

熔体过热处理对 M963 合金组织和高温持久性能的影响*

殷凤仕^{1,2)} 孙晓峰¹⁾ 李耀彪¹⁾

于洋¹⁾ 郑启¹⁾ 管恒荣¹⁾ 胡壮麒¹⁾

1) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016

2) 山东理工大学机械工程学院, 淄博 255012

摘要 对 M963 合金熔体进行了过热处理并在 1248 K/225 MPa 条件下测试了其持久性能。结果表明: 随熔体过热温度的升高, 铸态组织中的初生 MC 碳化物不断细化和均匀分布, 合金的持久断裂寿命和塑性明显提高; 但温度高达 2023 K 的熔体过热处理, 使合金中的气体含量升高, 导致显微疏松增加, 持久性能降低。在 1923 K 温度下进行熔体过热处理, 可使 M963 合金在 1248 K/225 MPa 条件下的持久寿命和持久塑性同时提高一倍以上。

关键词 镍基高温合金, 熔体过热, 显微组织, 持久性能

中图分类号 TG132.3

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2003)01-075-04

EFFECT OF MELT SUPERHEATING TREATMENT ON THE MICROSTRUCTURE AND HIGH TEMPERATURE STRESS RUPTURE PROPERTIES OF M963 SUPERALLOY

YIN Fengshi^{1,2)}, SUN Xiaofeng¹⁾, LI Yaobiao¹⁾, YU Yang¹⁾, ZHENG Qi¹⁾, GUAN Hengrong¹⁾, HU Zhuangqi¹⁾

1) Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

2) College of Mechanical Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255012

Correspondent: Yin Fengshi, associate professor, Tel: (024)23971767, Fax: (024)23891320,

E-mail: fsyin@imr.ac.cn

Manuscript received 2002-03-07, in revised form 2002-06-20

ABSTRACT The effect of melt superheating treatment on the microstructure and stress rupture properties of M963 superalloy under the condition of 1248 K/225 MPa has been investigated. The results show that with the increase of melt superheating temperature, the primary carbide MC in the as-cast condition becomes finer and more homogeneous gradually, and both the rupture life and elongation increase greatly. However, when the melt superheating temperature reaches 2023 K, the stress rupture performance of the superalloy is deteriorated due to the increase of gas content and microporosity. Both the rupture life and elongation of as-cast M963 superalloy under 1923 K melt superheating treatment and 1248 K/225 MPa can be doubled and even more.

KEY WORDS Ni based superalloy, melt superheating, microstructure, stress rupture property

为提高铸造高温合金的高温强度, 通常采用降低 Cr 含量和增加难熔元素 W, Mo, Nb, Ta 等含量进行合金化^[1-3]。但是, 随着高温强度的提高, 合金的塑性显著降低。尽管添加微量元素 Hf^[4] 及定向凝固工艺^[1] 等方法可提高塑性, 但合金元素 Hf 的反应活性高, 给合金的熔炼和铸造带来困难。而定向凝固工艺复杂, 成本高。近年

来, 熔体结构对合金凝固后的固态组织及性能的影响引起了许多研究者的兴趣。Novak 等^[5] 详细研究了 Fe_{83.4}B_{16.6} 非晶合金后发现, 磁矫顽力 H_c 随熔体温度的升高而降低。另有报道^[6], Fe₄₀Ni₄₀B₂₀ 合金随熔体温度的升高, H_c 升高, 剩余磁感应强度 B_r 略有增加, 最大磁导率 μ_{max} 显著降低。对 Al-Si 合金^[7], Pb-Sb 合金^[8] 进行熔体过热处理, 可显著细化合金组织, 提高力学性能。

M963 是一种 W, Mo 和 Nb 含量较高的铸造镍基多晶高温合金, 具有较高的高温强度, 但塑性较低, 尤其是

* 收到初稿日期: 2002-03-07, 收到修改稿日期: 2002-06-20

作者简介: 殷凤仕, 男, 1967 年生, 副教授, 博士

在高温使用温度范围^[9]。为改善 M963 合金的性能, 本文对其合金熔体进行了过热处理, 研究了熔体过热处理对该合金显微组织和高温持久性能的影响。

1 实验方法

采用真空感应炉熔炼母合金, 其化学成分 (质量分数, %) 为 C 0.16, Cr 8.77, Co 9.69, W 10.68, Mo 1.49, Al 5.56, Nb 1.0, Ti 2.42, S<0.003, P<0.002, 余为 Ni。差热分析表明该合金的液相线温度约 1616 K。在 VIM-25F 型真空感应炉中重熔浇注 4 炉直径为 16 mm 的试棒。重熔时, 对熔体进行过热处理, 即母合金化清后继续加热到不同温度保温一段时间, 然后降温到浇注温度进行浇注。4 炉的浇注温度均控制在 1723 ± 10 K。型壳预热温度 1123 K。试棒经 1483 K/4 h 热处理后加工成持久试样。持久试样的标距直径为 5 mm, 标距长度为 25 mm。持久实验在空气中和 1248 K/225 MPa 条件下进行。每炉实验 2 根试棒, 取其平均值。

