

DOI:10.16356/j.1005-2615.2025.02.014

## 热腐蚀对 K444 合金高周疲劳的影响研究

李明亮<sup>1</sup>, 贾旭<sup>2</sup>, 凌晨<sup>1</sup>, 于连旭<sup>3</sup>, 于苏洋<sup>4</sup>, 江荣<sup>1</sup>, 宋迎东<sup>1,5</sup>

(1. 南京航空航天大学能源与动力学院, 南京 210016; 2. 南京航空航天大学通用航空与飞行学院, 溧阳 213300;  
3. 南京国重新金属材料研究院有限公司, 南京 211135; 4. 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; 5. 哈尔滨工程大学, 哈尔滨 150001)

**摘要:** 针对热腐蚀致燃气轮机涡轮叶片高周疲劳(High cycle fatigue, HCF)失效问题, 使用 NaCl+Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 盐对涡轮叶片用 K444 合金进行热腐蚀, 采用 SEM、EDS 及纳米压痕仪研究了热腐蚀层的微观组织、成分和硬度, 基于逐级加载法研究了热腐蚀对 K444 合金 HCF 强度的影响。研究结果表明热腐蚀引起了 K444 合金的氧化与硫化, 硫化层位于氧化层下, 同时在与硫化层毗邻的基体中存在  $\gamma'$  相贫乏区。随着热腐蚀时长的增加氧化层逐渐增厚, 硫化层厚度出现先增大后减小的趋势, 纳米压痕分析得到的硬度顺序为氧化层>基体>硫化层。热腐蚀加速了 K444 合金的疲劳裂纹萌生, 使得 K444 合金缺口试样的疲劳强度降低了 9.68%~23.97%。

**关键词:** 镍基高温合金; 氧化; 热腐蚀; 高周疲劳; 裂纹萌生

**中图分类号:** O346.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-2615(2025)02-0327-10

## Effects of Thermal Corrosion on High Cycle Fatigue Strength of K444 Alloy

LI Mingliang<sup>1</sup>, JIA Xu<sup>2</sup>, LING Chen<sup>1</sup>, YU Lianxu<sup>3</sup>, YU Suyang<sup>4</sup>, JIANG Rong<sup>1</sup>, SONG Yingdong<sup>1,5</sup>

(1. College of Energy and Power Engineering, Nanjing University of Aeronautics & Astronautics, Nanjing 210016, China;  
2. College of General Aviation and Flight, Nanjing University of Aeronautics & Astronautics, Liyang 213300, China;  
3. Nanjing Guore Metal Materials Research Institute Co., Ltd., Nanjing 211135, China; 4. Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 5. Harbin Engineering University, Harbin 150001, China)

**Abstract:** This article focuses on the problem of high cycle fatigue (HCF) failure of gas turbine blades caused by hot corrosion. NaCl+Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> salt mixture is used for hot corrosion of K444 alloy for turbine blades. The microstructure, composition, and hardness of the hot corrosion layer are studied using SEM, EDS, and nanoindentation. The effect of hot corrosion on the HCF strength of K444 alloy is studied based on the stepwise loading method. The research results indicate that hot corrosion causes oxidation and sulfurization of the K444 alloy, with the sulfurization layer located below the oxidation layer, and there is a  $\gamma'$  depletion zone in the matrix adjacent to the sulfurization layer. As the duration of hot corrosion increases, the oxide layer gradually thickens, and the thickness of the sulfide layer shows a trend of first increasing and then decreasing. The hardness order obtained from nanoindentation analysis is the oxide layer>matrix>sulfide layer. Hot corrosion accelerates the initiation of fatigue cracks in K444 alloy, resulting in a decrease of fatigue strength of

**基金项目:** 航空发动机及燃气轮机基础科学中心重大项目(P2022-A-III-003-001); 江苏省优秀青年基金(BK20220136)。

**收稿日期:** 2024-07-03; **修订日期:** 2024-10-10

**通信作者:** 江荣, 男, 教授, 博士生导师, E-mail: rjiang@nuaa.edu.cn。

**引用格式:** 李明亮, 贾旭, 凌晨, 等. 热腐蚀对 K444 合金高周疲劳的影响研究[J]. 南京航空航天大学学报(自然科学版), 2025, 57(2): 327-336. LI Mingliang, JIA Xu, LING Chen, et al. Effects of thermal corrosion on high cycle fatigue strength of K444 alloy[J]. Journal of Nanjing University of Aeronautics & Astronautics(Natural Science Edition), 2025, 57(2): 327-336.

K444 alloy notched specimens by 9.68% — 23.97%.

**Key words:** Ni-based superalloys; oxidation; hot corrosion; high cycle fatigue (HCF); crack initiation

燃气轮机热端部件在服役过程中除正常所承受的高温、高压、高转速等载荷环境外,还承受海洋高盐雾、高湿度等腐蚀环境的影响。燃气轮机在服役过程中,燃料中的杂质 S 在燃烧时会产生 SO<sub>2</sub>、SO<sub>3</sub> 等硫化物,与海洋大气环境中 NaCl 反应后会在透平叶片沉积一层 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 熔盐膜,形成的硫酸盐等沉积物导致涂层、高温合金发生热腐蚀,导致透平叶片发生热腐蚀-疲劳失效<sup>[1-2]</sup>。

根据热腐蚀发生的温度,通常可将热腐蚀分为低温热腐蚀(600~750 °C)和高温热腐蚀(800 °C 以上)<sup>[3-5]</sup>。透平叶片工作温度高,热腐蚀方式为高温热腐蚀,此温度下盐为熔融状态,均匀破坏致密的氧化层并消耗基体中的 Cr 元素,且在 Cl 元素作用下合金基体产生孔洞,加快腐蚀速度。Yang 等<sup>[6]</sup>针对 DZ125 合金开展了 850 °C 高温热腐蚀研究,合金的腐蚀层分为内外两层,外层表现为氧化物 NiO/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的多孔层,而内层则是均匀的主要由 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 组成的氧化物。高温热腐蚀除了加剧合金表面氧化物的形成外,还导致在亚表面形成了强度较低的 γ' 贫乏区。Kanesund 等<sup>[7]</sup>对 IN-792 铸造高温合金叶片热腐蚀问题开展研究,发现服役 21 000 h 后主要承受硫化氢燃气环境的合金叶片遭受了严重的腐蚀损伤,晶间出现了大量硫元素与氧元素形成的 Ti、Al 化合物,并且表面部分裂纹沿晶界扩展,进一步加深腐蚀效应。李云等<sup>[8-9]</sup>分别对 K 系铸造合金热腐蚀影响开展了研究。K35 合金在含有 NaCl 的混合盐中进行了高温热腐蚀,发现 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 氧化膜变得疏松,疏松的氧化膜不再具有保护机制,导致氧元素穿过氧化膜进一步腐蚀基体。K17 合金也在含有 NaCl 的混合盐高温热腐蚀条件下形成了疏松的氧化膜,并且发现硫元素通过晶界或多孔的氧化膜进入到内部,导致部分晶界发生硫化而变脆,成为了裂纹扩展的优先路径,同时也导致了较深的腐蚀深度。

