

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2024.4076

电子束层覆凝固层厚对 GH4068 铸态组织和合金元素偏析行为的影响

陈瑶瑶^{1,2}, 谭毅^{1,2}, 白如圣^{1,2}, 宁莉丹^{1,2}, 崔传勇³, 李鹏廷^{1,2}

(1. 大连理工大学材料科学与工程学院 辽宁 大连 116024; 2. 大连理工大学辽宁省载能束冶金及先进材料制备重点实验室 辽宁 大连 116024; 3. 中国科学院金属研究所高温合金部门 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 利用电子束层覆凝固的工艺方法制备 GH4068, 并研究不同层覆凝固厚度对样品组织和元素偏析的影响。结果表明, 层覆凝固厚度为 5.2 mm(533 g) 的样品元素挥发程度最严重, 整体组织由底部粗大无序晶粒和其余部分连续柱状晶组成。层覆凝固厚度为 7.8 mm 的样品层间出现细晶层, 其显微硬度最高可以达到 452.2 HV。层覆凝固厚度为 15.5 mm 的样品因层覆厚度太大导致电子束熔透能力不足从而出现层间间隙。在控制元素挥发程度前提下, 层覆凝固厚度为 7.8 mm 的铸锭偏析程度最小且二次枝晶间距最小。偏析最严重的元素为 Ti 和 W, 相比于传统双联熔炼工艺, 电子束层覆熔炼制备的样品 W 和 Ti 偏析程度分别降低 11.2% 和 6.65%。综上, 最佳层覆厚度为 7.8 mm。

关键词: GH4068; 电子束熔炼; 层覆凝固; 组织形貌; 元素偏析

中图分类号: TG113.12

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2024)09-0855-10

Study on the As-Cast Microstructure and Segregation Behavior of Alloying Elements in GH4068 by an Electron Smelting Layer Thickness Overlay

CHEN Yaoyao^{1,2}, TAN Yi^{1,2}, BAI Rusheng^{1,2}, NING Lidan^{1,2}, CUI Chuanyong³, LI Pengting^{1,2}

(1. School of Materials Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China; 2. Key Laboratory for Energy Beam Metallurgy and Advanced Materials Preparation of Liaoning Province, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China; 3. Superalloys Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: GH4068 was prepared by electron beam layer smelting (EBLS), and the effects of different layer thicknesses on the microstructure and element segregation of the samples were studied. The results show that the sample with a solidification thickness of 5.2 mm (533 g) has the most severe element volatilization. The overall structure was composed of coarse disordered grains at the bottom and continuous columnar grains at the bottom. A fine-grained layer appears between the sample layers with a solidification thickness of 7.8 mm, and the microhardness of the fine-grained layer can reach 452.2 HV. For the sample with a solidification thickness of 15.5 mm, the electron beam penetration capacity is insufficient due to the large thickness of the layer, which results in interlayer gaps. Under the premise of controlling the volatilization degree of the elements, the ingot segregation degree with a solidification thickness of 7.8 mm is the smallest, and the secondary dendrite spacing is the smallest. The most serious segregation elements are Ti and W. Compared with those of the traditional duplex smelting process, the W and Ti segregation degrees of the samples prepared by electron beam layer smelting are reduced by 11.2% and 6.65%, respectively. In summary, the optimal layer thickness is 7.8 mm.

Key words: GH4068; electron beam smelting; layer solidification; microstructure; element segregation

收稿日期: 2024-04-13

基金项目: 国家重点研发计划(2019YFA0705300)

作者简介: 陈瑶瑶, 1999 年生, 硕士生. 研究方向为高温合金均质化研究. Email: chenyaoyao@mail.dlut.edu.cn

通讯作者: 谭毅, 1961 年生, 博士, 教授. 研究方向为电子束精炼制备超纯净均质化高温合金. Email: lnsolar@dlut.edu.cn

引用格式: 陈瑶瑶, 谭毅, 白如圣, 宁莉丹, 崔传勇, 李鹏廷. 电子束层覆凝固层厚对 GH4068 铸态组织和合金元素偏析行为的影响[J]. 铸造技术, 2024, 45(9): 855-864.

