

Zr 对一种高 Al+Ti 镍基高温合金铸态和均匀化态组织的影响

赵广迪, 臧喜民, 高 硕

(辽宁科技大学, 辽宁 鞍山 114051)

摘 要: 采用真空感应炉制备了一种高 Al+Ti 含量镍基变形高温合金铸锭, 然后将其重熔成 3 种 Zr 含量的铸锭。观察了这些铸锭的显微组织并对其进行了均匀化处理, 重点研究了 Zr 对这类合金均匀化后显微组织演变的影响。结果表明, Zr 对铸锭原始晶粒的尺寸和形貌没有明显影响。添加 Zr 显著促进了非平衡 ($\gamma+\gamma'$) 共晶和富 Zr 相在枝晶间析出, 并且增加了枝晶间区域显微孔洞的形成。经均匀化处理后, 3 种 Zr 含量铸锭中的非平衡相完全溶解, 枝晶偏析明显减轻, 晶粒发生了明显长大, 且 Zr 含量越高晶粒长大的越显著。3 种 Zr 含量铸锭中显微孔洞的尺寸和面积分数均较原始铸态的明显增加, 且 Zr 含量越高孔洞形成越多。Zr 增加铸态合金中孔洞形成主要与 Zr 向剩余液相中的富集阻碍合金凝固有关。Zr 促进均匀化过程中晶粒长大和孔洞形成的主要原因是, 较多 ($\gamma+\gamma'$) 共晶和富 Zr 相的析出加剧了溶质元素间的相互扩散。

关键词: 镍基高温合金; 铸; 均匀化; 晶粒长大; 显微孔洞

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)09-3372-09

镍基变形高温合金以其优异的高温强度, 抗高温蠕变、疲劳和腐蚀等性能, 成为航空发动机涡轮盘用关键材料^[1,2]。航空发动机推重比的不断增大对涡轮盘材料的高温性能提出了越来越高的要求。这导致先进镍基变形高温合金的合金化程度极高, 沉淀强化相 γ' 的形成元素 Al、Ti 含量之和高达 7.5% (质量分数)^[3,4]。而大量合金化元素的添加使合金的枝晶偏析十分严重, 在最后凝固阶段容易析出粗大非平衡 ($\gamma+\gamma'$) 共晶和 η 相^[5,6]。前期研究表明, 在热加工过程中, 严重的枝晶偏析会增加变形的不均匀性, 造成动态再结晶组织不均匀, 并且裂纹容易在上述非平衡相与基体界面处萌生^[7]。为此在开坯之前必须对铸锭进行均匀化处理以消除这些非平衡相并减轻元素偏析。但粗大 ($\gamma+\gamma'$) 共晶和 η 相在扩散退火过程中又很难溶解^[8,9], 这就导致这类高 Al+Ti 含量镍基变形高温合金铸锭的均匀化时间更长。

众所周知, 均匀化是连接铸锭与锻件的关键工序, 均匀化态组织对铸锭的热加工性能和最终涡轮盘锻件的力学性能起到了决定性作用^[10]。在均匀化过程中元素偏析程度的减轻会弱化偏析溶质原子对晶界的钉扎作用, 从而导致晶粒粗化, 并且均匀化时间越长晶粒长大越显著^[11]。对于涡轮盘锻件, 在整个热加工过程中具有

组织遗传性, 热加工链最上游的晶粒尺寸对后续晶粒细化的影响十分显著, 所以均匀化后的晶粒尺寸就成为了晶粒度控制的源头, 粗大原始晶粒对锻件的晶粒细化十分不利^[10]。另外, 在均匀化过程中合金的成分是通过交叉扩散通量来保持平衡的^[12,13]。在浓度梯度的驱动下, 负偏析元素从枝晶轴向枝晶间扩散, 正偏析元素向反方向扩散。由于各种元素的浓度梯度和扩散系数不同, 其扩散通量就存在一定的差异。这种扩散通量的不平衡导致了空位的形成, 空位的不断累积就会导致显微孔洞的形成^[14]。因此, 高温合金铸锭经均匀化处理后通常会形成显微孔洞, 且凝固偏析越严重, 均匀化时间越长, 孔洞的数量越多尺寸越大。显微孔洞是镍基高温合金中的一种重要缺陷, 在热加工和服役过程中裂纹很容易在孔洞处萌生^[13,15]。由于高 Al+Ti 镍基变形高温合金铸锭的均匀化时间更长, 控制这类合金均匀化过程中晶粒的粗化及显微孔洞的形成就显得尤为重要。

Zr 是镍基变形高温合金中的一种重要强化元素^[1,16], 添加 Zr 能够改善合金的力学性能^[17-19]。另外, Zr 还会加剧凝固偏析, 促进 ($\gamma+\gamma'$) 共晶和富 Zr 相等析出^[20,21]。鉴于 Zr 会对凝固偏析造成显著影响, 推测 Zr 的添加也很可能影响均匀化过程中晶粒的长大和显微孔洞的形

收稿日期: 2021-09-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51904146, 52174317); 辽宁省博士科研启动基金 (2019-BS-125)

作者简介: 赵广迪, 男, 1989 年生, 博士, 副教授, 辽宁科技大学材料与冶金学院, 辽宁 鞍山 114051, 电话: 0412-5929381, E-mail: gdzhao12s@alum.imr.ac.cn

成。然而,目前鲜有相关报道。本研究通过观察和对比不同 Zr 含量铸锭的铸态和均匀化态组织,阐明了 Zr 对高 Al+Ti 含量镍基变形高温合金均匀化过程组织演变的影响,并探讨了 Zr 对晶粒粗化和孔洞形成的作用机制。研究结果可为改善这类合金的均匀化态组织和 Zr 的微合金化工艺提供一定理论指导。

