# Ni 基高温合金 Al-Si 涂层脆- 塑性转变温度 及其疲劳行为研究

## 张德堂

### (北京航空材料研究院第4研究室,北京,100095)

## INVESTIGATION ON THE BRITTLE-DUCTILITY TRANSFORMATION TEMPERATURE AND FATIGUE BEHAVIOR OF AI-SI COATING FOR NICKEL-BASE SUPERALLOY

#### Zhang Detang

(Fourth Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing, 100095)

摘 要 利用高温金相显微镜改进加载装置,在动态下测定了 Al-Si 高温涂层的脆-塑性转变 温度及其影响因素。研究结果表明, Al-Si 涂层的脆-塑性转变温度随着 Al, Si 浓度的减少而降 低,通过热处理的方法使涂层的 Al, Si 浓度降低,可有效地降低涂层的显微硬度和脆-塑性转 变温度。另处,还系统研究了涂层与基体在不同温度下断裂失效的模式及其机制。

关键词 Al-Si涂层 Ni 基高温合金 脆- 塑性转变 疲劳行为

中图分类号 TG132.3

Abstract High temperature microscope with loading equipment has been used and the brittleductility transformation temperature of Al-Si coating has been measured. Research results show that brittle-ductility transformation temperature of Al-Si coating decreases with decreasing of Al and Si contents. Al and Si contents can be decreased by heat treatment which induces obviously a decrease of microhardness and brittle-ductility transformation temperature of coating. The fracture mode and mechanism for both nickel-base superalloy and coating at different temperatures have been investigated in this paper.

Key words Al-Si coating, nickel-base superalloy, brittle-ductility transformation temperature, fatigue behaviors

在高温下长期使用的高温合金, 经常采用表面涂层的方法提高材料的抗腐蚀能力。表面涂层是涂在基体合金表面的材料, 要求在物理性能和机械性能与基体合金具有较好的匹配性。据文献报道<sup>[1~3]</sup>, 涂有脆-塑性转变温度为 816 左右渗 Al 涂层的变形多晶 Unimet 700 合金疲劳性能试验结果表明, 该合金经涂层后在 760 以下的疲劳强度下降了 20%, 而在脆-塑性转变温度以上, 由于涂层本身塑性明显提高, 消除了涂层早期脆裂问题, 同时防止了试样表面产生早期晶间开裂的现象, 改善了材料的疲劳性能。

1 材料与涂层

本研究采用的 ASL-5 涂层,为水溶性扩散型料桨 Al-Si 涂层,其处理工艺将固渗与料 桨两种工艺的优点融为一体。研究用材料为定向凝固镍基高温合金。共选用 3 种不同 Al-Si 浓度的涂层,其处理工艺成分示于表 1。

| 涂层                 | ᇱᅖᅮᆓ                     | 涂层细细                                   |                       | 涂层的成分/wt% |      |           |      |     |     |      | 出旦/0/ |        |
|--------------------|--------------------------|--|-----------------------|-----------|------|-----------|------|-----|-----|------|-------|--------|
| 赤层                 | 处理工乙                     |  | 冰层组织                  | Ni        | Cr   | Al        | Тi   | W   | Mo  | Co   | Si    | 心里/ 70 |
| Al                 | 900 /1.5h 渗+<br>1000 /2h |  | BNiAl, C, G,          | 60.43.4   | 2.4  | . 4 31. 1 | 0. 2 | 1.3 | 1.2 | 5.1  |       | 102 7  |
|                    |                          | MC, M <sub>6</sub> C                   | M C, M <sub>6</sub> C |           | 3.4  |           |      |     |     |      |       | 102. / |
|                    |                          | 内层<br>MC, M <sub>6</sub> C             | BNiAl, C, G,          | 58.8      | 5.4  | 27.9      | 0.8  | 1.8 | 1.8 | 5.3  |       | 100_0  |
|                    |                          |  | M C, M <sub>6</sub> C |           |      |           |      |     |     |      |       | 100. 0 |
| Al-Si<br>(ASL-5)   | 900 渗+<br>870 / 32h      | 外层<br>BNiAl, C,<br>MC, M6 <sup>6</sup> | BNiAl, C, G,          | 65. 2     | 3.8  | 18.2      | 0. 7 | 1.5 | 0.9 | 4.5  | 2.5   | 97. 3  |
|                    |                          |  | M C, M <sub>6</sub> C |           |      |           |      |     |     |      |       |        |
|                    |                          | 内层<br>MC                               | BNiAl, C, G,          | 63.1      | 6.5  | 16.6      | 1.0  | 2.0 | 2.7 | 5.2  | 3.1   | 100. 2 |
|                    |                          |  | M C, M <sub>6</sub> C |           |      |           |      |     |     |      |       |        |
| Al-Si<br>(ASL-5-1) | 900 渗+                   | 外层<br>BNiAl, C, G,<br>MC               | BNiAl, C, G,          | 68.3      | 6. 2 | 15.1      | 0.5  | 1.5 | 0.7 | 5.5  | 1.9   | 99. 7  |
|                    | 870/ 32h+                |  | MC                    |           |      |           |      |     |     |      |       |        |
|                    |                          | ње                                     | BNiAl, C, G,          |           | 6 6  | 14 6      | 0 0  | 2 4 | 1 2 | - 7  | 2 2   | 00 (   |
|                    | 1030 / 2h                | 內层                                     | MC                    | 00. 0     | 0.0  | 14. 0     | 0.8  | 2.4 | 1.3 | 3. / | 2. Z  | 99.0   |

