

铸造试棒形状对 K417G 镍基高温合金组织及持久性能的影响

胡颖涛¹, 荀淑玲², 王道红^{3,4}, 谢 君², 舒德龙², 侯桂臣², 于金江², 周亦胄²

(1. 中国航发西安航空发动机有限公司, 陕西西安 710021; 2. 中国科学院金属研究所, 辽宁沈阳 110016;

3. 江苏飞跃机泵集团有限公司, 江苏靖江 214536; 4. 江苏金研新材料科技有限公司, 江苏靖江 214536)

摘要: 通过对不同形状的K417G合金铸造试棒(锥形、R5、R30)进行OM、SEM组织形貌观察, 760 °C/645 MPa试样持久性能测试以及断裂组织分析, 研究了铸棒形状对K417G合金组织及持久性能的影响。结果表明, 锥形铸棒芯部为等轴晶, 边缘为柱状晶, 而R5和R30铸造试棒内部均由等轴晶构成。锥形铸棒枝晶间区域内的碳化物及共晶组织尺寸较大, 合金内部疏松数量较多。裂纹在枝晶间及晶界处的碳化物内及共晶边缘处萌生, 并沿枝晶间或晶界横向扩展, 形成宏观裂纹是合金的主要断裂机制之一。另一方面, 合金内部的疏松相互连接也可形成裂纹, 加速合金持久断裂, 是合金的另一主要断裂机制。其中, 锥形铸棒中碳化物、共晶组织及疏松数量较多, 被认为是其持久寿命较低的主要原因。

关键词: K417G; 试棒形状; 持久性能; 断裂机制

作者简介:

胡颖涛(1986-), 男, 主要研究方向为航空发动机及燃气轮机精密铸造技术。
E-mail: 164802239@qq.com

通讯作者:

谢 君, 男, 博士。E-mail: junxie@imr.ac.cn

中图分类号: TG132.3+2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2020)

07-0679-06

基金项目:

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

收稿日期:

2020-03-04 收到初稿,

2020-05-07 收到修订稿。

镍基高温合金具有优良的抗氧化性、高温力学性能, 因而被广泛应用于制造先进的航空、航天发动机及燃气轮机的热端部件^[1-4]。在选材期间, 合金的高温力学性能是其重要的考量指标之一, 通过对母合金重熔浇注, 制备标准的拉伸或持久试棒, 经机械加工后进行高温力学性能测试是目前考量合金是否满足使用条件的主要手段^[5]。

将母合金重熔浇注成试棒期间, 浇注工艺可直接影响试棒的组织(晶粒、 γ' 相、共晶组织及碳化物的尺寸和形态等), 并对试棒的高温力学性能产生直接影响^[6-8]。因此, 获得性能稳定的试棒, 不仅有利于了解合金的真实力学性能, 更有助于提高评估合金不同条件下力学性能的准确性。目前国内外研究学者主要集中于研究合金成分、浇注温度及机加参数对合金不同条件下力学性能的影响^[9-13], 但由于不同研究者制备毛坯试棒时的形状、尺寸等有所区别, 并且充入型壳的液态金属体积、型壳形状等因素可直接影响铸件的凝固过程, 进而对合金的力学性能产生一定影响。

据此, 本试验通过浇注三种不同形状的镍基高温合金持久铸造试棒(以下简称铸棒), 并采用相同机加工工艺参数制备标准持久试棒, 进行760 °C/645 MPa持久试验, 通过对持久断裂前/后的试棒进行组织形貌观察, 研究了试棒形状对合金持久性能的影响, 为镍基高温合金的力学性能评估及试棒加工提供一定的理论依据。所研究的合金为K417G镍基等轴晶高温合金, 其具有成本低、密度小、中温强度高的优点, 适用于制造高推重比航空航天发动机的结构件^[11, 14]。

1 试样制备与方法

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, %)的K417G母合金锭, 采用VIM-F25型真空感应炉进行1 500 °C × 3 min精炼后, 降温至1 450 °C浇注成三种不同形状的合金试棒, 如图1a-c所示。图1d为标距约25 mm, 直径5 mm的标准持久试棒尺寸示意图。

