

再结晶厚度对定向凝固 DZ125 合金蠕变性能的影响

曲彦平¹, 周金华¹, 于兴福¹, 吴玉超¹, 彭志江², 张明俊², 黄爱华³

(1. 沈阳工业大学, 辽宁 沈阳 110870)

(2. 中航工业沈阳黎明航空发动机(集团)有限责任公司, 辽宁 沈阳 110043)

(3. 中航工业商用飞机发动机有限责任公司, 上海 200241)

摘 要: 柱状晶 DZ125 合金在铸态条件下进行不同强度的表面吹砂, 然后进行标准热处理获得不同厚度的再结晶层, 并测定出合金的蠕变寿命, 对比分析再结晶及其厚度对合金蠕变性能的影响, 采用扫描电镜对铸态、热处理态和蠕变断裂后合金的微观组织进行观察, 试验结果表明: 柱状晶 DZ125 合金在不同吹砂强度条件下, 热处理后合金表面发生再结晶厚度不同, 随吹砂强度的增大再结晶层的厚度增大。铸态 DZ125 柱状晶合金中的碳化物呈片状、条状或颗粒状, 经标准热处理后合金中的碳化物部分发生溶解, 片状碳化物尺寸减小, 碳化物表面出现孔洞, 条状碳化物转变为颗粒状, 原有颗粒状碳化物尺寸降低。再结晶后, 晶界析出少量颗粒状碳化物。具有不同再结晶厚度的 2 和 4 mm 片状试样, 在 980 °C, 235 MPa 条件下的蠕变寿命相当, 与未发生再结晶的柱状晶合金相比寿命降低 30%。蠕变期间再结晶晶界碳化物发生了积聚和长大, 这有利于提高再结晶晶界强度。蠕变期间断裂裂纹主要沿与应力轴垂直的再结晶晶界萌生, 在柱状晶合金内部也存在裂纹萌生点。再结晶晶粒内发生了 γ' 相筏形化, 说明柱状晶再结晶晶界虽然弱化了合金的蠕变强度, 但其本身也具有一定的强度。

关键词: 再结晶; 柱状晶; 碳化物; 蠕变; γ' 相筏形化

中图法分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)01-0235-07

随着航空航天工业的发展, 发动机的效率不断得到提高, 对航空发动机有效功率提高起决定性作用的涡轮前燃气温度也不断提高。因此, 对高温合金等耐高温材料的承温能力提出了更加苛刻的要求。为了适应这种需求, 镍基高温合金经历了等轴晶、定向凝固柱晶和单晶的发展历程^[1, 2]。柱状晶合金由于消除了与应力轴垂直的横向晶界, 使其具有优异的高温力学性能, 同时柱状晶制造叶片的成本远远小于单晶合金, 因此采用柱状晶合金制造涡轮和导向叶片仍然是现役航空发动机制造关键部件和重要部件的首选材料^[3-9]。然而, 在生产和服役过程中, 由于凝固过程中模壳收缩、机械去除模壳、叶片的研磨校形等过程难以避免会在叶片中引入一定的塑性变形。带有塑性变形的叶片在高温热处理以及实际使用过程中会发生回复和再结晶。1999 年底至 2002 年, 定向凝固合金涡轮叶片发生了多起与再结晶有关的叶片叶身裂纹和断裂故障, 导致了飞行事故的发生, 造成了大量发动机返厂检修和飞机停飞^[10-13]。同一时期, 美国某发动机涡轮叶片也因再结晶问题导致飞行事故, 我国在研的发动机也在试车台上发生涡轮叶片再结晶导致的叶片裂纹或断裂故障。再结晶层成为合金性能薄弱的区域, 这

些区域将对叶片的高温性能造成不利的影响, 甚至会导致整个叶片在极短的时间发生失效断裂, 因此需严格控制生产制造过程, 严格控制再结晶的发生。

既然再结晶问题很难得到完全避免, 而合金发生再结晶, 特别是再结晶层的厚度对合金性能的影响研究较少, 因此本实验针对 DZ125 定向凝固高温合金的再结晶问题, 研究再结晶层厚度对合金性能的影响。