CHEN Y Y, TAN Y, BAI R S, NING L D, CUI C Y, LI P T. Study on the as-cast microstructure and segregation behavior of alloying elements in GH4068 by an electron smelting layer thickness overlay[J]. Foundry Technology, 2024, 45(9): 855-864.

高温合金是指在 600 °C 以上条件下能够正常工作的一类合金,广泛应用于航空航天、能源电力、机械工业等领域,其中 1/2 以上的高温合金应用于航空航天领域。涡轮盘是航空发动机燃烧室和喷管之间的核心部位,需要承受自身高速旋转所带来的离心力和其所处的高温高压环境。复杂循环负荷以及高温高压环境是导致涡轮盘失效的关键因素^[1]。镍基高温合金在严苛的使役环境下表现出了优良的性能,因此可作为制备涡轮盘的材料^[2]。

GH4068 合金是近几年发展的一种新型镍钴基高温合金。它是在 U720Li 合金的基础上增加了 Co 和 Ti 含量,Co 进入 γ 基体中起到固溶强化的效果,Ti 进入 γ' 相中起到沉淀强化的作用^[3],并且 GH4068 的 Al+Ti 含量接近 8.0%,Ti/Al 比高于 U720Li,提高了 γ' 的反相畴界能,阻碍了位错等缺陷的运动,所以 GH4068 比 U720Li 具有更高温度强度和稳定性,有望成为高性能航空发动机涡轮盘材料^[4-6]。但由于其合金元素种类以及含量较多,合金化程度高,导致该合金铸锭组织不均匀并且有较窄的热加工窗口以及较大的变形阻力^[7-8]。目前国内航空发动机涡轮盘用镍基高温合金通常采用真空感应熔炼 (vacuum induction melting, VIM)+真空自耗重熔 (vacuum arc remelting, VAR) 双联工艺或真空感应熔炼+保护气氛电渣重熔 (pressurized electroslag remelting, PESR)+真空自耗重熔三联工艺进行冶炼来提高铸锭的均匀性^[9],但是制备得到的合金仍存在偏析严重以及组织不均匀等问题。为克服这一缺点,Wang 等^[10]提出分层凝固的方法制备 Al-4.5%Cu (质量分数)合金,并发现相比于一次凝固,多层凝固制备出来的样品收缩缺陷区面积小且偏析程度小,但是多层样品仍存在层间缺陷。

电子束熔炼采用高能电子束作为热源,水冷铜坩埚作为容器,具有高真空度、高纯度、高冷却速度以及高熔炼温度的特点。You 等^[11]发现电子束熔炼的镍基高温合金样品其组织均匀且均质化程度高。Zhuang 等^[12]用电子束精炼技术制备 GH4068,得到相比于传统双联工艺偏析程度小、组织均匀的 EBS-GH4068。由于电子束熔炼是一种表面加热的技术,它限制了熔炼的铸锭在构筑方向上的尺寸。为克服这一缺点,Zhao 等^[13]提出了电子束层覆熔炼技术熔炼 Inconel 718,研究了电子束层覆熔炼功率对元素挥发的影响,并将熔炼的样品与双联以及三联工艺制备的样品比较,发现电子束层覆熔炼的样品的枝晶结构更加细小且偏析程度更低,但其并没有继续研究层覆凝固层厚对样品组织和元素偏

析的影响。Cui 等^[14-16]用电子束层覆凝固技术熔炼 GH4068,发现熔炼得到的合金样品层间部分熔合区中形成细小等轴晶。并且经研究发现层间细晶层结构有利于样品的动态再结晶,能最大程度减少内应力,防止热裂纹的产生。电子束层覆凝固层厚作为电子束层覆熔炼过程中一个重要因素,研究其对合金组织和元素偏析的影响的具有重要的意义。

