

引用格式: 胡聘聘, 丁宁, 王越, 等. 晶粒细化对 K447A 合金持久性能的影响[J]. 航空材料学报, 2025, 45(5): 150-160.  
HU Pinpin, DING Ning, WANG Yue, et al. Effect of grain refinement on the stress rupture property of K447A alloy[J].  
Journal of Aeronautical Materials, 2025, 45(5): 150-160.

## 晶粒细化对 K447A 合金持久性能的影响

胡聘聘<sup>1</sup>, 丁宁<sup>2</sup>, 王越<sup>3</sup>, 李妍佳<sup>1</sup>, 张明军<sup>1</sup>,  
肖程波<sup>1\*</sup>, 何金珊<sup>3\*</sup>, 王西涛<sup>3,4</sup>

(1. 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; 2. 空军驻北京地区第六军事代表室, 北京 100013; 3. 北京科技大学 钢铁共性技术协同创新中心, 北京 100083; 4. 钢研国际新材料创新中心(深圳)有限公司, 广东深圳 518045)

**摘要:** 晶粒细化是提高合金中低温性能的有效手段, 但在等强温度以上可能会损伤高温持久性能。本工作结合扫描电子显微镜及能谱分析研究 K447A 合金显微组织演化及持久断裂机制, 并讨论 K447A 合金在 760 °C/724 MPa、815 °C/600 MPa、870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下晶粒细化对持久性能的影响。结果表明, K447A 合金持久等强温度介于 815~870 °C, 晶粒细化对 K447A 合金持久寿命的影响具有明显的温度依赖性。在 760 °C/724 MPa 条件下, 随着晶粒尺寸从 5.0 mm 分别减小至 1.3 mm 和 58 μm, K447A 合金持久寿命从 83 h 分别提高至 115 h 和 194 h; 在 815 °C/600 MPa 条件下, 随着晶粒细化, 持久寿命先从 31 h 增加至 84 h, 之后略降至 76 h; 在 870 °C/365 MPa 及 980 °C/210 MPa 条件下, 随着晶粒细化, 持久寿命逐步减小。因此, 晶粒细化是改善 K447A 合金在 870 °C 以下持久性能的有效技术手段。K447A 合金持久变形在 815 °C 以下以晶内变形为主, 晶粒细化主要通过限制滑移带长度和提高 γ 相体积分数延长持久寿命; 在 870 °C 以上 K447A 合金持久变形以晶界滑移为主, 晶粒细化对持久性能的劣化归因于高温晶界滑移加剧、氧化及由此导致的脆性 AlN 及低强度贫化区。

**关键词:** K447A 合金; 晶粒细化; 等强温度; 显微组织; 持久性能; 断裂机制

doi: 10.11868/j.issn.1005-5053.2025.000113

CSTR: 32420.14.j.issn.1005-5053.2025.000113

中图分类号: TG132.3; V252

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2025)05-0150-11

## Effect of grain refinement on the stress rupture property of K447A alloy

HU Pinpin<sup>1</sup>, DING Ning<sup>2</sup>, WANG Yue<sup>3</sup>, LI Yanjia<sup>1</sup>, ZHANG Mingjun<sup>1</sup>,  
XIAO Chengbo<sup>1\*</sup>, HE Jinshan<sup>3\*</sup>, WANG Xitao<sup>3,4</sup>

(1. Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 2. The Sixth Military Representative Office of the Airborne Equipment Department in Beijing, Beijing 100013, China; 3. Collaborative Innovation Center of Steel Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China; 4. CISRI International Advanced Materials Innovation Center(Shenzhen) Co., Ltd., Shenzhen 518045, Guangdong, China)

**Abstract:** Grain refinement can effectively enhance mechanical properties of materials at low and medium temperatures, however, it may weaken the stress rupture property above the equicohesive temperature. To study the effect of grain refinement on the stress rupture property of K447A alloy, the microstructure evolutions of alloys with three grain sizes and their corresponding stress rupture mechanisms under the conditions of 760 °C/724 MPa, 815 °C/600 MPa, 870 °C/365 MPa and 980 °C/210 MPa are investigated using scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS). The results show that the equicohesive temperature of K447A alloy lies between 815 °C and 870 °C. Grain refinement shows a temperature-dependent effect on the stress rupture life of K447A alloy. At 760 °C/724 MPa, as the grain size decreases from 5.0 mm to 1.3 mm and then to 58 μm, the stress rupture life of K447A alloy increases from 83 h to 115 h and further to 194 h, respectively. At 815 °C/600 MPa, the stress rupture life increases

from 31 h to 84 h, as the grain size decreases, and then slightly drops to 76 h. At 870 °C/365 MPa and 980 °C/210 MPa, the stress rupture life shows a monotonic decreases with grain refinement. Therefore, grain refinement serves as an effective technology to improve the stress rupture property of K447A alloy below 870 °C. The stress rupture process is dominated by intragranular deformation below 815 °C, and grain refinement mainly extends the stress rupture life by shortening the slip band length and increasing the volume fraction of  $\gamma'$  phase. Above 870 °C, grain boundary sliding dominates the stress rupture process. The deterioration of the stress rupture property due to grain refinement can be attributed to the severe grain boundary slip at high temperatures, grain boundary oxidation and the formation of brittle AlN and a low-strength precipitation free zone (PFZ).

**Key words:** K447A alloy; grain refinement; equicohesive temperature; microstructure; stress rupture property; fracture mechanism

整体铸造叶盘因工艺流程短、成本低等优点,已广泛应用于小型航空发动机领域<sup>[1-2]</sup>。普通熔模铸造工艺生产的整体叶盘通常具有毫米级的粗大晶粒,会造成合金力学性能下降,是限制其应用的关键因素之一<sup>[3-4]</sup>。晶粒细化可以改善等轴晶合金力学性能,是延长构件服役寿命的有效手段<sup>[5-10]</sup>。1983年,美国 Howmet 公司开发 Grainex 动力学细晶工艺(GX<sup>®</sup>),并将其应用于 MAR-M247 及 IN718 合金,使晶粒尺寸减小至 0.12~1.25 mm<sup>[8]</sup>。次年, Microcast 动力学细晶工艺(MX<sup>®</sup>)问世,由此浇铸 GMR235 及 IN713 合金晶粒尺寸降低至 0.065~0.125 mm,其性能与锻造合金相当<sup>[9]</sup>。然而, MX<sup>®</sup>技术的细节及应用因技术封锁而鲜有报道。我国对高温合金动力学细晶工艺的研究开始于“八五”计划期间,北京航空材料研究所(现为中国航发北京航空材料研究院,以下简称航材院)研发国内第一台铸型搅动法细晶铸造设备,将 K418 合金晶粒度细化至 ASTM E112-2013 M11~3 级,疲劳寿命提高 3 倍以上<sup>[10]</sup>。近年来,航材院展开对第二代动力学细晶工艺的研发工作,将其命名为微晶铸造工艺<sup>[5]</sup>。

