

定向凝固和单晶高温合金再结晶影响因素

张兵^{1,2,*}, 李田华³, 周静怡^{1,2}

1. 北京航空材料研究院 中航工业失效分析中心, 北京 100095 ;

2. 航空材料检测与评价北京市重点实验室, 北京 100095 ;

3. 对外经济贸易大学, 北京 100029

摘 要: 定向凝固和单晶高温合金具有优异的高温力学性能, 是制造先进航空发动机涡轮叶片的主要材料。定向凝固和单晶高温合金的优异性能主要来源于消除了与应力轴垂直的晶界, 而再结晶的出现会显著降低合金的高温力学性能。本文基于近年来国内外对于定向凝固和单晶高温合金再结晶行为的研究, 系统分析和总结了定向凝固和单晶高温合金再结晶的主要影响因素, 包括热处理温度、热处理时间、第二相粒子、变形温度、高温氧化、以及表面处理工艺等因素对再结晶的影响。

关键词: 定向凝固高温合金, 单晶高温合金; 再结晶; 影响因素

中图分类号: V252;V232.4

文献标识码: A

文章编号: 1007-5453 (2014) 05-0109-05

定向凝固和单晶高温合金具有优异的高温力学性能, 已广泛应用于制造航空发动机涡轮叶片。随着铸造高温合金涡轮叶片研究工作的深入, 人们发现, 铸造涡轮叶片, 无论是等轴晶还是定向或单晶叶片, 在制造和使用过程中均存在一个不容忽视的问题, 即表面再结晶。铸造涡轮叶片的表面再结晶是由于叶片在制造过程中经历了吹砂、机械抛光等表面机械处理而产生塑性变形, 随后又经固溶时效等高温处理或在使用中受高温、高压燃气的作用而产生的。对变形合金或普通铸造合金叶片而言, 再结晶使叶片表面处于细晶状态, 对叶片疲劳裂纹的萌生有良好的阻抑作用。但对定向凝固和单晶高温合金而言, 再结晶破坏了合金的组织形态, 会显著降低叶片的疲劳和持久寿命^[1-4]。

由于再结晶对于定向凝固和单晶高温合金的严重危害性, 因此在定向凝固和单晶高温合金的研制过程中备受关注。

1 热处理温度对再结晶的影响

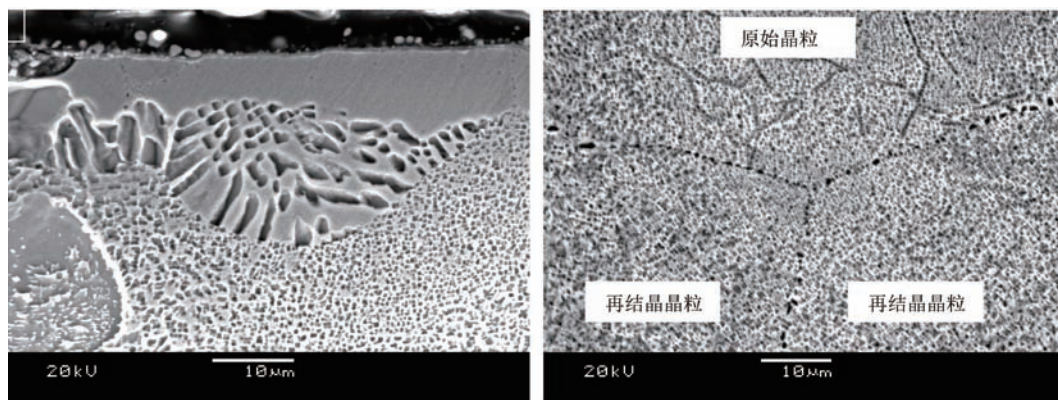
热处理温度是影响定向凝固和单晶高温合金再结晶的关键因素, 因而最受关注。研究发现^[5,6], 定向凝固和单晶高温合金的再结晶方式与热处理温度有关, 当热处理温度低于 γ' 相的固溶温度时, 再结晶以胞状组织的形式发生, 胞状组织内含有大量粗大的条状 γ' 相, 而在固溶温度以上进行热处理时, 再结晶以完整晶粒的形式发生, 再结晶晶粒内 γ' 相以细小的立方状弥散分布在 γ 基体中。图1所示为单晶SRR99高温合金在不同温度下形成的再结晶组织。除了再结晶方式外, 热处理温度对于定向凝固和单晶高温合金的再结晶速率以及再结晶厚度也有显著影响。文献[7]研究了不同温度下单晶CMSX-4合金的再结晶动力学行为。结果显示, 当热处理温度高于 γ' 相的固溶温度时再结晶过程很快完成; 当热处理温度低于 γ' 相的固溶温度时, 再结晶速率显著降低。文献[5,8]研究了热处理温度对定向凝固和单晶高温