取三种形状的铸棒各一支并使用线切割将不同形状的铸棒沿纵向剖开,经机械研磨抛光并采用20g $\text{CuSO}_4 + 5 \text{ mL H}_2\text{SO}_4 + 100 \text{ mL HCl} + 80 \text{ mL H}_2\text{O}$ 腐蚀液化学腐蚀后,分别置于光学显微镜(OM)及扫描电子显微镜(SEM)下观察不同铸棒的晶粒尺寸、疏松及物相分布情况。

将铸态铸棒经机械加工成标准持久检测试棒后,置于F-25型持久试验机中进行760 °C/645 MPa拉伸持久性能测试,考察铸棒形状对合金持久性能的影响,并对持久断裂后的试棒断口及断口附近区域进行组织形貌观察,考察合金的断裂机制。

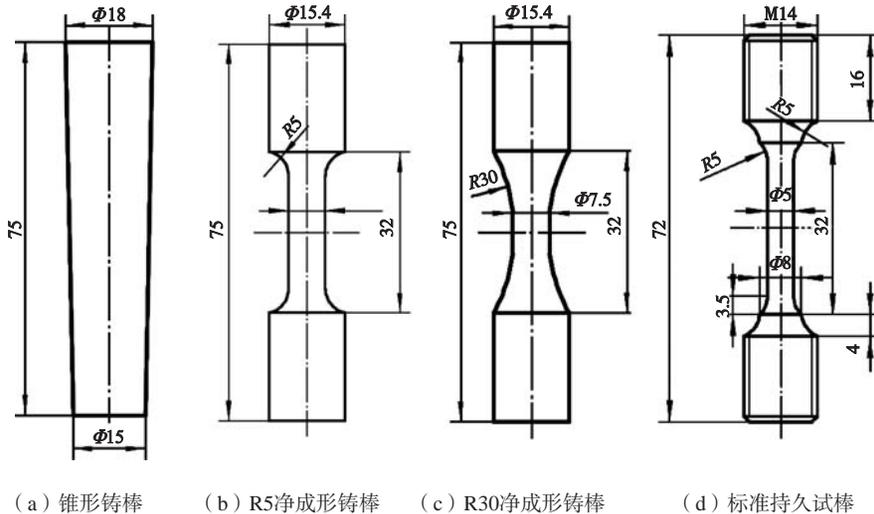


图1 试棒铸件及标准持久试棒尺寸

Fig. 1 Sizes of the casting bars and the standard stress rupture sample

2 试验结果及分析

2.1 晶粒分布及疏松

通过OM对三种形状的铸棒纵剖面进行晶粒度观察,如图2所示。可以看出,锥形铸棒由外围约2~4 mm的柱状晶及芯部约3~5 mm的等轴晶构成,如图2a所示;R5铸棒在导角处有少量柱状晶,其余区域均为尺寸约1~5 mm的等轴晶,如图2b所示;而R30铸棒中未观察到等轴晶,其芯部晶粒较细,约为0.3~1 mm,其余位置晶粒较粗大,约为5~10 mm,如图2c所示。

采用SEM观察不同形状铸棒中段部位1.2 mm × 0.9 mm区域的疏松分布情况,如图3所示。经Image-Pro软件对选区疏松面积占比进行统计计算,得到锥形、R5和R30铸棒中段的疏松面积占比分别约为0.14%、0.09%和0.10%。可以看出,锥形铸棒中的疏松占比较高,R5和R30铸棒的疏松程度基本相同,相对较低。

值得注意的是,通过SEM观察发现,锥形铸棒中疏松多分布在中心区域,两侧的疏松数量相对较少。分析认为,这是由于锥形铸棒的横向凝固距离较长,当凝固期间铸棒外侧首先发生液-固转变,形成大量横向的柱状晶,导致芯部区域凝固期间,金属液在液相张力作用下收缩时易发生补缩不足现象,进而产生大量疏松;而R5、R30铸棒的横向凝固距离相对较短,合金在凝固期间中段各处几乎同时结晶长大,因此该区域内多为等轴

晶,且合金内部疏松数量较少、分布均匀。

2.2 微观组织形貌

通过光学显微镜对不同铸棒中段芯部区域枝晶分布情况进行观察,如图4所示,白色双箭头为一次枝晶间距,单箭头为二次枝晶间距。其中,锥形铸棒的一次、二次枝晶间距分别约为220~260 μm 和40~60 μm ,如图4a所示;R5铸棒的一次、二次枝晶间距

