

文章编号: 1001-4888(2012)05-0581-06

数字散斑相关法研究镍钴基 高温合金中的 PLC 效应^{*}

符师桦¹, 高越¹, 潘华烨¹, 程腾¹, 崔传勇², 张青川¹

(1. 中国科学技术大学, 中国科学院材料力学行为和设计重点实验室, 合肥 230027; 2. 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

摘要: 作为航空发动机涡轮盘用新型材料, 镍钴基变形高温合金在 300~600℃ 温度区间内拉伸时会产生 Portevin-Le Chatelier (PLC) 效应。本文采用数字散斑相关方法, 研究了镍钴基变形高温合金在 400℃ 下拉伸变形过程中伴随 PLC 效应出现的应变局域化现象, 即 PLC 带。实验结果表明, PLC 带内的应变比试件平均应变大一个数量级, 而带外部分应变接近于零。同时还观察到了带外部分的弹性收缩现象, 即出现应变为负的区域。在拉伸全程中, PLC 带与拉伸轴方向成约 60° 的夹角。PLC 带的宽度均为 4~4.5 mm, 远大于试件最小尺寸(厚度), 这一点与铝合金中的带宽与试件最小尺寸相近这一现象截然不同。

关键词: Portevin-Le Chatelier 效应; 动态应变时效; 高温合金; 数字散斑相关; PLC 带

中图分类号: O34; V25 **文献标识码:** A

0 引言

在一定的温度、应变率及预变形等实验条件下, 合金材料在塑性变形阶段会出现反复的塑性失稳现象, 称 Portevin-Le Chatelier (PLC) 效应^[1-3]。PLC 效应在应力空间中表现为锯齿形发展, 在应变空间中表现出局部的阶梯形发展, 同时变形集中在试件局部区域并在表面形成变形带, 即 PLC 带。由 Cottrell 提出, 并经过不断完善修正的动态应变时效 (dynamic strain aging, DSA) 理论是目前普遍接受的对 PLC 效应的解释, 即可动位错与溶质原子及晶体中障碍 (林位错、析出相等) 之间的动态相互作用^[4-6]。位错在晶体中的运动是不连续的, 当可动位错在运动过程中被晶体中障碍所阻拦, 溶质原子将通过管扩散向可动位错偏聚, 并形成溶质原子气团 (Cottrell atmosphere) 对可动位错进行钉扎, 在外加应力场的作用下, 可动位错将通过热激活的方式克服溶质原子的钉扎从而实现脱钉, 集体的脱钉行为将在宏观上表现出应力的跌落。这种反复的“钉扎-脱钉”过程形成了宏观应力空间中周期性锯齿形发展。

近年来, 由于航天航空等工业上的需求, 发展高温合金成为国际上研究的热点, 先进镍钴基变形高温合金正是其一。研究发现, 这种镍钴基合金在 300~600℃ 下加载会产生 PLC 效应, 其 PLC 效应温度区间正好处于该合金服役温度区间^[7]。这将带来材料延伸率的降低、疲劳性能的降低以及成形过程中的不稳定等负面影响, 降低其安全性和可靠性, 严重制约着材料的应用。为了能在航空发动机中安全使用这种新材料, 有必要对这种新型高温合金中的 PLC 效应进行深入研究。与铝基等稀合金不同, 高温合金材料的成分和结构十分复杂, 如多种主要元素, 既包含了填隙型又包含置换型溶质原子, 多种相结

^{*} 收稿日期: 2012-4-13; 修订日期: 2012-7-15

基金项目: 国家自然科学基金(11102201 和 51171179)、中国科学院“百人计划”项目资助、中国博士后科学基金(20100480684)以及中央高校基本科研业务费专项资金(WK2090050017)资助的课题。

通讯作者: 张青川(1962—), 男, 博士, 教授。主要研究领域为光测实验力学, 涉及光学读出非制冷红外成像技术、生化检测前沿技术以及合金材料中 PLC 效应的研究。E-mail: zhangqc@ustc.edu.cn

