

Ni-Al-Ti 细化剂对 K4169 高温合金 铸态组织及性能的影响*

熊玉华 柳伟 杨爱民 张蓉 刘林

(西北工业大学应用物理系, 西安 710072)

摘要 研究了 Ni-Al-Ti 细化剂对 K4169 高温合金铸态组织及性能的影响。结果表明, 合金液不经过均匀化处理, 在 1420 °C 下加入细化剂浇注可显著细化晶粒和提高断面等轴晶的比例。细晶组织的室温拉伸性能明显优于普通铸造组织。在中温下, 细晶组织的强度高于普通铸造组织, 但二者的拉伸塑性相差不大。细晶组织的中温持久寿命显著高于普通铸造组织, 但二者的持久塑性差别不大。利用扫描电镜对拉伸和持久断口进行了分析。

关键词 Fe-Ni 基高温合金, 晶粒细化, 拉伸性能, 持久性能, 断口分析

中图分类号 TG113, TG132

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(1999)07-0689-04

EFFECTS OF Ni-Al-Ti REFINER ON GRAIN STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF CAST SUPERALLOY K4169

XIONG Yuhua, LIU Wei, YANG Aimin, ZHANG Rong, LIU Lin

Department of Applied Physics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072

Correspondent: XIONG Yuhua, Tel: (029)8493264, Fax: (029)8494000

Manuscript received 1999-01-05, in revised form 1999-03-26

ABSTRACT The samples of superalloy K4169 used in testing mechanical property were cast under conventional and fine-grained cast conditions. The effects of refiner Ni-Al-Ti on grain structures and mechanical properties were investigated. Fracture surfaces of the test bars were examined by scanning electron microscopy (SEM). The results indicate that the fine-grained cast process can obviously refine the grains of K4169 alloy, the yield and tensile strength, and the tensile plasticity at room temperature are also improved. Especially, the stress rupture life of the fine-grained sample is doubled compared with that of the conventional cast sample under the test conditions of 760 °C and 480 MPa stress, whereas there is no obvious difference in permanent plasticity.

KEY WORDS Fe-Ni superalloy, grain refinement, tensile property, stress rupture property, fractography

航空发动机和工业燃气轮机的涡轮叶片、导向叶片、涡轮盘及其它高温合金部件要求高温合金具有高的强度和良好的综合性能^[1]。在整铸法取代锻造成型涡轮部件的发展过程中, 遇到了铸件晶粒组织粗大、不均匀以及偏析增大和显微缩孔增多的现象, 解决这一问题的关键是获得均匀的细晶铸件^[2]。细晶组织可以显著提高高温合金综合机械性能^[3]。我国在高温合金研制和生产上已取得长足的进展, 但在涡轮盘、导向叶片和低压涡轮叶片等中温以下使用的高温合金部件仍采用传统的铸造方法。在生产上, 常采用将氧化

钴涂于精铸模壳内壁的办法, 虽然铸件的表层晶粒得以细化, 但是内部的晶粒仍然粗大, 影响部件的性能以及使用寿命^[4,5]。

在前期工作中^[6]研究了铸造工艺参数和加入细化剂对晶粒组织的影响。本文根据前期工作, 考虑到生产实际的需要, 优选出铸造工艺参数和细化剂的最佳加入量, 研究控制铸造工艺参数和加入化学变质剂相结合的方法对航空工业广泛应用的 K4169 高温合金的晶粒细化效果。

1 实验方法

实验所用的细化剂是金属间化合物 Ni-Al-Ti, 母合金 K4169 的化学成分 (质量分数, %) 为: C 0.08, Cr 21.0, Ni 55.0, Mo 3.30, (Nb+Ta) 5.40, Ti 1.15, Al 0.70, Co

* 收到初稿日期: 1999-01-05, 收到修改稿日期: 1999-03-26

作者简介: 熊玉华, 女, 1973 年生, 博士生

1.0, B 0.006, Fe 余量. 采用 MDSC 290 调幅式差式扫描量热计测定 K4169 合金的差热分析曲线, 可知该合金的液、固相线温度分别为 1339 和 1256 °C.

性能试棒的熔铸在 VSG 25 真空中频感应电炉中进行, 每炉母合金的质量约为 2 kg. 细化剂按一定的比例配制并预先置于炉内特制的加料斗内. 模壳采用刚玉砂与硅溶胶制成. 实验采用常规和细晶两种工艺: 常规工艺是先将母合金过热至 1550 °C 进行均匀化处理, 保温 4—6 min 后降至 1420 °C 进行浇注; 细晶工艺是将未经均匀化处理的合金液加热至 1420 °C 并保温 4—6 min, 再加入细化剂并加大功率搅拌均匀后进行浇注. 两种工艺下的模壳温度均为 850 °C.

