DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2021.04.002

粉末高温合金中夹杂物的变形特征及对探伤信号的影响

周晓明,王志彪,王超渊,权　鹏,曾维虎,冯业飞
(中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室,北京 100095)

摘　要:通过人工植入 Al_2O_3 颗粒的方法,研究了粉末高温合金中化学性质稳定型陶瓷夹杂物随样品制备工艺过程其形状和尺寸的遗传特征,及对探伤信号识别的影响规律。结果表明,Al_2O_3 颗粒经热等静压致密化后,其形状和尺寸未发生变化,与基体之间为机械结合,无反应过渡区;经热挤压变形后,Al_2O_3 颗粒被破碎,并沿挤压变形方向呈“链状”分布,“链状”夹杂物的长度扩大至原始尺寸的约 2～5 倍;经等温锻造后,“链状”夹杂物内细颗粒的二次破碎效果不显著,随基体合金流动而发生倾转并被分散。上述夹杂物的变形特征表明,在某一中等变形量范围内的夹杂物颗粒更易被探伤信号识别,实际锻件探伤信号的分布特征证实了本试验结果的合理性。

关键词:粉末高温合金;非金属陶瓷夹杂物;变形特征;探伤信号
中图分类号:TG132.3　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2021)04-0252-06

Deformation Characteristics of Inclusions in Powder Metallurgy Superalloy and Effects on Flaw Detection Signals

ZHOU Xiaoming, WANG Zhibiao, WANG Chaoyuan, QUAN Peng, ZENG Weihu, FENG Yefei
(Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: The genetic characteristics of the shape and size of chemically stable ceramic inclusions in powdered superalloy were studied by artificial implantation of Al_2O_3 particles during sample preparation process, and the influence of ceramic inclusions on the identification of flaw detection signals was studied. The results show that the shape and size of Al_2O_3 particles do not change after hot isostatic pressing densification, and there is no reaction transition zone between Al_2O_3 particles and matrix. After hot extrusion deformation, Al_2O_3 particles are broken and distributed in a ‘chain-like’ distribution along the extrusion deformation direction, and the length of the ‘chain-like’ inclusions increases to about 2 to 5 times of the original size. After isothermal forging, the secondary crushing effect of the fine particles in the ‘chain’ inclusions is not significant, and they are inclined and dispersed with the flow of the matrix alloy. The deformation characteristics of the inclusion above indicate that the inclusion particles within a moderate deformation range are easier to be recognized by the flaw detection signal. The distribution characteristics of the flaw detection signal of the actual forging confirm the rationality of the test results.

Key words: powder metallurgy superalloy; non-metallic inclusions; deformation characteristics; ultrasonic signals

粉末高温合金由于无宏观偏析，组织均匀、细小,抗氧化、耐腐蚀,具有优良的综合力学性能和加工工艺性能等[1-2],在现代高性能航空发动机中得到了广泛应用,是制造高推重比、高功重比航空发动机中高压涡轮盘、封严盘和挡板等关键热端部件的首选材料[3-4]。但是夹杂物,特别是非金属陶瓷夹杂物的存在,严重恶化了合金材料的力学性能,尤其是低周疲劳(LCF)性能[5-8],是引发裂纹萌生和扩展的主要原因。

粉末高温合金中的非金属夹杂物主要来源于母合金熔炼的坩埚耐火材料，熔炼过程中的脱氧产物及粉末的后续处理过程[9]。到目前为止,尽管采取了种种措施(如:对母合金采用 VIM+VAR+ESR[10-11]三重熔炼工艺等)去除夹杂,以期获得纯净的粉末,但材料中的非金属夹杂物仍不能完全避免。因此,对夹杂物的控制和夹杂物缺陷容限的确定直接关系到材料的质量，是粉末高温合金材料研究及应用所关心的热点问题。

在使用温度下,夹杂物的线膨胀系数低于基体,其弹性模量又高于基体，只从残余应力和应力集中这一因素考虑,夹杂本身就是一条初始裂纹[12-13]。夹

收稿日期:2021-03-05
基金项目:国家科技重大专项(2017-VI-0009-0079)
作者简介:周晓明(1976—),辽宁本溪人,博士,高级工程师.主要从事粉末高温合金方面的研究工作.
电话:01062498271,Email:xmzhouf@163.com

