

FGH4113A 粉末高温合金的裂纹扩展性能研究

张高翔^{1,2}, 龙安平^{1,2}, 尹超², 熊江英^{1,2}, 肖磊², 刘咏¹

(1. 中南大学 粉末冶金全国重点实验室, 湖南 长沙 410000)

(2. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000)

摘 要: 对自主研发的第三代粉末高温合金 FGH4113A 的裂纹扩展性能进行了研究, 包括制备工艺、温度、加载频率对裂纹扩展性能的影响, 并与国内外同类高温合金进行了比较。采用热等静压 (hot isostatic pressing, HIP)、热挤压 (hot extrusion, HEX)、等温锻造 (isothermal forging, ITF) 与热处理 (heat treatment, HT) 的组合工艺制备合金, 实验测试温度包含室温、650℃、700℃, 加载频率有 0.33Hz 与 20Hz, 分析了工艺、温度、加载频率对合金高温裂纹扩展性能的影响, 对比了同类合金牌号 FGH95、FGH96、FGH97、FGH98、ME3、LSHR 的裂纹扩展性能。结果表明: 原始粉末边界 (prior particle boundary, PPB) 和晶界周围粗大的一次 γ' 相是合金裂纹扩展性能的不利因素, 增大合金晶粒尺寸有利于降低裂纹扩展速率。挤压与锻造工艺能够有效消除 PPB, 从而提高合金的抗裂纹扩展能力。室温裂纹扩展速率远低于 650℃ 和 750℃ 的裂纹扩展速率, 合金 0.33Hz 测试频率的裂纹扩展速率明显高于 20Hz, 升高温度与降低测试频率均会增大合金的裂纹扩展速率。ITF 态 FGH4113A 合金在稳定裂纹扩展阶段超出 FGH98、LSHR 和 ME3 合金, 达到了国际上第三代粉末高温合金的先进水平。

关键词: 镍基粉末高温合金; 裂纹扩展速率; 等温锻造; 应力强度因子

中图法分类号: TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号:

镍基粉末高温合金具有组织均匀、晶粒细小、强度高特点, 广泛应用于航空发动机涡轮盘的制造, 已成为涡轮盘的首选材料^[1]。FGH96、FGH97 是第二代镍基粉末高温合金, 已在国内得到广泛应用, 欧美代表性的第二代合金有 Rene88DT, N18 等。国内的第三代合金 FGH98、FGH99 处于研发状态, 相关的报道较少, 欧美代表性的第三代合金牌号有 LSHR、ME3(Rene104)、RR1000 等^[2-4]。第三代镍基粉末高温合金高温下具有高强度与高损伤容限的特点。国内外学者对上述镍基粉末高温合金的裂纹扩展性能进行了研究, Gabb 与 Gao Y 等^[5-8]研究了 LSHR 和 ME3 合金盘件的裂纹扩展性能, 但启亮与董建新^[9-12]等对 FGH95、FGH96、FGH97 及 FGH98 合金的裂纹扩展性能进行了系统分析, 包括温度、应力比、热处理制度及化学成分等对裂纹扩展性能的影响。Koul K 等则探讨了合金微观结构、保载时间对裂纹扩展速率的影响。Choe S^[13, 14]等研究了保载时间对镍基粉末高温合金裂纹扩展速率的作用机理, 影响粉末高温合金的裂纹扩展性能的因素较多且作用机制复杂^[15-19], 通常而言, 粗晶相比细晶具有更好的抗裂纹扩展性能, 因为细晶样品的晶界面积较大, 更易于氧化晶界, 从而加快裂纹扩展速率。不同冷却速率固溶+时效的热处理制度可以形成二次与三次 γ' 的差异分布, 从而对裂纹扩展性能产生较大的影响。随着保载时长的增加裂纹扩展速率

明显增加, 裂纹扩展受裂纹闭合效应的影响, 拉伸过载通常会造成迟滞效应^[20-24]。

FGH4113A (WZ-A3) 合金是本团队自研的第三代粉末高温合金, 具有优异的综合力学性能, 700℃ 下抗拉强度超出 LSHR 合金近 50 MPa, 800℃ 的蠕变性能优于 LSHR 和 ME3, 700℃ 应变疲劳寿命为与 LSHR 合金相当^[25, 26]。FGH4113A 合金裂纹扩展 (fatigue crack growth, FCG) 性能研究较少, 暂无全面的研究报道。本工作主要研究 FGH4113A 合金的裂纹扩展性能及影响因素, 为本合金的应用提供研究参考。

1 实验

通过真空感应熔炼工艺 (vacuum induction melting, VIM) 制备母合金, 用氩气雾化法 (argon atomization, AA) 制取粉末, 通过不同工艺组合, 包括热等静压 (HIP) + 热处理 (HT)、热等静压 (HIP) + 热挤压 (HEX) + 热处理 (HT)、以及热等静压 (HIP) + 热挤压 (HEX) + 等温锻造 (ITF) + 热处理 (HT), 制备了三种 FGH4113A (WZ-A3) 粉末高温合金, 热处理制度相同。为了简化描述, 将 HIP+HT 工艺描述为“HIP 态”, HIP+HEX+HT 工艺描述为“HEX 态”, HIP+HEX+ITF+HT 工艺描述为“ITF 态”。热等静压工艺采用 4 小时同步升温升压至 1150℃/150MPa, 保温保

压 4 小时后随炉冷却；挤压工艺在 1110℃下进行，挤压速度为 30 mm/s，挤压比为 4.7；锻造工艺温度为 1080℃，应变速率为 0.005/s；热处理工艺包括 1150℃固溶处理（冷却速度约 150℃/min）和 815℃时效处理 8 小时（冷却速度约 100℃/min）。FGH4113A 合金与国内外常见粉末高温合金的名义化学成分见表 1。不同工艺状态的 FGH4113A 合金拉伸性能见表 2。

裂纹扩展测试标准为 GB/T 6398-2017《金属材料疲劳试验疲劳裂纹扩展方法》，测试设备为英斯特朗 Instron8801 液压疲劳试验机，使用 Epsilon 标距 5mm 的高温引伸计，样品宽度 W=25 mm，厚度 B=6.25 mm，类别为紧凑拉伸(compact tension, CT)试样，尺寸与形状见图 1。测试条件为大气环境、三角波、0.33Hz、R=0.05。在 CARL_ZEISS Sigma300 扫描电子显微镜观察显微组

织及断口形貌，并结合电子背散射衍射 (electron backscatter diffraction, EBSD)技术分析裂纹的扩展路径和断裂模式。

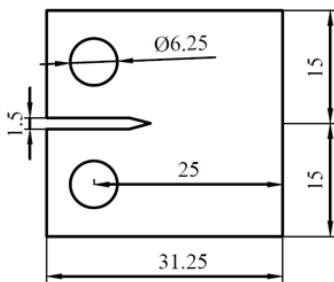


图 1 裂纹扩展 CT 试样

Fig.1 Crack Propagation Compact Tension (CT) Specimen

表 1 FGH4113A 化学成分

Table 1 Chemical composition of FGH4113A alloy (wt/%)

	Cr	Mo	W	Ti	Co	Al	Nb	Ta	C	Zr	B	Hf	Ni
FGH4113A	13.10	4.10	3.90	3.70	19.10	2.90	1.20	1.10		Minor			Bal
FGH95	12.69	8.55	3.36	2.69	8.55	3.46	3.45	≤0.02	0.060	0.050	0.010	-	Bal
FGH96	16.00	4.00	4.00	3.70	13.00	2.10	0.70	≤0.02	0.035	0.033	0.011	-	Bal
FGH97	9.02	3.76	4.96	1.74	15.69	4.91	2.59	/	0.045	0.017	0.012	0.30	Bal
FGH98	12.65	3.83	2.18	3.70	20.20	3.45	0.90	2.31	0.054	0.050	0.021	-	Bal
LSHR	12.52	2.73	4.33	3.50	20.70	3.46	1.45	1.60	0.029	0.049	0.028	-	Bal
ME3	13.10	3.80	1.90	3.50	18.20	3.50	1.400	2.70	0.030	0.050	0.030	-	Bal

