

单晶合金中小角度晶界的研究

北京航空材料研究所 劳曰玲

本文研究了在 VBHK-8II 型和 ISP2/III-DS 型定向炉浇注的两种单晶合金 DD3 和 KC-36 所形成的一种晶体缺陷—小角度晶界的组织特征及其对 DD3 合金持久性能的影响。结果表明,在 VBHK-8II 炉浇注的 DD3 合金试棒具有较多的小角度晶界,并使合金的持久性能降低约 20~30% 左右。

LAGB in Single Crystal Superalloy

Lao Yueling

(Beijing Institute of Aeronautical Materials)

In this paper, the low angular grain boundary (LAGB) formed in cast DD3 and KC-36 SC products and its effect on properties was investigated. The results showed that there are more LAGB in the structure of DD3 SC products cast by VBHK-8II DS furnace and its creep rupture properties were reduced by a factor of 70~80%.

1 前言

单晶合金由于消除了易成为高温断裂的薄弱环节的晶界而明显地提高了蠕变及疲劳性能,作为一种新型的材料受到国内外高温材料界的高度重视。单晶合金的应用为提高航空发动机涡轮叶片的工作温度和寿命作出了巨大贡献。单晶合金已从 PWA-1480, CMSX-2, 发展到 PWA-1484, CMSX-4, KC-36 等第二代单晶合金及 ReneN6 等第三代单晶合金,工作温度已高达 1100℃ 左右。国内外研究表明,单晶合金良好的高温性能,不仅决定于合金的成分,而且决定于工艺参数。在单晶合金及单晶叶片生产中,由于铸造工艺参数波动,不可避免地会带来各种铸造缺陷,如雀斑,显微疏松,小角度晶界等,这些缺陷都会不同程度地影响合金的性能,其中小角度晶界是单晶合金常见的缺陷,对于无碳单晶合金,由于去除了碳、硼、锆等晶界强化元素,小角度晶界对性能的影响将是重要的,国内外资料还很少有关这方面的报导,本文在这一方面进行了探讨。

2 试验方法

选用我国自行研制的 DD3 合金及全俄航空材料研究院研制的 KC-36 合金,两种均为无碳单晶合金,成分及主要性能见表 1 和表 2。

表 1 两种合金的化学成分 (wt%)

合金	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Nb	Re	Ni
DD3	9.50	5.20	5.36	3.63	5.60	2.24	—	—	余
KC-36	4.29	8.62	11.67	1.17	6.15	1.25	0.82	2.09	余

表 2 两种合金的持久强度

合金	持久强度, MPa			
	σ_{100}^{100}	σ_{100}^{200}	σ_{100}^{300}	σ_{100}^{400}
DD3	785	363	196	—
KC-36	—	480	255	140

两种合金分别在 VBHK-8II 定向炉和 ISP2/III-DS 定向炉浇注单晶试棒,上述两种定向炉的工艺见表 3。

表 3 两种定向炉的工艺参数

型号	温度梯度 G (°C/cm)	冷却方式	制取单晶 方式	抽拉速度 V (mm/min)		
				4	10	20
VBHK-8II	70~80	LMC	籽晶法	4	10	20
ISP2/III-DS	30~40	HRC	选晶法	2	4	9

试棒用 $H_2O : HCl : FeCl_3 \cdot 6H_2O = 26 : 1.75 : 1$ 的溶液腐蚀 1~2h,宏观检查试棒 [001] 方向取向偏离度,用光学金相显微镜 Neophot-2 和扫描电镜研究试样的枝晶及显微组织。

两种合金试棒的热处理制度分别为 1250℃/4hA·C + 870℃/32hA·C 和 1320℃/3hA·C + 1030℃/4hA·C + 870℃/32hA·C 处理。试样加工成 $\phi 5mm \times 60mm$ 的持久试样,按标准方法测试 760℃, 900℃ 和 1000℃ 的持久性能。

3 试验结果及分析

3.1 单晶生长情况

在 VBHK-8Π 定向炉浇注的 DD3 合金及在 ISP2/Ⅲ-DS 定向炉浇注的 ЖС-36 合金的单晶合格率均在 75% 以上。试棒的 [001] 取向偏离度见表 4。

