

镍基高温合金组织的单相显示

秦玉林

郑运荣

镍基高温合金，特别是铸造镍基高温合金的组织很复杂，是由多相组成的复相合金。因此，组成相的显示很重要。一般常用的显示组织方法，无论是化学腐蚀，电解腐蚀还是氧化腐蚀，往往都显示出全部组织。这样不易识别各个组成相，给进一步分析工作带来困难。

如能选择适当的方法，使合金组织的某一种相或两种相被显示出来，而其它相不被显示，那么在光学显微镜、电子显微镜或扫描电镜上观察，则很容易分辨。这种显示组织的方法称为单相显示。

单相显示组织的方法正鉴定合金组成相及定量分析组织方面具有重大意义。可用某一试剂控制在一定条件下，只显示某一种相，这样可作为该相的鉴定试剂。应该指出，在定量计算合金组成相时，必须用单相显示的方法，造成反衬，从而测量和计算某一种相的尺寸、间距、分布和体积百分数。如果全部显示出各组成相，则很难在定量计算系统里进行测量。

本文着重介绍显微组织单相显示方法在铸造镍基高温合金方面的应用。

众所周知，铸造镍基高温合金的组成相很复杂。一种合金往往由5~6种以上的相组成。用一般显示组织的方法不能鉴别和定量计算各种相。

单相显示是根据合金中各组成相的成份、结构、抗腐蚀和抗氧化的差异，对各种酸或碱的不同反应和腐蚀电位差，以及物理特性的差异，从而造成所显示相在试样表面的反衬。

下面简单介绍几种典型相的单相显示方

法。

1. γ (γ') 相

用5% H_3PO_4 水溶液在电流密度0.1安培/厘米²电解时，使 γ 相溶解。在显微镜下观察到 γ 相变黑， γ' 相保持亮黄。图1是C01系合金经1080°C、12公斤/毫米²，90小时持久，拉断试样的 γ 和 γ' 金相照片。此试剂不显示碳化物和硼化物。图2是用此试剂显示的定向凝固K5叶片使用后的 γ 和 γ' 相。

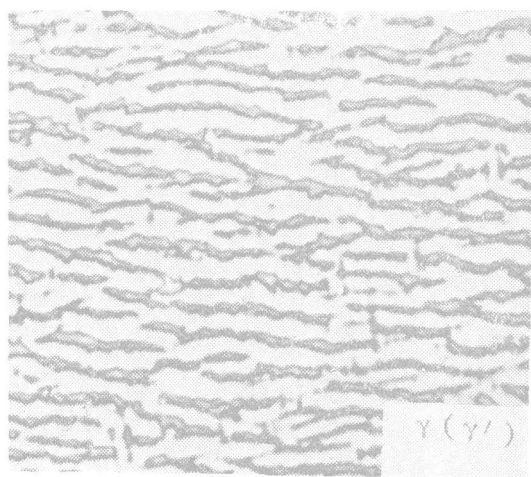


图 1 1000

2. NiAl 相

在镍基铸造高温合金中，只有铝和钛出格的异常合金组织里出现 NiAl 相。正常合金组织里不应出现 NiAl 相。此外，在镍基高温合金的渗铝层里出现 NiAl 相是正常的。

