

doi: 10.11933/j.issn.1007-9289.20210516001

中温时效对喷丸单晶合金组织与疲劳性能的影响*

王欣^{1,2} 许春玲^{1,2} 胡轶嵩³ 马世成^{1,2} 汤智慧^{1,2}

(1. 中国航发北京航空材料研究院表面工程研究所 北京 100095;

2. 中国航发北京航空材料研究院航空材料先进腐蚀与防护航空重点实验室 北京 100095;

3. 中国航发沈阳发动机研究所制造技术中心 沈阳 110015)

摘要: 单晶合金零件喷丸后的工序里存在中温时效过程, 将对喷丸表层组织和性能产生影响。采用扫描电镜、截面硬度梯度等方法研究一种中温时效方法对 DD5 单晶合金组织状态的影响, 对比原始、喷丸和喷丸+中温时效后单晶合金旋转弯曲疲劳性能。结果表明, 喷丸使得 DD5 单晶合金的立方化组织发生剧烈形变, 中温时效后剧烈形变组织发生一定的回复, 但仍保留了喷丸形变组织特征, 原先喷丸硬化层深度由喷丸状态的 270 μm 减小到 180 μm , 表面硬度略上升 3.9%。喷丸+中温时效后, 相比磨削状态 DD5 单晶缺口旋弯试样 500 MPa / 650 $^{\circ}\text{C}$ 中值疲劳寿命估计量提高 8.29 倍, 最短寿命 (3.58×10^5 周次) 高于原始试样的最长寿命 (2.84×10^5 周次), 仍然实现强化, 但疲劳寿命分散度增大, 同时喷丸+中温时效后试样疲劳极限较磨削提高 11.2%。

关键词: 单晶合金; 喷丸; 中温时效; 疲劳性能

中图分类号: TG668; TG132

Effects of Medium Temperature Aging on Microstructure and Fatigue Property of Shot Peened Single Crystal Superalloy

WANG Xin^{1,2} XU Chunling^{1,2} HU Yisong³ MA Shicheng^{1,2} TANG Zhihui^{1,2}

(1. Surface Engineering Institution, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

2. Aviation Key Laboratory of Advanced Corrosion and Protection on Aviation Materials, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

3. Manufacturing Technology Center, AECC Shenyang Engine Research Institute, Shenyang 110015, China)

Abstract: There is a medium temperature aging process after shot peening of single crystal superalloy parts, which may have an impact on the surface structure and performance of shot peening. The effects of a medium-temperature aging on the microstructure of DD5 single crystal superalloy are investigated by scanning electron microscopy and cross-sectional hardness gradient, and the rotating bending fatigue properties are compared with the original, shot peened and shot peened+medium-temperature aging. The results show that the cubic structure of the DD5 single crystal superalloy severely deformed by shot peening, while the deformed structure recovered to a certain extent by the medium-temperature aging. However, the characteristics of the shot peening deformed structure still retains, making the original shot peening hardened layer depth reduce from 270 μm to 180 μm and the surface hardness increased slightly by 3.9%. After shot peening+medium-temperature aging, the estimated fatigue life of 500 MPa / 650 $^{\circ}\text{C}$ median fatigue life of grinded DD5 single crystal notched specimen is increased by 8.29 times, and the shortest life (3.58×10^5 cycles) is higher than the longest life of the original specimen (2.84×10^5 cycles), indicating that the strengthening is still achieved, but the fatigue life dispersion is increased. Moreover, the fatigue limit of the sample after shot peening+medium temperature aging is increased by 11.2% compared with grinding.

Keywords: single crystal superalloy; shot peening; medium-temperature aging; fatigue property

* 国家科技重大专项资助项目 (J2019-VII-0015-0155)。

Fund: Supported by National Science and Technology Major Project (J2019-VII-0015-0155).

