

抽拉速率对 DD15 单晶高温合金组织和力学性能的影响

史振学, 刘世忠, 李嘉荣

(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)

摘要: 采用不同的抽拉速率制备了第四代单晶高温合金DD15, 研究了抽拉速率对合金组织和力学性能的影响。研究结果表明, 随着抽拉速率的增加, 铸态合金的一次枝晶间距和二次枝晶间距减小, 共晶含量增加, 枝晶干和枝晶间的 γ' 相尺寸减小。不同抽拉速率合金热处理后都未见残余共晶, 随着抽拉速率增加, γ' 相尺寸稍有减小, γ' 相立方化程度增加。合金的拉伸性能和持久性能随着抽拉速率的增加而升高。

关键词: DD15; 单晶高温合金; 抽拉速率

单晶高温合金由于其优异的高温综合性能, 已广泛应用于制造先进航空发动机涡轮叶片。为了提高航空发动机的性能, 关键要提高涡轮叶片的工作温度, 这对单晶高温合金的承温能力提出了更高的要求。美国、法国、日本分别研制了第四代单晶高温合金EPM-102^[1], NG-MC^[2]和TMS-138^[3]。DD15合金为北京航空材料研究院研制的具有自主知识产权的组织稳定高强度第四代单晶高温合金, 其持久性能优于美国的第四代单晶高温合金EPM-102^[4]。单晶高温合金的性能主要取决于合金的成分和制备工艺, 对一特定成分的单晶高温合金, 性能的提高主要取决于制备工艺。制备工艺比如抽拉速率不同, 得到合金的组织不同, 进而影响合金的性能^[5-11]。本文采用不同的抽拉速率制备了DD15单晶高温合金试样, 研究了抽拉速率对合金组织和力学性能的影响, 为优化合金的定向凝固工艺提供技术支撑。

1 试验方法

试验所用材料为Ni-Cr-Co-Mo-W-Ta-Nb-Re-Ru-Al-Hf-Y-C系镍基第四代单晶高温合金DD15。分别采用2 mm/min、3.5 mm/min、5 mm/min的抽拉速率在真空高梯度定向凝固炉(HRS)中制备单晶高温合金试棒。用X射线极图分析法测试单晶试棒的晶体取向偏离度, 单晶合金试棒的[001]结晶取向与主应力轴方向的偏差在15°以内。试棒经均匀化处理+1 335 °C/5 h, AC +1 140 °C/4 h, AC + 870 °C/24 h, AC标准热处理后, 加工成标准的拉伸试样和持久试样。分别测试不同抽拉速率合金的980 °C的拉伸性能和1 100 °C/140 MPa条件下的持久性能。采用线切割机切取金相试样, 化学腐蚀剂为HCl (10 mL) + CuSO₄ (2 g) + H₂O (15 mL) + H₂SO₄ (1 mL), 利用光学显微镜和扫描电镜观察试样的铸态组织和热处理组织。采用单位面积计算法测定一次枝晶间距。

2 试验结果及分析

2.1 铸态组织

图1为采用不同抽拉速率定向凝固后DD15合金的枝晶组织。图2为合金一次枝晶间距和二次枝晶间距与抽拉速率的关系。由图可以看出, 当抽拉速率较小时, 合

作者简介:

史振学(1975 -), 男, 博士, 高级工程师, 从事单晶高温合金研究。电话: 010-62498312, E-mail: shizhenxue@126.com

中图分类号: TG132.3⁺2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2020)08-0803-05

收稿日期:

2020-01-06 收到初稿,
2020-02-29 收到修订稿。

金的一次枝晶粗大,可见二次和三次枝晶。随着抽拉速率的增加,合金的一次枝晶间距和二次枝晶间距减小。在合金凝固过程中,一次枝晶间距主要由 $G_L^{-1/2} \cdot R^{-1/4}$ 决定, G_L 为液相线前沿的温度梯度, R 为生长速度^[7]。已有的研究表明,随着抽拉速率的增加,液相线前沿温度梯度降低,但在生长速率较低时,随着生长速率的

增加,温度梯度降低值较小。总的来说, $G_L^{-1/2} \cdot R^{-1/4}$ 值逐渐变小,一次枝晶间距逐渐减小^[8]。合金的枝晶间距主要由凝固界面的散热能力决定,当冷却速率较小时,液固界面处的散热能力较低使得每一个分枝所析出的结晶潜热的影响区较大,所以抽拉速率较小时具有较大的枝晶间距^[9]。