1 实 验

采用 ALD 型真空定向凝固炉制备出尺寸为 $\Phi 16$ mm \times 190 mm 的 DZ125 合金柱状晶试棒。将铸态试棒加工成尺寸如图 1 所示的片状试样, 为了确定再结晶层所占比例对合金性能的影响, 切割试样厚度分别为 2 和 4 mm 两种。

另外加工尺寸为 10 mm \times 10 mm 的立方体若干, 与片状试样进行相同的加工处理, 用以观察再结晶层的组织形貌。为了防止加工过程中引入应力, 试样的加工过程完全采用线切割。加工好的试样, 在 M-2 型研磨机上采用水磨砂纸以较小力及流水冷却状态下将表面磨平并抛光。为了获得不同厚度的再结晶层, 抛光后的试样采用干砂作为吹砂介质, 砂粒度为 125

收稿日期: 2017-01-09

作者简介: 曲彦平, 男, 1963 年生, 博士, 沈阳工业大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110870, 电话: 024-25496301, Email: quyanp@163.com

μm , 吹砂强度分别为 0.3, 0.4 和 0.5 MPa, 吹砂时间为 60 s。吹砂后的试样, 采用玻璃管进行真空封装, 然后进行标准热处理, 热处理工艺曲线如图 2 所示。

另外单独取一根试棒按照标准热处理工艺进行完全热处理, 然后切割成厚度为 2 mm 的片状试样, 用于测定未发生再结晶柱状晶 DZ125 合金的性能。将加工处理好的 DZ125 合金试样置于 GWT1504 型蠕变试验机上, 测定合金在 980℃, 235MPa 下的蠕变曲线, 用于分析再结晶对合金蠕变性能的影响。

将铸态、热处理态及吹砂后发生再结晶的 DZ125 合金试样腐蚀后采用 S-3400N 型扫描电镜进行微观组织观察, 用以确定合金微观组织形貌特征, 腐蚀液成分为: HCl (20 mL)+CuSO₄ (5 g)+H₂O (100 mL)。

2 结果与分析

2.1 热处理对合金组织的影响

铸态和经标准热处理后合金中的碳化物组织形貌如图 3 所示。铸态合金中的碳化物主要存在 3 种状态, 层片状、条状和颗粒状, 如图 3a 所示。经标准热处理后合金中碳化物部分发生溶解, 长条形碳化物转变成点状, 片状碳化物尺寸变小, 表面出现了溶解孔洞, 原有颗粒状碳化物尺寸变小, 如图 3b 所示。碳化物上出现的孔洞是碳化物元素扩散溶解进入基体, 该区域因为碳化物形成元素浓度的降低而转变成基体组织, 采用腐蚀剂进行组织显示使碳化物内部的基体相

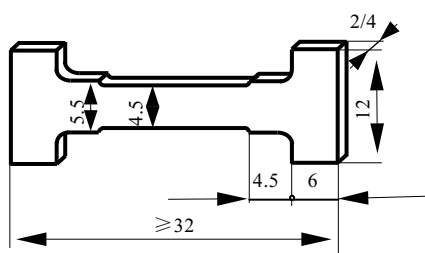


图 1 片状试样尺寸

Fig.1 Size of sample

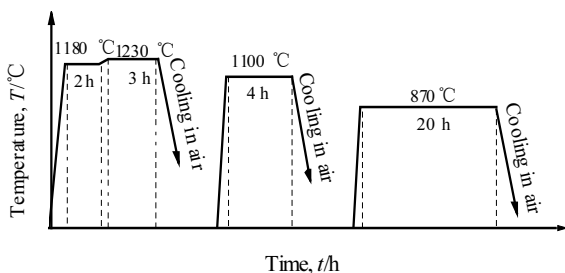


图 2 标准热处理工艺曲线

Fig.2 Standard heat treatment curves



图 3 铸态 DZ125 合金中碳化物形貌

Fig.3 Morphologies of carbides in DZ125 alloy: (a) as-cast and (b) after heat treatment