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

杂物的尺寸越大，疲劳寿命越低[14]。位于表面的夹杂物比内部的危害更严重，极大地影响了粉末高温合金盘件在发动机中服役的安全性和可靠性[15]。同时，夹杂物在随盘件制备工艺过程中，会随着合金基体的变形而被破碎，其空间取向亦会随合金基体的变形而发生变化[16-17]，对某一方向夹杂物当量尺寸的探测结果会产生相应的影响。因此，有必要对存在于合金盘件中的夹杂物开展专项研究，尤其是开展夹杂物随盘件制备工艺过程的变形行为特征研究，掌握合金基体的变形量与流动方向对夹杂物的尺寸及空间取向的影响规律，将对合金粉末中初始夹杂物尺寸控制标准的制定和判断终态合金基体探伤信号的分布情况提供依据。

本部分研究工作将通过人工植入典型非金属陶瓷夹杂物的方法，开展夹杂物变形行为及对探伤当量尺寸的影响研究。采用人工植入非金属陶瓷夹杂物的优点在于：①可根据实际盘件中发现的夹杂物的种类，选取人工植入用典型非金属陶瓷夹杂物，使研究结果更符合盘件的实际情况；②加入初始夹杂物的尺寸可控；③加入夹杂物的数量可控，以便于发现夹杂物，同时可对夹杂物的特征属性，如尺寸，进行数理统计，以使研究结果更加科学、准确。

1　试验方法

选取的典型非金属陶瓷夹杂物为 Al_2O_3，其基本特征为：化学性质稳定，与基体合金之间为机械结合，无反应过渡区。为了使研究结果更符合工程实际，含夹杂物样品制备的工艺流程和主要工艺参数均参照实际盘件的制定。样品制备工艺流程如图 1。

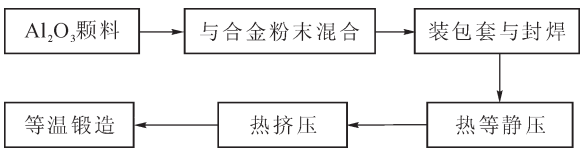


图 1　含夹杂物样品制备工艺流程

Fig.1　Preparation process of samples with inclusions

选取的夹杂物尺寸为约 60 μm，该尺寸与合金粉末颗粒的最大粒径相当。加入前，通过 SEM 对夹杂物的形貌进行观察，并通过 EDS 能谱分析对夹杂物的化学成分进行鉴定，以确定夹杂物本身的纯度。

将选定夹杂物与工程用 250 目 FGH96 合金粉末混合，混合比例为 1.6 g(夹杂物)/kg(合金粉末)，经除气后装入包套中，并在真空条件下封焊。按工程用工艺参数对封焊后的包套进行热等静压致密化处理。经车加工去除锭坯表面的不锈钢包套，从其端头切取试样进行夹杂物的形貌观察和成分分析，并对夹杂物的尺寸进行数理统计。

按工程用工艺参数对热等静压锭坯进行热挤压，挤压比为 8:1。从棒材同一横截面的边缘、1/2 半径和芯部取样，对每一个试样从弦向(垂直于挤压方向)，通过 SEM 对挤压后夹杂物的形貌进行观察，以分析热挤压棒材截面不同部位夹杂物形状和尺寸的差异。通过数值模拟，对同一截面不同部位(边缘、1/2 半径和芯部)夹杂物的变形情况及不同截面夹杂物的轴径比进行了定性分析。同时对比分析了不同原始尺寸(30 μm 和 60 μm)、不同挤压比(6:1 和 8:1)条件下夹杂物尺寸的变化规律。

为了模拟实际锻件不同部位不同变形量对最终夹杂物变形行为的影响，按实际锻件锻造用锭坯的高径比(约为 2:1)从热挤压棒材上取样，按工程用工艺参数，进行不同变形量(10%、50%和 80%)条件下的等温锻造试验。从每一变形量锻件的边缘、1/2 半径和芯部取样，沿弦向通过金相显微镜对热挤压+等温锻造后夹杂物的形貌进行观察，以对比分析等温成形工艺过程中，不同变形量对夹杂物形状和尺寸的影响规律。

