

K418B 合金 900 °C 长期时效显微组织和力学性能演变

张楚博, 蹇磊, 张明军, 张丽辉

(中国航发北京航空材料研究院, 北京 100095)

摘要: 研究了900 °C长期时效对K418B合金的显微组织以及力学性能的影响。采用热力学计算软件JMatPro对合金中相的稳定性及体积百分比进行计算。借助扫描电镜及附带的能谱仪对显微组织及成分进行分析。使用Image-Pro Plus软件对碳化物和 γ' 相的尺寸以及体积分数进行统计分析。结果表明: 随着时效时间的增长, 室温拉伸强度 σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 逐渐下降, 塑性变化不明显; 750 °C高温下的拉伸性能与室温拉伸的变化规律相同, σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 随着时效时间的增长, 总体呈现下降趋势, 塑性的变化规律不明显; 760 °C/530 MPa持久寿命逐渐下降, 塑性逐渐上升。982 °C/152 MPa持久寿命随着时效时间的增长, 持久寿命呈现下降趋势, 持久塑性的变化是随着时效时间的增长, 塑性得到明显的提升。长期时效后由于组织发生变化导致材料强度逐步降低, 材料塑性呈现上升的趋势。

关键词: 镍基高温合金; K418B; 长期时效; 显微组织; 力学性能

高温合金在高温服役下, 组织中的初始相倾向于向平衡相转变。在一定热暴露温度以及长时暴露条件下, 原子扩散会引起大量相变^[1-3]。这些变化包括 γ' 相的粗化和聚合, 在晶界形成连续的次生 $M_{23}C_6$ 型碳化物、初生MC型碳化物分解退化以及形成TCP相, 如 μ 相^[4-6]。微观组织的变化会引起材料的硬度、抗拉强度和持久寿命等关键力学性能指标的下降^[7-8]。高温合金在长期使用过程中的一些组织变化, 如初生MC型碳化物的分解, 都是不可逆的。这些微观组织的变化会降低合金的使用寿命, 或者导致零件完全报废^[9-10]。因此, 了解这些微观组织变化的机理对于延长高温合金的使用寿命至关重要。

K418B合金具有良好的铸造性能、高温强度以及耐热腐蚀性能, 用于制备1 000 °C以下工作的燃气涡轮发动机叶片和导向叶片、整体叶盘、整体导向器等关键热端部件^[11-12]。目前还没有关于K418B合金长期时效后显微组织与力学性能的研究报道。因此, 需要研究K418B合金在长期时效过程中组织以及力学性能的变化, 考虑到K418B合金用作涡轮工作叶片和整体涡轮时, 工作温度为900 °C左右, 最终长期时效温度选择为900 °C。

本文讨论K418B合金长期时效过程中 γ' 沉淀相的演化特征、MC型碳化物分解对合金力学性能的影响和强化机制, 为K418B合金长期应用提供理论依据。

1 试验方法

试验所用到的K418B母合金在1 000 kg真空感应炉中熔炼浇注成 $\Phi 90$ mm的合金锭, 化学成分见表1。采用表面细化的壳型, 在真空感应炉上重熔浇注成等轴晶试棒, 壳型预热温度为950 °C, 浇注温度为1 460 °C。浇注后的试棒在900 °C进行50、100、500、1 000、2 000、3 000、4 000和5 000 h长期时效, 最后将试棒加工成性能试样。

作者简介:

张楚博(1991-), 男, 硕士, 工程师, 主要从事高温合金铸造工艺的研究工作。
电话: 010-62498318,
E-mail: 1720011577@qq.com

中图分类号: TG132.32

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2024)03-0357-07

收稿日期:

2024-02-21 收到初稿,
2024-02-25 收到修订稿。

表1 K418B合金的化学成分
Table 1 Chemical composition of K418B alloy $w_B/\%$

C	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	B	Zr	Ni
0.05	12.0	4.5	2.0	0.7	6.0	0.01	0.1	余量

为了预测合金中相的稳定性以及体积分数,使用热力学计算软件JMatPro进行模拟。为了更精确地研究显微组织的变化,使用扫描电子显微镜对样品进行观察。扫描电镜配备能谱仪对所观察的显微组织进行成分分析。碳化物、 γ' 相和TCP相的尺寸以及体积分数,使用Image-Pro Plus软件进行统计分析。

拉伸测试按照HB 5143—2001和HB 5195—1996的规定在25℃(室温)和750℃(中温)进行测试。持久测试按照HB 5150—1996规范进行,分别进行760℃/530 MPa以及980℃/152 MPa下的测试。拉伸以

