

添加气膜孔对镍基单晶合金 DD6 蠕变寿命的影响

盛传德¹, 熊新红^{1,2,✉}, 朱超¹, 戴彭丹¹, 章桥新³

1 武汉理工大学物流工程学院, 武汉 430063

2 武汉理工大学港口物流技术与装备教育部工程研究中心, 武汉 430063

3 武汉理工大学机电学院, 武汉 430070

本研究在外加应力为 200 MPa、温度为 1 000 °C 的条件下, 对镍基单晶合金 DD6 带气膜孔试样(飞秒激光环形扫描与旋切扫描相结合加工而成)和不带气膜孔试样进行了蠕变实验。实验结果显示, 带气膜孔试样的蠕变寿命显著短于不带气膜孔试样的蠕变寿命。借助扫描电镜和透射电镜对试样蠕变前、后的微观结构进行观测发现: 不带气膜孔试样的变形机理为位错在塑性比较好的基体相内(γ 相)均匀滑移; 而带气膜孔试样由于变形主要集中在孔周围, 位错大量增殖交叉, 从而在 γ/γ' 两相界面处产生极大的应力集中, 直接将强化相即脆硬相(γ' 相)剪切贯穿, 导致裂纹快速扩展, 合金的蠕变寿命显著缩短。

关键词 镍基单晶高温合金 DD6 蠕变寿命 位错 应力集中

中图分类号: TG146.2 **文献标识码:** A

Effects of Cooling Hole Addition on Creep Lifetime of Nickel-based Single Crystal Superalloy DD6

SHENG Chuande¹, XIONG Xinhong^{1,2,✉}, ZHU Chao¹, DAI Pengdan¹, ZHANG Qiaoxin³

1 School of Logistics Engineering, Wuhan University of Technology, Wuhan 430063

2 Engineering Research Center of Port Logistics Technology and Equipment, Ministry of Education, Wuhan University of Technology, Wuhan 430063

3 School of Mechanical and Electronic Engineering, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070

Under a constant applied normal stress of 200 MPa and a temperature of 1 000 °C, the creep experiments of two nickel-based single crystal superalloy DD6 samples, with a cooling hole (fabricated by circular scanning and trepanning drilling of Femtosecond Laser) and without cooling hole, were conducted. The experiments showed that the creep lifetime of the DD6 sample with a cooling hole was much shorter than that of the sample without cooling hole. With SEM and TEM observing the microstructure before and after creep, it was found that the deformation in the sample without cooling hole was the evenly spread out slip of the dislocations in the plastic matrix phase (γ phase). While the creep deformation in the sample with a cooling hole was mainly localized around the hole, which led to a large number of dislocation multiplication creating a large microscopic stress concentration at the γ/γ' interface enough to cut through the precipitates, the brittle and stronger γ' phase, and thus the crack propagation was then much accelerated due to the loss of resistance, and the creep life was shortened significantly.

Key words nickel-based single crystal superalloy DD6, creep lifetime, dislocations, stress concentration

0 引言

镍基单晶高温合金由于包含了高体积分数的 γ' 强化相以及拥有耐高温、耐腐蚀、良好的蠕变抗性等而被广泛应用于航空发动机的涡轮叶片中^[1-3]。随着技术的不断发展, 对发动机性能的要求越来越高, 目前涡轮叶片的唯一材料镍基单晶合金的耐受温度已无法满足实际应用的要求, 因此设计具有高效冷却效果的涡轮叶片已经成为今后研究的重点。气膜冷却孔的存在可以有效提高发动机的冷却效率和推重比, 因此其在航空领域中得到了广泛的应用。Sun 等^[4]通过实验和有限元分析 (FEA) 研究了气膜孔的排数对单晶合金 DD6 的蠕变断裂行为的影响, 发现带有一到二排气膜孔的条形单晶试样的蠕变寿命显著长于不带气膜孔的单晶试样的蠕变寿命, 而且随着气膜孔排数的增多, 试样的蠕变寿命缩短、蠕变断裂延伸率下降。Yu 等^[5]通过实验和 FEA 方法在一个带有 14 个气膜孔的 SXs 型镍基单晶合金模型试样上进行了蠕变损伤演化规律的研究, 结果发现在蠕变损伤的局部区域较易发生断裂。同时 Liang 等^[6]通过数值计算方法研究