表1 涂层的成分和处理工艺

## 2 脆- 塑性转变温度的测量

涂层的组织结构主要为 BNiAl 相, 属于 BCC 结构的金属间化合物, 具有在低温下以脆 性方式断裂, 而在较高温度下变成以塑性方式断裂的特征。由脆性向塑性转变的温度取决于 涂层的成分、组织结构及热处理工艺。至今, 国内外介绍测定涂层脆-塑性转变温度的方式 极少。文献[4]介绍了 Pt-Al 涂层的脆-塑性转变温度的测量方法, 采用声发射监视裂纹的 方法测量涂层的脆-塑性转变温度。但由于声发射方法不能判断裂纹产生的部位, 故此方法 无法真实地反映各个温度区域涂层的断裂行为。

根据涂层的力学性质随温度变化的特点,采用了在不同温度下观察涂层由伸长到断裂 动态行为的方法测量涂层的脆-塑性转变温度。对高温金相显微镜拉伸装置的加载方式进 行改装,使其以一定的加载速率均匀连续加载,确保试样在缓慢连续加载的过程中产生均匀 的变形。拉伸试样为板材试样,试样均匀涂层后,将其表面进行仔细地磨制和磨光。

在试验过程中,先将试样加热至某一温度保温 30min,然后开始以 2.94N/min 的加载 速度对试样进行连续加载,同时利用 0.01mm 的引伸计测量试样的伸长量。边拉伸边观察, 直至观察到涂层开始产生裂纹为止,以此时的伸长量,通过下列公式可计算出涂层在该温度 下的最大应变量 E

 $E= (\$L/L) \times 100\%$ 

式中: \$L为每一根试样涂层最早产生裂纹时的 伸长量; L为试样原始的有效长度加上加热至 试验温度时热膨胀的长度。

3 结果与讨论

ASL-5 Al-Si 涂 层 的 脆 塑 转 变 温 度 (BDTT)和涂层显微硬度随温度的变化曲线示 于图 1。

通常将曲线分为 3 个区域。第 1 个区域从 室温至 550 ,涂层早期产生脆裂,如图 2(a)所 示。第 2 个区域从 550~670 ,由于此温度范 © 1994-2010 China Academic Journal Electro



图 1 ASL-5 涂层脆- 塑性转变温度与

显微硬度的变化关系 blishing House. All rights reserved.

632

围涂层的显微硬度值与合金基体接近,因此涂 层与基体均有裂纹产生,如图 2(b)所示。第3 个区域(即 670 以上)的断裂特征发生了根本 的变化,裂纹优先始于基体内的枝晶间、疏松孔 洞或碳化物,而涂层不产生裂纹,如图 2(c)所 示。在这个区域里,由于涂层的塑性远远超过了 合金基体的塑性,随着变形量的增加,当基体开 始产生显微裂纹时,涂层仍具有良好的塑性变 形能力,变形量继续增加,裂纹不断地连接并渐 渐向涂层表面扩展,最后导致断裂。





图 2 涂层的断裂行为光学金相图 (a) 室温;(b)600 ;(c) 700

3 种涂层的脆-塑性转变曲线示于图 3。 15 从表 2 可以看出, A I-Si 涂层的显微硬度随 AI, Si 浓度的下降而降低, 即涂层的 BDTT 随 着涂层显微硬度的降低而降低。由此表明, 涂层 的显微硬度可与涂层的脆-塑性转变温度建立 定性关系, 为估计涂层的脆-塑性转变温度提 (4) 0 (4) 0 (5)

测量结果表明: Al-Si 涂层具有一个明显的 特点, 即外层显微硬度明显的低于内层, 其原因





主要是由于涂层在热处理过程中 Si 向内层扩散, 少量 Si 溶于 BNiAl 相, 部分 Si 形成富 Si 的第 2 相质点(G 相)弥散分布于 BNiAl 相基体之中, 还有一部分 Si 溶于 C相和以固溶状 态的形式溶解在 M<sub>6</sub>C 碳化物相中, 导致内层的显微硬度有所提高。

疲劳试验结果表明,降低涂层的显微硬度和脆-塑性转变温度,可改善材料的使用寿命,因为 BDTT 较低的涂层,在材料使用的温度范围内具有良好的塑性变形能力,其力学性质与材料基体保持相应的匹配性,可防止涂层过早的产生裂纹,试验结果见表 3。