及持久数据均为3根试样的平均值。

2 结果分析与讨论

2.1 热力学计算

图1a为600~1400℃之间预测的平衡相及其体积分数。平衡相图表明,在高于1350℃的温度下,仅存在液相。 γ 和液相在1298~1350℃之间共存。在1317℃时会析出 M_3B_2 化物,在1307℃析出MC碳化物,在1194℃时析出 γ' 相,在1162℃析出 $M_{23}C_6$ 碳化物,在620℃会有微量TCP(μ 相)生成。

图1b是图1a的局部放大图。由图可知,在低于1162℃的条件下,MC型碳化物有消失的趋势,逐渐被 M_3B_2 型硼化物以及 $M_{23}C_6$ 型碳化物取代。在低于620℃的条件下, μ 相逐渐析出。

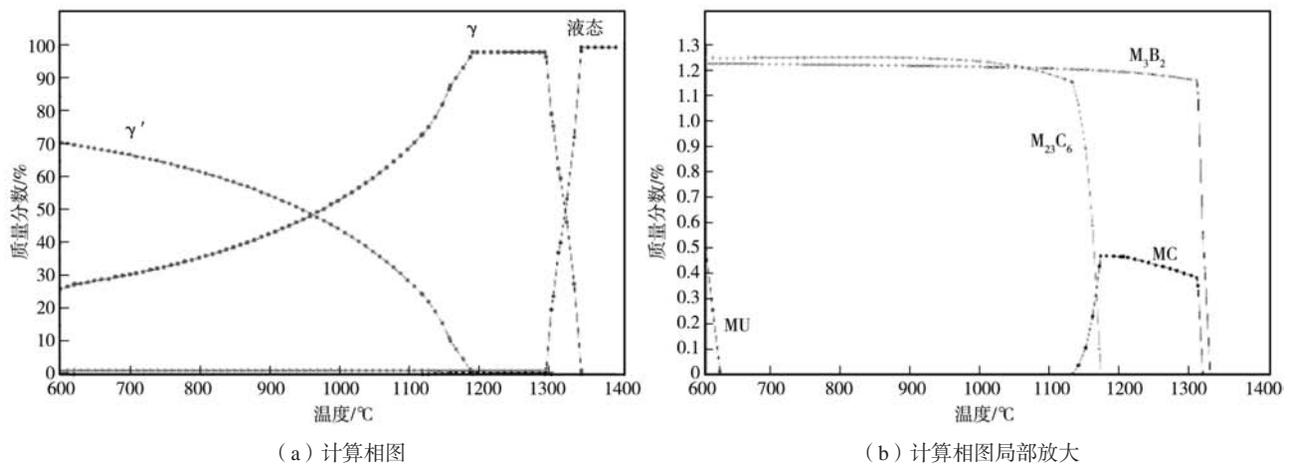


图1 热力学计算相图

Fig. 1 Thermodynamic calculation phase diagram

2.2 铸态组织

K418B合金的铸态组织中 γ' 相呈较规则立方形相貌(图2a), γ' 相平均尺寸约为0.54 μm ,体积分数为54%。碳化物以骨架或点块状为主(图2b和图2c)主要分布在枝晶间以及晶界,体积分数为1.07%,对碳化物进行能谱分析,结果表明碳化物为富Nb的MC型碳化物。 γ - γ' 共晶相分布于枝晶间以及晶界,共晶上有一些细小的碳化物(图2c),细小碳化物尺寸为10~30 μm 。

2.3 长期时效后 γ' 相演变规律

由于枝晶间 γ' 相相貌复杂且极其不规则,不利于系统分析合金在长期时效过程中 γ' 相的演变特征,因此仅选取枝晶干处 γ' 相对其进行分析表征。通常长期时效过程中 γ' 相按照Ostwald熟化方式长大,即尺寸较

大的 γ' 相长大,尺寸较小的 γ' 相逐步溶解到基体中,表现出来的现象就是较大 γ' 相吞并较小 γ' 相, γ' 相长大过程本质上就是元素扩散的过程,温度越高时间越长,元素扩散越快, γ' 相长大速度越快。

