

浇注温度对 K465 合金组织与力学性能的影响

严志¹ 王振江² 桑志茹² 仇凤江² 侯桂臣² 谢君² 于金江²
(1.中国航发航空科技股份有限公司计量理化中心; 2.中国科学院金属研究所)

摘要 研究了浇注温度对 K465 镍基高温合金组织、力学性能和持久性能的影响。结果表明,在 1 420~1 520 ℃内,随着浇注温度提高,合金的晶粒尺寸发生粗化,组织中的碳化物形貌和分布未发生明显改变,且碳化物中 W 元素逐渐增加,γ'相长大。经过 1 210 ℃×4 h 热处理后,组织中的 γ'相形状由铸态的不规则形状转变为立方体,并且尺寸明显细化,且不同浇注温度的合金热处理态组织中的 γ'相尺寸和形貌基本一致。随着浇注温度提高,合金的强度有下降的趋势,塑性有所提高,持久性能有所改善。合金持久断裂后裂纹的萌生和扩展主要发生在组织中晶界附近。另外,讨论了浇注温度的变化对合金力学性能变化的影响机制。

关键词 K465 合金;浇注温度;晶粒尺寸;拉伸性能;持久寿命

中图分类号 TG132.3;TG249.5;TG146.1⁺5 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.08.015 **开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



Effects of Pouring Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of K465 Alloy

Yan Zhi¹, Wang Zhenjiang², Sang Zhiru², Zhang Fengjiang², Hou Guichen², Xie Jun², Yu Jinjiang²
(1.AECC Aero Science and Technology Co., Ltd.;
2.Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences)

Abstract: Effects of pouring temperature on the microstructure, tensile properties and stress rupture properties of K465 nickel base superalloy were investigated. The results reveal that with the increase of pouring temperature in the range of 1 420 ℃ to 1 520 ℃, the grains are coarsened without significant change in the morphology and distribution of carbides, and the content of W element in MC carbide is increased with the γ' phase growing. After the standard heat treatment (1 210 ℃×4 h), the irregular shape of γ' phase is converted to the cubic shape, and the size is obviously refined. Moreover, the size and morphology of γ' phase in the alloys with different pouring temperature are almost the consistent after the heat treatment. With the increase of pouring temperature, the strength of the alloys tends to be decreased with increasing in elongation, and the stress rupture properties are improved. After that, the crack initiation and propagation mainly occur near the grain boundaries. Finally, the mechanism that pouring temperature affects the mechanical properties of the alloy was discussed.

Key Words: K465 Alloys, Pouring Temperature, Grain Size, Tensile Properties, Stress Rupture Life

镍基高温合金由于其优良的抗蠕变性能,被广泛应用于制造需要服役数千小时的高温和高离心力的飞机涡轮叶片^[1]。其中高钨含量高温合金中 W 含量较高、成本低、铸造性能好,是航空发动机热端部件的关键材料。K465 高温合金是典型的高钨高温合金,其成本较低,并且性能较为优异,其通常可以在 1 000 ℃左右的高温下正常工作,并且具有优异的耐热腐蚀性能^[2,3],因而被广泛用于生产制造航空发动机涡轮叶片^[4]。通常,高温合金需要经过较为复杂的热处理(固溶+时效)才能获

得优异的综合力学性能,然而,K465 合金在经过短时固溶处理(1 210 ℃×4 h)后就可获得所需力学性能^[5]。

铸造镍基高温合金,包括 K465 合金、K416B 合金和 K438 合金等,碳化物和 γ'相的尺寸、形态及分布,合金的晶粒尺寸以及组织中的枝晶形貌也影响着合金的力学性能^[6~8]。在铸造高温合金的浇注过程中,不同工艺也会影响合金的组织状态,其中合金液的浇注温度影响较大。随着浇注温度提高,合金液的凝固速率降低,进而导致了合金具有不同的组织状态,包括晶粒尺寸、

收稿日期:2021-03-09;修改稿收到日期:2021-04-01
基金项目:国家自然科学基金资助项目(51701212,51771191,51971214);辽宁省自然科学基金资助项目(2019-MS-336);中国科学院科技服务网络计划区域重点资助项目(KFJ-ST-S-QYZX-079);2018 年度泰州市高层次创新创业人才引进计划资助项目;2020 年度中国科学院青年创新促进会资助项目
第一作者简介:严志,男,1988 出生,工程师,成都(610503),E-mail:279236831@qq.com
通信作者:谢君,男,1986 出生,副研究员,沈阳(110016),E-mail:junxie@imr.ac.cn
引用格式:严志,王振江,桑志茹,等. 浇注温度对 K465 合金组织与力学性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(8):1 001-1 006.
YAN Z, WANG Z J, SANG Z R, et al. Effects of pouring temperature on microstructure and mechanical properties of K465 alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(8):1 001-1 006.

