

热处理制度对 DZ111 合金组织和性能的影响

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure
and Mechanical Properties of DZ111

北京航空材料研究所 杨素玲 孙传棋 李其娟 吴昌新 马生

Yang Suling Sun Chuanqi Li Qijuan Wu Changxin Ma Sheng

(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

[摘要] 对抗腐蚀定向凝固高温合金 DZ111 进行了热处理试验。试验结果表明: 在 870℃/32h 时效之前, 进行一次 1080℃ 的处理, 可提高合金的力学性能。因此选择 DZ111 合金的热处理制度为: 1210℃/4h, AC+1080℃/4h, AC+870℃/32h, AC。

关键词: 定向高温合金 热处理 显微组织

[Abstract] This paper describes the heat treatment experiment on the directionally solidified corrosion-resistance superalloy DZ111. The results show that a treatment at 1080℃ prior to 870℃/32h aging may raise the mechanical properties. Therefore, the system of heat treatment of DZ111 may be selected as 1210℃/4h, AC+1080℃/4h, AC+870℃/32h, AC.

Keywords: directionally solidified superalloy heat treatment microstructure

1 前言

定向凝固高温合金 DZ111 是一种新型的抗氧化腐蚀合金, 具有较高的中、高温力学性能, 可用于制作航空发动机涡轮叶片和导向叶片及高温部件, 尤其对工业用燃气涡轮叶片更为合适。

高温合金定向凝固技术能有效地提高大部分合金的力学性能, 延长零件的使用寿命。定向合金由于消除了横向晶界这一弱区, 使其力学性能与等轴晶相比有很大提高。

近年来, 国内外的定向凝固和单晶合金的研究者一致提出采用尽可能高的固溶温度的主张, 并用试验数据表明提高初溶温度和固溶温度的好处^[1~3]。本研究中所采取的固溶处理温度已接近该合金的初熔点。两种制度的不同点在于是否有模拟涂层扩散温度处理的步骤。

2 试验方法

试验用母合金由真空感应炉熔炼, 其成分见表 1。在 ISP2/Ⅱ-DS 真空感应炉中定向凝固成板坯, 温度梯度为 35~45℃/cm, 定向工艺采用快速凝固法 (HRS), 抽拉速度为 0.7cm/min。定向晶粒结晶取向偏离 [001] <10°。其低倍组织如图 1 所示。

试样采用砂轮切割, 纵向切取, 加工前进行热处理。两种不同的热处理制度分别为: 1210℃/4h, AC+870℃/32h, AC 和 1210℃/4h, AC+1080℃/4h, AC+870℃/32h, AC。即后者多一个 1080℃/4h, AC 的高温时效。

表 1 试验用 DZ111 合金的化学成分

元素	C	Cr	Co	Mo	Ta	Al	Ti	B	Ni
含量, wt%	0.087	12.88	9.6	1.54	2.78	3.12	4.89	0.009	余



图 1 铸态 DZ111 定向柱晶组织

按标准方法进行中、高温力学性能试验。

金相试样腐蚀剂采用硝酸:氢氟酸:甘油=1:3:5。合金的显微组织采用金相、扫描电镜、透射电镜等方法进行分析。

3 试验结果和讨论

3.1 合金初溶温度的确定

试验用 DZ111 合金成分见表 1。在 DZ111 合金的铸态组织中有形状不规则的 γ' 相, 大块的 γ/γ' 共晶相及骨架状和颗粒状的初生 MC 碳化物相, 也能见到汉字形的碳化物。铸态 γ/γ' 共晶相、MC 的形态如图 2、图 3 所示。用网络计数法和剪纸称重法^[4]分别测得铸态 γ' 相和 γ/γ' 共晶相的体积百分数分别为 50.2% 和 8.87% 左右。

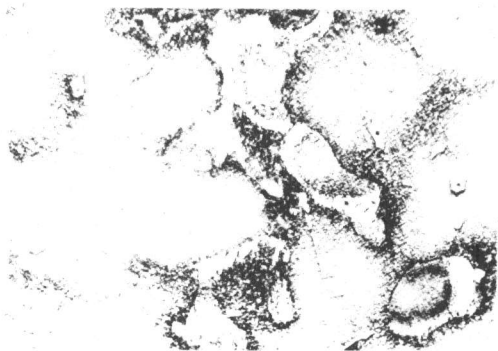


图 2 DZ111 合金铸态组织中的 γ/γ' 相 200×

图 3 DZ111 合金铸态组织中的初生 MC 相 200×

为减小 γ' 相尺寸, 调整 γ' 相形态, 尽量减少或消除共晶 γ/γ' 相, 改变初生 MC 形态, 提高 DZ111 组织的均匀性, 对此合金进行两种不同制度的热处理。