用10% HNO_3 酒精溶液化学腐蚀时，只显示 NiAl 相，而 γ 、 γ' 和碳化物等相不显示。此

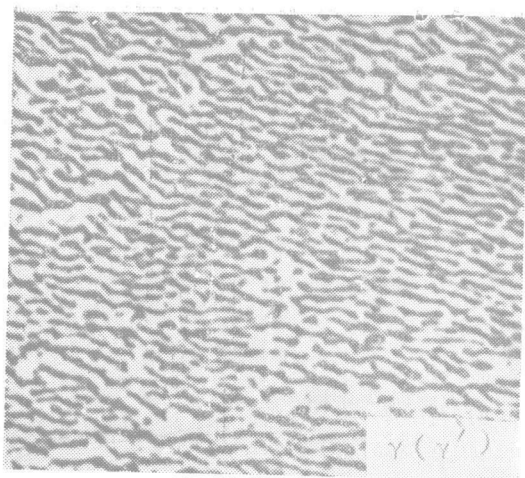


图 2 1000

时只有NiAl相变黑。图3是用此方法单相显示的NiAl相。取样于出格的高铝和钛的K3合金叶片，铸态。

此方法也适用于鉴定渗铝层的NiAl相。

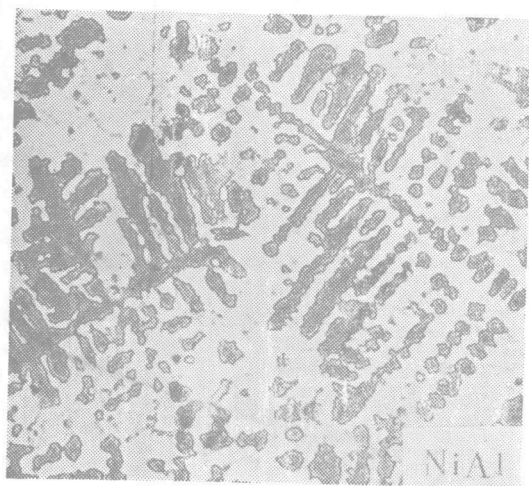


图 3 100

3. Ni₅Zr和Ni₅Hf

在铸造镍基高温合金里一般都含有0.1%锆。含有0.1%锆以上的合金就出现Ni₅Zr金属间化合物，它极易被各种酸腐蚀而忽略掉，不易发现。在加钎的合金里，往往出现金属间化合物Ni₅Hf。Ni₅Hf和Ni₅Zr的性质是很相似的。

单相显示Ni₅Hf和Ni₅Zr的有效试剂是：

HNO₃ : HF : 甘油 = 1 : 2 : 3 溶液，电解腐蚀。当电流密度小于0.025安培/厘米²时，电解3~5秒。只有Ni₅Hf或Ni₅Zr腐蚀，其它相不显示。

此外，根据Ni₅Hf和Ni₅Zr的抗氧化特点，可用低温氧化法单相显示Ni₅Hf或Ni₅Zr。当温度控制在380℃以下氧化时，只有Ni₅Hf (Ni₅Zr)氧化成兰灰色。

图4是氧化法单相显示的K19H合金中的Ni₅Hf。

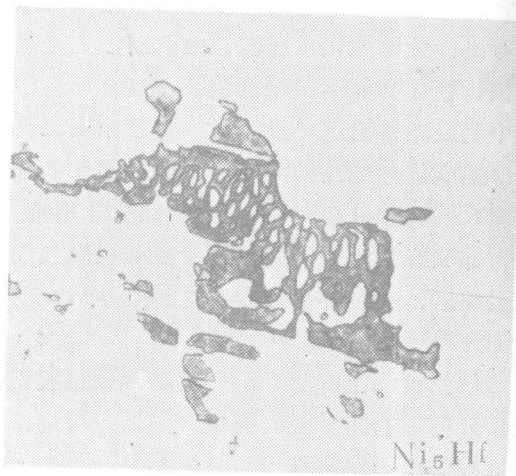


图 4 1000

图5和图6是用HNO₃ : HF : 甘油 = 1 : 2 : 3试剂单相显示的Ni₅Zr。图5是加钎的SFG-2合金，铸态。图6是加钎的K20合金，铸态。

图7和图8是用HNO₃ : HF : 甘油 = 1 : 2 : 3试剂单相显示的Ni₅Hf。图7是K19H合金，铸态。图8是K3H合金，铸态。

这种单相显示的Ni₅Hf (Ni₅Zr)可在定量金相系统里计算。

4. 初生MC碳化物

用细氧化镁机械抛光的方法可显示初生MC碳化物。因为MC碳化物硬度高，抛光后突出，造成反衬。此时硼化物不显示，如有二次析出相：MC，M₆C和M₂₃C₆等也不显示。图9是单相显示的定向凝固的K5合金的初生MC碳化物。

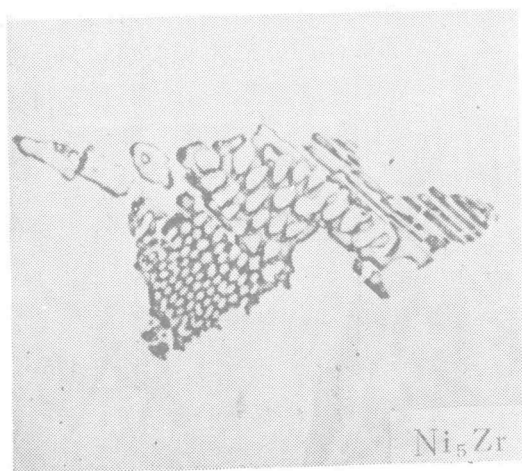


图 5 $\times 1000$

此外, 采用 $400\sim 450^{\circ}\text{C}$ 氧化可使MC形成氧化膜, 在显微镜下呈一定色彩, 而其它相如 γ 、 γ' 、 M_3B_2 和二次析出的碳化物等不着色。

