

# 型壳保温方式对一种等轴晶镍基铸造高温合金组织和力学性能的影响

张茂源<sup>1,2,3</sup>, 欧美琼<sup>1,3</sup>, 冉兴<sup>4</sup>, 侯坤磊<sup>1,3</sup>, 曹建<sup>4</sup>, 马颖澈<sup>1,3</sup>

(1. 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 太原科技大学, 山西 太原 030024)

(3. 中国科学院金属研究所 核用材料与安全评价重点实验室, 辽宁 沈阳 110016)

(4. 贵州安吉航空精密铸造有限责任公司, 贵州 安顺 561000)

**摘 要:** 通过设计型壳保温方式改变合金冷却速率, 分析了冷却速率对一种等轴晶镍基铸造高温合金 K4750 显微组织和室温拉伸性能的影响。设计的 4 种型壳保温方式包括填砂、试棒不包保温毡、包单层保温毡和包双层保温毡, 型壳试棒处的冷却速率大小顺序为: 试棒不包保温毡 $\geq$ 填砂 $\geq$ 包单层保温毡 $\geq$ 包双层保温毡。标准热处理后, 型壳填砂的试棒室温抗拉强度最高(1115 MPa), 试棒不包保温毡次之(1095 MPa), 包单层保温毡与包双层保温毡最差(分别为 950 和 952.5 MPa)。室温屈服强度、延伸率和断面收缩率变化规律与室温抗拉强度相同。采用 OM、SEM 以及 EBSD 等方法表征合金显微组织, 发现型壳填砂、试棒不包保温毡、包单层保温毡和包双层保温毡的试棒晶粒均为等轴晶, 平均晶粒尺寸分别为 176、167、325、315  $\mu\text{m}$ 。填砂和试棒不包保温毡合金冷速较快, 形成的细小等轴晶在应力条件下易于协调变形, 凝固过程形成的 MC 型一次碳化物更细小且主要呈块状, 有利于抑制变形时微孔洞、裂纹的扩展, 显著提高了合金室温拉伸性能。相反, 型壳包单层和双层保温毡的合金冷速较慢, 形成的大尺寸等轴晶不利于晶粒间的协调变形, 析出的大尺寸长条状 MC 型一次碳化物促进孔洞、微裂纹的萌生与扩展, 使合金室温强度和塑性均显著下降。

**关键词:** 等轴晶; 镍基高温合金; 型壳保温方式; 晶粒尺寸; MC 型一次碳化物; 室温拉伸性能

中图分类号: TG146.1<sup>+</sup>5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)03-0757-11

镍基铸造高温合金具有优异的力学性能, 较好的抗氧化性能和抗腐蚀性能, 以及良好的组织稳定性, 被广泛应用在航空发动机涡轮的外壳、叶片及其它关键热端部件上<sup>[1-3]</sup>。随着航空技术的进步, 航空发动机的推重比进一步提高, 热端部件的使用温度大幅提高, 因此, 研发更耐高温、耐腐蚀、性能更稳定的材料成为必然发展趋势<sup>[4-5]</sup>。K4750 合金是近年来自主研发的一种承温能力达到 750  $^{\circ}\text{C}$  的新型等轴晶镍基铸造高温合金, 因其优异的中温力学性能、优良的抗氧化性能和抗腐蚀性能、良好的铸造性能和焊接性能<sup>[6-8]</sup>, 被成功应用在我国航空发动机某大型复杂薄壁结构件。

等轴晶高温合金通常采用真空感应炉重熔浇注零件, 为了在零件不同部位实现晶粒的细化和均匀化, 同时避免出现疏松、夹杂等缺陷, 必须制定合理的铸造工艺。浇注温度、型壳温度和型壳保温方式等铸造工艺参数对合金凝固过程的影响较大, 会显著影响合

金中缺陷数量、晶粒形态和尺寸、析出相形态和分布等组织。铸造工艺在提高浇注温度保证铸件良好充型和降低浇注温度获得细小等轴晶方面表现出尖锐的矛盾<sup>[9]</sup>, 其中铸件冷却速率是影响这一矛盾的关键因素之一。Kim 等<sup>[10]</sup>在研究 Ni-Al 合金中发现快速凝固工艺可以细化晶粒, 并得出冷却速率的平方与晶粒尺寸的对数成反比的关系, 即冷却速率越大, 晶粒尺寸越小。Nawrocki 等<sup>[11]</sup>在研究冷却速率对 In713C 薄壁铸件组织的影响时, 通过使用不同的模具来调控冷却速率。结果发现, 随冷却速率的增加, 每个区域内晶粒数量增加, 平均晶粒面积减小。Yang 等<sup>[12]</sup>在研究固溶冷速对 GH4710 合金组织变化过程中, 通过计算机控制电箱炉进行冷却速率的控制, 发现冷速从 200  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  降至 13.6  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  时, 晶粒面积从 165  $\mu\text{m}^2$  增加到 195  $\mu\text{m}^2$ , 即冷速越大, 晶粒尺寸越小。冷却速率在影响晶粒尺寸的同时, 对 MC 型一次碳化物的尺

收稿日期: 2023-03-27

基金项目: 国家自然科学基金(52001314); 国家科技重大专项(J2019-VII-0002-0142, J2019-VI-0004-0118)

作者简介: 张茂源, 男, 1996 年生, 硕士生, 太原科技大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024, E-mail: zhangmaoyuan2020@163.com

寸也有影响。Liu 等<sup>[13]</sup>研究了冷却速率对镍基单晶高温合金 DD5 中碳化物的影响。结果表明,冷却速率越快时,MC 型碳化物体积百分比和尺寸越小, $M_{23}C_6$ 型碳化物体积百分比越大。Gao 等<sup>[14]</sup>研究了冷却速率对高温合金 GTD222 组织的影响。结果表明,MC 型碳化物的尺寸随冷却速率的增加而减少。碳化物是高温合金中重要的析出相,主要分布在晶界上,能有效的阻碍位错运动和晶界滑移,有助于改善高温合金的力学性能<sup>[15]</sup>。然而,在受力过程中,脆性碳化物不易发生塑性变形,其周围容易形成应力集中,会促进微孔、微裂纹的萌生与扩展,导致材料过早断裂<sup>[16]</sup>。上述研究表明,高温合金的冷却速率会对晶粒、碳化物等显微组织产生明显影响,进而会影响合金的力学性能。

然而,关于冷却速率对 K4750 新合金显微组织和力学性能的影响尚未进行系统研究。对于冷却速率如何影响该合金晶粒、碳化物等组织,以及上述组织如何影响合金力学性能均不清楚。因此,本研究通过改变铸造型壳的保温方式来控制合金的冷却速率,研究冷却速率对合金晶粒、MC 型一次碳化物等组织的影响规律,深入分析组织演变对合金室温拉伸性能的影响并阐明其机制。

