

EB - PVD 制备 NiCoCrAl Y/ NiCr 微层板的拉伸性能研究 *

陈宏平 李 李 韩杰才 曾 岗

(哈尔滨工业大学 复合材料研究所,哈尔滨 150001)

文 摘 采用电子束物理气相沉积 (EB - PVD) 方法制得 NiCoCrAl Y/ NiCr 微层板。研究了 NiCoCrAl Y/ NiCr 微层板的室温和高温拉伸性能,并采用 SEM 观察和分析了样件的拉伸断口。结果表明:由于微层界面的存在,微层板表现出良好的高温延迟断裂特性,材料的断裂强度在 600 时达到最佳;随着温度的升高,断裂方式由沿晶脆性断裂为主逐步过渡到沿晶脆性断裂和部分的韧窝韧性断裂的混合断裂方式。

关键词 电子束物理气相沉积,微层板,延迟断裂

Study on Tensile Properties of NiCoCrAl Y/ NiCr Microlaminates Prepared by EB-PVD

Chen Hongping Li Yao Han Jiecai Zeng Gang

(Center for Composite Materials, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001)

Abstract The NiCoCrAl Y/ NiCr microlaminates were prepared by the method of EB-PVD. The tensile properties were studied at room and high temperatures, and the tensile fracture of samples was also observed with SEM. The result indicated that the microlaminates put up its good characteristic of delayed fracture at high temperature due to the existence of micro-layer interface, and the material achieved its best mechanical properties at 600 . The fracture was diverted from the main manner of intergranular fragile crack to the manner of intergranular fragile crack with partial dimple gliding fracture with the increase of temperature.

Key words EB-PVD, Microlaminates, Delayed fracture

1 前言

航空航天飞行器由于其特殊的应用条件和环境,对高温材料的应用不断提出了新的要求,轻质、高强度、耐高温、低成本的微叠层高温合金材料应运而生^[1~3]。高温合金由于具有较高的高温强度,良好的抗氧化和抗热腐蚀性能,而被广泛用作高温结构材料^[4,5],但是高温合金微叠层材料由于轧制困难,制造成本很高(4.8439 万美元/m²),仅次于 C/C 材料,一直难以大规模使用。乌克兰 Paton 焊接研究所在 M. Movchen 等人的领导下采用低成本电子束物理气相沉积 (EB - PVD) 技术和设备制备出了

层厚在 0.2 mm ~ 1.5 mm 的 NiCoCrAl Y 系高温合金微层板,解决了这一难题,掀起了 EB - PVD 技术开发的新一轮热潮^[6]。本文采用 EB - PVD 制备工艺,选用 NiCr 材料体系,得到的板材层间距从几微米到几十微米之间,板厚 0.2 mm ~ 1.5 mm,层与层之间完全是靠金属键结合在一起。界面的特殊结合情况无疑会对材料的力学性能有较大的影响。本文对微层板的室温和高温拉伸性能进行了初步研究。

2 实验

2.1 试样的制备

用 EB - PVD 方法制备的 NiCoCrAl Y/ NiCr 微层

收稿时期:2003 - 10 - 20;修回日期:2004 - 02 - 16

*国家自然科学基金资助项目 (No.:50304007) 和黑龙江博士后基金 (LRB0047)

陈宏平,1977 年出生,硕士,主要从事 EB - PVD 制备 Ni 基高温合金微层板的力学性能研究工作

宇航材料工艺 2004 年 第 3 期

— 47 —

板,成 A、B 层交替层叠,它的化学成分如表 1 所示。从 NiCoCrAlY/NiCr 板材上用线切割按 GB6397—81 加工成标准的常温和高温的拉伸试样,试样尺度 60 mm ×15 mm ×0.22 mm。用 800 目水砂纸将切割断面打磨,并用 KQ-100 型超声波清洗器进行试样表面清洗,试样用洁净的烧杯盛放,烧杯水浴在清洗器里,清洗药品为丙酮,用量以淹没试样 2 cm 为宜,时间为 4 h。

表 1 试样的主要成分

位置	Ni	Co	Cr	Al	Y	Si	Fe
A 层	65.7	7.3	21.4	5.1	0.66	-	2.02
B 层	73.8	-	22.6	-	-	1.0	-