溶解, 从而显现出孔洞特征。大尺寸碳化物容易成为裂纹萌生区域, 而碳化物部分溶解虽然在碳化物上形成了孔洞特征, 但是持久断裂后组织观察表明, 碳化物上的孔洞区域并不是裂纹萌生区。

图 4 为合金中的 γ' 相在热处理期间组织演化过程, 铸态合金中 γ' 相主要呈蝶形, 尺寸为 0.8 μm 左右, 如图 4a 所示。经固溶处理后合金中的 γ' 相溶入基体, 冷却期间析出细小立方体, 其尺寸为 0.25 μm 左右, 如图 4b 所示。经标准完全热处理后, 合金中的 γ' 相析出更加规则, 长大后的尺寸达到 0.5 μm 左右, 排列更加规则, 如图 4c 所示。

2.2 合金的再结晶组织

铸态合金吹砂后经标准热处理, 合金表面发生再结晶, 再结晶组织形貌如图 5 所示, 图 5a 为再结晶形貌, 由图可见再结晶区域为细小等轴晶晶粒, 晶粒的晶界上存在较少的颗粒状碳化物, 其形貌如图 5b 所示。

铸态 DZ125 合金经 0.3, 0.4 和 0.5 MPa 吹砂处理 60 s 后, 经标准热处理表面层发生再结晶最大深度如表 1 所示。

2.3 DZ125 合金及再结晶后的蠕变性能

测定出试样厚度为 2 mm 未发生再结晶和铸态 0.3 MPa 吹砂后, 经标准热处理发生再结晶的 DZ125 合金在 980℃, 235 MPa 条件下的蠕变曲线如图 6 所示,

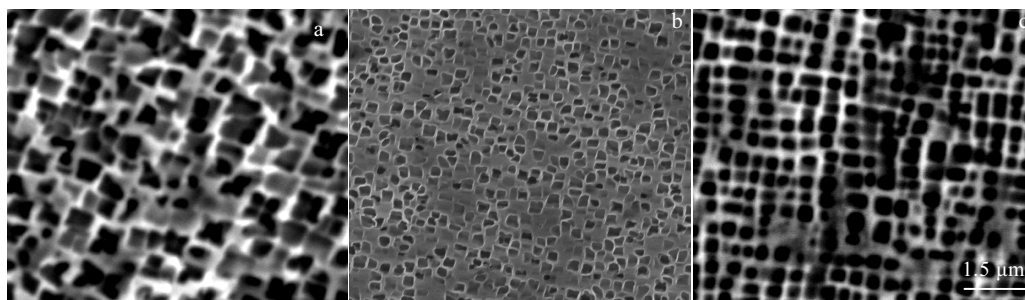
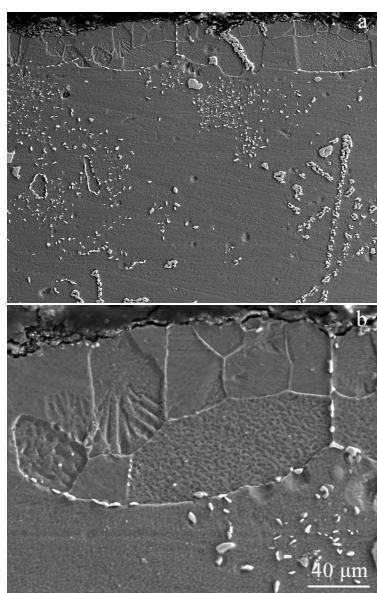
图 4 合金中的 γ' 相热处理期间组织演化Fig.4 Microstructure evolution of γ' during heat treatment: (a) as-cast, (b) solid solution, and (c) full heat treatment

