

表面再结晶对定向凝固 DZ4 合金疲劳行为的影响

Influence of Recrystallization Layer at Surface on Fatigue Behaviors of Directionally Solidified DZ4 Superalloy

贾 波¹, 李春光², 李海燕¹

(1 北京航空航天大学, 北京 100083; 2 北京航空材料研究院, 北京 100095)

JIA Bo¹, LI Chun-guang², LI Hai-yan¹

(1 Beijing University of Aeronautics and Astronautics,

Beijing 100083, China; 2 Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: 对表面通过喷丸预变形后的定向凝固 DZ4 板材试样进行 1220℃/4h 的热处理, 以在板材试样表面形成再结晶层。在 760℃ 下进行疲劳试验, 以研究表面再结晶层对定向凝固 DZ4 合金板材的疲劳性能的影响。结果表明, 表面有再结晶层的定向凝固 DZ4 板材试样的疲劳性能大大降低, 且疲劳寿命随着再结晶层深度的增大而降低; 断口观察表明, 疲劳裂纹均起源于表面的再结晶区或与其与基体的界面。通过有限元模拟对含再结晶区的板材试样的损伤演化行为进行模拟, 结果表明再结晶区的存在改变了试样表面的应力场分布, 再结晶区与基体的界面上的应力最大, 裂纹一般从此处萌生, 并向表面和基体扩展。

关键词: 定向凝固合金; 再结晶; 疲劳; 界面; 损伤演化

中图分类号: TG1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2008) 06-0064-04

Abstract: Board specimens of directionally solidified DZ4 superalloy after shot-peening were heated at 1220℃ for 4h to prepare recrystallized layer at the surface. Then fatigue experiments at 760℃ were carried out in order to research the effect of recrystallized layer on the fatigue properties of the board specimens. The results show that fatigue properties greatly decrease and the fatigue lives decrease with the increment of the depth of recrystallized layer. Fatigue cracks initiate from the recrystallized zone or the interface with matrix. Analogy calculation was carried out to simulate the damage evolutionary process with finite element analysis. The results show that stress field is changed because of the existence of recrystallized zone and stress at the interface between recrystallized zone and matrix is largest. So fatigue cracks initiate at the interface and propagate to the surface and the matrix.

Key words: directionally solidified superalloy; recrystallization; fatigue; interface; damage evolution

定向凝固合金由定向凝固铸造而成, 在主承力方向上消除了横向晶界, 具有很高的热疲劳强度、塑性以及良好的振动阻尼效果, 是航空发动机涡轮叶片的主要用材。如中国自行研制的无钎定向凝固 DZ4 高温合金材料, 它不仅具有其它定向凝固合金的众多优点, 而且具有良好的横向性能和薄壁性能。目前, DZ4 合金已广泛应用于航空发动机涡轮叶片^[1]。

涡轮叶片工作于很高的温度环境下, 承受较高的离心应力和扭转应力, 需要良好的持久/蠕变性能和高温低周疲劳性能。由于定向凝固合金叶片在制造过程中, 存在校形、吹砂、抛光等工序, 在其表面甚至内部都不可避免地出现一些塑性变形。这些塑性变形区域在高温(如固溶温度等)下将发生再结晶^[2]。定向凝固高温合金发生再结晶后, 一方面出现了横向晶界, 另一方

面再结晶区域的弹性模量、常规力学性能与基体组织存在较大的差异, 易在再结晶区域或再结晶与基体的界面上首先发生失效, 严重降低其使用性能, 尤其是持久/蠕变性能和高温低周疲劳性能, 近年来国内外发生了多起由再结晶诱发的定向凝固合金叶片裂纹和断裂故障也说明了这一点^[3]。

目前, 国内外对定向凝固合金的再结晶及其对损伤行为的影响进行了一些研究, 主要集中在再结晶对持久/蠕变行为的影响^[4-6], 对高温低周疲劳行为及其疲劳损伤过程中演化行为研究的还很少。本工作以定向凝固 DZ4 合金为研究对象, 研究了定向凝固合金机械预变形与热处理后的高温低周疲劳及其损伤演化行为, 并结合有限元损伤模拟, 探讨了再结晶对定向凝固合金高温低周疲劳行为的影响机制。