20210516 收到初稿, 20211218 收到修改稿

0 前言

铸造单晶高温合金是先进航空发动机涡轮转子叶片的主要材料^[1-2]。由于转子叶片存在明确的抗疲劳需求,赛峰^[3-4]、西屋电气^[5]等企业制造的叶片局部区域采用了基于再结晶控制的喷丸形变强化技术。在单晶叶片吹砂或喷丸后的工序里存在中温时效过程,而热过程对喷丸、吹砂后的形变组织影响成为部分单晶合金工艺研究单位的关注点。当热时效温度足够高时,许多研究关注表面强化在单晶合金表面引入的塑性形变在温度驱动下演化甚至再结晶的问题。熊继春等^[6]在吹砂形变后进行标准热处理(最高温度 1 315 °C),发现单晶合金发生再结晶,并析出 M_6C 碳化物。ZHANG 等^[7-8]采用喷丸后进行标准热处理(最高温度为 1 300 °C)形成再结晶层,发现蠕变性能随再结晶层深度增加而显著降低。

上述研究主要关注表层形变后单晶合金经过高温条件(高于 1 200 °C)热处理后的组织和蠕变性能。然而除蠕变外,疲劳同样是单晶合金叶片失效的重要模式之一^[9-10],目前形变强化后的单晶疲劳性能研究并不少^[11-12],但形变强化后进行中温(低于 600 °C)条件时效后的组织和疲劳性能研究相对

较少,且存在工程客观需求。因此,本文对比研究原始磨削、磨削+喷丸和磨削+喷丸+中温时效状态下单晶合金的表层组织、硬度、单点疲劳性能和疲劳 S-N 曲线,讨论中温时效对喷丸单晶合金表层组织和疲劳性能的影响机制,为单晶合金零件的工艺应用和性能研究提供技术基础。

1 试验准备

1.1 材料准备

本文材料为铸造镍基单晶高温合金 DD5(简 DD5 单晶),生长方向为[001],经过标准热处理,其热处理方法如文献[13]所示。典型化学成分(质量分数/wt.%)为 7.6Co、6.9Cr、6.5Ta、6.0Al、5.0W、1.5Mo、3.0Re、0.1Hf,余量为 Ni。

在 DD5 单晶铸棒上取样,制备缺口旋转弯曲疲劳试样,用于疲劳性能对比,如图 1 所示。圆柱形试样的轴向与单晶生长方向差别小于 5°。试样的 R0.75 部位采用螺纹磨削方法,最后一道进刀量小于 0.05 mm,该状态称为磨削态。同时,在铸棒上取样,加工 7 mm×7 mm×15 mm 的长方体试样,主要用于表层性能表征。试样 15 mm 长边与单晶生长方向差别小于 5°。六面经过平磨,最后一道进刀量同样小于 0.05 mm。

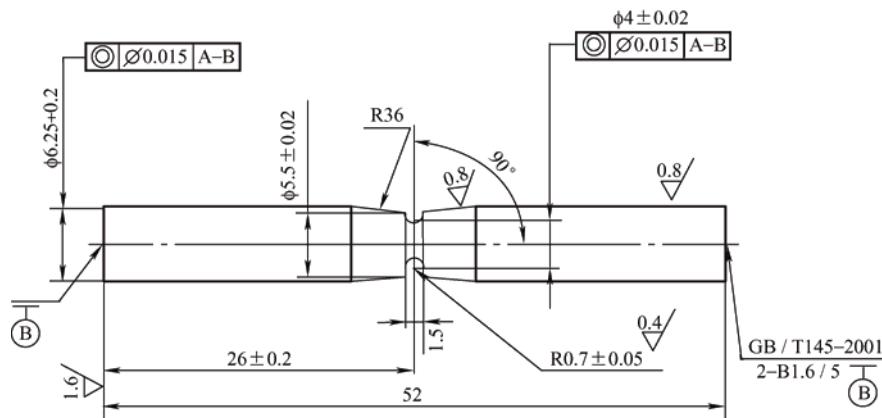


图 1 缺口旋转弯曲疲劳试样

Fig. 1 Notched rotating-bending fatigue sample

1.2 工艺实施

喷丸过程符合 HB/Z 26—2021,采用 AZB425 陶瓷弹丸,名义直径为 0.425 mm,喷丸强度为 0.20 ~ 0.40 mmA,控制喷丸时间使得覆盖率在 200%~400%,即首先测定获得达到 100%覆盖率时间为 t ,则实际喷丸时间为 $2\sim 4t$,弹丸入射方向与 DD5 单晶[001]方向垂直。磨削试样经过喷丸后称为喷丸态。

热时效制度为 500 °C / 30 min + 600 °C / 60 min,在真空炉完成,处理过程的炉内气压小于 3 MPa,最终炉冷至室温。磨削试样直接经过热时效称为磨削热时效态;喷丸试样经过热时效称为喷丸热时效态。

