738 有估 FOUNDRY 试验研究

固溶温度对轻质 DZ417G 合金蠕变性能的影响研究

韩 奇^{1, 2},肖 旋¹,管现军²,蔡 航²,曲天壬¹

(1. 沈阳理工大学材料科学与工程学院,辽宁沈阳 110000; 2. 中国科学院金属研究所,辽宁沈阳 110000)

摘要: 为探究固溶处理温度对DZ417G合金显微组织及力学性能的影响规律,对不同温度 固溶处理((1230~1250)℃×4h+空冷)的DZ417G合金分别开展了900℃高温拉伸以及 980℃/165 MPa高温蠕变性能测试。此外,为获悉固溶处理温度影响合金力学性能的微观机 制,还利用扫描电镜(SEM)和透射电镜(TEM)对力学性能测试前后的DZ417G合金显微 组织进行了系统表征。结果表明,DZ417G合金在1250℃条件下析出均匀、细小且立方度 较高的 γ '相。且相较于1230℃和1240℃固溶条件下的蠕变寿命,1250℃固溶处理后合 金的蠕变寿命最高,达到204.9 h,表明1250℃是DZ417G合金的最优固溶处理温度。SEM 和TEM分析认为,较小的错配度和立方度,以及较高 γ '相体积分数是1250℃×4 h固溶处 理后DZ417G合金蠕变寿命最高的主要原因。

关键词:DZ417G合金;γ'相;固溶温度;蠕变寿命;显微组织;力学性能

定向凝固镍基高温合金因其优异的热稳定性、良好的抗蠕变性和出色的耐热 腐蚀性而成为涡轮发动机和工业燃气轮机叶片的重要材料^[1],如DZ402、DZ422、 DZ417G等合金。相比于镍基单晶高温合金较低的良品率、复杂的热处理工艺及精细 的模具设计,定向凝固高温合金明显具有成本低、良品率高的优势。在众多定向凝 固高温合金中,DZ417G合金具有比重轻,强度高,中温塑性好,蠕变疲劳性能优 异,不含昂贵元素Ta和Re,价格相对便宜的特点^[2]。因此,DZ417G被认为是一种可 靠的涡轮转子叶片材料。

镍基高温合金工作温度较高,主要失效方式为高温条件下的蠕变和疲劳断裂。 因此,高温下的蠕变寿命及持久性能成为定向凝固高温合金的重要指标。DZ417G合 金中固溶强化元素(Cr+Co+Mo>20%)和 γ '相形成元素(Al+Ti>9%)含量高,凝 固偏析严重,必须通过适当的热处理(固溶处理+时效处理)对合金显微组织进行调 控,以便消除铸造缺陷,改善元素偏析^[3]。在此过程中,固溶处理使铸态组织中 γ ' 相部分或全部回溶到基体中,降低了合金元素偏析,减少合金中 γ/γ '共晶相和铸 态粗大 γ '相的含量,时效处理促进 γ '相在合金中均匀弥散析出。对于镍(铁)基高 温合金,不同固溶处理温度对合金中强化相的尺寸和形态均存在显著影响,而强化 相尺寸和形态几乎左右了合金高温蠕变和持久性能^[4-6]。陈荣章等研究了固溶处理对 DZ22合金组织和持久性能的影响,发现随固溶温度升高,合金持久寿命先升高后降 低,获得DZ22合金的最佳固溶温度范围为1 220~1 230 °C^[7]。佘力等对一种定向凝固 高温合金固溶处理组织和力学性能研究发现,随固溶温度升高,合金中共晶组织减 \mathcal{Y}, γ '相呈立方状析出,室温、高温拉伸性能和高温持久寿命提高但横向持久性能 降低,得到该合金的固溶温度范围为1 220~1 240 °C^[8]。可见,过高或过低的固溶温 度都会对合金力学性能产生不利影响,必须将固溶温度控制在合理的范围内。

