

DOI: 10.11973/jxgccl240103

浇注温度与型壳温度对 K4648 镍基高温合金组织和性能的影响

张丽辉, 高达, 黄强, 张楚博, 张强, 任晓冬, 胡聘聘, 张勇
(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: 针对某型号燃气涡轮导向器用 K4648 镍基高温合金室温冲击韧性无法达到标准要求(冲击韧性大于 $20 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$) 的问题, 在不同的浇注温度与型壳温度($1490^\circ\text{C}/1050^\circ\text{C}$, $1490^\circ\text{C}/950^\circ\text{C}$, $1460^\circ\text{C}/1050^\circ\text{C}$) 下制备了 K4648 镍基高温合金, 并进行了固溶+标准热处理, 研究了浇注温度与型壳温度对合金显微组织和冲击性能的影响, 获得了优化的工艺参数。结果表明: 当型壳温度或浇注温度较低时, K4648 镍基高温合金的晶粒尺寸和二次枝晶间距较小, 块状初生 $\alpha\text{-Cr}$ 相含量较少、尺寸较小, 合金的冲击韧性较大, 冲击断口处次生裂纹数量较少; 优化工艺参数为型壳温度 950°C 、浇注温度 1490°C , 此工艺参数下制备的 K4648 镍基高温合金的冲击韧性最大, 为 $21.4 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$, 满足标准要求。

关键词: K4648 镍基高温合金; 浇注工艺; $\alpha\text{-Cr}$ 相; 冲击韧性

中图分类号: TB37

文献标志码: A

文章编号: 1000-3738(2024)06-0075-06

0 引言

K4648 镍基高温合金是我国近年研制成功的一种高铬含量铸造镍基高温合金, 该合金以俄罗斯 BX41 合金为原型, 由变形合金演化而成, 其铬含量(质量分数, 下同)高达 $32\% \sim 35\%$, 具有优异的高温强度、良好的抗氧化和耐腐蚀性能等特点, 广泛用于扩压器、涡流器、涡轮导向器等先进航空发动机关键部件^[1-4]。随着航空发动机技术不断发展, 发动机涡轮前温度不断提高, 相关部件的工作环境愈发恶劣, 对铸造镍基高温合金的综合性能, 特别是抗氧化和耐腐蚀性能提出了更加严苛的要求^[4]。然而, 某些情况下由于浇注工艺参数不匹配, 导致 K4648 镍基高温合金经过标准热处理后的韧性较差, 不能满足某型号燃气涡轮导向器的使用要求(冲击韧性大于 $20 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$)^[5]。此外, 浇注温度、型壳温度等工艺参数也会对金属液凝固冷却速率产生影响, 从而影响到合金的枝晶形貌、相组成等, 最终影响力学性能。韦林等^[6]研究发现, 提高冷却速率, 可以缩小 K416B 镍基高温合金的枝晶间距, 改变共晶形貌, 减小 γ' 相尺寸, 提高合金在 975°C 、 235 MPa 条件下的

持久性能。禄红果等^[7]研究发现, 随着浇注温度降低, 冷却速率提高, K438 镍基高温合金的碳化物由以块状和长条状为主演变为以块状为主, 合金在室温下的屈服强度和抗拉强度提高。BAE 等^[8]研究发现, 降低冷却速率可以使 Mar-M247LC 镍基高温合金组织形成 MC- γ/γ' 复合结构, 从而提高合金的蠕变应变、拉伸塑性和断裂韧性。

基于此, 作者针对某型号燃气涡轮导向器用 K4648 镍基高温合金室温冲击韧性无法达到标准要求的问题, 在不同的浇注温度与型壳温度下制备了 K4648 镍基高温合金, 并进行了固溶+标准热处理, 研究了浇注温度与型壳温度对合金显微组织和冲击性能的影响, 获得了优化的工艺参数, 以期后续生产提供试验依据和技术支撑。

1 试样制备与试验方法

试验材料为 K4648 镍基高温合金, 由北京航空材料研究院自产, 其实测化学成分见表 1。将该合金在 VPIC-25KG 型 25 kg 三室真空熔炼炉中进行重熔, 在不同参数下浇注成合金锭, 浇注工艺参数如下: 浇注温度为 1490°C , 型壳温度为 1050°C ; 浇注温度为 1490°C , 型壳温度为 950°C ; 浇注温度为 1460°C , 型壳温度为 1050°C 。在合金锭上制取尺寸为 $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$ 的试棒, 将试棒在 IU225/1H

