

夹杂物尺寸及分布对 FGH97 高温合金 低周疲劳性能的影响

杨金龙^{1,2}, 朱晓闽², 熊江英², 陈 祺², 郭建政^{1,2}

(1. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083)

(2. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000)

摘 要: 利用扫描电子显微镜、能谱仪、金相显微镜、低周疲劳试验机研究了镍基粉末高温合金 FGH97 材料 650 °C 低周疲劳性能与断口夹杂物尺寸、面积及分布的关系。结果表明: FGH97 热等静压材料低周疲劳裂纹源主要由非金属夹杂物引起。非金属夹杂物尺寸小于临界值(约 80 μm)时, 夹杂物尺寸和位置对 650 °C 最大应力 980 MPa 低周疲劳寿命无明显影响, 疲劳寿命均值达到 190 992 周次。当夹杂物尺寸超过临界值(约 80 μm)时, 则夹杂物尺寸越大, 越靠近表面, 低周疲劳寿命越低。因此, 控制夹杂物尺寸是提高 FGH97 高温合金低周疲劳寿命的有效方法。

关键词: FGH97 粉末高温合金; 组织; 低周疲劳; 夹杂物

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)05-1614-09

粉末高温合金组织均匀、服役温度下低周疲劳寿命优异, 主要用于制造航空发动机高压涡轮盘、封严篦齿盘等高温部件^[1,2]。低周疲劳引起失效的过程包括: 裂纹形核、微小裂纹扩展、长程裂纹扩展以及最终失效几个阶段。裂纹形核阶段与变形模式(平面滑移或交滑移)、材料成分、组织、缺陷以及试验应力状态、环境)等因素相关^[3]。粉末高温合金中常见的缺陷包括: 原始颗粒边界(prior particle boundary, PPB)、热诱导孔洞(thermally induced porosity, TIP)以及非金属夹杂物等。材料中缺陷的随机分布, 造成微观结构的不均匀性, 在疲劳载荷作用下, 微观尺度上存在应力不均匀, 缺陷处产生应力集中, 萌生疲劳裂纹^[3-5]。

关于缺陷对于低周疲劳性能影响的相关研究工作中, 约 80%低周疲劳裂纹源与夹杂物有关^[4,5]。裂纹源区夹杂物尺寸、位置、类型、形状等因素影响试样低周疲劳寿命。高应力状态下, 近表面与表面夹杂物易引起低周疲劳裂纹源萌生, 造成疲劳寿命降低^[4,5]。不同应力水平、不同类型缺陷(非金属夹杂物、孔洞)对裂纹源形成机制造成影响。在近表面、表面夹杂物两种情况下, 相同应力水平对疲劳寿命的影响不同^[6]。粉末高温合金中, 易形成 Nb、Ti 为主的碳氧化合物, 造成 PPB 的形成, 成为低周疲劳裂纹源^[7]。文献[8]中

建立了疲劳扩展区面积与疲劳寿命的线性对数关系。而链状、破碎以及薄膜状等非金属夹杂物, 在合金中存在不同变形行为及遗传效应^[9]。FGH96 合金在 600 °C 试验温度下 6 种不同的裂纹源形式, 裂纹源位置随着应力水平减少, 由样品表面移至心部^[10]。文献[11]则研究了夹杂物、平台型裂纹对 Rene88DT 合金低周疲劳寿命的影响。

FGH97 粉末高温合金是与俄罗斯 EP741NP 合金相近, 以 Al、Ti、Nb 作为强化相 γ' 形成元素的国产粉末高温合金, 高温条件下组织均匀稳定、抗疲劳性能优异^[12,13], 目前已应用于制备粉末盘件。关于 FGH97 合金及 EP741NP 合金的研究, 国内外主要关注不同元素对合金性能的影响^[12]及合金热处理工艺与组织性能的关系等^[13]。

上述国内外研究高温合金疲劳性能工作中, 关于高温合金夹杂物分布、夹杂物类型、尺寸对疲劳性能的影响较多。但结合尺寸与分布两方面影响的研究比较少^[14]。

本实验主要研究 FGH97 合金在 650 °C 高温下的低周疲劳性能。对裂纹源区非金属夹杂物尺寸、面积及分布进行观察和统计, 结合夹杂物尺寸、面积和分布, 探索分析其对 FGH97 粉末高温合金低周疲劳寿命的影响。

收稿日期: 2019-05-16

基金项目: 深圳市海外高层次人才资金项目(20150128085205453); 深圳科技创新委员会项目(20170308111659935)

作者简介: 杨金龙, 男, 1988 年生, 博士生, 中南大学粉末冶金研究院, 湖南 长沙 410083, 电话: 0755-82799717, E-mail: yangjinlong0419@163.com

1 实验

试验材料 FGH97 的名义化学成分(质量分数, %)为: Cr 9.0, Mo 3.85, W 5.55, Ti 1.8, Co 15.75, Al 5.05, Nb 2.6, Hf 0.3, C 0.04, Zr \leq 0.015, B \leq 0.015, Ce \leq 0.010, Mg \leq 0.02, Ni 余量。

夹杂物尺寸与制备样品粉末粒度相关, 粉末粒度较细, 相应的夹杂物尺寸较小。试验材料采取 0~100 和 50~150 μm 2 种不同粒度分布范围的粉末经热等静压和热处理制备。

0~100, 50~150 μm 粒度分布范围粉末制备样品称为 FGH97-A、FGH97-B。为消除其他因素的影响, 对 FGH97-A 和 FGH97-B 2 种材料采用相同的制备工艺。热等静压(hot isostatic pressing, HIP)工艺: 温度(1200 \pm 10) $^{\circ}\text{C}$, 压力 \geq 120 MPa, 时间 \geq 2 h。热处理制度采用 1200 $^{\circ}\text{C}$, 4 h 空冷+三级时效(910~700 $^{\circ}\text{C}$), 32 h 空冷。

