

一种单晶合金的高温循环断裂变形行为

于金江¹, 金天文², 谢 君¹, 孙晓峰¹

(1. 中国科学院金属研究所, 辽宁沈阳 110016; 2. 中国航发南方工业有限公司, 湖南株洲 412002)

摘要: 系统研究了DD499单晶合金950 ℃应变控制的低周疲劳循环断裂变形行为。研究表明, 高温氧化不但加速了裂纹在试样表面萌生, 而且也促进了裂纹沿[110]方向扩展, 合金低周疲劳的失效可归因于氧化、蠕变和疲劳破坏累积的共同作用结果。950 ℃循环应力响应为位错之间、位错与 γ' 沉淀相颗粒之间、位错与碳化物之间的交互作用的共同强化结果。950 ℃低周疲劳变形机制由位错剪切向位错攀移进行转变。

关键词: 镍基单晶合金; 低周疲劳; 等温循环变形; 循环应力响应

在高温合金低周疲劳行为方面国内外学者开展了大量研究, 如循环频率^[1-2]、应变速率^[3-4]、载荷波形^[5]、应变范围^[6-7]、保持周期^[8-9]、预先变形^[10-11]、环境气氛^[12-13]以及测试温度^[14-15]等对循环应力响应、变形模式和疲劳寿命等影响的研究。但900 ℃以上高温的循环应力响应行为和微观变形机制等仍然不太明确, 特别是DD499单晶合金高温低周疲劳相关文献较少^[16-20]。为此本文开展了DD499单晶高温合金950 ℃断裂特性和循环变形机制方面的研究, 这对于更好地理解单晶高温合金的循环应力响应变形行为具有借鉴意义。

1 试验过程

试验采用的DD499单晶合金名义成分(质量分数, %)为0.016C、9.0Cr、5.0Co、9.3W、5.6Al、2.2Ti、2.9Ta, 余Ni。单晶试样采用螺旋选晶法在HRS定向凝固炉中制备。然后试样采用1 300 ℃/4 h AC.+1 100 ℃/4 h AC.+870 ℃/16 h AC.进行热处理。低周疲劳试验试样见图1, 测试温度为950 ℃, 采用伺服液压测试机在大气环境下进行。试样总轴向应变采用安装在试样上的引伸仪进行测量和控制, 总应变范围在 $\pm 0.4\% \sim \pm 1.4\%$, 加载方式为完全相反的应变控制拉压模式, $R=-1$, R 为每次循环最大应变与最小应变之比。应变速率为 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 载荷波为三角波形。纵向截面和断裂表面采用JSM 6301 F (SEM)扫描电镜观察测试。透射电镜型号为Philip EM 420, 透射电镜样品为断裂试样断口表面下2 mm处切取的200 μm 薄片制备而成。

2 试验结果与讨论

2.1 低周疲劳行为

DD499单晶合金采用等温循环变形测试而获得高温低周疲劳试验结果如表1所示。其中, $\Delta \varepsilon_t$ 为总应变, $\Delta \varepsilon_e$ 为弹性应变, $\Delta \varepsilon_p$ ($\Delta \varepsilon_t - \Delta \varepsilon_e$)为计算得到的塑性应变, $\Delta \sigma$ 为应力幅, N_f 为断裂时的循环数。一般采用经典的Manson-Coffin关系来描述应变控制的低周疲劳行为, 总应变幅可以分解为塑性应变和弹性应变范围, 由经验公式(1)表示^[21]。

$$\Delta \varepsilon_t = \Delta \varepsilon_p + \Delta \varepsilon_e = \varepsilon'_f (N_f)^{-c} + \frac{\sigma'_f}{E} (N_f)^{-b} \quad (1)$$

式中: ε'_f 和 σ'_f 分别为疲劳塑性和疲劳强度系数; c 和 b 分别为疲劳塑性和疲劳强度指

作者简介:

于金江(1967-), 男, 研究员, 研究方向为先进高温结构材料及凝固过程控制。电话: 024-83978885,

E-mail: jjyu@imr.ac.cn

通讯作者:

金天文, 男, 工程师。电话: 18173311938, E-mail: 997504843@qq.com

中图分类号: TG142.1

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2021)02-0189-05

基金项目:

国家自然科学基金(51771191; 51971214)。

收稿日期:

