

单晶高温合金的高温蠕变断裂^①

西北工业大学 郭喜平 傅恒志

研究了 NASA IR100 单晶在铸态以及热处理后的组织及高温持久寿命。发现 γ/γ' 共晶、富 W 相、显微疏松以及 $\gamma-\gamma'$ 等相界面处是形成蠕变空穴的场所。单晶合金的高温持久断裂过程是：蠕变空穴在温度和应力的联合作用下长大为韧窝，并通过撕裂棱连接起来。

关键词：单晶高温合金，高温持久，蠕变断裂

High Temperature Stress Rupture of a Single Crystal Superalloy NASA IR100

Guo Xiping Fu Hengzhi

(Northwestern Polytechnical University)

The microstructure and high temperature stress rupture properties of NASA IR100 single crystals were investigated under both as-cast and heat treated conditions. It was found that creep voids initiated at γ/γ' eutectic, W-riched phase, porosity and $\gamma-\gamma'$ interfaces, then grown into dimples and finally united with each other by tearing edges.

Keywords: Single Crystal Superalloy, Creep fracture, High temperature stress rupture

1 前言

单晶高温合金用来制造喷气发动机的涡轮叶片和导向叶片，主要的变形是高温蠕变^[1]。在定向凝固的多晶高温合金中，由于晶界处应变集中，裂纹在晶界处萌生，并沿着晶界扩展。此外，碳化物和硼化物也是该类合金高温蠕变时形成裂纹的场所^[2]。在单晶高温合金中，不含有晶界，也无碳化物和硼化物，组织由细小弥散的 γ' 沉淀、 γ 基体以及少量 γ/γ' 共晶组成，使高温持久寿命显著提高^[3]。文献 [4] 指出，在相同的持久试验条件下，较高温度梯度下凝固的 NASA IR100 单晶的持久寿命是 DZ22 多晶合金的 9 倍。但遗憾的是，目前还未对单晶高温合金的高温断裂特征进行广泛的研究。高温长时变形严重氧化污染断口，对其分析很困难。Fritze-meier^[5] 指出，显微疏松是单晶高温合金高温失效时裂纹的重要起始场所，降低显微疏松含量可显著提高性能。这是目前见到的为数不多的分析单晶合金高温持久断裂特征的文献之一。本文经过强制空冷高温持久断口以及随后对其特殊处理，在扫描电镜上观察了断口形貌。

2 试验方法

在真空感应炉中熔炼 NASA IR100 母合金，其化学成分 (wt%) 为：5.78Al-1.22Ti-10.14W-1.09Mo-8.50Cr-3.30Ta-余 Ni。

采用籽晶法，在自制的高温高梯度 LMC 定向凝固炉内制取枝状界面的单晶试棒，籽晶取向 [001]。试棒均在 33% H_2O_2 + 67% HCl 溶液中腐蚀，以检查是否有杂晶。组织分析和高温变形用试样取自试棒的稳定凝固段。试样在持久变形前经过固溶热处理，工艺为 1300℃ 和 1320℃；4 h，空冷。

持久试验条件为 1050℃，160 MPa。试样尺寸为 $\phi 6$ mm，长 40 mm。为了减轻对断口的氧化污染，强制空冷失效试样到室温。断口的处理过程是：在丙酮中超声清洗 30 min，吹干，然后真空镀金，以改善导电性。在 Hitachi S-570 型扫描电镜中观察组织及断口形貌。

金相分析用腐蚀剂为 1.5g $CuSO_4$ + 40ml HCl + 20ml C_2H_5OH 。进行 γ/γ' 共晶含量的分析时，在每个试样上选取 5 个视场（放大倍数为 300 倍），在图像分析仪上对每张照片定量后取平均值；进行 γ' 沉淀平均尺寸的定量分析时，先在每个试样上选取 10 个视场（放