发现带有不同倾角气膜孔的 SXs 合金拥有不同的损伤分布和裂纹扩展方向。上述工作都只是通过数值分析计算的方法对镍基单晶高温合金几何方向上的蠕变断裂属性进行研究, 而对高温下气膜孔试样的微观组织形貌的研究相对较少。因此研究高温蠕变过程中气膜孔对试样的蠕变寿命的影响具有重要意义。

本工作通过 SEM 和 TEM 研究了不同几何特征下镍基单晶合金 DD6 的变形机理, 并探讨了气膜孔对蠕变试样寿命的影响。

1 实验

本实验中镍基单晶高温合金 DD6 的化学组成成分及含量如表 S1 所示, 合金是通过螺旋籽晶法在真空定向凝固炉中(高温梯度下)制备而成。热处理的工艺条件为 1 290 °C/1 h+1 300 °C/2 h+1 315 °C/4 h(空冷)+1 120 °C/4 h(空冷)+870 °C/32 h(空冷), 制成后合金试棒的直径为 13.5 mm、长度为 110 mm。通过劳厄背衍射法测得合金的取向与 [001] 取向误差在 7° 以内, 可以认为本实验所用单晶合金的取向与

请扫描二维码访问本文网络展示页面以获取补充信息 (Supplementary Information)

基金项目: 国家自然科学基金 (51210008)

This work was financially supported by the National Natural Science Foundation of China (51210008).

✉ xiongxh@whut.edu.cn

[001]方向平行。

采用线切割机(DK7732E)沿[001]取向切割两个长度为46 mm、边缘宽度为12 mm、中间宽度为3 mm、厚度为1.5 mm的拉伸试样,并用电火花机器(EDM350)在试样两端各切割出一个 $\Phi 4$ mm的圆孔作为试样的夹持端。其中一个试样不再进行其他的加工处理,在另一个试样的中间部位通过飞秒激光环形扫描与旋切扫描相结合的加工方式加工一个 $\Phi 0.4$ mm的圆孔作为气膜孔(为了后文叙述方便,将不带气膜孔的试样简称为试样1,带气膜孔的试样简称为试样2),完整的加工尺寸及形状见图S2。图S1是飞秒激光加工出的气膜孔不同倍数的局部放大图,可以看出孔的周围平整光滑,轮廓清晰,未产生毛刺、变形和微裂纹,因此可以认为不存在加工应变层。

将试样放在(RDJ50)机械式持久蠕变试验机中。机器的测量误差为示值的 $\pm 0.5\%$,实验温度为1000 $^{\circ}\text{C}$,试验机的温度波动控制在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$,实验环境为大气。首先将高温拉伸蠕变试样逐渐加热到蠕变试验所要求的温度(1000 $^{\circ}\text{C}$),保温一段时间,再对其施加200 MPa的应力载荷。

将拉伸断裂后的合金试样在50 mL HCl+40 mL H_2O +20 g CuSO_4 的混合液中进行化学腐蚀处理,再采用场发射扫描电镜(SEM)观察其断口附近的微观组织形貌;接着对试样断口附近部位进行机械磨削抛光与冲裁,最终形成 $\Phi 3$ mm的圆薄片,再将其放入7% HClO_4 +93%乙酸+液氮的混合溶液中进行电子减薄,最后通过透射电子显微镜(TEM)对其进行观察。

2 结果与讨论

2.1 合金的蠕变特性

包含2% Re的单晶合金在不同试验条件下的蠕变曲线以及与其相关联的蠕变属性分别如图1和表1所示。从图1

表1 不带气膜孔与带气膜孔试样的蠕变属性

Table 1 Creep properties of samples without cooling hole and with cooling hole

Alloy	Creep lifetime/h	Rupture strain/%	Strain rate on the steady state creep/ s^{-1}
Sample 1	94	24.96	1.16×10^{-5}
Sample 2	57	8.71	1.37×10^{-5}