## 1 实 验

采用真空感应熔炼技术制备了 K4750 母合金铸锭。利用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定了母合金化学成分,获得其组成是(质量分数,%): 19.28Cr, 4.33Fe, 2.9W, 1.26Mo, 2.72Ti, 1.01Al, 1.47Nb, 0.123C, 0.0072B, 其余为 Ni。母合金重熔后浇注合金试棒,浇注过程中通过调控型壳的保温方式来改变试棒凝固过程中的冷却速率。针对包含上下盘和中间试棒的型壳<sup>[17]</sup>,浇注后试样形状如图 1 所示,设计了 4 种型壳保温方式,包括型壳填石英砂(填砂)、型壳试棒处不包保温毡但其它位置包保温毡(试棒不包保温毡)、型壳包单层保温毡和型壳包双层保温毡。石英砂的主要成分包括 95%以上的  $SiO_2$ ,保温毡是硅酸铝纤维,主要成分包括 50% $Al_2O_3$  和 50% $SiO_2$ 。石英砂、保温毡的导热系数分别是 10,  $0.085 W \cdot (m^2 \cdot K)^{-1}$ ,表明石英砂散热更快。制备合金试棒的主要铸造工艺参数如表 1 所示。

试棒的冷却速率受型壳保温方式、型壳保温温度和浇注温度的影响非常大。对于试棒不包保温毡的型壳保温方式,合金试棒处散热最快,冷却速率最大。在郑行等<sup>[18]</sup>研究发表的一篇文章中,采用型壳空壳、型壳包棉、型壳填砂和型壳包棉填砂共 4 种不同型壳方式,研究了型壳与保温材料界面之间的热交换。初始



图 1 浇注试样形状

Fig.1 Shape of cast sample

表 1 铸造工艺参数

| Sample | Insulation method            | Shell preheating temperature/ $^{\circ}C$ | Pouring temperature/ $^{\circ}C$ |
|--------|------------------------------|-------------------------------------------|----------------------------------|
| 1      | Sand-filled                  | 900                                       | 1415                             |
| 2      | Without insulation felt      | 1120                                      | 1377                             |
| 3      | Single-layer insulation felt | 1120                                      | 1377                             |
| 4      | Double-layer insulation felt | 1120                                      | 1377                             |

阶段,型壳与保温棉之间换热系数为  $35 W \cdot (m^2 \cdot K)^{-1}$  左右,型壳与填砂之间换热系数为  $70 W \cdot (m^2 \cdot K)^{-1}$  左右,表明型壳填砂散热更快、冷却速率更大。在本研究中,对于填砂和包保温毡的型壳保温方式,石英砂的导热系数大于硅酸铝纤维保温毡,因此采用填砂的型壳在高温浇注过程的散热速率较快。此外,填砂处理的型壳保温温度( $900^{\circ}C$ )低于 3 种包保温毡处理的型壳保温温度( $1120^{\circ}C$ ),填砂处理的浇注温度( $1415^{\circ}C$ )高于 3 种包保温毡处理的温度( $1377^{\circ}C$ ),即浇注过程中填砂处理型壳的内外壁温差较大,更有利于石英砂颗粒吸收浇注过程高温熔体释放的热量。因此,填砂型壳浇注时合金的冷却速率较大。相反,包保温毡型壳浇注时内外壁温差较小,而且保温毡导热系数小,延缓了合金的凝固过程,冷却速率降低。由于保温毡导热系数小,散热慢,因此型壳包单层和包双层保温毡的试棒冷却速率差异较小。综上,采用 4 种型壳保温方式,合金试棒处的冷却速率大小顺序为:试棒不包保温毡 $\geq$ 填砂 $>$ 包单层保温毡 $\geq$ 包双层保温毡。

所有试棒均进行相同的热处理,包括固溶处理( $1150^{\circ}C$ 保温 2 h,空冷+ $1120^{\circ}C$ 保温 4 h,空冷)和时效

处理(800 °C保温20 h, 空冷+700 °C保温20 h, 空冷)。将热处理后的试棒加工成标距段长度为25 mm, 直径为5 mm的标准拉伸试样, 按照国标 GB/T228.1-2010 进行室温拉伸测试。同一铸造工艺条件下至少选择2支平行试样, 分别测定其屈服强度、抗拉强度、延伸率和断面收缩率, 平均值作为该条件下的室温拉伸性能。

4种不同型壳保温方式铸造的K4750合金试棒热处理后, 采用电火花线切割方式切取金相试样, 金相试样经过240目到2000目的碳化硅砂纸进行研磨, 用2.5 mm的金刚石抛光膏进行机械抛光之后, 配置20 g  $\text{CuSO}_4+100 \text{ mL HCl}+5 \text{ mL H}_2\text{SO}_4+100 \text{ mL H}_2\text{O}$  化学腐蚀剂, 通过脱脂棉蘸取腐蚀溶液擦拭样品表面, 腐蚀7~10 s, 之后用酒精清洗去除表面杂质, 然后热风快速吹干。采用Axio Observer ZIm光学显微镜(OM)观察K4750合金热处理态试样的晶粒形态和尺寸, 并采用ImageJ图像分析软件测量晶粒尺寸。采用XL30 ESEM FEG扫描电子显微镜(SEM)观察MC型一次碳化物的形貌, 并分析晶界析出相包括MC和 $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 型碳化物等。取样位置如图2所示。

针对室温拉伸断裂试样, 采用SEM观察断口形貌。然后, 沿着与拉应力平行的方向从拉断试样上切取SEM试样, 采用SEM观察断裂试样纵剖面显微组织, 利用电子背散射衍射(electron back-scattered diffraction, EBSD)技术分析拉断试样纵剖面组织中的应力分布情况。EBSD分析在Zessi扫描电镜上进行, 使用Aztec数据采集软件接收EBSD信号, 并使用“Tango”程序中的Channel 5 HKL软件包处理EBSD数据。EBSD样品经研磨抛光后, 通过在-20 °C、电压为18 V的10% $\text{HClO}_4$ 和90% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液中电化学刻蚀10 s制备。取样位置如图2所示。

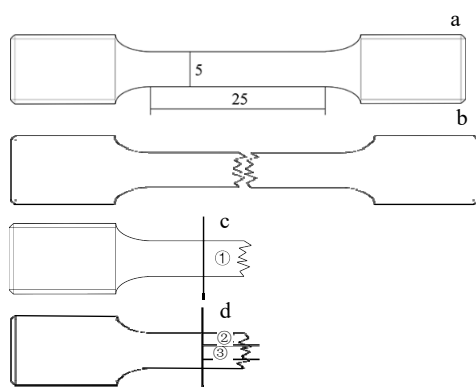


图2 拉伸试样及取样位置示意图

Fig.2 Schematic diagrams of tensile sample (a-b) and sampling positions (c-d) (①-SEM; ②-OM and SEM; ③-EBSD)