收稿日期: 2014-02-10; 录用日期: 2014-03-10

基金项目: 航空科学基金(2010ZF21007)

*通讯作者. Tel.: 010-83017599 E-mail: z9721121@163.com

引用格式: ZHANG Bing, LI Tianhua, ZHOU Jinyi. Influencing factors of recrystallization of directionally solidified and single crystal superalloys[J]. Aeronautical Science & Technology, 2014, 25(05): 109-113. 张兵, 李田华, 周静怡. 定向凝固和单晶高温合金再结晶影响因素[J]. 航空科学技术, 2014, 25(05): 109-113.



(a) 低于固溶温度形成的胞状组织

(b) 固溶温度形成的完整再结晶晶粒

图1 单晶SRR99高温合金在不同温度下形成的再结晶组织

Fig.1 Recrystallized grains of SC superalloy SRR99 after heat treatment at different temperature

合金再结晶厚度的影响。结果显示,随着热处理温度升高,再结晶厚度逐渐增加,特别是当热处理温度接近 γ' 相的固溶温度时,再结晶厚度随温度的升高而显著增加。图2所示为单晶SRR99高温合金再结晶厚度随热处理温度的变化情况。

2 热处理时间对再结晶的影响

再结晶厚度和组织随着热处理时间的演变过程是定向凝固和单晶高温合金再结晶行为研究中一个重要的方面。对定向凝固和单晶高温合金再结晶动力学行为研究显示^[1,9],随着热处理时间延长,再结晶厚度逐渐增大,但是再结晶厚度增长速率逐渐降低,保温一段时间后再结晶厚度几乎不

再增长,再结晶过程完成。图3所示为单晶SRR99高温合金再结晶厚度随热处理时间的变化。

Jo等^[10]研究了CMSX-2喷丸试样在略低于固溶温度下的再结晶组织演变过程。结果显示,枝晶干区域的细小 γ' 相最先溶解,再结晶晶粒首先在枝晶干区域形核并生长,枝晶间区域粗大 γ' 相以及 γ/γ' 共晶相的溶解较为困难,对再结晶晶界的迁移起阻碍作用。郑运荣等^[11]在研究定向凝固DZ22合金的再结晶行为时,也发现再结晶优先发生于 γ' 相完全固溶的枝晶干区域。本文作者^[5]在研究单晶SRR99合金再结晶行为时发现,再结晶晶粒首先在枝晶干区域形核,然后沿着枝晶干向内生长。随着枝晶间 γ' 相的溶解,再结晶晶界会穿过枝晶间区域而继续向内部迁移,最后形成厚度比较均匀

