

高温时效时间对定向凝固 DZ951 镍基高温合金组织和持久性能的影响

夏鹏成^{1,2}, 于金江², 孙晓峰², 管恒荣², 胡壮麒²

(1. 山东科技大学, 山东 青岛 266510)

(2. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 采用光学显微镜和扫描电子显微镜研究了高温时效时间对 DZ951 合金组织及其持久性能的影响。结果表明, 合金在 1130 °C 高温时效时, 碳化物由铸态时的骨架状变成块状, 呈不连续状分布在晶界。随着保温时间的延长, γ' 立方度降低, 尺寸增加。保温 6 h 时, γ' 粗化形貌。合金在 1130 °C 高温时效时, 由于 γ' 部分固溶, 并在随后的冷却过程中析出细小球形 γ' 相, 随着保温时间的增加, 细小 γ' 相的体积分数增多。DZ951 合金在 1100 °C, 60 MPa 的持久寿命随保温时间增加而降低, 延伸率增加。 γ' 粗化形貌对合金持久寿命是不利的。

关键词: 高温合金; 高温时效; 组织; 持久性能

中图分类号: TG132.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2010)01-0069-03

定向凝固 DZ951 镍基高温合金具有高的初熔温度、较低的密度、优异的塑性、韧性、抗冷热疲劳性能、抗氧化和耐腐蚀性能等优点, 成为当前先进的导向叶片材料之一^[1,2]。该合金中主要强化相为 γ' 和碳化物。众所周知, 热处理可以合理整合强化相的数量、形态、尺寸及分布^[3-6], 可获得良好的综合力学性能^[7,8], 进一步发挥合金的潜力。高温合金的热处理包括固溶处理和时效处理。固溶处理的作用是将铸态粗大的 γ' 相颗粒全部或部分固溶, 并最大限度的减少 ($\gamma+\gamma'$) 共晶的含量; 另一作用是减少合金元素的偏析。合金在固溶处理后一般要进行时效处理, 时效处理包括高温时效处理和低温时效处理。合金经高温时效处理后, γ' 的形态和尺寸获得适当的调整, 具有较好的综合力学性能。合金在低温时效时, 从过饱和固溶体中析出更加细小的 γ' 相, 以利提高合金的高温力学性能。关于高温时效对合金组织和性能影响的研究相对较少。本工作研究了高温时效时间对 DZ951 合金组织和持久性能的影响, 为提高 DZ951 合金的力学性能提供依据。

1 实验

实验材料为 DZ951 定向凝固镍基高温合金, 其名义成分为 (质量分数%, 下同) 0.05C、5.0Co、9.0Cr、

6.0Al、2.2Nb、3.0W、3.0Mo、Ni 余量。DZ951 母合金首先在 VZM-25F 型真空感应炉中熔炼, 定向凝固试样采用 HRS 法在 ZGD2 型真空感应炉上制备。使用温度梯度为 60~80 °C/cm, 抽拉速率为 6 mm/min。合金首先进行固溶处理, 固溶温度为 1220 °C, 保温 4 h 空冷。然后进行高温时效处理, 高温时效温度为 1130 °C, 保温时间分别为 4 和 6 h, 然后空冷。合金最后在 870 °C 低温时效 24 h 空冷。直径为 5 mm 标距为 25 mm 的标准持久试样在 F-25 型持久试验机上测试持久性能, 试验温度为 1100 °C, 应力为 60 MPa, 所得到的持久数据为 3 个试样的平均值。采用金相显微镜、扫描电镜观察合金组织。金相试样的蚀刻液为 HCl(20 mL) + CuSO₄(5 g) + H₂O(100 mL)。低倍金相组织用 Leica 光学金相显微镜观察。扫描电镜试样经电解蚀刻后观察 γ' 形貌, 电解液为 HNO₃ (10 mL)+CH₃COOH (20 mL)+H₂O (170 mL), 电解电压为 5 V, 在 JMS-6301F 型场发射电子显微镜上观察 γ' 形貌。

2 结果及分析

铸态 DZ951 合金的碳化物呈骨架状分布在晶界, γ' 为不规则立方形, 尺寸较大, 约为 400 nm。 γ' 相的体积分数约为 58%^[9]。合金经 1130 °C 高温时效保温不同时间的碳化物形貌如图 1 所示。可见, 碳化物由铸

收稿日期: 2009-01-23

通讯作者: 夏鹏成, 男, 1977 年生, 博士, 讲师, 山东科技大学材料科学与工程学院, 山东 青岛 266510, 电话: 0532-80691738, E-mail: xpc328@126.com

