

疲劳保载时间与固溶处理对 PM René 95 合金 高温裂纹扩展速率的影响*

李 晓 董建新 张丽娜 张麦仓 胡尧和 谢锡善

(北京科技大学材料学院, 北京 100083)

国为民

(钢铁研究总院高温合金研究室 北京 100081)

摘 要 经不同固溶时效处理的 PM René 95 合金于 650 ℃ 分别在蠕变、保载 5 和 90 s 疲劳载荷条件下进行了裂纹扩展速率实验。结果表明, 相同热处理制度下, 疲劳保载时间越长, 裂纹扩展速率越高, 相同载荷条件下, 增加一次高温固溶并缓冷, 有利于降低合金的裂纹扩展速率, 且固溶温度越高裂纹扩展速率越低。1200 ℃ 一次固溶缓冷并于 1160 ℃ 二次固溶热处理比 1140 ℃ 一次固溶的裂纹扩展速率约降低一个数量级。基体晶粒尺寸适当加大, 强化相粒子 γ'_2 数量增加, 形状趋于田字形, 有利于降低裂纹扩展速率。

关键词 René 95 粉末高温合金, 裂纹扩展速率, 热处理

中图分类号 TG146.1

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2001)10-1059-05

EFFECTS OF FATIGUE DWELL TIME AND SOLID SOLUTION ON CRACK GROWTH RATE OF PM René 95 SUPERALLOY AT HIGH TEMPERATURE

LI Xiao, DONG Jianxin, ZHANG Lina, ZHANG Maocang, HU Yaohe, XIE Xishan

School of Materials Science and Engineering, University of Science & Technology Beijing, Beijing 100083

GUO Weimin

Department of High Temperature Materials Research, Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081

Correspondent: LI Xiao, Tel: (010)63332884, E-mail: xiedong@publc.bta.net.cn

Manuscript received 2000-12-14, in revised form 2001-06-25

ABSTRACT The crack growth rates (CGR) of PM René 95 superalloy treated by different solid solution conditions are tested under creep, fatigue with 5 s and 90 s dwell time at 650 ℃. The results indicate that the longer fatigue dwell time is, the higher CGR is; the additional solid solution treatment at the temperature nearly to the solution point of γ'_2 benefits to decrease CGR and the higher solution temperature is, the lower CGR is; the greater grain size of matrix and more γ'_2 result in the lower CGR.

KEY WORDS PM René 95 superalloy, crack growth rate (CGR), heat treatment

粉末冶金 Ni 基高温合金 PM René 95 具有组织均匀细小、强度高、等优良性能, 正逐渐应用于高推重比先进飞机的发动机涡轮盘等重要部件上, 但是 PM René 95 的裂纹扩展速率较高, 在一定程度上限制了合金的应用^[1], 同时在广泛采用断裂力学原理的损失容限设计的今天, 对

合金裂纹扩展行为的深入研究是合金安全使用和进一步改进的基础, 深入开展这方面的工作, 具有重要的应用价值和理论意义, 但是裂纹扩展速率的影响因素很多, 诸如合金的组织、载荷类型、服役温度及使用环境等等, 而合金组织本身的影响尤其复杂, 目前报道比较少, 本工作在常规热处理制度的基础上, 增加一次高温固溶, 并改变固溶温度, 得到不同的组织, 然后在不同保载时间的疲劳蠕变交互作用下进行裂纹扩展速率实验, 本文着重分析了热处理制度对 PM René 95 合金组织, 进而对裂纹扩展速率的影响, 讨论晶粒尺寸、强化相粒子对裂纹扩展速率的

* 国家自然科学基金资助项目 59871007

收到初稿日期: 2000-12-14, 收到修改稿日期: 2001-06-25

作者简介: 李 晓, 女, 1977 年生, 硕士

影响,以得到降低合金裂纹扩展速率的热处理制度,充分发挥 PM René 95 合金的潜能.同时,关注了保载时间对裂纹扩展行为影响的时间因素和环境因素.

