

镍基单晶合金 CMSX-2 高温蠕变后的显微组织 及合金元素分布特征*

彭志方 任遥遥 骆宇时 燕平 赵京晨 王延庆
(武汉大学动力与机械学院, 武汉 430072) (钢铁研究总院高温材料研究所, 北京 100081)

摘要 对单晶合金 CMSX-2 在 1000 °C 下分别进行了载荷为 95、120、165 和 216 MPa 的拉伸蠕变实验。在 SEM 下观察了合金试样枝晶干和枝晶间区域中 γ' 相的形态。用 EDS 方法分析了上述枝晶区域中合金元素的分布特点。对枝晶干和枝晶间区域中 γ' 形成元素 Al、Ti、Ta 的原子分数与基体固溶元素 Cr、Co、W 的原子分数的比值 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$ 和同一元素在枝晶间与在枝晶干中的原子分数比 $(C_i/C_c)_{Ta,Cr,Co,W}$ 以及共格错配度的变化对 γ' 相粗化程度和筏形化形态的影响分别进行了讨论。

关键词 镍基单晶合金 CMSX-2, 高温蠕变, γ' 相筏形化, 合金元素再分布

中图分类号 TG113.25, TG146.1 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2002)02-0135-05

CHARACTERISTICS OF MICROSTRUCTURE AND ELEMENT DISTRIBUTION OF NICKEL-BASE SINGLE CRYSTAL SUPERALLOY CMSX-2 AFTER HIGH TEMPERATURE CREEP

PENG Zhifang, REN Yaoyao, LUO Yushi

College of Power and Mechanical Engineering, Wuhan University, Wuhan 430072

YAN Ping, ZHAO Jingchen, WANG Yangqing

Department of High Temperature Materials, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081

Correspondent: PENG Zhifang, professor, Tel: (027) 87885470, Fax: (027) 87647664,

E-mail: zfpeng@public.wh.hb.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No. 50071042)

Manuscript received 2001-05-09, in revised form 2001-09-26

ABSTRACT Tensile-creep tests were carried out on nickel-base single crystal superalloy CMSX-2 at 1000 °C and at stress levels of 95 MPa, 120 MPa, 165 MPa and 216 MPa, respectively. The γ' phase morphologies in the dendritic core and the interdendrite regions were observed using SEM, and alloying element distribution characteristics were analyzed with EDS method. The effects of the ratio of the atomic fraction sum of elements Al, Ti and Ta to that for elements Cr, Co and W, $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$, and the repartitioning ratio of alloying elements in interdendrite and dendrite core regions, $(C_i/C_c)_{Ta,Cr,Co,W}$, as well as the effects of the change in coherency misfit on the directional coarsening degree and rafting morphology of the γ' phase were discussed, respectively.

KEY WORDS nickel-base single crystal superalloy CMSX-2, high temperature creep, γ' phase rafting, alloying element redistribution

镍基单晶合金蠕变试样枝晶典型区域中面心立方结构基体相 γ 与有序结构析出相 γ' 点阵常数及其共格错

配度的梯度分布^[1,2], γ' 定向粗化程度的差异以及合金元素再分布现象的研究^[3,4] 已有文献报道。但对合金经不同外应力高温蠕变后其枝晶典型区域中 γ' 相的形态特征及其与合金元素分布特点对应关系的研究尚未见报道。由于在一定高温下, 改变外应力水平应对枝晶典型区域合金元素再分布产生影响, 进而影响错配度分布和 γ' 相筏形化趋势, 为此, 本文开展了相关研究。

