

浇注温度对 Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta 单晶高温合金组织和持久性能的影响

刘晓功¹, 杨 昭², 郝齐赞¹, 史振学¹

(1. 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. 陆军装备部航空军事代表局驻北京地区航空军事代表室, 北京 100012)

摘要: 在定向真空凝固炉中, 分别采用1 560 ℃、1 510 ℃两种不同的浇注温度制备Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta单晶试棒, 采用OM和SEM分析了不同浇注温度下合金的组织, 测试了不同浇注温度下合金在1 100 ℃/140 MPa条件下的持久性能, 研究了浇注温度对Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta合金组织和持久性能的影响。结果表明, 浇注温度较低时, 合金表面可见链状雀斑组织, 枝晶间距和共晶增加且分布不均匀, 元素偏析程度较大, γ' 相尺寸稍大。浇注温度较低时, 合金热处理后显微孔洞和残余共晶较多, γ' 相尺寸和形态无明显变化, 雀斑附近残余共晶稍多。浇注温度较低时, 合金持久寿命较短, 枝晶间距、残余共晶和显微孔洞的增加为合金持久寿命较短的主要原因。

关键词: 单晶高温合金; 浇注温度; 组织; 持久性能

铸造镍基单晶高温合金的力学性能主要取决于合金的化学成分和铸造工艺参数^[1-2]。在确定合金化学成分的情况下, 通过控制铸造过程的工艺参数, 优化合金的晶体生长和显微组织, 从而获得优异的合金性能。国内外就凝固工艺如抽拉速率、型壳温度等参数对单晶组织和性能的影响进行了大量的研究工作^[3-8], 但有关浇注温度对单晶高温合金组织和性能的影响研究较少^[9]。浇注温度的降低有助于提高单晶叶片的包芯率。为深入研究单晶高温合金的力学性能, 优化凝固工艺参数, 提高单晶叶片的单晶完整性和包芯率, 本文开展了浇注温度对Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta单晶高温合金组织和持久性能的影响, 为单晶叶片制备工艺优化提供参考。

1 试验材料及方法

试验材料采用Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta系单晶合金, 在定向真空凝固炉中, 分别采用1 560 ℃、1 510 ℃不同的浇注温度制备单晶试棒, 其他凝固工艺参数不变。用X射线确定试棒的晶体取向, 选取取向在15°以内试棒进行以下试验。试棒采用以下工艺进行热处理: 1 290 ℃/1 h+1 300 ℃/2 h+1 310 ℃/2 h+1 320 ℃/4 h, AC+1 120 ℃/4 h, AC+ 870 ℃/20 h, AC。试棒热处理后, 加工成标准的持久性能试样, 在1 100 ℃/140 MPa条件下测试合金的持久性能。采用电子探针分析合金元素的枝晶偏析, 用光学显微镜和扫描电镜分析合金的组织。

2 试验结果及分析

2.1 铸态组织

图1为不同浇注温度条件下获得的单晶试棒形貌。由图可以看出, 在较高的浇注温度下, 单晶试棒的单晶完整性良好, 无杂晶、小角度晶界、大角度晶界、雀斑等晶体缺陷, 而在较低的浇注温度下, 试棒上部形成了链状雀斑组织。

作者简介:

刘晓功(1979-), 男, 工程师, 硕士, 从事高温合金材料及工艺研究工作。
E-mail: 18511085305@163.com

中图分类号: TG132.3

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2022)

06-0724-05

收稿日期:

2022-01-29 收到初稿,

2022-03-09 收到修订稿。

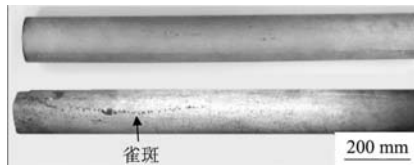
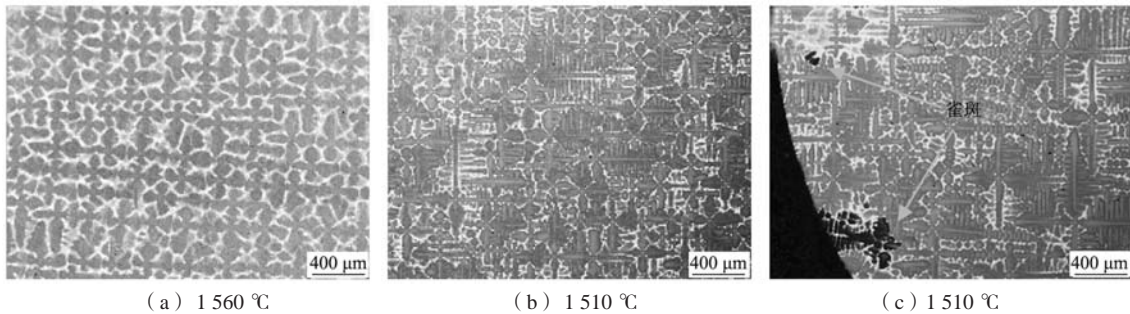


图1 不同浇注温度的试棒

Fig. 1 The test bars with different pouring temperatures

图2为不同浇注温度获得合金的枝晶形貌。由图2看出,在较高的浇注温度下,一次枝晶排列整齐,二次枝晶细小且排列紧密,较少存在三次枝晶。随着浇注温度降低,单晶试棒的一次枝晶间距显著增加,一次枝晶排列不规则,二次枝晶和三次枝晶比较发达,共晶含量增多且分布非常不均匀,雀斑出现在共晶含量较多且靠近表面的位置。文献[10]研究指出,单晶合金的一次枝晶间距与凝固温度梯度成反比,而



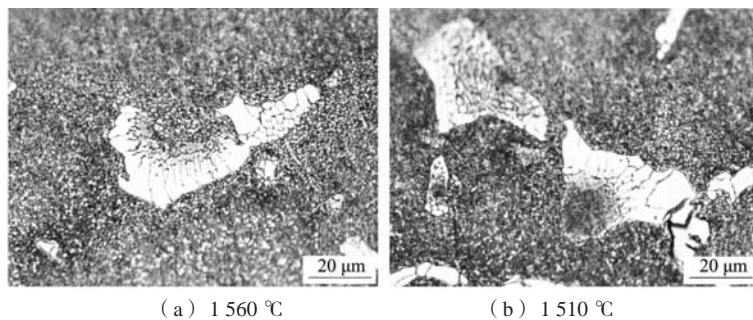
(a) 1560 °C

(b) 1510 °C

(c) 1510 °C

图2 不同浇注温度合金的枝晶组织

Fig. 2 The dendrite microstructures of the alloys at different pouring temperatures



(a) 1560 °C

(b) 1510 °C

图3 不同浇注温度下合金的共晶组织

Fig. 3 The eutectic morphologies of the alloys at different pouring temperatures

Ta、Mo偏析于枝晶间。随着浇注温度的降低,Re、W、Al、Ta等元素的偏析程度增加。在合金凝固过程中,元素枝晶偏析程度取决于元素的扩散^[7]。随着浇注温度的增加,合金枝晶间距显著增加,元素扩散距离增加,导致元素偏析程度增加。

图5为不同浇注温度下合金的铸态 γ' 相组织。由图看出,随着浇注温度降低,枝晶干和枝晶间的 γ' 相尺寸稍有增加,均匀化程度稍有降低。对于同一个浇注温度的试样,枝晶干的 γ' 相规则且细小,枝晶间的 γ' 相粗大且不规则。在凝固过程中,随着温度降低,

固液界面的温度及其界面前沿的温度分布决定了温度梯度。随着浇注温度的降低,试棒凝固时固液界面的温度梯度降低,因此合金的枝晶间距增加。

图3为不同浇注温度下合金的共晶组织形貌。合金凝固时,元素再分配使枝晶干和枝晶间分布不均匀。随着浇注温度降低,糊状区宽度变大,凝固残余液相增加及其偏析程度较大,形成共晶的体积含量增加。共晶含量增加也反映了元素的枝晶偏析程度随着浇注温度降低而增加^[7]。定向凝固时,Al、Ti、Ta等元素富集在枝晶间,通过扩散和对流导致在铸件表面聚集而形成共晶组织^[11]。而在较低的浇注温度时,由于枝晶间距增加,枝晶间液体增多,元素扩散和对流加剧,更容易使铸件表面形成较多的共晶组织,如图2c所示。

