

精炼及浇注温度对 K417G 镍基高温合金组织及持久性能的影响

刘子禹¹, 仇凤江², 荀淑玲², 谢君², 舒德龙², 侯桂臣², 于金江², 周亦青²

(1. 贵阳航发精密铸造有限公司, 贵州贵阳 550014; 2. 中国科学院金属研究所, 辽宁沈阳 110016)

摘要: 采用不同精炼及浇注温度制备K417G镍基高温合金, 通过对合金的组织形貌进行观察分析, 以及测试合金在760 °C/645 MPa下的持久性能, 研究了精炼温度、浇注温度等铸造工艺参数对K417G镍基高温合金组织及持久性能的影响。结果表明, 提高精炼温度可降低铸态合金组织中的碳化物尺寸, 并使碳化物分布更加均匀; 降低浇注温度可降低合金的晶粒尺寸、枝晶间距以及碳化物尺寸, 并使合金的共晶组织由 γ' 共晶转变为 $(\gamma + \gamma')$ 共晶。合金在760 °C/645 MPa拉伸持久期间的主要断裂机制为裂纹在枝晶间区域内的MC碳化物处萌生, 并沿正应力方向扩展, 导致合金发生持久断裂。其中, 采用1 500 °C精炼, 1 450 °C浇注的合金中碳化物尺寸较小且弥散分布是其具有较高持久寿命的主要原因。

关键词: K417G; 精炼及浇注温度; 铸态组织; 持久性能

作者简介:

刘子禹(1995-), 男, 初级经济师, 主要从事航空发动机用高温合金供应链管理技术与质量控制研究。E-mail: 2713608710@qq.com

通讯作者:

谢君, 男, 博士。E-mail: junxie@imr.ac.cn

中图分类号: TG146.1-2
文献标识码: A
文章编号: 1001-4977(2021)12-1417-06

基金项目:

国家自然科学基金项目(Nos.51701212, 51771191和51971214); 辽宁省自然基金项目(2019-MS-336)。

收稿日期:

2020-10-13 收到初稿,
2020-12-14 收到修订稿。

镍基高温合金具有优异的高温抗氧化性及力学性能, 被广泛应用于制造先进燃气轮机、航空、航天发动机的热端部件^[1-3]。其中, K417G镍基合金具有成本低、比强度高、组织稳定性强等特点, 适用于制造900 °C以下工作的燃气涡轮发动机涡轮导向叶片和其他高温零部件^[4-5]。

研究表明, 合金的高温性能与铸态组织中的共晶及碳化物的形态、尺寸及数量密切相关^[6-7], 而K417G合金中的Al、Ti、C含量较高, 分别约为4.8%~5.7%、4.1%~4.7%和0.13%~0.22%, 其中高Al、Ti含量导致合金中的共晶体积分数较高(约为4%)^[8], 而高C含量则可提高合金中的初生碳化物体积分数(约为1.5%)^[9]。因此, 控制K417G合金中的碳化物及共晶析出行为有利于提高合金的高温力学性能。

在铸造过程中, 精炼温度和浇注温度是控制合金铸态组织的关键工艺参数。其中, 高温精炼可通过降低熔体中的MC型碳化物及Ni₃Al团簇数量, 或使这两种短程有序原子团在熔体中均匀分布的方式, 使浇注出的合金具有更高的组织稳定性^[10]。而控制浇注温度可使合金在凝固期间获得理想的过冷度, 进而调控铸态组织的晶粒度、枝晶间距、凝固缺陷以及析出相的尺寸和分布^[11-12]。

由此可见, 精炼及浇注温度对合金的铸态组织具有显著的影响, 并直接影响合金的高温力学性能。据此, 本研究通过采用不同的精炼及浇注温度制备K417G镍基高温合金, 观察合金的组织形貌, 并在760 °C/645 MPa下, 对采用不同精炼及浇注工艺制备的合金进行持久性能测试, 研究不同精炼及浇注工艺参数对合金组织及性能的影响, 为镍基高温合金的使用及工艺设计提供理论依据。

1 试样制备与方法

分别采用如表1所示的精炼和浇注温度, 将成分为9.0Cr-10.0Co-3.0Mo-5.4Al-4.4Ti-0.7V-0.018B-0.07Zr-Ni(质量分数, wt.%)的K417G母合金锭, 浇注成如图1a所示的近净成形等轴晶试棒(精炼时间为5 min, 型壳预热温度约为900 °C, 浇注后随炉冷却至600 °C左右), 并按照图1b的尺寸加工成标距约25 mm, 直径5 mm的标准持