1 实验

U720Li 合金是一种典型的高 Al+Ti 含量镍基变形高温合金^[22,23],参照该合金的标准化学成分,利用真空感应炉(VIM)制备了 19 kg 不加微量元素的母合金铸锭,其化学成分见表 1。将该铸锭平均切成 3 段,在同一 VIM 炉中重熔并浇铸成 3 个 5.0 kg 的铸锭。其浇注温度均约为 1420 °C,精炼时间均约为 5 min。其中 1 炉直接浇注到圆柱状铸铁模中,另外 2 炉在浇注到同一铸铁模之前分别添加了不同量的纯 Zr。利用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)测定 3 个铸锭的 Zr 含量分别为<0.0006%、0.043%和 0.150%(质量分数,下同)。

经测量 3 种 Zr 含量铸锭底部的直径均为 75 mm。采用线切割从这 3 个铸锭的底部分别切取一个厚度为 15 mm 的圆柱。将这 3 个不同 Zr 含量圆柱的上表面研磨至 1200# 砂纸,用 150 g CuSO₄+500 mL HCl+35 mL H₂SO₄ 溶液进行 3 min 的化学腐蚀,并观察铸锭横截面晶粒的宏观形貌。然后,在这 3 个圆柱的 1/2 半径处用线切割分别切取一个尺寸为 10 mm×10 mm×15 mm 的试样,将其研磨抛光后电解腐蚀。腐蚀剂为 13 mL H₃PO₄+42 mL HNO₃+43 mL H₂SO₄,电压为 2 V,时间为 3~5 s。利用金相显微镜(OM)和 Zeiss-IGMA HD 型号的场发射扫描电镜(SEM)观察这 3 个试样的铸态组织。用 SEM 配备的能谱仪(EDS)分析枝晶间析出相

表 1 母合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of the master alloy (wt%)

Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Ni
2.48	4.99	15.99	15.02	2.98	1.17	Bal.

的化学成分。利用 Nano Measurer 1.2 软件测量铸锭的原始晶粒尺寸、二次枝晶间距、孔洞以及(γ+γ')共晶和 η 相的尺寸,用 Image-Pro Plus 6.0 软件测量孔洞、(γ+γ')共晶和 η 相的面积分数。

然后,将上述 3 个圆柱放入高温马弗炉中进行 1120 °C/18 h+1200 °C/36 h 的均匀化处理,后随炉冷却至室温。我们前期研究已表明该两段均匀化工艺不但可以溶解富 Zr 相等低熔点相,避免过烧,还能够显著地降低这类合金的元素偏析程度^[9]。均匀化处理后,将这 3 个圆柱的上表面用与原始铸锭相同的方法研磨并进行化学腐蚀,用以观察均匀化后 3 种 Zr 含量铸锭的晶粒形貌演变。同样,在这 3 个均匀化态圆柱的 1/2 半径处用线切割分别切取一个尺寸为 10 mm×10 mm×15 mm 的试样,将其研磨抛光后电解腐蚀。腐蚀剂与腐蚀参数与铸态试样一致。采用 OM 和 SEM 观察 3 种 Zr 含量均匀化态试样的显微组织,用 EDS 面扫分析 0.150% Zr 均匀化态试样中的元素分布。利用 Nano Measurer 1.2 软件测量 3 种 Zr 含量均匀化态铸锭的晶粒、孔洞和 γ' 尺寸,用 Image-Pro Plus 6.0 软件测定孔洞的面积分数。

2 实验结果

2.1 铸态组织

图 1 为 3 种 Zr 含量铸锭的原始晶粒形貌。可见,这些铸锭均表现出了典型的多晶体凝固过程中形成的晶粒形貌特征,即铸锭的最外层为细小的等轴晶,心部为粗大的等轴晶,位于两者之间的是细长的柱状晶。图 2 为等轴晶的平均直径和柱状晶的平均最大宽度与 Zr 含量的定量关系。可见,Zr 对铸锭原始晶粒尺寸和形貌没有明显影响。

图 3 为 3 种不同 Zr 含量铸锭的枝晶 OM 组织。显然,这些铸锭的枝晶组织均十分发达,枝晶间区域析出了较多发亮的非平衡相(如图 3a~3c)。3 种 Zr 含量铸锭的二次枝晶间距没有明显差别(图 4a)。另外,在这些铸锭的枝晶间区域,尤其是析出相前沿,均形成了细小的裂纹状孔洞,且随着 Zr 含量的增加孔洞的直径和面积分数逐渐增大(图 4b)。在较高倍下可以看出枝



图 1 3 种不同 Zr 含量铸锭的原始晶粒形貌

Fig.1 Macrographs of the as-cast ingots with different Zr contents: (a) 0.0006%, (b) 0.043%, and (c) 0.150%

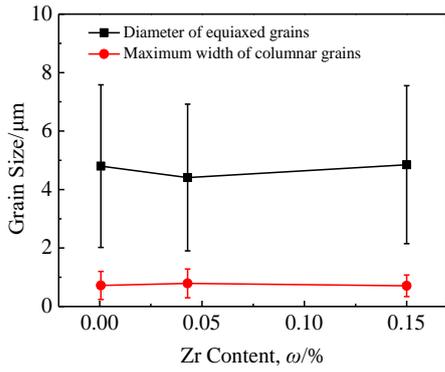


图 2 铸锭的铸态晶粒尺寸与 Zr 含量的定量关系

Fig.2 Relationship between the grain size and Zr content of the as-cast ingot

晶间发亮的析出相主要为葵花状 ($\gamma+\gamma'$) 共晶相和少量板条状 η 相, 并且这些非平衡相更多地是在晶界处形成(图 3d~3f)。在前期研究中也发现了类似结果^[7]。定量统计结果表明随着 Zr 含量的增加 ($\gamma+\gamma'$) 共晶相的尺寸和面积分数均显著增加(图 4c), 而 η 相的尺寸和面积分数无明显变化(图 4d)。也就是添加 Zr 显著促进了 ($\gamma+\gamma'$) 共晶相析出, 但对 η 相无明显影响。

