

K465 高温合金短时超温后的显微组织退化及拉伸性能

Microstructural Degradation and Tensile Properties
of K465 Equiaxed-cast Superalloy After
Short-time Overheating

郭小童¹, 郑为为¹, 肖程波², 郑运荣¹, 冯 强¹

(1 北京科技大学 新金属材料国家重点实验室, 北京 100083;

2 中国航发 北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095)

GUO Xiao-tong¹, ZHENG Wei-wei¹, XIAO Cheng-bo²,

ZHENG Yun-rong¹, FENG Qiang¹

(1 State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials,

University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China;

2 Science and Technology on Advanced High Temperature Structural

Materials Laboratory, AECC Beijing Institute of Aeronautical

Materials, Beijing 100095, China)

摘要: 航空发动机涡轮叶片在非正常工况下服役会发生短时超温的现象, 导致叶片严重损伤。本工作利用高温拉伸实验设备, 对航空发动机涡轮叶片用 K465 合金在 1180~1270℃ 短时超温条件下的瞬时拉伸性能进行了测试。利用 SEM、XRD 和物理化学相分析的方法观察和定量表征拉伸前后的显微组织, 研究了短时超温过程中显微组织的演变规律及其对拉伸性能的影响。结果表明: 随超温温度增加, K465 合金中 γ' 相、碳化物和晶界 γ' 膜逐步回溶; γ' 相形成元素在枝晶间的富集导致枝晶间 γ' 相完全溶解温度显著高于枝晶干。在 1270℃ 下, 晶界与枝晶间残余共晶处发生初熔。合金的屈服强度随着超温温度的增加显著降低, 由 1000℃ 时的 439MPa 急剧下降至 1180℃ 时的 85MPa 和 1240℃ 时的 26MPa。一次 γ' 相与晶界 γ' 膜的回溶及初熔是影响拉伸性能的主要因素。

关键词: K465 合金; 涡轮叶片; 超温; 显微组织; 拉伸性能

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2018.000188

中图分类号: TG132.32; TG156.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2018)10-0077-10

Abstract: Turbine blades of aircraft engines may suffer serious degradation caused by overheating service exposures. In this paper, microstructure characteristics and tensile properties of K465 alloy, which is an equiaxed cast superalloy and widely used in turbine blades and vanes, were investigated after overheating treatment at 1180~1270℃. The microstructure before and after overheating was also examined and quantitatively characterized using SEM, XRD and physicochemical phase analysis. The relationship between microstructural degradation after overheating and tensile properties was investigated. The results indicate that primary γ' phase, carbides and grain boundaries are gradually dissolved in K465 alloy with increasing the overheating temperature; γ' phase distributed in the interdendritic region has a higher dissolution temperature than that in the dendrite core region due to a higher content of γ' phase forming elements. Incipient melting mainly occurs at the residual eutectic region and grain boundaries at 1270℃. The tensile properties are decreased significantly with increasing the overheating temperature, the yield strength was 439MPa at 1000℃ and dramatically decreased to 85MPa and 26MPa at 1180℃ and 1240℃, respectively. The tensile properties are mainly influenced by the dissolution behaviors of primary γ' phase and γ' film along grain boundaries as well as the influence of incipient melting.

Key words: K465 alloy; turbine blade; overheating; microstructure; tensile property

高压涡轮叶片作为航空发动机关键部件之一,长期经受高温、高压燃气以及离心力、振动和弯曲应力等复杂载荷的影响^[1]。在服役过程中,发动机喘振、燃油调节不良和进气道畸变等非正常工况均会导致叶片的服役温度高于最高工作允许温度,即遭遇超温服役^[2]。叶片在超温服役过程中可能在离心应力的作用下发生蠕变断裂。统计结果显示发动机零部件失效事件的70%以上是转子叶片失效^[2-7],断裂失效出现概率最高,其危害性也最大^[2]。

超温根据严重程度分为过热和过烧,当服役温度超过叶片的固相线温度为过烧;当服役温度超过叶片的最高工作允许温度而低于固相线温度为过热^[3]。Rowe 及 Weiss 等分别在 20 世纪 50 与 70 年代研究了超温对多晶高温合金力学性能的影响,结果表明超温对不同成分的高温合金力学性能的影响差异显著^[8-11]。例如,经 982℃ 超温处理后,IN700 合金的蠕变性能不受影响而 M252 合金的蠕变性能反而提高^[8]。但是,由于当时缺乏先进的材料表征手段(如扫描电镜等),缺乏微观组织的定量表征,微观组织与力学性能之间的关联性并未完全建立。此后,针对超温对高温合金微观组织与力学性能影响的公开报道非常有限。直至 21 世纪初,Cormier 等开始针对镍基单晶高温合金展开研究,发现超温均导致 γ' 相明显退化,蠕变性能显著降低^[12],但针对多晶合金则缺乏关注。同时,国内研究者仍主要聚焦在对叶片的失效分析,如李淑媛^[4]等的研究也发现超温导致 K5 涡轮叶片显微组织退化严重,裂纹均在过烧区域产生并最终导致叶片失效,但极少涉及超温后显微组织退化与性能损伤之间的对应关系。近年来,童锦艳等开展了 GH4033 和 GH4037 合金锻造涡轮叶片超温服役的研究,发现叶片超温后的冷却速率及后续服役温度对叶片的安全服役均有影响^[13-16]。然而,目前各类等轴晶铸造高温合金的公开报道普遍缺乏超温温度下的力学性能数

据,缺乏超温导致力学性能退化的机理研究。

等轴晶铸造 K465 镍基高温合金被广泛用于航空发动机的涡轮转子叶片和导向叶片^[17]。近年来针对 K465 合金的研究主要集中在正常服役温度下的显微组织演变与力学性能方面^[18-24]。已有的研究表明:在 900~1050℃ 长时热处理后,包括 γ' 相的逐步退化、原始 MC 碳化物的分解及 μ 相的生成等组织损伤均会降低高温持久性能^[23-24]。然而,关于短时超温条件下合金的组织退化规律及其对高温力学性能的影响还未见公开报道。本工作以 K465 合金材料为研究对象,通过观察和表征过热状态(1180~1240℃)和过烧状态(1270℃)下的 γ' 相、晶界、碳化物等显微组织特征并测试不同超温温度下的拉伸性能,从而获得组织退化对拉伸性能损伤的影响规律。本工作的研究成果对等轴晶铸造高温合金短时超温服役损伤的研究起到借鉴作用,为该合金叶片的外场维修提供图谱数据。同时,完善该高温合金力学性能数据库,为航空发动机叶片服役温度与应力的设计提供参考依据。

