

PPB 对镍基粉末高温合金裂纹扩展行为的影响

张莹, 张义文, 孙志坤, 黄虎豹

(钢铁研究总院 北京钢研高纳科技股份有限公司, 北京 100081)

摘要: 研究了直接热等静压 (As-HIP) 成形的一种镍基粉末高温合金中原始颗粒边界 (PPB) 对其裂纹扩展行为的影响。结果表明, 粉末高温合金中的原始颗粒边界上析出的碳化物、氧化物会导致断裂韧性(K_{IC} 值)降低, 使界面极易萌生裂纹; 在裂纹扩展过程中发生沿颗粒间断裂, 改变扩展棱的走向, 并加剧裂纹沿晶界扩展, 使裂纹扩展速率加快; 沿原始颗粒边界扩展的裂纹尖端的断裂韧度与边界析出物的物理性质、数量、尺寸密切相关, 析出物排列越密集, K_{IC} 值越小, 会加速裂纹在这些薄弱区扩展。

关键词: 镍基粉末高温合金; 裂纹扩展速率; 颗粒间断裂; 原始粉末颗粒边界(PPB); 断裂韧性

中图分类号: TF124; TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)10-3282-07

随着航空发动机的发展, 对推重比的要求不断提高, 对高温合金强韧性提出了更高的要求。裂纹扩展速率不仅是高温合金的重要使用性能, 同时也是涡轮盘损伤容限设计和寿命预测的重要指标之一。粉末冶金 (PM) 材料以其高温条件下屈服极限高、疲劳性能好的特点而被应用于先进的高推重比发动机涡轮盘中。为获得具有高损伤容限性能的粉末高温合金, 针对粉末冶金的特点, 各国学者展开了大量有关 PM 材料寿命的理论研究和裂纹扩展寿命可靠性的工作^[1-3], 同时从不同角度针对影响高温合金裂纹扩展速率的因素做了诸多研究^[3-9]。文献[3]认为, 弹性模量 E 、裂纹扩展门槛值 ΔK_{th} 和断裂韧性 K_{IC} 是疲劳裂纹扩展行为的 3 个最基本的要素; 所有其它影响裂纹扩展的因素, 都是通过这三要素而影响裂纹扩展速率的。

原始粉末颗粒边界 (PPB) 是 PM 材料的主要缺陷之一。笔者在对粉末高温合金的研究^[10,11]中发现, 在力学试验中, PPB 使裂纹沿颗粒边界延伸, 产生缺口敏感, 降低冲击韧性、低周疲劳寿命。PPB 造成沿颗粒间断裂与其在合金中的数量、PPB 析出相的成分、尺寸、在边界上的密集程度以及力学性能的测试条件有直接的关系。文献[11]的研究结果表明, FGH97 合金冲击韧性与颗粒间断裂有明显的对应关系, 即冲击韧性越低, 由 PPB 导致的沿颗粒间断裂的范围越大。本工作主要对一种直接热等静压成形的镍基粉末高温合金展开 PPB 对裂纹扩展行为影响的研究。

1 实验

实验用粉末高温合金的主要化学成分 (质量分数,

%) 为: $Cr+Co+Mo+W \approx 34.0$, $Al+Ti \approx 6.7$, $Nb+C+Hf+Zr+B \approx 3.1$, Ni 余量。对 As-HIP 成形并经固溶+时效最终热处理的合金试样进行室温冲击性能测试。根据笔者在文献[11]中的研究结果, 筛选高、中、低 3 类冲击功值的样品。把冲击功值为 52、33、25 J 的样品分别记为 A、B、C。按图 1 加工成标准紧凑拉伸 (CT) 裂纹扩展试样。裂纹扩展速率的测试在高温裂纹扩展试验机上进行, 试验条件为大气环境 650 °C, $R=0.05$, 载荷范围 211~4230 N, 保载波形为 15 s-90 s-15 s 梯形波和无保载三角波 (疲劳)。采用直流电位 (DC) 法测量裂纹长度, 用单试样多点法对电位变化与裂纹长度进行标定。

对裂纹扩展试验的数据进行分析, 采用扫描电镜

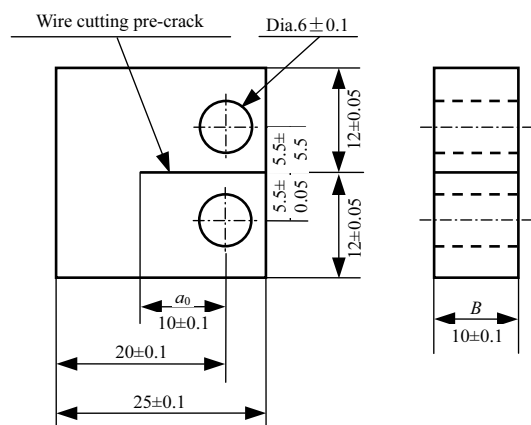


图 1 CT 裂纹扩展速率标准试样

Fig.1 Compact tension specimen for crack propagation test

收稿日期: 2018-10-28

基金项目: 国家科技重大专项 (2017-VI-0008-0078); 国家国际科技合作专项 (2014DFR50330)