在层覆熔炼过程中,后续层和基底的良好冶金结合是必需的,这需要通过仔细选择不同层的加工参数来实现。层覆凝固层厚太小将会导致熔炼效率较低,层覆凝固层厚太大导致上层熔透能力不足,最终产生层间间隙,因此找到最佳的层覆凝固厚度具有重要意义。

1 实验材料与方法

1.1 实验设备

实验采用 SEBM-30A 型电子束熔炼设备,该设备包括真空系统、水冷坩埚铜、电控系统、熔炼室、冷却水系统等,示意图如图 1。其中真空系统是为电子束精炼炉提供真空环境的关键,电子枪和熔炼室的两套真空系统在熔炼开始前相互独立,熔炼过程由于电子枪插板阀的打开而联通,如此可以保证工作的高效率。熔炼时可以通过调节电磁透镜来控制束斑,电子束工作频率设为 1 分频,波形为圆波形。电控系统用来控制偏转线圈磁场强度以实现束斑在横坐标和纵坐标上的偏转,对铸锭进行均匀熔炼。

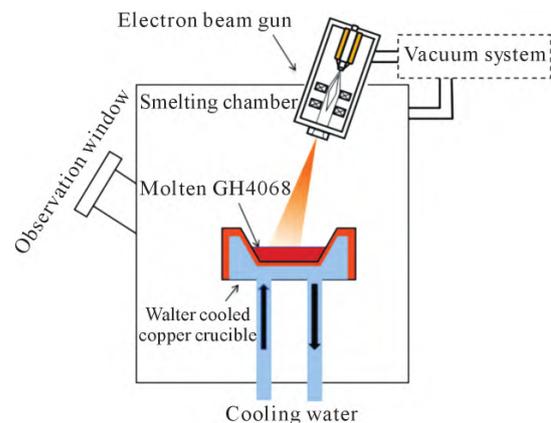


图 1 电子束熔炼设备

Fig.1 Electron beam smelting equipment

1.2 实验原料及实验过程

实验用原料 GH4068 由中国科学院金属研究所提供,通过线切割将原料切割成直径 80 mm、厚 20 mm 的饼状原料。熔炼之前将原材料打磨并在去离子水和无水乙醇中超声洗涤 15 min,在干燥箱中干燥 2 h,以除去原料表面烧蚀层及合金表面的污染物。其名义成分见表 1。

表1 GH4068合金名义成分
Tab.1 Nominal composition of the GH4068 alloy
(mass fraction/%)

Cr	Co	Mo	W	Al+Ti	C+Zr+B	Ni
13~15	20~26	2.4~2.8	1.1~1.8	7.72~8.40	0.04~0.11	Bal.

电子束层覆熔炼 GH4068 时, 基层必须以适当的层厚和功率沉积, 以确保后续层的质量。赵龙海^[17]曾研究了电子束层覆功率对样品的影响, 实验结果表明应适当降低熔炼功率至 12 kW, 在保证母材得到充分熔炼的同时可以合理控制 Cr 元素的蒸发损失, 本文讨论了不同层覆凝固层厚对样品组织的影响。

熔炼过程如图 2 所示, 将基层 1 500 g 原料置于坩埚内, 并将设备抽至真空度为 5×10^{-2} Pa, 将电子束功率均匀增加到 8 kW, 熔化 4 min, 使坩埚内合金原料完全熔化, 再将电子束功率升高到 12 kW, 控制电子束束斑的扫描路径, 在 $R/2$ 处环形扫描, 精炼 15 min, 保证熔体受热均匀。基层熔炼结束后, 将电子束功率在 5 min 内降至 0 kW, 并且线性降低束斑大小直至最小, 诱导熔体凝固并将束斑移至铸锭边缘, 待铸锭凝固结束后将铸锭从坩埚中取出, 将铸锭表面以及最后凝固区的杂质用角磨机打掉, 并用酒精清洗干净后重新放入坩埚。基层熔炼结束后, 将上层 1 600 g 的原料分 3 次、2 次和 1 次熔炼, 每层熔炼质量分别为 533、800 和 1 600 g, 熔炼层厚分别为 5.2、7.8 和 15.5 mm。将第 1 层 533 g 的原料放在基层上, 将电子束功率均匀增加到 8 kW, 熔化 4 min, 再将电子束功率增加到 12 kW, 精炼 10 min, 熔炼