枝晶形貌、碳化物和 γ' 相等,从而影响高温合金的综合力学性能^[9~11]。

本课题采用不同的浇注温度(1 420~1 520 ℃)制备 K465 合金,对合金的微观组织进行表征,并对合金的拉伸力学性能和持久寿命进行测试,讨论合金组织随着浇注温度变化而发生的演变过程,并分析组织演变对合金力学性能的影响。

1 试验材料及方法

1.1 合金制备

采用 VIM-F25 型真空感应炉熔炼 K465 母合金,化学成分见表 1。在 1 600 ℃精炼 3 min 后分别降温至 1 420、1 440、1 460、1 480、1 500 和 1 520 ℃,然后浇入型壳中,型壳面层涂料为 EC95 粉和硅溶胶,型壳背层材料为 EC95 粉、硅溶胶和煤干石,型壳温度为 950 ℃,采用厚壳埋砂方式冷却。采用灯笼型组模方式,单组 8 支试棒,试棒标距段长 25 mm,直径为 6 mm。

表 1 K465 合金的化学成分

Tab.1 Chemical composition of K465 alloy %										
w_B										
Al	Co	Cr	Mo	Nb	Ti	W	Zr	B	C	Ni
5.6	9.7	8.7	2.0	1.0	2.5	10.3	0.04	0.035	0.16	余量

1.2 显微组织观察

使用线切割将不同浇注温度的试棒沿纵向剖开,经机械研磨、抛光、腐蚀(腐蚀液为 20 g $\text{CuSO}_4 + 5 \text{ mL H}_2\text{SO}_4 + 100 \text{ mL HCl} + 80 \text{ mL H}_2\text{O}$ 溶液)后观察合金的晶粒尺寸,在试棒标距段取样观察其组织形貌。利用扫描仪(CanoScan 8800F)及扫描电镜(SEM, FEI Quanta 450FEG)观察试棒的晶粒形貌、碳化物及 γ' 相尺寸和分布情况。为研究合金组织中碳化物组成元素,采用 EPMA-1610 电子探针(EPMA)进行元素面扫描,EPMA 分析试样的制备方法与 SEM 试样相同。

1.3 力学性能

将不同浇注温度下制备的试棒经过 1 210 ℃ $\times$ 4 h 热处理,然后进行加工,获得了标准拉伸试棒和持久试棒。分别利用 TSE504D 万能试验机和 F-25 型持久试验机测其力学性能和持久性能,拉伸试验在室温下进行,持久性能测试在 975 ℃/225 MPa 下进行,并对合金持久断口及其附近的区域形貌进行表征,讨论合金的失效机制。

2 试验结果及讨论

2.1 K465 合金中晶粒组织形貌

图 1 为不同浇注温度下 K465 合金的纵截面晶粒形貌。可以看出,浇注温度为 1 420 ℃时,标距段内的

晶粒尺寸较为细小,其平均晶粒尺寸约为 2.15 mm,局部存在晶粒尺寸分布不均匀现象,出现规则排列的柱状晶细小晶粒,其纵向平均尺寸仅约 0.58 mm。浇注温度的提高使得合金液的凝固速率降低,导致了晶粒长大,即随着浇注温度的提高,合金的晶粒尺寸逐渐增大(见图 2)。此外,组织中晶粒分布的均匀性有很大的提高,柱状晶组织消失。

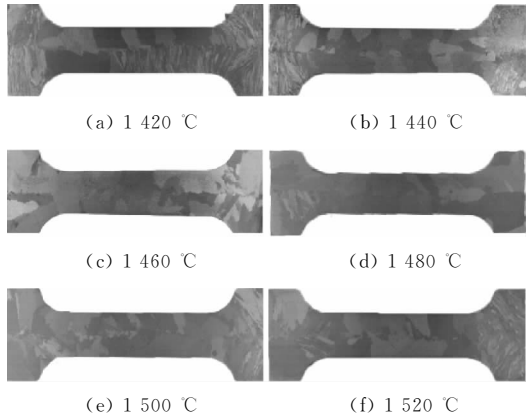


图 1 不同浇注温度试棒的纵剖面晶粒分布宏观形貌
Fig.1 Longitudinal section distributions of the grains in the bars with various pouring temperatures