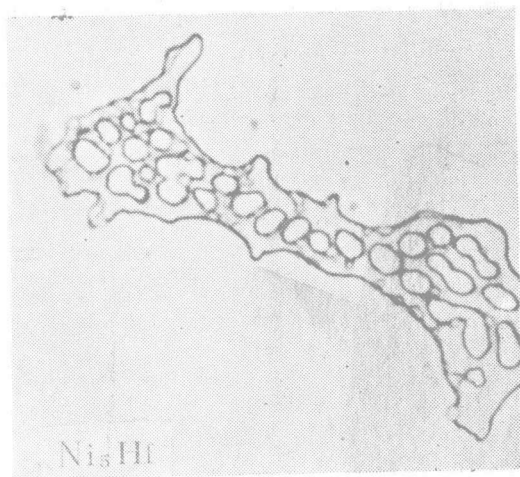


图 7 $\times 1000$

时效时析出的 M_6C 即二次析出的 M_6C , 一般呈粒状或针状(片状)。

单相显示 M_6C 可用2克苦味酸+20克

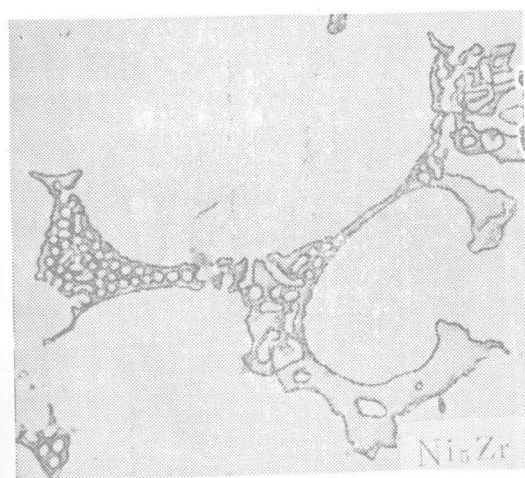


图 6 $\times 1000$

5. 初生 M_3B_2 硼化物

用40%NaOH水溶液电解腐蚀, 电流密度为 0.025 安培/厘米 2 , 可使 M_3B_2 腐蚀及着色, 其它相不被腐蚀。此外, 用熔融的NaOH热浸5~7分钟使 M_3B_2 硼化物腐蚀, 而MC和 γ (γ') 相不被腐蚀。采用熔融的NaOH效果较好, 但比较麻烦。图10是用40%NaOH水溶液电解腐蚀法单相显示的K11合金的 M_3B_2 。

6. 二次析出的 M_6C 碳化物

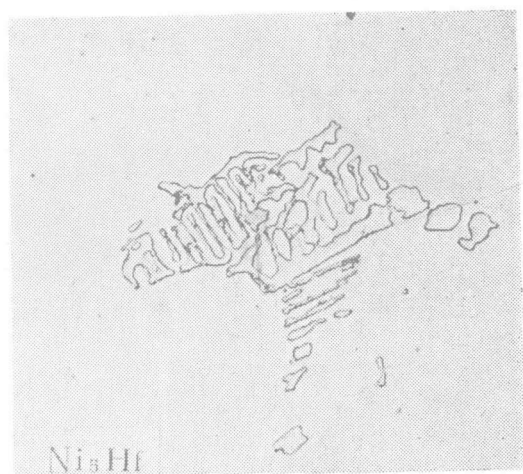


图 8 $\times 1000$

NaOH+100毫升 H_2O 溶液煮沸5分钟, 其它相如 γ 、 γ' , MC, M_{23}C_6 等不被腐蚀, 单相显示二次 M_6C 。此外, 也可用40%NaOH水溶液, 电流密度小于 0.02 安培/厘米 2 电解, 单相显示 M_6C 。

