

# 单晶镍基合金的层错能及其对蠕变机制的影响

Stacking Fault Energies of Single Crystal Nickel-based Superalloy and Its Influence on Creep Mechanism

闫化锦<sup>1</sup>, 田素贵<sup>1,2</sup>, 朱新杰<sup>2</sup>, 于慧臣<sup>3</sup>, 舒德龙<sup>2</sup>, 张宝帅<sup>2</sup>

(1 贵州工程应用技术学院 机械工程学院, 贵州 毕节 551700;

2 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110870; 3 中国航发北京航空材料研究院 航空材料检测与评价北京市重点实验室, 北京 100095)

YAN Hua-jin<sup>1</sup>, TIAN Su-gui<sup>1,2</sup>, ZHU Xin-jie<sup>2</sup>, YU Hui-chen<sup>3</sup>,  
SHU De-long<sup>2</sup>, ZHANG Bao-shuai<sup>2</sup>

(1 School of Mechanical Engineering, Guizhou University of Engineering Science, Bijie 551700, Guizhou, China; 2 School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China;

3 Beijing Key Laboratory of Aeronautical Materials Testing and Evaluation, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**摘要:** 通过对合金进行不同温度层错能的计算、蠕变性能测试及位错组态的衍衬分析, 研究温度对单晶镍基合金层错能和蠕变机制的影响。结果表明: 合金在 760℃ 具有较低的层错能, 其蠕变期间的变形机制是 $\langle 110 \rangle$ 超位错剪切进入  $\gamma'$  相, 其中, 切入  $\gamma'$  相的位错可分解形成 $(1/3)\langle 112 \rangle$ 位错+(SISF)层错的位错组态。随温度的提高, 合金的层错能增大, 合金在 1070℃ 蠕变期间的变形机制是 $\langle 110 \rangle$ 螺、刃超位错剪切进入  $\gamma'$  相。在 980℃, 合金的层错能介于 760~1070℃ 之间, 蠕变期间的主要变形机制是 $\langle 110 \rangle$ 螺、刃超位错剪切进入  $\gamma'$  相, 其中, 剪切进入  $\gamma'$  相的螺位错由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面, 形成 $(1/2)\langle 110 \rangle$ 不全位错+反向畴界(APB)的 K-W 锁位错组态, 这种具有面角非平面芯结构的 K-W 锁可抑制位错的交滑移, 提高合金的蠕变抗力。其中, 蠕变期间较低的应变速率仅释放较少的形变热, 不足以激活 K-W 锁中的位错在 $\{111\}$ 面滑移, 是 K-W 锁在 980℃ 得以保留的主要原因。

**关键词:** 单晶镍基合金; 层错能; 蠕变; 衍衬分析; 变形机制

**doi:** 10.11868/j.issn.1001-4381.2016.000711

**中图分类号:** TG111.8 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2018)10-0087-09

**Abstract:** By means of calculating stacking fault energy (SFE), measuring creep properties and contrast analysis of dislocation configuration, the influence of the temperature on the stacking fault energy and the creep mechanism of a single crystal nickel-based superalloy was investigated. Results show that there is a lower stacking fault energy (SFE) of the alloy at 760℃, and the deformed mechanism of the alloy during creep is the cubical  $\gamma'$  phase sheared by  $\langle 110 \rangle$  super-dislocation which may be decomposed to form the configuration of  $(1/3)\langle 112 \rangle$  super-Shockley partials dislocation plus the super-lattice intrinsic stacking fault (SISF). But the stacking fault energy of the alloy increases with temperature, so the deformed mechanism of the alloy during creep at 1070℃ is the screw or edge super-dislocation shearing into the rafted  $\gamma'$  phase. The SFE of the alloy at 980℃ is in the middle value of the SFEs between 760℃ and 1070℃, the main deformed mechanism of the alloy during creep is the screw or edge super-dislocation shearing into the rafted  $\gamma'$  phase. And some super-dislocation shearing into  $\gamma'$  phase may cross-slip from  $\{111\}$  to  $\{100\}$  planes to form the K-W locks configuration of  $(1/2)\langle 110 \rangle$  partials plus the anti-phase boundary (APB). The K-W locks with non plane core structure may restrain the slipping and cross-slipping of dislocations to improve the creep resistance of alloy. Wherein, the lower strain rate during creep releases too less deformed heat to activate the dislocation in the

K-W locks for re-slipping on  $\{111\}$  plane, which is thought to be the main reason of the K-W locks kept in the alloy during creep at 980℃.

**Key words:** single crystal nickel-base superalloy; stacking fault energy; creep; contrast analysis; deformation mechanism

层错能是金属材料的一个重要物理性质<sup>[1-2]</sup>,不同材料具有不同的层错能,而同一材料在不同温度具有不同的层错能,即:温度对金属材料的层错能有重要影响。研究表明<sup>[3-5]</sup>,在变形期间,位错的运动方式与金属材料的层错能密切相关,故层错能对金属材料的力学及蠕变性能有重要影响,因而,金属材料在不同温度区间表现出不同的力学性能和变形机制。镍基单晶合金具有良好的高温力学及抗蠕变性能,已被广泛应用于制作先进航空发动机的叶片部件<sup>[6-8]</sup>,且随着航空发动机功率和热效率等使用性能的提高,要求合金具有更高的承温能力。不同成分合金具有不同的层错能,因而表现出不同的蠕变性能。加入难熔元素 Re, W 可有效提高合金的高温力学性能<sup>[9-10]</sup>,且随其含量的增加,合金的承温能力大幅度提高。尽管由单晶镍基合金制作的热端叶片部件主要在高温环境下应用,但实际上,航空发动机从启动到稳定运行,经历了中温/高应力和高温/低应力等不同环境。文献报道,在 800℃ 中温/高应力蠕变条件下,合金中存在 $\langle 112 \rangle$ 超肖克莱不全位错+层错的位错组态,而在 1070℃ 高温/低应力下,仅为 $\langle 110 \rangle$ 超位错切入  $\gamma'$  相,表明合金在不同温度区间具有不同的蠕变行为和变形机制<sup>[11-12]</sup>。但合金层错能与温度之间的关系,以及层错能对变形机制的影响,则很少有文献报道。由于层错能对合金的变形机制、蠕变寿命及部件工作的安全可靠性和有重要影响,因此,了解合金在不同温度区间的层错能及对蠕变机制的影响尤为重要。

本工作对一种高合金化含 Re 单晶镍基合金在 760℃/810MPa、980℃/300MPa 和 1070℃/160MPa 条件下进行蠕变性能测试、组织形貌观察与位错组态分析,并采用热力学方法计算合金在不同温度的层错能,研究温度对合金层错能及层错能对合金蠕变机制的影响,为合金的工程化应用提供理论依据。

