

高梯度快速定向凝固下 DZ22高温合金 的显微偏析^①

顾林喻
(西安工业学院42号信箱, 西安 710032)

刘忠元 史正兴
(西北工业大学, 西安 710072)

摘 要 利用超高梯度快速定向凝固装置, 对 DZ22合金在快速定向凝固下的枝晶组织和显微偏析进行了研究。实验结果表明: 快速定向凝固的一次枝晶间距和二次枝晶间距及冷却速率随凝固速率变化有一极值。在凝固速率 $815\mu\text{m/s}$ 时, 枝晶间距(λ_1, λ_2) 为最小, 而冷却速率为最大。各元素显微偏析程度随冷却速率增大而减小。除 Hf 元素外, 在最大冷却速率 54°C/s ($R = 815\mu\text{m/s}$) 时, 其余元素的偏析比均趋于1。

关键词 高温合金 定向凝固 显微偏析

在航空发动机叶片生产中, 由于采用了定向凝固技术, 很大程度上消除了与叶片主应力轴垂直的横向晶界, 使高温合金的高温性能得到大幅度的提高^[1, 2]。但普通工业用定向凝固技术, 在凝固过程中温度梯度低、凝固速率小, 导致铸件枝晶组织粗大, 微观偏析严重, 从而限制了合金高温力学性能的进一步提高。另一方面, 随着镍基高温合金的进一步发展, 合金化程度不断提高, 合金元素在凝固过程中的偏析日趋严重, 从而会引起高温合金的组织稳定性降低, 阻碍合金的进一步发展。

DZ22合金是一种新型高温合金, 具有很好的高温性能, 但 DZ22合金的合金元素种类多、含量高, 元素偏析现象比较严重。因此,

掌握合金元素的凝固偏析规律, 在高梯度快速凝固条件下, 探索 DZ22合金中减少偏析的有力措施, 对进一步提高合金的力学性能和高温性能均有重要的实际意义。

1 实验方法

试验用材料为 DZ22母合金, 其化学成分如表1所示。

试验采用 ZMLMC 超高梯度快速定向凝固装置(图1)。热源为高频感应线圈, 加热采用区域熔化, 由水冷 Ga-In-Sn 液态金属进行冷却。试验时, 温度梯度最大为 $1\,312^\circ\text{C/cm}$, 试样抽拉速度为 $2\sim 2\,000\mu\text{m/s}$ 。试样由 DZ22

表1 DZ22母合金的化学成分

元素	C	Cr	Co	W	Al	Ti	Nb	Hf	B
/ %	0. 12 ~ 0. 16	8. 00 ~ 10. 00	9. 00 ~ 11. 00	11. 50 ~ 12. 50	4. 75 ~ 5. 25	1. 75 ~ 2. 25	0. 75 ~ 1. 25	1. 00 ~ 2. 00	0. 01 ~ 0. 02
元素	Zr	Fe	Cu	Si	Mn	S	P	Pb	Ni
/ %	< 0. 10	< 0. 35	< 0. 10	< 0. 20	< 0. 20	< 0. 015	< 0. 000 5	< 0. 000 05	余

① ① 收稿日期: 1995- 04- 03; 修回日期: 1995- 07- 18

晶间距 λ_1 、 λ_2 随凝固速率的增加而缓慢减小。直到凝固速率达到 $815\mu\text{m/s}$ 时, λ_1 、 λ_2 均达到最小值。以后, 随着凝固速率的进一步增加, 一次枝晶间距 λ_1 和二次枝晶间距 λ_2 反而增大。

冷却速率- 温度梯度和凝固速率的乘积 ($G \cdot R$), 与一次、二次枝晶间距也存在相应的关系。当冷却速率较小时, 枝晶间距较大。随

图1 高梯度定向凝固装置原理图

- 1—热电偶; 2—试样架; 3—试件;
- 4—熔区; 5—绝缘板; 6—液态金属;
- 7—进水口; 8—刚玉管; 9—感应圈;
- 10—出水口; 11—冷却水; 12—抽拉系统