经900℃,50、100、500、1000、2000、3000、4000和5000 h无载荷长期时效后,合金中组织变化见图3。由图3可知,在900℃时效温度下,K418B合金随着长期时效时间的延长, γ' 相逐渐粗化(长大),至500 h后, γ' 相发生相互聚集长大,形成不规则形状如条形、L形、垂直搭桥等形状。继续延长时效时间至1000 h后, γ' 相基本上均发生条形长大,这种条形组织类似高温蠕变变形后的筏排化组织,但其方向不一致。2000 h后, γ' 相长大明显,但形貌更加不规则。900℃长期时效时,由于时效温度较高,合金扩散速度较快,界面能降低幅度较大,致使 γ' 相长大速度较快。

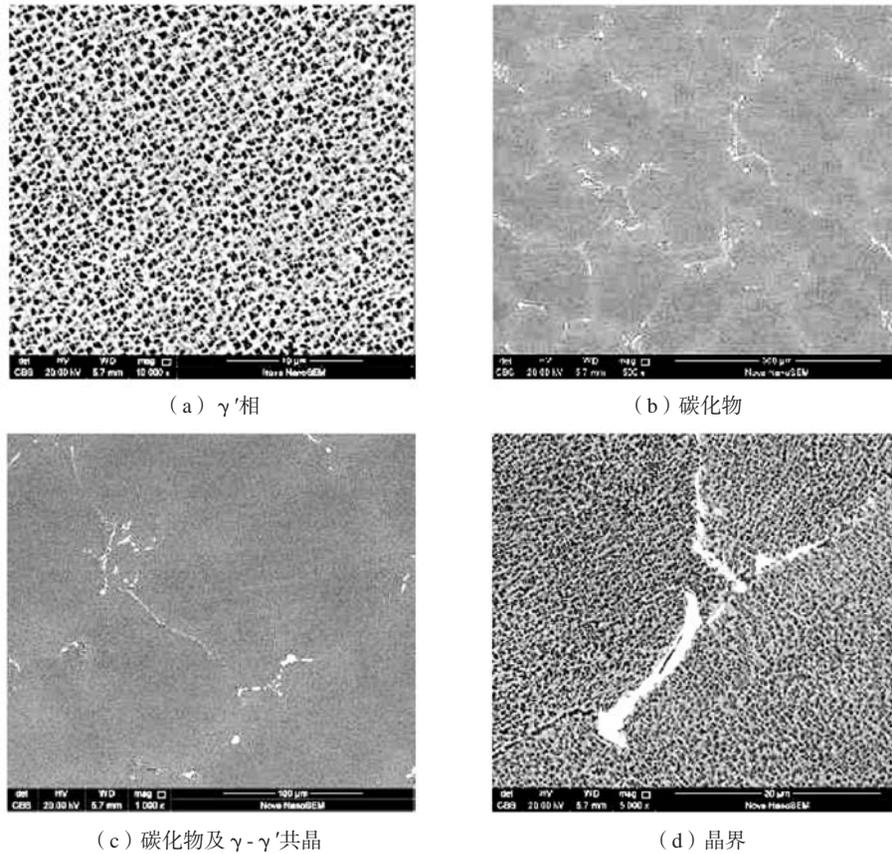


图2 K418B合金铸态组织

Fig. 2 As-cast microstructure of the K418B

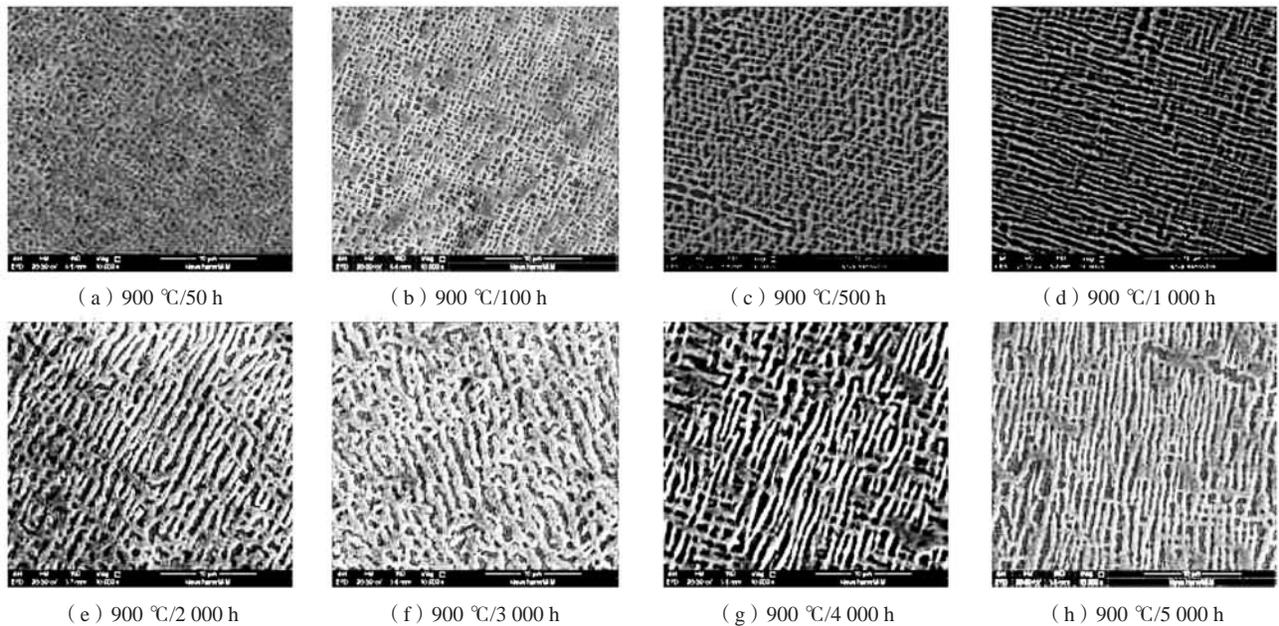


图3 不同时效时间 γ' 相典型形貌

Fig. 3 Typical morphology of γ' phase with different aging time

为了定量表征合金 γ' 相的体积分数随900 °C长期时效时间的变化规律, 对经不同时间时效后合金的 γ' 相体积分数进行定量统计 (图4), 结果表明, 随着