样品取自厚度约 50 mm 的环状热处理后热等静压件, 采用线切割沿弦向切取材料, 加工成拉伸或疲劳样品。高温拉伸试验按照 GB/T 228.1-2015《金属材料, 拉伸试验, 第二部分: 高温拉伸试验方法》在万能试验机上进行。疲劳试验按照 GB/T 15248-2008《金属材料轴向等幅低循环疲劳试验方法》在配备 3 区控温的 Instron 8801 液压疲劳试验机上进行。疲劳试样加工满足 ASTM E466-07 关于低应力加工和纵向抛光的要求。疲劳试验温度 650 $^{\circ}\text{C}$, 加载循环应力下限 σ_{\min} = 30 MPa, 应力上限 σ_{\max} = 980 MPa, 加载循环应力范围 950 MPa, 加载频率 f = 1 Hz。

利用 CARL_ZEISS_EVOMA25 扫描电子显微镜(scanning electron microscopy, SEM)、金相显微镜观察 2 种样品强化相 γ' 、晶粒度、碳化物、断口等组织信息, 用能谱仪(energy dispersive spectroscopy, EDS)分析样品低周疲劳断口裂纹源区信息, 统计分析裂纹源区夹杂物尺寸、面积及夹杂物位置与疲劳寿命之间的关系。

2 实验结果

2.1 显微组织研究

观察 2 种粉末粒度制备的 FGH97 材料热处理态显微组织。图 1 为晶内强化相 γ' 形貌。图 1a、1b 分别为 FGH97-A、FGH97-B 样品。晶内块状二次 γ' 呈正方形, 部分呈蝴蝶状, 2 种样品二次 γ' 尺寸接近。粉末高温合金由于粉末冷却速率较快, 内部元素微观偏析程度较小, 强化相元素 Al、Ti、Nb 等元素分布较为均匀, 各个区域强化相形核均匀, 尺寸较为细小, 热处理固溶过程中晶内 γ' 能够充分溶入基体, 形成过饱和固溶体。因此, 固溶冷却和时效过程析出细小弥散强化相, 未见晶内粗大 γ' 。

图 2 为 FGH97 材料晶界组织, 晶界可见大尺寸 γ' , 1~2 μm 。晶界出现碳化物, 碳化物在晶界分布不连续。2 种样品晶界 γ' 尺寸差别不大, 碳化物形貌相似。

由图 3 中 FGH97-A 试样中 EDS 分析晶界碳化物成分可知, 块状碳化物富含 Ti、Nb、Mo 等元素, 尺寸约 2 μm , 长条状富含 Mo 元素, 尺寸 0.5 μm 左右。

图 4 为 FGH97-A 和 FGH97-B 晶粒度结果。由图 4a、4b 对比可知, 2 种粒度粉末制作样品晶粒度有差别, FGH97-A 样品晶粒度达到 ASTM 8-9 级, FGH97-B 样品晶粒度为 ASTM 6-7 级。

结合图 1、图 2、图 3、图 4 组织分析结果可知: FGH97-A 和 FGH97-B 材料同样条件热等静压、热处理后, 样品晶界 γ' 、二次 γ' 、碳化物尺寸形貌、晶界析出物差别不明显, 但晶粒度不同。影响 2 种样品低周疲劳性能的因素可能为夹杂物尺寸、分布或晶粒度等。对 2 种样品进行低周疲劳性能测试, 观察疲劳裂纹源区信息。

2.2 650 $^{\circ}\text{C}$ 低周疲劳性能测试

低周疲劳性能测试前, 对 2 种材料 650 $^{\circ}\text{C}$ 拉伸性能进行测试。FGH97-A 屈服强度均值 1023 MPa, FGH97-B 材料屈服强度均值 1058 MPa, 屈服强度相

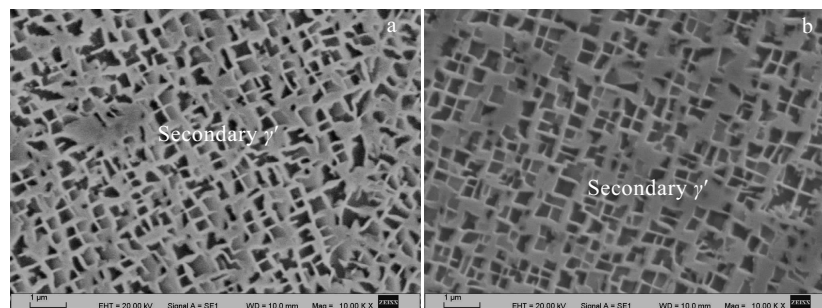


图 1 FGH97-HIP 热处理态组织

Fig.1 Microstructures of FGH97-HIP in as-heat treated condition: (a) FGH97-A intragranular γ' and (b) FGH97-B intragranular γ'

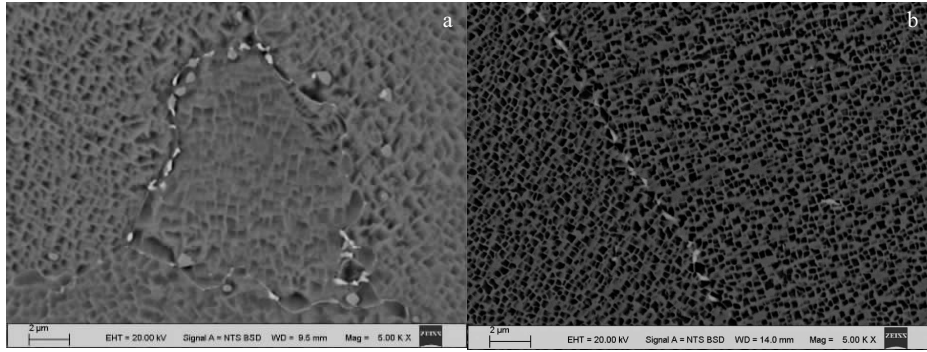


图 2 FGH97-HIP 热处理态晶界形貌

Fig.2 Grain boundary of FGH97-HIP in as-heat treated condition: (a) FGH97-A and (b) FGH97-B

