

一种高 W 镍基高温合金的 长期高温持久行为

曹江¹, 岳治衡¹, 王泽宇², 舒德龙², 李欢², 张璐², 郑钰洁²

(1. 空军某军代表室, 四川成都 610503; 2. 辽宁红银金属有限公司, 辽宁抚顺 113122)

摘要: 通过对K465镍基高温合金的典型组织、1 050 °C/60 MPa条件下持久变形的组织演化行为及断裂行为进行观察分析, 研究了K465合金在1 050 °C/60 MPa下长期持久变形期间的失效行为。结果表明, 合金在1 050 °C/60 MPa下的持久寿命约为726 h, 除常见的 γ' 相筏化等组织演变外, 高温持久试验时, 合金中析出了大量的针状 M_6C 相, 但并非为裂纹扩展的通道。合金的主要断裂机制为在高温持久变形期间, 表面氧化产生的向内扩散的裂纹与合金内部微孔相互连接形成的裂纹沿着晶界及枝晶间等薄弱位置扩展连接, 导致合金断裂失效。

关键词: 镍基高温合金; 高温持久; 失效行为分析; γ' 相

镍基高温合金具有优异的高温组织稳定性及力学性能, 被广泛应用于航空发动机的热端部件中^[1-2]。镍基高温合金组织主要由 γ 基体、 γ' 相、碳化物以及共晶组织构成^[2]。K465合金是一种典型的高W合金化铸造镍基高温合金, 其中W、Mo、Nb等难熔元素的含量较高, 高温性能优异, 可在1 000~1 050 °C下长时间工作^[3-4], 通常应用于制造航空发动机的涡轮转子叶片和导向叶片, 并且由于其为等轴晶铸造成形, 生产及加工成本较低, 应用潜力巨大。近年来, 国内外很多学者对该合金在975 °C/225 MPa条件下的短时持久行为进行了大量研究^[5-6], 但对其在1 000 °C以上长期低应力条件下的持久行为研究较少, 其在长期高温持久变形期间的组织演化规律及变形、断裂机制尚不清楚。因此, 本工作通过对K465合金经1050 °C/60 MPa长期拉伸持久前/后的组织及特征元素分布变化进行观察及分析, 研究K465合金在该条件下的持久变形及断裂行为, 为该合金的应用提供理论依据。

1 试验材料及方法

采用真空感应冶炼炉制备K465母合金, 其名义成分如表1所示, 经真空感应熔铸炉浇注成净成形试棒, 再经1 210 °C \times 4 h, 空冷热处理后, 加工成标距约25 mm, 直径5 mm的标准持久试棒。

置于RD-50高温蠕变试验机中进行1 050 °C/60 MPa拉伸持久性能测试, 试验标准为HB-5150-1996, 于持久进行至200 h、500 h时分别取出两支试棒进行组织观察, 并与铸态及持久断裂后和合金组织进行对比, 研究合金在长期高温拉伸持久期间的组织演化规律。

使用线切割将待分析区域(持久期间主要变形区域)取样, 并经机械研磨抛光后, 在 $CuSO_4+HCl$ 腐蚀液中进行化学腐蚀, 分别使用Leica DMC 4500型光学显

表1 K465镍基高温合金的名义成分
Table 1 Chemical composition of the K465 nickel-based superalloy

C	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Nb	B	Ni
0.18	9.0	10.0	10.0	2.0	5.7	2.4	1.0	0.02	余量

作者简介:

曹江(1980-), 男, 硕士, 研究方向为镍基高温合金精密铸件制备。电话: 028-89357010

通讯作者:

王泽宇, 男, 硕士。电话: 15942386442, E-mail: 756860862@qq.com

中图分类号: TG146.1⁺5;
TG132.3⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2024)
10-1353-06

基金项目:

沈阳市科技计划项目(22-316-1-01)。

收稿日期:

2023-12-25 收到初稿,
2024-03-14 收到修订稿。

显微镜 (OM) 和 Zesis Gemini 300 型扫描电子显微镜 (SEM+EDS) 进行组织观察。同时, 对持久断裂后的试棒断口区域采用 SEM 进行观察, 考察合金的断裂特征。