表 2 FGH4113A 拉伸性能

Table 2 Tensile Performance of FGH4113A

FGH4113A	温度 (℃)	屈服强度 Rp0.2 (MPa)	抗拉强度 (MPa)	断后延伸率 (%)
HIP 态	25	1170	1620	19.5
HEX 态	25	1183	1655	24.0
ITF 态	25	1147	1600	25.0
HIP 态	650	1063	1508	21.0
HEX 态	650	1081	1500	17.5
ITF 态	650	1044	1517	19.5
HIP 态	700	1087	1422	17.0
HEX 态	700	1080	1376	20.5
ITF 态	700	1072	1336	21.0

2 结果与分析

2.1 FGH4113A 合金 HIP 态、HEX 态及 ITF 态的显微组织

图 2(a)、图 2(d)、图 2(g)分别为 HIP 态、HEX 态、ITF 态 FGH4113A 合金的晶粒度，图 2(b)、图 2(e)、图 2(h)分别为 HIP 态、HEX 态、ITF 态 FGH4113A 合金的 γ' 相图，图 2(c)、图 2(f)、图 2(i)分别为 HIP 态、HEX 态、

ITF 态 FGH4113A 合金的二次 γ' 相图。采用截距法按 ASTM E112 标准对合金晶粒度评级，HIP 态、HEX 态、ITF 态 FGH4113A 合金的晶粒度分别为 ASTM 9.7 级(约 11 μ m)，ASTM 8.7 级(约 16.0 μ m)，ASTM 6.8 级(约 31 μ m)，图 2(a)箭头所示，HIP 态的 FGH4113A 合金存在较多的原始颗粒边界 PPB。图 2(b)显示 HIP 态 FGH4113A 合金的晶界周围存在较多粗大的一次 γ' ，图 2(e)与图 2(h)表

明 HEX 态、ITF 态合金晶界周围一次 γ' 分布少且尺寸较小, 尺寸方面与二次 γ' 差别不大。图 2(c)、图 2(f)、图 2(i) 可以发现 HIP 态的二次 γ' 相尺寸明显高于 HEX 态和 ITF 态合金, 用 ImageJ 软件统计合金 γ' 相平均尺寸, HIP 态、HEX 态、ITF 态 FGH4113A 合金的二次 γ' 相尺寸分别是

389nm、254nm、229nm。图 2(f)与图 2(i)显示 ITF 态与 HEX 态合金的 γ' 形态分布接近。图 2(h)中显示 ITF 态合金组织中较多的白点, 能谱分析 (energy dispersive spectroscopy, EDS) 面扫鉴定为含 Nb、Ti 的 MC 碳化物以及含 Mo 的硼化物^[25]。

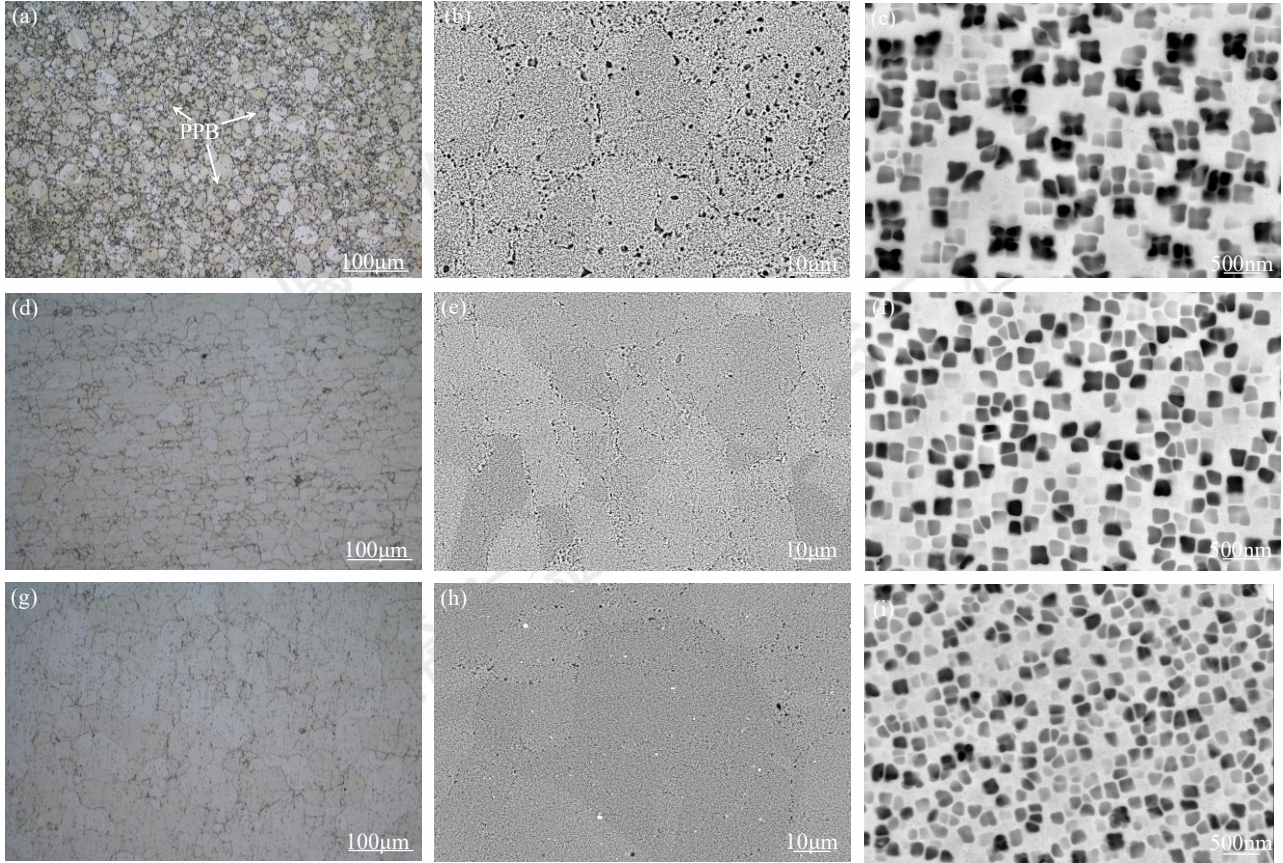


图 2 不同状态下 FGH4113A 高温合金的显微组织 (a) HIP 态晶粒度; (b) HIP 态 γ' ; (c) HIP 态二次 γ' ; (d) HEX 态晶粒度; (e) HEX 态 γ' ; (f) HEX 态二次 γ' ; (g) ITF 态晶粒度; (h) ITF 态 γ' ; (i) ITF 态二次 γ'

Fig.2 Microstructure of FGH4113A high-temperature alloy in different states: (a) Grain size in HIP state; (b) γ' phase in HIP state; (c) second γ' phase in HIP state; (d) Grain size in HEX state; (e) γ' phase in HEX state; (f) second γ' phase in HEX state; (g) Grain size in ITF state; (h) γ' phase in ITF state; (i) second γ' phase in ITF state

2.2 不同工艺状态下合金的裂纹扩展性能对比

Paris 公式是描述疲劳裂纹扩展行为的基础模型, 表达裂纹扩展率与应力强度因子范围之间的关系。其公式为^[27]:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (1)$$