## 1 实验材料与方法

采用选晶法在高温梯度真空定向凝固炉中,将成分为 Ni-4Cr-9Co-9W-2Mo-6Al-7Ta-2Re 的母合金制备成 $[001]$ 取向的单晶试样。用劳埃背反射法测定出单晶合金试棒与 $[001]$ 取向的偏差在 6°以内。合金热处理工艺为:1290℃, 1h+1300℃, 2h, AC+1315℃,

4h, AC+1120℃, 4h, AC+870℃, 3h, AC。

经完全热处理后,将合金试棒沿 $[001]$ 取向的(100)晶面切割成片状拉伸蠕变样品,试样的横断面尺寸为 4.5mm×2.5mm,标距长度为 20mm。片状拉伸蠕变试样经表面机械研磨及抛光后,置于 GWT504 型高温持久/蠕变试验机中,在 760℃/810MPa、980℃/300MPa 和 1070℃/160MPa 条件下进行蠕变性能测试,绘制蠕变曲线。将蠕变断裂后的样品在 TEM 下进行组织形貌观察及位错组态的衍衬分析,研究合金在不同条件下的变形机制。根据各元素在  $\gamma'/\gamma$  两相中的分配比值,采用热力学方法计算合金中  $\gamma'$  相在不同温度的层错能,考察层错能对合金蠕变期间变形机制的影响。

## 2 合金的层错能

在面心立方结构的金属中, $a/6\langle 112 \rangle$ 不全位错的滑移面为 $\{111\}$ 原子密排面。当形成层错时,密排面的正常堆垛顺序被破坏,相当于在 FCC 原子堆垛结构中插入两层 HCP 堆垛结构的原子。因此,层错能可用具有两层 FCC 结构的  $\gamma$  原子与具有两层 HCP 结构的  $\epsilon$  原子的 Gibbs 自由能之差表示。对于合金,由于元素在层错区的浓度与合金的平均成分不同。因此,层错能  $\gamma_{sf}$  可表示为<sup>[13]</sup>:

$$\gamma_{sf} = \frac{1}{8.4V^{2/3}} \Delta G_b^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_s^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_m \quad (1)$$

式中: $V$  为摩尔体积; $\Delta G_b^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ ,  $\Delta G_s^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  分别为置换原子和偏聚原子引起的自由能变化,其中,由置换原子引起的自由能变化( $\Delta G_b^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ )与温度有关,由于温度对原子偏聚引起的自由能变化影响较小,故可忽略不计; $\Delta G_m$  为磁性自由能,实验用镍基合金具有 FCC 结构,故无磁性转变,其  $\Delta G_m$  值为 0。

式(1)中由置换原子组成的体系自由能可表示为:

$$\Delta G_b^{\gamma \rightarrow \epsilon} = x_i \Delta G_i^{\gamma \rightarrow \epsilon} + x_j \Delta G_j^{\gamma \rightarrow \epsilon} + x_k \Delta G_k^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_b^{E(\gamma \rightarrow \epsilon)} \quad (2)$$

$\Delta G_i^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  为非磁性状态自由能,根据 Gibbs-Helmholtz 方程,  $\Delta G_i^{\gamma \rightarrow \epsilon} = \Delta H_i - \Delta S_i$ , 其中  $\Delta H_i$  为相变焓,  $\Delta S_i$  为相变熵;  $\Delta G_b^{E(\gamma \rightarrow \epsilon)}$  为混合超额自由能,其表达式为:

$$\Delta G_b^{E(\gamma \rightarrow \epsilon)} = A_{ij}^0 x_i x_j + A_{jk}^0 x_j x_k + A_{ki}^0 x_k x_i \quad (3)$$

式中: $A_{ij}^0$ 为二元合金的参数,只与温度有关,可表示为 $A_{ij}^0=a_{ij}T+c_{ij}$ , $i$ 和 $j$ 分别为二元合金中的 $i$ 组元和 $j$ 组元, $a_{ij},c_{ij}$ 为只与浓度相关的常数, $k$ 为第 3 种组元,分别与组元 $i$ 和 $j$ 组成另一二元合金,故 $\Delta G_b^{E(\gamma\rightarrow\epsilon)}$ 可表示为 $\Delta G_b^{E(\gamma\rightarrow\epsilon)}=\sum x_i x_j (a_{ij}T+c_{ij})$ 。因此, $\Delta G_b^{(\gamma\rightarrow\epsilon)}$ 可表示为:

$$\Delta G_b^{\gamma\rightarrow\epsilon}=\sum [T(x_i x_j a_{ij}-\Delta S_i)+\Delta H_i+x_i x_j c_{ij}]$$

(4)

元素偏聚引起的自由能变化( $\Delta G_s^{\gamma\rightarrow\epsilon}$ )表达式为:

$$\Delta G_s^{\gamma\rightarrow\epsilon}=\Delta G_{\text{chm}}+\Delta G_{\text{sur}}+\Delta G_{\text{els}}$$

(5)

式中: $\Delta G_{\text{chm}}$ 为铃木偏聚引起的化学自由能; $\Delta G_{\text{sur}}$ 为基体和层错区元素浓度不同引起的表面自由能; $\Delta G_{\text{els}}$ 为原子尺寸不同引起的弹性自由能,后者在热力学计算中忽略不计。

根据 Chou 模型<sup>[14]</sup>计算出三元合金的置换原子和偏聚原子引起的自由能变化,并利用公式(1)~(5)计算 Ni-Al-M 三元合金的层错能,其中,晶格稳定化参数取自文献[15],利用文献[16-17]中的方法,计算出过渡族金属和非过渡族金属之间形成固溶体、化合物时的混合生成焓 $\Delta H_{\text{mix}}$ ,计算时使用的参数 $P=14.1\text{V}^{-1}\text{cm}^{-2}(\text{d.u.})^{-1/3}$ , $R=0,\alpha=0.04$ 。

Ni-Al-W 三元合金中不同温度的自由能值列于表 1。

表 1 Ni-Al-W 三元合金中自由能在不同温度的计算值

Table 1 Calculated values of free energies in Ni-Al-W ternary alloy at different temperatures

$T/\text{C}$	$\Delta G_b^{E(\gamma\rightarrow\epsilon)}/$ ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ )	$\Delta G_b^{\gamma\rightarrow\epsilon}/$ ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ )	$\Delta G_{\text{sur}}/$ ( $\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ )	$\Delta G_{\text{chm}}/$ ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ )
760	-30656.26	-24568.98	-17.68	-111505.93
980	-33858.31	-27733.85	-17.68	-135253.56
1070	-35263.09	-29029.52	-17.68	-144968.50