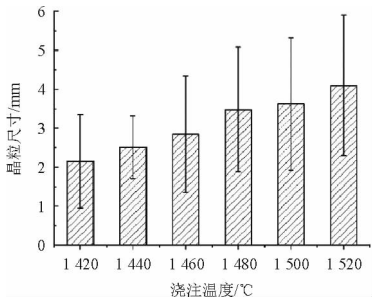


图 2 不同浇注温度下 K465 合金的晶粒尺寸
Fig. 2 Grain size of K465 alloys with various pouring temperatures

凝固过程中合金液的过冷度决定着组织中的晶粒尺寸。晶核数 P 与形核率 N 及长大速率 v 之间满足 Johnson-Mehl 关系^[1]:

$$P = k \left(\frac{N}{v} \right)^{3/4} \quad (1)$$

式中, k 为常数,与晶核形状有关。由式(1)可知,形核率 N 越大,晶粒尺寸越小;晶体长大速度 v 越大,晶粒尺寸越大。合金液的过冷度增加,形核率 N 迅速增加且比长大速度 v 更高,因此增加过冷度可以使合金液凝固后的组织得到一定程度的细化。

2.2 K465 合金铸态组织

图 3 为不同浇注温度的 K465 合金铸态显微组织。可以看出,当浇注温度较低时,合金组织中枝晶较为发达,合金中的部分一次枝晶尺寸较大,二次枝晶尺寸较小,不同方向上枝晶尺寸相差较大;随着浇注温度提

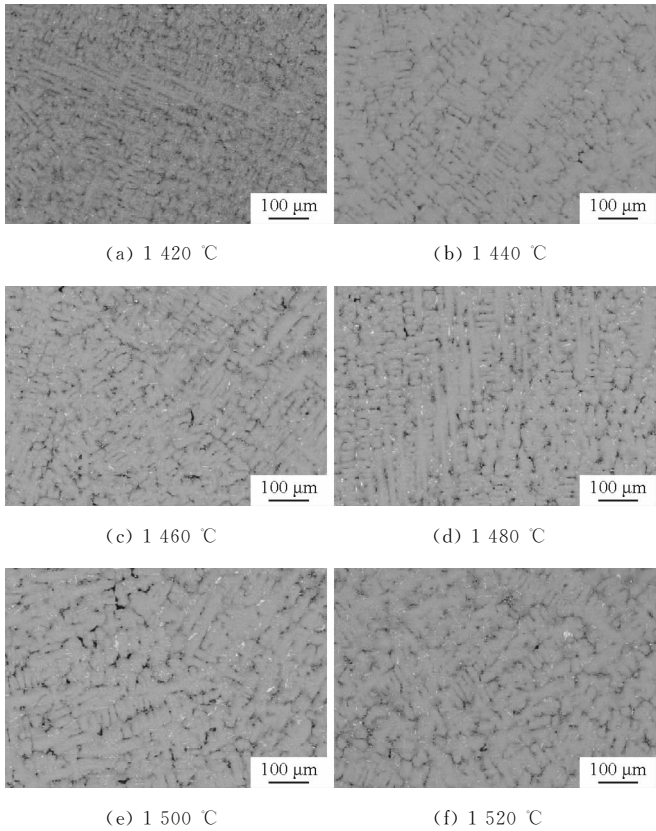


图3 不同浇注温度下铸态 K465 合金的显微组织
Fig.3 Microstructure of K465 alloys with various pouring temperatures