图11是用40%NaOH电解显示的 M_6C 。从 $1210^{\circ}\text{C}/2$ 小时炉冷 $\rightarrow 1150^{\circ}\text{C}/2$ 小时 $\rightarrow 850^{\circ}\text{C}/16$ 小时热处理的K3合金取样。

图12是用碱性苦味酸溶液单相显示的K5

合金的 M_6C 。从 $1220^{\circ}\text{C}/2\text{小时} + 1150^{\circ}\text{C}/50\text{小时}$ 热处理的K5合金取样。

图13是用碱性苦味酸溶液单相显示的

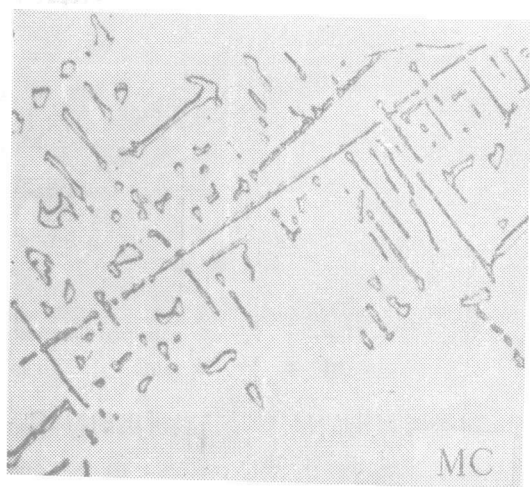


图 9 $\times 400$

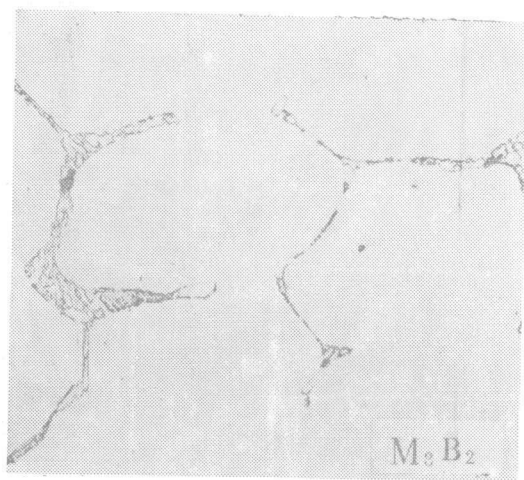


图 10 $\times 400$

GH49合金的 M_6C 。从 $1220^{\circ}\text{C}/2\text{小时} + 1050^{\circ}\text{C}/50\text{小时}$ 热处理的GH49合金取样。

图14是用40%NaOH电解显示的K3合金晶界。晶界由 M_6C 和 $M_{23}C_6$ 组成。 M_6C 显示， $M_{23}C_6$ 隐约可见， γ 和 γ' 不显示。从使用3000小时的K3合金叶片取样。

7. 二次析出的 $M_{23}C_6$ 碳化物

40%NaOH水溶液可显示 $M_{23}C_6$ ，而碱性

苦味酸溶液则根本不起作用。当合金中同时存在 $M_{23}C_6$ 和 M_6C 时， M_6C 先腐蚀， $M_{23}C_6$ 后腐蚀。若 M_6C 被腐蚀出清晰轮廓，那么 $M_{23}C_6$ 则隐约可见（图14），若 $M_{23}C_6$ 被腐蚀出清晰轮廓，那么 M_6C 则呈黑色。