通常认为,热腐蚀坑引起的应力集中以及热腐蚀导致材料/结构有效承载截面减小会显著降低疲劳寿命<sup>[10-11]</sup>,且腐蚀疲劳的大部分寿命来自腐蚀坑扩展和裂纹萌生<sup>[12]</sup>。未热腐蚀疲劳裂纹往往萌生

于亚表面缺陷;而热腐蚀试样的裂纹则一般始于腐蚀产物剥落的表面微裂纹<sup>[11]</sup>。预先热腐蚀试样中的疏松腐蚀层和 γ' 贫乏层,降低了合金表面力学性能,从而影响疲劳裂纹的萌生过程<sup>[13]</sup>。Turnbull 等<sup>[14]</sup>发现了热腐蚀作用根据最大应力幅的不同将导致低周疲劳寿命降低 60%~98%。Brooking 等<sup>[15]</sup>针对单晶高温合金 CMSX-4 发现疲劳历程中长时间的保载将导致裂纹张开,导致腐蚀介质渗透到裂纹尖端,形成了裂纹尖端氧化程度加剧,并在机械载荷作用下裂纹再度张开,反复作用下缩短疲劳寿命。在高周疲劳作用中,热腐蚀层形成的影响也是类似的,Pradhan 等<sup>[16]</sup>在对 IN718 的热腐蚀高周疲劳性能的研究中发现,由于热腐蚀中腐蚀层形成的腐蚀坑会引发应力集中,并且在高频的交变载荷下,疲劳裂纹萌生后迅速扩展,此结果容易引发高周疲劳失效。

透平叶片工作温度高,同时会受到温度应力、气动载荷等作用也易发生高周疲劳失效。目前,关于热腐蚀对透平叶片材料高周强度的影响研究较少。因此,本文以燃气轮机透平叶片用 K444 合金为研究对象,首先通过开展透平叶片典型服役温度下的热腐蚀试验和损伤表征研究,揭示 K444 合金的热腐蚀损伤特征与热腐蚀机理,然后基于逐级加载法针对预热腐蚀损伤的 K444 合金开展高温高周疲劳试验,揭示热腐蚀损伤对 K444 合金高周疲劳强度的影响,并厘清热腐蚀损伤影响高周疲劳裂纹萌生机理。

## 1 材料与试验方法

### 1.1 试验材料

K444 合金的成分如表 1 所示,采用 Q/703J 178—2016 执行标准进行热处理,处理后的材料经研磨、抛光和腐蚀(腐蚀溶液(80 mlHCF+40 mlCH<sub>3</sub>OH+40 mlCuCl<sub>2</sub>))后的金相组织如图 1 所示。K444 合金的铸态组织呈现出枝晶形貌<sup>[17]</sup>,枝干发达,呈现规则的有序形状。枝晶之间存在散落的 γ/γ' 共晶以及白色的块状碳化物。

表 1 K444 合金成分

Table 1 Composition of K444 alloy

元素	Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Nb	Ni
质量分数/%	3.15	4.55	15.75	10.62	2.03	5.42	0.21	余量

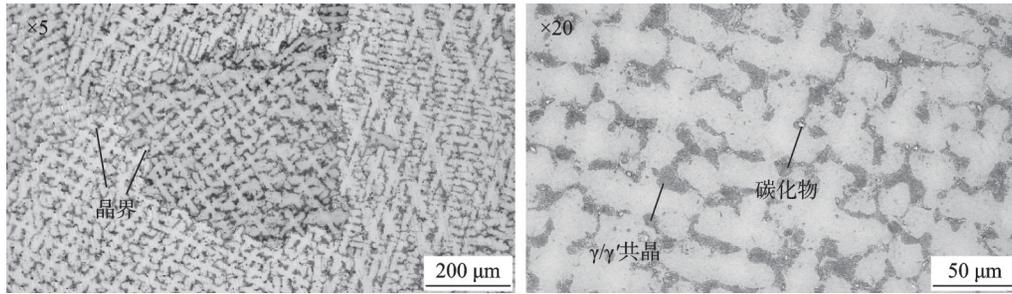


图1 K444合金显微组织

Fig.1 Microstructure of K444 alloy

### 1.2 热腐蚀试验及表征

采用快走丝线切割加工热腐蚀试样,试样尺寸为  $\varnothing 14 \text{ mm} \times 1.5 \text{ mm}$ 。采用 75%Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+25%NaCl 的盐溶液对圆片试样进行涂盐处理,涂盐量为 4 mg/cm<sup>2</sup>。将涂盐后的圆片试样放入 900 °C 的高温炉内进行无应力热腐蚀试验,热腐蚀时间分别为 24、48、72 和 96 h。热腐蚀试样随炉冷却后将其取出并在沸水中静置 1 min 以去除表面盐层。采用 X 射线衍射仪 (D8 ADVANCE) 对腐蚀产物进行物相分析,采用场发射扫描电镜

(GeminiSEM300)和配套的能谱仪(EDS)对热腐蚀试样表面形貌、横截面氧化/硫化层形貌以及成分进行表征。采用 Micro Materials 纳米压痕仪测量不同时间历程的热腐蚀圆片试样的硬度变化,揭示热腐蚀对 K444 合金微观力学性能的影响。