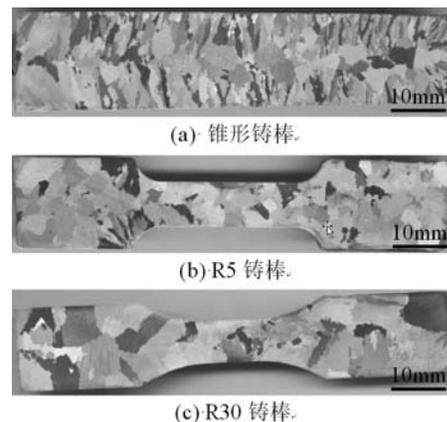


图2 不同形状铸棒的纵剖面晶粒分布

Fig. 2 Distributions of the grains in the casting-bars with various shapes

分别约为120~150 μm 和30~60 μm ；R30铸棒的一次、二次枝晶间距分别约为140~160 μm 和40~60 μm 。可以看出，锥形铸棒的枝晶间距较大，三种形状铸棒的二次枝晶间距基本相同。

根据凝固速率与枝晶间距的经验公式^[15]：

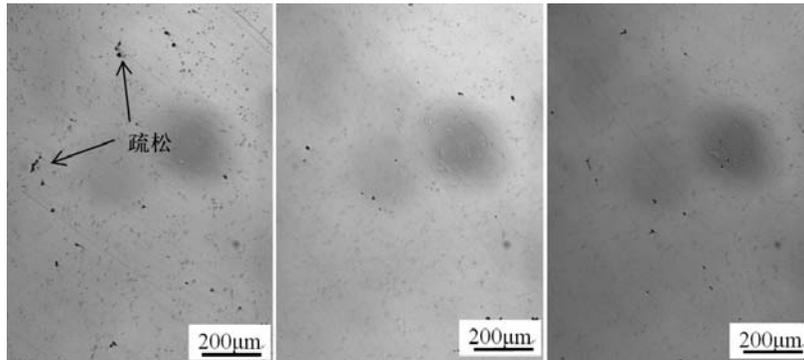
$$\lambda = \frac{85.1}{V^{0.35}} \quad (1)$$

式中： λ 为平均一次枝晶间距， V 为该区域的凝固速率。可以看出，当凝固区域的凝固速率降低时，将导致该区域的平均一次枝晶间距增大。由于锥形铸棒中段直径尺寸较大，凝固过程较长，因此当外侧首先凝固时，释放的结晶潜热将使芯部熔体的温度提高，从而降低芯部的凝固速率，导致其芯部的一次枝晶间距大于其他两种铸棒；而R5铸棒和R30铸棒的中段尺寸基本相同，因此两种铸棒中段芯部的一次枝晶间距基本相同。