在扫描电镜背散射 (SEM-BSE) 模式下进一步观察了 3 种 Zr 含量铸锭枝晶间区域的形貌。可以看出在这些铸锭中 η 相通常都是在 ($\gamma+\gamma'$) 共晶相前沿析出, 并且在 2 种含 Zr 铸锭中均有蜂窝状和块状富 Zr 相依附 ($\gamma+\gamma'$) 共晶相和 η 相形成(图 5)。图 6 为 3 种非平衡相的能谱, ($\gamma+\gamma'$) 共晶主要富集 Ni、Al 和 Ti (图 6a), η 相

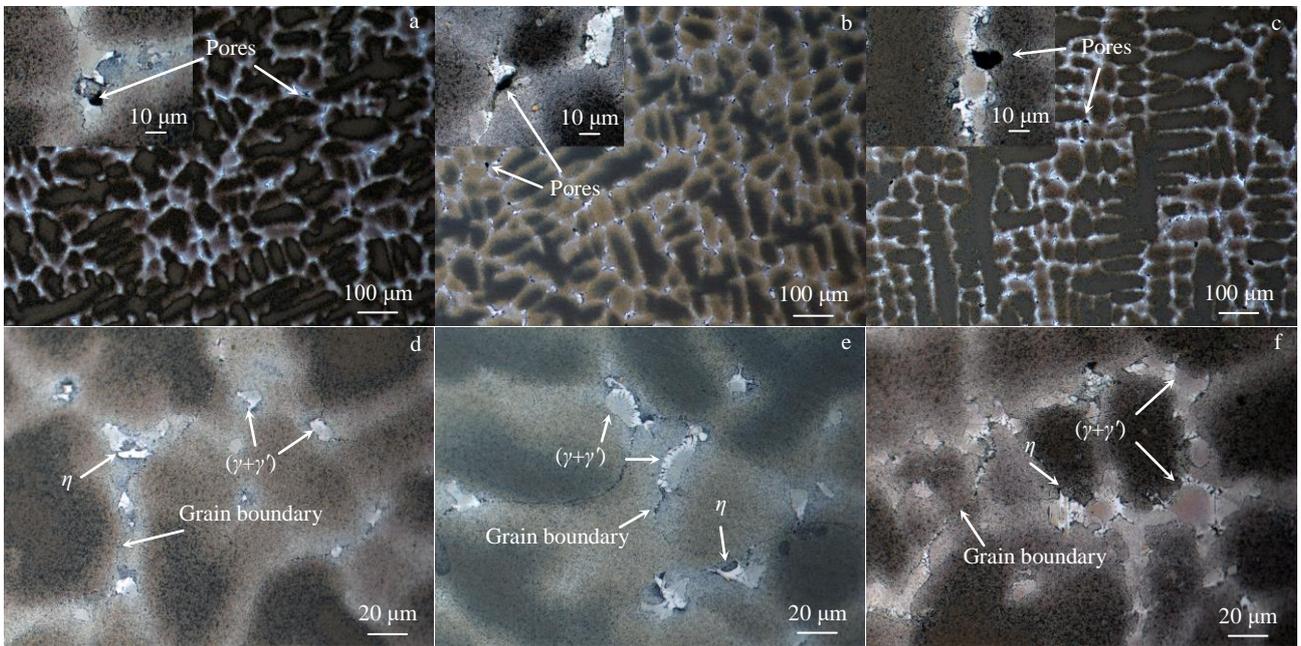


图 3 不同 Zr 含量铸锭的枝晶组织

Fig.3 OM microstructures of dendritic structures of the as-cast ingots with different Zr contents: (a, d) 0.0006%, (b, e) 0.043%, and (c, f) 0.150%

主要富 Ni 和 Ti (图 6b), 富 Zr 相主要富 Ni 和 Zr (图 6c)。另外, 从 η 相能谱中还可看出 Zr 也会部分溶解在该相当中(图 6b)。该结果与前期关于 U720Li 合金凝固组织的研究相吻合^[5,11,24]。根据最新的研究^[20,25], 添加 Zr 促进 ($\gamma+\gamma'$) 共晶析出的主要原因是, 在凝固后期大原子半径的 Zr 在残余液相中富集减缓了其它元素的扩散, 从而阻碍了合金的凝固, 增大了残余液相的体积分数和过冷度。

2.2 均匀化态组织

图 7 为经均匀化后 3 种 Zr 含量铸锭的晶粒形貌。与铸态晶粒相比, 经均匀化后 3 种 Zr 含量铸锭的晶粒尺寸均发生了明显长大。这与均匀化过程中元素偏析的减轻

使晶粒粗化的传统观点一致^[10]。另外, 还可以看出, Zr 含量越高均匀化态铸锭的晶粒越粗大。图 8 为均匀化态铸锭等轴晶的平均直径和柱状晶的平均最大宽度与 Zr 含量的定量关系。

图 9 为 3 种 Zr 含量铸锭的均匀化态 OM 组织。可见经均匀化处理后, 3 种 Zr 含量铸锭的枝晶形貌明显减轻, 枝晶间析出的 ($\gamma+\gamma'$) 共晶、 η 相和富 Zr 相均被完全溶解。与铸态组织相比, 均匀化态的枝晶间区域形成了更多更大的显微孔洞, 且大部分孔洞的形状转变为球状, 这与前人研究结果一致^[12]。另外, 随着 Zr 含量的增加, 显微孔洞数量明显增多。定量统计结果表明, 增加 Zr 含量显著增加了显微孔洞的面积分数和尺寸(见图 10), 这