1 实验方法

本实验用料为 PM René 95(FGH95)合金,其化学成分(质量分数,%)为: Al 3.48, W 3.40, Nb 3.50, Mo 3.40, Ti 2.55, Cr 12.98, Fe 0.12, Co 8.0, B 0.012, Mn 0.0068, Zr 0.050, Si 0.052, P<0.01, S 0.003, C 0.062, Ni 余量.系经旋转电极雾化生产合金粉末,粉末粒度为 50—150 μm,由热等静压+锻造(HIP+HF)工艺制得.

采取的 3 种热处理制度如表 1 所示.其中, No.1 为常规热处理制度, No.2 和 No.3 各增加了一次固溶炉冷,且固溶温度依次提高.

用以进行裂纹扩展速率实验的试样为标准紧凑拉伸试样.为接近涡轮盘的实际工作条件,实验温度定为 650 ℃,加载方式分别为保载 5 s 疲劳、保载 90 s 疲劳和纯蠕变 3 种情况.采用的初始应力强度因子 ΔK_i 值, No.1 为 30 MPa·√m, No.2 和 No.3 均为 40 MPa·√m;疲劳载荷比 R=0.1.实验通过恒直流电位法测定裂纹长度.用

金相及电子显微镜观察了各种热处理制度的显微组织,实验后分析了断口形貌,观察了二次裂纹,并在紧靠断口处平行于断口切取透射电镜的薄膜样品,以观察断口处析出相与位错的交互作用.

2 实验结果与讨论

2.1 保载时间对裂纹扩展速率的影响

图 1 为 650 ℃空气中 3 种热处理制度下 PM René 95 合金的疲劳裂纹扩展速率曲线.对比保载 90 s 和保载 5 s 时的裂纹扩展速率.3 种热处理制度都是保载 90 s 比保载 5 s 时的裂纹扩展速率高.从图可以看出,在稳态裂纹扩展阶段,保载 90 s 比保载 5 s 的裂纹扩展速率提高 5 倍左右.可见, PM René 95 合金的疲劳裂纹扩展速率随疲劳保载时间的延长而升高.

2.2 热处理制度对裂纹扩展速率的影响

图 2 为在 650 ℃空气中,纯蠕变、保载 90 s 疲劳和保载 5 s 疲劳 3 种载荷时, PM René 95 合金的裂纹扩展速率曲线.从图可以看出,3 种热处理制度下合金的裂纹扩展速率按 No.1、No.2 和 No.3 顺序依次降低.No.2 和 No.3 增加一次高温固溶缓冷,降低了合金的裂纹扩展速率,并且固溶温度越高裂纹扩展速率越低.制度 No.3

表 1 PM René 95 合金裂纹扩展速率实验采取的 3 种热处理制度

Table 1 Heat treatments No.1, No.2 and No.3 for crack growth rate (CGR) test of PM René 95 superalloy

Heat treatment No.	Solid solution	Aging
1	1140 ℃, 1 h, A.C.	870 ℃, 1 h aging + 650 ℃, 24 h aging
2	1160 ℃, 1.5 h, F.C. + 1140 ℃, 1 h, A.C.	870 ℃, 1 h aging + 650 ℃, 24 h aging
3	1200 ℃, 1.5 h, F.C. + 1160 ℃, 1 h, A.C.	870 ℃, 1 h aging + 650 ℃, 24 h aging

