

蠕变镍基单晶高温合金微观结构与界面特征的 X 射线小角散射研究*

孙光爱^{1)†} 陈波¹⁾ 吴二冬²⁾ 闫冠云¹⁾ 黄朝强¹⁾ 李武会²⁾ 吴忠华³⁾ 柳义⁴⁾ 王勃⁴⁾

1) (中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 绵阳 621900)

2) (中国科学院金属研究所材料科学国家实验室, 沈阳 110016)

3) (中国科学院高能物理研究所同步辐射国家实验室, 北京 100049)

4) (中国科学院上海应用物理研究所上海光源国家科学中心, 上海 201800)

(2010 年 3 月 14 日收到; 2010 年 5 月 15 日收到修改稿)

利用 SAXS 技术对蠕变过程中不同尺度范围的微观结构变化分析表明 X 射线小角散射 (SAXS) 与中子小角散射 (SANS) 测量的二维散射图具有明显的差异, 由散射强度曲线的变化说明了蠕变过程中二次析出 γ' 相形貌和不同区域尺寸特征的改变情况. 分析结果表明二次析出 γ' 相存在两类特征尺寸, 在蠕变过程中沿 $[100]$ 或 $[010]$ 方向的变化趋势类似, 均是在第一和第二阶段有所减小, 在第三阶段又有所增大, 相较而言, 特征尺寸较大的 γ' 相变化也较为显著. 二次析出 γ' 相在蠕变第二阶段元素扩散最严重, 相表面最粗糙, 在第三阶段两相界面又进一步明锐; 进一步分析表明随蠕变时间增加由于颗粒增大或总量减小, 二次析出 γ' 相与基体相的界面总面积逐渐减小.

关键词: 单晶高温合金, 二次析出 γ' 相, X 射线小角散射, 微观结构

PACS: 61.05.cf, 72.10.Fk

1. 引言

镍基单晶高温合金有面心立方 (fcc) 结构的 γ 基体相和均匀镶嵌在 γ 基体中有序立方 $L1_2$ 结构的 γ' 沉淀相 (主要成分 Ni_3Al), 高温蠕变性能是其重要特征之一, 蠕变过程中微观结构变化主要体现在立方微观结构的定向粗化, 也就是产生筏化^[1,2]. 在利用衍射技术对合金单晶试样内部应力进行定量表征时, 由于单晶衍射受微观结构影响较为严重, 有些结果尚难以分析和解释^[3-11]. 因此, 对蠕变实验而言, 蠕变过程微观结构变化的细致观察, 特别是两相间的界面问题, 对理解实验结果和判断材料性能显得尤为重要. 电镜和小角散射 (SAS) 都能测定粒子的尺寸和形状, 在结果的精确性上, 电镜比 SAS 高, 但电镜对试样的观察是局部的, 而 SAS 具有统计性好、理论处理简单、信息量大等优点^[12]. 另外, SAS 也可以分析两相间界面等重要参数. 目前, 对镍基单晶高温合金已有许多电镜观测结果, 主要

集中在热处理、蠕变等产生的微观结构和位错组态变化分析^[13-15]. 国外也开展了一些高温合金的中子小角散射实验 (SANS), 获得了 γ' 沉淀相形貌沿不同方向的演化信息^[16-19].

标准热处理过程中的二次时效不可避免的会在一次时效所形成的 γ' 相周围的基体通道内析出二次 γ' 沉淀相, 通常认为由于二次 γ' 相是在 γ 基体通道中析出, 而 γ 基体通道是高温合金的变形通道, 即位错运动的通道, 因此, 二次 γ' 相的析出能够阻碍位错的运动, 有利于提高合金的中温力学性能. 但至今尚未见专门针对二次析出 γ' 沉淀相的研究, 通常一次 γ' 相的尺度在几百 nm, 而二次 γ' 相在几十 nm, 由于 X 射线小角散射 (SAXS) 所表征的尺度范围正好与二次析出 γ' 相的尺寸分布相匹配, 同时 X 射线和中子的散射截面不同, 也可能会得到不同于 SANS 的结构特征, 因此, 本文利用 SAXS 对新研制的镍基单晶高温合金蠕变引起的二次析出 γ' 相微观结构变化和界面特征进行了分析.

* 国家高技术研究发展计划 (批准号: 2009AA03Z535) 和中国工程物理研究院核物理与化学研究所创新基金 (批准号: 2009CX01) 资助的课题.