母合金在真空感应电炉中重熔并浇注成 $d7\text{mm} \times 90\text{mm}$ 的圆柱试样。试样经加工去氧化皮后, 放入外套石墨管的 $d6.9\text{mm} \times 100\text{mm}$ 的刚玉管内进行定向凝固试验。试验后, 由 EPM—810型电子探针对不同凝固速率下的枝晶组织、枝晶间和枝晶干上元素的偏析程度进行检测。

2 试验结果

2.1 快速定向凝固条件下的枝晶组织

图2是一组在不同凝固速率下得到的定向枝晶组织金相照片。从这些照片中可以清楚地显示出组织随凝固速率的变化情况。不同凝固速率下, 定向枝晶组织中的一次枝晶间距、二次枝晶间距被测定, 其结果如表2所示。

从图2和表2中可以看出, 在较低的凝固速率下, 一次枝晶间距和二次枝晶间距较大。随凝固速率增加, 枝晶组织发生变化, 其间距明显减小。但当凝固速率增加到一定值以后, 枝

图2 不同凝固速率下试样定向凝固的枝晶组织金相照片($\times 200$)
(a) — $R= 536\mu\text{m/s}$; (b) — $R= 815\mu\text{m/s}$;
(c) — $R= 1034\mu\text{m/s}$

表2 一次枝晶间距、二次枝晶间距
与凝固速率和冷却速率的关系

R / $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$	λ_1 / μm	λ_2	G_L / $^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^{-1}$	$G_L\cdot R$ / $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$
108	76.5	27.6	1264	13.7
243	67.8	16.6	1143	27.8
396	69.05	16.6	1143	27.8
396	69.05	16.7	1005	39.8
536	53.3	15.4	879	47.1
625	54.7	13.5	799	49.9
705	45.7	11.2	727	51.2
815	28.8	8.4	628	54.0
1034	45.7	12.4	431	44.6

冷却速率的增加,枝晶间距减小。

2.2 快速定向凝固条件下的显微偏析

由于溶质重新分布而引起的显微偏析,在树枝状凝固时,导致晶内偏析的产生,即枝晶干和枝晶间溶质浓度的不同。不同溶质元素在枝晶干和枝晶间存在着浓度梯度^[3]。浓度差别大小反应了溶质元素偏析的程度。利用电子探针针对不同凝固速率的试样,分别测定了各元素枝晶干和枝晶间的含量。利用枝晶间平均溶质浓度与枝晶干平均溶质浓度的比值—偏析比 S_R ,来表示微观偏析程度。

图3为各元素的偏析比与凝固速率的关系。从图中可以看出: Ni、Ti、Al、Cr、Hf 等元素在晶间的浓度要高于晶干的浓度($S_R > 1$),为正偏析。其偏析程度由大到小排列为 Hf、Nb、Ti、Al、Cr,而 W、Co 两元素在晶间的浓度要小于晶干的浓度,为负偏析, W 偏析的程度大于 Co。元素偏析程度随凝固速率的增加而减小,在 $R = 815 \mu\text{m/s}$ 时达到极小值,随后又随凝固速率的增加而增大。

在凝固过程中,凝固速率和液—固界面前沿的温度梯度是影响试样组织的两个最重要因素。而在不同凝固速率下,温度梯度也不同,所以由冷却速率($G \cdot R$)来讨论枝晶组织及显微偏析更有实际意义^[4]。

通过表2与图3的对照,我们可以看出,随冷却速率的增大,偏析程度减轻。除 Hf 元素外,在冷却速率为 54°C/s ($R = 815 \mu\text{m/s}$)时,各元素的偏析比均趋于1,即趋于无偏析。而