## 2 结果与讨论

### 2.1 型壳保温方式对合金显微组织的影响

采用4种不同型壳保温方式浇注的合金试棒, 热处理后的晶粒形貌如图3所示。晶粒均以等轴晶为主, 但晶粒尺寸存在一定差异, 其中型壳填砂浇注的合金(填砂合金)和型壳试棒不包保温毡浇注的合金(试棒不包保温毡合金)晶粒尺寸较小, 型壳包单层保温毡浇注的合金(包单层合金)和型壳包双层保温毡浇注的合金(包双层合金)晶粒尺寸较大。每种型壳保温方式选取10张100倍OM照片, 采用ImageJ软件测定晶粒尺寸, 获得填砂合金、试棒不包保温毡合金、包单层合金和包双层合金的平均晶粒尺寸分别为176、167、325和315  $\mu\text{m}$ 。试棒凝固过程中, 冷却速率越快, 熔体过冷度越大, 可有效提高熔体的形核率, 加快形核速度, 使形核数量增加, 因此在相同的空间内, 增加晶粒数量, 减小晶粒尺寸, 促进晶粒的细化。反之, 冷却速率较慢时, 熔体过冷度降低, 形核率降低, 形核速度慢, 形核数量减少, 导致了晶粒的尺寸变大、数量减少<sup>[19-20]</sup>。合金浇注过程中采用了填砂和试棒不包保温毡的型壳保温方式, 试棒的冷却速率快, 更有利于形成小尺寸的晶粒。相反, 合金浇注过程中采用包单层保温毡和包双层保温毡的型壳保温方式, 保温毡的保温效果好, 试棒冷却速率较慢, 因此形成了大尺寸的晶粒。

采用4种不同型壳保温方式浇注的K4750合金试棒, 经热处理后的碳化物形貌如图4所示。前期研究表明<sup>[21]</sup>, K4750合金中碳化物主要包含MC型一次碳化物和 $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 型碳化物。高温合金中的MC型碳化物通常在凝固过程中从固-液两相区析出<sup>[22]</sup>, 随机、散落的分布在晶内和晶界, MC的形态、尺寸与冷却速率密切相关<sup>[11-12]</sup>。图4a、4b结果显示, 填砂合金和试棒不包保温毡合金中MC主要呈细小块状或短棒状随机分布在晶内和晶界。图4c、4d结果显示, 包单层合金和包双层合金中MC主要呈大块状和长条状, 而且很多MC沿着晶界分布。采用填砂和试棒不包保温毡型壳保温方式, MC生长受到限制主要是由于: (1) 冷却速率较快, 熔体凝固时间缩短, 在时间方面限制了MC的生长<sup>[23]</sup>; (2) 冷却速率快, 晶粒尺寸变小, 细化的晶粒在空间方面限制了MC的生长。因此, MC的形态多呈现出细小块状和短棒状。相反, 采用包单层保温毡和包双层保温毡型壳保温方式, 由于: (1) 冷却速率较慢, 熔体凝固时间延长, 为MC的生长提供了充足的时间; (2) 冷却速率慢, 晶粒尺寸变大, 在空间上对MC生长的限制作用较小, 所以MC的形态

多呈现大块状或长条状。高温合金中的  $M_{23}C_6$  型碳化物主要是在时效过程中从基体中析出, 通常分布在晶界上<sup>[24]</sup>。型壳填砂浇注的 K4750 合金试棒, 经热处理后的  $M_{23}C_6$  型碳化物如图 5 所示。 $M_{23}C_6$  型碳化物分布在晶界上, 主要呈离散的颗粒状,  $M_{23}C_6$  型碳化物中的  $M$  主要包括 Cr 元素和其他少量金属元素, 其中 Cr 含量约 86.99at%, Ni 含量约 7.9at%, 其他金属元素含量较低。

## 2.2 型壳保温方式对合金室温拉伸性能的影响

采用 4 种不同型壳保温方式浇注的 K4750 合金试棒, 经热处理后的室温拉伸性能如图 6 所示。结果表明, 填砂合金和试棒不包保温毡合金试棒的室温抗拉强度差异不大, 但试棒不包保温合金试棒的室温塑性有所降低。型壳保温方式由填砂改为包单层保温毡, 合金试棒的室温抗拉强度由 1115 MPa 下降到 950 MPa, 屈服强度由 825 MPa 下降到 792.5 MPa,

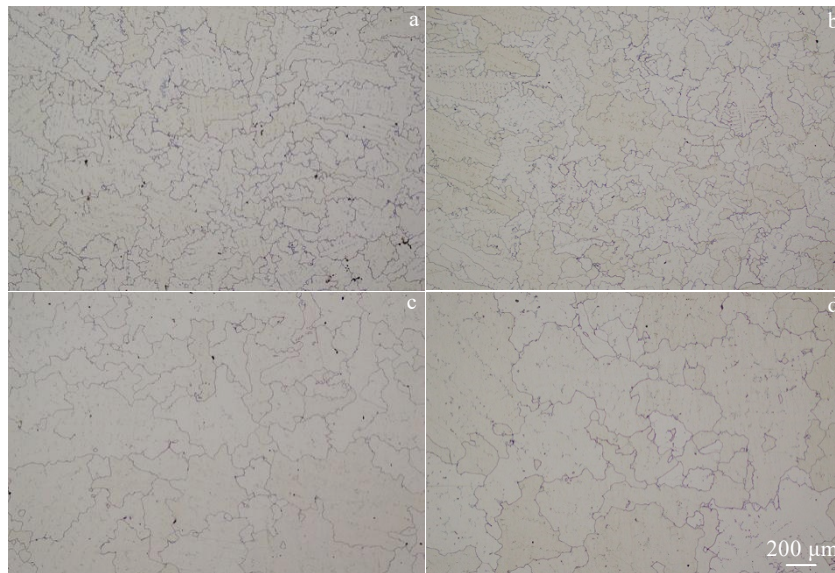


图 3 4 种型壳保温方式浇注的合金试棒热处理后晶粒 OM 照片

Fig.3 OM images of grains of samples casted by four shell insulation methods after heat treatment: (a) sand-filled, (b) without insulation felt, (c) single-layer insulation felt, and (d) double-layer insulation felt