2020-07-23 收到初稿,

2020-10-12 收到修订稿。

数, E 为弹性模量。

总应变幅、塑性和弹性应变范围与循环数之间的950 ℃关系曲线如图2a所示。塑性和弹性应变可以在疲劳寿命一半时导出。在全应变水平下, 塑性应变要远小于弹性应变, 随着疲劳寿命的增加塑性应变急剧减少。分析950 ℃低周疲劳数据, 根据式(1)进行拟合, 可以获得低周疲劳经验方程参数, 其分析结果列于表1中。

循环硬化和软化曲线可以由回滞环中的拉伸峰值应力对应循环数获得, 图2b为950 ℃不同应变幅的循环应力响应曲线。可以看出合金循环应力与总应变之间存在密切响应关系, 在总应变范围为0.4%时, 合金表现出较长阶段的循环硬化和循环稳定; 总应变范围从0.5%到0.7%时, 应力响应明显表现为连续的循环稳定; 总应变范围从1.0%到1.2%时, 应力响应表现为先期软化, 然后循环硬化。但是, 最大拉伸应力随着循环寿命的增加而逐步减小。因此, DD499合金应力响应总体上还是以循环稳定为主。在比较高的循环寿命条件下应力响应从软化转变到循环硬化, 在较高的应变范围, 没有观察到循环应力饱和, 饱和应力可从相应的半寿命时的应力获得。

根据变形模式和内部的应力状态, 循环应力软化后达到一定值后, 将会逐步趋于稳定。很多高温合金依赖于高温循环应变强化。这种强化效果可归因于位错密度的增加, 高温大量的交滑移和复杂位错网的形成都会阻碍位错运动。

2.2 裂纹萌生、扩展和断裂

通常, 低周疲劳宏观断口表现为没有明显塑性变形的脆性断裂。图3a为950 ℃总应变为1.4%和循环数为48的低周疲劳断口形貌。裂纹萌生在试样表面, 箭头标出了裂纹扩展方向。撕裂棱的形成成为多重裂纹同时沿{111}面扩展时相互交叉的结果。断口表面大部分都

被不同的小平面占据, 由撕裂棱相连。至少可以观察到三层裂纹扩展面, 虽然断口表面氧化比较严重, 但还是可以观察到许多韧窝, 表明材料塑性良好(图3d)。因此, 这种单晶材料950 ℃时应为混合断裂类型。

随着低周疲劳寿命的提高, 高温氧化对裂纹萌生和扩展的作用越发明显。断口周边可以观察到多处裂纹萌生区域, 这些裂纹萌生都可归因于表面氧化(图3b循环寿命 $2N_f=15\ 456$)。蠕变韧窝难以观察, 因断裂表面已被氧化膜覆盖(图3e)。并且, 断口表面可以观察到清晰的二次裂纹。二次裂纹扩展路径表明了滑移面最佳滑移方向。图3c为循环数为 $2N_f=43\ 344$ 时的低周疲劳断口, 断口表面氧化严重并且起伏不平。这说明裂纹多处萌生, 沿各自的滑移面进行扩展。氧化减少了合金疲劳寿命。并且, 在断口表面可以观察

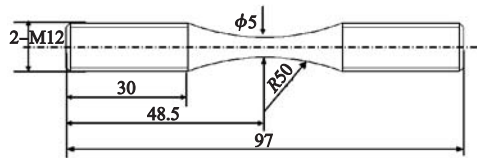


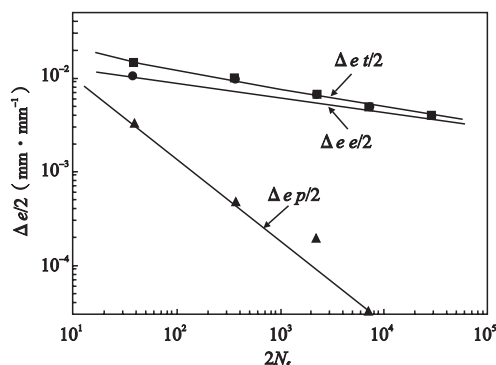
图1 低周疲劳试样示意图

Fig. 1 Schematic diagram of low fatigue specimen

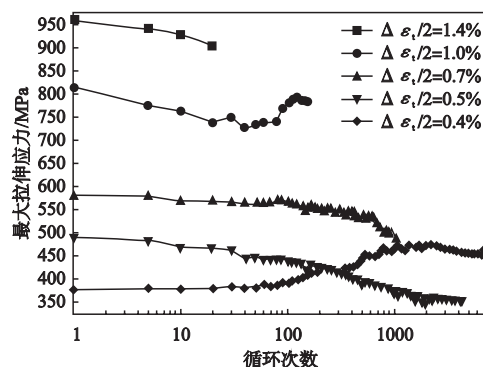
表1 DD499单晶合金低周疲劳试验数据和应变疲劳参数
Table 1 Low-cycle fatigue test results and strain fatigue parameters of DD499 alloy

