

1144-1148

定向凝固 NiAl 合金的微观组织和高温力学性能*

II. 高温力学性能和界面

崔传勇 郭建亭 李谷松 齐义辉 叶恒强
(中国科学院金属研究所, 沈阳 110015)

摘要 用压缩实验的方法研究了热等静压处理后 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金的高温变形行为. 发现流变应力随温度升高或应变速率减小而降低. 服从幂指数规律, 并求出了合金的应力指数 n 和变形激活能 Q . 运用 HREM 从微观方面分析了合金中存在的各种界面以及界面与力学性能的关系.

关键词 NiAl, 界面, 高温变形行为

中图分类号 TG132.3, TG113.25

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2000)11-1144-05

NiAl 合金, 高温力学性能, 定向凝固

STUDY ON MICROSTRUCTURE AND ELEVATED TEMPERATURE MECHANICAL PROPERTY OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED NiAl ALLOY

TG146.15

II. Elevated Temperature Mechanical Property and Interface

CUI Chuanyong, GUO Jianting, LI Gusong, QI Yihui, YE Hengqiang

Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015

Correspondent: GUO Jianting, professor, Tel: (024)23843531-55493, Fax: (024)23891320

E-mail: jtguo@imr.ac.cn

Manuscript received 2000-04-14, in revised form 2000-06-30

TG132.32

ABSTRACT The elevated temperature deformation behavior of DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy after HIP treatment was investigated by compressive test. It was found that the flow stress decreases with increasing temperature or decreasing initial strain rate, and the deformation feature could be adequately described by power law. The stress exponent n and activity energy Q were calculated. The interface in the alloy was also studied with HREM to analysis its effect on mechanical property.

KEY WORDS NiAl, interface, elevated temperature deformation behavior

金属间化合物 NiAl 的低温脆性, 使其室温加工性能较差, 因此人们很难用常规方法来研究 NiAl 合金的蠕变性能. 为了研究 NiAl 合金的高温力学性能, Whittenberger 等人^[1-3]用压缩实验的方法代替拉伸实验研究了一系列 NiAl 合金, 发现二种方法都能反映材料变形的一些机理, 并广泛应用于其他脆性材料. 近年来, 我国许多材料工作者也运用此法研究了 NiAl/Cr(Mo) 合金^[4,5]和 NiAl/Cr(Mo, Hf) 合金^[6], 对 NiAl 合金的变形机理有了一定的了解. 通过对 NiAl/Cr(Mo,Hf) 合金的 1100 ℃

拉伸蠕变^[7]研究发现: 用拉伸实验测得的应力指数 (n) 和用压缩求得的 n 值相同.

目前, 已有一些学者利用透射电子显微术研究了 NiAl/Cr(Mo)^[8] 和 NiAl-Ni₂AlHf^[9] 合金的微观组织和界面, 但对 NiAl/Cr(Mo, Hf) 合金微观结构的研究还未见报道. 通过对合金中界面精细结构的研究可以深入了解这种合金的强韧化机制.

本文报道热等静压后 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金的高温变形行为和界面精细结构.

1 实验方法

压缩实验用试样是沿定向凝固方向切割而成, 尺寸为直径 5 mm×10 mm, 表面磨光至 600 号砂纸, 在 Gleeble 1500 试验机上进行压缩实验. 实验合金的真应力-真应

