键合反应特性[J]. 硅酸盐学报, 2004, 32(8): 1036—1039.
- [20] 曹楚南, 张鉴清. 电化学阻抗谱导论[M]. 北京: 科学出版社,

2002.

- [21] 袁美蓉, 卢锦堂, 孔纲. 硅酸钠模数对热镀锌件转化膜耐蚀性的影响[J]. 材料保护, 2009, 42(10): 13—16.

基金项目: 国际铅锌研究组织资助项目(ILZRO/IZA/2009023)

收稿日期: 2011-03-07; 修订日期: 2011-10-08

作者简介: 袁美蓉(1983—), 女, 博士研究生, 主要从事材料表面工程研究, 联系地址: 广州华南理工大学材料科学与工程学院(510640), E-mail: yuan.meirong@mail.scut.edu.cn

通讯作者: 孔纲(1971—), 男, 博士, 副教授, 主要从事材料表面工程研究, 联系地址: 广州华南理工大学材料科学与工程学院(510640), E-mail: konggang@scut.edu.cn