作者简介: 张莹, 女, 1948 年生, 教授, 钢铁研究总院高温材料研究所, 北京 100081, 电话: 010-62185157, E-mail: zyxqxn@hotmail.com

(SEM) 观察试样断口, 结合金相(OM)和透射电镜(TEM)、电子探针(EPMA)等手段对合金试样中 PPB 形貌、特征的分析结果, 对 3 组试样在保载 90 s 和无保载疲劳条件下裂纹扩展的区别以及 PPB 对裂纹扩展行为的影响展开讨论。

2 结果和分析

2.1 裂纹扩展速率曲线分析

试样 A、B、C 的裂纹扩展试验曲线如图 2 和图 3 所示。保载以 A1、B1、C1 表示, 无保载以 A2、B2、C2 表示。

图 2 $a-N$ 关系曲线表明, 在相同的试验条件下, 试样 A 的裂纹扩展循环周次 N_f 最大, 其次是试样 B, 最小的是试样 C。试样 A 和 C 在保载条件下的 N_f 值小于不保载的 N_f 值, B 试样在两种条件下的 N_f 数值较接近。

由测试数据和图 3 $da/dN-\Delta K$ 关系曲线分析得知, 当初始应力强度因子幅值 ΔK 为 $30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, 试样 A、B、C 的裂纹长度 a 基本一致, 但此时的裂纹扩展速率对比顺序为试样 $C>B>A$ 。在裂纹稳态扩展阶段, 随着 ΔK 值增加, 裂纹扩展速率 da/dN 快速增大。由 $da/dN-\Delta K$ 关系图中各条曲线的变化趋势明显可见, 随着裂纹尖端应力强度因子幅值的增大, 裂纹扩展速率 da/dN 增加的顺序为 $C>B>A$ 。当裂纹扩展到失稳拐点时, A、B、C

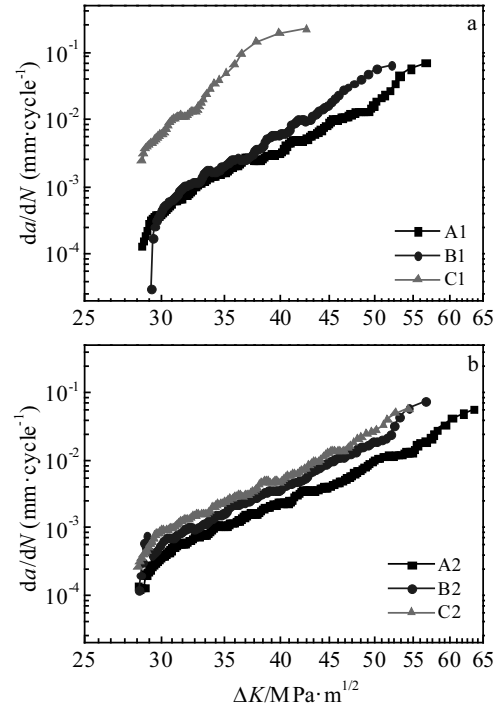


图 3 A、B、C 试样裂纹扩展速率 $da/dN-\Delta K$ 曲线
Fig.3 Fatigue crack growth rates (FCGR) $da/dN-\Delta K$ curves of the sample A, B, C: (a) holding for 90 s and (b) under fatigue

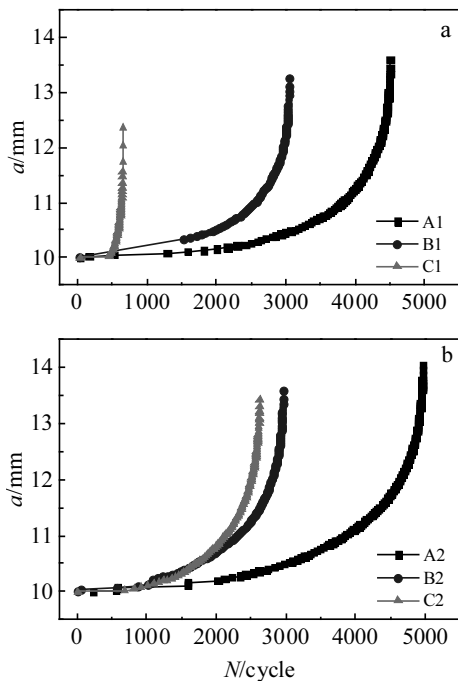


图 2 A、B、C 试样裂纹扩展长度和循环周次 $a-N$ 曲线
Fig.2 Relation between crack growth size (a) and fatigue cycles (N) of the sample A, B, C: (a) $a-N$ curves holding for 90 s and (b) $a-N$ curves under fatigue

