

镍基单晶合金紧凑拉伸试样高温断裂特性的实验研究

Fracture Behaviour of Compact Tension Specimens of
Nickel-based Single Crystal Under Tension
Creep and Cyclic Loading

温志勋, 岳珠峰, 朱振涛

(西北工业大学 工程力学系, 西安 710072)

WEN Zhixun, YUE Zhufeng, ZHU Zhen-tao

(Department of Engineering Mechanics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

摘要: 采用紧凑拉伸(CT)试样对三种晶体取向 $[001]$, $[011]$, $[111]$ 的镍基单晶合金DD3在950, 850℃和760℃下的拉伸以及950℃时的蠕变和疲劳性能进行了实验研究。应用光学显微镜(OM)和扫描电子显微镜(SEM)分别对单晶体裂纹扩展路径和断口表面进行了观察和分析。拉伸实验结果表明: 单晶体裂纹扩展路径沿着特定的晶体学矢量方向扩展而在试样自由表面呈现Z字型外观, 其扩展方向及形状取决于晶体取向。温度对试样的断裂形式影响较为显著, 760℃时的断裂特征为剪切型脆性断裂, 断裂平面为沿滑移面的光滑斜断口; 950℃下试样断裂逐渐转变为微孔聚集型韧性断裂, 断口由粗糙的剪切唇和纤维区构成。蠕变和疲劳实验结果表明: 镍基单晶具有明显的蠕变和疲劳性能各向异性, 蠕变寿命以 $[011]$, $[111]$, $[001]$ 顺序依次减小, 疲劳寿命以 $[111]$, $[011]$, $[001]$ 顺序依次减小; 蠕变及疲劳裂纹扩展路径均与加载方向垂直, 断裂表面均为光滑的平断口。试样断口细观分析显示, 蠕变试样断口由杯锥状韧窝组成, 而疲劳试样断口则由疲劳裂纹组成。疲劳损伤比蠕变损伤更有利于裂纹的扩展。

关键词: 单晶体; CT 试样; 裂纹扩展路径

中图分类号: TG111.91 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2007)12-0015-06

Abstract: The fracture behaviour of compact tension (CT) specimens of nickel-based single crystal superalloys DD3 was studied at 950, 850, 760 °C. The creep and fatigue property was investigated at 950 °C. Three crystallographic orientations $[001]$, $[011]$ and $[111]$ of the specimens were considered. The macro crack growth and micro characterization of the fracture surfaces were examined by the optical microscope (OM) and scan electron microscope (SEM). The tension experimental results show that the macro crack growth path takes place in specific vectors and appears to be in a zigzag manner. The temperature has much influence on fracture behaviour. At low temperature (760 °C), the fracture mode is pure shear fracture and belongs to brittle mode. But at high temperature (950 °C), fracture mode turns to be microvoid coalescence fracture and belongs to ductile mode. The creep and fatigue properties of CT specimens are obviously anisotropic. Creep life decreases in the order of $[011]$, $[111]$, $[001]$ and fatigue life decreases in the order of $[111]$, $[011]$, $[001]$ under same test conditions. The creep and fatigue crack growth path is perpendicular to the loading axis. It is found by SEM that there are much cup-cone dimple on the creep fracture and typical fatigue striations on the fatigue fracture surface. The fracture damage can results in crack growth more easily than creep damage.

Key words: single crystal; CT specimen; crack growth path

镍基单晶合金由于完全消除了晶界, 排除了多晶材料高温下易出现的晶间断裂, 因此具有卓越的高温蠕变和疲劳性能而广泛应用于航空航天发动机涡轮叶

片。然而, 随着现代航空发动机朝高推比和高可靠性方向发展的要求, 新的航空发动机设计水平的不断提高, 国外已采用损伤容限的设计思想, 而制约中国损伤

容限设计水平提高的瓶颈是包括涡轮叶片用材料在内的许多关键材料的疲劳断裂性能数据太少,尤其是高温下的疲劳裂纹扩展性能数据和断裂韧性数据更为缺乏^[1-3]。因此,准确理解单晶体裂纹启裂和扩展机制,合理设计和准确预测叶片服役寿命成为亟待解决的问题之一。这对单晶的使用行为、性能改进和发动机涡轮叶片的寿命估算等有重要意义。

