

掺杂硫对 IN718 合金性能的影响 *

宋洪伟 郭守仁 卢德忠 胡壮麒

(中国科学院金属研究所, 沈阳 110015)

摘 要 研究了掺杂硫对 IN718 合金的影响。结果表明, 硫使蠕变抗力和持久寿命降低。硫对 IN718 合金的有害作用具有明显的表面效应, 一种可能的机制是硫加剧表面晶界在高温蠕变和持久试验中的氧化和开裂。

关键词 硫, 高温合金 IN718, 蠕变速率, 持久性能, 晶界

中图分类号 TG113.2, TG132.3

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(1999)03-0281-84

INFLUENCES OF SULFUR DOPING ON PROPERTY OF SUPERALLOY IN718

SONG Hongwei, GUO Shouren, LU Dezhong, HU Zhuangqi

Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015

Correspondent: SONG Hongwei, associate professor, Tel: (024)23843531-55290, Fax: (024)23891320,

E-mail: masliy@nus.edu.sg

Manuscript received 1998-06-13, in revised form 1998-09-12

ABSTRACT The influences of sulfur doping on superalloy IN718 were studied. The results indicate that sulfur decreases the creep resistance and reduces the stress-rupture life. One possible mechanism for the detrimental effects of sulfur arises from the aggravations of surface intergranular oxidation and cracking.

KEY WORDS sulfur, superalloy IN718, creep rate, stress-rupture property, grain boundary

虽然关于硫对镍的影响早就有很多报道, 但只是到 70 年代中期才开始有硫对工业高温合金影响的系统研究^[1]。事实上, 硫对未合金化的镍的影响与其对镍基合金的影响有很大的差别。Schultz^[2]发现, 硫对未合金化的镍蠕变断裂和拉伸性能有显著的危害; 与此相反, 硫对 Ni-Cr-Al-Ti, Ni-Cr-Al 和 Ni-Cr 锻造合金的蠕变断裂性能没有明显的影响。最近, Xie 等人^[3,4]研究指出, 硫明显地损害 IN 718 合金的持久寿命和塑性, 但对稳态蠕变速率却没有影响。Hu 等人^[5,6]的研究结果表明, 硫对 IN 718 合金持久性能影响并不显著。

本文研究了掺杂硫对 IN718 合金的影响, 并探讨了硫的可能作用机制。

1 实验方法

为保证除掺杂元素以外的基体元素尽可能一致, 两种试验合金均取自同一 IN718 母合金。其中标号为 No.1 的试验合金为常规 IN718 合金, 标号为 No.2 的合金只掺杂硫。两

种合金按同样的工艺经真空熔炼成 10 kg 的锭。No.1 化学成分 (质量分数, %) 为 C 0.038, S 0.002, P 0.003, Si 0.13, Cr 18.36, Mo 3.04, Al 0.55, Ti 1.03, Nb 5.26, B 0.0049, Ni 52.66, Fe 余量; No.2 合金的成分为: C 0.038, S 0.020, P 0.003, Si 0.13, Cr 18.50, Mo 3.02, Al 0.52, Ti 1.02, Nb 5.31, B 0.0045, Ni 52.53, Fe 余量。

试验合金经 1110 °C 均匀化处理 10 h 后, 在 1100 °C 锻造成截面为 35 mm × 35 mm 的棒料, 再在 1100 °C 轧制成直径 16 mm 的棒材。力学性能试样经过如下的标准热处理: 965 °C 保温 1 h 空冷, 720 °C 保温 8 h 炉冷 (50 °C/h) 至 620 °C 再保温 8 h 空冷。热处理后, 测定了试样的洛氏硬度、冲击韧性、恒载蠕变 (650 °C, 580 MPa) 和持久性能 (650 °C, 690 MPa)。

在试样制备的各个阶段进行了光学金相观察。对持久断口和持久试样的纵向剖面进行了扫描电镜和能谱分析。

2 实验结果及其分析

2.1 显微组织观察和力学性能试验

金相观察表明, 掺杂硫对 IN718 合金的显微组织没有显著影响。这与文献 [3—6] 的结果一致。

力学性能试验结果如表 1 所示。两种试验合金的硬度基

* 收到初稿日期: 1998-06-13, 收到修改稿日期: 1998-09-12

作者简介: 宋洪伟, 男, 1962 年生, 副教授, 博士生

本相同,但掺杂硫使室温冲击韧性略有降低、稳态蠕变速率提高。由于硫使合金的蠕变抗力降低、变形加快,与 No.1 相比, No.2 持久寿命略有下降,而断面收缩率和延伸率有所提高。