1 实验材料与方法

实验使用的等轴晶 K465 合金为 $\phi 16\text{mm} \times 170\text{mm}$ 的精铸试棒,均经过 $1210^\circ\text{C} \times 4\text{h}/\text{AC}$ 标准热处理^[25],由中国航空发动机集团公司北京航空材料研究院制备。为了增加合金拉伸性能的可比性,拉伸试样均取自同一批次浇铸的试样。该批次合金的化学成分委托钢研纳克检测技术有限公司测定,如表 1 所示。采用 JXA-8100 型电子探针显微分析仪(EPMA)对合金中随机选取的 5 个枝晶干与枝晶间区域的元素成分分别进行定量测量,测量结果取平均值,列于表 2 中。结果表明固溶强化元素 W,Co,Cr 和 Mo 偏析于枝晶干区域,而 γ' 相强化元素 Al,Ti 和 Nb 偏析于枝晶间区域。

表 1 K465 合金的主要化学成分(质量分数/%)

Table 1 Measured chemical compositions of K465 alloy (mass fraction/%)

W	Co	Cr	Al	Ti	Mo	Nb	C	Ni
10.40	10.01	8.42	5.65	2.73	1.51	1.06	0.15	Bal

表 2 K465 合金枝晶干与枝晶间的化学成分(质量分数/%)

Table 2 Chemical compositions in the dendrite core and interdendritic region of K465 alloy (mass fraction/%)

Location	W	Co	Cr	Al	Ti	Mo	Nb	Ni
Dendrite core	9.22	10.65	9.88	5.36	2.10	1.39	0.60	Bal
Interdendritic region	6.41	9.43	7.26	6.51	3.02	1.22	0.79	Bal

K465 合金涡轮工作叶片和导向叶片的最高使用温度分别为 1000℃ 和 1050℃^[25]。根据国标 GB228.1—2010 和 GB228.2—2015 开展室温, 1000, 1050℃ 和 1100℃ 温度下的拉伸性能测试, 拉伸速率为 $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 试样示意图如图 1(a) 所示。拉伸实验采用 DDL-50 电子万能试验机, 加热采用普通对开式电阻炉。为了充分研究过热和过烧状态下显微组织对拉伸性能的影响, 超温拉伸实验温度设为 1180, 1210,

1240℃ 和 1270℃, 拉伸速率为 $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 试样示意图如图 1(b) 所示。拉伸实验采用 DDL-50 电子万能试验机, 加热采用丹麦 Mcore 公司特制的高温加热炉, 符合美国 ASTM D638-14 拉伸性能测试标准, 可在最高温度 1300℃ 下进行拉伸和蠕变性能测试。在实验过程中, 标距区温差不超过 $\pm 3^\circ\text{C}$ 。所有拉伸实验均在到温并保持 10min 后加载, 样品断裂后迅速打开炉门空冷至室温。每个温度下测量 2 个有效拉伸试样,

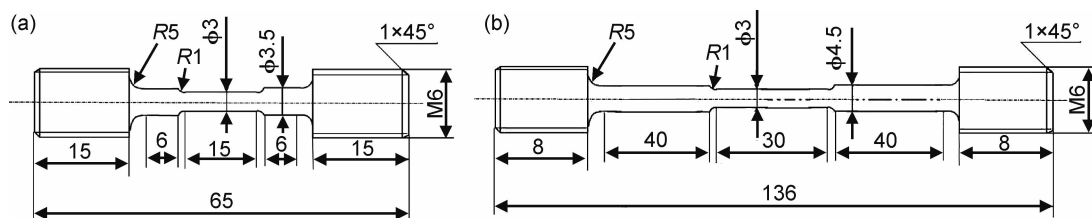


图 1 在室温~1100℃温度范围内(a)和 1180~1270℃温度范围内(b)的拉伸试样示意图

Fig. 1 Schematic diagrams of the tensile specimen in the temperature range of room temperature to 1100℃ (a) and 1180℃ to 1270℃ (b)

结果取其平均值。

为了获得超温拉伸前的显微组织, 从拉伸试棒的余料上加工多个 $\phi 16\text{mm} \times 3\text{mm}$ 的样品。采用与拉伸实验相同的加热制度, 将样品在 Mcore 公司高温加热炉中加热至实验温度并保温 10min 后水淬以便得到拉伸前的显微组织。将样品从中间剖开后观察横截面的显微组织。

金相样品按照标准制样程序进行研磨和抛光后, 以 $\text{H}_3\text{PO}_4 : \text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{SO}_4 = 3 : 10 : 12$ (体积比) 溶液为电解液, 在 3V 电压下浸蚀 4~6s 后, 去除 γ 基体, 显示块状 γ' 相和“光板状”残余共晶的形貌。以 $\text{HCl} : \text{HNO}_3 : \text{甘油} = 3 : 1 : 1$ (体积比) 溶液为浸蚀液, 化学浸蚀 6s 后, 去除 γ' 相, 显示碳化物与晶界的形貌。采用 AXIO Imager A2m 型光学显微镜 (OM) 观察合金宏观组织。采用 SUPRA 55 型场发射扫描电子显微镜 (FE-SEM) 二次电子模式 (SE) 对 γ' 相进行观察, 并通过背散射模式 (BSE) 对晶界和碳化物进行观察。

为了确定 γ' 相晶型与碳化物类型, 以不锈钢板为阴极, 试样为阳极, 对试样进行电解相萃取。萃取 γ' 相所用电解液成分为 1% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (质量分数) + 1% $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (质量分数) 的水溶液, 电流密度为 0.03 A/cm^2 , 萃取时间为 0.5h。萃取碳化物所用电解液成分为 90% CH_3OH (体积分数) + 10% HCl (体积分数) + 1% $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (质量分数), 电流密度为 0.1 A/cm^2 , 萃取时间为 2h。随后使用真空抽滤装置将相萃取产物过滤, 干燥后收集。对萃取后得到的粉末进行了 X 射线表征与分析。X 射线衍射仪 (XRD) 仪器类型为 Ulti-

ma, 扫描范围为 $30^\circ \sim 90^\circ$, 扫描速率为 $2 \sim 5 (^\circ)/\text{min}$, 步长为 0.02° 。合金的基体与典型析出相的化学成分委托钢研纳克检测技术有限公司利用物理化学相分析的方法测定, 如表 3 所示。值得注意的是, 由于物理化学相分析的方法并不能准确测量 C 元素的含量, 因此 MC 与 M_6C 型碳化物中的 C 元素含量是计算的理论值。由于析出相富集元素种类不同, 一般析出相富含重元素越多, BSE 模式下衬度越亮, 因此 BSE 模式下的衬度差异有助于辨认析出相。