收稿日期: 2024-03-06; 修订日期: 2024-05-15

作者简介: 张丽辉(1978—), 女, 北京人, 高级工程师, 硕士

通信作者: 黄强高级工程师

表1 K4648镍基高温合金的实测化学成分

Table 1 Measured chemical composition of K4648 nickel-based superalloy

元素	Cr	W	Mo	Nb	Ti	Al	C	Ce	B	Y	Ca	Ni
质量分数/%	33.66	4.86	2.90	0.90	0.92	0.94	0.067	≤0.03	≤0.008	≤0.04	≤0.02	余

型真空气淬热处理炉中进行1 180 °C×4 h的固溶处理,空冷后进行900 °C×16 h的标准热处理,空冷。

在试棒中心区域沿横截面制取金相试样,依次用240[#], 400[#], 600[#], 800[#], 1000[#], 1500[#]砂纸进行粗磨和细磨,研磨后使用体积比为1:1的SiO₂抛光剂+无水乙醇进行抛光,然后使用由85%甲醇+15%硫酸(体积分数)组成的腐蚀剂进行电解腐蚀,腐蚀电压为3 V,腐蚀时间为5~10 s。采用OLYMPUS BX51M型光学显微镜(OM)和SUPPA 55型场发射扫描电镜(SEM)的二次电子(SE)和背散射电子(BSE)模式观察显微组织,采用配套的能谱仪(EDS)分析微区成分。采用Image-Pro软件测定二次枝晶间距和相体积分数,统计6~8个视场取平均值,其中二次枝晶间距 F 的计算公式为

$$F = \frac{L}{N} \times M \quad (1)$$

式中: L 为截割枝晶线段长度; N 为截割线上枝晶总数目; M 为放大倍数。

将试棒制备成如图1所示的标准V型冲击试样,采用JBS-300B型冲击试验机进行冲击试验,试验温度为23 °C,各测3次取平均值。采用SEM和配套的EDS观察冲击断口形貌并分析其微区成分。

2 试验结果与讨论

2.1 晶粒形貌

由图2可见:不同浇注工艺参数下试验合金的晶粒均为等轴晶,表层附近(图片左右边缘)存在少量的细小晶粒,内部(图片中心)晶粒尺寸较大,晶粒尺寸均匀性较差;型壳温度较低或浇注温度较低的试验合金内部均出现了较小尺寸的等轴晶和一定量的柱状晶。这是因为降低浇注温度或型壳温度后,冷却速率增大,形核过冷度增大,不仅使超过临界晶核尺寸的晶核数量增多,还会使晶核的临界形核功降低,促使部分未熔质点作为晶核发生非均匀形核,从而增加晶粒数量、减小晶粒尺寸^[9]。