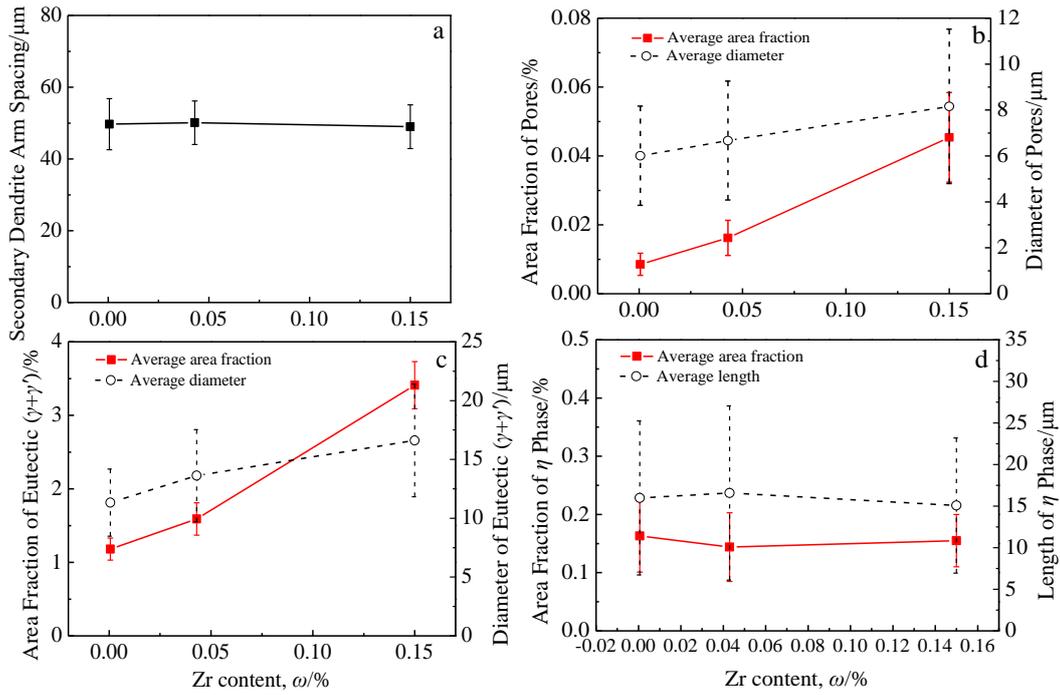


图 4 Zr 对二次枝晶间距、铸态孔洞、(γ+γ')共晶和 η 相特征的影响

Fig.4 Effects of Zr on the secondary dendrite arm spacing (a), area fraction and diameter of the micropores (b), area fraction and diameter of eutectic (γ+γ') (c) and area fraction and length of η phase (d) of the as-cast ingots

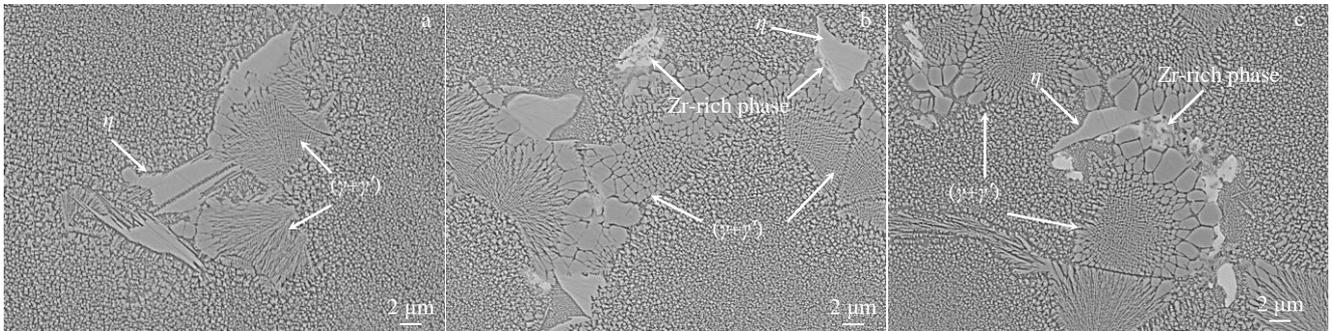


图 5 不同 Zr 含量铸锭枝晶间析出相的形貌

Fig.5 SEM-BSE images of interdendritic precipitates of as-cast ingots with different Zr contents: (a) 0.0006%, (b) 0.043%, and (c) 0.150%

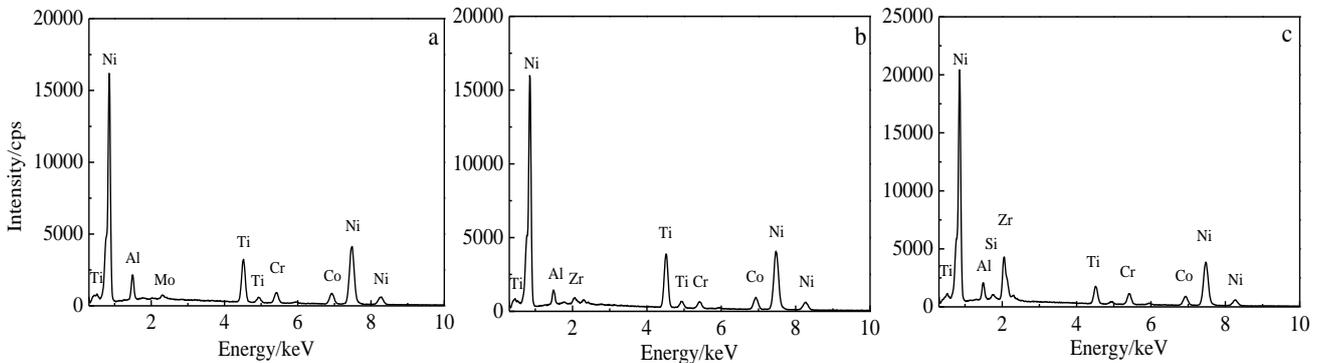


图 6 枝晶间析出相的 EDS 能谱

Fig.6 EDS spectra of the eutectic (γ+γ') (a), η phase (b) and Zr-rich phase (c)



图 7 3 种 Zr 含量均匀化态铸锭的晶粒形貌

Fig.7 Macrographs of the as-homogenized ingots with different Zr contents: (a) 0.0006%, (b) 0.043%, and (c) 0.150%