2 试验结果与分析

2.1 K465 合金典型组织

合金重熔浇注后的横截面 OM 金相组织如图 1 所示, 为典型的等轴晶晶粒分布特征, 晶粒尺寸分布约为 0.2~1.75 mm。

合金的铸态组织 SEM 图片如图 2 所示, 在 γ 基体上弥散分布着如图 2a 的 γ' 相、图 2b 的 $(\gamma + \gamma')$ 共晶和图 2c、d 的碳化物, 碳化物通过 EDS 能谱分析结果可

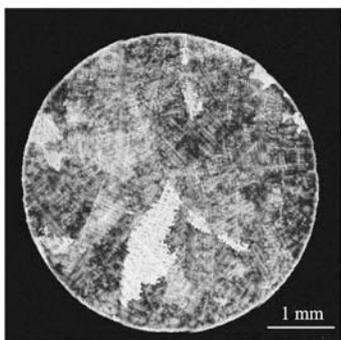


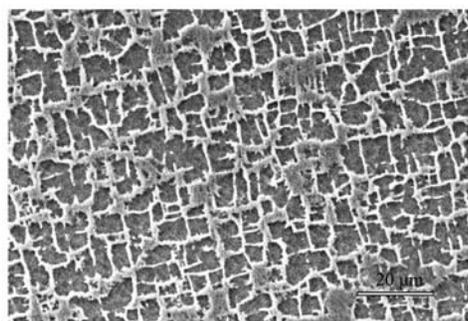
图1 K465合金试棒横截面OM图像

Fig. 1 OM image of test bar cross-section of the K465 alloy

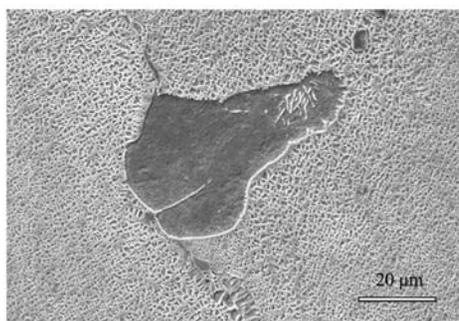
知, 是含有 Ti 和 Nb 的 MC 型碳化物, 分布在晶界和枝晶间位置, 晶界碳化物主要呈链状分布, 为长条状, 晶内碳化物析出于枝晶间位置, 多为块状或短棒状, 以及组成的骨架状碳化物; $(\gamma + \gamma')$ 共晶作为凝固后期形成的低熔点相, 其同样分布于晶界及枝晶间位置, 该合金铸态状态下的共晶组织多为花瓣状和光板, γ' 相在枝晶干和枝晶间区域存在有两种不同形貌, 枝晶干处 γ' 相多为类方形, 而枝晶间位置的 γ' 相形状不规则, 且尺寸略大于枝晶干位置的 γ' 相。

热处理后的组织如图 3 所示, 经过 $1\ 210\ ^\circ\text{C} \times 4\ \text{h}$, 空冷的固溶处理后, 如图 3a 合金枝晶干位置的 γ' 的形貌更接近规则的立方状, 枝晶间、枝晶干区域的 γ' 相尺寸分别约为 $0.7\sim 0.9\ \mu\text{m}$ 和 $0.2\sim 0.3\ \mu\text{m}$, 并且合金中的共晶含量在热处理后有所降低, 如图 3b 所示共晶形貌也从花瓣状和平板状结合转变为边缘光滑的平板状居多。根据 EDS 能谱分析结果, 热处理后的合金碳化物中钨和钼元素含量较高。