1 实验材料和方法

实验中使用的定向凝固 DZ4 合金为铸态, 经固溶时效处理, 其主要化学成分及质量分数为: Cr9. 5%, Co6. 0%, W5. 3%, Mo2. 8%, Al6. 0%, Ti1. 8%, Ni 余量。定向凝固 DZ4 合金板材加工成高温低周疲劳试样后, 通过喷丸的方式在合金表面获得变形层, 之后进行 1220 °C/4h 的热处理, 在合金表面获得再结晶层。高温疲劳实验在 MTS810 13 试验机上进行。实验制度为: 实验温度 $T = 760\text{ }^{\circ}\text{C}$, $R = 0$, 应力加载频率为 0. 5Hz; 在平均应力 $\sigma_m = 800\text{ MPa}$ 下进行块载荷实验 (块载荷时间为 60s), 即在块载荷上叠加振动载荷, 频率为 5Hz, $R = -1$, $\Delta\sigma = 200\text{ MPa}$ 。试样断裂后, 在扫描电镜下观察断口特征, 并通过金相实验的方法, 对板材表面的再结晶区的深度进行检查。

2 实验结果和分析

2.1 断口特征

采用煮沸的高锰酸钾和氢氧化钠水溶液去除高温

疲劳试样断口上的氧化皮后, 在扫描电镜下观察断口特征。结果表明, 各试样断口上均可见疲劳断口的三个特征区域: 疲劳源区、疲劳裂纹扩展区和瞬断区。疲劳裂纹扩展区面积均较小, 瞬断区面积较大, 瞬断区呈枝晶断裂特征。

未喷丸的试样疲劳起源于距断口边缘约 200 μm 的一处粗大枝晶, 疲劳扩展区可见明显的疲劳条带特征, 见图 1。断口未见明显的沿晶特征区域。经历了喷丸的试样, 疲劳则均起源于试样表面的沿晶区或沿晶区与基体的交界处, 即起源于再结晶区, 其断口典型形貌见图 2, 主疲劳源位于试样边缘的沿晶区, 断口上疲劳条带清晰, 为典型的疲劳断裂。断口边缘均可见明显的沿晶特征, 应为应力作用造成的再结晶区的沿晶断裂。

在扫描电镜下对进行过不同喷丸预变形试样源区沿晶特征区深度进行测量, 并得到了疲劳寿命与断口源区沿晶特征区深度之间的关系曲线 (见图 3)。从图 3 中的可以看出板材试样的疲劳寿命与断面上沿晶特征区深度密切相关。随着源区沿晶特征区深度的增加, 板材疲劳寿命快速下降。

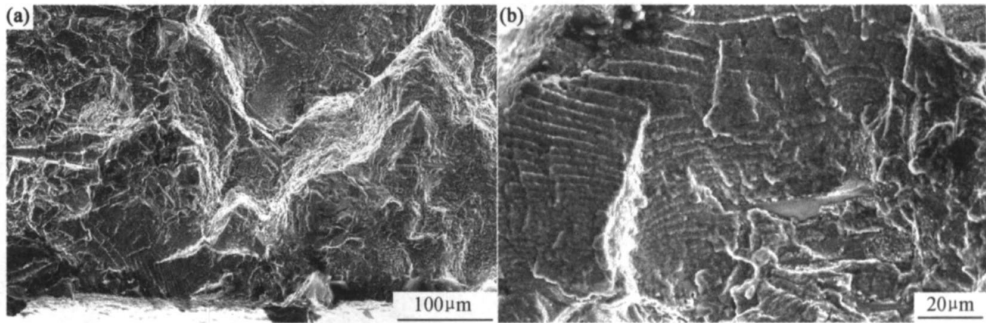


图 1 未喷丸试样高温疲劳断口特征 (a)源区;(b)扩展区疲劳条带
Fig. 1 Fracture surface of the specimen without shot-peening
(a)origin zone;(b) fatigue striation at propagation zone