$\Delta \varepsilon_t/2\%$	$\Delta \varepsilon_e/2\%$	$\Delta \varepsilon_p/2\%$	$\Delta \sigma/2\%$	$2N_f$
1.4	1.06	0.34	900.4	39
1.0	0.92	0.08	782.9	374
0.7	0.66	0.04	554.9	2 254
0.5	0.498	0.002	439.9	9 178
0.4	0.396	0.004	365.7	29 400

ε'_t	c	σ'_t/MPa	b	E_D/GPa	K/MPa	n
8.8	0.870 3	1 780	0.159 5	83	2 408	0.163 1



(a) 弹性和塑性应变幅与循环数关系曲线



(b) 循环应力响应曲线

图2 DD499合金950 ℃弹性和塑性应变幅与循环数关系曲线循环应力响应曲线

Fig. 2 Elastic and plastic strain range vs. number of cycles to failure and cyclic stress response of DD499 alloy at 950 ℃

到裂纹扩展阶段的沿[110]方向平行的犁沟形条纹(图3f)。低周疲劳条纹由于扩展方向上有碳化物阻碍变得弯曲。由条纹间的距离,可以推断裂纹扩展速率在逐步增加。

高温氧化是疲劳破坏的重要原因,因其导致了不可恢复的位错滑移,高温氧化不但提高了裂纹在试样表面的萌生速率,而且提高了裂纹扩展速率。950℃的高温氧化在一定程度上减低了低周疲劳断裂性能;疲劳萌生阶段和疲劳扩展阶段比较清晰明显。根据能量消耗最小化原理,裂纹扩展会沿着垂直应力轴基体通道最薄弱的路径扩展。裂纹在最大拉伸应力面扩展占据着第二阶段主导地位。但是,转化为{111}面扩展需要较高的强度因子范围^[22]。虽然也有一些 γ/γ' 界面处的颗粒切割现象发生,但裂纹扩展路径无疑存在于基体通道中。这是因为在基体和 γ/γ' 界面处位错密度最高,剪切沉淀颗粒都会导致加工硬化,促进裂纹在界面和基体通道内扩展。

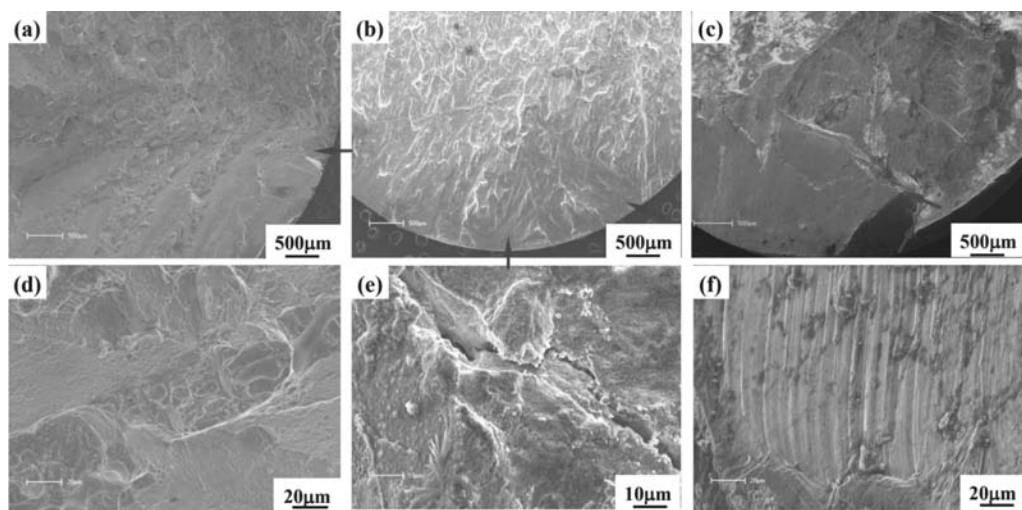
2.3 变形组织和位错结构

界面错配引起内应力的出现,进而促进了筏形组织的形成。低周疲劳主要受控于塑性变形,具有较低屈服强度的合金试样在同样应力水平条件下塑性变形较大,失效断裂自然较快。微观循环变形和循环应力响应间的组织性能对应关系是通过扫描电镜(SEM)和透射电镜(TEM)细致观察多种位错及变形微观结构建立起来的。

