

文章编号: 1004-0609(2003)01-0141-06

K40S 钴基高温合金高温高周疲劳行为^①

杨富民, 孙晓峰, 管恒荣, 胡壮麒
(中国科学院 金属研究所, 沈阳 110016)

摘 要: 研究了 K40S 合金 700 ℃和 900 ℃高周疲劳行为。结果表明: K40S 合金具有低的高温疲劳缺口敏感性, 合金在 700 ℃和 900 ℃温度条件下的疲劳缺口敏感性分别为 0.025 和 0.035, 合金低的缺口敏感性主要归因于合金良好的高温塑性。二次碳化物 $M_{23}C_6$ 的高温动态时效强化有效地强化了合金基体, 提高合金的形变抗力, 使合金具有较高的疲劳强度。K40S 合金 700 ℃高周疲劳断裂机制主要为机械疲劳断裂, 而在 900 ℃温度条件下则为机械疲劳与高温环境氧化共同作用的结果。

关键词: 高周疲劳; 疲劳缺口敏感性; 疲劳强度; 环境氧化

中图分类号: TG 146

文献标识码: A

钴基高温合金由于具有优异的抗高温腐蚀性能、平坦的持久/时间-温度曲线、良好的高温拉伸性能及高的初熔温度而广泛地用作航空涡轮发动机的高温构件材料^[1, 2]。在实际服役条件下, 由于发动机的起停及推力的频繁变化, 高温构件承受着温度及交变载荷的强烈作用, 因此, 高温疲劳损伤是此类构件的主要失效形式之一。根据外加载荷的大小, 材料的疲劳分为低周疲劳和高周疲劳两种形式。与低周疲劳相比, 对钴基高温合金的高周疲劳研究相对较少^[3~5]。

高温构件由于使用的需要, 常带有拐角、台阶和凹槽, 特别是高温氧化、热腐蚀产物脱落而引发应力集中, 与疲劳强度一样, 材料的疲劳缺口敏感性也是材料疲劳性能安全设计的一个重要指标。大多数金属材料的高周疲劳对缺口敏感, 而低周疲劳对缺口却不敏感^[6]。因此, 通常选用高周疲劳来研究材料的疲劳缺口敏感性。

K40S 合金是在传统 X-40 钴基高温合金的基础上通过调整 Si、Mn 等元素的含量而发展出来的一种钴基高温合金, 与 X-40 合金相比, 它具有良好的高温拉伸、持久和抗高温腐蚀性能^[7, 8]。本文作者测定了 K40S 合金在 700 ℃和 900 ℃温度条件下的高周疲劳性能、疲劳缺口敏感性, 观察了疲劳断口形貌及试样断裂后的显微组织, 探讨了该合金疲劳断裂机制和强化机制, 以期对 K40S 合金的高温

高周疲劳行为有一个比较全面的了解。

1 实验

K40S 合金的名义成分(质量分数, %)为 Cr 25.5, Ni 10.5, W 7.5, C 0.5, Si 0.8, Mn 0.8, B 0.004, 余量为钴。合金经 10 kg 真空感应炉熔炼, 浇铸成直径为 8 mm、长为 80 mm 的圆形试棒, 再经过机械加工成 $K_t = 1$ 和 $K_t = 3$ 的标准高频轴向棒材光滑、缺口疲劳试样。沿试样的轴向方向用晶粒度为 1 200 的 SiC 砂纸细磨, 以排除试样表面加工缺陷的干扰。载荷控制的疲劳实验在 MTS5880 型伺服疲劳实验机上进行, 频率 $f = 30$ Hz, 采用拉-拉加载方式, 应力比 $R = 0.1$ 。在实验室静态空气介质环境下测定 700 ℃和 900 ℃不同载荷下的疲劳寿命 N_f , 利用升降图法确定 $N_f = 10^7$ 时的光滑、缺口疲劳强度, 并计算出合金的疲劳缺口敏感性。在 Cambridge S-360 型扫描电子显微镜下对疲劳失效后样品的显微组织与疲劳断口进行观察, 以确定疲劳断裂机制, 利用透射电子显微镜对疲劳失效后的显微组织进行分析以确定合金的强化机制。

