

分步酸溶法提取镍基高温合金粉末中的 非金属夹杂物

钟伟杰¹, 焦东玲¹, 刘仲武¹, 刘娜², 李周², 张国庆²

(1. 华南理工大学 材料科学与工程学院, 广东 广州 510640)

(2. 中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095)

摘要: 本工作提出利用分步酸溶法准确提取镍基高温合金粉末中非金属夹杂物, 实现夹杂物的定量表征。首先选用最佳配比为 HCl:HNO₃=6:1 的混合浓酸溶解镍基高温合金粉末, 然后利用 H₂O₂-草酸体系和稀酸将酸溶产物和难溶金属元素完全溶解。利用 SEM、EDS 等表征手段分析了最终获得的非金属夹杂物的数量、形貌、成分和尺寸分布。结果表明, 该方法具有简便快速、分离效率高、回收率高、对非金属夹杂物的影响较小、可提取夹杂物粒径范围广等优点。此外, 本研究还对比了分步酸溶法和水淘洗法的提取效果, 发现分步酸溶法对粒径大于 50 μm 的夹杂物提取效果与常用的水淘洗法基本一致, 而对粒径小于 50 μm 的夹杂物提取效果显著提升。

关键词: 镍基高温合金; 粉末; 夹杂物; 定量表征; 分步酸溶法

中图分类号: TF114.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)07-2617-08

粉末冶金镍基高温合金因具有较高的抗拉强度、疲劳强度以及良好的抗氧化性能^[1-3], 已成为目前高性能航空发动机涡轮盘等关键热端部件的首选材料^[4-6]。但是, 即使是微小的夹杂物缺陷, 也可能对粉末涡轮盘的疲劳性能产生明显影响, 甚至造成涡轮盘的断裂^[7-12]。近期有报道提出, 使用电子束重熔诱导定向凝固^[13]或超重力诱导分离^[14]的方法可以将合金熔体中的非金属夹杂物汇聚并部分去除。但是, 在粉末制造和处理过程中, 完全去除这类非金属夹杂物还是一个挑战^[15,16]。实际生产中, 一般通过筛分^[17]等方法去除粉末中的部分大粒径非金属夹杂物, 以降低夹杂物含量, 提高粉末质量。但仍会有部分小粒径夹杂物存在, 此类夹杂物在粉末后续成型和热处理过程中会遗传下来^[18-20], 对加工成型的工件性能产生隐患^[21-24]。因此, 在完成制粉后, 对夹杂物进行定量表征非常重要, 这也是研究者和生产技术人员关注的焦点。

高温合金对冶金质量要求非常高, 因此合金粉末中的夹杂物的含量非常少。要实现夹杂物的定量表征, 首先需要夹杂物进行有效的分离和提取。目前, 针对分离或提取高温合金粉末中非金属夹杂物的方法主要有水淘洗法^[25]、电解法^[26]、静电分离法^[27]等。然而, 上述几种分离方法仍存在一定的局限性。水淘洗法会

受到非金属夹杂物形状不规则、水流速不均匀、颗粒之间的干涉沉降等影响, 导致分离效率降低且分离不完全^[25]。电解法需先将粉末样品加工成阳极电极, 工艺繁琐且电解时间长, 达十几甚至几十个小时^[26], 并且由于取粉量有限, 难以客观表征粉末中的夹杂物含量。静电分离法往往需要控制合适的电晕电极电压、金属辊筒转速, 存在夹杂物的最佳分离尺寸^[27], 分离率往往不能达到 100%。因此, 为高效、准确地定量分析粉末中的夹杂物含量, 满足制备粉末冶金件的需要, 亟需开发合适的非金属夹杂物提取方法, 以解决行业检测上的瓶颈问题。

本研究提出了一种分步酸溶法提取镍基高温合金粉末中的非金属夹杂物的新方法, 通过采用混合浓酸将高温合金粉末溶解, 选用 H₂O₂-草酸体系将酸溶产物、难溶金属元素去除, 将非金属夹杂物颗粒完整地保留下来, 实现夹杂物的有效提取。后续利用扫描电子显微镜及能谱分析对夹杂物的形貌、成分、数量及尺寸进行表征。本研究还对比了传统水淘洗法和分步酸溶法的分离效果。

1 实验

实验材料为氩气雾化法制备的镍基高温合金粉末,

收稿日期: 2021-07-05

基金项目: 国家重点研发计划 (2019YFA0705300)

作者简介: 钟伟杰, 男, 1992 年生, 博士, 华南理工大学材料科学与工程学院, 广东 广州 510640, 电话: 020-22236906, E-mail: msweijiezhong@mail.scut.edu.cn