2.2 实验方法

室温实验在 ZWIK/ Z100 电子拉伸实验机上进行,高温实验在 INSTRON-5500 R 电子万能材料实验机上进行。试样每个温度 3 组,每组三个;数据率为 10 点/s;横梁速度为 0.5 mm/min;湿度 50%;高温分 500、600 和 700 三个温度,保温 10 min 进行实验。载荷采用匀变加载方式,直至拉断为止。

3 结果与分析

3.1 拉伸断口分析及断裂机理研究

3.1.1 宏观断口分析

图 1 为试样的宏观拉伸断口特征。由图 1 可见,500、600 和室温下试样的宏观断口为平断,断口垂直于拉伸轴线,宏观上表现为断裂失效引起的正断断口,材料在这几种温度下的断裂主要为脆性断裂;700 试样的宏观断口介于切断和正断之间,宏观上表现为复合断口,材料的脆性有所改善,材料的塑性随温度的升高而升高,这与金属材料的高温特性一致^[7]。

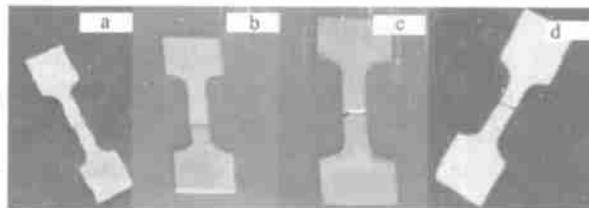


图 1 试样的宏观拉伸断口

Fig. 1 Tensile macrofractures of samples
(a) 500 ;(b) 600 ;(c) 700 ;(d) 室温。

3.1.2 微观断口分析

图 2 是试样在室温、500、600 和 700 下的微观拉伸断口形貌。其中图 2(d)、(f) 分别是图 2(c)、(d) 的左半区的放大断口形貌。

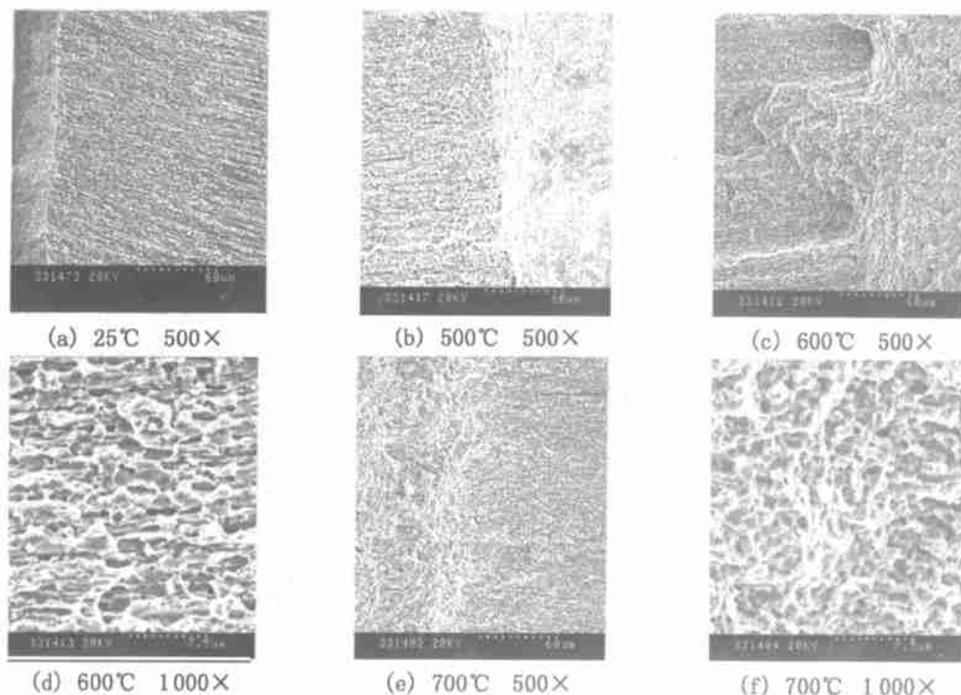


图 2 试样的微观拉伸断口

Fig. 2 Tensile microfracture of samples

可以看出,在室温和 500 ℃ 下断口中有明显的柱状晶,微观上表现为沿晶断裂;600 ℃ 和 700 ℃ 下断口中开始出现大小深浅不一的韧窝[见图 2(d)、(f)],且韧窝的数量随温度的升高在增多,微观上表现为沿晶脆性断裂和部分的韧性断裂。断口呈现出层状的形貌特征,分析认为这主要是两边的组织结构不同引起的。