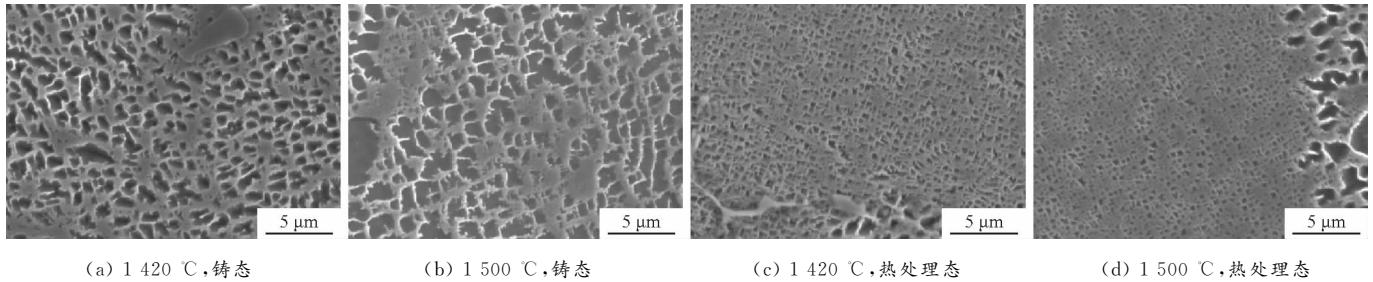


图4 不同状态下 K465 合金中 γ' 相形貌
Fig.4 Morphology of γ' phase in K465 alloys under different conditions

生了显著变化。铸态合金中的不规则形状 γ' 相基本消失,热处理后合金组织中析出细小的 γ' 相,并呈小立方体的形状。此外,从图 4c 和图 4d 可以发现,不同浇注温度合金经过热处理后组织中的 γ' 相尺寸相当,在 1 420 °C 浇注试样的 γ' 相尺寸约为 0.46 μm ,在 1 500 °C 浇注时 γ' 相尺寸约为 0.47 μm 。

图 5 为 1 420 °C 和 1 500 °C 下浇注试样铸态和热处理后 EPMA。通常 K465 合金中 MC 碳化物中富含 Ti、Nb、W 等元素,其他元素未观察到。可以看出,在低温浇注获得的组织中 MC 碳化物主要富含 Ti 和 Nb,并含有少量 W 元素(见图 4a),而随着浇注温度提高,合金组织中 MC 碳化物明显富含更多 W 元素(见图 4b),这可能是由于浇注温度较高使得合金凝固过程中过冷

高,合金的一次枝晶尺寸逐渐降低,不同方向上的枝晶尺寸差逐渐减小,另外,组织中枝晶间距增加。合金的凝固速率和枝晶间距之间关系如下^[12]:

$$\lambda = \frac{85.1}{V_1^{0.35}} \quad (2)$$

式中, λ 为枝晶间距; V_1 为合金液凝固速率。由式(2)可知,随着浇注温度提高,合金的凝固速率降低,导致合金组织中的枝晶间距提高。但随着浇注温度升高,合金组织中碳化物的数量和分布无明显差异。

2.3 热处理 K465 合金的微观组织

图 4 为不同浇注温度 K465 合金铸态和 1 210 °C × 4 h 热处理后的 γ' 相形貌。可以看出,铸态下 γ' 相形状不规则,在 1 420 °C 浇注的 γ' 相尺寸约为 0.9 μm ,在 1 500 °C 浇注时 γ' 相尺寸约为 1.28 μm ,见图 4a 和图 4b。高温合金凝固结束后,随着温度降低,基体中开始析出强化相 γ' ,当浇注温度较低时,合金液的过冷度增加, γ' 相的形核数量较多, γ' 相的尺寸相对较小。随着浇注温度提高, γ' 相逐渐变得粗大。此外,合金组织中枝晶间 γ' 相尺寸较大,这主要是因为枝晶间区容易富集 Ti 和 Nb 等元素,这些元素是 γ' 相的形成元素,促进 γ' 相的形核,并且枝晶间区较大, γ' 相生长速度较快,因此枝晶间 γ' 相尺寸较大^[13]。

经 1 210 °C × 4 h 热处理后,合金组织中的 γ' 相发

度较大,导致凝固驱动力较大;观察经过热处理的低温浇注合金可以发现合金组织中碳化物主要富含 Ti 和 Nb 元素(见图 4c),这主要是由于 WC 不稳定,容易在热处理过程中发生分解;而与之对比的较高浇注温度合金中仍富含 Ti、W 和 Nb 元素(见图 4d)。

2.4 K465 合金的力学性能

不同浇注温度下 K465 合金的力学性能见图 6。根据 Q/6S 1966 和 Q/KJ.J 02.33 技术标准^[14],热处理态 K465 合金的抗拉强度 $\sigma_b \geq 830 \text{ MPa}$,伸长率 $\delta_5 \geq 3\%$ 。可以看出,试样的力学性能均明显超过技术标准中要求的最小值。从图 6 中还可发现,随着浇注温度提高,合金的抗拉强度和屈服强度逐渐下降;在 1 500 °C 下浇注的试样力学性能数据波动较小,这表明该温度下浇注的