主要成分(质量分数, %)为: (12~18) Cr, (10~14) Co, (2~6) W, (2~6) Mo, (2~6) Ti, (2~6) Al, 余量 Ni。分别采用水淘洗法和分步酸溶法分离提取了 500 g 高纯净粉末中的非金属夹杂物。其中, 水淘洗法主要采用了自行搭建的水淘洗分离器(由流量计、水泵、集水瓶、淘洗管、托盘、筛网等部分组成), 采用不同的临界水流速度(2.588~5.752 mm s⁻¹)对高温合金粉末进行淘洗, 选用孔径 25 μm (500 目) 不锈钢筛网收集淘洗物。而分步酸溶法共分为 3 步: (1) 采用混合浓酸与易溶解合金元素发生化学反应, 得到絮状酸溶产物; (2) 采用 H₂O₂-草酸体系将酸溶产物完全溶解; (3) 采用稀酸将反应过程中产生的合金氧化物去除, 保留非金属夹杂物。

首先利用 Quanta200 扫描电子电镜 (SEM) 及能谱仪 (EDS) 对经水淘洗法分离出的夹杂物进行微观形貌、尺寸及成分表征, 确定了合金粉末中常见的非金属夹杂物类型。根据夹杂物的元素种类, 探索了在分步酸溶法中能完全溶解高温合金粉末的混合浓酸配方, 并验证了混合浓酸、H₂O₂-草酸体系能达到完全溶解合金粉末、对非金属夹杂物影响较小等目的。最后, 采用 SEM 和 EDS 对经分步酸溶法分离出的夹杂物进行了微观形貌、尺寸及成分表征, 对比水淘洗法与分步酸溶法的分离效果。

2 结果与讨论

2.1 水淘洗法提取出的夹杂物

气体雾化高温合金粉末中的非金属夹杂主要是由于母合金熔炼及制粉装置中的坩埚、中间包等耐火材

料脱落造成的^[28]。而熔炼过程中的脱氧产物、雾化介质氩气中的固体颗粒及工艺过程环境受污染都可能引入氧化物陶瓷颗粒^[29,30]。

利用常规的水淘洗法提取出的非金属夹杂物的形貌如图 1 所示。各非金属夹杂物的形状极不规则, 呈有棱角的多面体破碎状, 与雾化的高温合金颗粒及异形粉的形貌均差异较大, 容易辨识。非金属夹杂物的表面往往附着小粒径的高温合金颗粒, 这是由于通过水淘洗法收集分离非金属夹杂物时, 小粒径的合金粉末颗粒和非金属夹杂物的浮力相当, 容易被一起分离出来并依附在非金属夹杂物边缘。

利用 EDS 分析确定了不同夹杂物的类型, 结果标注于图 1 中。结果表明, 高纯净镍基高温合金中的非金属夹杂物一般以多种化合物的“复合体”形式存在, 而以单一化合物形式存在的夹杂物较少。根据原子配比分析, 夹杂物颗粒按化学组成分成以下 4 类^[31]:

(1) 铝硅酸盐: 化学通式为 $xAl_2O_3 \cdot ySiO_2$, 其中 Al_2O_3 与 SiO_2 的比例并不恒定。如图 1a 所示, 该夹杂物的能谱结果表明, Al_2O_3 与 SiO_2 的比例约为 1:3。此类夹杂物为半塑性夹杂, 基体铝硅酸盐有塑性, 热加工时产生塑性变形^[32]。但析出相如 Al_2O_3 为脆性相, 加工时仍保持原状或只是拉开距离。而夹杂物如 SiO_2 硬度较大、塑性较差, 在热变形过程中, 容易与合金基体的 Al 和 Ti 元素发生反应, 在 SiO_2 与基体之间的界面结合处形成富 Al 与富 Ti 的反应过渡区^[33-35], 影响合金性能。