* 国家自然科学基金 50071042 和教育部高等院校骨干教师资助项目

收到初稿日期: 2001-05-09, 收到修改稿日期: 2001-09-26

作者简介: 彭志方, 男, 1954 年生, 教授, 硕士

1 实验材料及方法

实验所用 CMSX-2 合金的化学成分 (质量分数, %) 为: Al 5.6, Ta 5.8, Ti 0.9, W 7.9, Cr 8.0, Co 4.6, Mo 0.6, C < 0.005, Ni 余量。用螺旋选晶法制备单晶试样, 其取向平行于 [001]。热处理过程包括固溶处理: 1315 °C, 3 h, 空冷; 1080 °C, 6 h, 空冷; 时效处理: 870 °C, 20 h, 空冷。热处理后的显微组织约含 70% 的立方有序结构析出相 γ' , 余为与之维持共格关系的基体相 γ 。拉伸蠕变实验在 1000 °C 下进行, 外加拉应力、蠕变时间及蠕变量分别为, 试样 R1: 95 MPa, 100 h, 0.128%; 试样 R2: 120 MPa, 100 h, 0.198%; 试样 R3: 165 MPa, 100 h, 0.858%; 试样 R4: 216 MPa, 114 h, 21.50% (断裂)。在 HITACHI X-650 型扫描电镜 (SEM) 下观察并拍摄了合金试样的枝晶形貌和枝晶干及枝晶间中 γ' 相的筏形化特征, 用 JEOL-JXA-8800R 型能谱分析仪 (EDS) 对各样品枝晶干和枝晶间区域分别进行了合金所含 8 种置换元素的含量测定, 平均每个样品的测点

数约为 50 个。分别对枝晶干和枝晶间区域中 γ' 形成元素 Al, Ti, Ta 的原子分数与基体固溶元素 Cr, Co, W 的原子分数的比值 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$ 和 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Co}+C_{W})$, 以及枝晶间与枝晶干中同种元素的分布比 (C_i/C_c) 进行了计算; 用文献 [1, 5] 关于温度、应力和成分变化引起错配度变化的计算方法推算了上述试样在高温蠕变期间枝晶干及枝晶间的错配度分布。

2 实验结果及分析

在试样 R1 的枝晶干和枝晶间区域, 析出相 γ' 已明显定向粗化, 两个典型区域中的 γ' 定向粗化程度无明显差异。试样 R2 和 R3 显微组织的共同点在于其枝晶干内 γ' 筏形化已很充分, 并可见 γ' 呈束状筏形形态; 不同之处是在试样 R3 的枝晶间 γ' 也呈现出束状筏形形态, 并且束状形态很发达, 如图 1 所示。在试样 R4 中未见 γ' 呈束状形态, 但如果将枝晶干与枝晶间两个区域的 γ' 形态进行比较, 可以看到前者连续的筏形 γ' 片较薄, 且片