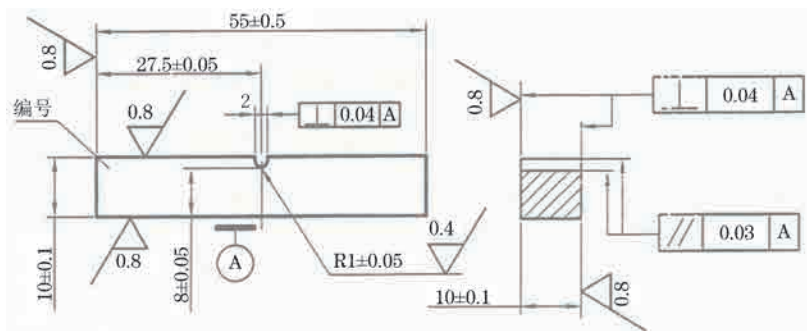


图1 V型冲击试样的形状和尺寸

Fig. 1 Shape and size of V-shaped impact sample

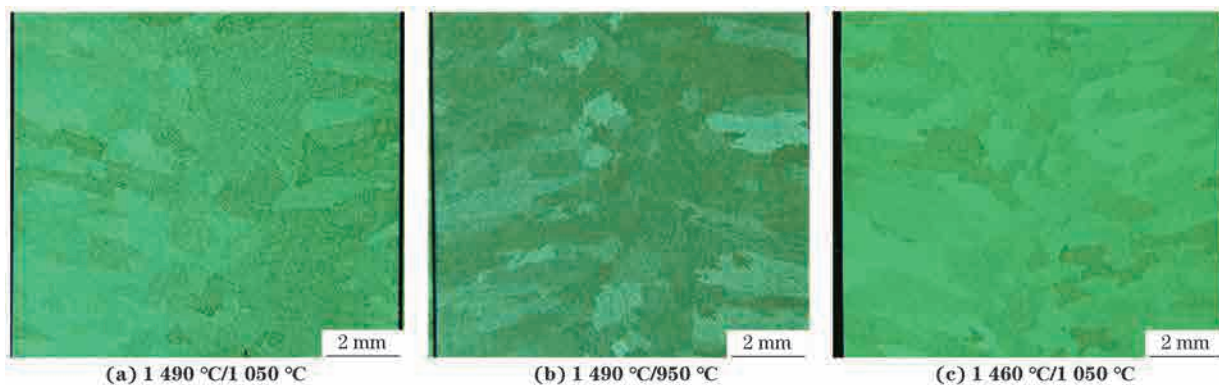


图2 不同浇注温度和型壳温度下试验合金横截面晶粒形貌

Fig. 2 Grain morphology on cross-section of test alloy at different casting temperatures and shell temperatures

2.2 枝晶形貌

由图3可见: 不同浇注工艺参数下, 试验合金均具有典型的树枝状组织; 当浇注温度为1 490 °C, 型壳温度分别为1 050, 950 °C时, 试验合金的二次枝晶间距分别为90, 78 μm , 当浇注温度降至1 460 °C, 型壳温度为1 050 °C时, 试验合金的二次枝晶间距仅为72 μm 。由上可知, 浇注温度或型壳温度较低时试验合金的一次枝晶轴较发达, 二次枝晶间距均较小。这是因为较低温度下合金的晶粒尺寸较小, 抑制了枝晶的生长空间, 从而减小了二次枝晶间距^[10]。

2.3 析出相

由图4可见: 不同浇注工艺参数下, 试验合金中均存在亮白色块状初生 α -Cr相、暗灰色针状次生 α -Cr相和暗灰色块状/颗粒状 M_{23}C_6 碳化物, 部分块

状初生 α -Cr相与 M_{23}C_6 碳化物呈共生状态; 浇注温度或型壳温度较低时合金中的初生 α -Cr相尺寸均较小。

由表2可知: 试验合金中的初生 α -Cr相和 M_{23}C_6 碳化物均富集铬元素和镍元素; 相较初生 α -Cr相, M_{23}C_6 碳化物中的铬含量较低, 减少了约27%, 而镍含量较高, 增加了约24%。

采用Image-Pro软件统计得到: 当浇注温度为1 490 °C, 型壳温度分别为1 050, 950 °C时, 试验合金中初生 α -Cr相的体积分数分别约为1.9%, 0.2%; 当浇注温度降低至1 460 °C, 型壳温度为1 050 °C时, 初生 α -Cr相的体积分数约为0.7%。由上可知, 浇注温度或型壳温度较低时试验合金中初生 α -Cr相的含量较少。

经过固溶处理后, 铸态K4648镍基高温合金中

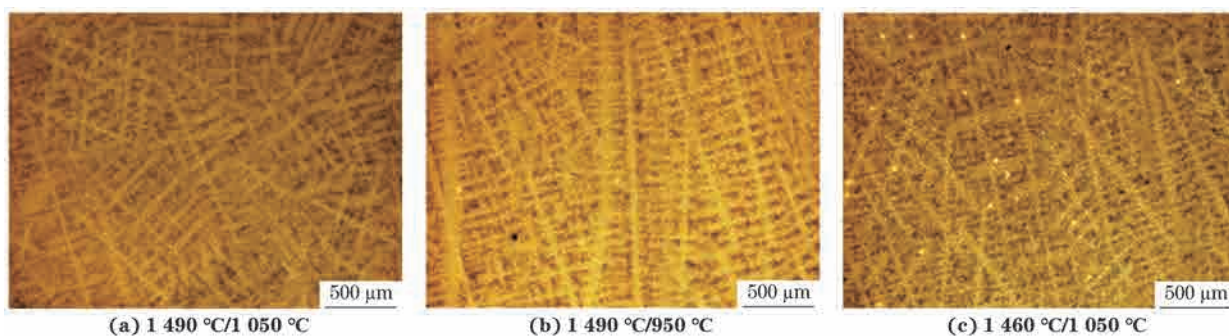


图3 不同浇注温度和型壳温度下试验合金的枝晶形貌

Fig. 3 Dendrite morphology of test alloy at different casting temperatures and shell temperatures