ΔK 是应力强度因子范围, C 和 m 为材料常数。应力强度因子 K 是描述裂纹尖端应力和应变状态的一个参数, 与裂纹的几何、载荷以及材料特性有关。其应力强度因子范围 ΔK (单个循环 $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$) 的计算公式^[23]:

$$\Delta K = \frac{\Delta F}{B\sqrt{W}} g(a/W) \quad (2)$$

ΔF 是样品上单循环的载荷变化范围, B 和 W 分别是样品的厚度和宽度。 $g(a/W)$ 是一个与裂纹长度和样品宽度之比有关的函数, 对于 CT 试样, 其表达式为^[23]:

$$g(a/W) = \frac{(2+\alpha)(0.886+4.64\alpha-13.32\alpha^2+14.72\alpha^3-5.64\alpha^4)}{(1-\alpha)^{3/2}} \quad (3)$$

式中 $\alpha = a/W$, a 是裂纹长度, W 是样品宽度。

图 3 是 HIP 态、HEX 态及 ITF 态的 FGH4113A 合金在 650°C 条件下的裂纹扩展循环数与裂纹长度曲线, 每个温度测试 2 个样品, 如 HIP01 与 HIP02 均是 HIP 态工艺合金相同测试条件样品。三种状态的 FGH4113A 合金在 650°C 温度下的裂纹扩展寿命具有明显差异, 随着循环周次的增加, 裂纹长度增加速度最快的是 HIP 态, 其次是 HEX 态, ITF 态增加最慢。ITF 态的裂纹扩展寿

命高于 HEX 态, HEX 态高于 HIP 态。

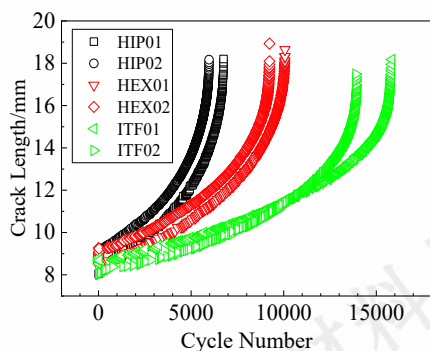


图 3 HIP 态、HEX 态及 ITF 态 FGH4113A 合金在 650℃ 的裂纹扩展长度和循环周次 a-N 曲线

Fig.3 Crack propagation length vs number of cycles a-N curve of FGH4113A alloy at 650℃ in HIP, HEX, and ITF states

裂纹的萌生与早期扩展与材料的微观变形机制密切相关。在 HIP 态合金中,晶界附近粗大的初次 γ' 相以及 PPB 处分布的脆性相形成不可逾越的障碍,迫使位错在其前方发生塞积。此类位错塞积将引发高度的局部应力集中,一旦应力超过界面强度,便会促使微裂纹形核^[28, 29]。相反,在经历热挤压处理的 HEX 与 ITF 态合金中,变形过程主要由细小、弥散且均匀分布的二次 γ' 相主导,如图 2(e)与图 2(h) 所示。这些析出相允许位错以绕过机制运动,促进位错进行均匀和多滑移,从而避免在个别障碍物前出现严重塞积,这种均匀的塑性变形能力显著增强了材料抵抗裂纹萌生的性能^[30, 31],构成了 HEX 与 ITF 态合金在抗裂纹扩展方面优于 HIP 态的微观变形基础。

图 4 是 HIP 态、HEX 态及 ITF 态的 FGH4113A 合金在 650℃ 条件下对应的应力强度因子与裂纹扩展速率曲线。当 $\Delta K < 60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时,总体上 ITF 态的裂纹扩展性能优于 HEX 态,HEX 态优于 HIP 态,虽然 ITF 态在稳态裂纹扩阶段其裂纹扩展速率相对最低,但在裂纹扩展的第三阶段,ITF 态的裂纹扩展速率反而明显高于 HIP 态与 HEX 态。结合表 2 可知,在 650℃ 条件下 ITF 态的屈服强度最低,当 ΔK 处于较高水平时,裂尖局部应力场强度较大,裂纹扩展由机械驱动力主导,屈服强度较低的 ITF 态更容易发生显著塑性变形,导致裂尖钝化能力不足,从而加快裂纹扩展速率。

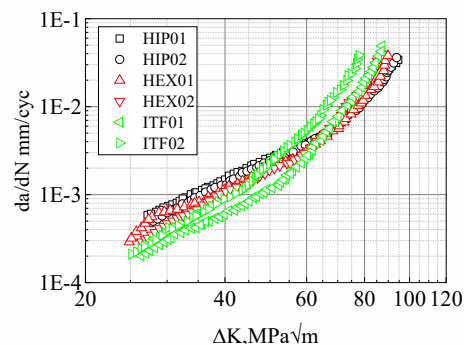


图 4 HIP 态、HEX 态及 ITF 态 FGH4113A 合金在 650℃ 的应力强度因子与裂纹扩展速率曲线

Fig.4 Stress intensity factor and crack propagation rate curve of FGH4113A alloy at 650℃ in HIP, HEX, and ITF states

图 3 和图 4 可知,ITF 态材料的抗裂纹扩展能力最强,其次为 HEX 态,HIP 态最弱。图 2(a)、图 2(d)、图 2(g)显示 HIP 态合金组织中存在 PPB,PPB 是镍基粉末高温合金的主要缺陷之一,主要由碳化物等脆性相组成,呈现出明显的球形界面结构,在 PPB 上析出的碳化物、氧化物有利于氧沿 PPB 扩散偏聚,诱使裂纹在该薄弱区域扩展^[32, 33],PPB 降低了材料的裂纹扩展抗力。PPB 与基体材料性能存在显著差异,在受外力作用下 PPB 与基体材料交界处容易应力集中,从而萌生裂纹,成为裂纹源产生的高发位置^[34]。HEX 态与 ITF 态合金都经历了热挤压工艺,挤压工艺对 PPB 的消除有重要影响,主要原因是挤压过程中的大变形破碎了 PPB 的结构,使 PPB 从球形状转化为条状、带状或颗粒状,使 PPB 的脆性相组成物较为均匀分布在合金组织内,从而避免了应力集中情况的出现^[35]。此外,热挤压工艺使合金产生再结晶,再结晶过程能够消除由塑性变形引起的内应力,促进新晶粒的形成和晶界的重组,新晶粒形成的界面大大降低了 PPB 晶界的占比,进一步消除了 PPB 的影响。通过结合热挤压的变形和再结晶,HEX 态与 ITF 态合金已观察不到 PPB,PPB 缺陷基本消除,因此在 HEX 态与 HIP 态晶粒尺寸接近情况下,HEX 态的裂纹扩展性能仍明显优于 HIP 态。此外,HIP 态合金的晶界附近存在粗大的一次 γ' 相,与细小二次 γ' 相尺寸相差大,在一次 γ' 相附近容易应力集中,成为裂纹萌生的薄弱部位。与 PPB 消除原理类似,HEX 态与 ITF 态的挤压工艺产生的变形与再结晶行为有效的消除了晶界附近的分布的粗大一次 γ' 相。HIP 态合金中存在的 PPB 与晶界周围的粗大一次 γ' 相分布是其裂纹扩展性能远不如 HEX 态与 ITF 态合金的原因。ITF 态与 HEX 态合金的 γ' 相尺寸与形态分布接近,主要区别是 ITF 态合金的晶粒尺寸比 HEX 态大出约 $15\mu\text{m}$ 。ITF 态工艺是基于 HEX 态工艺基础上增加了等温锻造工艺,锻造工艺增加了合金的储能,在热处理