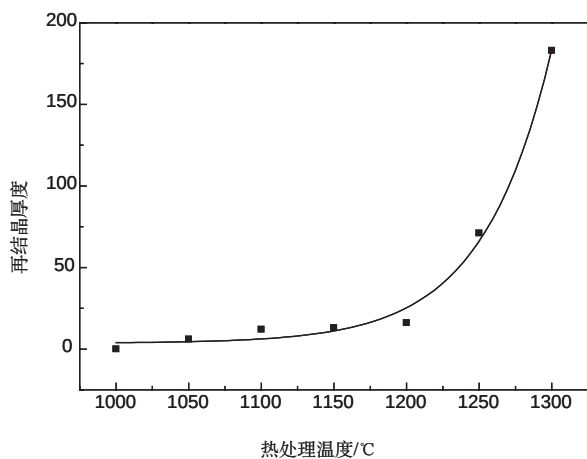


图2 单晶SRR99高温合金再结晶厚度随热处理温度的变化

Fig.2 Relationship between recrystallized layer depth of SC superalloy SRR99 and annealing temperature

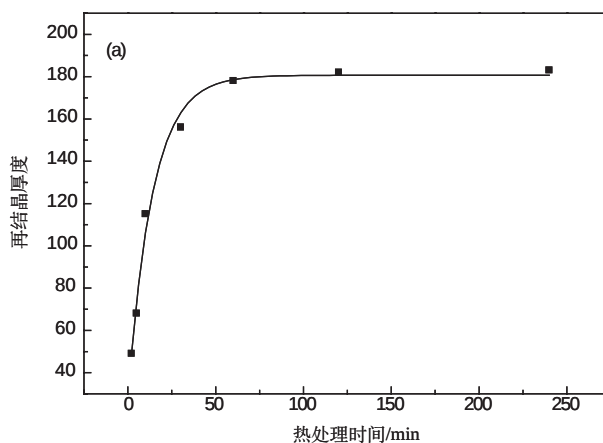


图3 单晶SRR99高温合金在固溶温度下再结晶厚度随热处理时间的变化

Fig.3 Relationship between recrystallized layer depth of SC superalloy SRR99 and annealing time

的再结晶层。再结晶晶粒向基体内部生长的同时,其在平行于表面的横截面方向也在不断长大。

3 第二相粒子对再结晶的影响

在铸态定向凝固和单晶高温合金中,第二相粒子主要包括 γ' 相、 γ/γ' 共晶组织以及碳化物。 γ' 相粒子尺寸和间距较小,在 γ 基体中弥散分布,在再结晶过程中对再结晶晶粒的形核以及晶界的迁移都起着阻碍作用。因此,铸态 γ' 相粒子的溶解是定向凝固和单晶高温合金再结晶的主要控制因素。

由于碳化物可以在 γ' 相溶解温度以上稳定存在,所以碳化物对再结晶的影响得到了一定的关注。Bürge[12]研究了碳化物对单晶CMSX-11B合金再结晶的影响,结果显示,大尺寸的块状和骨架状碳化物对再结晶没有明显的抑制作用。刘丽荣等[13]对比分析了不同含碳量的单晶高温合金的再结晶行为,发现含碳合金与不含碳合金发生了程度相当的再结晶,认为碳化物虽然对再结晶晶界的迁移有一定的抑制作用,但在驱动力足够大时,再结晶晶界仍可绕过碳化物继续迁移。王莉等[14]深入研究了碳化物对定向凝固DZ125L合金再结晶行为的影响,发现碳化物可以充当再结晶的形核位置,但同时也会对再结晶晶界的迁移起阻碍作用。碳化物对定向凝固和单晶高温合金再结晶的不同作用可能与合金中碳化物的种类、试样的变形程度以及热处理条件的不同有关。

γ/γ' 共晶组织是定向凝固和单晶高温合金铸态组织中常见的第二相粒子,一般分布于枝晶间区域。它们对于再结晶形核的促进作用还未见报道,对于再结晶晶界迁移的阻碍作用因热处理温度和热处理时间的不同而不同。Goldschmidt等[15]在研究单晶CMSX-6合金的再结晶行为时发现, γ/γ' 共晶组织、气孔以及初熔区域均会阻碍再结晶晶界的迁移。Bürge[12]研究单晶CMSX-11B合金再结晶行为时,却没有观察到 γ/γ' 共晶组织对再结晶晶界的阻碍作用。本文作者[5]在研究单晶SRR99合金再结晶行为时发现,在固溶温度以下进行热处理时, γ/γ' 共晶难于溶解,它们的存在会阻碍再结晶晶界的迁移;在固溶温度进行热处理时,试验初期,粗大的 γ/γ' 共晶组织会对再结晶晶界推移起阻碍作用;随着保温时间的延长, γ/γ' 共晶逐渐溶解,体积变小,再结晶晶界可以绕过 γ/γ' 共晶组织,这可能是Bürge等未观察到 γ/γ' 共晶组织对再结晶晶界阻碍作用的原因。