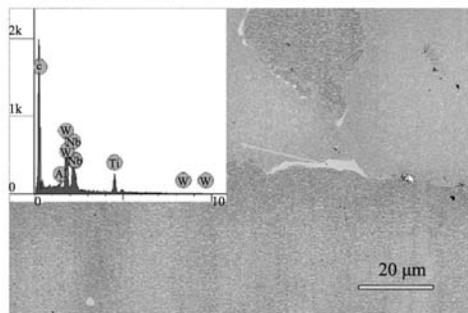
镍基高温合金的强化形式为 γ' 相的沉淀共格析出强化, 经标准热处理后, 合金中的 γ' 相的数量、尺寸、形状及分布均更加均匀, 其中, 经固溶处理后, 铸态组织中的 $(\gamma + \gamma')$ 共晶大部分回熔到基体中, 因此共晶含量在热处理后也显著降低, 并且由尖角的花瓣状和光板状的 $(\gamma + \gamma')$ 共晶转变为 γ' 共晶^[7]。同时, 在热处理过程中部分碳化物由 MC 碳化物部分分解为 M_6C 碳化物^[8]。



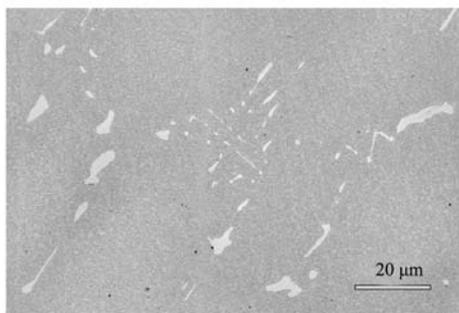
(a) 铸态组织



(b) 铸态共晶组织



(c) 晶界碳化物



(d) 晶内碳化物

图2 K465铸态合金微观组织

Fig. 2 Microstructures of the as-cast K465 alloy

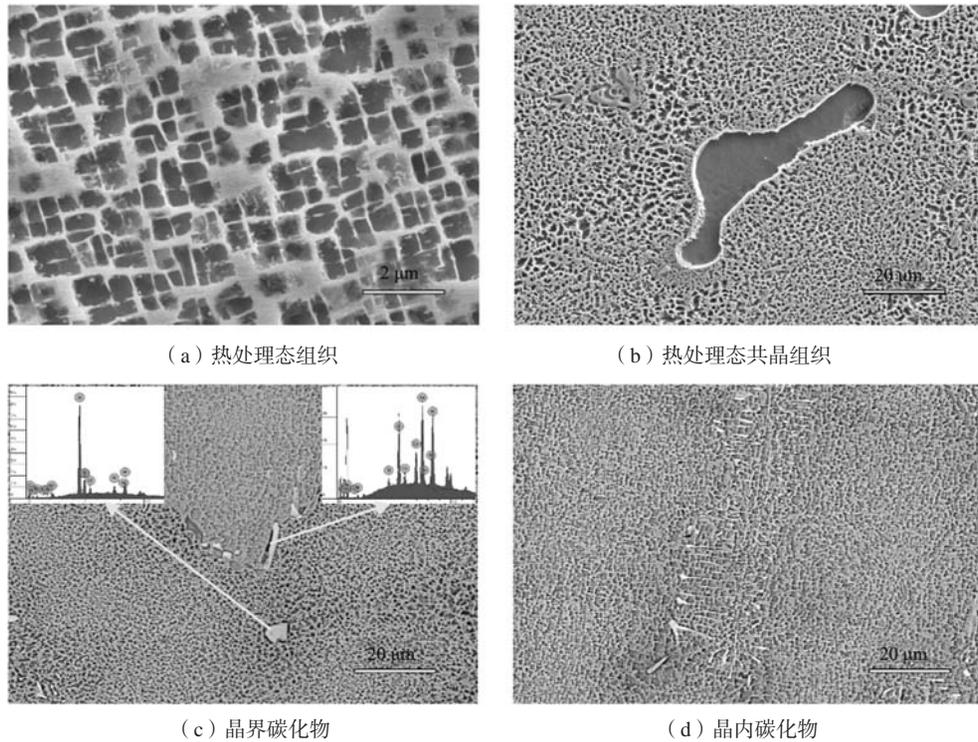


图3 K465热处理态合金微观组织

Fig. 3 Microstructures of the heat-treated K465 alloy

2.2 K465 合金 1 050 °C /60 MPa 下持久期间的组织演化行为

合金在1 050 °C/60 MPa下, 不同持久时间下的微观组织形貌如图4所示, 其中, 当拉伸持久进行至200 h

时, 与热处理态合金相比, γ 基体通道开始粗化, γ' 相由较为规则的立方体结构, 开始转变为逐渐圆润且不断粗大的不规则形状, 部分 γ' 相开始连接, 出现形筏趋势。此时并无其他析出相产生, 碳化物形貌未出