† E-mail: guangaisun_80@sina.com

2. 实验

2.1. 样品制备与蠕变实验

镍基单晶高温合金采用沿[001]方向的定向凝固工艺制备,其后的固溶处理工艺为 1220 °C/3 h + 1250 °C/3 h/空冷(AC),然后进行两步时效处理 1100 °C/5 h/AC + 870 °C/24 h/AC,完全热处理后利用高分辨扫描电镜观察如图 1 所示,结果表明此局部区域的一次 γ' 相为约 0.4—0.5 μm 的立方形貌,二次 γ' 相为约 50—70 nm 的球形,最终的组织形貌较为理想.蠕变处理是在 1000 °C 环境下沿样品[001]方向施加 235 MPa 的外力,结果样品在 73.14 h 发生断裂,如图 2 所示.图 2 中所示的应变量随时间变化曲线,没有明显的初始阶段,因为在 250 MPa 这种相对较大的应力加载下,蠕变初始阶段的加工硬化现象持续时间很短(2 h 以内);在蠕变第二阶段,应变速率变化较小,存在一个相对平坦的“平台区”(50 h 以内);在蠕变第三阶段出现应变随时间迅速增大(60 h 以后),直至断裂.因此,分别制备了原始样品、蠕变 1.5, 15, 60 和 73.14 h 的样品用于 SAXS 实验测量.

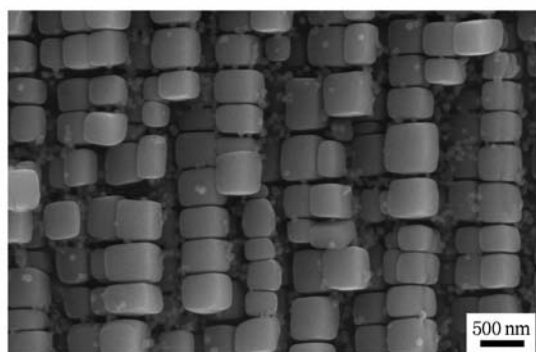


图 1 扫描电镜观察镍基单晶高温合金经完全热处理后一次和二次析出 γ' 沉淀相的形貌

2.2. SAXS 实验与数据处理

为了着重对不同尺度的 γ' 沉淀相进行观察, SAXS 实验测量分别在北京同步辐射装置(BSRF)和上海同步辐射(SINAP)的小角散射实验站上完成,入射 X 射线波长均采用 1.239 Å,设置样品到探测器距离分别为 1.69 m 和 5.32 m,以便能够测量较大范围的散射角度,获得几纳米至一百多纳米尺

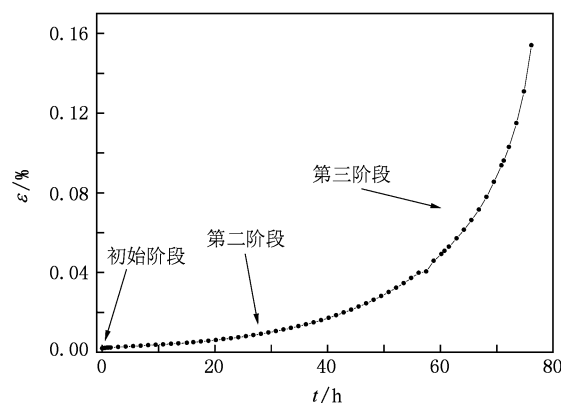


图 2 镍基单晶高温合金的蠕变曲线及阶段划分

度范围的散射信号. SAXS 实验测量的样品均为薄片状,厚度约 20 μm ,入射 X 射线与晶体的[001]方向(薄片的法向)基本平行.由于初始散射曲线除包含因样品本身电子密度不均匀引起的有效散射信号外,还包括样品室(cell)及其他背底散射信号的贡献,因此,需要对实验测量的散射强度谱进行数据修正^[20].修正计算公式为

$$I_{\text{COR}} = (I_{\text{SAM}} - I_{\text{BGD}}) - T_{\text{sample}}(I_{\text{EMP}} - I_{\text{BGD}}), \quad (1)$$

式中, I_{COR} 为修正后样品的散射强度, I_{SAM} 为包括样品室和样品的初始散射强度, I_{BGD} 为纯背底的散射强度, T_{sample} 为样品的透射率, I_{EMP} 为无样品时样品室的散射强度.由于在同步辐射 SAXS 实验中 I_{BGD} 很低,可以忽略,因此(1)式可简化为

$$I_{\text{COR}} = I_{\text{SAM}} - T_{\text{sample}} I_{\text{EMP}}. \quad (2)$$

根据样品室前后的监视器计数(分别表示为 M_1 和 M_2),分别测量有无样品时的数值,可由公式 T_{sample}

$$= \frac{T_{\text{sample+cell}}}{T_{\text{cell}}} = \frac{M_{2\text{sample+cell}} * M_{1\text{cell}}}{M_{1\text{sample+cell}} * M_{2\text{cell}}} \text{ 计算得到 } T_{\text{sample}}.$$

将上述方法在自编程序中实现,可得扣除背底后更为准确的实验结果进行分析.

3. SAXS 实验结果

3.1. 二维散射图分析

图 3 为扣除背底后的 SAXS 二维散射图,在中间位置使用了水平条状的束流阻挡器,目的是防止直穿束流导致探测器的损坏,图中的数据已经经过强度归一,相同的颜色代表相同散射强度.图 3 中的二维散射图均为较规则的圆形,仅是蠕变 15h 的样品出现取向性,这与图 1 中扫描电镜观察的原始样

品二次析出 γ' 相基本为球形相一致. 由于 SAXS 测量的入射 X 射线与晶体的 $[001]$ 方向平行, 因而对小角散射起作用的主要是 $[100]$ 或 $[010]$ 方向的组织结构, 本文蠕变实验形成的扁平状筏化组织若在 $[100]$ 或 $[010]$ 方向观察则表现为板状或针状. 图 3 中蠕变 15h 的 SAXS 二维图出现取向性变化则说明了细小的二次析出 γ' 沉淀相在此过程中也相应地发生了形状改变, 由球形转变为椭球形, 但在蠕变后期随着筏化组织的破坏和不规则, 又有所回复.

