

# 热处理制度对 K465 合金组织和性能的影响

顾玉丽<sup>1</sup> 郑健峰<sup>2</sup> 曹江<sup>3</sup> 陶春虎<sup>1</sup> 刘昌奎<sup>1</sup>

(1 北京航空材料研究院中航工业失效分析中心,航空材料检测与评价北京市重点实验室,北京 100095)

(2 中航工业成都发动机集团有限公司,成都 610503)

(3 中国人民解放军驻四二〇厂军事代表室,成都 610503)

**文 摘** 研究了两种热处理工艺对 K465 铸造高温合金组织和力学性能的影响,并与原叶片合金进行了对比分析。采用普通工艺和热等静压工艺制造 K465 合金,利用光学显微镜和扫描电镜观察合金的显微组织形貌,测试了拉伸性能和持久性能。结果表明,与原叶片相比,K465 铸造高温合金叶片的组织特点是,晶粒度较小、枝晶组织偏大、 $\gamma'$ 相尺寸较大。热等静压工艺可消除 K465 合金中的铸造疏松,普通工艺叶片的疏松分布较密集。与普通工艺相比,热等静压工艺使合金中  $\gamma'$ 相尺寸明显减小,枝晶组织致密化,拉伸性能和持久性能有所提高。K465 合金中少量的疏松、致密的枝晶组织、规则的枝晶排列、较小的  $\gamma'$ 相尺寸可能是决定叶片良好振动疲劳性能的关键因素。

**关键词** K465 高温合金,疏松,组织,力学性能

中图分类号: TG132.3

DOI: 10.3969/j.issn.1007-2330.2015.06.018

## Influence of Heat Treatment Process on Microstructure and Mechanical Properties of Cast Superalloy K465

GU Yuli<sup>1</sup> ZHENG Jianfeng<sup>2</sup> CAO Jiang<sup>3</sup> TAO Chunhu<sup>1</sup> LIU Changkui<sup>1</sup>

(1 AVIC Failure Analysis Center, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing Key Laboratory of Aeronautical Materials Testing and Evaluation, Beijing 100095)

(2 AVIC Chengdu Engine(Group) CO., LTD, Chengdu 610503)

(3 PLA Military Representative Office Stationed 420 Factory, Chengdu 610503)

**Abstract** Two kinds of heat treatment process was studied on the influence of the microstructure and mechanical properties of K465 casting superalloy, the comparison with the same level superalloy used in the generic blade was performed. The microstructures of K465 alloy were observed using optical microscopy (OM) and scan electron microscopy (SEM). The tensile and stress rupture properties of K465 alloy were measured. The results show that the characteristics of blade made in china are smaller grain size, bigger dendritic structure, bigger size of  $\gamma'$  phase by comparison with the same level superalloy used in the generic blade. The hot isostatic pressing (HIP) process may be partially or completely eliminated the loose in K465 alloy, however, the loose distribution is dense for the ordinary process. HIP process can effectively reduce the size of  $\gamma'$  phase, make dendritic densification and improve the tensile and stress rupture properties. A small amount of loose, dense dendritic structure, regular dendritic arrangement and the smaller size of  $\gamma'$  phase may be the key factor of vibration fatigue property for the blade.

**Key words** K465 superalloy, Loose, Microstructure, Mechanical property

### 0 引言

K465 合金是一种等轴晶镍基铸造高温合金,通过  $\gamma'$ 相析出强化和碳化物强化<sup>[1]</sup>,对于铸造镍基高

温合金而言, $\gamma'$ 相的尺寸、形态决定着合金的性能<sup>[2-4]</sup>。K465 合金的合金化程度较高,其中含有大量的难熔元素 W、Mo、Nb,具有良好的综合性能。该