晶粒细化对中低温性能的提升作用已被广泛认可<sup>[5-7, 11]</sup>。Wang 等<sup>[12]</sup>在 K4169 合金研究中发现,随着晶粒尺寸从 4.0 mm 减小至 61  $\mu\text{m}$ ,合金在 -196 °C 和 23 °C 屈服强度分别提高 221 MPa 和 228 MPa。Du 等<sup>[13]</sup>通过将 K417G 合金晶粒尺寸从 2.5 mm 减小至 75  $\mu\text{m}$ ,使室温抗拉强度和屈服强度分别提高 199 MPa 和 110 MPa; 700 °C 抗拉强度和屈服强度均增加约 75 MPa。Liu 等<sup>[14]</sup>通过将 K4169 合金的晶粒尺寸从 5 mm 细化至 61  $\mu\text{m}$ ,使室温低周疲劳寿命提高 2 倍以上。然而,随着加载温度提高,晶粒细化对合金力学性能的提升作用逐渐减弱,甚至会劣化合金高温性能<sup>[15]</sup>。随着实验温度从 700 °C 提高至 900 °C,晶粒细化对 IN792 合金疲劳极限的提高幅度逐渐降低,从 214 MPa 减小

至 36 MPa<sup>[16]</sup>。都贝宁等<sup>[3]</sup>发现在 950 °C/235 MPa 条件下, K417G 合金蠕变性能随晶粒细化降低,这是因为随着温度升高,晶界强度的下降速率要高于晶内强度;当晶界强度与晶内强度相等,此时温度为该材料的等强温度(equicohesive temperature, ET)。随着温度继续升高至等强温度以上, K417G 合金在 950 °C 时晶内强度大于晶界强度,晶粒细化加剧高温晶界滑移,使蠕变性能劣化。

整体叶盘在长期服役过程中因受离心力作用,通常处于中高温应力断裂条件<sup>[17]</sup>。其中,盘体部分承受中等温度和较高应力,而叶片部分则承受较高热负荷和相对较低应力。因此,有必要研究不同条件下晶粒细化对持久性能的影响,获得合金等强温度范围,明确不同晶粒细化工艺最佳适用温度范围。本工作分别通过普通、细晶和微晶铸造工艺制备具有 3 种不同晶粒尺寸的 K447A 合金,对 760 °C/724 MPa、815 °C/600 MPa、870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下显微组织演化和持久断裂机制进行系统分析,以明确不同条件下晶粒细化对 K447A 合金持久性能的影响机理,为 K447A 合金整体细晶叶盘的工程应用提供指导。

## 1 实验材料与方法

本工作所用实验材料为 K447A 等轴晶铸造高温合金,其化学成分见表 1。在真空感应炉重熔母合金后,分别采用普通、细晶和微晶铸造工艺浇铸成 3 种不同晶粒尺寸的试棒,并进行 1185 °C 保温 2 h,空冷+870 °C 保温 20 h,空冷的热处理。

完全热处理后,将试棒分别按图 1 所示尺寸进行加工,按照 HB5150—1996 标准,采用 SATEC M3 型高温蠕变-持久试验机进行 760 °C/724 MPa、815 °C/600 MPa、870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下持久性能测试。不同条件下,每种铸造工艺各取 3 支试样进行平行实验,实验结果取平均值。

表1 K447A合金化学成分(质量分数/%)  
Table 1 Chemical composition of K447A alloy (mass fraction/%)

Al	Ti	Co	Cr	Ta	W	Mo	Hf	C	B	Zr	Ni
5.4	1.2	10.1	8.5	3.04	10.1	0.8	3.2	0.15	0.015	0.055	Bal.

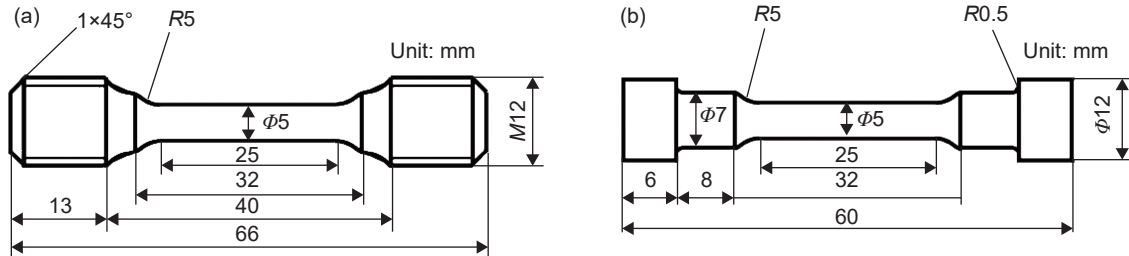


图1 760~870 °C(a)和980 °C(b)条件下持久试样尺寸示意图

Fig. 1 Schematic diagrams of specimen for stress rupture testing under conditions of 760-870 °C (a) and 980 °C (b)

分别将原始和持久断裂后的试样沿应力方向进行线切割,并对剖面进行打磨和抛光,用成分为1 mL HF+33 mL CH<sub>3</sub>COOH+33 mL HNO<sub>3</sub>+33 mL H<sub>2</sub>O的腐蚀液进行腐蚀,用成分为10% HClO<sub>4</sub>+90% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH(体积分数)的电解液进行电解抛光,电解电压、电流和时间分别为15 V、1 A和10 s。采用Zeiss Imager. M2M型光学显微镜(optical microscope, OM)、Shimadzu 1720H型电子探针显微分析(electron probe microanalysis, EPMA)及装有能谱仪(energy dispersive spectrometer, EDS)和Symmetry S2型背散射衍射(electron backscatter diffraction, EBSD)探头的Zeiss Gemini 450型场发射扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)进行显微组织演变及持久断口分析。晶粒尺寸采用等效圆法,利用EBSD进行连拍统计,总扫描区域为5 mm×10 mm,扫描步长为10 μm。枝晶偏析系数 $K_i$ 定义为:

$$K_i = C_{dendrite}^i / C_{interdendrite}^i \quad (1)$$

式中: $C_{dendrite}^i$ 和 $C_{interdendrite}^i$ 分别为元素*i*在枝晶干和枝晶间的浓度。利用EPMA对每种试样分别选取5个枝晶干和枝晶间典型区域进行成分测定, $K_i$ 值越接近1,表示该元素在枝晶干和枝晶间分布越均

匀。 $\gamma/\gamma'$ 共晶组织体积分数采用网格法统计:在50倍视场下随机拍摄5张枝晶组织的OM图片并划分网格,格点刚好落在 $\gamma/\gamma'$ 共晶组织的内部计数为1,落在共晶边界上计为0.5,落在共晶以外区域计为0,由此得到的落在 $\gamma/\gamma'$ 共晶组织的格点数与总格点数之比为 $\gamma/\gamma'$ 共晶组织体积分数。 $\gamma'$ 相尺寸及体积分数采用面积法进行统计:在5000倍视场下随机拍摄5张枝晶干处 $\gamma'$ 相形貌的SEM图片,对其进行二值化(黑白化)处理后,采用Image-Pro Plus 6.0软件对 $\gamma'$ 相尺寸及体积分数进行定量统计。

## 2 结果与分析

### 2.1 晶粒尺寸及显微组织分析

将普通、细晶和微晶铸造试样分别标记为CC、FG和MG,其平均晶粒尺寸如表2所示。结合图2(a-1)~(c-1)中宏观晶粒形貌可知,CC试样具有粗大的毫米级晶粒,平均尺寸高达5.0 mm;FG试样平均晶粒尺寸为1.3 mm,相比CC试样减少74%;MG试样则具有微米级晶粒,平均尺寸为58 μm,相比FG试样减小96%。

图2(a-2)~(c-2)和(a-3)~(c-3)分别为不同

表2 K447A合金的显微组织定量统计  
Table 2 Quantitative statistics of microstructures in K447A alloy