由于合金在蠕变期间的激活位错主要在 $\gamma'$ 相中发生分解及形成层错,因此,可用 $\gamma'$ 相的层错能表示合金的层错能。计算中把合金视为固溶体,根据合金中元素 Cr,Co,W,Mo,Al,Ta 和 Re 在 $\gamma'/\gamma$ 两相中的分配比值<sup>[18]</sup>,计算出 Ni-6%Al-1%M( $M=\text{Cr},\text{Co},\text{Ta},\text{Mo},\text{Re}$ )及 Ni-6%Al-1%W 三元合金中 $\gamma'$ 相在不同温度的层错能,如图 1 所示。可以看出,相对于元素 W,元素 Ta,Cr,Co,Mo 和 Re 均可降低 Ni-6%Al-1%M 三元合金的层错能,而元素 Re 降低合金层错能的幅度最大。这里定义 Ni-6%Al-1%M 和 Ni-6%Al-1%W 三元合金层错能的比值为各元素的当量换算系数,其比值列于表 2。可以看出,三元合金中各元素在不同温度具有不同的当量换算系数。

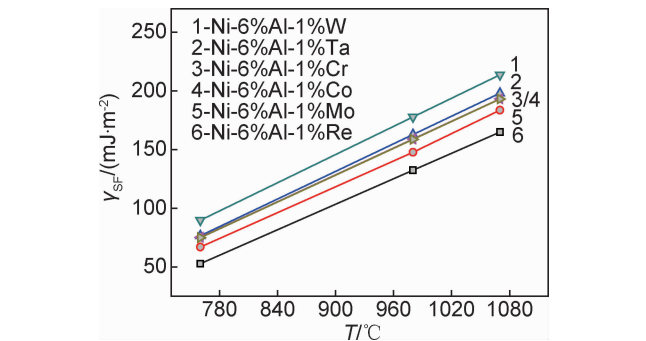


图 1 Ni-6%Al-1%M 合金系中 $\gamma'$ 相在不同温度的层错能

Fig. 1 Stacking fault energies of the  $\gamma'$  phase in Ni-6%Al-1%M alloys at different temperatures

表 2 合金组成元素 M 在不同温度的当量换算系数

Table 2 Equivalent conversion coefficients of components M at different temperatures

$T/\text{C}$	Cr	Co	W	Mo	Ta	Re
760	0.838	0.835	1	0.746	0.853	0.587
980	0.895	0.893	1	0.830	0.916	0.745
1070	0.904	0.903	1	0.860	0.927	0.771

对各元素在不同温度的当量换算系数与质量分数的乘积求和,得到 Ni-6%Al- $x\%$ M( $M=\text{Cr},\text{Co},\text{W},\text{Ta},\text{Mo},\text{Re}$ )多元合金中元素在不同温度 $\gamma'$ 相中的总浓度 $Z_T$ 为:

$$Z_T=\sum A(T)_i\cdot[C\%]_i$$

(6)

将多元合金中元素在 $\gamma'$ 相中的总浓度 $Z_T$ 代入公式(1),求出 Ni-6%Al- $x\%$ M 多元合金中 $\gamma'$ 相在 760,980,1070℃的层错能分别为 128.11,281.21,349.1mJ/m<sup>2</sup>。

### 3 合金在不同温度的蠕变行为

#### 3.1 不同温度的蠕变行为与变形机制

在 760℃/810MPa、980℃/300MPa 和 1070℃/160MPa 条件下,分别测定出[001]取向单晶镍基合金的蠕变曲线,如图 2 所示。可以看出,合金在 760℃/810MPa 具有较短的初始蠕变阶段,而稳态蠕变期间持续的时间较长,约为 200h,稳态蠕变期间的最低应变速率为 $1.58\times 10^{-6}\text{h}^{-1}$ 。测定出合金的蠕变寿命长达 241h,蠕变断裂后的应变量为 12.06%。

合金在 980℃/300MPa 稳态蠕变期间的最低应变速率为 $1.98\times 10^{-6}\text{h}^{-1}$ ,蠕变寿命为 155h,蠕变应变量为 13.18%。而合金在 1070℃/160MPa 稳态期间的最低应变速率为 $2.26\times 10^{-6}\text{h}^{-1}$ ,蠕变寿命为 132h,蠕变应变量为 10.54%。表明,合金在不同条件下均表现出较好的蠕变抗力。

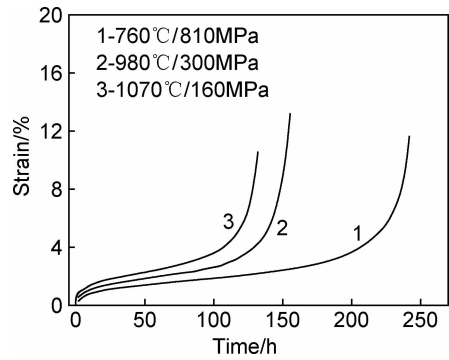


图 2 合金在不同条件测定的蠕变曲线

Fig. 2 Creep curves of the alloy at different conditions

合金经不同条件蠕变断裂后,近断口区域的微观组织形貌(膜面平行于(100)晶面)如图 3 所示。经 760℃/810MPa 蠕变 241h 断裂后,合金的微观形貌示于图 3(a),可以看出,合金中的  $\gamma'$  相仍为立方体形貌,在立方  $\gamma'$  相边界的黑色区域为  $\gamma$  基体通道,在  $\gamma'/\gamma$  两相界面存在高密度位错缠结,并有超位错剪切进入立方  $\gamma'$  相,如箭头标注所示,其中,剪切进入  $\gamma'$  相的位错发生分解,可形成不全位错+层错的位错组态,如字母 M 标注所示,由于层错条纹具有对称特征,且外侧显示暗色衬度,故可确定该层错为超点阵内禀层错(super-lattice intrinsic stacking fault, SISF),其中,另一

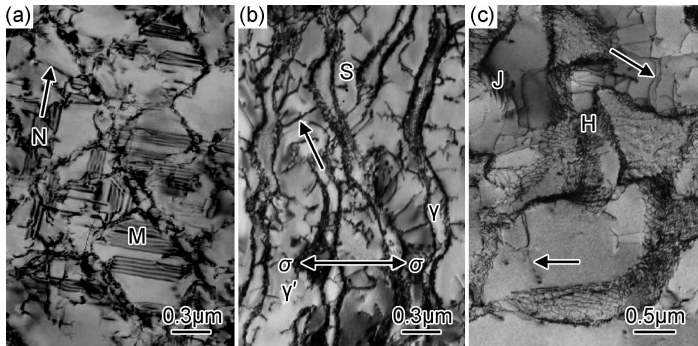


图 3 不同条件下合金蠕变断裂后的微观组织 (a)760℃/810MPa;(b)980℃/300MPa;  
(c)1070℃/160MPa

Fig. 3 Microstructures after the alloy crept up to fracture under different conditions  
(a)760℃/810MPa;(b)980℃/300MPa;(c)1070℃/160MPa