过程中储能得到释放促进了晶粒尺寸的长大,因此 HEX 态与 ITF 态在相同热处理制度下,ITF 态的晶粒尺寸更大。大晶粒内部为位错运动提供了更广阔的空间,从而形成更大的塑性区,通过更充分的塑性变形消耗大量能量,并钝化裂纹尖端,裂纹在扩展过程中穿越不同取向的大晶粒时,路径更为曲折,这不仅增加了裂纹扩展的总表面积,也通过持续的“偏转”过程消耗了更多能量,晶粒尺寸增大有利于降低合金的裂纹扩展速率^[36,37],因此 ITF 态表现出最低的裂纹扩展速率。

2.3 ITF 态 FGH4113A 合金不同温度、测试频率下的裂纹扩展性能

图 5 是 ITF 态 FGH4113A 合金在室温、650℃、700℃ 条件下的裂纹扩展循环数与裂纹长度曲线,每个温度 2 个测试样品。ITF 态 FGH4113A 合金在室温、650℃、700℃ 温度下的裂纹扩展寿命具有明显差异,室温 2 个样品寿命均值约为 10 万周次,650℃ 约为 1.5 万周次,700℃ 约为 1 万周次。从裂纹增长速率看,700℃ 最高,650℃ 次之,室温最低,表明随温度升高裂纹扩展速率增大,裂纹扩展寿命降低,且室温下合金的裂纹扩展寿命远远高于 650℃ 与 700℃ 温度。表 2 可知室温下 ITF 态合金屈服强度比 650℃ 与 700℃ 高出 75MPa 以上,屈服强度高不易发生塑性变形,裂纹扩展初始阶段寿命高,且室温下原子扩散、蠕变和晶界滑移等热激活机制基本不发生,环境氧化作用弱,因而裂纹扩展速率最低、寿命最长,寿命远超 650℃ 与 700℃。

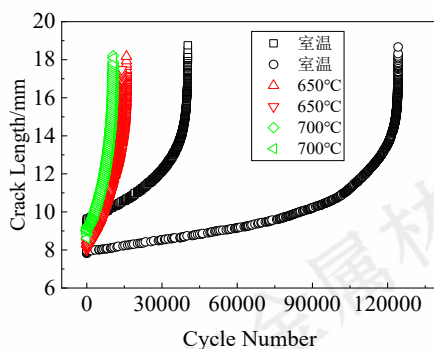


图 5 ITF 态不同温度条件下的裂纹扩展长度和循环周次 a-N 曲线
Fig.5 Crack propagation length and number of cycles a-N curve under different temperature conditions in ITF state

图 6 是 ITF 态 FGH4113A 合金在室温、650℃、700℃ 条件下对应的应力强度因子与裂纹扩展速率曲线。曲线表明室温的裂纹扩展速率明显低于 650℃、700℃ 温度条件。室温下位错运动主要依赖于应力驱动的滑移,热激活作用微弱,位错难以逾越强大的 γ' 相障碍,塑性区域小,因此裂纹扩展速率较低。而当温度升高至 650℃ 及 700℃,热激活效应显著增强。温度升高不仅加剧了裂尖氧化,更关键的是赋予了位错攀移的能力。位错可以通

过攀移绕过 γ' 相障碍,温度促进的交滑移也使位错能够避开障碍,加剧了局部塑性变形。这些热激活辅助的位错运动机制(滑移、攀移、交滑移)^[38],使得在裂纹扩展相同 ΔK (裂纹扩展进入第三阶段前)下,高温的裂纹扩展速率远高于室温。然而,随着应力强度因子增加,室温、650℃、700℃ 的裂纹扩展速率曲线逐渐逼近甚至重合,表明随应力强度因子增加,温度对裂纹扩展速率的影响逐渐减低,应力强度因子影响加剧。在较低应力强度因子时,裂纹尖端的局部应力场较弱,裂纹扩展过程受材料内部对温度敏感的微观机制控制,如位错滑移与攀移、裂尖氧化、扩散蠕变等,导致较低应力强度因子时裂纹扩展速率具有明显差异。当应力强度因子增至较高水平时,裂尖应力场显著增强,塑性区范围随之扩大并发生显著演化,裂纹扩展过程转而由机械驱动力主导,远大于温度对材料的影响,温度效应被弱化,使得室温、650℃、700℃ 的裂纹扩展行为趋于一致。

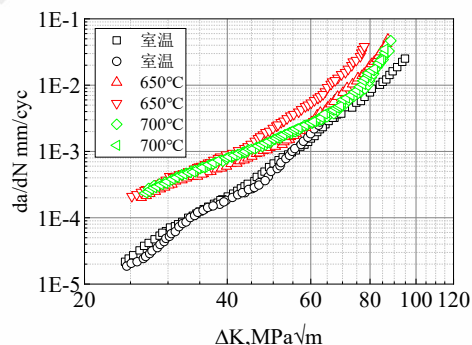


图 6 ITF 态不同温度下应力强度因子与裂纹扩展速率曲线

Fig.6 Compact tension specimen for crack propagation test Relation between crack growth size (a) and fatigue cycles (N)

图 7 是 ITF 态 FGH4113A 合金在 700℃ 条件下不同测试频率的裂纹扩展曲线。由图可知,不同测试频率对 FGH4113A 合金的裂纹扩展性能具有影响,0.33Hz 时 FGH4113A 合金的裂纹扩展速率明显比 20Hz 时更高,裂纹扩展的速率随频率降低而增高。低频率时,裂纹尖端在每个加载循环有更长的时间暴露于高温环境中,促使氧化反应作用加剧,形成的氧化物层易促使裂纹萌生和扩展,导致裂纹扩展速率增加。此外,低频载荷周期更长,有利于材料在裂纹尖端发生时间依赖的塑性变形和蠕变,促使裂纹逐步扩展加快。在 0.33 Hz 条件下,显著增长的载荷持续时间极大地促进了时间依赖的位错热激活过程^[39]。位错攀移更有效地绕 γ' 相障碍,从而加速了裂尖塑性区内的位错重排与回复,同时,螺位错的交滑移也被显著激活,扩大了塑性变形范围^[40]。因此,0.33Hz 低频条件的损害在于通过赋能时间依赖的位错运动使得每一个载荷循环内的塑性损伤更为充分和彻底,从而导致单个循环的裂纹扩展增量 (da/dN) 显著高于高

频 20 Hz 条件。频率效应由此可归结为位错运动的时间依赖性对循环损伤效率的直接控制。

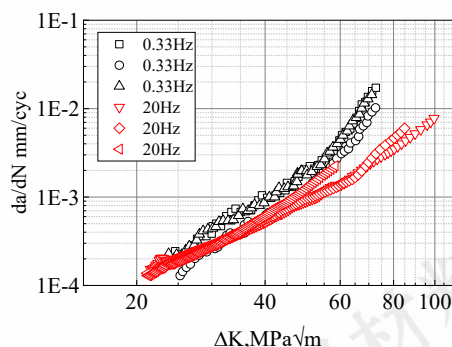


图 7 ITF 态 700°C 不同频率下应力强度因子与裂纹扩展速率曲线
Fig.7 Stress intensity factor and crack propagation rate curve at different frequencies under 700°C in ITF state

