

## 950 °C 长期时效对 Ni<sub>3</sub>Al 基合金 IC6 的组织及力学性能的影响\*

宋尽霞 肖程波 李树索 韩雅芳

(北京航空材料研究院, 北京 100095)

**摘要** 利用扫描电镜 (SEM)、能谱 (EDS)、透射电镜 (TEM) 等分析手段研究了 IC6 合金 950 °C 长期时效 500, 1000, 1500, 2000 h 后的显微组织和力学性能。结果表明, 在 950 °C 时效 10 h 后,  $\gamma$  相已发生转变, 析出了细小的棒状 Y-NiMo 相; 时效 50 h 后, 析出了针状 Y-NiMo 相; 时效 1000 h 前, Y-NiMo 相的数量和尺寸随时效时间延长而显著增加; 继续时效至 1500 h, Y-NiMo 相的数量和尺寸均没有明显变化; 时效 2000 h 后, Y-NiMo 相数量减少。合金中的硼化物在时效过程中没有变化。高温时效 500 h 后, IC6 合金的室温屈服强度和延伸率明显下降, 但继续时效却几乎保持不变, 室温抗拉强度在时效前后没有明显变化。合金的 1100 °C、90 MPa 高温持久寿命在时效 1000 h 前随时效时间延长而降低; 时效 2000 h 后, 由于 Y-NiMo 相向  $\gamma$  相转变而使持久寿命明显提高。

**关键词** Ni<sub>3</sub>Al, 长期时效, 显微组织, 力学性能

**中图分类号** TG156.92

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2002)03-0250-05

## EFFECT OF LONG TERM AGING ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Ni<sub>3</sub>Al BASE ALLOY IC6

SONG Jinxia, XIAO Chengbo, LI Shusuo, HAN Yafang

Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095

Correspondent: SONG Jinxia, Tel: (010)62456622-5014, Fax: (010)62456212,

E-mail: song\_jinxia@hotmail.com

Supported by Defence Committee of Science and Technology (No.Z0500E003)

Manuscript received 2001-12-06

**ABSTRACT** The effect of long term aging at 950 °C for 500, 1000, 1500 and 2000 h on the microstructure and mechanical properties of alloy IC6 was investigated. The results showed that some fine rod-like Y-NiMo phases precipitated from  $\gamma$ -phase in the beginning 10 h, and some needle like Y-NiMo phases precipitated after aging for 50 h. The amount and size of Y-NiMo phases increased obviously with the increment of aging time up to 1000 h, and had almost no change when continued aging to 1500 h, while decreased slightly after aging for 2000 h. The borides in alloy IC6 had no change during aging. The yield strength and elongation of alloy IC6 at room temperature decreased obviously after aging for 500 h and however, had almost no change during further aging. The ultimate tensile strength at room temperature of alloy IC6 had no obvious change during aging. The stress rupture life under 1100 °C, 90 MPa of alloy IC6 decreased with aging time up to 1000 h and increased obviously after aging for 2000 h due to the transformation of Y-NiMo phase to  $\gamma$ -phase.

**KEY WORDS** Ni<sub>3</sub>Al, long term aging, microstructure, mechanical property

IC6 合金是北京航空材料研究院研制成功的一种定向凝固 Ni<sub>3</sub>Al 基合金, 是 950—1100 °C 范围内工作的燃气涡轮发动机导向叶片较为理想的材料<sup>[1]</sup>。IC6 合金具

有高温力学性能优越、初熔温度高 (1310—1320 °C)、密度低 (7.9 g/cm<sup>3</sup>)、成分简单、成本低廉等优点, 因而深受设计单位和使用单位的欢迎。IC6 合金现已批量应用于某先进航空发动机的二级导向叶片, 在发动机长期服役过程中, 叶片长期暴露于高温环境下, 合金组织的热稳定性及其力学性能的变化对叶片的安全、性能乃至整个发动机的寿命均有重要影响。实际上在长期热暴露条件下, 几乎每