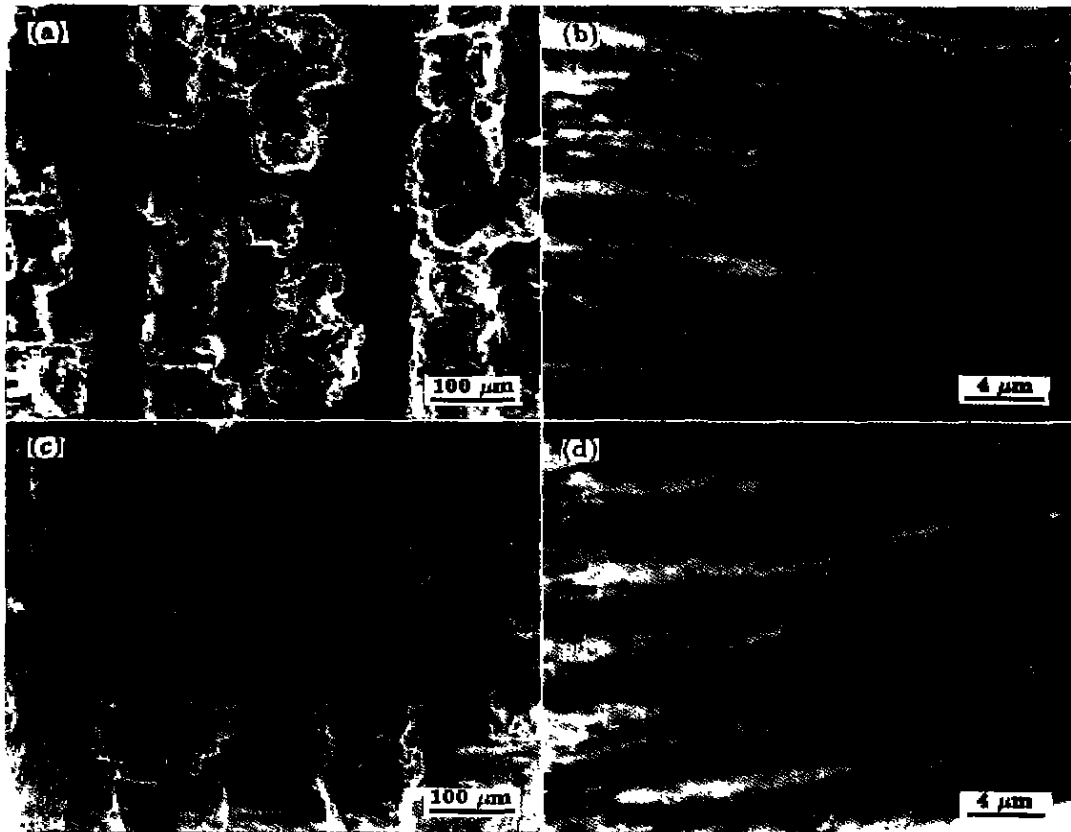


图 1 CMSX-2 合金蠕变试样 R2 和试样 R3 的显微组织

Fig.1 Microstructures of the 1000 °C creep samples R2 (120 MPa, 100 h, 0.198%) and R3 (165 MPa, 100 h, 0.858%) of CMSX-2

- (a) dendritic regions and bunched γ' in sample R2
- (b) bunched γ' in dendritic core region in sample R2
- (c) dendritic regions and bunched γ' in sample R3
- (d) bunched γ' in dendritic core region in sample R3

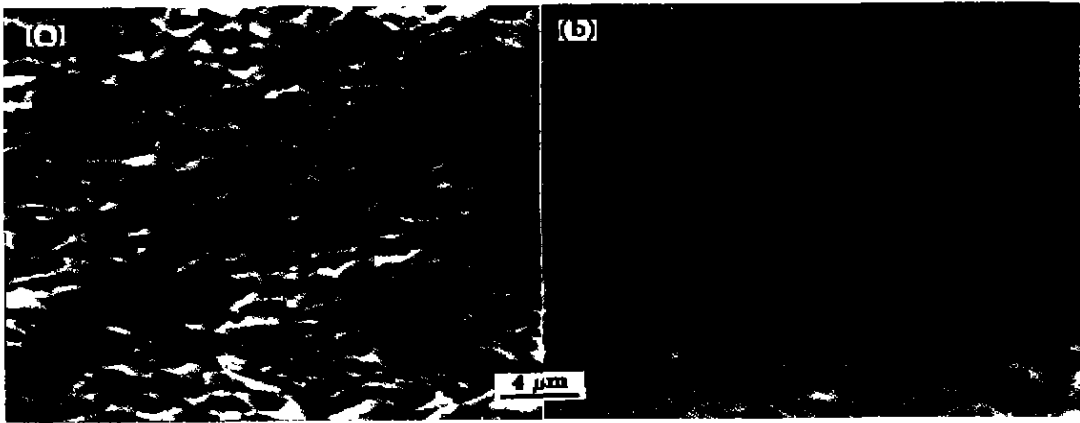


图 2 CMSX-2 合金蠕变试样 R4 的显微组织

Fig.2 Microstructures of the 1000 °C crept sample R4 (216 MPa, 114 h, 21.50%) of CMSX-2 showing the morphology of γ' in dendritic core region (a) different from that of γ' in interdendrite region (b)