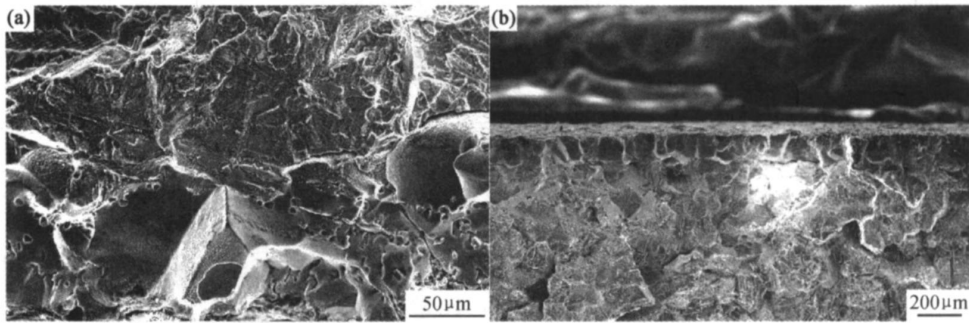


图 2 喷丸试样典型的高温疲劳断口特征 (a)疲劳源区;(b)断面边缘沿晶特征区
Fig. 2 Typical morphology of fracture surface of the shot-peened specimens
(a)origin zone;(b) inter-granular zone at the edge

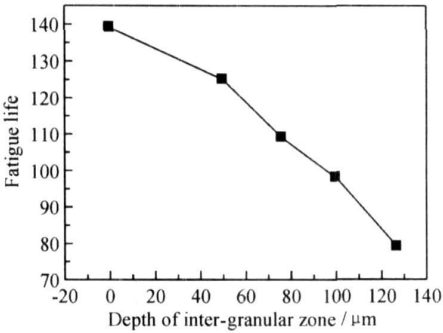


图3 高温低周疲劳寿命与沿晶特征区深度之间的关系

Fig 3 Relation between fatigue cycle and the depth of inter-granular zone

2 2 金相检查

将 DZ4 合金沿垂直于其疲劳断面磨制断口金相

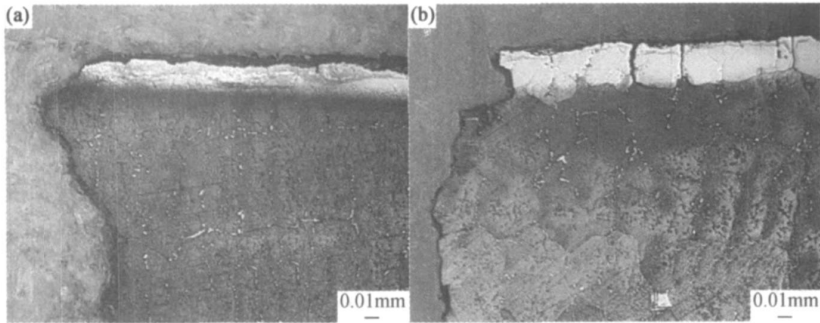


图4 板材疲劳试样断面附近的金相组织 (a)未喷丸试样; (b)喷丸试样

Fig 4 Metallurgical structure near the fracture surface of specimens (a) specimen without shot-peening; (b) shot-peened specimen

DZ4 合金多用于发动机涡轮叶片, 为了模拟实际叶片, 将板材的几何模型定义成如图 5 所示的几何模型, 即中间厚、边缘薄的板状结构, 而非单纯的平板结构。其中的阴影部分为再结晶区。计算中构件的总高度取 20mm。再结晶取厚度为 1.2mm, 高度约 5mm, 见图 5b。有限元网格均采用带中间节点的 20 节点三维体单元, 再结晶部分网格进行适当加密, 图 5, 6 给出了其中的一种网格模型。由于目前尚无定向凝固 DZ4 合金完全再结晶材料的相关性能数据, 其材料常数也无从得知, 但由于 DZ22 和 DZ4 合金为同一系列、同一代的定向凝固合金材料, 其化学成分和力学性能相差不是很大, 因此 DZ4 合金完全再结晶材料的相关损伤常数均根据 DZ22 合金的相关试验结果加以适当的假设推算而来。

模拟计算按以下条件进行: 构件底部施加 Z 向约束, 在上端面施加拉应力载荷, 应力值取 350MPa, 温度 $T=850\text{ }^{\circ}\text{C}$, 载荷谱见图 7。随着损伤的发展, 当某个单元的平均损伤达到 0.35 时即认为已经破坏, 并把