合金主要用于制作某发动机的涡轮转子叶片和导向叶片<sup>[5]</sup>。

对于发动机叶片用高温合金,在服役过程中,叶片的振动疲劳破坏是最重要也是发生概率最高的一种失效模式,与很多因素相关,例如,叶片的设计、材料缺陷、环境因素等<sup>[6-7]</sup>,其中,叶片材料本身存在的问题一直是不可避免和需要探讨的。以具有良好振动疲劳性能的原叶片材料为参考,对 K465 合金采用不同的处理工艺,从合金材料的组织结构出发,并结合力学性能进行综合分析,从而探讨影响叶片材料实际服役性能的关键因素已成为目前研究和提高叶片合金组织性能的研究方法。通常,普通铸造高温合金会不可避免的在凝固过程中在枝晶间形成一定量的疏松缺陷,疏松的存在一方面会减少合金的有效承载受力面积,另一方面其会成为裂纹源及扩散通道,从而严重恶化合金的力学性能,往往是合金持久蠕变和疲劳失效的主要裂纹形成源<sup>[8-9]</sup>。一些涡轮叶片的典型失效案例也显示,叶片的疲劳裂纹起源于材料的疏松缺陷处。因此,对 K465 高温合金不同工艺下疏松的检查以及对其进行定量对比尤为重要。[10-12]文献报道,采用热等静压技术,通过高温高压的共同作用,不仅可以有效地消除合金中的缺陷,还可以改善合金的微观组织和力学性能。

本文研究采用普通工艺(固溶态、固溶+760℃退火、固溶+1 000℃退火)和热等静压工艺(固溶态、固溶+760℃退火、固溶+1 000℃退火)后 K465 合金的组织 and 性能,并与原叶片进行了对比分析,主要研究了疏松、显微组织、拉伸和持久性能,进一步探讨了影响涡轮工作叶片振动疲劳性能的关键因素。

## 1 材料与方法

K465 母合金采用真空感应熔炼炉制备,其主要化学成分(质量分数/%):C 0.16, Cr8.43, Ti2.58, Al5.60, Mo1.50, W10.14, Co9.93, Nb1.00, Ni 余量。对合金采用普通工艺和热等静压工艺后,分别都采用了三种热处理方式:固溶处理,固溶+760℃退火处理,固溶+1 000℃退火处理。K465 合金是模仿国外原型机材料制造的,本文用来对比分析的原叶片是原型机叶片。

性能测试试样均是从叶片上直接截取,测试选择了技术标准规定的室温拉伸、高温拉伸和高温持久性能,其中,室温拉伸试验标准为 HB 5143—1996,高温拉伸试验标准为 GB/T 4338—2006,高温持久试验标准为 HB 5150—96。采用 OLYMPUS GX51 型光学显微镜和 FEI QUANTA600 型扫描电镜观察合金的显微组织形貌,利用光学显微镜的测量软件计算叶片不同截面的疏松含量,采用扫描电镜测量叶片不同截面的宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2015 年 第 6 期

$\gamma'$ 相尺寸。

## 2 结果与分析

### 2.1 疏松

对每个叶片的叶身、榫头和叶冠均进行了疏松检测,叶身横截面包括 II~IX 型共 8 个截面,对叶片进行疏松分析时放大 100 倍拍照,疏松的检测结果见表 1。

可见,普通工艺各个处理状态(固溶处理,固溶+760℃退火处理,固溶+1 000℃退火处理)的涡轮工作叶片内部的疏松分布较密集,在叶身和叶冠上均发现了疏松,而经热等静压工艺处理后的各个处理状态(固溶处理,固溶+760℃退火处理,固溶+1 000℃退火处理)的涡轮叶片内部未见任何疏松存在,这说明热等静压处理可以明显消除合金中的气孔类缺陷,提高合金的致密度,原叶片中的疏松分布也不密集。

表 1 不同工艺叶片的各截面疏松含量

Tab.1 Micro-porosity of alloy in several sections of blades under different processes

叶片	处理工艺	各截面疏松含量/%	
		叶身横截面(II~IX)	叶冠
普通工艺叶片	固溶	1.56, 0.87, 1.82	0.97
	固溶+760℃退火	1.45, 1.62, 1.23	0.56, 0.66, 0.74
	固溶+1 000℃退火	0.46, 0.65, 0.77	0
热等静压工艺叶片	固溶	0	0
	固溶+760℃退火	0	0
	固溶+1 000℃退火	0	0
原叶片		1	0

### 2.2 显微组织

将原叶片与 K465 叶片的横截面经腐蚀后对其组织进行对比分析。图 1 可见 K465 叶片与原叶片的晶粒度有明显的不同,K465 叶片的晶粒相对小很多。通常,对于高温合金,晶界在低温形变条件下是位错运动的阻碍,起到强化作用,细化晶粒是一种重要的强化手段。但当温度升高和应变速率降低时,晶界对位错运动的阻碍作用易被恢复,高温形变下,晶界往往成为薄弱环节。因此,若考虑晶界强化时,则应考虑在一定的尺寸范围内进行。