2 结果与分析

铸态 K40S 合金主要由 Co 基奥氏体基体(fcc)及分布于枝晶间或晶界的骨架状初生碳化物 M_7C_3 组成^[9]。碳化物是钴基高温合金中重要的第二相,

① 收稿日期: 2002-04-12; 修订日期: 2002-06-24 作者简介: 杨富民(1973-), 男, 博士研究生。
通讯联系人: 杨富民, 博士; 电话: 024-23971787; E-mail: fuminyang@sohu.com

对合金起有效的强化作用。

K40S 合金在 700 ℃和 900 ℃温度条件下的高频轴向光滑、缺口疲劳 $\sigma-N_f$ 曲线如图 1 所示。可以看出,缺口的存在降低了合金的疲劳强度。采用升降图法确定合金的疲劳强度,结果如表 1 所示。为方便比较,表 1 同时列出了同温度条件下的高温拉伸性能。可见,900 ℃缺口疲劳强度与其相对应的屈服强度相当,700 ℃疲劳强度明显高于其相对应的屈服强度,这说明 K40S 合金具有良好的抗高周疲劳性能。

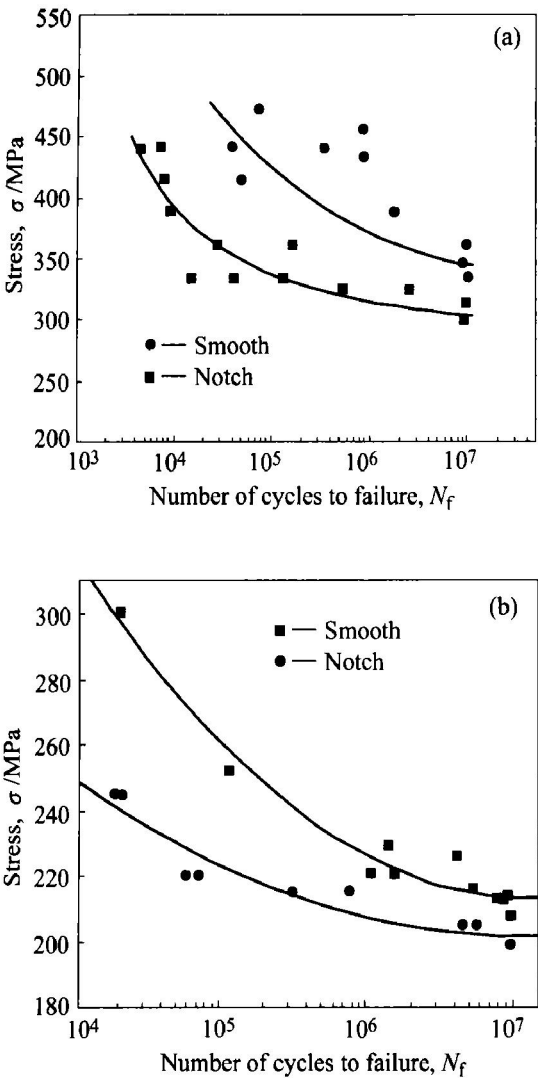


图 1 K40S 合金 $\sigma-N_f$ 曲线

Fig. 1 $\sigma-N_f$ curves of K40S alloy
(a) —700 ℃; (b) —900 ℃

通常用疲劳缺口敏感性 q_f 来评定交变载荷下材料对缺口的敏感程度,

$$q_f = (K_f - 1) / (K_t - 1) \tag{1}$$

式中 K_t 为理论应力集中系数,它仅与试样缺口的几何形状有关,本实验所采用缺口对应的 $K_t=3$; K_f 为疲劳缺口应力集中系数, $K_f = \sigma_R / \sigma_R^H$, 其中 σ_R , σ_R^H 分别为合金光滑、缺口疲劳强度, K_f 与

表 1 K40S 合金的疲劳强度 ($N_f=10^7$) 及
高温拉伸性能

Table 1 High cycle fatigue strength ($N_f=10^7$)
and high temperature tensile properties of
K40S alloy