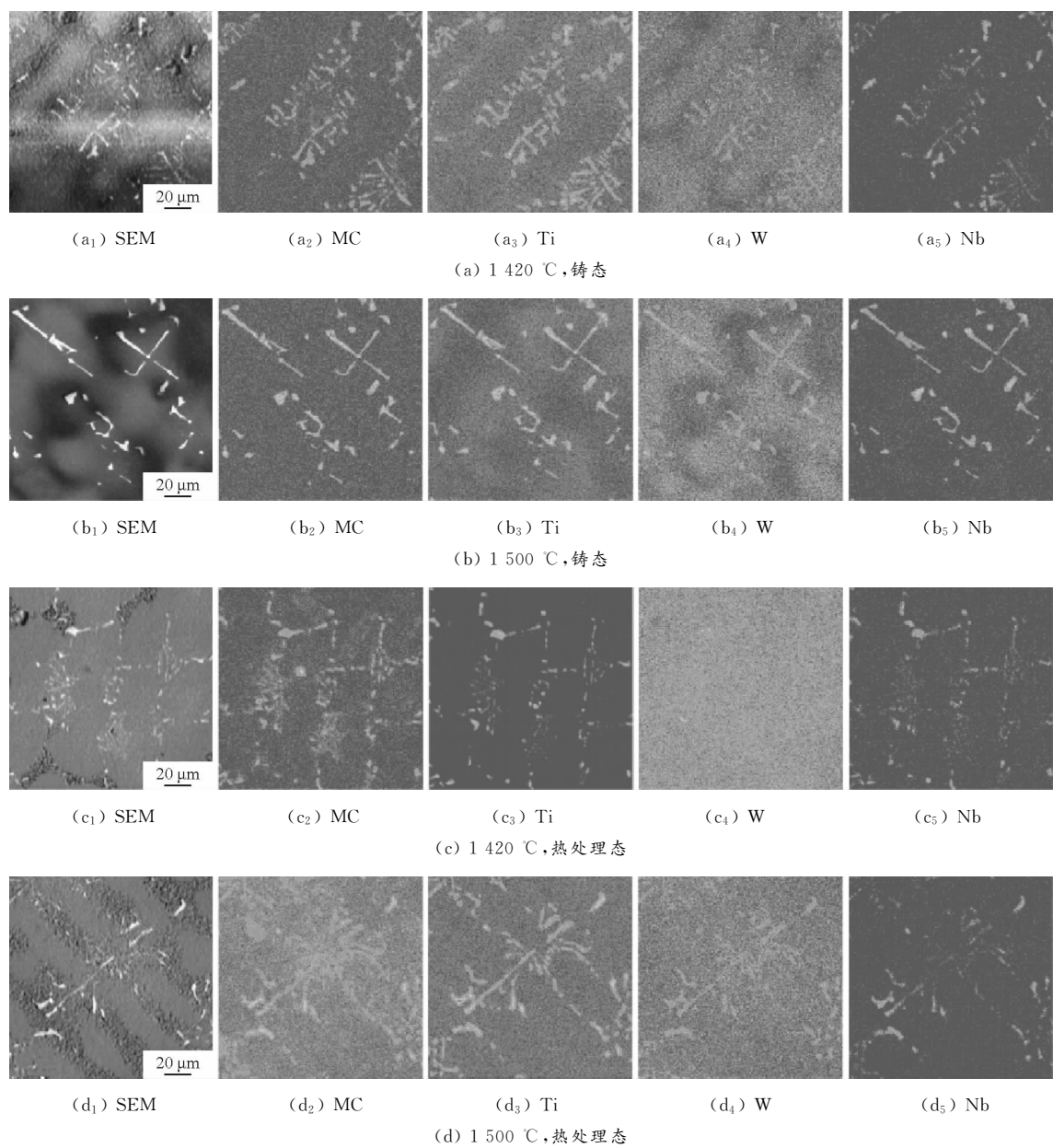


图 5 不同状态下 K465 合金的 EPMA 结果

Fig.5 EPMA results of K465 alloys under different conditions

合金力学性能较为稳定。

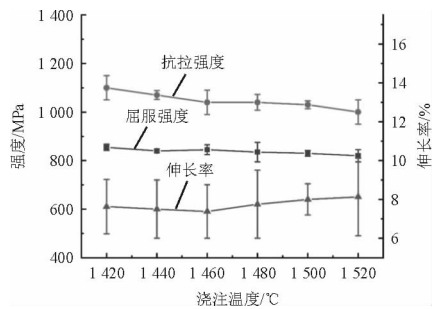


图 6 不同浇注温度的 K465 合金室温拉伸力学性能

Fig.6 Mechanical properties of K465 alloys with various pouring temperatures at room temperature