构等等。这些复杂的成分和结构预示着 PLC 效应在新型合金材料和铝合金中将存在着某些差异。而到目前为止,对高温下 PLC 效应的研究局限于时域的应力行为,在空域上的变形和应变行为,即 PLC 带的行为特征,仍然是一片空白。

在测量物体的变形方面,光学测量方法具有非接触、高精度和高响应等优点,受到了广泛的应用和研究^[8-13]。室温下对 PLC 效应空域特性的研究,人们也采用了各种光学观测方法,如阴影法^[14]、激光引伸计法^[15]、数字散斑干涉法^[16,17]、数字散斑相关法^[18,19]和红外测温法^[20,21]等。而数字散斑相关法具有实验设备及过程简单,只需对待测物体直接成像,采用白光照明即可,无需激光光源,无需对试件表面进行预先处理,隔振要求低,且能进行全场测量等优点,在对高温物体变形场测量上是其它方法不可替代的。为此,本文采用数字散斑相关法对高温下镍钴基合金中 PLC 效应的空域特性进行研究。

1 数字散斑相关法

物体表面随机的光强分布称为散斑场,该散斑场与物体表面一起变形,包含了变形信息。通过 CCD 或 CMOS 等数字相机,将物体表面变形前后的散斑场以数字图像的方式记录下来,通过相关计算获取感兴趣区域的变形信息,称之为数字散斑相关法。其基本原理是,对变形前图像中的感兴趣区域进行网格划分,将每个子区域当作刚性运动。再针对每个子区域,通过一定的搜索方法按预先定义的相关函数来进行相关计算,在变形后图像中寻找与该子区域的互相关系数为最大值的区域,即为该子区域在变形后的位置,进而获得该子区域的位移。对全部子区域进行计算,即可获得全场的变形信息。

2 实验方法

实验材料是中国科学院金属研究所提供的新型镍钴基变形高温合金,其具体的化学成分如表 1 所示。热处理过程分为三步:先在 1100℃ 下保温 4 小时,空气冷却;然后在 650℃ 下保温 24 小时,空气冷却;最后在 760℃ 下保温 16 小时,空气冷却。

表 1 新型镍钴基合金的化学成分

Tab. 1 Nominal chemical composition of the superalloy

元素	Co	Cr	Mo	W	Ti	Al	C	B	Zr	Ni
含量 wt%	21.8	14.4	2.7	1.1	6.2	2.3	0.02	0.02	0.03	Bal.

通过线切割加工后的试件标记长度为 30mm,宽为 5mm,厚为 0.25mm。实验中,拉伸速率为 0.072mm/min,对应的名义应变率为 $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$,实验温度为 400℃。在拉伸的同时,利用数字相机通过观察窗口记录了试件表面在变形过程中的序列散斑图。实验装置如图 1 所示。实验过程中,载荷信号的采集频率为 100Hz,精度为 1%,相机采集频率为 0.2Hz,图像灰度深度为 8bit,试件区域对应的尺寸为 345×2700 像素,每个像素对应的实际尺寸为 $14.5 \mu\text{m}$ 。为了保证拉伸过程中实验环境箱温度的稳定和消除夹头热膨胀变形的影响,在拉伸前保温 2 小时,并预先施加 100N 载荷。

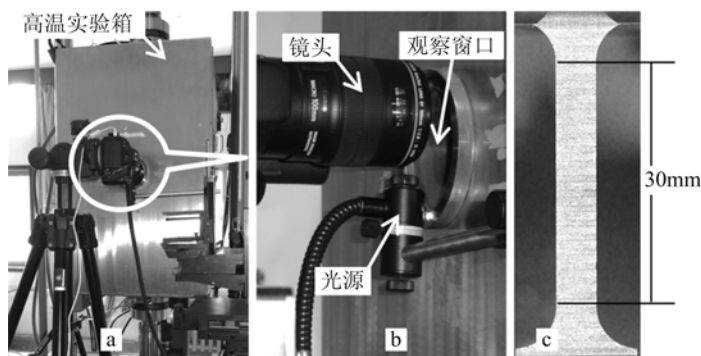


图 1 实验装置:(a)高温;(b)图像采集系统;(c)试件

Fig. 1 Experimental device: (a) high temperature chamber; (b) image acquisition system; (c) sample