图 3 是试样的光学显微镜和扫描电镜下的金相



图 3 试样的金相组织

Fig. 3 Metallographic structures of samples

3.1.3 断裂机理研究

由上述宏观断口和微观断口分析可见,宏观上除 700 ℃ 时断口为复合断口,表现出部分的韧性断裂特征外,宏观断口平齐,总体上表现出脆性断裂的特征;从微观断口可以发现,材料断裂时均呈现出明显不同的两个层状断裂区域,其中 600 ℃ 和 700 ℃ 时的 SEM 断口中存在着少量的不同大小和深浅不一的韧窝,开始呈现出韧性断裂特征。分析这些韧窝的形成原因主要有两种:一种是强化相的存在使材料的高温强度得到提高,随着温度的升高,相的强化作用逐渐呈现出来,材料的断裂方式逐渐由脆性断裂过渡到脆性断裂和部分的韧性断裂,微观上表现为一方面有晶粒的拔出和韧窝的出现,另一方面也有柱状晶的出现;另一种原因是层界面的存在使裂纹尖端钝化,当裂纹产生并扩展到界面时,由于界面的弹性模量较小,裂纹较容易沿着靠近晶界面而所需能量较小的层界面扩展,随着载荷和位移的增加,整个晶粒被拔出,微观上表现为脆性断裂和部分的韧性断裂。

3.2 拉伸性能

如图 4 所示,断裂强度在 600 ℃ 时达到最大,为 278.93 MPa,500 ℃ 时最低,为 164.58 MPa;延伸率随着温度的升高而升高,室温下为 1.5%,700 ℃

照片。图 3(a)中可看出明显的层状结构,层厚在 10 μm~30 μm。图 3(b)中可以看出强化相的存在[图中箭头所示,腐蚀剂为 HCl 50% H₂O₂ = 25:1(体积分数)],粒子主要是 Li₃ 型 Ni₃(Al, Cr, Co) 金属间化合物^[6],粒子的尺寸约为 0.3 μm,其体积分数接近 30%。由于层界面和相的存在,样件的拉伸性能将得到改观。

为 6.8%。材料在 500 ℃ 时的断裂强度较室温低,这与“金属材料的强度随温度的升高而降低”^[8]一致。但 600 ℃ 时强度反而迅速升高,原因是材料中的相的高温强化作用达到最佳,使材料的强度得到了提高,但在 700 ℃ 时这种作用又被弱化了。

另外,材料在各个温度体系下的拉伸曲线都呈现一个共同的特征:阶梯形的锯齿状,这不同于传统金属的拉伸曲线“四阶段理论”。这主要是由于层界面的存在所致。根据材料断裂的充分必要条件^[9]:

$$\sigma_m \cdot b_0 = 2 \gamma_p \quad (1)$$

式中, σ_m 为材料的极限强度; b_0 为裂纹张开的位移; γ_p 为有效表面能 ($\gamma_p = \gamma_s + p$),其中 γ_s 为裂纹面比表面能, p 为单位断口面积上塑性变形能。

(1)式表明:当 γ_p 一定时, σ_m 和 b_0 成反比,即裂纹张开位移 b_0 可以很大,而极限强度 σ_m 却很小。由此分析断裂的过程:裂纹先在表面层产生并向表面层内扩展,当扩展至层界面时,由于层界面处的 σ_m 较表面层低,因此裂纹的张开位移 b_0 可以继续在此界面层内扩大,而 γ_p 不变或变化很小,曲线图中表现为两峰之间的曲线段(如图 4 所示)。随着位移和载荷的增加,裂纹最终穿过层界面而在下一层中产生并扩展, σ_m 和 b_0 同时增加, γ_p 也随之增大,曲