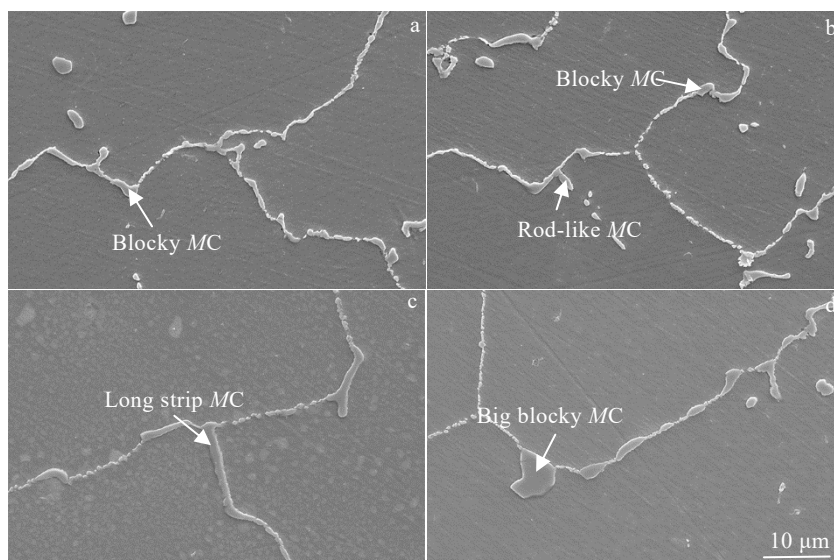


图 4 4 种型壳保温方式浇注的合金试棒热处理后碳化物的 SEM 照片

Fig.4 SEM images of carbides of samples casted by four shell insulation methods after heat treatment: (a) sand-filled, (b) without insulation felt, (c) single-layer insulation felt, and (d) double-layer insulation felt

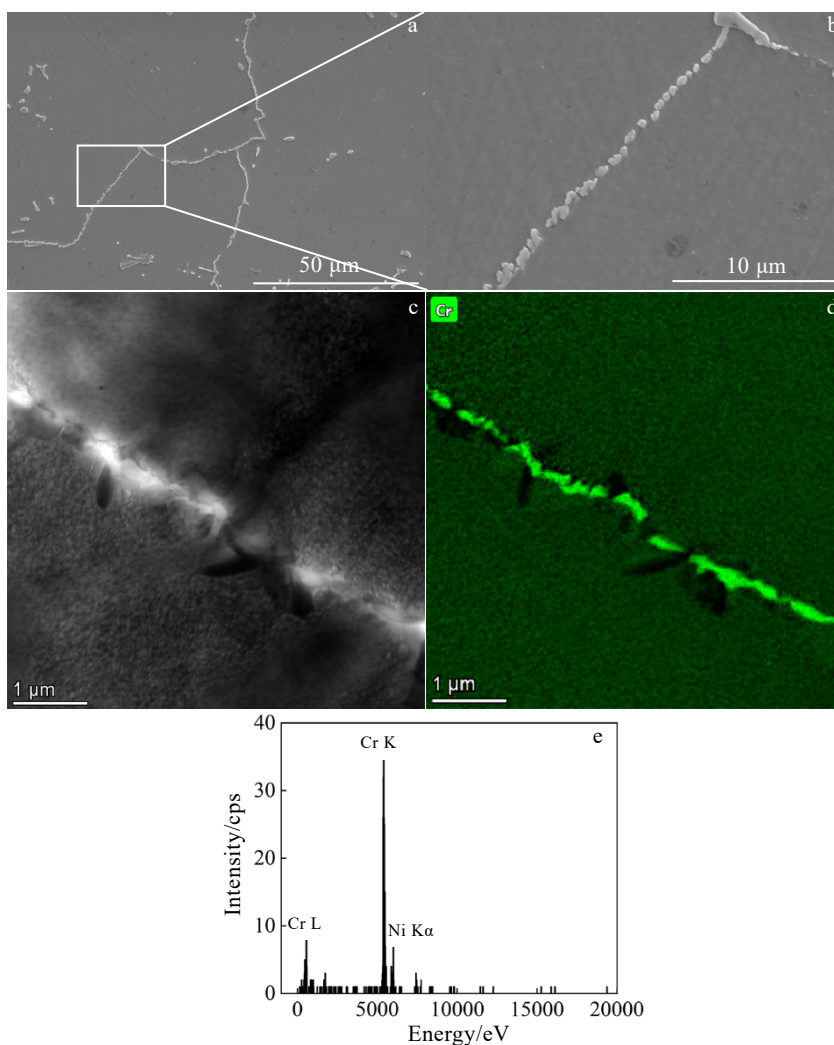


图5 型壳填砂浇注的合金试棒热处理后  $M_{23}C_6$  型碳化物的 SEM 和 TEM 照片

Fig.5 SEM (a-b) and TEM (c) images of  $M_{23}C_6$  carbides casted by sand-filled methods after heat treatment; EDS mapping of Cr element (d); EDS spectrum (e)

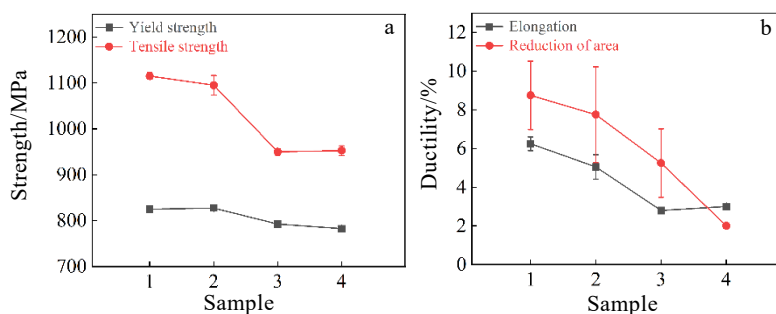


图6 4种型壳保温方式浇注的合金试棒力学性能

Fig.6 Mechanical properties of samples casted by four shell insulation methods after heat treatment: (a) strength and (b) ductility

延伸率由 6.25%下降到 2.8%，断面收缩率由 8.75%下降到 5.25%，即室温抗拉强度下降了 14.8%，延伸率下降了 55.2%，强度和塑性均显著降低。包单层合金和包双层合金试棒的强度和延伸率差异不大，但包双

层合金试棒的断面收缩率进一步降低。总之，包单层合金和包双层合金试棒的强度和塑性均较低。

### 2.3 显微组织变化对室温拉伸性能的影响

采用 4 种不同型壳保温方式浇注的 K4750 合金试

棒, 室温拉伸断口形貌如图 7 所示。结果表明, 填砂合金的室温拉伸断口同时包含韧窝以及沿着晶界的裂纹, 为典型的混合断裂特征。而且, 发现细小的  $MC$  型碳化物促进了韧窝的形成, 有助于抑制沿晶裂纹的扩展, 提高合金塑性。与填砂合金类似, 试棒不包保温毡合金的室温拉伸断口也以混合断裂特征为主。但是, 包单层合金和包双层合金的室温拉伸断口较少观察到韧窝, 多观察到断裂后形成的小平面, 沿晶界的裂纹形成后其扩展阻力较小, 使合金过早失效, 明显降低了合金的强度和塑性。