金相分析用试样均在每炉试棒的相同部位取样。用金相显微镜和带有能谱分析 (EDS) 的扫描电子显微镜 (SEM) 观察铸态和热处理后的显微组织及断口形貌。

用 TC-436 氧氮测定仪分析经不同温度过热处理后的样品中的气体含量。

2 实验结果

2.1 熔体过热处理对合金中气体含量的影响

经不同温度熔体过热处理的样品中的气体含量分析列于表 1。可见, 适当温度的熔体过热处理起到了精炼合金的作用, 气体含量略有降低。但过高的过热温度, 由于熔体与坩埚的反应和熔体吸气, 使合金中的气体含量有所增加。

表 1 熔体过热处理对 M963 合金中气体含量的影响

Table 1 Effect of melt superheating treatment on the content of gases in M963 superalloy

Melt superheating temperature, K	O, 10^{-6}	N, 10^{-6}
Master alloy	6	6
1723	6	5
1823	5	4
1923	6	4
2023	9	10

2.2 显微组织

熔体过热处理 M963 合金的铸态显微组织见图 1。可见, 经不同熔体过热处理的 M963 合金均由 γ 固溶体基体、 γ' 析出相、分布在枝晶间区的 ($\gamma + \gamma'$) 共晶和 MC 碳化物组成^[10]。但是, MC 碳化物的形态和分布随熔体过热温度的不同有明显的变化。经较低温度过热处理的 M963 合金中的 MC 碳化物大部分以大块状形式分布在晶界和枝晶界上 (图 1a)。随熔体过热温度的升高, 晶界

大块状 MC 碳化物向晶内转移, 以汉字状形式分布在枝晶间区, 且过热温度越高, 汉字状 MC 碳化物越细小, 分布越均匀 (图 1b—d)。

图 2 是 M963 合金经 1483 K/4 h 空冷热处理后的显微组织。热处理过程中, 除发生 γ' 相的溶解和重新析出外, 还发生初生 MC 碳化物向 M_6C 转变^[10,11]。从图 2 中可以看出, 熔体过热处理对 MC 碳化物的转变有明