图4为不同浇注温度下合金元素的枝晶偏析。由图看出,Re、W、Co、Cr偏析于合金的枝晶干,Al、

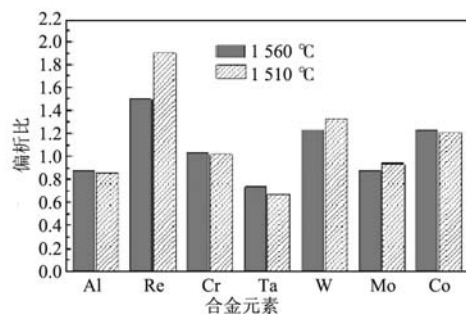


图4 不同浇注温度下合金元素的偏析比

Fig. 4 Element segregation ratios of the alloys at different pouring temperatures

由过饱和的 γ 相中析出 γ' 相。枝晶间富集了Al、Ti、Hf等 γ' 形成元素， γ' 相的过饱和度枝晶干的比枝晶间小，因而枝晶干的 γ' 相的长大驱动力比枝晶间的小，造成枝晶干的 γ' 相细小^[12]。较高浇注温度时，温度梯度大，形核多，长大时间短， γ' 相较小且形态规则；而浇注温度较低时，具有较小的温度梯度，形核少，长大时间长， γ' 相较大且形态较不规则^[8]。

国内外对单晶高温合金的雀斑形成机理进行了大量的研究，通常认为雀斑是由于凝固过程中合金元素的微观偏析引起枝晶间液体对流所导致的^[13]。糊状区液体流动的附壁效应会在外凸部位产生叠加，因此雀斑产生在铸件外凸的棱角或弧面^[14]。雀斑组织通常为垂直排列、近共晶成分的一系列细小等轴晶^[15]。而枝晶间距的增加促进液体流动，从而导致雀斑的形成倾向增加^[16]。通过上述试验研究结果可知，随着浇注温度降低，枝晶间距显著增加，元素偏析增加，共晶含量增多且在表面富集，这些情况都增加了试棒表面雀斑的形成倾向。

2.2 热处理组织

合金热处理后，不同浇注温度下合金的显微孔洞如图6所示。由图6可见，随着浇注温度降低，合金的显微孔洞增多。显微孔洞来自于铸造形成的显微疏松和热处理形成的孔洞。随着枝晶间距增加，二次枝晶、三次枝晶发达，导致凝固形成的显微疏松增多^[17]。合金热处理时，由于枝晶干与枝晶间的合金元素互扩散的不平衡，造成枝晶间因具有高浓度的原子空位而形成孔洞^[18]。随着浇注温度降低，枝晶间距增加，元素偏析增加，最终形成较多显微孔洞。

图7为不同浇注温度合金的残余共晶组织。由图7对比可以看出，在较高的浇注温度下，热处理完全消除了共晶组织，未见残余共晶。在较低的浇注温度下，热处理后合金含有少量的残余共晶，试棒表面雀斑附近存在较多的残余共晶。随着浇注温度降低，共晶含量增多，特别是雀斑附近共晶更多，因此同样热处理后，浇注温度较低的合金存在少量的残余共晶。