\* 国防科工委基础科研资助项目 Z0500E003

收稿日期: 2001-12-06

作者简介: 宋尽霞, 女, 1975 年生, 博士生

一种高温合金都会在不同程度上出现强化相聚集长大、碳化物的析出及转变以及拓扑密堆 (TCP) 相析出等组织变化, 并由此引起合金力学性能的退化 [2-8]。韩雅芳等 [9] 研究了油冷态的 IC6 合金在 900—1100 ℃ 的长期组织稳定性, 结果表明长期高温时效后合金组织发生明显变化, 析出针状、棒状 Y-NiMo 相, 其力学性能有所下降。但是时效时间短, 实验数据较少, 尤其对最佳成分的 IC6 合金更是如此。此外, 对于 Ar 冷却的 IC6 合金 950 ℃ 长期组织稳定性也没有研究。肖程波等 [10] 对 IC6 添加元素 Y 后改型的合金 IC6A 的研究表明, IC6A 在 950 ℃ 长期时效后显微组织和力学性能发生了相似的变化。目前已批量生产的 IC6 合金二导叶片, 工作温度约为 950 ℃。为避免叶片变形, 其固溶处理后的冷却方式为 Ar 冷。因此, 研究 Ar 冷却 IC6 合金的 950 ℃ 长期组织稳定性及其对力学性能的影响不但是很有必要, 而且是迫切需要的。

## 1 实验方法

本研究采用的 IC6 合金成分 (质量分数, %) 为 Ni-8.0Al-14.0Mo-0.04B%。用 IC6 母合金在 5241-2D/SA 型 50# 半连续真空感应定向凝固炉中制备出定向凝固性能试棒, 随后进行 1260±10 ℃、10 h 真空固溶处理, 流动 Ar 气冷却。所有试棒与叶片同炉浇注, 同炉热处理。试棒在 950 ℃ 空气中分别长期时效 10、500、1000、1500 和 2000 h 后, 观察分析组织变化, 并测定其室温拉伸性能和 1100 ℃、90 MPa 持久性能, 所采用性能试样直径均为 5 mm。

采用带能谱 (EDS) 的 JEOLJSM-5600 型扫描电镜观察分析样品时效前后的显微组织变化。合金时效后的相变及性能实验中产生的位错采用 JEOLJEM-2010 型透射电镜研究分析。

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 IC6 合金长期时效后的显微组织

IC6 合金固溶处理后及 950 ℃ 的空气中时效 10、50、500、1000、1500 和 2000 h 后的典型显微组织分别如图 1、图 2 所示。由图 1 可见, 固溶处理后 IC6 合金组织主要由基体相  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al(Mo) (暗黑色) 和强化相  $\gamma$ -Ni(Al, Mo) (白灰色) 组成。合金中枝晶组织十分发达, 可明显分为枝晶干 (A) 和枝晶间区 (B), 枝晶干区的  $\gamma'$  比枝晶间区粗大得多。另外, 通常在枝晶间区有极少量的碳化物 Mo<sub>2</sub>NiB<sub>2</sub> (C, 白亮色) 和碳化物存在。当合金中的碳含量较高时, 还有少量富 Mo 的碳化物 ((Ni, Mo)<sub>6</sub>C) 形成 [11]。

由图 2a 可见, 在 950 ℃ 时效 10 h, IC6 合金在枝晶干和枝晶间区同时析出了少量细小的白亮棒状相 (D), 时效 50 h 后 (图 2b), IC6 合金中又在枝晶间区析出了少量细小的白亮针状相 (E)。大块白亮相 (C) 是合金中原来就存在的碳化物 (Mo<sub>2</sub>NiB<sub>2</sub>), 在时效过程中不发生变化。

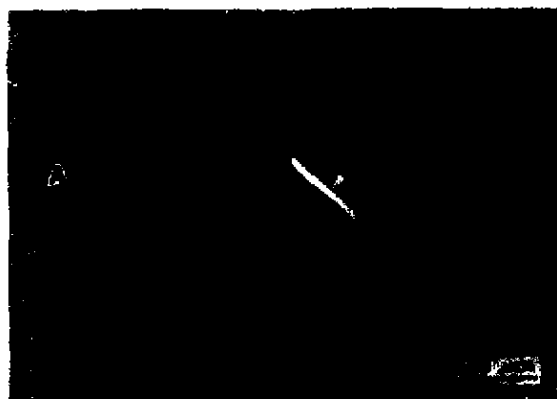


图 1 IC6 合金固溶处理后的典型显微组织 (BSEI)