2.4 ITF 态 FGH4113A 与 FGH98、LSHR 等的裂纹扩展性能对比

图 8 是 650°C 条件下 ITF 态 FGH4113A 合金与文献 [5,9,11] 中的 FGH95、FGH96、FGH97、FGH98、LSHR 以及 ME3 的裂纹扩展性能对比。第一代粉末高温合金 FGH95 跟第二代及第三代的裂纹扩展性能具有明显差距。第二代 FGH96 和 FGH97 裂纹扩展性能接近,与第三代 FGH98、LSHR 及 FGH4113A 合金存在较大差距,FGH98 与 LSHR 裂纹扩展性能接近,当 $30\text{MPa}\sqrt{\text{m}} < \Delta K < 70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时,FGH4113A 的裂纹扩展性能明显优于 FGH98 与 LSHR,当 $\Delta K > 70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时,FGH98 与 FGH4113A 合金裂纹扩展速率曲线重合,表明在裂纹扩展第 2 阶段时,FGH4113A 相比 FGH98 与 LSHR 的抗裂纹扩展能力具有优势。

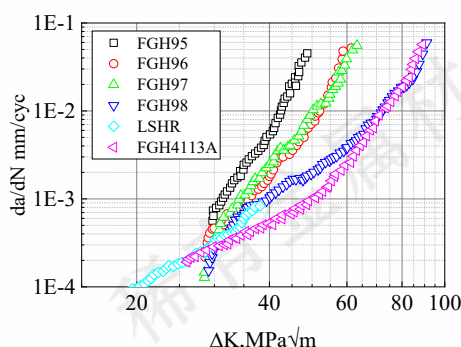


图 8 FGH4113A、LSHR 与 ME3 等合金 650°C 的裂纹扩展性能
Fig.8 650°C crack propagation performance of FGH4113A compared

with superalloys like LSHR, ME3

图 9 是 700°C 条件下 ITF 态的 FGH4113A 合金与 LSHR 以及 ME3 的裂纹扩展性能对比。当 $\Delta K = 25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时,三种合金的裂纹扩展曲线相交,裂纹扩展性能接近,当 $\Delta K > 25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时,FGH4113A 合金的裂纹扩展性能优于 LSHR,LSHR 合金的裂纹扩展性能优于 ME3,需要注意的是 ME3 的测试频率为 10Hz,应力比 $R=0.1$,FGH4113A 与 LSHR 的频率与应力比分别是 0.33Hz 和 $R=0.05$ 。应力比增大裂纹扩展速率增加,频率增高材料裂纹扩展速率降低的趋势^[41,42]。ME3 测试的应力比是 FGH4113A 与 LSHR 的 2 倍,频率是 FGH4113A 与 LSHR 的 30 倍,应力比相差 0.05 影响较小,主要为测试频率的影响,研究表明随测试频率降低裂纹扩展速率增大,可推断 10Hz 降低为 0.33Hz 频率测试条件下的 ME3 合金其裂纹扩展速率将增大,因此在 700°C 条件下 ITF 态 FGH4113A 合金的裂纹扩展性能应会稍优于 ME3。

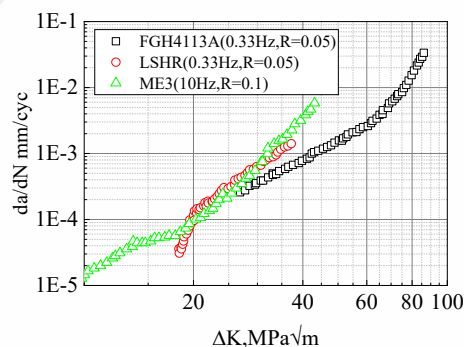


图 9 FGH4113A 与 LSHR、ME3 的 700°C 裂纹扩展性能
Fig.9 700°C crack propagation performance of FGH4113A compared with LSHR, ME3

2.5 裂纹扩展断口分析

图 10(a)、图 10(b)、图 10(c) 分别为 650°C 温度条件下 HIP 态、HEX 态及 ITF 态 FGH4113A 合金在 $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时的扩展位的裂纹扩展路径的 EBSD 的反极图(IPF)。图中晶粒与灰色或黑色区域交界的边界为裂纹扩展路径,可以看出合金断裂模式主要为穿晶断裂,并伴有少量的沿晶断裂。在 $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 应力强度因子下,FGH4113A 合金出于裂纹扩展第 2 阶段即稳定裂纹扩展阶段,表明 HIP 态、HEX 态及 ITF 态合金在 650°C 温度条件下,裂纹扩展稳定阶段的断裂模式主要为穿晶断裂。

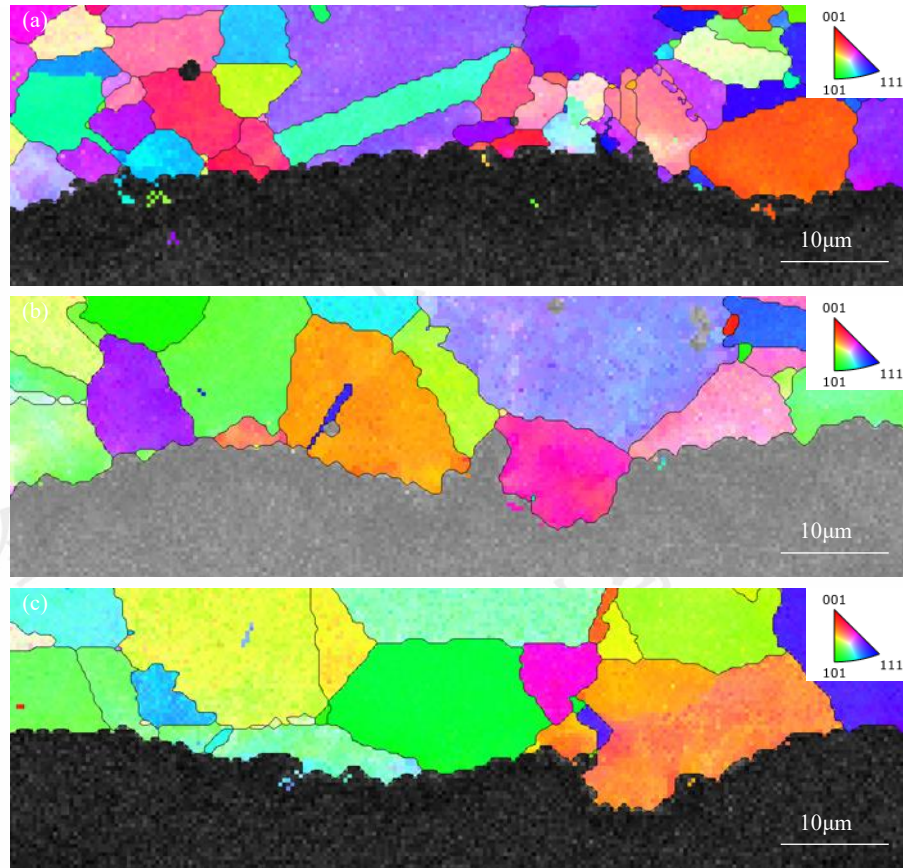


图 10 650℃温度 HIP 态、HEX 态及 ITF 态 FGH4113A 合金裂纹扩展的 EBSD 反极图 (a) HIP 态 (b) HEX 态; (c) ITF 态

Fig.10 EBSD Inverse Pole Figure images of crack propagation in FGH4113A alloy at 650℃ in HIP, HEX, and ITF states (a) HIP state; (b) HEX state; (c) ITF state