图8为不同浇注温度下合金热处理后 γ' 相组织。合

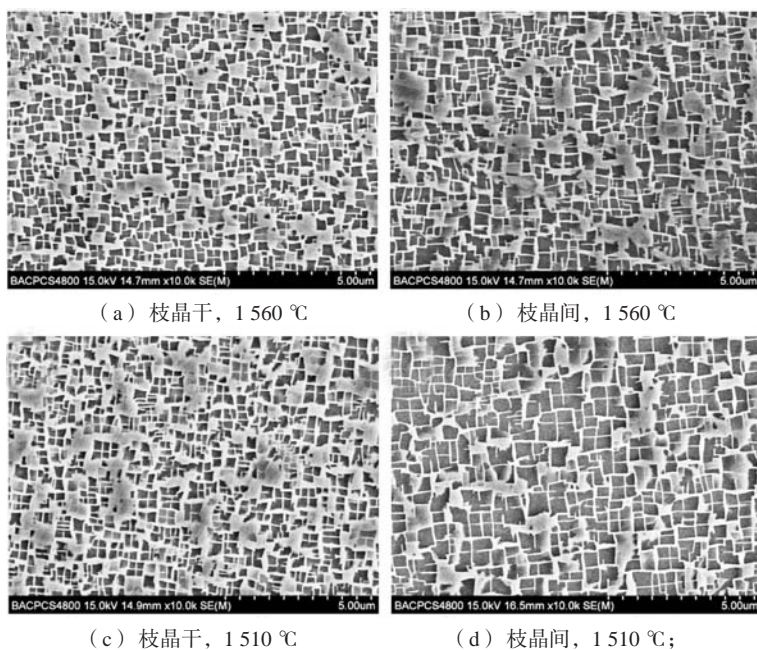
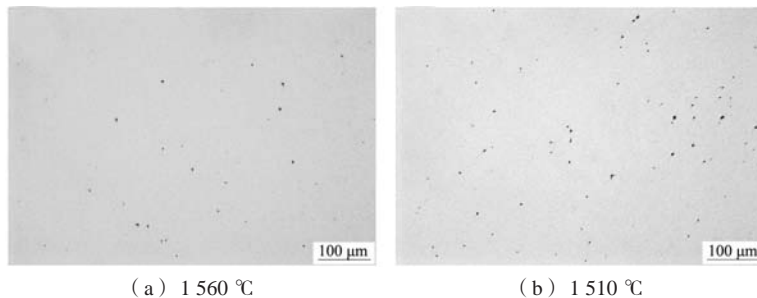


图5 不同浇注温度下合金的 γ' 相组织

Fig. 5 The γ' morphologies of the alloys at different pouring temperatures



(a) 1560 °C

(b) 1510 °C

图6 不同浇注温度下合金的显微孔洞

Fig. 6 The micropores of the alloys with different pouring temperatures

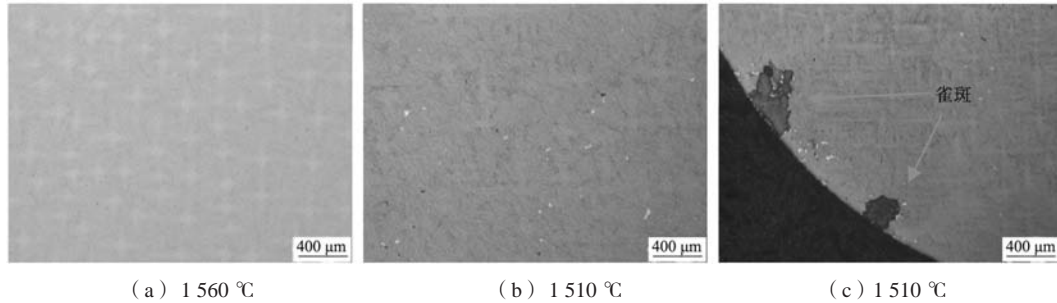
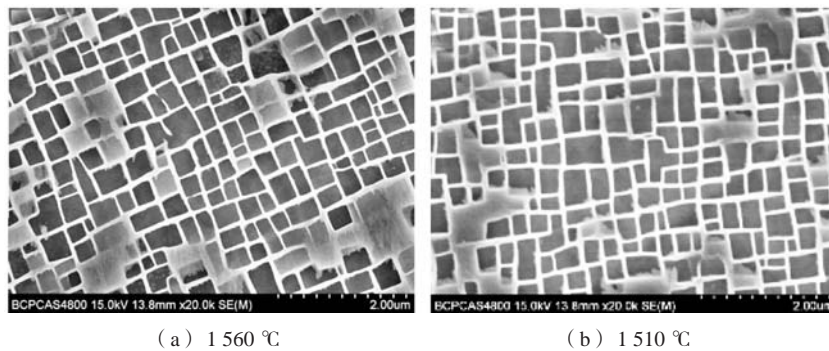