4 高温氧化对再结晶的影响

对于定向凝固和单晶高温合金,铸态 γ' 相的溶解是控制

再结晶的关键因素。在高温下进行热处理时,难于避免受到高温氧化作用的影响,试样表层Al、Ti等亲氧性元素会向表面迁移与氧结合,而Al和Ti是 γ' 相的组成元素,从而导致试样表层 γ' 相粒子减少,有利于再结晶的形核和晶界的迁移。高温氧化对再结晶的影响因热处理温度的不同而不同。文献[16]研究了低于 γ' 相固溶温度时热处理气氛对某定向凝固高温合金再结晶的影响。结果显示,空气中进行热处理形成的再结晶厚度明显大于真空热处理形成的再结晶厚度。文献[9]研究了高温氧化对单晶SRR99高温合金再结晶的影响。结果显示,在固溶温度进行热处理时氧化作用对再结晶的影响不明显,随着热处理温度下降,氧化对再结晶的促进作用逐渐明显,见图4。

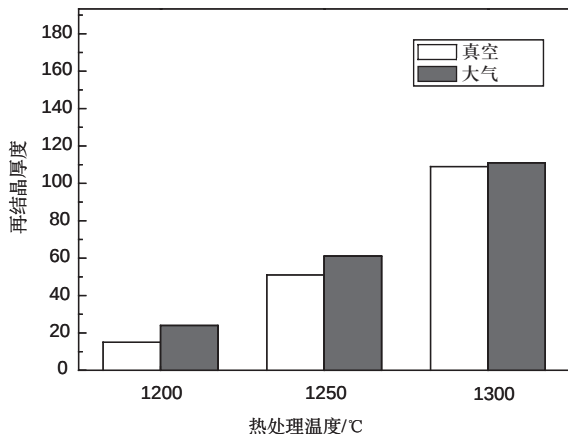


图4 高温氧化对单晶SRR99高温合金再结晶的影响

Fig.4 Effect of high-temperature oxidation on recrystallization depth of SC superalloy SRR99

在 γ' 相固溶温度以下进行热处理时, γ' 相难于溶解,氧化作用可以促进表层 γ' 相的溶解,对再结晶的促进作用比较明显。在固溶温度进行热处理时, γ' 相本身溶解速度较快,氧化作用对再结晶的促进作用不明显。

5 变形温度对再结晶的影响

定向凝固和单晶叶片在制造过程中,除了在常温下可能会因为吹砂、打磨等工艺而产生表面变形外,在凝固和冷却过程中也可能会因为产生凝固应力而导致表面变形,在随后的固溶处理过程中发生再结晶。因此,凝固应力对再结晶的影响也引起了一些研究者的关注。Panwisawas等[17]研究了凝固应力对单晶高温合金再结晶的影响。他们发现,冷却过程中,导致再结晶的塑性变形一般发生在1000℃以上,而产生再结晶所需的塑性应变变量约为2%~3%。Cox等[7]对比分析了单晶合金高温压缩试样和室温压缩试样的再结晶趋

势,结果显示,1025℃压缩试样比室温压缩试样更容易发生再结晶。

6 表面处理工艺对再结晶的影响

表1所示为各定向凝固和单晶高温合金经不同表面处理及高温热处理后的再结晶情况^[9]。可以发现,各合金经过表面处理以及1200℃以上温度热处理后一般都会发生再结晶,减轻吹砂压力可以减小再结晶深度。由于各合金的固溶温度都在1200℃以上,为了避免再结晶的发生,应该将表面处理工艺调整到固溶热处理之后。

