

[文章编号] 1004- 0609(2002) 02- 0290- 04

原始组织对高温合金热处理组织和力学性能的影响^①

李金山, 张万明, 寇宏超, 李双明, 张丰收, 胡 锐, 刘 林, 傅恒志

(西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 西安 710072)

[摘 要] 对具有不同枝晶间距的 CMSX-2 单晶高温合金的凝固组织特征及其对热处理组织和持久性能的影响进行了研究。考察了不同温度下不同枝晶间距组织的固溶情况及热处理后的组织均匀性, 测试了持久性能。结果表明: 随着凝固组织的细化, 合金的组织均匀性得到提高, 从而有效提高了合金的固溶温度, 增大了热处理均匀化效果; CMSX-2 合金铸态超细组织单晶的持久寿命是粗枝晶单晶的 1.45 倍, 热处理态超细枝晶单晶的持久寿命是粗枝晶单晶的 1.85 倍。单晶高温合金组织超细化是显著提高合金高温力学性能的有效手段。

[关键词] 单晶高温合金; 定向凝固; 持久性能; 热处理组织; 组织细化

[中图分类号] TG 113

[文献标识码] A

随着凝固理论和凝固技术的进步, 对大温度梯度下高温合金快速定向凝固的研究越来越受到人们的重视。最近对单晶高温合金的相关研究取得了令人欣喜的进展, 杜炜等^[1~7]利用高梯度定向凝固设备, 对 CMSX-2 单晶高温合金定向凝固界面形态及凝固组织特征进行了研究, 显示超细枝晶单晶的组织性能表现极为突出。本文作者在前期工作^[1~7]的基础上, 对高梯度和超高梯度条件下获取的 CMSX-2 单晶合金粗枝晶、细枝晶以及超细枝晶的热处理组织特征以及相应的持久性能进行研究和分析。

1 实验方法

采用的 CMSX-2 单晶高温合金的成分如表 1 所示, 定向凝固过程以及凝固组织的检测分析方法与前期研究工作^[3~5]相同。持久性能测试在 1 050 ℃, 160 MPa 条件下进行。试样的测试段尺寸为 $d3\text{ mm} \times 15\text{ mm}$, 轴向为 [001] 方向, 组织状态分为铸态和

表 1 CMSX-2 高温合金的化学成分(质量分数, %)

Table 1 Composition of CMSX-2 superalloy in experiment (mass fraction, %)

Cr	W	Co	Mo	Al	Ti	Ta	Ni
8.0	8.0	4.8	0.6	5.6	1.0	6.0	Bal.

热处理态两种, 热处理规范为 1 315 ℃/4 h, A. C. + 1 080 ℃/4 h, A. C. + 870 ℃/20 h, A. C.。

2 结果与分析

2.1 组织细化对固溶温度的影响

高温合金的固溶温度除了受合金成分的影响外, 还受到凝固组织中元素的偏析程度以及共晶含量、共晶尺寸、共晶形态等因素的影响。对于我们所研究的 CMSX-2 合金, 由于组织细化对凝固组织上述因素的变化产生了显著作用^[1~7], 所以我们考察了合金 3 种典型凝固组织, 即粗枝晶组织($\lambda_1 = 250\text{ }\mu\text{m}$)、细枝晶组织($\lambda_1 = 80\text{ }\mu\text{m}$)以及超细枝晶组织($\lambda_1 = 35\text{ }\mu\text{m}$)(原始定向凝固组织见图 1), 在不同温度固溶时的初熔情况。

合金的差热分析结果表明, CMSX-2 高温合金的固相线温度为 1 325 ℃, 而文献[8]推荐的固溶温度为 1 315 ℃, 所以为了考察凝固组织细化对固溶温度的影响, 共采用了 1 280, 1 315 及 1 330 ℃ 3 种温度进行实验, 结果如表 2 所示。

在 1 280 和 1 315 ℃固溶时, 合金的 3 种凝固组织均没有发生初熔, 但在 1 330 ℃固溶时, 粗枝晶和细枝晶凝固组织发生了初熔, 而超细枝晶凝固组织则没有, 说明合金凝固组织的超细化可以有效提高固溶温度, 从而有利于提高固溶处理效果。