间距较大, 而后者筏形 γ' 片较厚, 且片间距较小, 如图 2 所示。EDS 分析发现, γ' 相区域间粗化程度及其形态的差异与合金元素在区域间的梯度分布行为有关。其中, γ' 相形成元素的原子分数之和 ($C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta}$) 与 γ 相固溶元素的原子分数之和 ($C_{Cr}+C_{Co}+C_{W}$) 的比值, 以及 Ta, Cr, Co 和 W 在枝晶间与枝晶干的原子分数比值 (C_i/C_c)_{Ta, Cr, Co, W} 的分布特点比较突出。图 3a 和图 3b 分别表明了在不考虑和考虑 Cr 时, 两类元素含量的比值, 即 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Co}+C_{W})$ 和 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$ 。显然, 由于 Cr 含量的作用 (Cr 的有效分布) 使试样 R3 中枝晶干与枝晶间两类元素含量的比值差减小。此外, 由图 4 可以看到在试样 R3 中 Cr 在枝晶间中的含量显著高于在枝晶干中的含

量; 而在该试样中 Ta 的 C_i/C_c 比值最小, 且 $(C_i/C_c)_{Ta}$ 与 $(C_i/C_c)_{Cr}$ 倒值。上述原因使该试样枝晶干与枝晶间区域中的 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$ 比值差别明显较小 (见图 3b), 这可能是试样 R3 中枝晶干与枝晶间 γ' 筏形化倾向一致的主要原因。对于试样 R4, 其枝晶间的 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$ 比值最大 (图 3b), Ta 的 C_i/C_c 比值最大 (即在该试样中枝晶间强 γ' 形成元素 Ta 的含量最高), W 的 C_i/C_c 比值最小 (图 4), 上述因素均能有效促进试样 R4 的枝晶间 γ' 相尺寸发达。

总的来说, 在 1000 °C 下随着外应力的增加, 蠕变应变量剧增: W 和 Co (呈负分布) 分别在枝晶干和枝晶间中的含量有连续增加的趋势, Cr 在枝晶区域中含量的变化起伏较大 (图 4); 除外应力最小的试样 R1 外, 随着外

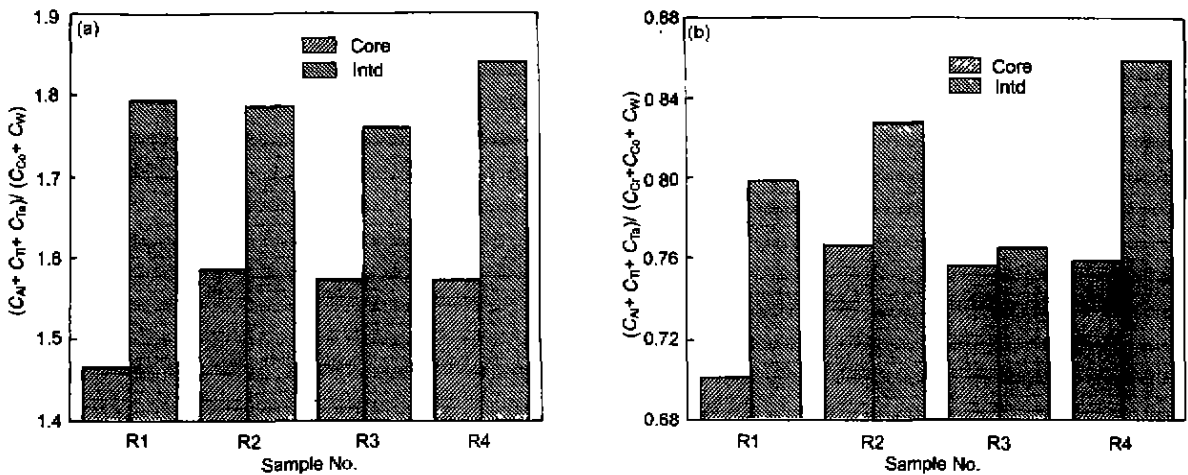


图 3 CMSX-2 合金蠕变试样 R1-R4 枝晶干与枝晶间中 γ' 形成元素 Al, Ti 和 Ta 与 γ 固溶元素 Co, W 和 Cr 的原子百分含量比值

Fig.3 Ratios of atomic fraction sum of elements Al, Ti and Ta to that for elements Co, W and Cr in dendritic core and interdendrite regions in the crept samples R1-R4 of CMSX-2
(a) $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Co}+C_{W})$, (b) $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$