金属材料的损伤与断裂本质上都是三维的,同时与其细观材质构型密切相关^[4],过去对于多晶金属材料的三维断裂问题无论在理论上还是在实验上都已经做了很多工作,取得了一定进展。相对而言,单晶体的三维断裂问题研究得相对较少。Rice 在 1987 年首次对不同晶体取向下的单晶紧凑拉伸(CT)试样裂纹尖端应力场提出了渐近解,在此基础上,Flouriot^[5]对平面应变状态的 CT 试样裂纹尖端应力应变场进行了系统的分析,并在实验中观察到了裂尖滑移变形的不连续性^[6]。Marchal^[7]对蠕变及循环载荷下的单晶 CT 试样裂纹尖端应力应变场进行了有限元模拟,指出单晶裂纹尖端变形是沿着特定的矢量方向。国内对各向异性单晶裂纹扩展行为及断裂特征研究较少,Yue^[4]曾采用晶体滑移裂纹考察了裂纹尖端三维应力场特征和断裂特征,认为滑移系的正应力是影响裂纹启裂和扩展的重要因素。但是,以上文献缺少对不同晶体取向和不同温度下的单晶体裂纹扩展路径的考察,蠕变及循环载荷系的断裂特征也只是处于有限元模拟阶段,更缺乏相应的实验研究。而该问题的研究对于深刻认识单晶乃至多晶裂纹启裂和扩展、弹塑性断裂判据都有着重要意义。然而,迄今对此研究较少。

本工作采用紧凑拉伸试样对镍基单晶合金 DD3 不同取向和温度下的断裂特征、蠕变和疲劳性能进行了实验研究,通过 AMRAY-100B 扫描电镜对试样断口进行了观察和分析。

1 实验用料与实验方法

实验材料为国产第一代镍基单晶合金 DD3,其主要化学成分(质量分数/%):Cr 9.0,Co 4.5,W 5.0,Al 5.5,Ti 1.7,Fe 0.3,Ni 余量。试样型式为紧凑拉伸(CT),几何尺寸见图 1。试样从长方体的 DD3 单晶铸棒毛坯上取材,取材方向为 L-T 方向,即试样沿加载方向的晶体取向分别为[001],[011]和[111],用劳埃 X 射线法测定取向偏差小于 10°。试样在实验之前都预制疲劳裂纹。静态拉伸实验在长春 CSS-2910 高温试验机上完成,采用相同的载荷加载速率 1kN/min,以消除加载速率的影响。实验温度分别为 950,

850℃和 760℃,控温精度 ±5℃。蠕变实验在长春 CSS-2910 高温蠕变试验机上完成,对于紧凑拉伸试样,蠕变施加载荷是在预先给定一个应力强度因子 K_I 以后,载荷 P 按照式(1)计算:

$$K_I = \frac{P}{B W^{1/2}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (1)$$

式中: a 为裂纹长度; B 为试样厚度; W 为施力点至边沿距离; f 为关于 a 和 W 的函数。

疲劳实验是在 Instron8802 高温疲劳试验机上完成,加载波形为三角波,频率 $f = 0.33\text{Hz}$,应力比 $R = 0.1$,实验采用恒载荷法,最大施加载荷同样是给定应力强度因子 $K_{I\text{MAX}}$ 以后,载荷 P 按照式(1)计算。实验时由计算机自带软件记录载荷-裂纹尖端张开位移(CTOD)曲线。