对性能试棒的晶粒组织和显微组织进行分析, 并测定二者在室温和中温 (760 °C) 下的拉伸性能及中温下的持久性能 (根据 GB 6397-86 制样). 在机械式万能试验机 WJ-10B 型上进行室温拉伸性能的测试, 中温拉伸性能的测试在 ZDM-5 型拉力试验机上进行, 在 SATE-JE 杠杆式试验机上进行持久性能试验. 采用 JEOL 公司的 JSM-840 型扫描电镜观察试样的断口并进行分析.

2 实验结果及分析

2.1 晶粒

常规和细晶两种工艺的工艺参数及得到的晶粒组织特征参数如表 1 所示. 从表 1 可以看出, 细晶工艺得到的试棒的晶粒平均尺寸明显细小, 由普通铸造组织的 4.3 mm 减至 1.2 mm. 同时, 试棒断面等轴晶的比例由 50% 提高至 81%. 浇注所得性能试棒未出现浇不足及冷隔等缺陷, 试棒的成型性良好, 这表明细晶工艺在生产上是可行的.

表 1 常规及细晶工艺的工艺参数和晶粒组织特征参数

Table 1 Parameters of technology and grain structures for conventional and fine-grained test bars

Sample No.	Technology	Average grain size, mm	ASTM grade	P ¹⁾ %
1 ²⁾	Conventional	4.3	ASTM M6	50
2 ³⁾	Fine-grained	1.2	ASTM M9.5	81

1) proportion of equiaxed grains at traverse cross-section, 2) homogenization at 1550 °C, 3) refriner is Ni-Al-Ti

2.2 显微组织

2.2.1 树枝晶的变化 利用金相显微镜测得普通铸造和细晶组织中树枝晶主轴的平均长度分别为 3.9 和 1.05 mm, 如图 1 所示. 细晶工艺中, 由于未溶解的初生碳化物和 Ni-Al-Ti 在合金液冷凝的过程中促进大量晶核的形成, 导致了树枝晶的生长空间减小并限制了彼此的生长, 故细晶工艺下的树枝晶主轴长度明显减小. 测量得两种工艺下树枝晶二次枝晶臂间距均为 0.05 mm. 由于二次枝晶臂间距仅对冷却速度敏感, 而两种工艺下的浇注温度、模壳温度和其它冷却条件相同, 故二次枝晶臂距几乎没有变化.

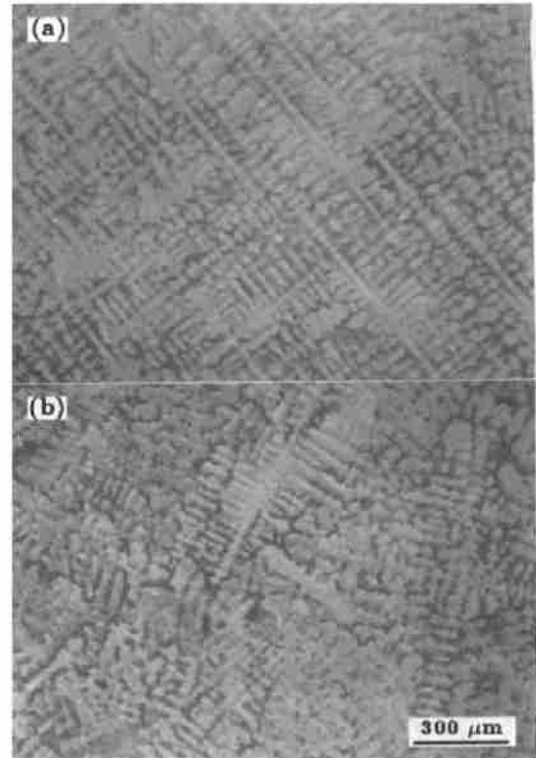


图 1 两种工艺下晶粒组织中的树枝晶

Fig.1 Dendrite structures in conventionally cast sample No.1 (a) and fine-grained sample No.2(b)

2.2.2 Laves 相的变化 细晶组织中的共晶状 Laves 相数量小于普通铸造组织中的数量, 尺寸也明显减小, 如图 2 所示. 利用电子探针针对元素的偏析比测定后发现, 细晶组织中形成 Laves 相所必需的 Nb 以及其它元素的偏析程度比普通铸造组织中的有所减轻, 因此在细晶组织中相对不易形成 Laves 相, 故细晶组织中的共晶状 Laves 相数量减少, 且尺寸减小. Laves 相是脆性相, 细晶组织中的共晶状 Laves 相数量减少及尺寸减小有利于改善合金的机械性能.