层错的条纹衬度与层错 M 方向垂直,如字母 N 标注所示。

合金经 980℃/300MPa 蠕变 155h 断裂后,近断口区域的组织形貌如图 3(b)所示,施加应力的方向如箭头所示。可以看出, $\gamma'$  相已经沿垂直于应力轴方向转变成筏状结构,并有大量不同迹线方向的位错切入筏状  $\gamma'$  相。分析认为,大量不同方向的位错发生交替滑移,可促使筏状  $\gamma'$  相发生扭曲,其筏状  $\gamma'$  相的扭曲形态,如字母 S 标注所示。经 1070℃/160MPa 蠕变 132h 断裂后,在近断口区域的组织形貌如图 3(c)所示。此处  $\gamma'$  相已形成较粗大的筏状结构,在筏状  $\gamma'/\gamma$  两相界面存在规则的位错网,如区域 H 所示,在照片下部仅有少量位错剪切进入筏状  $\gamma'$  相,如水平箭头标注所示。在上方有大量位错切入  $\gamma'$  相,如倾斜箭头标注所示,并有位错列切入  $\gamma'$  相内,如字母 J 标注所示。与图 3(b)相比,筏状  $\gamma'$  相厚度增加,这是因为蠕变后期该区域发生缩颈,形变量较大,使其承载的有效应力增大。

3.2 位错组态的衍衬分析

760℃/810MPa 蠕变 241h 断裂后,合金中  $\gamma'$  相内

的位错组态如图 4 所示, $\gamma'$  相中存在层错,其中层错两端的位错迹线分别为位错 A 和 B,剪切进入  $\gamma'$  相的超位错用 C 表示。当衍射矢量  $g=002$  和  $g=020$  时,层错显示衬度,如图 4(a),(b)所示;当  $g=\bar{1}13$  时,层错消失衬度,如图 4(c)所示;而  $g=002$  和  $g=\bar{1}13$  时,位错 A 显示衬度,如图 4(a),(c)所示。当  $g=020$  时,位错 A 消失衬度,如图 4(b)所示,根据  $\gamma'$  有序相中  $b \cdot g=0$  及  $\pm(2/3)$  位错不可见判据,确定出位错 A 是柏氏矢量,为  $b_A=(1/3)[11\bar{2}]$  的超肖克莱不全位错。当  $g=\bar{1}13$  时,不全位错 B 显示衬度,如图 4(c)所示,而当  $g=002$  和  $g=020$  时,位错 B 消失衬度,如图 4(a),(b)所示,根据位错不可见判据,确定出位错 B 是柏氏矢量,为  $b_B=(1/3)[2\bar{1}\bar{1}]$  的超肖克莱不全位错。由于不全位错 A 和 B 是由  $\langle 110 \rangle$  超位错切入  $\gamma'$  相分解而成,因此,可确定出  $\langle 110 \rangle$  超位错切入  $\gamma'$  相内发生分解,形成两不全位错+SISF 的反应式:

$$[10\bar{1}] \rightarrow (a/3)[11\bar{2}]_A + (SISF) + (a/3)[2\bar{1}\bar{1}]_B \quad (7)$$

当  $g=020$  时,超位错 C 显示衬度,如图 4(b)所示;而当  $g=002$  和  $g=\bar{1}13$  时,位错 C 消失衬度,如图 4(a),(c)所示,由此确定位错 C 为柏氏矢量,为  $b_C=[110]$

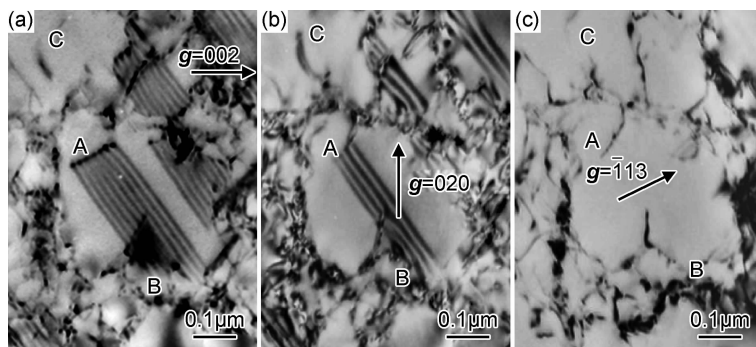


图 4 760 °C/810MPa 蠕变 241h 断裂后合金  $\gamma'$  相内的位错组态 (a)  $g=002$ ; (b)  $g=020$ ; (c)  $g=\bar{1}13$

Fig. 4 Dislocation configuration within the  $\gamma'$  phase after alloy crept for 241h up to fracture at 760 °C/810MPa

(a)  $g=002$ ; (b)  $g=020$ ; (c)  $g=\bar{1}13$

的超位错。根据图 4(b)可以看出,位错 C 的线矢量与  $g=020$  平行,因此,根据  $b_C \times \mu_C = (001)$  可以确定位错 C 的滑移面为 (001) 面。

合金在 980 °C/300MPa 蠕变 155h 断裂后的组织形貌示于图 5,其中,剪切进入筏状  $\gamma'$  相的位错分别标注为 D, E, F 和 G。当  $g=022$  时,位错 D, E, F 和 G 显

示衬度,如图 5(a)所示。但当  $g=002$  时,位错 D 消失衬度,如图 5(b)所示。当  $g=\bar{1}1\bar{3}$  时,位错 D 显示衬度,如图 5(d)所示。根据  $g \cdot b = 0$  位错不可见判据,位错 D 的柏氏矢量鉴定为  $b_D = [\bar{1}10]$ ,由于位错 D 位于 (002) 面 ( $g=002$  时消失衬度),故可确定出该位错在 (002) 面滑移。

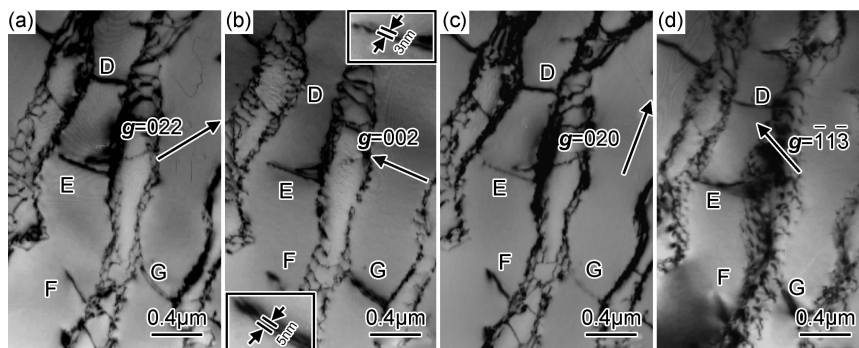


图 5 980 °C/300MPa 蠕变 155h 断裂后筏状  $\gamma'$  相内的位错组态 (a)  $g=022$ ; (b)  $g=002$ ; (c)  $g=020$ ; (d)  $g=\bar{1}1\bar{3}$