7 结束语

考虑到再结晶对定向凝固和单晶叶片的严重危害性,必须严格控制。实际工艺中,切实可行的措施有:

- (1) 在铸造模具上进行反变形设计,减少凝固应力的产生;
- (2) 调整工艺次序,在固溶热处理之后进行表面处理;
- (3) 使用前进行严格的再结晶检查。

AST

参考文献

[1] 陶春虎, 张卫方, 李运菊, 等. 定向凝固和单晶高温合金的再结晶[J]. 失效分析与预防, 2006,1(4): 1-9.
TAO Chunhu, ZHANG Weifang, LI Yunju, et al. Recrystallization of directionally solidified and single crystal superalloy[J]. Failure Analysis and Prevention, 2006,1(4):1-9. (in Chinese)

[2] ZHANG B, LU X, LIU D L, et al. Influence of recrystallization on high-temperature stress rupture property and fracture behavior of single crystal superalloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2012, 551: 149-153.

[3] Okazaki M, Hiura T, Suzuki T. Effect of local cellular transformation on fatigue small crack growth in CMSX-4 and CMSX-2 at high temperature[M]. // Superalloys 2000. Warrendale; TMS, 2000; 505-514.

[4] He Y H, Hou X Q, Tao C H, et al. Recrystallization and fatigue fracture of single crystal turbine blades[J]. Engineering Failure Analysis, 2011,18(3): 944-949.

[5] Zhang B, Cao X G, Liu X L, et al. Surface recrystallization of single crystal nickel-based superalloy[J]. Transactions of

表1 定向凝固和单晶高温合金的再结晶情况

Table 1 Recrystallization of directionally solidified superalloy and single crystal superalloy

合金	结晶形式	表面机械处理	加热条件	再结晶深度 (平均), μm
ЖС6Φ	单晶	吹砂	1230℃/1h	30
		吹砂+抛光	1200℃/0.5h	34
		吹砂+1230℃/1h+抛光	1200℃/0.5h	102
		吹砂	1130℃/0.5h	0
MAR-M247LC	柱状晶	吹砂(重)	1230℃/2h	40
		吹砂(轻)		25
		电火花加工		0
454合金	单晶	吹砂(重)	1285℃/4h	200
		吹砂(轻)		70
		电火花加工		100
DZ22	柱状晶	吹砂	1210℃/2h	40
DZ125	柱状晶	吹砂+机械抛光	1180℃/2h +1230℃/3h	50
MAR-M002 (无Hf、B、Zr)	单晶	吹砂+打刻 (V形槽, 负荷150kg/mm)	1300℃/4h	170

Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23(5): 1286-1292.

[6] 王东林, 李家宝, 金涛, 等. DZ4镍基高温合金的再结晶[J]. 金属学报, 2006, 42(2): 167-171.
WANG Donglin, LI Jiabao, JIN Tiao, et al. Recrystallization of Ni base superalloy DZ4[J]. Acta Metallurgical Sinica, 2006, 42(2): 167-171. (in Chinese)

[7] Cox D C, Roebuck B, Rae C M F, et al. Recrystallisation of single crystal superalloy CMSX-4[J]. Materials Science and Technology, 2003, 19: 440-446.