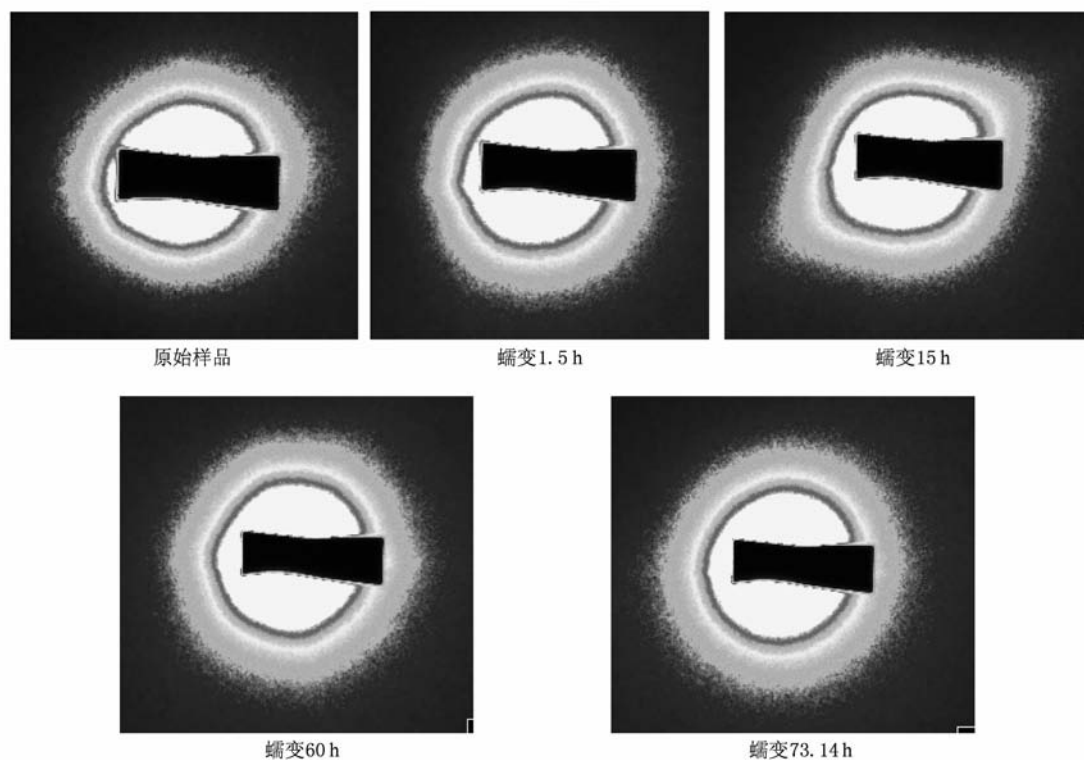


图 3 SAXS 测量镍基单晶高温合金的二维散射图

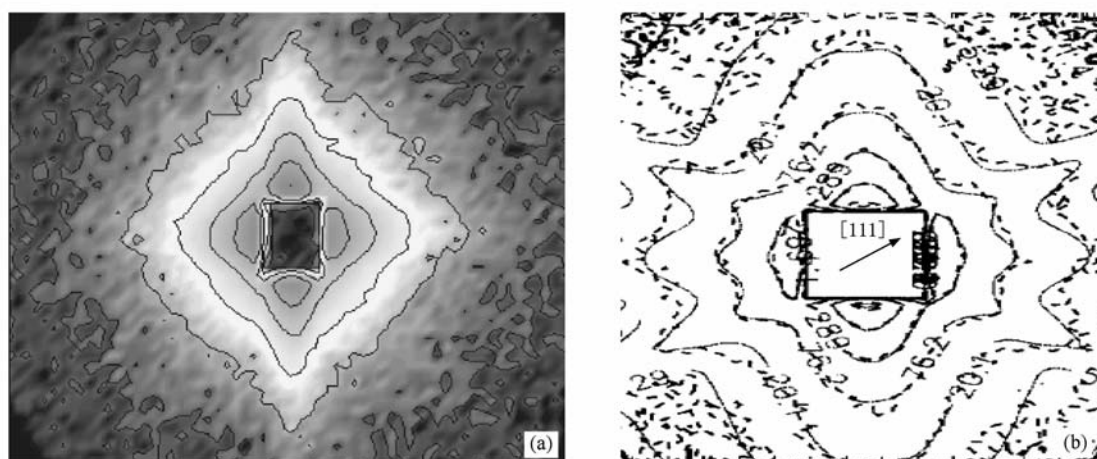


图 4 SANS 的二维散射图 (a) 原始的 MC-NG 合金^[21]; (b) 原始的 SC16 合金^[22]

图 4(a) 为中子小角散射 (SANS) 测量 MC-NG 合金的二维散射图, 可见具有明显的四方对称性, 为典型的一次析出 γ' 沉淀相所体现的立方颗粒散射图形^[21], 体现了大尺度 (特征尺寸约 400 nm) γ' 沉淀相的散射信息, 可见通过这两种小角散射技术可以对 γ' 沉淀相获得较为全面的认识.