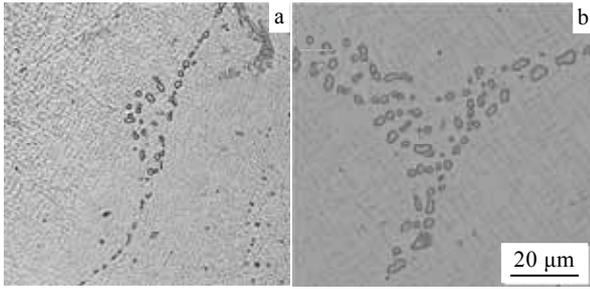


图 1 DZ951 合金在 1130 °C 高温时效不同时间碳化物的形貌
 Fig.1 Carbide morphology of DZ951 alloy during aging treatment at high temperature of 1130 °C for different time: (a) 4 h and (b) 6 h

态时的骨架状变成块状，且呈不连续状分布在晶界。合金保温 6 h 时的碳化物尺寸（图 1b）比保温 4 h 时的（图 1a）大，这是由于合金在 1130 °C 高温时效时，碳化物的长大速度较快。因此，保温时间越长，碳化物的尺寸越大。

DZ951 合金在 1130 °C 高温时效不同时间的 γ' 相形貌如图 2 所示。可见，DZ951 合金经热处理后，出现两种不同形态和尺寸的 γ' 相。高温时效时间为 4 h 时，立方形 γ' 相较规则（图 2a），并析出许多细小球形 γ' 相。当高温时效时间增加到 6 h 时， γ' 尺寸增大，形态也发生变化，可以看到许多 γ' 相定向粗化形筏（图 2b 箭头所示），且析出细小球形 γ' 相的体积分数增多。这是由于合金在 1130 °C 高温时效时，由于时效温度较高，元素扩散速率较大，因此 γ' 相的尺寸随着保温时间的增加而增大。而 γ' 相在不同时效时间形态的变化主要是由弹性应变能和界面能综合作用的结果。当时效温度较低时， γ' 相与基体之间的弹性应变能较小，与基体保持共格关系； γ' 相的形貌主要取决于应变能，

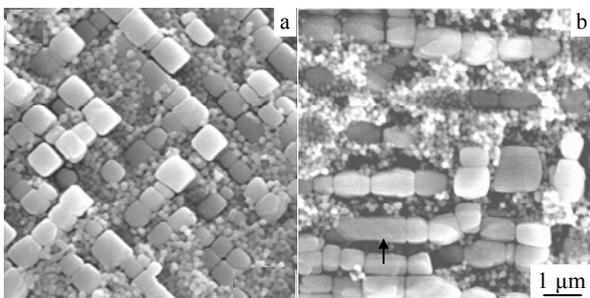


图 2 DZ951 合金在 1130 °C 高温时效不同时间 γ' 相的形貌
 Fig.2 γ' morphology of DZ951 alloy during aging treatment at high temperature of 1130 °C for different time: (a) 4 h and (b) 6 h

γ' 相为立方形时应变能最小，因此 γ' 相为立方形时能够稳定存在。随着 γ' 相尺寸不断增大， γ' 与基体失去共格关系，在两相界面上存在较大的弹性应力场梯度， γ' 相 {100} 晶面中 $\langle 100 \rangle$ 方向具有较低的杨氏模量，因而 $\langle 100 \rangle$ 方向比其它方向具有更大的弹性应力梯度和弹性应变能。所以 $\langle 100 \rangle$ 方向是 γ' 优先长大的方向。 γ' 相一旦在某个 [100] 方向优先长大，其它 [100] 方向就因受长大所需原子扩散距离较大而受到抑制，从而形成筏形组织（图 2b）。 γ' 形筏后，界面能和弹性应变能降低。合金在 1130 °C 高温时效时，由于高温时效温度较高，部分 γ' 固溶于基体，并在随后的冷却过程中析出细小球形 γ' 相。保温时间越长，固溶于基体的 γ' 体积分数增加，并在随后的冷却过程中析出更多的细小 γ' 沉淀。

铸态及其热处理合金在 1100 °C，60 MPa 的持久性能如表 1 所示。可见，高温时效时间为 4 h 时，合金的持久寿命和延伸率得到较大的提高。而当保温时间增加到 6 h 时，持久寿命开始降低，延伸率继续增加。DZ951 合金的力学性能主要取决于 γ' 强化相。 γ' 相的形态、尺寸、体积分数及其分布对合金的性能有较大的影响。铸态合金 γ' 相形态不规则，说明合金在持久变形过程中时，变形也不均匀。合金存在枝晶偏析，元素在基体和 γ' 相中的分布不均匀， γ' 相强度较低，体积分数也少，这些都降低了 γ' 相对合金的强化效果，使合金强度相对较低。合金经热处理后，枝晶偏析程度降低，合金元素在基体和 γ' 相中的分布也更加均匀， γ' 相的体积分数由铸态时的 58% 增加到 68%，合金强度升高，持久寿命增加。高温时效时间为 4 h 时，合金具有两种不同形态和尺寸的 γ' 相，这使合金具有较好的综合力学性能。当高温时效时间增加到 6 h 时，持久寿命下降是由于 γ' 粗化形筏。许多试验结果也表明 γ' 粗化形筏使合金的力学性能降低^[10,11]。而延伸率增加是由于 γ' 相形筏时，基体通道变宽，位错运动空间增大，合金的变形量增加，从而使合金在持久变形时具有较高的延伸率。