* 国家自然科学基金重大项目 59895152 和国家 863 计划项目 715-005-0030 资助

收到初稿日期: 2000-04-14, 收到修改稿日期: 2000-06-30

作者简介: 崔传勇, 男, 1972 年生, 博士生

变曲线是从压缩实验自动记录的载荷位移曲线转换而来，假设材料在压缩变形中体积不变，且变形均匀，则有

$$\epsilon_T = -\ln(1 - \epsilon t)$$

$$\sigma_T = P/[S(1 - \epsilon t)]$$

其中， ϵ_T 和 σ_T 分别真应变和真应力， ϵ 为初始应变速率， t 为加载时间， P 为载荷， S 为试样原始截面积。

电镜样品的制备过程见第 I 部分，界面观察是在 JEM 2010 高分辨电镜上进行的。

2 实验结果和讨论

2.1 温度和屈服强度的关系

应变速率为 $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时合金的室温至高温压缩性能测试结果如图 1 所示，图中同时给出用热压放热反应合成方法 (HPES) 制备的 NiAl^[10] 和 NiAl-28Cr-6Mo 合金^[11] 的压缩强度，以便比较。由图 1 可见，HPES NiAl-Cr(Mo) 的强度高于二元 NiAl 的强度，加入 Hf 后合金的强度进一步提高，尽管随温度的升高，合金的强度均有所下降，但含 Hf 的 NiAl/Cr(Mo) 合金在高温下显示出良好的高温强度，在 1300 K 时的屈服强度为 509 MPa，是 HPES NiAl/Cr(Mo) 合金屈服强度的 4 倍，是二元 NiAl 强度的 8 倍，这一方面是由于固溶在基体中的 Cr, Mo 和 Hf 形成固溶强化及加入 Hf 后生成大量的 Heusler 相形成弥散强化，另一方面是由于层片状 Cr(Mo) 形成的第二相强化。此外，本实验合金偏离化学计量比 (见第 I 部分)，也使合金得到有效强化。

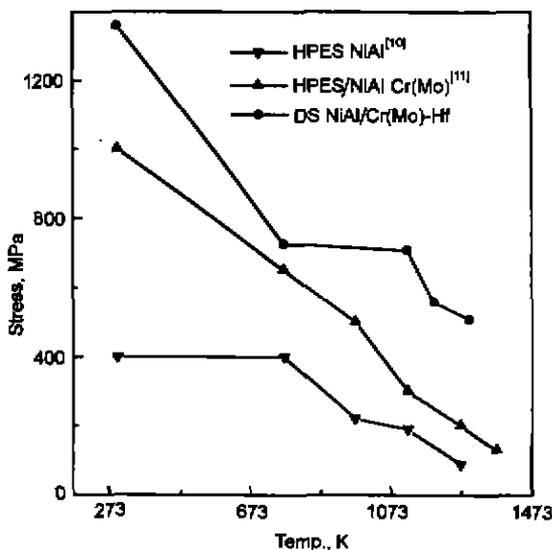


图 1 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金的室温至高温压缩性能
Fig.1 Compressive yield strength of DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy as a function of temperature at a strain rate of $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

2.2 高温变形行为

NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金在不同温度和应变速率下的压缩流变曲线示于图 2。从图 2 中看出，材料的流变应力与温度和应变速率有关。温度越高，应变速率越低，则对应的流变应力越低。材料在达到屈服后先发生加工硬化现象，达到最大流变应力后发生应变软化，这种现象在 1300 K, $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 时尤为明显。Ni-49Al-1Hf 单晶的流变曲线^[12] 与此明显不同，Cr(Mo) 相的引入对合金的流变行为影响较大，但和 NiAl/Mo(Hf) 合金^[13] 的流变曲线趋势相同，可见加入合金元素 Cr 形成 Cr(Mo) 相，并没有改变合金的流变行为。

