

# DZ951 合金的持久性能与断裂行为

储昭颢<sup>1,2</sup>, 于金江<sup>1</sup>, 孙晓峰<sup>1</sup>, 管恒荣<sup>1</sup>, 胡壮麒<sup>1</sup>

(1. 中科院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中科院研究生院, 北京 100039)

**摘要:**研究了定向凝固镍基高温合金 DZ951 在广泛应力范围(50~970 MPa)内的高温(650~1040 °C)持久性能。利用 SEM 观察了持久断裂的断口和变形后的组织结构。结果表明, DZ951 合金的持久强度明显高于 DZ40M 合金, 与 DZ17G 合金相当。温度低于 800 °C 时,  $\gamma'$  相形貌基本不发生变化; 温度达到 900 °C 时,  $\gamma'$  相形成完整的筏型结构。低温(<760 °C)下合金表现为解理断裂, 中温(760~850 °C)下为解理和准解理混合型断裂, 碳化物成为有效的裂纹源。高温(>850 °C)下合金的持久断裂转变为微孔聚集型断裂, 显微疏松成为主要的裂纹源。

**关键词:** 定向凝固镍基高温合金; 持久性能; 组织; 断裂行为

中图分类号: TG 132.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)05-0834-04

定向凝固和单晶镍基高温合金广泛用于制造先进燃气涡轮发动机导向叶片及涡轮叶片等关键部件<sup>[1]</sup>。在高温服役期间, 叶片的使用寿命主要受控于选用材料的高温持久蠕变性能<sup>[2]</sup>。大多数关于持久和蠕变性能的研究<sup>[3~6]</sup>都是从位错运动的角度进行分析。断口的宏观和微观形貌与特定的断裂机理相关, 往往通过断口的形貌来判断零件断裂的原因。近年来有关等轴晶<sup>[7]</sup>和单晶<sup>[8,9]</sup>断口的研究较多, 但对柱状晶的断裂特征研究的文献却较少。研究单晶断裂时发现<sup>[9]</sup>, 单晶最主要的断裂特征是存在被正方形小平面包围的显微疏松, 而方形小平面则被认为是由材料中的显微疏松周围裂纹扩展所致。

DZ951 合金是近年由中科院金属研究所研制的一种定向凝固镍基高温合金, 它具有高初熔温度(1347 °C)、低密度(8.17 g/cm<sup>3</sup>)及低的成本, 主要用于先进的涡轮发动机导向叶片材料。本研究在测试该合金广泛应力下的高温持久性能基础上讨论各温度区间内试样断口及变形机制。

## 1 实验

合金的化学成分(质量分数, %下同)为 C 0.05, B 0.024, Y 0.017, Cr 9.0, Co 5.0, Al 6.0, W 3.0, Mo 3.0, Nb 2.2, 余量为 Ni。DZ951 母合金在真空感应炉中熔炼, 定向凝固试样采用 HRS 法在 ZGD2 型真空感应炉上制备, 定向凝固速率为 6 mm/min。合金试样热处理制度为: 1220 °C, 4 h AC + 1050 °C, 4 h AC + 870 °C,

4 h AC (AC 为空冷)。热处理后合金棒加工成标距长为 25 mm、直径为 5 mm 的持久试样。持久实验在国产 FC-20 型高温持久试验机上进行。试验温度范围为 650~1040 °C、应力条件为 50~970 MPa。用 JSM-6301F 型场发射扫描电子显微镜观察合金组织及试样断口。

## 2 结果及讨论

### 2.1 合金铸态及热处理组织

合金铸态下为典型的枝晶组织(图 1a)。热处理后形成规则立方体形貌的  $\gamma'$  相, 尺寸为 300~500 nm, 体积分数约为 65%(图 1b)。

### 2.2 合金的持久性能

图 2 为合金的持久应力-寿命曲线, 取自 2 个试样的平均值。持久寿命随着应力和温度的升高而明显下降, 表明持久寿命对施加应力和温度均十分敏感。

Larson-Miller 曲线通常用来预测合金的持久寿命及表征合金的持久强度, 其 Larson-Miller 参数( $P$ )方程为:  $P = T \times 10^{-3}(C + \log t_r)$ , 其中  $T$  是绝对温度,  $t_r$  是持久断裂时间,  $C$  为常数, 本合金定义为 20。图 3 为 DZ951 合金的 Larson-Miller 曲线。为了比较, 同时绘出了 DZ40M 合金<sup>[10]</sup>和 DZ17G 合金<sup>[11]</sup>的 Larson-Miller 曲线。可以看出, DZ951 合金的持久强度明显高于 DZ40M 合金, 与 DZ17G 合金相当。