试样的 ΔK 值分别为 56.5 、 52.5 、 $42.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (保载条件) 和 63.4 、 56.5 、 $54.3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (不保载条件), 即 $\Delta K(A)>\Delta K(B)>\Delta K(C)$ 。

表 1 给出了 3 组试样分别在保载和不保载 2 种试验条件下, 由裂纹萌生-初始应力强度因子幅值(ΔK)达到 $30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 转折点、稳态扩展、失稳-瞬断 3 个阶段的循环数。由此得知, 3 组试样在裂纹扩展过程中循环周次所占的比率分配上, 裂纹萌生-扩展阶段较大, 失稳-瞬断期的比率很小。表明该合金裂纹扩展一旦失稳, 将快速扩展至断裂。

表 1 也给出了各试样的 N_c/N_f 值。比值越小, 说明该试样在裂纹萌生扩展的初始阶段疲劳寿命所占的比率较低, 而在稳态扩展阶段其抗裂纹扩展能力相对较高; 反之, 则表示其在稳态扩展阶段抗裂纹扩展能力相对降低。试样 C1 与其他试样相比, 从 $\Delta K=30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 起始, 经稳态扩展至失稳转折阶段, 循环周次很短暂, N_c/N_f 值最大, 裂纹一旦形成便以最快的速度断裂。

2.2 裂纹扩展断口分析

图 4 表示 A、B、C 试样裂纹扩展由萌生扩展、稳态扩展、失稳断裂各区域断口中的形貌。

由图 4 A1-a、A2-a, B1-a、B2-a, C1-a、C2-a 观察, 3 组试样的裂纹均从预制裂纹表面萌生, 呈羽毛状, 以

表 1 A、B、C 试样在各阶段裂纹扩展的循环周次对比
Table 1 Comparison of fatigue cycles in different stages during crack propagation of the sample A, B, C

Crack propagation stage	Sample A		Sample B		Sample C	
	Hold 90 s, A1	Fatigue, A2	Hold 90 s, B1	Fatigue, B2	Hold 90 s, C1	Fatigue, C2
N_c (Initiation- ΔK_{30})	2644	2565	1567	1429	561	1538
N_n (ΔK_{30} -instability)	1851	2395	1472	1414	89	1083
N_s (Instability-fracture)	8	6	6	6	5	6
N_f (Total cycles)	4503	4966	3045	2958	655	2627
N_c/N_f	0.587	0.517	0.515	0.483	0.856	0.585

河流花样向内扩展，扩展棱之间平面上有横向细小的条带。由于裂纹萌生均沿着表面能最小的结晶学平面开始，3 组试样的裂纹萌生应力强度因子幅值 ΔK 约为 $29.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ，所以裂纹萌生初期形貌上没有明显的区别。相比之下，C 试样在裂纹萌生后羽毛状扩展棱较 A、B 要短。同组相比，由于加载方式和扩展速率的差别，保载试样扩展棱比不保载试样要短一些。

从图 4A1-b、4A2-b、4B1-b、4B2-b、4C1-b、4C2-b 观察分析，裂纹扩展进入 Paris 稳态扩展阶段，试样 A、B、C 的裂纹扩展速率出现了差异。扩展速率越快，扩展棱越短，裂纹以脆性穿晶扩展为主，并伴有沿晶裂纹出现。随着裂纹尖端应力强度因子幅值的增加，裂纹扩展速度不断加大，晶内疲劳条纹加宽，沿晶裂纹增多并加粗。在试样 B、C 的断口上出现裂纹沿颗粒延伸，颗粒间裂纹改变了扩展棱走向，加剧了沿晶裂纹的扩展。B、C 断口上发现，沿颗粒断开的表面有析出相，由图 5 EDS 能谱分析表明，颗粒表面主要析出含 Nb、Ti 的 MC 型碳化物。

由图 4A1-c、4A2-c、4B1-c、4B2-c、4C1-c、4C2-c 可见，当试样的裂纹尖端应力强度因子幅值达到合金材料的断裂强度极限，裂纹便发生失稳扩展，最终以沿晶或沿颗粒扩展为主发生瞬断。A 试样以沿晶穿晶混合方式断开，B 试样部分沿颗粒间断开，C 试样则几乎完全沿颗粒间撕裂断开。