统计残余共晶、初熔的面积分数时, 随机选取 3 个以上视场, 每个视场选取 3~5 张 OM 照片; 枝晶干 γ' 相的形貌较规则, 因此统计 γ' 相面积分数时只统计枝晶干区域。统计 γ' 相和碳化物的面积分数或尺寸时, 分别随机选取 5 张和 30~50 张 SEM 照片。采用网格计点法, 利用 Photoshop 软件对选取的照片进行定量统计。利用 Image-pro 软件“平均等效直径模式”计算 γ' 相的尺寸。

为了研究 K465 合金不同温度下的析出规律以及枝晶干与枝晶间 γ' 相面积分数的差异, 假定各相的密度在不同温度下基本保持不变, 通过研究各物相质量分数的变化来反映其面积分数的变化。采用 Thermo-Calc 热力学计算软件, 根据 TTNI8 数据库计算了 600~1400℃ 温度区间内合金的平衡态相组成以及枝晶干和枝晶间的 γ' 相平衡态质量分数。

2 结果与分析

2.1 原始组织

图 2 为标准热处理后的等轴晶铸造 K465 合金原

始组织形貌。图 2(a)为低倍宏观形貌,晶内包含大块“光板”状残余共晶、颗粒状一次 γ' 相和骨架状碳化物。残余共晶分布在枝晶间区域,面积分数约为 3.6%,其平均尺寸约为 $8\mu\text{m}$ 。图 2(b)显示枝晶间区域逐渐过渡到枝晶干区域, γ' 相的尺寸逐渐减小。枝晶间 γ' 相形状不规则,其面积分数为 70%~75%,尺寸约为 $1.8\mu\text{m}$;枝晶干 γ' 相呈现规则立方状,其面积分数约为 59.8%,尺寸约为 $0.6\mu\text{m}$ 。在 γ 基体通道内

分布着细小的二次 γ' 相。图 2(c)显示枝晶间分布着灰色衬度的骨架状 MC 型碳化物和白亮色衬度的块状或片状 M_6C 型碳化物,碳化物往往由暗灰色的 γ' 膜包裹。 M_6C 型碳化物和 γ' 膜主要是在标准热处理过程中由 MC 型碳化物与基体反应转化而成。图 2(d)显示晶界由连续的 γ' 膜包裹,中间不连续分布着块状 MC 型碳化物和 M_6C 型碳化物。同时,部分晶界上也分布着“光板状”残余共晶。

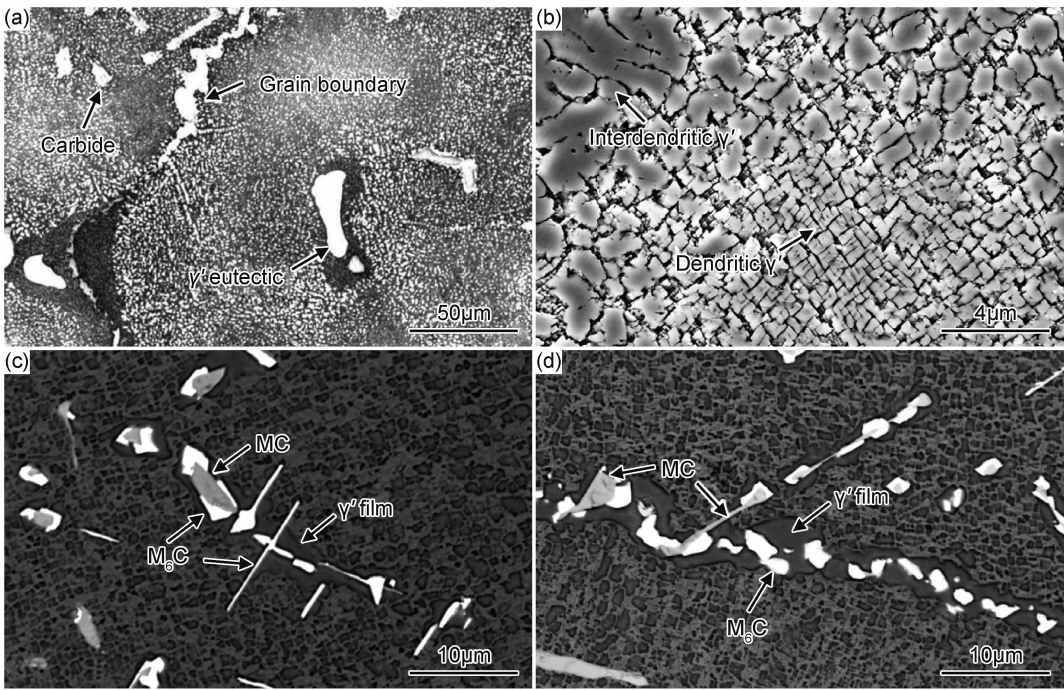


图 2 K465 合金铸棒在 $1210^\circ\text{C}/4\text{h}$ 标准热处理后的典型显微组织形貌

(a)金相组织;(b)枝晶干与枝晶间过渡区域 γ' 相;(c)枝晶间碳化物;(d)晶界

Fig. 2 Typical as-received microstructures of K465 alloy after heat treatment at $1210^\circ\text{C}/4\text{h}$

(a)optical microstructure;(b) γ' phase between dendrite core and interdendritic region;

(c)carbides in the interdendritic region;(d)grain boundary

图 3 为标准热处理后的等轴晶铸造 K465 合金典型析出相的 XRD 谱图。 γ' 相、MC 与 M_6C 型碳化物

均为面心立方结构。不同的是,由于 3 种析出相的成分差异导致了 XRD 析出峰的角度有所差异。经过计算,

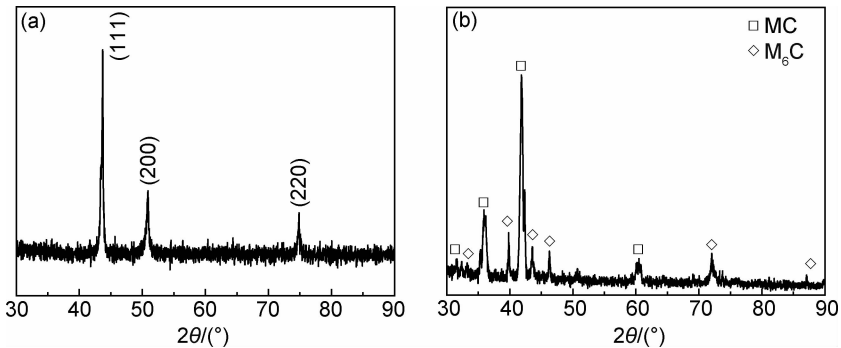


图 3 K465 合金铸棒在 $1210^\circ\text{C}/4\text{h}$ 标准热处理后的典型析出相的 XRD 谱图

(a) γ' 相;(b)MC 与 M_6C 型碳化物

Fig. 3 XRD patterns of the extracted phases in K465 alloy after heat treatment at $1210^\circ\text{C}/4\text{h}$