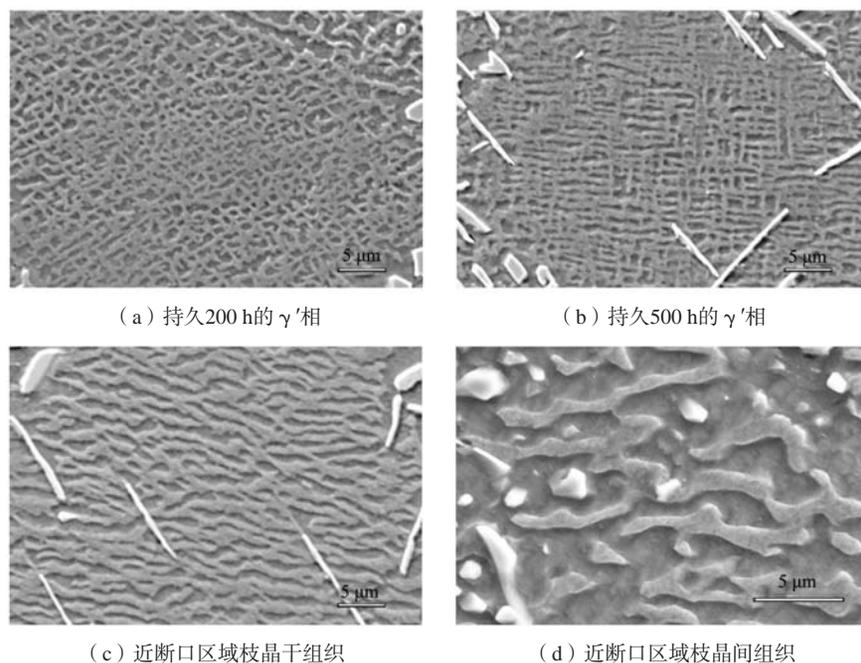


图4 不同试验时间试棒工作段的组织演化

Fig. 4 Microstructures of the test rod at different test times

现明显变化,如图4a所示。合金经500 h拉伸持久后,枝晶干区域的合金微观组织如图4b所示,其中, γ 基体继续粗化,并且 γ' 相出现筏化趋势,此外,合金中可观察到少量针状相,通过SEM/EDS分析,其主要富含C、W、Cr, Yuan等人研究表明,该针状相主要为 M_6C 相,其析出过程中会消耗合金基体中的大量W元素,W元素作为K465合金中主要的固溶强化元素,当形成 $(W+Cr)_6C$ 相后,可一定程度上降低合金的持久寿命^[17]。

合金经1 050 °C/60 MPa拉伸持久约726 h断裂后,近断口区域的微观组织如图5c、d所示。其中,图5c为

枝晶干区域的组织形貌,可以看出,近断口区域 γ' 相出现了明显的筏化和变形特征,说明合金在1 050 °C/60 MPa下持久变形期间的主要变形机制为 γ' 相由立方向筏状转变,以及筏状 γ' 相发生扭曲变形;图5d为枝晶间位置的显微组织,因为该位置的 γ' 相含量更高,所以筏状 γ' 相的粗化行为更加明显,并且出现拓扑反转现象,即 γ' 相包裹 γ 基体,同时基体中析出少量颗粒状碳化物相,其弥散分布于基体中,研究表明^[9-10],其主要为富含W、Cr的 M_6C 型碳化物,在一定程度上可提高基体的强度,但合金中大量 γ' 相的筏化会加剧沉淀强化效果降低,导致合金整体的高温持久性能下降。