试样后进行观察(见图 4)。抛光腐蚀后发现, 未经喷丸处理的试样, 表面仍为柱状晶, 未发现再结晶组织; 而喷丸处理后的试样边缘均存在再结晶, 且金相试样上再结晶区的深度与断口上沿晶特征区深度基本一致。因此, 可以判断断口上的沿晶特征区即为再结晶区, 疲劳寿命是随着板材试样表面再结晶区的深度增大而降低的。对于表面不含再结晶区的试样, 疲劳裂纹易从表面或亚表面粗大枝晶处萌生。

3 有限元模拟及分析

利用粘塑性损伤统一本构模型对上述含表面再结晶的定向凝固 DZ4 合金板材的损伤演化行为进行有限元计算, 以验证上述实验结果。考虑到定向凝固

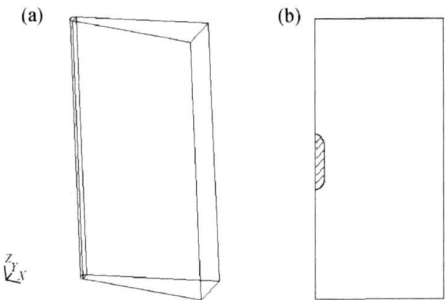


图5 板材的几何模型

(a) 板材的几何形状; (b) 再结晶区的形状(阴影部分)

Fig 5 Geometrical model of board specimen (a) geometrical shape; (b) shape of recrystallized zone (dashed area)

该单元杀死。模拟计算所得的不同时间时损伤情况图 8。

从图 8 可以看出: (1) 再结晶层的疲劳寿命很短, 在较短时间内再结晶层首先开始起裂、破坏; (2) 再结晶区的应力大, 尤其是再结晶层与基体材料的界面处

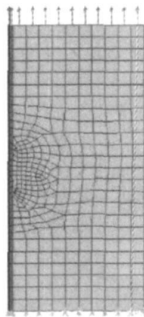


图 6 有限元模型
Fig 6 Finite element model

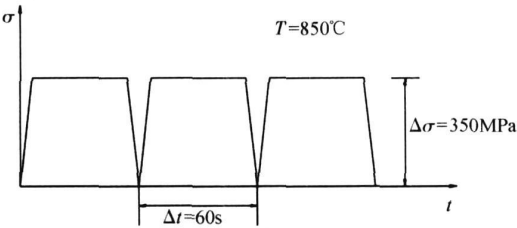


图 7 损伤模拟计算载荷谱
Fig. 7 Load spectrum used in analogy calculation

应力最大, 因此破坏基本上都是从内部开始, 再结晶层从内向外形成了横向贯通裂纹; (3) 裂纹从再结晶层起源, 导致再结晶层完全破坏后, 到基体材料开始萌生裂纹还有一个过程, 这是由于再结晶层与基体材料性能相差较大所致, 再结晶层内或再结晶层与基体的界面处形成的裂纹对基体材料本身的性能影响不大; (4) 起裂位置位于再结晶区的上下两端, 而且损伤在开始时没有沿水平方向发展, 这主要与结构的应力场有关: 再结晶中间部位相邻的 DZ4 合金基体材料应力较小, 损伤也小, 而在再结晶上下两端拐角处由于应力集中的原因, 损伤量比中间大。当再结晶区边缘没有应力集中的影响时, 中间位置的 DZ4 基体材料最先发生破坏, 并沿水平方向发展; (5) 再结晶层较薄时, 可在再结晶层多处同时出现起裂破坏。

4 结论

(1) 表面含有再结晶的定向凝固 DZ4 合金板材的疲劳寿命大大低于表面不含再结晶区的疲劳寿命, 且板材的疲劳寿命随表面再结晶区深度增加而降低;