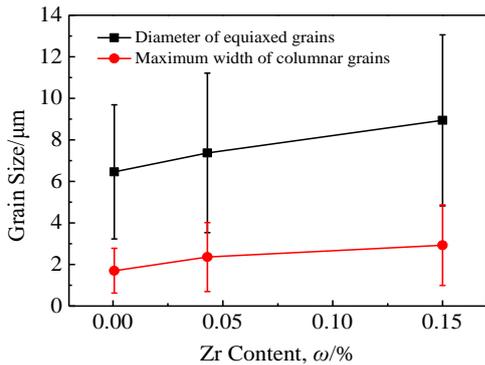


图 8 均匀化态铸锭的晶粒尺寸与 Zr 含量的定量关系

Fig.8 Relationship between the grain size and Zr content of the as-homogenized ingots

与 Zr 对铸态合金孔洞的作用规律一致。

图 11 为 SEM-BSE 下 3 种 Zr 含量铸锭的均匀化态组织。可见经均匀化处理后铸锭的显微组织变得十分均匀 (图 11a~11c), 均密集地析出了尺寸为 $(0.76 \pm 0.35) \mu\text{m}$ 的枝晶状 γ' 颗粒 (图 11d~11f), 并且在这些粗大 γ' 颗粒

之间还析出了很多细小的球状纳米级别的 γ' (图 11g~11i)。根据文献[11,26], 这些粗大 γ' 为均匀化后在较高温度区间冷却过程中析出的一次 γ' , 而这些细小的球状 γ' 为冷却至较低温度时析出的二次 γ' 。

图 12 为含 0.150% Zr 的均匀化态铸锭晶界附近的 EDS 元素面扫描结果。可见, 在 γ' 颗粒中明显富集 Al 和 Ti 元素, 而在 γ 颗粒之间强烈富集 Cr 元素。有趣的是并未观察到 Zr 在晶界处富集, 而是发现 Zr 均匀分布于晶内和晶界以及 γ 基体和 γ' 之间。当然, Zr 在均匀化态镍基高温合金中的分布规律还有待于进一步采用更精确的表征方法深入研究。

3 讨论

关于 Zr 对高 Al+Ti 含量镍基变形高温合金凝固偏析的影响前期已经开展了较多研究^[20,25]。这里主要讨论本研究发现的一些新现象。

3.1 Zr 对均匀化过程中晶粒长大的影响

均匀化后铸锭的晶粒尺寸对其热加工塑性和动态再结晶起到了关键作用, 是涡轮盘锻件晶粒度控制的源

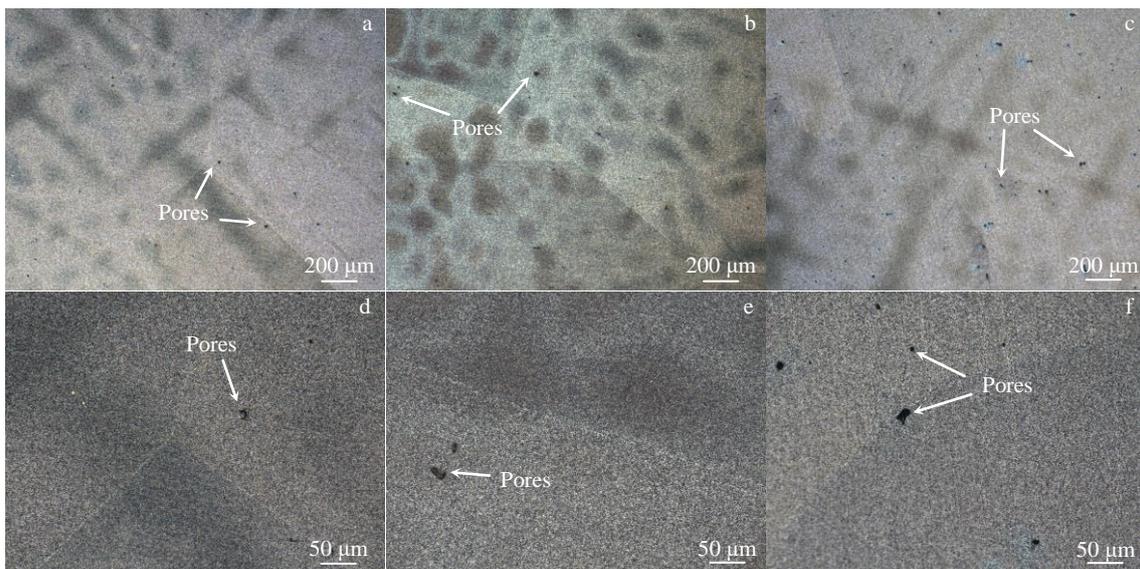


图 9 3 种 Zr 含量均匀化态铸锭的 OM 显微组织

Fig.9 OM microstructures of as-homogenized ingots with different Zr contents: (a, d) 0.0006%, (b, e) 0.043%, and (c, f) 0.150%

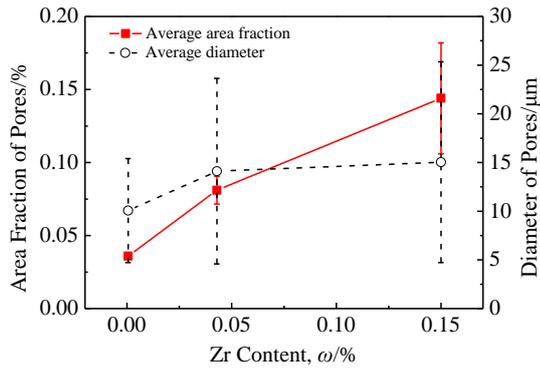


图 10 均匀化态孔洞的平均面积分数和直径与 Zr 含量的定量关系

Fig.10 Relationship between the area fraction, diameter and Zr content of the micropores of the as-homogenized ingots