### 2.3 变形后的组织形貌

合金在不同温度条件下持久断裂后的纵剖面的组织形貌表明, 温度对  $\gamma'$  相的形貌演化有明显的影响。

收稿日期: 2008-05-23

作者简介: 储昭颢, 男, 1981 年生, 博士生, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-23971767, E-mail: zkchu@imr.ac.cn

温度小于 800 °C 时,  $\gamma'$  相形貌基本没有发生变化, 仍然为规则的立方体形貌(图 4a); 800 °C 时,  $\gamma$  基体通道横向变宽, 纵向变窄,  $\gamma'$  相不再保持立方体形貌, 呈球形化发展(图 4b); 温度为 850 °C 时,  $\gamma'$  相发生了定向粗化, 横向  $\gamma'$  即将相互连接形成筏型结构, 但此时没有形成完整的筏型(图 4c)。随着温度的升高,  $\gamma'$  相定向粗化趋势加大。当温度达到 900 °C 时,  $\gamma'$  相形成了完整的筏型(图 4d); 温度为 1000 °C 时, 断口附近的筏型不再垂直于应力轴方向, 而是与应力轴呈一定角度(图 4e)。在单晶合金的持久断裂中观察到同样的现象<sup>[8]</sup>。这是因为在高温条件下, 试棒出现颈缩, 应力状态由单轴拉伸应力轴变成三向应力, 促使颈缩区内的晶格发生转动。研究外加应力对合金定向粗化的影响<sup>[12]</sup>表明, 颈缩出现后多轴应力将增加  $\gamma'$  相在平行于拉伸轴方向的粗化。

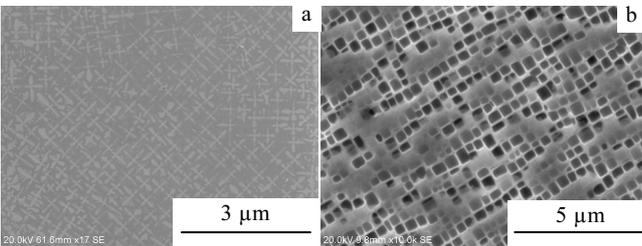


图 1 DZ951 合金铸态和热处理态组织

Fig.1 SEM micrographs of DZ951 alloy: (a) as-cast, showing typical dendrite structure and (b) as heat-treated, showing cube  $\gamma'$  phase with size of 300~500 nm