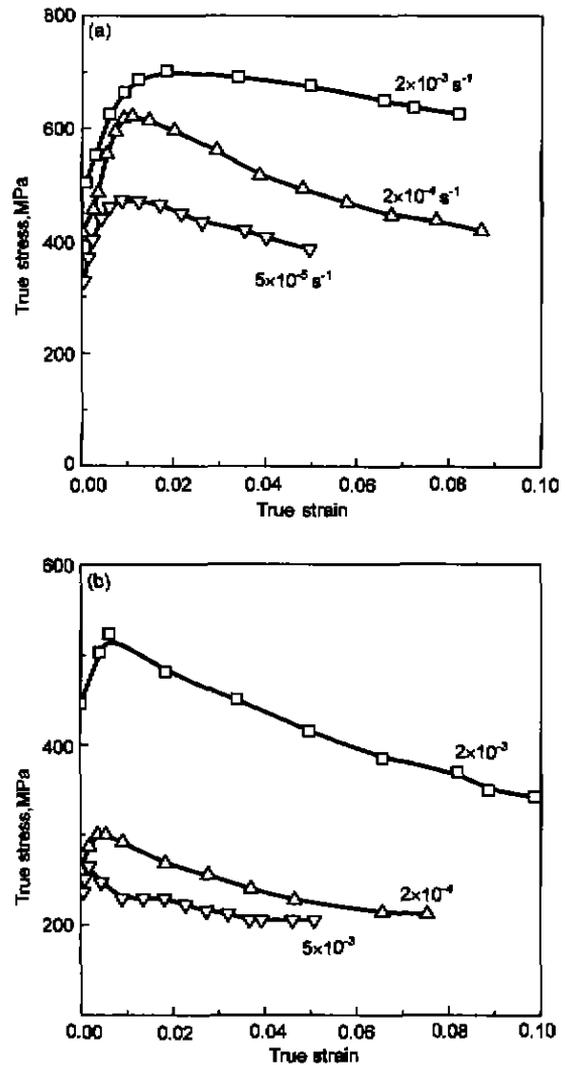


图 2 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金的真应力 - 真应变曲线
Fig.2 The compressive stress-strain diagrams for DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy tested at 1200 K (a) and 1300 K (b)

根据真应力 - 真应变曲线，取应变为 2% 时的流变应力值，研究不同温度下流变应力与初始应变速率的关系，结果示于图 3。运用线性拟合原理分别按如下的幂指数规

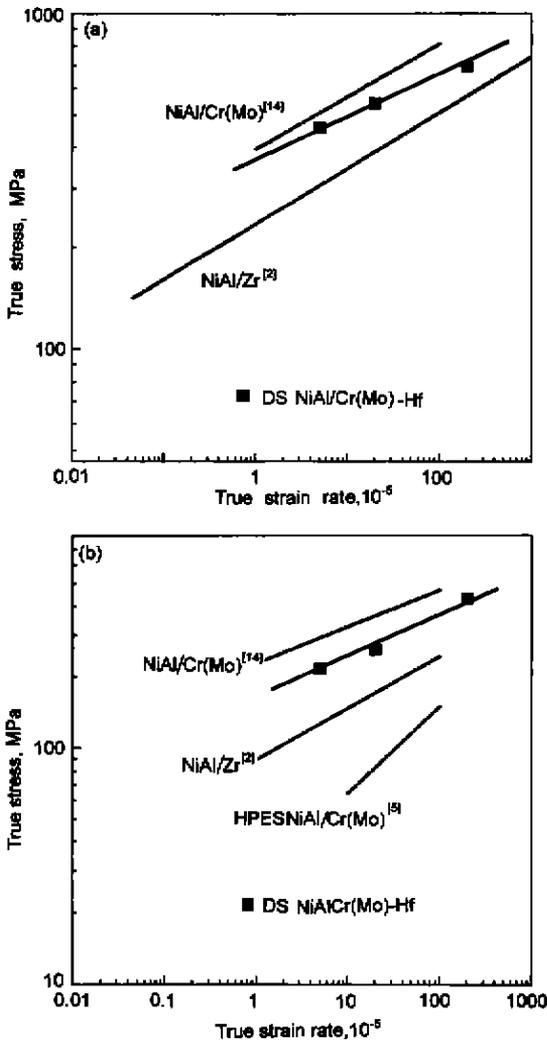


图 3 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金不同应变速率下的真应力-真应变速率的关系
 Fig.3 True compressive stress-strain rate plots for DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy tested at 1200 K (a) and 1300 K (b)

表 1 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 材料的流变应力-应变速率按幂指数规律拟合的结果
 Table 1 Power-law fits of flow stress-strain rate data of NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy

| Material | 1200 K | | | 1300 K | | |
|---------------------------|------------------------|-----|-----------------------------|------------------------|------|-----------------------------|
| | A | n | R _d ² | A | n | R _d ² |
| NiAl/Cr(Mo)-Hf | 1.77×10 ⁻²⁸ | 8.8 | 0.98 | 4.49×10 ⁻¹⁹ | 5.19 | 0.99 |
| NiAl-0.5Zr ^[2] | | | | 7.76×10 ⁻¹⁴ | 4.79 | 0.98 |
| NiAl-34Cr ^[14] | | | | 3.52×10 ⁻²³ | 7.69 | |