首先, 对合金的初熔点进行了测定。初步选定的温度为: 1180℃, 1200℃, 1215℃, 1230℃, 分别固溶 1h 后空冷。结果发现: 经 1180℃/1h/AC 后, 合金中的 γ' 仅有枝干部分回溶, 而大部分 γ' 相及 γ/γ' 共晶相

都未回溶, 不能达到预期效果 (图 4)。经 1200℃/1h, AC 后, 回溶 γ' 量增多, 但仍有一部分未溶 (图 5)。经 1215℃/1h 后, 未回溶 γ' 相量很少, 但已发现局部有微小初溶现象, 如图 6; 经 1230℃/1h, AC 后, γ' 相几乎全部回溶, 但仍能见到 γ/γ' 共晶相, 并且, 此时初溶现象很严重, 如图 7 所示。

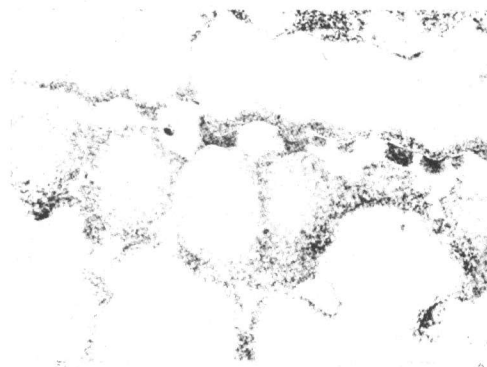


图 4 1180℃/1h, AC 后合金的组织 200×

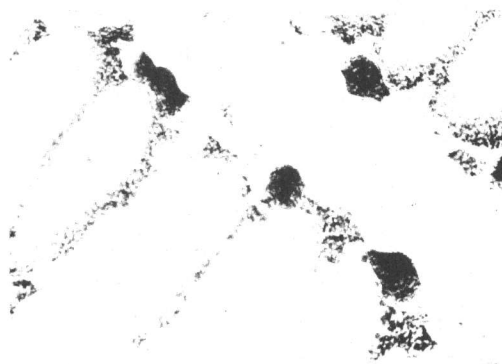


图 5 1200℃/1h, AC 后合金的组织 200×

通过这种金相观察法, 测得合金的初溶温度为 1215~1230℃。为此, 选定合金的固溶温度为 1210℃。时效处理采用常规的 870℃/32h, AC。



图 6 1215℃/1h, AC 后合金的组织 800×

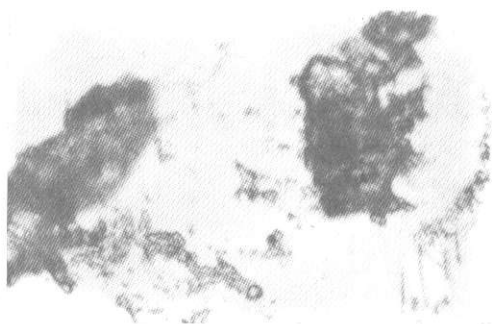


图 7 1230°C/1h, AC 后合金的组织 800×

另外,为研究涂层后组织的变化,采取了两种不同的热处理制度。A 种制度为常用的两级热处理,B 种则有一涂层扩散温度的模拟处理。对这两种不同热处理的组织和性能分别作了比较。

3. 2 不同热处理制度的对合金组织的影响

铸态 DZ111 组织中有形状不规则的 γ' 相,大块的 γ/γ' 共晶相及初生 MC 碳化物。经过热处理后,组织中各相的数量、形态、尺寸及分布均有较大调整。经测量, γ' 相的数量增至 59.1% 左右,共晶 γ/γ' 相的数量则减至 4.65% 左右。初生 MC 碳化物的形态消除了汉字型,而为骨架状和颗粒状。图 8、图 9、图 10 分别示出 DZ111 合金铸态、A 热处理、B 热处理后枝晶干 γ' 的大小及形态。