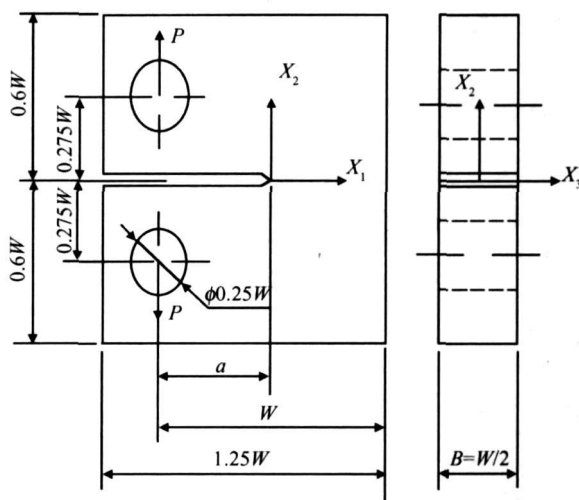


图 1 镍基单晶合金 CT 试样几何尺寸

Fig 1 CT specimen geometry of nickel-base single superalloy

2 结果分析与讨论

2.1 弹塑性实验

图 2 分别给出了 760, 850, 950℃三种温度和晶体取向为[001],[011],[111]时的镍基单晶合金 DD3 裂纹尖端应力强度因子随裂尖张开位移(CTOD)变化曲线。从图 2 可以看出,随着温度的升高单晶体试样断裂强度显著降低,但是塑性变形有明显的提高。同时温度对单晶体断裂参数的各向异性性质影响较为显著,温度较低时如 760℃条件下,不同晶体取向下的平面应变断裂韧性 K_{IC} 差别较大,[111]取向的最大,[011]取向次之,[001]取向最低,最大相差 15.9%。温度较高时如 950℃条件下,单晶体各向异性性质不是很明显,有向各向同性转化的趋势,断裂韧性[001]取向的最大,[111]取向次之,[011]取向最低,最大相

差 4 6%。图 3 给出了不同晶体取向下单晶体外表面裂纹扩展路径形貌, 由图 3 可以清楚地看出, 裂纹扩展路径沿着特定的矢量方向扩展而呈现 Z 字形外观, 其本质特征与晶体取向相关。理论分析与实验研究表明: 裂纹扩展路径与原裂纹平面所成斜角在 [001] 裂纹取向 下 为 45° 或 135°, [011] 裂纹取向 下 为 53. 7° 或 125. 3°, [111] 裂纹取向 下 为 90°。这与多晶体 I 型裂纹扩展方向与加载方向垂直的情况是有区别的。文献 [8] 曾对 Ni Al 单晶裂纹沿 Z 字型路径扩展的驱动力进行了深入的探讨, 初步认为是由于外场应力和位错塞积所产生的应力交互作用导致了裂纹沿 Z 字型路径扩展。图 4 给出了不同温度下 [011] 取向试样断口的 SEM 照片, 图中试样断口平面右侧为裂纹启裂区, 断口由许多光滑的沿 (111) 滑移面的台阶组成, 这是在室温下预制疲劳裂纹时由滑移变形引起的剪切开裂; 试样断口平面左侧为裂纹扩展区。从图 4 可以看出, 温度对试样断裂形式有较大的影响, 760℃ 下试样断裂特征为纯剪切型断裂, 属于脆性断裂, 断口为光滑的斜断口 (图 4b); 950℃ 下试样断裂特征为微孔聚集型断裂, 属于韧性断裂, 断口由两侧粗糙的剪切区和心部粗糙的纤维区两部分组成 (图 4d 左侧)。850℃ 下试样断裂则介于两者之间, 断口两侧为光滑斜断口, 心部为粗糙多孔的平断口 (图 4c); 从图 2 的拉伸曲线上也可以看出这一点, 950℃ 下试样裂纹尖端张开位移明显高于 850℃ 和 760℃ 下的。说明随着温度的升高, 单晶体将发生断裂形式的转变。这主要是由于温度较低时合金中的 γ' 相没有形成筏化组织; 随着温度的升高, γ' 相逐渐发生定向粗化, 形成筏化结构, 气孔和疏松成为主要的裂纹源。这与文献 [9] 所得的结论是一致的。

