

搅动法细晶铸造 K492M 合金的显微组织和拉伸性能

姜 华¹, 李相辉¹, 盖其东¹, 陈 昊²

(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. 空军装备部驻北京地区第六军事代表室, 北京 100024)

摘要: 采用扫描电子显微镜 (SEM)、电子探针 (EPMA) 和拉伸性能测试等手段, 研究了搅动法细晶铸造 K492M 合金的显微组织和拉伸性能。显微组织观察表明, 铸态组织主要包括 γ 基体、 γ' 相、碳化物及 γ/γ' 共晶; 热处理后, 合金枝晶干和枝晶间处的 γ' 相由大、小两种尺寸组成, 共晶组织未完全溶于基体; 碳化物沿晶界析出, 呈链状分布。合金在 750 °C 的抗拉强度和伸长率分别为 (1157 ± 12) MPa 和 (9.1 ± 2) %。抗拉断口 SEM 观察显示, 断裂机理主要为韧窝断裂。

关键词: K492M 合金; 细晶; 显微组织; 拉伸性能

等轴晶高温合金普通铸造工艺条件下, 存在晶粒粗大、偏析严重、组织不均匀等问题, 导致其在中、低温下的力学性能较低、数据分散度大, 尤其是疲劳性能^[1-3]。基于此, 等轴晶合金在普通铸造工艺基础上发展了细晶铸造技术。北京航空材料研究院于 20 世纪 90 年代末, 开发成功了高温合金整体叶轮铸型搅动细晶铸造工艺技术。搅动法细晶铸造工艺是在合金浇注和凝固过程中使型壳正反旋转, 破碎型壳壁上最初形成的枝晶, 使其均匀分布在整个熔体中形成的核心, 形成结晶核心, 从而获得细晶晶粒。该工艺可使铸件获得整体均匀细小的等轴晶, 能够大幅度地提高铸件在中低温条件下的力学性能, 成为提高高温合金性能的关键途径之一^[4-7]。

K492M 合金为一种镍基高温合金, 与国外的 IN792 合金相当, 具有较高的中、高温强度和热腐蚀抗力, 被广泛用于制作工业燃气轮机和航空发动机的叶片和结构件^[5-9]。

本文研究了搅动法细晶铸造 K492M 合金在铸态和热处理态的显微组织及 750 °C 时的拉伸性能, 并初步分析了合金的拉伸断裂机理。

1 试验材料与方法

K492M 合金化学成分列于表 1 中。采用搅动法细晶铸造工艺制备合金细晶试棒 ($\Phi 25 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$)。浇注温度为 1 400 °C, 型壳焙烧温度为 980 °C。

采用差示扫描量热仪 (DSC) 测量合金的固、液相点温度, 分别为 1 288 °C 和 1 345 °C。试样首先进行 1 185 °C/2 h 固溶热处理, 而后进行二级时效热处理, 分别为 1 121 °C, 保温 2 h, 空冷和 843 °C, 保温 24 h, 空冷。试棒热处理后, 加工成标准相分析用试样, 而后进行电解、提取和分离析出相, ICP-AES 法定量分析组成元素的构成。

利用 ZEISS SUPRA 55 型场发射扫描电镜 (SEM) 观察合金显微组织和疲劳断口形貌; 采用 JEOL JXA-8800R 型电子探针 (EPMA) 分析相成分; 用 Image-Pro 软件统计 γ' 相的尺寸和体积分数, 相同样品取 3 ~ 5 张照片。合金试棒热处理后, 参照 HB5195 - 1996 标准, 在 750 °C 进行拉伸性能测试, 取 4 根试样测试数据。

作者简介:

姜 华 (1986-), 男, 硕士, 主要研究方向为高温合金精密铸造。E-mail: jianghua621@126.com

通讯作者:

李相辉, 男, 硕士, 高级工程师。电话: 010-62498262, E-mail: shandong121144@163.com

中图分类号: TG132.3+2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977 (2019)

06-0574-04

收稿日期:

2019-05-05 收到初稿,

2019-05-21 收到修订稿。

2 试验结果与讨论

2.1 铸态组织

等轴晶铸造高温合金铸态组织一般包括 γ' 相、碳化物、共晶以及少量的硼化物。图1为K492M合金的铸态组织照片。图1a为合金碳化物的背散射模式，表明白色衬度的碳化物在晶内主要分布于枝晶间处，多呈块状。EPMA分析结果表明，该相富集Ta和Ti，为MC型碳化物 $(Ta, Ti)C$ 。同样，晶界部分区域分布着呈块状的碳化物，见图1b，该类碳化物可提高晶界的强度。图1c为试验合金的黑色衬度的 γ/γ' 共晶组织，其在凝固后期形成，分布于枝晶间和晶界处，富含Al、Ti等元素，呈“葵花”状。图1d和1e分别为枝晶干和枝晶间处 γ' 相的典型形貌。由于Al、Ti、Ta等 γ' 相的形成元素偏析于枝晶间，其在 γ 基体中的过饱和度大，使 γ' 相的长大驱动力大，这使枝晶间处的 γ' 相尺寸大、体积分数高。试验合金枝晶干处的 γ' 相形状规则，呈立方形，体积分数和尺寸分别为50%和0.33 μm ；枝晶间处的为54%和0.49 μm 。

2.2 合金相组成

表2和表3所示为试验合金 γ' 相和MC碳化物

中各组成元素的含量。结果表明， γ' 相主要含有Ni、Al、Ta、Ti、Co、Cr、W等元素，其组成结构式为： $(Ni_{0.9252}Co_{0.0571}Fe_{0.0005}Cr_{0.0172})_3(Cr_{0.0515}Al_{0.5042}Ti_{0.3162}Mo_{0.0133}W_{0.0387}Ta_{0.0755}Zr_{0.0006})$ ，点阵常数为0.359~0.360 nm。MC型碳化物主要含有Ta、Ti两种元素，其组成结构式为： $(Ta_{0.391}W_{0.025}Ti_{0.528}Zr_{0.002}Mo_{0.021}Cr_{0.033})C$ ，点阵常数为0.436~0.437 nm。