Fig.1 Back scattering electron image (BSEI) of alloy IC6 solution-treated at 1260 C for 10 h (black-matrix  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al(Mo), white-strengthening phase  $\gamma$ -Ni(Al, Mo), A—dendrite, B—interdendrite, C—Mo<sub>2</sub>NiB<sub>2</sub> phase)

D 和 E 在背散射电子图象 (BSEI) 中呈白亮色, 应是一种富 Mo 相。继续时效至 500 h 后 (图 2c), 针状相和块状相不但尺寸变大, 而且数量增多, 主要分布在枝晶间区, 并沿晶界析出了块状相, 其四周被  $\gamma'$  相所包围。IC6 合金在 950 ℃ 时效 1000 h 后 (图 2d), 枝晶间白亮析出相急剧增多, 在枝晶干区也出现了少量的针状相。到 1500 h (图 2e), 合金中的析出相数目及尺寸与 1000 h 几乎没有什么差别。然而, 时效 2000 h 后 (图 2f) 析出相的数量反较时效 1500 h 时有所减少。经 SEM/EDS 和 TEM 分析, 棒状相 D 和针状相 E 为同一种相, 只是形态不同, 大多是底心正交的 Y-NiMo 相, 也有少量的面心立方结构的  $\eta$  碳化物相。这和 IC6 合金在 1100 ℃ 时效时组织的变化相同 [9]。Y-NiMo 相是一种在 900—1100 ℃ 存在的亚稳相, 由  $\gamma$  相转变而来:  $\gamma_1$  (原始  $\gamma$  相)  $\rightarrow$  Y-NiMo +  $\gamma'$ , 其中 Ni, Mo 的含量 (质量分数, %) 接近于 1 : 1, 同时含有少量 Al。随时效时间延长, Y-NiMo 聚集长大, 相中的 Al 含量不断升高; 继续延长时效时间, Y-NiMo 相将转变成  $\gamma_2$  相,  $\gamma_2$  相的成分和结构均不同于合金中原来的  $\gamma$  相 ( $\gamma_1$ ), 其 Mo 含量远低于  $\gamma_1$  相。实际上, 从 IC6 合金时效 2000 h 后 Y-NiMo 相数量减少可知 Y-NiMo 相已发生转变。在高倍下观察可发现这一现象, 但转变只是刚刚开始。950 ℃ 时效 10 h 后, IC6 合金中的  $\gamma$  相已发生转变, 说明  $\gamma$  相处于高能量的非平衡状态, 这应归因于  $\gamma$  相固溶了高达 20% 的 Mo (原子分数) 而使晶格畸变严重。在时效条件下  $\gamma$  相要降低 Mo 含量趋向于能量更低的状态, 因此  $\gamma$  相通过转变成亚稳态 Y-NiMo 相进而最终转变成 Mo 含量较低的  $\gamma_2$  相。