Sample	Average grain size/mm	Volume fraction of $\gamma/\gamma'$ eutectic/%	Volume fraction of $\gamma'$ phase/%	Average size of primary $\gamma'$ phase/nm	Average size of secondary $\gamma'$ phase/nm
CC	5.0±1.1	2.1±0.4	34.4±1.9	724±35	172±16
FG	1.3±0.4	1.9±0.5	45.7±2.9	703±27	164±14
MG	0.058±0.017	1.8±2.4	52.1±2.4	665±21	115±8

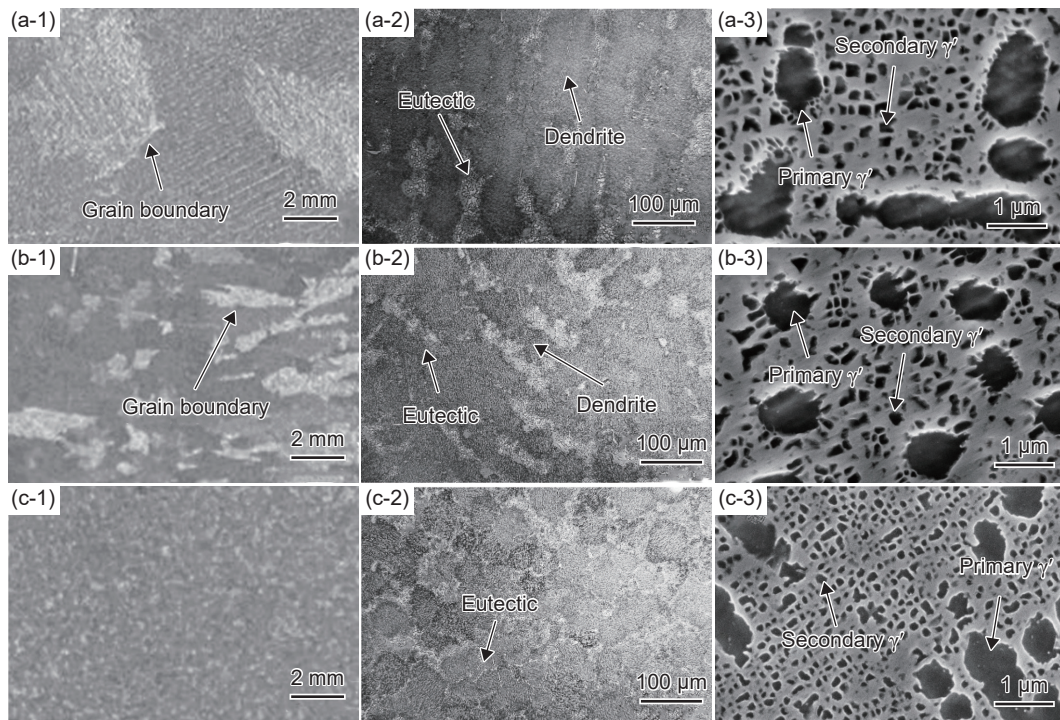


图 2 K447A 合金晶粒分布及显微组织形貌 (a)CC 试样; (b)FG 试样; (c)MG 试样; (1)晶粒分布; (2)枝晶与  $\gamma/\gamma'$  共晶组织; (3)  $\gamma'$  强化相

Fig. 2 Grain distributions and microstructure morphologies of K447 alloy (a)CC sample; (b)FG sample; (c)MG sample; (1)grain distribution; (2)dendrite and  $\gamma/\gamma'$  eutectic; (3)  $\gamma'$  phase

铸造工艺 K447A 合金晶粒内部显微组织形貌。图 2(a-2)~(c-2)可见, CC 及 FG 试样均具有明显的枝晶组织, 且枝晶间分布着大块葵花状  $\gamma/\gamma'$  共晶组织, 体积分数分别为 2.1% 和 1.9%。随着晶粒细化, 枝晶组织逐渐细化。在 MG 试样中, 枝晶特征已不明显,  $\gamma/\gamma'$  共晶组织呈链状沿晶界分布, 体积分数约为 1.8%。如图 2(a-3)~(c-3)所示, 3 种试样强化相均为椭球状一次  $\gamma'$  相和立方状二次  $\gamma'$  相。随着晶粒细化,  $\gamma'$  相总体积分数从 CC 试样 34.4% 增加至 FG 试样 45.7% 和 MG 试样 52.1%, 平均尺寸也逐渐减小。这主要是由于晶粒细化压缩枝晶生长空间, 减小溶质扩散距离, 进而减弱成分偏

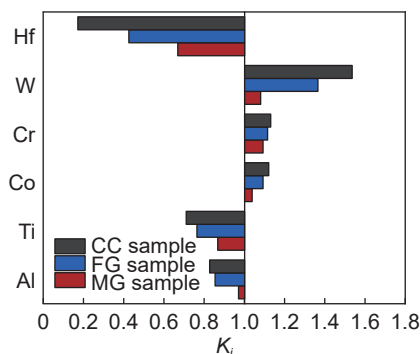


图 3 K447A 合金枝晶偏析系数

Fig. 3 Dendrite segregation coefficients of K447A alloy

析<sup>[11, 18]</sup>, 如图 3 所示。

## 2.2 持久分析

### 2.2.1 持久性能

图 4 为 760 °C/724 MPa、815 °C/600 MPa、870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 4 种条件下 CC、FG 和 MG 试样持久寿命。可见, 晶粒细化对 K447A 合金持久寿命的影响具有明显的温度依赖性。

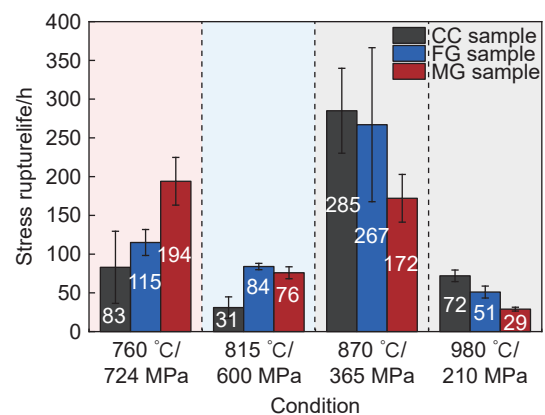


图 4 K447A 合金不同条件下持久寿命

Fig. 4 Stress rupture lives of K447A alloy under different conditions

在 760 °C/724 MPa 条件下, K447A 合金持久寿命随着晶粒细化而单调增加, 从 CC 试样 83 h 逐步

增加至 FG 试样 115 h 和 MG 试样 194 h。该条件下,晶粒最细小的 MG 试样具有最佳持久性能。在 815 °C/600 MPa 条件下,晶粒尺寸由 CC 试样 5.0 mm 减小到 FG 试样 1.3 mm 时, K447A 合金持久寿命从 31 h 增加至 84 h, 提高 170%; 但随着晶粒尺寸进一步减小至 MG 试样 58  $\mu\text{m}$ , 合金持久寿命由 84 h 降低至 76 h。该条件下, 随着晶粒细化, 合金持久寿命先增加后减少, 具有中等晶粒尺寸的 FG 试样持久性能最优。当温度进一步升高到 870 °C 和 980 °C 时, 晶粒细化会劣化 K447A 合金持久性能, 晶粒最粗大的 CC 试样持久性能最好。随着晶粒尺寸从 CC 试样 5.0 mm 减小至 MG 试样 58  $\mu\text{m}$ , 870 °C/365 MPa 条件下持久寿命从 285 h 降低至 172 h, 980 °C/210 MPa 条件下持久寿命从 72 h 降低至 29 h, 分别缩短 40% 和 60%。