(2) 复杂氧化物: 化学通式为 $AO \cdot B_2O_3$ (化学式中 A 表示二价金属, B 表示三价金属), 具有相当宽的

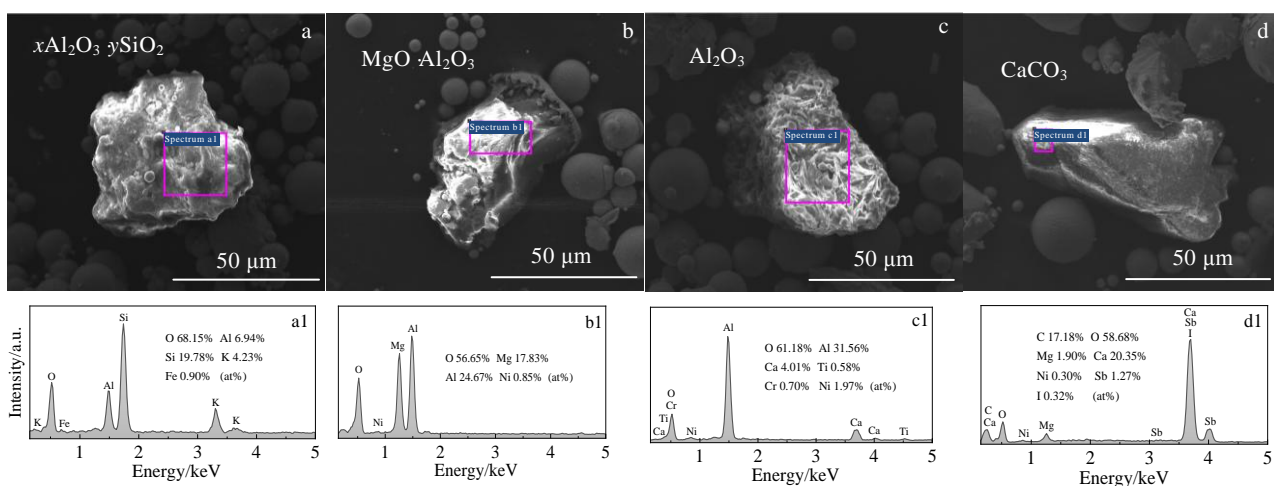


图 1 水淘洗法分离出的非金属夹杂物形貌

Fig.1 SEM morphologies (a~d) and EDS spectra (a1~d1) of non-metallic inclusions separated by water elutriation: (a, a1) $xAl_2O_3 \cdot ySiO_2$, (b, b1) $MgO \cdot Al_2O_3$, (c, c1) Al_2O_3 , and (d, d1) $CaCO_3$

成分可变范围^[31]。如图 1b 所示, 能谱结果表明, 其为 MgO 和 Al₂O₃ 组成的复杂氧化物。这类氧化物一般为脆性夹杂物^[32], 在热加工变形时, 此类夹杂物的形状和尺寸不发生变化, 但夹杂物分布会发生变化, 沿加工方向呈串排列或呈点链状分布。

(3) 简单氧化物: 图 1c 所示夹杂物能谱结果分析为 Al₂O₃。此类夹杂物成分组成相对单一, 呈不规则颗粒状, 塑性较小, 在热变形过程中仍保持原状^[18,31,36]。

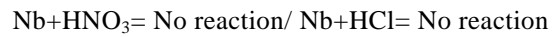
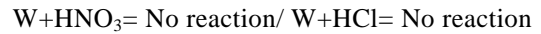
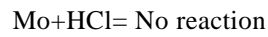
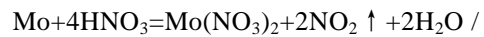
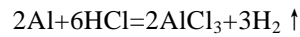
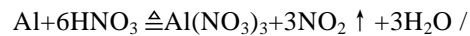
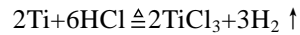
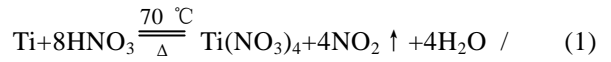
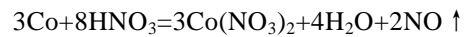
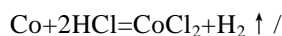
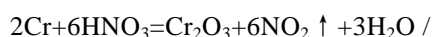
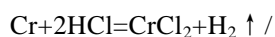
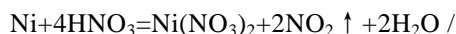
(4) 碳酸盐: 图 1d 所示夹杂物能谱分析结果为 CaCO₃。此类夹杂物为由金属元素阳离子和碳酸根相化合而成的盐类, 难溶于水, 在 825~896 °C 时发生分解成氧化钙与二氧化碳^[31]。

上述结果表明, 非金属夹杂主要为 Al₂O₃、MgO、CaCO₃、SiO₂ 等物质。其中 Mg 元素含量极低, 而实际生产中 CaCO₃ 对后续成型工件影响的相关研究也较少。但有研究表明, Al₂O₃ 与 SiO₂ 在后续热加工过程中, 形状与尺寸都很难发生改变^[18,21,33], 夹杂物的尖锐棱角会是成型工件在使用过程中的裂纹扩展源^[15,16,31]。因此, Al₂O₃ 与 SiO₂ 夹杂物颗粒的含量是影响工件力学性能的关键因素。

2.2 分步酸溶法提取镍基高温合金中的非金属夹杂物

制备高温合金粉末时, 原材料感应熔炼温度达 1500 °C 以上, 各种同质异晶体的 Al₂O₃ 几乎完全转化为 α-Al₂O₃^[37], 其不溶于酸碱, 且耐腐蚀。SiO₂ 为酸性氧化物, 化学性质不活泼, 不与除氟、氟化氢以外的卤素、卤化氢以及硫酸、硝酸、高氯酸作用(热浓磷酸除外)^[38]。因此, 可采用分步酸溶的方式来分离与提取非金属夹杂物 α-Al₂O₃ 与 SiO₂。分离与提取非金属夹杂物的关键, 在于将合金粉末完全溶解。由于镍基高温合金材料兼具良好的耐腐蚀性、抗氧化性, 普通的腐蚀液对高温合金的溶解程度有限, 有必要探索出合适的酸液配方。