2.2.3 碳化物的变化 在晶粒得到细化的同时, 合金中的 MC 型碳化物也得到相应的细化. 普通铸造组织中的碳化物多呈大块状或枝干状, 且分布集中 (图 3a); 而细晶组织中的碳化物尺寸减小且分布均匀 (图 3b), 这是因为随着形核数目的增多, 枝晶变得细小且成分偏析减小, 使得碳化物生长空间减小, 抑制了碳化物的生长.

2.3 拉伸性能和持久性能

2.3.1 室温和中温的拉伸性能 普通铸造和细晶组织样品在室温和中温的拉伸性能数据见表 2. 从表 2 可知, 细晶组织在室温和中温条件下均比普通铸造组织具有高的屈服强度 $\sigma_{0.2}$ (室温下达 35 MPa, 即提高了 5.9%; 中温下达 10 MPa, 即提高了 2%), 以及较高的抗拉强度 σ_b (室温下达 45 MPa, 即提高了 5.6%; 中温下达 50 MPa, 即提高了 7.6%).

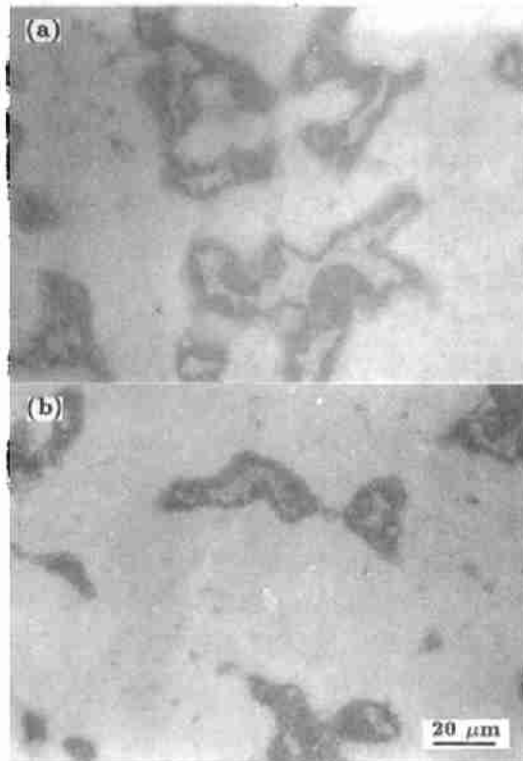


图 2 两种工艺下晶粒组织中的 Laves 相
Fig.2 Laves phase in two kinds of grain microstructure
(a) sample No.1 (b) sample No.2

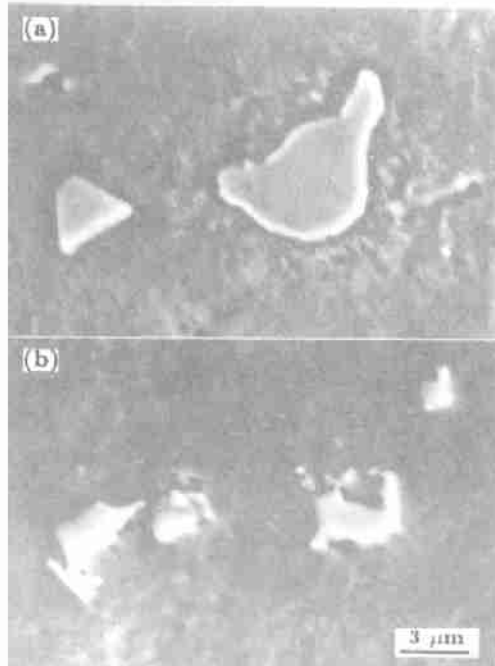


图 3 两种工艺下晶粒组织中的碳化物
Fig.3 Carbides of two kinds of grain microstructure
(a) sample No.1 (b) sample No.2

在室温或低温下,晶界强度高于晶内强度,合金在较低温度下的断裂呈现穿晶断裂的特征。但在高温下,晶界表现为薄弱环节,因而在破断时呈现沿晶断裂的特征。在室温条件下,

表 2 室温和中温拉伸数据

Table 2 The tensile properties at room- and intermediate-temperatures

Sample No.	Temperature / °C	$\sigma_{0.2}$ / MPa	σ_b / MPa	δ / %	φ / %
1	25	590	805	7	9
2	25	625	850	17	14
1	760	505	610	7.5	20
2	760	515	660	13	18