表 4 两种合金试样的 [001] 取向偏离度

合金	DD3										ЖС-36							
试样号	2	7	9	190	17	18	19	20	22	1	2	5	6	7	8	9	10	
[001] 取向偏离度	8.5	3.0	4	9	2.5	2.0	2.0	2.0	3.0	9	8	6	2	6	5	8	3	
试样号	23	24	25	26	34	35	41	42	43	11	12	13	14	15	16	17	18	
[001] 取向偏离度	0	2	2	2	9.5	4.5	2	2	3	4	2	6	7	9	7	10	9.5	

从表 4 看出,所有的 [001] 取向偏离度均 $<10^\circ$ 。

3.2 小角度晶界的组织特征

VBHK-8Π 定向炉浇注的 DD3 单晶试棒经腐蚀宏观检查发现,有较多的试棒端面呈图 1 所示的组织状态,尤其在抽拉速度为 20mm/min 的试棒中这种情况更多。用 X 射线背射劳厄法进一步检查试棒不同部位 [001] 取向偏离度,发现其取向偏离度均在 6° 之内(表 5)。

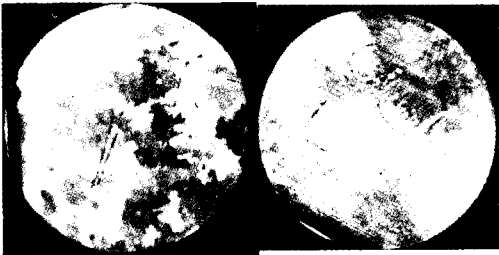


图 1 试棒端面组织 5×

表 5 [001] 取向偏差

试样号	测量部位	测量点数	[001] 取向偏离度	最大偏差
4	端面	14	1.5~5	3.5°
5	端面	14	2~6	4°
37	端面	18	1~7	6°

将试样抛光腐蚀后,用 Neophyt-2 金相显微镜检查枝晶生长情况,见图 2。

从表 5 和图 2 可以看出,这种试样各点的 [001] 取向偏离度均在 10° 以内,每点之间的最大夹角在 5° 左右,符合单晶取向要求。图 2 表明,它们的一次枝晶杆虽平行于枝晶轴方向生长,但彼此有 $5\sim6^\circ$ 的夹角,因此它们属于小角度晶界。全俄航空材料研究院在分析两种定向炉浇注的 DD3 合金和 ЖС-36 合金的单晶试棒中也发现这种小角度晶界,他们称之为“镶嵌块”,具

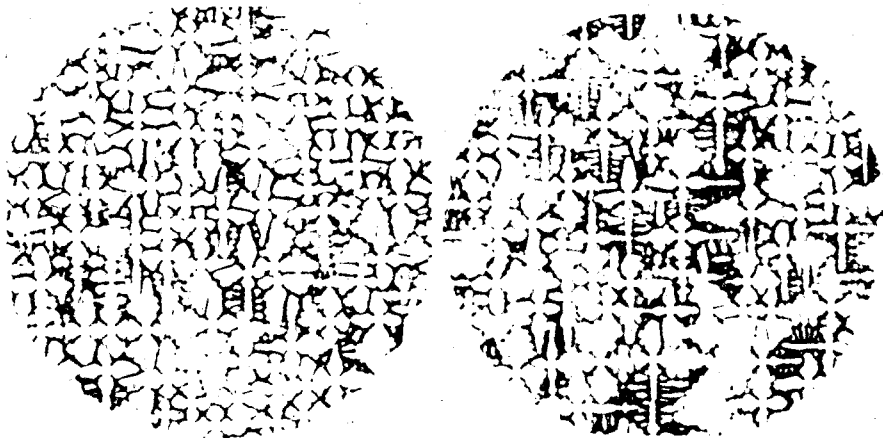
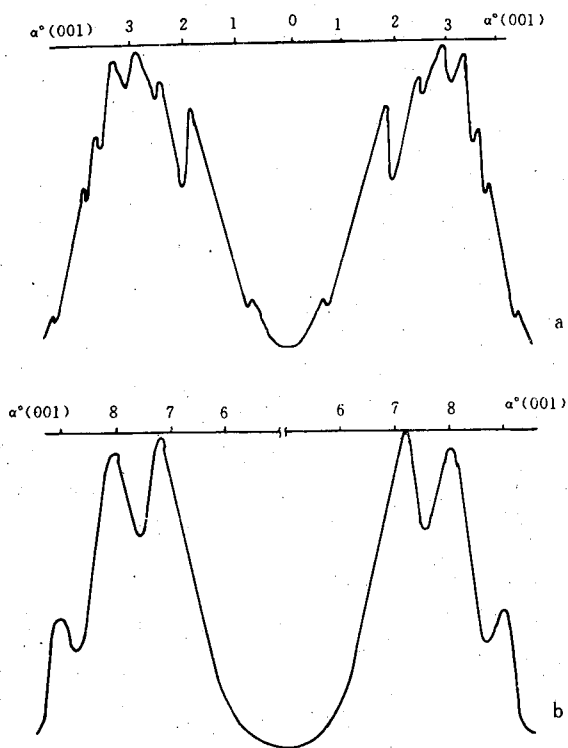