### 1.3 高周疲劳试验及表征

为了研究热腐蚀损伤对 K444 合金高周疲劳性能的影响,设计了骨头棒状光滑圆棒试样以及环形缺口圆棒试样,试样尺寸如图 2 所示。

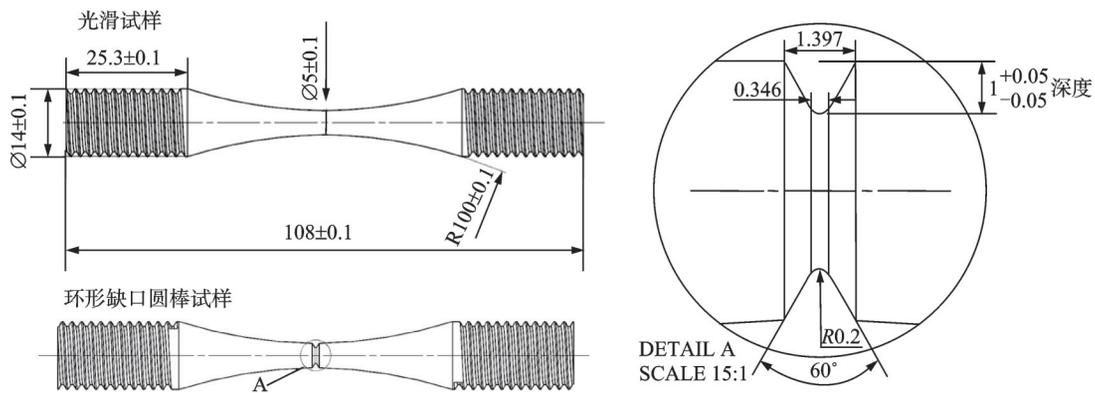


图2 K444合金HCF试样

Fig.2 K444 alloy HCF specimen

采用旋转涂盐法对疲劳试样进行涂盐处理,为了保证盐雾迅速沉积,将疲劳试样放入高温炉中预热到 200 °C 保温 10 min,保温结束后迅速取出试样,循环喷涂 40 s,得到沉积量为 4 mg/cm<sup>2</sup> 的标距段盐层。将涂盐的试样放入高温炉在 900 °C 进行预先热腐蚀,热腐蚀时长为 96 h。

采用 QBG-25 型电磁式高频试验机对光滑及预热腐蚀后的疲劳试样进行高周疲劳 (High cycle fatigue, HCF) 试验,通过逐级加载法<sup>[18]</sup>来获得单个试样的 HCF 强度,并通过取平均的方式来获得每一种条件下的 HCF 强度,具体试验方案如表 2 所示。试验后采用线切割切取断口,采用蔡司 EVO10 SEM 对 HCF 断口进行观察。

表 2 K444 合金 HCF 试验方案

Table 2 HCF test plan for K444 alloy

试样类型	预热腐蚀时长/h	应力比	试验件数	试验条件
光滑圆棒试样	0		3	
环形缺口圆棒试样	0	0.1	3	指定疲劳循环寿命 10 <sup>6</sup> 、900 °C、轴向加载
环形缺口圆棒试样	96		3	

## 2 结果与讨论

### 2.1 热腐蚀层形貌和组分表征分析

采用 SEM 观察得到的热腐蚀试样表面微观形貌如图 3 所示。从图 3(a,b) 可看出,经过 48 h 热腐

蚀后试样表面可观察到大量块状产物 A 和颗粒状产物 B 以及少量针刺状产物 C。此外,从图中可观察到腐蚀层被分为内外两层,内腐蚀层相对平整,呈现鳞片状,存在少量与外层形貌相似的产物 A

与 B。图 3(c)中观察到内腐蚀层出现细小空洞,为  $1\sim 3\ \mu\text{m}$ ,而在外腐蚀层中没有发现与此类似的现象。图 3(d)中,部分区域可观察到腐蚀层开裂,热腐蚀层中的裂纹是其易发生剥落的主要原因。

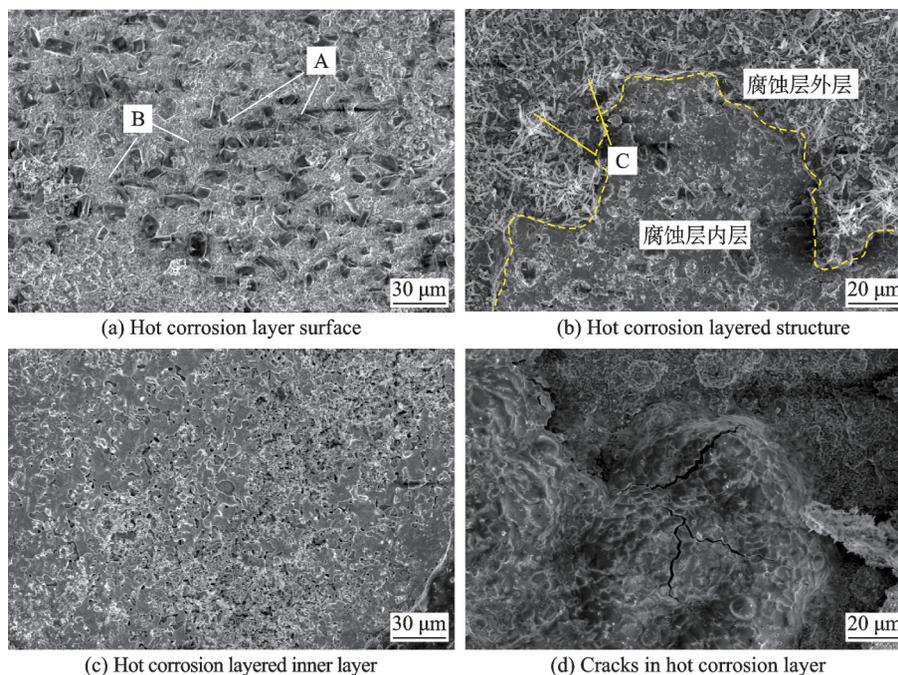


图 3 48 h 热腐蚀试样表面形貌

Fig.3 Surface morphologies of 48 h hot corrosion sample

图 4 为不同时长热腐蚀试样表面腐蚀产物的 XRD 图谱。在经历 24 h 热腐蚀后,试样表面的主要腐蚀产物为  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,同时可观测到少量的  $\text{NiO}$ 。在热腐蚀 48 及 72 h 试样中,出现了较多的  $\text{TiO}_2$ ,并且开始逐渐出现一些  $\text{TiO}$ 、 $\text{Co}_2\text{O}_3$  与  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  氧化物。在 96 h 热腐蚀试样中, $\text{NiO}$  含量非常高, $\text{Ni}$  单相含量减少, $\text{TiO}$  含量增大,试样转变为主要消耗  $\text{Ni}$  的腐蚀模式。通过以上时间历程的腐蚀氧化分析可发现,合金样品表面腐蚀层物相主要由  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{TiO}$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{NiO}$  以及  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  的复合氧化物组成。由于表面迅速腐蚀形成了贫  $\text{Ti}$ 、 $\text{Cr}$  区,不易再形成保护性的氧化膜来修补已破坏的保护层。腐蚀后期产物演变以  $\text{NiO}$  为主,并使基体内剩余元素继续腐蚀。