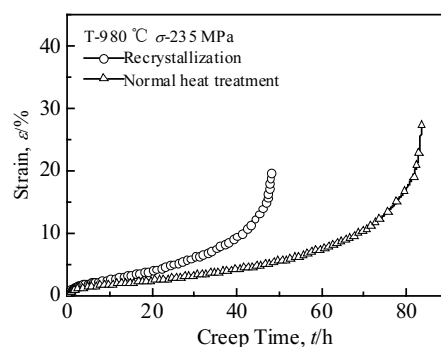
图 5 铸态 0.3 MPa 吹砂 60 s 标准热处理合金中的再结晶组织
Fig.5 Recrystallization microstructure by blowing sand 60 s at 0.3 MPa for as-cast alloy after standard heat treatment: (a) microstructure of recrystallization and (b) morphology of amplified equiaxed crystal

表 1 合金表面再结晶层厚度

Table 1 Thickness of surface recrystallization layer			
No.	Stress/MPa	Sand blowing time/s	Thickness/ μm
1	0.3	60	45
2	0.4	60	60
3	0.5	60	100

未发生再结晶合金的蠕变寿命为 83.6 h, 合金的伸长率为 27.2%。发生再结晶合金的蠕变寿命为 48.12 h, 合金的延伸率为 19.7%。

测定出铸态经 0.3, 0.4 和 0.5 MPa 吹砂, 经标准热处理后发生再结晶, 试样厚度为 2 和 4 mm 的合金在 980 $^{\circ}\text{C}$, 235 MPa 下的蠕变寿命如表 2 所示。由表

图 6 DZ125 合金在 980 $^{\circ}\text{C}$, 235 MPa 下的蠕变曲线Fig.6 Creep curves of DZ125 alloy at 980 $^{\circ}\text{C}$, 235 MPa表 2 再结晶 DZ125 合金在 980 $^{\circ}\text{C}$, 235 MPa 下的蠕变寿命Table 2 Creep life of recrystallized DZ125 alloy under the conditions of 980 $^{\circ}\text{C}$, 235 MPa

No.	Sand blowing intensity/MPa	Sand blowing time/s	Creep life/h	Elongation /%	Sample thickness/mm
1	0.3	60	48.12	19.7	2
2	0.3	60	51.41	28.6	4
3	0.4	60	49.73	22.4	2
4	0.4	60	50.61	39.3	4
5	0.5	60	53.28	22.4	2
6	0.5	60	50.16	32.7	4

中数据可见, 厚度为 2 和 4 mm 试样, 经 0.3, 0.4 和 0.5 MPa 吹砂处理再结晶后, 合金的蠕变寿命相当, 均为 50 h 左右, 与未发生再结晶合金相比蠕变寿命明显降低, 降低幅度达到三分之一左右。

3 讨论

3.1 吹砂强度对合金再结晶及再结晶层厚度的影响

铸态条件下对合金表面进行吹砂处理, 与生产中叶片表面壳型的清理时采用的方法相同, 在采用不同吹砂强度下合金表面将产生不同深度的塑性变形, 并产生残余应力。吹砂过程中单个砂粒撞击合金表面,

表面发生塑性变形和产生残余应力的情况如图 7 所示。在合金的表层由于砂粒撞击力较大,产生的塑性变形也最大,表面表现为残余压应力,由于最外层可以释放残余应力因此残余应力较低,但是随着向内部延伸残余应力逐渐增大。而次表层,由于受到砂粒撞击的力需要通过表层传递,因此塑性变形量有所降低,随着深度的加大残余压应力逐渐降低,当超出塑性变形层后,残余压应力最终转变为残余张应力。

发生塑性变形后,合金表层和次表层产生大量位错组织^[14],热处理前位错分布示意如图 8a 所示,位错在合金表层和次表层密度不同,在合金的最外层位错密度较高,而次表层位错密度降低。经标准热处理后,合金表层及次表层发生回复及再结晶,在标准热处理期间,位错发生攀移和位错之间的相互反应,位错排布向着能量最小的方式运动,部分位错因相互反应而消失,剩余的位错也是以能量最小的趋势排列,从而导致晶界的出现,如图 8b 所示。由于在合金吹砂处理的表层,位错密度较高,因此回复和再结晶后出现的等轴晶粒也较细小,如图 5a 的表层细小晶粒区,而次表层由于残余应力小,位错密度低,因此回复再结晶晶粒较粗大,如图 4a 次表层晶粒所示。