细晶组织的塑性比普通铸造组织有明显的改善。由于晶粒细小和组织均匀,整个试样上的塑性变形被局限在各个小的区域中进行,且分布均匀。另外,由于晶粒细化,组织中的 Laves 相及 MC 型碳化物尺寸减小且分布均匀,裂纹不易产生,故细晶试样的拉伸塑性得以提高。本试验中,在中温下细晶组织的强度仍高于普通铸造组织,但二者的拉伸塑性差别不大。

2.3.2 中温持久性能 细晶组织和普通铸造组织的中温持久性能数据见表 3。细晶组织的中温持久寿命比普通铸造组织的提高一倍,但两种晶粒组织的持久塑性差别不大。由于细晶组织的晶粒细小且分布均匀,晶界状态起到弯曲界面作用,裂纹的产生及扩展速度比普通铸造组织中的慢得多,故二者之间的持久寿命有很大的差异。

表 3 中温持久性能数据

Table 3 The stress rupture properties under the test conditions of 760 °C and 480 MPa

Sample No.	Test time / min	δ / %	φ / %
1	15.45	8.80	11.94
2	33.15	9.20	7.84

2.4 断口分析

2.4.1 室温拉伸的断口 图 4a, b 分别为典型的韧窝和解理台阶的形貌。在细晶组织中,由于晶粒细小,MC 型碳化物及 Laves 相尺寸小且分布均匀,在这些地方易产生局部缩颈和破裂,形成韧窝型断裂。故在细晶组织的断口处有大量的韧窝,但无明显的解理台阶。而在普通铸造组织中却不同,在其断口处有许多解理台阶,但几乎没有韧窝,形成脆性断裂。在普通铸造组织中,由于晶粒尺寸大,MC 型碳化物、Laves 相和晶界粗大,在这些地方不易象在细晶组织中一样易产生韧窝。而且,在粗大的 MC 型碳化物、Laves 相和晶界等处的应力集中比细晶组织中的大。在大的应力集中作用下,粗大晶粒的变形不易协调的情况下,在晶界等处产生了沿晶粒的解理面扩展的裂纹,当裂纹遇到螺旋位错或晶界时会形成解理台阶,一组解理台阶与断口上见到的河流花样相对应。

2.4.2 中温拉伸的断口 普通铸造试样断口较为平滑,断口处宏观面收缩比较明显($\varphi=20\%$),但伸长变形量比

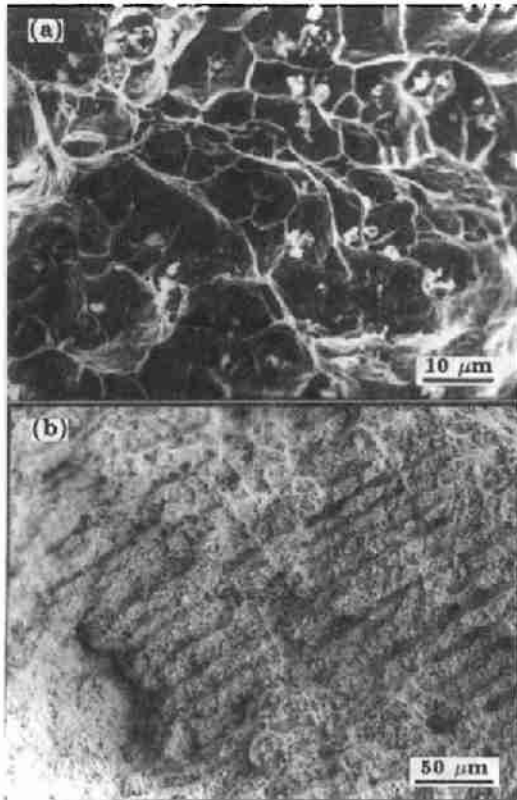


图4 典型的韧窝及解理台阶形貌

Fig.4 Typical morphologies of tenacious dens (a) and cleavage steps (b)

较小 ($\delta=7.5\%$), 故在断裂前发生了明显的塑性变形, 具有塑性断裂的特征. 在扫描电镜下又见到明显的解理台阶和韧窝, 其具有塑性断裂特征的区域与具有脆性断裂特征的区域差别不大, 故判断为混合断裂. 在中温条件下, 晶界的强度降低, 粗大晶粒也可以通过晶粒之间的变形协调来缓解在晶界处的应力集中, 这使得晶粒的变形阻力减小, 相对于室温时不易沿解理面开裂, 解理断裂情况少, 同时出现了在第二相等处形成的韧窝.

