

# 离子注入对高温合金蠕变 疲劳性能的影响

韩海军 苏梅 王春生

(北京航空航天大学材料科学与工程学院,北京 100083)

**文 摘** 对 GH4169合金及 Ti+C离子注入合金的试样在 650 的低周疲劳和蠕变 疲劳进行了试验研究。利用 X射线衍射仪、透射电镜和扫描电镜技术分析了蠕变 疲劳损伤机制及合金强化的原因。结果表明: GH4169合金注入足够量的 Ti+C离子会增强位错的应力场,引起表层硬化,阻止位错运动,在表层形成 TiC相微观弥散结构,提高了蠕变 疲劳性能。

**关键词** 离子注入,蠕变 疲劳,高温合金

## Influence of Ion Implantation on Creep/Fatigue Properties of Superalloy GH4169

Han Haijun Su Mei Wang Chunsheng

(School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100083)

**Abstract** The behaviors of LCF and creep/fatigue of GH4169 superalloy at 650 were investigated. Ti and C were added to the superalloy by ion implantation method and the effects of Ti and C on performance of the superalloy were studied. The mechanism of creep/fatigue damage and strengthening were analyzed with X-ray, TEM and SEM. As results, the addition of Ti and C can increase the stress field of dislocation and make the dislocations move difficultly, and TiC phase forms at surface of the superalloy at the same time. All these make the creep/fatigue performance of the superalloys improved.

**Key words** Ion implantation, Creep/fatigue, Superalloy

### 1 前言

航空发动机的涡轮盘、叶片等热端转动部件,长期处于高温、高应力及环境介质条件下服役,使材料承受着蠕变 疲劳或蠕变 疲劳 环境的交互作用,即时间相关疲劳,它是材料研制、改进和设计选材的重要依据。材料的时间相关疲劳寿命是发动机结构设计和寿命分析的基础,其寿命预测方法是国内外高温低周疲劳研究领域中的重要课题。

目前 GH4169合金在航空发动机热端部件的应用占有重要地位。它是一种时效硬化的 Fe-Cr-Ni基变形高温合金,在 700 以下具有高的屈服强度、拉伸强度和持久强度,主要用于制造飞机发动机涡轮盘、叶片等高温转动件。

离子注入技术是一种新型强流金属离子源,利用阴极和阳极间的真空弧等离子体放电,由阴极材料表面直接产生高密度金属等离子体,经电极系统引出而形成强流金属离子束。该离子注入技术的优点<sup>[1]</sup>:

(1)可以在室温或低温下进行注入;(2)优化材料表面性能而不改变基体性能,优化层与基体无截然界面;(3)不改变工件的外形尺寸和表面粗糙度;(4)注入过程精确可控。本文选用 GH4169合金,在 650 高温下进行高温低周疲劳试验、蠕变 疲劳试验。为探索提高材料抗蠕变 疲劳性能,采用金属蒸汽真空弧离子源(MEVVA)离子注入技术,将 Ti+C离子注入试样表面,进行蠕变 疲劳对比性试验。

### 2 实验

#### 2.1 材料处理

试验用料为上海钢铁五厂真空感应加真空自耗重熔双联工艺生产的 GH4169合金铸锭,锭子直径为 423 mm,钢锭经 1 150~1 160 和 1 180~1 190 两阶段高温均匀化处理。最后在 2 000 t快锻机上经多火次开坯成 200 mm的棒料。合金化学成分见表 1。200 mm棒料在 63 t-m 对击锤上经二火锻造制成 GH4169锻件,第一火锻造为墩饼制坯,制坯前棒

收稿日期:2007-04-23;修回日期:2007-07-18

作者简介:韩海军,1969年生,工程师,主要从事材料力学性能测试工作。E-mail:hanhj@buaa.edu.cn

宇航材料工艺 2008年 第2期

— 65 —

料表面涂玻璃润滑剂,并包有硅酸铝纤维和钢包套,采取这些工艺措施,是为了防止坯料在变形过程中的温降,保持各部位温度场和变形场的均匀一致,抑制冷模组织的产生,保证饼坯组织的均匀一致,墩饼的加热温度为 1 010 ,变形程度为 75%,模具预热温度大于 350 ,墩后空冷。

表 1 GH4169合金化学成分

Tab 1 Composition of GH4169

% (质量分数)							
C	Cr	Fe	Ni	Mo	Nb	Ti	Al
0.034	18.98	16.54	54.47	3.13	5.36	1.00	0.60
Ta	Co	Bi	B	Cu	Pb	Mg	Mn
0.11	0.099	0.00001	0.005	0.068	0.00005	0.0017	< 0.10
P	Si	S	Ag	Tl	Sn	O	N
0.0056	0.14	0.001	0.000020	0.00003	0.0032	0.0003	0.00006