表 2 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 材料的流变应力-应变速率按温度补偿的幂指数规律拟合的结果
 Table 2 Temperature-compensated power-law fits of true flow stress-strain rate data of NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy

| Material | Temperature range, K | B, s ⁻¹ | n | Q, kJ/mol | R _d ² |
|-------------------------------|----------------------|----------------------|------|-----------|-----------------------------|
| NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf | 1200-1300 | 1326 | 6.03 | 536 | 0.952 |
| NiAl-0.7Zr ^[2] | 1100-1400 | 2.38×10 ⁸ | 4.57 | 555 | 0.993 |
| NiAl-28Cr-6Mo ^[14] | 1200-1400 | 0.0199 | 6.38 | 456.6 | |
| NiAl-28Cr-6Mo ^[5] | 1273-1373 | 2517.9 | 2.76 | 308.8 | 0.986 |

律和温度补偿规律进行拟合

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \quad (1)$$

$$\dot{\epsilon} = B\sigma^n \exp[-Q/(RT)] \quad (2)$$

式中 A 和 B 是常数, n 是应力指数, Q 是表观激活能, R 为普适气体常数, T 为绝对温度. 线性拟合后的结果示于表 1 和 2, 从相关系数 R_d² 可以看出, 此材料的高温变形行为可以很好地用上述规律描述.

图 3 中同时给出了 NiAl/Zr^[2] 和 NiAl/Cr(Mo)^[14] 合金的高温变形行为, 以便比较. 由图 3 可见, 实验合金的高温变形性能明显高于 Heusler 强化的 NiAl/Zr 合金, 这说明定向凝固生成的层片状 Cr(Mo) 相对合金的高温性能有利. 在 1300 K, 实验合金的变形行为明显高于 HPES 方法制备 NiAl/Cr(Mo)^[5] 合金, 可见定向凝固产生的层片状 Cr(Mo) 相及加入 Hf 元素形成 Heusler 相对合金的高温性能很有利. 但本实验合金的强度仍低于国外的定向凝固 NiAl/Cr(Mo) 合金^[14], 这主要与他们的共晶合金生长速度较慢有关 (低于 1 in/h, 即 25.4 mm/h).

国外定向凝固 NiAl/Cr(Mo)^[14] 合金的表观激活能为 456.6 kJ/mol, 低于本实验合金, 说明加入 Hf 后的热激活过程需要更高的能量. 在变形过程中, 根据 n 值的大小可以推测变形过程中的机理. 实验合金的 n 值为 6.03, 明显高于普通铸造合金^[6], 根据蠕变理论, 属于位错攀移控制的纯金属蠕变. 而 Oh-Ishi 等人^[15] 研究了 NiAl-Ni₂AlHf 合金的蠕变行为, 测得的应力指数为 3, 可见, 应力指数的差异与合金相的存在类型及制备工艺有关. 深入了解此合金的变形行为, 还需要更进一步的工作.

2.3 界面

图 4 是 HIP 处理后 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf

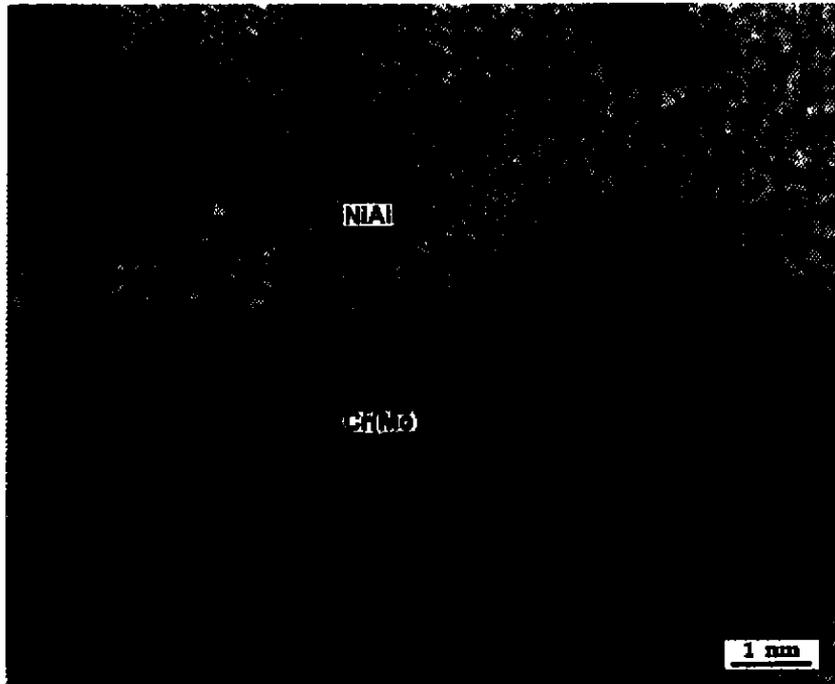


图 4 DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金中的 NiAl 和 Cr(Mo) 的 HREM 照片