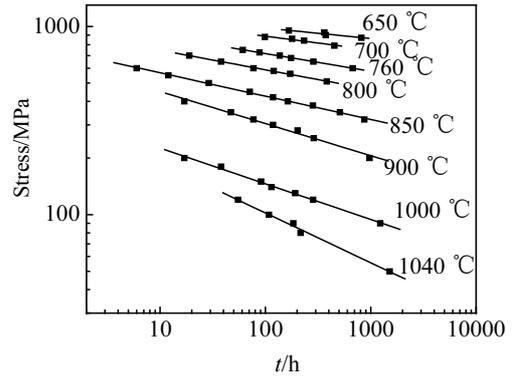


图 2 DZ951 合金持久应力-寿命关系

Fig.2 Relationship between applied stress and endurance life in DZ951 alloy

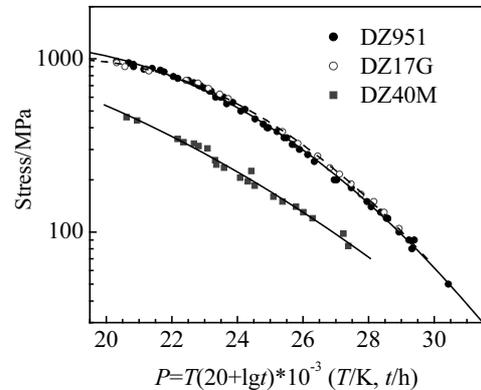


图 3 DZ951 合金的热强参数综合曲线

Fig.3 Thermal-Strength parameter curve of DZ951 alloy

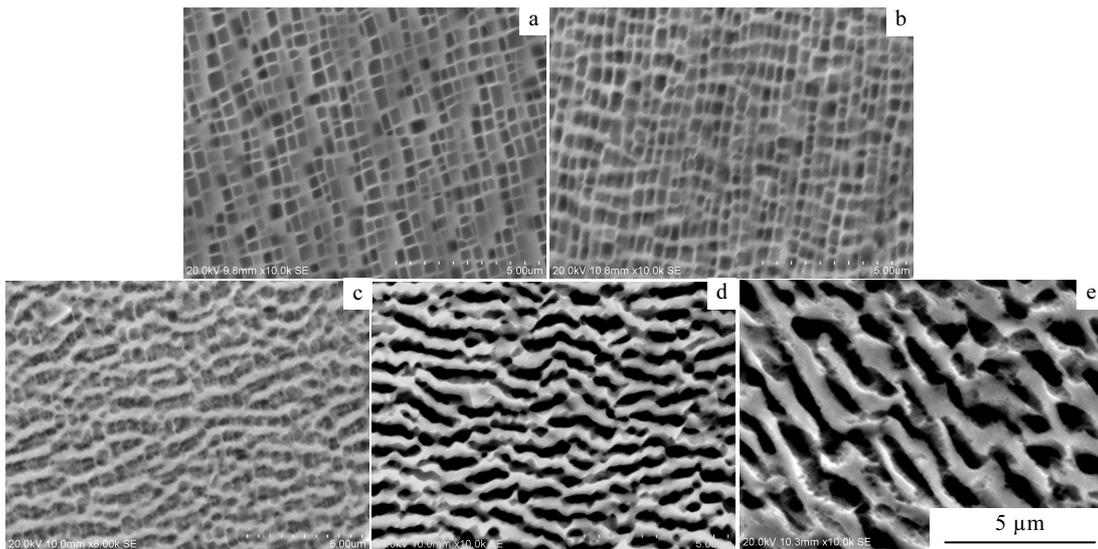


图 4 不同持久条件下断裂后距合金断口表面 4 mm 处纵剖面的  $\gamma'$  相形貌

Fig.4  $\gamma'$  morphologies on longitudinal section at 4 mm away from the fracture surface of the alloy at conditions of 650 °C, 950 MPa, 167 h (a); 800 °C, 580 MPa, 120 h (b); 850 °C, 420 MPa, 118 h (c); 900 °C, 300 MPa, 118 h (d); 1000 °C, 140 MPa, 114 h (e)

当温度高于 850 °C 时,  $\gamma'$  相发生了明显的定向粗化, 900 °C 时形成了完整的筏型组织。这归因于形核过程受原子扩散控制, 在较低温度下, 没有足够的驱动力促使定向粗化的发生, 在较高温下, 原子扩散速度加快, 同时轴向应力也促使原子的定向扩散。

### 2.4 断裂特征

在温度小于 760 °C 时合金的断裂方式相似。650 °C, 950 MPa 和 700 °C, 860 MPa 条件下的断裂形貌显示, 断口由同一取向的与拉伸应力轴成一定角度的平面组成(图 5a 和 5b), 表明该温度下断裂不是试样内部的微孔聚集型断裂, 而是由滑移产生的断裂, 位错的滑移过程起主要作用。由于温度较低, 位错很难发生交滑移和攀移, 因此位错从基体切入  $\gamma'$  相是整个变形过程的控制步骤, 此时合金表现为解理断裂。

中温区(760~850 °C)合金的断口形貌相似。760 °C, 680 MPa 和 850 °C, 420 MPa 条件下的断裂形貌为杯锥状(图 6a 和 6c), 断口由两部分组成。一部分是解

理面, 另一部分为分布着许多正方形的小平面。小平面对通过撕裂棱或者位于方形小平面四周的相互垂直的斜面相连。研究表明<sup>[13]</sup>, 方形小平面位于<001>面上, 方形小平面四周相互垂直的斜面位于<111>面上。以上特征表明方形小平面具有准解理断裂特征。随着温度的升高, 位错的交滑移和攀移容易发生, 当不动位错累积到一定程度时, 发生准解理断裂<sup>[13]</sup>。方形小平面中心有一小圆孔, 这样的小圆孔可能为合金中预存的微孔<sup>[9]</sup>, 但对本合金而言, 大部分小孔中均含有碳化物, 说明此时碳化物相比预存的微孔更容易成为有效的裂纹源。随着温度的增加, 应力的降低, 方形小平面的数量增多(图 6b 和 6d)。当外加应力较高时, 某个碳化物与基体一旦产生裂纹, 就会以相对较快的速度扩散, 松弛了裂纹附近的应力, 抑制了其它碳化物处裂纹的产生。因此, 小平面的数量少。相反, 应力较低时, 裂纹扩展较慢, 每个裂纹影响的区域较小, 各碳化物处萌生裂纹的可能性增大, 所以小平面的数量多。中温区合金的持久断裂表现为解理和准解理混合型断裂, 且随着温度的增加, 准解理面区域增大。