为了澄清热腐蚀氧化产物的主要元素构成以及氧化膜的转变特征,利用 EDS 对试样表面进行成分分析,结果如图 5 所示。可发现热腐蚀 24 h 试样的外腐蚀层主要产物为块状(约  $15\ \mu\text{m}$ )和颗粒状( $1\sim 3\ \mu\text{m}$ ),内腐蚀层为鳞片状及颗粒状(约  $3\ \mu\text{m}$ )。EDS 能谱结果显示,外腐蚀层块状颗粒富含  $\text{Ti}$  元素,颗粒状产物富含  $\text{Cr}$  和  $\text{Ni}$  元素,而内腐蚀层  $\text{Ni}$  元素与  $\text{Cr}$  元素比例较为均匀,但  $\text{O}$  元素存在衬度差。热腐蚀 72 h 试样外腐蚀层中也出现大

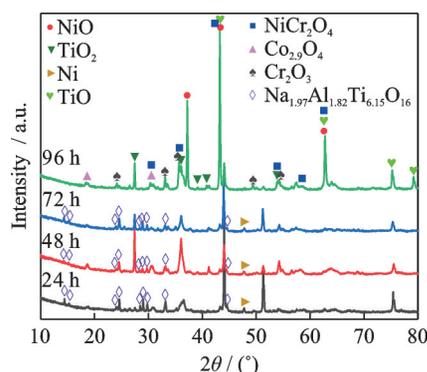


图 4 不同时长热腐蚀试样腐蚀产物的 XRD 图谱

Fig.4 XRD pattern of corrosion products of hot corrosion samples at different time lengths

块富含  $\text{Ti}$  的块状以及富含  $\text{Cr}$ 、 $\text{Ni}$  的颗粒状,但其中块状产物较少,且含有针刺状产物,通过 EDS 能谱发现其富含  $\text{Ti}$  元素。

通过统计 EDS 能谱分析的元素含量如表 3 所示,24 与 72 h 试样外腐蚀层产物中含有较多的  $\text{Ti}$  与  $\text{Cr}$ 、 $\text{Ni}$  占比较低,而内腐蚀层中  $\text{Ni}$  含量高, $\text{Ti}$  几乎不存在, $\text{Cr}$  元素含量变化不大, $\text{O}$  的含量有所降低。同时,外腐蚀层未检测到的  $\text{Co}$  与  $\text{W}$  元素,在内腐蚀层中有着一定的含量。通过 EDS 分析表明, $\text{K444}$  合金中的元素存在一定的氧化先后顺序,即形成氧化产物的顺序为  $\text{Ti}$ 、 $\text{Cr} > \text{Ni}$ 、 $\text{Co}$ 、 $\text{W}$ ,并且

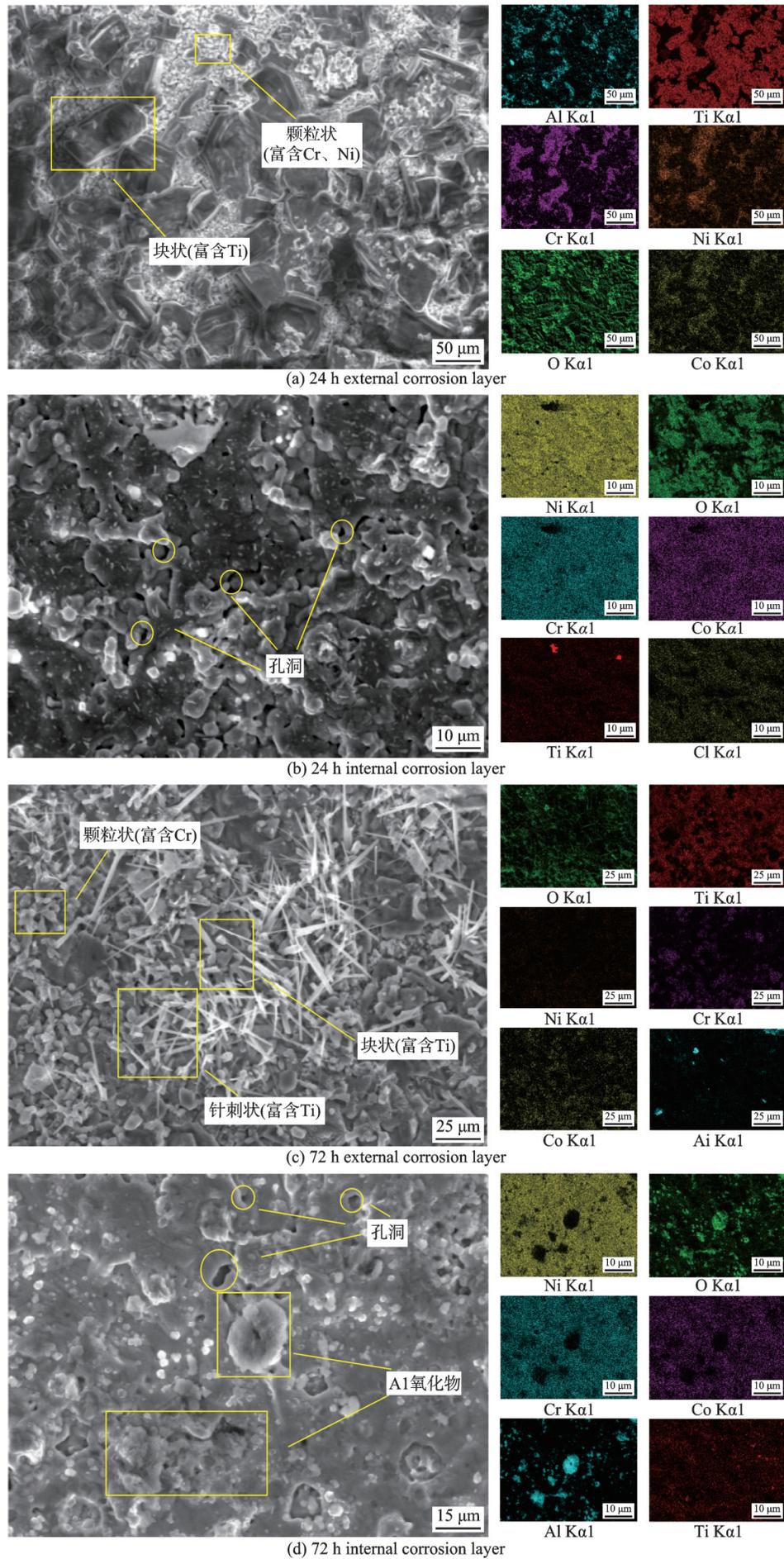


图 5 腐蚀层形貌和成分

Fig.5 Morphologies and composition of corrosion layer

表 3 内外腐蚀层元素 EDS 表征结果

Table 3 EDS characterization results of internal and external corrosion layer elements