Temperature / ℃	$\sigma_{0.1}^H (K_t=1)$ / MPa	$\sigma_{0.1} (K_t=3)$ / MPa	$\sigma_{0.2}$ / MPa
700	335	319.5	252
900	212	198	204

Temperature/ ℃	σ_b / MPa	δ_5 / %	Ψ / %
700	574.5	15.8	17.8
900	248.6	30	41

试样缺口的几何形状和合金的性能有关; q_f 主要取决于合金的性能,表征合金对缺口的敏感程度。由式 (1) 计算出 K40S 合金 700 ℃和 900 ℃疲劳缺口敏感性 q_f , 如表 2 所示。由式 (1) 知疲劳缺口敏感性 q_f 的值在 0~1 范围内变化,当疲劳缺口敏感性 q_f 趋向于 0 时, K_f 趋向于 1, 由此 σ_R^H 趋向于 σ_R , 这说明合金对缺口不敏感; 而当疲劳缺口敏感性 q_f 趋向于 1 时, K_f 趋向于 K_t , 这说明合金对缺口极其敏感,缺口的存在将严重损害合金的疲劳性能。K40S 合金 700 ℃和 900 ℃疲劳缺口敏感性 q_f 分别为 0.025 和 0.035, 说明 K40S 合金在此高温条件下对缺口不敏感。由表 1 和 2 还可以发现,当温度由 700 ℃升至 900 ℃时,合金的疲劳缺口敏感性略有升高,而疲劳强度却明显降低,这可能与不同温度条件下合金的疲劳断裂机制有关。

表 2 K40S 合金疲劳缺口敏感性

Table 2 Fatigue notch sensibility of K40S alloy

Temperature/ ℃	K_f	q_f
700	1.049	0.025
900	1.07	0.035

高温高周疲劳不完全是由循环应力引起的,还与循环应变有关。K40S 合金良好的抗高温疲劳性能应归功于合金优异的高温静态拉伸性能。K40S 含有 B 等微量元素, B 元素在钴基高温合金中具有强化晶界的作用^[10, 11], 晶粒与晶界由于强度相当而可以协调变形,从而使疲劳裂纹在晶界处的形核几率降低,减少了疲劳裂纹扩展的便捷通道。K40S 合金凝固过程中形成的初生碳化物 M_7C_3 处于热力学不稳定状态,在高温时效和服役过程中将发生蜕变^[12]。图 2 所示为 K40S 合金 700 ℃疲劳断裂后试样的显微组织,由图可见,初生碳化物由

于蜕化而变薄, 在合金基体中析出大量细小的二次

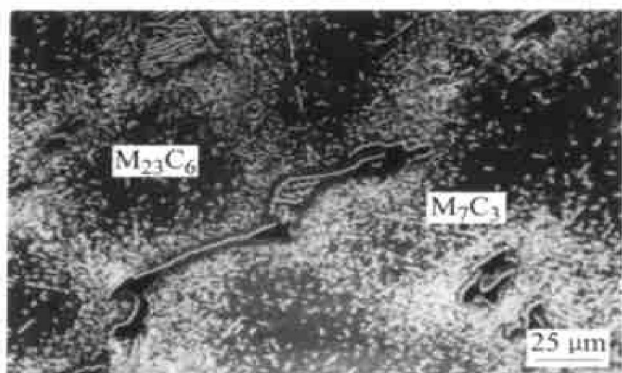


图 2 疲劳断裂试样的显微组织

Fig. 2 SEM microstructure of specimen fatigue fractured at 700 °C

($\sigma = 325 \text{ MPa}$, $N_f = 2.45 \times 10^6$)

沉淀相, 这些二次沉淀相分布不均匀, 主要集中在初生碳化物周围, 基体中远离初生碳化物处相对较少。能谱分析(EDAX)表明其富含 Cr 元素。透射电镜观察表明, 二次沉淀相主要呈块状, 个别粗化成条状(图 3(a), (b))。电子衍射分析(图 3(c))表明这些二次沉淀相具有相同的晶体结构, 其特征反射处于面心立方基体特征反射的三分之一处, 这说明该二次沉淀相同样为面心立方结构, 其晶格常数为基体晶格常数的 3 倍, 并与基体保持立方取向关系:

$$\begin{aligned} \{100\}_p &\parallel \{100\}_\gamma \\ \langle 100 \rangle_p &\parallel \langle 100 \rangle_\gamma \end{aligned}$$