结束后再将第 2 层 533 g 的原料放在第 1 层上, 以此类推完成 3 层熔炼, 如图 2a 所示。熔炼层覆质量为 800 g 的样品时基层熔炼质量以及熔炼参数不变, 后续层熔炼质量变为 800 g, 熔炼参数不变(与熔炼 533 g 一致), 熔炼两层, 如图 2b 所示。熔炼层覆质量为 1 600 g 的样品时, 基层熔炼质量以及熔炼参数不变, 后续层熔炼质量变为 1 600 g, 熔炼参数不变, 熔炼 1 层, 如图 2c 所示。

图 3 为铸锭侧面形貌和截面形貌及取样位置, 铸锭直径为 120 mm, 高度为 30 mm, 可以看出层覆凝固层厚为 15.5 mm 的样品侧面形貌层间间隙较为明显, 截面处也有很明显的层间空隙(图 3c)。层覆凝固层厚为 7.8 mm 和 5.2 mm 的样品层间结合良好, 无明显层间间隙(图 3a 和 b)。取样位置为半圆的 1/2 半径处, 取出的样品尺寸为 12 mm×8 mm×30 mm(图 3d)。

1.3 测试方法

取熔炼后铸锭试样进行组织分析和成分检测, 将试样用 100#、400#、800#、1500# 及 2000# 砂纸打磨, 用 1.5 μm 的金刚石抛光膏进行抛光, 采用 XRF-1800 型 X 射线荧光光谱仪进行成分检测。利用 JXA-8100 电子探针显微镜(EPMA)观察元素在枝晶间和枝晶干上元素分布, 利用 HV-1000A 显微硬度计测试样品的显微硬度, 用晶粒腐蚀液(30 g CuSO_4 +7 mL H_2SO_4 +100 mL HCl) 对样品进行重腐蚀, 腐蚀 2 h 后观察样品晶粒形貌, 用枝晶腐蚀液(100 mL $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ +100 mL HCl +50 g CuCl_2) 对样品进行擦拭,