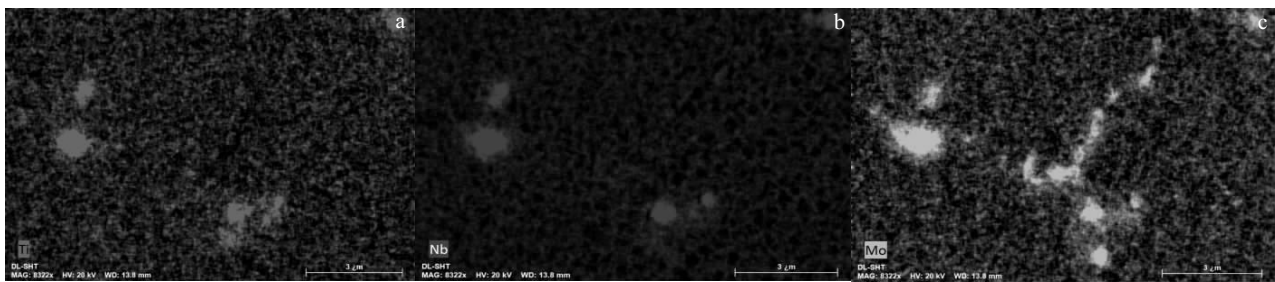


图 3 碳化物成分分析

Fig.3 Carbide composition analysis: (a) Ti, (b) Nb, and (c) Mo

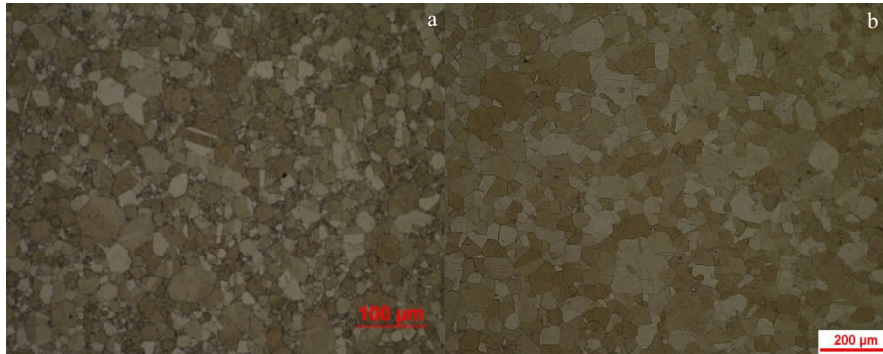


图 4 FGH97-HIP 金相组织

Fig.4 Microstructures of FGH97-HIP in as-heat treated condition: (a) FGH97-A grain size ASTM 8-9 and (b) FGH97-B grain size ASTM 6-7

差约 3%；杨氏弹性模量分别为 190 和 191 GPa，数据接近。拉伸应力 980 MPa 时，FGH97-A 对应应变量约 0.55%，FGH97-B 为 0.56%。

图 5 表示 650 °C、加载循环应力下限 σ_{\min} =30 MPa，应力上限 σ_{\max} =980 MPa 实验条件下低周疲劳寿命正态分布的经验累积分布函数图，横坐标为循环寿命，纵坐标是经验累积分布函数值，统计样品数量 (N)48 个。图 5 中疲劳试验结果包括 FGH97-A 和 FGH97-B 样品。红线数据为国内目前研究 FGH97 材料相同测试条件下低周疲劳寿命均值为 31 987 周次^[15]。

FGH97-A 样品低周疲劳寿命均值 184 058 周次，标准差 44 311 周次。而 FGH97-B 样品均值为 24 709 周次，标准差 18 307 周次。FGH97-A 样品低周疲劳寿命明显高于 FGH97-B 样品。FGH97-A 样品最高疲劳寿命达到 265 146 周次，数据中存在 2 个样品寿命较低，分别为 68 462 和 50 041 周次，若不考虑这 2 个数据点，FGH97-A 组疲劳寿命均值达到 190 992 周次。FGH97-B 组中，最高可达 56 288 周次，最低仅有 2746 周次。

FGH97-A 和 FGH97-B 样品除晶粒度和夹杂物尺寸、分布有差别外，晶内和晶界强化相 γ' 、晶界碳化

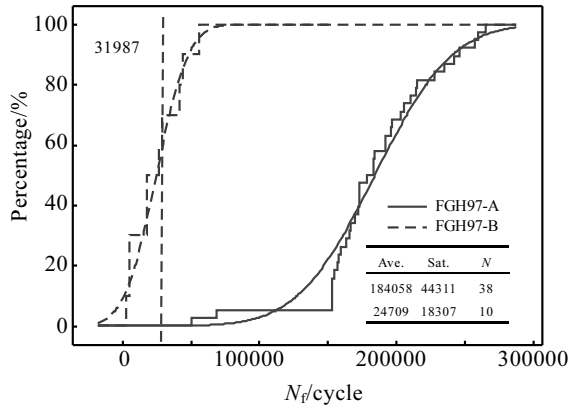


图 5 FGH97 样品 650 °C 低周疲劳寿命正态分布经验累积分布函数

Fig.5 Empirical cumulative normal distribution function of low cycle fatigue life for FGH97 at 650 °C

物等比较接近。为探索夹杂物尺寸、分布可能对低周疲劳性能的影响，对所有试样进行疲劳断口分析，统计裂纹源区信息，寻找疲劳寿命差别的原因。

2.3 疲劳断口特征分析

SEM 分析低周疲劳断口形貌如图 6 所示。图 6a、6b、6c 中裂纹源区均发现夹杂物，分别位于试样中部、近表面及表面位置。图 6d 裂纹源区未发现夹杂物，为平台型断裂。图 6a 中，疲劳试样断口可分为：裂纹源

区、疲劳断裂扩展区及瞬断区。裂纹源区发现夹杂物，源区周围裂纹扩展区较为平坦，为疲劳加载循环过程中，上下接触磨损所致。疲劳瞬断区与应力轴呈约 45°，为高应力瞬时断裂特征，断口呈穿晶断裂。