头^[27]。本研究发现添加 Zr 显著加剧了一种高 Al+Ti 镍基变形高温合金铸锭在均匀化过程中的晶粒粗化。众所周知,在均匀化退火过程中晶粒的粗化与元素偏析的减轻密切相关^[11]。晶界能是晶粒的长大的主要驱动力,在晶界能的驱动下晶界发生迁移,进而使晶粒长大,晶粒的粗化速度主要与晶界迁移机制有关^[28]。晶界迁移过程十分复杂,化学成分、磁力、应力、曲率和温度等都会对其造成明显影响^[29,30]。晶界迁移机制主要包括以化学驱动力为主要驱动力的扩散诱导晶界迁移和以机械应力为驱动力的应力诱导晶界迁移^[31,32]。显然,在均匀化过程中晶粒的长大主要与前者有关。根据扩散诱导晶界迁移机制,在化学势梯度的驱动下溶质元素沿着晶界扩散,不同元素具有不同的扩散系数,导致了晶界位错在晶界上攀移,这就促使晶界上的台阶发生运动,晶界发生迁移^[30,33]。

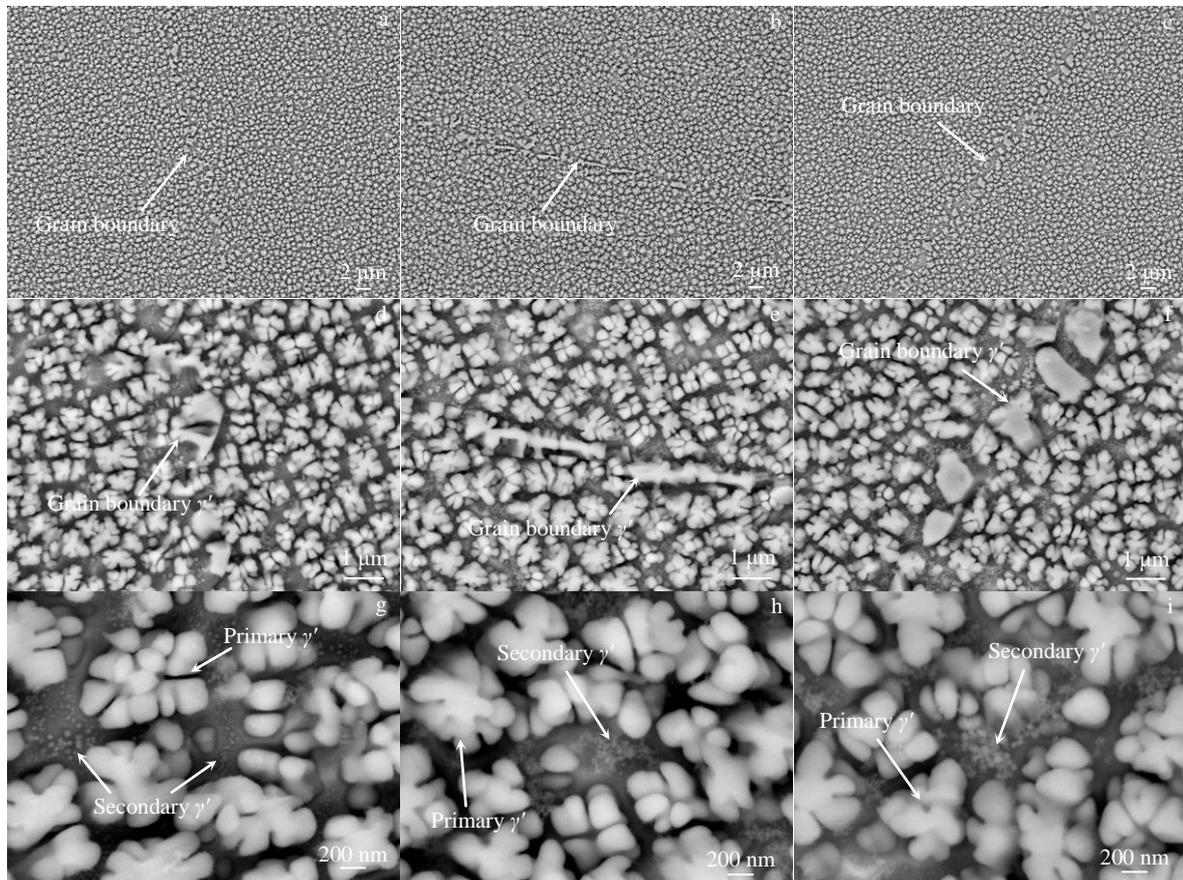


图 11 3 种 Zr 含量均匀化态铸锭的 SEM-BSE 显微组织

Fig.11 SEM-BSE microstructures of the as-homogenized ingots with different contents: (a, d, g) 0.0006%; (b, e, h) 0.043%; (e, f, i) 0.150%

在本实验合金中的非平衡相更多在原始晶界处析出(如图 3),在均匀化退火过程中,晶界处的这些相不断溶解,晶界附近就会发生不同元素的相互扩散,这就带动晶界迁移,使晶粒不断长大。而在高 Zr 合金的均匀化过程中,晶界处有更多更粗大的(γ+γ')共晶发生溶解,由

于粗大相的溶解比较缓慢,晶界附近的浓度梯度会在更长时间内保持较高的数值,这就使晶界在较长时间内保持较大的迁移速度,晶粒就长的更粗大。另外,高 Zr 合金中更多富 Zr 相的溶解使大量 Zr 原子从晶界向晶内扩散,也同样加速了晶界迁移。