3 讨论

3.1 保载时间对裂纹扩展方式的影响

由实验结果得知，当初始应力强度因子幅值达到 $30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 以后，同组试样在保载条件下裂纹扩展速率大于不保载条件的 da/dN ，保载条件下裂纹沿晶界和颗粒边界扩展的程度相对严重。

这是由于保载条件下，合金中出现蠕变和疲劳的交互作用，促进了裂纹的萌生和扩展。本实验在 $650 \text{ }^\circ\text{C}$ 保载 90 s 的条件下进行，会出现疲劳条带与晶间分离共同作用的机制^[2]，导致合金的屈服强度、弹性模量下降，蠕变易于发生，裂纹前沿尖端塑性变形增加，循环变形加重了裂纹尖端损伤。加之试验是在大气环境下进行，

保载时间有利于氧气向裂纹尖端和原始粉末颗粒边界及晶界扩散偏聚，或与活泼的 Cr、Al 等元素发生氧化反应形成氧化物，引起界面结合力和强度的快速降低，从而促进裂纹在该薄弱区域扩展。

3.2 微观组织与其裂纹扩展行为的对应关系

综合上述实验结果及分析，结合图 6 中 3 类试样的金相组织可以判断，本实验影响裂纹扩展速率的原因主要是试样的微观组织结构。

在相同实验条件下，试样 A 在裂纹孕育萌生阶段，经历了较长的抗裂纹扩展循环周次，表明该合金具有较高的裂纹萌生抗力。如图 6a 所示，均匀分布的等轴晶是该合金具有较好的断裂韧性和抗疲劳裂纹扩展性能的基本组织特征。

B 试样的抗裂纹扩展性能低于 A 试样。在实验中保载试样抗疲劳裂纹扩展寿命略高于不保载试样寿命。由图 3b 发现，B2 试样在裂纹扩展初期存在扩展速率不稳定现象。在图 4 中观察到，B 试样在裂纹萌生进入扩展阶段后，多处出现独立的沿颗粒间断裂，B 试样中 PPB 组织(图 6b)呈随机分布从而导致裂纹扩展速率产生波动。

与试样 A、B 相比，C 试样的裂纹扩展速率和循环周次有很大的差别。特别是在 $650 \text{ }^\circ\text{C}$ 保载 90 s 的条件下，裂纹孕育和萌生几乎没有明显的界限，裂纹一旦产生，便以极快的速率扩展并多数沿颗粒间断裂。这与试样 C 中的 PPB 组织(图 6c)密切相关。详见 3.3 节分析。

3.3 PPB 组织对合金断裂韧性的影响

试样在裂纹扩展失稳态的临界应力强度因子幅值实际上代表了它们各自的断裂韧性^[12]。由公式^[13] $K_{IC} = Y\sigma_c \sqrt{a_c}$ (K_{IC} 为断裂韧度， σ_c 为临界屈服强度， a_c 为临界裂纹长度)得知，合金的屈服强度与其断裂韧度成正比关系。笔者在文献[10]中的研究表明，PM 合金中的 PPB 组织直接导致强度 σ_c 降低，由此推断，其断裂韧度 K_{IC} 也相对变小。在本研究中该结论也得到了验证。