3 实验结果

拉伸过程中载荷随时间的变化曲线如图 2 所示, 插图显示为锯齿型屈服的局部放大。可以看出, 在发生屈服时, 载荷跌落超过 50 N, 对应的应力跌落约为 50 MPa, 相邻锯齿的时间间隔约为 6 s。因此, 实验中图像采集频率设为 0.2 Hz 是合理的, 在采用数字散斑相关法计算时, 相关时间间隔为 5 s, 即能捕捉到每一个锯齿发生时对应的应变场变化, 同时也大大缩减了计算时间。

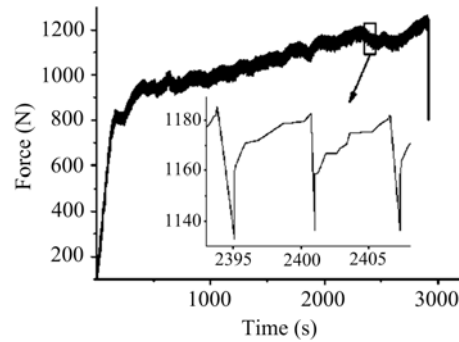


图 2 载荷-时间曲线

Fig. 2 Force-time curve

图 3 给出了拉伸过程中等时间间隔的应变时序变化, 相关时间间隔为 5 s, 即每张图表示的是第 N 秒相对于第 N-5 秒的应变。为了更好地体现负应变区域, 在正负交接处(即应变为 0 处)采用了非连续标尺。可以看出, 该合金在高温拉伸时出现明显的应变局域化现象, 即出现 PLC 带。可以观察到, PLC 带的位置存在一定空间相关性, 如 S0~S4 和 S6~S9。按照传统 PLC 带的空间特性分类, 即连续传播的 A 型、跳跃传播的 B 型和随机成核的 C 型^[10], 本实验中, PLC 带的空间相关性比 A 型和 B 型要弱很多, 应该属于 B+C 混合型。由 C0~C2 还可以观察到 PLC 带的方向由“/”向“\”转变的现象。

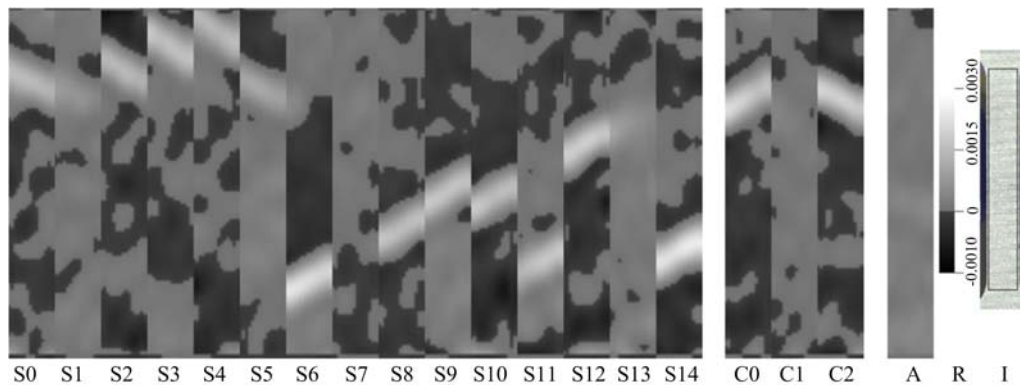


图 3 S0~S14, 2350~2420s 期间的应变分布图; C0~C2, 2650~2660s 期间 PLC 带发生转向;

A, 2855s 时刻没有 PLC 带时的应变分布; R, 应变灰度对应标尺; I, 相关计算区域示意

Fig. 3 S0~S14, strain distribution of 2350~2420s; C0~C2, turn of the PLC band inclination during 2650~2660s;

A, strain distribution for absent of the PLC band at 2855s; R, ruler; I, correlated area