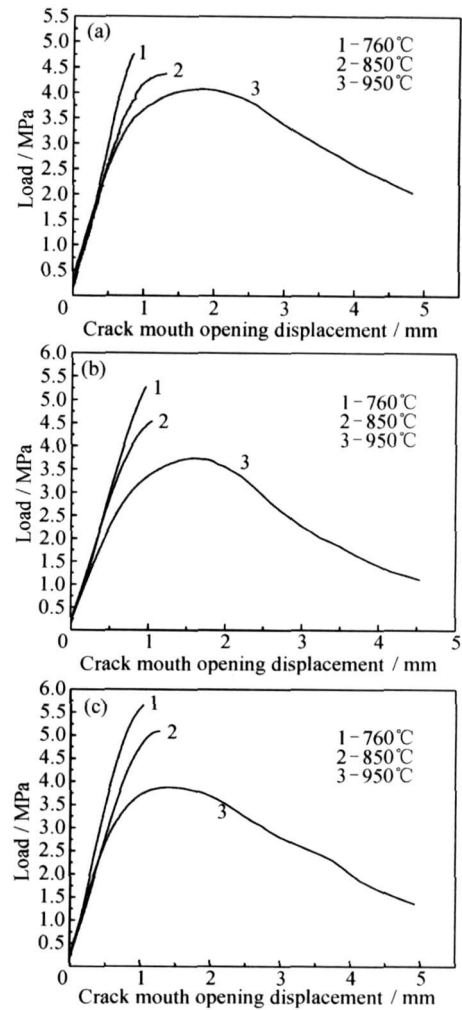


图 2 不同温度和晶体取向下单晶载荷变化
(a) [001] 取向; (b) [011] 取向; (c) [111] 取向
Fig 2 Load of single crystal at different temperatures and orientations (a) [001] orientation; (b) [011] orientation; (c) [111] orientation

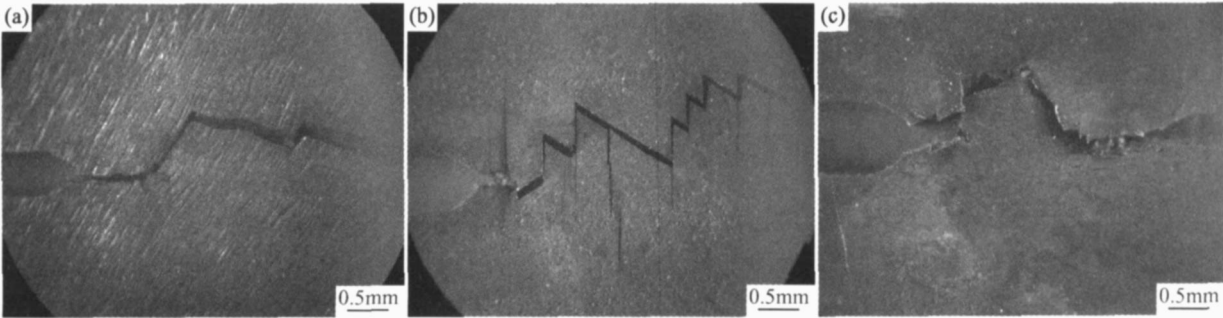


图 3 760℃ 时不同晶体取向下单晶体裂纹沿 Z 字型扩展路径 (a) [001] 取向; (b) [011] 取向; (c) [111] 取向
Fig 3 Growth path of crack at different orientations at 760℃
(a) [001] orientation; (b) [011] orientation; (c) [111] orientation

2.2 蠕变分析

图 5 分别给出了三种不同晶体取向单晶体 CT 试样 950℃ 时在初始应力强度因子为 $K_{I0} = 35, 40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 加载条件下的蠕变实验的裂纹尖端张开位移变化

曲线。图 6 则分别给出了这两种载荷条件下的裂纹尖端张开位移变化速率的规律。从图 5 可以看出, DD3 单晶体 CT 试样表现出一定的蠕变性能各向异性, 并且随着应力水平的增加, 蠕变第二阶段时间明显变短。

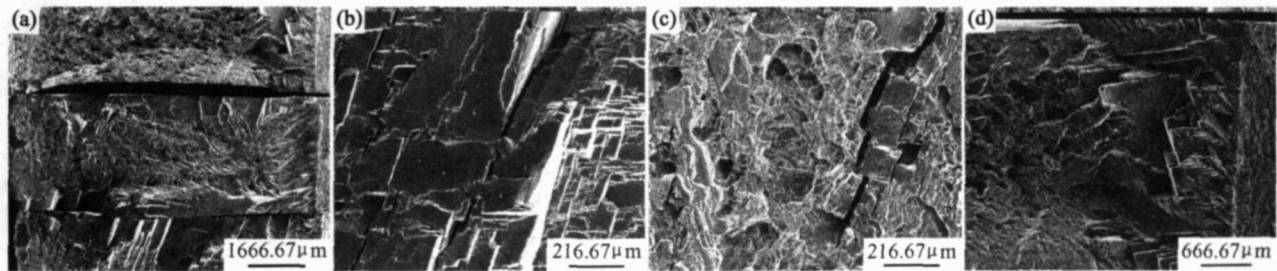


图 4 不同温度下[011]取向试样断口 SEM 照片

(a) 从上至下 950,850,760℃;(b) 760℃;(c) 850℃;(d) 950℃

Fig. 4 Fracture surface SEM photos of the [011] single crystal at different temperatures