由本实验结果得知，随着试样中的 PPB 增多，裂纹失稳扩展的临界应力强度因子幅值 ΔK (即断裂韧性)明显降低，这与合金内原始颗粒边界的析出物有密切关系。

由图 7 试样 C 中原始颗粒边界 (PPB) 上的 EPMA 分析及图 8 合金中颗粒边界上 MC, M_6C 的 TEM 像及选

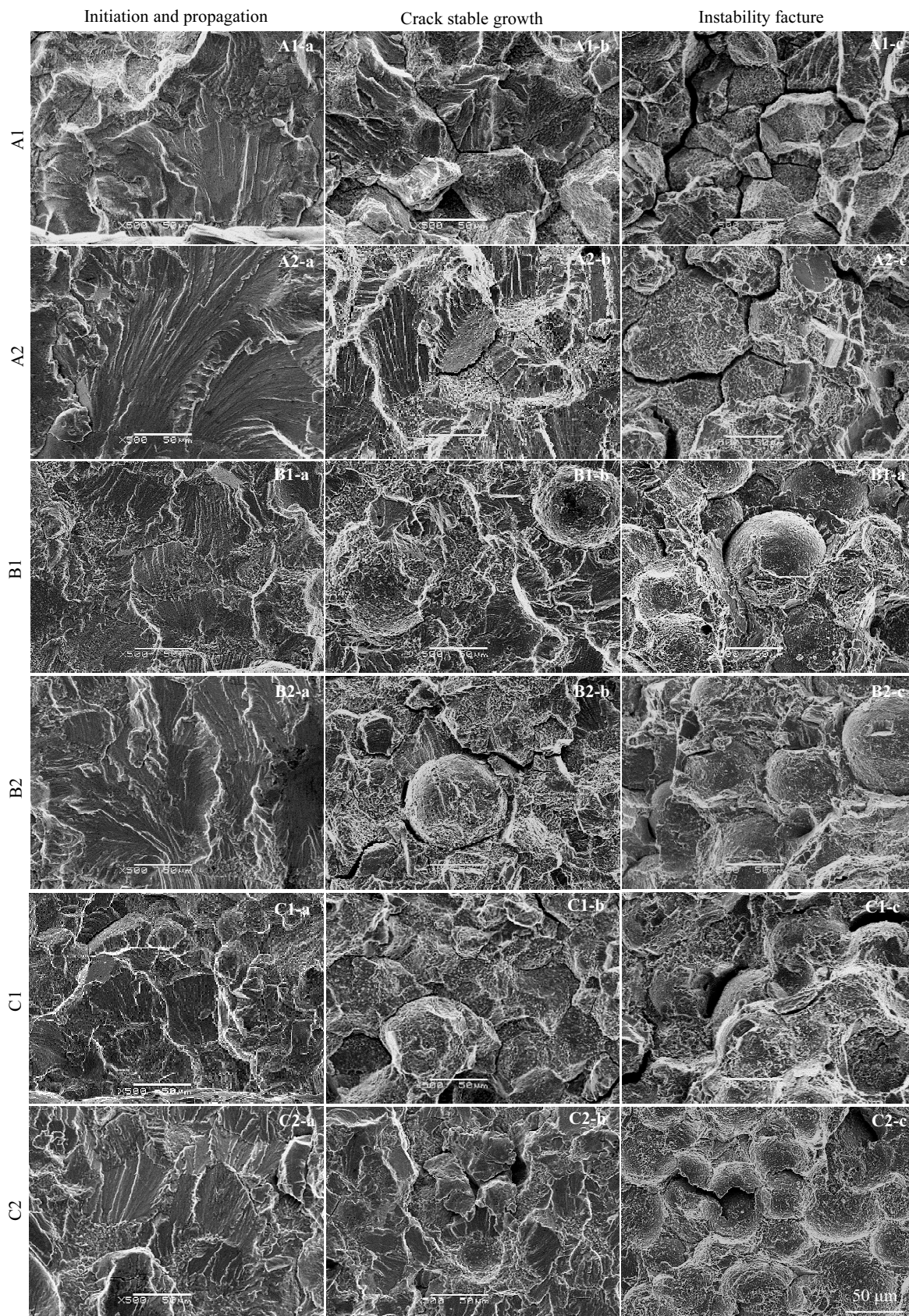


图 4 A、B、C 试样裂纹扩展的断口形貌

Fig.4 Crack growth morphologies of the sample A, B, C fatigue fracture

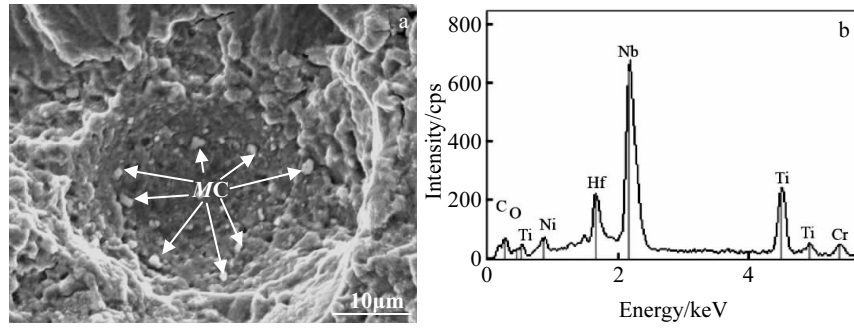


图 5 图 4 中试样 C2-b 断口上的颗粒表面 MC 析出物及其 EDS 能谱

Fig.5 Speciation of MC on the particle surface of sample C2-b fracture in Fig.4 (a) and its EDS spectrum (b)