图 4(b) 中 SANS 测量 SC16 合金发现沿 $[320]$ 或 $[111]$ 方向二维散射图存在一些条纹状特征, 其原因解释为少量的六方 σ 相所致^[22]. 这种 σ 相的形

成元素主要是 Al, Ti 和 Ta, 特别是 Ti 元素将促进 σ 相的形成, 其形貌为板状或针状. 而本文的 SAXS 散射图中则没有出现明显的条纹特征. 这种二维散射图的差别除了受 σ 相含量和尺度较大(通常认为在几百个纳米以上)的影响外^[23-25], 中子与 X 射线对相同元素的散射截面不同也是主要原因之一, 特别是 Ti 元素对中子的散射长度为负值, 即使在 σ 相含量很小, 也会出现很强的散射特征; 而 X 射线的散射截面随原子序数逐渐增加, σ 相产生散射信号的差异不十分明显.

3.2. 小尺寸二次析出 γ' 相结构演化特征

利用扇形数据拾取方式获得表征小尺寸二次析出 γ' 相的较大散射角度处散射强度 I 与散射矢量 q 的关系如图 5 所示, 图中散射曲线经过了强度归一并扣除了本底影响. 由图 5 可知, 在 $0.25-1 \text{ nm}^{-1}$ 区域, 不同蠕变时间样品的散射曲线具有明显的不同. 在该区域原始样品散射曲线表现为平台形式, 而随蠕变时间的增加其他样品的散射强度逐步下降. 根据小角散射理论, 实验曲线上小角度一侧主要反应了旋转半径大的粒子的影响, 而小粒子的影响仅在大角一侧变得显著, 因此, 这种散射强度的逐渐减小应主要反映了由于高温和外加应力的作用使得尺度为十几纳米的细小二次析出 γ' 沉淀相总量在明显减少. 另外, 在实验曲线趋向大角一侧散射强度分布也可以反映粒子形状的差异^[26], 在散射粒子体积相同的情况下, 椭球形(平板状)粒子在高角度处的散射强度低于球形, 在特征尺寸相同的情况下, 在趋向高角度处椭球形(平板状)粒子散射强度下降比球形粒子慢, 因而, 蠕变 15h 散射曲线的反常变化进一步证实了二次析出 γ' 沉淀相形状扁平化的改变.

为了能够更为细致的分析这种蠕变过程引起的变化, 图 6 将蠕变不同时间的散射曲线与原始样品曲线进行了相除, 以突出蠕变后曲线的变化特征. 由图 6 可知, 蠕变导致的曲线特征变化范围在 0.28 nm^{-1} 左右, 高于 0.7 nm^{-1} 时散射比例基本没有太大变化, 这种随蠕变时间延长散射强度的增加这说明特征尺寸为 $15-35 \text{ nm}$ 的二次析出 γ' 沉淀相数量增多, 图 6 中散射曲线在 $0.3-0.7 \text{ nm}^{-1}$ 区域的下降趋势随蠕变时间增加而逐渐变缓, 则表明蠕变高温和外力促进了细小 γ' 沉淀相的进一步析

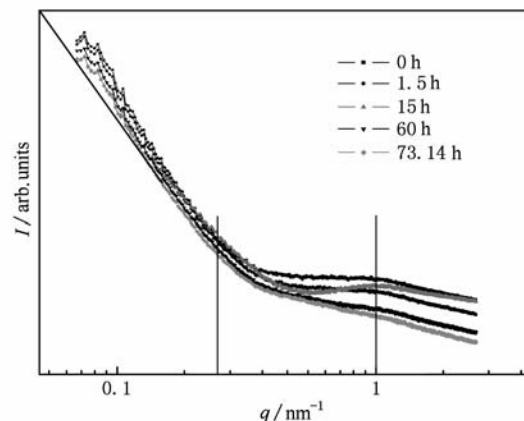


图 5 大散射角度处的散射强度 I 与散射矢量 q 的关系曲线

出和长大. 图 6 中蠕变 15 h 散射曲线的反常变化同样应是受到了二维散射图的取向性影响.

