

细晶铸造 K418 合金晶粒度的显示与评级方法研究

北京航空材料研究所 刘发信 袁文明 汤鑫

本文研究了 K418 合金细晶铸件晶粒度的显示和评级方法, 实际应用证明是可行的。

关键词: 细晶铸造, 高温合金, 晶粒度

Study on the Displaying and Rating of the Grain Size of the Fine Grain Casting of K418 Alloy

Liu Faxin Yuan Wenming Tang Xin

(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

The displaying and rating of grain size of the fine grain casting of K418 alloy have been discussed, which are feasible through the practical using.

Keywords: fine grain casting, superalloy, grain size

1 前言

高温合金细晶铸造工艺 (FGCP) 可使铸件整体细化, 获得小于 0.5mm 细小、均匀、各向同性的等轴晶粒。该工艺本身要求对等轴晶粒有正确的显示方法, 并且对晶粒度的评级应准确和实用。如果不能正确显示细晶铸件晶粒度, 则晶粒度等级无法准确评定, 这直接影响着细晶铸造工艺参数的正确选择, 也就不能保证细晶铸件的技术要求。所以正确地选择细晶铸件晶粒度的显示和评级方法显得非常重要, 但国外对这方面的研究还没有公开, 国内对此也未进行过系统和详细的研究, 因此这就成为细晶铸造工艺研究中必须要解决的技术问题。

2 实验条件

实验所用金相试样取自 K418 细晶铸造力学性能试棒的两端, 金相试样经过机械抛光后, 选定不同的化学腐蚀剂进行浸蚀, 然后在 MIM-8 卧式显微镜上观察晶粒度。

为了验证腐蚀剂所显示晶粒的真实性, 采用 Kossel 衍射技术对试样中相邻等轴晶及同一晶粒内部各点进行电子衍射, 以测定它们的晶粒位向。

透射 Kossel 衍射分析用薄膜试样取自第 47 炉细晶铸造试样的端头, 该实验在 JXA-3A 电子探针上进行。

具体实验参数见表 1。

3 实验结果和讨论

3.1 晶粒度显示

实验中使用了多种化学腐蚀剂, 并对不同炉次不同晶粒尺寸的细晶试样进行对比实验, 从中筛选出三种符合要求的化学腐蚀剂, 其化学组成及腐蚀制度如表 2 所示。

图 1 示出了三种腐蚀剂对 K418 细晶铸造试样 52-1 的晶粒显示效果。

由图 1 可知, 这三种腐蚀剂对 K418 细晶铸件晶粒度的显示效果良好, 并且使用方便, 重复性好。通过比较可以看出, 氯化铁腐蚀剂显示效果最佳, 这表现在它显示的晶界更清楚、连续和闭合, 晶粒之间反差更大。

因此, 实验选择 FeCl_3 腐蚀剂作为显示 K418 合金细晶铸件晶粒度的化学腐蚀剂。

3.2 晶粒显示真实性验证

经 FeCl_3 腐蚀剂显示后, 图 2 示出了 K418 合金 47-1 细晶铸件试样中三个相邻晶粒位向鉴定结果。

可以看出, 在光学显微镜下所观察到的 A、B、C 三个相邻晶粒的 Kossel 衍射花样是各不相同的, 从而说明它们 γ 固溶体晶粒 [001] 取向相差很大, 是合金中三个独立的晶粒实体。为了进一步证实晶粒显示的真实性, 对同一晶粒内部各点进行了电子衍射 (如图 3), 从

Kossel 衍射花样可以看出, 晶粒内部各点 (a、b、c 三 点) 位向基本一致。

表 1 电子探针 Kossel 衍射实验参数

试样号	晶粒平均直径 μm	晶粒	晶粒尺寸, μm	分析位置	电子探针			Kossel 衍射曝光时间 min
					电压, kV	电流, 10^{-7}A	电子束, μm	
47-1	78	A	80×60	中心位置	25	2.10~2.12	~2	10
		B	80×80	中心位置	25	2.12~2.14	~2	10
		C	70×50	中心位置	25	2.15~2.16	~5	10
		D	100×100	a 点	25	2.12~2.13	~2	10
				b 点	25	2.10~2.12	~3	10
				c 点	25	2.06~2.12	~10	10