鉴于此,本工作以DZ417G合金为研究对象,分别通过不同温度的固溶处理和相应的拉伸和蠕变性能测试,探究了固溶温度对DZ417G合金力学性能的影响规律,并

作者简介: 韩奇(1997-),男,硕 士生,工程师,主要研究 方向为镍基高温合金。电 话:13966424455,E-mail: 1142170342@qq.com 通信作者: 肖旋,女,博士。电话: 13998179063,E-mail: xiaoxuan1029@163.com

中图分类号:TG146.15; TG111.8 文献标识码:A 文章编号:1001-4977(2025) 06-0738-07

收稿日期: 2024-10-08 收到初稿, 2024-11-27 收到修订稿。 通过SEM和TEM表征阐明了固溶温度影响DZ417G合金 拉伸和蠕变行为的微观机制。

1 材料与方法

本工作所用DZ417G合金均是先采用真空感应炉熔 炼母合金,其成分如表1所示;然后利用真空定向凝 固炉进行重熔和定向凝固所得试棒为Φ16 mm。合金 所采用的三种热处理制度为:(1230℃、1240℃、 1250℃)/4h、空冷+980℃/16h和空冷。高温拉伸和 蠕变样品均采用标准试样,试验过程按照相应的国家 标准进行,其中高温拉伸温度为900℃,蠕变试验条件 为980℃/165 MPa。

表1 DZ417G母合金的化学成分 Tab. 1 Chemical composition of DZ417G master alloy

	Tab. 1 Chemical composition of DZ417G master alloy							$w_{\rm B}/\%$
С	Cr	Al	Ti	Мо	Co	V	В	Ni
0.20	8.99	5.09	4.30	3.20	9.97	0.78	0.015	余量

为探究不同固溶处理制度对DZ417G合金显微组织 的影响规律,本工作对所有热处理样品均采用TESCAN MIRA3扫描电镜(SEM)进行表征。扫描样品是利用 电火花切割机从热处理试棒上切取,后经磨光、抛光 和腐蚀(腐蚀剂为盐酸20 mL+硫酸铜5g+水100 mL) 制成标准金相样品。使用TESCAN MIRA3场发射SEM 对合金显微组织进行观察,并使用Image-Pro Plus 6.0图 像分析软件对显微组织中 γ/γ' 共晶和碳化物的体积分 数进行统计分析。

此外,为探究DZ417G合金蠕变变形及损伤机制, 本工作分别对蠕变断口及其纵剖面组织特征进行了 SEM表征,并对蠕变变形行为进行了TEM表征。TEM 样品均通过电火花切割机取自蠕变试样断口往下7 mm 附近,其初始厚度为0.5 mm,需利用600^{*}~2 000^{*}砂纸 减薄至50 µm左右。然后,通过双喷减薄制备成标准透 射样品,其中双喷液采用10%高氯酸+90%酒精混合溶液,双喷参数电压为30 kV。利用JEOL-F200透射电镜(TEM)在200 kV工作加速电压下对合金蠕变微观组织进行观察。

2 试验结果与分析

2.1 不同温度固溶处理 DZ417G 合金的显微组织

为探究不同温度固溶处理DZ417G合金的组织特征,分别对1 230°C/4h、1 240°C/4 h和1 250°C /4 h固溶处理合金的显微组织进行了系统观察。图1给出了3种不同温度固溶处理试样显微组织的SEM照片。从图中不难看出,随固溶温度升高,合金组织中碳化物及 γ / γ /共晶含量逐渐减小,枝晶间面积占比降低。说明较高的固溶热处理温度促进了DZ417G合金碳化物及 γ /相的回溶,这势必会影响合金性能。



(a) 1 230 ℃
(b) 1 240 ℃
(c) 1 250 ℃
图1 不同温度固溶DZ417G合金的显微组织特征
Fig. 1 Microstructural characteristics of DZ417G alloy solid-solution at different temperatures