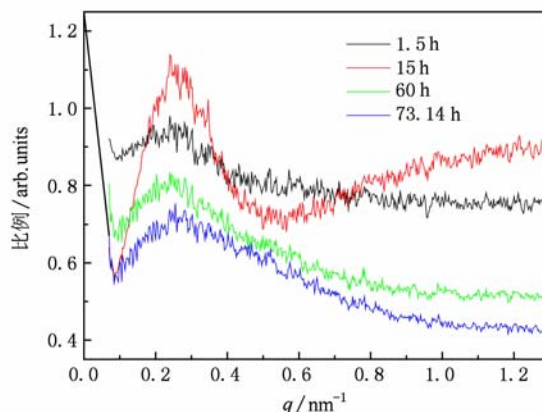
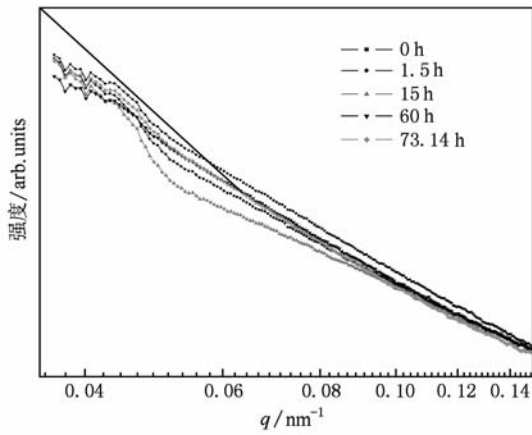


图 6 不同蠕变时间的散射曲线相对原始样品散射曲线的变化

3.3. 大尺寸二次析出 γ' 相结构演化特征

图 7 为表征大尺寸二次析出 γ' 相结构的较小散射角处散射强度 I 与散射矢量 q 的关系曲线, 散射曲线同样进行了强度归一和本底散射修正. 图 7 中散射曲线在 0.05 nm^{-1} 处样品曲线存在一个凹陷, 其中蠕变 1.5 h 和 15 h 曲线的下降幅度较大, 形状基本相同, 斜率稍有差异, 这种变化说明在蠕变的第一和第二阶段由于定向粗化的发生, 使得 100 nm 左右的大尺寸二次析出 γ' 沉淀相数量逐渐减小, 而在蠕变的第三阶段由于外加应力的作用破坏了规则的筏化结构, 因而导致了在 $[100]$ 或 $[010]$ 方向观察 γ' 沉淀相又有所恢复. 图 7 同时还反映了散射曲线斜率的改变, 将在后面予以详细讨论.

图7 小散射角度范围的散射强度 I 与散射矢量 q 的关系曲线

4. 结果分析与讨论

利用 Guinier 公式, $I(q) = I_0 \exp(-R_g^2 q^2/3)$, 可以分析二次析出 γ' 相的特征尺寸变化, 式中 I_0 是常数, R_g 是散射体的回转半径, 与散射体形状相关的几何参数. 对散射强度曲线作 $\ln I(q) - q^2$ 关系变换, 可得 $\ln I(q) = \ln I_0 - R_g^2 q^2/3$, 由此直线关系的斜率 $B = -R_g^2/3$, 可求出散射体的回转半径 $R_g = (-3B)^{1/2}$. 在小角散射中 R_g 与样品具体形状相关, 对于球状散射体其直径 $L = 2R_g$, 对于薄板状散射体其厚度 $t = 2R_g$. 利用本文实验数据绘制的 Guinier 曲线如图 8 所示, 图中曲线在 $q^2 = 0.006 \text{ nm}^{-2}$ 附近近似存在拐点, 因而采取了分段拟合的方式, 计算结果见表 1. 由表 1 可知, 二次析出的 γ' 沉淀相存在两类特征尺寸, 一类特征尺寸约为 70—80 nm, 另一类特征尺寸为 40 nm 左右, 与扫描电镜的观察结果基本一致, 统计性地给出了更具代表性的尺寸数据^[17, 19, 27—29]. 表 1 同时说明了两类二次析出 γ' 沉淀相在蠕变过程中的变化趋势类似, 在蠕变第一和第二阶段, 由于二次 γ' 沉淀相形貌的改变, 其在 [100] 或 [010] 方向的特征尺寸有所减小; 在蠕变第三阶段又有所增大, 断裂时甚至超过了原始样品中的特征尺寸. 相较而言, 特征尺寸较小的二次析出 γ' 相随蠕变时间的改变不太明显, 蠕变变形对其影响较弱.

形态(结构)、功能和信息等方面具有相似性的分形物体产生的散射曲线服从指数规律, $I(q) = I_0 * q^{-D}$, 式中, I_0 和 D 是常数, D 的大小决定散射体系的自相似性质^[30]. 对散射强度曲线作 $\ln I(q) - \ln q$ 关

系变换可得到分形曲线, 即 $\ln I(q) = \ln I_0 - D \ln q$, 由该曲线的直线部分斜率 D 可求得散射体系得分形维数. 对图 5 和图 7 中 SAXS 测量两类不同区域的蠕变镍基单晶高温合金散射谱的直线部分进行分形理论拟合, 进而计算的分形斜率值见表 1. 可见分形直线斜率值在蠕变过程中的变化也是先减小后增大, 在蠕变 15 h 的第二阶段出现极小值, 约为 2.9 左右. 根据分形定律, 若 D 值接近 3, 则表明表面非常粗糙, 当 $3 < D \leq 4$ 时, 分形维数 $D_s = 6 - D$, 称为表面分形, 此时散射体为致密物质, 若 D 值为 4 表明其表面光滑.