线上表现为下一个峰值的产生。如此反复,直至拉伸。而且,温度越高,两峰之间的横轴距离越大(齿间距离越大),材料表现出良好的高温延迟断裂特性。

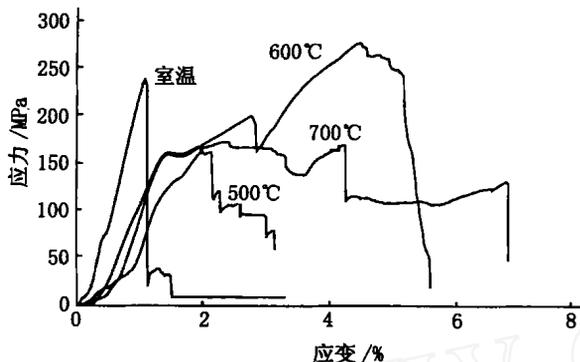


图4 应力—应变曲线
Fig. 4 Stress-strain curves

4 结论

(1) EB - PVD 制备 NiCoCrAlY/NiCr 微层板的宏观拉伸断口在 600 以下时断口平齐,为断裂失效引起的正断断口,700 时为介于切断和正断之间的复合断口。

(2) 微层板的微观断口中呈现出两个组织结构不同的区域,金相组织表明是两层结构。500 以下断裂以沿晶断裂为主,500 以上为沿晶断裂和部分的韧性断裂为主。随着温度的升高,韧性增强,脆性减弱,韧窝的数量增多。

(3) 微层板中强化相 的存在使材料的高温拉

伸性能有所提高,在 600 时高温拉伸强度达到最大值。

(4) 由于微层界面的存在,微层板的拉伸应力—应变曲线呈现为阶梯形锯齿状,而且温度越高,齿间距离越大,表现出良好的高温延迟断裂特性。

参考文献

- 1 Bileka B D . Improvement of thermal protection systems for rotors of industrial gas-turbine plants. Heat Transfer Research, 1999;30:311 ~ 323
- 2 Milos F S ,Frank S, Squire T H et al . Thermo-structural analysis of X-34 wing leading-edge tile thermal protection system. Journal of Space-craft and Rockets ,1999;36(2) :189 ~ 198
- 3 Palmer G E, Henline W D, Olynick D R et al. High-fidelity thermal protection system sizing of reusable launch vehicle. Journal of Space-craft and Rockets ,1997;34(5) :577 ~ 583
- 4 黄乾尧,李汉康. 高温合金. 冶金工业出版社, 2000:9 ~ 66
- 5 张和善. 国外航空材料结构新材料发展简述. 宇航材料工艺, 1998;28(4) :1 ~ 8
- 6 Bunshah R F, Nimmagadda R, Doerr H J. Structure and property relationships in micro-laminated Ni - Cu and Fe - Cu condensates . Thin solid Films , 1980;72 :261 ~ 275
- 7 黄明志,石德珂,金志浩. 金属力学性能. 西安交通大学出版社,1986 :232
- 8 曹鹏,张源虎. DD3 单晶镍基超合金高温力学性能. 中南工业大学学报,1995;26(5) :1 ~ 3
- 9 黄明志,石德珂,金志浩. 金属力学性能. 西安交通大学出版社,1986 :60 ~ 61

(编辑 李洪泉)

多管式旋风除尘器

本成果以多管为主体,布袋及电除尘器为辅助对单管单筒除尘器进行更新换代。经全国各地燃煤的工业锅炉(窑)应用,在除尘、净化空气以及适应各种特殊工艺生产的消烟除尘等方面,获得良好效果。它具有下列特点:(1)除尘器系列采用铸铁旋风子和等距升高组合排列,设计先进,结构紧凑新颖,本体绝大部分为平直焊接,施焊成型简便;(2)除尘效率高,性能稳定可靠,在超负荷下运转,10 t 炉排放烟尘浓度为 122 mg/N m³,6.5 t 炉排放烟尘浓度为 159 mg/N m³,林格曼黑度均为 1 级,达到一类区域标准;(3)占地面积小,安装周期短,施工费用低;(4)本除尘器与其他除尘器相比较,使用寿命一般可延长 2 倍左右,其经济效益明显。

曾获部级科技进步奖,综合技术经济性能指标处于国内同类产品先进水平,符合国家环保要求。可应用于 1 t/h、2 t/h、4 t/h、6 t/h、10 t/h、20 t/h 工业锅炉烟尘的净化,也适用于工业窑炉、矿石、水泥等行业的气流中的粉尘分离处理净化。处理风量可视实际需要任意选择。

(航空第四规划设计研究院,100011 北京德胜门外大街 12 号)

·李连清·