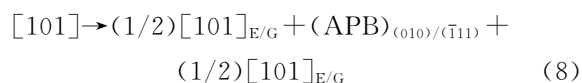
Fig. 5 Dislocation configuration within the rafted  $\gamma'$  phase after alloy crept for 155h up to fracture at 980 °C/300MPa

(a)  $g=022$ ; (b)  $g=002$ ; (c)  $g=020$ ; (d)  $g=\bar{1}1\bar{3}$

当  $g=020$  时,位错 E 和 G 显示弱衬度,如图 5(c)所示。当  $g=\bar{1}31$  时,位错 E 和 G 显示衬度(照片略去)。根据位错不可见判据,确定出位错 E 和 G 的柏氏矢量为  $b_E = b_G = [101]$ 。可以看出,位错 E 的线矢量  $\mu_E$  与  $g=002$  平行,因此,根据  $b_E \times \mu_E$ ,确定出位错 E 在 (010) 面滑移,但根据  $b_G \times \mu_G$  (位错 G 的线矢量是  $\mu_G = 1\bar{1}2$ ),鉴定出位错 G 的滑移面为 ( $\bar{1}11$ )。当  $g=\bar{1}1\bar{3}$  时,位错 F 消失衬度,如图 5(d)所示,因此,位错 F 的柏氏矢量确定为  $b_F = [110]$ ,且根据  $b_F \times \mu_F$  (位错 F 的线矢量是  $\mu_F = 0\bar{2}2$ ),可确定出位错 F 在 ( $11\bar{1}$ ) 面滑移。

分析认为,剪切进入  $\gamma'$  相的超位错可以分解,形成不全位错+反向畴界 (anti-phase boundary, APB)

的位错组态,但位错在不同晶面分解需要不同的能量,故显示不同的宽度,由图 5(b)可以看出,位错 D, F 不发生分解,而位错 E, G 显示分解的特征。根据位错 E, G 的放大形貌,测量出位错 E 在 (010) 面的分解宽度是 3nm,示于图 5(b)的右上部,位错 G 在 ( $\bar{1}11$ ) 面的分解宽度约为 5nm,示于图 5(b)的左下部。由于位错在 {100} 面分解的宽度较小,表明位错在 {100} 面分解需要较大的能量。位错在 (010) 和 ( $\bar{1}11$ ) 面分解的反应式可表示为:



合金经 1070 °C/160MPa 蠕变 132h 断裂后,切入  $\gamma'$  相内的位错组态如图 6 所示。可知上部区域为  $\gamma'/\gamma$

两相之间的界面位错网,如字母 H 标注所示,切入  $\gamma'$  相内的相邻 3 根倾斜位错具有相似特征,均为切入  $\gamma'$  相的超位错,并定义左、中、右的超位错分别为 K, M, N。当  $g=022$  时,  $\gamma'$  相内的超位错 K, M 和 N 均显示衬度,如图 6(a) 所示。当  $g=0\bar{2}2$  时,位错 M 和 N 显示弱衬度,如图 6(b) 所示,因此,超位错 M 和 N 的柏氏矢量确定为  $b_M=b_N=[011]$ 。当  $g=020$  和  $g=131$  时,超位错 K 显示弱衬度,如图 6(c), (d) 所示,因此,

超位错 K 的柏氏矢量确定为  $b_K=g_{020}\times g_{131}=[\bar{1}01]$ 。

由图 6(a) 可以看出,超位错 K 的线矢量平行于  $g=022$ ,但该线矢量既不平行也不垂直于该位错的柏氏矢量  $b_K=[\bar{1}01]$ ,根据  $b_K\times\mu_K$ ,确定出在  $(1\bar{1}1)$  面滑移的超位错 K 为混合型位错。鉴别出超位错 M, N 的线矢量  $\mu_N=121$ ,根据  $b\times\mu$ ,超位错 M 和 N 在同一  $(1\bar{1}1)$  面滑移。表明,具有相似形态的 3 个相邻超位错为具有不同柏氏矢量且在同一晶面滑移。

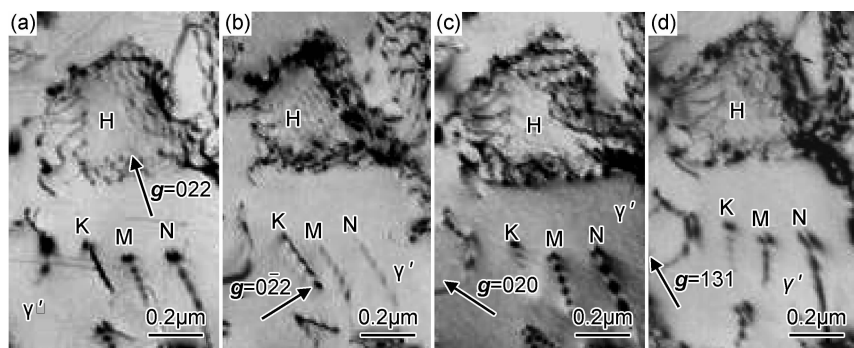


图 6 1070 °C/160MPa 蠕变 132h 断裂后合金  $\gamma'$  相内的位错组态 (a)  $g=022$ ; (b)  $g=0\bar{2}2$ ; (c)  $g=020$ ; (d)  $g=131$

Fig. 6 Dislocation configuration within the  $\gamma'$  phase after alloy crept for 132h up to fracture at 1070 °C/160MPa

(a)  $g=022$ ; (b)  $g=0\bar{2}2$ ; (c)  $g=020$ ; (d)  $g=131$

## 4 讨论

### 4.1 层错能对变形机制的影响

计算表明,相同成分合金在不同温度具有不同的层错能。实验用单晶合金在 760 °C 的层错能为 128.11mJ/m<sup>2</sup>,随温度的提高合金的层错能增大,因此,合金在不同温度表现出不同的变形机制(图 4~6)。表明层错能对合金的变形机制有重要影响。

位错组态衍衬分析表明,760 °C/810MPa 蠕变期间,较低层错能合金中  $\gamma'$  相的变形机制是  $\langle 011 \rangle$  超位错剪切进入  $\gamma'$  相,并可分解形成  $(1/3)\langle 112 \rangle$  超肖克莱不全位错 + SISF 的位错组态。在 980 °C/300MPa 蠕变期间,  $\gamma'$  相的层错能提高到 281.21mJ/m<sup>2</sup>,位错分解的阻力增大,故  $\langle 110 \rangle$  超位错沿  $\{111\}$  面切入  $\gamma'$  相分解时,形成  $(1/2)\langle 110 \rangle + \text{APB}$  的位错组态,如图 5 中位错 G 所示。而 1070 °C/160MPa 蠕变期间,合金中  $\gamma'$  相的层错能进一步提高到 349.1mJ/m<sup>2</sup>,故合金在蠕变期间仅发生螺、刃或混合超位错剪切  $\gamma'$  相,而不发生位错的分解(图 6)。