蠕变实验是在高温环境下沿 [001] 方向施加拉应力, 在这种应力和能量梯度的驱动下, 两相之间会发生相应的元素扩散迁移, 将平行于 [001] 方向的 γ 相称为垂直通道, 平行于 [100] 和 [010] 方向的称为水平通道, 元素路径就是 γ' 相形成元素由水平通道界面逐渐向垂直通道的相界面扩散, 而 γ 相形成元素由垂直通道逐渐向水平通道的相界面扩散. 由表 1 中分形曲线斜率的减小可知, 二次 γ' 沉淀相在蠕变 15 h 的第二阶段元素扩散最严重, γ' 相表面最粗糙, γ/γ' 两相界面最模糊. 这种元素扩散的结果就是垂直通道中相邻 γ' 相颗粒逐渐连在一起, 而水平通道中 γ 相逐渐变厚, 最终形成扁平状伐化组织^[31, 32]. 进入蠕变第三阶段表 1 中分形曲线的斜率 D 值又开始增大, 则表明此时两相界面又进一步明锐, 元素扩散作用减弱. 表 1 中分形曲线的斜率 D 值均小于 4, 进一步说明了二次 γ' 沉淀相始终没有形成规则的立方形状和绝对平滑的表面. 由于蠕变 15 h 样品的二维散射图出现了取向性, 图 9 分别沿取向的长短轴两个方向进行了分形拟合, 结果表明分形曲线的斜率值偏差不大, 分别为 3.02 和 2.99,

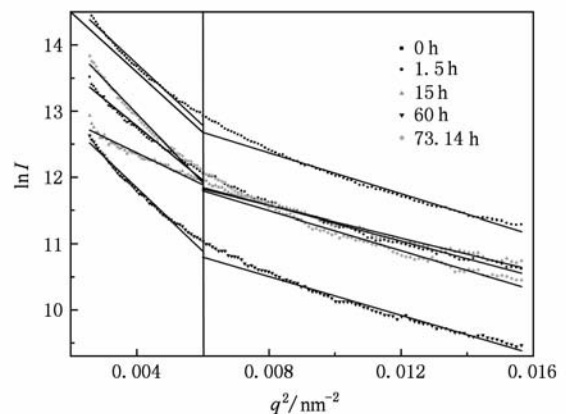


图8 SAXS 散射强度曲线的 Guinier 拟合

没有本质上的区别. 图 5 和图 9 中的散射曲线在 $q = 0.3 \text{ nm}^{-1}$ 左右具有明显的拐点, 出现了两个线性段, 在更大 q 区域的 D 值均小于 2, 此时分形维数 $D_m = D$, 称为质量分形, 表明小尺度的二次析出 γ' 相为弥散的疏松体, 散射密度的差值不明显.

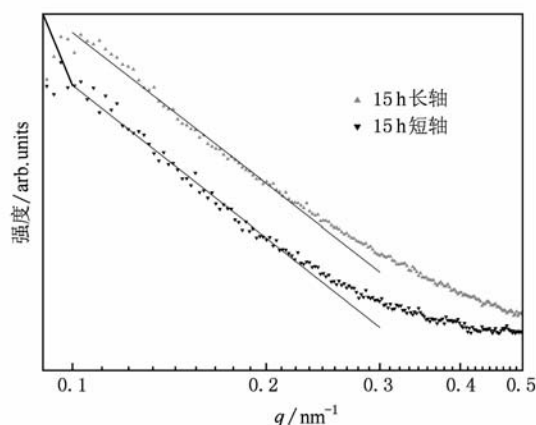


图 9 蠕变 15 h 散射曲线的分形拟合

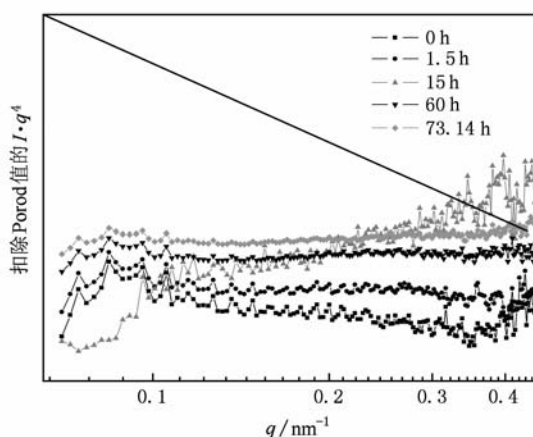


图 10 扣除 Porod 常数后的 Porod 曲线变化趋势

表 1 由 SAXS 实验计算得到的样品特征参数随蠕变时间的关系

蠕变时间/h	0	1.5	15	60	73.14
R_{g1}/nm	37.4	35.1	26.9	37.8	39.6
R_{g2}/nm	21.6	20.0	19.1	21.0	21.2
低散射角分形斜率 D_1	3.57	3.32	2.81	3.54	3.70
高散射角分形斜率 D_2	3.69	3.60	2.99	3.02	3.42
Porod 值	9.66	8.78		7.22	6.15