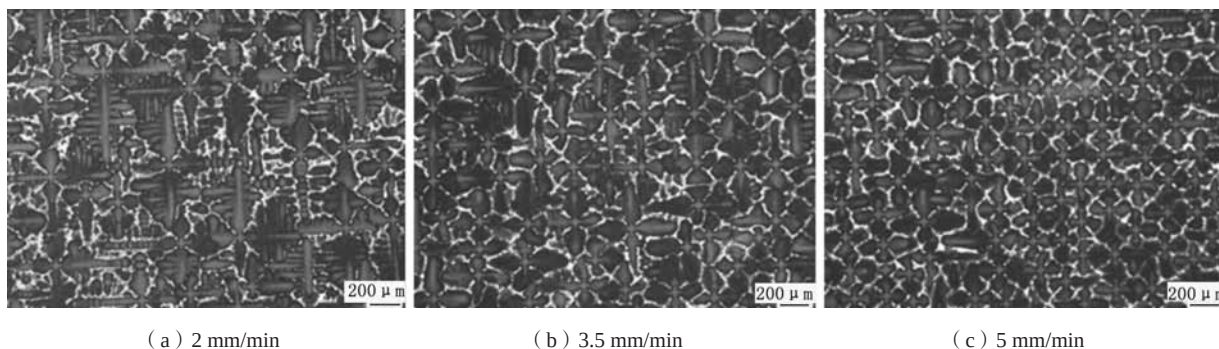


图1 不同抽拉速率DD15合金的枝晶组织

Fig. 1 Dendrite morphologies of DD15 alloy at different withdrawal rates

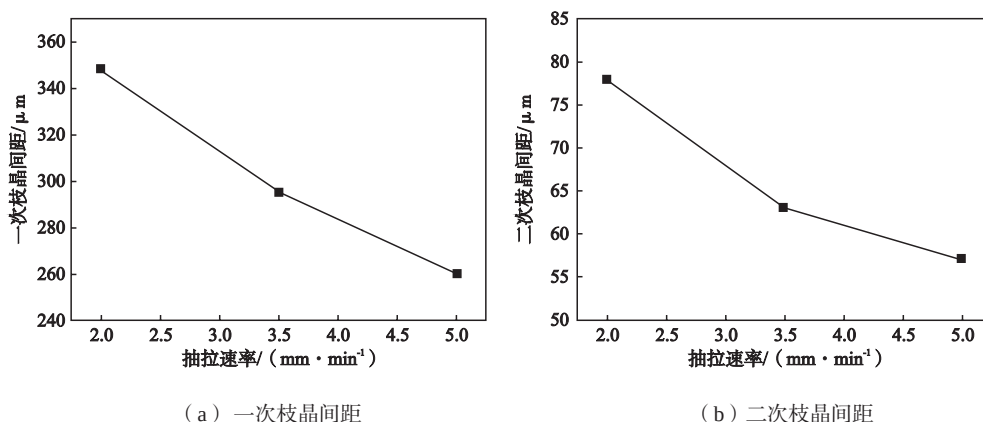


图2 抽拉速率对DD15合金枝晶间距的影响

Fig. 2 Effect of withdrawal rate on dendrite arm spacing of DD15 alloy

图3为抽拉速率对合金共晶含量的影响。由图可以看出,随着抽拉速率的增加,合金的共晶含量增加。合金凝固时,由于溶质再分配而导致合金元素在枝晶干和枝晶间不均匀分布, γ 基体形成元素Re、W偏析于枝晶干,而 γ' 形成元素Al、Hf、Nb则偏析于枝晶间的液相中。枝晶间的液相成分具备 γ/γ' 共晶相成分时,温度下降 γ/γ' 共晶相析出。抽拉速率较小时,冷却速率较小,糊状区的宽度较窄,枝晶间残余液相较少,而且这些液体偏析程度较小,最后形成的共晶含量较少^[10]。随着抽拉速率的增加,冷却速率增大,不利于凝固过程中固相溶质的扩散,因而溶质原子的扩散速率降低,同时也增加了糊状区的宽度,使枝晶间残余液相增多,这些液体由于偏析程度较大,都已达到了共晶成分,故形成的共晶量较多。