这些都是钴基高温合金中富 Cr 的 $M_{23}C_6$ 型碳化物的特征^[13]。由此可知 K40S 合金在 700 °C 和 900 °C 高温低周疲劳实验过程中析出的二次沉淀相为富 Cr 元素的 $M_{23}C_6$ 型碳化物。

在交变载荷的作用下, 基体内位错滑移, 引发塑性变形, 基体内碳化物周围沉淀析出的二次碳化物与位错发生强烈的交互作用, 形成位错钉扎和位错塞积(如图 3(a), (b)所示), 阻碍位错的运动。这些弥散分布的二次沉淀相有效地减少了初生碳化物处位错的数量, 相界面处位错塞积几率减少, 疲劳裂纹在初生碳化物与基体相界面处形核的几率降低。K40S 合金表现出高的抗高温疲劳性能。

K40S 合金低的疲劳缺口敏感性主要归因于合金较高的高温塑性(如表 1 所示), 本实验大多是在高于合金屈服强度的应力条件下进行的, 因而, 试样处于塑性应变状态, 合金优异的塑性变形能力能有效地削弱试样缺口根部的应力集中, 延缓疲劳裂纹的形成。材料力学理论认为, 材料的塑性越高, 疲劳门槛值越高^[14]。裂纹门槛值越高, 裂纹扩展的

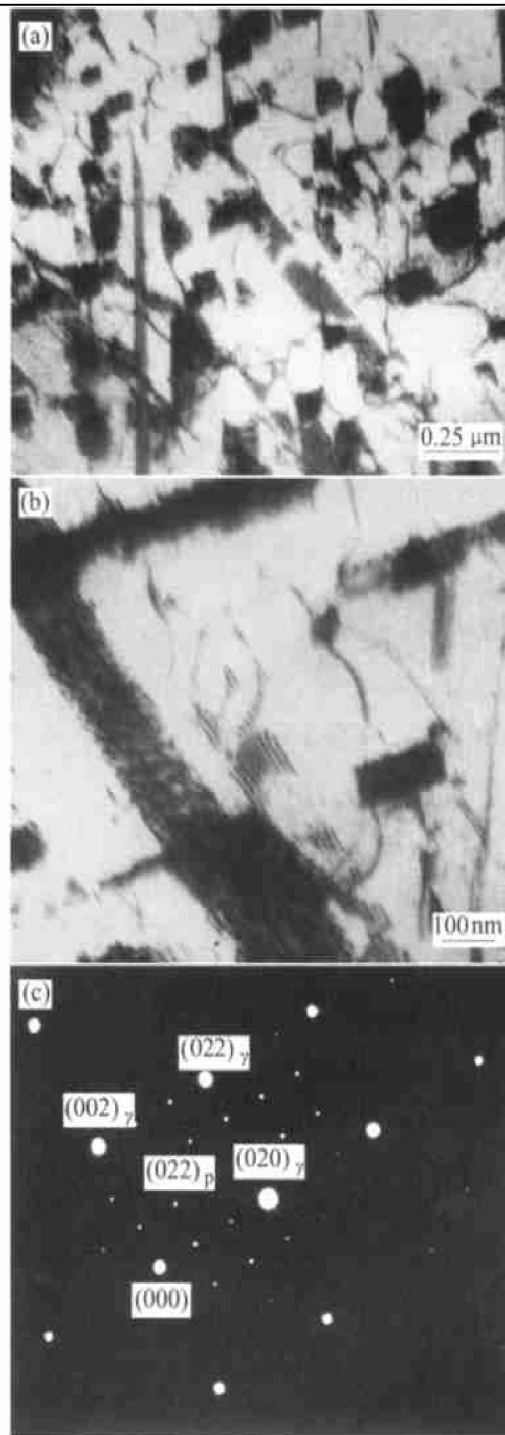


图 3 典型的二次碳化物与位错反应的 TEM 照片

Fig. 3 Typical TEM micrographs indicating dislocations blocking (a), pinned up at secondary carbides(b) and EDP of secondary carbides with matrix(c)