久试棒。

取不同精炼及浇注工艺近净成形试棒的中部横截面区域，经机械研磨抛光后，采用20g CuSO_4 + 5 mL H_2SO_4 + 100 mL HCl + 80 mL H_2O 腐蚀液进行化学腐蚀，并在光学显微镜（OM）、扫描电子显微镜（SEM）下进行组织形貌观察，考察精炼及浇注温度对合金晶粒度、枝晶间距、共晶组织、碳化物及 γ' 析出行为的影响。将采用不同精炼及浇注工艺参数制备的合金试棒置于F-25型拉伸持久试验机中进行760 °C/645 MPa拉伸持久性能测试，考察精炼及浇注温度对合金持久性能的影响，并对持久断裂后的试棒进行失效分析，考察合金的断裂机制。

2 试验结果及分析

2.1 精炼及浇注温度对合金宏观组织的影响

由于用于试棒浇注的型壳为8支试棒组合的浇注系统，因此每种工艺的试棒各浇注8支。在每种工艺浇注的试棒中随机选取两支进行横向解剖，通过OM观察试棒标距内的晶粒分布情况，如图2所示（同种浇注工艺制备的试棒标距内晶粒分布情况基本一致，在此省略重复工艺试棒的金相照片）。可以看出，采用No.1和No.3工艺制备的合金晶粒尺寸较小。因此可以推断出，合金在凝固期间的晶粒尺寸主要受浇注温度影响。

采用No.1和No.2工艺制备的试棒枝晶形貌如图3所示，左下角区域为枝晶间局部区域的MC碳化物及共晶形貌（观察发现合金的枝晶间距主要受浇注温度影

响，精炼温度对其几乎无影响，因此No.3和No.4样品的枝晶形貌照片略去）。通过测量发现，当浇注温度较低时，合金的一次枝晶间距 d_1 和二次枝晶间距 d_2 分别约为100~130 μm 和40~60 μm ；而当浇注温度较高时， d_1 和 d_2 分别约为180~210 μm 和80~110 μm ，如图3中标注所示。另一方面，枝晶间区域可观察到大量的共晶组织及少量显微疏松，如图3中箭头所示。其中，低浇注温度的合金中疏松数量较多，且呈聚集分布，枝晶间区域的共晶组织数量较多。

综上所述，降低合金的浇注温度可降低合金铸态组织的晶粒尺寸及枝晶间距，但可使枝晶间区域的共晶组织及显微疏松数量增加。

2.2 精炼及浇注温度对合金微观组织的影响

采用SEM观察不同工艺制备的合金微观组织，如图4所示。可以看出，当浇注温度为1 450 °C时，No.1和No.3合金中的共晶组织为明显的花瓣状（ $\gamma + \gamma'$ ）共晶，如图4a、4c所示；而浇注温度较高的No.2和No.4合金中的共晶组织则主要为块状的 γ' 共晶，如图4b、4d

表1 合金熔体的精炼和浇注温度
Table 1 The melt refining and pouring temperatures

合金编号	精炼温度/°C	浇注温度/°C
No.1	1 450	1 450
No.2	1 450	1 550
No.3	1 500	1 450
No.4	1 500	1 550