通过以上试验结果，分析了夹杂物的变形情况对超声波探伤当量尺寸的影响，并通过实际盘坯探伤的统计结果对试验分析结果进行了验证。

2　结果与分析

2.1　Al_2O_3 陶瓷夹杂物形状与尺寸随工艺过程的变化规律

2.1.1　Al_2O_3 陶瓷夹杂物的原始特征

Al_2O_3 有许多同质异晶体，如 α-Al_2O_3、β-Al_2O_3 和 γ-Al_2O_3，本项目选定其中唯一稳定相 α-Al_2O_3 作为典型夹杂物与合金粉末混合，以避免因夹杂物本身的相变对研究结果的影响。Al_2O_3 是一种高熔点(2 050 ℃)的夹杂物，主要呈不规则的块状。对应的能谱分析表明，除 Al 和 O 元素外，无其他杂质元素，见图 2。

2.1.2　热等静压态 Al_2O_3 的行为特征

Al_2O_3 颗粒较高的硬度和热稳定性使其在热等静压过程中形状、尺寸和化学成分保持不变，依旧为不规则的块状，见图 3。Al_2O_3 颗粒与基体之间为机械结合，两者之间界面清洁，没有反应过渡区。

2.1.3　热挤态 Al_2O_3 的行为特征

经热挤压后，在三向应力的作用下，Al_2O_3 夹杂物颗粒获得了充分破碎，由原来的整块，变成了细小颗粒的聚集体，沿热挤压变形方向呈“链状”分布，颗

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

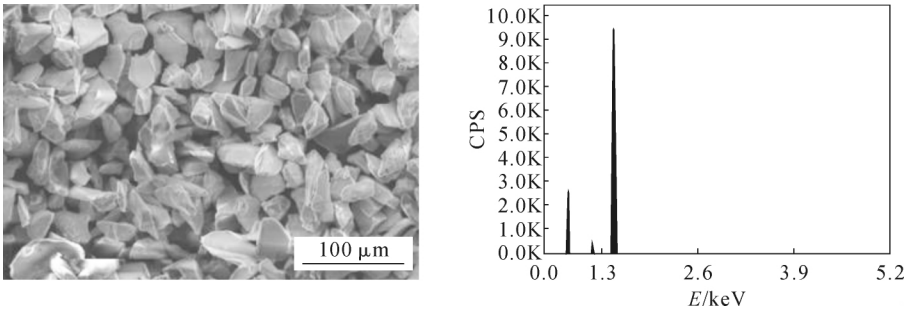
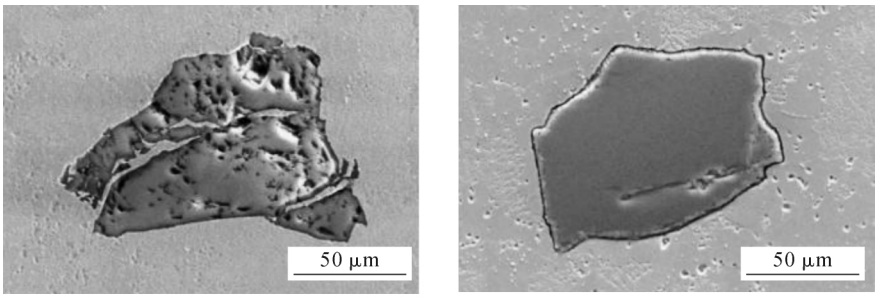