633

|                | 成分 | '/ wt% |     | 显微  | BDT T/ |     |  |
|----------------|----|--------|-----|-----|--------|-----|--|
|                | 位置 | Al     | S   | HV/ |        |     |  |
| Al-Si(ASL-5)   | 外层 | 18.2   | 2.5 | 外层  | 6340   | 700 |  |
|                | 内层 | 16.6   | 3.1 | 内层  | 7900   | 700 |  |
| Al-Si(ASL-5-1) | 外层 | 15.1   | 1.9 | 外层  | 5680   | 650 |  |
|                | 内层 | 14.6   | 2.2 | 内层  | 7130   |     |  |

表 2 涂层成分显微硬度与 BDTT 的关系

表 3 疲劳试验结果

| 涂层      | 在 104 周次下 | 观察涂层裂纹 | 疲劳寿命/ 周次 |                          |  |  |
|---------|-----------|--------|----------|--------------------------|--|--|
| ASL-5   |           |        |          | 9. 612 × 10 <sup>5</sup> |  |  |
|         | 室温        | 有      | 室温       | 1. 383 × 10 <sup>5</sup> |  |  |
|         |           |        |          | 3. 424 × 10 <sup>5</sup> |  |  |
|         | 750       |        |          | 7. 847 × 10 <sup>6</sup> |  |  |
|         |           | 无      | 750      | 2. 107 × $10^6$          |  |  |
|         |           |        |          | 1. 973 × 10 <sup>6</sup> |  |  |
| ASL-5-1 |           |        |          | 1. 909 × 10 <sup>5</sup> |  |  |
|         | 室温        | 有      | 室温       | 1. 567 × 10 <sup>5</sup> |  |  |
|         |           |        |          | 1. 671 × 10 <sup>5</sup> |  |  |
|         | 700       |        |          | 2. 235 × $10^6$          |  |  |
|         |           | 无      | 700      | 2. 025 × $10^6$          |  |  |
|         |           |        |          | 2.083 × $10^6$           |  |  |

试验结果表明:带有涂层的疲劳试样,在低于 BDTT 温度下进行疲劳试验时,涂层产生 早期裂纹(裂纹深度为涂层的厚度),随后试样便带着裂纹进行试验,随着循环周次的增加, 裂纹不断扩展。从垂直于断口的平面可明显地看出,疲劳裂纹从涂层表面快速形成,裂纹在 涂层-基体交界处终止,随着循环周次的不断增加,裂纹沿着合金基体的滑移带向基体内部 扩展,此滑移面的取向大致与正应力呈 45 角,裂纹沿着最大切应力方向的滑移面扩展,如 图 4(a)所示。对试样断口表面观察结果表明,裂纹沿着一定的结晶学方向传播,如图 4(b)所示。



图 4 T < BDT T 时疲劳断裂特征 © 1994-2010 China Academ (a) 我常命属相图; of h) 扫描电镜图g House. All rights reserved. http:// 为了研究涂层-基体之间的断裂关系,对反复弯曲的板材疲劳试样进行了跟踪观察试验,其结果示于图 5。在 T < BDTT 时,涂层呈现出脆性断裂行为,当 N 4.8×10<sup>4</sup> 时,涂层 以极快的速度产生裂纹,此裂纹在涂层-基体交界面处终止(见图 5 中 T < BDTT 曲线 a 点),此裂纹在一段时间内不扩展,当 N 1×10<sup>5</sup> 时,裂纹开始沿着基体的滑移带渐渐向基体内部扩展,最后导致断裂。

在 T> BDTT 时,涂层的强度极限随着温度的升高而降低,当 N 6.7×10<sup>5</sup> 时,由于涂 层的强度极限明显地低于基体,发现在涂层表面的薄弱之处优先产生裂纹(如缺陷或凸凹不 平等处),但远不如在 T< BDTT 时所产生的裂纹明显,如图 5 中 T> BDTT 曲线 a 点所示, 此裂纹保持相当一段时间不扩展。随着循环周次的不断增加,在合金基体内的枝晶间、显微 疏松或碳化物处优先产生裂纹,直至 N> 1×10<sup>6</sup> 时,枝晶间的裂纹开始互相连接并扩展,由 基体内部渐渐地向涂层表面扩展直至最后断裂。



参考文献

- 1 Well C H, Sullivan C P. Low-cycle fatigue of u dimet 700 at 1700F. ASM Trans, 1968, 61: 149 ~ 155.
- 2 Goward G O W. Current research on the surface protection of superalloys for gas turbine engines. J Metals, 1970, 10: 38.
- 3 Holems D R, Rahmel A. Materials and Coating to resist high temperature corrosion. Applied Science Publishers, Ltd, 1978. 233 ~ 236.
- 4 David J V. Determination of the ductile to brittle transition temperature of platinum-aluminide gas turbine blade coating: [dissertation]. Monterey, Californaia: Naval Postgraduate School, 1985. 28 ~ 32.
- 5 Paskiet G F, Boon D H, Sullivan C P. The effect of aluminide coating on high-cycle fatigue behavior in nickel-base superalloy. J Inst Metal, 1972, 100(2): 58.