驱动力就越高, 从而 K40S 合金表现出低的疲劳缺口敏感性。

K40S 合金 900 °C 的塑性高于 700 °C 时合金的塑性(表 1), 而 900 °C 温度条件下的疲劳缺口敏感性却没有明显改善, 相反, 却略有升高, 分析认为主要归因于高温环境氧化作用。在高温空气环境下, 空气中的氧被吸附到试样表面并向基体内部扩散, 缺口处的应力集中又加速了氧的扩散。Reuchet

等人^[15]对 MAR-M509 钴基高温合金高温环境氧化对疲劳行为影响的研究结果表明,氧在裂纹尖端达到饱和的时间仅为 5×10^{-8} s。扩散到试样根部和裂纹尖端的氧将削弱基体原子间的结合力,加速疲劳裂纹的萌生,K40S 合金 900 °C 高塑性对缺口敏感性的降低作用为高温环境氧化的有害作用所抵消,因而,900 °C 温度条件下 K40S 合金疲劳缺口敏感性没有改善却略有升高。在对 DZ40M 钴基高温合金高温疲劳缺口敏感性的研究中也发现类似现象^[16]。

疲劳断口形貌观察表明,K40S 合金高温疲劳失效大致经历裂纹萌生、裂纹扩展(图 4(a),(b)) 和瞬间断裂(图 4(c),(d)) 3 个阶段。疲劳失效瞬断区均呈现枝晶间断裂特征,700 °C 温度条件下,裂纹首先沿与应力轴约呈 45° 角方向扩展 1~2 个晶粒后转向垂直于应力轴方向扩展。

K40S 合金为低层错能材料,高温能促进持久滑移带的形成,在循环载荷的作用下,连续的塑性变形在试样表面形成“挤出”和“浸入”,产生应力集中。由于初生碳化物本身的脆性及其与基体的非共格界面,材料表面的初生碳化物处是试样表面的薄弱区域,当试样表面的“挤出”和“浸入”在此薄弱区域产生的应力集中足够大时,碳化物本身及其与基

体的相界面开裂,形成疲劳裂纹,这种疲劳裂纹的形成实际上是受阻位错突然释放的结果。疲劳裂纹形成后,裂纹首先沿与应力轴约呈 45° 角方向扩展 1~2 个晶粒后转向垂直于应力轴方向进入裂纹稳态扩展阶段,裂纹扩展第 I 阶段断口形貌呈现解理特征。通常,疲劳裂纹初期扩展是由切应力控制的。分析认为,K40S 合金 700 °C 裂纹扩展第 I 阶段断口形貌特征(如与应力轴约呈 45° 角及解理小平面)与疲劳裂纹沿试样表面有利取向晶粒的滑移系统扩展有关^[17]。

900 °C 疲劳裂纹的萌生还与高温环境氧化有关。初生碳化物周围有一贫 Cr 区存在,其抗高温氧化能力较低;基体中由于固溶有 Cr、W 和 Ni 等元素而使其抗氧化能力优于初生碳化物相。试样表面的初生碳化物优先氧化(如图 5 所示),从而加速疲劳裂纹的萌生。

900 °C 高温环境氧化不仅促进疲劳裂纹的萌生,而且还加速疲劳裂纹的扩展。试样 900 °C 疲劳失效断口裂纹扩展区呈现脆性条纹特征(如图 6 所示),即疲劳条纹垂直叠加成河流花样。脆性条纹的形成主要是由于裂纹尖端高温氧化、腐蚀环境所致。在疲劳裂纹扩展过程中,疲劳裂纹尖端由于氧