图 2 Al_2O_3 颗粒的原始形貌及对应的能谱分析

Fig.2 Original morphology of Al_2O_3 particles and EDS analysis

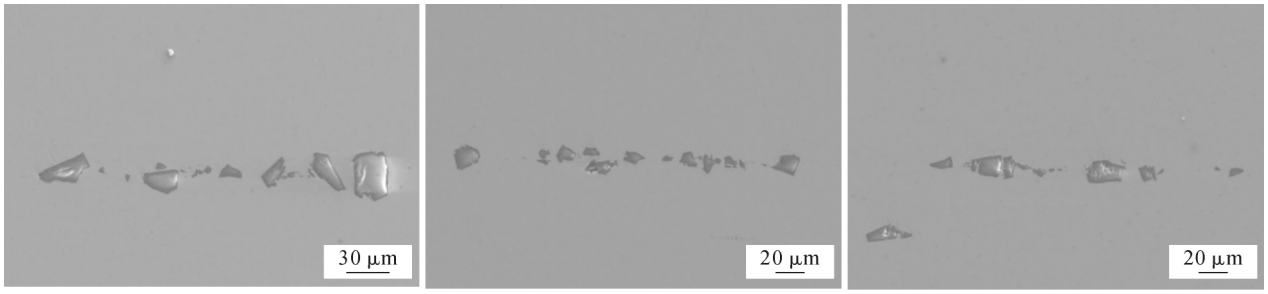


(a)热等静压锭芯部　　(b)热等静压锭边缘

图 3 热等静压态 Al_2O_3 的形貌

Fig.3 Morphology of Al_2O_3 particle after HIP

粒之间的距离随基体合金的流动有一定程度地分散，其分散程度与夹杂物所在位置的变形量有关：在热挤压过程中，棒材表面因与模具直接接触，受到强烈的剪切变形，变形量较大，颗粒间距相对较大；1/2 半径处变形量次之，与表面相比，间距稍小；芯部变形量最小，分散程度小，颗粒间距亦最小，见图 4。夹杂物的原始尺寸与破碎后颗粒的尺寸有一定的对应关系，统计结果表明：直径为 30 μm 的夹杂物经破碎后，沿挤压方向最大颗粒尺寸约为 68 μm；直径为 60 μm 的夹杂物经破碎后，沿挤压方向最大颗粒尺寸约为 235 μm，即在相同条件下，夹杂物的原始尺寸越大，经破碎后的颗粒沿挤压方向尺寸亦相对较大。在工程实践中，主要是通过减小可用粉的粒度来降低其中夹杂物的最大尺寸，从而降低夹杂



(a)芯部　　(b)1/2半径　　(c)边缘

图 4 热挤压棒材截面不同部位 Al_2O_3 夹杂物的变形情况

Fig.4 The deformation of Al_2O_3 particles at different locations after hot extrusion

物对实际盘件服役过程中安全性和可靠性的影响。经大量统计数据分析，经热挤压变形后，被破碎的，以“链状”分布夹杂物的整体尺寸为原始态颗粒尺寸的约 2～5 倍，棒材截面不同部位因变形量的不同，夹杂物的尺寸稍有差异，且随挤压比的增加，夹杂物沿挤压方向的尺寸进一步增大，如图 5。

为了全面反映夹杂物在热挤压工艺过程中形状尺寸的变化情况，对热挤压棒材不同部位夹杂物的变形情况进行了数值模拟。模拟的边界条件为：挤压比为 8:1，假设夹杂物的原始形状为球形，原始

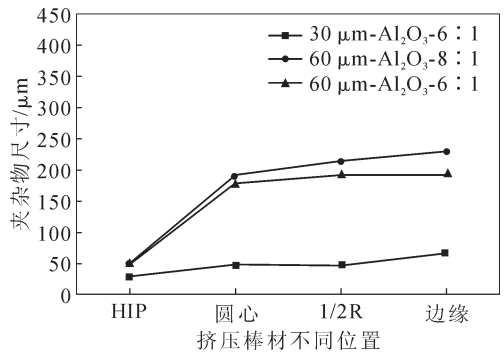


图 5 Al_2O_3 经过热挤压后沿平行挤压方向尺寸变化

Fig.5 The sizes of Al_2O_3 particles along hot extrusion direction

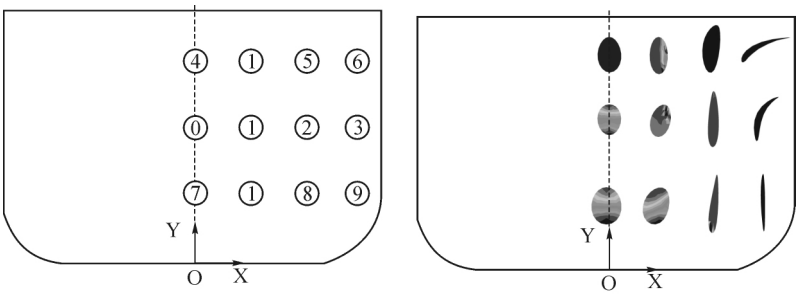
(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

尺寸是坯料直径的 1/10,且所在位置只有 1 个夹杂物(图 6a)。图 6(b)为经热挤压后,夹杂物沿热挤压方向变形的模拟结果。该模拟结果中,各不同部位夹杂物的变形规律与试验结果基本相符:越靠近芯部,夹杂物越不易被破碎,而边缘部位的夹杂物被完全破碎,且有一定程度的倾转。在上述模拟结果中,夹杂物的变形趋势与热挤压棒材不同部位的变形量和金属的流动方向是一致的。