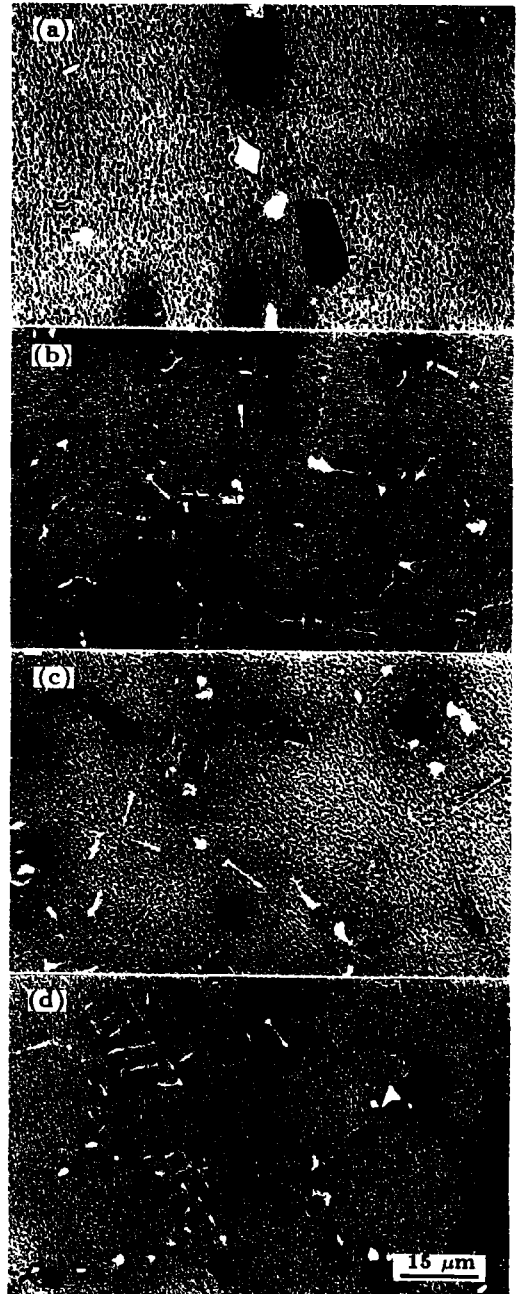


图 1 熔体过热处理对铸态显微组织的影响

Fig.1 Effect of melt superheating treatment on the as-cast microstructure of M963 superalloy, the morphology and precipitated location of MC being obviously changed

(a) 1723 K (b) 1823 K
(c) 1923 K (d) 2023 K

显的影响. 熔体过热处理温度较低时 (1723 K), 铸态组织中的大块状 MC 碳化物周围有大量针状 M_6C 碳化物析出 (图 2a). 经 1923 K 熔体过热处理后, 消除了铸态组织中的大块状 MC 碳化物, 因而针状 M_6C 碳化物明显减少 (图 2b).

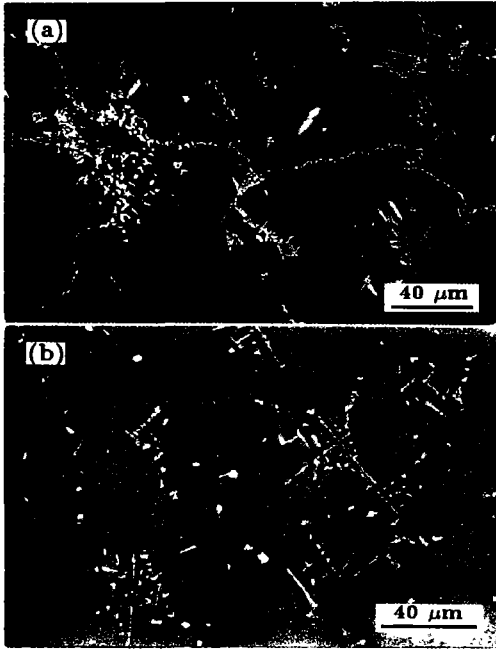


图 2 M963 合金 1483K/4 h 空热处理后的显微组织

Fig.2 Microstructures of 1483 K/4 h, AC treated M963 superalloy

- (a) 1723 K superheating, needle-like M_6C precipitated around mass-like MC
 (b) 1923 K superheating, needle-like M_6C obviously decreasing due to no mass-like MC precipitating

2.3 高温持久性能

熔体经不同温度过热处理的 M963 合金在 1248 K/225 MPa 条件下的持久性能见表 2. 可见, 合金的高温持久寿命和断裂伸长率随熔体过热处理温度的提高而大幅度提高; 但当熔体过热温度过高 (超过 2023 K) 时, 持久寿命和断裂伸长率又有所降低. 断口分析表明断口表面有显微疏松存在 (图 3).

3 讨论

熔体过热处理对铸态显微组织的影响主要表现在初生 MC 碳化物的形貌和分布上 [12]. 铸造镍基高温合金中碳化物非常稳定. 有实验证明, 加热时在液相线以上仍存在未熔化的残余碳化物微粒 [13,14]. 当熔体过热温度较低时, 这些未熔化的残余碳化物成为初生 MC 碳化物的形核核心, 促进 MC 碳化物以接近平衡方式长大, 因而得到块状的形貌特征 [15], 并且在 γ 枝晶长大的过程中被排斥到晶界和枝晶间处. 随着过热温度的升高, 残余碳化物溶解, 成分均匀化, 不利于 MC 碳化物的形核. 在这种

情况下, MC 碳化物以 $(\gamma+MC)$ 共晶的方式形成, 因而具有汉字状形貌特征 [16]. 熔体过热温度越高, 成分越均匀, 结晶过冷度越大, 因而 $(\gamma+MC)$ 共晶组织越细, MC 碳化物在基体中的分布也就越均匀.