对 2 组数据疲劳断口进行分析，实验测试 FGH97-A 和 FGH97-B 48 个样品中，除了 FGH97-A 中 4 个样品疲劳裂纹源区未发现夹杂物，其余 44 个样品均与非金属夹杂物有关，占样品总数的 91%，其中氧化铝熔渣型占 85%。非金属夹杂物中，绝大多数为 Al₂O₃ 型夹杂物，与文献[5, 8, 9]数据一致。

粉末高温合金制备过程中，母合金熔炼、粉末制备、粉末处理等工序，不可避免的存在引入夹杂的风险。夹杂物尺寸、类型以及分布位置对低周疲劳性能影响不同。夹杂物附近易产生应力集中，在较低应力下产生塑性变形。随着疲劳周次增加，产生疲劳微裂纹，进而引起疲劳断裂^[3-5]，如图 6a、6b、6c 所示，裂纹源均由夹杂物引起。

图 6d 样品裂纹源区接近表面，未发现夹杂物，呈平台型断裂。附近为穿晶断裂，未出现沿晶断裂模式。平台型断裂多与样品加载过程中驻留滑移带（persistent slip band, PSB）累积在晶界，导致裂纹萌生有关^[16]。表面裂纹多与空位聚集或 PSB 有关，材料表面在循环应力作用下挤入-挤出，进而形成 PSB，挤出脊和侵入沟周围易应力集中，表面微裂纹也易在这些区域形成^[17]。

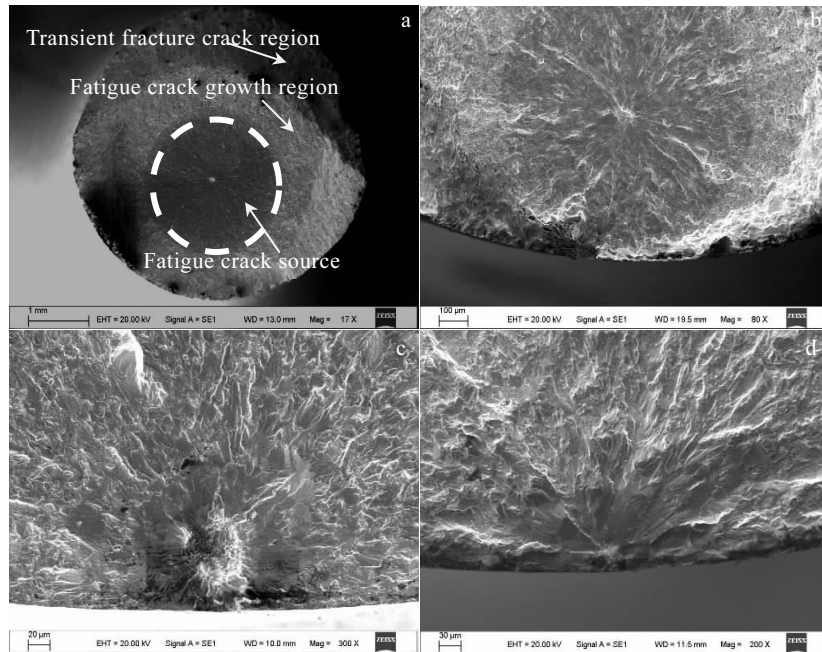


图 6 样品低周疲劳源形貌

Fig.6 Microstructures of fatigue source: (a) inclusion located in the central region, (b) inclusion located in near-surface area, (c) inclusion located in surface area, and (d) no inclusion

利用 EDS 分析夹杂物成分，如图 7、图 8、图 9 所示。图 7 中，夹杂物主要为 O、Zr 及 Ti 富集，来源可能为制粉或熔炼过程引入。图 8 中，夹杂物疏松，主成分为 Al_2O_3 ，可能为制粉或者母合金坩埚材料或熔渣。夹杂物类型及成分与粉末夹杂物检测过程中发现的类型一致，粉末中夹杂物形貌见图 9 所示，为较为松散的炉渣型夹杂物和烧结的氧化锆型夹杂物。由

图 7 与图 9a 对比，可观察到烧结型夹杂物的细小颗粒。

关于非金属夹杂物导致裂纹萌生和扩展，文献[18]研究表明，脆性非金属夹杂物 Al_2O_3 导致裂纹萌生主要有：夹杂物本身开裂、夹杂物/基体界面开裂以及夹杂物尖角处相邻基体开裂。测试样品断口中非金属夹杂物 Al_2O_3 多为松散型，如图 8、图 9b 所示，多为夹杂物本身或者与基体界面开裂。