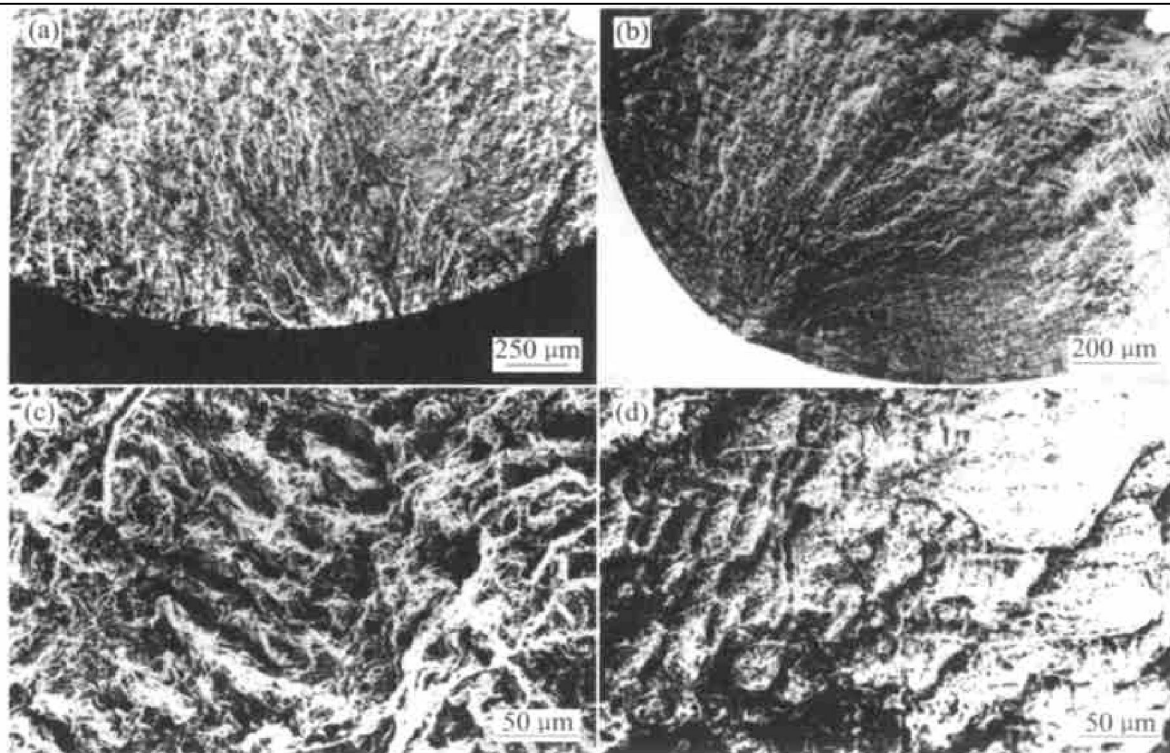


图 4 K40S 合金疲劳断口形貌

Fig. 4 Fractographs showing crack initiation source and fatigue crack propagation stage at 700 °C ($\sigma = 387$ MPa, $N_f = 1.8 \times 10^6$) (a) and 900 °C ($\sigma = 220$ MPa, $N_f = 1.54 \times 10^6$) (b), and the final stage at 700 °C ($\sigma = 387$ MPa, $N_f = 1.8 \times 10^6$) (c) and 900 °C ($\sigma = 220$ MPa, $N_f = 1.54 \times 10^6$) (d)

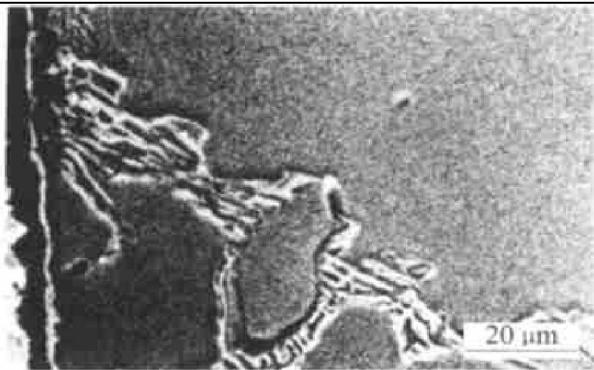


图 5 疲劳断裂试样轴向剖面的显微组织

Fig. 5 SEM micrograph of longitudinal section near fracture of specimen fatigue failed at 900 °C
($\sigma = 215 \text{ MPa}$, $N_f = 5.39 \times 10^6$)