通过光学显微镜观察共晶及碳化物在不同形状铸棒中段芯部的分布特征，如图5所示。可以看出，锥形铸棒的枝晶间区域的共晶尺寸较大，约为20~40 μm ，

如图5a中箭头所示；枝晶间区域存在大量尺寸约为5~20 μm 的颗粒状碳化物，如图5b所示。

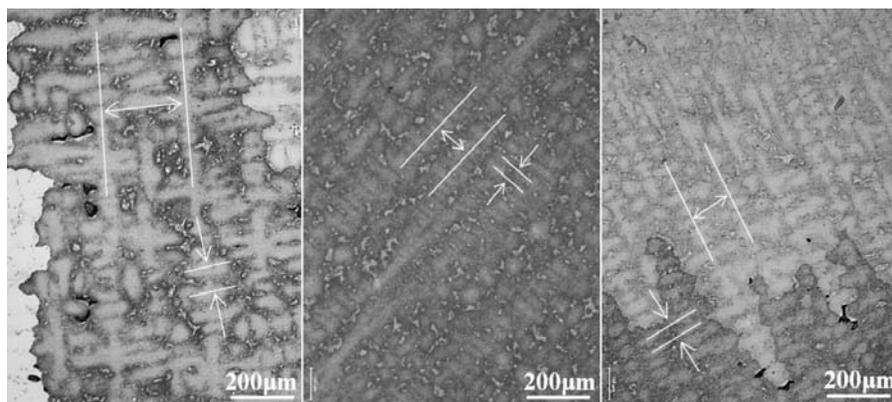
而R5铸棒中枝晶间区域的共晶及碳化物尺寸均较小，分别约为5~20 μm 和3~10 μm ，如图5c、d所示。R30铸棒枝晶区域的组织形貌与R5铸棒基本相似。分析认为，锥形铸棒在凝固期间，由于外侧首先凝固并释放大量结晶潜热导致芯部金属液温度较高，因此在随后的凝固过程中，芯部以较高的温度梯度发生液-固转变，导致在高温相区内保温时间较长。由于K417G合金发生液固转变时的凝固顺序为^[9]： $L \rightarrow \gamma \rightarrow MC \rightarrow (\gamma + \gamma')$ 共晶 $\rightarrow \gamma'$ ，因此锥形铸棒芯部的碳化物尺寸较大，如图5b所示。随凝固进行， γ 相及碳化物不断长大，导致残余液相中Al、Ti等 γ' 相形成元素的浓度不断增加，最终形成共晶组织。由于本试验选择的K417G合金中Al、Ti含量较高且Al/Ti比值比较小，而Ti则是碳化物和共晶形成主要元素，使凝固期间碳化物及共晶析出的浓度条件相对有利^[16]。当凝固速率较慢时，有利于合金中碳化物及共晶组织的析出和长大。因此，锥形铸棒中的碳化物及共晶尺寸较大。



(a) 锥形铸棒 (b) R5铸棒 (c) R30铸棒

图3 不同形状铸棒的疏松分布情况

Fig. 3 Distributions of the porosities in the casting-bars with various shapes



(a) 锥形铸棒 (b) R5铸棒 (c) R30铸棒

图4 不同形状铸棒的枝晶形貌

Fig. 4 Morphologies of the dendrites in the casting-bars with various shapes

2.3 合金的持久性能

将不同形状的铸棒加工成如图1d所示的标准持久试棒后,进行760 °C/645 MPa持久性能测试,持久寿命如表1所示。可以看出,与锥形铸棒相比,R5和R30铸棒的持久寿命较长,且伸长率较高。

三种铸棒经760 °C/645 MPa持久断裂后的断口形貌如图6所示。可以看出,三种铸棒的断裂特征基本相同,在断口区域均可观察到疏松、碳化物开裂以及沿枝晶断裂的形貌特征,分别如图6a、b、c中箭头标注,放大形貌示于右上角。说明合金在760 °C/645 MPa持