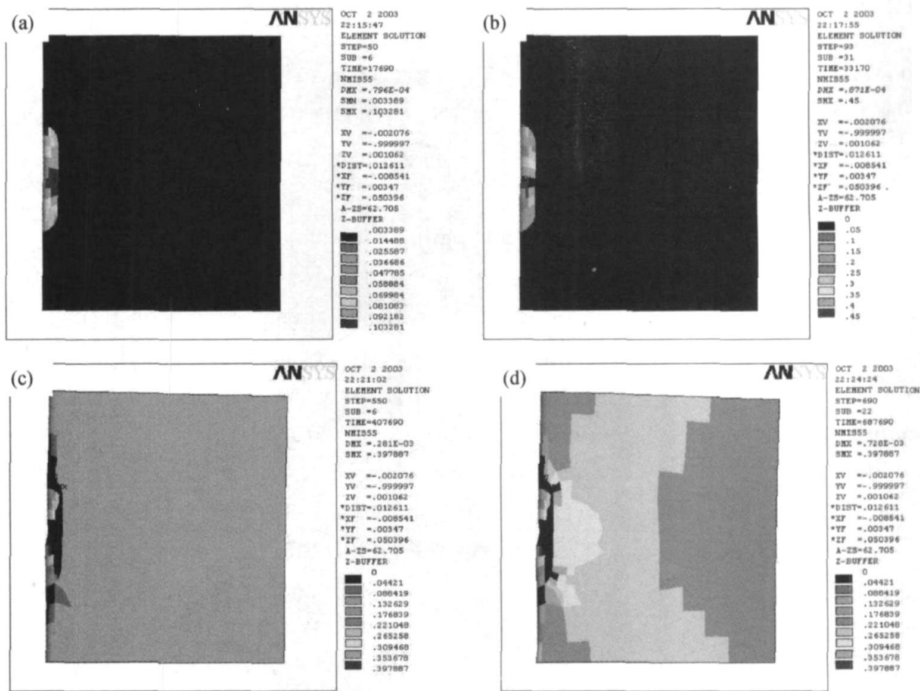


图 8 表面含再结晶区板材试样的损伤演化过程 (a) 17690s; (b) 33170s; (c) 407690s; (d) 687690s
Fig 8 Damage evolutionary process of board specimen with recrystallized zone at the surface
(a) 17690s; (b) 33170s; (c) 407690s; (d) 687690s

疲劳均起源于表面再结晶区, 源区呈沿晶特征。

(2) 有限元模拟结果表明, 再结晶的存在影响了应力场分布, 再结晶与定向凝固合金基体界面处应

力最大, 早期损伤容易在该处发生, 并萌生疲劳裂纹。

(下转第 71 页)

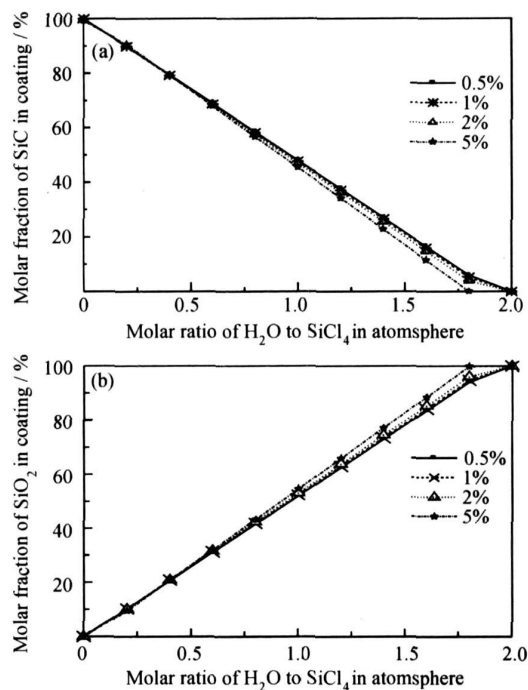


图3 反应产物浓度对制备的 SiC/SiO₂ 复合涂层相组成的影响 (a) SiC; (b) SiO₂

Fig 3 Influence of the reactant concentration in CVD atmosphere on the phase composition of SiC/SiO₂ composite coatings (a) SiC; (b) SiO₂

(2) 过高的沉积温度和过低的沉积温度均不利于 SiC/SiO₂ 复合涂层的组织分布控制, 合适的沉积温度为 1100~1200℃。

(3) 过高的反应物浓度导致涂层中容易出现杂质相和不利于浓度控制, 最佳反应物浓度为: SiCl₄ 摩尔分数为 1%~2%, 沉积 SiC 涂层时 CH₄ 与 SiCl₄ 的摩尔比为 1, 沉积 SiO₂ 涂层时水蒸气与 SiCl₄ 摩尔比为 2, 通过逐渐改变 CVD 气氛中的水蒸气与 SiCl₄ 摩尔比(从 0 到 2)和 CH₄ 与 SiCl₄ 的摩尔比(从 1 到 0)来沉积 SiC/SiO₂ 梯度过渡层。