元素	Ni	O	Cr	Ti	Al	Co	W
24 h 外腐蚀层	6.4	44	5.8	23.2	2.4	<1	<1
72 h 外腐蚀层	2.4	44.2	11.5	22	2	<1	<1
24 h 内腐蚀层	35.7	21.8	8.9	<1	<1	6.9	2.5
72 h 内腐蚀层	34.1	18	8.6	<1	5.6	6.5	2.8

由于元素本身含量的高低,导致氧化层之间产物的变化。

图 6 为 K444 合金腐蚀层的横截面形貌以及 EDS 表征结果。热腐蚀层呈现为外层以氧元素为主导的氧化层、内层以硫元素为主导的硫化层的双层结构。EDS 的元素分析结果显示,氧化层的主要元素为 O、Al、Ti、Cr,其中,Al 与 Ti 元素在氧化层中出现了聚集,而 Cr 元素虽大量出现,但没有聚

集。这一现象表明了基体中元素的氧化顺序,Al、Ti>Cr。Ti、Al 元素都是镍基合金中形成  $\gamma'$  相的重要元素,可促进  $\gamma'$  相的析出,延缓  $\gamma'$  相的聚集长大过程。当 Al 与 Ti 元素发生氧化时,会将基体内一部分元素聚集,削弱了基体内部元素的均匀性,且削弱  $\gamma'$  相的强度,对于 K444 合金的高温强度有害。而 Cr 能够固溶强化  $\gamma$  基体,同时还形成保护性的氧化膜,有效增强了合金的抗腐蚀性能。EDS 结果中 Cr 元素的大量存在起到了延缓热腐蚀速率的关键性作用。观察基体层可发现,基体中含有大量的块状  $\gamma'$  相结构,在热腐蚀的过程中,产生了“筏化”效应: $\gamma'$  相颗粒通过定向粗化即筏化发生合并。此外,在硫化层中,很难再观察到  $\gamma'$  相颗粒,这一现象在对 DZ125<sup>[15,19]</sup> 的研究中也有出现,硫化层也表现为  $\gamma'$  相的消耗区域。由此可见,热腐蚀层不仅造成氧化层的疏松破碎,仍消耗了镍基合金一定的机械性能。

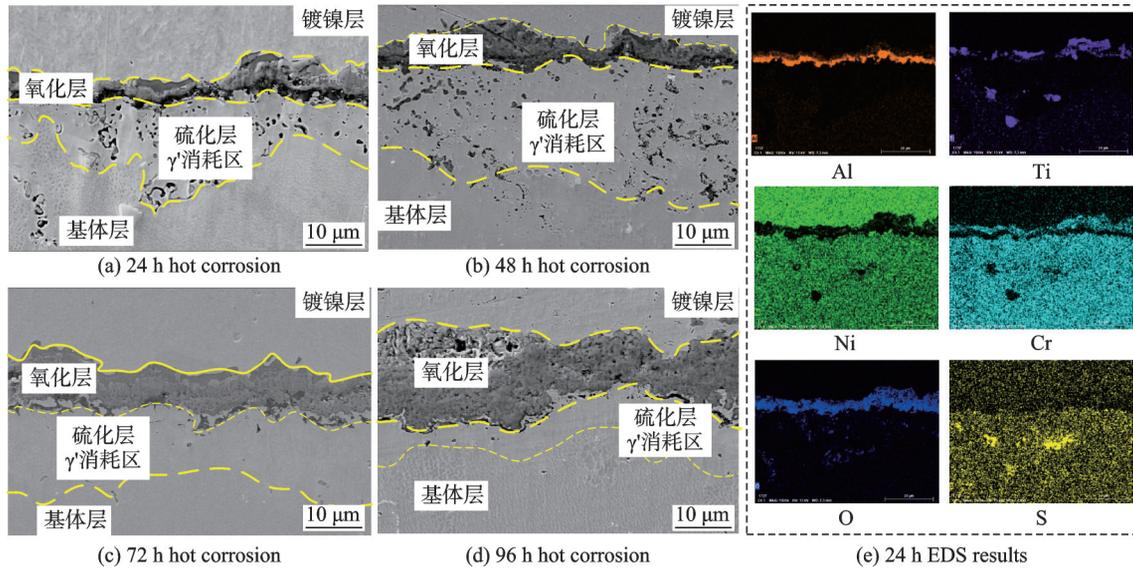


图 6 腐蚀层横截面形貌和 EDS 表征结果

Fig.6 Cross sectional morphologies of corrosion layer and EDS characterization results

采用面积法计算氧化层和硫化层平均厚度,每个时间条件试样数量为两件,取样方法为在每个热腐蚀圆片试样横截面等距离取 10 个位置拍摄 SEM 图片,利用 image pro plus 软件对 10 组 SEM 图片中氧化层、硫化层厚度进行统计,测量统计结果如图 7 所示。从图中可看出,随时间延长,氧化层逐步增厚,硫化层呈现出先增厚后减薄的趋势,48 h 的硫化层是 4 个时间中最厚的。这一现象可能跟沉积盐层含量有关,热腐蚀单次涂盐量较少,在 24 h 氧化反应启动,基体元素开始与盐层中的 S、Cl 以及空气中的 O 元素进行反应,48 h 氧化速率较大,形成了较厚的氧化层与硫化层结构。而在

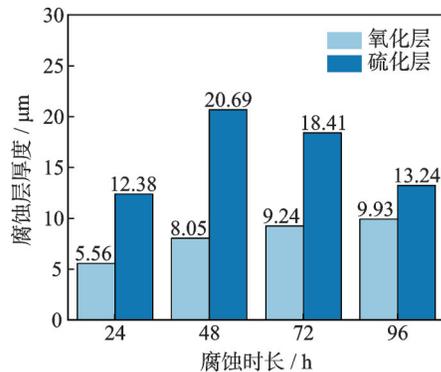


图 7 K444 合金热腐蚀层不同时长厚度变化

Fig.7 Changes in thickness of K444 alloy hot corrosion layer at different time lengths

此之后,盐层得不到补充,盐层  $\text{NaCl}+\text{Na}_2\text{SO}_4$  中的 Cl 与 S 可能会形成一些气态产物而被消耗掉,加上氧化层被 Cl 元素破坏,硫化层中 S 元素得不到补充,而是逐步触发硫化氧化反应而转化为氧化层。由此,在 72 h 与 96 h 的腐蚀层形貌中出现了氧化层厚度增大,硫化层厚度减小的现象。