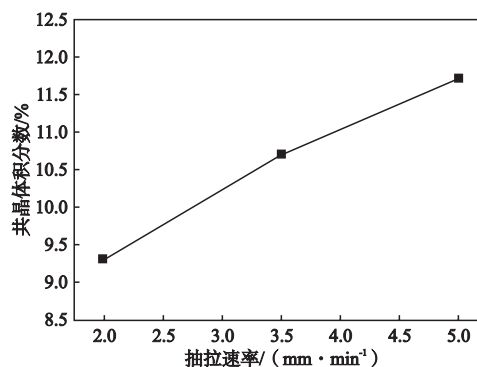


图3 抽拉速率对DD15合金共晶含量的影响

Fig. 3 Effect of withdrawal rate on volume fraction of eutectic of DD15 alloy

图4为不同抽拉速率合金的铸态组织。在不同抽拉速率条件下,铸态不同区域 γ' 组织大小和分布不均匀,枝晶干分布着细小较规则的 γ' 相,枝晶间分布着粗大不规则的 γ' 相,随着抽拉速率的增加,枝晶干和枝晶间的 γ' 相减小。在单晶合金试样凝固过程中, γ' 相主要是由过饱和的 γ 相中析出的。以枝晶方式凝固时,枝晶间富集了 γ' 形成元素Al、Hf、Nb,枝晶间的 γ' 相比枝晶干有相对较高的过饱和度,枝晶间的 γ' 相

的长大驱动力比枝晶干的大,因而枝晶间的 γ' 相尺寸较大^[11-12]。抽拉速率较小时,枝晶干和枝晶间的 γ' 相尺寸较大;抽拉速率增加时,比表面积增大,冷却速率增加, γ' 相形核过冷度较大,导致 γ' 相形核较多,长大时间较短,因而 γ' 相尺寸减小。