^① 国家自然科学基金资助项目

大倍数为 6000 倍) 在图像分析仪上定量, 然后取平均值。

3 试验结果及讨论

3.1 NASA IR100 单晶的组织 and 高温持久寿命

图 1a 为 NASA IR100 单晶的铸态组织。从该图可见, γ' 沉淀为立方体状, 且在枝干上较小。 γ/γ' 共晶尺寸较大, 形貌为葵花状。定量金相分析表明, 铸态组织中 γ/γ' 共晶含量约为 6.5%, γ' 沉淀的平均尺寸约为: 枝干上 0.25 μm , 枝间 0.45 μm 。经 1300 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷处理后, γ/γ' 共晶含量降至约 5.74%, 枝晶偏析痕迹依

然清晰, 如图 1b 所示。枝间铸态 γ' 沉淀部分固溶, 而枝干上铸态 γ' 沉淀全部固溶, 重新析出的 γ' 沉淀的平均尺寸约为 0.35 μm 。从图 1b 和 c 发现, 在共晶内部和靠近共晶的枝干上有片状新相, 其尺寸大, 数量较多。经能谱成分分析, 发现该相中钨含量相当高 (wt. %): 2.52 Al, 0.20 Ti, 3.17 Mo, 1.50 Cr, 10.23 Ni, 82, 38 W, 暂称为富钨相。经 1320 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷处理后, 残留 γ/γ' 共晶的含量约为 2.18%, 其尺寸减小, 特别是大块状共晶已很少; 铸态 γ' 沉淀全部被固溶, 在枝晶干和枝晶间重新析出的 γ' 沉淀的大小基本相同, 平均尺寸约为 0.56 μm 。此外, 组织中只有零星的富钨相, 含量少, 尺寸很小, 如图 1d 所示。

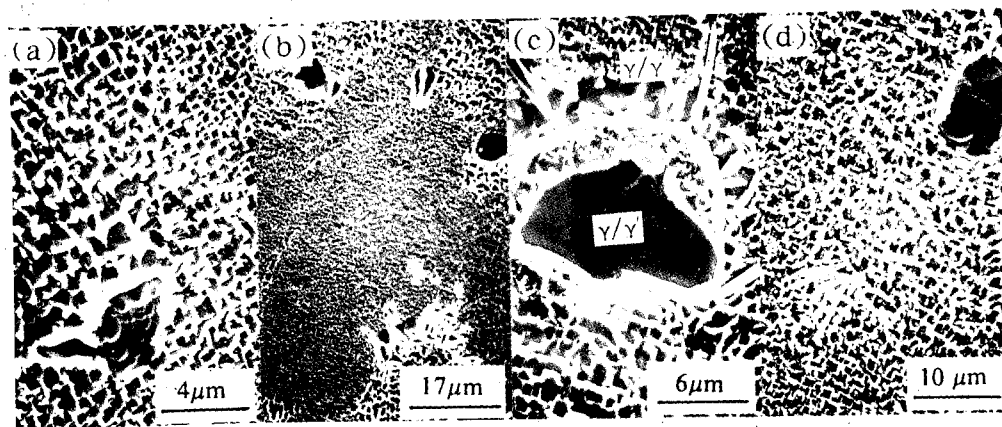


图 1 NASA IR100 单晶的组织

(a) 铸态; (b) 1300 $^{\circ}\text{C}$ /4 h 空冷, 枝晶偏析;

(c) 1300 $^{\circ}\text{C}$ /4 h 空冷, γ/γ' 共晶和富 W 相形貌; (d) 1320 $^{\circ}\text{C}$ /4 h 空冷

图 2 为 NASA IR100 单晶在 1050 $^{\circ}\text{C}$, 160 MPa 下的持久性能。铸态的平均持久寿命为 146 h。经 1300 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷处理后, 其平均持久寿命反而降为 117 h。经

3.2 NASA IR100 单晶断口形貌

图 3 是两种典型断口的宏观形貌。可见, 缩颈现象显著。因此, NASA IR100 单晶的高温持久断裂属于韧性断裂。图 3a 是纯剪切型断口, 整个断面和拉伸轴大致成 45 $^{\circ}$ 角。从图 3b 可见, 断面起伏不平, 接近正断断口, 但通过各角度仔细观察, 发现断面也是由与拉伸轴成大致 45 $^{\circ}$ 角的许多小剪切面组成。剪切面即表示单晶合金在变形时的滑移面。可见, 这两种断口的本质是相同的, 剪切变形和撕裂起着重要的作用。从该图还发现, 持久试棒的侧表面有许多裂纹。