细晶组织试样断口表面高低不平, 试样断裂之前, 有明显的伸长变形 ($\delta=13\%$) 和断面收缩变形 ($\varphi=18\%$), 其断口附近有明显的塑性变形, 断口上有较多的韧窝, 同时也存在着解理台阶, 具有韧性断裂和脆性断裂的特征, 韧性断裂的区域相对较大, 判断其断裂方式为韧性断裂. 在中温条件下, 晶界和晶内的强度相对室温时降低, 在外力作用下局部应力集中较大, 当应力作用方向有利于沿一定的解理面断裂时, 就会发生局部的解理断裂, 解理裂纹可以穿过强度降低的界面而沿二次解理面扩展或穿过螺型位错, 形成解理台阶. 但在中温条件下, 细晶组织的断面上韧窝还是大量存在, 解理台阶只是在局部地方少量出现.

2.4.3 中温持久的断口 由于细晶与普通铸造组织的持久塑性差别不大, 它们断口的情况也相近, 均有明显的一定数量的韧窝和台阶, 具有塑性断裂特征的区域同具有脆性

断裂特征的区域差别不大, 二者的断裂均是混合型断裂. 在中温持久的实验条件下, 由于晶界和晶内的强度降低, 普通铸造试样在应力集中相对小的第二相等地方会产生微小的孔洞, 随着变形的增加, 小孔洞互相融合成较大的孔洞, 而孔洞间的晶体会发生缩颈至破裂产生韧窝, 而在应力集中相对较大和应力取向有利的区域会发生沿解理面的解理断裂, 在细晶组织的试样中同样既有韧窝也有解理台阶. 晶界和晶内强度降低使得试样在一定的方向上产生了解理断裂, 由于晶界强度降低, 解理裂纹可以扩展到其它晶粒.

两种试样的持久塑性相差不大, 但它们的持久寿命相差很大, 这说明晶粒大小不同, 对相同的外部载荷的抵抗能力也不同. 虽然两种持久试样断口都有韧窝和解理台阶的存在, 具有韧性断裂和脆性断裂的特征, 但两种试样在产生韧窝以及解理台阶的时间上具有相当大的差别. 普通铸造组织, 无论其断裂方式是韧窝断裂还是解理断裂, 裂纹的扩展在一个或几个大的晶粒内发生, 故传播迅速; 而细晶组织的试样, 由于晶粒细小, 无论其断裂方式是韧窝断裂还是解理断裂, 均在较小的范围内发生, 裂纹扩展的阻力比较大, 导致了其中温持久寿命的显著提高.

3 结论

(1) 在未经均匀化处理的合金液中, 加入细化剂 Ni-Al-Ti, 并在 $1420\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下浇注, 可显著细化 K4169 高温合金的晶粒, 提高其断面等轴晶的比例.

(2) 与普通铸造组织相比, 细晶组织中的共晶状 Laves 相和 MC 型碳化物尺寸变小, 且数量明显减少.

(3) 细晶组织可明显提高 K4169 高温合金铸态组织的室温和中温拉伸性能, 特别是提高其在中温下的持久寿命.

(4) 细晶组织在室温和中温下的拉伸断裂均是韧性断裂; 普通铸造组织在室温下的是脆性断裂, 在中温下是混合断裂. 两种组织的中温持久断裂均是混合型断裂.

参考文献

- [1] Shi C X, Lu D, Rong K. *Forty Years of Superalloys in China*. Beijing: Chinese Science and Technology Publishing Press, 1996: 3
(师昌绪, 陆达, 荣科. 中国高温合金 40 年. 北京: 中国科学技术出版社, 1996: 3)
- [2] Tien J K, Bofofka J C, Casey M E. *J Met*, 1986; 38: 13
- [3] Deuzine A F, Kolakowski T A, Wallace J F. *Superalloy-High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*. New York: John Wiley & Sons, 1984: 385
- [4] Hu H Q. *Principles of Metal Solidification*. Beijing: Machinery Industry Press, 1991: 48
(胡汉起. 金属凝固原理. 北京: 机械工业出版社, 1991: 48)
- [5] Zhao H T, Shi C X. *Acta Metall Sin*, 1981; 117: 118
(赵惠田, 师昌绪. 金属学报, 1981; 117: 118)
- [6] Zheng J B, Ding H, Guo Y P, Liu L, Liu W, Li X J. *Acta Metall Sin*, 1998; 34: 362
(郑建邦, 丁浩, 郭益平, 刘林, 柳伟, 李行健. 金属学报, 1998; 34: 362)