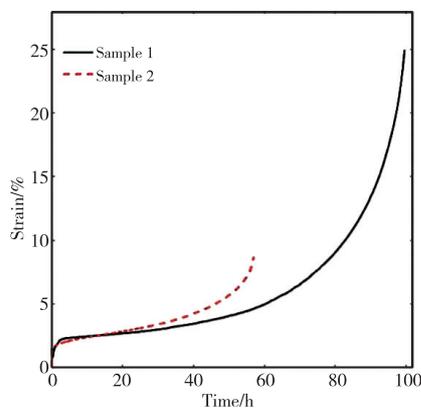


图1 不带气膜孔(试样1)与带气膜孔(试样2)的镍基单晶合金 DD6 试样的高温蠕变曲线

Fig. 1 High temperature creep curves of nickel-based single crystal superalloy DD6 sample without cooling hole (sample 1) and with a cooling hole (sample 2)

中可以看出:两条蠕变曲线都具有明显的蠕变三特征阶段,即蠕变减速、稳态蠕变和蠕变加速;在相同的应力条件下,试样1拥有较短的初始阶段和较长(持续近50 h)的稳态阶段,其蠕变寿命为94 h,稳态阶段的应变率为 $1.16 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 。与试样1相比,试样2的稳态蠕变速率略有提升,为 $1.37 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$,但是它的蠕变寿命同比下降39.36%,为57 h。这说明气膜孔的存在使 DD6 合金的蠕变寿命显著缩短。

2.2 断口形貌观察

在相同实验条件下,合金的伸长率和断裂形式与几何因素有重要关联。通过图2和图3可以看出试样1和试样2的断口具有不同的特征。

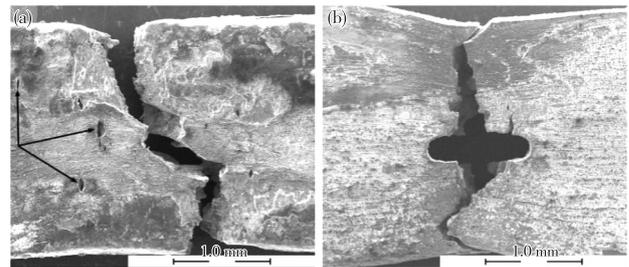


图2 蠕变测试后 DD6 试样在 $\{100\}$ 平面处断口形貌的扫描图像:(a) 试样1(裂纹如黑色箭头所指), (b) 试样2

Fig. 2 SEM images of the fracture morphologies of nickel-based single crystal superalloy DD6 at the $\{100\}$ plane after creep test: (a) sample 1 (cracks shown by black arrows), (b) sample 2

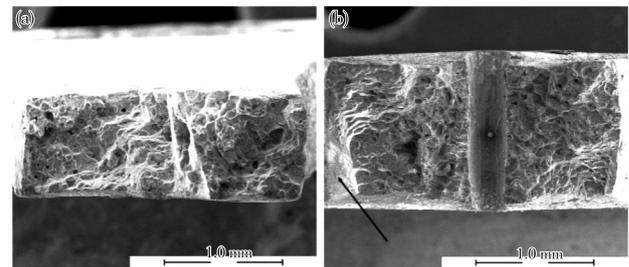


图3 蠕变测试后的镍基单晶合金 DD6 试样在横断面处的断口形貌扫描图像:(a) 试样1, (b) 试样2(解理特征如黑色箭头所指)

Fig. 3 SEM micrographs of the fracture morphologies of nickel-based single crystal superalloy DD6 after creep test at the cross-section: (a) sample 1, (b) sample 2 (characteristics of quasi-cleavage shown by black arrow)