偏析程度的增加以及由此产生的低熔点共晶体的增多都会明显降低合金的初熔温度。因此, 随着

① [基金项目] 陕西省自然科学基金资助项目(2000CS0404)

[作者简介] 李金山(1965-), 男, 副教授, 博士。

[收稿日期] 2001- 11- 04; [修订日期] 2001- 12- 26

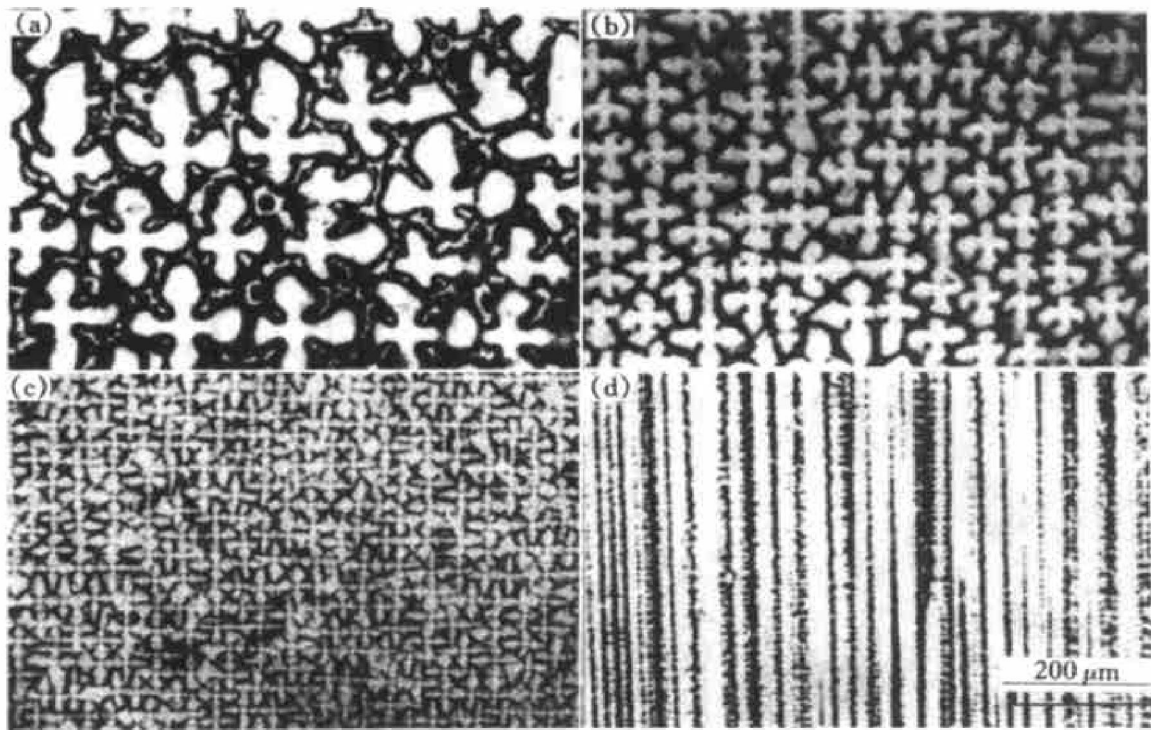


图 1 原始定向凝固组织

Fig. 1 Primary directional solidified structures

(a) —Coarse dendrite; (b) —Fine dendrite; (c) —Superfine dendrite; (d) —Superfine dendrite(L)

表 2 不同固溶温度下的初熔测试结果

Table 2 Result of melt test in single crystals with different PDAS at different solution temperatures

Experiment condition	$\lambda_1=250\text{ }\mu\text{m}$	$\lambda_1=80\text{ }\mu\text{m}$	$\lambda_1=35\text{ }\mu\text{m}$
1 280 °C for 1 h	×	×	×
1 315 °C for 1 h	×	×	×
1 330 °C for 1 h	√	√	√