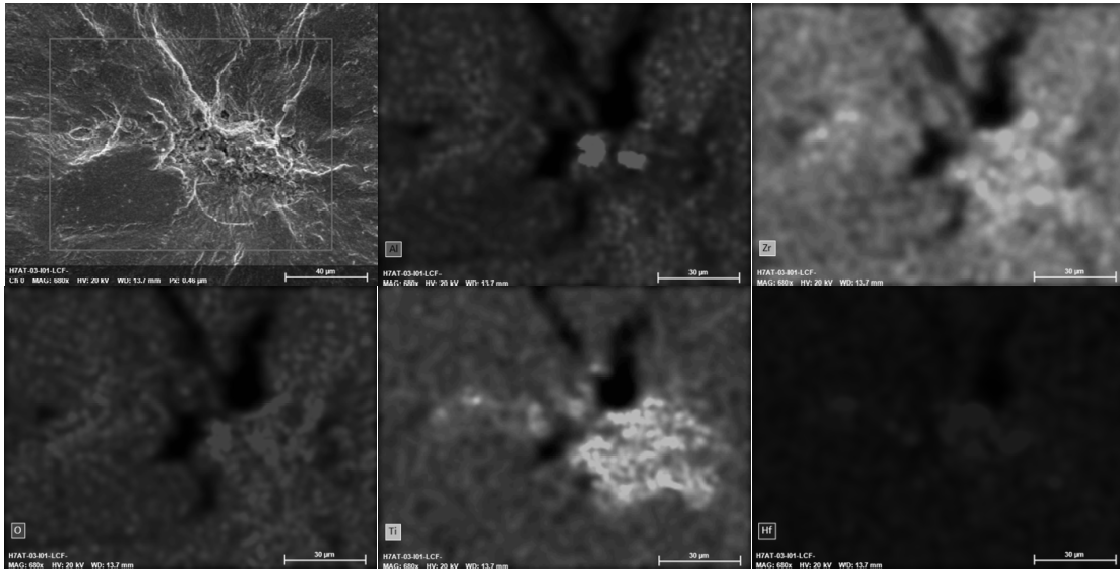


图 7 低周疲劳断口夹杂物-氧化锆

Fig.7 Low-cycle fatigue fracture inclusion, zirconia

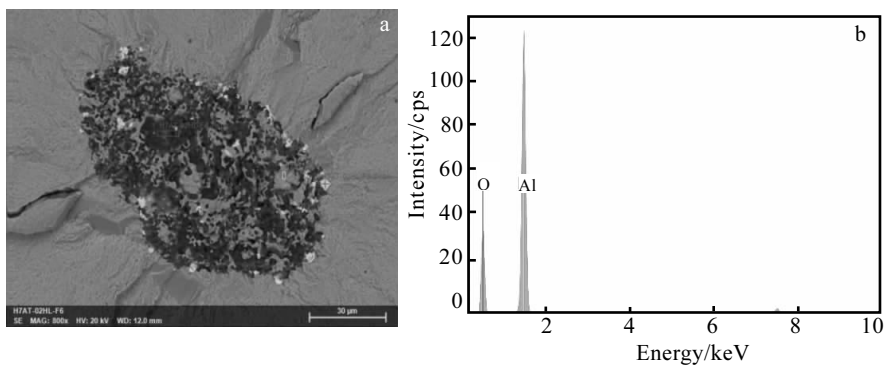


图 8 低周疲劳断口夹杂物-氧化铝熔渣型

Fig.8 Low-cycle fatigue fracture inclusion, alumina slag

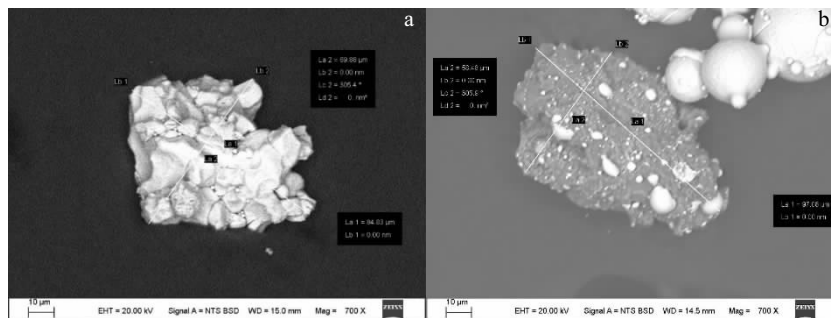


图 9 粉末中夹杂物形貌

Fig.9 Morphologies of inclusions in powder: (a) zirconia and (b) alumina slag

2.4 夹杂物尺寸的影响

对 FGH97-A 和 FGH97-B 样品疲劳源区非金属夹杂物尺寸及面积进行统计，取夹杂物尺寸最大方向测试数值作为夹杂物尺寸，建立夹杂物尺寸与低周疲劳寿命的关系如图 10 所示。

图 10 中，夹杂物尺寸分布在 0~200 μm 之间，疲劳寿命数据差别明显。夹杂物尺寸与疲劳寿命关系图存在拐点，如图中虚线所示。方框范围为 FGH97-A 样品，夹杂物尺寸较小，寿命值较高。

由图 10 可知，当夹杂物尺寸低于某一临界值时，疲劳寿命明显提高，夹杂物尺寸对疲劳寿命的影响不明显；夹杂物达到一定尺寸后，疲劳寿命降低，且随着尺寸增大，疲劳寿命值降低明显，如图 10 中斜线所示。

FGH97-A 中 34 个夹杂物尺寸均值 59 μm，标准差 13 μm；FGH97-B 中 10 个数据均值 119 μm，标准差 30 μm。夹杂物尺寸属于随机分布数据，考虑测试数据标准差和图 10 拐点处夹杂物尺寸，可得尺寸临界值约为 80 μm。

图 10 中方框右下角存在 2 个样品寿命值低于 100 000 周次，分别为：FGH97-A 数据中 68 462 周次，对应 87 μm 夹杂物，FGH97-B 数据中 56 288 周次对应夹杂物尺寸 82 μm。

分析图 11 低周疲劳寿命统计中数据，1%失效率情况下（即可靠度 99%），FGH97-A 组数据最低寿命值达到 51 536 周次，FGH97-B 组数据最高寿命值为 4582 周次。A 组控制夹杂物尺寸在临界值以内，较 B 组样品低周疲劳寿命提高约 11 倍。

文献[19]分析可知，夹杂物尺寸对疲劳寿命的影响由夹杂物导致界面处存在初期损伤破坏，与基体界面不连续所致。文献[20]中，讨论了夹杂物在原位疲劳过程中的行为特征，尺寸 50 μm 的夹杂物周围也有裂纹萌生和扩展。

试验测试 FGH97-A 样品断口中，尺寸 50 μm 以下夹杂物周围也发现疲劳断裂特征。小尺寸夹杂物虽导致裂纹萌生，但裂纹扩展成为合金断裂主裂纹的周期较长，因此对寿命影响不明显，结果与文献[18]中小于一定尺寸夹杂物(垂直于载荷方向)对 PM Rene95 合金低周疲劳寿命性能影响结果一致。