时效时间的延长 γ' 相体积分数呈现波浪式变化, 由无时效的54%降低到50 h的42%, 再逐步升高到5 000 h的56%。这是因为在长期时效的过程中 γ' 相首先回溶到

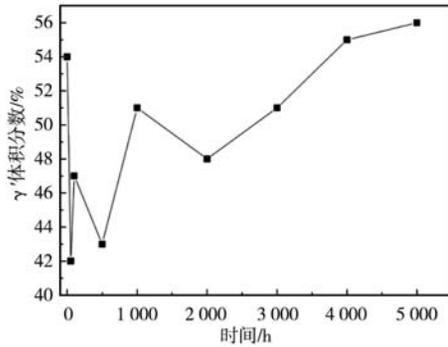


图4 γ'相体积分数随时效时间的变化曲线

Fig. 4 The change curve of γ' phase volume fraction with different aging time

γ基体中，体积分数减少，500 h后γ'相不断长大，导致γ'相再次升高。

2.4 长期时效后碳化物演变规律

碳化物作为高温合金中另一种主要的组成相，具有提高合金高温强度和热稳定性的作用，但对合金的塑性不利。热暴露及长期服役会促使碳化物发生反应。在长期时效过程中，不稳定的碳化物会发生分解。同时，由于原子有足够时间进行扩散，相互结合的几率大大增加，又促进碳化物的形成。因此合金中会有次生碳化物析出。对于K418B合金来说，铸态合金中碳化物以骨架或点块状MC型为主。而经900℃/50 h长期时效后，合金中碳化物相对铸态组织无明显变化（图5）。500~5 000 h（900℃）长期时效后，MC型碳化物进一步分解，总体仍以白色MC型碳化物（富含Nb）为主。MC碳化物周围的γ'层逐渐增厚，随着时效时间的进一步延长，上述转变趋势更加明显。