2.5 K465 合金的持久性能

将不同浇注温度的试样经过标准热处理后加工成

标准持久试棒,在 975 °C/225 MPa 条件下测试持久寿命,每种状态测试 4 只试棒并取平均值,结果见图 7。

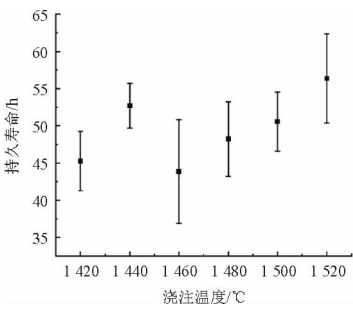


图 7 不同浇注温度的 K465 合金在 975 °C/225 MPa 条件下的持久寿命

Fig.7 The stress rupture life of K465 alloys with various pouring temperatures under the condition of 975 °C/225 MPa

根据 Q/6S 1966 和 Q/KJ.J 02.33 技术标准可知 K465 合金在 975 °C/225 MPa 条件下持久寿命 ≥ 40 h^[13]。从图 7 可以看出,在 1 480 °C 以上浇注时,K465 合金整体寿命均较高。但是当浇注温度低于 1 460 °C 时,其稳定性变差。这很可能是由于合金内部晶粒尺寸控制不当所致。

利用线切割将持久测试断裂后的试棒沿纵剖面切开,观察各个状态合金断口附近组织,结果见图 8。可以看出,不同浇注温度的合金断口附近的组织特征相似,裂纹的萌生和扩展均发生在晶界或者共晶组织附近,见图 8 中箭头处。微裂纹萌生在晶界附近的碳化物或者共晶的边缘处,见图 8b 中左下角放大图,然后沿枝晶间或晶界扩展形成了宏观裂纹,最终导致合金失效。

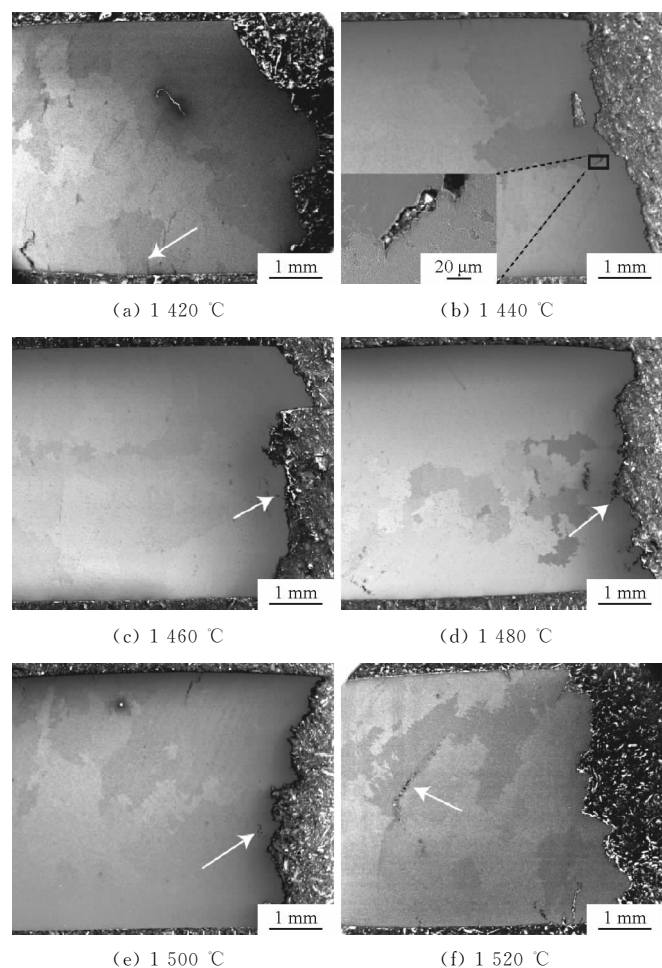


图 8 975 °C/225 MPa 下持久断后横截面的显微组织
Fig.8 Microstructure of cross sections after rupture under the condition of 975 °C/225 MPa