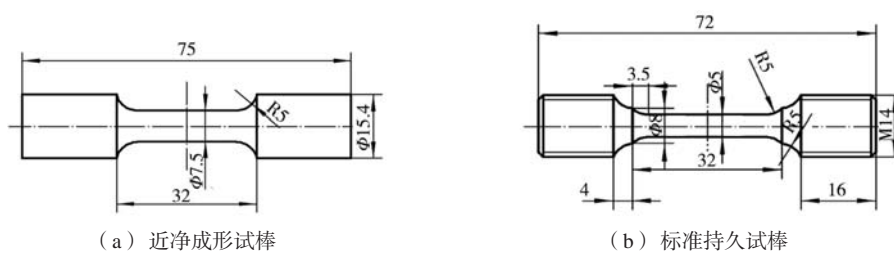
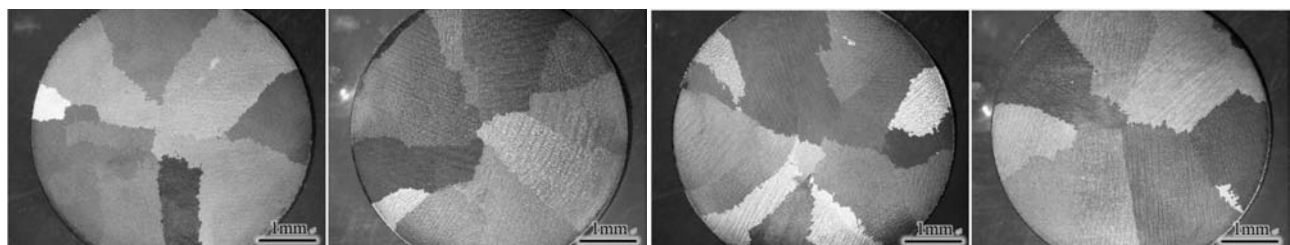


图1 试棒尺寸示意图
Fig. 1 Size of test samples



(a) No.1工艺 (b) No.2工艺 (c) No.3工艺 (d) No.4工艺

图2 不同熔炼工艺制备的合金试棒晶粒分布情况

Fig. 2 Grain distribution of alloy samples prepared by different refining and pouring temperatures

所示。

可以看出,合金铸态组织中的共晶类型和形貌主要受浇注温度控制,并且,采用1450℃精炼和浇注温度制备的合金中可观察到少量富Zr的硼化物,其放大背散射形貌及EDS分析结果如图4a左上角区域所示。

研究表明^[8],镍基高温合金的凝固顺序为 $L \rightarrow \gamma \rightarrow MC \rightarrow \text{Eutectic} \rightarrow \gamma'$ 。分析认为, No.1和No.3工艺制备的合金中的共晶种类主要为 $(\gamma + \gamma')$,是由于浇注温度较低,导致当温度降低至共晶点附近时,枝晶间的残余液相体积分数较高, $L \rightarrow \gamma$ 和 $L \rightarrow MC$ 反应并未充分进行,较高的Al、Ti浓度梯度可促进发生 $L \rightarrow \text{Eutectic}$ 反应,随后在较高的Al、Ti浓度梯度作用下,引起Al、Ti元素由共晶向枝晶间区域扩散,并促进固态

相变,使共晶周围的 γ' 相发生粗化,进而形成花瓣状的 $(\gamma + \gamma')$ 共晶组织。

另一方面,采用精炼温度较低的No.1和No.2工艺制备的合金中MC碳化物尺寸较大,如图4a、4b所示。分析认为,合金凝固期间碳化物的析出行为主要取决于浇注温度和冷却速度,但在本工作中,不同工艺的冷却条件相同,可近似认为合金在凝固期间的碳化物析出行为基本一致,碳化物尺寸及形态主要受碳化物形成元素的浓度影响。研究表明^[10],随精炼温度提高,合金熔体中的原子团簇短程有序度降低,熔体的均匀化程度提高。据此可以推断出,采用较高的高温精炼温度可使熔体内MC团簇的分布更加均匀。因此,合金冷却期间,发生 $L \rightarrow MC$ 转变的质点较多,导致

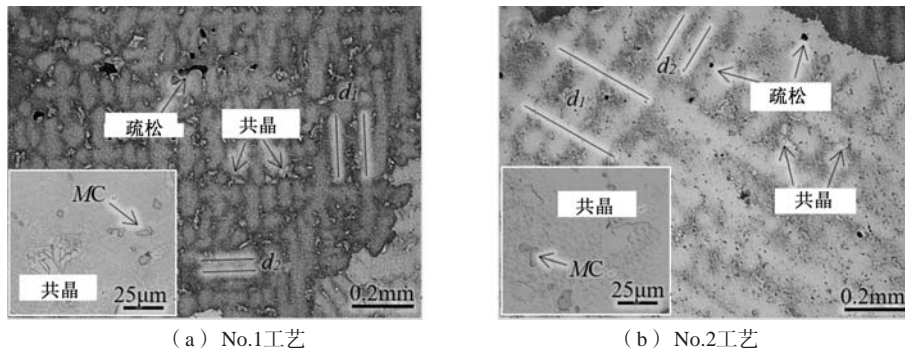


图3 不同浇注温度制备的合金试棒枝晶形貌

Fig. 3 Dendrite morphologies of alloy samples prepared by different pouring temperatures