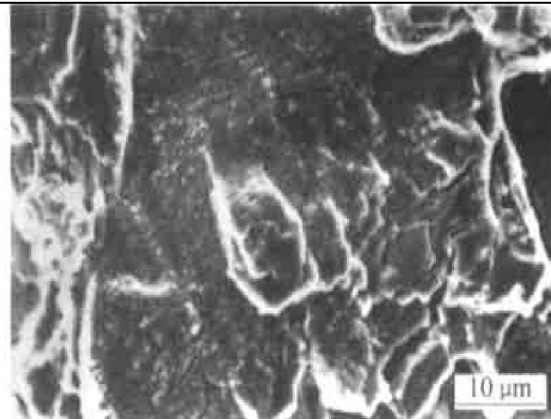


图 7 疲劳裂纹扩展过程中初生碳化物处的二次裂纹

Fig. 7 SEM micrograph showing secondary cracks at primary carbides

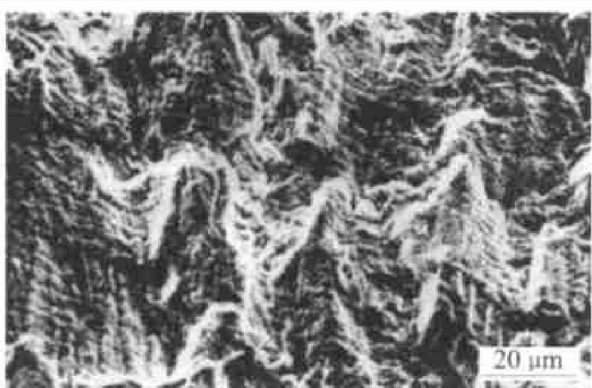


图 6 脆性疲劳条带

Fig. 6 SEM micrograph showing brittle fatigue striations

扩散所需的时间极短($5 \times 10^{-8} \text{ s}$)而始终为氧所饱和,氧的存在弱化了基体金属原子间的结合力,导致材料脆化,加速裂纹扩展。

K40S 合金中呈骨架状分布的初生碳化物对提高合金抗疲劳裂纹扩展能力起着重要作用。疲劳裂纹尖端扩展到碳化物处受到碳化物的阻碍,裂纹扩展速率降低,其断口形貌特征表现为疲劳条纹间距减小。裂纹尖端处较大的应力集中使得碳化物处有二次裂纹产生(如图 7 所示),二次裂纹的产生需消耗很大的能量,且二次裂纹的形成有效地松弛了裂纹尖端的应力集中,使疲劳裂纹扩展的阻力增加。