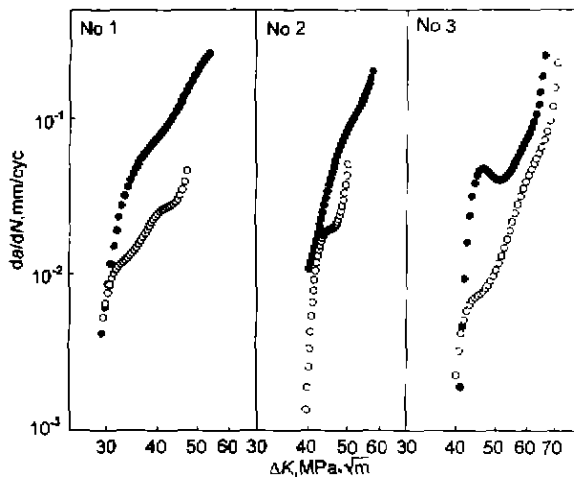


图 1 PM René 95 合金的疲劳裂纹扩展速率曲线

Fig.1 Fatigue CGR of PM René 95 under heat treatments No.1, No.2 and No.3 at 650 ℃, in air
 (● — fatigue with 90 s dwell
 ○ — fatigue with 5 s dwell)

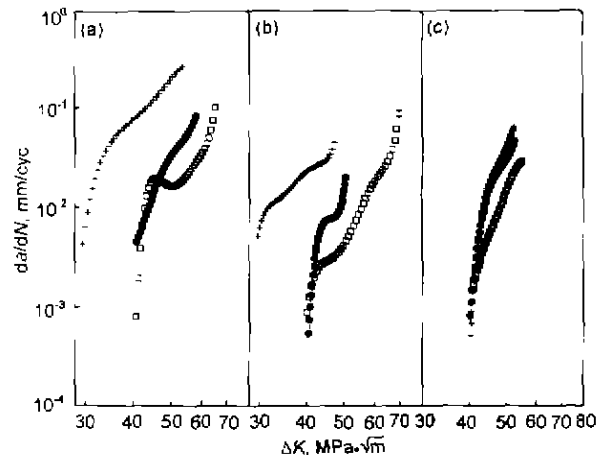


图 2 3 种热处理制度下 PM René 95 合金在纯蠕变及保载 90 和 5 s 疲劳的裂纹扩展速率

Fig.2 The CGR behavior of PM René 95 under heat treatments No.1, No.2 and No.3 at 650 ℃ in air
 (+—No.1 ●—No.2 □—No.3)
 (a) fatigue with 90 s dwell
 (b) fatigue with 5 s dwell (c) creep

采用 1200 °C 固溶, 裂纹扩展速率比制度 No.1 约降低一个数量级, 且制度 No.2 和 No.3 下表现为较高应力强度因子 ΔK 值的失稳断裂, 而制度 No.1 于 1140 °C 固溶处理时, 裂纹扩展的应力强度因子范围比较窄, 在较低的 ΔK 值时早期断裂, 可见, 在较高的固溶温度下二次固溶缓冷处理, 合金在疲劳、蠕变交互作用下抵抗裂纹扩展的能力增强了。

2.3 显微组织分析

PM René 95 合金的相组成比较简单, γ 基体上分布着第二相粒子, 包括 HIP+HF 时再结晶产生的、热处理固溶时没有溶解掉的原始(一次) γ'_p , 热处理固溶冷却时析出的 γ'_c , 时效过程中析出的 γ'_a 以及少量的碳化物和硼化物等。图 3 为扫描电镜下观察到的 3 种热处理制度下 PM René 95 合金的组织结构, 从图可见, 随着 3 种热处理制度固溶温度的提高, 合金晶界上的原始大尺寸 γ'_p 数量依次减少, 晶界碳化物有所增加, 而晶粒尺寸明显增大。粗略统计, 3 种制度下的晶粒尺寸分别为 3—13 μm , 18—40 μm , 45—80 μm 。

用 TEM 观察热处理制度 No.1 和 No.3 下冷却析出的 γ'_c 见图 4。制度 No.1 下 γ'_c 多趋于球形颗粒状, 其尺寸约为 0.25 μm ; 而制度 No.3 冷却析出 γ'_c 的数量更多, 尺寸也略有长大, 约为 0.35 μm , 而且可能适应总能量降低的要求^[2], 向田字形甚至树枝晶状生长。