参考 GB/T223《钢铁及合金化学分析方法》和 GB/T8638《镍基合金粉末化学分析法》中的试样溶解方法, 并不能完全溶解 FGH96 镍基高温合金粉末。查阅相关文献可知, 盐酸与硝酸的混合溶液可以有效溶解 FGH96 镍基高温合金粉末中大部分合金元素。可发生的化学反应式如下^[39,40]:



由式(1)可知: Ni、Mo、Co 元素易溶解在浓硝酸中, Ti、Al 元素易溶解在热的浓硝酸中, Cr、Co、Al 元素易溶解在浓盐酸中, Ti 元素易溶解在热的浓盐酸中。随着酸溶反应的进行, 溶解液的温度会急剧上升, 可达到 Ti、Al 元素的反应温度条件。而 W、Nb 元素的化学性质很稳定, 在任何浓度的盐酸、硝酸下都不发生化学反应。因此, 分别采用盐酸与硝酸比例为 1:1、2:1、4:1、6:1 的 4 种配比对合金粉末进行溶解。在盐酸与硝酸比例为 1:1、2:1 的 2 种配比下, 合金粉末溶解过程反应较剧烈, 不易控制, 且溶解后仍有较多合金粉末存在。而在盐酸与硝酸比例为 4:1、6:1 这 2 种配比下, 合金粉末的溶解过程反应较平和, 并且产物中未观察到明显的合金粉末。

对酸溶产物进行能谱表征(如图 2、表 1 所示)发现, 4:1 配比下酸溶产物中仍含有未溶的合金元素, 且存在被浓硝酸氧化形成的合金氧化物。而 6:1 配比下未溶的合金元素更少, 酸溶产物以 W、Mo、Nb、Ti 等难溶合金元素为主。

由于 H₂O₂-草酸体系能使 W 完全溶解^[41], 而稀酸可以把浓硝酸氧化的合金氧化物彻底溶解。因此酸溶产物中的难溶合金元素可以通过分步溶解的方式进行除去: 往提取后的酸溶产物中, 加入过量的 30% H₂O₂ 溶液(质量分数, 下同), 再加入适量草酸晶体, 充分搅拌至溶液澄清、过滤后, 往残留物中加入足量的 20% HCl 溶液和 65% HNO₃ 溶液, 充分搅拌, 即可使合金粉末完全溶解。将未溶的非金属夹杂物抽滤到混合纤维素微孔滤膜上, 喷金后即可采用 SEM 进行进一步表征。

2.3 分步酸溶法提取非金属夹杂物的效果验证

分步酸溶法中的混合浓酸和 H₂O₂-草酸体系均具有腐蚀性, 在确保镍基合金粉末溶解完全的前提下, 尽可能地减少对非金属夹杂物的影响显得尤为关键。由前文可知, 合金粉末中的 α-Al₂O₃ 与 SiO₂ 是影响工件力学性能的关键因素, 而由于高纯净高温合金粉末中非金属夹杂物含量极低, 只能采取人为掺入 α-Al₂O₃ 与 SiO₂ 颗粒的方式来验证分步酸溶法对非金属夹杂物的影响。

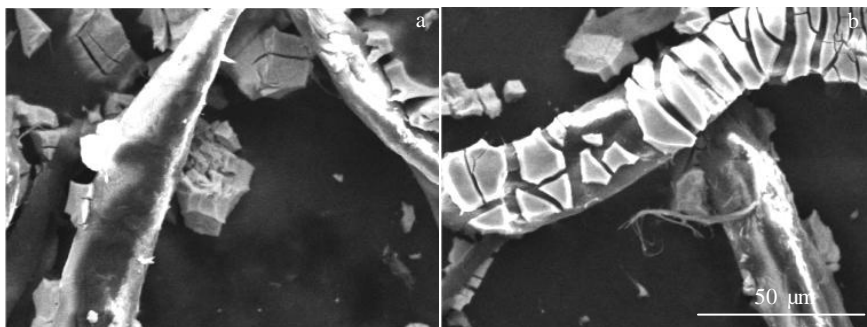


图 2 不同混合浓酸配比下的酸溶产物微观形貌

Fig.2 Micro-morphologies of the acid soluble products under different mixed concentrated acid ratios: (a) 4:1 and (b) 6:1

表 1 酸溶产物能谱分析结果

Table 1 EDS results of acid soluble products (at%)

Acid ratio	C	O	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Sr	Nb	Mo	W	Cl
4:1	33.93	37.33	0.60	1.97	3.58	2.23	9.37	1.38	2.08	1.31	6.20	-
6:1	-	-	-	10.08	-	-	3.37	-	19.32	12.00	42.60	12.28

选用盐酸与硝酸比例为 6:1 的混合浓酸对掺入的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (粒径为 1000~1180 μm) 及 SiO_2 (粒径为 600~700 μm) 大颗粒进行酸溶, 回收结果见表 2。经过混合浓酸刻蚀 10 min 后, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 与 SiO_2 颗粒的质量回收率能达到 99.48% 与 99.99%, 酸溶前后非金属氧化物的质量变化仅为 0.52% 与 0.01%。表明, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 及 SiO_2 基本不会与混合浓酸发生化学反应而造成溶解损失。