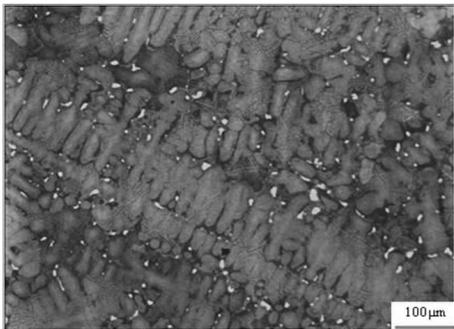
(a) 原叶片 (b) K465 叶片

图 1 叶片的晶粒度对比

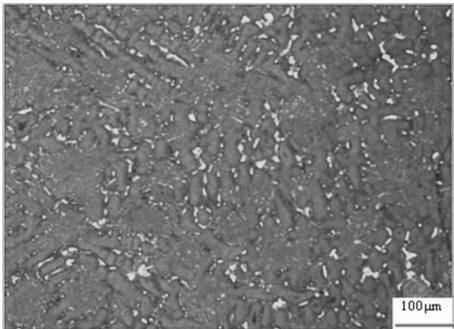
Fig.1 Comparison of blades grain size

进一步观察叶片,低倍组织(图2)可见,不同工艺状态合金的枝晶形态、共晶和析出相形貌。枝晶形态以及枝晶尺寸是影响合金组织中的溶质元素偏聚以及枝晶间第二相尺寸和共晶相数量的重要因素,直接影响着合金的性能<sup>[13]</sup>,因此,观察分析合金的枝晶组织是非常重要的。原叶片的枝晶组织排列均匀且致密,这使得其枝晶间的共晶相数量较少;普通工艺叶片的枝晶组织较发达且排列不均匀,枝晶间的共晶数量最多;热等静压工艺叶片的枝晶组织介于原叶片与普通工艺叶片之间,枝晶间的共晶数量也介于上述两种叶片之间,从共晶数量和分布来看,热等静压工艺叶片的枝晶组织较普通工艺叶片的致密。所有叶片中的碳化物均呈骨架状结构。

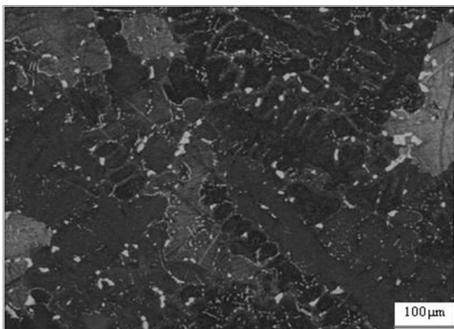
观察发现,热等静压工艺叶片的组织中存在一些TCP相,<sup>[14-16]</sup>文献表明,合金中TCP相只有达到一定量后才会对其力学性能产生影响。文献<sup>[17-18]</sup>显示已经观察到TCP相,在高温下TCP相可通过滑移变形而不出现解理断裂,因而认为TCP相的有害作用主要是由于它使 $\gamma$ 相损失了难熔元素。



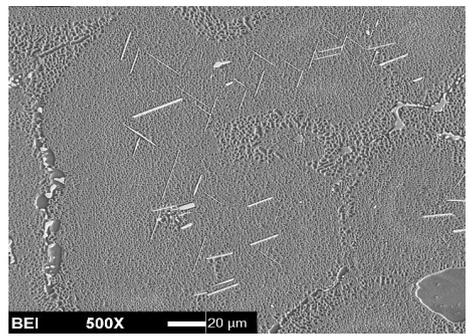
(a) 原叶片



(b) 普通工艺叶片固溶态



(c) 热等静压工艺叶片, 固溶态



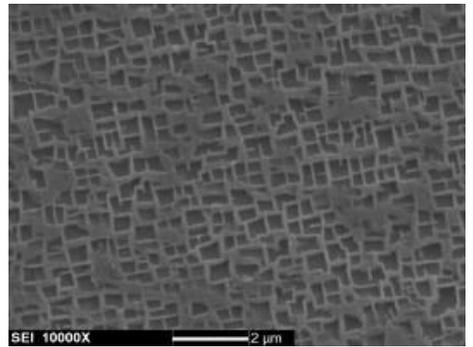
(d) TCP相(热等静压工艺)