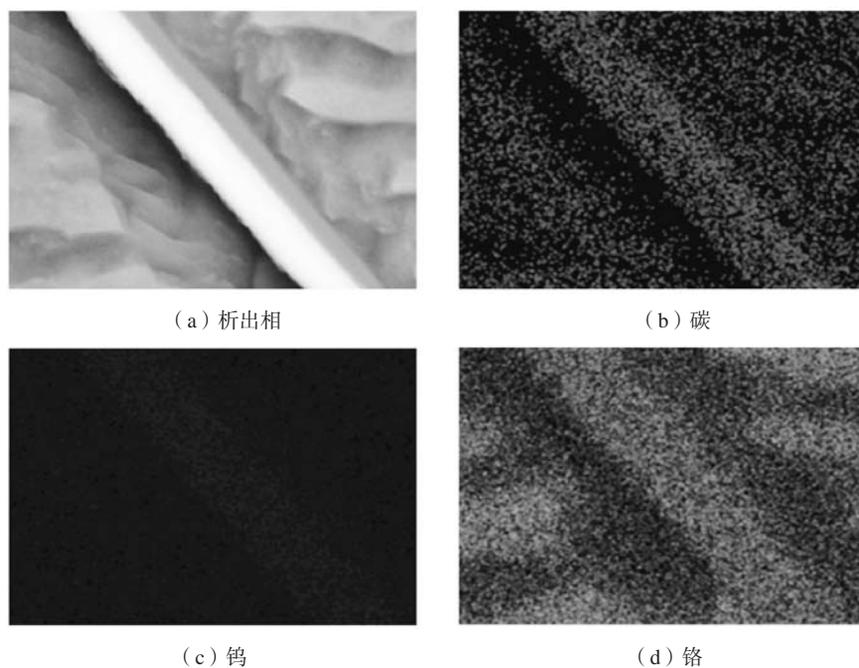


图5 析出相的EDS面扫描结果

Fig. 5 EDS scanning results of the precipitates

2.3 K465合金1 050 °C/60 MPa下的持久断裂行为

合金经1 050 °C/60 MPa拉伸持久约726 h断裂后的断口组织如图6所示,可以看出,合金断口表现出沿晶+穿晶的混合断裂特征。其中,图6a中A区域断口表面较为平滑,表现出沿晶断裂的主要特征,部分区域断口处观察到大量碳化物,如图6b所示,说明合金在长期高温持久变形期间,晶界处的碳化物可成为合金的主要裂纹源之一;此外,部分区域可观察到大量韧窝,表现出明显的微孔聚集型断裂特征,如图6c所示,说明合金在持久变形期间,晶界处形成的微孔或铸造显微疏松在施加应力的情况下不断长大连接,形成宏观裂纹,随后裂纹沿晶界扩展,最终导致该区域发生持久断裂,同时显微疏松位置同样会为其它裂

纹的扩展提供通道。在另一区域,如图6a中B区域所示,其放大形貌如图6d所示,其具有明显的枝晶形貌特征,说明该区域以穿晶断裂为主,裂纹源主要为合金凝固期间枝晶间区域形成的显微疏松或持久变形期间形成的微孔,随后沿枝晶间区域扩展,形成宏观裂纹,表现出枝晶形貌。

合金持久断裂后,沿应力轴方向将近断口区域进行解剖,并对近断口区域的组织进行观察,如图7所示。其中,在试棒表面及试棒内部都观察到有裂纹的存在,如图7a、b所示,分析认为,合金表面处的裂纹来源主要是长期高温氧化形成的表面缺陷,在裂纹尖端除 γ' 组织变形外,还观察到明显的 γ' 贫化区,这是由于试验温度较高,时间较长,导致合金试棒表面的氧化腐蚀较为严重, γ' 相中的主要形成元素Al在高温