对与高温合金粉末粒径相近的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (粒径为 48~75 μm) 及 SiO_2 (粒径为 18~23 μm) 小颗粒进行不同时间的酸溶, 回收结果见表 2。 SiO_2 小颗粒的回收率仍高达 99.02% 以上, 随浸泡时间的延长, 回收率略有降低。而 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 小颗粒的回收率比大颗粒的要低, 延长浸泡时间至 30 min 时回收率持续降低, 但回收率仍保持在 95.81% 以上。

对酸溶前后的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 和 SiO_2 颗粒的形貌特征进行了观察, 如图 3 与图 4 所示。酸溶前后 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 与 SiO_2 颗粒的微观形貌变化不大, 但都能发现有被腐蚀的痕迹。在 SiO_2 颗粒的表面能观察到细小的腐蚀孔洞, 证明混合浓酸对 SiO_2 颗粒的微观形貌影响非常小。然而, 观察 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 颗粒的表面受腐蚀程度相对较为明显, 酸溶前为较平整的颗粒表面, 酸溶后出现褶皱, 但整体外形并未受损, 酸溶液对 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 颗粒表面的刻蚀导致质量损耗。

经过混合浓酸刻蚀后, 将 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 与 SiO_2 颗粒加入 H_2O_2 -草酸体系 (过量的 30% H_2O_2 溶液及适量草酸晶体), 搅拌并静置长达 60 min。过滤后对回收的

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 与 SiO_2 颗粒进行质量称量, 回收结果见表 3。结果表明, H_2O_2 -草酸体系对 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 与 SiO_2 颗粒的影响很小, 经 60 min 浸泡后, 回收率仍能达到 99.66% 以上。

即分步酸溶法中所使用的混合浓酸及 H_2O_2 -草酸体系, 对镍基高温合金中的非金属夹杂物仅造成轻度的表面刻蚀与减重, 而对非金属夹杂物的整体外形影响较小, 具备回收率高、提取效率高等优点。

2.4 水淘洗法和分步酸溶法分离效果的对比

分别采用水淘洗法和分步酸溶法分离提取了 500 g 高纯净 FGH96 镍基高温合金粉末中的非金属夹杂物。其中水淘洗法采用孔径为 25 μm (500 目) 的不锈钢筛网收集夹杂物, 而分步酸溶法可以采用孔径为 0.8 μm 的纤维素微孔滤膜对夹杂物进行抽滤收集, 最终获得的非金属夹杂物数量及尺寸分布如图 5 所示。

表 2 经混合浓酸酸溶后 SiO_2 与 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 颗粒的质量回收率
Table 2 Mass recovery rates of SiO_2 and $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ particles dissolved by mixed concentrated acid

Oxide type	Particle size/ μm	Acid dissolution time/min	Mass recovery rate/%
SiO_2	600~700	10	99.99
	18~23	10	99.56
	18~23	30	99.02
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	1000~1180	10	99.48
	48~75	10	97.38
	48~75	30	95.81

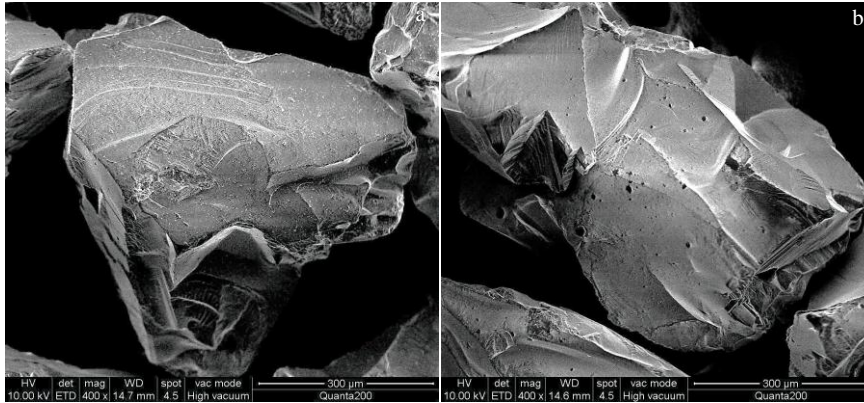


图 3 SiO₂ 颗粒酸溶前后的微观形貌

Fig.3 Micro-morphologies of SiO₂ particles before (a) and after (b) acid dissolution