应力的增大(试样 R2-R4), Ti 和 Al (呈正分布) 在枝晶间区域中的含量增加(图 5), Ta (呈正分布) 在高应力作用下(试样 R4) 在枝晶间中的含量剧增; 因此, γ 相固溶元素(除 Cr 以外) 和 γ' 相形成元素在枝晶典型区域中含量随外应力的变化具有明显对应性. 需要说明的是, 在试样 R3 中元素 Cr 的含量分布比较特殊并与其显微组织特征相对应, 由于对每个样品枝晶各区域的成分测点数是基本相同的, 因此对在同一温度下随着外应力的增大, 在枝晶各区域中元素 Cr 含量分布的特殊性有待继续研究.

从另一方面看, 用文献 [1, 5] 的错配度测算法分别对试样 R1-R4 进行了计算, 结果如图 6 所示, 在高温与应力作用下, 在所有试样中枝晶干错配度的绝对值都较枝晶间的大, 这与文献 [1, 2, 5] 所报道的研究结果相一致. 对于本实验, 试样 R1 和 R3 的枝晶间与枝晶干错配度的差

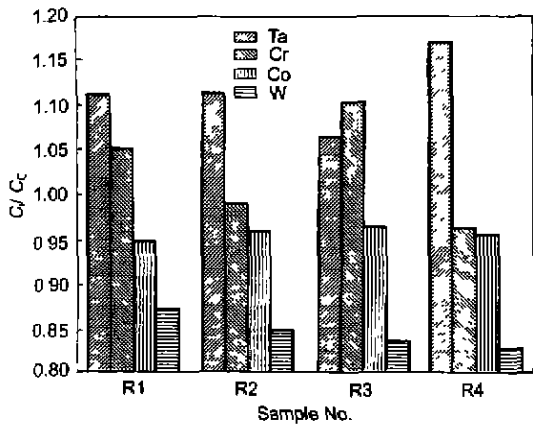


图 4 CMSX-2 合金蠕变试样 R1-R4 枝晶干与枝晶间中元素 Ta, Cr, Co 和 W 的分布比

Fig.4 Partitioning ratios C_i/C_c of elements Ta, Cr, Co and W in the dendritic core and interdendrite regions in the crept samples R1-R4 of CMSX-2

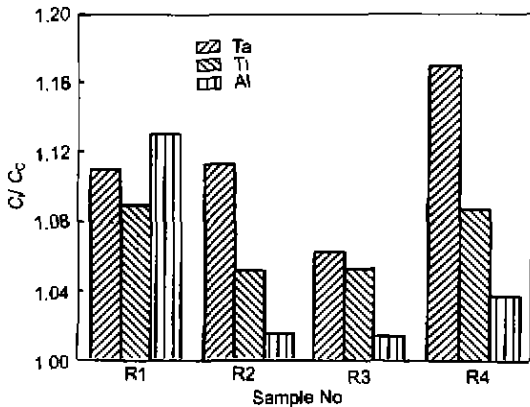


图 5 CMSX-2 合金蠕变试样 R1-R4 枝晶干与枝晶间中元素 Ta, Ti 和 Al 的合金元素分布比

Fig.5 Partitioning ratios C_i/C_c of elements Ta, Ti and Al in the dendritic core and interdendrite regions in the crept samples R1-R4 of CMSX-2

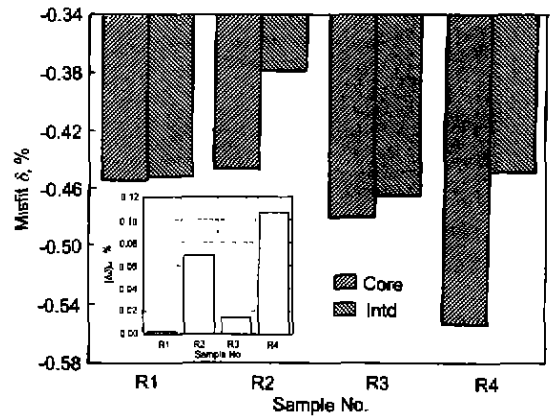


图 6 CMSX-2 合金蠕变试样枝晶干与枝晶间在 1000 C 不同外应力作用下的错配度, 插图为各试样枝晶干与枝晶间错配度的差值

Fig.6 Lattice misfits in the dendritic core and interdendrite regions of CMSX-2 samples at 1000 C and different levels of externally applied stresses (inset showing their difference)