通过透射电镜观察,进一步系统开展950℃低周疲劳变形组织研究。图4中给出了不同总应变范围的位错组织结构。在总应变为 $\Delta\epsilon_t=0.4\%$ 时,在基体和界面处可以观察到典型的位错网及位错环对 γ' 沉淀颗

粒的切割,如图4a所示。在基体通道内位错密度分布不均,位错切割下 γ' 相颗粒开始形核。碳化物附近的位错密度明显高于其他区域,表明其明显的位错钉扎作用。微观变形组织中位错间距并不一致,但平均位错间距明显与总应变范围相关。随着总应变的增加($\Delta\epsilon_t\geq 0.5\%$), γ' 相颗粒被层错剪切,如图4b所示。在整个变形组织中,可观察到多重滑移系沿{111}面开动,也可观察到两套滑移系统交叉产生的交滑移(图4b箭头所示)以及跨越两个 γ' 相颗粒及界面的长层错剪切行为。随着局部应力的增加和 γ/γ' 共格的失去,基体和 γ' 相颗粒界面处位错的累积推动了位错切割 γ' 相颗粒。在 γ/γ' 界面的位错网在一定程度上阻止了位错切割 γ' 相颗粒,这也是950℃低周疲劳过程中很少有单独位错切割 γ' 相颗粒的内在原因。当总应变范围为1.0%时,还可以观察到大量的位错网和层错,这表明950℃为低周疲劳位错机制转变温度,由位错切割 γ' 相颗粒向位错攀移或位错绕过机制转变,如图4c所示。当总应变范围为1.4%时,可以观察到高密度平行层错剪切 γ' 相颗粒以及层错从 γ' 相沿{111}滑移面扩展至 γ 基体内(图4d)。另外,在 γ/γ' 界面处还观测到比较规则的位错网(图4d),这进一步说明950℃为变形机制转变温度。而且,随着总应变范围的增加,相颗粒变形程度越来越小。这说明随着低周疲劳寿命的减小,蠕变在低周疲劳变形中的作用越来越小。

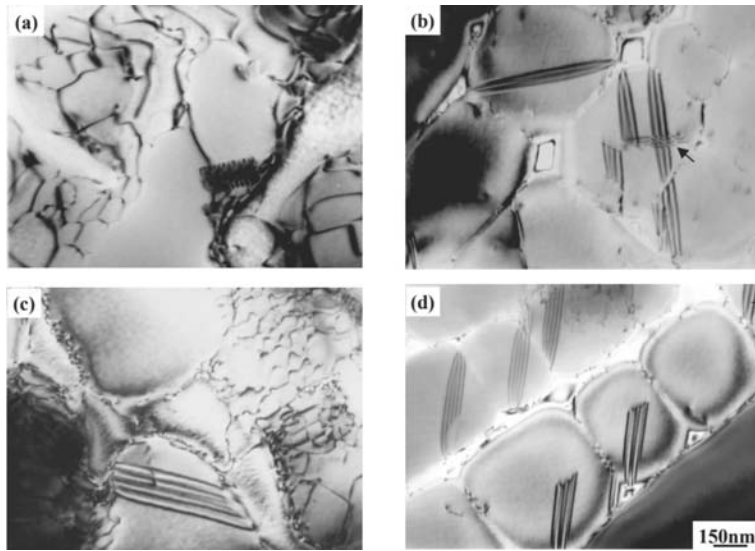
超晶格本征层错(SISFs)为高温合金变形组织中主要特征之一。在高温合金中层错的形核和生长比较容易,因为特殊的几何条件可以促进层错的扩展^[23]。在较大应变幅时,位于 γ' 相颗粒内的高密度层错可以归因于循环硬化影响。循环硬化又与高密度滑移带密切相关。正是由于位错反复剪切 γ' 相颗粒,促进了非



(a)、(d) $\Delta\epsilon_t/2=1.4\%$, $2N_f=48$; (b)、(e) $\Delta\epsilon_t/2=0.5\%$, $2N_f=15\ 456$; (c)、(f) $\Delta\epsilon_t/2=0.4\%$, $2N_f=43\ 344$

图3 DD499合金950℃低周疲劳裂纹萌生和扩展

Fig. 3 SEM images showing fatigue crack initiation site and crack propagation at 950 °C