图2 叶片的显微组织

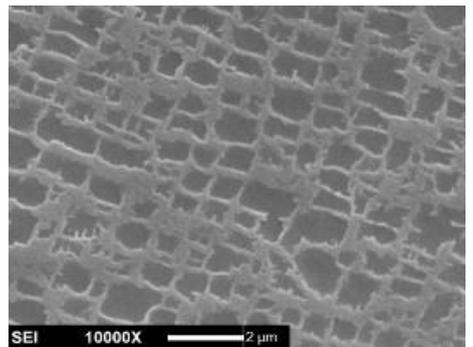
Fig. 2 Microstructures of blades in different processes

### 2.3 高倍组织

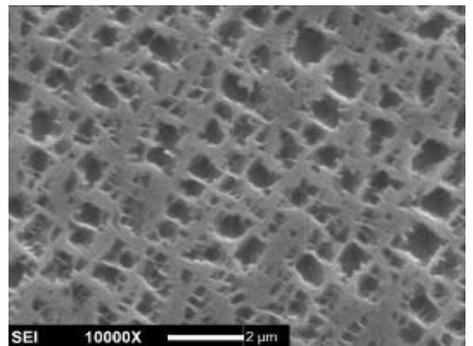
观察叶片的高倍组织,主要是观察合金中枝晶干的 $\gamma'$ 相形貌和尺寸,见图3。



(a) 原叶片



(b) 普通工艺叶片,固溶态+760℃退火



(c) 热等静压工艺,固溶态

图3 叶片的微观组织

Fig. 3 SEM images of alloy in different processes

图3可见,原叶片枝晶干的 $\gamma'$ 相形状较规则,立方化较好, $\gamma'$ 相尺寸较小;而K465两种工艺叶片的枝晶干

晶干的  $\gamma'$  相形状均没有原叶片规则,  $\gamma'$  相尺寸也较大, 其中, 热等静压比普通工艺的  $\gamma'$  相尺寸要小, 尺寸不均匀。

对叶片叶身和榫头的  $\gamma'$  相进行测量, 采用测量合金中不同截面  $\gamma'$  相的对角线并且求平均值的方法, 进行对比分析, 见表 2。对于普通工艺, 固溶态与固溶+1 000℃退火态的  $\gamma'$  相的尺寸相近, 而固溶+760℃退火态的  $\gamma'$  相的尺寸较大; 对于热等静压工艺, 固溶态与固溶+760℃退火态的  $\gamma'$  相的尺寸相近, 而固溶+1 000℃退火态的  $\gamma'$  相的尺寸较大。普通工艺与热等静压工艺相比, 固溶态的  $\gamma'$  相尺寸相当于普通工艺同种状态的 87%, 固溶+760℃退火态的  $\gamma'$  相尺寸相当于普通工艺同种状态的 78%。热等静压工艺叶片的固溶态的  $\gamma'$  相尺寸更接近于原叶片, 原叶片的  $\gamma'$  相尺寸平均值约 500 nm。

表 2 不同工艺叶片的  $\gamma'$  相尺寸

Tab. 2 Size of  $\gamma'$  phases in several sections of blades in different processes

叶片	处理工艺	$\gamma'$ 相尺寸/nm		
		横截面	纵截面	平均值
普通工艺叶片	固溶	750 ~ 816	890	804
	固溶+760℃退火	800 ~ 1140	887	922
	固溶+1 000℃退火	660 ~ 870	690	750
热等静压工艺叶片	固溶	611 ~ 810	699	699
	固溶+760℃退火	700 ~ 725	740	719
	固溶+1 000℃退火	660 ~ 930	806	787
原叶片				500

## 2.4 力学性能

为了了解不同工艺叶片材料的力学性能, 在叶片叶身上截取拉伸和持久标准试样。对普通工艺的三种热处理状态: 固溶处理, 固溶+760℃退火处理, 固溶+1 000℃退火处理, 进行了室温、高温拉伸和持久性能试验, 对热等静压工艺的两种热处理状态: 固溶+760℃退火处理, 固溶+1 000℃退火处理, 进行了室温、高温拉伸和持久性能试验。

表 3 为叶片的拉伸性能对比表, 可见, 从强度来看: 对于普通工艺, 与其他状态相比, 固溶+760℃退火状态的室温和高温的抗拉强度都较高; 对于热等静压工艺, 与其他状态相比(固溶态没有力学性能数据), 固溶+760℃退火状态的室温和高温抗拉强度都较高。从塑性来看: 对于普通工艺, 固溶态的延伸率最高, 且该状态在高温时的延伸率比室温提高约 26%。其他状态的延伸率没有提高甚至还降低了; 对于热等静压工艺, 固溶+760℃退火状态在高温时的延伸率比室温提高约 80%, 固溶+1 000℃退火状态