√ —Start melting; × —Not melting

枝晶组织的显著细化,合金中的偏析程度减小,共晶含量降低,尺寸减小,形态向近基体形貌转变^[3~7],这些因素构成了凝固组织超细化可以有效提高合金固溶温度的内在原因。

2.2 热处理组织的均匀性

为了考察 CMSX-2 单晶合金组织超细化对热处理组织均匀性的影响,我们仍然采用前述的 3 种典型凝固组织进行固溶及时效处理实验研究。因文献[8]提供的标准热处理规范是 1 315 °C/3~4 h+1 080 °C/4 h+870 °C/20 h,所以本实验中采用了与此相同的时效处理制度,同时为了研究不同温度的固溶效果,固溶处理依然选择了 1 280, 1 315 及 1 330 °C 3 个温度,考虑到本研究中使用的试样较小,固溶时间只持续 1 h。

CMSX-2 合金经过热处理后,我们将实验分析获得的热处理组织特征归纳于表 3。可以看出,经过 1 280 °C 固溶处理后,合金 3 种典型凝固组织中的偏析仍然存在,共晶组织没有消除,枝晶间和枝晶干区域的 χ' 相经固溶和时效析出后尺寸还不均匀。说明在这一温度固溶处理的效果并不理想。

当合金经 1 315 °C 固溶处理后,3 种凝固组织中的元素偏析已不明显;共晶组织含量减少,在超细凝固组织中共晶已不存在;经固溶时效后,在细枝晶和超细枝晶合金热处理组织中,枝晶间和枝晶干区域的 γ' 相尺寸趋于均匀,粗枝晶合金中的均匀程度稍低一些,但都在 0.5 μm 左右, γ' 相形貌也趋于规则化。这些特点说明无论是粗枝晶组织还是超细枝晶组织,经过 1 315 °C 固溶及后续时效处理后基本实现了组织的均匀化。

当合金在更高的 1 330 °C 下进行固溶处理,共晶组织的消除程度得到提高,超细枝晶组织中的偏析基本上消除,只是时效后超细枝晶合金中的 γ' 相尺寸有所减小。虽然在这一温度固溶处理后细枝晶和超细枝晶单晶组织的均匀性有进一步提高。但是上一节的研究结果说明,该温度下粗枝晶和细枝晶凝固组织会发生初熔,因此对于需进行持久性能测试的热处理单晶,选择了 1 315 °C/1 h+1 080 °C/4 h+870 °C/20 h 的热处理规范。

值得强调的是, CMSX-2 单晶合金超细枝晶组

表 3 粗枝晶、细枝晶和超细单晶的热处理组织特征

Table 3 Characteristics of heat-treated structures in coarse dendrite, fine dendrite and superfine dendrite single crystals

Heat-treated condition	Structures	$\lambda_1 = 250 \mu\text{m}$	$\lambda_1 = 80 \mu\text{m}$	$\lambda_1 = 35 \mu\text{m}$
1 280 °C/1 h, A. C. + 1 080 °C/4 h, A. C. + 870 °C/20 h, A. C.	Segregation ¹	Obvious	Obvious	Obvious
	γ' size ²	Not even	Not even	Not even
	Eutectic ³	Existence and more	Existence	Existence
1 315 °C/1 h, A. C. + 1 080 °C/4 h, A. C. + 870 °C/20 h, A. C.	Segregation ¹	Existence	Existence	Existence
	γ' size ²	Almost even, 0.5 μm	Even, 0.5 μm	Even, 0.5 μm
	Eutectic ³	Existence	Existence and few	Nonexistence
1 330 °C/1 h, A. C. + 1 080 °C/4 h, A. C. + 870 °C/20 h, A. C.	Segregation ¹	Not obvious	Not obvious	Nonexistence
	γ' size ²	Almost even, 0.5 μm	Even, 0.5 μm	Even, 0.45 μm
	Eutectic ³	Existence	Nonexistence	Nonexistence

1. "Obvious": dendrite can be seen clearly on OM; "Not obvious": dendrite can be seen faintly on OM; "Existence": dendrite can be seen on OM.