### 2.2 IC6 合金长期时效后的力学性能

IC6 合金在 950 ℃ 长期时效 500、1000、1500 和 2000 h 后的室温拉伸性能和 1100 ℃、90 MPa 高温持久性能如图 3 所示。

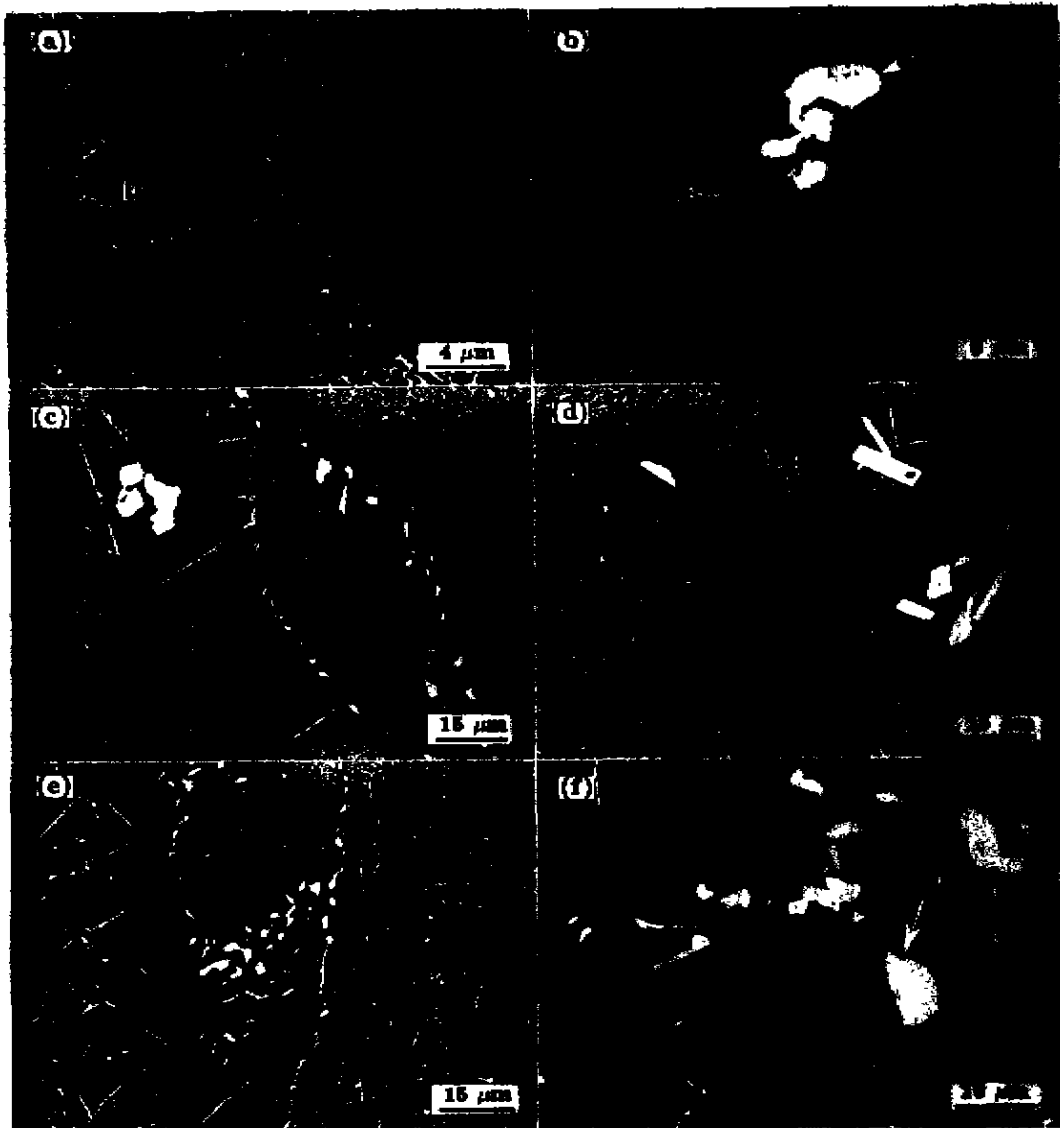


图2 IC6合金950℃时效后的显微组织(BSEI)

Fig.2 Back scattering electron images of alloy IC6 after aging at 950 °C for 10 h (a), 50 h (b), 500 h (c), 1000 h (d), 1500 h (e) and 2000 h (f) (C—Mo<sub>2</sub>NiB<sub>2</sub>, D and E—Y—NiMo or  $\eta$  carbide), showing Y-phase growing through transformation of  $\gamma$ , and so the Mo content in  $\gamma$ -phase decreased

从图 3a 可见, 时效对 IC6 合金的室温拉伸性能影响较大, 在 950 °C 时效 500 h 后, IC6 合金的屈服强度  $\sigma_{0.2}$  即大幅度降低至时效前的 60% 左右, 但随时效时间的延长, 屈服强度却几乎保持不变。合金的塑性 ( $\delta$  和  $\psi$ ) 的变化与此相似: 时效 500 h 后明显下降,  $\delta$  从 16% 下降至小于 10%, 其后随时效时间的延长则变化很小。抗拉强度  $\sigma_b$  在时效后略有降低, 对时效时间的变化同样极不敏感。而 IC6 合金的高温持久拉伸性能随时效时间的变化则有所不同 (图 3b): 时效 500—1000 h, 持久寿命随时效时间的延长而降低, 继续时效至 1500 h, 持久寿命几乎没有变化, 时效 2000 h 后, 持久寿命没有继续降低,