型壳填砂和试棒不包保温毡浇注的 K4750 合金室温拉伸断试样纵剖面显微组织如图 8 所示。填砂合金和试棒不包保温毡合金在凝固过程中由于冷却速率较快, 形成的晶粒较细小, 析出的  $MC$  型碳化物多呈细小块状, 有助于弯曲晶界的形成。在室温拉伸过程中, 由于拉应力的不断增加, 应力主要集中在晶界的  $MC$  和  $M_{23}C_6$  型碳化物上, 当裂纹在碳化物周围形成后, 裂纹在弯曲晶界上扩展相对困难, 细小块状、短棒状

$MC$  型碳化物和颗粒状  $M_{23}C_6$  型碳化物对裂纹的扩展起到了一定的抑制作用, 有助于提高合金的强度。

型壳包单层和包双层保温毡浇注的 K4750 合金室温拉伸断试样纵剖面显微组织如图 9 所示。包单层合金和包双层合金在凝固过程中由于冷却速率慢, 形成的晶粒尺寸和  $MC$  型碳化物尺寸均较大, 并且  $MC$  型碳化物多以大块状和长条状为主、易偏聚于晶界。由于晶粒较为粗大, 晶界比较平直, 裂纹一旦形成, 平直的晶界对裂纹扩展的阻碍作用较小。随着室温拉伸过程中应力的不断增大, 由于  $MC$  碳化物和  $\gamma$  基体不共格, 微孔洞、微裂纹极易在大尺寸  $MC$  型碳化物与  $\gamma$  基体交界处萌生, 萌生后极易沿着大块状和长条状的  $MC$  型碳化物边缘扩展。而且, 由于很多大块状和长条状  $MC$  型碳化物分布在晶界上, 减少了晶界上可析出  $M_{23}C_6$  型碳化物的空间, 导致部分  $M_{23}C_6$  型碳化物呈连续分布, 晶界上连续分布的  $M_{23}C_6$  会促进裂纹的扩展。因此, 采用型壳包单层和包双层保温毡浇注的合金室温抗拉强度和塑性均显著降低。

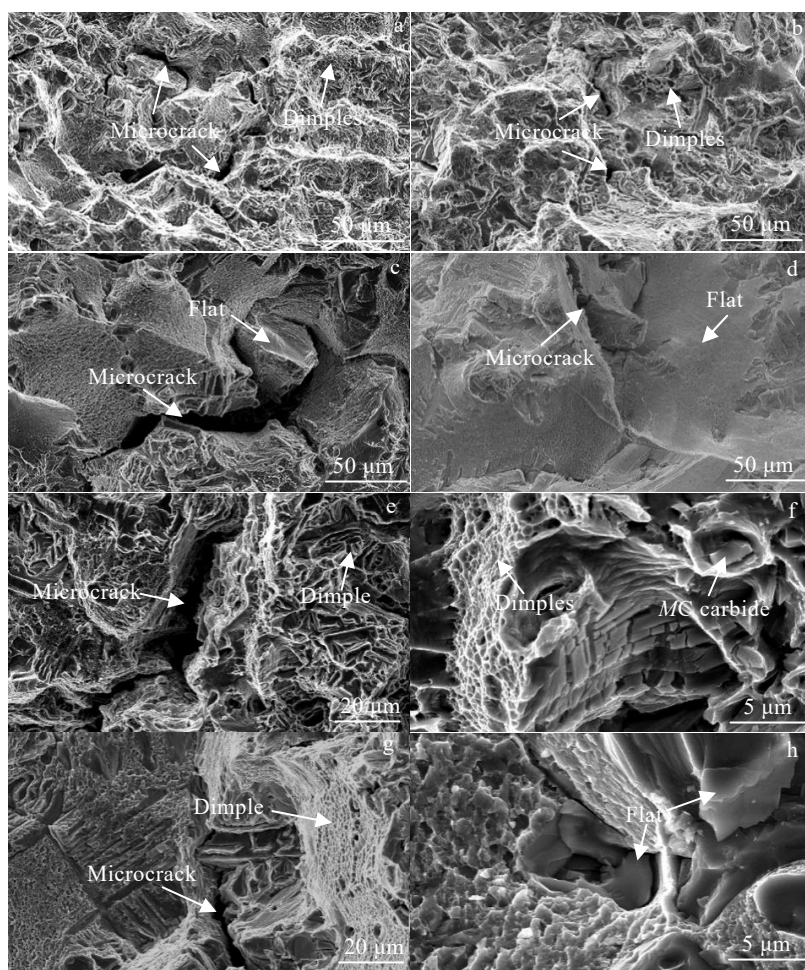


图 7 4 种型壳保温方式浇注的合金试棒室温拉伸断口形貌

Fig.7 Tensile fracture morphologies of alloy samples casted by four shell insulation methods after heat treatment: (a, e, f) sand-filled, (b) without insulation felt, (c, g, h) single-layer insulation felt, and (d) double-layer insulation felt

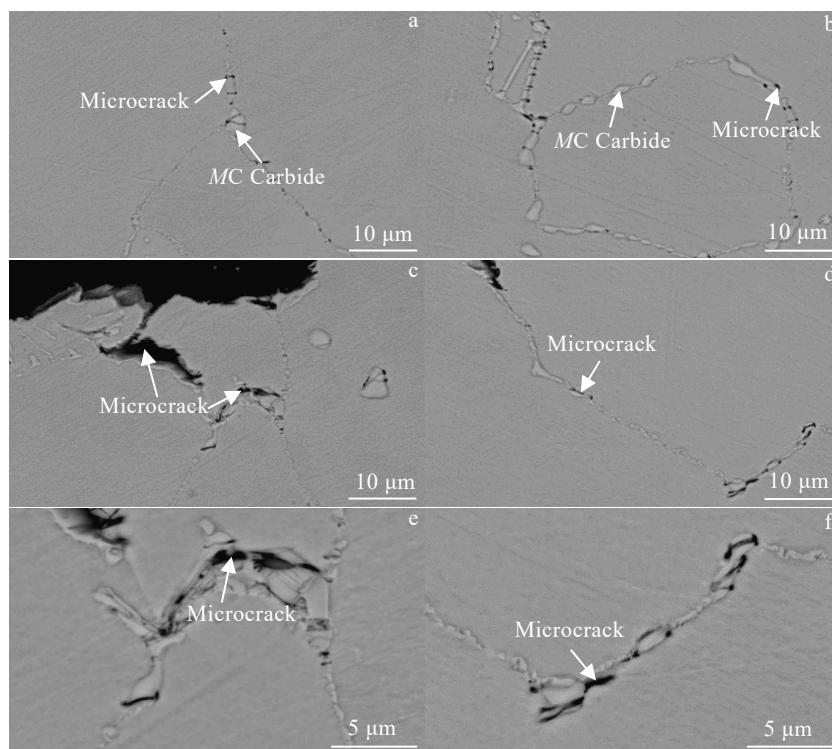


图 8 型壳填砂和试棒不包保温毡浇注的合金室温拉断试样纵剖面 SEM 组织

Fig.8 SEM microstructures of longitudinal section of samples casted by two shell insulation methods after heat treatment: (a, c, e) sand-filled and (b, d, f) without insulation felt