3 讨论

3.1 保载时间对高温疲劳裂纹扩展的贡献

文献 [3] 报道, 高温疲劳蠕变交互作用下的裂纹扩展速率不仅包括与循环有关的疲劳裂纹扩展部分, 而且包括与保载时间有关的蠕变损伤和环境损伤部分。本实验在 650 °C 下空气中进行, 一方面, 温度升高, 材料的屈服强度和弹性模量下降, 蠕变更容易发生, 这样保载时间延长, 裂纹尖端有足够的时间产生空洞或楔形裂纹, 并且可以充分地累积损伤, 导致较高的裂纹扩展速率, 另一方面, 保载时间延长有利于空气中的氧在裂纹尖端和晶界聚集, 而疲劳载荷的作用使裂纹尖端不断暴露出新鲜表面, 加剧了氧化作用, 其中固溶合金元素 Cr 和 Al 等被氧化, 裂纹尖端强度下降, 裂纹扩展速率上升, 同时氧在晶界积累则更加速了高温下裂纹沿这一薄弱环节的扩展, 因而, PM René 95 合金保载 90 s 比保载 5 s 的疲劳裂纹扩展速率高(图 1)。从断口形貌也可以看出, 断口的沿晶成分大小与疲劳保载时间长短相对应, 也反映了时间效应和环境影响的相互作用。

3.2 显微组织对裂纹扩展速率的贡献

3.2.1 晶粒尺寸与裂纹扩展速率 结合图 2 的裂纹扩展速率曲线和图 3 的显微组织分析结果可以看出, 随着晶粒尺寸增大, 裂纹扩展速率降低, 这与 Gayda 的研

究结果(晶粒尺寸大于 20 μm 时)^[4] 一致。进一步分析断口形貌, 各种热处理制度下的断裂模式均以脆性沿晶断裂为主, 即 650 °C 时, 在上述环境和时间因素的影响下, 晶界为裂纹扩展的薄弱环节, 因此推断, 3 种固溶温度下裂纹扩展速率的明显差异, 主要起因于晶粒尺寸的不同, 大量晶界加速了裂纹沿晶扩展, 这样, 增大晶粒尺寸就减少了晶界, 降低了环境对晶界有害的作用, 而且大晶粒晶界

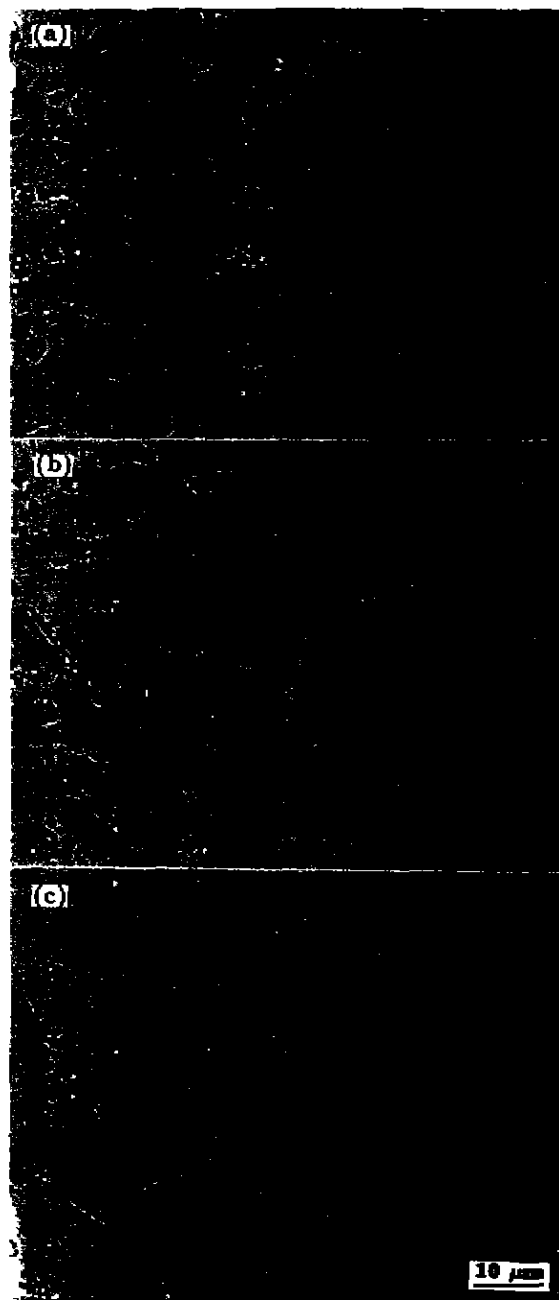


图 3 3 种热处理制度下 PM René 95 合金的组织结构 (γ'_p 和碳化物)