总的来看,掺杂硫对 IN718 合金的力学性能有一定的危害。但是,硫对 650 ℃、690 MPa 持久性能的有害作用并不显著。这与文献 [5, 6] 的结果一致。Schultz^[2] 把硫对某些镍基锻造合金 650 ℃ 和 816 ℃ 的蠕变断裂性能影响不明显归因于 Ti₂SC 和硫化物的形成。IN718 合金中含有很高的 Cr、Nb 和一定量的 Ti (参见表 1), 有可能部分抑制硫的有害作用。图 1 示出了 No.2 中硫碳化物的形态。除碳以外的元素的定量分析结果列于表 2。作为对比,表 2 还列出了硫碳化物附近的基体成分。仔细分析发现,表 2 所列的硫碳化物中的 Nb、Ti 和 S 的原子比与分析位置无关,即总有 Nb:Ti:S≈1:1:1。而硫碳化物中的 Cr、Ni 均随着硫含量的增加而下降,并且二者与 S 的原子比随分析位置而变化; Cr 与 Ni 之间的原子比与分析位置无关,并且约等于基体中的 Cr 与 Ni 的原子比,即总有 Cr:Ni≈1:2.2。这就意味着表 2 所列的硫碳化物中的 Cr 和 Ni 并非硫碳化物的真实组分,而是基体成分对分析的干扰。因此,硫碳化物的名义分子式可能是 (Nb_{0.5}Ti_{0.5})₂SC (即所谓的 Y 相或 H 相^[7])。由此可知, IN718 合金中对硫起抑制作用的合金元素主要是 Nb 和 Ti。硫碳化物的边角圆滑,并呈条带状沿轧制方向分布 (参见图 1)。在硫碳化物内或硫碳化物/基体的界面均未发现裂纹或孔洞。可见,这些硫碳化物并无太大危害。

2.2 断口分析

图 2 是两种试验合金持久断口裂纹源区的扫描电镜照片,两种合金的裂纹源区都在近表面处。由图 2 可见, No.1 的开裂方式与 No.2 相似,都具有明显的沿晶特征。两种合金断口的瞬断区部分都是韧窝型的,中间的裂纹扩展区是混合型的。所不同的是, No.2 的沿晶断口部分占整个断口的

面积分数略高于 No.1。

2.3 持久试样的表面损伤分析

对持久断裂试样的表面损伤分析表明,硫的作用具有一定的表面效应。如图 3 所示,表面裂纹全部都是沿晶的。图 4 给出了距离断口 5 mm 范围内试样表面沿晶裂纹的统计结果。可见,尽管 No.2 在高温持续的时间比 No.1 短,但其表面裂纹无论从数量、大小还是分布范围都显著大于 No.1。这说明掺杂硫加剧了 IN718 合金在持久试验过程中的表面晶界损伤。图 5 是 No.2 持久试样表面一条典型沿晶裂纹。可以清楚地看到,裂纹的两壁都有一层与试样表面氧化皮相连的膜。能谱分析表明,膜中高度富氧。由此可以断定裂纹壁上的膜为氧化膜。对氧化膜的能谱定量分析结果列于表 3。作为对比,表中还列出了附近基体的分析结果。由表 3 可以发现一个重要的现象:氧化膜中的硫含量 (原子分数, %) 0.9 远远高于附近基体的硫含量 0.2。这一结果可以定性地反映出硫与表面晶界的氧化过程有一定的内在联系。

早期的研究者把硫的作用归因于 Ni-Ni₃S₂ 共晶薄膜的形成^[1],而 White 等人^[8] 研究指出,高温合金的晶界失

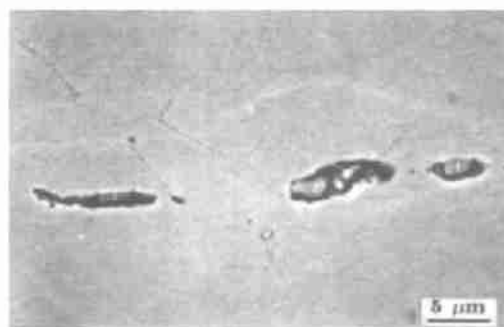


图 1 650 ℃、690 MPa 持久试样纵向剖面中的硫碳化物
Fig.1 Y-phases in a longitudinal section of the stress-rupture sample of alloy No.2

表 1 掺杂硫对 IN718 合金力学性能的影响
Table 1 Effects of sulfur doping on the mechanical properties of IN718