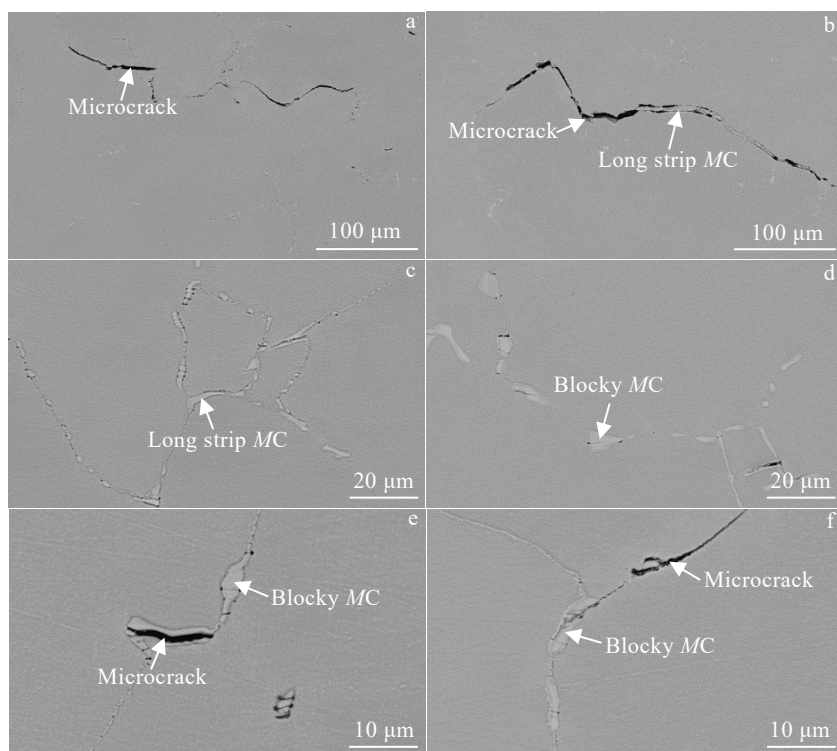


图 9 型壳包单层和包双层保温毡浇注的合金室温拉断试样纵剖面 SEM 组织

Fig.9 SEM microstructures of longitudinal section of samples casted by two shell insulation methods after heat treatment: (a, c, e) single-layer insulation felt and (b, d, f) double-layer insulation felt

## 2.4 纵剖面的 EBSD 分析

图 10 为 4 种不同型壳保温方式浇注的 K4750 合金室温拉断试样纵剖面的 KAM 图 (kernel average misorientation, KAM)、变形与亚结构图 (deformation and substructure map, DSM)。冷却速率对晶粒大小有很大影响, 从而影响合金在变形过程中的受力。KAM 图用于表征残余应变分布情况, 残余应变值从最小到最大由蓝色到红色表示, 通过对比残余应变值可评估应力集中程度。结果显示, 晶界处的应力集中程度普遍高于晶粒内部。填砂合金室温拉伸断口处的残余应变分布比较分散, 断口周围的晶粒以及距离断口较远的晶粒均存在残余应变。与填砂合金相比, 试棒不包

保温钎合金室温拉伸断口处的残余应变分布更倾向于在断口周围, 远离断口的区域残余应变分布逐渐减弱, 如图 10c 所示。包单层合金和包双层合金室温拉伸断口处的残余应变局域化分布更集中, 残余应变基本上全部集中在断口附近, 而远离断口的晶粒基本观察不到残余应变。采用变形分布图进一步分析了 4 种不同型壳保温方式浇注合金试棒的变形行为, 如图 10b、10d、10f、10h 所示, 红色区域代表变形区, 黄色区域代表亚结构区即未变形区, 蓝色区域代表再结晶区。填砂合金室温拉伸后变形区域较大, 断口处和远离断口区域均发生了明显的变形, 表明各个晶粒之间的协调变形能力较强, 有助于提高合金试棒的塑性。而包