(a) $\Delta \varepsilon_r/2=0.4\%$, $2N_f=15\ 456$; (b) $\Delta \varepsilon_r/2=0.5\%$, $2N_f=9\ 732$; (c) $\Delta \varepsilon_r/2=1.0\%$, $2N_f=436$; (d) $\Delta \varepsilon_r/2=1.4\%$, $2N_f=48$

图4 950 °C不同应变幅及循环数的低周疲劳变形组织

Fig. 4 Deformation microstructures in LCF specimens tested at 950 °C with different strain ranges and number of cycles

均匀平行滑移带的发展, 最终导致通常的不规则滑移或回复。位错在碳化物周边的钉扎和累积, 一定程度上阻碍了位错的运动。响应应力足够大时, 会产生另外的移动位错或解锁钉扎位错。二次碳化物析出相等的加工硬化影响与 γ' 相颗粒筏形化造成的软化影响平衡时就可保持高温循环稳定。

在低周疲劳过程中单晶高温合金位错的聚集源于位错的多重交互作用。另外, 在较长疲劳寿命条件下, γ' 沉淀相会发生一定程度的定向粗化。尽管较高的塑性变形累积, 界面位错网还是能达到较大尺寸。低周疲劳响应应力越大, 位错的偏移力越大^[24-25]。位错和界面为位错攀移绕过沉淀颗粒提供了扩散条件。错配应力激发了界面弹性应变能, 而弹性应变能又成为筏形化的主要驱动力^[26]。950 °C低周疲劳断裂失效行为为合金氧化、蠕变变形和疲劳损伤累积共同作用的结

果。随着温度的升高, 氧化的负面作用会随着测试温度的提高而增强, 降低低周疲劳寿命。这是因为氧化既增加了裂纹萌生速率又促进了裂纹扩展。

3 结论

(1) 循环应力响应与总应变幅密切相关, 但总体上合金以循环稳定为主。

(2) 高温氧化不但加速了裂纹在试样表面的萌生, 也促进的裂纹沿[110]方向的扩展。

(3) 高温低周疲劳断裂失效为合金氧化、蠕变变形和疲劳损伤累积共同作用的结果。

(4) 循环应力响应变形机制为位错间的相互作用、位错与 γ' 相颗粒作用以及位错与碳化物作用下结果。950 °C为位错剪切向位错攀移变形机制的转变温度。

参考文献:

- [1] SHYAM A, MILLIGAN W W. Effects of deformation behaviour on fatigue fracture surface morphology in a nickel-base superalloy [J]. Acta Mater, 2004, 52: 1503-1513.
- [2] LIAW P K, WANG H, JIANG L, et al. Thermographic detection of fatigue damage of pressure vessel steels at 1 000 Hz and 20 Hz [J]. Scripta Mater, 2000, 42: 389-395.
- [3] VASSEUR E, REMY L. High temperature low cycle fatigue and thermal-mechanical fatigue behavior of an oxide-dispersion-strengthened nickel-base superalloy [J]. Mater. Sci. Eng. A, 1994, 184: 1-15.
- [4] VALSAN M, SATRY D H, RAO K B S, et al. Effect of strain rate on the high-temperature low-cycle fatigue properties of a nimonic PE-16 superalloy [J]. Metall. Mater. Trans. A, 1994, 25: 159-171.
- [5] KAKEHI K. Influence of crystallographic orientation and stress waveforms on fatigue strength of single crystals of a Ni-base superalloy [J]. J. Jpn. Inst. Met., 1998, 62 (7): 653-661.
- [6] RHO B S, NAM S W. The effect of applied strain range on the fatigue cracking in Nb-A286 iron-base superalloy [J]. Mater. Lett., 2001, 48: 49-55.
- [7] FINDLEY K O, SAXENA A. Low cycle fatigue in rene 88DT at 650 °C: Crack nucleation mechanisms and modeling [J]. Metall. Mater. Trans. A, 2006, 37: 1469-1475.