以上结果表明,蠕变期间位错的运动方式与合金的层错能密切相关<sup>[3-4]</sup>。在低层错能合金中分解的位错易于扩展,可形成肖克莱不全位错 + SISF 的位错组态,且位错扩展的宽度较大(图 3(a))。由于扩展的位

错不易束集,难以进行交滑移,因而可增加位错运动的阻力,提高合金的蠕变抗力。随温度的提高,合金的层错能增加,位错分解的阻力增大,致使合金在 980 °C/300MPa 蠕变期间切入  $\gamma'$  相的  $\langle 110 \rangle$  超位错仅有少量分解,并形成  $(1/2)\langle 110 \rangle$  不全位错 + APB 的位错组态。随蠕变温度及层错能的进一步提高,剪切进入  $\gamma'$  相的位错不发生分解(图 6)。由此可以认为,合金在不同温度蠕变期间的变形机制均为  $\langle 110 \rangle$  超位错剪切  $\gamma'$  相,而超位错剪切进入  $\gamma'$  相的分解方式取决于合金的层错能,随合金的层错能由低至高逐渐增加,位错分解可形成不全位错加 SISF 或 APB 的位错组态,其中,位错分解形成的 SISF 或 APB 均可阻碍位错运动,提高合金的蠕变抗力。

### 4.2 位错分解的理论分析

图 7 为  $\gamma'$  相中  $\{111\}$  面的原子排列方式及位错分解示意图。合金中  $\gamma'$  相为面心立方的  $L1_2$  有序结构,易滑移系是  $\{111\}\langle 110 \rangle$ ,由于合金中  $\gamma'$  相层错能及变形条件的不同,当剪切进入  $\gamma'$  相的  $\langle 110 \rangle$  超位错分解时,根据  $\{111\}$  面原子迁移的位移矢量,在位错分解形成的不全位错之间,分别可形成超点阵内禀层错、反向畴界和复杂层错(complex stacking fault, CSF)等面缺陷<sup>[19]</sup>,其原子可迁移的位移矢量如图 7(a) 所示。合金在 760 °C 具有较低的层错能,蠕变期间当剪切进入  $\gamma'$

相的位错发生分解,使原子在 $\{111\}$ 面相对于另一层原子发生矢量为 $f_{SF}$ 的位移时,可形成肖克莱不全位错+ $SISF$ 的位错组态(图 4)。随温度提高到 $980^{\circ}\text{C}$ ,合金的层错能提高至 $281.21\text{mJ}/\text{m}^2$ ,剪切进入 $\gamma'$ 相的超位错可分解形成 $(1/2)\langle 110\rangle$ 不全位错,使原子在 $\{111\}$ 面发生矢量为 $f_A$ 的位移,并在不全位错之间形成反相畴界,故可形成不全位错+反相畴界的位错组态(图 5)。若位错分解期间原子的位移矢量为 $f_C$ ,形成 $CSF$ ,则需要更高的能量。

研究表明<sup>[19-20]</sup>,合金在变形期间形成不同面缺陷

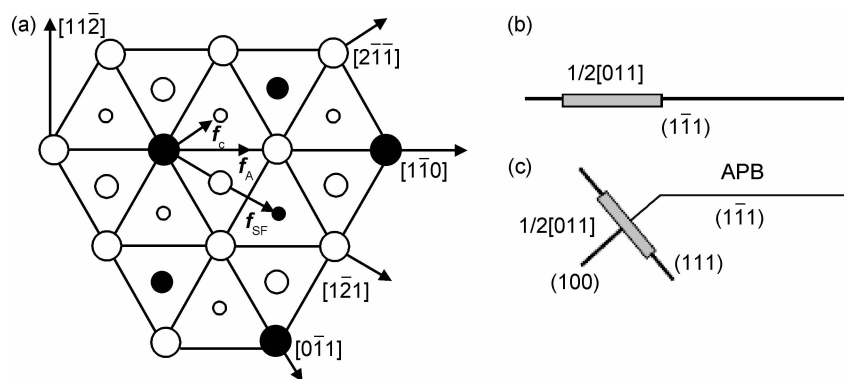


图 7  $\gamma'$ 相中 $\{111\}$ 面的原子排列方式及位错分解示意图 (a)原子排列方式;(b)平面位错芯;(c)非平面位错芯

Fig. 7 Schematic diagrams of the atoms arranged on  $\{111\}$  plane and dislocation decomposed

(a)atoms arranging mode;(b)plane core of dislocation;(c)non-plane core of dislocation

此外,超位错在不同晶面分解形成反相畴界也需要克服不同的阻力,特别是当 $\langle 110\rangle$ 超位错在 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面分解形成 $APB$ ,需要的能量高达 $142\text{mJ}/\text{mol}$ <sup>[17]</sup>,加之,形成的 $(1/2)\langle 110\rangle + APB$ 位错组态具有平面型位错芯结构(图 5 的位错 G),其示意图如图 7(b)所示。由于形成平面芯位错结构需要较高的能量,故位错分解的宽度较窄。而 $\langle 110\rangle$ 超位错在 $(100)$ 面分解形成 $APB$ 时,所需的能量仅为 $28\text{mJ}/\text{mol}$ <sup>[21]</sup>,故位错组态可稳定存在(图 5 的位错 E)。尽管, $\langle 110\rangle$ 位错可在 $(100)$ 面分解,但该面为非密排面,晶体在此面不易滑移,故 $\langle 110\rangle$ 位错在该面分解的宽度较窄。由于形成 $CSF$ 需要更高的能量,故在本实验条件下未发现复杂层错。

#### 4.3 形成与释放 K-W 锁的理论分析

位错组态的衍衬分析表明,合金在 $760^{\circ}\text{C}$ 和 $980^{\circ}\text{C}$ 蠕变期间均存在位错在 $\gamma'$ 相的 $\{100\}$ 面滑移,如图 4 的位错 C 和图 5 的位错 E。对其形成原因的分析认为, $\gamma'$ 相的易滑移面为 $\{111\}$ 面,因此,蠕变期间剪切进入 $\gamma'$ 相的位错 C 和 E 首先沿 $\{111\}$ 面滑移,随蠕变进行,剪切进入 $\gamma'$ 相的位错可由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面,形成 $(1/2)\langle 110\rangle + APB$ 的位错组态,该组态是具有非平面芯结构的不动位错,称为 K-W 位错锁。该位