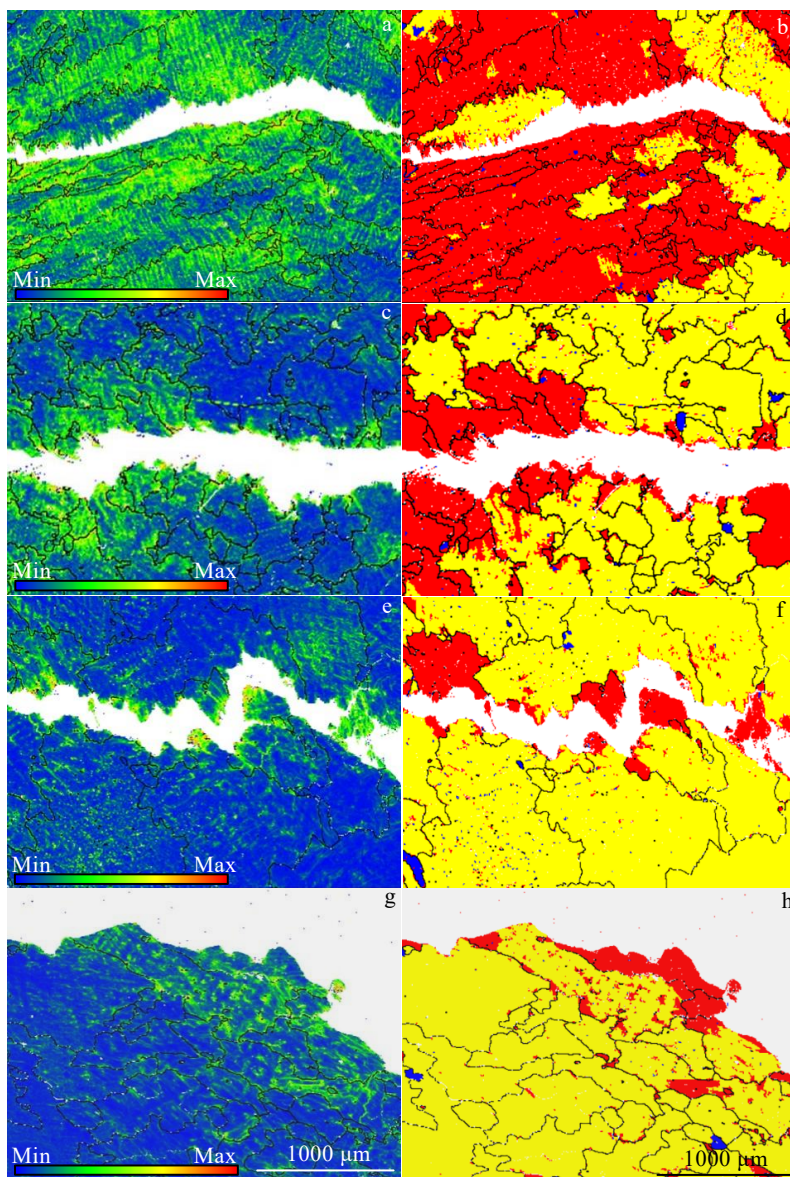


图 10 4 种型壳保温方式浇注的合金室温拉断试样纵剖面 EBSD 照片

Fig.10 EBSD images of longitudinal section of samples casted by four shell insulation methods after heat treatment: (a-b) sand-filled, (c-d) without insulation felt, (e-f) single-layer insulation felt, and (g-h) double-layer insulation felt

单层合金室温拉断后试样的变形区域主要集中在断口附近，拉应力条件下塑性变形较难协同到远离断口的晶粒，表明晶粒之间的协调变形能力较差，因此合金塑性较差。

图 11 为型壳填砂和包单层保温毡浇注的合金在室温拉断后纵剖面高倍 EBSD 照片。高倍 EBSD 图像包括带衬度图 (band contrast map, BCM)、相图 (phase map, PM)、KAM 图、DSM 图。由图 11c、11g 表明

残余应力主要集中在晶界，但晶内的 MC 型碳化物周围也有残余应力集中。填砂合金 (图 11c) 应力集中区域的面积大于包单层合金 (图 11g)，填砂合金 (图 11d) 的变形区域大于包单层合金 (图 11h)。也就是说，与填砂合金相比，包单层合金拉伸过程中在晶界附近的应力集中区域更小，协调变形程度更弱，导致晶界应力集中更严重，形成孔洞和裂纹会相对更容易，因此包单层合金的力学性能更低。

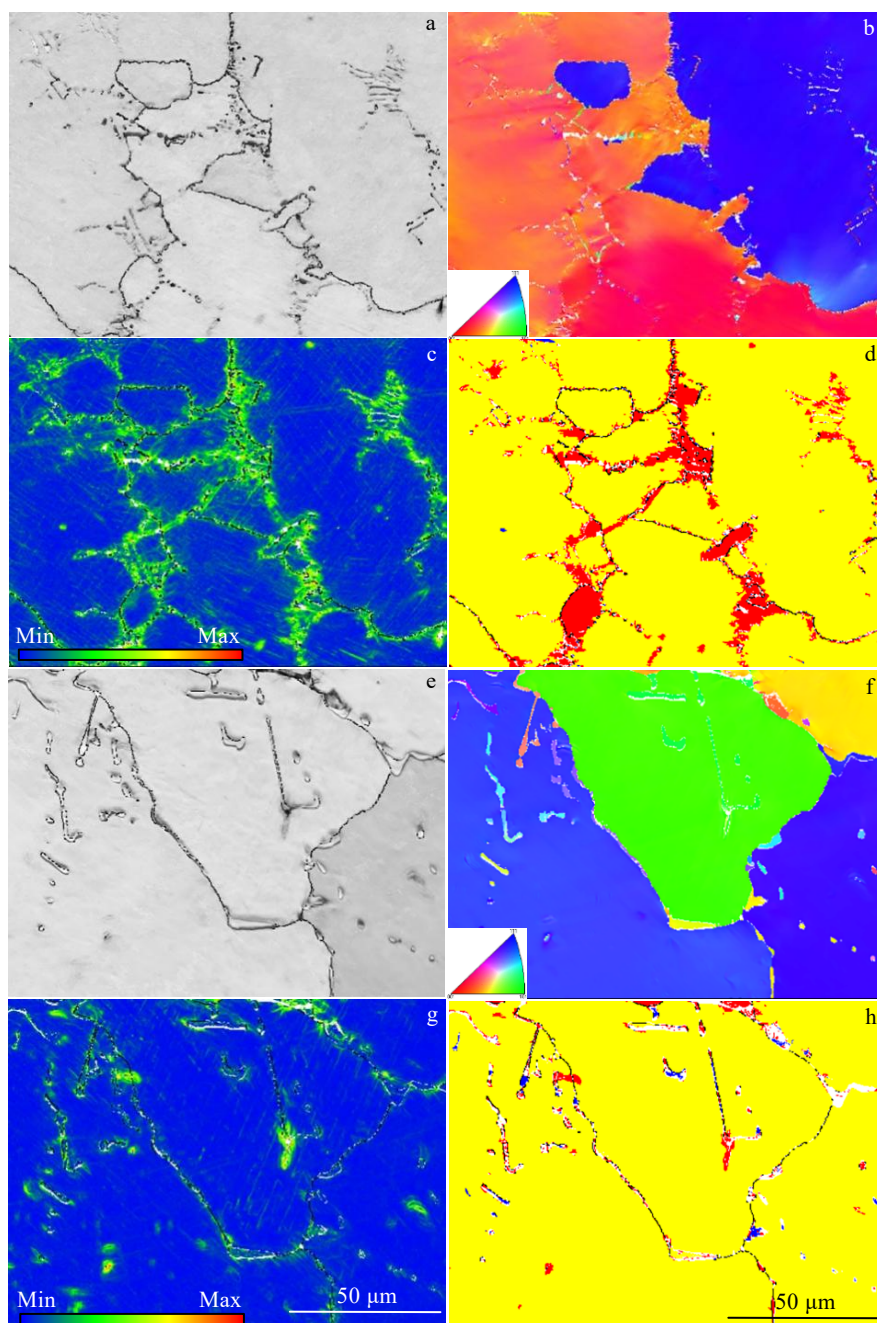


图 11 型壳填砂和包单层保温毡浇注的合金室温拉断试样纵剖面的 EBSD 照片

Fig.11 EBSD images of longitudinal section of samples casted by shell insulation methods after heat treatment: (a-d) sand-filled and (e-h) single-layer insulation felt