表 2 熔体过热处理对 M963 合金 1248 K/225 MPa 条件下的持久性能

Table 2 Effect of melt superheating treatment on stress rupture properties of M963 superalloy under 1248 K/225 MPa

Melt superheating temperature, K	Rupture life, h	Elongation, %
1723	43.8	2.3
1823	70.3	4.5
1923	113.3	7.2
2023	84.9	4.9

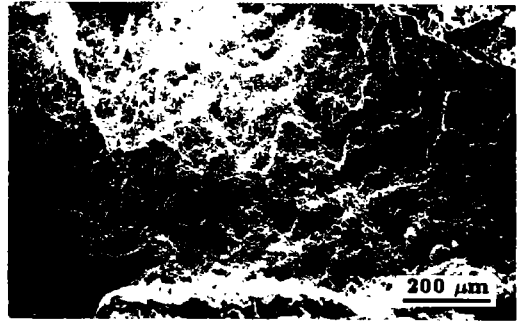


图 3 M963 合金的蠕变断口形貌

Fig.3 Fractographs of 1248 K/225 MPa crept M963 superalloy superheating-treated at 2023 K, showing existence of microporosities

熔体过热处理对固态热处理过程中 MC 碳化物转变的影响目前还不清楚, 有待于进一步研究.

碳化物在镍基高温合金的强化中起着重要作用. 一方面, 碳化物分布在晶界或晶内起强化晶粒本身和晶界的作用, 阻碍晶界位错的运动过程, 从而提高合金的抗高温蠕变能力. 另一方面, 碳化物又是应力集中位置和裂纹成核源. 铸造镍基高温合金的高温蠕变断裂分析表明 [9], 裂纹主要是在碳化物与基体的界面或铸造显微疏松处萌生, 并沿晶界扩展. 较高温度的熔体过热处理, 消除了分布在晶界上和枝晶界上的大块状碳化物, 使碳化物由晶界和枝晶界向晶内的枝晶干上转移, 一方面强化了晶粒, 另一方面又减少了晶界上的裂纹源. 因此, 合金的抗蠕变能力增强, 持久寿命和持久塑性提高. 但过高的过热温度, 由于合金中的氮含量升高, 显微疏松增加, 从而使合金的持久性能降低.

4 结论

M963 合金经熔体过热处理明显改善了初生 MC 碳化物的形貌和分布, 因而显著提高合金的高温持久性能.

在 1923 K 温度下进行熔体过热处理, 可使 M963 合金在 1248 K/225 MPa 条件下的持久寿命和持久塑性同时提高一倍以上.

参考文献

- [1] Sims C T, Stoloff N S, Hagel W C. *Superalloy II*. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1987: 63
- [2] Cheng G L. *Superalloy*. Beijing: Metallurgy Industry Press, 1985: 167
(陈国良. 高温合金学. 北京: 冶金工业出版社. 1988: 167)
- [3] Zheng Y R. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 1242
(郑运荣. 金属学报, 1999; 35: 1242)
- [4] Burton C J. *Proceedings of the Third International Symposium on Superalloys*. Baton Rouge: Claitor Publishing, 1976: 147
- [5] Novak L, Potocky L, Lovas A, Kisdí-Koszo E, Takacs J. *J Magn Mater*, 1980; 19: 149
- [6] Takayama S, Oi T. *J Appl Phys*, 1997; 50: 1595
- [7] Bian X F, Wang W M. *Mater Lett*, 2000; 44: 54
- [8] Bian X F, Li H, Zhang L, Ma J J, Max T. *Chin Sci Bulletin*, 1996; 41: 873
- [9] Yuan C, Sun X F, Yin F S, Guan H R, Hu Z Q, Zheng Q, Yu Y. *J Mater Sci Technol*, 2001; 17: 425
- [10] Yin F S, Yuan C, Sun X F, Guan H R, Hu Z Q. *Heat Treat Met*, 2001; 26(7): 1
(殷凤仕, 袁超, 孙晓峰, 管恒荣, 胡壮麒. 金属热处理, 2001; 26 (7): 1)
- [11] Yin F S, Sun X F, Yuan C, Guan H R, Hu Z Q. *Trans Nonferrous Met Soc Chin*, 2002; 12: 83
- [12] Yin F S, Sun X F, Yuan C, Guan H R, Hu Z Q. *J Wuhan Univ Technol*, 2002; 17: 42
- [13] Liu L, Zhen B L, Banerji A, Reif W, Sommer F. *Scr Met*, 1994; 30: 593
- [14] Burton C J, Boesch W J. *Met Prog*, 1975; 10: 121
- [15] Liu L, Sommer F, Fu H Z. *Scr Metall*, 1994; 30: 587
- [16] Fernandez R, Lecomte J C, Kattamis T Z. *Metall Trans*, 1978; 9A: 1381