热挤压变形后,夹杂物的纵横比与位置关系如图 7。图 7 中 X 轴与 Y 轴分别代表夹杂的圆心坐标,即夹杂圆心离圆点 O 的距离;纵横比的值越大,表明变形后夹杂越狭长;图 6 表明,夹杂物的变形大小主要受 X 轴的影响,即与夹杂物所在原始坯料横截面的位置有关,在 X 方向上离圆心越远,形状变化越大,纵横比越大,而 Y 方向对纵横比影响较小。

2.1.4 等温锻造态 Al_2O_3 的行为特征

从弦向方向对经热挤压+不同变形量等温镦饼后不同部位夹杂物的变形及分布情况进行了观察。图 8 为不同变形量条件下,芯部、1/2 半径和边缘部位 Al_2O_3 夹杂物经变形后的金相形貌照片。由图 8



(a)夹杂物原始位置尺寸　　(b)热挤压后夹杂物位置尺寸

图 6 热挤压后不同位置夹杂物变形情况的模拟结果

Fig.6 Simulation results of inclusions deformation at different locations after hot extrusion

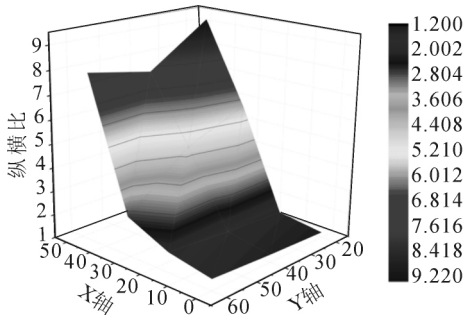


图 7 夹杂物的的纵横比与位置关系

Fig.7 Relationship between aspect ratio and particle location

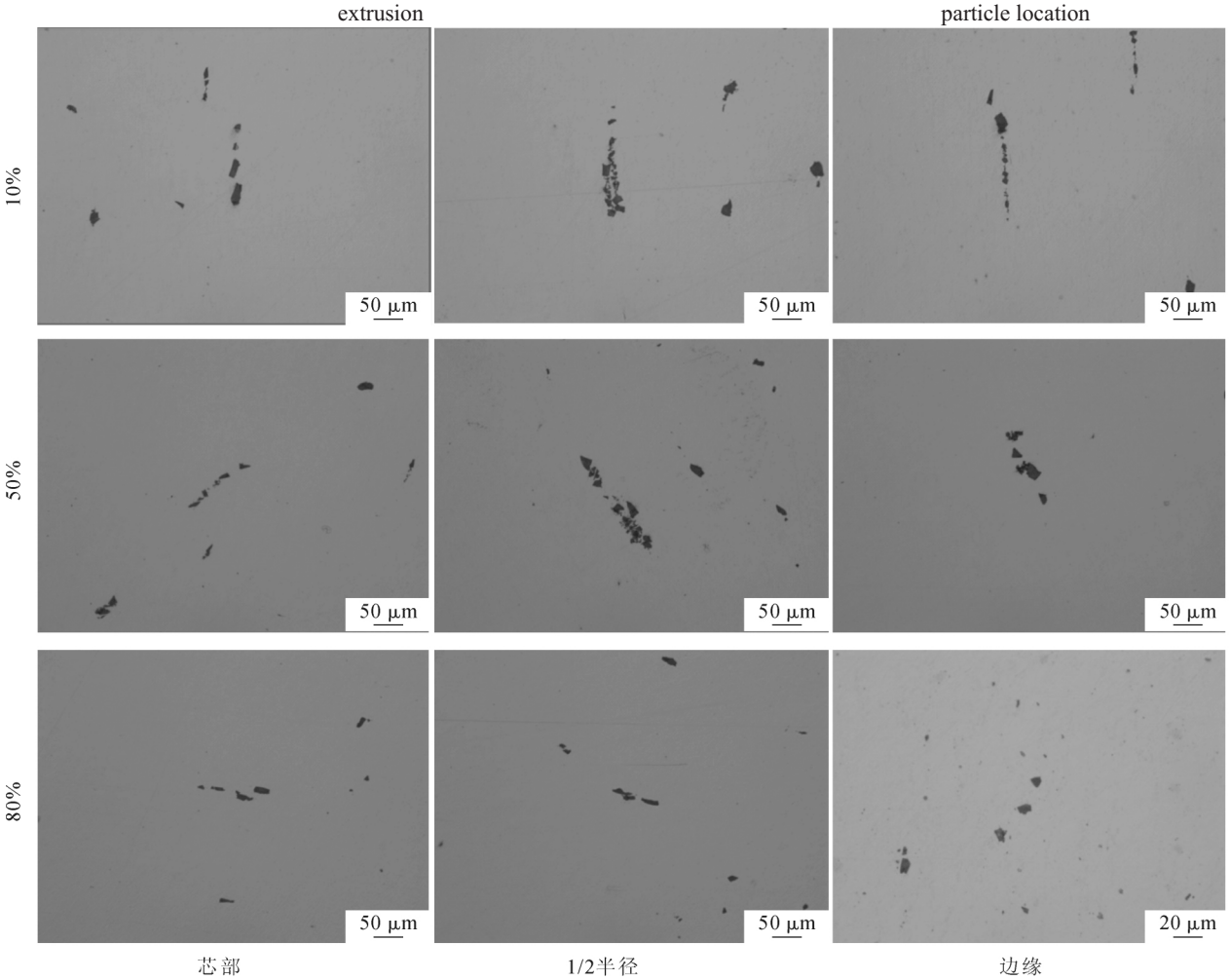


图 8 夹杂物在不同部位和不同变形量条件下变形情况的金相照片

Fig.8 Microstructure of inclusions under different strains for different locations

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