第二火锻造为终锻成形,也采用上述包套方法,



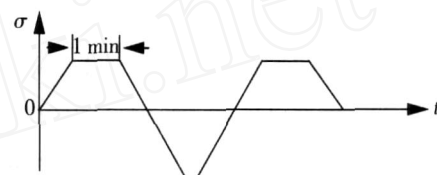
(a) 低周疲劳试验波形

终锻温度为 980 ~ 990 ,变形程度 50% ~ 60%,终锻后盘件经直接时效处理:

$$720 \text{ / } 8 \text{ h} \xrightarrow{\text{炉冷}} \xrightarrow{50 \text{ / h}} 620 \text{ / } 8 \text{ h}$$

## 2.2 试验

试样从盘件弦向取样,分别进行高温低周疲劳、蠕变 疲劳及经离子注入后的蠕变 疲劳试验。低周疲劳试验按照 GB/T1524—94《金属材料轴向等幅低循环疲劳试验方法》,蠕变 疲劳试验按照 HB/Z217—92,即应变能时间相关疲劳寿命预测方法说明书进行。试验在美国 MTS(880 ±100) kN 电液伺服试验系统上完成,高温炉 652 01 为美国 MTS(880 ±100) kN 电液伺服试验系统的附件,试验温度为 650 ,温度控制精度为 ±1 ,试验控制方式采用载荷控制,其波形见图 1。循环应力比  $R = -1$ ,其循环频率为 0.0125 Hz,峰值保持均为 1 min。



(b) 蠕变/疲劳试验波形

图 1 试验波形

Fig 1 Spectrum of test

## 3 结果分析

### 3.1 蠕变 疲劳特性分析

对每组试样在 650 的低周疲劳及蠕变 疲劳的循环应力幅度  $\Delta\sigma/2$  与循环断裂周次  $2N_f$  进行回归分析,求得 GH4169 合金材料常数  $A$  和  $B$ ,建立其寿命预测方程:

$$\Delta\sigma/2 = 1445.6 (2N_f)^{-0.0745} \text{ (低周疲劳)} \quad (1)$$

$$\Delta\sigma/2 = 1157 (2N_f)^{-0.057} \text{ (未注入 Ti + C 蠕变疲劳)} \quad (2)$$

$$\Delta\sigma/2 = 1182 (2N_f)^{-0.056} \text{ (注入 Ti + C 蠕变疲劳)} \quad (3)$$

由图 2 可见,蠕变 疲劳寿命与低周疲劳寿命相比,其寿命损伤较为严重,寿命下降 70% 左右。GH4169 合金在纯蠕变中,蠕变损伤是温度和应力的函数,而蠕变 疲劳损伤既有蠕变又有疲劳的影响,二者可能发生交互作用,因此寿命降低。

由图 3 可以看出注入 Ti + C 离子的试样抗蠕变 / 疲劳性能优于未注入离子,提高寿命 50%。

疲劳损伤往往从表面开始,而蠕变本质上则是内

部破坏过程。含有拉伸蠕变分量的疲劳有三种可能破坏机制:(1)如空穴化程度小可以忽略不计,只发生疲劳破坏;(2)表面成核的疲劳裂纹与内部空穴化的交互作用,发生蠕变 疲劳交互作用;(3)如空穴发展远快于表面疲劳裂纹成核与增长速率,就发生蠕变破坏。

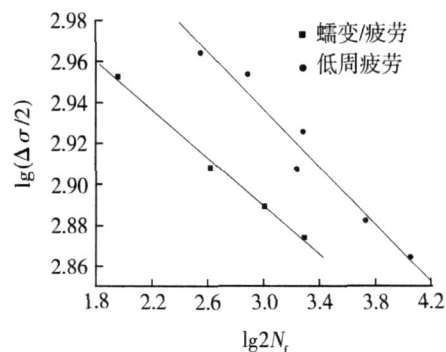


图 2 GH4169 合金 650 低周疲劳及蠕变 疲劳关系

Fig 2 Relationship curves of LCF and creep /fatigue of GH4169 at 650

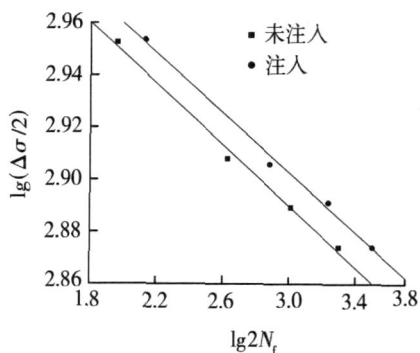
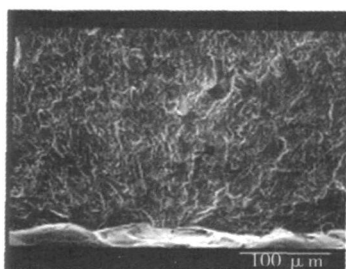