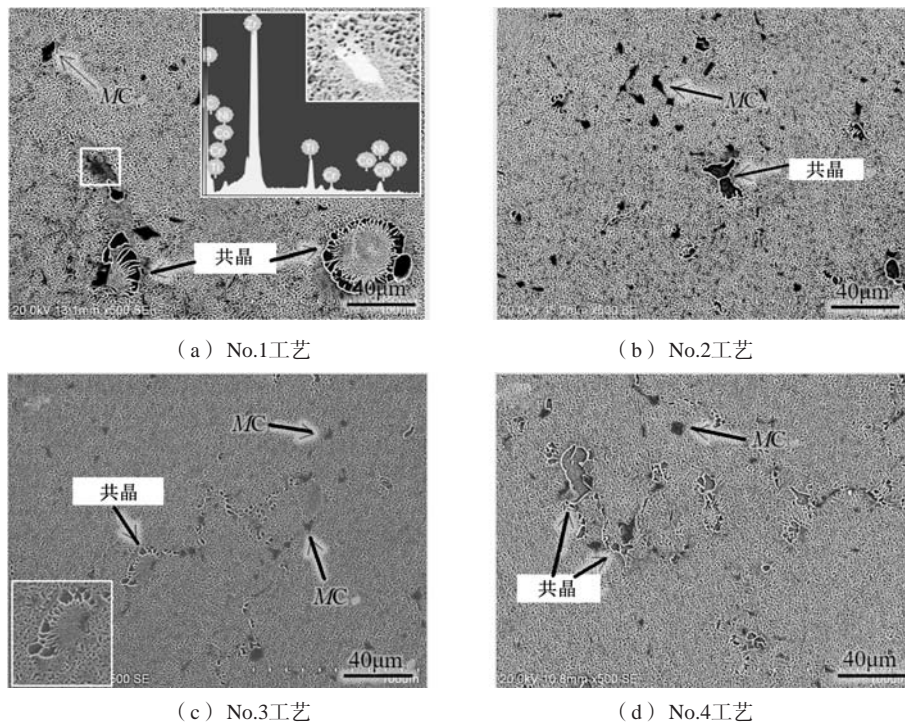


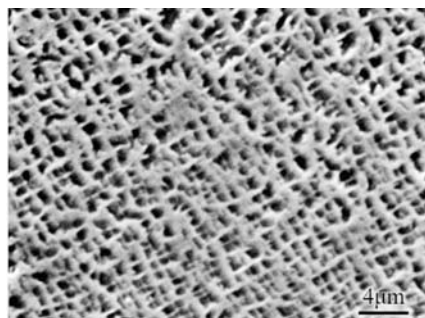
图4 不同浇注温度制备的合金试棒微观形貌

Fig. 4 Microstructures of alloy samples prepared by different pouring temperatures

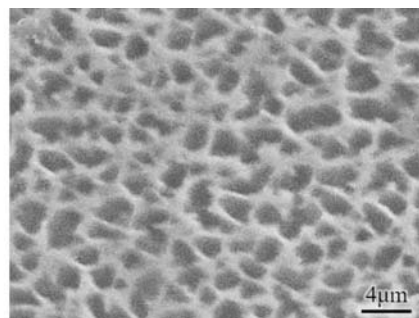
合金中碳化物形核质点弥散分布且无法充分长大, 因此No.3和No.4工艺制备的合金中碳化物的尺寸明显较小, 且在枝晶间区域呈弥散分布状态。

采用不同工艺制备的合金中枝晶间/干区域内的

γ' 相尺寸及形貌基本相同, 均呈不规则形态。其中, No.1合金枝晶干内的 γ' 相尺寸约为0.1~1.0 μm , 如图5a所示, 枝晶间内的 γ' 相尺寸约为1~2.0 μm , 如图5b所示。



(a) 枝晶干



(b) 枝晶间

图5 No.1工艺制备的合金中不同区域内的 γ' 相形貌Fig. 5 Morphologies of γ' phase in different regions of No.1 alloy