### 2.2.2 持久断裂机制

对不同条件下 CC、FG 和 MG 试样的持久纵截面及断口进行显微组织表征, 分别如图 5 和图 6 所示, 通过分析断口形貌、变形过程及二次裂纹特征确定 K447A 合金持久断裂机制。

CC 试样在 760 °C/724 MPa、815 °C/600 MPa 和 870 °C/365 MPa 条件下持久纵截面显微组织分别如图 5(a-1)~(a-3) 所示, 试样表面、晶界及枝晶间均未观察到二次裂纹, 晶粒内部有大量滑移带剪

切  $\gamma'$  相。这说明, 3 种条件下, CC 试样的塑性变形主要集中于晶粒内部滑移带上<sup>[18]</sup>。值得注意的是, 图 5(a-3) 中晶界附近也观察到微裂纹及微孔, 如黑色箭头所示。这说明在 870 °C/365 MPa 条件下, CC 试样的塑性应变开始向晶界集中。随着温度进一步升高, 如图 5(a-4) 所示, 在 980 °C/210 MPa 条件下持久断裂后, CC 试样枝晶间区域产生二次裂纹, 晶粒内部并未观察到滑移带。此外, 在图 5(a-4) 局部放大图中观察到沿着晶界分布的微孔及局部开裂的晶界。图 6(a-1)~(a-4) 分别为 CC 试样在 4 种条件下断裂后宏观断口形貌, 可见清晰的枝晶组织, 这表明 CC 试样持久裂纹倾向于沿着枝晶组织开裂, 各条件下均存在穿晶断裂。此外, 结合图 5 中纵截面二次裂纹的分析可知, 在 760 °C/724 MPa 及 815 °C/600 MPa 条件下, CC 试样无晶界开裂现象; 而在 870 °C/365 MPa 及 980 °C/210 MPa 条件下, 有少量晶界孔洞及晶界裂纹产生。这说明 CC 试样在 760 °C/724 MPa 及 815 °C/600 MPa 条件下表现为穿晶断裂, 在 870 °C/365 MPa 及 980 °C/210 MPa 条件下表现为以穿晶扩展为主的穿晶沿晶混合断裂。

FG 试样在 760 °C/724 MPa 和 815 °C/600 MPa 条件下持久纵截面分别如图 5(b-1) 和 (b-2) 所示, 图中未观察到二次裂纹, 晶粒内部有滑移带剪切

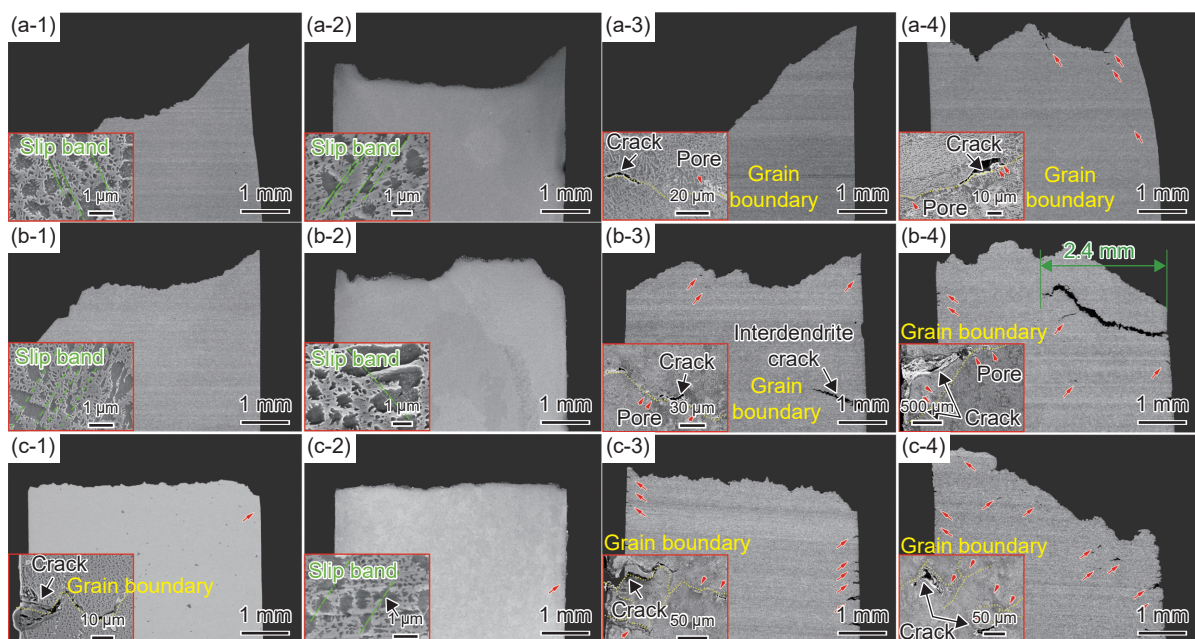


图5 K447A 合金不同条件下持久断裂后纵截面显微组织 (a)CC 试样; (b)FG 试样; (c)MG 试样; (1)760 °C/724 MPa; (2)815 °C/600 MPa; (3)870 °C/365 MPa; (4)980 °C/210 MPa

Fig. 5 Longitudinal microstructures of K447A alloy after stress rupture under different conditions (a)CC sample; (b)FG sample; (c)MG sample; (1)760 °C/724 MPa; (2)815 °C/600 MPa; (3)870 °C/365 MPa; (4)980 °C/210 MPa