### 2.2 热腐蚀层硬度分布分析

采用纳米压痕对热腐蚀层硬度测量的结果如图 8 所示,从图中可看出氧化层、硫化层与合金基体的硬度存在明显的差别。根据腐蚀层形貌和压痕间距,划分了氧化层、硫化层以及基体的压痕硬度值,汇总得到的平均硬度如表 4 所示。氧化层硬度均值为 12.838 9 GPa,硫化层 4.067 GPa,基体层 6.648 2 GPa,按硬度值大小排序为:氧化层 > 基

体层 > 硫化层。

类似的硬度分布规律在 Lewis 等<sup>[20-21]</sup>的研究中也有发现,均呈现氧化区向内硬度逐渐降低, $\gamma'$  消耗区达到最小值,基体区域硬度值则处于两区域的中间。硬度较高的氧化层产生了一定的材料脆性,相对于基体更易形成裂纹。屈服应力变化与硬度值的变化成正比,硫化物层硬度最低,说明该区域屈服应力更低,变形发展可能更为明显,导致应变局部化,加速裂纹萌生。但同时值得注意的是,在疲劳载荷作用下,在低硬度的硫化物层中发生的塑性变形可能导致裂纹尖端钝化,避免了裂纹尖端的应力集中,这种塑性诱导裂纹闭合机制<sup>[20]</sup>降低了裂纹扩展速率,从而提高了疲劳裂纹扩展寿命。

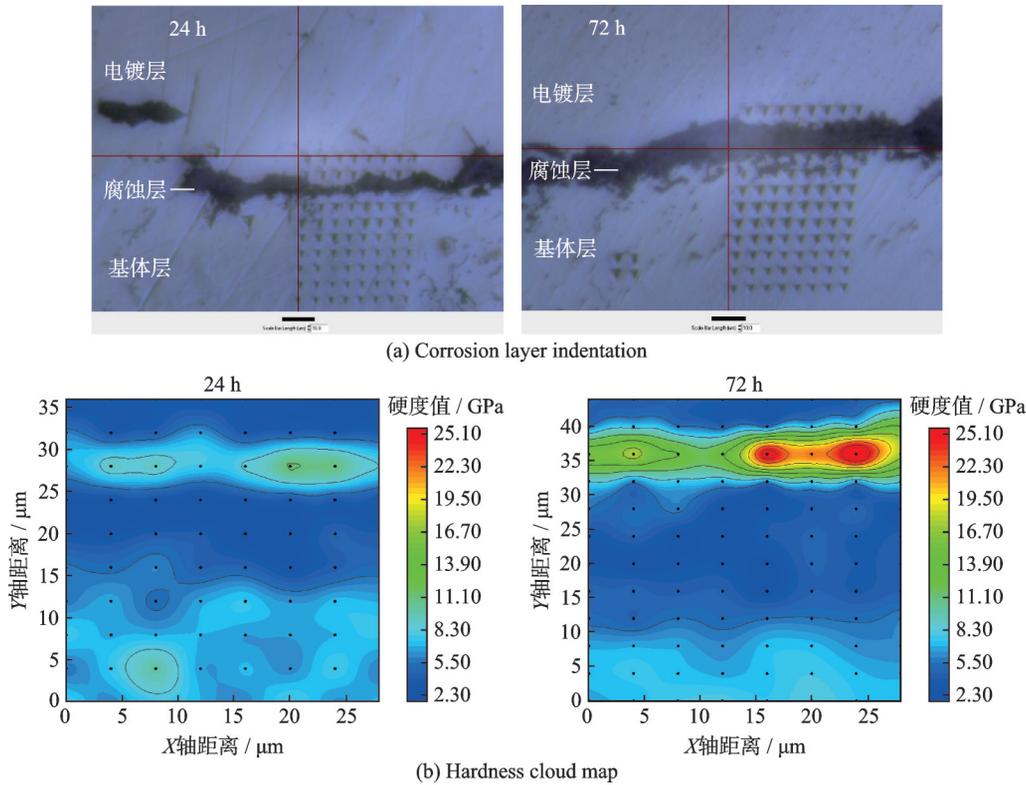


图 8 热腐蚀层的纳米压痕测试结果

Fig.8 Nanoindentation test results of hot corrosion layer

表 4 不同热腐蚀时长的 K444 合金热腐蚀层及基体的硬度值

Table 4 Hardness values of K444 alloy hot corrosion layer and matrix with different hot corrosion durations

试样	硬度/GPa		
	氧化层	硫化层	合金基体
24 h	9.320 1	3.612 2	6.806 7
48 h	15.311 1	4.124 3	5.724 9
72 h	13.604 1	4.172 1	7.100 2
96 h	13.120 4	4.359 4	6.960 9
平均值	12.838 9	4.067	6.648 2

### 2.3 高周疲劳试验结果分析

光滑试样、缺口试样以及缺口热腐蚀试样的疲劳强度如图 9 所示,环形缺口圆棒试样开槽形成的应力集中,显著降低了疲劳强度。试样断口形貌如

图 10 所示。

未腐蚀环形缺口试样的疲劳强度相比光滑试样降低 63.35%~68.97%,而 96 h 腐蚀环形缺口试样相较于未腐蚀环形缺口试样的疲劳强度降低了

9.68%~23.97%。对于 K444 合金光滑试样疲劳裂纹通常萌生于内部缺陷,然而环形槽试样疲劳裂纹是在表面产生的。从断口形貌来看,光滑试样裂纹源不在试样表面而源于铸造孔洞缺陷,为了有效降低铸造缺陷带来的影响,采用缩小试样中心标距段

面积、施加局部应力集中也就是环形缺口试样来指定疲劳萌生位置,降低因铸造缺陷带来的疲劳强度降低,从而找到基于腐蚀层的裂纹萌生现象。如图 10 所示,在环形槽试样断口的表面观察到了较为平整的裂纹扩展区,且出现多边缘平坦、中心高低不齐的断口形貌,表明环形槽疲劳试样的疲劳裂纹均处于表面萌生,并且存在多疲劳源,断口中心的韧窝状结构为大塑性变形区域,是疲劳的最后阶段形成的。