2.6 讨论与分析

由晶粒度统计结果可知,随着浇注温度的提高,合金的晶粒尺寸逐渐增加,通常合金的晶粒尺寸和屈服强度满足 Hall-Petch 关系^[14]:

$$\sigma_s = kd^{-1/2} + \sigma_0 \quad (3)$$

式中, σ_s 为合金屈服强度; k 为比例系数(Hall-Petch 常

数); d 为合金晶粒尺寸; σ_0 为合金晶格摩擦应力。因此,随着浇注温度提高,合金的屈服强度逐渐下降。通常合金的强度和伸长率之间存在制约关系,随着合金强度下降,合金的伸长率逐渐得到改善^[15]。从合金的 EPMA 结果可知,高浇注温度合金在经过热处理后仍含有富 W 的碳化物,这些碳化物可以有效阻碍高温持久过程中晶界滑移,提高合金的持久寿命。

从图 8 看出,合金持久断裂的裂纹均发生在晶界附近,并且合金在高温下蠕变过程中变形主要以晶界滑移为主^[16]。此外,有研究表明,多晶镍基高温合金的蠕变过程中具有粗大晶粒的合金晶界处的塑性变形分布更加均匀,粗晶试样的晶界处不容易出现应变集中现象,降低了裂纹萌生的倾向^[17]。因此,随着浇注温度提高,合金晶粒发生粗化,合金的持久性能有所改善。

3 结 论

(1)在 1 420~1 520 °C 浇注温度范围内,随着浇注温度提高,K465 合金液凝固过程中冷却速率降低,合金组织中的晶粒尺寸随之发生粗化。

(2)K465 合金组织中的碳化物数量和分布随浇注温度的变化不明显,但较低浇注温度时合金碳化物中 W 含量较低,较高浇注温度时合金碳化物富含较多 W 元素。

(3)K465 合金铸态下 γ' 相的尺寸随着浇注温度的提高有一定程度的长大,但经过热处理后不同浇注温度的合金组织中 γ' 相的尺寸基本一致。

(4)随着浇注温度提高,合金的强度有所下降,塑性有所提高,持久性能有所改善,并且更稳定,这主要是由于合金组织中的晶粒尺寸随着浇注温度的提高发生了一定粗化,并且合金中含有一定量富 W 碳化物可以有效阻碍晶界滑移。

参 考 文 献

- [1] REED R C. The Superalloys: Fundamentals and Applications[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008.
- [2] YANG J X, ZHENG Q, SUN X F, et al. Formation of μ phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy[J]. Scripta Materialia, 2006, 55(4): 331-334.
- [3] YANG J X, ZHENG Q, SUN X F, et al. Relative stability of carbides and their effects on the properties of K465 superalloy[J]. Materials Science and Engineering, 2006, A429(1): 341-347.
- [4] GUO X T, ANTONOV S, LU F, et al. Solidification rate driven microstructural stability and its effect on the creep property of a polycrystalline nickel-based superalloy K465[J]. Materials Science and Engineering, 2020, A770: 138 530.
- [5] GUO X T, ZHENG W W, AN W R, et al. High temperature creep behavior of a cast polycrystalline nickel-based superalloy K465 under thermal cycling conditions[J]. Materialia, 2020, 14: 100 913.
- [6] 侯桂臣, 苏海军, 谢君, 等. 固溶温度对含钨高钨 K416B 镍基高温合金组织的影响[J]. 航空材料学报, 2019, 39(3): 62-68.