- [8] LU Y L, CHEN L Y, WANG G Y, et al. Hold-time effects on low-cycle-fatigue behavior of hastelloy X superalloy at high temperatures [J]. Mater. Sci. Eng. A, 2005, 409: 282–291.
- [9] CHEN L J, YAO G, TIAN J F, et al. Fatigue and creep-fatigue behavior of a nickel-base superalloy at 850 °C [J]. Int. J. Fatigue, 1998, 20: 543–548.
- [10] GENESH S, RAMAN S, K. A. Padmanabhan. A comparison of the room-temperature behaviour of AISI 304LN stainless steel and Nimonic 90 under strain cycling [J]. Int. J. Fatigue, 1995, 17, 271–277.
- [11] SUNDARARAMAN M, CHEN W, WAHI R P. Effect of prior deformation on the elevated temperature fatigue behavior in nimonic PE16 alloy [J]. Scripta Metall. Mater, 1994, 30, 1207–1211.
- [12] MARCHIONMI M, OSINKOLU G A, ONOFRIO G. High temperature low cycle fatigue behaviour of UDIMET 720 Li superalloy [J]. Int. J. Fatigue, 2002, 24: 1261–1267.
- [13] WAN J S, YUE Z F. A low-cycle fatigue life model of nickel-based single crystal superalloys under multiaxial stress state [J]. Mater. Sci. Eng. A, 2005, 392: 145–149.
- [14] HE Y H, CHEN L J, LIAW P K, et al. Low-cycle fatigue behavior of HAYNES HR-120 alloy [J]. Int. J. Fatigue, 2002, 24: 931–942.
- [15] RAO K B S, CASTELLI M G, ALLEN G P, et al. A critical assessment of the mechanistic aspects in HAYNES 188 during low-cycle fatigue in the range 25 °C to 1 000 °C [J]. Metall. Mater. Trans. A, 1997, 28: 347–361.
- [16] YU J J, SUN X F, JIN T, et al. Mechanical behaviour of a single crystal superalloy DD32-a comparison with the alloy SRR99 [J]. Mater. Sci. Forum., 2005, 475–479: 681–684.
- [17] YU J J, SUN X F, ZHAO N R, et al. Effect of carbon on microstructure and mechanical properties of DD99 single crystal superalloy [J]. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2006, 16: 1973–1977.
- [18] LIU Y, YU J J, XU Y, et al. High cycle fatigue behavior of a single crystal superalloy at elevated temperatures [J]. Mater. Sci. Eng. A, 2007, 454–455: 357–366.
- [19] 张泽海, 于金江, 石峰, 等. DD499单晶合金拉伸性能薄壁效应 [J]. 铸造, 2014, 63 (8) : 781–787.
- [20] 余昌奎, 于金江, 仇凤江, 等. DD499单晶合金持久性能薄壁效应 [J]. 铸造, 2014, 63 (5) : 479–483.
- [21] LORD D C, COFFIN L F. Low cycle fatigue hold time behaviour of cast Rene80 [J]. Metall. Trans. , 1973, 4 (7) : 1647–1654.
- [22] HENDERSON M B, MARTIN J W. Influence of precipitate morphology on the high temperature fatigue properties of SRR99 [J]. Acta Metallurgic, 1995, 43, 4035–4043.
- [23] CARON P, KHAN T. On precipitate shearing by superlattice stacking faults in superalloys [J]. Philosophical Magazine A, 1988, 57 (6) : 859–875.
- [24] LERCH B, GEROLDV. Cyclic hardening mechanism in NIMONIC 80A [J]. Metall. Trans. A, 1987, 18: 2135–2141.
- [25] SRIVATSAN T S, COYNE J E. Cyclic stress response and deformation behaviour of precipitation-hardened aluminium-lithium alloys [J]. Int J Fatigue, 1986, 8, 201–208.
- [26] STEPHEN D A, EDUARDO R. Low cycle fatigue of Rene 77 at elevated temperatures [J]. Mater. Sci. Eng., 1981, 47, 47–57.

High Temperature Cyclic Fracture and Deformation Behavior of a Ni-Base Single Crystal Superalloy

YU Jin-jiang¹, JIN Tian-wen², XIE Jun¹, SUN Xiao-feng¹

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, Liaoning, China; 2. AECC South Industry Co., Ltd., Zhuzhou 412002, Hunan, China)

Abstract:

Low-cycle fatigue(LCF)cyclic fracture and deformation behaviors were systemically investigated at 950 °C on DD499 single crystal superalloy. It is shown that high temperature oxidation not only accelerates the initiation of crack at the surface, but also promotes the crack propagation along [110] direction. The low-cycle fatigue failure occurs under the combined action of oxidation, creep and fatigue. The cyclic stress response behavior at 950 °C can be taken as the result of interactions between dislocation-dislocation, dislocation- γ' precipitate, dislocations and carbides. Low cycle fatigue deformation mechanism at 950 °C is transiting from dislocations shearing to dislocation climb.

Key words:

nickel-base single crystal superalloy; low cycle fatigue; isothermal cyclic deformation; cyclic stress response