两个试样蠕变断裂后的 $\{100\}$ 表面形态如图2所示。对试样1来说,其蠕变断裂面与拉伸应力轴成 45° (图2a),同时它的 $\{100\}$ 表面存在一些裂纹(黑色箭头所指),它们沿着 $[010]$ 方向扩展。而试样2断裂后呈现出明显的颈缩现象(图2b),断裂面垂直于应力轴。图3展示了两个试样的横断面形态,可以看出,试样1中存在大量带中心微孔的小平面,部分相邻韧窝中的微孔已经聚合连接到一起(图3a)。在蠕变过程中大量微孔聚合连接形成微裂纹,直至合金发生断裂。这说明试样1的蠕变断裂形式为典型的微孔聚集型断裂。而试样2的断裂形式为应力集中引起的混合型断裂,其中既有大量凹凸不平的小平面,也有部分平整且光滑的瞬断面(如图3b箭头所指),同时可以看到大量的韧窝集中在气膜孔附近,孔洞较深,小平面的特征减少,撕裂现象明显。气膜孔的存在使得孔附近区域成为高应力区,孔周围变形集中,导致热激活作用增强,位错大量增殖交叉,试样加速断裂。

2.3 微观演化

图4显示了蠕变前经化学腐蚀后单晶合金的微观结构,可以看出该合金由 γ 基体相和均匀分布且包裹在 γ 基体相中的立方 γ' 相组成。其中黑色方块区域是 γ' 相,白色条状部

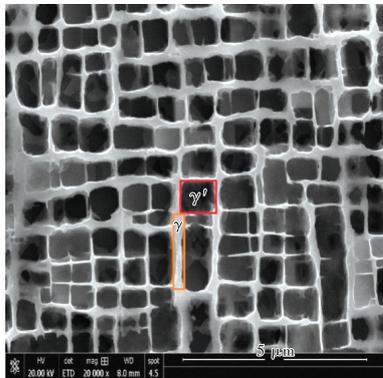


图4 高温蠕变测试之前镍基单晶合金 DD6 的微观结构
Fig.4 Microstructure of single crystal superalloy DD6 before high temperature creep tests

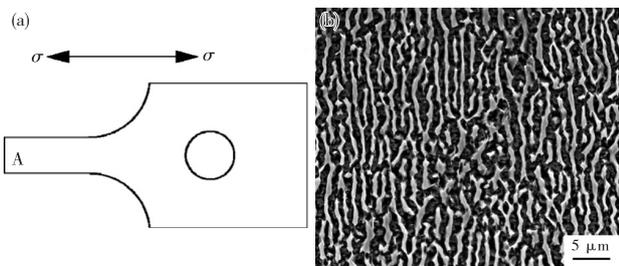


图5 蠕变断裂后不带气膜孔(试样1)的镍基单晶合金 DD6 试样在靠近断口的宏观示意图与微观结构:(a) A 位置宏观示意图,(b)蠕变测试后 A 处的扫描图像

Fig.5 Macro schematic diagram and microstructure of nickel-based single crystal superalloy DD6 sample without cooling hole (sample 1) in the near rupture after being crept up to fracture: (a) macro schematic diagram of region A, (b) SEM image of region A after creep test

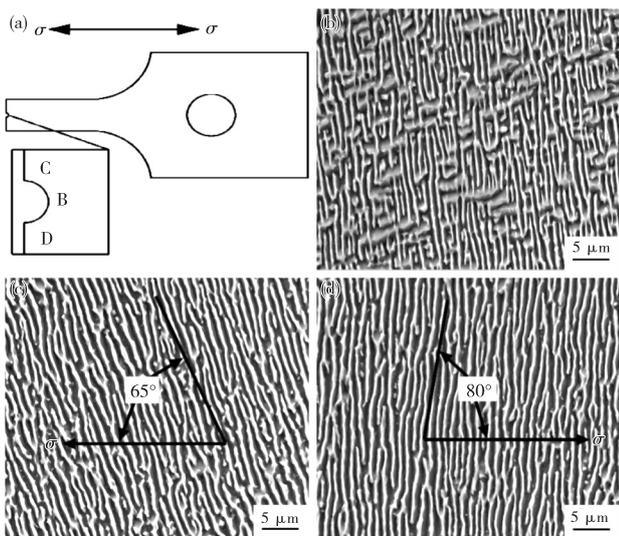


图6 蠕变断裂后带气膜孔(试样2)的镍基单晶合金 DD6 试样在靠近断口的宏观示意图与微观结构:(a) B、C、D 的位置;(b—d)蠕变测试后 B、C、D 处的扫描图像(γ' 相筏化结构旋转的角度如图 6c、d 所示)