经受 96 h 的热腐蚀试样中心标距段盐分较少,并且中心形成了完整的灰绿色腐蚀层,整体存在腐蚀层的破裂。高温热腐蚀环境的温度超过沉积盐的熔点,故合金表面上形成松散的多孔腐蚀层,由于应力集中效应,盐涂层样品表面会产生疲劳裂纹,且疲劳裂纹主要产生于热腐蚀区域<sup>[13]</sup>。本文中热腐蚀环形槽试样断口边缘发现存在较多的高温氧化腐蚀所致的微碎屑物。这些疲劳过程中预先热腐蚀时或裂纹出现初期形成的腐蚀产物,加快了裂纹的产生,并使硫元素渗入表面裂纹致裂纹周边再次发生腐蚀。此外在循环应力下盐包覆试样

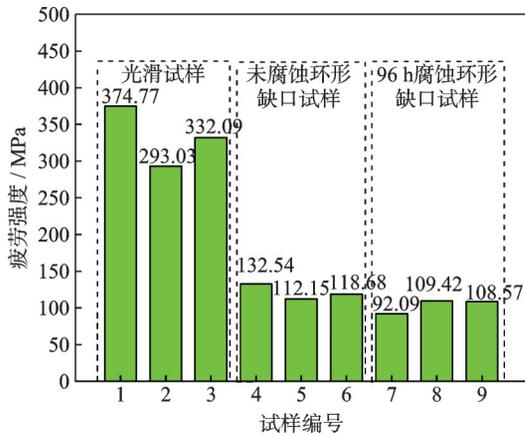
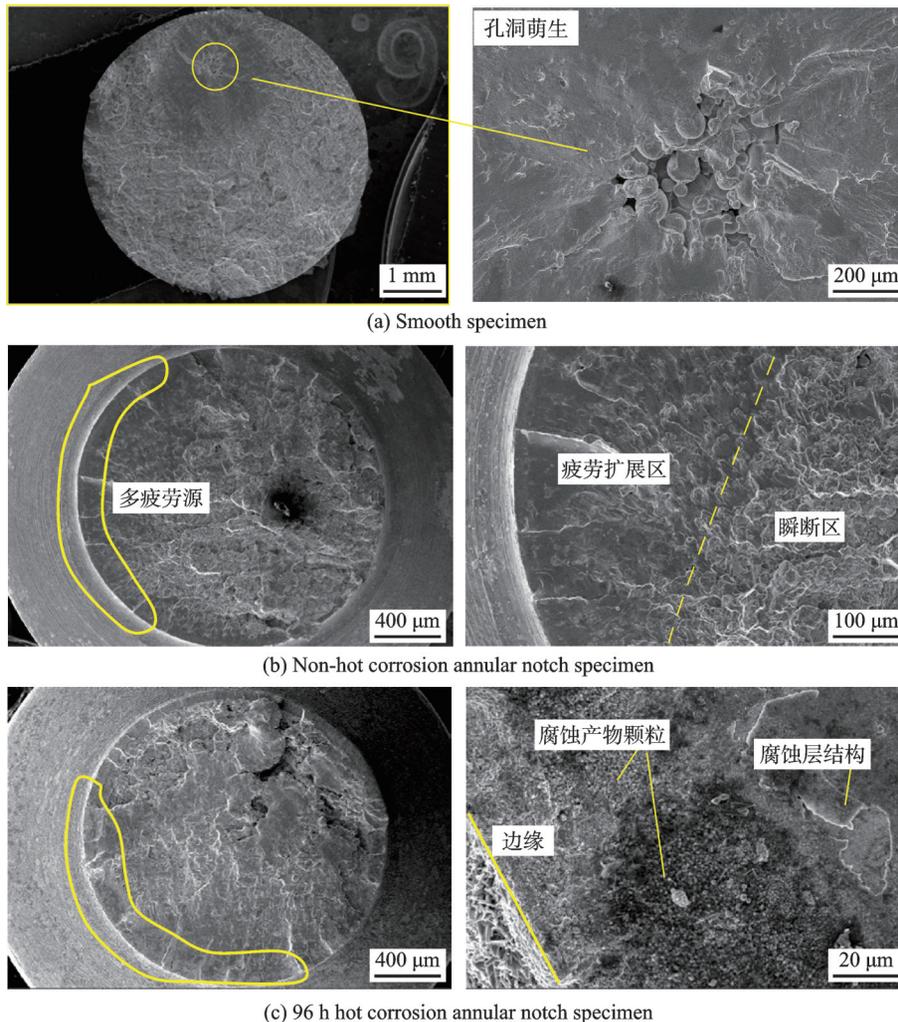


图 9 光滑试样、环形缺口试样以及 96 h 热腐蚀环形缺口试样的高周疲劳强度

Fig.9 HiCF strength of smooth specimens, annular notch specimens, and 96 h hot corrosion annular notch specimens



(c) 96 h hot corrosion annular notch specimen

图 10 环形缺口试样断口形貌

Fig.10 Fracture morphologies of annular notch specimen

表面腐蚀层剥落还会导致形成腐蚀坑<sup>[13]</sup>,凹坑的存在进一步加快表面裂纹的萌生。分析发现,环形槽试样裂纹源位于试样表面,同时在热腐蚀环境的影响下,裂纹周围出现的二次腐蚀氧化行为使疲劳强度可能进一步降低。

由图10可看出,与未腐蚀环形缺口试样因缺口而疲劳强度急剧下降相比,96 h腐蚀缺口和未腐蚀缺口试样之间的疲劳强度差异较小。这表明,试样在这些条件下的疲劳主要基于裂纹萌生而非扩展。对于无腐蚀环形缺口试样来说,缺口是裂纹萌生的原因,而对于96 h热腐蚀缺口试样,基于缺口上腐蚀产生的微裂纹、腐蚀坑是主要的萌生点位置。而无论是加工缺口,还是对试样进行预热腐蚀,实际上都是在试样表面产生应力集中效应,而单纯环形缺口产生的应力集中效应要比预热腐蚀大得多。在96 h腐蚀环形缺口试样中,缺口产生的应力集中作用削弱氧化物损伤对试样造成的额外损伤影响,使其在裂纹萌生中的影响较小,疲劳强度下降程度减小。

### 3 结 论

针对热腐蚀损伤致燃气轮机透平叶片高周疲劳失效问题,以K444合金为研究对象,采用试样表面涂盐的方式开展了K444合金高温热腐蚀试验,表征了K444合金的热腐蚀特征。开展了900℃的高温疲劳试验,分析了热腐蚀对K444合金高周疲劳强度的影响。主要结论如下:

(1) K444合金在经受热腐蚀后,产生了疏松易剥落的热腐蚀层形貌,热腐蚀层可分为氧化层与硫化层,同时在毗邻硫化层的基体中存在 $\gamma'$ 相贫乏区。试验中随着腐蚀时长的增加氧化层逐渐增厚,硫化层厚度出现先增大后减小的趋势。相对基体的硬度,氧化层硬度增大,硫化层硬度减小,硬度较高的氧化层产生了一定的材料脆性,相较于基体更易形成裂纹。

(2) 相较于光滑试样,未经热腐蚀的环形缺口圆棒试样疲劳强度下降63.35%~68.97%,经过96 h热腐蚀的缺口试样相对未热腐蚀的缺口试样的疲劳强度下降了9.68%~23.97%。由于缺口形成了较高的应力集中,疲劳裂纹为表面萌生,减弱了内部缺陷对疲劳裂纹萌生的影响,而热腐蚀损伤则容易进一步促进疲劳裂纹萌生。

#### 参考文献:

[1] 刘文珽,李玉海,陈群志,等.飞机结构腐蚀部位涂层加速试验环境谱研究[J].北京航空航天大学学报,2002,28(1):109-112.

LI Wenshan, LI Yuhai, CHEN Qunzhi, et al. Accelerated corrosion environmental spectrums for testing surface coatings of critical areas of flight aircraft structures[J]. Journal of Beijing University of Aeronautics and Astronautics, 2002, 28(1): 109-112.

[2] 张源虎,曹鹏,方炜,等.单晶DD3合金在混合盐介质中的蠕变和断裂特性[J].金属学报,1994,30(8):368-373.

ZHANG Yuanhu, CAO Peng, FANG Wei, et al. Creep and fracture feature of DD3 single crystal nickel-base superalloy in mixed salt environment[J]. Acta Metallurgica Sinica, 1994, 30(8): 368-373.

[3] MAHOBIA G S, PAULOSE N, SINGH V. Hot corrosion behavior of superalloy IN718 at 550 and 650 °C [J]. Journal of Materials Engineering & Performance, 2013, 22(8): 2418-2435.

[4] DOWD M, PERKINS K M, CHILD D J. Pre-notched and corroded low cycle fatigue behaviour of a nickel based alloy for disc rotor applications [J]. International Journal of Fatigue, 2017, 105: 7-15.

[5] ELIAZ N, SHEMESH G, LATANISION R M. Hot corrosion in gas turbine components [J]. Engineering Failure Analysis, 2002, 9(1): 31-43.

[6] YANG X G, LI S L, QI H Y. Effect of high-temperature hot corrosion on the low cycle fatigue behavior of a directionally solidified nickel-base superalloy [J]. International Journal of Fatigue, 2015, 70: 106-113.

[7] KANESUND J, BRODIN H, JOHANSSON S. Hot corrosion influence on deformation and damage mechanisms in turbine blades made of IN-792 during service [J]. Engineering Failure Analysis, 2019, 96: 118-129.

[8] 李云,郭建亭,袁超,等.镍基铸造高温合金K35的热腐蚀行为[J].中国腐蚀与防护学报,2005,25(4):250-255.

LI Yun, GUO Jianting, YUAN Chao, et al. Hot corrosion behavior of nickel based cast high-temperature alloy K35 [J]. Chinese Journal of Corrosion and Protection, 2005, 25(4): 250-255.

[9] 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,1988,25(4):270-275.

GUO Jianting, HUANG Rongfang, YANG Hongcai, et al. A study on environmental damage of K17 nickel based cast high-temperature alloy [J]. Acta Metallurgica Sinica, 1988, 25(4): 270-275.

[10] JIANG R, ZHANG L C, ZHAO Y, et al. Effects of hot corrosion on fatigue performance of GH4169 alloy [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2021, 30: 2300-2308.

[11] 宋迎东,凌晨,张磊成,等.航空发动机和燃气轮机热端部件热腐蚀-疲劳研究进展[J].南京航空航天大学

- 学学报, 2022, 54(5): 771-788.
- SONG Yingdong, LING Chen, ZHANG Leicheng, et al. Research progress on thermal corrosion fatigue of hot end components of aircraft engines and gas turbines [J]. Journal of Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2022, 54(5): 771-788.
- [12] MISHRA R K, THOMAS J, SRINIVASAN K, et al. Failure analysis of an un-cooled turbine blade in an aero gas turbine engine[J]. Engineering Failure Analysis, 2017, 79: 836-844.
- [13] GAOLE Z, HONGYU Q, SHAOLIN L, et al. Effects of tensile load hold time on the fatigue and corrosion-fatigue behavior of turbine blade materials[J]. International Journal of Fatigue, 2021, 152: 106448.
- [14] TURNBULL A, MCCARTNEY L N, ZHOU S. A model to predict the evolution of pitting corrosion and the pit-to-crack transition incorporating statistically distributed input parameters[J]. Corrosion Science, 2006, 48: 2084-2105.
- [15] BROOKING L, GRAY S, SUMNER J, et al. Interaction of hot corrosion fatigue and load dwell periods on a nickel-base single crystal superalloy [J]. International Journal of Fatigue, 2018, 117: 13-20.
- [16] PRADHAN D, MAHOBIA G S, CHATTOPADHYAY K, et al. Effect of pre hot corrosion on high cycle fatigue behavior of the superalloy IN718 at 600 °C [J]. International Journal of Fatigue, 2018, 114: 120-129.
- [17] 王志国. 精密铸造 K444 高温合金叶片铸态组织及热处理优化研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2013.
- WANG Zhiguo. Research on as cast microstructure and heat treatment optimization of precision cast K444 high-temperature alloy blades[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2013.
- [18] BELLOWS R S, MUJU S, NICHOLAS T. Validation of the step test method for generating Haigh diagrams for Ti-6Al-4V[J]. International Journal of Fatigue, 1999, 21(7): 687-697.
- [19] HONGYU Q, JISHEN Y, XIAOGUANG Y, et al. Low-cycle fatigue behavior of a directionally solidified Ni-based superalloy subjected to gas hot corrosion pre-exposure[J]. Rare Metals, 2019, 38: 227-232.
- [20] LEWIS D, DING R, WHITTAKER M, et al. The effect of oxidising thermal exposures on the fatigue properties of a polycrystalline powder metallurgy nickel-based superalloy[J]. Materials & Design, 2020, 189: 108529.
- [21] CRUCHLEY S, LI H, EVANS H, et al. The role of oxidation damage in fatigue crack initiation of an advanced Ni-based superalloy[J]. International Journal of Fatigue, 2015, 81: 265-274.

(编辑:夏道家)