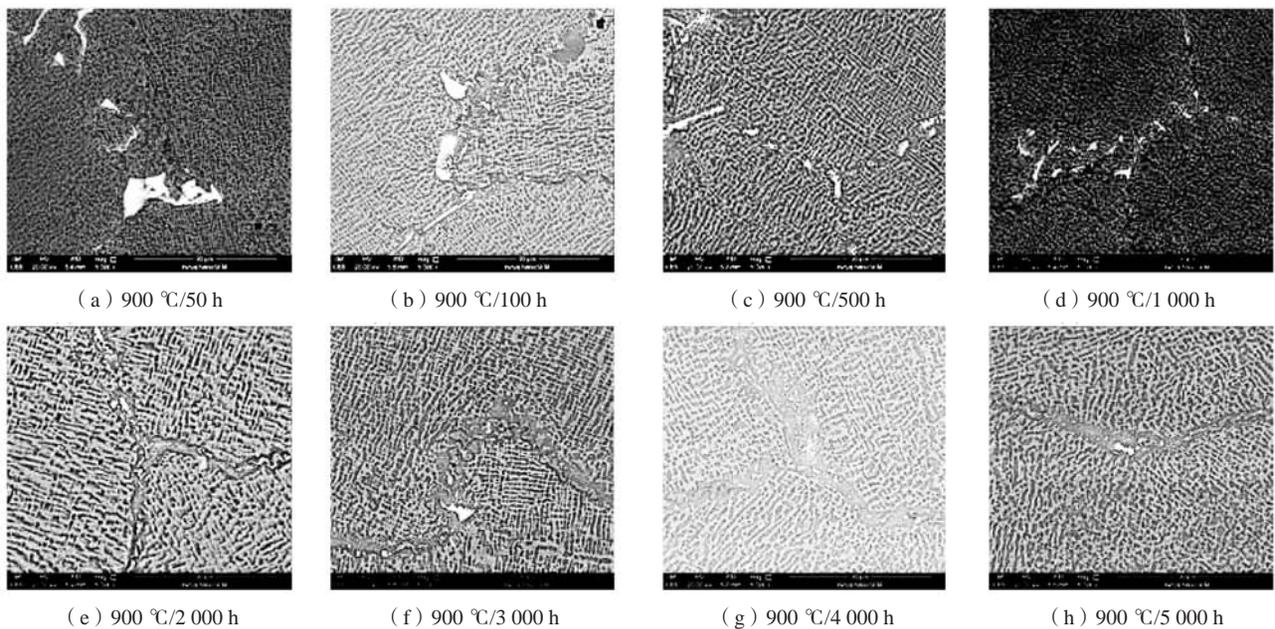


图5 不同时效时间碳化物典型形貌

Fig. 5 Typical morphology of carbides with different aging time

为了定量描述MC型碳化物的分解过程，选取MC型碳化物的相对面积分数作为衡量其转变程度的重要参量（图6），合金的MC型碳化物的相对面积分数随时效时间的延长呈下降趋势。

上述结果表明，MC型碳化物随着时效时间的延长会逐步分解。残留的MC型碳化物逐渐减少，相对面积分数不断减少。900℃/5 000 h时的枝晶间和晶界碳化物形貌呈细小颗粒状，MC型碳化物分解反应式近似为： $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$ ，由于 $M_{23}C_6$ 碳化物析出量极少，在热力学计算中算出，但在实际金相照片中未发现。

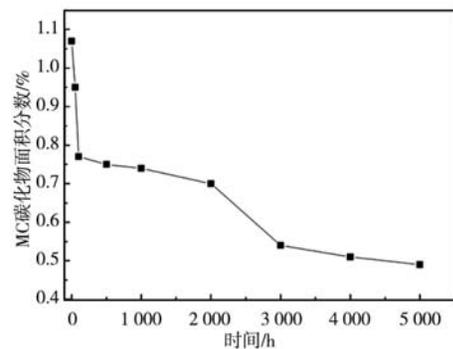


图6 MC型碳化物面积分数随时效时间的变化曲线

Fig. 6 The change curve of the area fraction of MC carbide with different aging time

2.5 针状析出相演变规律

高温合金在热暴露及服役期间会发生难熔元素的偏聚,增加拓扑密排(TCP)相的析出倾向,一旦合金中析出中等数量或大量的TCP相,直接影响高温合金的力学性能。利用相计算(PHACOMP)法计算得到K418B合金的基体电子空位数为2.0,TCP相的析出值为2.3~2.52。从计算的结果预测,合金几乎不可能析出TCP相。这是因为W与Mo元素是TCP相形成元素,而K418B合金中难熔元素含量相对较少,且不含有W元素,Mo、Ta和Cr总含量约为16.5%。对长期时效后的组织进行观察分析,合金经900℃/5000h以内长期时效后,未发现针状相析出(图5)。

2.6 长期时效后力学性能变化

高温合金的力学性能主要受合金的成分和析出相的形貌、尺寸、数量以及分布均匀性等影响。 γ' 相体积分率、立方化程度越高,分布的越均匀,材料的强度和塑性越好。在长期的高温作用下 γ' 相会发生长大和粗化,这将导致合金性能降低。

图7表明,随着时效时间的增长,室温抗拉强度 σ_b 和屈服强度 $\sigma_{0.2}$ 逐渐下降,塑性变化趋势不明显;900℃/5000h时效后,合金的 σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 分别比铸态下降13.4%和20.7%。

图8表明,750℃中温下的拉伸性能与室温拉伸的变化规律相同,由图可知,合金的 σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 随着时效时间的增长,总体呈现下降趋势。750℃/5000h时, σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 分别比铸态下降10.3%和11.6%;塑性的变化规律不明显。随着时效时间的延长, γ' 强化相逐渐长大,长大粗化的 γ' 相对合金的强化作用有一定的削弱作用,对塑性有一定好处。