对于每一个 PLC 带, 整体区域应变均超过 0.001, 中心区域应变超过 0.002, 个别带中甚至达到 0.003。而在相关间隔时间 5 s 内, 试件平均应变为 0.0002。可见, PLC 带内应变比平均应变要大一个数量级。由于试件变形集中在 PLC 带内, 带外部分应变接近于 0, 甚至出现负应变区域(图中深色区域), 表明在拉伸过程当中试件出现弹性收缩的现象。通过与没有出现 PLC 带时对比(如 S14 与 A 的对比), 还可以看出, 在出现 PLC 带时, 负应变区域十分显著, 而没有出现 PLC 带时, 负应变区域几乎没有出现。进一步说明了弹性收缩是 PLC 效应固有的特征之一。

根据应变场图像, 通过提取中心线上的应变分布曲线, 可获得 PLC 带沿着拉伸轴方向的宽度, 进一步亦获得带与拉伸轴方向的夹角, 如图 4 所示。结果表明, PLC 带的带宽约为 4~4.5 mm。不论是“/”

方向还是“\”方向,PLC 带均与拉伸轴方向成约为 60° 的夹角,且不随拉伸时间而变化,可见 PLC 带并非沿着最大剪应力方向。

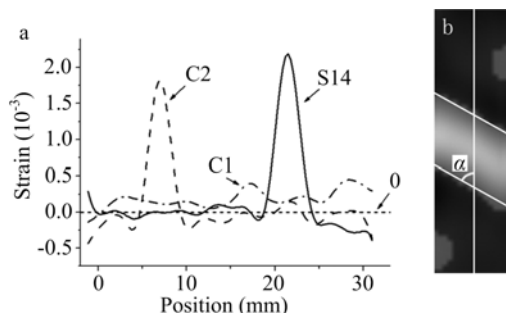


图 4 (a) 中心线上应变随试件空间位置的变化;(b) 带宽和夹角

Fig. 4 (a) strain-position curves at middle line; (b) bandwidth and inclination angle

新型镍钴基高温合金中的 PLC 现象与铝合金实验^[10-13]有许多相似之处:带内应变远大于平均应变;出现弹性收缩现象;与拉伸轴方向夹角约 60° 而非 45° ;与拉伸轴方向夹角发生转向。值得注意的是,铝合金中 PLC 带的宽度与试件最小尺寸相近,但本次实验中,试件最小尺寸(即厚度方向)0.25mm,而 PLC 带宽达到了 4~4.5mm,二者相差一个数量级。考虑到该实验中材料的微观结构相对于铝合金材料更为复杂,如图 5 所示,二者的微观结构差异明显。新型镍钴基高温合金主要有 γ 基体、45%左右的 γ' 沉淀相、硼化物以及碳化物组成,其中 γ' 沉淀相为球状,大小为 200~400nm,且分布十分密集;而在 Al-Mg 合金中主要有 α 基体,第二相为条状,宽约 100nm,长为 100~700nm,且分布极为稀疏。这些微观结构的差异,必将影响宏观上的应力行为,而这很可能是导致二者 PLC 效应的不同特点的重要原因。

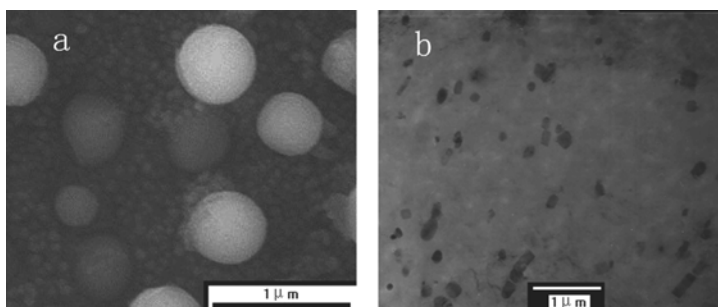


图 5 (a) 镍钴基高温合金微观结构;(b) 铝镁合金微观结构

Fig. 5 (a) Microstructure of Ni-Co base superalloy; (b) microstructure of Al-Mg alloy