(a) γ' phase;(b)MC and M_6C carbides

γ' 相、MC 与 M_6C 型碳化物的点阵常数分别为 0.350, 0.431nm 和 1.107nm。表 3 为标准热处理后的等轴晶铸造 K465 合金基体与典型析出相的化学成分。 γ 基体富含 Ni、Co 和 Cr 元素; γ' 相富含 Ni 和 Al 元素;MC 型碳化物富含 Ti 和 Nb 元素; M_6C 型碳化物富含 W、Ni 和 Ti 元素。合金原始组织中各物相的面积分数见表 4。

表 3 K465 合金铸棒在 1210℃/4h 标准热处理后的基体与典型析出相的化学成分 (原子分数/%)

Table 3 Typical measured compositions of matrix and various phases in K465 alloy after heat treatment at 1210℃/4h (atom fraction/%)

Phase	Ni	W	Co	Cr	Al	Ti	Mo	Nb	C
γ matrix	54.24	3.83	14.07	19.81	5.67	0.72	1.48	0.18	
γ' phase	66.38	2.52	6.91	3.41	15.61	4.21	0.37	0.59	
MC	—	9.29	—	1.14	—	25.68	2.32	11.57	50
M_6C	15.31	30.60	6.00	11.57	—	13.04	6.78	2.41	14.29

表 4 原始状态和经不同温度超温处理 10min 后 K465 合金各物相的面积分数

Table 4 Area fractions of various phases in K465 alloy on conditions of as-received and after overheating at different temperatures for 10min

Phase	Area fraction/%				
	As-received	1180℃	1210℃	1240℃	1270℃
Dendrite primary γ'	59.8±2.9	19.2±2.8	—	—	—
γ' eutectic	3.6±0.2	3.5±0.3	2.4±0.2	2.1±0.7	0.1±0.1
Incipient melting	—	—	—	—	3.1±0.6
MC	1.56±0.18	1.50±0.23	1.23±0.15	1.29±0.31	1.36±0.15
M_6C	1.32±0.22	1.28±0.26	1.25±0.25	1.01±0.22	0.50±0.19

2.2 超温后的显微组织

图 4 为 K465 合金短时超温后枝晶干与枝晶间区域的 γ' 相形貌。1180℃ 时,枝晶干和枝晶间区域 γ' 相均部分溶解(见图 4(a)),枝晶干 γ' 相的面积分数急剧

下降至 19.2%(见表 4),仅相当于合金原始组织的 1/3。当温度升至 1210℃ 后,枝晶干 γ' 相全部溶解而枝晶间还残留着部分 γ' 相(见图 4(b))。1240℃ 时,枝晶间 γ' 相基本溶解仅残留少量原始粗大的 γ' 相(见图 4

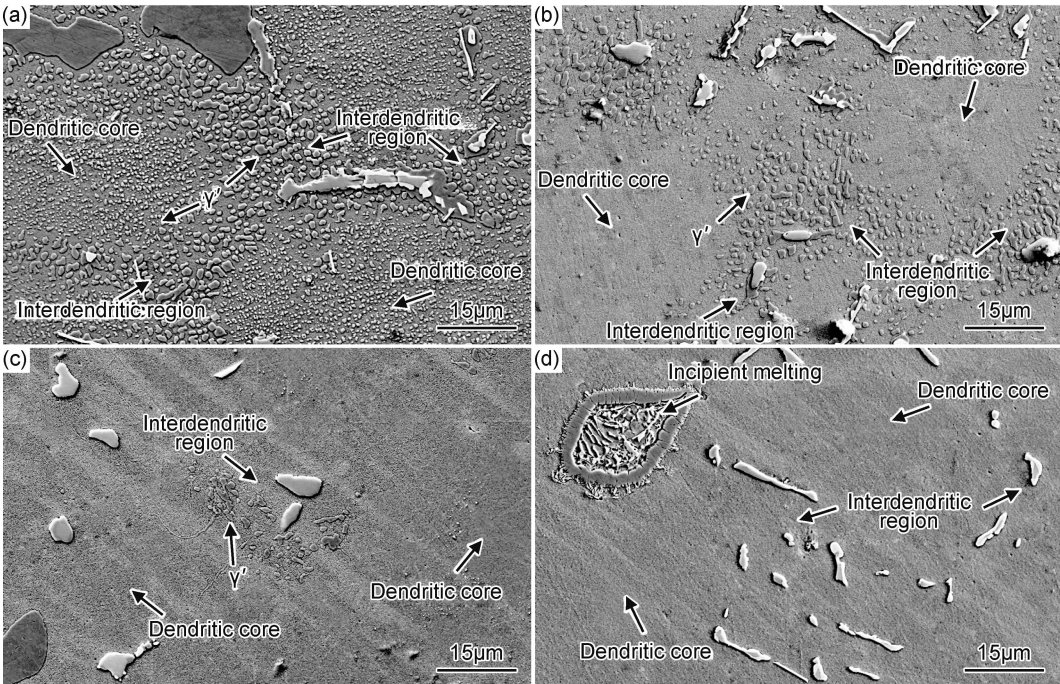


图 4 K465 合金经不同温度超温处理 10min 后的枝晶干与枝晶间区域 γ' 相形貌

(a)1180℃;(b)1210℃;(c)1240℃;(d)1270℃

Fig. 4 Morphologies of γ' phase in the dendrite core and interdendritic regions of K465 alloy after different overheating treatments for 10min

(a)1180℃;(b)1210℃;(c)1240℃;(d)1270℃

(c))。当温度升高至 1270℃时,基体内 γ' 相全部溶解(见图 4(d))。图 4 表明随着超温温度的增加,合金枝晶干与枝晶间区域 γ' 相的溶解程度均逐渐加剧,枝晶间 γ' 相的完全溶解温度显著高于枝晶干 γ' 相。