Fig.3 Microstructures of PM René 95 under heat treatments No.1 (a), No.2 (b) and No.3 (c) showing the distributions of γ'_p and carbide

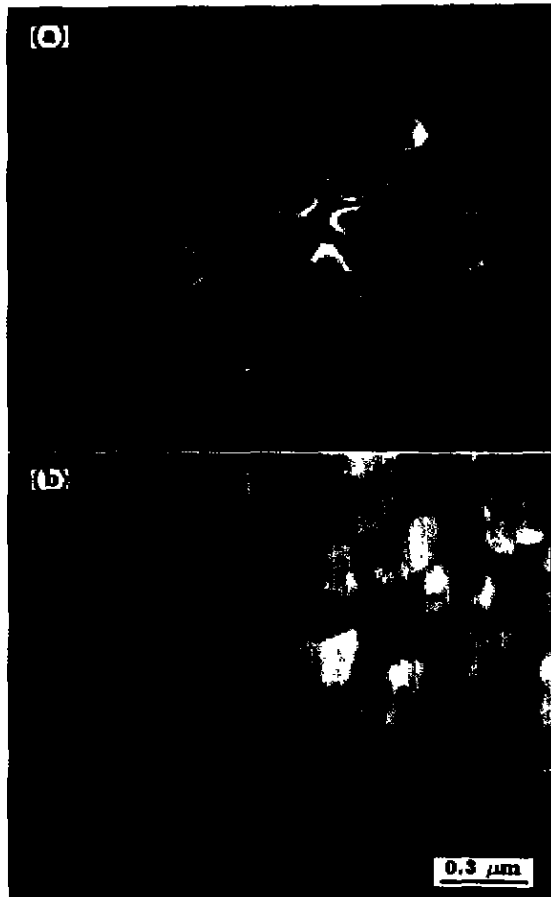


图4 No.1和No.3两种热处理制度下 γ'_c 相的TEM形貌
Fig.4 TEM morphologies of γ'_c phase in PM René 95 under heat treatments No.1 (a) and No.3 (b)

处强化元素含量增高,晶界得以更好地强化;同时增大晶粒尺寸,强度降低,持久塑性提高,合金抗蠕变裂纹扩展能力增强.所以,对于PM René 95合金,增大晶粒尺寸,裂纹扩展速率降低.

3.2.2 组织与断裂模式 文献[4]认为,PM René 95合金保载疲劳的裂纹扩展断口,细晶时(小于 $20\mu\text{m}$)为沿晶断裂,粗晶时为穿晶断裂.本工作的观察表明均以沿晶断裂为主,二次裂纹也多在三角晶界处产生并沿晶扩展.仔细分析断口,发现不能简单地以晶粒尺寸来评价断裂模式.图5a为制度No.1处理的试样疲劳断口扩展区部分的SEM像, γ'_p 的痕迹到处可见(如图中箭头所示),尺寸达几个微米的原始大尺寸 γ'_p 在晶界大量存在,不仅起不到强化作用,还容易造成“夹杂物”空洞的萌生,导致晶间裂纹.晶界处的原始 γ'_p 尺寸越大,数量越多就越不利.图5b为制度No.3下的疲劳断口,主裂纹沿晶扩展,楔形二次裂纹在三角晶界处产生.这是因为:一方面晶粒尺寸非常大,晶界应力集中明显,另一方面,晶界 γ'_p 量很少,晶内析出的 γ'_c 数量多,晶内强度高,从而易形