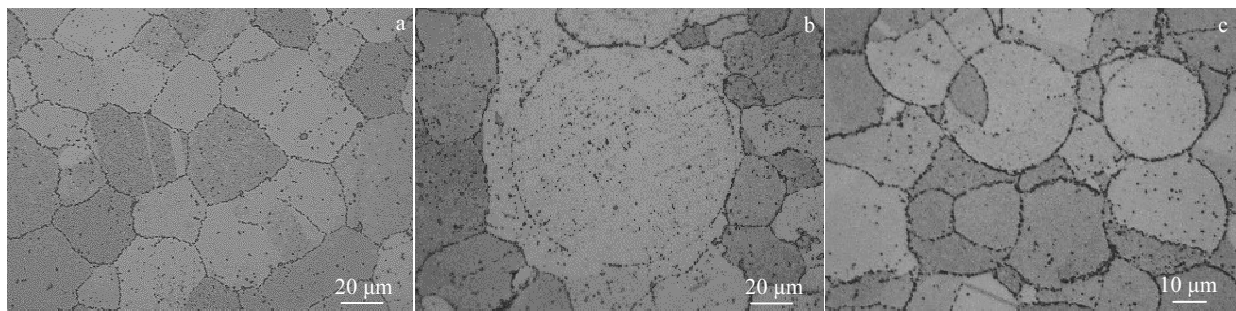


图 6 A, B, C 试样的金相组织

Fig.6 OM microstructures of sample A (a), sample B (b), and sample C (c)