1.3 表层性能表征及疲劳测试

采用 JEOL JSM-7500F 场发射扫描电子显微镜,观察经过腐蚀后的表层组织。采用 FM-700 数控显微硬度计,表征样品的截面显微硬度梯度,第一个

测试点距表面 30 μm ，之后每隔 30 μm 测试一点，获得测试点距表面位置和硬度曲线，即为硬度梯度曲线。

采用旋转弯曲疲劳试验机，表征 650 $^{\circ}\text{C}$ / 500 MPa 条件下每个状态各 5 件以上试样的疲劳寿命，测试过程符合标准 HB 5153—1996，疲劳寿命统计分析采用 HB / Z112—1986。之后，采用每状态不少于 20 件试样进行旋转弯曲疲劳 S-N 曲线的测试，对比获得磨削、喷丸和喷丸热时效状态疲劳寿命随应力的变化趋势。

2 结果与讨论

2.1 表层组织

图 2 为磨削、喷丸、喷丸热时效态和磨削热时效态组织特征。由图 2 可知：① 磨削态表面 1~2 μm 深度能观察到磨削导致、从左向右的表面形变，更深区域基本保持单晶合金 γ 和 γ' 相的立方化结构；② 喷丸态表面能观察到显著的形变形态，观察不到 γ 和 γ' 相的立方化结构，两相沿着斜 45 $^{\circ}$ 被显著拉长，

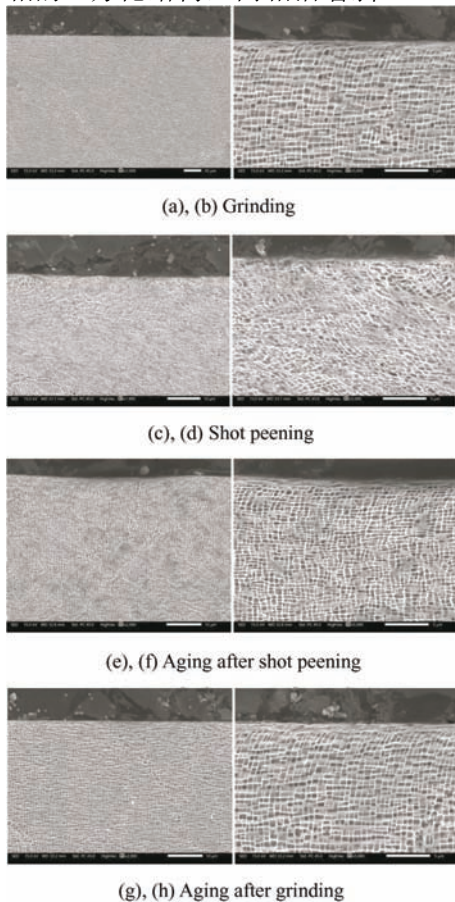


图 2 磨削、喷丸、喷丸热时效和磨削热时效表层组织
Fig. 2 Surface structure of grinding, shot peening, aging after shot peening and aging after grinding statuses

形变影响层深度大于 200 μm ；③ 喷丸热时效态中，观察到喷丸形变组织由于热过程发生一定的回复，能够观察到变形后的 γ 和 γ' 相，也能够观察到两侧斜 45 $^{\circ}$ 的“线型”组织，根据文献[12]透射电镜的研究结果，该线型组织应为形变滑移后产生的孪晶簇；④ 磨削热时效组织与磨削态组织一致。考虑到本研究的热时效温度（600 $^{\circ}\text{C}$ ）明显低于 DD5 单晶完全热处理的热时效温度（870 $^{\circ}\text{C}$ ），后续不再对比研究磨削热时效组织。

2.2 表层硬度梯度

图 3 为磨削、喷丸和喷丸热时效态表层硬度梯度曲线。

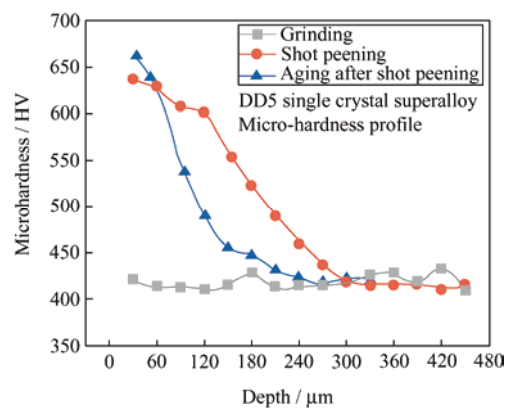


图 3 磨削、喷丸和喷丸热时效表层硬度梯度

Fig. 3 Surface hardness profile of grinding, shot peening and aging after shot peening