图 4 是铸态单晶高温持久断口的微观形貌。从图 4a 可见, 在整个断面上有许多韧窝, 它们大小不同, 深浅不一。从图 4b 可见, 韧窝之间通过撕裂棱连结。某些韧窝相互连结后形成二次裂纹, 如图 4c 所示。经 1300 $^{\circ}\text{C}$ 和 1320 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷处理后单晶的高温持久断口形貌基本同图 4。因此, 单晶高温合金的高温持久断裂过程是: 首先形成大量的蠕变空穴, 并在温度和力的联合作用下长大为断口上可见的韧窝。韧窝或相遇形成二次裂

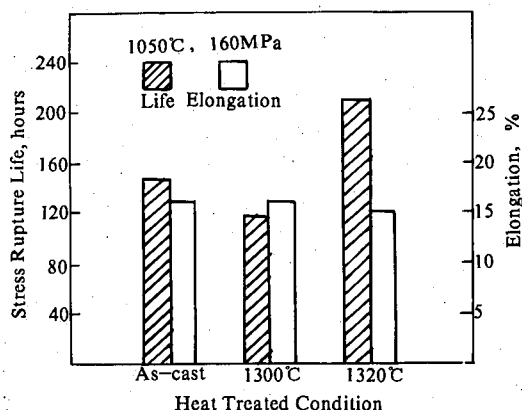


图 2 NASA IR100 单晶的高温持久性能

1320 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷处理后, 平均持久寿命提高到 209 h。NASA IR100 单晶的高温持久延伸率较高, 大于 15%。

(如图 4c)，或通过撕裂棱连接起来(如图 4b 中箭头所示)。随着变形过程的继续，二次裂纹和韧窝的数量增多，尺度增大，缩颈趋于严重，未破断部分所承受的应力增大，最终大应力破断。