错的概率取决于形成各面缺陷的能量,当 $\langle 110\rangle$ 超位错在 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面分解形成 $SISF$ 时,所需能量仅为 $13\text{mJ}/\text{mol}$ ,故可稳定存在(图 4)。随温度的提高,合金中 $\gamma'$ 相的层错能提高,超位错剪切进入 $\gamma'$ 相分解的阻力增大,致使分解宽度减小。由于位错分解及扩展所需的阻力不同,因此,合金在 $760^{\circ}\text{C}$ 和 $980^{\circ}\text{C}$ 蠕变期间,分别可形成 $\langle 112\rangle$ 肖克莱不全位错+ $SISF$ 或 $(1/2)\langle 110\rangle + APB$ 的位错组态(图 4,5)。其中,前者仅在 $\{111\}$ 分解,而后者既可在 $\{111\}$ 面分解,又可在 $\{100\}$ 面分解。

错锁具有与引起 $\text{Ni}_3\text{Al}$ 相发生反常屈服行为相同的位错组态,故可抑制位错的滑移和交滑移,阻碍位错运动,因此,蠕变期间形成的 K-W 锁可以提高合金的蠕变抗力。

但随蠕变温度的提高,可使 K-W 锁中的位错重新被激活,使其在 $\{111\}$ 面滑移<sup>[22]</sup>。由于 K-W 锁的消失与原子的充分热扩散有关,因此,温度对合金的蠕变行为及变形机制具有决定性作用<sup>[23-26]</sup>。此外,添加难熔元素 Re 可以降低合金的层错能,提高合金的固溶强化程度,且元素之间的相互作用可进一步降低其他元素的扩散速率<sup>[27-28]</sup>,故可以使含 Re 单晶合金出现反常屈服强度的峰值温度由 $650^{\circ}\text{C}$ 提高到 $850^{\circ}\text{C}$ <sup>[29]</sup>,因此,元素 Re 可以大幅度提高合金的高温蠕变抗力。加之,元素 Re 在 Ni 基合金的基体中形成短程有序的原子团簇<sup>[30-31]</sup>,也可阻碍位错运动,降低其他元素的扩散速率,是含 Re 合金在提高温度变形期间使 K-W 锁得以保留的另一主要原因。

另一方面,与瞬时拉伸变形相比,含 Re 合金蠕变期间形成 K-W 锁的温度由 $850^{\circ}\text{C}$ 提高到 $980^{\circ}\text{C}$ ,这与合金的应变速率有关。含 Re 合金在大于 $850^{\circ}\text{C}$ 的瞬时拉伸变形期间形变量较大,可激活高密度位错,并释



放出大量的形变热,进一步热激活可促使 K-W 锁中的位错重新沿 $\{111\}$ 面滑移,释放 K-W 锁。与瞬时拉伸变形相比,含 Re 合金在 980℃蠕变期间具有较低的应变速率,当蠕变位错由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面,形成 K-W 锁时,激活少量的蠕变位错仅释放少量的形变热,故该形变热不足以激活 K-W 锁中的位错,使其重新沿 $\{111\}$ 面滑移。因此,含 Re 合金在 980℃蠕变期间形成的 K-W 锁能够得以保留。但当蠕变温度进一步提高到 1070℃,尽管 $\langle 110 \rangle$ 超位错也可由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面,形成 K-W 位错锁,但由于蠕变温度较高,热激活可促使 K-W 锁中的位错重新在 $\{111\}$ 面滑移和交滑移,使 K-W 锁中的位错得以释放,故合金在 1070℃蠕变期间未发现 K-W 锁。

## 5 结论

(1)合金在 760℃具有较低的层错能,其蠕变期间的变形机制是 $\langle 110 \rangle$ 超位错剪切进入 $\gamma'$ 相,其中,剪切进入 $\gamma'$ 相的 $\langle 110 \rangle$ 超位错发生分解,可形成 $(1/3)\langle 112 \rangle$ 超肖克莱不全位错+(SISF)层错的位错组态;随蠕变温度提高到 1070℃,合金的层错能提高,其蠕变机制是 $\langle 110 \rangle$ 螺、刃超位错切入 $\gamma'$ 相,且剪切进入 $\gamma'$ 相的超位错不发生分解。

(2)合金在 980℃的层错能介于 760℃和 1070℃之间,蠕变期间的变形机制是 $\langle 110 \rangle$ 螺、刃超位错剪切进入 $\gamma'$ 相,少量 $\langle 110 \rangle$ 超位错由 $\{111\}$ 面交滑移至 $\{100\}$ 面,可分解形成 $(1/2)\langle 110 \rangle$ 不全位错+反相畴界(APB)的位错组态,该位错组态是具有非平面芯结构的 K-W 锁,可抑制位错的滑移和交滑移,提高合金的高温蠕变抗力。

(3)高合金化的含 Re 合金在 980℃蠕变期间仍可保留具有非平面芯结构 K-W 位错锁,其中,蠕变期间较低的应变速率仅释放较少的形变热,不足以激活 K-W 锁中的位错重新在 $\{111\}$ 面滑移,是使其保留 K-W 锁的主要原因。