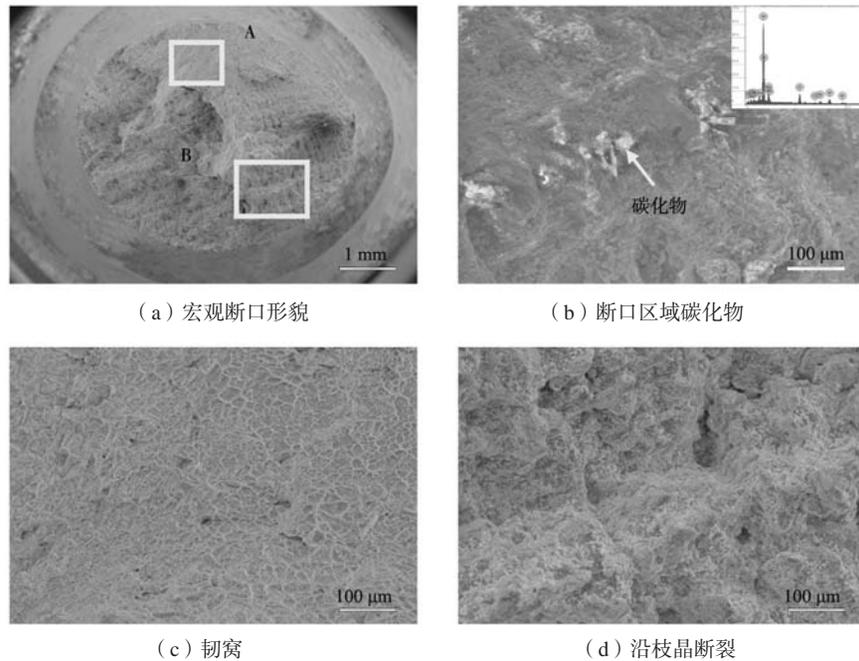


图6 试棒断口断面形貌

Fig. 6 Fracture section morphologies of the test rod

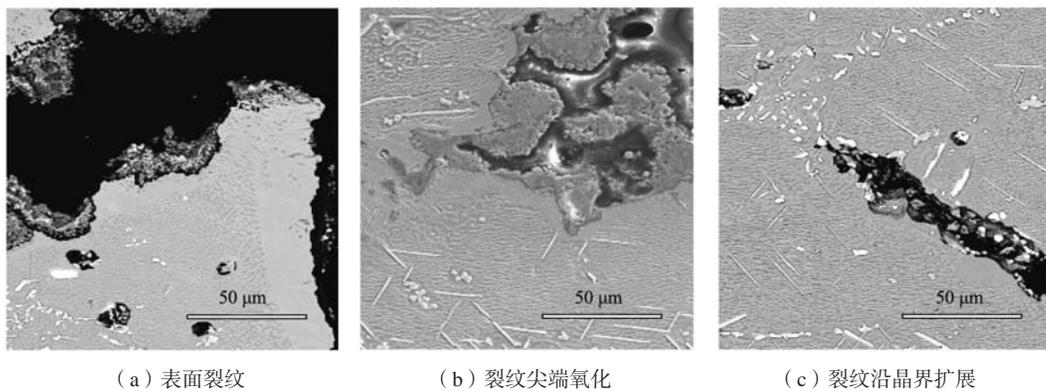


图7 断口纵剖面裂纹

Fig. 7 Crack of the fracture Longitudinal section

氧化的作用下形成 Al_2O_3 并导致 γ' 相退化。另一方面，合金内部的裂纹扩展通常沿着晶界进行，如图7c所示，其中，碳化物与基体的界面为合金内部的主要裂纹源，晶界为裂纹扩展的主要通道。

分析认为，合金在1 050 °C/60 MPa持久期间的主要断裂机制为：在长期高温持久变形期间，合金表面发生较为严重的氧化腐蚀，形成的 γ' 贫化区与氧化区域的交界处产生裂纹，并且随持久继续进行，裂纹尖端持续氧化并向合金内部扩展，加速形成宏观裂纹并为裂纹扩展提供通道，最终与合金内部裂纹连接，导致发生持久断裂，是合金在1 050 °C/60 MPa下发生持久断裂的主要断裂机制。