### 3 结 论

1) 型壳保温方式对晶粒尺寸、MC 型碳化物形状有显著影响。填砂合金和试棒不包保温钎合金的晶粒尺寸较小, 平均晶粒尺寸分别为 176 和 167  $\mu\text{m}$ , MC 型碳化物主要呈细小块状和短棒状, 而包单层合金和包双层合金的晶粒尺寸较大, 平均晶粒尺寸分别为 325 和 315  $\mu\text{m}$ , MC 型碳化物主要呈大块状和长条状。

2) 填砂合金室温拉伸性能最好, 试棒不包保温钎合金次之, 包单层合金和包双层合金均较差。型壳保温方式由填砂改为包单层保温钎, 合金试棒的室温抗拉强度由 1115 MPa 下降到 950 MPa, 屈服强度由 825 MPa 下降到 792.5 MPa, 延伸率由 6.25% 下降到 2.8%, 断面收缩率由 8.75% 下降到 5.25%, 即室温抗拉强度下降了 14.8%, 延伸率下降了 55.2%。

3) 填砂合金冷却速率较快, 形成的晶粒和 MC 型碳化物尺寸均较小, 拉应力条件下晶粒间协调变形能力较强, 细小块状、短棒状 MC 型碳化物对裂纹的扩展起到了一定的抑制作用, 有助于提高合金的强度和塑性。相反, 包单层合金和包双层合金冷却速率较慢, 形成的大尺寸晶粒在拉应力条件下协调变形能力弱, 而且很多大块状、长条状 MC 型碳化物分布在晶界上, 促进了裂纹的扩展, 使强度和塑性均显著降低。

#### 参考文献 References

- [1] Reed R C. *The Superalloys Fundamentals and Applications* [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 8
- [2] Sims C T, Stoloff N S, Hagel W C. *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*[M]. New Jersey: John Wiley & Sons Press, 1987: 269
- [3] Sun F, Tong J Y, Zhang J X. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 618: 728
- [4] Williams J C, Starke Jr E A. *Acta Materialia*[J], 2003, 51: 5775
- [5] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys* (高温合金材料学)[M]. Beijing: Science Press, 2008: 508
- [6] Ou M Q, Ma Y C, Xing W W *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35: 1270
- [7] Liu Y L, Hou K L, Ou M Q. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2021, 34: 1657
- [8] Xie J L, Ma Y C, Xing W W *et al. Journal of Materials Science*[J], 2019, 54: 3558
- [9] Huang Qian Yao(黄乾尧), Li Hankang(李汉康). *Superalloy*(高温合金)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000: 208
- [10] Kim W T, Cantor B. *Scripta Metallurgica et Materialia*[J], 1990, 24(4): 633
- [11] Nawrocki J, Motyka M, Szeliga D *et al. Journal of Manufacturing Processes*[J], 2020, 49: 153
- [12] Yang K, An T, Bi Z N *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 832: 142459
- [13] Liu K L, Wang J S, Yang Y H *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 883: 160723
- [14] Gao B, Wang R, Sun Y L *et al. Materials*[J], 2019, 12: 1920
- [15] He L Z, Zheng Q, Sun X F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 397: 297
- [16] Kontis P, Collins D M, Wilkinson A J *et al. Scripta Materialia*[J], 2018, 147: 59
- [17] Teng Yujun(腾雨均), Ou Meiqiong(欧美琼), Xing Weiwei(邢伟伟) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(5): 1505
- [18] Zheng Xing(郑行), Hao Xin(郝新), Yan Bin(闫彬) *et al. Journal of Netshape Forming Engineering*(精密成形工程)[J], 2022, 14(1): 141
- [19] Zhang Jun(张军), Jie Ziqi(介子奇), Huang Taiwen(黄太文) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1145
- [20] Yang Jinxia(杨金侠), Sun Yuan(孙元), Jin Tao(金涛) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2014, 50(7): 839
- [21] Ou M Q, Ma Y C, Ge H L *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 735: 193
- [22] Souza N D, Kantor B, Dong H B *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 702: 6
- [23] Ou M Q, Hao X C, Ma Y C *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 732: 107
- [24] Wei C N, Bor H Y, Chang L. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527: 3741

## Effects of Shell Insulation Methods on Microstructure and Mechanical Properties of an Equiaxed Nickel-Based Cast Superalloy

Zhang Maoyuan<sup>1,2,3</sup>, Ou Meiqiong<sup>1,3</sup>, Ran Xing<sup>4</sup>, Hou Kunlei<sup>1,3</sup>, Cao Jian<sup>4</sup>, Ma Yingche<sup>1,3</sup>

(1. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research,  
Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China)

(3. Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research,  
Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(4. Guizhou Anji Aviation Precision Casting Co., Ltd, Anshun 561000, China)

**Abstract:** The effects of cooling rate on microstructure and room temperature tensile properties of equiaxed nickel-based cast superalloy K4750 were studied by designing shell insulation methods. Four types of insulation methods were designed, including sand-filled method, test bars without insulation felt, wrapped single-layer insulation felt and wrapped double-layer insulation felt, and the order of cooling rate at the test bars of the shell is test bars without insulation felt  $\geq$  sand-filled method  $>$  wrapped single-layer insulation felt  $\geq$  wrapped double-layer insulation felt. After standard heat treatment, the test bar with sand-filled shell has the highest room temperature tensile strength (1115 MPa), the test bar without insulation felt has the second highest strength (1095 MPa), and the single-layer insulation felt and the double-layer insulation felt have the worst strengths of 950 and 952.5 MPa, respectively. The microstructures of the alloy were characterized by OM, SEM and EBSD. The results show that the grains of sand-filled method, test bars without insulation felt, single-layer insulation felt and double-layer insulation felt are equiaxed crystals, and the average grain sizes are 176, 167, 325 and 315  $\mu\text{m}$ , respectively. The cooling rate of the sand-filled and test bars without insulation felt alloys is faster, the formation of small equiaxed crystals can more easily coordinate deformation in the stress conditions, and the precipitated MC-type primary carbide is finer and mainly in the form of blocks, which is conducive to inhibit the expansion of microvoids and cracks during deformation, significantly improving the tensile properties of the alloy at room temperature. On the contrary, the cooling rate of the alloys prepared by single-layer insulation felt and double-layer insulation felt is slower, the formed large-size equiaxed crystals are not conducive to the coordinated deformation between the grains, and the precipitation of MC-type primary carbide with large size and long strip shape promotes the emergence and expansion of holes and microcracks, which significantly reduces the strength and plasticity of the alloy at room temperature.

**Key words:** equiaxed crystal; nickel-based superalloy; shell insulation methods; grain size; MC-type primary carbide; tensile properties at room temperature

---

Corresponding author: Ou Meiqiong, Ph. D., Associate Professor, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971986, E-mail: mqou@imr.ac.cn