而是明显提高, 但仍低于时效前的水平; 合金的塑性在时效前后变化不大。

IC6 合金在高温长期时效过程中力学性能有所降低, 这可归因于如前所述的合金显微组织变化, 时效过程中  $\gamma$  相发生转变, 合金中析出大量的针状和块状 Y—NiMo 相。这不但使作为主要强化相的  $\gamma$  相总量减少, 而且使  $\gamma$  和  $\gamma'$  相中的固溶强化元素 Mo 含量减少, 同时高温时效使合金中的元素分布趋于均匀,  $\gamma$  和  $\gamma'$  的晶格错配度减小,  $\gamma$  和  $\gamma'$  相粗化、聚集, 这些因素都使合金强度下降, 具体体现为室温屈服强度显著降低, 高温持久寿命有所下降, 同时合金中大量细小的 Y—NiMo 相粒子阻碍了

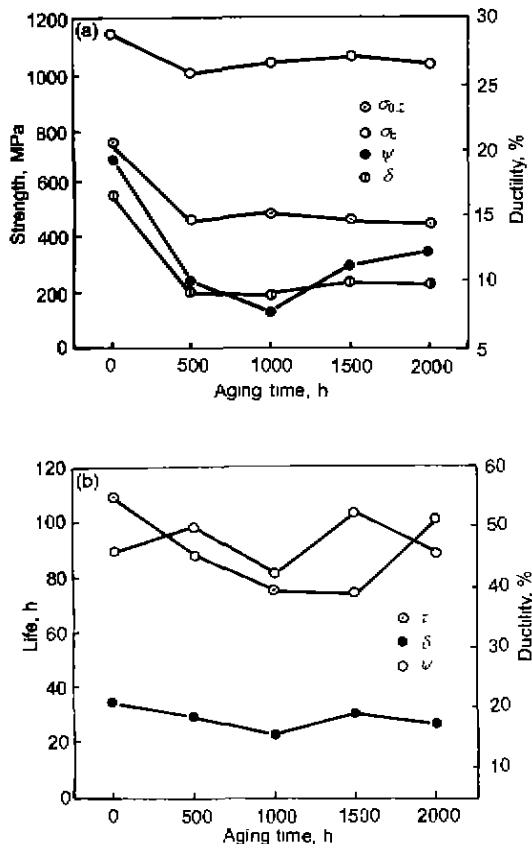


图3 950 °C 长期时效对 IC6 合金室温拉伸性能和 1100 °C、90 MPa 高温持久性能的影响

Fig.3 Effects of aging time at 950 °C on tensile properties at room temperature (a) and 1100 °C, 90 MPa stress rupture properties (b) of alloy IC6

位错的运动, 位错不能切过 Y-NiMo 相粒子, 而是绕过 Y-NiMo 相粒子, 就在 Y-NiMo 相粒子周围留下一圈密集位错线 (如图 4 所示), 因此 Y-NiMo 相颗粒阻碍位错运动, 降低了合金的塑性, 但在一定程度上起到强化合金的作用, 因此合金的抗拉强度  $\sigma_b$  几乎没有下降。

IC6 合金时效后高温持久性能的变化与显微组织是一致的, 时效 0—1000 h, 随时效时间延长, 持久寿命持续下降; 时效 1500 h, 析出物尺寸与数量都和 1000 h 相似, 两者的持久寿命也几乎相等, 时效 2000 h 后, 析出物数量减少, 持久寿命明显提高, 时效 2000 h 后持久寿命提高应归功于 Y-NiMo 相向  $\gamma$  相的转变, 主要强化相  $\gamma$  增多, 致使合金强度上升, 高温持久性能提高, 实际上, Y-NiMo 相是一种亚稳相, 最终将转变成  $\gamma$  相, 这种转变受温度和控制, 温度起主要作用, 如 1100 °C 时效 200 h 就发生反应  $\gamma_1 \rightarrow \text{Y-NiMo} + \gamma' \rightarrow \gamma_2$ , 但在 900 °C 时效 4400 h 也没有发生 Y-NiMo +  $\gamma' \rightarrow \gamma_2$  转变<sup>[9]</sup>, 在 950 °C 时效 2000 h 后 Y-NiMo 相已开始向  $\gamma$  相转变, 在 1100 °C 持久拉伸试验中转变继续进行, Y-NiMo 相