2.3 精炼及浇注温度对合金 760 $^{\circ}\text{C}$ /645 MPa 持久性能的影响

对采用不同精炼及浇注工艺制备的合金进行 760 $^{\circ}\text{C}$ /645 MPa 拉伸持久性能测试。为保证检测数据的可靠性, 每种工艺均选取4支试棒进行测试, 通过计算该工艺试棒的平均持久寿命获得合金的持久寿命与铸造工艺的关系, 如图6所示。其中, No.1~No.4合金的平均持久寿命分别为87 h、66 h、105 h和57 h。可以看出, 采用较高的精炼温度及较低浇注温度的No.3有最好的持久性能。

采用SEM观察持久断裂后的合金断口附近组织形貌如图7所示。其中, 四种工艺制备的合金拉伸期间的断裂机制基本相同, 合金进行拉伸持久测试期间, 碳化物(图7a)、共晶与基体的界面(图7b), 以及枝晶间的显微疏松(图7c)处均可萌生裂纹, 合金的断裂方式以穿晶断裂为主(图7d), 但在合金的疏松聚集区域并未观察到明显的裂纹扩展特征, 仅观察到部分区域产生裂纹尖端, 如图7c中右上角放大区域所示。因此可以推断出, 影响合金持久性能的主要因素为枝晶间区域的碳化物及共晶的形态、尺寸及数量, 枝晶间区域的疏松分布情况对其影响较小。

其中, 当裂纹在晶内碳化物、共晶及疏松处萌生并沿枝晶间内正应力方向扩展, 并且晶界方向与正应力方向呈一定角度时, 可阻碍裂纹继续扩展, 并通过晶界上产生微孔释放该区域内的变形应力, 如图7d下方放大形貌所示。

通过对合金断口附近的组织进行观察, 分析认为, 虽然较低的浇注温度容易导致合金中的显微疏松尺寸增加, 但对合金的持久性能并无较大影响。合金

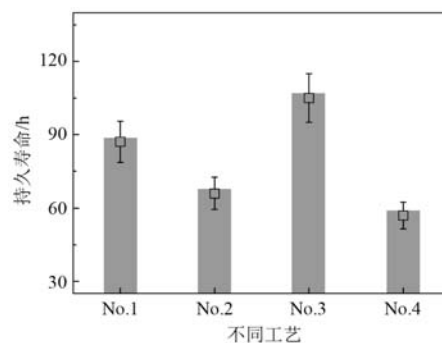


图6 采用不同工艺制备的合金平均持久性能

Fig. 6 Average rupture lives of alloys prepared by different refining and pouring temperatures

在760 $^{\circ}\text{C}$ /645 MPa下的持久裂纹主要由共晶组织与基体的界面处, 以及碳化物内萌生, 结合2.2部分精炼及浇注温度对合金铸态组织的影响分析, 较高的浇注温度容易导致铸态组织中的晶内碳化物尺寸增加, 使合金在760 $^{\circ}\text{C}$ /645 MPa持久测试期间碳化物断裂产生的裂纹源尺寸增大, 裂纹尖端更容易发生扩展; 而较低的精炼温度不利于熔体中的MC碳化物团簇均匀化, 容易导致合金凝固期间碳化物聚集, 使合金在持久期间的裂纹源更容易连接形成宏观裂纹。

虽然共晶与基体的界面处也容易产生裂纹并沿共晶边缘发生裂纹扩展(图7b), 但当裂纹扩展至与正应力方向呈一定角度时, 由于共晶界面与正应力的夹角不断增加, 导致裂纹尖端沿正应力方向的分力不断减小, 裂纹扩展的速率不断降低, 因此在断口附近很少观察到共晶组织周围存在尺寸较大裂纹, 仅在宏观裂纹处可观察到少量共晶组织, 如图8所示。而由于合