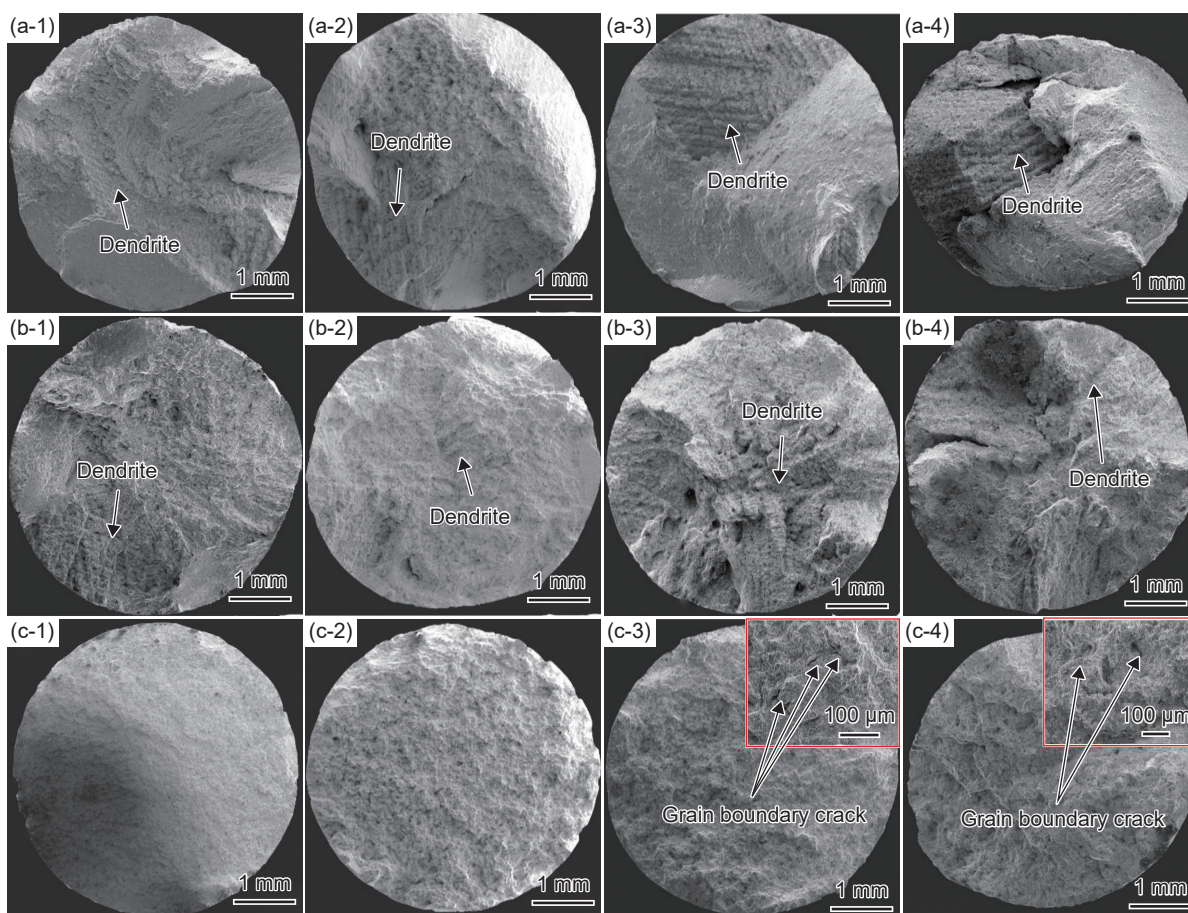


图6 K447A 合金不同条件下持久断口形貌 (a)CC 试样; (b)FG 试样; (c)MG 试样; (1)760 °C/724 MPa; (2)815 °C/600 MPa; (3)870 °C/365 MPa; (4)980 °C/210 MPa

Fig. 6 Stress rupture surface morphologies of K447 alloy under different conditions (a)CC sample; (b)FG sample; (c)MG sample; (1)760 °C/724 MPa; (2)815 °C/600 MPa; (3)870 °C/365 MPa; (4)980 °C/210 MPa

$\gamma'$ 相,说明变形主要集中在晶粒内部滑移带上。在 870 °C/365 MPa 条件下持久断裂后,FG 试样中观察不到滑移带,枝晶间区域产生大量二次裂纹,开始有沿晶界分布的孔洞及晶界裂纹萌生,如图 5(b-3)所示。当温度进一步升高,980 °C/210 MPa 条件下 FG 试样持久断裂后二次裂纹数量相比于 870 °C/365 MPa 条件下明显增多,晶界开裂加剧,裂纹深度达 2.4 mm,远大于相同条件下 CC 试样。图 6(b-1)~(b-4)为 FG 试样不同条件持久断裂后断口宏观断口形貌,断口可见明显枝晶形貌,说明各条件下均存在穿晶断裂。结合图 5(b-1)~(b-4)二次裂纹表征可知,FG 试样仅在 870 °C/365 MPa 及 980 °C/210 MPa 持久条件下有晶界裂纹产生。这说明 FG 试样在 760 °C/724 MPa 及 815 °C/600 MPa 持久条件下为单一穿晶断裂,而在 870 °C/365 MPa 及 980 °C/210 MPa 持久条件下为穿晶沿晶混合断裂,且穿晶断裂占主导地位。

MG 试样在 760 °C/724 MPa 和 815 °C/600 MPa

条件下持久断口纵截面分别如图 5(c-1)和(c-2)所示。与 CC 和 FG 试样类似,晶粒内部同样观察到多处滑移带剪切  $\gamma'$ 相,并留下图 5(c-2)中黑色箭头所示的剪切台阶。这表明应变主要由晶粒内部滑移带承担。不同的是,MG 试样表面有多处晶界裂纹,但因数量较少,MG 试样仍以穿晶为主断裂。在 870 °C/365 MPa 条件下持久断裂后,MG 试样无滑移带形成,且萌生大量表面晶界二次裂纹及沿晶界分布的孔洞,数量及尺寸远大于相同条件下 FG 试样。当温度升高,MG 试样在 980 °C/210 MPa 条件断裂后晶界开裂相比于 870 °C/365 MPa 条件进一步加剧,甚至样品内部也萌生大量晶界裂纹及孔洞,而鲜少观察到晶内裂纹,持久断口呈海绵状,可见多处晶界裂纹,如图 6(c-3)和(c-4)所示。这说明 MG 试样持久断裂转变为穿晶沿晶混合型,且沿晶断裂占主导地位。

等轴晶合金持久变形可分为晶内变形和晶界滑移<sup>[19-20]</sup>。由图 5 和图 6 可知,在 760 °C/724 MPa

和 815 °C/600 MPa 条件下, CC、FG 和 MG 试样持久断裂为穿晶断裂。这说明, 在这两个条件下, K447A 合金晶界强度高于晶内强度, 持久变形以位错在晶粒内部滑移带内运动为主。晶粒尺寸越小, 滑移带长度越短, 进而减小晶粒内部应变局域化程度, 降低裂纹萌生概率<sup>[21]</sup>。都贝宁等<sup>[3]</sup> 研究结果表明, 当晶粒尺寸从 2.5 mm 减小至 75 μm, K417G 合金在 760 °C/645 MPa 条件下蠕变寿命从 60.7 h 增加至 105.4 h。析出强化合金的持久强度还与  $\gamma'$  相含量有关<sup>[22-23]</sup>。Jackson 等<sup>[24]</sup> 研究发现, 当  $\gamma'$  相体积分数从 30% 提高到 45% 时, MAR-M200 合金在 982 °C/220 MPa 条件下持久寿命延长近 2 倍。因此, 晶粒细化及由此导致的  $\gamma'$  相体积分数增加, 使 FG 和 MG 试样在 760 °C/724 MPa 条件下持久寿命相比于 CC 试样分别提高 39% 和 134%。同样地, 在 815 °C/600 MPa 条件下, 随着晶粒尺寸从 CC 试样的 5 mm 减小至 FG 试样的 1.3 mm, 持久寿命从 31 h 增加至 84 h; 当晶粒进一步细化至 MG 试样的 58 μm 时, 持久寿命相比 FG 试样略降低约 8 h, 这可能与图 6(a-2) 中表面晶界裂纹萌生有关。尽管晶粒细化及由此增加的  $\gamma'$  相体积分数显著延长 MG 试样持久寿命, 但增多的晶界加剧表面晶界裂纹产生, 减少 MG 试样的实际承载面积, 由此导致的缺口效应会产生局部应力集中<sup>[25]</sup>, 削弱晶粒细化对合金的强化效果。因此, MG 试样在该条件下持久寿命低于 FG 试样。尽管如此, MG 试样持久寿命在 815 °C/600 MPa 条件下达 76 h, 约为 CC 试样的 2.5 倍, 这说明晶粒细化是改善 K447A 合金在 815 °C 以下持久性能的有效技术手段。