图 5 为 K465 合金短时超温后的晶界形貌。1180℃时,晶界显微组织保持完好,未发生明显退化(见图 5

(a));1210℃时,部分晶界 γ' 膜发生溶解(见图 5(b));当温度继续升高至 1240℃时,晶界 γ' 膜全部溶解,只残留碳化物颗粒(见图 5(c))。1270℃时,过烧导致晶界处发生明显的初熔,碳化物发生明显的溶解(见图 5(d))。与原始组织相比,1180~1270℃短时超温 10min 后,晶界的组织退化主要表现为 γ' 膜的溶解和初熔。

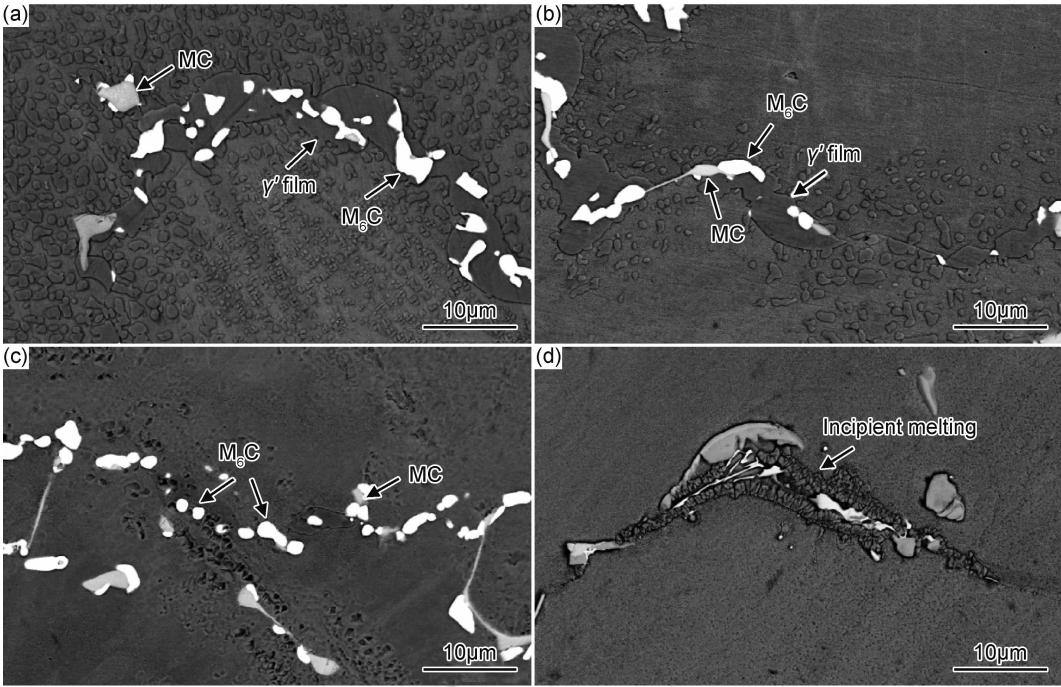


图 5 K465 合金经不同温度超温处理 10min 后的晶界形貌

(a)1180℃;(b)1210℃;(c)1240℃;(d)1270℃

Fig. 5 Grain boundary morphologies of K465 alloy after different overheating treatments for 10min

(a)1180℃;(b)1210℃;(c)1240℃;(d)1270℃

K465 合金经短时超温后枝晶间区域的形貌如图 6 所示。1180℃时,碳化物形貌与合金原始形貌接近(见图 6(a)),颗粒状 M_6C 型碳化物附着于 MC 型碳化物。1210℃时的碳化物形貌与 1180℃类似。1240~1270℃时, M_6C 型碳化物开始溶解。其中,1270℃时, M_6C 型碳化物边角变得圆润,面积分数下

降至 0.50%,相比于 1180℃时明显减少,尺寸也发生了显著的降低(见图 6(b))。MC 型碳化物分解生成 M_6C 型碳化物的反应在短时超温过程中并不显著,而 M_6C 型碳化物溶解逐渐加剧。1270℃时枝晶间残余共晶附近区域发生初熔(见图 6(c)),其初熔面积分数约为 3.1%。初熔组织中分布着暗灰色相与白亮色

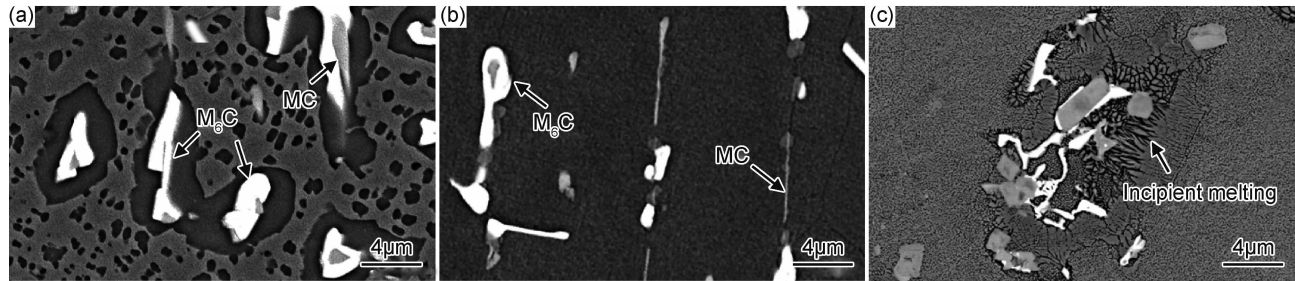


图 6 K465 合金经不同温度超温处理 10min 后的枝晶间碳化物与初熔形貌

(a)1180℃时碳化物形貌;(b)1270℃时碳化物形貌;(c)1270℃时枝晶间初熔形貌

Fig. 6 Interdendritic carbides and incipient melting morphologies in K465 alloy after different overheating treatments for 10min

(a)carbides morphology at 1180℃;(b)carbides morphology at 1270℃;(c)morphology of incipient melting at 1270℃

相,SEM-EDS 结果显示暗灰色相富含 Ti, W 和 Nb 元素,白亮色相富含 Ni, Cr 和 Co 元素。随着超温温度的增加,残余共晶的面积分数也逐渐下降;1270℃时,残余共晶面积分数急剧下降至 0.1%。超温后各物相的统计分数均与组织形貌相符,统计结果见表 4。