4 结 论

在本文中,对新型镍钴基变形高温合金在 400°C 下进行了应变率为 $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 的拉伸实验,并获取了试件在拉伸过程中数字散斑图像。采用数字散斑相关方法对采集获得的图像进行分析,获得了试件在拉伸过程中的各个时刻的应变分布,观察了该合金中伴随 PLC 效应出现的应变局域化现象,即 PLC 带。

从应变分布、带的宽度以及带与拉伸轴方向的夹角等方面进行了分析讨论。实验结果表明,本实验中 PLC 带属于 B+C 混合型;PLC 带内应变比平均应变高一个数量级,而带外应变接近于零;产生 PLC 带的同时出现弹性收缩现象;PLC 带的宽度为 4~4.5mm,与拉伸轴成约 60° 的夹角。最后,与铝合金中 PLC 效应特点进行对比发现,本文中带宽远大于试件最小尺寸(厚度),与铝合金中的带宽与试件最小尺寸相近这一现象截然不同。二者微观结构的差异很可能是导致带宽不同的重要原因。

参考文献:

- [1] 卢俊勇, 蒋震宇, 张青川. Al-Cu 多晶合金中锯齿形屈服现象的时序统计研究[J]. 实验力学, 2005, 20(4): 515—524 (Lu Jun-yong, Jiang Zheng-Yu, Zhang Qing-chuan. Temporal Statistical Analysis of Serrated Yielding in Al-Cu Polycrystals[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2005, 20(4): 515—524(in Chinese))
- [2] 王聪, 徐永波, 韩恩厚. LA41 镁合金的 PLC 效应及其解释[J]. 金属学报, 2006, 42(2): 191—194 (Wang Cong, Xu Yong-bo, Han En-hou. PLC effect and its explanation of LA41magnesium alloys[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2006, 42(2):191—194(in Chinese))
- [3] Nagarjuna S, Anozie F N, Evans J T. Serrated yielding in Cu-1 wt-%Cd alloy[J]. Materials Science and Technology, 2003, 19: 1661—1664.
- [4] Sleeseyk A W. Slow strain-hardening of ingot iron[J]. Acta Metall, 1958, 6: 598—603.
- [5] Mulford R A, Kocks U F. New observations on the mechanisms of dynamic strain aging and of jerky flow[J]. Acta Metall, 1979, 27: 1125—1134.
- [6] Springer F, Nortmann A, Schwink C. A study of basic processes characterizing dynamic strain ageing[J]. Phys Stat Sol A, 1998, 170: 63—81.
- [7] Cui C Y, Gu Y F, Yuan Y, et al. Dynamic strain aging in a new Ni-Co base superalloy[J]. Scripta Materialia, 2011, 64: 502—505.
- [8] Li Xi-de, Wang Kai, Deng Bing. Matched correlation sequence analysis in temporal speckle pattern interferometry [J]. Optics and Laser Technology, 2004, 36(4): 315—322.
- [9] Li Xi-de, Tao Gang. Low-frequency harmonic vibration analysis with temporal speckle pattern interferometry[J]. Optics and Laser Technology, 2002, 34(3): 259—264.
- [10] Wang Huai-wen, Kang Yi-lan. Improved digital speckle correlation method and its application in fracture analysis of metallic foil[J]. Optical Engineering, 2002, 41(11): 2793—2798.
- [11] Kang Yi-lan, Zhang Zhi-feng, Wang Huai-wen. Experimental investigations of the effect of thickness on fracture toughness of metallic foils[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 394(1-2): 312—319.
- [12] Pan Bing, Xie Hui-Min, Wang Zhao-yang, et al. Study on subset size selection in digital image correlation for speckle patterns[J]. Optics Express, 2008, 16(10): 7037—7048.
- [13] Wang Min, Hu Xiao-fang, Wu Xiao-ping. Internal microstructure evolution of aluminum foams under compression [J]. Materials Research Bulletin, 2006, 41(10): 1949—1958.
- [14] Chihab K, Estrin Y, Kubin L P, et al. Kinetics of the Portevin-Le Chatelier bands in an Al-5at%Mg alloy[J]. 1987, 21(2): 203—208.
- [15] Ziegenbein A, Hahner P, Neuhauser H. Correlation of temporal instabilities and spatial localization during Portevin-Le Chatelier deformation of Cu-10 at. % Al and Cu-15 at. % Al[J]. Computational Materials Science, 2000, 19: 27—34.
- [16] Zhang Qing-chuan, Jiang Zheng-yu, Jiang Hui-feng, et al. On the propagation and pulsation of Portevin-Le Chatelier deformation bands: An experimental study with digital speckle pattern metrology[J]. Int J Plasticity, 2005, 21: 2150—2173.
- [17] Jiang Zheng-yu, Zhang Qing-chuan, Jiang Hui-feng, et al. Spatial characteristics of the Portevin-Le Chatelier deformation bands in Al-4 at%Cu polycrystals[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 403(1-2): 154—164.
- [18] Xiang Guo-fu, Zhang Qing-chuan, Liu Hao-wen, et al. Deformation measurements of three types of Portevin-Le Chatelier bands[J]. Chinese Physics, 2006, 15(10): 2378—2384.
- [19] 刘颖文, 张青川, 项国富 等. 白光散斑相关法多尺度分析 Portevin-Le Chatelier 剪切带变形[J]. 实验力学, 2005, 20(3): 487—493 (Liu Hao-wen, Zhang Qing-chuan, Xiang Guo-fu, et al. White-light digital speckle image correlation analysis of the Portevin-Le Chatelier shearing band in multiscale [J]. Journal of Experimental Mechanics, 2005, 20(3): 487—493(in Chinese))
- [20] 曹鹏涛, 张青川, 肖锐 等. 红外测温法研究 Al-Mg 合金中 Portevin-Le Chatelier 效应[J]. 物理学报, 2009, 58(8): 5591—5597 (Cao Peng-tao, Zhang Qing-chuan, Xiao Rui, et al. The Portevin-Le Chatelier effect in Al-Mg