表 2 化学腐蚀剂

名称	配比	腐蚀制度 ($^{\circ}\text{C}$, s)
氯化铁	(0.5~5g) FeCl_3 + (1~100ml) HCl + (1~100ml) H_2O	室温, 10~20
氯化铁 氯化铜	(0.1~10g) FeCl_3 + (0.5~5g) CuCl_2 + (20~150ml) CH_3OH + (20~100ml) HCl + (50~200ml) H_2O	室温, 5~15
氯化铜	(1~10g) CuCl_2 + (20~150ml) HCl + (50~200ml) H_2O	室温, 10~20

上述结果表明, K418 合金铸态细晶各等轴晶的 $[001]$ 取向均不相同, 其晶粒边界均为“大角度”晶界; 而同一晶粒内部各点的 $[001]$ 取向基本一致, 这便证明了晶粒显示的真实性。

3. 3 晶粒度评级

适合于铸造材料任意取向等轴晶粒的评级方法主要有三种: 面积法; 直线截点法和比较法。根据这三种

方法的基本原理对 K418 合金的第 47 炉细晶铸造试样进行晶粒度级别评定。

(1) 面积法

按照 ASTM112-80 中面积法测定出的晶粒度等级如表 3 所示。

在测定试验圆内的晶粒数时, 应注意两个问题: ①试样腐蚀后不可避免地显示出少量的组织特征, 这包括初生碳化物, 硼化物和共晶相, 此外还有少量的显微孔洞, 它们在计算晶粒数时均不予考虑; ②当两个晶粒边界模糊时应按一个晶粒计, 以防止评出等级偏高。