Alloy No.	Hardness, HRC	U Charpy energy J/cm ²	Steady state creep rate (650 ℃, 580 MPa) 10 ⁻⁶ h ⁻¹	Stress-rupture properties (650 ℃, 690 MPa)		
				Life, h	RA, %	El, %
1 (S 0.002)	45.9	77	6.7	170	13.2	9.6
2 (S 0.020)	46.4	66	18.5	150	19.8	14.0

表 2 硫碳化物及其附近基体的能谱定量分析结果
Table 2 Typical chemical compositions (atomic fraction, %) of the Y-phases and matrix in Fig.1

	Al	Nb	Mo	S	Ti	Cr	Ni	Fe
Y-phases 1 ¹⁾	0.2	16.8	0.0	16.6	15.4	12.4	26.4	Bal.
Y-phases 2 ¹⁾	0.2	18.3	0.0	19.3	20.0	10.5	21.2	Bal.
Y-phases 3 ¹⁾	0.5	21.8	0.0	21.2	22.3	8.1	18.4	Bal.
Matrix	0.3	3.9	0.9	0.4	1.2	21.0	51.0	Bal.

1) Numbers 1, 2, and 3 represent the Y-phases located at the different positions in Fig.1

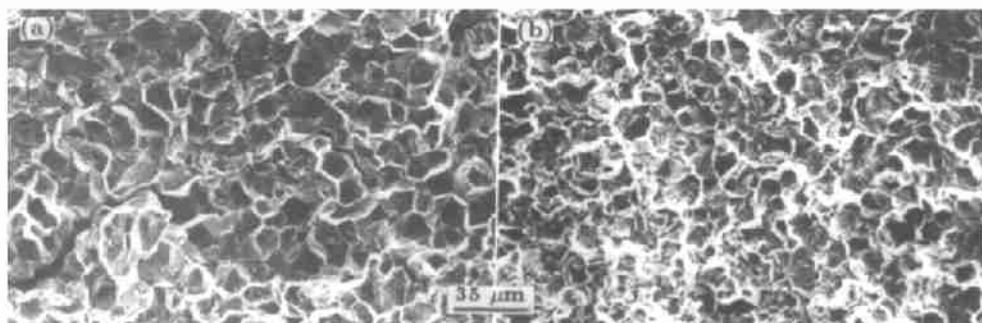


图 2 650 ℃, 690 MPa 持久试样的裂纹源区断口照片

Fig.2 Fractographs near the crack initiation region of the stress-rupture samples
(a) alloy No.1 (b) alloy No.2

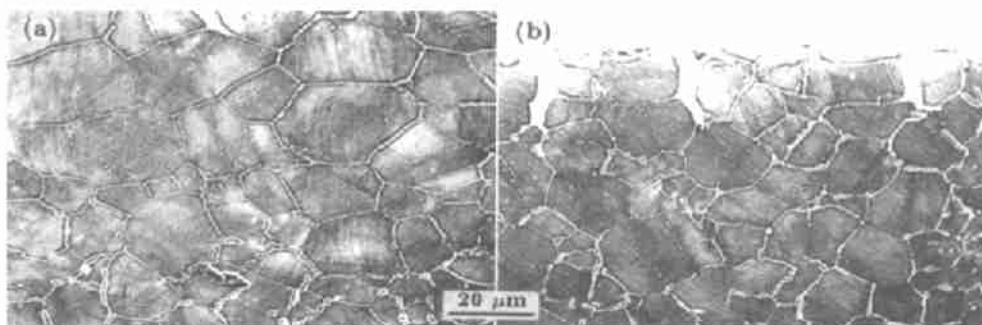


图 3 持久试样纵向剖面 SEM 照片

Fig.3 SEM photographs of the longitudinal section of the stress-rupture sample
(a) alloy No.1 (b) alloy No.2

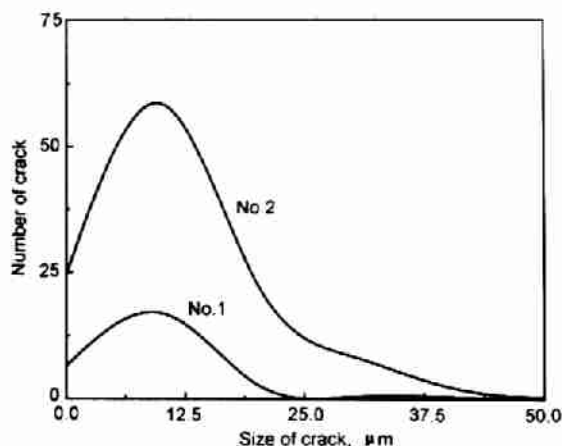


图 4 持久试样表面距离断口 5 mm 以内不同尺寸的晶界裂纹数目

Fig.4 Number of the surface intergranular cracks with different sizes in the space of 5 mm from the fracture surface of the stress-ruptured samples