在 870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下, CC、FG 和 MG 试样中均萌生晶界裂纹或沿着晶界分布的孔洞, 并呈穿晶沿晶混合断裂。这说明在这两个条件下, K447A 合金持久变形由晶界滑移控制。Thibault 等<sup>[20]</sup> 研究发现, 晶粒尺寸较大的合金晶界处具有更加均匀的应变分布, 进而抑制由晶界应变集中所导致的裂纹萌生。晶粒细化会增加单位体积内晶界面积, 加剧高温下晶界滑移, 促进晶界裂纹萌生<sup>[26]</sup>。因此, 如图 5(a-3)~(c-3) 所示, 由晶粒细化导致的晶界滑移加剧, 使 CC、FG 及 MG 试样在 870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下晶界裂纹及孔洞数量增加, 持久寿命也逐步缩短。这说明对于 K447A 合金来说, 较为粗大的晶粒组织能更好地保证 870 °C 以上持久性能, 晶粒细化技术不再适用。综上所述, 随着持久温度从 760 °C

和 815 °C 提高至 870 °C 和 980 °C, K447A 合金从以晶内变形为主的穿晶断裂转变为以晶界滑移为主的穿晶沿晶混合断裂, 这说明 K447A 合金持久等强温度介于 815~870 °C。

### 2.2.3 持久中晶界氧化

由 CC、FG 和 MG 试样在不同条件下持久断裂机制分析可知, 对于晶粒细化的 FG 及 MG 试样来说, 晶界是在 870 °C 以上持久变形过程中裂纹萌生的主要位置。因此, 以 MG 试样为例, 进一步对比不同条件下晶界氧化的差异。

MG 试样在 760 °C/724 MPa 和 815 °C/600 MPa 条件下持久断裂后表面晶界裂纹的氧化情况相似, 如图 7(a)、(b) 和图 8(a)~(d) 所示。Al 与 O 原子具有较高亲和力, 在试样表面发生外氧化, 形成一层连续的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  膜。相比于原子排列相对规则的晶粒内部, 晶界处原子排列更为疏松且紊乱, 体积密度更小, 所以原子在晶界的跳动速率会比晶内的完整点阵中更大<sup>[27]</sup>。因此, 作为高扩散速率通道, 晶界相比于晶内更有利于 O 原子扩散<sup>[20, 28]</sup>。MG 试样共晶组织沿晶界链状分布, 使晶界处 Al 原子富集。因此, 与表面相连且与应力加载方向大致垂直的晶界优先氧化形成  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。脆性氧化物在高应力作用下易开裂, 将会进一步促进裂纹沿着晶界向试样内部侵入。氧化反应导致裂纹两侧的 Al 原子消耗而形成  $\gamma'$  相贫化区 (precipitation free zone, PFZ)<sup>[29-30]</sup>。然而, 这两种条件下, 氧化裂纹数量较少, 氧化裂纹长度不超过 30 μm, PFZ 厚度仅为 0.8 μm, 对合金持久性能的劣化作用相对较小。

MG 试样在 870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下持久断裂后表面晶界裂纹的氧化更剧烈, 如图 7(c)、(d) 和图 8(e)~(h) 所示。在 870 °C 及 980 °C 这两个较高温度下, 氧化对持久性能明显的劣化作用可从以下 3 个方面来考虑: 第一, 高温促进原子热运动, 加速 O 原子扩散, 相比 760 °C 及 815 °C 条件, MG 试样形成更厚的氧化产物。由于热膨胀系数不同, 高温下氧化产物更易因与基体的不协调变形而开裂<sup>[31]</sup>, 使 O 原子可以直接从表面氧化裂纹的尖端向样品内部扩散, 跳过表面氧化层内扩散过程, 进而加速裂纹萌生和扩展。因此, 如图 7(c) 所示, MG 试样在 870 °C/365 MPa 条件下晶界氧化裂纹深度和数量, 远大于 760 °C/724 MPa 和 815 °C/600 MPa 条件。第二, 如图 7(c) 和 (d) 红色箭头所示, MG 试样在 870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下持久断裂后形成大量黑色针状析出相, 经 EDS 成分分析为  $\text{AlN}$ 。试样表面氧化皮

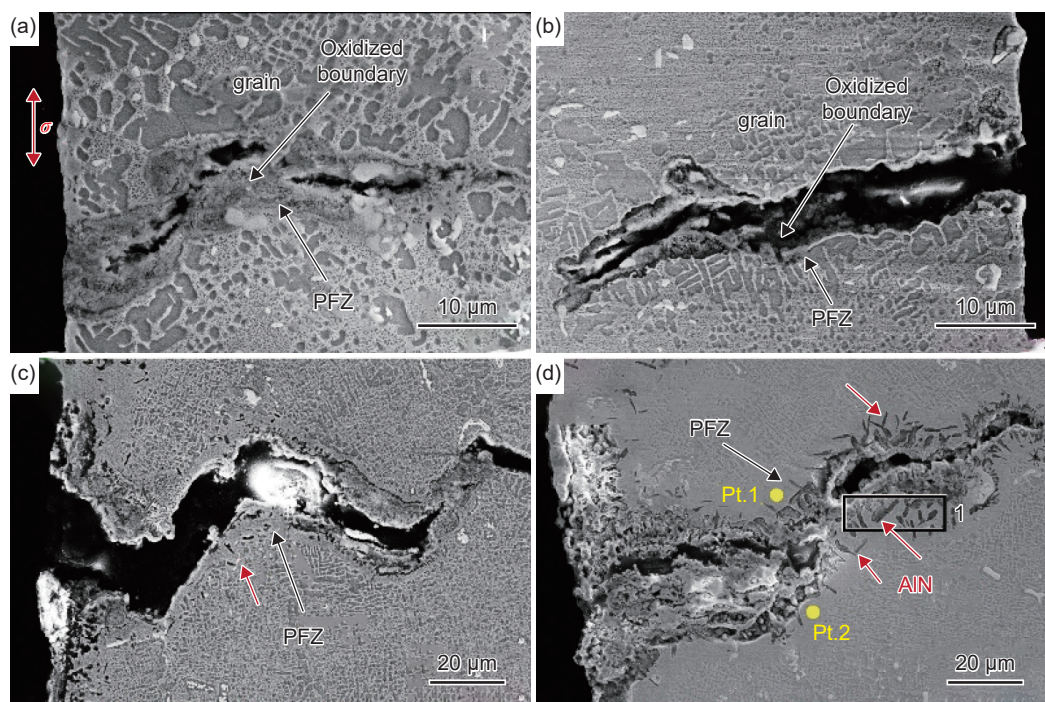


图 7 MG 试样不同条件下持久断裂后氧化裂纹显微组织 (a)760 °C/724 MPa; (b)815 °C/600 MPa; (c)870 °C/365 MPa; (d)980 °C/210 MPa

Fig. 7 Microstructures of oxidation cracks in MG sample after stress rupture under different conditions (a)760 °C/724 MPa; (b)815 °C/600 MPa; (c)870 °C/365 MPa; (d)980 °C/210 MPa