(2) 直线截点法

在 100 倍典型视场上的晶粒度照片上置 6 根直线, 其长度是至少获得 50 个截点。选择 4 个视场进行计算, 结果见表 4。

(3) 比较法

采用 ASTM112-80 中 100 倍晶粒度图片作为标准图片来进行比较, 可得其微观晶粒度级别为美国国家标准 ASTM4.5~5.0。

以上三种方法晶粒度评级结果见表 5。

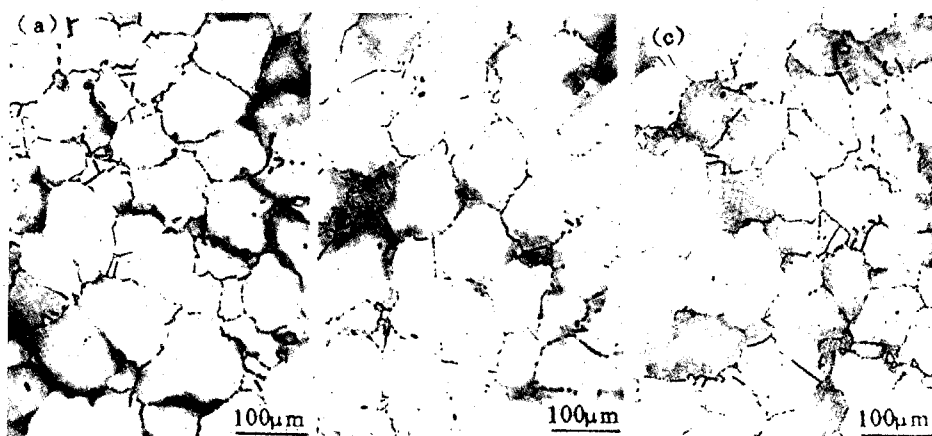


图 1 晶粒度显示效果比较 (a) FeCl_3 ; (b) FeCl_3 - CuCl_2 ; (c) CuCl_2

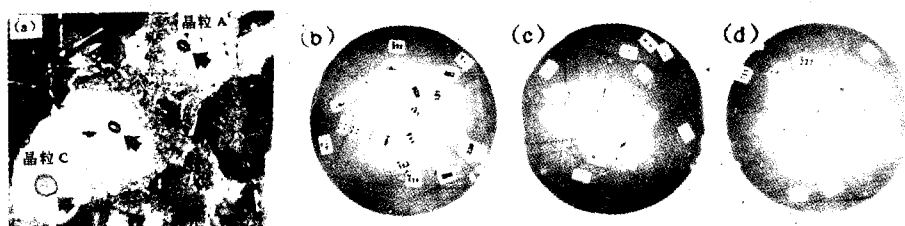


图2 合金中三个相邻晶粒 Kossel 衍射花样

(a) 电子束轰击位置；(b) 晶粒 A；(c) 晶粒 B；(d) 晶粒 C

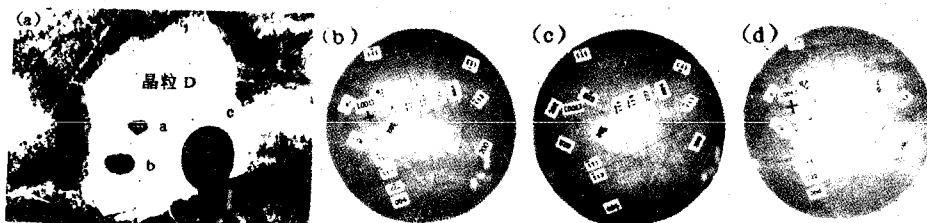


图3 同一晶粒内部各点的 Kossel 衍射花样

(a) 电子束轰击位置；(b) 晶粒 D 中 a 点；(c) 晶粒 D 中 b 点；(d) 晶粒 D 中 c 点

表3 面积法测定晶粒度等级

试样号	视场序号	晶粒数目				晶粒平均面积 \bar{S} , mm ²	晶粒平均直径 \bar{d} , mm	ASTM 晶粒度等级 G
		φ79.8 圆内 m	与圆周相交 m ₁	0.5mm ² 总数 m ₁₀₀	0.5mm ² 平均数 \bar{m}			
47-1	1	92	16.5	108.5	109	4.58×10^{-3}	0.076	4.5
	2	95	15.5	110.5				
	3	93	15.5	108.5				

表4 直线截点法测定晶粒度等级

试样号	47-1			
视场序号	1	2	3	4
截点数	61	60	62	65
直线长度, mm	3.60	3.60	3.60	3.58
平均截距, mm	0.059	0.060	0.058	0.055
总平均截距, mm	0.058			
ASTM 等级, G	5.0			

表5 三种方法晶粒度评级结果 (ASTM, G)

试样号	面积法	直线截点法	比较法
47-1	4.5	5.0	4.5~5.0

差。比较法则带有主观误差,但使用起来简易直观。在细晶铸件的研制阶段应以面积法为主来进行晶粒度等级评定,这可为细晶铸造工艺参数的选择提供准确的依据。而在细晶铸件的生产应用阶段,一般采用直线截点法和直接比较法即可满足使用要求。

4 结论

(1) 确定显示 K418 细晶铸件微观晶粒度的化学腐蚀剂为 FeCl₃ 腐蚀剂,腐蚀制度为室温下浸蚀 10~20 秒,利用 Kossel 衍射技术证明了该腐蚀剂所显示晶粒的真实性。

(2) 评定细晶铸件晶粒度等级的面积法比直线截点法和比较法更准确,并在高温合金细晶铸造工艺研究中获得应用。

参考文献 (略)

三种方法微观晶粒度评级结果相近,最多相差半级。可以认为,三种方法都适用于细晶铸件晶粒度等级评定。由于面积法所容纳的晶粒数目多,因而其评级结果较为准确,适合于仲裁和精确定点评级,但其测定过程较复杂。直线截点法通过的晶粒数目较少,准确性稍