双重退火对激光增材制造 TC18 钛合金组织和性能的影响

张 颖¹ 胡生双¹ 郑 超¹ 岳 珊¹ 胡 广² 高婷婷¹
(1.中航西安飞机工业集团股份有限公司; 2.西安铂力特增材技术股份有限公司)

摘 要 利用拉伸试验机、扫描电镜和金相显微镜等手段,研究了双重退火工艺(890 ℃×1 h/FC+750 ℃×2 h/AC,570 ℃×4 h/AC)对激光增材沉积和修复两种状态的 TC18 钛合金的组织和力学性能的影响,并与原始锻件 TC18 钛合金进行比较。结果表明,激光增材修复试样微观组织为典型的类铸态组织,主要由层状β晶粒组成。激光增材修复试样经双重退火后为魏氏组织,原始β晶界仍清晰可见,晶内分布着交错的(α+β)集束。经双重退火后,激光增材沉积试样强度低于锻件,塑性高于锻件,激光增材修复试样的性能介于两者之间,其冲击性能比锻件的冲击性能高约 60%。激光增材沉积、激光增材修复两种状态经退火热处理后力学性能都能达到 TC18 锻件规定值。

关键词 双重退火;TC18 钛合金;激光增材;修复;组织与性能

中图分类号 TG156.2;TG146.23 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.08.016 **开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



Effects of Double Annealing on Microstructure and Properties of TC18 Titanium Alloy by Laser Additive Manufacturing
Zhang Ying¹, Hu Shengshuang¹, Zheng Chao¹, Yue Shan¹, Hu Guang², Gao Tingting¹
(1.AVIC Xi'an Aircraft Industry Group Co., Ltd.; 2.Xi'an BLT Additive Technology Co., Ltd.)

Abstract: The effects of double annealing processes (890 ℃×1 h/FC+750 ℃×2 h/AC, 570 ℃×4 h/AC) on the microstructure and mechanical properties of TC18 titanium alloy by laser additive deposition and repair were investigated by tensile testing machine, scanning electron microscope and metallographic microscope, and compared with original forging TC18 titanium alloy. The results indicate that the microstructure of the repaired specimen is characterized by as-cast microstructure, which is mainly composed of lamellar β-grains, and presents the Widmannian structure after double annealing, where the original β grain boundary is still clearly visible, and the interlaced (α+β) clusters are distributed within the grains. After double annealing, the strength of the deposited specimen is lower than that of the original forgings, while the plasticity is the higher. The properties of the repaired specimen are between the two. The impact properties of the repaired specimen are about 60% higher than that of the forgings. After annealing, the mechanical properties of both specimens can reach the prescribed value of TC18 forgings.

Key Words: Double Annealing, TC18 Titanium Alloy, Laser Additive, Repair, Microstructure and Property

收稿日期:2021-03-14;**修改稿收到日期:**2021-04-23
第一作者简介:张颖,女,1974 年出生,高级工程师,西安(710089),E-mail:3124405664@qq.com
通信作者:胡生双,男,1989 年出生,工程师,西安(710089),E-mail:hushengshuang2000@163.com
引用格式:张颖,胡生双,郑超,等. 双重退火对激光增材制造 TC18 钛合金组织和性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(8):1 006-1 009.
ZHANG Y, HU S S, ZHENG C, et al. Effects of double annealing on microstructure and properties of TC18 titanium alloy by laser additive manufacturing[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(8):1 006-1 009.

[7] 郭小童,郑大为,李龙飞,等. 冷却速率导致的薄壁效应对 K465 合金显微组织和持久性能的影响[J]. 金属学报, 2020, 56(12): 1 654-1 666.

[8] 雷四雄,杨伟,郑行,等. 精铸工艺对 K438 合金组织及高温力学性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2019, 39(3): 306-309.

[9] RAKOCZY L, GRUDZIEN M, CYGAN R. Influence of melt-pouring temperature and composition of primary coating of shell mold on tensile strength and creep resistance of Ni-based superalloy[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2019, 28(7): 3 826-3 834.

[10] 吴凯西,刘宏萱,彭真,等. 浇注工艺对 K403 合金初生碳化物及持久性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2019, 39(1): 52-56.

[11] 张雷雷,陈晶阳,蹇磊,等. 浇注温度对 K439B 合金显微组织和力学性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2019, 40(9): 57-63.

[12] 胡庚祥,蔡珣,戎咏华. 材料科学基础[M]. 上海:上海交通大学出版社, 2010.

[13] 郑亮. 凝固快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, 26(3): 7-11.

[14] 中国金属学会高温材料分会. 中国高温合金手册(下卷)[M]. 北京:中国质检出版社, 2012.

[15] 束德林. 工程材料力学性能[M]. 北京:机械工业出版社, 2007.

[16] 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): 1 384-1 392.

[17] 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 ℃[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A588: 14-21.

(编辑:刘卫)