由硬度梯度曲线可知：① DD5 单晶基体显微硬度为 400~430 HV；② 喷丸态 DD5 单晶表面显微硬度为 637 HV，与基体相比提高 222 HV，提升幅度为 53.5%；③ 喷丸热时效态 DD5 单晶表面显微硬度为 662 HV，与基体相比提高 247 HV，提升幅度为 59.5%，较喷丸态也略有提高；④ 喷丸态 DD5 单晶硬化层深度为 270 μm ，喷丸热时效态 DD5 单晶硬化层深度为 180 μm ，较喷丸深度有明显降低。

2.3 疲劳寿命

表 1 为磨削、喷丸和喷丸热时效态 650 $^{\circ}\text{C}$ / 500 MPa 的旋转弯曲疲劳寿命对比。

观察表 1 可知：① 喷丸态的中值疲劳寿命估计量 (1.08×10^6 周次) 较磨削态 (1.69×10^5 周次) 提高 5.36 倍，分散度由 0.15 下降至 0.13；② 喷丸热时效后，中值疲劳寿命估计量 (1.58×10^6 周次) 较磨削态和喷丸态均有所提高，较磨削增益 8.29 倍，较喷丸增益 46.0%；③ 磨削态最长疲劳寿命 (2.84×10^5 周次) 仍然低于喷丸热时效态最短疲劳寿命 ($3.58 \times$

10⁵ 周次); ④ 经过喷丸热时效后, 分散度较磨削 态和喷丸态增大。

表 1 磨削、喷丸和喷丸热时效 650 °C / 500 MPa 旋弯疲劳寿命

Table 1 Rotating-bending fatigue lives of grinding, shot peening and aging after shot peening under 650 °C / 500 MPa

No.	Statue	Fatigue life / 10 ⁵	Logarithmic fatigue life	Median fatigue life	Median fatigue life estimation / 10 ⁵	Gain	Standard deviation
AR-1	Grinding	2.84	5.45	5.23	1.69	-	0.15
AR-2		1.24	5.09				
AR-3		1.38	5.14				
AR-4		2.11	5.32				
AR-5		1.36	5.13				
SP-1	Shot peening	9.33	5.97	6.03	10.78	5.36	0.13
SP-2		13.90	6.14				
SP-3		11.00	6.04				
SP-4		14.60	6.16				
SP-5		6.99	5.84				
SPHT-1	Aging after shot peening	88.60	6.95	6.20	15.73	8.29	0.65
SPHT-2		91.40	6.96				
SPHT-3		8.18	5.91				
SPHT-4		5.74	5.76				
SPHT-5		3.58	5.55				
SPHT-6		100.00	7.00				
SPHT-7		4.00	5.60				
SPHT-8		6.90	5.84				

2.4 疲劳 S-N 曲线

利用 S-N 曲线从应力角度分析中温时效对喷丸 DD5 单晶疲劳性能的影响, 图 4 为磨削、喷丸和喷丸热时效态疲劳 S-N 曲线, 根据 HB 5153—1996 计算 10⁷ 条件疲劳极限。观察图 4 可知: ① 磨削态疲

劳极限为 393 MPa, 喷丸态疲劳极限为 453 MPa, 较磨削态提高 15.3%; ② 喷丸热时效态疲劳极限为 437 MPa, 较磨削态提高 11.2%, 较喷丸态降低 3.5%; ③ 从 400~600 MPa 的应力范围内, 喷丸热时效态疲劳性能均高于磨削态。