可见，在热挤压工艺过程中被破碎并沿热挤压方向分布的 Al_2O_3 颗粒经等温锻造后，并没有出现明显的“二次”破碎，只是分布情况随基体合金的流动发生了一定程度的变化：随着变形量的增大，Al_2O_3 颗粒在芯部、1/2 半径和边缘等部位均表现倾转和分散的趋势，随金属沿径向流动，夹杂物颗粒间距也在逐渐增大，当变形量增大到一定程度时，夹杂物停止倾转，沿平行径向方向发生进一步的分散。

2.2 Al_2O_3 陶瓷夹杂物的变形情况对超声波探伤当量尺寸的影响

Al_2O_3 夹杂物在热挤压和等温锻造工艺过程中在变形方面的遗传特征对了解实际盘件中夹杂物的分布情况具有重要的启示作用，可假设如下，如图 9 所示。在热挤压变形过程中，已经破碎的夹杂物在等温锻造过程中并未被“二次”破碎或破碎情况不显著（可能与热挤压破碎后夹杂物颗粒的尺寸过小有关，其原因还有待于继续研究），只是“链状”夹杂物的取向（与饼坯的轴向）和链内夹杂物颗粒之间的距离随着基体合金的流动产生了一定的变化，该过程分为“链状”夹杂物的旋转和分散两个阶段。在旋转阶段，由于变形量较小，不足以使“链状”结构内的夹杂物颗粒之间产生显著分散，在超声波探伤过程中作为一个整体被识别。随着基体合金的流动，夹杂物链逐渐向与盘坯径向平行的方向倾转，致使夹杂物在探伤方向的投影面积逐渐变大，即从探伤结果看，在某一临界变形量范围内，随基体合金变形量的增加，夹杂物的当量尺寸逐渐变大。过了该临界变形量后便进入分散阶段，“链状”结构内夹杂物颗粒的间距随着基体合金变形量的增加逐渐增大，链内各细小的夹杂物颗粒逐渐变成单个探伤信号被识别。在该过程中，夹杂物在探伤方向的投影面积随变形量的增加逐渐减少。从探伤结果看，随着基体合金变形量的增加，整个夹杂物的当量尺寸将经历一个先增大，后变小的过程。由于受到探伤精度的限制，尺寸过小的夹杂物将不会被识别，即过小或在过大变形量范围内的夹杂物将不易被识别。