图 11 (a)、图 11 (e)分别为 650℃温度条件下 HIP 态及 ITF 态 FGH4113A 合金在 $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时裂纹扩展的断口形貌图, 图 11 (c)为 650℃温度条件下 HEX 态 FGH4113A 合金在 $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时裂纹扩展的断口形貌图, 图 11 (b)、图 11 (d)、图 11 (f)分别为 650℃温度条件下 HIP 态、HEX 态及 ITF 态 FGH4113A 合金在 $\Delta K=70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时裂纹扩展的断口形貌图, $\Delta K=40$ 或 $50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时, FGH4113A 合金的裂纹扩展均为第二阶段, 均有裂纹扩展稳定阶段的代表性, HEX 态 FGH4113A 合金在 $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时观察到了比较明显的疲劳辉纹。图 11 (b)、图 11 (d)与图 11 (f)可以看出, $\Delta K=70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时, HIP 态、HEX 态及 ITF 态 FGH4113A 合金的断口均出现较多平滑且直的小解理面, 在加速裂纹扩展阶段应力强度因子 ΔK 较大, 结合能较低的晶面易发生解理断裂, 图 11 (c)对应样品的裂纹扩展寿命为 10346 循环, 在 $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时的循环数约为 9430 循环, 可见裂纹扩展的第二阶段循环数远远高于第三阶段, 第三阶段仅占裂纹扩展寿命极小的一部分, 其 Paris 公式为:

$$\frac{da}{dN} = 2.09 \times 10^{-8} \Delta K^{2.928} \quad (4)$$

图 11 (c) 可以明显看见多条平行且间距均匀的疲劳辉纹, 经测量两辉纹之间的平均距离为 $1.58\mu\text{m}$, 辉纹是位错在裂纹尖端特定滑移系上发射、滑移并不可逆累积所造成的裂纹扩展增量^[43]。根据公式 4 可以计算出 HEX 态 FGH4113A 合金对应测试样品在 $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时的裂纹扩展速率为 $1.97\mu\text{m}/\text{cycle}$, 与测量值 $1.58\mu\text{m}$ 的相对误差约为 20%。应力强度因子的计算用到的参数较多, 各参数的测量均会引入误差到应力强度因子的计算结果, 考虑误差的存在, 可以计算在 $\Delta K=45\sim 55\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时的裂纹扩展速率范围为 $1.45\mu\text{m}\sim 2.61\mu\text{m}/\text{cycle}$, 而 $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时的疲劳辉纹间距应位于该范围, $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时疲劳辉纹间距实测间距为 $1.58\mu\text{m}$, 确实位于 $1.45\mu\text{m}\sim 2.61\mu\text{m}$ 之间, 由此可知疲劳辉纹间距确实代表了裂纹单个循环扩展的距离。图 11 (d)可以看到类似“海滩痕”的花纹, 纹路呈现弧形状, 每一条“海滩痕”可能代表了一个停止和重新开始的循环。

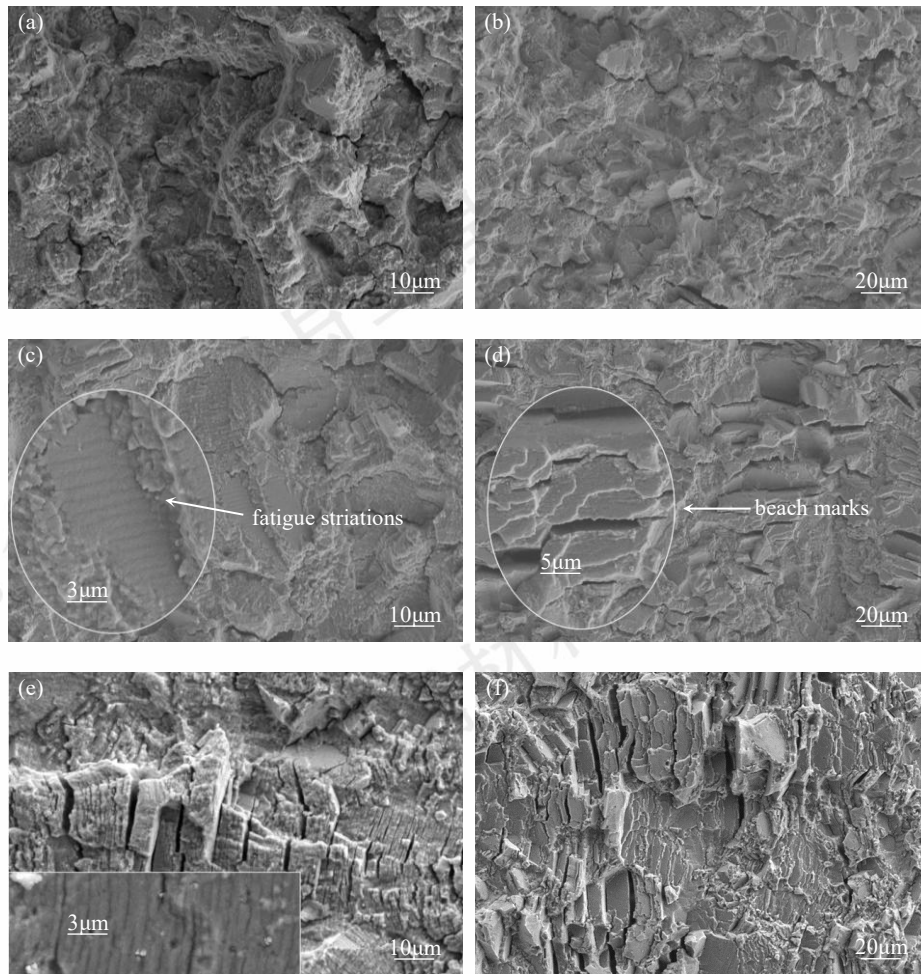


图 11 650℃温度 HIP 态、HEX 态及 ITF 态 FGH4113A 高温合金裂纹扩展的断口形貌

Fig 11 Fracture morphology of crack propagation in FGH4113A high-temperature alloy at HIP state, HEX state, and ITF state at 650℃

(a)HIP state $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (b) HIP state $\Delta K=70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (c) HEX state $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (d) HEX state $\Delta K=70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (e) ITF state $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (f) ITF state $\Delta K=70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

图 12 为 700℃温度条件下 ITF 态 FGH4113A 合金在 $\Delta K=30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}\sim 90\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时裂纹扩展的断口形貌图, 图 12 (a)、图 12 (b)、图 12 (c)、图 12 (d) 分别为 $\Delta K=30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 与 $\Delta K=60\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 的裂纹扩展断口形貌图, 图 12 (e)、图 12 (f) 与图 12 (g) 分别为 $\Delta K=70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $\Delta K=80\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 与 $\Delta K=90\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 的裂纹扩展断口形貌图。图 12 (c) 为 $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, 图 12 (a) 为 $\Delta K=30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, 图 12 (g) 为 $\Delta K=90\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 时裂纹扩展断口形貌图。图 12 (a)、图 12 (b)、图 12 (c) 中均观察到疲劳辉纹, 测量得平均辉纹间距分别为 $0.65\mu\text{m}$ 、 $1.24\mu\text{m}$ 、 $2.38\mu\text{m}$, 随 ΔK 值增大疲劳辉纹间距增大, $\Delta K>60\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 后断口形貌上未观察到疲劳辉纹, 表明疲劳辉纹已出现于 ΔK 值较低的裂纹扩展的稳定阶段, 图 12 (d)、图 12 (e)、图 12 (f) 与图 12 (g) 断口形貌显示出较多的解理面, 且随着 ΔK 增大解理面的面积逐渐增大, 材料解理断裂愈加

明显。

在较低 ΔK 区间 ($\Delta K<60\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$), 疲劳辉纹是裂纹尖端循环塑性变形的微观记录。在循环拉伸载荷下, 裂纹尖端作为应力集中源, 持续发射位错。这些位错在滑移面上运动并增殖, 其不可逆的累积滑移在裂纹尖端留下一个拉伸台阶, 导致裂纹塑性钝化^[44]。随后的载荷卸载, 促使裂纹表面局部接触并产生反向压应力, 导致裂纹尖端部分重新锐化, 成为下一个循环的位错发射源。因此, 每一条辉纹代表了一个完整的“位错发射-增殖-不可逆累积”的循环。测得的辉纹间距随 ΔK 增大而单调增加, 对应于单个循环内因驱动应力升高而导致裂纹尖端塑性区尺寸扩大、激活的滑移系增多以及位错累积量增大, 从而驱动裂纹尖端实现更大的裂纹扩展增量。