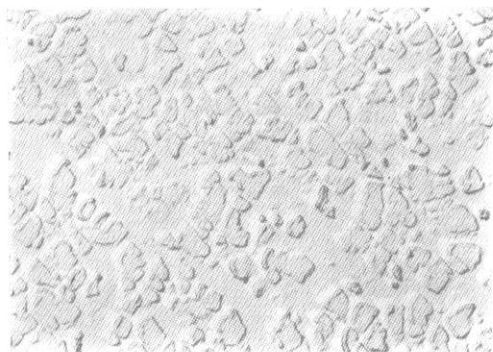


图 8 DZ111 合金铸态下枝晶干 γ' 的大小及形态 6000×

从照片可明显看出,铸态 γ' 相尺寸较大,形态不规则,分布也不均匀;经 A 种热处理后, γ' 相大小约为 0.3 μm ,形状为近似球形,弥散分布;经 B 种热处理后, γ' 相为形态规则的“田”字形,大小约为 0.4 μm ,排列很整齐。

合金经两种热处理后 γ' 相的形态及分布均有较大区别。除与热处理有关外,还与合金的错配度 δ 有很大关系。有人认为:点阵错配度 δ 在 0~0.12% 之间时,

γ' 为球形; δ 为 0.5~1.0% 时, γ' 为立方形;而 $\delta > 1.25\%$ 时, γ' 则变为片状。

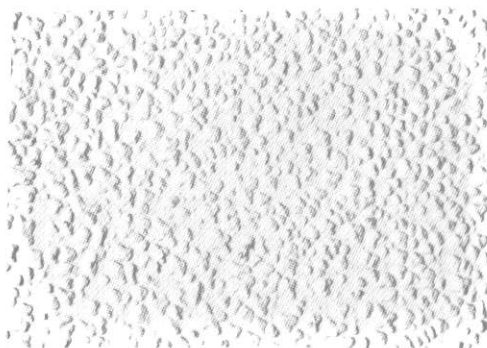


图 9 DZ111 合金经 A 种热处理后枝晶干 γ' 的大小及形态 6000×

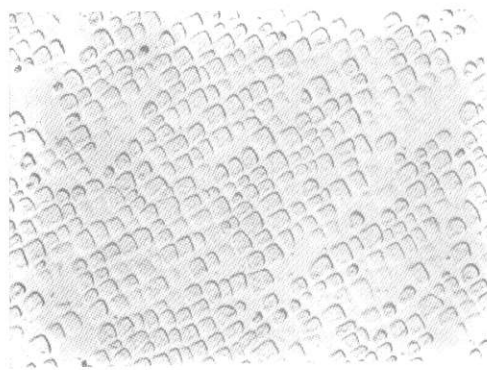


图 10 DZ111 合金经 B 种热处理后枝晶干 γ' 的大小及形态 6000×

文献 [5] 指出,对同一种合金,高温时效易得到方块形 γ' 相。这与本研究中 B 种热处理制度下得到立方形 γ' 粒子的结果一致。

B 种热处理制度处理后,组织中 γ' 相尺寸比 A 种稍有增大,这是由于在 B 种热处理中,组织中 γ' 相在高温固溶后又在 1080°C 高温下时效 4h, γ' 相已重新析出并长大,而后经过 870°C 时效 32h, γ' 粒子继续长大的缘故。虽然如此,B 种组织中 γ' 相的尺寸仍在 $< 0.5 \mu\text{m}$ 的范围内。

3. 3 不同热处理制度对合金持久性能的影响

文献 [6~8] 指出,一般合金的点阵错配应该小于 0.01%,错配度 $\delta < 0.28\%$ 。若 $\delta > 0.28\%$,高温性能就会下降。但尽管 δ 不能太大,也不能太小,若 $\delta \rightarrow 0$ 时,则第一阶段蠕变速率就会很大,对性能会造成严重影响。因此,定向高温合金的错配度不宜趋于零。