若显示 $M_{23}C_6$ 使其有清晰轮廓，电流密度

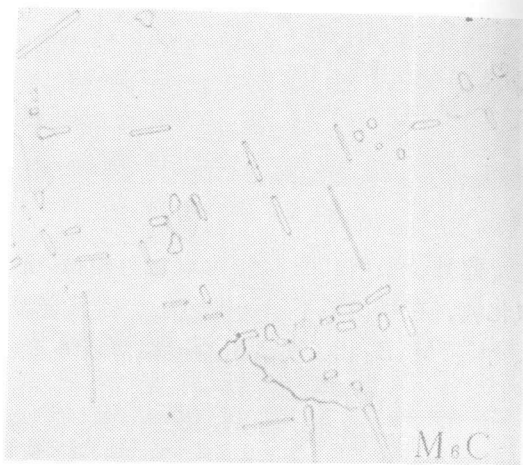


图 11 $\times 1000$

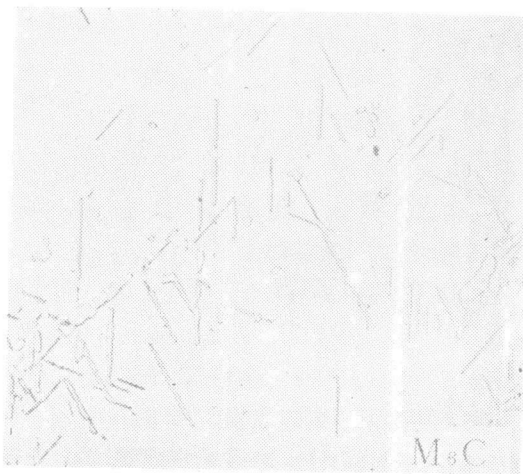


图 12 $\times 1000$

应为 $0.1\text{安培}/\text{厘米}^2$ 左右。

图15是用上述试剂单相显示的N-118合金析出的 $M_{23}C_6$ 。

8. 二次析出的MC碳化物

初生MC碳化物经细氧化镁抛光后，可显



图 13 $\times 350$

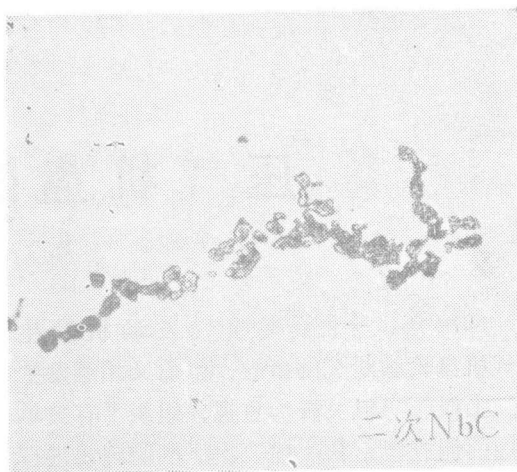


图 16 $\times 1000$

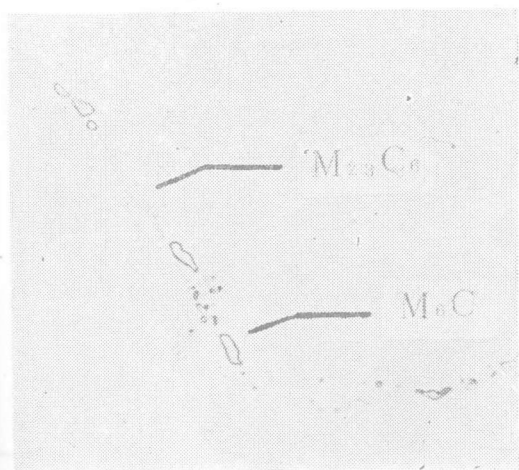


图 14 $\times 1200$

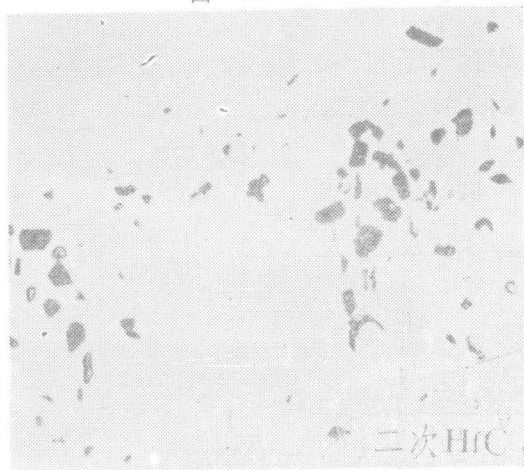


图 17 $\times 1000$

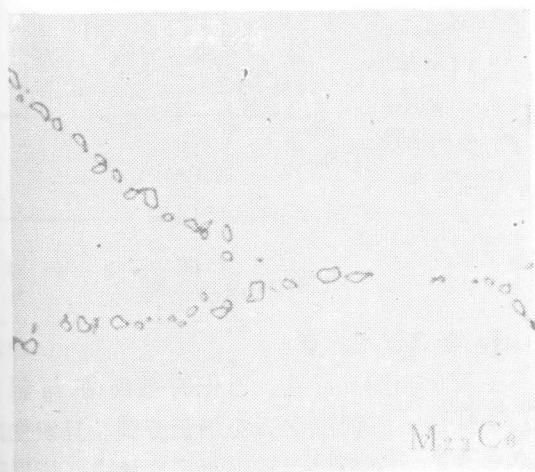


图 15 $\times 1200$

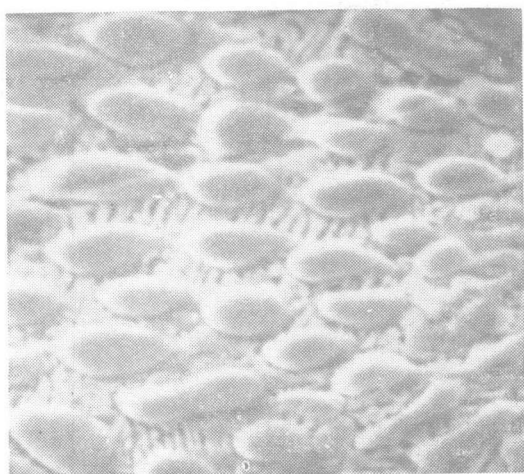


图 18 $\times 1500$

示出来，而二次析出的 MC 碳化物则显示不出来。它的化学腐蚀性质与 (下转第 11 页)

活性剂为高级性有机化合物，它可以帮助烃类油在润滑表面形成较坚固的油膜。胜利1号航空煤油则是由于直馏航空煤油在发动机试车中出现点火电咀积炭联桥现象而增加了一道电化学精制的工序，这一措施把一种矛盾解决了，又产生了润滑性差的新矛盾，需要进一步研究解决。

四、改进航空煤油 润滑性能的途径

通常改进航空煤油的润滑性采取两个途径，一是往润滑性差的油中掺和润滑性好的油品，一是往航空煤油中加入改进润滑性能的添加剂，我们从这两方面都做了一些研究工作。在掺和试验中选用了大庆、大港两种润滑性较好的航空煤油，与胜利航空煤油进行不同比例的掺对，并测定混合油的润滑性，表3列出几种掺对油的试验结果。