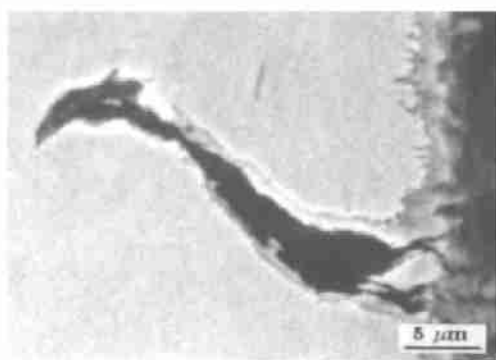


图 5 合金 No.2 持久试样表面晶界裂纹

Fig.5 A surface intergranular crack in the stress-ruptured sample of alloy No.2

效不一定非有低熔点晶界相不可。Raj^[9] 在研究腐蚀环境中的沿晶蠕变断裂时发现, 气体能够自表面沿着晶界扩散并

氧化杂质或沉淀相。硫是镍基合金中的晶界偏聚元素^[10], 并有促进自表面沿晶界氧化的作用^[11]。根据本研究的结果可

表 3 合金 No.2 基体和表面沿晶裂纹壁氧化膜的化学成分

Table 3 Chemical compositions (atomic fraction, %) of the matrix and the oxide films on the surface intergranular crack of alloy No.2 in Fig.5

	Al	Nb	Mo	S	Ti	Cr	Ni	Fe
Matrix	0.6	3.7	0.8	0.2	1.3	21.1	51.2	Bal.
Oxide film	0.5	4.1	0.2	0.9	2.0	35.7	31.9	Bal.

以推断, 掺杂硫的危害之一是加剧了 IN718 合金表面晶界在高温蠕变或持久试验过程中的氧化和开裂. 表面晶界的氧化开裂具有双重危害: 一方面为试样最终断裂提供裂纹源, 另一方面使试样的有效承载面积减小. 对于圆截面恒载蠕变或持久试样, 表面晶界的氧化开裂深度达到 x 时试样所承受的实际应力 σ 与初始应力 σ_0 之比为^[12]

$$\sigma/\sigma_0 = 1/(1 - x/r)^2 \quad (1)$$

其中 r 为试样截面半径. 根据前面对持久试样的表面损伤分析, 在相同持续时间内 No.2 相应的 x 值必定大于 No.1. 按式 (1), 随着高温持续时间的延长, No.2 所承受的实际应力将逐渐高于 No.1, 这是 No.2 蠕变速率高、持久寿命短的原因之一.

3 结论

(1) 掺杂硫使 IN718 合金的稳态蠕变速率明显增大、持久寿命缩短.

(2) 硫对 IN718 合金的有害作用具有明显的表面效应, 一种可能的机制是硫加剧表面晶界在高温蠕变或持久试验过程中的氧化和开裂.

参考文献

- [1] Holt R T, Wallace W. *Int Met Rev*, 1976; 21: 1
- [2] Schultz J W. *Ph D Thesis*, University of Michigan, 1965
- [3] Xie X S, Liu X B, Hu Y H, Tang B, Xu Z C, Dong J X, Ni K Q, Zhu Y X, Tien S S, Zhang L P, Xie W. In: Kissinger R D, Deye D J, Anton D L, Cetel A D, Nathal M V, Pollock T M, Woodford D A eds., *Superalloys 1996*, Warrendale, Pennsylvania: TMS, 1996: 599
- [4] Dong J X, Thompson R G, Xie X S. In: Loria E A ed., *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. Warrendale, Pennsylvania: TMS, 1997: 553
- [5] Hu Z Q, Sun W R, Guo S R. *Acta Metall Sin(English Letters)*, 1996; 9: 443
- [6] Guo S R, Sun W R, Lu D Z, Hu Z Q. In: Loria E A ed., *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. Warrendale, Pennsylvania: TMS, 1997: 521
- [7] Guo K X. *Acta Metall Sin*, 1978; 14: 73
(郭可信. 金属学报, 1978; 14: 73)
- [8] White C L, Schneibel J H, Padgett R A. *Metall Trans*, 1983; 14A: 595
- [9] Raj R. *Acta Metall*, 1982; 30: 1259
- [10] Mulford R A. *Metall Trans*, 1983; 14A: 865
- [11] Zhu R Z, Zuo Y, Guo M J. *Acta Metall Sin*, 1985; 21: A451
(朱日彰, 左 禹, 郭曼玖. 金属学报, 1985; 21: A451)
- [12] Roy N, Ghosh R N. *Scr Mater*, 1997; 36: 1367