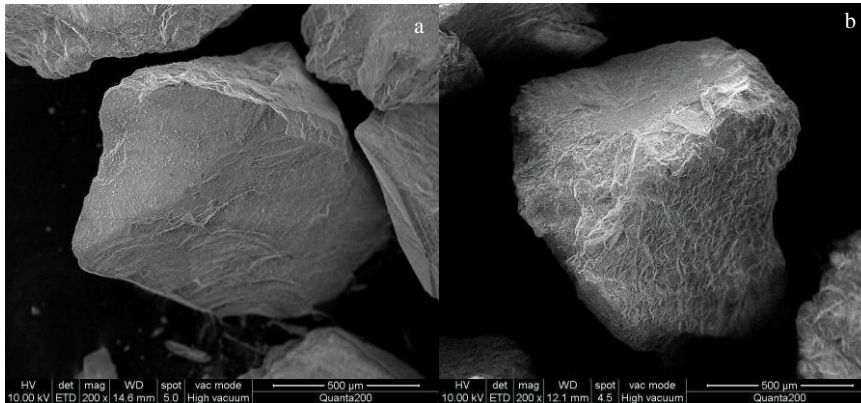


图 4 α-Al₂O₃ 颗粒酸溶前后的微观形貌

Fig.4 Micro-morphologies of α-Al₂O₃ particles before (a) and after (b) acid dissolution

表 3 H₂O₂-草酸体系下静置后 SiO₂ 与 α-Al₂O₃ 颗粒的质量回收率

Table 3 Mass recovery rates of SiO₂ and α-Al₂O₃ particles under H₂O₂-oxalic acid system

Oxide type	Particle size/μm	Acid dissolution time/min	Resting time/min	Mass recovery rate/%
SiO ₂	18~23	10	60	99.90
	18~23	30	60	99.66
α-Al ₂ O ₃	48~75	10	60	99.82
	48~75	30	60	99.92

分离提取结果表明,经水淘洗分离出的 10 颗非金属夹杂物,其中有 90% 夹杂物粒径大于 30 μm。由于水淘洗法收集到的夹杂物尺寸受限于筛网孔径^[21],筛网孔径越小则分离效率越低,实际操作下水淘洗法很难收集 30 μm 以下的非金属夹杂物颗粒。而分步酸溶法可以有效、快速地提取各粒径的夹杂物,粒径大于

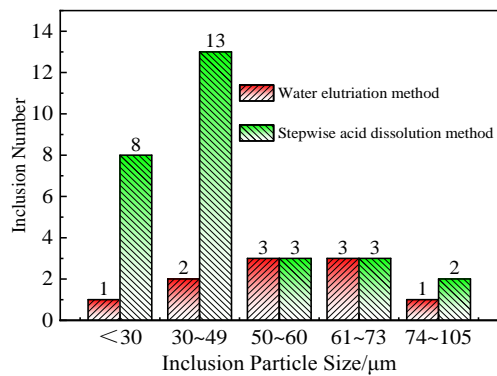


图 5 水淘洗法与分步酸溶法分离出的夹杂物数量及尺寸分布
Fig.5 Number and size distribution of inclusions separated by water elutriation and stepwise acid dissolution methods

50 μm 的夹杂物提取结果与水淘洗法基本一致,而粒径小于 50 μm 的夹杂物提取效果得到显著提升。

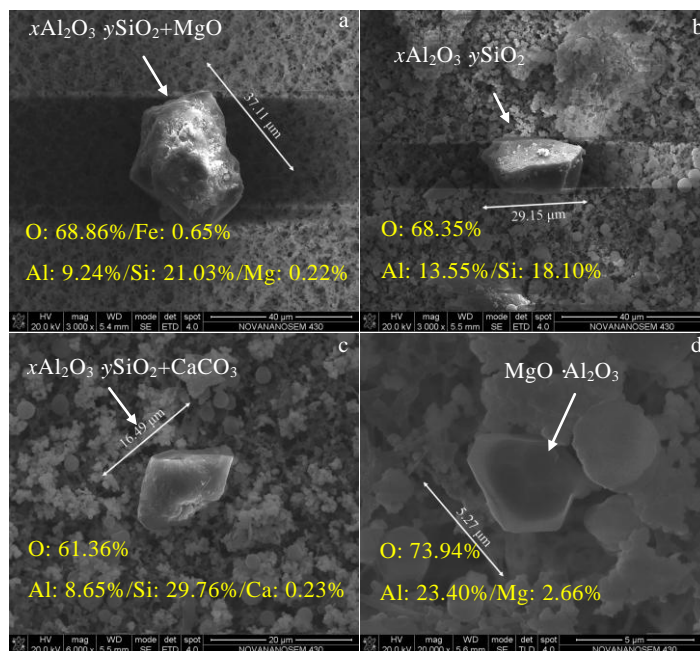


图 6 分步酸溶法分离出的夹杂物微观形貌及成分分析

Fig.6 Micro-morphologies and composition analysis of $xAl_2O_3 \cdot ySiO_2$ (a~c) and $MgO \cdot Al_2O_3$ (d) inclusions separated by stepwise acid dissolution method