Fig.4 HREM image showing NiAl and Cr(Mo) interface in DS NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy viewed along [111] common direction

合金中 NiAl 和 Cr(Mo) 的 HREM 照片。由于 NiAl 和 Cr(Mo) 两相的晶格错配度只有 1.88%，两相的界面平直、光滑且无过渡层存在。图 5 是错配位错的中心部分，错配位错的半点阵面位于较软的 NiAl 中，且界面平行于 NiAl 和 Cr(Mo) 的 {110} 面，环绕位错中心做一

个 Burgers 矢量环，可以看出错配位错的 Burgers 矢量为 $(1/3)[11\bar{2}]$ ，是一个偏位错。图 6 是沿 NiAl [111] 方向拍摄的 NiAl 和 Ni_2AlHf 的 HREM 照片。从 HREM 照片中可以看出，NiAl/ Ni_2AlHf 的界面为原子间的直接结合，界面上除了位错外没有非晶层和界面相。为了适配

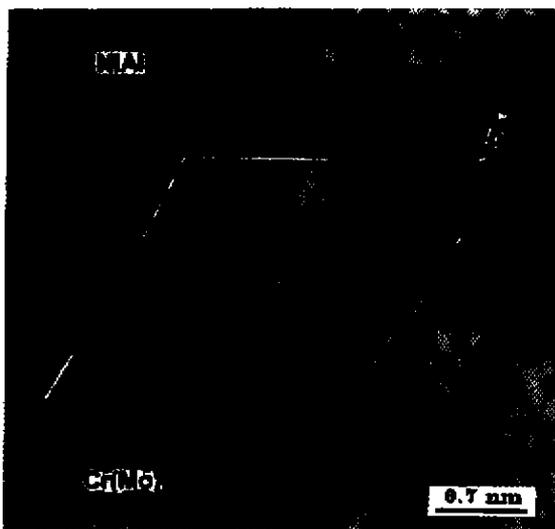


图 5 NiAl 和 Cr(Mo) 错配位错的中心部分

Fig.5 Core feature of the misfit dislocation of NiAl and Cr(Mo)

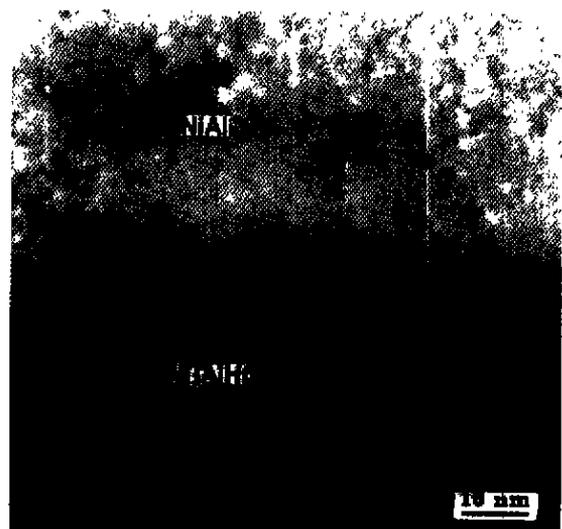


图 6 合金 NiAl 和 Ni_2AlHf 的 HREM 照片

Fig.6 HREM image taken along [111] common direction of NiAl and Heusler particle

NiAl 和 Ni_2AlHf 之间 5% 的晶格错配度, 出现的错配位错垂直于 NiAl 和 Ni_2AlHf 相的 $\{110\}$ 界面, 并呈周期性排列在界面上, 位错间距约为 4.75 nm, 它同样也是偏位错。