图4 IC6 合金 950 °C 时效 2000 h 并经室温拉伸后, Y-NiMo 相及其周围位错的 TEM 明场相  
Fig.4 TEM bright field image of Y-NiMo phase and surrounding dislocation in alloy IC6 after aging for 2000 h at 950 °C and room temperature tensile rupture



图5 IC6 合金 950 °C 时效 2000 h 并在 1100 °C、90 MPa 高温持久拉伸 136 h 后的显微组织 (SEM)

Fig.5 SEM image of alloy IC6 after aging at 950 °C for 2000 h and 1100 °C, 90 MPa stress rupture for 136 h, showing Y-phase transformed into  $\gamma$ -phase and  $\gamma$ -phase coarsened

粒子所剩无几,  $\gamma$  相数量增多, 且有明显聚集粗化现象 (如图 5 所示),  $\gamma$  相对合金基体  $\gamma'$  相的强化作用随时效时间的延长而降低, 因此可以预见, 即使继续时效使 Y-NiMo 相全部转变成  $\gamma$  相, 合金的力学性能也不能完全恢复到时效前的水平。

### 3 结论

IC6 合金在 950 °C 时效 10 h 后  $\gamma$  相已发生转变, 析

出了棒状 Y-NiMo 相; 时效 50 h 后析出针状 Y-NiMo 相. 时效 0—1000 h, Y-NiMo 相的数量和尺寸随时效时间延长而增加; 继续时效至 1500 h, Y-NiMo 相的数量和尺寸没有明显变化; 时效 2000 h 后 Y-NiMo 相数量减少; 再经 1100 ℃, 90 MPa 持久拉伸 136 h 后 Y-NiMo 相消失殆尽. 合金中的硼化物在时效过程中没有变化. 高温时效 500 h 后 IC6 合金的室温屈服强度和延伸率明显下降, 但继续时效却几乎保持不变. 室温抗拉强度在时效前后没有明显变化. 合金的 1100 ℃, 90 MPa 高温持久寿命在时效 1000 h 前随时效时间延长而降低, 时效 2000 h 后由于 Y-NiMo 相向  $\gamma$  相转变而有明显提高. IC6 合金可以在 950 ℃ 下长期使用.

### 参考文献

- [1] Han Y F, Xing Z P, Chaturvedi M C. In: Nathal M V, Darolia R, Liu C T, Martin P L, Miracle D B, Wagner R, Yamaguchi M ed. *Structural Intermetallics 1997*, Pennsylvania: TMS, 1997: 713
- [2] Fuchs G E, In: Fuchs G E, Dannemann K A, Deragon T C eds., *Long Term Stability of High Temperature Materials*, Pennsylvania: TMS, 1999: 3
- [3] Janowski G M, Harmon B S, Pletka B. *J Met Trans*, 1987; 18A: 1341
- [4] Pollock T M. *Mater Sci Eng*, 1995; 32B: 255
- [5] Murata Y. *J Mater Sci*, 1983; 23: 2069
- [6] Tawancy H M. *J Mat Sci*, 1981; 16: 2883
- [7] Garossen T J, McCathy G P. *Metall Trans*, 1985; 16A: 1213
- [8] Liu W C, Chen Z L, Yao M. *Metall Trans*, 1999; 30A: 31
- [9] Han Y F, Li S H, Jin Y, Chaturvedi M C. *Mater Sci Eng*, 1985; 192/193A: 899
- [10] Xiao C B, Wang B L, Li S S, Han Y F. *Mater Eng(Suppl)*, 2001: 1  
(肖程波, 王蓓蕾, 李树家, 韩雅芳. 材料工程, 2001 增刊: 1)
- [11] Wang B L, Han Y F, Liao H. *Mater Eng*, 2000; 3: 11  
(王蓓蕾, 韩雅芳, 廖 辉. 材料工程, 2000; 3: 11)