图 3 GH4169合金 650 蠕变/疲劳关系

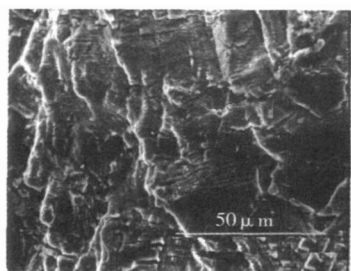
Fig 3 Relationship curves of creep/fatigue of GH4169 at 650

### 3.2 微观分析

从扫描电镜观察表明,疲劳寿命与失效的微观特征密切相关, GH4169合金的 650 低周疲劳试验,其裂纹始于表面 [图 4(a)],疲劳裂纹扩展如图 4(b)所示,在断口上可以看到有疲劳条带特征,表现为穿晶失效。蠕变/疲劳试验的试样断口扫描照片(图 5)有沿晶断裂特征。



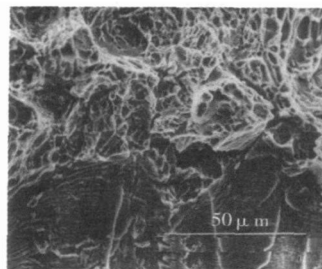
(a) 裂纹源区



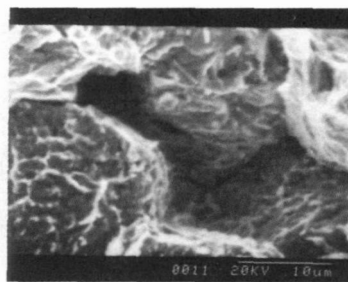
(b) 裂纹扩展区

图 4 低周疲劳断口 SEM 照片

Fig 4 Fractography of LCF



(a) 沿晶断裂特征



(b) 局部放大

图 5 蠕变/疲劳断口 SEM 照片

Fig 5 Fractography of creep/fatigue

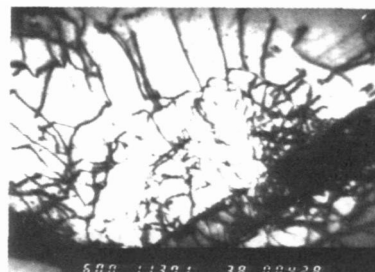
在蠕变/疲劳过程中,塞积在晶界前的位错群,力求获得松弛,沿晶界产生一个空穴流向要攀移的位错,位错攀移后,沿晶界的位错分布变得均匀,有利于晶界的移动,在高温下晶界的滑动也会发生,由于晶界滑动和移动的交替进行,结果导致三晶交界处晶界运动,往往产生较大应力集中,为了松弛这一应力,常常在一个晶粒内产生折叠现象,严重时在三晶界交界处出现微裂纹,微裂纹的扩展,会导致沿晶断裂<sup>[2]</sup>。

利用 D/max200pc 型自动 X 射线衍射仪测定了 GH4169 合金经 Ti+C 离子注入后的表层残余应力,采用 0~45 法的计算公式:

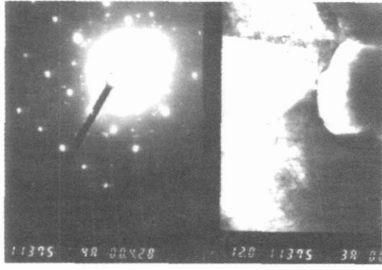
$$= \frac{-E}{2(1+\nu)} \text{ctg} \frac{1}{180} \frac{1}{\sin^2 45^\circ} (2\theta_0 - 2\theta_{45^\circ}) - K(2\theta_0 - 2\theta_{45^\circ})$$

式中,  $E$  为弹性模量,  $\nu$  为松比,  $K$  为应力常数。

计算结果  $= -356 \text{ MPa}$ ,由此可见, GH4169 合金经注入 Ti+C 离子后,其试样表面处于残余压应力状态。在离子注入过程中,由于注入参数是可控的,所以可以间接控制注入层的硬度、屈服强度和应力状态。离子束的轰击将在材料中形成位错网,就像受到重锤击打那样,注入足够量的离子会加强位错的应力场 [图 6(a)],引起表层硬化,阻止了位错的运动,达到了表层强化的目的。在图 6(b)透射电镜照片上看到了一些颗粒,其电子衍射图中出现了 TC 相,根据资料介绍在 150 和 400 靶温下注入时,在 Ti 原子分布尾部诱发出碳原子的富集,有利于 TC 的形成<sup>[3~4]</sup>。