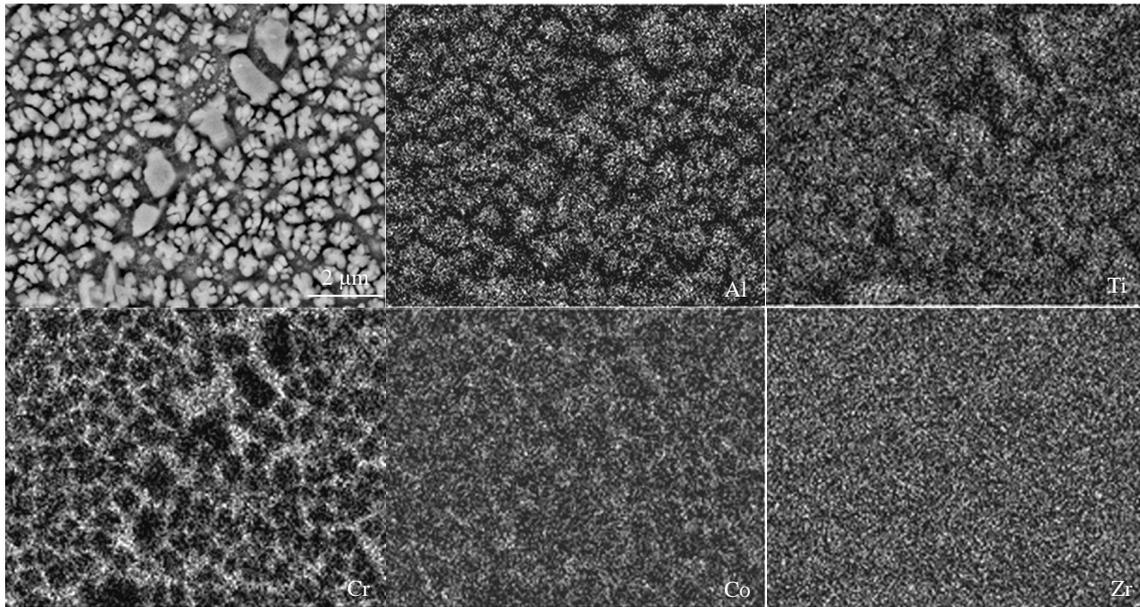


图 12 均匀化态 0.150% Zr 铸锭中的 EDS 元素分布

Fig.12 EDS element mappings of as-homogenized ingot with 0.150% Zr

3.2 Zr 对显微孔洞形成的影响

显微孔洞是镍基变形高温合金中的一种典型缺陷^[13,15]。它主要包括 2 大类，一类是在凝固后期形成的疏松孔洞；另一类是在均匀化过程中形成的球状孔洞^[12]。形成前者的主要原因是，被二次枝晶臂隔断的孤立熔池的凝固得不到补缩。形成后的主要原因是，在高温扩散退火过程中，枝晶间富集的 Al、Ti 等元素的扩散通量大于枝晶干富集的 W、Co、Cr 等元素的扩散通量。这种扩散通量的不平衡导致枝晶间的空位增多，随着空位数量的不断累积，空位将在原始铸态疏松处聚集长大或者形成新的孔洞，最终在均匀化态合金中形成了球状孔洞^[12,13,34]。自然地，均匀化态合金中孔洞的面积分数和尺寸必然比铸态合金中的更大。前期研究表明 Zr 能够显著阻碍合金的凝固，增大剩余液体的体积分数^[20,25]。这就增大了孤立熔池的收缩量，进而增加铸态合金中显微孔洞的尺寸和面积分数。同时，添加 Zr 显著增加了枝晶间析出相 ($\gamma+\gamma'$) 共晶的尺寸和面积分数 (图 4c)，也就增加了该区域 Al、Ti 元素的总量，进而增大了均匀化过程中的扩散通量差。此外，含 Zr 合金在凝固过程中形成的富 Zr 相增大了枝晶间与枝晶干之间的浓度梯度，这些富 Zr 相的溶解使大量 Zr 原子向枝晶干扩散，进一步增大了扩散通量差。这就显著促进了均匀化过程中显微孔洞的形成。

3.3 Zr 的分布和存在形式演化

本研究表明在凝固过程中 Zr 不断向剩余液体中富集，最终导致枝晶间区域形成蜂窝状和块状富 Zr 相。经

均匀化后，这些富 Zr 相完全溶解，且 Zr 均匀分布于晶内和晶界及 γ 基体和 γ' 之间。有趣的是本研究并未观察到 Zr 的晶界偏聚现象。实际上关于 Zr 的晶界偏聚和晶界强化机制目前尚无定论。有些研究提出 Zr 以固溶态偏聚于晶界，提高晶界结合力，阻碍裂纹的萌生和扩展^[16,35,36]。也有些研究表明 Zr 并不向晶界偏聚，而是溶解在晶界碳化物中，这造成了 Zr 在晶界偏聚的假象^[37,38]，并且 Zr 主要通过细化碳化物，使碳化物形貌由草书状转变为颗粒状，以及增加晶界碳化物的密度来强化晶界^[38-40]。显然，本研究支持后者观点。但鉴于 Zr 含量比较低，后续将采用更精确表征方法对均匀化态合金中 Zr 的晶界偏聚行为进一步核实。

总之，Zr 作为高 Al+Ti 镍基变形高温合金中的一种重要微量元素，不仅会对其力学性能造成明显影响，还会对其凝固组织和均匀化过程中的组织演变起到重要作用。尤其是添加 Zr 显著加剧了这类合金铸锭在均匀化过程中的晶粒长大并增加了显微孔洞的形成，这会对其在后续热加工过程中的开裂行为、动态再结晶和最终盘锻件晶粒度的控制造成不利影响。所以，在利用 Zr 元素进行微合金化的同时也应考虑 Zr 的有害作用。

4 结 论

1) 3 种 Zr 含量铸锭的原始晶粒尺寸没有明显差异，添加 Zr 显著促进了 ($\gamma+\gamma'$) 共晶和富 Zr 相在枝晶间析出，并且这些非平衡相更多分布在晶界处。