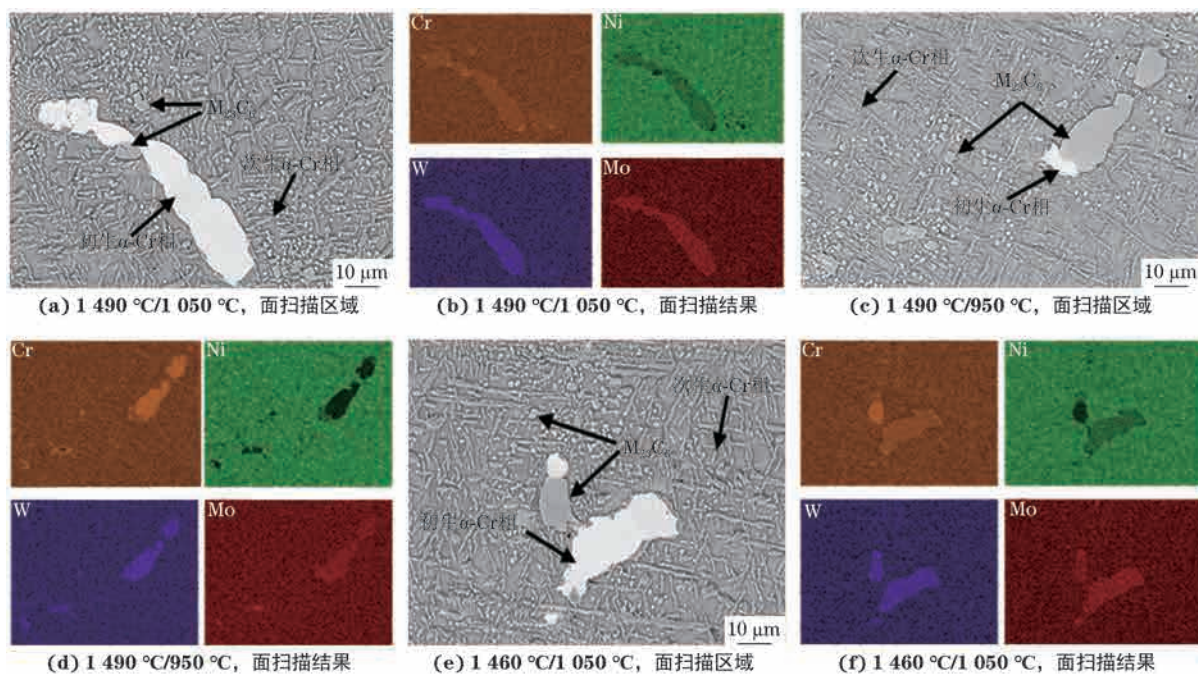


图4 不同浇注温度和型壳温度下试验合金的元素面扫描区域与元素面扫描结果

Fig. 4 Element surface scan area (a, c, e) and element surface scanning results (b, d, f) of test alloy at different casting temperatures and shell temperatures

表2 不同浇注温度和型壳温度下试验合金中初生 α -Cr相和 $M_{23}C_6$ 碳化物的EDS分析结果Table 2 EDS analysis results of primary α -Cr phase and $M_{23}C_6$ carbide in test alloy at different casting temperatures and shell temperatures

浇注温度/ $^{\circ}\text{C}$	型壳温度/ $^{\circ}\text{C}$	析出相	质量分数/%				
			Ti	Cr	Ni	Mo	W
1 490	1 050	初生 α -Cr相	0.33	48.60	32.77	7.26	11.04
		$M_{23}C_6$	0.31	74.71	9.16	5.94	9.88
1 490	950	初生 α -Cr相	0.34	47.87	32.87	7.13	11.79
		$M_{23}C_6$	0.23	75.69	7.00	5.82	11.25
1 460	1 050	初生 α -Cr相	0.38	48.78	32.90	7.17	10.78
		$M_{23}C_6$	0.25	75.44	8.40	5.70	10.21