当 ΔK 增至 $60\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以上, 断口形貌从疲劳辉纹主导突变为解理面主导, 这标志着材料的主导失效机制发生了根本性转变, 从受控于位错循环滑移的累积损伤,

转变为由高应力驱动的不连续解理裂纹形核与扩展。在此高驱动力条件下，裂纹尖端的应力场强度已足以直接激发局部区域（如晶界、粗大 γ' 相或位错塞积群前端）的原子键发生集体断裂，其形核速率远超位错运动控制的塑性流变速率。此时，裂纹尖端前方通过位错快速滑移和剧烈塞积所产生的局部应力，可在远低于宏观屈服强度的条件下，迅速达到材料的局部解理强度，诱发微

米尺度的解理微裂纹瞬时形核。这些微裂纹随后与主裂纹迅速贯通，在断口上留下平滑的解理面。随着 ΔK 进一步增大，解理面面积的显著扩张印证了极高的机械驱动力已完全压制了时间依赖的循环塑性机制，使一次性达到临界解理条件的脆性断裂事件成为控制裂纹快速扩展的主导因素。

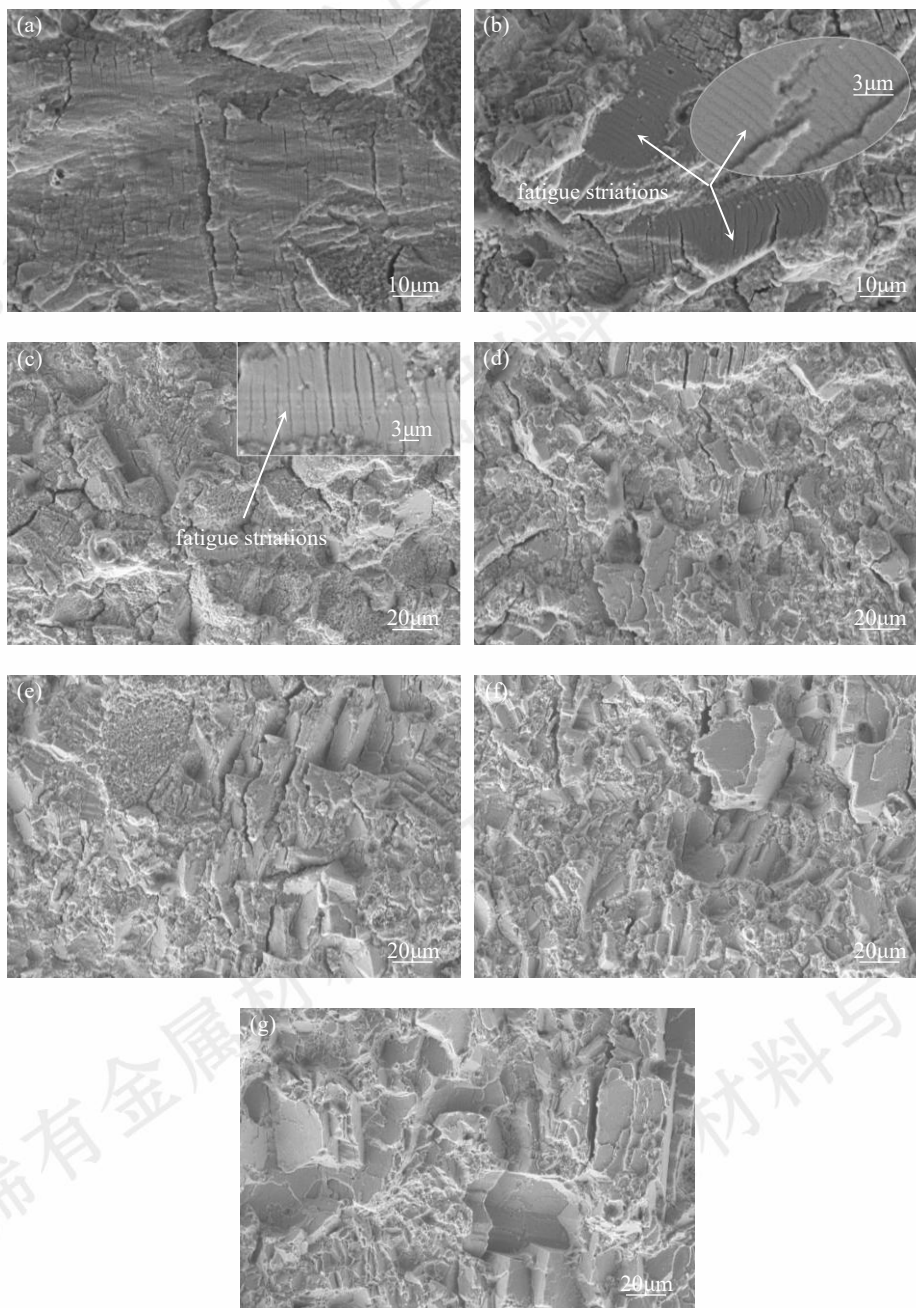


图 12 700℃温度 ITF 态 FGH4113A 高温合金不同 ΔK 的裂纹扩展断口形貌

Fig.12 Crack propagation fracture morphology of FGH4113A high-temperature alloy at 700℃ temperature in ITF state under different ΔK

(a) $\Delta K=30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (b) $\Delta K=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (c) $\Delta K=50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (d) $\Delta K=60\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (e) $\Delta K=70\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (f) $\Delta K=80\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; (g) $\Delta K=90\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

3 结论

(1) ITF 态材料的抗裂纹扩展能力最强，其次为 HEX 态，HIP 态最弱。HIP 态合金中存在较多 PPB 以及

晶界周围存在粗大的一次 γ' 相,容易应力集中萌生裂纹,因此HIP态最弱。得益于挤压与锻造制备工艺,HEX态与ITF态合金无PPB。HEX态与ITF态合金强化相 γ' 的尺寸与形态分布接近,其主要区别在于晶粒尺寸不同,ITF态合金晶粒尺寸明显大于HEX态,因此ITF态裂纹扩展速率更低。

(2) FGH4113A合金的裂纹扩展性能受温度与测试频率的影响,室温明显优于650℃、750℃的裂纹扩展性能,随温度升高合金裂纹扩展寿命降低。700℃温度条件下,合金0.33Hz的裂纹扩展速率高于20Hz的裂纹扩展速率,升高温度与降低测试频率合金裂纹扩展速率均增大。

(3) 650℃温度条件下,ITF态的FGH4113A高温合金表现出优异的裂纹扩展性能,超出FGH95、FGH96、FGH97、FGH98、LSHR的高温合金,700℃条件下达到了ME3与LSHR的水平,且在稳定扩展阶段具有优势。

(4) FGH4113A合金的裂纹扩展断口分析表明,疲劳辉纹已出现于 ΔK 值较低的裂纹扩展的稳定阶段,随 ΔK 值增大疲劳辉纹间距增大,合金两疲劳辉纹的间距为裂纹扩展单个循环扩展的裂纹长度,在快速裂纹扩展阶段,合金出现较多解理面,主要为解理断裂,且随着 ΔK 增大解理面的面积逐渐增大,解理断裂愈明显。