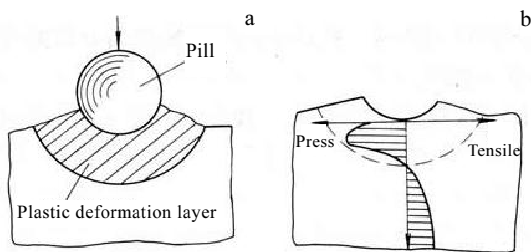


图 7 砂粒撞击合金表面示意图

Fig.7 Schematic diagram of sand impact alloy surface: (a) plastically deforming area and (b) residual stress distribution

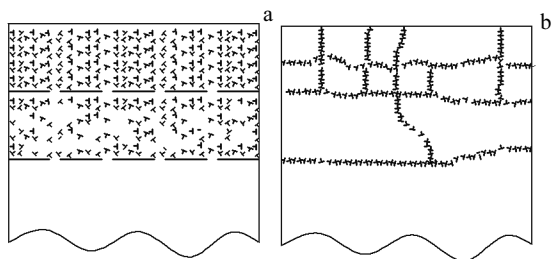


图 8 吹砂处理后合金表层位错分布示意图

Fig.8 Schematic diagram of the distribution of dislocation in surface layer of alloy after blowing sand: (a) as-cast blowing sand and (b) recrystallization after standard heat treatment

当采用不同吹砂强度进行吹砂时,合金表层的塑性变形层深度将随着吹砂强度的增大而加深。因此在表层相同深度条件下,吹砂强度高合金比低强度吹砂合金具有更高的位错密度,因此导致再结晶层厚度随吹砂强度的增大而增大。合金再结晶深度与吹砂强度之间的关系如图 9 所示,随着吹砂强度的增加,合金再结晶层厚度逐渐增大。

3.2 再结晶层深度对合金蠕变性能的影响

DZ125 铸态合金经吹砂和标准热处理后表面层形成一定厚度的再结晶层,再结晶层厚度占试样的比例关系如表 3 所示。当合金试样厚度为 2 mm 时,再结晶层占试样有效载荷面积为 2.2%~5%,而当试样厚度为 4 mm 时,再结晶层占试样有效载荷面积为 1.1%~2.5%。虽然再结晶层占试样有效载荷的面积不同,但是合金的蠕变寿命相当。说明在试验条件下,再结晶对合金持久寿命的影响与试样的厚度无关,这主要是因为再结晶层厚度相对于试样的厚度来说占比较小,只要合金发生了再结晶,蠕变期间裂纹就会首先在再结晶的横向晶界产生,并逐渐向内部扩展,其对合金的性能就会产生不利的影响。由测定的蠕变寿命可以看出,在试验条件下合金发生再结晶后,其蠕变寿命降低,降低幅度为未发生再结晶合金的 30%左右。

3.3 蠕变期间合金组织的演化

合金发生再结晶后,在晶界存在少量尺寸较小的碳化物,其大小及分布状态如图 10a 所示,当合金经

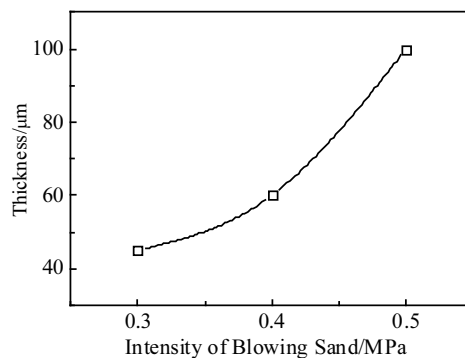


图 9 吹砂强度与再结晶厚度的关系

Fig.9 Relationship between the intensity of blowing sand and the thickness of recrystallization

表 3 再结晶层占试样厚度比例

Table 3 Layer accounted for the proportion of the thickness of the sample

No.	Recrystallization thickness/ μm	Load area (2 mm-sample)/%	Load area (4 mm-sample)/%
1	45	2.2	1.1
2	60	3	1.5
3	100	5	2.5