Fig.6 Macro schematic diagram and microstructure of nickel-based single crystal superalloy DD6 sample with a cooling hole (sample 2) in the near rupture after being crept up to fracture: (a) macro schematic diagram of region B, C and D; (b—d) SEM images of regions B, C and D after creep test (the angle of the γ' raft structures rotate is separately shown in fig. 6c and d)

分是 γ 基体相。立方 γ' 相的平均尺寸为 450 nm, γ 基体通道的尺寸为 60 nm,合金的体积分数大约为 70%。

镍基单晶合金 γ' 相在高温下会发生筏化,该行为是其独有的^[7-8]。从图5和图6可以看出,试样1和试样2都发生了筏化但微观结构有所差别。试样1蠕变断裂后,其在靠近断口 A 处的宏观示意图与微观组织结构如图 5a、b 所示,可以看出,施加拉伸应力后的 γ' 相的宽度和 γ 基体相的宽度相较施加拉伸应力之前分别出现略微增长,大约为 700 nm 和 500 nm,其中 γ' 相由于塑性变形发生了扭曲变形,如图 5b 所示。试样2蠕变断裂后,其在断口附近区域的三个方向(B、C、D)的组织结构如图 6 所示。其中 γ' 相的宽度和 γ 基体相的宽度相较于试样1有一定的减小,分别为 0.6 nm 和 0.3 nm,在 C 处和 D 处, γ' 相由于受力不均匀,其筏化长条状结构发生转动并与应力轴分别成 65°和 80°。

2.4 合金的变形特征

在高温蠕变过程中,由于热激活效应 γ 基体中的大量位错被激活,而位错对合金的蠕变属性有重要影响^[9]。试样1蠕变断裂后,采用透射电镜在其断口附近区域进行观察得到的微观组织结构如图 7a 所示(施加的应力方向如图中的箭头所示),可以看出试样1中整体位错的密度较低,大多数是处在 γ/γ' 两相界面以及 γ 基体相中,只有少量的位错剪切进入高强度的 γ' 相,合金的塑性变形很不均匀。这表明试样1的塑性变形主要发生在 γ 基体通道,位错在 γ 基体通道的滑移是其主要的变形机理。

在相同条件下,试样2蠕变断裂后在断口附近区域的微观组织结构如图 7b 所示。筏化后的 γ' 相呈现出规则的河流状,在 γ 基体通道中充斥着大量的波浪状位错,位错与应力轴方向成 45°(与最大剪切应力方向平行)。同时大量的平行位错对沿着 $g[011]$ 方向剪切进入 γ' 相。与试样1相比,试样2中的 γ' 相发生了较为严重的扭曲变形,位错大量切入并贯穿 γ' 相,这表明试样2的塑性变形主要发生在 γ' 相,位错对 γ' 相的剪切和攀移是其主要的变形机理。蠕变过程中位错大量切入 γ' 相,导致 γ' 相的蠕变抗性丢失,裂纹扩展的阻碍消失,合金的拉伸强度降低,延展性变差,合金的断裂速率加快,蠕变寿命缩短。