2.5 夹杂物面积的影响

上一节从尺寸角度分析夹杂物对疲劳寿命的影响，图 12 从夹杂物面积角度分析。夹杂物面积统计方法为测试夹杂物尺寸最大值及其垂直方向尺寸最大值，计算面积。疲劳寿命与夹杂物面积占样品截面的分数可知（疲劳样品截面为 φ5 mm 圆）图 12 中规律

与图 10 类似，即：夹杂物面积分数低于某一临界值，对低周疲劳寿命影响不明显，如图 10、图 11、图 12 中方框。

根据图中数据分析可知，夹杂物面积临界值为占整个截面分数约 0.007%，即面积达到约 5500 μm²。夹杂物面积等效正方形长度约 74 μm，与图 10 尺寸分析 80 μm 结果较为接近。

文献[8]测试裂纹扩展区面积推测疲劳寿命，表明疲劳断口扩展区越小，寿命值越小。扩展区为疲劳源微裂纹形成后，交变载荷作用下造成裂纹形核扩展。文献[21]中半定量粉末类裂纹源周围的应力集中程度，其结果表明，当存在形状不规则（某一方向尺寸异常）时，引起应力集中程度越大。

测试 FGH97-A 和 FGH97-B 样品夹杂物面积临界值与尺寸临界值存在近似平方关系，夹杂物两个方向尺寸接近，应力集中系数约为 $K_t=3$ 。对于图 9b 与图 8 类型夹杂物，则 K_t 略超过 3。

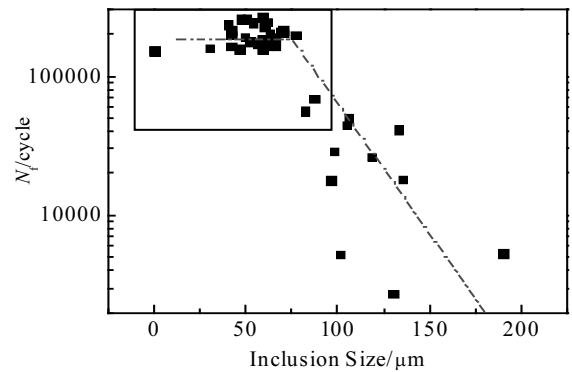


图 10 低周疲劳寿命与夹杂物尺寸关系曲线
Fig.10 Relationship between low cycle fatigue life and inclusion size

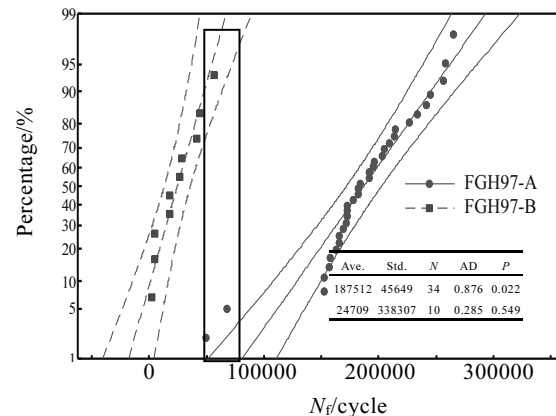


图 11 低周疲劳寿命统计
Fig.11 Low cycle fatigue life statistics

文献[22]将夹杂作为材料内部的小裂纹，提出钢中临界面积影响临界应力强度因子的思路，认为：

$$\Delta K_{th} = 3.3 \times 10^{-3} \times [(HV+120)(area)^{1/2}]^{1/3} \quad (1)$$

即 $\Delta K_{th} \propto area^{1/6}$ ，而后相关研究对其系数及公式表达进行了修正^[23]，临界应力强度因子与夹杂物面积有关。

图 12 方框中出现 FGH97-B 样品寿命值 56 288 周次，夹杂物面积约为 4600 μm^2 ，与其它样品面积规律存在不一致。低周疲劳的影响因素存在互相竞争关系，此点是由于当面积达到极限值后，其它潜在因素（如晶粒度、夹杂物尺寸引起的应力集中、屈服强度、塑性等）的影响。

结合图 10、图 11、图 12 结果及文献[18-22]可知，从尺寸因素和面积因素两个方面关注，夹杂物面积分数、夹杂物面积或者尺寸达到临界值后，对疲劳寿命的影响明显。超过临界值后，低周疲劳寿命随着夹杂物尺寸增大呈线性降低。

2.6 夹杂物位置的影响

统计离疲劳样品表面的距离从 0 到 2.5 mm 夹杂物（疲劳样品直径为 5 mm），绘制疲劳寿命与夹杂物位置的关系如图 13 所示。

图 13a 中，夹杂物距样品表面的距离随机变化，与疲劳寿命并未表现出明显的关系，但存在 2 种不同情况。按夹杂物尺寸分组，距离与疲劳寿命关系如图 13b 和图 13c 所示。图 13b 中，尺寸 $\leq 80 \mu m$ 时，夹杂物所处位置与疲劳寿命无明显关系，对疲劳性能影响不敏感。图 13c 中，夹杂物尺寸 $> 80 \mu m$ ，随着夹杂物距离表面越近，疲劳寿命值减少。

文献[4]中说明裂纹源位置的改变主要是由材料中缺陷的尺寸引起，材料缺陷尺寸与应力强度因子幅存在如下关系：

$$\Delta K = C\sigma\pi^{1/4} area^{1/2} \quad (2)$$

式中， ΔK 为缺陷周围的应力强度因子幅， C 为缺陷位

置系数，内部裂纹为 0.5，表面裂纹为 0.65， σ 为缺陷位置的应力值， $area$ 为缺陷在断口上的投影面积。当 ΔK 超过临界值 ΔK_{th} ，裂纹便在缺陷处萌生。

结合图 10、图 11、图 12 实验数据，随着缺陷尺寸及面积增大到一定值，且应力集中引起周围区域应力值 σ 升高， ΔK 超过临界值，引起疲劳裂纹源。公式（2）中，表面裂纹系数 0.65 大于内部裂纹 0.5，表面夹杂物对寿命影响更明显，与数据结果图 13b、13c 一致，夹杂物尺寸或面积超过临界值后，位置越靠近样品表面，夹杂物引起的应力集中越严重，越容易产生疲劳裂纹源而引起断裂。