(a) at 950, 850,760℃ from the top down; (b) at 760℃; (c) at 850℃; (d) at 950℃

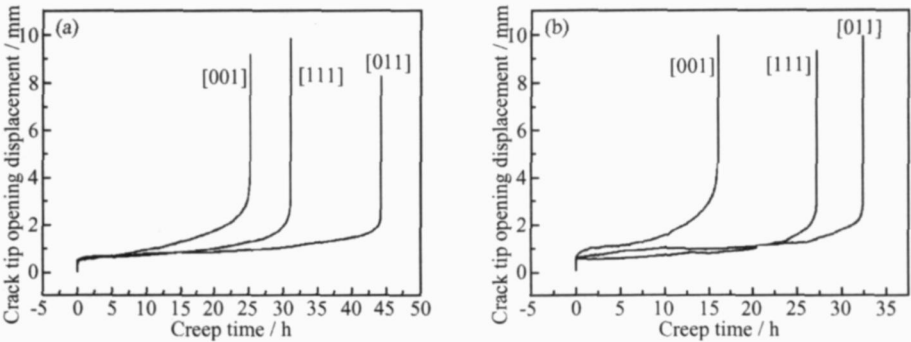


图 5 950℃时单晶体蠕变裂尖张开位移变化曲线

(a) $K_I=35\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$; (b) $K_I=40\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

Fig. 5 Crack tip opening displacement of creep test at 950℃

(a) $K_I=35\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$; (b) $K_I=40\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

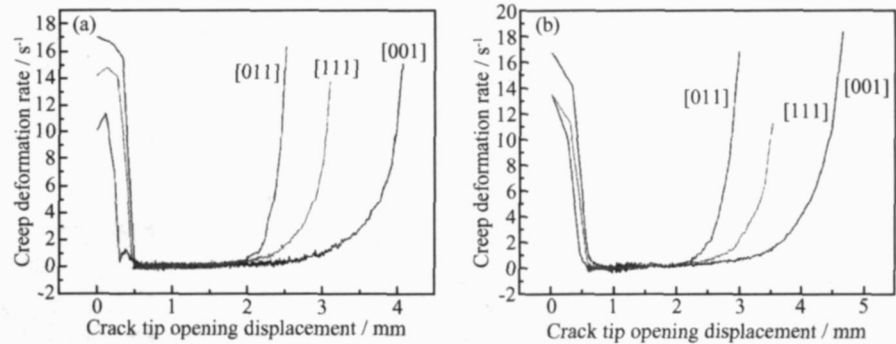


图 6 950℃单晶体裂尖张开位移变化速率 (a) $K_I=35\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$; (b) $K_I=40\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

Fig. 6 Creep deformation rate of the single crystal at 950℃ (a) $K_I=35\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$; (b) $K_I=40\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

两种不同加载水平的实验结果均显示, [011] 取向单晶体 CT 试样蠕变寿命最长, 分别为 44. 2h 和 32. 4h; [111] 取向的次之, 分别为 31. 1h 和 27. 2h; [001] 取向的最短, 分别为 25. 2h 和 16h。从图 6 可以看出, [001], [011] 和 [111] 取向的初始蠕变速率和稳态蠕变速率不同, [011] 取向的初始蠕变速率和稳态蠕变速率最小, 变形协调能力较强, 塑性好, 变形较缓慢, 具有较高的高温蠕变性能。[111] 取向次之, [001] 取向最大。应力强度因子由 35 增加到 40 时, 稳态蠕变变形速率

变化: [001] 取向 $0.0696 \rightarrow 0.0972\text{mm/h}$, [011] 取向 $0.0255 \rightarrow 0.0972\text{mm/h}$, [111] 取向 $0.0321 \rightarrow 0.0379\text{mm/h}$ 。镍基单晶高温合金蠕变各向异性受温度、应力状态、合金成分、晶体取向的综合作用交互影响。在本质上取决于不同滑移系在实际蠕变变形中的参与程度。在 900℃ 以上时单晶蠕变变形主要是十二面体滑移系 ($\{112\} \text{---} [111]$) 和六面体滑移系 ($\{110\} \text{---} [111]$) 同时开动。图 7 给出了三种晶体取向的蠕变试样断口 SEM 照片, 蠕变裂纹扩展路径与加载方向垂