3 结论

(1) 高温持久过程中析出的针状 M_6C 相并未成为裂纹扩展的通道，但其析出会消耗较多的W元素，导致固溶强化效果下降，降低合金强度。

(2) K465合金在1 050 °C/60 MPa下的持久寿命约为726 h，合金在持久期间的主要裂纹源为合金中未完全回熔的共晶组织和显微缺陷，以及长期高温氧化导致的合金表面氧化损伤。

(3) 合金在持久期间的主要断裂机制是表面氧化产生的裂纹沿晶界向内部扩展，并与内部微孔连接形成的裂纹相连，形成宏观裂纹，最终导致合金发生持久断裂。

参考文献:

- [1] REED R C. The Superalloys Fundamentals and Applications [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006.
- [2] 孙晓峰, 金涛, 周亦青, 等. 镍基单晶高温合金研究进展 [J]. 中国材料进展, 2012, 31 (12): 1-11.
- [3] YANG J X, ZHENG Q, SUN X F, et al. Formation of μ phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy [J]. Scripta Materialia, 2006, 55 (4): 331-334.
- [4] 王树森, 舒德龙, 王振江, 等. 大尺寸K465镍基高温合金母合金铸锭表面缺陷形成机理 [J]. 铸造, 2021, 70 (5): 547-553.
- [5] 郭小童, 郑为为, 李龙飞, 等. 冷却速率导致的薄壁效应对K465合金显微组织和持久性能的影响 [J]. 金属学报, 2020, 56 (12): 1654-1666.
- [6] YUAN X F, SONG J X, ZHENG Y R, et al. Abnormal stress rupture property in K465 superalloy caused by microstructural degradation at 975 °C/225 MPa [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 662: 662.
- [7] BLAINE Geddes, HUGO Leon, XIAO Huang. Superalloys: Alloying and Performance [M]. Michigan: Mechanical Engineering, 2011.
- [8] XIANG S, MAO S, SHEN Z, et al. Site preference of metallic elements in $M_{23}C_6$ carbide in a Ni-based single crystal superalloy [J]. Materials & Design, 2017, 129: 9-14.
- [9] 吕培森, 高强, 李常金, 等. 应力对DD5单晶高温合金持久过程中析出相的影响 [J]. 航空学报, 2021, 42 (6): 638-645.
- [10] 高强, 刘丽荣, 彭志江, 等. 高温长期时效对DD5单晶高温合金显微组织和持久性能的影响 [J]. 铸造, 2018, 67 (3): 257-260, 264.

Long Term High-Temperature Stress Rupture Behavior of a High W Content Ni-Base Superalloy

CAO Jiang¹, YUE Zhi-heng¹, WANG Ze-yu², SHU De-long², LI Huan², ZHANG Lu², ZHENG Yu-jie²

(1. Air Force Representative Office, Chengdu 610503, Sichuan, China; 2. Liaoning Redsilver Metal Co., Ltd., Fushun 113122, Liaoning, China)

Abstract:

By observing and analyzing the typical microstructure, microstructure evolution behavior, and fracture behavior of K465 nickel based superalloy during long-term stress rupture experiment at 1 050 °C /60 MPa, the fracture behavior of the K465 alloy during the long-term stress rupture experiment at 1 050 °C /60 MPa was studied. The results showed that the stress rupture life of the alloy at 1 050 °C /60 MPa was about 726 h. In addition to the common structure evolution such as γ' phase rafting, a large number of acicular M_6C phases precipitated in the alloy during the high temperature lasting test, but it was not a channel for crack propagation. The main fracture mechanism of the alloys was the inward spreading cracks generated by surface oxidation during high-temperature persistent deformation, and the cracks formed by interconnection with internal micropores in the alloy extend and connect along weak positions such as grain boundaries and interdendritic boundaries, leading to fracture failure of the alloy.

Key words:

Ni-base superalloy; high-temperature stress rupture; fracture behavior analysis; γ' phase