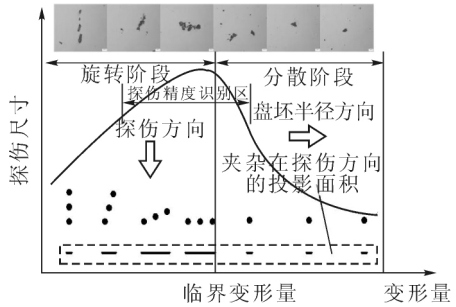


图 9 变形量对探伤信号识别的影响示意图

Fig.9 Influence of deformation amount on the identification of ultrasonic signals

终上所述，当基体合金的变形量过小时，由于夹杂物链的倾转幅度小，在现有探伤精度条件下，因在探伤方向的投影面积过小而不易被识别；当基体合金的变形量大于某一临界值时，“链状”夹杂物颗粒被充分分散，在探伤过程中，各细小的单颗粒夹杂物亦不易被识别，即在某一中等变形量范围内，夹杂物被探伤信号识别的概率较大。该假设与实际盘坯的探伤结果是相符的。图 10 是某锻件的等效应变分布图，其等效应变范围为 0～1.5 mm/mm。据统计结果分析，探出的约 80%大于 ϕ0.4 mm-15dB 的单显信号主要分布在轮毂和轮缘部位，以上两个部位的等效应变基本相当，大约为 0.5～1.0 mm/mm，在小应变区的轮芯和大应变区的辐板部位，探出的单显信号数量则相对较少。

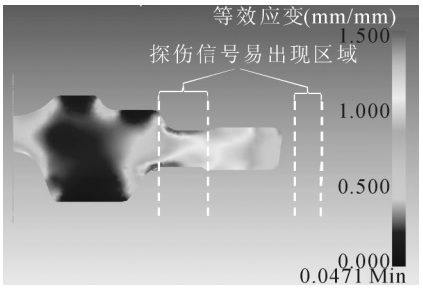


图 10 某盘坯锻件等效应变分布云图

Fig.10 Equivalent strain distribution of a forging disk

3 结论

（1）Al_2O_3 典型夹杂物的形状和尺寸随样品的制备过程表现出一定的遗传特征：热等静压致密化后，该型夹杂物的形状和尺寸未发生变化，与基体之间为机械结合，无反应过渡区；经热挤压变形后，Al_2O_3 夹杂物被破碎，破碎程度与其所在横截面的位置相关，沿挤压变形方向呈“链状”分布，“链状”夹杂物的长度扩大至原始尺寸的约 2～5 倍；经等温锻造后，“链状”夹杂物内的细颗粒二次破碎效果不显著，随基体合金流动而发生倾转并被分散。

（2）被破碎后的夹杂物，在某一中等变形量范围内更易被探伤信号识别，本试验结果的等效应变范围约为 0.5～1.0 mm/mm。

参考文献：

[1] REED R C. The superalloys: fundamentals and applications[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006.

[2] YANG L, REN X, GE C, et al. Status and development of powder metallurgy nickel-based disk superalloys [J]. International Journal of Materials Research, 2019, 110(10):901.

[3] 张国庆，张义文，郑亮，等. 航空发动机用粉末高温合金制备技术研究进展[J]. 金属学报, 2019, 55(9):1133-1144.
（ZHANG G Q, ZHANG Y W, ZHENG L, et al. Research progress

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

in powder metallurgy superalloys and manufacturing technologies for aero-engine application [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2019, 55(9):1133-1144.）

[4] TAN L, LI Y, LIU C, et al. The evolution history of superalloy powders during hot consolidation and plastic deformation [J]. Materials Characterization, 2018, 140:30-38.

[5] MCDOWELL D L, DUNNE F P E. Microstructure-sensitive computational modeling of fatigue crack formation [J]. International Journal of Fatigue, 2010, 32(9):1521-1524.

[6] HU D Y, WANG T, MA Q H, et al. Effect of inclusions on low cycle fatigue lifetime in a powder metallurgy nickel-based superalloy FGH96[J]. International Journal of Fatigue, 2018, 118:237-248.

[7] JIANG R, SONG Y D, REED P A. Fatigue crack growth mechanisms in powder metallurgy Ni-based superalloys-A review[J]. International Journal of Fatigue, 2020, 141:105887.

[8] TELESMANA J, GABBA T P, KANTZOSB P T, et al. Effect of a large population of seeded alumina inclusions on crack initiation and small crack fatigue crack growth in Udimet 720 nickel-based disk superal loy [J]. International Journal of Fatigue, 2021, 142:105953.