(a) 注入层的位错结构



(b) TiC颗粒电子衍射图

图 6 透射电镜照片

Fig 6 Photograph of TEM

通过对离子注入的蠕变疲劳断口用扫描电镜观察可以看到明显的裂纹源区、扩展区和瞬断区,一般疲劳源区多沿表面发生,而离子注入试样的源区有的发生硬化层的次表面如图 7 所示,这和注入层的应力状态及强化机制密切相关。

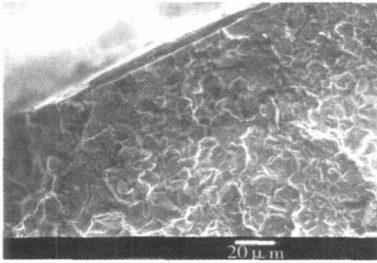


图 7 离子注入硬化层形貌

Fig 7 Appearance of ion-implanted strengthened layer

在扩展区可以看到沿晶和疲劳条带以及沿晶二次裂纹。综上所述,采用 Ti+C 双离子注入技术,使材料抗蠕变疲劳性能得到明显提高。这一结果对航空发动机涡轮盘及叶片等热端部件的结构设计和寿命分析具有很好的应用前景。

#### 4 结论

GH4169 合金注入足够量的 Ti+C 离子会增强位错的应力场,引起表层硬化,阻止位错运动,达到表层强化的目的;在表层形成 TiC 相微观弥散结构,有利于蠕变疲劳性能的提高;经 Ti+C 离子注入后 GH4169 合金的表层处于残余压应力状态,这对提高抗蠕变疲劳性能极为有利。试验证明:Ti+C 离子注入的试样性能比未注入离子的蠕变疲劳寿命提高近 50%。

#### 参考文献

- 1 ZhangTonghe, Liang Hong et al Proceedings of the international conference on surface science and english and engineering Beijing: Interational Academic Publishers, 1995
- 2 哈宽富. 金属力学性质的微观理论. 北京:科学出版社, 1983
- 3 Zhang Tonghe, Wang Xiaoyan Behavior of mevva metal ion implantation for surface modifacation of materials Surface and Coatings Technology, 1996
- 4 张通和. 高能 Ti 离子 H13 钢强化机理研究. 北京:原子能出版社, 1996

(编辑 李洪泉)

(上接第 64 页)

的沟壑状缺陷并且在热切底边存在撕裂状缺陷。与自然表面比较,热切表面的表面粗糙度较大,热切表面的质量较差,大的粗糙度表明热切缺陷在 Z 方向具有较大的尺寸。在组装及封装测试中,容易造成应力集中,导致封装在低应力下失效。

热切缺陷的存在,使氧化铝陶瓷强度显著下降,同时使强度分散性增加。相对于陶瓷内部气孔、夹杂等缺陷,热切缺陷尺寸更大,分布更密集,是更危险的表面缺陷。当陶瓷元件尺寸变小时,可靠性对热切缺陷更为敏感。热切缺陷的存在使强度下降更为显著,同时,强度分散度显著增加。

在当前工艺条件下,如何通过改善生瓷加工性能,监控工艺参数,以减少热切工艺对氧化铝陶瓷的损伤以及如何通过后续处理工艺以提高氧化铝陶瓷的可靠性,需要进一步的研究。

#### 参考文献

- 1 Tummala R R, Rymaszewski E J, Klopfenstein A G et al 微电子封装手册. 北京:电子工业出版社, 2000: 528
- 2 Green D J. 陶瓷材料力学性能导论. 北京:清华大学出

版社, 2003: 198

- 3 Taichiu Lee, Jianxin Deng Mechanical surface treatment of electro-discharge machined (EDMed) ceramic composite for improved strength and reliability Journal of the European Ceramic Society, 2002; 22: 545 ~ 550
- 4 Zhang J H, Lee T C X Ai et al Investigation of the surface integrity of laser-cut ceramic. Journal of materials processing technology, 1996; 57: 304 ~ 310
- 5 Weibull W. A statistical theory of strength of materials Royal swedish for engineering research 1939: 1 ~ 45
- 6 Weibull W. A stastistical distribution function of wide applicability. J Appl Mech, 1951: 18 ~ 253
- 7 Askeland D R, Phule P P. Essentials of materials science and engineering Peking: Tsinghua press, 2005: 190
- 8 Deng Jianxin, Lee Taichui Surface integrity in electro-discharge machining, ultrasonic machining, and diamond saw cutting of ceramic composites Ceramics International, 2000; 26: 825 ~ 830

(编辑 吴坚)