图7 不同浇注温度下合金的残余共晶组织

Fig. 7 The residual eutectic microstructures of the alloys at different pouring temperatures

图8 不同浇注温度下合金热处理后的 γ' 相组织Fig. 8 The γ' morphologies of the alloys after heat treatment at different pouring temperatures

金在热处理过程中， γ' 相经过过溶、析出和长大，获得均匀细小立方化规则的 γ' 相组织。由图8可以看出，两种浇注温度获得的 γ' 相组织尺寸相当、形态相近，无明显变化。

2.3 持久性能

不同浇注温度下合金在1 100 °C/140 MPa条件下的持久性能见表1。由表看出，随着浇注温度降低，合金的持久寿命稍有降低。

由以上研究可知，浇注温度对合金组织的影响主要有枝晶间距和显微孔洞含量增加，存在雀斑组织和残余共晶，而对强化 γ' 相的尺寸和形态无明显影响。雀斑组织分布在试样表面，持久试样的加工过程中已经去除，从而不对合金的持久性能产生影响。因此枝晶间距、残余共晶和显微孔洞的变化是导致合金持久寿命降低的主要原因。很多文献研究表明，减小合金的枝晶间距，能够提高合金的力学性能^[3-6]。显微孔洞在高温持久过程中可作为显微裂纹源，降低合金的持久性能^[19]。高温持久过程中，合金中残余共晶由于产生应力集中也容易导致显微裂纹的产生，使合金持久

表1 浇注温度对合金1 100 °C/140 MPa持久性能的影响
Table 1 Effect of pouring temperature on the stress rupture properties of the alloy at 1 100 °C/140 MPa

浇注温度/ °C	t/h	$\delta/\%$
1 560	97.6	21.92
1 510	85.4	24.52

性能降低^[20]。

3 结论

(1) 浇注温度较低时，合金表面可见链状雀斑组织，枝晶间距和共晶增加且分布不均匀，合金元素偏析程度较大， γ' 相尺寸稍大。

(2) 浇注温度较低时，合金热处理后显微孔洞和残余共晶较多，雀斑附近有残余共晶， γ' 相尺寸和形态无明显变化。

(3) 浇注温度较低时，合金持久寿命较短，枝晶间距、残余共晶和显微孔洞的增加为合金持久寿命较短的主要原因。

参考文献:

- [1] LIU L, HUANG T W, ZHANG J, et al. Microstructure and stress rupture properties of single crystal superalloy CMSX-2 under high thermal gradient directional solidification [J]. Materials Letters, 2007, 61: 227-230.
- [2] LAMM M, SINGER R F. The effect of casting conditions on the high-cycle fatigue properties of the single crystal Nickel-base superalloy [J].