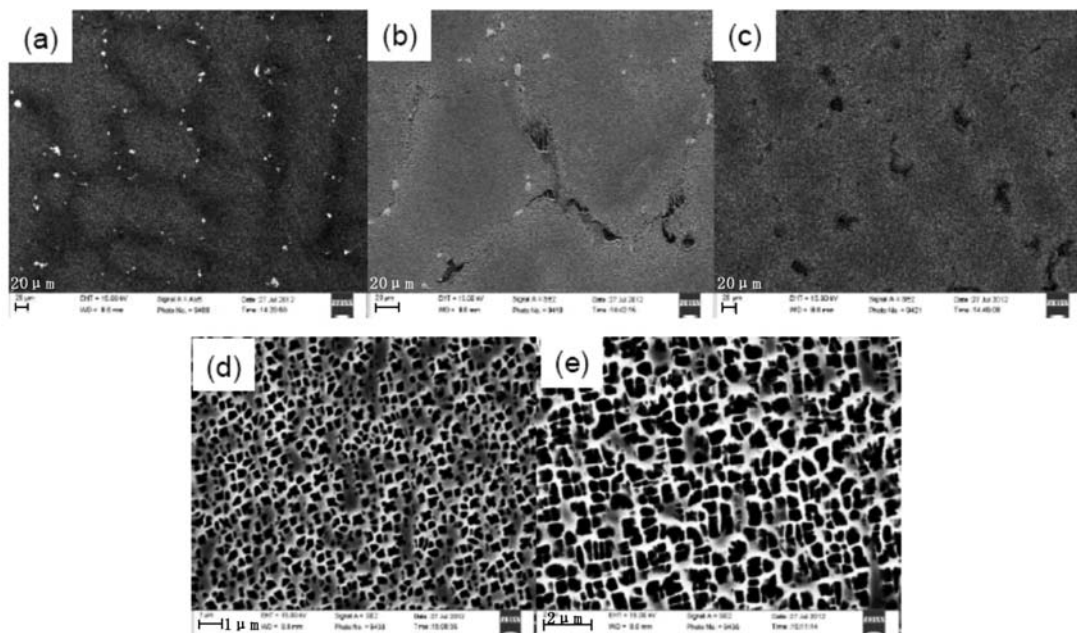
2.3 热处理组织

铸造高温合金热处理过程实质上是溶质原子扩散的过程。由于等轴晶高温合金的固溶热处理温度相对较低，铸态下的 γ' 相无法全部溶于基体，为不完全热处理^[10]。图2所示为试验合金热处理后典型显微组织。合金经1 185 $^{\circ}\text{C}/2$ h固溶热处理后，其共晶组织仍未全部固溶于基体，如图2a所示。

等轴晶高温合金含有C、B等元素，这些元素或是偏析于晶界，或与其他元素形成低熔点相。在热处理过程中晶界处形核势垒低，能量起伏大，会优先形成碳化物，但由于温度较低，碳化物长大驱动力小，其尺寸很细小^[11]。图2b为试验合金经热处理后在晶界处析出的白色衬度的颗粒状碳化物，呈链状分布。碳化

表1 K492M合金的化学成分
Table 1 Chemical composition of K492M alloy

	Ni	Co	Cr	W	Al	Ta	Ti	Mo	C	B	Zr	$w_B/\%$
余量		9	12.6	4	3.4	4	4.1	2.0	0.09	0.015	0.11	



(a, b) 碳化物；(c) 共晶；(d, e) 枝晶干和枝晶间的 γ' 相

图1 K492M合金铸态组织

Fig. 1 As-cast microstructure of K492M alloy

物是等轴晶，是铸造高温合金重要的晶界强化相。

图2c, 2d为合金枝晶干和枝晶间处 γ' 相的典型形貌。从图中可以看出，枝晶干和枝晶间处的 γ' 相由大、小两种尺寸组成，其中细小 γ' 相呈现为圆形，尺寸小于 $0.1\ \mu\text{m}$ 。枝晶干处，粗大的 γ' 相为长方形，体积分数和尺寸分别为32%和 $0.36\ \mu\text{m}$ ；枝晶间处，大的 γ' 相接近圆形，体积分数和尺寸为38%和 $0.71\ \mu\text{m}$ 。与铸态相比，固溶热处理使枝晶干处 γ' 相溶于基体，在冷却过程中再次重新析出，但使枝晶间的部分 γ' 相溶于基体，部分 γ' 相会进一步长大，尺寸增大。 γ' 相形貌变化主要取决于应变能和界面的共同作用，时效温度下 γ 相和 γ' 相仍保持共格关系，故此 γ' 相的形貌主要取决于应变能的作用^[12]。时效处理过程还会在 γ' 相通道上析出二次 γ' 相。此时，由于冷却时间较短，二次 γ' 相尺寸较小。从 γ' 相方面讲，合金中两种不同尺寸的 γ' 相能使合金具有较好的强度和塑性。

2.4 拉伸性能与断口形貌

试验合金在 $750\ ^\circ\text{C}$ 下的抗拉强度、屈服强度和

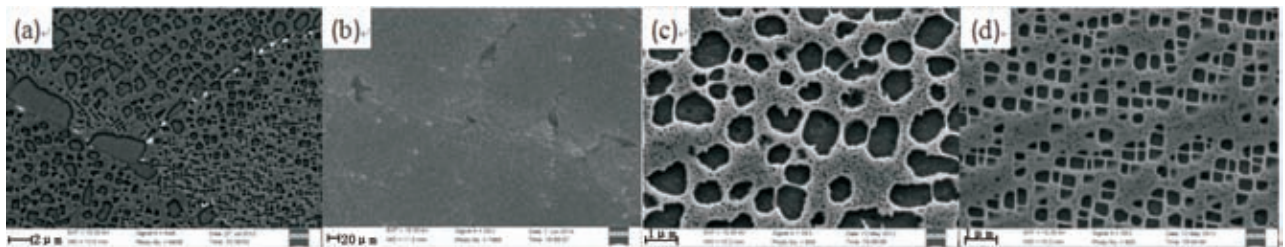
伸长率分别为 $(1\ 157 \pm 12)\ \text{MPa}$ ， $(974 \pm 18)\ \text{MPa}$ 和 $(9.1 \pm 2)\%$ 。图3所示为合金在 $750\ ^\circ\text{C}$ 下的拉伸断裂断口形貌。图3a所示为断口宏观上呈现凹凸不平，显示明显的光亮小刻面断裂特征。图3b为断口中间部位形貌，图3c为图3b方框区域的放大图片，表明断口中间部位显示出等轴韧窝及沿碳化物颗粒开裂韧窝。图3d为断口边缘部位形貌，图3e为图3d方框区域的放大图片，表面断边缘部位显示出剪切韧窝特征，且沿碳化物颗粒形成的韧窝断裂形貌明显。合金在 $750\ ^\circ\text{C}$ 温度下的断裂机理主要为微孔聚集型韧窝断裂。