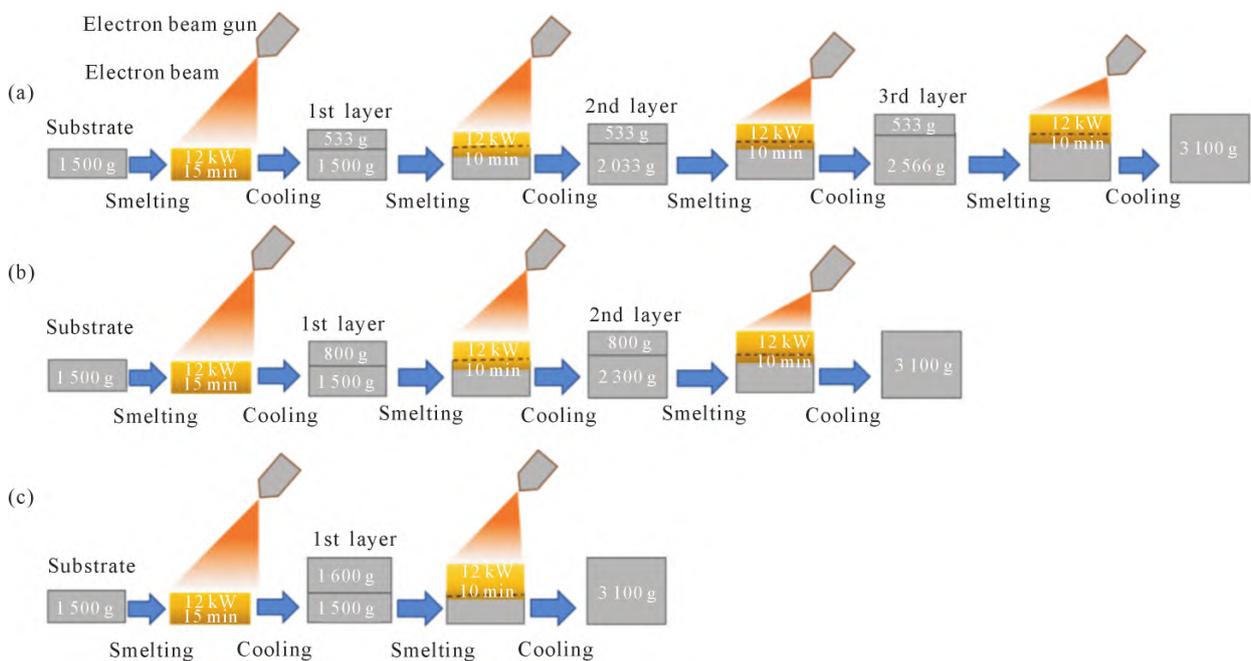


图 2 GH4068 高温合金熔炼过程示意图:(a) 14.5 mm+5.2 mm×3; (b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm
Fig.2 Schematic diagram of the melting process of the GH4068 superalloy: (a) 14.5 mm+5.2 mm×3; (b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm

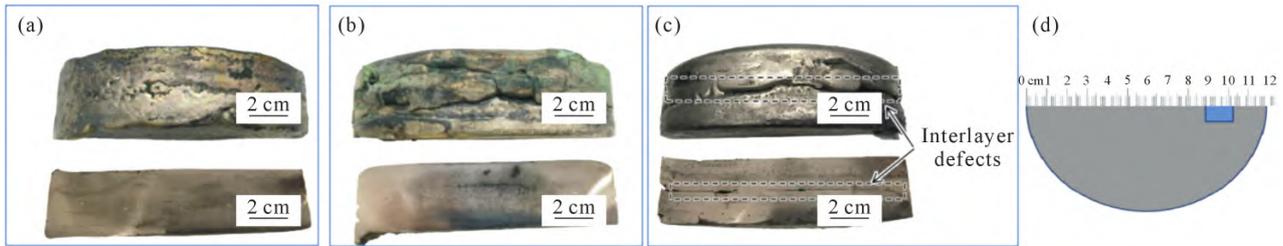


图3 铸锭侧面和截面形貌:(a) 14.5 mm+5.2 mm×3; (b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm; (d) 取样位置
Fig.3 Side and cross-sectional morphology of the ingots: (a) 14.5 mm+5.2 mm×3; (b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm; (d) sampling location

并用德国 LEICA DMi8 型金相显微镜观察样品枝晶形貌。

2 实验结果及讨论

2.1 层覆凝固层厚对元素挥发的影响

当熔池温度、熔池面积和熔炼时间一定时,元素的挥发速率及质量损失量可以确定,对于熔炼的不同层覆质量 m 的铸锭,各个合金元素 i 的质量分数可以表示为:

$$w_i = \frac{m\chi_i - \Delta m_i}{m - \sum \Delta m_i} \quad (1)$$

式中, χ_i 为原料中元素 i 的摩尔分数; Δm_i 为元素 i 在 12 kW 功率下精炼 10 min 后的质量损失; $\sum \Delta m_i$ 为所有元素损失的总质量。根据 Langmuir 方程^[18], 电子束精炼过程中合金元素 i 的理论质量损失 Δm_i 可以表示为:

$$\Delta m_i = S \times t \times V_i \quad (2)$$

$$S = \pi r^2 \quad (3)$$

式中, S 为熔体表面积; r 为熔池半径; t 为电子束精炼时间; V_i 为元素 i 在熔炼功率为 12 kW 下的挥发速率。王以霖等^[19]算出 GH4068 在功率为 12 kW 下电子束精炼的熔池温度为 1 890.6 K, 并且计算出在该温度下各元素的挥发速率(表 2), 将其带入式(1), 得到层覆凝固层厚(质量)与各元素质量分数的关系。