为定量分析固溶温度对合金中碳化物及 γ / γ '共晶 的影响,本工作分别对3种不同温度固溶合金碳化物及 γ / γ '共晶组织的面积分数进行了测定。为保证统计结 果的可靠性,我们利用SEM对样品不同区域进行了观 察并拍摄了显微组织照片,并在各区域分别选取10张 照片进行数据统计,统计结果如图2所示。定量分析结 果亦表明,随固溶温度升高,碳化物及共晶组织面积 占比逐渐降低。 740 FOUNDRY 试验研究



图2 DZ417G合金碳化物及共晶组织面积占比随固溶温度的变化 规律

Fig. 2 Variation of volume fraction of carbide and eutectic in DZ417G alloy with solution temperature increasing

固溶温度升高除了会影响碳化物及 γ/γ ′共晶组织 的体积分数外,还会对时效合金γ′相的形态产生一定 的影响,例如γ'相尺寸及立方度等。为探究固溶温度 $对 \gamma'$ 相尺寸、体积分数和立方度的影响规律,本工作 分别对不同温度固溶合金经980 ℃/16 h时效后的显微组 织进行了SEM观察。此外,为定量分析γ′相的面积分 数、尺寸和立方度随固溶温度升高的变化规律,本工 作采用Image-Pro Plus 6.0分析了不同温度固溶DZ417G 合金对时效组织中 γ '相体积分数、平均尺寸和Feret ratio (FR) 值的影响。其中FR值用来定量表征 γ '相的 立方度,当FR=1时,γ'相为球形;当FR≈1.41时,γ' 相为立方体;当FR>1.41时,γ'相为长方体^[9]。图3给 出了不同温度固溶DZ417G合金经时效后的 y '相典型形 貌。从图3中可以看出,合金中γ'相尺寸随着固溶温度





(c) 1 250 °C (b) 1 240 ℃ 图3 不同温度固溶DZ417G合金经时效后的γ′相形貌 Fig. 3 Morphologies of γ' phase of DZ417G alloy solid-solution at different temperatures after aging

的升高呈现出明显的变化。当固溶温度从1 230 ℃升高 至1 240 ℃时,可明显观察到γ′相平均尺寸增大。当固 溶温度继续升高至1 250 ℃时, γ/相平均尺寸变小。

表2给出了不同温度固溶处理DZ417G合金经时效 后的枝晶干γ'相尺寸、体积分数和FR值。固溶温度从 1 230 ℃升高到1 240 ℃时, γ′相尺寸和体积分数均有 所升高,其中,γ′相尺寸从451.3 mm增大至521.0 mm, γ ′相体积分数从53.9%升高至57.0%。1 250 ℃×4 h固 溶处理合金具有最小的 γ'相尺寸和最高的 γ'相体积分

表2 不同温度固溶DZ417G合金 γ '相的尺寸、体积分数和 **FR**值

Tab. 2 Size, area fraction and *FR* value of γ' phase of DZ417G solid solution alloy at different temperatures

固溶温度/℃	尺寸/nm	体积分数/%	FR值
1 230	451.3 ± 41.79	53.92 ± 2.16	1.269 ± 0.046
1 240	521.04 ± 61.78	56.98 ± 1.76	1.284 ± 0.043
1 250	410.91 ± 31.77	57.15 ± 2.16	1.300 ± 0.043

数,分别为410.9 mm和57.2%。此外,1 250 ℃固溶合 金的FR值多集中在最高1.4左右,说明1 250 ℃ × 4 h固 溶合金的 γ ′相立方度最佳。

 γ '相的尺寸控制着 γ '相与位错的相互作用机制, 通过影响强度进而对镍基高温合金的裂纹扩展性能产 生影响¹⁶。通常,较小尺寸的γ/相对镍基高温合金的强 化效果较好,在提升强度的同时还可提高镍基高温合 金的抗蠕变性能。