3.3 蠕变空穴的形成和长大

通过对断口形貌的观察，发现单晶高温合金的断裂是通过韧窝相遇或撕裂棱把韧窝连结起来的方式进行。而韧窝的初始形式是蠕变空穴。实验发现，蠕变空穴的起始有如下四种方式：

(1) 如图 5a 所示，NASA IR100 单晶中有显微疏松。其作为变形前的预存孔洞，其实就是蠕变空穴。断口上较深的韧窝就是由显微疏松引起。

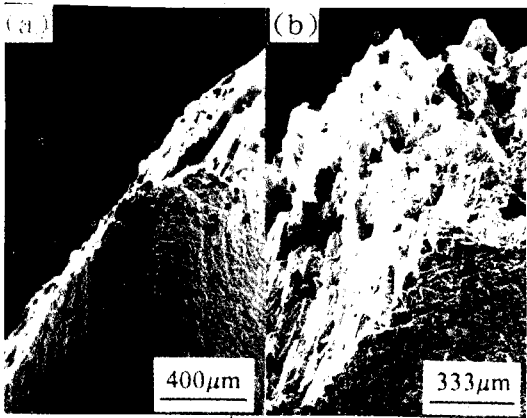


图 3 NASA IR100 单晶高温持久断口的宏观形貌
(a) 铸态 (b) 1320℃/4 h 空冷处理

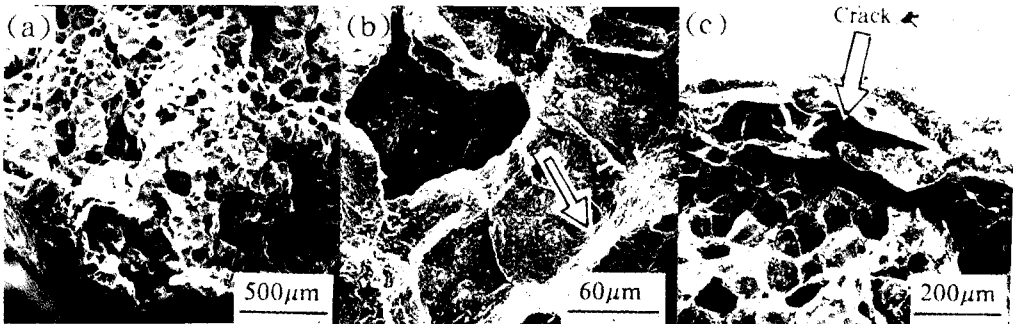


图 4 铸态单晶的高温持久断口形貌
(a) 断口全貌 (b) 撕裂棱 (c) 二次裂纹

(2) γ/γ' 共晶和富钨相处优先形成蠕变空穴。 γ/γ' 共晶是高温下的薄弱环节，是滑移易于集中的场所；富钨相较脆，形状尖锐，容易引起应力集中，图 5b 显示了在 γ/γ' 共晶和富钨相处形成的裂纹。

在远离断面 2.5 mm 处有密集的、较深的蠕变裂纹。在高温持久变形中，试棒侧表面有滑移带，滑移带使氧化皮破裂，形成小裂纹。局部应力集中使裂纹快速向内部扩展。

(3) 持久试棒的侧表面形成蠕变空穴。图 5c 表明

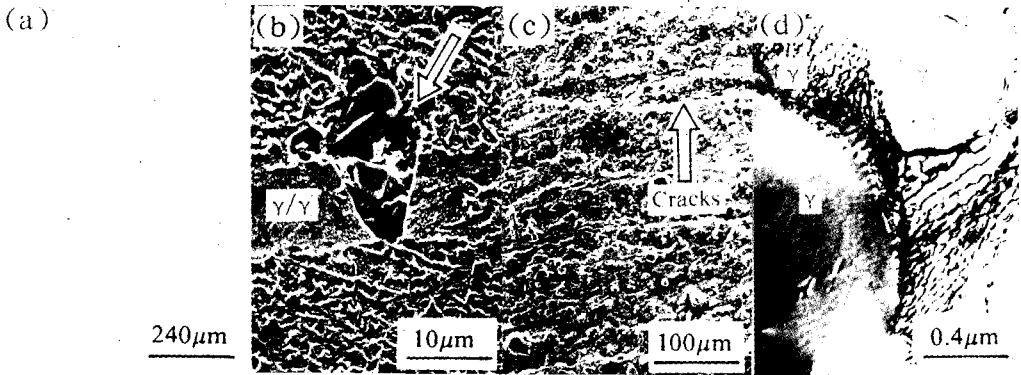


图 5 蠕变空穴在 (a) 显微疏松、(b) γ/γ' 共晶和富钨相、(c) 持久试棒侧表面、(d) $\gamma-\gamma'$ 相界面处起始

(4) $\gamma-\gamma'$ 相界面处形成蠕变空穴。从图 5d 可见，在持久变形早期 $\gamma-\gamma'$ 相界面处就有高密度位错网络。随

着变形的继续，位错网络密度增高，并强烈阻碍后续位错的运动，造成位错在滑移面上塞积。当外加应力足够

大时,领先位错就被推向 γ 基体与 γ' 沉淀的界面上,形成微孔。微孔的形成使 γ' 沉淀对位错的排斥力显著降低,许多位错就被推向微孔,导致微孔增大,形成蠕变空穴。

蠕变空穴在温度和应力的联合作用下长大,有两种方式,一种是高温下空位扩散入空穴^[6],另一种是位错不断滑入蠕变空穴,并使其沿着滑移方向长大,形成韧窝。

3.4 讨论

单晶和多晶高温合金高温持久断裂过程的差别反映在裂纹形成和扩展方式上不同。多晶合金中晶界通过滑移和迁移参与形变^[2]。由于晶界和晶内形变不协调以及 γ/γ' 共晶、预裂碳化物和硼化物主要分布于晶界,使得蠕变空穴沿晶界形成和扩展。单晶高温合金中消除了晶界,也无碳化物和硼化物,变形容易协调,因而蠕变空穴较难形成。多晶高温合金中裂纹沿晶界扩展,速率较快。单晶高温合金中蠕变空穴借助于剪切形变以及空位的扩散而长大,扩展速率较低,因而单晶高温合金具有优异的蠕变性能。