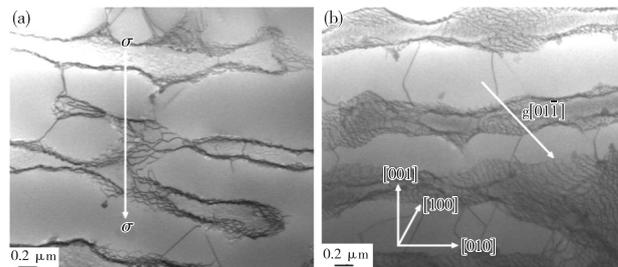


图7 镍基单晶合金 DD6 试样蠕变断裂后的透射电镜图:(a)试样1(应力方向如图中白色箭头所示),(b)试样2(位错滑移方向如图中白色箭头所示)(电子版为彩图)

Fig.7 TEM images of nickel-based single crystal superalloy DD6 sample after creep ruptured: (a) sample 1 (the direction of tensile stress was shown by the white arrow), (b) sample 2 (the glide direction of dislocations was shown by the white arrow)

3 结论

(1) 在蠕变第二阶段由于加工硬化和回复软化形成的动态平衡,合金的蠕变速率在这个过程中保持不变即进入了稳态蠕变阶段。气膜孔的存在导致裂纹和微孔聚集,加速了合金的断裂进程,最终试样 2 在蠕变第二阶段的持续时间要远短于试样 1。

(2) 气膜孔的存在对合金的变形机理和蠕变寿命都有较大的影响。试样 1 的变形机理主要是位错在 γ 基体中的滑移;而试样 2 的变形机理是位错切入并攀移越过 γ' 相,气膜孔周围的变形比较集中,导致位错大量增殖,最终切入 γ' 强化相,合金的蠕变抗性丢失。相对于试样 1,试样 2 的蠕变寿命缩短了 39.36%。

参考文献

1 Tian S G, Su Y, Qian B J, et al. *Materials and Design*, 2012, 37(10),



Chuande Sheng, a master student, majors in mechanical engineering at the School of Logistics Engineering, Wuhan University of Technology. The research direction is material molding technology.

盛传德,男,硕士研究生,就读于在武汉理工大学物流工程学院机械工程专业,研究方向是材料成型技术。



Xinhong Xiong, professor, Wuhan University of Technology. From 2012 to 2013, he was a visiting professor at Wayne State University in the United States. He published more than 40 academic papers, among which 10 were SCI retrieved and 13 were EI retrieved, and owned 18 authorized patents. His research interests include direct rapid manufacturing of metal parts, rapid metal mold manufacturing, high energy beam forming, high-strength magnesium alloy/aluminum alloy forming,

high temperature alloy welding crack control and metal corrosion and

236.

- 2 Murakumo T, Kobayashi T, Koizumi Y, et al. *Acta Materialia*, 2004, 52(12), 3737.
- 3 Graverend J B L, Cormier J, Gallerneau F, et al. *International Journal of Plasticity*, 2014, 59(10), 55.
- 4 Xu Y M, Sun W K, Dai W, et al. *Metals*, 2017, 7(9), 340.
- 5 Yu Q M, Yue Z F, Wen Z X. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 477(1-2), 319.
- 6 Liang J W, Wen Z X, Yue Z F. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2015, 44(11), 2656.
- 7 Sarosi P M, Srinivasan R, Eggeler G F, et al. *Acta Materialia*, 2007, 55(7), 2509.
- 8 Kamaraj M. *Sadhana*, 2003, 28(1-2), 115.
- 9 Tian S G, Zhang S, Liang F S, et al. *Materials Science and Engineering A*, 2011, 528(15), 4988.

(责任编辑 荆秋叶)

protection. He has conducted many scientific research projects, including national natural science foundation, "863" project and provincial key science and technology projects.

熊新红,武汉理工大学教授,硕士生导师。其中 2012—2013 年到美国韦恩州立大学进行访问、合作研究。第一作者发表学术论文 40 余篇,其中被 SCI 检索 10 篇, EI 检索 13 篇,授权专利 18 项。团队主要研究方向包括金属零件直接快速制造;金属模具快速制造;高能束成形;高强镁合金/铝合金材料成形;高温合金、焊接裂纹控制和金属腐蚀及防护。负责完成多项科研项目,包括多项国家自然科学基金,“863”项目和省重点科技项目等。