直。从三种试样宏观断口(图 6a)上可以看出,断口由位于外表面的剪切唇区和心部粗糙的纤维区两部分组成,断口表面基本上与加载应力轴垂直,试样沿厚度方向发生收缩,以上特征说明高温下蠕变断裂模式为韧性断裂。三种取向试样断口微观组织扫描照片显示有大量韧窝,并且由于蠕变空穴的聚合形成微小的二次裂纹,说明蠕变断裂机理为孔洞聚集。由于晶体取向

的差异,各单晶试样断口的差别主要表现在韧窝形状和深浅的不同以及断面起伏程度的差异^[10]: [001]取向断口表面上韧窝沿某一方向延伸,为撕裂韧窝。[011]取向断口表面存在一定的起伏较大的台阶,台阶上附有韧窝,说明断口为韧窝及解理或准解理的混合体。[111]取向试样滑移面与拉伸轴平行,它所形成的韧窝是等轴的。

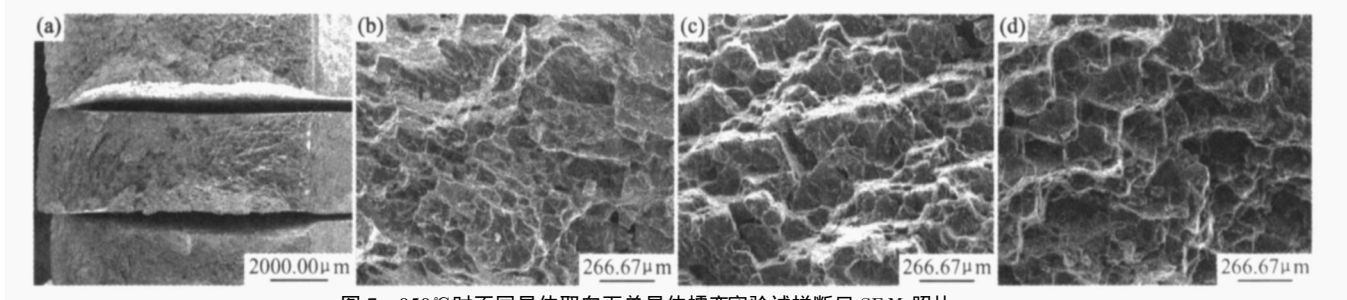


图 7 950℃时不同晶体取向下单晶体蠕变实验试样断口 SEM 照片

(a) 从上至下[001], [011], [111]取向; (b) [001]取向; (c) [011]取向; (d) [111]取向

Fig 7 Fracture surface SEM photos of the single crystal in different orientations at 950℃

(a) [001], [011], [111] orientations from the top down; (b) [001] orientation; (c) [011] orientation; (d) [111] orientation

2 3 疲劳分析

图 8 给出了 950℃时不同晶体取向下单晶体每一循环最大裂纹尖端张开位移随时间的变化曲线,疲劳最大载荷加载条件为 $K_I = 25\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。从图 8 可以看出,晶体取向对疲劳寿命的影响较大,表现出明显的疲劳性能各向异性,相同加载条件下, [111] 取向单晶体疲劳寿命最长,为 3731 周; [011] 取向的次之,为 3442 周; [001] 取向的最短,为 2517 周。与 2.2 节同一温度下蠕变实验相比,在载荷较低的情况下,疲劳寿命远低于蠕变寿命,这说明裂纹扩展更敏感于疲劳损伤。与蠕变条件下的裂尖张开位移的变化趋势相似,裂尖张开位移的变化速率在加载初始阶段是增加的,随后进入稳定扩展阶段,在试样将要断裂时变化速率显著增加。图 9 给出了疲劳试样断口的 SEM 照片,疲劳裂纹扩展方向垂直于加载方向。由图9a宏观断口形貌