2.7 晶粒度的影响

图 4 为 FGH97 材料金相组织，多为等轴晶。晶粒细小均匀，未见明显粗大晶粒。观察发现 FGH97-A 与 FGH97-B 样品晶粒尺寸存在一定差异。FGH97-A 样品晶粒度全部在 ASTM 8-9 级范围内，如图 4a。FGH97-B 样品晶粒度在 ASTM 6-7 级，如图 4b。

大多数理解为多晶材料的疲劳寿命与晶粒尺寸存在反比关系，即细晶粒有利于疲劳寿命。对于低周疲

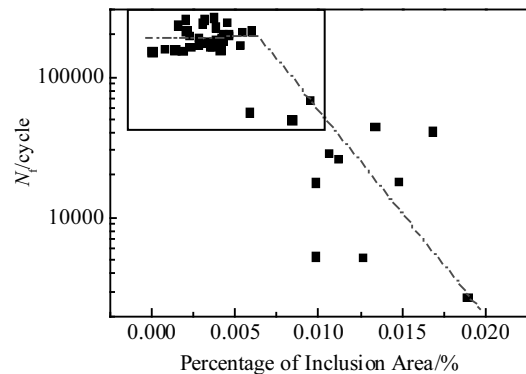


图 12 低周疲劳寿命与夹杂物面积占样品截面的分数关系
Fig.12 Relation between low cycle fatigue life and percentage of inclusion area in sample cross section

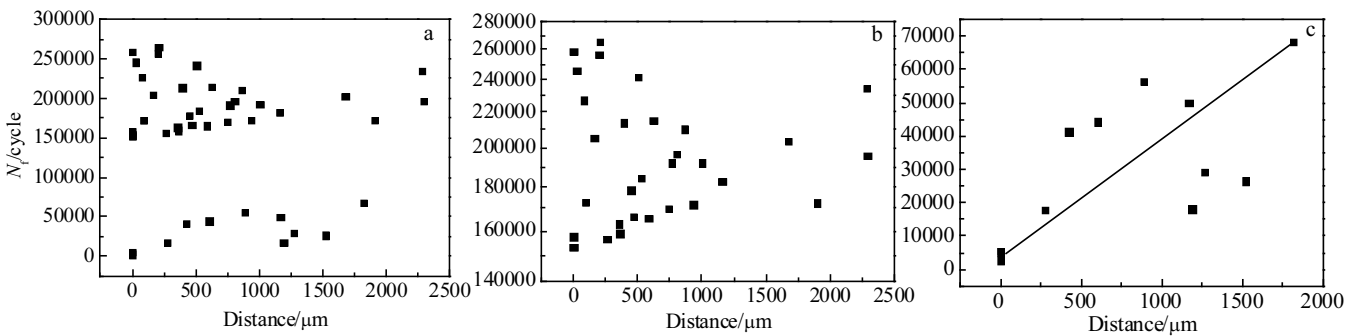


图 13 低周疲劳寿命与裂纹源夹杂物距样品表面距离关系曲线

Fig.13 Relationship of low cycle fatigue life with the distance between crack source inclusions and sample surface: (a) the distance is random, (b) inclusion size $\leq 80 \mu m$, and (c) inclusion size $> 80 \mu m$

劳裂纹来说,第1阶段主要为裂纹萌生,即在夹杂物周围形成微裂纹,与夹杂物有关。第2阶段为裂纹扩展,裂纹沿晶界或穿晶扩展,与晶粒有关。文献[24]中,夹杂物的尺寸和分布主要影响寿命 $<500\ 000$ 周次的疲劳寿命,高周疲劳寿命测试中,晶粒尺寸影响明显。

FGH97-A 样品中,存在2个样品疲劳寿命为68 462周次与50 041周次,远低于FGH97-A组其它样品。对应断口处夹杂物尺寸分别为87和106 μm ,夹杂物均位于样品中部区域。FGH97-B中,寿命值最高56 288周次,对应夹杂物尺寸82 μm ,超过FGH97-A中最低值50 041周次。

结合图11,FGH97-A组1%失效率(图11纵坐标1%)情况下疲劳寿命51 536周次,FGH97-B组样品99%失效率(图11纵坐标99%)情况下(夹杂物尺寸约80 μm),疲劳寿命高值89 760周次,即两者夹杂物尺寸接近时,低周疲劳寿命差别不明显。

可见,样品疲劳寿命较低的主要原因与夹杂物尺寸有关,晶粒度不是主要影响因素。与文献[24]结果一致,即在FGH97-A和FGH97-B组样品研究高应力低周疲劳试验中,夹杂物影响更为明显。

结合2.5和2.6分析可知,夹杂物尺寸和分布对FGH97高温合金低周疲劳寿命影响明显,且尺寸作用尤为突出。2.2测试疲劳条件下,当尺寸超过临界值(约80 μm)后,低周疲劳寿命随尺寸增大而减少,随夹杂物靠近表面而减少。但实际生产中完全消除夹杂物成本太高,控制夹杂物尺寸和数量在一定范围内较为现实和经济。控制方法包括:提高母合金纯度,制粉、粉末处理过程中控制二次污染等。此外,制备细粒径粉末、控制粉末粒径分布范围,进而限制夹杂物尺寸($<80\ \mu\text{m}$),对于提高疲劳寿命有利。

3 结论

1) 所研究的 FGH97 合金样品低周疲劳裂纹源主要由非金属夹杂物引起,占样品总数的91%。

2) 合金在650 $^{\circ}\text{C}$,最大应力980 MPa、最小应力30 MPa疲劳实验条件下,若非金属夹杂物尺寸小于某一临界值(约80 μm)或非金属夹杂物面积小于临界值时(约5500 μm^2),非金属夹杂物低周疲劳寿命无明显影响,寿命值均值达到190 992周次。控制夹杂物尺寸在临界值以内,可显著改善寿命可靠性。