DZ111 合金的中、高温持久性能如图 11 所示。从图

上可以看出,在中温,即760~870℃之间,B种热处理制度的持久寿命要比A种热处理制度好得多。并且,塑

性无明显降低;而在高温,即980℃和1040℃下,两种制度下的持久寿命相差不大。

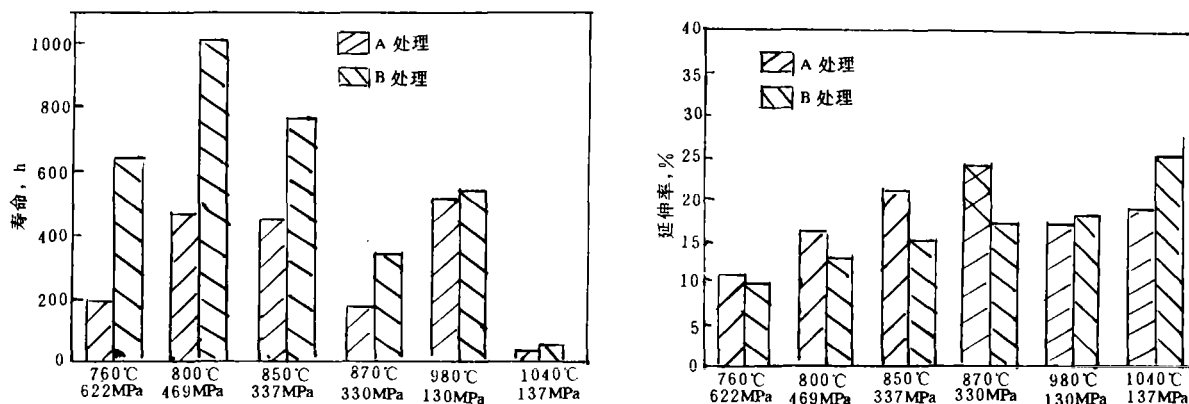


图11 DZ111合金经过A、B两种热处理后的持久性能比较

这是因为:有模拟涂层处理的B种热处理制度,会造成合金有两种不同尺寸的 γ' 相,以改善合金的强度和塑性配合^[9]。合金在1210℃/4h, AC后产生的 γ' 相在1080℃大部分溶解而小部分长大并保留下来,空冷后,又可以进一步析出更多细小的 γ' 相,以利于合金持久寿命的提高。另外,从断裂机理来看,在中温,断裂方式基本上是以位错切割粒子的形式进行的。由于经B种热处理下形成的立方形 γ' 粒子与基体 γ 的错配度 δ 比A种大,因此,在变形过程中,位错切割粒子通过时比较困难,使蠕变第二阶段的蠕变速率降低,从而提高了合金的力学性能。

4 结论

(1) DZ111合金的初溶温度为1215~1230℃。经过A、B两种不同热处理制度处理后,均能得到均匀、细小、弥散分布的 γ' 相,但其形状及排列有所不同。A热处理得到的是近似球形的 γ' 粒子,而B种热处理得到的则是“田”字型规则排列的 γ' 相。

(2) 有模拟涂层处理的B种热处理的持久寿命要比A种高。因此,DZ111合金的热处理制度宜采用:1210℃/4h, AC+1080℃/4h, AC+870℃/32h, AC。

致谢:感谢陈荣章研究员对本研究的大力支持!

参考文献

- 1 J. J. Jackson 等. Met. Trans. A, 8A (1977) P1615
- 2 R. Davies. GBP 1508099, 1979
- 3 M. Gell 等. Proc. 4th International Symposium on Superalloys 21 ~25
- 4 陈荣章, 王玉屏, 王罗宝. 铸造高温合金论文集, 1986,

P141~145

- 5 北京钢铁学院高温合金教研室. 高温合金材料. 第三分册 (试用教材), 1982, 7, P67
- 6 渡边力藏, 九重常男. 铁 τ 钢 vol. 61, No. 9, 1975, 7
- 7 原田广史, 山崎道夫. 铁 τ 钢, 1979, No. 7 1059~1068
- 8 Petter Aldred. SAE751049
- 9 冶金部钢铁研究院, 大冶钢厂. 高温合金文集. 1979, 179 ~187

(上接第40页)

大量的晶核产生,使晶粒细化。

此外,增大过冷度,导致合金结晶过程缩短,限制了晶粒长大,这也造成了晶粒细化的条件。

所以增大过冷度是晶粒细化的主要条件。在研究中主要通过降低浇注过热温度和型壳预热温度来增加过冷度。普通铸造叶片的浇注过热度约100~150℃,而本研究的浇注过热度远低于该温度,再加上型壳预热温度也比国外低50~100℃,因而液体金属结晶时的过冷度比普通铸造的大得多,所以得到了整体细化的叶片。

4 结论

(1) 研究出了K418合金细晶叶片的铸造工艺,这种工艺重复性好,所得细晶叶片的晶粒度可达到ASTM3.5~5级。

(2) K418合金细晶叶片的热等静压工艺为1200℃/120MPa/4h;热处理制度为1180℃×2h, AC+930℃×16h, AC。

参考文献 (略)