2.2 热处理组织

图5为不同抽拉速率合金热处理组织。单晶高温

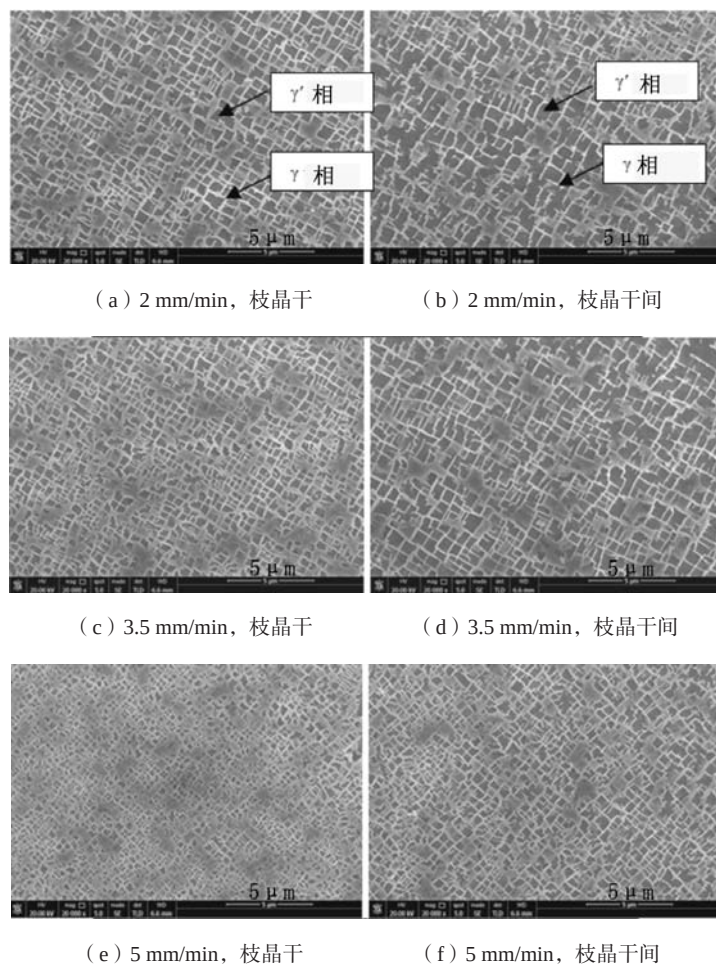


图4 不同抽拉速率DD15合金铸态组织

Fig. 4 As-cast microstructure of DD15 alloy at different withdrawal rates

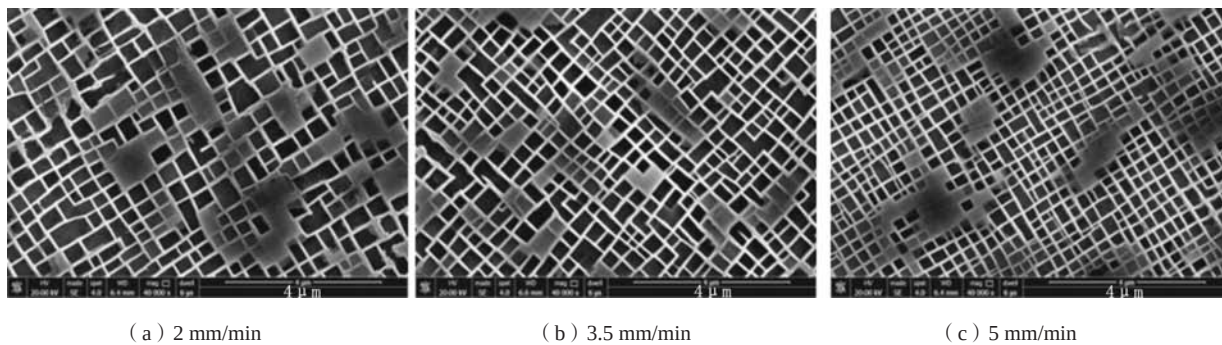


图5 不同抽拉速率DD15合金热处理组织

Fig. 5 Microstructure of heat treated DD15 alloy at different withdrawal rates

合金主要由 γ 相和 γ' 组成。合金固溶处理时,枝晶间粗大的 γ' 相全部溶解,共晶团几乎全部溶解,获得单相 γ 组织。快速冷却过程中大量的 γ' 相从 γ 相中析出,再经过时效处理,获得立方化的 γ' 相组织。由图看出,不同抽拉速率合金热处理组织中都未见残余共晶, γ' 相的立方化较好, γ' 相尺寸分别为 $0.53\ \mu\text{m}$, $0.46\ \mu\text{m}$ 和 $0.39\ \mu\text{m}$ 。随着抽拉速率的增加, γ' 相尺寸减小,立方化程度稍有增加。这与其他单晶高温合金的研究结果相同^[8, 11]。

2.3 力学性能

表1和表2分别为抽拉速率对DD15合金980℃拉伸性能和1100℃/140 MPa持久性能的影响。由表看出,随着抽拉速率的增加,合金的拉伸性能和持久性能增加。合金的组织决定合金的性能。从宏观上看,单晶高温合金由枝晶组成。枝晶间存在显微疏松,残余共晶,与枝晶干存在成分偏析等原因,因而高温下枝晶间比枝晶干的强度低,显微裂纹首先在枝晶间产生。随着抽拉速率的增加,合金枝晶间距减小,枝晶间区域细化,减少了合金枝晶间在高温载荷下的裂纹萌生和扩展机率,因而能够提高合金的力学性能^[5, 8, 13-15]。从微观上考虑,单晶高温合金主要由 γ 和 γ' 两相组成。 γ' 作为强化相,它的尺寸和形态对单晶高温合金力学性能有重要的影响。在单晶高温合金高温变形过程中,位错先在 γ 相中运动,遇到 γ/γ' 相界面受阻。具有不同柏氏矢量的位错,在进行长程交滑移的同时,相遇并发生位错反应,于是在 γ/γ' 相界面上形成位错网,位错网密度越大,合金强度越大。随着 γ' 相的尺寸减小, γ/γ' 相界面面积增大,形成的位错网密度高,能够有效地阻碍后续位错剪切通过 γ' 相,能减小合金的变形速率^[16-17]。在持久过程中,细小的 γ' 相

表1 抽拉速率对DD15合金980℃拉伸性能的影响
Table 1 Effect of withdrawal rate on tensile properties of DD15 alloy at 980℃

抽拉速率/(mm·min ⁻¹)	$R_{p0.2}$ /MPa	R_m /MPa	A /%	Z /%
2	762	847	40.8	41.1
3.5	764	865	43.0	41.5
5	760	969	31.0	34.1

表2 抽拉速率对DD15合金1100℃/140 MPa持久性能的影响
Table 2 Stress rupture properties of DD15 alloy at 1100℃/140 MPa and different withdrawal rates

抽拉速率/(mm·min ⁻¹)	t /h	A /%	Z /%
2	314.3	29.92	28.71
3.5	339.2	24.90	39.16
5	368.6	20.52	35.94