2.3 拉伸性能

对 K465 合金在室温及不同温度下进行拉伸性能测试,结果如图 7 所示。除了室温拉伸(用空心符号表示),其余拉伸实验温度均超过了 K465 合金屈服强度峰值温度($\sim 800^\circ\text{C}$)^[25]。因此,随着温度的升高,合金的屈服强度和抗拉强度逐渐降低。1180℃时,屈服强度和抗拉强度分别为 85MPa 和 94MPa,仅相当于 1000℃下拉伸强度的 1/5。1270℃时,由于合金发生初熔,在此温度下获得断裂强度仅为 17MPa。1180~1240℃时,合金的断后伸长率与断面收缩率分别在 6% 和 28% 以上,而 1270℃时,断后伸长率和断面收缩率急剧下降至 1.4% 和 2.3%。1270℃过烧时合金已经发生初熔,因此未统计其屈服强度。

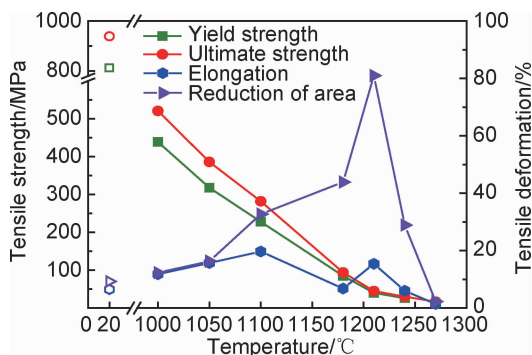


图 7 K465 合金在不同温度下的拉伸性能

Fig. 7 Tensile properties of K465 alloy at different temperatures

3 分析与讨论

3.1 短时超温对 K465 合金显微组织的影响

高温合金涡轮叶片在服役过程中,超温的发生会导致 γ' 相发生粗化长大和溶解等现象^[26]。随着超温温度的提高, γ' 相的面积分数将持续下降从而导致叶片的强度急剧下降。显微组织的观察结果表明:K465 合金经 1180~1270℃ 短时超温后,最显著的显微组织退化现象为 γ' 相的溶解,其次是晶界与枝晶间残余共晶和 M_6C 型碳化物的溶解以及初熔。对于固定合金体系,温度和压力是平衡态相组成的影响因素,而压力的变化在实验条件下对相平衡的影响极小,因此温度成为主要的影响因素。超温过程中,合金的显微组织向该温度下的平衡态组织进行转变,而应力会加快转

变速率。尽管合金显微组织与平衡态组织可能存在差异,但平衡相图依旧可以对组织演变规律起很好的指导作用。本工作采用 Thermo-Calc 热力学模拟软件计算了 K465 合金在 600~1400℃ 范围内的平衡相图(见图 8(a))。模拟计算结果表明合金的固相线温度为 1311℃, M_{23}C_6 型碳化物的完全溶解温度为 1040℃; MC 型碳化物存在温度范围为 1030~1400℃; M_6C 型碳化物存在温度范围为 900~1132℃,峰值析出温度为 1030℃。在 600~1400℃ 温度范围内,随着温度的增加, γ' 相的质量分数逐渐下降;且 γ' 相质量分数下降的速率随温度的升高而增大,表明温度越高其对 γ' 相质量分数的影响越显著。

本工作所用的 K465 合金二次枝晶间距约为 100 μm ,枝晶干与枝晶间区域存在明显的元素偏析(见表 2)并导致不同区域的 γ' 相形貌差异显著(见图 2(b))。在 1180~1240℃ 温度范围内,随着温度的增加,枝晶干与枝晶间区域的 γ' 相的退化逐渐加剧,由部分溶解(见图 4(a))到枝晶干的 γ' 相完全溶解,而枝晶间仍残留着大量的 γ' 相(见图 4(b));最后仅枝晶间区域还残留着少量 γ' 相(见图 4(c))。实验结果表明枝晶间 γ' 相的完全溶解温度高于枝晶干区域。当超温温度达到 1270℃ 时,合金发生过烧,晶界与枝晶间残余共晶附近发生了明显的初熔(见图 4(d)和图 6(c)),表明合金的初熔温度不高于 1270℃。同时,为了研究元素偏析对枝晶干与枝晶间 γ' 相面积分数的影响,利用表 2 中枝晶干与枝晶间的化学成分,计算了枝晶干与枝晶间区域在 600~1400℃ 范围内 γ' 相的平衡相图(见图 8(b))。由于枝晶间 γ' 相的形成元素 Al、Ti 和 Nb 的含量显著高于枝晶干区域(见表 2),相同温度下枝晶间 γ' 相的质量分数明显大于枝晶干区域(见图 8(b))。模拟计算结果表明枝晶间 γ' 相的完全溶解温度显著高于枝晶干 γ' 相,分别为 1280℃ 和 1200℃。实验结果与计算结果具有很好的一致性,表明枝晶间 γ' 相形成元素的富集导致了枝晶间区域 γ' 相的完全溶解温度显著高于枝晶干区域。

同时,高温下的晶界强度低于晶体内部,因而晶界成为高温下合金的薄弱环节,而晶界内粒状或链状分布的碳化物则对晶界起强化作用^[27]。合金经过标准热处理后,晶界处 MC 型碳化物与基体发生固态相变生成 M_6C 型碳化物与 γ' 膜(见图 2(d))。研究表明分布于晶界与枝晶间的 MC 型碳化物,在热暴露过程中极易发生相变反应,由于各型碳化物的稳定存在温度具有显著差异(见图 8(a)),1050℃ 以下发生 $\text{MC} + \gamma \rightarrow \text{M}_6\text{C} + \text{M}_{23}\text{C}_6 + \gamma'$ 的反应;而在 1050℃ 及以上温度时则发生 $\text{MC} + \gamma \rightarrow \text{M}_6\text{C} + \gamma'$ 的反应^[24]。

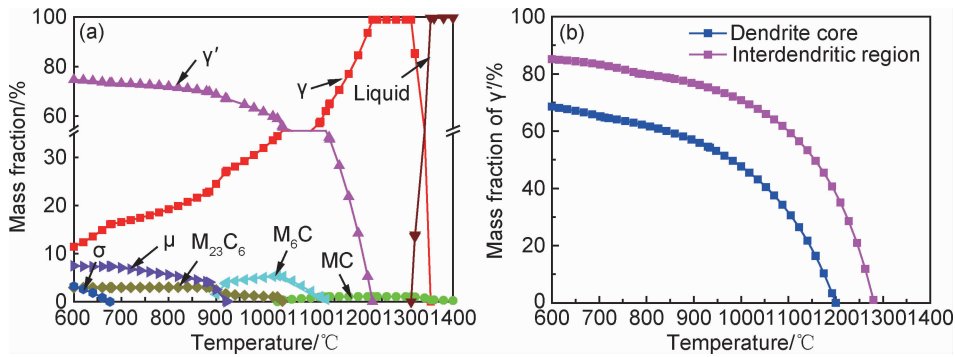


图 8 K465 合金在 600~1400℃范围内的计算相图

(a) 相组成-温度平衡相图;(b) 枝晶干与枝晶间 γ' 相平衡相图

Fig. 8 Calculated phase diagrams of K465 alloy between 600℃ and 1400℃

(a) phase equilibrium diagram; (b) equilibrium diagram of γ' phase in dendrite core and interdendritic region