γ' 沉淀的尺寸、形状及其稳定性是影响单晶高温合金性能的重要组织因素,稳定而细小的立方体状 γ' 沉淀具有良好的强化作用。 γ/γ' 共晶以及富钨相是高温下的薄弱环节,是产生裂纹的场所。在本文的试验条件下, γ' 沉淀为立方体状,尺寸较小,因而影响单晶性能的主要因素是 γ/γ' 共晶、富钨相的含量及其大小。在铸态下,由于含有最多的 γ/γ' 共晶,虽然变形前无富钨相,其持久寿命仅为146 h。经1300℃,4 h,空冷处理后, γ/γ' 共晶含量仍然很高,并且析出了许多尖锐的富钨相,使其持久寿命反而降低到117 h。经1320℃,4 h,空冷处理后, γ/γ' 共晶含量显著降低,尺寸明显减小。同时,富钨相含量少,并且尺寸小,致使其持久寿

命显著提高(209 h)。

4 结论

(1) 经1320℃,4 h,空冷处理后,NASA IR100单晶具有最高的持久寿命。

(2) NASA IR100单晶的高温持久断裂过程是:首先形成大量的蠕变空穴,并长大成韧窝,韧窝通过撕裂棱连接起来。随着变形的继续,韧窝数量增多,尺度增大,相互连结起来的数目也增多,最终以大应力破断。

(3) γ/γ' 共晶、富W相、显微疏松以及 $\gamma-\gamma'$ 界面处是形成蠕变空穴的场所,由于滑移带使氧化皮破裂,持久试棒侧表面也形成蠕变裂纹。

参考文献

1. D. N. Duhl, Single Crystal Superalloys, In: Superalloys, Supercomposites and Superceramics, J. K. Tien and T. Caulfield eds., Academic Press, Inc., Harcourt Brace Jovanovich, Publishers, 1989, 149~182
2. F. L. VerSnyder and M. E. Shank, Mater. Sci. Eng., Vol. 6, 1970, 213~247
3. G. L. Dunlop and P. R. Howell, In: Micromechanisms of Plasticity and Fracture, M. H. Lewis and D. M. R. Taplin eds., The Solid Mechanics Division, University of Waterloo and Parsons Press, Trinity College, Dublin, Ireland, 1983, 77~106
4. 郭喜平, 史正兴, 傅恒志, 孙家华, 改进单晶高温合金性能的途径, 航空学报, vol. 15, No. 7, 1994, 853~859
5. L. G. Fritzemeier, In: Superalloys 1988, S. Reichman, et al., eds., The Metallurgical Society, 1988, 265~274
6. 何肇基主编, 金属的力学性质, 冶金工业出版社, 北京, 1982, 128~140

* * * * *

(上接第39)

例,根据上述原则,放大倍数选择以550×为宜。此倍数下电视监控器的实际测量尺寸为0.224mm²左右,从图2和图3可知,要达到相对精度10%上下,测量面积应在5mm²左右,也就是说,在550倍下测25~30个视场即可达到满足工程要求的数据,这样一个视场数的选择从“效率”上考虑是可行的。

5 结论

(1) 在使用图像分析仪进行定量金属相分析中测量参数(放大倍数,测量视场数)的正确选择是极其重要的,应给予足够的重视。

(2) 影响测量参数选择的因素有:a. 测量结果相

对精度的要求;b. 材料微观组织的均匀程度、数量及尺度;c. 图像分析系统的分辨能力。

(3) 在实际工作中,须兼顾精度和效率两方面的要求,正确选择测量视场数和放大倍数。

参考文献

1. Vander Voort, G. F., "Applied Metallography", 1988
2. Vander Voort, G. F., "Metallography: Principles and Practice", McGraw-Hill, 1984
3. De Hoff, R. T., "Quantitative Metallography" Techniques of Metal Research, Vol. I, pt. 1, Interscience Publishers, a division of John Wiley & Sons, Inc., New York, 1968, P221~253