由 Porod 定理可以判断两相的界面状况, $I(q) = I_e 2\pi\rho^2 S/q^4$, 式中 ρ 为两相间的电子密度差, I_e 为常数, S 为总表面积. 如果两相有明锐的界面, 在 q

趋于大值处, I 与 q^4 的乘积为一常数, 也就是 $\lim_{q \rightarrow \infty} [I(q) \cdot q^4] = K$ (K 为 Porod 常数). 根据 SAXS 测量数据计算的 Porod 值列于表 1, 扣除 Porod 常数后的曲线变化关系如图 10 所示. 图 10 中原始样品具有轻微负偏离, 根据 SAXS 理论引起材料中电子密度不均匀的主要因素有材料结构的无序、材料中的微孔洞、缺陷以及析出相等^[33], 因此, 这种负偏离应该是由二次析出 γ' 相分布不太均匀, 以及与 γ 基体相之间相界面不明锐所致. 蠕变之后图 10 中曲线逐渐出现正偏离, 这种正偏离则应是由于蠕变的高温 and 应力加载引起了材料中的热密度起伏以及二次析出 γ' 相内电子密度的起伏等, 这在蠕变 15h 的第二阶段表现尤为显著, 因而正是这种热密度与电子密度的起伏使得此时元素扩散驱动力最大, 与分形表征的扩散最明显相一致. 表 1 中计算的 Porod 数值随蠕变时间增加逐渐减小, 表明二次析出 γ' 沉淀相颗粒在蠕变过程中总体呈现为颗粒增大或总量减小的趋势, 降低了两相界面面积, 从而使总体散射强度逐步减小.

5. 结 论

利用 SAXS 技术对镍基单晶高温合金在蠕变不同阶段的二次析出 γ' 沉淀相形貌、特征尺寸和界面特征等进行了较为详细的表征分析, 结果表明:

1. 在蠕变第二阶段二次析出 γ' 沉淀相形状发生了扁平化改变, 蠕变逐步促进了十几纳米的细小二次析出 γ' 相部分长大为特征尺寸为 15—35 nm 的 γ' 沉淀相, 同时筏化也导致了 100 nm 左右的 γ' 相数量显著减小.

2. 二次析出 γ' 沉淀相存在两类特征尺寸, 一类约为 70—80 nm, 另一类约为 40 nm 左右, 在蠕变过程中的变化趋势类似, 沿 $[100]$ 或 $[010]$ 方向均是在第一和第二阶段有所减小, 在第三阶段又有所增大, 特征尺寸较小时变化相对较弱.

3. 二次 γ' 沉淀相在蠕变 15 h 的第二阶段元素扩散最严重, 相表面最粗糙, 在蠕变第三阶段又进一步明锐. 进一步分析结果表明蠕变高温和应力加载引起了材料中的热密度起伏以及二次析出 γ' 沉淀相内电子密度的起伏, 使得在蠕变第二阶段元素扩散驱动力最大. 蠕变过程中二次析出 γ' 相总体呈现为颗粒增大或总量减小的趋势, 两相界面面积和总体散射强度逐步减小.