alloy investigated by infrared pyrometry[J]. Acta Physica Sinica, 2009, 58(8): 5591—5597(in Chinese))

- [21] 曹鹏涛, 张青川, 符师桦 等. Al-Mg 合金中锯齿形屈服现象的热分析[J]. 物理学报, 2010, 59(1): 458—465 (Cao Peng-tao, Zhang Qing-chuan, Fu Shi-hua, et al. Thermal analysis of serrated yielding in an Al-Mg alloy[J]. Acta Physica Sinica, 2010, 59(1): 458—465(in Chinese))

Investigation on Portevin-Le Chatelier Effect in a Ni-Co Based Superalloy Base on Digital Speckle Correlation

FU Shi-hua¹, GAO Yue¹, PAN Hua-ye¹, CHENG Teng¹, CUI Chuan-yong², ZHANG Qing-chuan¹

(1. CAS Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Materials, University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China; 2. Superalloys Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: As a new material used in aero-engine turbine disk, Ni-Co based superalloy subjected to tension action presents Portevin-Le Chatelier (PLC) effect within temperature range from 300 to 600°C. In this study, when a Ni-Co based superalloy was subjected to tension action at temperature 400°C, the strain localization phenomena associated with PLC effect, namely PLC band, was investigated by using digital speckle correlation method. Experimental results show that the strain within PLC band is larger than average strain an order of magnitude, but the strain outside PLC band is close to zero. At the same time, the elastic shrinkage is observed outside PLC band, i. e. the area with negative strain exists. PLC bandwidth is about 4~4.5mm, much larger than the minimum size (thickness) of tested specimen, and the angle between PLC band and tension axis is about 60°. Both PLC bandwidth and angle are constant in whole deformation process. Finally, by comparing with PLC effect in Al based alloys, a notable divergence is found, i. e. in Al based alloys, PLC bandwidth is close to the minimum size of specimen.

Keywords: Portevin-Le Chatelier (PLC) effect; dynamic strain aging; superalloy; digital speckle correlation; PLC band