图9表明,随着时效时间的增长,760℃/530MPa持久寿命逐渐下降,塑性逐渐上升;900℃/5000h时效后,合金在760℃/530MPa条件下持久寿命比铸态下降22%。

图10表明,对982℃/152MPa下的高温低应力持久寿命来说,随着时效时间的增长,持久寿命呈现下降趋势,相邻数据的波动是由于试样差异造成的,合金的持久塑性是随着时效时间的增长而提升。900℃/5000h

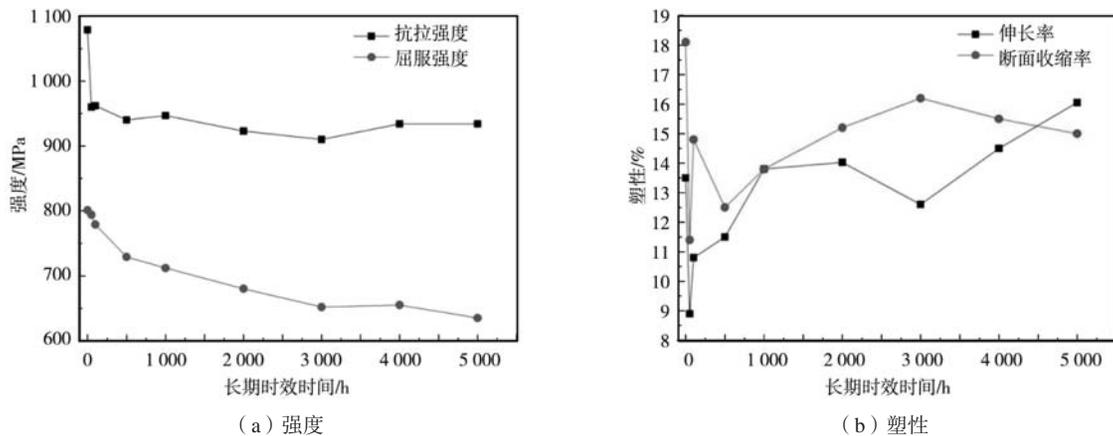


图7 时效时间对K418B合金室温拉伸性能的影响

Fig. 7 The effect of aging time on the tensile properties of K418B alloy at room temperature

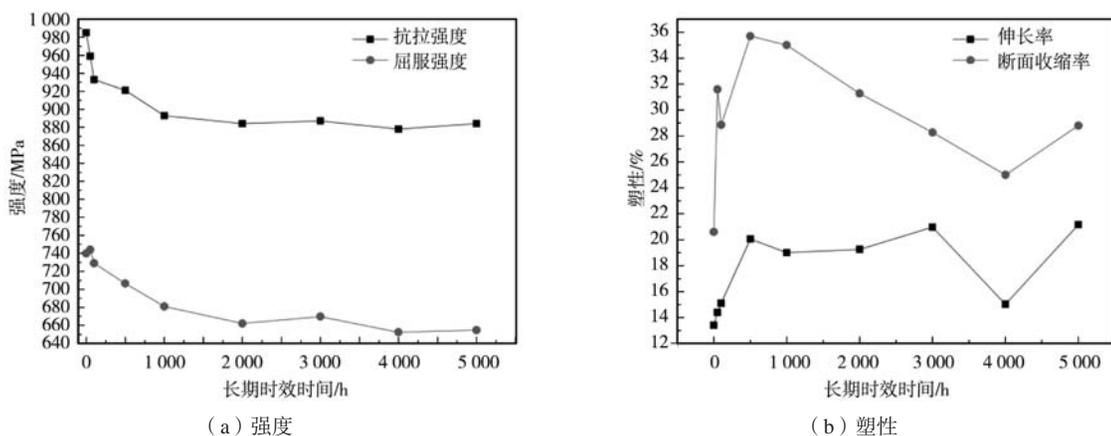


图8 时效时间对K418B合金750℃拉伸性能的影响

Fig. 8 The effect of aging time on the tensile properties of K418B alloy at 750 °C