2. "Even" refer as the comparison of γ' sizes between dendrite core and inter-dendrite area.

3. "Existence and more": eutectic can be often found on OM; "Existence": eutectic can not be often found on OM; "Existence and few": eutectic can be found seldom on OM only.

织在上述任何一种热处理条件下获得的组织均匀性都比粗枝晶组织和细枝晶组织高。凝固组织特征的研究表明, 单晶凝固组织超细化有效地降低了合金中的元素偏析以及共晶组织含量, 减小了共晶尺寸并显著改善了共晶组织形态, 从而扩大了热处理窗口并极大地提高了热处理效果, 因此更易于获得均匀化的服役组织, 为提高合金的高温力学性能提供有利的组织基础^[9~11]。

2.3 合金的持久性能

图 2 给出了 CMSX-2 合金在 160 MPa, 1 050 °C 测试条件下的持久性能随定向凝固冷却速率的变化关系。可见随着冷却速率的增大, 也就是随合金枝晶组织的细化, 铸态和热处理态合金的持久寿命显

著提高。铸态下, 合金超细组织单晶的持久寿命是粗枝晶组织单晶的 1.45 倍; 热处理状态下, 超细枝晶单晶的持久寿命是粗枝晶单晶的 1.85 倍。这一实验结果充分说明, 单晶高温合金组织超细化是显著提高合金高温力学性能的有效手段。

热处理态单晶的持久寿命高于铸态单晶, 其原因在于, 热处理后单晶组织中的偏析程度降低, 共晶含量和尺寸减小, 枝晶间和枝晶干上 γ' 相的大小和分布更加均匀^[3~5]。特别是随着冷却速率的增加, 热处理后的组织均匀化程度改善得越发显著, 因此单晶的持久寿命随冷却速率增大而增加的趋势比铸态单晶更明显, 说明组织细化增强了热处理对性能的改善作用。

3 结论

1) CMSX-2 合金凝固组织超细化可以显著提高合金的固溶温度, 增大热处理窗口。同时凝固组织超细化还明显提高了热处理效果, 更易于获得均匀完善的热处理组织。

2) CMSX-2 合金铸态超细组织单晶的持久寿命是粗枝晶单晶的 1.45 倍; 热处理态超细枝晶单晶的持久寿命是粗枝晶单晶的 1.85 倍。说明单晶高温合金组织超细化是显著提高合金高温力学性能的有效手段。

3) 随组织细化热处理单晶的持久寿命增加的趋势比铸态单晶更明显, 说明组织细化增强了热处理对性能的改善作用。

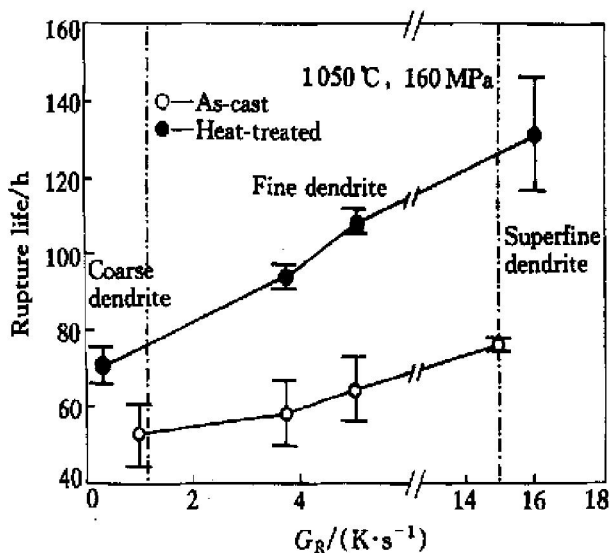


图 2 铸态及热处理态 CMSX-2 单晶合金的持久性能

Fig. 2 Rupture properties of as-cast and heat-treated CMSX-2 single crystal superalloys

[REFERENCES]