大部分的初生 α -Cr相和MC碳化物已固溶于基体,再经标准热处理,过饱和的铬元素与由MC碳化物回溶释放的碳元素结合,最终以颗粒状 $M_{23}C_6$ 碳化物的形式从基体中析出^[11-13];同时,合金中部分未完全固溶于基体的大块初生 α -Cr相与碳反应,转变为 $M_{23}C_6$ 碳化物,并与残余的未完全固溶初生 α -Cr相呈现共生状态。在铸造凝固过程中,浇注温度和型壳温度的不同除了会影响合金中晶粒、枝晶等初生组织形貌,还会影响固态相变阶段析出相的组织形态^[11,14-15]。当浇注温度和型壳温度分别为1 490, 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 时,金属液凝固冷却速率较大,铬元素偏析严重,导致更多的初生 α -Cr相从基体中析出。

2.4 冲击性能

当浇注温度为1 490 $^{\circ}\text{C}$,型壳温度分别为

1 050, 950 $^{\circ}\text{C}$ 时,试验合金的冲击韧性分别为15.3, 21.4 $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$,型壳温度较低时的冲击韧性相比型壳温度较高时增大了约39.9%;当浇注温度降低至1 460 $^{\circ}\text{C}$,型壳温度为1 050 $^{\circ}\text{C}$ 时,试验合金的冲击韧性为21.1 $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$,相比浇注温度为1 490 $^{\circ}\text{C}$ 时增大了约37.9%。浇注温度1 490 $^{\circ}\text{C}$ 、型壳温度950 $^{\circ}\text{C}$ 和浇注温度1 460 $^{\circ}\text{C}$ 、型壳温度1 050 $^{\circ}\text{C}$ 条件下合金的冲击韧性均较大,均满足标准要求(大于20 $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$)。

由图5可知:不同浇注工艺参数下,试验合金的冲击断口均呈明显的沿晶断裂特征,出现大量裂纹和破碎的块状组织,结合EDS分析可知此处的块状组织为初生 α -Cr相;当浇注温度或型壳温度较低时,冲击断口上的初生 α -Cr相尺寸较小,次生裂纹数量较少;当型壳温度为950 $^{\circ}\text{C}$,浇注温度为1 460 $^{\circ}\text{C}$ 时,

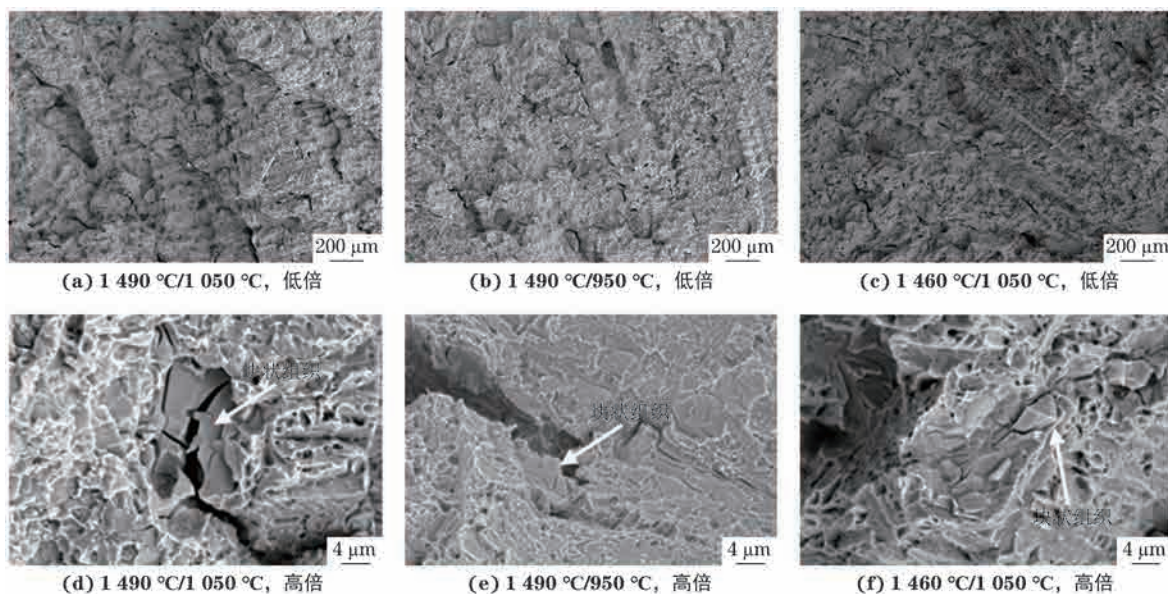


图5 不同浇注温度和型壳温度下试验合金的冲击断口形貌

Fig. 5 Impact fracture morphology of test alloy at different casting temperatures and shell temperatures:

(a-c) at low magnification and (d-f) at high magnification

冲击断口处的初生 α -Cr相尺寸最小,次生裂纹数量最少,破裂程度最小。分布在K4648镍基高温合金枝晶间的块状初生 α -Cr相相比基体更脆,更易因应力集中而开裂,是导致合金冲击性能变差的主要原因^[9,16-17]。结合前文分析可知:浇注温度或型壳温度较低时合金中析出的初生 α -Cr相尺寸较小,数量较少,因此试验合金的冲击韧性较高,冲击断口处裂纹数量较少。

综上,优化工艺参数为浇注温度1490℃、型壳温度950℃,此工艺参数下制备的K4648镍基高温合金的冲击韧性最大,冲击性能最好。

3 结 论

(1)当型壳温度或浇注温度较低时,K4648镍基高温合金的晶粒尺寸和二次枝晶间距较小,块状初生 α -Cr相含量较少、尺寸较小。

(2)当型壳温度或浇注温度较低时,K4648镍基高温合金的冲击韧性较大,冲击断口处次生裂纹数量较少。

(3)优化工艺参数为浇注温度1490℃、型壳温度950℃,此工艺参数下制备的K4648镍基高温合金冲击韧性最大,为 $21.4 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$,满足标准使用要求,即冲击韧性大于 $20 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。

参考文献:

- [1] PICASSO A, SOMOZA A, TOLLEY A. Nucleation, growth and coarsening of γ' -precipitates in a Ni-Cr-Al-based commercial superalloy during artificial aging[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 479(1/2): 129-133.
- [2] CHEN J Y, FENG Q, SUN Z Q. Topologically close-packed phase promotion in a Ru-containing single crystal superalloy[J]. Scripta Materialia, 2010, 63(8): 795-798.
- [3] 孙宝德, 王俊, 疏达, 等. 航空发动机高温合金大型铸件精密成型技术[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 2016.
- [4] SUN B D, WANG J, SHU D. Precision forming technology of large superalloy castings for aircraft engine[M]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University Press, 2016.
- [5] 董建新, 张麦仓, 曾燕屏. 新型Ni-Cr基GH648合金成分对热力学平衡相析出行为的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(1): 51-55.
- [6] DONG J X, ZHANG M C, ZENG Y P. Effect of composition of new Ni-Cr-based GH648 alloy on precipitation behavior of thermodynamic equilibrium phase[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2005, 34(1): 51-55.
- [7] ZHENG L, XIAO C B, ZHANG G Q, et al. Primary α phase and its effect on the impact ductility of a high Cr content cast Ni-base superalloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2012, 527: 176-183.
- [8] 韦林, 曹夕, 王振江, 等. 浇注工艺对K416B合金组织和持久性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2022, 42(8): 979-984.
- [9] WEI L, CAO X, WANG Z J, et al. Effects of pouring process on microstructure and durability of K416B alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2022, 42(8): 979-984.
- [10] 逯红果, 刘成红, 殷凤仕, 等. 浇注温度对K438高温合金组织和力学性能的影响[J]. 热加工工艺, 2022, 51(13): 61-63.
- [11] LU H G, LIU C H, YIN F S, et al. Effect of pouring temperature on microstructure and mechanical properties of K438 superalloy[J]. Hot Working Technology, 2022, 51(13): 61-63.
- [12] BAE J S, LEE J H, KIM S S, et al. Formation of MC- γ/γ' eutectic fibers and their effect on stress rupture behavior in D/S Mar-M247LC superalloy[J]. Scripta Materialia, 2001, 45(5): 503-508.
- [13] 张麦仓, 曹国鑫, 董建新. 冷却速度对GH4169合金凝固过程微观偏析及糊状区稳定性的影响[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(11): 3107-3113.
- [14] ZHANG M C, CAO G X, DONG J X. Effect of cooling rate on microsegregation behaviors and mush zone stability of GH4169 alloy during solidification process[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(11): 3107-3113.
- [15] 刘艳梅, 孙文儒, 陈国胜, 等. GH4169合金凝固过程中Nb偏析的计算[J]. 有色冶金设计与研究, 2017, 38(6): 54-56.
- [16] LIU Y M, SUN W R, CHEN G S, et al. Calculation of Nb segregation during solidification of GH4169 alloy[J]. Nonferrous Metals Engineering & Research, 2017, 38(6): 54-56.
- [17] 郑亮, 肖程波, 唐定中, 等. 高Cr铸造镍基高温合金K4648凝固行为的研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(9): 1539-1544.
- [18] ZHENG L, XIAO C B, TANG D Z, et al. Investigation of the solidification behavior of a high Cr content cast Ni-base superalloy K4648 [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2008, 37(9): 1539-1544.
- [19] 孙长明, 吴保平, 韩凤奎, 等. 铸造工艺对K4648合金