[9] GAO X Y, ZHANG L, QU X H, et al. Effect of interaction of refractories with Ni-based superalloy on inclusions during vacuum induction melting[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2020, 27(11):1151-1159.

[10] 韩志宇，曾光，梁书锦，等. 镍基高温合金粉末制备技术的发展现状[J]. 中国材料进展, 2014, 33(12):748-755.
（HAN Z Y, ZENG G, LIANG S J, et al. Development in powder production technology of Ni-based superalloy[J]. Materials China, 2014, 33(12):748-755.）

[11] 曲敬龙，张雪良，杨树峰，等. 粉末高温合金中夹杂物问题的研究进展[J]. 粉末冶金工业, 2020, 30(5):1-11.
（QU J L, ZHANG X L, YANG S F, et al. Research on inclusions in powder metallurgy superalloy - a review[J]. Powder Metallurgy Industry, 2020, 30(5):1-11.）

[12] JIANG J, YANG J, ZHANG T, et al. Microstructurally sensitive crack nucleation around inclusions in powder metallurgy nickel-based superalloys[J]. Acta Materialia, 2016, 117:333-344.

[13] NARAGNI D, SANGID M D, SHADE P E, et al. Investigation of fatigue crack initiation from a non-metallic inclusion via high energy X-ray diffraction microscopy [J]. Acta Materialia, 2017, 137:71-84.

[14] 刘新灵，胡春燕，王天宇. 夹杂物尺寸对粉末高温合金低周疲劳寿命影响的机制[J]. 失效分析与预防, 2018, 13(2):89-94.
(LIU X L, HU C Y, WANG T Y. Influence mechanism of inclusion size on low cycle fatigue of powder metallurgy superalloy[J]. Fatigue Analysis and Prevention, 2018, 13(2):89-94.)

[15] SHI Y, YANG D D, YANG X G, et al. The effect of inclusion factors on fatigue life and fracture-mechanism-based life method for a P/M superalloy at elevated temperature[J]. International Journal of Fatigue, 2019, 131:105365.

[16] 李惠曲，王淑云，东赟鹏，等. 粉末高温合金等温锻造过程非金属夹杂物的变形特征[J]. 新技术新工艺, 2009(5):93-95.
(LI H Q, WANG S Y, DONG Y P, et al. Deformation character of non-metallic inclusions in powder superalloy during isothermal casting[J]. New Technology New Process, 2009(5):93-95.)

[17] WANG X F, ZHOU X M, YANG J, et al. Research on characteristics and deformation mechanism of Al_2O_3 inclusions with different forming processes in powder metallurgy superalloy [J]. Materials Research Innovations, 2014, 18:438-444.

均衡凝固技术资料邮购

国家科技成果重点推广计划项目 编号：I-1-5-3
西安理工大学均衡凝固技术科研成果汇编

铸件充填与补缩工艺定量设计理论与实例

《铸件充填与补缩工艺定量设计理论与实例》是西安理工大学均衡凝固技术科研成果的汇编，被列为国家科技成果重点推广计划项目，编号 I-1-5-3。汇编共分 6 章：第一章 铸铁件均衡凝固与有限补缩。第二章 铸铁件冒口补缩设计。第三章 浇注系统当冒口补缩设计方法。第四章 浇注系统大孔出流理论与设计。第五章 铸钢 白口铸铁 铝钢合金铸件的均衡凝固工艺。第六章 铸件充填与补缩工艺定量设计实例。可用于铸件浇注系统，冒口补缩系统的定量设计，包括浇口、冒口的位置、大小、个数，冷铁的放置。也可用于对已有铸件浇口、冒口设计的定量评估，及对已产生的铸造缺陷的分析与防治。浇口、冒口的开设要防止几何热节、接触热节、流动热节的重合；在冒口颈处放冷铁消除冒口根缩孔、缩松缺陷；控制浇口截面比实现垂直分型等压等流量设计等技术，通过生产实例给予展现，可供生产应用参考。汇编邮购价 160 元。

联系地址：710048 西安市金花南路 5 号 西安理工大学 608 信箱

联 系 人：李巧凤 13991824906　QQ：53985132　E-mail:53985132@qq.com
李亚敏：15829361158　QQ：412008096　E-mail:412008096@qq.com
技术咨询：魏 兵 13609155628

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net