采用 SEM 观察提取到的非金属夹杂物，节选部分夹杂物形貌与成分如图 6 所示，提取到的最小粒径的非金属夹杂物仅约 5.27 μm。图 6a、6b 和 6c 中的夹杂物颗粒主要组成为 $xAl_2O_3 \cdot ySiO_2$ 的铝硅酸盐型夹杂物，粒径大于 15 μm。而图 6d 中的夹杂物主要组成为 $MgO \cdot Al_2O_3$ 的复杂氧化物，粒径小于 10 μm。由于其特殊的形貌特征及含有微量的 Mg、Ca、Fe 元素，可判定为源自合金粉末的非金属夹杂物，主要组成为 Al、Si、O，则可判断其来自于坩埚或中间包的耐火材料^[31]。

由分步酸溶法所提取的非金属夹杂物颗粒完整、形状各异，克服了水淘洗法对小粒径非金属夹杂物分离效果不佳的缺点，具备简便快速、分离效率高、回收率高、对非金属夹杂物的影响较小、可提取夹杂物粒径范围广等优点，可以达到定量、准确地分析镍基高温合金中非金属夹杂物的目的，解决该行业检测上的瓶颈问题。

3 结 论

1) 分步酸溶法依次使用混合浓酸、 H_2O_2 -草酸体系及稀酸对高温合金粉末进行溶解，能完全溶解高温合金粉末，并除去反应过程中产生的合金氧化物，保留原有的非金属夹杂物。

2) 分步酸溶法中混合浓酸的最佳配比为：浓 HCl 与浓 HNO_3 体积比为 6:1。此配方对合金粉末的溶解彻

底，提取效率高。混合浓酸及 H_2O_2 -草酸体系对非金属夹杂物仅造成轻度的表面刻蚀与减重，对夹杂物整体外形影响较小。

3) 分步酸溶法对粒径大于 50 μm 夹杂物的提取结果与水淘洗法基本一致，而对粒径小于 50 μm 夹杂物的提取效果提升显著。

4) 分步酸溶法具有简便快速、分离效率高、回收率高、对非金属夹杂物的影响较小、可提取夹杂物粒径范围广等优点，尤其适用于需提取夹杂物量少或粒径小的情况。提取出的非金属夹杂物可以采用扫描电子显微镜等分析方法进行准确表征，获得种类、数目、尺寸及微观形貌等重要信息。这一方法可作为镍基高温合金粉末中非金属夹杂物的准确定量表征方法。

参考文献 References

[1] Yang Leibiao, Ren Xiaona, Ge Changchun *et al.* *International Journal of Materials Research*[J], 2019, 110(10): 901
 [2] Guo Weimin(国为民), Wu Jiantao(吴剑涛), Feng Di(冯 涤). *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2001, 19(1): 3
 [3] Hu Lianxi(胡连喜), Feng Xiaoyun(冯小云). *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2018, 28(4): 1
 [4] Zhang Guoqing(张国庆), Zhang Yiwen(张义文), Zheng Liang(郑 亮) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J],