在高温时的延伸率比室温提高约 72%。可见, 在试验温度升高时, 采用热等静压工艺后材料在强度降低的同时, 塑性值有了大幅度的提高, 而普通工艺后材料的塑性值相对提高的较少或者反而降低。这说明热等静压工艺后的叶片材料的塑性较高, 材料能够承受较大的塑性变形而不破坏, 而普通工艺的叶片材料较脆。

热等静压工艺叶片的固溶+760℃退火状态的强度更接近于原机叶片, 室温强度比原叶片仅低 0.9%, 高温强度比原叶片仅低 4%。

表 3 不同工艺叶片的拉伸性能

Tab. 3 Tensile properties of blades in different processes

叶片	处理工艺	抗拉强度/MPa		延伸率/%	
		25℃	975℃	25℃	975℃
普通工艺叶片	固溶	834	556	5.3	6.7
	固溶+760℃退火	867	549	5	5.1
	固溶+1 000℃退火	772	519	4.4	3.9
热等静压工艺叶片	固溶+760℃退火	899	583	3.5	6.3
	固溶+1 000℃退火	851	576	4.3	7.4
原叶片		907	607		

表 4 列出了材料经不同工艺后, 在 975℃, 225 MPa 应力条件下的持久寿命。可知, 对于普通工艺, 固溶态的高温持久性能较好; 对于热等静压工艺, 固溶+760℃退火状态的高温持久性能较好。相比较, 两种工艺的叶片的各个状态的持久性能都高于原叶片, 其中, 热等静压工艺的固溶+760℃退火状态的持久性能最好。

表 4 不同工艺叶片的持久性能(975℃, 应力 225 MPa)

Tab. 4 Stress rupture properties of blades in different processes (975℃, stress 225 MPa)

叶片	处理工艺	时间/h
普通工艺叶片	固溶	33.2
	固溶+760℃退火	29.8
	固溶+1 000℃退火	31.3
热等静压工艺叶片	固溶+760℃退火	43.7
	固溶+1 000℃退火	40.6
原叶片		24.1

## 3 分析与讨论

通过以上对不同工艺条件下的不同热处理制度的叶片合金的组织检测, 发现, 与原叶片合金相比, K465 叶片合金的组织与其相似, 其中,  $\gamma'$  相的形态、碳化物的形态和分布均相似。区别是: 普通工艺的叶片合金内尚存在少量的疏松, 热等静压工艺的叶片合金内已消除了疏松缺陷; K465 叶片合金的晶粒度较小, 枝晶组织偏大, 枝晶排列不紧密, 叶片的  $\gamma'$  相尺

寸较大。

对于普通工艺,与其他状态相比,固溶+1 000℃退火态的 $\gamma'$ 相的尺寸最小,固溶+760℃退火态的拉伸性能较优异,固溶态的持久性能较优异;对于热等静压工艺,与其他状态相比,固溶态的 $\gamma'$ 相的尺寸最小,固溶+760℃退火态的拉伸性能较优异,固溶+760℃退火态的持久性能较优异;从 K465 叶片的工艺来看,除了固溶+1 000℃退火态,普通工艺的各个状态相对热等静压的同等状态下合金的 $\gamma'$ 相的尺寸都大,拉伸性能和持久性能都低。

因此,热等静压工艺较普通工艺的拉伸性能和持久性能优异,考虑其组织特点,可能与热等静压工艺可明显提高合金致密度相关,提高 K465 合金致密度的同时,大幅度减少甚至消除了合金中的疏松,使合金的枝晶组织更加紧密,减少了枝晶中的共晶相的含量或使其尺寸变小;可能还与热等静压工艺后 K465 合金中第二相 $\gamma'$ 相尺寸变小相关。与普通工艺相比,热等静压工艺固溶态的 $\gamma'$ 相尺寸相当于普通工艺同种状态的 87%,固溶+760℃退火态的 $\gamma'$ 相尺寸相当于普通工艺同种状态的 78%,即使固溶+1 000℃退火态的 $\gamma'$ 相尺寸比普通工艺同种状态的略大,但该状态下热等静压工艺的高温拉伸和高温持久性能较好。对于热等静压工艺合金中出现的 TCP 相,经分析,该析出相的出现对合金的力学性能影响不大,即经过热等静压工艺的合金没有因为 TCP 相的出现而具有较低的塑性或持久性能。