可以看出,断口平面从左向右可以分为裂纹启裂区,裂纹稳态扩展区以及裂纹快速扩展区。图 9b 显示了 [011] 取向试样由于滑移裂纹启裂的断口形貌,从中可

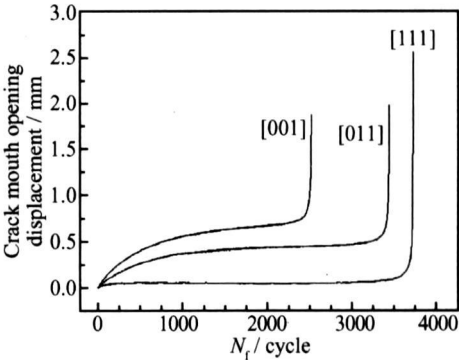


图 8 950℃时不同取向下单晶体疲劳实验裂纹尖端张开位移变化

Fig 8 Crack tip opening displacement of single crystal at fatigue test at 950℃

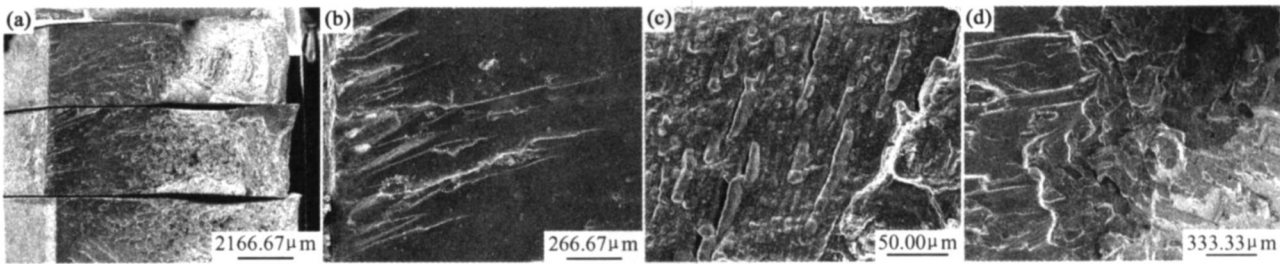


图 9 疲劳试样断口 SEM 照片

(a) 从上至下[001], [011], [111]取向; (b) [011]取向裂纹启裂区; (c) [011]取向裂纹稳态扩展区; (d) [011]取向裂纹快速扩展过渡区

Fig 9 Fracture surface SEM photos of single crystal at fatigue test

(a) three specimens under [001], [011], [111] orientations from the top down; (b) crack initiation under [011] orientation;

(c) steady-state crack growth under [011] orientation; (d) fast-state crack growth under [011] orientation

以清晰地观察到指向裂纹源的辐射状标记。随后裂纹进入稳态扩展区,此区域断口相当平坦,扩展平面垂直于加载方向,无论哪一种晶体取向的试样断口特征均是如此。在高倍显微镜下(500倍)能清晰地看到疲劳条带(图9c),并伴随有二次裂纹的产生。由于受到高温环境的影响,断口表面覆盖有一层严重的氧化皮,疲劳条带呈现树枝状结晶形貌。图9d展示了疲劳裂纹向快速扩展区的过渡,在裂纹快速扩展区疲劳特征不是很明显,断口由许多光滑的小平面解理台阶组成。宏观上观测裂纹快速扩展区(图9a右侧)呈现人字形标志,中间夹有一个小的纤维区,显然是由于高速撕裂造成。

3 结论

(1) 镍基单晶合金的裂纹扩展行为受晶体取向、应力条件与环境温度之间复杂的相互作用所支配。温度较低时单向拉伸试样裂纹扩展路径与加载方向成斜角,呈现Z字形外观;而温度较高时蠕变及疲劳试样裂纹扩展路径与加载方向垂直。

(2) 温度对单晶体各向异性程度及断裂形式影响较大;随着温度升高,单晶体不同晶体取向的各向异性形状减弱,断裂形式逐渐由脆性断裂转变为韧性断裂。

(3) 不同滑移系的开动是导致裂纹扩展的主要因素。蠕变试样断口存在大量韧窝,其断裂机理为孔洞聚集。疲劳裂纹启裂于试样切口表面,裂纹尖端的交变滑移导致裂纹扩展,最终的过载区显示为解理断裂。蠕变条件裂纹扩展更敏感于疲劳损伤。