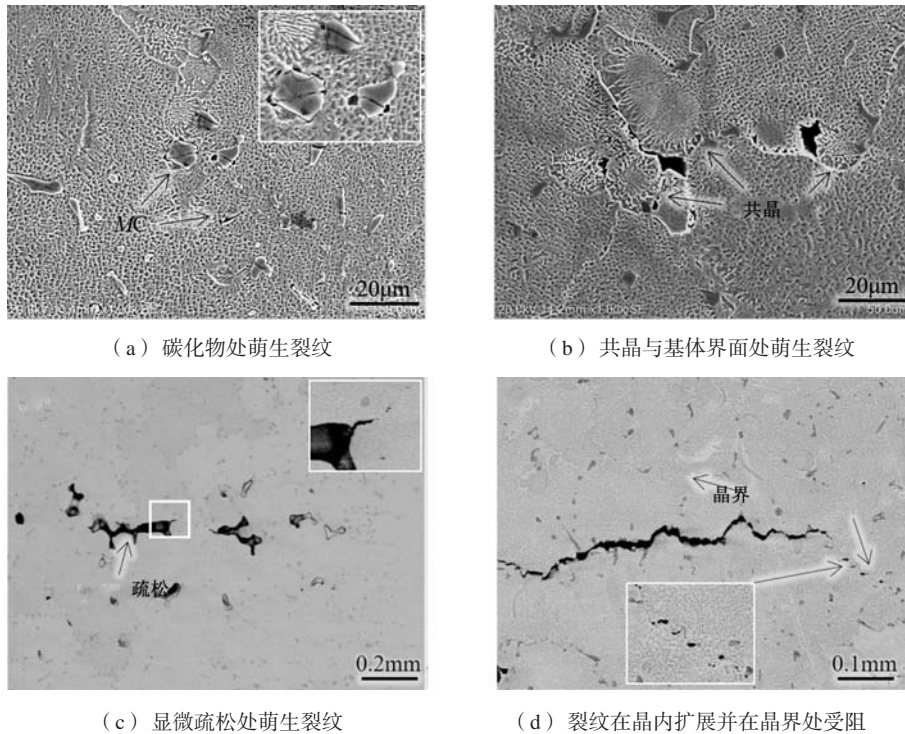


图7 合金经760 °C/645 MPa持久断裂后，断口附近的组织形貌
Fig.7 SEM images near fracture after alloy stress rupture to fracture at 760 °C/645 MPa

金中的碳化物数量较多，且碳化物处的裂纹方向基本相同，在持久变形期间，不同碳化物处萌生的裂纹更容易发生连接，进而形成宏观裂纹。因此，枝晶间区域的碳化物为合金在760 °C/645 MPa持久变形期间的主要裂纹源。

另一方面，由于合金在760 °C/645 MPa拉伸持久期间，晶界具有阻碍裂纹扩展的作用，较小的晶粒尺寸有利于合金的持久性能，因此浇注温度较低的合金持久性能普遍优于浇注温度较高的合金。上述分析表明，较低的浇注温度可降低合金的晶粒尺寸，增加晶界数量，并降低铸态合金中的初生MC碳化物尺寸，进而有利于合金在760 °C/645 MPa持久性能；而较高的精炼温度可通过使熔体中的MC碳化物团簇短程有序程度降低，使铸态组织中的碳化物尺寸更小、分布更加均匀，避免局部区域产生大尺寸宏观裂纹，有利于合金的持久性能。通过分析不同工艺制备的合金持久寿命可以推断出，浇注温度对合金760 °C/645 MPa持久性能的影响高于精炼温度。

3 结论

(1) 较高的精炼温度可使铸态合金中的碳化物尺寸有所降低，分布更加均匀，对晶粒尺寸、枝晶间距、共晶组织等无明显影响。

(2) 较低的浇注温度可使铸态合金的晶粒尺寸、枝晶间距及初生碳化物尺寸有所减小，但可增加其共

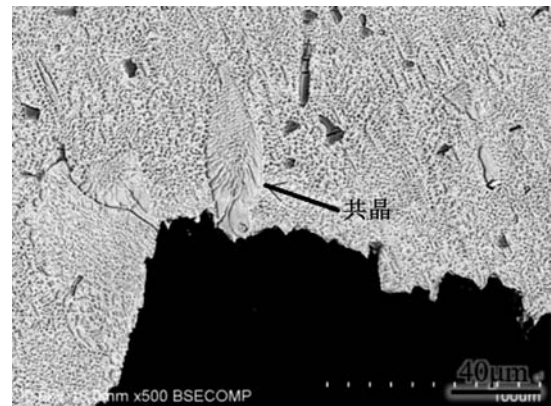


图8 合金经760 °C/645 MPa持久断裂后，断口处的共晶组织
Fig. 8 Eutectic structure near fracture of alloy after stress rupture at 760 °C/645 MPa