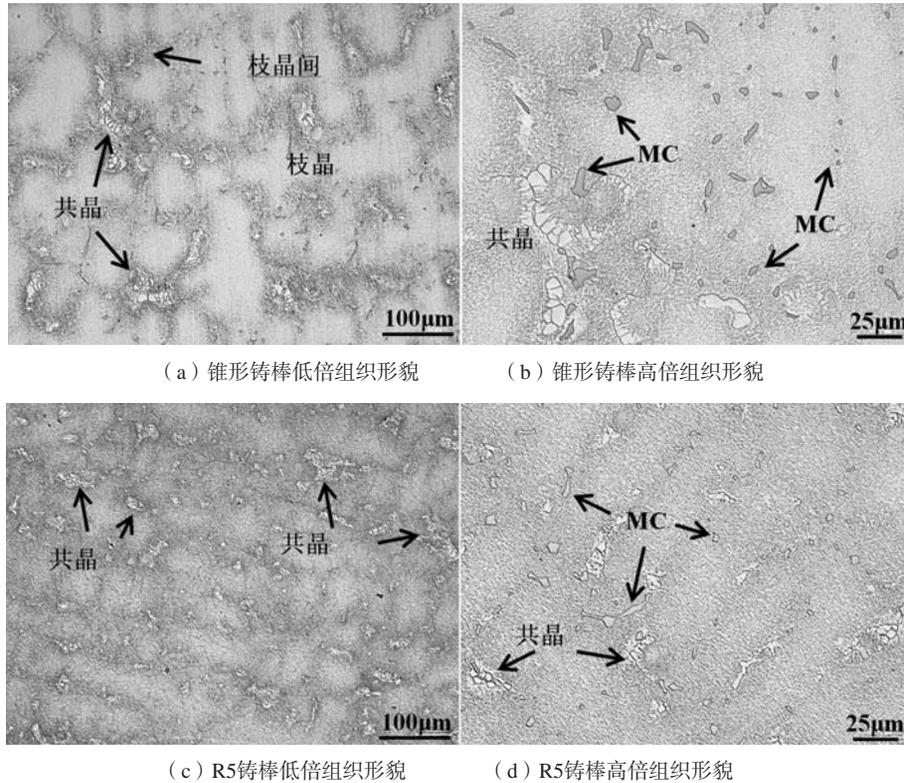


图5 不同形状铸棒枝晶间/干区域组织形貌

Fig. 5 Microstructures of the dendrite / inter-dendrite regions in the casting-bars with different shapes

表1 不同形状铸棒在760 °C/645 MPa下的持久性能

Table 1 Rupture properties of the casting-bars with various shapes under 760 °C/645 MPa

试样形状	持久寿命/h	伸长率/%
锥形	33.7	2
R5	56.1	4
R30	51.9	4

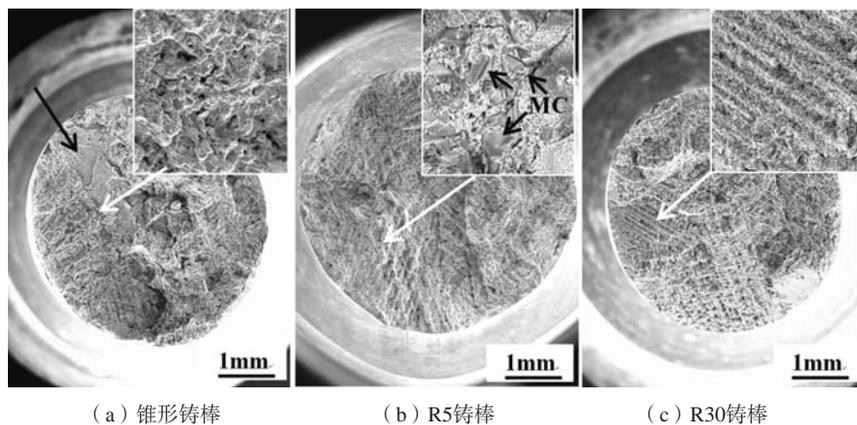


图6 不同形状铸棒在760 °C/645 MPa下持久断裂后的断口形貌

Fig. 6 Fracture morphologies of the casting-bars with various shapes after rupture up to fracture at 760 °C/645 MPa

久期间为沿晶+穿晶的混合断裂特征，且铸棒形状对断裂特征无影响。其中，认为较为平滑的断口形貌为裂纹沿晶界扩展所致，如图6a中黑色箭头所示；而具有枝晶形状的断口形貌为裂纹沿晶内枝晶间区域扩展所致，如图6c所示。

将持久断裂的试棒沿竖直方向解剖，经机械研磨抛光及化学腐蚀后，在SEM下观察近断口区域的组织形貌，如图7所示。经SEM观察发现，三种铸棒断口附近的裂纹萌生及扩展特征基本相似，因此，仅给出锥形铸棒近断口区域的组织形貌。

通过观察发现，合金在760 °C/645 MPa持久测试期间，MC碳化物以及共晶组织的边缘处为裂纹主要萌生区域，如图7a所示，且在该处产生的微裂纹可沿枝晶间或晶界扩展形成宏观裂纹，如图7b、c所示。而当合金局部区域有疏松聚集时，相邻疏松间的合金组织容易发生断裂，导致产生宏观裂纹。因此，合金中的碳化物、共晶组织及疏松为持久测试期间的主要裂纹源。

分析认为，合金在760 °C/645 MPa拉伸持久期间的裂纹主要由枝晶间和晶界处的MC碳化物、共晶边缘以及疏松处萌生，随持久试验进行，裂纹可沿枝晶间或晶界扩展，进而形成宏观裂纹。由于合金中的MC碳化物及共晶组织大多存在于枝晶间区域（如图5b、d），因此，在持久测试期间，枝晶间区域裂纹源数量较多，导致枝晶间区域容易产生裂纹萌生及扩展并引起持久断裂，并形成具有枝晶形状的断口形貌。