4 参考文献

参考文献 References

- [1] Hu Benfu (胡本芙), Tian Gaofeng (田高峰), Jia Chengchang (贾成厂), et al. *Journal of Aeronautical Materials* (航空材料学报) [J], 2007, 27(4): 80
- [2] Zou Jinwen (邹金文), Wang Wuxiang (汪武祥). *Journal of Aeronautical Materials* (航空材料学报) [J], 2006, 26(3): 244
- [3] Han Zhiyu (韩志宇), Zeng Guang (曾光), Liang Shujin (梁书锦), et al. *Materials China* (中国材料进展) [J], 2014, 33(12): 748
- [4] Zhang Yiwen (张义文), Liu Jiantao (刘建涛). *Materials China* (中国材料进展)[J], 2013,32(1): 1
- [5] Gao Y, Ritchie R, Kumar M, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2005, 36(12): 3325
- [6] Gabb T P, Gayda J et al. NASA, *Glenn Research Center*[R].Cleveland:TM-2005
- [7] Gabb T P, Telesman J, Kantzos P T, et al. NASA, *Glenn Research Center*[R].Cleveland:TM-2002
- [8] Yi S, Li Y, Mao J, et al. *Journal of Materials Research and Technology*[J], 2024, 33(6): 1286
- [9] 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
- [10] Yao Zhihao (姚志浩), Dong Jianxin (董建新), Zhang Maicang (张麦仓), et al. *Journal of Mechanical Engineering* (机械工程学报) [J], 2013, 49(20): 158
- [11] Yang Jian (杨健), Dong Jianxin (董建新), Zhang Maicang (张麦仓), et al. *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报), 2013, 49(1): 71
- [12] Cao L, Chen Y, Sun Y, et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2024, 890(1): 145871
- [13] Kirchmayer A, Hausmann D, Gabel S, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2024, 55(3): 803
- [14] Choe S J, Golwalker S V, Duquette D J, et al. *Superalloys 1984*[C]. USA-PA: TMS,1984:309
- [15] Zhang L, Wang Y, Yu Z, et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2024, 186(9): 803
- [16] Zhang Lu, Wang YuZhuo, Yu Zhiwei, et al. *The International Conference on Computational & Experimental Engineering and Sciences*[C].Singapore: Tech Science Press,2024:30(3)
- [17] Zeng Q (曾琦), Ni H H (倪浩涵), Liu W (刘伟), et al. *Materials Reports* (材料导报) [J], 2025, 39(8):24040055
- [18] Liu Y, Liu Y, Zhang L, et al. *Materials Science and Engineering: A* [J] 2024, 915(12): 147226
- [19] Wang Zhaoan, Pan Kai, Chen Yonghui, et al. *Journal of Aeronautical Materials*[J], 2025, 45(2):110
- [20] Yang R, Lu S, Wang Q, et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2025, 193(3):108794.
- [21] Xiao Lairong (肖来荣), Peng Zhenwu (彭振武), Cai Zhenyang (蔡圳阳), et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2023, 52(3): 1015
- [22] Li Leyu (李乐宇), Tian Fuzheng (田福政), Li Zhen (李振), et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2024, 53(7): 1874
- [23] Long Anping (龙安平), Xiong Jiangying (熊江英), Zhang Gaoxiang (张高翔), et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J] 2024, 53(4): 1042
- [24] Wang Liang (王亮), Liu Shuai (刘帅), Chen Xin (陈新), et al. *Failure Analysis and Prevention* (失效分析与预防)[J], 2024, 19(6): 445
- [25] Cheng Junyi (程俊义), Zhu Lihua (朱立华), Xiao Lei (肖磊), et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2022, 51(4): 1478
- [26] Yang Jinlong (杨金龙), Long Anping (龙安平), Xiong Jiangying (熊江英), et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2022, 51(3): 1031
- [27] Paris P, Erdogan F. *Transactions of the ASME* [J], 1963, 85(12): 528
- [28] Chen Mingwei (陈明伟), Lin Dongliang (林栋梁), Liang Wei (梁

- 伟). *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报) [J], 1994, 25(7): 1107
- [29] Bormann F, Peerlings R H J, Geers M G D. *European Journal of Mechanics - A/Solids*[J], 2019, 78(6): 103842
- [30] Szajewski B A, Crone J C, Jaroslaw K. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2023, 54(6): 2178
- [31] Yin Y, Lu S, Wang L, et al. *Chemical Physics Letters*[J], 2025, 861(2): 141837
- [32] Bain K R, Gambone M L, Hyzak J M, et al. *Superalloys 1988*[C]. USA-PA: TMS,1988:13
- [33] Zhang Ying (张莹), Zhang Yiwen (张义文), Sun Zhikun (孙志坤), et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2019, 48(10): 3282
- [34] Higashi M, Kanno N. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2021, 52(1): 181
- [35] Qin Z, Li Q, Wang G, et al. *Materials*[J], 2023, 16(13): 4664
- [36] Wang M, Du J, Deng Q, et al. *Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloy 718 & Derivatives: Energy, Aerospace, and Industrial Applications*[C]. Cham:TMS,2018:817
- [37] Yin D, Liu H, Chen Y, et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2016, 84(3): 9
- [38] Sun G, Lei M, Liu S, et al. *Computational Materials Science*[J], 2024, 233(1): 112720
- [39] Starink M J, Reed P A S. *Materials Science & Engineering A*[J], 2008, 491(1/2): 279
- [40] Hafez H, S M, Eggeler G, et al. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(10): 3709
- [41] Musuva J, Radon J. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*[J], 1979, 1(4): 457
- [42] Ye S, Gong J-G, Zhang X-C, et al. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)* [J], 2017, 30(3): 809
- [43] Koyama M, Noguchi H, Tsuzaki K. *The Plaston Concept*[M]. Cham: Springer Nature,2022:213.
- [44] Levkovitch V, Sievert R, Svendsen B. *International Journal of Fracture*[J], 2005, 136(1): 207

Crack Propagation Properties of FGH4113A Powder High-Temperature Alloy

Zhang Gaoxiang^{1,2}, Long Anping^{1,2}, Yin Chao², Xiong Jiangying^{1,2}, Xiao Lei², Liu Yong¹

(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 crack propagation performance of the independently developed 3rd generation powder high-temperature alloy FGH4113A was studied, including the effects of preparation process, temperature, and frequency on crack propagation performance, and a comparison was made with similar high-temperature alloys internationally. The preparation process involved a combination of Hot Isostatic Pressing (HIP), Hot Extrusion (HEX), Isothermal Forging (ITF), and Heat Treatment (HT). Test temperatures included room temperature, 650 °C, and 700 °C, with test frequencies of 0.33Hz and 20Hz, analyzing the impact of frequency on the alloy's high-temperature crack propagation performance. The comparison included similar alloy grades such as FGH95, FGH96, FGH97, FGH98, ME3, and LSHR. The results show that ppb and coarse primary γ' phase around the grain boundary are unfavorable factors for the crack growth performance of the alloy, and increasing the grain size of the alloy is beneficial to reducing the crack growth rate. Extrusion and forging process can effectively eliminate PPB, thereby enhancing the alloy's crack propagation resistance. The crack growth rate at room temperature is much lower than that at 650 °C and 750 °C, and the crack growth rate at 0.33hz test frequency is significantly higher than that at 20Hz. Increasing the temperature and decreasing the test frequency will increase the crack growth rate of the alloy. In the stable crack propagation stage, the ITF state FGH4113A alloy exceed FGH98, LSHR and ME3 alloys, and reach the advanced level of the 3rd Powder Superalloy.

Key words: Nickel-based powder high-temperature alloy; Crack propagation rate; Isothermal forging; Stress intensity factor

Corresponding author: Liu Yong, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China, Tel: 0731-88830895, E-mail: yonliu@csu.edu.cn