- [1] Mughrabi H, Tetzlaff U 2000 *Adv. Eng. Mater.* **2** 319
- [2] Roger C R 2006 *The superalloys fundamentals and applications* (Cambridge: Cambridge University Press) p91
- [3] Ma S, Brown D, Bourke M A M, Daymond M R, Majumdar B S 2005 *Mater. Sci. Eng. A* **399** 144
- [4] Wu E D, Zhang J, Chen B, Sun G A, Ji V, Hughes D, Pirling T 2008 *J. Phys. : Condens. Matter* **20** 104255
- [5] Sun G A, Chen B, Chen H, Wu E D, Zhang J, Ji V, Hughes D, Pirling T 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 2549 (in Chinese) [孙光爱、陈波、陈华、吴二冬、张俊、稽宁、Hughes D、Pirling T 2009 物理学报 **58** 2549]
- [6] Yu Q M, Yue Z F, Wen Z X 2008 *Mater. Sci. Eng. A* **477** 319
- [7] Wu E, Li J C, Zhang J, Wang S C, Xie G, Zhang J, Chen B, Sun G A, Ji V, Hughes D, Pirling T 2008 *Metall. Mater. Trans. A* **39** 3141
- [8] Jacques A, Diologent F, Bastie P 2004 *Mater. Sci. Eng. A* **387-389** 944
- [9] Gilles R, Mukherji D, Hoelzel M, Strunz P 2006 *Acta Mater.* **54** 1307
- [10] Biermann H, Strehler M, Mughrabi H 1996 *Metall. Mater. Trans. A* **27** 1003
- [11] Link T, Epishin A, Bruckner U, Portella P 2000 *Acta Mater.* **48** 1981
- [12] Guinier A, Fournet G 1955 *Small-angle scattering of X-rays* (New York: Wiley Press)
- [13] Zhang J X, Wang J C, Harada H, Koizumi Y 2005 *Acta Materialia* **53** 4623
- [14] Yu J J, Sun X F, Zhao N R, Jin T, Guan H R, Hu Z Q 2007 *Mater. Sci. Eng. A* **460-461** 420
- [15] Zhang J X, Murakumo T, Koizumi Y, Kobayashi T, Harada H 2003 *Acta Mater.* **51** 5073
- [16] Zrnik J, Strunz P, Maldini M, Wiedenmann A, Davydov V 2008 *J. Phys. Condens. Matter* **20** 104261
- [17] Ratel N, Bruno G, Deme B 2005 *J. Phys. Condens. Matter* **17** 7061
- [18] Rogante M, Lebedev V T 2008 *Mater. Desig.* **29** 1060
- [19] Veron M, Bastie P 1997 *Acta Mater.* **45** 3277
- [20] Du X M, Wu E D, Dong B Z, Wu Z H, Yuan X Z 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 5782 (in Chinese) [杜晓明、吴二冬、董宝中、吴忠华、苑学众 2008 物理学报 **57** 5782]
- [21] Ratel N 2007 *Investigation of the strain induced rafting of γ' particles in single crystals nickel based superalloys* p72, Dissertation, Joseph Fourier University.
- [22] Gilles R, Mukherji D, Strunz P, Barbier B, Wiedenmann A, Wahi R P 1998 *Scripta Mater.* **38** 803
- [23] Qin X Z, Guo J T, Yuan C, Hou J S, Ye H Q 2008 *Mater. Lett.* **62** 258
- [24] Gilles R, Mukherji D, Strunz P, Barbier B, Wiedenmann A, Wahi R P 1998 *Phys. B* **241-243** 347
- [25] Gilles R, Mukherji D, Strunz P, Lieske S, Wiedenmann A, Wahi R P 1998 *Scripta Mater.* **39** 715
- [26] Zhu Y P 2008 *X-ray Small Angle Scattering- theory, testing, calculation and application* (Beijing: Chemical Industry Press) p39 (in Chinese) [朱育平 2008 小角 X 射线散射—理论、测试、计算及应用 (北京: 化学工业出版社) 第 39 页]
- [27] Ratel N, Deme B, Bastie P, Caron P 2008 *Scripta Mater.* **59** 1167
- [28] Brass A M, Chene J 2000 *Scripta Mater.* **43** 913
- [29] Strunz P, Mukherji D, Nath O, Gilles R, Rosler J 2006 *Phys. B* **385-386** 626
- [30] Schmidt P W 1991 *J. Appl. Cryst.* **24** 414
- [31] Nabarro F R N 1996 *Metall. Mater. Trans. A* **27** 513
- [32] Svoboda J, Lukas P 1996 *Acta Mater.* **44** 2557
- [33] Meng Z F 1996 *Small-angle X-ray scattering theory and application* (Changchun: Jilin Science and Technology Press) p126 (in Chinese) [孟昭富 1996 小角 X 射线散射理论及应用 (长春: 吉林科学技术出版社) 第 126 页]

Small angle X-ray scattering study of the microstructure and interface characteristics of single crystal superalloys during creep process *

Sun Guang-Ai^{1)†} Chen Bo¹⁾ Wu Er-Dong²⁾ Yan Guan-Yun¹⁾ Huang Chao-Qiang¹⁾

Li Wu-Hui²⁾ Wu Zhong-Hua³⁾ Liu Yi⁴⁾ Wang Jie⁴⁾

1) (*Institute of Nuclear Physics and Chemistry, CAEP, Mianyang 621900, China*)

2) (*National Laboratory for Materials Science, IMR CAS, Shenyang 110016, China*)

3) (*Institute of High Energy Physics, CAS, Beijing 100049, China*)

4) (*Institute of Shanghai Apply Physics, CAS, Shanghai 201800, China*)

(Received 14 March 2010; revised manuscript received 15 May 2010)

Abstract

The two-dimensional scattering patterns for micro-structural changes during creep observed by SAXS are different from that obtained by SANS technique. The changes in morphology and size characteristics of different regions of the secondary γ' precipitates have been demonstrated by the variation of SAXS scattering intensity. The results show that the secondary γ' precipitates have two types of feature sizes, which have similar trends of change during the creep process characterized by decreasing in the first and second stage and increasing in the final stage. As comparison shows, the larger γ' precipitates have more noticeable changes. The elements of the secondary γ' precipitates diffuse seriously in the second stage with the character of creep 15 h, the surfaces of γ' phase are blurred, and interfaces of two-phase become clear again in the final stage. Due to the increasing size or the reducing number of the secondary γ' phase, the total area of interfaces between the secondary γ' precipitates and matrix phase then decreases.

Keywords: single crystal superalloy, secondary γ' precipitate, small angle X-ray scattering, microstructure

PACS: 61.05.cf, 72.10.Fk

* Project supported by the National High Technology Research and Development Program 863 (Grant No. 2009AA03Z535) and the Innovation Fund of Institute of Nuclear Physics and Chemistry (Grant No. 2009CX01).

† E-mail: guangaisun_80@sina.com