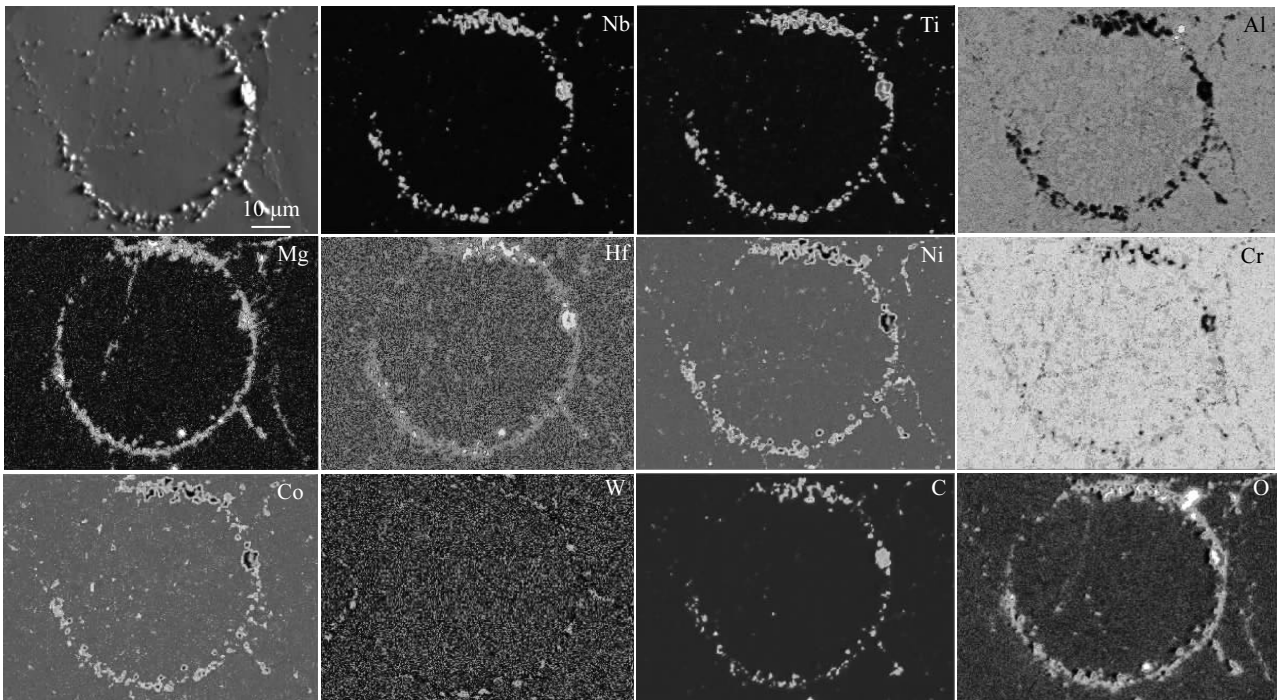


图 7 试样 C 中原始颗粒边界(PPB)上的 EPMA 元素分析

Fig.7 EPMA elements analyses on the PPB in sample C

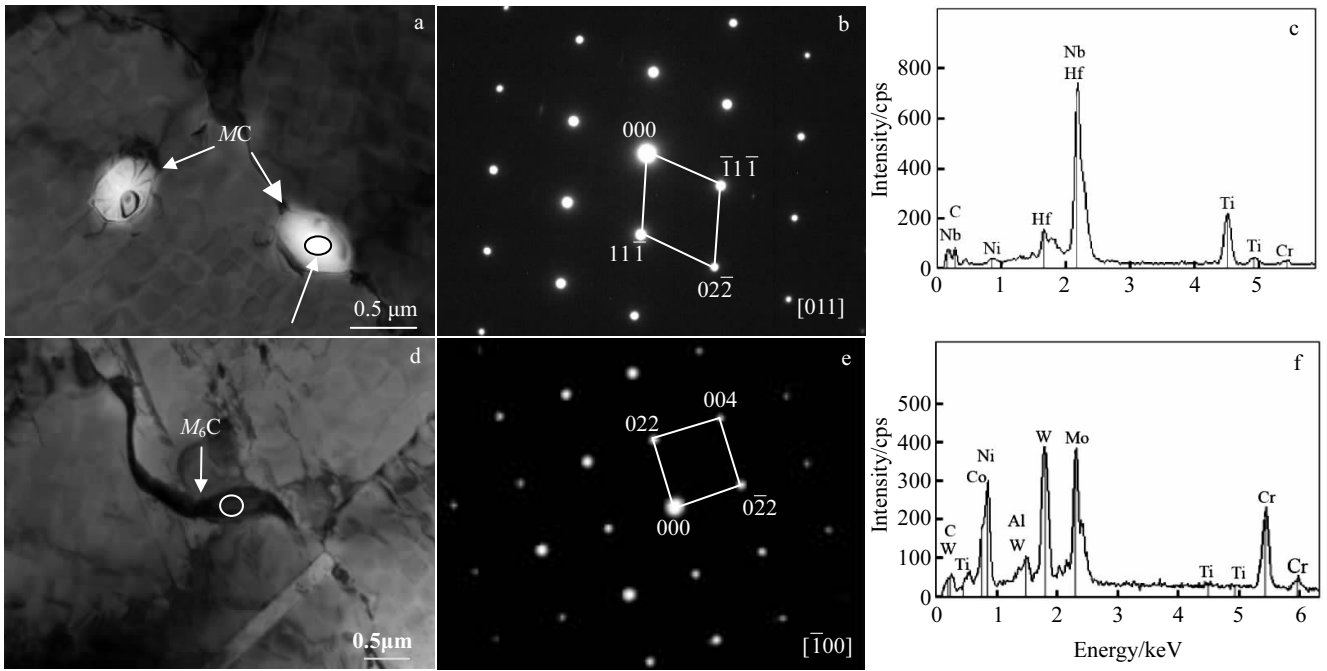


图 8 合金中颗粒边界上 MC、M₆C 的 TEM 像及选区电子衍射花样标定和 EDS 能谱

Fig.8 TEM images (a, d), SAED pattern calibration (b, e), and EDS results (c, f) of MC (a-c) and M₆C (d-f) on the particle boundary in the alloy

区电子衍射花样和 EDS 能谱分析得知，合金中原始颗粒边界上的析出物主要是含 Nb、Ti、W、Mo、Cr、Hf 等元素的 MC、M₆C 型碳化物及少量 Al、Mg、Hf 氧化物。由文献[9,14,15]提供本实验合金的弹性模量 E 在 20 °C 下为 222 GPa，氧化物 MgO、Al₂O₃、HfO₂ 和碳化物 TiC、HfC、NbC 的弹性模量分别为 210、363、383 和 350、359、345 GPa。由于这些析出物与合金基体在弹性模量等物理性能的差别，导致在热等静压过程中粉末颗粒边界形成类似于孔隙的薄弱区，影响合金的密实，使该界面的断裂韧性 K_{IC} 值相对降低，极易萌生裂纹。弱界面的存在将诱使裂纹沿着消耗能量较低的方向扩展。

由关系式^[15] $K_{IC} \approx \sqrt{2\sigma_s E \lambda}$ 可以推断，发生在原始颗粒边界的裂纹尖端扩展的断裂韧性，不仅取决于屈服强度 σ_s 、弹性模量 E ，还与颗粒边界上的碳化物、氧化物之间的间距 λ 有关。析出物排列越密集， K_{IC} 值越小。在裂纹扩展过程中，颗粒边界不连续的析出物将会阻碍位错运动，并引起蠕变位错在该区域塞积。试样中颗粒边界上的碳、氧化物尺寸越大，排列越密集，越容易产生应力集中，导致裂纹在这些断裂韧性薄弱区加速扩展。当裂纹尖端的应力集中达到颗粒界面的断裂韧性时，便发生失稳、瞬断，最终在断口上呈现不同程度的颗粒间断裂。