本工作的实验结果显示,与原始组织相比,1180℃时晶界与枝晶间碳化物的形貌并未发生显著退化(见图 5(a)和图 6(a))。但是,当温度升高至 1270℃后, M_6C 型碳化物发生了明显的溶解(见图 5(d)和图 6(b)),其面积分数下降至 0.50%(见表 4)。超温处理后并未见 $M_{23}C_6$ 型碳化物的析出;且晶界与枝晶间处并未发生 MC 型碳化物转变为 M_6C 型碳化物的相变反应。模拟计算的相图表明超温温度均超过了 $M_{23}C_6$ 与 M_6C 的析出温度,但位于 MC 析出温度范围内。因此,超温过程中并未发生 MC 碳化物的相变反应;由于温度过高,原始组织中的 M_6C 型碳化物发生溶解现象,且在 1270℃发生过烧时的溶解最为显著。

3.2 显微组织退化对 K465 合金超温拉伸性能的影响

高温下镍基合金的强化主要源于 γ' 相沉淀强化、固溶强化和晶界强化。根据 Osada 等^[28] 对多晶铸造镍基高温合金高温强度的研究,假设屈服强度可以满足以下公式:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_{Ni} + \Delta\sigma_{sol} + \Delta\sigma_{\gamma'II} + \Delta\sigma_{\gamma'I} + \Delta\sigma_{GB} + \Delta\sigma_{TB} \tag{1}$$

式中: σ_{Ni} 为纯镍单晶强化; $\Delta\sigma_{sol}$ 为固溶强化; $\Delta\sigma_{\gamma'II}$ 为二次 γ' 相强化; $\Delta\sigma_{\gamma'I}$ 为原始一次 γ' 相强化; $\Delta\sigma_{GB}$ 为晶界强化; $\Delta\sigma_{TB}$ 为反相畴界强化。

一般认为 σ_{Ni} 随着温度的升高而逐渐降低;在 1180~1270℃之间,随着超温温度的增加基体发生软化,固溶强化 $\Delta\sigma_{sol}$ 基本不变或降低^[29];由于拉伸过程中原始的二次 γ' 相全部溶解,因此 $\Delta\sigma_{\gamma'II}$ 可以忽略不计。显微组织观察结果已经表明:在 1180~1240℃时,合金中还不同程度地残留着一次 γ' 相。 $\Delta\sigma_{\gamma'I}$ 为 Gb 的乘积与 l 的比值(G 为切变模量, b 为柏格斯矢量的长度, l 为 γ' 相的平均间距),一次 γ' 相的溶解导致 γ' 相间的平均间距 l 增大, $\Delta\sigma_{\gamma'I}$ 减小。分布于晶界与

枝晶间的 MC 型碳化物,在热暴露过程中极易发生退化反应。晶界处 MC 型碳化物与基体反应并生成 M_6C 型碳化物与 γ' 膜,MC 与 M_6C 型碳化物呈粒状分布在 γ' 膜中。在 1180~1270℃范围内,晶界的退化程度不断增加,因此晶界的强化作用逐渐减弱, $\Delta\sigma_{GB}$ 逐渐减小。Yang 等^[19] 和 Yuan^[24] 等的研究表明,当温度高于 900℃时,K465 合金中位错常以 Orowan 机制绕越 γ' 相的方式运动。因此,可以认为本工作所研究的合金在实验温度下由位错切割 γ' 相产生的反相畴界强化 $\Delta\sigma_{TB}$ 为零。在 1180~1270℃范围内,合金的拉伸强度随温度的增加而逐渐降低主要是由于一次 γ' 相的溶解以及枝晶间碳化物与晶界等显微组织的退化造成的。

与 1100℃以下实验结果相比,1180℃短时超温后屈服强度急剧下降至 85MPa,显微组织特征显示仅一次 γ' 相发生了显著退化,而晶界与枝晶间碳化物、残余共晶等并未出现明显退化,表明一次 γ' 相对合金的屈服强度的影响最为显著。

4 结论

(1) K465 合金超温后的组织退化模式表现为 γ' 相的回溶、碳化物和晶界 γ' 膜的溶解以及初熔的发生。其中,1180℃时,枝晶干 γ' 相面积分数由原始的 59.8%降低至 19.2%。1240℃时,枝晶干 γ' 相基本溶解而枝晶间区域还残留着少量的 γ' 相。1270℃时, γ' 相完全溶解, M_6C 型碳化物出现了明显的溶解,同时过烧导致晶界与残余共晶处发生了初熔。枝晶间 γ' 相形成元素 Al, Ti 和 Nb 的富集导致其溶解温度显著高于枝晶干 γ' 相。

(2) 拉伸性能随着超温温度的增加显著下降。1180℃时屈服强度急剧下降至 85MPa,仅相当于

1000℃拉伸强度的1/5;1210℃及以上温度屈服强度降至45MPa以下。1270℃时拉伸强度下降的同时,断后伸长率和断面收缩率也显著下降。1180~1240℃合金拉伸强度的显著下降主要源于一次 γ' 相及晶界 γ' 膜的溶解,而初熔的产生导致其1270℃时的断裂强度仅为17MPa。