与普通工艺相比,热等静压工艺叶片的组织和性能与原叶片更接近,如较致密的枝晶组织,较小的 $\gamma'$ 相尺寸,较高的抗拉强度。综合考虑其组织和性能,可能是少量的疏松、致密的枝晶组织、规则的枝晶排列、较小的 $\gamma'$ 相尺寸是决定其服役性能的关键因素。

#### 4 结论

(1)与原叶片合金相比,国产 K465 合金的组织特点是:晶粒度较小、枝晶组织偏大、 $\gamma'$ 相尺寸较大。

(2)K465 合金的热等静压工艺较普通工艺的拉伸性能和持久性能优异,这可能与热等静压工艺可大幅度减少合金中的疏松,可使枝晶组织更加致密化以及 $\gamma'$ 相尺寸更小有关。

(3)K465 合金中少量的疏松、致密的枝晶组织、规则的枝晶排列、较小的 $\gamma'$ 相尺寸可能是决定叶片良好振动性能的关键因素。

#### 参考文献

[1] 余乾, 宋尽霞, 王定刚, 等. 返回料比例对镍基高温合金 K465 组织和性能的影响[J]. 材料工程, 2006(10): 9-12

[2] 席文君, 邢洁, 张义文. FGH95 粉末冶金高温合金

长期时效的组织稳定性[J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(8): 1397-1401

[3] Tiantian Zhang, David M Collins, Fionn P E, et al. Crystal plasticity and high-resolution electron backscatter diffraction analysis of full-field polycrystal Ni superalloy strains and rotations under thermal loading[J]. Acta Materialia, 2014, 80: 25-38

[4] Sugui Tian, Jing Wu, Delong Shu, et al. Influence of element Re on deformation mechanism within  $\gamma'$  phase of single crystal nickel-based superalloys during creep at elevated temperatures[J]. Materials Science & Engineering A, 2014, 616: 9-12

[5] 王定刚, 肖程波, 宋尽霞, 等. 不同稀土元素添加量对 K465 合金微观组织与力学性能的影响[J]. 材料工程, 2014(8): 46-50

[6] 李克安, 林左鸣, 杨胜群, 等. 航空发动机转子叶片振动方程及其频率计算[J]. 航空学报, 2013, 34(12): 2733-2739

[7] 陶春虎, 钟培道, 王仁智, 等. 航空发动机转动部件的失效与预防[M]. 北京: 国防工业出版社, 2002: 58-61

[8] 郭建亭. 高温合金材料学[M]. 北京: 科学出版社, 2010: 36-58

[9] Kim M T, Chang S Y, Won J B. Effect of HIP process on the micro-structural evolution of a nickel-based superalloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2006, A441: 126-134

[10] 邵冲, 刘慧渊, 李俊涛, 等. 热等静压在铸造高温合金领域的应用[J]. 材料导报, 2012, 26(10): 121-124

[11] 王恺, 王俊, 康茂东, 等. 热等静压对 K4169 高温合金组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(5): 1224-1231

[12] 李爱兰, 汤鑫, 曹腊梅, 等. 热等静压温度对 K447A 高温合金显微组织及性能的影响[J]. 航空材料学报, 2012, 32(2): 13-19

[13] 张龙飞, 燕平, 赵京晨, 等. 凝固方向对单晶高温合金枝晶组织的影响[J]. 材料工程, 2011(6): 67-76

[14] 孙飞, 张建新. Ru 对镍基单晶高温合金微观组织的影响[J]. 材料热处理学报, 2011, 32(10): 1-7

[15] 史振学, 刘世忠, 李嘉荣. 一种镍基单晶高温合金的组织稳定性[J]. 机械工程材料, 2013, 37(11): 82-86

[16] Yang J X, Zhang Q, Sun X F, et al. Formation of  $\mu$  phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy[J]. Scripta Materialia, 2006, 55: 331-334

[17] Hobbs R A, Zhang L, F Rae C M, et al. The effect of ruthenium on the intermediate to high temperature creep response of high refractory content single crystal nickel-base superalloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 489: 65-76

[18] Mousavi Anijdan S H, Bahrami A. A new method in prediction of TCP phases formation in superalloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 396: 138-142

(编辑 任涛)