晶尺寸。采用1 450 °C浇注的合金其铸态组织中的共晶组织以 $(\gamma + \gamma')$ 共晶为主，而1 550 °C浇注时以 γ' 共晶为主。

(3) 合金在760 °C/645 MPa持久期间，共晶与基体的界面处、碳化物相以及疏松区域为裂纹主要萌生处，但碳化物处萌生的裂纹容易发生裂纹扩展形成宏观裂纹，是合金持久变形期间的主要裂纹源。

(4) 较高的精炼温度和较低的浇注温度有助于使合金中的碳化物分布更加均匀，避免局部区域产生大尺寸宏观裂纹，因此采用1 550 °C精炼和1 450 °C浇注工艺是获得合金持久性能较好的主要原因。

参考文献:

- [1] OHTANI T, OGI H, HIRAO M. Acoustic damping characterization and microstructure evolution in nickel-based superalloy during creep [J]. *International Journal of Solids & Structures*, 2005, 42 (9-10): 2911-2928.
- [2] 胡颖涛, 荀淑玲, 王道红, 等. 铸造试棒形状对K417G镍基高温合金组织及持久性能的影响 [J]. *铸造*, 2020, 69 (7): 679-684.
- [3] 曲彦平, 王尊呈, 于兴福. V对镍基高温合金组织及蠕变性能的影响 [J]. *铸造*, 2018, 67 (6): 507-511.
- [4] 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.
- [5] 刘瑞琳. K417G高温合金涡轮叶片真空热处理工艺优化 [J]. *大型铸锻件*, 2018, 181 (1): 41-42.
- [6] XU F, LÜ Y, LIU Y, et al. Microstructural evolution and mechanical properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, 29 (5): 480-488.
- [7] NAFFAKH-Moosavy H. Microstructural investigation and castability anticipation in modern Ti/Al/Nb-containing nickel-based superalloys [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2016, 26 (6): 1607-1619.
- [8] 刘巧沐, 黄顺洲, 刘芳, 等. B含量对K417G合金凝固过程中组织演变和力学性能的影响 [J]. *金属学报*, 2019, 55 (6): 720-728.
- [9] 郑亮. 凝固冷速对铸造镍基高温合金K417G显微组织的影响 [J]. *航空材料学报*, 2006 (3): 7-11.
- [10] 殷凤仕, 管恒荣, 孙晓峰, 等. 铸态镍基高温合金M963的液态结构和熔体处理 [J]. *金属学报*, 2005, 41 (11): 82-86.
- [11] 熊玉华, 杨爱民, 李培杰, 等. 浇注温度和细化剂对K4169高温合金微观组织的影响 [J]. *航空材料学报*, 2001, 21 (4): 5-8.
- [12] 王永锋, 孟祥斌, 李金国, 等. 定向凝固工艺对高温合金DZ417G变截面疏松形成的影响 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2016, 45 (5): 1264-1270.

Influence of Refining and Pouring Temperature on Microstructures and Stress Rupture Properties of K417G Nickel-Based Superalloy

LIU Zi-yu¹, ZHANG Feng-jiang², XUN Shu-ling², XIE Jun², SHU De-long², HOU Gui-chen², YU Jin-jiang², ZHOU Yi-zhou²

(1. Guiyang AECC Power Precision Casting Co., Ltd., Guiyang 550014, Guizhou, China; 2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, Liaoning, China)

Abstract:

In this work, different refining and pouring temperatures have been used to prepare K417G nickel-based superalloy. By observing and analyzing the casting microstructure and testing the stress rupture property of the alloy at 760 °C /645 MPa, the influence of refining and pouring temperatures on the microstructure and stress rupture property of the alloy have been investigated. Results show that raising the refining temperature could reduce the sizes of the carbides and homogenize the carbide distribution in the as-cast alloy. Reducing the pouring temperature could decrease the size of the crystalline grains, dendrite spacing and carbides in the alloy. It could also transform the eutectic structure from γ' eutectic into $(\gamma+\gamma')$ eutectic. The main fracture mechanism of the alloy during stress rupture at 760 °C /645 MPa is that cracks initiate in the MC carbides in the inter-dendrite regions, and propagate along the normal stress direction, which cause the alloy to occur fracture. Wherein, the smaller size and more uniform distribution of the carbides in the alloy is thought to be the main reason that the alloy prepared by refining at 1 500 °C and pouring at 1 450 °C displays a better stress rupture property.

Key words:

K417G; refining and pouring temperatures; as-cast structure; stress rupture property