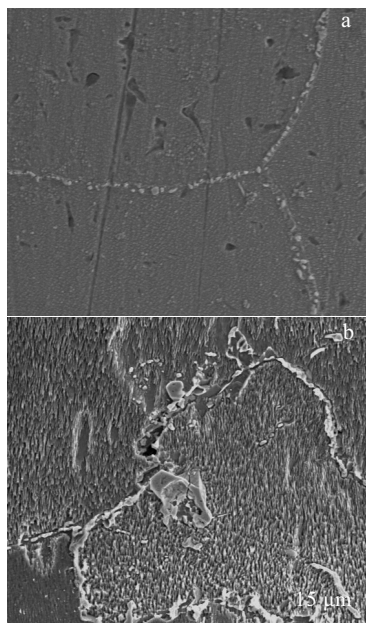


图 10 再结晶晶界碳化物形貌

Fig.10 Carbides morphologies of recrystallization around grain boundary: (a) carbides around grain boundary after recrystallization and (b) carbides around grain boundary after creep under the condition 980 °C, 235 MPa

历 980 °C, 235 MPa 条件下蠕变 50 h 后, 再结晶晶界碳化物发生了偏聚和长大, 其形貌如图 10b 所示。

晶界碳化物长大是因为固溶处理期间, 合金中的 MC 型碳化物部分发生了溶解, 导致基体中碳化物形成元素含量增加。合金中的碳元素为长程扩散元素, 可以沿着晶界以更快的速度扩散, 因此更容易在晶界形成碳化物。而合金中形成碳化物的合金元素为短程扩散元素, 其需要较长的时间才能完成远距离扩散。因此标准热处理的固溶处理使合金元素溶入基体, 而时效处理将使碳化物沿晶界析出, 由于标准热处理的时效时间较短, 所以晶界析出的碳化物数量较少, 颗粒也较小。而在 980 °C 长时间蠕变期间, 合金中碳化物形成元素将向晶界扩散, 从而出现晶界碳化物聚集及长大现象。

镍基高温合金蠕变期间, 当合金受到应力作用时, 合金中的 γ' 相发生了定向粗化, 形成与应力轴垂直的 N 型筏结构, 如图 11 所示。部分研究者认为再结晶区域没有强度^[15], 再结晶对合金性能起到的是完全破坏作用。本实验中通过对蠕变断裂后再结晶区域的观察可以见到, 在再结晶的等轴晶粒内同样出现了 γ' 相筏形化特征, 图 11a 所示, 说明再结晶区域在合金蠕变期间仍然受到了一定应力, 再结晶晶界仍然具有一定的强度, 图 11b 为合金中的 γ' 相筏形化放大后的形貌。

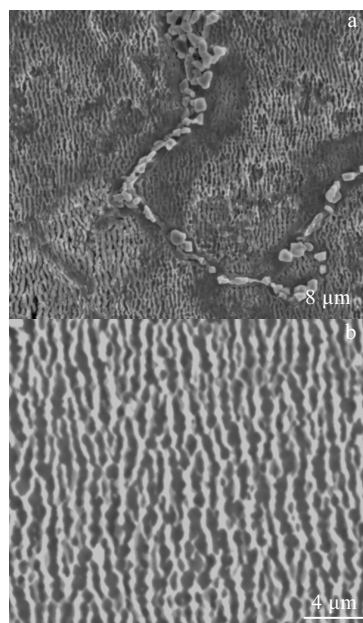
图 11 980 °C, 235 MPa 蠕变 50 h 后合金中的 γ' 相筏

Fig.11 γ' phase raft after creep 50 h at 980 °C, 235 MPa: (a) features of γ' phase raft and (b) N-type γ' raft

3.4 再结晶对合金蠕变断裂的影响

对 DZ125 合金发生断裂后组织观察表明, 裂纹主要产生于与应力轴方向垂直的再结晶晶界, 产生的裂纹形貌如图 12a 所示, 对裂纹放大后的形貌如图 12b 所示。