2.2 不同温度固溶 DZ417G 合金的力学性能

图4给出了不同温度固溶DZ417G合金的900 ℃拉 伸性能。首先,对比三种固溶温度处理DZ417G合金的 屈服强度不难发现,三种温度固溶处理合金的屈服强 度差异不大,但抗拉强度存在随固溶温度升高而逐渐 升高的趋势。具体而言,固溶温度为1230℃时,合金 抗拉强度为811 MPa; 固溶温度升高至1 250 ℃时, 合 金抗拉强度升高至863 MPa。与强度趋势不同,三种温 度固溶DZ417G合金的高温塑性并未表现出随温度变化







图5 不同温度固溶DZ417G合金在980℃/165MPa条件下蠕变性能 Fig. 5 Creep property of solid-solution DZ417G alloys at different temperature under 980 ℃/165 MPa

而一致升高或降低的趋势,而是表现出随温度升高先 降低后升高的变化趋势。显然,1 240 ℃固溶DZ417G 合金塑性不佳的最主要原因是其γ'相尺寸过大,无法 协调位错滑移所致。

经不同温度固溶处理DZ417G合金在980 ℃/165 MPa 条件下的蠕变性能测试结果如图5所示。结果表明,相 较于1 230 ℃及1 240 ℃的蠕变寿命,1 250 ℃条件下具 有最高的蠕变寿命,蠕变寿命为204.9 h。

从图6中可以看处,三种制度固溶合金的稳态蠕 变速率基本相同。合金蠕变寿命的差异性主要源自于 合金蠕变第三阶段开始时间不同,即第三阶段的开始 时间左右了不同制度固溶合金的蠕变寿命。本工作研 究结果显示,随固溶温度升高,DZ417G合金中的碳化



Fig. 6 Creep strain and creep rate-creep time curves of the solid solution DZ417G alloy at different temperatures

物和共晶等蠕变薄弱组织逐渐回溶,显著推迟了合金 蠕变孔洞的形核及汇聚,也推迟了蠕变第三阶段的来 临,进而实现了合金蠕变寿命的提高。 为了明确不同固溶温度处理DZ417G合金在980 ℃ /165 MPa下的蠕变断裂模式。对蠕变性能测试后完全断 裂的试样断口及纵剖面裂纹进行观察,如图7所示。发

742 有齿 FOUNDRY 试验研究



(a) 纵截面
(b) 纵截面
图7 DZ417G合金在980 ℃/165 MPa条件下蠕变试样断口形貌
Fig. 7 Fracture morphology of creep samples of DZ417G alloy at 980 ℃/165 MPa

现蠕变试样断裂部位发生明显颈缩,相比于均匀变形 段断口断面明显收缩,最终断口宏观形貌呈椭圆形。 进一步对980 ℃/165 MPa蠕变试样断口的高倍形貌进 行观察,可以发现大量韧窝分布于断口处,同时可见 合金断口附近氧化严重。由此可见,DZ417G合金的蠕 变断裂过程主要表现为微孔聚集型的韧性断裂。对断 口纵截面组织形貌图7(c)观察发现,蠕变断裂后, 纵截面上的二次裂纹主要集中在 γ / γ ′ 共晶与基体的界 面处,裂纹源优先在 γ/γ /共晶和MC碳化物等析出相 附近形成,并沿着垂直于蠕变应力方向进行扩展。蠕 变是合金在高温和应力作用下产生的一种缓慢变形的 行为,DZ417G合金使用场合为长期高温高压的环境。 蠕变期间,在蠕变应力的作用下,应力会集中在晶界 处并导致晶界滑移^[10],在应力集中区域会产生蠕变孔 洞,这些孔洞会为裂纹的产生提供位点,当裂纹及缺 陷累计到一定程度时,试样发生断裂。