[8] 刘昌奎, 张兵, 陶春虎, 等. DZ125定向凝固合金的再结晶行为研究. 失效分析与预防[J], 2009, 4(3): 129-132.
LIU Changkui, ZHANG Bing, TAO Chunhu, et al. Recrystallization behavior of directionally solidified DZ125 superalloy[J]. Failure Analysis and Prevention, 2009, 4(3): 129-132. (in Chinese)

[9] 张兵. 单晶高温合金的再结晶及其损伤行为研究[D]. 博士学位论文. 北京: 中国航空研究院, 2009.
ZHANG Bing. Recrystallization and Damage Behavior of Single Crystal Superalloy[D]. Ph.D thesis, Beijing: China Aeronautical Institute, 2009. (in Chinese)

[10] Jo C -Y, Cho H -Y, Kim H -M. Effect of recrystallization on microstructural evolution and mechanical properties of single crystal nickel base superalloy CMSX-2 Part1—Microstructural evolution during recrystallization of single crystal[J]. Materials

- Science and Technology, 2003, 19: 1665-1670.
- [11] 郑运荣, 阮中慈, 王顺才. DZ22合金的表层再结晶及其对持久性能的影响[J]. 金属学报, 1995, 31(Suppl): 325-329
- ZHENG Yunrong, RUAN Zhongci, WANG Suncai. Effect of surface recrystallization on the endurance strength of DZ22[J]. Acta Metallurgica Sinica, 1995, 31 (Suppl.): 325-329.
- [12] Bürgel R, Portella P D, Preuhs J. Recrystallization in single crystals of nickel base superalloys[M]. //Superalloys 2000. Warrendale: TMS, 2000: 229-238.
- [13] 刘丽荣, 孙新涛, 金涛, 等. 含碳镍基单晶高温合金的再结晶倾向性[J]. 机械工程材料, 2007, 31(5): 9-12.
- LIU Lirong, SUN Xintiao, JIN Tiao, et al. Recrystallization in a single crystal superalloy with carbon addition[J]. Materials for Mechanical Engineering, 2007, 31(5): 9-12. (in Chinese)
- [14] WANG L, XIE G, ZHANG J, et al. On the role of carbides during the recrystallization of a directionally solidified nickel-base superalloy[J]. Scripta Materialia, 2006, 55(5): 457-460.
- [15] Goldschmidt D, Paul U, Sahm P R. Porosity clusters and recrystallization in single-crystal components[M]. //Superalloys 1992. Warrendale: TMS, 1992: 155-164.
- [16] XIE G, ZHANG J, LOU L H. Effect of heat treatment atmosphere on surface recrystallization of a directionally solidified Ni-base superalloy[J]. Scripta Materialia, 2008, 59(8): 1-4.
- [17] Panwisawas C, Mathur H, Gebelin J C, et al. Prediction of recrystallization in investment cast single-crystal superalloys[J]. Acta Materialia, 2013, 61(1): 51-66.

作者简介

张兵(1978—) 男, 博士, 高级工程师。主要研究方向: 材料和结构的损伤。

Tel: 010-83017599

E-mail: z9721121@163.com

Influencing Factors of Recrystallization of Directionally Solidified and Single Crystal Superalloys

ZHANG Bing^{1,2,*}, Li Tianhua³, ZHOU Jinyi^{1,2}

1. AVIC Failure Analysis Center, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China

2. Beijing Key Laboratory of Aeronautical Materials Testing and Evaluation, Beijing 100095, China

3. University of International Business and Economics, Beijing 100029, China

Abstract: With excellent high-temperature mechanical properties, directionally solidified(DS) and single crystal(SC) superalloys have become the most important materials for turbine blades of advanced aero-engines. The excellent mechanical properties of DS and SC superalloys mainly result from the elimination of grain boundaries perpendicular to the main stress axis. Since recrystallized grains may introduce disadvantageous orientations and high-angle grain boundaries, they will dramatically reduce the mechanical properties of DS and SC components. In the present work, the main influencing factors of recrystallization of DS and SC superalloys were analyzed and summarized, including annealing temperature, annealing time, second-phase particles, deformation temperature, high-temperature oxidation and surface treating processes.

Key Words: directionally solidified superalloy; single crystal superalloy; recrystallization; influencing factor

Received: 2014-02-10; Accepted: 2014-03-10

Foundation item: Aeronautical Science Foundation of China(2010ZF21007)

*Corresponding author. Tel. : 010-83017599 E-mail: z9721121@163.com