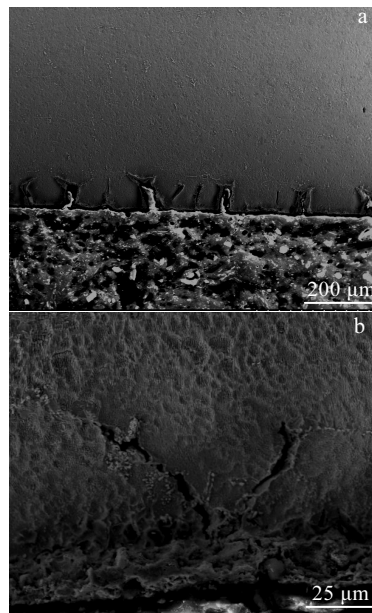


图 12 980 °C, 235 MPa 蠕变 50 h 断裂后试样表面裂纹萌生形貌

Fig.12 Morphologies of crack initiation in alloy surface after creep 50 h at 980 °C, 235 MPa: (a) macro crack and (b) micro crack

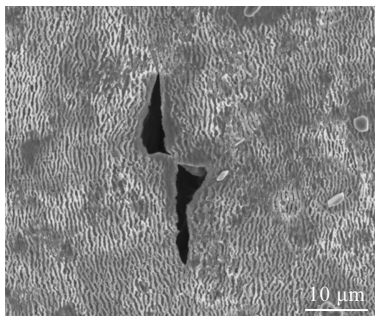


图 13 980 °C, 235 MPa 蠕变期间试样内部裂纹萌生

Fig.13 Internal crack initiation in the alloy at 980 °C, 235 MPa during creep

与应力轴垂直的再结晶横向晶界成为了合金中的薄弱环节。虽然在再结晶的横向晶界上产生了大量裂纹,但是在合金的内部也观察到裂纹萌生,其形貌如图 13 所示。说明合金发生再结晶后,并没有发生毁灭性的性能破坏,边缘再结晶组织产生的裂纹并没有直接瞬间使合金发生断裂,从寿命比较上可以认为再结晶降低了合金 30% 的蠕变寿命,说明蠕变期间在合金的内部仍然存在应力,存在蠕变裂纹萌生的过程。

4 结 论

1) DZ125 柱状晶合金经不同强度吹砂处理和标准热处理后,在合金的表面层发生再结晶,再结晶层的厚度随吹砂强度的增大而增厚。

2) 铸态 DZ125 合金中的碳化物呈片状、条状或颗粒状,固溶处理后合金中的碳化物部分发生溶解,片状碳化物尺寸减小,表面出现溶解孔洞,条状碳化物转变为颗粒状碳化物,原有颗粒状碳化物尺寸降低,再结晶晶界析出少量颗粒状碳化物。

3) 在 2 和 4 mm 两种不同厚度试样条件下,具有不同再结晶层厚度的 DZ125 合金 980 °C, 235 MPa 条件下合金的蠕变寿命相当,与未发生再结晶合金相比寿命降低 30%。

4) 发生再结晶合金在 980 °C, 235 MPa 条件下,再结晶晶粒内出现了 γ' 相筏形化,说明柱状晶发生再结晶后产生的晶界仍然具有一定的强度,蠕变断裂裂纹在再结晶晶界及合金内部萌生。