一方面，由于锥形铸棒中碳化物及共晶组织尺寸较大，有利于持久期间的裂萌生及扩展，被认为是其持久寿命较低的主要原因之一；另一方面，锥形铸棒中的疏松较多，在拉伸持久期间，疏松边缘处可发生裂纹横向扩展，并与其相邻的疏松连接，进而形成微裂纹，如图7d所示。随持久测试进行，裂纹进一步扩展形成宏观裂纹，加速合金发生持久断裂，并导致断口局部区域可观察到具有孔洞特征的断口形貌，如图6a所示，被认为是其持久寿命较低的另一主要原因。

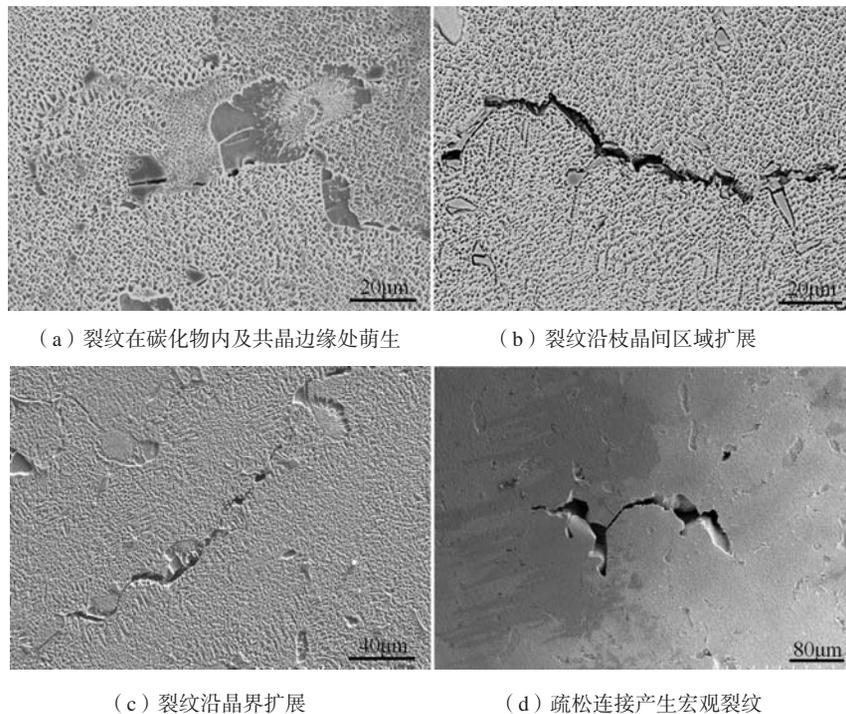


图7 合金经760 °C/645 MPa持久断裂后近断口区域的组织形貌

Fig. 7 Microstructures of the regions near the fracture in the alloy after rupture up to fracture at 760 °C/645 MPa

3 结论

(1) 锥形铸棒芯部为等轴晶，边缘处为柱状晶，R5和R30铸棒内部均为等轴晶，且锥形铸棒中疏松数量较多，枝晶间区域的碳化物、共晶组织尺寸较大，一次枝晶间距较大。

(2) 合金在760 °C/645 MPa持久期间的主要断裂机制为裂纹在枝晶间和晶界的MC碳化物或共晶组织处萌生，并沿枝晶间或晶界方向扩展，直至发生持久断裂，相邻疏松通过横向裂纹相互连接也可形成宏观裂纹。

(3) 锥形铸棒中枝晶间区域的共晶及碳化物尺寸较大，内部疏松数量较多，导致合金拉伸持久期间容易发生裂纹萌生及扩展，是其持久寿命较低的主要原因。

参考文献:

- [1] 陈阳, 吴树森, 刘龙飞, 等. 一种铸造镍基高温合金的氧化行为 [J]. 铸造, 2014, 63 (1): 62-66.
- [2] 傅宏镇. 一种新的镍基高温合金-GH181 [J]. 机械工程材料, 1984 (4): 77-78.
- [3] 侯介山, 张玉龙, 郭建亭, 等. 铸造镍基合金K44的高温蠕变行为 [J]. 金属学报, 2004, 40 (6): 579-584.
- [4] 杨瑞成, 聂福荣. 镍基耐蚀合金特性、进展及其应用 [J]. 兰州理工大学学报, 2002, 28 (4): 29-33.
- [5] 贾崇林, 顾家琳. 一种镍基高温合金的持久性能研究 [J]. 金属材料研究, 2003, 29 (3): 54-57.
- [6] 曹腊梅, 杨曦桥, 薛明, 等. 定向凝固过程中温度参数对含Re镍基单晶高温合金铸态组织的影响 [J]. 材料工程, 2012 (10): 12-15.
- [7] FAN Z, JI L, DONG W, et al. Orientation dependence of low cycle fatigue properties of a Ni-based single crystal superalloy DD10 [J]. Rare Metal Materials & Engineering, 2018, 47 (1): 1-6.
- [8] 余乾, 肖程波, 宋尽霞, 等. 熔体处理时间对铸态镍基高温合金K465组织和力学性能的影响 [J]. 航空材料学报, 2005, 25 (1): 1-4.
- [9] 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.
- [10] 孙雅茹, 李海全, 张薇薇, 等. V对K417G合金高温热腐蚀行为的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2017, 46 (9): 2571-2576.
- [11] 徐岩, 郭守仁, 卢德忠, 等. K417G铸造高温合金的尺寸效应对组织和性能的影响 [J]. 金属学报, 1999, 35 (12): 1249-1252.
- [12] 王慢慢, 杨彦红, 王道红, 等. 铸造高温合金K417G深度脱氧脱硫的研究 [J]. 稀有金属材料与工程, 2018, 47 (12): 156-160.
- [13] 吴明阳, 田兆晖, 于永新, 等. PCBN刀具切削高温合金切削力试验分析 [J]. 航空制造技术, 2017, 60 (22): 101-105.
- [14] YANG Y H, XIE Y J, WANG M S, et al. Microstructure and tensile properties of nickel-based superalloy K417G bonded using transient liquid-phase infiltration [J]. Materials & Design, 2013, 51: 141-147.
- [15] 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): 17-21.
- [16] 赵展, 董建新, 张麦仓, 等. K424高温合金凝固特征及冷却速度对其影响规律 [J]. 工程科学学报, 2018 (11): 1332-1341.

Influence of Casting-Bar Shape on Microstructure and Rupture Properties of K417G Nickel-Based Superalloy

HU Ying-tao¹, XUN Shu-ling², WANG Dao-hong^{3,4}, XIE Jun², SHU De-long², HOU Gui-chen², YU Jin-jiang², ZHOU Yi-zhou²

(1. AECC Xi'an Aero-Engine Ltd., Xi'an 710021, Shaanxi, China; 2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, Liaoning, China; 3. Jiangsu Feiyue Machine & Pump Group Co., Ltd., Jingjiang 214536, Jiangsu, China; 4. Jiangsu Jinyan New Material Technology Co., Ltd., Jingjiang 214536, Jiangsu, China)

Abstract:

According to the observing on the microstructure of the K417G alloy casting-bars with various shapes (taper, R5 and R30) by OM and SEM, rupture property tests under 760°C /645MPa and the analysis of the fracture structure, the influence of the casting-bar shape on the microstructures and the rupture properties of the alloy have been investigated. Results showed that the core region of the taper casting-bar mainly consisted of equiaxed crystals, while the edge region consisted of columnar crystals. However, the R5 and R30 casting-bars mainly consisted of equiaxed crystals. In the taper casting-bar, the sizes of the carbides and the eutectics in the inter-dendrite region were obviously bigger than those in the R5 and R30 casting-bars. And the number of the porosities in the taper casting-bar was also great. The cracks initiated from the carbides in the inter-dendritic and grain boundary regions or the edge of the eutectic, then propagated along the inter-dendrite or the grain boundary to form the macrocrack. It is considered to be one of the main fracture mechanisms of the alloy. On the other hand, porosities connections in the alloy can also form the cracks and accelerate the fracture of the alloy, which is thought to be another fracture mechanism of the alloy. Wherein, the shorter rupture life of the taper casting-bar is thought to be attributed to the more carbides, eutectic and the porosities in the microstructure.

Key words:

K417G; casting-bar shapes; rupture property; fracture mechanism