裂纹扩展后期,试样的有效承载面积减小,而合金枝晶间的结合力相对较弱,在循环载荷的左右下,疲劳裂纹扩展失稳,试样沿枝晶间被撕裂,疲劳断口瞬断区呈现枝晶间断裂特征。

3 结论

1) K40S 合金具有低的高温疲劳缺口敏感性,

合金在 700 °C 和 900 °C 温度条件下的疲劳缺口敏感性分别为 0.025 和 0.035,合金低的缺口敏感性主要归因于合金良好的高温塑性。

2) 二次碳化物 $M_{23}C_6$ 的高温动态时效强化有效地强化了合金基体,提高了合金的形变抗力,使合金具有较高的疲劳强度。

3) K40S 合金 700 °C 高周疲劳断裂机制主要为机械疲劳断裂,而在 900 °C 温度条件下则为机械疲劳与高温环境氧化共同作用。

REFERENCES

- [1] Beltran A M, Sims C T, Wagenheim N T. The high temperature properties of Mar-M 509 alloy [J]. 1969, 21 (9): 39 - 47.
- [2] Sims C T, Hagel W C. The Superalloy [M]. New York: John Wiley & Sons Inc, 1992.
- [3] Marchionni M, Osinkolu G A, Maldini M. High temperature cyclic deformation of a directionally solidified Ni-base superalloy [J]. Fatigue Fract Eng Mater, 1996, 19 (8): 955 - 962.
- [4] Zhang J H, Xu Y B, Wang Z G, et al. Fatigue behavior of a single crystal nickel-base superalloy [J]. Scripta Metall, 1995, 32(12): 2093 - 2095.
- [5] Scarlin R B. Fatigue propagation in a directionally solidified nickel-base alloy [J]. Metall Trans A, 1976, 7A (10): 1535 - 1541.
- [6] 束德林. 金属力学性能[M]. 北京: 机械工业出版社, 1987.
- [7] SHU De-lin. Metals Mechanical Properties [M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 1987.
- [7] 袁福河. 钴基高温合金的高温腐蚀、氧化行为[D]. 沈阳: 中国科学院金属研究所, 1999.

- YUAN Fu-he. High Temperature Corrosion and Oxidation Behavior of Cobalt-Base Superalloy [D]. Shenyang: Institute of Metal Research, the Chinese Academy of Sciences, 1999.
- [8] Alloy digest filling code Co-8 satellite alloy [R]. No. 31, 1956.
- [9] YANG F M, SUN X F, ZHANG W, et al. Secondary M_6C precipitation in K40S cobalt-base superalloy [J]. Mater Lett, 2001, 49: 160 - 164.
- [10] Bieber C G, Decker R F. The melting of malleable nickel and nickel alloy [J]. Trans AIME, 1961, 221: 629 - 636.
- [11] Holt R T, Wallace W. Impurity and trace elements in nickel-base superalloy [J]. Int Met Rev, 1976, 21(9): 1 - 24.
- [12] 杨富民, 孙晓峰, 康煜平, 等. K40S 合金高温时效过程中二次碳化物的沉淀析出行为[J]. 金属学报, 2001, 37(3): 253 - 258.
- YANG F M, SUN X F, KANG Y P, et al. Precipitation behavior of the secondary carbides in K40S alloy during high temperature aging [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2001, 37(3): 253 - 258.
- [13] JIANG W H, YAO X D, GUAN H R, et al. Microstructure and properties of DZ40M cobalt-base superalloy after long-term ageing at 850 °C [J]. Trans Non-ferrous Met Soc China, 1998, 8(4): 617 - 621.
- [14] 邓增杰, 周敬恩. 工程材料的断裂与疲劳[M]. 北京: 机械工业出版社, 1995.
- DENG Zeng-jie, ZHOU Jiren. Fatigue and Fracture Behavior of Engineering Materials [M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 1995.
- [15] Reuchet J, Remy L. The influence of oxidation at high temperature [J]. Mater Sci Eng, 1983, 58(1): 33 - 42.
- [16] JIANG W H, YAO X D, GUAN H R, et al. High temperature fatigue of a directionally solidified cobalt-base superalloy [J]. Acta Metall Sin, 1998, 34(11): 111 - 115.
- [17] 于维成. K17 镍基高温合金的疲劳断裂行为[J]. 机械工程材料, 1985, 9(5): 622 - 625.
- YU Wei-cheng. Fatigue and fracture behavior of K17 Ni-base superalloy [J]. Materials For Mechanical Engineering, 1985, 9(5): 622 - 625.

High temperature high cycle fatigue behavior of K40S cobalt-base superalloy

YANG Fu-min, SUN Xiao-feng, GUAN Heng-rong, HU Zhuang-qi

(Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: High temperature high cycle fatigue properties and fracture behavior of K40S cobalt-base superalloy at 700 °C and 900 °C under experimental air conditions were investigated. The results show that, due to the superior high temperature ductility, K40S alloy exhibits low fatigue notch sensibility, 0.025 and 0.035 at 700 °C and 900 °C respectively. The excellent high cycle fatigue resistance is attributed to the secondary carbides $M_{23}C_6$ dynamic aging hardening effects. At 700 °C, high cycle fatigue failure of K40S alloy is in form of mechanical fatigue, while at 900 °C, the fatigue failure results from the interaction of mechanical fatigue and environmental oxidation.

Key words: high cycle fatigue; fatigue notch sensibility; fatigue resistance; environmental oxidation

(编辑 袁赛前)