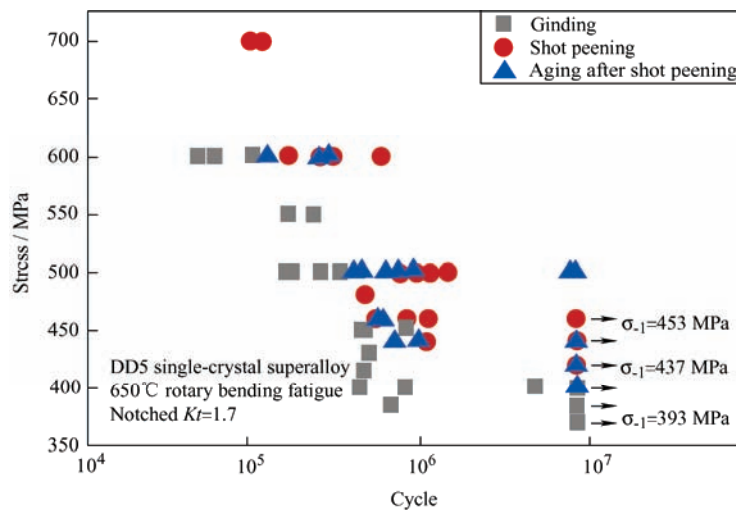


图 4 磨削、喷丸和喷丸热时效旋弯疲劳 S-N 曲线

Fig. 4 Rotary bending S-N fatigue curve of grinding, shot peening and aging after shot peening

2.5 结果讨论

单晶合金的疲劳性能与基体、表面和表层性能

均密切相关。

由文献[13]可知, DD5 单晶经过标准热处理态,

最低温度的热处理方法为 900 °C / 4 h, 本研究模拟的工序过程最高热时效温度仅为 600 °C, 显著低于基体组织的形成温度, 图 2b 和 2h 组织基本一致, 故认为对基体组织无影响。另一方面, 由于热处理在真空过程完成, 并不以变形形式影响单晶表面, 故认为它对表面也无影响。因此, 造成疲劳寿命和疲劳极限变化的原因应为热处理后的表层性能变化。

单晶合金喷丸过程在室温下进行, 喷丸对单晶合金的强化机制是表面形貌优化、铸造孔洞的形变作用和组织强化^[14]。在本研究中, 热时效过程使喷丸强化组织发生一定的松弛, 且硬度场深度也随之减低, 与组织松弛结果基本吻合, 认为这来源于热时效导致的位错湮灭和位错密度减小^[15], 这与文献中报道的高温合金喷丸组织 600 °C 热松弛结果接近^[16]。在热作用下室温形变组织发生松弛是一个具有普遍意义的结果, 而根据航空标准 HB 5153—1996, 10⁷ 条件疲劳极限同样是一个多试样疲劳寿命的统计结果, 故认为喷丸表层室温形变组织经过热时效过程发生松弛是喷丸热时效态较喷丸态疲劳极限下降的原因。

从研究结果还可以看出, 喷丸热时效并没有完全回复喷丸的形变组织, 还能够在表层观察到表面形变强化镍基单晶合金的典型形变滑移组织^[17], 且在 650 °C / 500 MPa 试验条件下, 其最短疲劳寿命高于原始磨削试样的最长疲劳寿命。这对于喷丸 / 热时效的工序安排和后续叶片疲劳性能保障具有重要的指导意义。

另一方面, 观察表 1 可知 SPHT1、SPHT2、SPHT6 三个试样的疲劳寿命高于喷丸试样的最高疲劳寿命, 即在 650 °C / 500 MPa 试验条件下, 喷丸和喷丸热时效态的疲劳寿命存在“交叉”的情况, 从图 4 的 600 MPa 寿命中也能观察到这个情况, 也使得喷丸热时效态疲劳寿命分散度大于喷丸和磨削态。产生这一结果的原因尚不明确, 计划后续开展研究。

3 结论

(1) 经过喷丸+热时效后, 原先喷丸单晶组织发生一定的回复, 同时观察到变形后的 γ/γ' 相和两侧斜 45° 的形变线型组织; DD5 单晶表面显微硬度与基体相比提高 247 HV, 提升幅度为 59.5%; 硬化层深度为 180 μm , 较喷丸深度明显降低 50%。

(2) 经过喷丸+热时效后, 单晶合金

650 °C / 500 MPa 旋转变曲中值疲劳寿命较磨削态提高 8.29 倍, 磨削态最长疲劳寿命 (2.84×10^5 周次) 仍然低于喷丸热时效态最短疲劳寿命 (3.58×10^5 周次); 喷丸热时效态 10⁷ 周次条件疲劳极限为 437 MPa, 较磨削态提高 11.2%, 较喷丸态降低 3.5%。热时效作用下喷丸组织的回复是疲劳强度降低的原因。