表 1 铸态及其热处理合金在 1100 °C，60 MPa 的持久性能

Table 1 Stress rupture property of as-cast and aged DZ951 alloys at 1100 °C，60 MPa

Alloy	Stress rupture life/h	Elongation/%
As-cast alloy	57.9	24.3
Alloy aged for 4 h	90.7	34.1
Alloy aged for 6 h	57.1	44.3

3 结 论

1) 合金在 1130 °C 高温时效时, 碳化物由铸态时的骨架状变成块状, 呈不连续状分布在晶界。

2) 随着高温时效时间的延长, γ' 立方度降低, 尺寸增加。保温 6 h 时, γ' 粗化形貌。合金在 1130 °C 高温时效时, 由于 γ' 相部分固溶, 在随后的冷却过程中析出细小球形 γ' 相, 随着时间增加, 细小 γ' 相的体积分数增多。

3) DZ951 合金在 1100 °C, 60 MPa 的持久寿命随保温时间增加而降低, 延伸率增加。 γ' 粗化形貌对合金持久寿命是不利的。

参考文献 References

[1] Xia Pengcheng(夏鹏成), Yu Jinjiang(于金江), Sun Xiaofeng(孙晓峰) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(5): 779

- [2] Xia P C, Yu J J, Sun X F et al. *Trans Nonferr Met Soc China*[J], 2005, 15(S3): 90
- [3] Balicki E, Raman A A, Mirshams R A. *Metall Mater Trans A*[J], 1997, 28A: 1993
- [4] Vandermolen E H, Oblak J M. *Metall Trans*[J], 1971, 2: 1627
- [5] Malow T, Zhu J W, Wahi R P. *Z Metallkde*[J], 1994, 85: 9
- [6] Barry M, Martin J W. *Z Metallkde*[J], 1981, 72: 538
- [7] Caron P, Khan T. *Mater Sci Eng*[J], 1983, 61: 173
- [8] Cron P, Henderson P J, Kahn T et al. *Scr Metall*[J], 1986, 20: 875
- [9] Xia P C, Yu J J, Sun X F et al. *J Mater Process Tech*[J], 2007, 186: 315
- [10] Zrnik J, Strunz P, Vrchovisky V et al. *Mater Sci Eng*[J], 2004, A387-389: 728
- [11] Tetzlaff V, Mughrabi H. In: Pollock T M, Kissinger R D, Bowman R R eds. *Superalloys 2000*[C]. PA: The Minerals, Metals & Materials Society, 2000: 273

Influence of High-Temperature Aging Time on Microstructure and Stress Rupture Property of Directionally Solidified DZ951 Ni-Based Superalloys

Xia Pengcheng^{1,2}, Yu Jinjiang², Sun Xiaofeng², Guan Hengrong², Hu Zhuangqi²

(1. Shandong University of Science and Technology, Qingdao 266510, China)

(2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: Influence of high-temperature aging time on microstructure and stress rupture property of DZ951 superalloys was investigated by optical microscopy (OM) and scanning electronic microscopy (SEM). The results reveal that carbide changes from skeleton-like of as-cast alloy to block-like and discontinuously distributes in grain boundary when the alloy is aged at 1130 °C. γ' cubicity decreases and the size of γ' phase increases with the elongation of holding time at 1130 °C. γ' coarsens and rafts when the holding time is 6 h. For solid solution of some γ' , fine and spherical γ' phase precipitates during the following cooling process after 1130 °C aging treatment. The volume fraction of fine γ' phase increases with prolonging the holding time. The stress rupture life of DZ951 alloy at 1100 °C/60 MPa reduces and the elongation increases with the prolongation of holding time. Coarsening and rafting of γ' is deleterious to the stress rupture life for alloys.

Key words: superalloy; high-temperature aging; microstructure; stress rupture property

Corresponding author: Xia Pengcheng, Ph. D., Lecturer, School of Materials Science and Engineering, Shandong University of Science and Technology, Qingdao 266510, P. R. China, Tel: 0086-532-80691738, E-mail: xpc328@126.com