参考文献

- [1] 尹泽勇,岳珠峰,杨治国,等. 各向异性单晶合金结构强度与寿命[M]. 北京:国防工业出版社, 2002. 12.
- [2] 何玉怀, 苏彬. 中国航空发动机涡轮叶片用材料力学性能状况分析[J]. 航空发动机, 2005, 3(12): 51– 54.
- [3] 张卫方, 李运菊, 赵爱国, 等. 定向凝固合金叶片裂纹与断裂综合分析[J]. 航空材料学报, 2003, 23(增刊): 127– 131.
- [4] YUE Z F, LU Z Z, ZHENG C Q. Fracture behavior of a nickel-base single crystal superalloy as predicted by the strain energy density criterion [J]. Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 1997, 26: 89– 104.
- [5] RICE J R. Tensile crack tip fields in elastic-ideally plastic crystals [J]. Mechanics of Materials, 1987, 6 (11): 317– 335.
- [6] FLOURIOT S, FOREST S, CAILLETAUD G, et al. Strain localization at the crack tip in single crystal CT specimens under monotonous loading: 3D finite element analyses and application to nickel-base superalloys [J]. International Journal of Fracture, 2003, 124(12): 43– 77.
- [7] MARCHAL N, FLOURIOT S, FOREST S, et al. Crack tip

stress-strain fields in single crystal nickel-base superalloys at high temperature under cyclic loadings [J]. Computational Materials Science, 2006, 37 (13): 42– 50.

- [8] 单智伟,杨继红,刘路. 单晶 Ni_3Al 裂纹扩展的 TEM 原位观察 [J]. 金属学报, 2000, 36(3): 262– 267.
- [9] 刘丽荣,金涛,赵乃仁,等. 一种 Ni 基单晶高温合金 [001] 方向的持久性能与断裂行为 [J]. 金属学报, 2000, 36(3): 262– 267.
- [10] 王开国,李嘉荣,刘世忠,等. DD6 单晶高温合金 760℃ 的蠕变性能研究 [J]. 材料工程, 2004, (5): 7– 11.

基金项目: 国家自然科学基金 (10472094, 50375124); 国家航空基金 (03B53003, 02C53011); 西北工业大学研究生创业种子基金 (Z200620)

收稿日期: 2007-03-30; 修订日期: 2007-06-22

作者简介: 温志勋 (1982–), 男, 博士生, 主要从事镍基单晶材料力学性能研究, 联系地址: 西北工业大学 410 信箱 (710072)。

(上接第 14 页)

(3) 在 950℃ 横向拉伸条件下, 裂纹易于沿着枝晶界面产生, 塑性明显降低。

参考文献

- [1] KOBAYASHI T, KOIZUMI Y, HARADA H, et al. Development of a third generation DS superalloy [A]. POLLOCK T M, KISSINGER R D, BOWMAN R R, et al. Superalloy 2000 [C]. Warrendale, PA: TMS, 2000. 323– 328.
- [2] FU CHS G E. Advanced Materials and Processes for Gas Turbines [M]. Warrendale, PA: TMS, 2003. 91– 100.
- [3] ALEXANDER EPISHIN, THOMAS LINK, UDO BRCKER, et al. Effects of segregation in nickel-based superalloys: dendritic stress [A]. KENNETH A, GREEN, TRESA M POLLOCK, et al. Superalloys 2004 [C]. Warrendale, PA: TMS, 2004. 537– 543.
- [4] 苏锡九, 陈英. 金属材料断口分析及图谱 [M]. 北京: 科学出版社, 1991. 22– 24.
- [5] EBRAHIMI F, YANEVICH J, DELUCA D P. Deformation and fracture of the PWA 1472 superalloy single crystal [J]. Acta Mater, 2000, 48: 469– 479.
- [6] SENGUPTA A. Kinetics of gamma prime precipitation and fatigue crack growth behavior of a single crystal nickel-based superalloy [D]. USA Dissertation: Wayne State University, 1994.
- [7] 曾祥华. 宏观断口学及显微断口学 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1990. 5– 20.
- [8] 李嘉荣, 刘世忠. 第二代单晶高温合金 DD6 的拉伸性能 [J]. 钢铁研究学报, 2003, 15 (7): 272– 275.

收稿日期: 2007-04-20; 修订日期: 2007-06-29

作者简介: 赵金乾 (1973–), 男, 博士生, 从事单晶高温合金材料研究, 联系地址: 北京 81 信箱 1 分箱 (100095)。