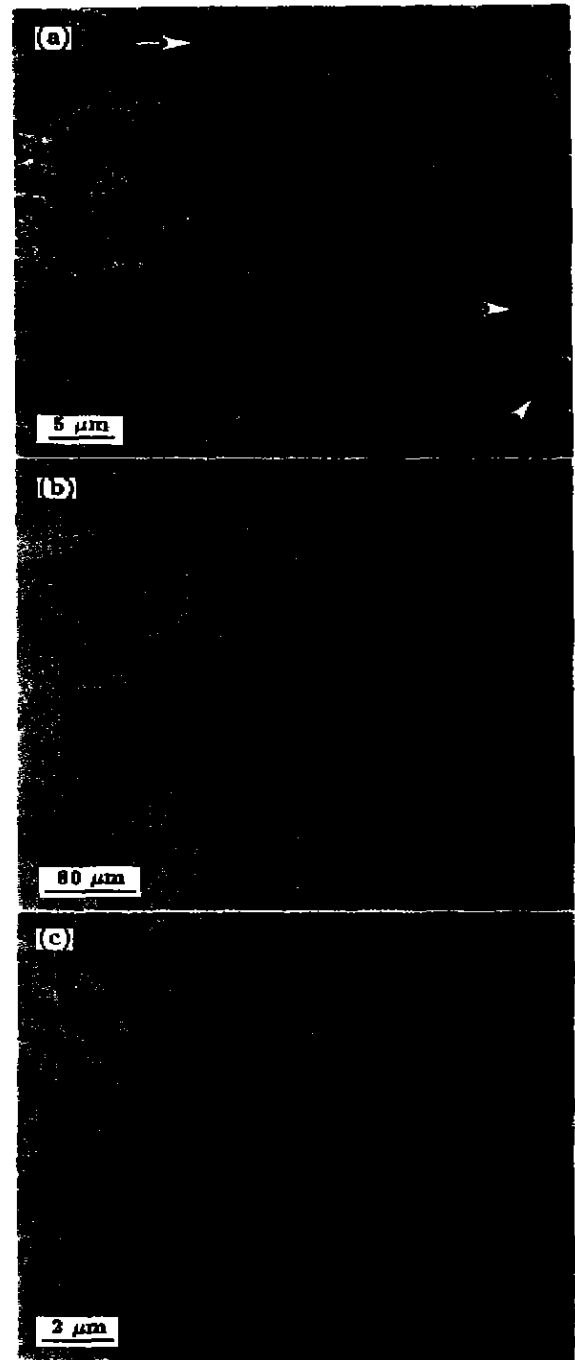


图5 PM René 95合金在90 s保载下的断口形貌
Fig.5 Fractographies of PM René 95 under 90 s dwell fatigue
(a) cavity cracking mechanism of No.1
(b) wedge cracking mechanism of No.3
(c) γ'_c in the fracture surface of No.3

成晶间楔形裂纹.同时沿晶裂纹的扩展,与环境的有害作用相互促进,使裂纹扩展中的时间因素更加突出.由此看出,析出相亦对裂纹扩展和沿晶断裂起到重要作用.

3.2.3 强化相粒子与裂纹扩展速率 从断口上可以清晰地看到空洞和密集的强化相 γ'_c 粒子(图5c).中等尺寸 γ'_c 的数量对强化的效果,蠕变持久强度以及塑性等起

主要作用。

图 4 的结果表明, 热处理制度 No.1 和 No.3 下 γ'_c 形状有很大变化, 且数量和大小也有一定变化。制度 No.3 下, 1200 ℃ 和 1160 ℃ 二次固溶时, 使得基体的过饱和程度增大, 冷却时析出的 γ'_c 相数量增加, 晶内和晶界强度均有提高, 则裂纹扩展减慢; 同时, γ'_c 形貌由球形颗粒状向田字形甚至树枝晶状长大。这种形貌使位错运动的能量增加, 减小了裂纹尖端的累积损伤, 降低了裂纹扩展速率。这可能是制度 No.2 和 No.3 下试样在初始应力强度因子为 $30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ 时预制缺口处未萌生裂纹的原因。