参 考 文 献

- [1] 陈荣章. 单晶高温合金发展现状[J]. 材料工程, 1995, (8): 3-12.
CHEN Rongzhang. Development status of single crystal superalloys[J]. Journal of Materials Engineering, 1995, (8): 3-12. (in Chinese)
- [2] CARON P, KHAN T. Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications[J]. Aerospace Science and Technology, 1999, 8(3): 513-523.
- [3] MORANCAIS A, FEVRE M, FRANCOIS M, et al. Impact of shot-peening on a single crystal nickel-based superalloy[J]. Advanced Materials Research, 2014, 996: 70-75.
- [4] MORANCAIS A, FÈVRE M, FRANÇOIS M, et al. Residual stress determination in a shot-peened nickel-based single-crystal superalloy using X-ray diffraction[J]. Journal of Applied Crystallography, 2015, 6(48): 1761-1776.
- [5] LIPETZKY K G, GREEN R E, ZOMBO P J. Development of X-Ray diffraction methods to examine single crystal turbine blades// nondestructive characterization of materials viii[M]. New York, US: Springer, 1998.
- [6] 熊继春, 李嘉荣, 赵金乾, 等. 单晶高温合金 DD6 再结晶晶界析出相特征及其形成机制[J]. 金属学报, 2009, 10(45): 1232-1236.
XIONG Jichun, LI Jiarong, ZHAO Jinqian, et al. Characteristic and formation mechanism of precipitates at recrystallization grain boundaries of single crystal superalloy DD6[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2009, 10(45): 1232-1236. (in Chinese)
- [7] LU X, ZHANG B, LIU D, et al. Influence of recrystallization on high-temperature stress rupture property and fracture behavior of single crystal superalloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2012, 551: 149-153.
- [8] ZHANG B, LIU C K, LU X, et al. Effect of surface recrystallization on the creep rupture property of a

- single-crystal superalloy[J]. *Rare Metal*, 2010, 4(29): 413-416.
- [9] ARAKERE N K, SWANSON G. Effect of crystal orientation on fatigue failure of single crystal nickel base turbine blade superalloys[J]. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 2002, 124(1): 161-176.
- [10] CHOI J, WEE S, KOO J M, et al. Thermo-mechanical fatigue characteristics of CMSX-4 applied to the high-pressure turbine first-stage single-crystal rotor blade[J]. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 2020, 34(1): 1855-1862.
- [11] TANG Z, WANG K, DONG X, et al. Effect of warm laser shock peening on the low-cycle fatigue behavior of DD6 nickel-based single-crystal superalloy[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, 30: 2930-2939.
- [12] WANG X, ZHANG T, HUANG Z H, et al. Effect of shot peening on the surface integrity and notched fatigue properties of a single-crystal superalloy at elevated temperature[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2018, 47(6): 1668-1676.
- [13] 李志强, 黄朝晖, 谭永宁, 等. 表面再结晶对 DD5 镍基单晶高温合金组织和力学性能的影响[J]. *航空材料学报*, 2011, 31(5): 1-5.
- LI Zhiqiang, HUANG Zhaohui, TANG Yongning, et al. Effect of surface recrystallization on microstructure and mechanical properties of nickel base single-crystal superalloy DD5[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2011, 31(5): 1-5. (in Chinese)
- [14] 王欣, 许春玲, 刘晨光, 等. 喷丸对单晶合金中温疲劳性能强化机制[J]. *航空制造技术*, 2020, 63(12): 46-52.
- WANG Xin, XU Chunling, LIU Chenguang, et al. Strengthening mechanism of shot-peening on medium-temperature fatigue property of single-crystal superalloy[J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2020, 63(12): 46-52. (in Chinese)
- [15] GENG Y X, DONG X, WANG K D, et al. Evolutions of microstructure, phase, microhardness, and residual stress of multiple laser shock peened Ni-based single crystal superalloy after short-term thermal exposure[J]. *Optics & Laser Technology*, 2020, 123: 105917.
- [16] CHIN K S, IDAPALAPATI S, ARDI D T. Thermal stress relaxation in shot peened and laser peened nickel-based superalloy[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2020, 59(15): 100-106.
- [17] GENG Y X, MO Y, ZHENG H Z, et al. Effect of laser shock peening on the hot corrosion behavior of Ni-based single-crystal superalloy at 750 °C[J]. *Corrosion Science*, 2021, 185: 109419.
-
- 作者简介: 王欣, 男, 1983 年出生, 博士, 研究员。主要研究方向为金属零件抗疲劳表面强化技术与残余应力分析。
E-mail: rasheed990918@163.com