2) 添加 Zr 明显促进铸态合金枝晶间区域裂纹状显

微孔洞的形成。

3) 经均匀化后, 3 种 Zr 含量铸锭的晶粒尺寸均发生了明显长大, 且 Zr 含量越高晶粒长大的幅度越大。

4) 经均匀化后, 3 种 Zr 含量铸锭中显微孔洞的尺寸和面积分数较铸态的明显增大, 且大部分孔洞转变为球状。同样, Zr 含量的提高显著增加了孔洞的形成。

参考文献 References

- [1] Reed R. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008: 217
- [2] Sims C, Stoloff N, Hagel W. *superalloys II*[M]. New York: Wiley, 1987: 1
- [3] Kim S, Jackson M, Reed R *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 245(2): 225
- [4] Monajati H, Taheri A, Jahazi M *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2005, 36(4): 895
- [5] Zhao G D, Yu L X, Yang G L *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 686: 194
- [6] Chang L, Jin H, Sun W. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 653: 266
- [7] Zhao G D, Liu F, Zang X M *et al. Rare Metals*[J], 2021, 45(5): 1145
- [8] Zhang J, Singer R. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2004, 35(4): 1337
- [9] Sun Wenru(孙文儒), Zhao Guangdi(赵广迪), Yu Lianxu(于连旭) *et al. Chinese Patent*(中国专利), ZL2016104591974[P]. 2016
- [10] Dong Jianxin(董建新), Li Linhan(李林翰), Li Haoyu(李浩宇) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2015, 51(10): 1207
- [11] Zhao G D, Zang X M, Jing Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 815: 141 293
- [12] Epishin A, Link T, Svetlov I *et al. International Journal of Materials Research*[J], 2013, 104(8): 776
- [13] Anton D, Giamei A. *Materials Science and Engineering A*[J], 1985, 76: 173
- [14] Bokstein B, Epishin A, Link T *et al. Scripta Materialia*[J], 2007, 57(9): 801
- [15] Portella P, Rie K. *Low Cycle Fatigue and Elasto-plastic Behavior of Materials*[M]. London: Elsevier Applied Science, 1987: 7
- [16] Holt R, Wallace W. *International Metals Reviews*[J], 1976, 21(1): 1
- [17] Doherty J, Kea B, Giamei A. *JOM*[J], 1971, 23(11): 59
- [18] Gozlan E, Bamberger M, Dirnfeld S *et al. Journal of Materials Science*[J], 1992, 27(14): 3869
- [19] Decker R, Freeman J. *Trans AIME*[J], 1960, 218: 277
- [20] Qi F, Yu L, Zhao G *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 835(6): 155 243
- [21] Zhou P, Yu J, Sun X *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2012, 22(7): 1594
- [22] Keefe P, Mancuso S, Maurer G. *Superalloys 1992*[C]. Warrendale: TMS, 1992: 487
- [23] Helm D, Roder O. *Superalloys 2000*[C]. Warrendale: TMS, 2000: 487
- [24] Zhao G D, Yu L X, Qi F *et al. Acta Metallurgica Sinica*[J], 2016, 29(6): 518
- [25] Zhao G D, Zang X M, Liu F *et al. China Foundry*[J], 2022, 19: 17
- [26] Jackson M, Reed R. *Materials Science and Engineering A*[J], 1999, 259(1): 85
- [27] Liu F, Chen J, Dong J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 651: 102
- [28] Guo Honggang(郭宏钢), Li Yang(李阳), Wang Yan(王岩). *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2014, 43(6): 161
- [29] Bai X, Zhang Y, Tonks M. *Acta Materialia*[J], 2015, 85: 95
- [30] Yang Jieren(杨劫人), Zhang Liteng(张立腾), Gao Zitong(高子彤) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(2): 699
- [31] Liang L, King A. *Acta Materialia*[J], 1996, 44(7): 2983
- [32] Washburn J, Parker E. *JOM*[J], 1952, 4(10): 1076
- [33] Balluffi R, Cahn J. *Acta Metallurgica*[J], 1981, 29(3): 493
- [34] Zhao Guangdi(赵广迪), Zang Ximin(臧喜民), Li Wanming(李万明) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(6): 2109
- [35] Huang H, Koo C. *Materials Transactions*[J], 2004, 45(2): 554
- [36] Hosseini S, Abbasi S, Madar K. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 712 (17): 780
- [37] Buchon A. *Surface Science*[J], 1991, 246 (1-3): 218
- [38] Tsai Y, Wang S, Bor H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 607: 294
- [39] Zheng Yunrong(郑运荣), Cai Yulin(蔡玉林), Ruan Zhongci(阮中慈) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2006, 26 (3) 25
- [40] Zhou Pengjie(周鹏杰), He Xiangming(何向明). *Foundry*(铸造)[J], 2012, 61 (10): 1177

Effect of Zr on As-cast and As-homogenized Microstructures of High Al+Ti Containing Ni-Based Superalloy

Zhao Guangdi, Zang Ximin, Gao Shuo

(University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, China)

Abstract: A high Al+Ti containing Ni-based wrought superalloy ingot was prepared by a vacuum induction furnace. Then the ingot was remelted into three with different Zr contents in the same furnace. After as-cast microstructures observation, these ingots were homogenized. The effect of Zr on microstructures evolution during the homogenization process was emphatically studied. The results show that the Zr addition has no obvious influence on the initial grain size of the ingots, but significantly promotes the non-equilibrium solidification eutectic ($\gamma+\gamma'$) and Zr rich phase precipitation, especially at the grain boundary. Besides, Zr significantly promotes the formation of micropores in the interdendritic region. After homogenization, the non-equilibrium phases completely dissolve, the dendrite segregation obviously reduces and the original grains grow obviously. Interestingly, the higher the Zr content is, the more obvious the grain growth is. Besides, the size and area fraction of micropores increase markedly compared with those in the as-cast microstructure, and the micropores formation in the as-homogenized microstructure also increases significantly with the increase of Zr content. Zr increases the micropores formation in the as-cast alloy is mainly related to the enrichment of Zr in residual liquids which retards the alloy solidification. The principal reason why Zr promotes the grain growth and micropores formation during homogenization is that more eutectic ($\gamma+\gamma'$) and Zr-rich phase formation aggravates the interdiffusion between solute elements.

Key words: Ni-based superalloy; zirconium; homogenization; grain growth; micropore

Corresponding author: Zang Ximin, Ph. D., Professor, School of Materials and Metallurgy, University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, P. R. China, Tel: 0086-412-5929529, E-mail: zangximin@163.com