表2 γ' 相的成分
Table 2 Composition of γ' phase $w_B/\%$

Ni	Ti	Al	Ta	Co	Cr	W	Mo
35.005	3.253	2.923	2.935	2.168	1.151	1.528	0.273

表3 MC型碳化物的成分
Table 3 Composition of MC $w_B/\%$

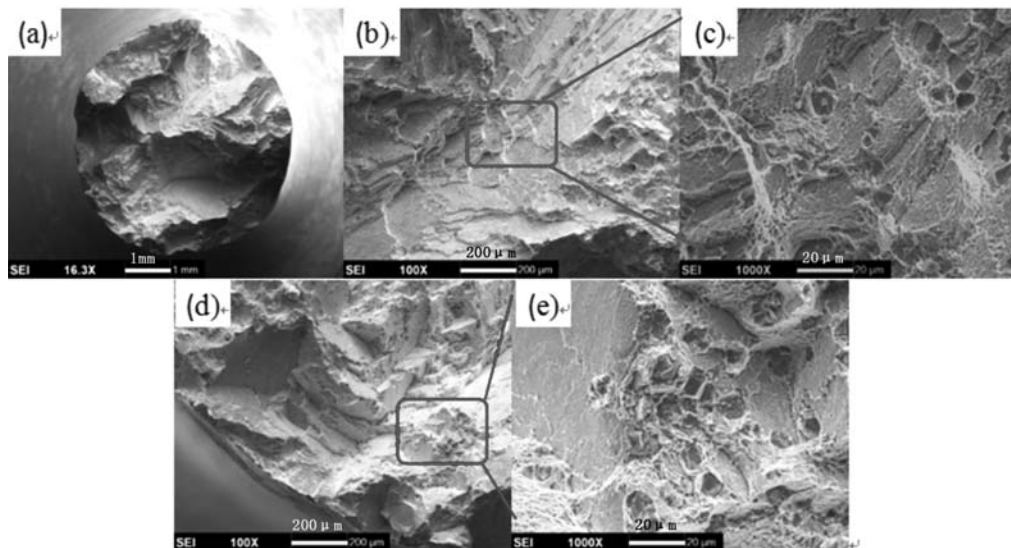
Ta	Ti	W	W	Mo	Cr	C
0.435	0.155	0.028	0.028	0.012	0.010	0.074



(a) 共晶组织 (b) 晶界碳化物 (c, d) 枝晶干和枝晶间的 γ' 相

图2 K492M合金典型的热处理组织

Fig. 2 Typical microstructure morphology of K492 alloy after heat treatment



(a) 断口宏观形貌；(b) 断口中间部位形貌；(c) 图3b方框区放大形貌；(d) 断口边缘部位形貌；(e) 图3d方框区放大形貌

图3 合金在 $750\ ^\circ\text{C}$ 温度下的拉伸断口形貌

Fig. 3 Morphologies of tensile fracture at $750\ ^\circ\text{C}$

3 结论

(1) 搅动法细晶铸造工艺制备的K492M合金试棒铸态组织主要包括 γ 基体、 γ' 相、碳化物及 γ/γ' 共晶。其中,合金枝晶干处的 γ' 相形状规则,呈立方形,体积分数和尺寸分别为50%和 $0.33\ \mu\text{m}$;枝晶间处的为54%和 $0.49\ \mu\text{m}$ 。