在高温(>850 °C)条件下, 宏观断口亦明显为杯锥状(图 7a 和 7c), 断口表面分布着大量韧窝, 韧窝通过撕裂棱相连(图 7b)或者韧窝间相遇形成二次裂纹(图 7d)。可见, 在高温下合金表现为明显的微孔聚集型断裂。以圆孔形式存在的显微疏松在外加应力作用下形成持久空穴。持久空穴一旦形成, 就会在温度和应力的联合作用下长大, 形成在断口上可视的大量韧窝。持久空穴可以通过 2 种方式长大<sup>[14]</sup>, 一种是空位扩散不断向空穴迁移, 导致持久空穴随着持久变形过程的

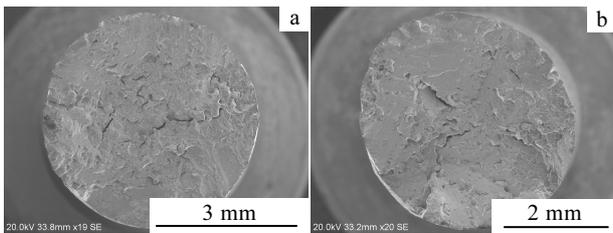


图 5 合金低温条件下的持久断口形貌

Fig.5 Fractographs of the alloy at low temperatures: (a) 650 °C, 950 MPa, 167 h and (b) 700 °C, 860 MPa, 179 h

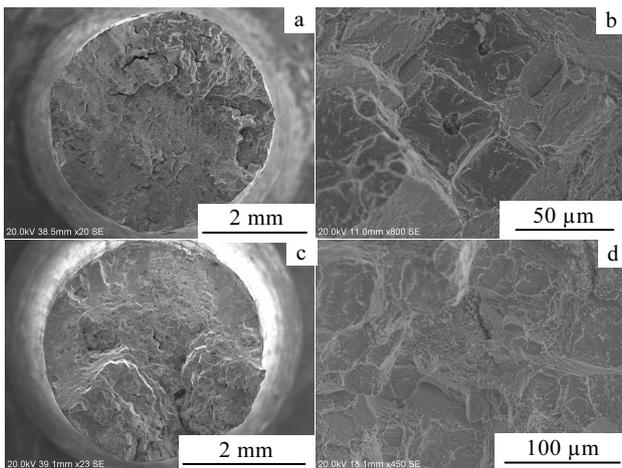


图 6 合金中温条件下的持久断口形貌

Fig.6 Fractographs of the alloy at intermediate temperatures: (a) 760 °C, 680 MPa, 175 h and (b) 850 °C, 420 MPa, 118 h

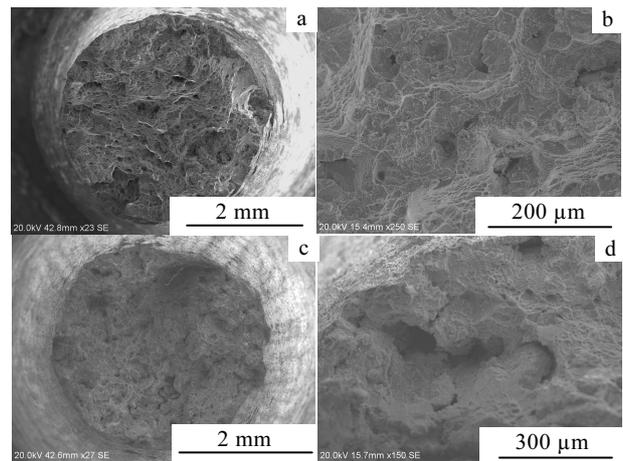


图 7 合金高温条件下的持久断口形貌

Fig.7 Fractographs of the alloy at intermediate temperatures: (a) 900 °C, 300 MPa, 118 h; (c)(d) 1040 °C, 100 MPa, 108 h