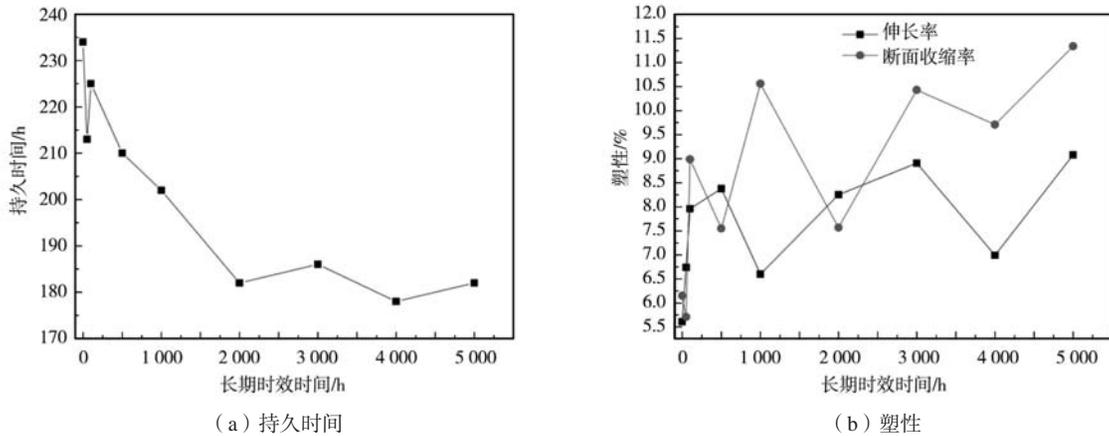


图9 时效时间对K418B合金760 °C/530 MPa持久性能的影响

Fig. 9 The effect of aging time on the creep of K418B alloy at 760 °C/530 MPa

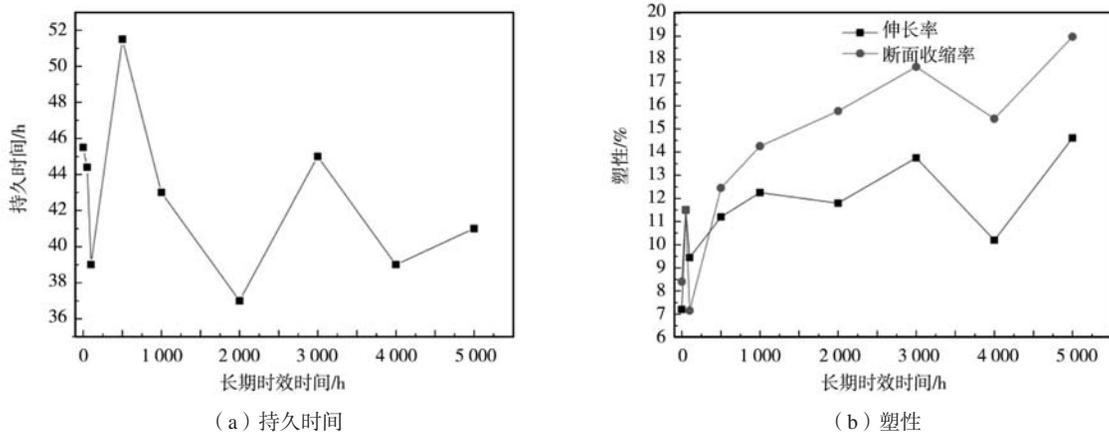


图10 时效时间对K418B合金982 °C/152 MPa持久性能的影响

Fig. 10 The effect of aging time on the creep of K418B alloy at 982 °C/152 MPa

时效后,合金在982 °C/152 MPa条件下的持久寿命比铸态下降9.9%。在高温低应力持久条件下,位错的运动方式为绕过 γ' 相,在 γ'/γ 相界面上形成位错网,能有效阻止位错运动,随着 γ' 相尺寸变大, γ'/γ 相界面减小,不利于合金的强化作用。另一方面粗化组织在持久过程中不能有效阻止位错运动和变形的进行, γ' 相对位错的阻碍作用明显降低,虽然位错可以在 γ 基体通道沉积,但是难以适应由于外加应力形成的位错网,使得Orowan抗力减小,使合金过早失效而断裂,所以持久寿命与时效前相比大幅度下降。

3 结论

(1) K418B合金随着时效时间的延长, γ' 相逐渐发生粗化,至500 h后 γ' 相发生相互聚集长大,形成不规则形状如条形、L形、垂直搭桥等形状。随着时效时

间的延长, γ' 相体积分数逐步降低。

(2) MC型碳化物随着时效时间的延长会逐渐分解,残留的MC型碳化物逐渐减少;随着时效时间的延长,无针状TCP相析出。

(3) 随着时效时间的增长,合金的室温拉伸强度 σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 逐渐下降,塑性变化不明显;750 °C高温下的拉伸性能与室温拉伸的变化规律相同, σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 随着时效时间的增长,总体呈现下降趋势。塑性的变化规律不明显。