由于 NiAl/ Ni_2AlHf 和 NiAl/Cr(Mo) 界面的化学稳定性很好, 而且 NiAl 和 Cr(Mo) 均存在一个较宽的化学成分变化范围, 所以在高温即使发生元素的互扩散和溶解作用, 也难以产生新相。这种由于互相扩散和溶解作用而产生的界面, 对缓解界面上的热应力有利, 因而对提高合金的强度有重要作用。图 7 是沿 $[111]$ 方向拍摄的 NiAl 和 Ni_2AlHf 的 Heusler 相图像。在二者的界面上有错配位错, 这些位错是不可动的, 界面位错网的存在无疑会有助于合金高温性能的提高。

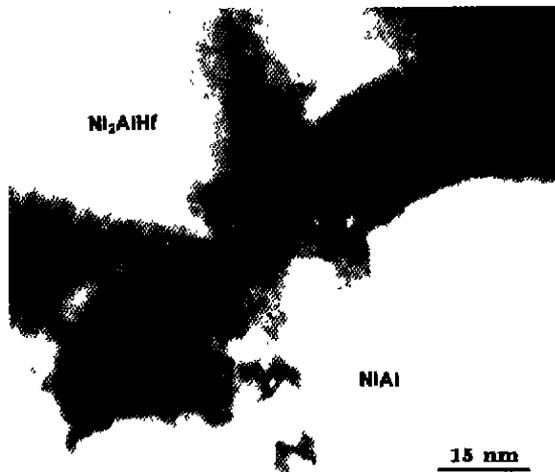


图 7 在 NiAl/ Ni_2AlHf 界面上的错配位错网

Fig.7 TEM image showing misfit dislocation nets located at the NiAl/ Ni_2AlHf interface

3 结论

(1) 定向凝固 NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金

具有较好的高温性能, 其高温变形行为可以用表达式 $\dot{\epsilon}=1326\sigma^{6.03} \exp[-536 \times 10^3/(RT)]$ 来表示。

(2) 定向凝固 NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf 合金中的 NiAl/Cr(Mo) 和 NiAl/ Ni_2AlHf 界面结合好, 无过渡层存在, 有利于提高合金的高温性能。

参考文献

- [1] Whittenberger J D, Viswanadham R K, Mannan S K, Kumar K S. *J Mater Res*, 1989; 4: 1164
- [2] Whittenberger J D, Noebe R D. *Metall Mater Trans*, 1996; A27: 2628
- [3] Whittenberger J D, Luton M J. *J Mater Res*, 1995; 10: 1171
- [4] Jiang D T, Guo J T. *Mater Sci Eng*, 1998; A255: 154
- [5] Jiang D T, Guo J T, Li G S, Shi C X. *Acta Metall Sin*, 1998; 34: 1143
(姜东涛, 郭建亭, 李谷松, 师昌绪. 金属学报, 1998; 34: 1143)
- [6] Cui C Y, Guo J T. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 477
(崔传勇, 郭建亭. 金属学报, 1999; 35: 477)
- [7] Cui C Y. *M S Thesis*, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, 1999
(崔传勇. 中国科学院金属研究所硕士学位论文, 1999)
- [8] Chen X F, Johnson D R, Noebe R D, Oliver B F. *J Mater Res*, 1995; 10: 1159
- [9] Locci I E, Dickerson R M, Grag A, Noebe R D, Whittenberger J D, Nathal M V, Darolia R. *J Mater Res*, 1996; 11: 3024
- [10] Xing Z P, Dai J Y, Guo J T, An G Y, Hu Z Q. *Scr Metall Mater*, 1994; 31: 1141
- [11] Jiang D T, Guo J T. *Mater Lett*, 1998; 36(7): 33
- [12] Whittenberger J D, Locci I E, Darolia R, Bowman R. *Mater Sci Eng*, 1999; A268: 165
- [13] Chen R S, Guo J T, Zhou J Y. *Mater Lett*, 2000; 42(1): 75
- [14] Johnson D R, Chen X F, Oliver B F, Noebe R D, Whittenberger J D. *Intermetallics*, 1995; 3: 99
- [15] Oh-Ishi K, Horita Z, Nemoto M. *Mater Sci Eng*, 1997; A239/240: 472