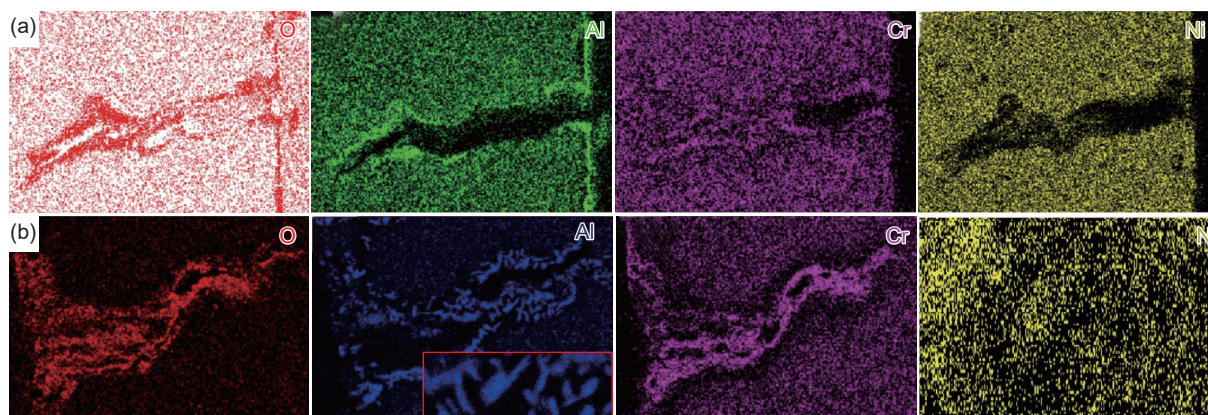


图 8 MG 试样分别在 815 °C/600 MPa(a)和 980 °C/210 MPa(b)条件下氧化裂纹处能谱仪分析

Fig. 8 EDS analysis at oxidation cracks in MG sample under different conditions of 815 °C/600 MPa(a) and 980 °C/210 MPa(b)

的破坏使 N 原子得以向内扩散, 而随着氧化层深处 O 原子耗尽, 高活性 Al 原子与 N 原子反应形成块状  $\text{AlN}^{[31-32]}$ 。Huang 等<sup>[33]</sup> 在 DS951 合金研究中发现, 针状  $\text{AlN}$  难以变形和释放应力, 会加剧蠕变试样的脆性, 劣合金性能。如图 7(c) 和 (d) 所示, 由于氧化加剧及  $\text{AlN}$  形成, 晶界裂纹两侧的 Al 原子贫化范围更大, MG 试样在 870 °C/365 MPa 和 980 °C/210 MPa 条件下 PFZ 厚度分别达到 2.9  $\mu\text{m}$  和 13  $\mu\text{m}$ 。第三, 由于缺少  $\gamma$  相, PFZ 析出强化被削弱。根据图 7(d) 中黄色标识所在位

置, 对 PFZ 进行 EDS 点扫描分析, 将其与未经持久测试的 MG 试样  $\gamma$  基体成分进行对比<sup>[11]</sup>, 结果如表 3 所示。Roth 等<sup>[34]</sup> 研究发现, 元素  $i$  的固溶强化效果与其浓度正相关。本工作中, 相比于未经持久测试的 MG 样品  $\gamma$  基体, PFZ 的 O 和 N 原子浓度增大, Al、Ti、Cr、Co、Mo、Hf、Ta、W 等固溶强化元素浓度显著降低, 可见 PFZ 固溶强化效果明显下降。强度较低的 PFZ 无法有效抑制裂纹继续扩展<sup>[35-36]</sup>, 进而劣合金持久性能。综上所述, 高温氧化加剧和由此导致的脆性  $\text{AlN}$  及低强度 PFZ 对

表3 PFZ及原始 $\gamma$ 基体成分分析<sup>[11]</sup>(原子分数/%)  
Table 3 Composition analysis of PFZ and original  $\gamma$  matrix<sup>[11]</sup>(atom fraction/%)

Position	N	O	Al	Ti	Cr	Co	Mo	Hf	Ta	W	Ni
PFZ-Pt.1	2.52	2.94	0.85	0.51	6.72	10.22	0.45	0.36	0.55	3.23	71.65
PFZ-Pt.2	2.47	3.16	0.46	0.58	6.56	10.10	0.38	0.33	0.76	3.10	72.10
Original $\gamma$ <sup>[11]</sup>	0.00	0.00	7.57	0.85	10.25	14.78	0.47	0.37	1.48	4.90	59.33

K447A合金在870℃/365MPa和980℃/210MPa条件下持久性能的劣化起到重要作用。

### 3 结论

(1)随着晶粒细化, K447A合金持久寿命在760℃/724MPa条件下单调增加, 在815℃/600MPa条件下先升高后降低, 在870℃/365MPa及980℃/210MPa条件下逐步减小。

(2)K447A合金持久等强温度介于815~870℃。K447A合金的持久变形在760℃/724MPa及815℃/600MPa条件下为以晶内变形为主的穿晶断裂; 在870℃/365MPa及980℃/210MPa条件下为以晶界滑移为主的穿晶沿晶混合断裂。

(3)晶粒细化对K447A合金在815℃以下持久性能的提升主要源自对滑移带长度(塑性应变局域化)的抑制和通过减弱显微偏析增加 $\gamma$ '相的体积分数; 晶粒细化对K447A合金在870℃以上持久性能的劣化归因于高温晶界滑移加剧、氧化及由此导致的脆性AIN及低强度贫化区。

(4)基于K447A合金持久性能的最优化, 针对不同服役温度优先选择不同铸造工艺: 760℃以下服役时优选微晶铸造工艺; 815~870℃服役时优选细晶铸造工艺; 870℃以上服役时优选普通铸造工艺。

#### 参考文献:

[1] 李相伟, 谢光, 董加胜, 等. 晶粒组织结构对镍基高温合金持久性能的影响[C]//第十三届中国高温合金年会论文集. 北京: 冶金工业出版社, 2015: 331-334.  
LI X W, XIE G, DONG J S, et al. Effect of grain structures on the creep rupture of Ni-based superalloys [C]//Proceedings of the 13th China Superalloy Annual Conference. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2015: 331-334.

[2] HELMINK R C, TESTIN R. Advanced superalloys and tailored microstructures for integrally cast turbine wheels[C]//Ninth International Symposium on Superalloys. Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society, 2000: 171-179.

[3] 都贝宁, 杨金侠, 崔传勇, 等. 晶粒细化对K417G高温合金蠕变性能的影响[J]. 金属学报, 2014, 50(11): 1384-1392.  
DU B N, YANG J X, CUI C Y, et al. Effects of grain refinement on creep properties of K417G superalloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2014, 50(11): 1384-1392.

[4] 蔡全卓. 典型航空发动机轮盘破裂失效研究[D]. 杭州: 浙江大学, 2017.  
CAI Q Z. Research on burst failure of typical aeroengine disk[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2017.

[5] 胡聘聘, 王越, 李妍佳, 等. 微晶铸造对K4169合金组织及持久性能的影响[J]. 中国材料进展, 2024, 43(10): 865-870.  
HU P P, WANG Y, LI Y J, et al. Effect of micro-grain casting process on microstructure and stress rupture properties of K4169 alloy[J]. Materials China, 2024, 43(10): 865-870.

[6] HU P P, WANG Y, LI W D, et al. Effect of micro-grain casting process on the microstructure and high cycle fatigue properties of K492M alloy at 700℃[J]. Journal of Physics, 2024, 2686(1): 012026.

[7] 胡聘聘, 盖其东, 李相辉, 等. 铸型搅动细晶铸造对K492M合金向心叶轮组织与拉伸性能的影响[J]. 铸造, 2016, 65(11): 1045-1050.  
HU P P, GAI Q D, LI X H, et al. Effect of mold agitation fine grain casting on microstructure and tensile properties of K492M alloy integral wheel[J]. Foundry, 2016, 65(11): 1045-1050.