参考文献 References

- [1] Shi Changxu(师昌绪), Zhong Zongyong(仲增墉). *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2010, 46(11): 1281
- [2] Hu Zhuangqi(胡壮麒), Liu Lirong(刘丽荣), Jin Tao(金涛), Sun Xiaofeng(孙晓峰). *Aeroengine* (航空发动机)[J], 2005, 31(3): 1
- [3] Zhang Weiguo(张卫国), Liu Lin(刘林), Zhao Xinbao(赵新宝) *et al. Foundry*(铸造)[J], 2009, 58(1): 1
- [4] Whitesell H, Overfelt R A. *Mate Sci Eng A*[J], 2001, 318: 264
- [5] Chu Zhaokuang(储昭颀), Yu Jinjiang(于金江), Sun Xiaofeng(孙晓峰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(5): 834
- [6] Agnieszka Szczotok, Janusz Szala, Jan Cwajna *et al. Materials Characterization*[J], 2006, 56: 348
- [7] Bae J S, Lee J H, Kim S S *et al. Scripta Materialia*[J], 2001, 45: 503
- [8] Wang Changshuai(王常帅), Zhang Jun(张军), Liu Lin(刘林) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(2): 307
- [9] Zhang Mingjun(张明俊), Peng Zhijiang(彭志江), Sun Baocai(孙宝才) *et al. Foundry* (铸造)[J], 2015, 64(5): 459
- [10] Tao Chunhu(陶春虎), Zhang Weifang(张卫方), Li Yunju(李运菊) *et al. Failure Analysis and Prevention* (失效分析与预防)[J], 2006, 1(4): 1
- [11] Tao Chunhu(陶春虎), Yan Minggao(颜鸣皋), Zhang Weifang(张卫方) *et al. Journal of Materials Engineering* (材料工程)[J], 2003(S1): 15
- [12] Zhang Weifang(张卫方), Gao Wei(高威), Zhao Aiguo(赵爱国) *et al. Materials for Mechanical Engineering* (机械工程材料)[J], 2003, 27(9): 48
- [13] Zhang Weifang, Li Yunju, Liu Gaoyuan *et al. Engineering Failure Analysis*[J], 2004, 11(3): 429
- [14] Pu Sheng(濮晟), Xie Guang(谢光), Zheng Wei(郑伟) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2015, 51(2): 239
- [15] Sun Chuanqi(孙传祺), Tao Chunhu(陶春虎), Xi Niansheng(习年生) *et al. Materials for Mechanical Engineering* (机械工程材料)[J], 2001, 25(8): 4

Effect of Recrystallization Thickness on Creep Properties of Directionally Solidified DZ125 Alloy

Qu Yanping¹, Zhou Jinhua¹, Yu Xingfu¹, Wu Yuchao¹, Peng Zhijiang², Zhang Mingjun², Huang Aihua³

(1. Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China)

(2. AVIC Shenyang Liming Aero-Engine (Group) Corporation Ltd, Shenyang 110043, China)

(3. AVIC Commercial Aircraft Engine CO., Ltd, Shanghai 200241, China)

Abstract: The surface of as-cast columnar crystal DZ125 alloy was blew sand followed by standard heat treatment process to obtain the recrystallization layers with different thickness, and the creep life of the alloy was measured. The effect of recrystallization and its thickness on the creep properties of the alloy was analyzed. The microstructure of the alloy was observed by scanning electron microscope. The results show that after heat treatment the thickness of the recrystallization layer on the surface of the columnar crystal DZ125 alloy is different at varied sand blowing intensity; with the sand blowing intensity increasing, the recrystallization layer thickness increases. The carbide in the as cast DZ125 columnar crystal alloy is slice, strip or grain, and the carbide after the standard heat treatment is partly dissolved, the size of the slice is reduced, and holes appear on the surface of slice carbide. Strip carbides turn into grains, and the original grain size declines. A small amount of grain carbides are precipitated around the grain boundaries after recrystallization. The creep lives of 2 mm and 4 mm thick samples with different recrystallization thickness are roughly equal to each other under the condition of 980 °C and 235 MPa, while decreased by 30% compared to that of the columnar crystal alloy without recrystallization. During the creep, the carbides in the grains are accumulated and grow around the grain boundary, which is beneficial to improve the strength of grain boundary. During creep the crack initiation is mainly along with the recrystallization grain boundary which is vertical to the stress axis. Crack initiation points also exist in the internal of the columnar crystal alloy. The γ' phase rafted in recrystallization grains indicates that the grain boundaries of recrystallization have certain strength, although they weaken the creep strength of the alloy.

Key words: recrystallization; column crystal; carbide; creep; raft

Corresponding author: Yu Xingfu, Ph. D., School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, P. R. China, Tel: 0086-24-25496301, E-mail: yuxingfu@sut.edu.cn