(2) 热处理后,枝晶干处 γ' 相为规则长方形,

尺寸为 $0.36\ \mu\text{m}$,枝晶间处 γ' 相为不规则形状,尺寸为 $0.71\ \mu\text{m}$;同时,枝晶干和枝晶间还析出了圆形的细小 γ' 相($<0.1\ \mu\text{m}$);碳化物沿晶界呈链状分布析出。

(3) 合金在 $750\ ^\circ\text{C}$ 下的抗拉强度和伸长率分别为 $(1157 \pm 12)\ \text{MPa}$ 和 $(9.1 \pm 2)\%$ 。断裂机理主要为韧窝断裂。

参考文献:

- [1] 西姆斯 C T, 斯特劳夫 N S, 黑格尔 W C. 高温合金 [M]. 赵杰译. 大连: 大连理工大学出版社, 1991.
- [2] YANG J X, ZHENG Q, ZHANG H Y, et al. Effects of heat treatments on the microstructure of IN792 alloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2010 (527): 1016-1021.
- [3] 金文中, 李廷举, 殷国茂. 动力学法晶粒细化技术的进展及在高温合金中的应用 [J]. 铸造, 2007, 56 (1): 6-9.
- [4] 袁文明, 薛广海, 汤鑫, 等. 铸型搅动法整体涡轮细晶铸造工艺的研究 [J]. 铸造, 1997 (2): 24-28.
- [5] 汤鑫, 曹腊梅, 李爱兰, 等. 高温合金整体叶轮铸造技术的研究进展 [J]. 航空材料学报, 2005, 25 (3): 57-62.
- [6] SEO S M, KIM I S, LEE J H, et al. Microstructural in directional solidified Ni-based superalloy IN792+Hf [J]. J. Mater. Sci. Technol, 2008, 24 (1): 110-114.
- [7] 李爱兰, 曹腊梅, 李相辉, 等. 纳米细化剂对K403高温合金组织的影响 [J]. 铸造, 2010, 59 (8): 783-785.
- [8] ZHOU Y, VOLEK A, SINGER R. Influence of solidification conditions on the castability of Nickel-Base superalloy IN792 [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2005, 36 (3): 651-656.
- [9] BECK T, PITZ G, LANG -H K, et al. Thermal-mechanical and isothermal fatigue of IN 792 CC [J]. Materials Science and Engineering A, 1997 (234-236): 719-722.
- [10] 蔡玉林, 郑运荣. 高温合金的金相研究 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1986.
- [11] HE L Z, ZHENG Q, SUN X F, et al. Effect of carbides on the creep properties of a Ni-base superalloy M963 [J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 397: 297-304.
- [12] 余永宁. 材料科学基础 [M]. 北京: 高等教育出版社, 2000.

Microstructure and Tensile Properties of K492 Alloy Produced by Mould Agitation

JIANG Hua¹, LI Xiang-hui¹, GAI Qi-dong¹, CHEN Hao²

(1. Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 2. The Sixth Military Representative Office of the Military Equipment Department in Beijing, Beijing 100024, China)

Abstract:

The microstructure and tensile properties of K492 alloy produced by the mould agitation have been investigated by means of SEM (Scanning Electron Microscope), EPMA (Electrical Probe Metal Analysis) and mechanical test in the present study. The microstructure observation reveals that the as-cast microstructure with refined grains is composed of γ matrix, γ' phase, MC carbide and γ/γ' eutectic; after solid solution heat treatment, γ' precipitates with two obviously distinct size existed in the dendrite core and interdendritic region. Fine carbides precipitate along the grain boundary and γ/γ' eutectic phase incompletely dissolve in matrix. Tensile properties at $750\ ^\circ\text{C}$ were measured, and results obtained show that tensile strength and elongation are $(1157 \pm 12)\ \text{MPa}$ and $(9.1 \pm 2)\%$, respectively. Furthermore, tensile fractured surfaces examined under SEM show that the deformation mechanism at $750\ ^\circ\text{C}$ is dimple fracture.

Key words:

K492M; fine grain; microstructure; tensile properties