此外,为了明确不同温度固溶处理对DZ417G合金 高温蠕变变形机制的影响规律,本工作对980 ℃/165 MPa 条件下蠕变试样断口附近的 γ '相形貌进行了SEM观 察,结果如图8所示。从图8中可以看出,断口附近处 γ'相形成了定向连接,出现了明显的筏化行为。γ'相 筏形组织的粗化程度随蠕变温度及应力的变化而产生 变化,从图8(c)中可以看出,1250℃固溶条件下蠕 变断裂纵截面的筏化组织的厚度明显高于其它温度下 的厚度,说明蠕变过程中γ'相发生了定向生长,其抗 蠕变的能力明显强于1230℃及1240℃条件下的固溶 状态。

(c) 横截面

在沉淀强化型合金受到蠕变载荷作用时,γ'相与 基体错配度越小,其在高温应力作用下的稳定性越 高^[11],这显然对合金的抗蠕变性能有利。图9为980 ℃ /165 MPa条件下DZ417G合金蠕变后的位错形貌,位错 在γ'相与基体通道之间塞积形成典型的位错网形貌。 可观测到位错网多围绕在γ'相周围,说明γ'相可起到 有效阻碍位错运动的作用,可增大合金的蠕变抗力, 进而提高合金的蠕变寿命。

调控合金固溶温度可改善合金中γ′相的尺寸、形 貌及体积分数,这显然会对合金力学性能产生显著影 响。在DZ417G合金的各项显微组织特征中,共晶组织



(a) 1 230 ℃
(b) 1 240 ℃
(c) 1 250 ℃
图8 经不同温度固溶处理后DZ417G合金在980 ℃/165 MPa条件下蠕变断裂后断口附近枝晶干γ′相典型形貌
Fig. 8 Typical morphology of γ′phase near the fracture of DZ417G alloy after creep fracture at 980 ℃/165 MPa after solution treatment at different temperatures



(a) 横截面
(b) 横截面
(c) 衍射斑点
图9 DZ417G合金在980 ℃/165 MPa蠕变条件下TEM位错形貌
Fig. 9 TEM dislocation morphologies of DZ417G alloy crept at 980 ℃/165 MPa

因具有脆弱特征,是合金高温蠕变过程中的薄弱区 域^[12-15]。因此,随着固溶温度提升,合金中共晶及碳化 物回溶,以及γ'相体积分数随固溶温度提升而提升, 这均有利于提升合金蠕变寿命。综上所述,当固溶温 度为1 250 ℃时,DZ417G合金具有最高的γ'相体积分 数及最高的蠕变寿命。

3 结论

(1)随着固溶温度升高,DZ417G合金均匀化程 度随之提高,共晶及碳化物组织逐渐溶解。合金经过 (1230~1250℃)×4h固溶处理,其组织均接近均 匀,枝晶间及枝晶干中的γ'相完全固溶;固溶处理合 金经时效后其组织中重新析出均匀且立方度较高的γ' 相。其中,经1250℃×4h固溶处理合金的γ'相尺寸 最小,立方度最高。

(2)经(1230~1250 ℃)×4h固溶处理后,合金抗拉强度随着固溶温度的升高呈现出逐渐升高的趋势。其中规则的γ/相钉扎合金晶界及阻碍晶内位错滑移,是合金拉伸强度提高的主要原因。其中,经1250 ℃×4h固溶处理后,合金抗拉强度最高,为863 MPa。

(3)合金经(1230~1250 ℃)×4h固溶处理后, 合金中γ'相的体积分数、立方度及γ和γ'相的错配度 较小。三种固溶处理制度中,1250 ℃×4h固溶处理合 金蠕变寿命最高,为204.9h。合金中γ和γ'相的错配 度小,共晶基本溶解,筏化程度高,裂纹的萌生及扩 展降到了最低,这是1250 ℃×4h固溶处理后合金蠕变 寿命提高的主要原因。

参考文献:

- [1] 郭建亭. 高温合金材料学 [M]. 北京:科学出版社, 2008.
- [2] 郭建亭. 一种性能优异的低成本定向凝固镍基高温合金DZ417G [J]. 金属学报, 2002(11): 1163-1174.
- [3] 肖旋,郭建亭,于海朋.固溶处理冷却速度对DZ417G合金组织性能的影响 [J].材料研究学报,2006 (5):533-537.
- [4] TELESMAN I J, GABB T P, BONACUSE P, et al. Effect of microstructure on time dependent fatigue crack growth behavior in a P/M turbine disk alloy [C/OL]//11th International Symposium Superalloys 2008. Champion, PA, 2008.
- [5] EVERITT S, STARINK M J, PANG H T, et al. A comparison of high temperature fatigue crack propagation in various subsolvus heat treated turbine disc alloys [J]. Materials Science and Technology, 2007, 23 (12): 1419–1423.
- [6] 朱金群,安春香,陆翌昕,等. γ'相对镍基高温合金强度、疲劳与蠕变性能影响的研究进展 [J]. 机械工程材料,2023,47(6): 1–7.
- [7] 陈荣章,王玉屏,王罗宝.固溶处理对DZ22合金组织和性能的影响[J].特种铸造及有色合金,1986(3):42-45.
- [8] 佘力,陈荣章.固溶温度对一种定向凝固柱晶高温合金组织和力学性能的影响 [C/OL]//动力与能源用高温结构材料——第十一届中国高温合金年会论文集,中国金属学会高温材料分会,2007.
- [9] 崔金艳,张建庭,尧健. 定向凝固高温合金组织演变对持久性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程,2021,50(7):2568-2576.
- [10] LI Q, TIAN S, YU H, et al. Effects of carbides and its evolution on creep properties of a directionally solidified nickel-based superalloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2015, 633: 20–27.

744 有齿 FOUNDRY 试验研究

- [11] FREDHOLM A, STRUDEL J L. On the creep resistance of some nickel base single crystals [J]. Materials Science and Engineering: Superalloys, 1984: 211–220.
- [12] DU B, HU Z, SHENG L, et al. Tensile, creep behavior and microstructure evolution of an as-cast Ni-based K417G polycrystalline superalloy [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2018, 34 (10): 1805–1816.
- [13] 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.
- [14] 鲍俊,玄伟东,樊志明,等.铸造镍基高温合金K417G中高温拉伸断裂机理研究 [J].铸造,2024,73(4):476-480.
- [15] 刘子禹, 仉凤江, 荀淑玲, 等. 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 [J]. 铸造, 2021, 70 (12): 1417– 1422.

Effect of Solution Temperature on Creep Properties of Lightweight DZ417G Alloy

HAN Qi^{1,2}, XIAO Xuan¹, GUAN Xian-jun², CAI Hang², QU Tian-ren¹

(1. Shenyang Ligong University, Institute of Metal Research, Shenyang 110000, Liaoning, China; 2. The Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110000, Liaoning, China)

Abstract:

To investigate the influence of solid solution treatment temperature on the microstructure and mechanical properties of DZ417G alloy, this study conducted high-temperature tensile testing at 900 °C and high-temperature creep testing at 980 °C /165 MPa on DZ417G alloys subjected to different solid solution treatments ((1 230-1 250)°C ×4 h+air cooling). Furthermore, to understand the micro-mechanisms behind the effects of solid solution treatment temperature on the mechanical properties, the microstructures of the DZ417G alloys before and after mechanical property testing were systematically characterized using scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). The results indicated that at 1 250 °C , the DZ417G alloy exhibited uniform, fine, and highly cubic γ' precipitates. Compared to the creep lives of alloys treated at 1 230 °C and 1 240 °C , the alloy treated at 1 250 °C exhibited the highest creep life, reaching 204.9 h, indicating that 1 250 °C was the optimal solid solution treatment temperature for DZ417G alloy. SEM and TEM analyses suggested that smaller misfits and higher cubicity, along with a higher volume fraction of γ' precipitates, were the primary reasons for the superior creep life of DZ417G alloy after treatment at 1 250 °C for 4 h.

Key words:

DZ417G alloy; y'phase; solution temperature; creep life; microstructure; mechanical property