3) 合金在650 $^{\circ}\text{C}$,最大应力为980 MPa、最小应力30 MPa疲劳实验条件下,非金属夹杂物尺寸超过临界值后,夹杂物尺寸越大,越靠近表面,低周疲劳寿命越低。小于临界值时,夹杂物分布位置对低周疲

劳寿命无显著影响。

4) 晶粒度 ASTM6-9 级范围内,本研究实验条件下,低周疲劳寿命主要与夹杂物尺寸有关,晶粒度影响不明显。

参考文献 References

- [1] Genrikh S, Garibov, Nina M *et al.* *EUROSUPERALLOYS 2014 -2nd European Symposium on Superalloys and their Applications* [C]. Les Ulis Cedex, France: EDP Science, 2014: 1
- [2] Didier Locq, Pierre Caron. *Aerospace Lab*[J], 2011(3): 1
- [3] David E Laughlin, Kazuhiro Hono *et al.* *Physical Metallurgy, Fifth Edition*[M]. Amsterdam: Elsevier, 2014: 1681
- [4] Murakami Y, Nomoto T, Ueda T *et al.* *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*[J], 2000, 23(11): 893
- [5] Zhang Ying(张莹), Zhang Yiwen(张义文), Zhang Na(张娜) *et al.* *Chinese Journal of Metals(金属学报)*[J], 2010, 46(04): 444
- [6] Jha S K, Caton M J, Larsen J M *et al.* In Reed R C, Green K A, Caron P eds. *Superalloys 2008*[C]. Pittsburgh: The Minerals, Metals & Materials Society, 2008: 565
- [7] Zhang Yi(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
- [8] Gu Yuli(顾玉丽), He Yuhuai(何玉怀), Tao Chunhu(陶春虎) *et al.* *Materials Engineering(材料工程)*[J], 2009(9): 56
- [9] Zhou Xiaoming(周晓明), Wang Dianlong(汪殿龙), Wang Yu(汪煜) *et al.* *Failure Analysis and Prevention(失效分析与预防)*[J], 2008, 3(3): 23
- [10] Miao G, Yang X, Shi D. *Materials Science and Engineering: A* [J], 2016, 668: 66
- [11] Findley K O. *Thesis for Doctorate*[D]. Georgia, US: Georgia Institute of Technology, 2005
- [12] Shulga A V, Ofitserov A A, Kuzmicheva L G. *European PM Conference Proceedings, Vol. 4*[C]. Shrewsbury: European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, 2004
- [13] John Radavich, David Furrer. In Green K A ed. *Superalloys 2004*[A]. Pittsburgh: The Minerals, Metals & Materials Society, 2004
- [14] Peng Wenjie, Xue Huan, Ge Rui, Peng Zhou *et al.* *MATEC Web of Conferences*[C]. Poitiers Futuroscope, France: EDP Sciences, 2018, 165: 20002
- [15] Liu Junbin(刘君滨). *China New Technology and New Products(中国新技术新产品)*[J], 2016(05): 72
- [16] Miao Jiashi, Pollock T M, Jones J W. In: Green K A ed. *Superalloys 2008*[C]. Pittsburgh: The Minerals, Metals &

- Materials Society, 2008
- [17] Tu S T, Zhang X C. *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*[M]. Amsterdam, Netherlands: Elsevier, 2016: 1
- [18] Zeng Yanping(曾燕屏), Zhang Maicang(张麦仓), Dong Jianxin(董建新) *et al.* *Materials Engineering*(材料工程)[J], 2005(2): 10
- [19] Li Xinling(刘新灵), Hu Chunyan(胡春燕), Wang Tianyu(王天宇). *Failure Analysis and Prevention*(失效分析与预防)[J], 2018, 13(2): 89
- [20] Zhou Xiaoming. *Thesis for Doctorate*[D]. Beijing: Beijing Institute of Aeronautical Materials, 2006
- [21] Cai Zegao(蔡泽高), Liu Yikuan(刘以宽), Wang Chengzhong(王承忠) *et al.* *Metal Wear and Fracture*(金属磨损与断裂)[M]. Shanghai: Shanghai Jiatong University Press, 1985: 180
- [22] Murakam Y, Nomoto T, Ueda T. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*[J], 1999, 22(7): 581
- [23] Liu Y B, Yang Z G, Li Y D *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 517(1-2): 180
- [24] Stinville J C, Martin E, Karadge M *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2018, 49(9): 3865

Effect of Inclusion Size and Distribution on Low Cycle Fatigue Properties of an FGH97 Superalloy

Yang Jinlong^{1,2}, Zhu Xiaomin², Xiong Jiangying², Chen Qi², Guo Jianzheng^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

(2. Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd, Shenzhen 518000, China)

Abstract: The relationship of the low cycle fatigue performance of 650 °C/maximum stress 980 MPa with the size, area, distribution of fracture inclusions of a nickel-based FGH97 superalloy was investigated by scanning electron microscopy, energy dispersive spectroscopy, metallographic microscope and low cycle fatigue testing machine. The results show that the low-cycle fatigue fracture is mainly caused by non-metallic inclusions. When the size of the non-metallic inclusions is less than the critical value (about 80 μm), there is no significant effect on the low cycle fatigue life of 650 °C/maximum stress 980 MPa, and the average life value reaches 190 992 cycles. The distribution of inclusions has no significant influence on the low cycle fatigue life when the size is less than the critical value. When the size exceeds the critical value, the larger the inclusion size or the closer the inclusion to the surface, the lower the cycle fatigue life. Therefore, controlling size of inclusion can effectively improve the low cycle fatigue life of FGH97 superalloy.

Key words: FGH97 P/M superalloy; microstructure; low cycle fatigue; inclusion

Corresponding author: Yang Jinlong, Candidates for Ph. D., State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, P. R. China, Tel: 0086-755-82799717, E-mail: yangjinlong0419@163.com