能够形成完善的筏排结构,能够有效阻止高温下合金变形^[18]。而且随着 γ' 相的尺寸减小, γ' 相的体积分数增加, γ' 相的沉淀强化作用增大。综合以上两个方面可知,合金的性能随着抽拉速率的增加而升高。

3 结论

(1) 随着抽拉速率增加,DD15合金的一次枝晶间距和二次枝晶间距减小,共晶含量增加,枝晶干和枝晶间的 γ' 相尺寸减小。

(2) 不同抽拉速率合金热处理后都未见残余共晶,随着抽拉速率增加, γ' 相尺寸减小, γ' 相立方化程度增加。

(3) 随着抽拉速率增加,合金的拉伸性能和持久性能升高。

参考文献:

- [1] WALSTON S, CETEL A, MACKAY R, et al. Joint development of a fourth generation single crystal superalloy [C]//Superalloy 2004. Pennsylvania: TMS, 2004: 15-24.
- [2] CARON P. High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications [C]//Superalloy 2000. Pennsylvania: TMS, 2000: 737-746.
- [3] KOIZUMI Y, KOBAYASHI T, YOKOKAWA T, et al. Development of next-generation Ni-base single crystal superalloys [C]//Superalloy 2004. Pennsylvania: TMS, 2004: 35-44.
- [4] 刘世忠,史振学,李嘉荣.第四代单晶高温合金[C]//第十四届中国高温合金年会论文集,北京:冶金工业出版社,2019: 459-462.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] 金涛,李金国,赵乃仁,等.抽拉速率对一种镍基单晶高温合金凝固参数和组织的影响[J].材料工程,2002(3): 30-33.
- [8] 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.

- [9] ZHANG W G, LIU L, ZHAO X B, et al. Effect of cooling rates on dendrite spacings of directionally solidified DZ125 alloy under high thermal gradient [J]. Rare Metal, 2009, 28 (6) : 633–637.
- [10] DU W, LI J G, FU H Z. Solidification and microstructure behaviors of nickel-base single crystal superalloy solidified at medium cooling rate [J]. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 1998, 8 (1) : 83–87.
- [11] 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.
- [12] 杜炜, 魏朋义, 李建国, 等. 中速生长条件下单晶高温合金组织及偏析研究 [J]. 金属学报, 1998, 34 (4) : 356–361.
- [13] ZHANG W M, DU W, FU H Z. Effect of solidification condition on microstructure and mechanical properties of single crystal superalloy [J]. J. Mater. Sci. Technol., 2001, 17 (1) : 89–90.
- [14] 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]. J. Mater. Sci. Technol., 2010, 26 (4) : 306–310.
- [15] 郑启, 侯贵臣, 孙晓峰, 等. 单晶凝固组织的样品尺寸效应 [J]. 材料工程, 2002 (3) : 22–25.
- [16] JACKON J J, DONACHIE M J, HENRICKS R J. Effect of amount (V_f) of fine γ' particle on creep property for DS MarM200 +Hf superalloy [J]. Metallurgical Transaction A, 1977, 8 (10) : 1–9.
- [17] HINO T, KOBAYASHI T, KOIZUMI Y. Development of a new single crystal superalloy for industrial gas turbines [C]// Superalloys 2000. Warrendale, PA. TMS, 2000: 729–736.
- [18] ZHANG J X, WANG J C, HARADA H. The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloy during high temperature low stress creep [J]. Acta Materialia, 2005, 53: 4623–4633.

Effect of Withdrawal Rate on Microstructures and Mechanical Properties of DD15 Single Crystal Superalloy

SHI Zhen-xue, LIU Shi-zhong, LI Jia-rong

(Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract:

The fourth generation single crystal superalloy DD15 was fabricated with different withdrawal rates and the effect of the withdrawal rate on the microstructures and mechanical properties of the alloy was investigated. The results show that, with an increase in the withdrawal rate, the primary and secondary dendrite arm spacings in the as-cast microstructure of the alloy decrease, the volume fraction of eutectic increases, and the size of γ' phase in the dendrite core and in the interdendrite decreases; after heat treatment, there is no residual eutectic in the alloy, and with increasing the withdrawal rate, the size of γ' phase decreases slightly, the shape of γ' phase tends to be more cubic. The results also reveal that the tensile strength and stress rupture life of DD15 alloy enhance with increasing the withdrawal rate.

Key words:

DD15; single crystal superalloy; withdrawal rate