(4) 随着时效时间的增长,760 °C/530 MPa条件下持久寿命逐渐下降,塑性逐渐上升。对982 °C/152 MPa下的高温低应力持久寿命来说,随着时效时间的增长,持久寿命呈现下降趋势,持久塑性的变化是随着时效时间的增长,塑性得到明显的提升。

参考文献:

- [1] MACCAGNO T M, KOULA K, IMMARIGEON J P, et al. Microstructure, creep properties, and rejuvenation of service-exposed alloy 713C turbine blades [J]. Metallurgical Transactions A, 1990, 21 (12) : 3115–3125.
- [2] NAZMY M, STAUBLI M. Embrittlement of several nickel-base alloys after high temperature exposure [J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1990, 24 (1) : 135–138.
- [3] CHAMANFAR A, SARRAT L, JAHAZI M, et al. Microstructural characteristics of forged and heat treated Inconel-718 disks [J]. Materials & Design, 2013, 52: 791–800.
- [4] WHITTENBERGER JD. 77 to 1 200 K tensile properties of several wrought superalloys after long-term 1 093 K heat treatment in air and vacuum [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 1994, 3 (1) : 91–103.
- [5] AGHAIE-KHAFRI M, HAJJAVADI M. The effect of thermal exposure on the properties of a Ni-base superalloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 487 (1–2) : 388–393.
- [6] WANG J, ZHOU L, SHENG L, et al. The microstructure evolution and its effect on the mechanical properties of a hot-corrosion resistant Ni-based superalloy during long term thermal exposure [J]. Materials & Design, 2012, 39: 55–62.
- [7] HOPGOOD A A, MARTIN J W. Coarsening of γ' -precipitates in single-crystal superalloy SRR 99 [J]. Materials Science and Technology, 1986, 2 (6) : 543–546.
- [8] TILEY J, VISWANATHAN GB, SRINIVASAN R. Coarsening kinetics of γ' precipitates in the commercial nickel base Superalloy Rene 88 DT [J]. Acta Materialia, 2009, 57 (8) : 2538–2549.
- [9] GILP B F, DESAI P D, RADAVICH J F. Bibliography on hot isostatic pressing (HIP) technology [J]. Department of Defense, Metals Information Analysis Center, 1992.
- [10] KOUL A K, WALLACE W, THAMBURAJ R. Problems and possibilities for life extension in gas turbine components [J]. National Aeronautical Establishment, 1984.
- [11] GAMBONE M L, SHENDYE S B, ANDREWS P. Properties of RS5 and other superalloys cast using thermally controlled solidification [C]// Ninth Int. Symp. on Superalloys, Seven Springs, PA, 2000: 161–170.
- [12] FOOTNER P K, RICHARDS B P. Long-term growth of superalloy γ' particles [J]. Journal of Materials Science 1, 1982, 17 (7) : 2141–2153.

Microstructure and Mechanical Properties Evolution of K418B Alloy at 900 °C for a Long-Term Aging

ZHANG Chu-bo, QIAN Lei, ZHANG Ming-jun, ZHANG Li-hui
(Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract:

In the present study, the effects of long-term aging at 900 °C have been investigated on microstructure and mechanical properties of K418B superalloy. The phase stability and volume fraction of the alloy were simulated by JMatPro. The samples were observed by scanning electron microscope (SEM). The microstructure was analyzed by energy dispersive X-ray spectrometer (EDS). The size and volume fraction of carbide and γ' phase were statistically analyzed by Image Pro Plus software. The results indicate that as the aging time increases, the room temperature tensile strength σ_b and $\sigma_{0.2}$ gradually decreases, and the plastic change is not significant. The tensile properties at 750 °C are the same as those at room temperature, σ_b and $\sigma_{0.2}$ shows an overall downward trend as the aging time increases. The variation pattern of plasticity is not obvious; The stressrupture life of 760 °C /530 MPa gradually decreases, and the plasticity gradually increases. The stressrupture at 982 °C /152 MPa shows a decreasing trend with the increase of aging time, and the change in stressrupture plasticity is a significant improvement with the increase of aging time. After long-term aging, the strength of the material gradually decreases due to changes in the microstructure, and the plasticity of the material shows an upward trend.

Key words:

nickel super alloy; K418B; long-term aging; microstructure; mechanical properties