图 2 枝晶组织 20×

有这种镶嵌块试棒的衍射图如图 3 所示。他们研究认为,这两种情况都属于单晶不完善,都具有可测量到的宽的衍射反射波,并具有若干最大值,这是由相应于取向彼此成 $1\sim2^\circ$ 角的某些镶嵌块所造成的^[1]。

从图 3 看出,DD3 合金衍射反射波的峰值比 ЖС-36 材料工程

合金更多,即 DD3 合金试棒中的小角度晶界更多,这是由于 DD3 合金在 VBHK-8Π 定向炉是初次浇注单晶试棒,所选工艺参数不能保证凝固前沿有足够高的温度梯度。我们在研究凝固条件对单晶完善性影响时发现单晶的完善性取决于凝固前沿的稳定性,即在凝固过程中凝



(a) DD3 合金 (b) JC-36 合金
图 3 DD3 和 JC-36 合金衍射图^[1]

固前沿的漂移情况, 这点从图 2 中也可看到, 当抽拉速度提高到 20mm/min 时, 试棒边缘处的枝晶组织不是单个“十”字形枝晶, 而是向着横向方向生长的二次枝晶, 并在二次枝晶上垂直生长三次枝晶, 这是由于下降速度过快, 从凝固的金属导出的热量, 使凝固前沿的温度梯度下降, 并出现温度梯度的横向分量, 这一切都影响了单晶生长的完整性。因此在抽拉速度为 20mm/min 的 DD3 单晶试棒中出现较多的小角度晶界。

3.3 小角度晶界对持久性能的影响

表 6 列出了有小角度晶界和无小角度晶界试样所测的持久性能结果。可以看出, 凡有小角度晶界的试样, 持久强度均偏低, 平均降低约 20~30% 左右。我们认为, 性能下降的原因可能是由于小角度晶界导致在形变过程中, 多个晶体转动造成了不均匀变形, 从而加速了形变速率及蠕变裂纹的成核。

4 结论

(1) 在两种定向炉浇注的 DD3 合金和 JC-36 合金的单晶试棒均有小角度晶界, 在 VBHK-8Π 定向炉浇注的 DD3 合金小角度晶界更为严重, 这与所选工艺参数有关。

(2) 有小角度晶界的试棒各部位的 [001] 取向偏

表 6 DD3 合金持久强度

试样 编号	抽拉速度 (mm/min)	试验温度 (°C)	试验应力 (MPa)	断裂时间 (h)	延伸率 (%)	断面收缩率 (%)	备注
3	4	760	785	118 : 00	20.8	35.87	
11				150 : 50	21.6	22.56	无小角度晶界
17	10	760	785	200 : 35	19.6	38.53	
18				237 : 10	29.6	41.14	无小角度晶界
19				189 : 00	26.4	37.91	
34	20	760	785	130 : 25	16.8	29.58	
35				162 : 15	17.2	32.63	无小角度晶界
44				118 : 15	18.0	36.80	
20	10	900	294	283 : 35	17.0	42.12	
21				280 : 00	32.4	53.21	
22				331 : 20	24.0	59.04	无小角度晶界
27	10	1000	196	163 : 00	16.4	45.24	
28				240 : 30	14.56	45.35	无小角度晶界
29				140 : 00	22.8	35.87	

离度均小于 10°, 各点之间彼此呈 2~5° 夹角, 衍射图显示明显的衍射波特征。

寿命降低约 20~30% 左右。

(3) 小角度晶界使 DD3 合金 760~1000°C 的持久

参考文献 (略)