- 2019, 55(9): 1133
- [5] Reed Roger C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 2
- [6] Pollock Tresa M, Tin Sammy. *Journal of Propulsion and Power*[J], 2006, 22(2): 361
- [7] Zhang Maicang(张麦仓), Wang Huanqin(王焕琴), Zhang Lina(张丽娜) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2002, 31(4): 283
- [8] Xu Jie(许捷), Xu Yuanming(徐元铭), Liu Xinling(刘新灵) et al. *Journal of Northwestern Polytechnical University*(西北工业大学学报)[J], 2017, 35(S1): 108
- [9] Hu Dianyin, Wang Tao, Ma Qihang et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2018, 118: 237
- [10] Zhao Kai, Liu Xinling, He Yuhuai. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*[J], 2017, 269(1): 1
- [11] Liu Xinling(刘新灵), Hu Chunyan(胡春燕), Wang Tianyu(王天宇). *Failure Analysis and Prevention*(失效分析与预防)[J], 2018, 13(2): 89
- [12] Yang Jinlong(杨金龙), Zhu Xiaomin(朱晓闽), Xiong Jiangying(熊江英) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(5): 1614
- [13] You Qifan, Yuan Hua, Zhao Longhai et al. *Vacuum*[J], 2018, 156: 39
- [14] Shi Anjun, Wang Zhe, Shi Chengbin et al. *ISIJ International*[J], 2019, 60(2): 205
- [15] Li Zhen(李振), Li Zhinong(李志农), Liu Xinling(刘新灵) et al. *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2019, 48(20): 53
- [16] Qu Jinglong(曲敬龙), Zhang Xueliang(张雪良), Yang Shufeng(杨树峰) et al. *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2020, 30(5): 1
- [17] Zhang Ying(张莹), Zhang Xi(张锡), Zhang Yiwen(张义文) et al. *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2002, 12(5): 24
- [18] Zhou Xiaoming(周晓明). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Beijing: AVIC Beijing Institute of Aeronautical Materials, 2006
- [19] Zhang Lina(张丽娜), Zhang Maicang(张麦仓), Li Xiao(李晓) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2001, 30(2): 123
- [20] Feng Yefei(冯业飞), Zhou Xiaoming(周晓明), Zou Jinwen(邹金文) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(7): 2455
- [21] Hu Dianyin, Wang Tao, Ma Qihang et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2019, 118: 237
- [22] Shi Yi, Yang Didi, Yang Xiaoguang et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2020, 137: 105 639
- [23] Shi Yi, Yang Didi, Yang Xiaoguang et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2020, 131: 105 365
- [24] Ren Yuan(任远), Zhang Chengcheng(张成成), Gao Jingyun(高靖云) et al. *Science Technology and Engineering*(科学与技术)[J], 2016, 16(14): 61
- [25] Mu Songlin(穆松林), Wang Xuqing(王旭青), Luo Xuejun(罗学军) et al. *Development and Application of Materials*(材料开发与应用)[J], 2012, 27(2): 35
- [26] Feng Xiaochun(冯晓春). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2008
- [27] Zhang Yiwen(张义文), Li Kemin(李科敏). *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2016, 21(6): 885
- [28] Han Zhiyu(韩志宇), Zeng Guang(曾光), Liang Shujin(梁书锦) et al. *Materials China*(中国材料进展)[J], 2014, 33(12): 748
- [29] Yuan Hua(袁华), Li Zhou(李周), Xu Wenyong(许文勇) et al. *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2010, 20(4): 1
- [30] Wang Xujie(万旭杰), Meng Yu(孟宇), Li Gang(李刚) et al. *Vacuum*(真空)[J], 2018, 55(4): 69
- [31] Wang Chuanyu(王传玉). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2009
- [32] Liu Tianyou(刘天佑). *Steel Quality Inspection*(钢材质量检验)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1999
- [33] Zhang Mincong(张敏聪), Fang Shuang(方爽), Chen Youhong(陈由红) et al. *Forging & Stamping Technology*(锻压技术)[J], 2013, 38(6): 132
- [34] Feng Yefei(冯业飞), Zhou Xiaoming(周晓明), Zou Jinwen(邹金文) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(11): 1438
- [35] Zhou Xiaoming(周晓明), Wang Dianlong(汪殿龙), Wang Yu(汪煜) et al. *Failure Analysis and Prevention*(失效分析与预防)[J], 2008, 3(3): 23
- [36] Zhou Xiaoming(周晓明), Wang Wuxiang(汪武祥), Wang Xuqing(王旭青) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(2): 231
- [37] Li Jianhua(李建华), Liu Haiyan(刘海燕), Feng Yao(冯瑶) et al. *Chemical Reaction Engineering and Technology*(化学反应工程与工艺)[J], 2017, 33(5): 466
- [38] Qin Haozheng(秦浩正), Zhang Changjiang(张长江). *Middle School Student Learning Dictionary: Chemistry Volume*(中学

- 生学习辞典:化学卷[M]. Shanghai: World Publishing Shanghai Corporation, 2012
- [39] Su Haibao(苏海保), Wu Xiaoling(吴小玲), Chen Shoujun(陈寿军) *et al.* *China Chemical Industry Equipment*(中国化工装备)[J], 2015, 16(3): 10
- [40] Luo Xiaoyun(罗小云), Zhu Qian(朱茜), Tang Yong(唐勇). *Special Steel Technology*(特钢技术)[J], 2018, 24(2): 42
- [41] Li Yuanzhi(李元芝), Feng Yinghua(冯英华), Chang Shuyuan(昌叔远). *Wu Guo Technology*(武锅技术)[J], 2001(4): 22

Extraction of Non-metallic Inclusions in Nickel-Based Superalloy Powders by Stepwise Acid Dissolution Method

Zhong Weijie¹, Jiao Dongling¹, Liu Zhongwu¹, Liu Na², Li Zhou², Zhang Guoqing²

(1. School of Materials Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

(2. Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: A stepwise acid dissolution method to extract non-metallic inclusions accurately in nickel-based superalloy powders for quantitative characterization was proposed in this work. The superalloy powder was firstly dissolved by the mixed concentrated acid with the optimal ratio of HCl:HNO₃=6:1, and the acid soluble products and insoluble metal elements were then completely dissolved using the H₂O₂-oxalic acid system and dilute acid. The quantity, morphology, composition, and size distribution of the acquired non-metallic inclusions were analyzed by SEM, EDS and other characterization methods. The results indicate that this extraction method has the advantages of simplicity, short time, high separation efficiency, high recovery rate, and less influence on the inclusions. It is suitable for extracting a wide range of inclusion particle sizes. In addition, the extraction effects of the stepwise acid dissolution method and the water elutriation method were compared. It is found that both methods have similar extraction effects for the inclusions with a particle size greater than 50 μm. However, the stepwise acid dissolution method exhibits significantly improved extraction effects for the inclusions less than 50 μm.

Key words: nickel-based superalloy; powder; inclusions; quantitative characterization; stepwise acid dissolution

Corresponding author: Liu Zhongwu, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, P. R. China, Tel: 0086-20-22236906, E-mail: zwliu@scut.edu.cn