[8] BRINEGAR J R, NORRIS L F, ROZENBERG L. Microcast-X fine grain casting—a progress report[J]. Superalloy, 1984, 1984: 23-32.

[9] BOUSE G K, BEHRENDT M R. Mechanical properties of microcast-X alloy 718 fine grain investment castings[J]. Superalloys 718 Metallurgy and Applications, 1989: 319-328.

[10] 汤鑫, 刘发信, 韩梅. 高温合金细晶铸造技术研究[J]. 材料工程, 1997(9): 24-27.  
TANG X, LIU F X, HAN M. Investigation of fine grain castings technique of superalloy[J]. Journal of Materials Engineering, 1997(9): 24-27.

[11] WANG Y, WANG X T, LIU R, et al. Improved tensile properties of micro-grain casting K447A alloy[J]. Metal-

- lurgical and Materials Transactions A, 2023, 54(5): 1710-1720.
- [12] WANG Y, HE J S, HU P P, et al. Exceptional cryogenic tensile properties of K4169 superalloy by micro-grain casting process[J]. *Materials & Design*, 2023, 236: 112450.
- [13] DU B N, YANG J X, CUI C Y, et al. Effects of grain refinement on the microstructure and tensile behavior of K417G superalloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, 623: 59-67.
- [14] LIU R, WANG X T, HU P P, et al. Low cycle fatigue behavior of micro-grain casting K4169 superalloy at room temperature[J]. *Progress in Natural Science*, 2022, 32(6): 693-699.
- [15] 杨爱民. K4169 高温合金组织细化及性能优化研究[D]. 西安: 西北工业大学, 2002.  
YANG A M. Study of structure refinement and optimization of mechanical properties for superalloy K4169[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2002.
- [16] DU B N, YANG J X, CUI C Y, et al. Effects of grain size on the high-cycle fatigue behavior of IN792 superalloy[J]. *Materials & Design*, 2015, 65: 57-64.
- [17] 张志华, 贾崇林, 张悦, 等. 一种涡轮盘用 800 °C 耐热性高温合金持久性能研究[C]//北京力学学会第二十九届学术年会. 北京: 中国航发北京航空材料研究院, 2023: 136-138.  
ZHANG Z H, JIA C L, ZHANG Y, et al. Study on the stress rupture property of an 800 °C heat resistant superalloy for turbine disk[C]//The 29th Academic Annual Conference of Beijing Society of Theoretical and Applied Mechanics. Beijing: AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, 2023: 136-138.
- [18] 胡聘聘, 王越, 何金珊, 等. 微晶铸造对 K447A 合金 760 °C 持久性能的影响[J]. *钢铁研究学报*, 2025, 37(8): 1077-1085.  
HU P P, WANG Y, HE J S, et al. Effect of micro-grain casting process on the stress rupture property of K447A alloy at 760 °C[J]. *Journal of Iron and Steel Research*, 2025, 37(8): 1077-1085.
- [19] SOULA A, RENOLLET Y, BOIVIN D, et al. Analysis of high-temperature creep deformation in a polycrystalline nickel-base superalloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2009, 510/511: 301-306.
- [20] THIBAUT K, LOCQ D, CARON P, et al. Influence of microstructure on local intra- and intergranular deformations during creep of a nickel-based superalloy at 700 °C[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 588: 14-21.
- [21] MIAO J S, POLLOCK T M, JONES J W. Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature[J]. *Acta Materialia*, 2009, 57(20): 5964-5974.
- [22] MUKHERJI D, RÖSLER J. Effect of the  $\gamma'$  volume fraction on the creep strength of Ni-base superalloys[J]. *International Journal of Materials Research*, 2002, 94(5): 478-484.
- [23] MURAKUMO T, KOBAYASHI T, KOIZUMI Y, et al. Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various  $\gamma'$  volume fraction[J]. *Acta Materialia*, 2004, 52(12): 3737-3744.
- [24] JACKSON J J, DONACHIE M J, GELL M, et al. The effect of volume percent of fine  $\gamma'$  on creep in Ds Mar-M200+Hf[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1977, 8(10): 1615-1620.
- [25] 张兵, 刘德林, 陶春虎, 等. 表面再结晶对单晶高温合金 SRR99 中温持久性能及断裂行为的影响[J]. *航空材料学报*, 2012, 32(6): 85-89.  
ZHANG B, LIU D L, TAO C H, et al. Influence of surface recrystallization on intermediate-temperature stress rupture property and fracture behavior of single crystal superalloy SRR99[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2012, 32(6): 85-89.
- [26] 孔庆平, 戴勇. 晶界在金属蠕变和蠕变断裂中的作用[J]. *材料科学进展*, 1988, 2(2): 1-8.  
KONG Q P, DAI Y. The role of grain boundaries in creep and creep rupture of metals[J]. *Materials Science Progress*, 1988, 2(2): 1-8.
- [27] 余永宁. 金属学原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000.  
YU Y N. Principle of metallography[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000.
- [28] 郭建亭, 黄荣芳, 杨洪才, 等. K17 镍基铸造高温合金环境损伤的研究[J]. *金属学报*, 1988, 24(4): 270-275.  
GUO J T, HUANG R F, YANG H C, et al. Environmental damage of cast Ni-base superalloy K17[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 1988, 24(4): 270-275.
- [29] ZHANG J, SINGER R F. Hot tearing of nickel-based superalloys during directional solidification[J]. *Acta Materialia*, 2002, 50(7): 1869-1879.
- [30] WEI L L, PAN B K, WANG Y G, et al. Microstructure evolution and creep-rupture behaviour of a low-cost Fe-Ni-based superalloy[J]. *Materials Technology*, 2023, 38(1): 2270865.
- [31] PEI H Q, WEN Z X, ZHANG Y M, et al. Oxidation behavior and mechanism of a Ni-based single crystal superalloy with single  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film at 1000 °C[J]. *Applied Surface Science*, 2017, 411: 124-135.
- [32] WANG Y, LIU Q, CAI Z P, et al. Nitride precipitation and formation in IN617 superalloy during creep[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, 948: 169709.
- [33] HUANG L, SUN X F, GUAN H R, et al. Oxidation

- behavior of the directionally solidified Ni-base superalloy DS951 in air[J]. *Oxidation of Metals*, 2005, 64(5): 303-318.
- [34] ROTH H A, DAVIS C L, THOMSON R C. Modeling solid solution strengthening in nickel alloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1997, 28(6): 1329-1335.
- [35] KROL T, BAITHER D, NEMBACH E. The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation[J]. *Acta Materialia*, 2004, 52(7): 2095-2108.
- [36] SUN F, GU Y F, YAN J B, et al. Creep deformation and rupture mechanism of an advanced wrought NiFe-based superalloy for 700 °C class A-USC steam turbine rotor application[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 687: 389-401.

收稿日期: 2025-06-23; 录用日期: 2025-07-30

通讯作者: 肖程波(1970—), 男, 博士, 研究员, 研究方向为高温合金精密铸造技术, 联系地址: 北京 81 号信箱 1 分箱(100095), E-mail: [cbxiao0288@sina.com](mailto:cbxiao0288@sina.com); 何金珊(1989—), 女, 博士, 副研究员, 研究方向为先进能源用钢及高温合金服役损伤行为, 联系地址: 北京市海淀区学院路 30 号北京科技大学(100083), E-mail: [hejinshan@ustb.edu.cn](mailto:hejinshan@ustb.edu.cn)

(本文责编: 陈 卉)