Hf 是一个极为强烈的正偏析元素,即使在最大冷却速率下,仍有很高的偏析比($S_R = 1.877$)。

图3 不同凝固条件与偏析比的关系

3 分析及讨论

由于区域熔化定向凝固条件下的试样熔区区间很窄,所以,凝固速度对温度梯度有很大的影响。即使熔区温度不变,温度梯度也随凝固速率的增大而大幅度减少(表2)。当凝固速率较小时,随着凝固速率的增大,冷却速率在不断增加,故枝晶间距也随之不断减小。但当凝固速率大于 $815 \mu\text{m/s}$ 时,由于温度梯度的减小,冷却速率反而随凝固速率增大而减小,由此造成枝晶间距重新粗化,使间距和冷却速率在凝固速率 $815 \mu\text{m/s}$ 时均有一极值。

凝固过程中,当温度一定时,成分偏析的程度主要取决于固溶体中的扩散所产生的均匀化效果。而扩散的均匀化效果又决定于扩散时间和扩散距离这两个因素。因此,冷却速率对显微偏析程度的影响可分为三个阶段^[5]。

第一阶段,溶质元素在固溶体中的扩散时间起主导作用,随冷却速率增大,虽然使枝晶间距减小,扩散距离缩短,但由于元素在固溶体中的扩散时间短,降低了扩散均匀化的效

果, 使显微偏析程度增大。

第二阶段, 由于冷却速率不断增大, 使枝晶间距不断减小, 将扩散距离缩短变成了影响显微偏析的主导因素。这样, 随冷却速率的增大, 显微偏析程度反而减小。

第三阶段, 当冷却速率进一步增大, 固液界面前进的速度很快, 局部凝固时间很短, 界面前沿附近熔体中富集的溶质原子还没有来得及完全扩散到远处的熔体中去就已经被高速移动的界面“掩埋”、“捕获”而凝固, 这使得界面附近固相的实际浓度升高, 相应界面附近熔体浓度降低, 显微偏析程度明显减小。随着冷却速率的增加, 偏析程度越来越小, 当固液界面移动速度大于溶质扩散的速度时, 就出现了溶质的完全陷落现象——无偏析凝固。

很明显, 试验所在的冷却速率范围, 正好处于第二阶段。所以, 随着冷却速率的增大, 各元素的偏析越来越小, 在冷却速率最大时, 偏析最小。

参考文献

- 1 Trivedi R, Magnin P, Kurz W. Acta Metall, 1987, 35: 971.
- 2 刘忠元, 杨爱民等. 材料科学进展, 1992, 24: 481.
- 3 邱一鸣, 朱耀霄. 金属学报, 1989, 25: A 78.
- 4 Sarreal J A, Abbaschian G J. Metallurgical Transactions, 1986, 17: 2063.
- 5 程天一, 章守华. 快速凝固技术与新型合金. 北京: 宇航出版社, 1990.

MICROSEGREGATION OF DZ22 SUPERALLOY UNDER UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION WITH HIGH TEMPERATURE GRADIENT AND RAPID GROWTH RATE

Gu Linyu

Box 42, Xi'an Institute of Technology, Xi'an 710032

Liu Zhongyuan, Shi Zhengxing

Northwest Polytechnic University, Xi'an 710072

ABSTRACT Using an unidirectional solidification device which offers the super-high temperature gradient and the rapid growth rate of solidification, the dendritic structures and the dendritic segregation of DZ22 superalloy were investigated under the rapid unidirectional solidification. Experimental results showed that the first dendritic arm space, the second dendritic arm space and the cooling rate all had an extreme value respectively with solidifying rate increasing under the rapid unidirectional solidification. At solidifying rate $815 \mu\text{m/s}$, two kinds of dendritic arm space were minimum but the cooling rate was maximum. The microsegregation of each element decreased with increasing cooling rate. The segregation ratios of the elements all tended to 1 at maximum cooling rate except element Hf.

Key words superalloy unidirectional solidification microsegregation

(编辑 何学锋)