[1] GUO Xi-ping, FU Heng-zhi, SUN Jia-hua. Influence of

- solid/liquid interfaces on the microstructure and stress-rupture life of the single-crystal nickel-base superalloy NASAIR 100 [J]. Metall Trans, 1997, 28A: 997–1009.
- [2] 刘忠元, 李建国, 史正兴, 等. 凝固速率对 DZ22 合金力学性能和组织的影响 [J]. 材料工程, 1995(6): 15–18.
- LIU Zhong-yuan, LI Jian-guo, SHI Zheng-xing, et al. The effect of solidification rate on mechanical properties and microstructure of directionally solidified superalloy DZ22 [J]. J Mater Eng, 1995(6): 15–18.
- [3] DU Wei, LI Jian-guo, FU Heng-zhi. 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.
- [4] DU W, LI J S, LI J G, et al. Dendrite refining and eutectic transformation behavior of nickel-base single crystal superalloy [J]. Chinese Journal of Aeronautics, 1998, 11(1): 61–65.
- [5] 杜 炜, 魏朋义, 李建国, 等. 中速条件下单晶高温合金组织及偏析研究 [J]. 金属学报, 1998, 34: 356–361.
- DU Wei, WEI Peng-yi, LI Jian-guo, et al. Microstructure microsegregation of Ni-base single crystal superalloy solidified at medium cooling rate [J]. Acta Metallurgica Sinica, 1998, 34: 356–361.
- [6] 杜 炜, 魏朋义, 李建国, 等. 镍基单晶高温合金 DD2 梯度定向凝固行为 [J]. 航空材料学报, 1997, 17(2): 1–5.
- DU Wei, WEI Peng-yi, LI Jian-guo, et al. Gradient directional solidification behavior of Ni-base single crystal superalloy DD2 [J]. Journal of Aeronautical Materials, 1997, 17(2): 1–5.
- [7] 杜 炜, 魏朋义, 李建国, 等. 镍基单晶高温合金亚结构和偏析研究 [J]. 西北工业大学学报, 1998, 16(3): 364–367.
- DU Wei, WEI Peng-yi, LI Jian-guo, et al. Superfine dendrite and microsegregation of Ni-base single crystal superalloy [J]. Northwestern Polytech University, 1998, 16(3): 364–367.
- [8] Harris K E, Khan T. High Temperature Alloys for Gas Turbine and Other Application [M]. Holland: Reidel D Publishing Company, 1986. 21–28.
- [9] Rickson G L, Schewer R E. High Temperature Alloys for Gas Turbine and other Application [M]. Holland: D Reider Publishing Company, 1986. 709–721.
- [10] CHU S J, LI J G, LIU Z Y, et al. On morphologies, microsegregation and mechanical behavior of directionally solidified cobalt-base superalloy at medium cooling rate [J]. Metal Trans A, 1994, 25: 637–641.
- [11] FU H Z, LI J G, MAO X M, et al. Superfine columnar crystals and the forming mechanism [A]. Proceeding of the First Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing [C]. USA: The Minerals, Metals and Materials Society, 1992. 157–162.

Effect of structure refining on heat-treated structures and mechanical properties in single crystal superalloy

LI Jin-shan, ZHANG Wan-ming, KOU Hong-chao, LI Shuang-ming,
ZHANG Feng-shou, HU Rui, LIU Lin, FU Heng-zhi

(State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University,
Xi'an 710072, China)

[Abstract] The effect of solidified structure characteristics on heat-treated structures and rupture properties was studied in CMSX-2 single crystals with different arm spacing. The results show that, refining of solidified structures enhances the uniform degree of alloy structures, then improves the starting melting temperature of superalloy during solution treatment efficiently. In addition, structure refining can improve effect of heat treatment on rupture properties. The positive effect of superfine of solidified structures on mechanical properties of CMSX-2 superalloy is affirmed sufficiently by the experiment result in which the rupture lives of superfine dendrite single crystals are about 1.45 and 1.85 times those of the coarse dendrite single crystals respectively, in as-cast and heat-treatment condition.

[Key words] single crystal superalloy; directional solidification; rupture properties; heat-treated structure; structure refining

(编辑 袁赛前)