别均明显比试样 R2 和 R4 的小, 这与它们在高温-应力作用下枝晶间与枝晶干 γ' 筏形化程度相当相对应; 而试样 R4 的枝晶间与枝晶干的错配度差别最大, 这与该试样这两个区域 γ' 粗化程度明显有别直接有关.

3 结论

对镍基单晶合金 CMSX-2 在 1000 C 下分别进行的不同应力水平(试样 R1: 95 MPa、试样 R2: 120 MPa、试样 R3: 165 MPa 和试样 R4: 216 MPa) 的拉伸蠕变实验表明:

(1) 在试样 R1 中枝晶干和枝晶间区域中有序结构析出相 γ' 的筏形化程度没有明显区别; 在试样 R2 中枝晶干 γ' 筏形化程度较大并呈束状筏形组织形态; 在试样 R3 中枝晶干与枝晶间 γ' 筏形化程度相当并且均可见该两个区域的 γ' 呈束状筏形形态; 在试样 R4 中枝晶干的筏形 γ' 片较薄, 但基体通道较宽; 枝晶间的筏形 γ' 片较厚, 但基体通道较窄.

(2) 在试样 R3 中 Cr 的 C_i/C_c 比值最大, 而 Ta 的 C_i/C_c 比值最小, 且 $(C_i/C_c)_{Ta}$ 与 $(C_i/C_c)_{Cr}$ 倒值, 使得枝晶干与枝晶间的 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$ 比值相当, 这可能对这两个区域中 γ' 可呈束状形态产生重要影响. 试样 R4 枝晶间的 $(C_{Al}+C_{Ti}+C_{Ta})/(C_{Cr}+C_{Co}+C_{W})$ 比值最大, Ta 的 C_i/C_c 比值最大, W 的 C_i/C_c 比值最小, 以及 Ti 和 Al 的 C_i/C_c 比值均较大, 使该试样枝晶间中 γ' 形成元素的含量明显较高, 因而有利于促使枝晶间的 γ' 相尺寸发达.

(3) 随着外应力的增大, 负分布元素 W 和 Co 的 C_i/C_c 比值分别连续递减和递增; 当外应力达 120 MPa

并且继续增加时 (试样 R2-R4), 正分布元素 Ti 和 Al 的 C_i/C_c 比值连续增加。

(4) 对枝晶干与枝晶间错配度的测算表明, 试样 R1 的错配度差值最小, 试样 R3 的次之, 试样 R4 的最大。这与各试样中这两个区域 γ' 的筏形化程度和形态特点相对应。

致谢: 梅青松和李菊英参加了部分实验工作

参考文献

- [1] Link T, Epishin A, Brückner U. *Scr Metall*, 1998; 39: 1463
- [2] Link T, Epishin A, Brückner U, Portella P. *Acta Mater*, 2000; 48: 1981
- [3] Peng Z F, Ren Y Y, Mei Q S, Fan B Z, Yan P, Zhao J C, Wang Y Q, Sun J H. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 902
(彭志方, 任通通, 梅青松, 樊宝珍, 燕平, 赵京晨, 王延庆, 孙家华. *金属学报*, 1999; 35: 902)
- [4] Peng Z F, Ren Y Y, Mei Q S, Fan B Z, Yan P, Zhao J C, Wang Y Q, Sun J H. *Scr Mater*, 2000; 42: 1959
- [5] Peng Z F, Ren Y Y, Mei Q S, Liu Y, Yan P, Wang Y Q. *Acta Metall Sin*, 2001; 37: 171
(彭志方, 任通通, 梅青松, 刘艳, 燕平, 王延庆. *金属学报*, 2001; 37: 171)