综上所述, 固溶温度不同, 导致 PM René 95 合金的晶粒尺寸、强化相粒子等组织不同, 由此造成基体晶内及晶界强度、塑性、裂纹尖端微裂纹萌生扩展趋势以及位错运动的变化, 从而影响裂纹扩展速率。

3.2.4 优化热处理制度 由上述分析可以得出, 从合金组织的角度考虑, 基体晶粒尺寸增大, 第二相粒子 γ'_p 数量减少且尺寸变小, 而 γ'_c 数量增加且尺寸增大, 形状趋于田字形, 有利于提高 PM René 95 合金抗裂纹扩展的能力, 降低裂纹扩展速率。文献 [5] 报道, PM René 95 合金第二相粒子原始 γ'_p , 固溶冷却析出 γ'_c 和时效析出 γ'_a 的初溶温度分别为 1160、1120 和 1040 ℃ 因而推断, 采取在 1160 ℃ 以上增加一次高温固溶并缓冷, 可以大量减少 γ'_p , 使晶粒充分长大, 合金组织均匀化, 然后进行二次固溶并冷却时, 得到的基体晶粒尺寸较大, γ'_c 尺寸增大且数量增加, 可实现合金裂纹扩展速率的降低。尽管强度可能有所降低, 但可以达到强度和裂纹扩展速率的最佳性能配合。这也是高温合金强韧化的一个方面。本文热处理制度 No.3 在 1200 和 1160 ℃ 二次固溶处理下裂纹扩展速率比较低, 亦验证了这一想法。

4 结论

(1) 环境因素和与时间相关的蠕变因素在合金 PM René 95 的高温蠕变疲劳裂纹扩展中起到重要作用, 延长疲劳保载时间, 裂纹扩展速率升高。

(2) 增加一次高温固溶缓冷处理, 降低了 PM René 95 合金的裂纹扩展速率, 且高温固溶温度越高, 裂纹扩展速率越低。在稍高于 γ'_p 溶解温度的 1200 ℃ 一次固溶缓冷并于 1160 ℃ 二次固溶热处理时, 裂纹扩展速率要比 1140 ℃ 一次固溶的裂纹扩展速率降低约一个数量级。

(3) 在本实验条件下, PM René 95 合金的裂纹扩展速率随基体晶粒尺寸的增大而降低。同时, 第二相粒子 γ'_p 的数量减少及尺寸变小, 而 γ'_c 尺寸增大及数量增加, 且形状趋于田字形, 均有利于降低裂纹扩展速率。

参考文献

- [1] Chang D R, Krueger R A. In: Gell M, Kortovich C S, Bricknell R H, Kent W B, Radavich J F eds., *Superalloys 1984*, Warrendale, Pennsylvania: The Metallurgical Society of AIME, 1984: 245
- [2] Zhang J H, Yao X D, Zhang Z Y, Li Y A, Guan H R, Hu Z Q. *Acta Metall Sin*, 1994, 30: A451
(张静华, 姚向东, 张志亚, 李英教, 管恒荣, 胡壮麒. 金属学报, 1994; 30: A451)
- [3] Choe S J, Gulwalkar S V, Duquette D J, Stoloff N S. In: Gell M, Kortovich C S, Bricknell R H, Kent W B, Radavich J F eds., *Superalloys 1984*, Warrendale, Pennsylvania. The Metallurgical Society of AIME, 1984: 311
- [4] Gayda J, Miner R V, Gabb P. In: Gell M, Kortovich C S, Bricknell R H, Kent W B, Radavich J F eds., *Superalloys 1984*, Warrendale, Pennsylvania. The Metallurgical Society of AIME, 1984: 731
- [5] Du X M, Yu B L, Zhou R F. *Mater Eng*, 1992: (2): 28
(杜晓梅, 俞宝罗, 周润发. 材料工程, 1992; (2): 28)