4 结 论

- 1) 均匀分布的等轴晶组织是该镍基粉末高温合金具有较好抗裂纹扩展性能的保证。合金中的原始颗粒边界（PPB）对裂纹扩展行为有较大影响。
- 2) 合金中 PPB 上析出的碳化物、氧化物会导致该界面的断裂韧性降低，极易萌生裂纹。在保载条件下更有利于氧沿 PPB 扩散偏聚，引起界面结合力和强度的快速降低，诱使裂纹在该薄弱区域扩展。
- 3) 在粉末高温合金中，PPB 的数量、分布以及 PPB 上析出物的弹性模量等物理性质及其尺寸、分布可降低该界面 K_{IC} 值。当裂纹尖端的应力集中达到颗粒界面的断裂韧性时，裂纹扩展速率加快，最终导致颗粒间断裂。

参考文献 References

[1] Liu Chengli(刘成立), Lv Zhenzhou(吕震宙), Xu Youliang(徐有良). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(5): 761

[2] Liu Xinling(刘新灵), Tao Chunhu(陶春虎). *Failure Analysis and Prevention*(失效分析与预防)[J], 2011, 6(2): 124

[3] Liu Jifeng(刘继锋). *The Study of Quantitative Estimate for Several Space Used Metallic Materials' Fatigue Crack Propagation*(几种航天用材料疲劳裂纹扩展速率的定量估算研究)[D].

- Xi'an: Xi'an University of Technology, 2004
- [4] Kobayashi D, Takeuchi T, Achiwa M. *Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys 2016*[C]. Seven Springs: Wiley TMS Press, 2016: 631
- [5] Wang Pu(王璞), Dong Jianxin(董建新), Yang Liang(杨亮) *et al. Material Guide*(材料导报)[J], 2008, 22(6): 61
- [6] Yan Jian(杨健), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2013, 49(1): 71
- [7] Wang Pu(王璞), Dong Jianxin(董建新). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(11): 2723
- [8] Nai Qiliang(倪启亮), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) *et al. Chinese Journal of Engineering*(工程科学学报)[J], 2016, 38(2): 248
- [9] Zhang Ying(张莹), Zhang Yiwen(张义文), Zhang Na(张娜) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(4): 444
- [10] Zhang Ying(张莹), Liu Mingdong(刘明东), Sun Zhikun(孙志坤) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(4): 987
- [11] Zhang Ying(张莹), Zhang Yiwen(张义文), Liu Mingdong(刘明东) *et al. Proceedings of 11th Chinese Symp on Superalloys* (第 11 届中国高温合金年会论文集)[C]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2007: 545
- [12] Lai Zuhan(赖祖涵). *Crystal Defect and Mechanical Properties of Metals*(金属的晶体缺陷与力学性质)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1988: 286
- [13] Na Shunsang(那顺桑), Li Jie(李杰), Ai Liqun(艾立群). *Mechanical Properties of Metal Materials*(金属材料力学性能)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2011: 83, 93
- [14] Hu Baoyu(胡宝玉), Xu Yanqing(徐延庆), Zhang Hongda(张宏达). *Special Refractories Practical Technology Manual*(特种耐火材料实用技术手册)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2004: 5
- [15] Huang Peiyun(黄培云). *Powder Metallurgy Principle*(粉末冶金原理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2004: 380, 409

Influence of PPB on Crack Growth Behavior of PM Ni-Based Superalloy

Zhang Ying, Zhang Yiwen, Sun Zhikun, Huang Hubao

(Beijing CISRI-Gaona Materials & Technology Co. Ltd, Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

Abstract: The effect of prior particle boundary (PPB) on the crack growth behavior of a powder metallurgy nickel-based superalloy formed by direct hot isostatic pressing (As-HIP) was investigated. The results show that the precipitated carbide and oxide on the boundary of prior particles in the powder metallurgy superalloy decrease the fracture toughness (K_{IC}) and initiate cracks from the interface easily. In the course of crack propagation, fractures occur along the inter-particles, which changes the direction of extended edges, aggravates the propagation of cracks along the grain boundaries, and thus increases the crack growth rate. The fracture toughness of the crack tip extending along the boundary of prior particle is closely related to the physical properties, amount and size of the precipitates on the PPB. The denser the precipitates, the smaller the K_{IC} , and the crack propagation is accelerated in these weak areas.

Key words: powder metallurgy nickel-based superalloy; crack growth rate; inter-particle rupture; prior particle boundary (PPB); fracture toughness

Corresponding author: Zhang Ying, Professor, High Temperature Material Institute, Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, P. R. China, Tel: 0086-10-62185157, E-mail: zyxqxn@hotmail.com