参考文献

- [1] ION S, NICHOLLS D, MATZIE R, et al. Pebble bed modular reactor—the first generation IV reactor to be constructed[J]. Nuclear Energy, 2004, 42(1): 55–62.
- [2] LUO X W, ROBIN J C, YU S Y. Effect of temperature on graphite oxidation behavior[J]. Nuclear Engineering and Design, 2004, 227: 273–280.
- [3] TANG C H, GUAN J. Improvement in oxidation resistance of the nuclear graphite by reaction-coated SiC coating[J]. Journal of Nuclear Materials, 1995, 224: 103–108.
- [4] ZHU Q S, QIU X L, MA C W. The oxidation resistance improvement of matrix graphite of spherical fuel element by slip-generation process[J]. Journal of Nuclear Materials, 1998, 254: 221–225.
- [5] FU Z Q, TANG C H, LIANG T X. Structure of SiC coatings from polycarbosilane on graphite for fuel element matrix of high temperature gas-cooled reactor[J]. Surface and Coating Technology, 2006, 200: 3950–3954.
- [6] 朱庆山. 高温气冷堆球形燃料元件基体石墨抗氧化研究(博士学位论文)[D]. 北京: 清华大学核能技术设计研究院, 1997.
- [7] FU Z Q, LIANG T X, ROBIN J C, et al. The stability of SiC coating and SiO₂/SiC multilayer on the surface of graphite for HTGRs at normal service condition[J]. Applied Surface Science, 2005, 240(1–4): 349–354.
- [8] FU Z Q, TANG C H, LIANG T X, et al. Oxidation of SiC and decomposition of SiO₂ at low partial pressure of oxygen in He-O₂ system[J]. Nuclear Engineering and Design, 2004, 234(1–3): 45–49.
- [9] 付志强. 高温气冷堆燃料元件基体石墨的 SiC/SiO₂ 抗氧化涂层研究(博士学位论文)[D]. 北京: 清华大学核能技术设计研究院, 2005.

基金项目: 中国地质大学(北京)科学技术基金(200503); 科学钻探国家专业实验室开放课题(NLSD200605)

收稿日期: 2007-09-17; 修订日期: 2008-03-25

作者简介: 付志强(1970—), 男, 副教授, 博士, 主要从事表面工程及新型能源材料研究. 联系地址: 北京市海淀区学院路 29 号中国地质大学(北京)工程技术学院(100083). E-mail: fuzq@cugb.edu.cn

(上接第 67 页)

参考文献

- [1] 陶春虎, 颜鸣皋, 张卫方, 等. 定向凝固和单晶叶片的损失与预防[J]. 材料工程, 2003, (suppl): 15–20.
- [2] 陶春虎, 张卫方, 李运菊, 等. 定向凝固和单晶高温合金的再结晶[J]. 失效分析与预防, 2006, 1(4): 1–9.
- [3] 张卫方, 李运菊, 赵爱国, 等. 定向凝固合金叶片裂纹与断裂综合分析[J]. 航空材料学报, 2003, (23): 127–131.
- [4] 张卫方, 李运菊, 刘高远, 等. 机械预变形对定向凝固合金持久寿

命的影响[J]. 稀有金属材料科学与工程, 2005, 34(4): 569–572.

- [5] 张宏伟, 陈荣章. 表面再结晶对 DZ25G 合金薄壁性能的影响[J]. 材料工程, 1996, (suppl): 98–101.
- [6] 郑运荣, 阮中慈, 王顺才. DZ22 合金的表层再结晶及其对持久性能的影响[J]. 金属学报, 1995, 31(suppl): 325–329.

收稿日期: 2007-10-28; 修订日期: 2008-01-10

作者简介: 贾波(1966—), 男, 高工, 博士生, 主要从事定向凝固高温合金的再结晶研究. 联系地址: 北京市 81 信箱 4 分箱 李春光 转(100095).