## 参考文献

- [1] 戎咏华,孟庆平,何刚,等. Fe-Mn 合金层错能的嵌入原子法计算[J]. 上海交通大学学报,2003,37(2):171-174.
- [2] RONG Y H, MENG Q P, HE G, et al. Calculation of the stacking fault energies of Fe-Mn alloys by embedded atom method[J]. Journal of Shanghai Jiaotong University, 2003, 37(2): 171-174.
- [3] 王建亭,周荣生,王明杰,等. 形变温度对 Fe-20Mn-3Cu-1. 3C TWIP 钢拉伸变形行为的影响[J]. 材料工程,2016,44(1):11-18.
- [4] WANG J T, ZHOU R S, WANG M J, et al. Effect of deformation temperature on tensile deformation behavior of Fe-20Mn-3Cu-1. 3C TWIP steel[J]. Journal of Materials Engineering, 2016, 44(1): 11-18.
- [5] KNOWLES D M, CHEN Q Z. Superlattice stacking fault formation and twinning during creep in  $\gamma'/\gamma$  single crystal superalloy CMSX-4[J]. Materials Science and Engineering: A, 2003, 340(1/2): 88-102.
- [6] GOURDET S, MONTHEILLET F. Effects of dynamic grain boundary migration during the hot compression of high stacking fault energy metals[J]. Acta Materialia, 2002, 50(11): 2801-2812.
- [7] KARMTHALER H P, MUEHLBACGER E, RENTENBERGER C. The influence of the fault energies on the anomalous mechanical behaviour of Ni<sub>3</sub>Al alloys[J]. Acta Materialia, 1996, 44(2): 547-560.
- [8] 刘金来,金涛,张静华,等. 一种镍基单晶高温合金持久性能的各向异性[J]. 金属学报,2001,37(12):1233-1237.
- [9] LIU J L, JIN T, ZHANG J H, et al. Anisotropy of enduring properties of a single crystal nickel-base superalloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2001, 37(12): 1233-1237.
- [10] 舒德龙,田素贵,梁爽,等. 一种 4.5%Re 镍基单晶合金在 980℃蠕变期间的变形与损伤机制[J]. 材料工程,2017,45(1):93-100.
- [11] SHU D L, TIAN S G, LIANG S, et al. Deformation and damage mechanism of a 4.5%Re-containing nickel-based single crystal superalloy during creep at 980℃[J]. Journal of Materials Engineering, 2017, 45(1): 93-100.
- [12] 骆宇时,赵云松,杨帅,等. Ru 对 DD22 镍基单晶高温合金组织和持久性能的影响[J]. 航空材料学报,2016,36(3):132-140.
- [13] LUO Y S, ZHAO Y S, YANG S, et al. Effects of Ru on microstructure and stress rupture property of Ni-based single crystal superalloy DD22[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2016, 36(3): 132-140.
- [14] 王开国,李嘉荣,刘世忠,等. DD6 单晶高温合金 980℃蠕变性能影响[J]. 材料工程,2008(8):7-11.
- [15] WANG K G, LI J R, LIU S Z, et al. Study on creep properties of single crystal superalloy DD6 at 980℃[J]. Journal of Materials Engineering, 2008(8): 7-11.
- [16] 梁爽,田素贵,刘志鑫,等. 含 Mo 单晶镍合金的高温蠕变及损伤行为[J]. 中国有色金属学报,2017,27(5):911-919.
- [17] LIANG S, TIAN S G, LIU Z X, et al. Creep and damage behavior of containing Mo nickel-based single crystal superalloy at high temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2017, 27(5): 911-919.
- [18] MAYA C, EGGELER G, WEBSTER G A, et al. Double shear creep testing of superalloy single crystal at temperatures beyond 1000℃[J]. Materials Science and Engineering: A, 1995, 199: 121-130.
- [19] LIU J L, JIN T, SUN X F, et al. Anisotropy of stress rupture properties of Ni-base single crystal superalloy at two temperatures[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 479: 277-284.
- [20] ERICSSON T. On the Suzuki effect and spinodal decomposition[J]. Acta Materialia, 1966, 14(9): 1073-1084.
- [21] DINSDALE A T. SGTE data for pure elements[J]. Calphad, 1991, 15(2): 83-95.



- 1991,15(4):317-425.
- [15] CHOU K C, LI W C, LI F S, et al. Formalism of new ternary model expressed in terms of binary regular-solution type parameters[J]. *Calphad*, 1996, 20(4):395-406.
- [16] MIEDENA A R, CHATEL P F, BOER F R. Cohesion in alloy-fundamentals of a semi-empirical model[J]. *Physica B+C*, 1980, 100(1):1-28.
- [17] 于兴福, 田素贵, 王明昱, 等. Ni-Al-Re/Ru 合金的层错能[J]. *材料研究学报*, 2008, 22(5):515-520.
- YU X F, TIAN S G, WANG M G, et al. The stacking fault energy of Ni-Al-Re/Ru alloy[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2008, 22(5):515-520.
- [18] TIAN S G, ZHANG J H, XU Y B, et al. Features and effect factors of creep of single crystal nickel-based superalloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001, 32:2947-2957.
- [19] FOILES S M, DAW M S. Application of the embedded atom method to  $\text{Ni}_3\text{Al}$ [J]. *Journal of Materials Research*, 1987, 2(1):5-15.
- [20] 王玉昌, 兰鹏, 李杨, 等. 合金元素对 Fe-Mn-C 系 TWIP 钢力学行为的影响[J]. *材料工程*, 2015, 43(9):30-38.
- WANG Y C, LAN P, LI Y, et al. Effect of alloying element on mechanical behavior of Fe-Mn-C TWIP steel[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2015, 43(9):30-38.
- [21] VITEK V. Atomic structure of dislocations in intermetallics with close packed structure: a comparative study[J]. *Intermetallics*, 1998, 6(7/8):579-585.
- [22] KEAR B H, GIAMEI A F, SILCOCK J M, et al. Slip and climb processes in  $\gamma'$  precipitation hardened nickel-base alloys[J]. *Scripta Materialia*, 1968, 2(5):287-293.
- [23] KNOWLES D M, CHEN Q Z. Superlattice stacking fault formation and twinning during creep in  $\gamma'/\gamma$  single crystal superalloy CMSX-4[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, 340:88-102.
- [24] JÁCOME L A, NÖRTERSHÄUSER P, HEYEAR J K, et al. High-temperature and low-stress creep anisotropy of single-crystal superalloys[J]. *Acta Materialia*, 2013, 61:2926-2943.
- [25] FOILES S M, DAW M S. Application of the embedded atom method to  $\text{Ni}_3\text{Al}$ [J]. *Journal of Materials Research*, 1987, 2(1):5-15.
- [26] 舒德龙, 田素贵, 吴静, 等. 一种含 4.5%Re/3.0%Ru 的单晶镍基合金的高温蠕变行为[J]. *材料工程*, 2017, 45(3):41-46.
- SHU D L, TIAN S G, WU J, et al. Creep behavior of a containing Re/Ru single crystal nickel-based superalloy at elevated temperatures[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2017, 45(3):41-46.
- [27] JOHNSON W R, BARRET C R, NIX W D. The high-temperature creep behavior of nickel-rich Ni-W solid solutions[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1972, 3(4):963-969.
- [28] MOKHER A K, BIRD J E, DORN J E. Experimental correlations for high-temperature creep[J]. *Transaction Quarterly ASM*, 1969, 62:155-179.
- [29] 李嘉荣, 史振学, 袁海龙, 等. 单晶高温合金 DD6 拉伸性能各向异性[J]. *材料工程*, 2008(12):6-10.
- LI J R, SHI Z X, YUAN H L, et al. Tensile anisotropy of single crystal superalloy DD6[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2008(12):6-10.
- [30] HEMKER K J, MILLS M J, NIX W D. An investigation of the mechanisms that control intermediate temperature creep of  $\text{Ni}_3\text{Al}$ [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1991, 39(8):1901-1913.
- [31] RONG T S, JONES I P, SMALLMAN R E. Dislocation mechanisms in creep of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  at intermediate temperature[J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, 43(4):1385-1393.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51271125)

收稿日期:2016-06-12;修订日期:2017-05-22

通讯作者:田素贵(1952—),男,教授,从事高温材料及结构表征方面的研究工作,联系地址:贵州省毕节市贵州工程应用技术学院机械工程学院(551700),E-mail:tiansugui2003@163.com

(本文责编:王 晶)