- 热疲劳性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2017, 38(5): 73-78.
- SUN C M, WU B P, HAN F K, et al. Effects of casting process on thermal fatigue property of K4648 alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2017, 38(5): 73-78.
- [13] 孙德润, 张宏, 门正兴, 等. 冷却速度对铸件二次枝晶臂间距影响的模拟研究[J]. 大型铸锻件, 2014(4): 1-3.
- SUN D R, ZHANG H, MEN Z X, et al. Simulation research on the effect of cooling rate on secondary dendrite arm spacing in casting[J]. Heavy Castings and Forgings, 2014(4): 1-3.
- [14] 郑亮, 肖程波, 唐定中, 等. 高Cr铸造Ni基高温合金K4648的显微组织[J]. 中国有色金属学报, 2009, 19(4): 662-669.
- ZHENG L, XIAO C B, TANG D Z, et al. Microstructure of high Cr content cast Ni-base superalloy K4648 [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2009, 19(4): 662-669.
- [15] ZHENG L, GU C Q, ZHENG Y R. Investigation of the solidification behavior of a new Ru-containing cast Ni-base superalloy with high W content[J]. Scripta Materialia, 2004, 50(4): 435-439.
- [16] 史世凤, 贾崇林, 范强, 等. C、Cr含量对K4648组织和力学性能的影响[J]. 钢铁研究学报, 2011, 23(增刊2): 401-403.
- SHI S F, JIA C L, FAN Q, et al. Effect of C and Cr content on microstructure and mechanical properties of K4648 [J]. Journal of Iron and Steel Research, 2011, 23(S2): 401-403.
- [17] ZHENG L, XIAO C B, ZHANG G Q, et al. Primary α phase and its effect on the impact ductility of a high Cr content cast Ni-base superalloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2012, 527: 176-183.

Effect of Casting Temperature and Shell Temperature on Microstructure and Properties of K4648 Nickel-Based Superalloy

ZHANG Lihui, GAO Da, HUANG Qiang, ZHANG Chubo, ZHANG Qiang, REN Xiaodong,
HU Pinpin, ZHANG Yong

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

Abstract: Aiming at the problem that the impact toughness at room temperature of K4648 nickel-based superalloy for a certain type gas turbine guide could not meet the standard requirement (impact toughness greater than $20 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$), K4648 nickel-based superalloy was prepared at different casting temperatures and shell temperatures ($1\,490\text{ }^{\circ}\text{C}/1\,050\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1\,490\text{ }^{\circ}\text{C}/950\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1\,460\text{ }^{\circ}\text{C}/1\,050\text{ }^{\circ}\text{C}$), and then the solid solution + standard heat treatment was carried out. The effects of casting temperature and shell temperature on the microstructure and impact properties of the alloy were studied, and the optimal process parameters were obtained. The results show that when the shell temperature or casting temperature was low, the grain size and the secondary dendrite spacing of the K4648 nickel-based superalloy, as well as the content and size of the primary bulk α -Cr phase were small. Meanwhile, the impact toughness of the alloy was large, and the number of secondary cracks at the impact fracture was small. The optimal process parameters were listed as follows: shell temperature of $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ and casting temperature of $1\,490\text{ }^{\circ}\text{C}$. The average impact toughness of K4648 nickel-based superalloy prepared under this process parameters was the highest, which was $21.4 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$, meeting the standard requirement.

Key words: K4648 nickel-based superalloy; casting process parameter; α -Cr phase; impact toughness