表 3 掺对航空煤油润滑性试验结果

掺和油样	掺和比例	磨痕宽度，毫米
胜利+大庆	1：1	0.58
胜利+大庆	2：1	0.62
胜利+大港	4：1	0.49
胜利+大港	9：1	0.49

上列结果说明，往胜利1号航空煤油中掺入百分之五十的大庆2号航空煤油，其润滑性与大庆航空煤油相当，而用大港航空煤油掺对，只要在胜利航空煤油中掺入百分之十，就可以获得很好的润滑性。但是掺对的方法不宜作为长远解决问题的措施，因为它给外场使用和油料的运输调配增加许多困难，也不符合国家分区供油的合理布局。采用加添加剂的途径则比

较方便，可以在航空煤油生产过程中进行，不会给使用和贮运带来麻烦和影响。

六二一所研制的6926航空煤油多效添加剂，是十八胺与环氧氯丙烷生成的缩合物，进一步与油酸酯化，生成的酯再与二辛基次膦酸反应成盐而得，它含有多种有机官能团，因而可以改善烃类油料的多方面性能。6926添加剂作为一种航空煤油的热稳定性添加剂已经在试验室做了大量的性能评价工作，并已通过发动机台架试车鉴定，添加剂加入量仅6ppm。为了考查6926添加剂对航空煤油润滑性的改进作用，往胜利1号航空煤油中加入6ppm该添加剂，并用上述试验方法进行了试验。试验结果表明，此添加剂对改进航空煤油的润滑性具有显著效果，加入量仅6ppm即可将胜利航空煤油的润滑性提高到接近大庆航空煤油的水平。这一试验结果在空军一所的油泵试验中获得进一步验证。目前6926添加剂已在空军部队安排试用，以考察它在实际使用中改进燃油润滑性能的效果。

☆ ☆ ☆ ☆

(上接第29页)初生MC碳化物相同。利用低于400℃低温氧化可单相显示二次析出的MC碳化物。此时，无论是 M_6C 还是 $M_{23}C_6$ 均不显示。只有二次MC碳化物形成氧化膜，呈深兰色。

图16是K19合金经1000℃、18公斤/毫米²持久、520小时析出的二次NbC。

图17是K19H合金经1050℃/100小时析出的二次HfC。

这种单相显示的方法不仅用在光学金相方面，也可用在电镜和扫描电镜方面，同样收到良好的效果。图18是单相显示的 Ni_3Hf 的扫描电镜照片。