- Metallurgical and materials transactions A, 2007, 38: 1177.
- [3] WILSON B C, CUTLER E R, FUCHS G E. Effect of solidification parameters on the microstructures and properties of CMSX-10 [J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 479: 356-364.
- [4] 史振学, 刘世忠, 李嘉荣. 抽拉速率对 DD15 单晶高温合金组织和力学性能的影响 [J]. 铸造, 2020, 69 (8): 803-807
- [5] LIU C B, SHEN J, ZHANG J, et al. Effect of withdrawal rates on microstructure and creep strength of a single crystal superalloy processed by LMC [J]. Journal of Materials Science and Technology, 2010, 26 (4): 306-310.
- [6] 赵乃仁, 金涛, 孙晓峰, 等. 抽拉速率对 SRR99 单晶高温合金组织和性能的影响 [J]. 材料研究学报, 2008, 22 (1): 46-52.
- [7] 史振学, 刘世忠, 韩梅, 等. 铸型温度对单晶高温合金叶片凝固组织的影响 [J]. 钢铁研究学报, 2014, 26 (9): 48-52.
- [8] 刘维维, 唐定中. 抽拉速率对 DD6 单晶高温合金凝固组织的影响 [J]. 材料工程, 2006 (1): 16-18.
- [9] 熊继春, 李嘉荣, 韩梅, 等. 浇注温度对 DD6 单晶高温合金凝固组织的影响 [J]. 材料工程, 2009 (2): 43-46.
- [10] 屈敏, 刘林, 唐峰涛, 等. 试样直径对 Al-Cu 合金定向凝固温度梯度和一次枝晶间距的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2008, 18 (2): 283.
- [11] 马德新, 赵运兴, 徐维台, 等. 高温合金单晶铸件中共晶组织分布的表面效应 [J]. 金属学报, 2021, 57 (12): 1539-1548.
- [12] 汤晓君, 张永军, 李建国. 超高温梯度下凝固速率对一种镍基单晶高温合金定向凝固组织的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2012, 41 (4): 738.
- [13] 王志成, 李嘉荣, 刘世忠, 等. 单晶高温合金雀斑研究进展 [J]. 材料工程, 49 (7): 1-9.
- [14] 马德新, 赵运兴, 徐维台, 等. 单晶高温合金异形铸件中的雀斑研究 [J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41 (11): 30-36.
- [15] GIAMEI A, KEAR B. On the nature of freckles in nickel base superalloys [J]. Metallurgical and Materials Transactions B, 1970, 1 (8): 2185-2192.
- [16] 陈晶阳, 吴文津, 李青, 等. 采用低温度梯度 HRS 工艺制备的镍基单晶高温合金雀斑组织 [J]. 中国有色金属学报, 2018, 28 (12): 2494-2498.
- [17] 郑运荣. Hf 在铸造高温合金凝固过程中的作用 [J]. 金属学报, 1986, 22 (2): 119-124.
- [18] 李相伟, 王莉, 刘心刚, 等. HRS 和 LMC 工艺对第三代镍基单晶高温合金 DD33 中显微孔洞的影响 [J]. 材料研究学报, 2014, 28 (9): 656-662.
- [19] 史振学, 刘世忠, 熊继春. 热等静压对单晶高温合金组织和持久性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2015, 44 (9): 2300-2304.
- [20] SHI Zhenxue, LI Jiarong, LIU Shizhong, et al. Effect of Hf content on the microstructures and stress rupture properties of DD6 single crystal superalloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2010, 39 (8): 1334-1338.

Influence of Pouring Temperature on Microstructures and Stress Rupture Properties of Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta Crystal Superalloy

LIU Xiao-gong¹, YANG Zhao², HAO Qi-zan¹, SHI Zhen-xue¹

(1. Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 2. Aviation Military Representative Office of Military Aviation Bureau of the Army Equipment Department in Beijing, Beijing 100095, China)

Abstract:

The Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta single crystal superalloy test bars were casted at at 1 560 °C and 1 510 °C in the directionally solidified furnace. The microstructures of the alloy with different pouring temperatures were analyzed by using of OM and SEM. The stress rupture properties of the alloy at 1 100 °C /140 MPa were tested. The influence of pouring temperature on the microstructures and stress rupture properties of the Ni-Cr-Co-Mo-Ti-Re-Hf-Al-W-Ta alloy was investigated. The results showed that with lower pouring temperature, the chain freckles formed on the surface of the alloy, the dendrite arm spacing and γ/γ' eutectic increased and have not evenly distributed, the extent of elements segregation was large, the size of γ' phase was slightly large. The micropore and residual eutectic were large, the size and morphology of the γ' phase after heat treatment had no obvious change and there was much more residual eutectic around with freckles with lower pouring temperature. The stress rupture lives were low with lower pouring temperature, because the dendrite arm spacing, eutectic and micropore increased.

Key words:

single crystal superalloy; pouring temperature; microstructures; stress rupture properties