进行而越来越大, 形成了持久韧窝。另一种是, 滑移面上的位错不断滑入持久空穴, 导致持久空穴越长越大, 从而形成了持久韧窝。随着变形过程的进行, 韧窝越长越大, 颈缩越来越严重, 导致最终的大应力断裂。随着温度的增加, 应力的减小, 韧窝尺寸增大, 合金对显微疏松敏感性增大。

### 3 结 论

1) DZ951 合金的持久强度明显高于 DZ40M 合金, 与 DZ17G 合金相当。

2) 温度低于 800 °C 时,  $\gamma'$  相形貌基本保持不变。温度高于 800 °C 时,  $\gamma'$  相发生定向粗化。温度达到 900 °C 时,  $\gamma'$  相形成完整的筏型结构。

3) 低温(<760 °C)下, 合金表现为解理断裂。中温(760~850 °C)下, 合金为解理和准解理混合型断裂, 碳化物成为有效的裂纹源。在高温(>850 °C)下, 合金为明显的微孔聚集型断裂, 显微疏松成为主要的裂纹源。

#### 参考文献 References

- [1] Miller H E and Chambers W L. *Superalloy II*[M], New York: John Wiley and Sons, 1987: 27
- [2] Penkalla H J, Schubert F, Janson J. *Materials for Advanced Power Engineering*[M]. London: Kluwer Academic Publishers, 1994: 675
- [3] Liu Jinlai (刘金来), Jin Tao (金涛), Zhang Jinghua (张静华)

- et al. Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2001: 37(12) 1233
- [4] Sha Yuhui (沙玉辉), Zhang Jinghua (张静华), Jin Tao (金涛) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2001: 37 (11) 1142
- [5] Sass V, Feller-Kniepmeier M. *Mater Sci Eng A*[J], 1998, 245: 19
- [6] Nategh S, Sajjadi S A. *Mater Sci Eng A*[J], 2003, 339: 103
- [7] Balikci E, Minshama R A, Raman A. *Mater Sci Eng A*[J], 1999, 265: 50
- [8] Liu Lirong (刘丽荣), Jin Tao (金涛), Zhao Nairen (赵乃仁) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2004: 40 (8): 858
- [9] Fritzscheier L G, Reichman S, Duhl D N *et al. Superalloys 1988*[C]. USA: The Metallurgical Society, 1988: 265
- [10] Yao Xiangdong (姚向东). *China Aeronautical Materials Handbook*(中国航空材料手册)[M]. Beijing: China Standard Publishing Company, 2001: 769
- [11] Guo jianting (郭建亭), Wang Shuhe (王淑荷). *China Aeronautical Materials Handbook*(中国航空材料手册)[M]. Beijing: China Standard Publishing Company, 2001: 726
- [12] Socrate S, Parks D M. *Acta Metall Mater*[J], 1993, 41: 2185
- [13] Sherry A H, Pilkington R. *Mater Sci Eng A*[J], 1993, 172: 51
- [14] Yu Jinjiang (于金江), Hou Guicheng (侯贵臣), Jin Tao (金涛) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005: 34(6): 169

## Stress Rupture Performances and Fracture Behavior of DZ951 Alloy

Chu Zhaokuang<sup>1,2</sup>, Yu Jinjiang<sup>1</sup>, Sun Xiaofeng<sup>1</sup>, Guan Hengrong<sup>1</sup>, Hu Zhuangqi<sup>1</sup>

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

**Abstract:** The stress rupture performances of a directionally solidified Ni-base superalloy DZ951 have been investigated over a wide stress range of 50 to 970 MPa at high temperatures (650 to 1040 °C). The fracture surface and deformation microstructure were examined by SEM. The results show that the stress rupture strength of DZ951 alloy is much higher than that of DZ40M and almost the same as that of DZ17G alloy. It is suggested that  $\gamma'$  particles remain cubic shape below 800 °C, and when the test temperature reaches 900 °C,  $\gamma'$  particles form fine rafted structure. At low temperature (<760 °C), the fracture mode is cleavage-like. At intermediate temperature (760~850 °C), the fracture mode shows both cleavage feature and quasi-cleavage feature, and cracks can initiate at the carbide/matrix interface. At high temperature (>850 °C), the fracture mode turns to be microvoid coalescence fracture and the alloy is sensitive to the shrinkage porosity.

**Key words:** directionally solidified Ni-base superalloy; stress rupture properties; microstructure; fracture behavior

Biography: Chu Zhaokuang, Candidate for Ph. D., Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971767, E-mail: zkchu@imr.ac.cn