参考文献

- [1] MAZUR Z, LUNA-RAMIREZ A, JUÁREZ-ISLAS J A, et al. Failure analysis of a gas turbine blade made of Inconel 738LC alloy[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2005, 12(3): 474-486.
- [2] 陶春虎, 钟培道, 王仁智, 等. 航空发动机转动部件的时效与预防[M]. 北京: 国防工业出版社, 2008: 64-69.
TAO C H, ZHONG P D, WANG R Z, et al. Failure analysis and prevention for rotor in aero-engine[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2008: 64-69.
- [3] 蔡玉林, 郑运荣. 高温合金的金相研究[M]. 北京: 国防工业出版社, 1996: 228.
CAI Y L, ZHENG Y R. Metallographic research of superalloys [M]. Beijing: National Defence Industry Press, 1996: 228.
- [4] 李淑媛, 郑运荣. 航空发动机涡轮叶片的超温失效分析[J]. *材料工程*, 1983(6): 47-49.
LI S Y, ZHENG Y R. Failure analysis for an overheated aero-engine turbine blade[J]. *Journal of Materials Engineering*, 1983 (6): 47-49.
- [5] POKLUDA J, KIANICOVÁ M. Assessment of performance capability of turbine blades with protective coatings after overheating events[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2010, 17: 1389-1396.
- [6] BLACHNIO J, PAWLAK W I. Damageability of gas turbine blades-evaluation of exhaust gas temperature in front of the turbine using a non-linear observer[M]. Poland: Intech Open Access Publisher, 2011: 435-464.
- [7] KIM S G, HWANG Y H, KIM T G, et al. Failure analysis of J85 Engine turbine blades[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2008, 15(4): 394-400.
- [8] ROWE J P, FREEMAN J. Effect of overheating on creep-rupture properties of M252 and Inconel 700 alloys at 1500 and 1600°F; final report to National Aeronautics and Space Administration [R]. Michigan: University of Michigan, 1960: 1-63.
- [9] ROWE J P, VOORHEES H R, FREEMAN J W. Effect of overheating on the creep-rupture properties of Unimet 500 alloys at 1600°F and 28000psi; final report to the General Electric Company Aircraft Gas Turbine Division[R]. Michigan: University of Michigan, 1957: 1-35.
- [10] WEISS I, ROSEN A, BRANDON G. Creep of Udimet 500 during thermal cycling: I. the minimum creep rate[J]. *Metallurgical Transactions*, 1975 (6A): 761-766.
- [11] WEISS I, ROSEN A, BRANDON G. Creep of Udimet 500 during thermal cycling: II. the time to failure[J]. *Metallurgical Transactions*, 1975 (6A): 767-772.
- [12] CORMIER J. Thermal cycling creep resistance of Ni-based single crystal superalloys[C] // *Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium of Superalloys*. Pennsylvania, USA: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2016: 383-394.
- [13] TONG J Y, DING X F, WANG M L, et al. Evaluation of a serviced turbine blade made of GH4033 wrought superalloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 618: 605-613.
- [14] 童锦艳, 冯微, 付超, 等. GH4033 合金短时超温后的显微组织损伤及力学性能[J]. *金属学报*, 2015, 51(10): 1242-1252.
TONG J Y, FENG W, FU C, et al. Microstructural degradation and mechanical properties of GH4033 alloy after overheating for short time[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2015, 51(10): 1242-1252.
- [15] TONG J Y, DING X, F WANG M L, et al. Assessment of service induced degradation of microstructure and properties in turbine blades made of GH4037 alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 657: 777-786.
- [16] TONG J Y, YAGI K, ZHENG Y R, et al. Microstructural degradation and its corresponding mechanical property of wrought superalloy GH4037 caused by very high temperature[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 690: 542-552.
- [17] 中国金属学会高温材料分会. 中国高温合金手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 2012: 232.
Academic Committee of the Superalloys CSM. China superalloys handbook[M]. Beijing: Standards Press of China, 2012: 232.
- [18] YANG J X, ZHENG Q, SUN X F, et al. Morphological evolution of MC carbide in K465 superalloy[J]. *Journal of Materials Science*, 2006, 41(19): 6476-6478.
- [19] YANG J X, ZHENG Q, SUN X F, et al. Morphological evolution of γ' phase in K465 superalloy during prolonged aging[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 457(1/2): 148-155.
- [20] 张宏伟, 肖程波, 王定刚, 等. 不同冷却方式对 K465 合金组织和力学性能的影响[J]. *材料工程*, 2002(12): 33-35.
ZHANG H Y, XIAO C B, WANG D G, et al. Influence of different cooling methods on microstructure and mechanical properties of K465 superalloy[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2002(12): 33-35.
- [21] PEI Z Y, HAN W, ZHAO G, et al. Effect of cooling rate on microstructure and mechanical properties of K465 superalloy[J]. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 2009, 16: 70-74.
- [22] 余乾, 肖程波, 宋尽霞, 等. 熔体处理时间对铸态镍基高温合金 K465 组织和力学性能的影响[J]. *航空材料学报*, 2005, 25(1): 1-4.
YU Q, XIAO C B, SONG J X, et al. Melt treatment time on microstructure and mechanical properties of as-cast Ni-based superalloy K465[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2005, 25 (1): 1-4.
- [23] YUAN X F, SONG J X, ZHENG Y R, et al. Abnormal stress rupture property in K465 superalloy caused by microstructural degradation at 975℃/225MPa[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 662: 583-592.

[24]

YUAN X F, SONG J X, ZHENG Y R, et al. Quantitative microstructural evolution and corresponding stress rupture property of K465 superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 651: 734-744.

[25]

中国航空材料手册编辑委员会. 中国航空材料手册第 2 卷[M]. 北京: 中国标准出版社, 2002: 234-236.
Academic Committee of CAM. China aeronautical materials handbook (II) [M]. Beijing: Standards Press of China, 2002: 234-236.

[26]

赵文侠, 李莹, 范映伟, 等. 涡扇发动机二级转子叶片超温断裂分析[J]. 材料工程, 2012(8): 39-44.
ZHAO W X, LI Y, FAN Y W, et al. Fracture analysis for second stage rotor turbine blade in aero-engine[J]. Journal of Materials Engineering, 2012(8): 39-44.

[27]

郭建亭. 高温合金材料学(上册)[M]. 北京: 科学出版社, 2008: 363-365.
GUO J T. Materials science and engineering for superalloys (I) [M]. Beijing: Science Press, 2008: 363-365.

[28]

OSADA T, GU Y F, NAGASHIMA N, et al. New quantitative analysis of contributing factors to strength of disk superalloys [C]// Superalloys 2012: Proceedings of the 12th International Symposium of Superalloys. Pennsylvania, USA: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2012: 121-128.

[29]

KOZAR R W, SUZUKI A, MILLIGAN W W, et al. Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, 40(7): 1588-1603.

基金项目:

国家高技术研究发展计划项目(2012AA03A513);教育部支撑计划重点项目(625010337)

收稿日期:

2018-02-22;修订日期:2018-07-11

通讯作者:

郑为为(1972—),女,副研究员,博士,主要从事高温合金服役损伤及评价等研究工作,联系地址:北京市海淀区学院路 30 号北京科技大学新金属材料国家重点实验室(100083),E-mail: zhengww@skl.ustb.edu.cn

(本文责编:齐书涵)