如图 4 所示为各元素质量分数随层覆质量变化的曲线, 可以看出随层覆质量的增加, 各元素的质量分数趋于平缓, 并且 Cr 元素变化最明显。当层覆质量大于 400 g 时, Cr 元素质量分数趋于稳定, 并且当层覆质量在 400~1 600 g, 样品的质量分数都在标准成分范围内。要想精准控制元素质量分数在标准成分范围内, 层覆质量要大于 500 g。

在熔池平均温度以及熔池表面积一定的条件下, 根据式(2)和(3)可以得出元素 i 质量损失与时间

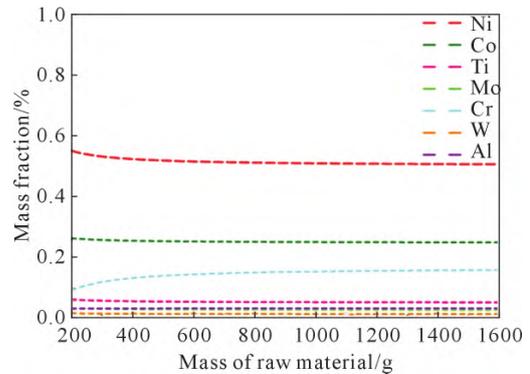


图4 元素质量分数随层覆质量的变化曲线
Fig.4 Relationships between the elemental mass fraction and the layered mass

的关系(图 5), 图中圆点表示不同层厚样品不同元素质量损失量。在熔炼过程中合金元素会有不同程度的挥发。其中 Ni、Cr、Co 和 Al 挥发最多, 其他元素挥发极少, 各元素的饱和蒸汽压不同从而导致元素挥发程度不同, Cr 元素饱和蒸汽压最大, 因此挥发量最多。

若忽略上层对下层的重熔以及熔化阶段导致的质量损失, 则层覆凝固层厚为 5.2 mm(533 g)、7.8 mm(800 g)和 15.5 mm(1 600 g)样品的理论质量损失分别为精炼 45、35 和 25 min 后的挥发量。根据式(2)和(3)算出层覆凝固层厚为 5.2 mm(533 g)、7.8 mm(800 g)和 15.5 mm(1 600 g)的理论质量损失量分别为 90.05、126.07 和 162.09 g, 理论质量损失率分别为 2.90%、4.07%和 5.29%。

图 6 为不同层覆质量样品熔炼后质量损失量和质量损失率以及理论质量损失量和理论质量损失率。层覆凝固层厚为 5.2 mm(533 g)、7.8 mm(800 g)和 15.5 mm(1 600 g)的质量损失量分别为 95、135 和 190 g, 质量损失率分别为 3.06%、4.71%和 6.13%, 其中层覆凝固层厚为 7.8 mm(800 g)和 15.5 mm(1 600 g)样品的实际挥发值与理论挥发值差距不大, 层覆凝

表2 12 kW功率下不同元素理论挥发速率^[19]
Tab.2 Theoretical volatilization rates of different elements at 12 kW^[19]

Element	Ni	Cr	Co	Al	Ti	Mo	W
Volatilization rate/(g·cm ⁻² ·s ⁻¹)	1.65×10 ⁻⁴	3.10×10 ⁻⁴	1.12×10 ⁻⁴	8.62×10 ⁻⁴	1.08×10 ⁻⁶	3.82×10 ⁻¹²	1.16×10 ⁻¹⁶

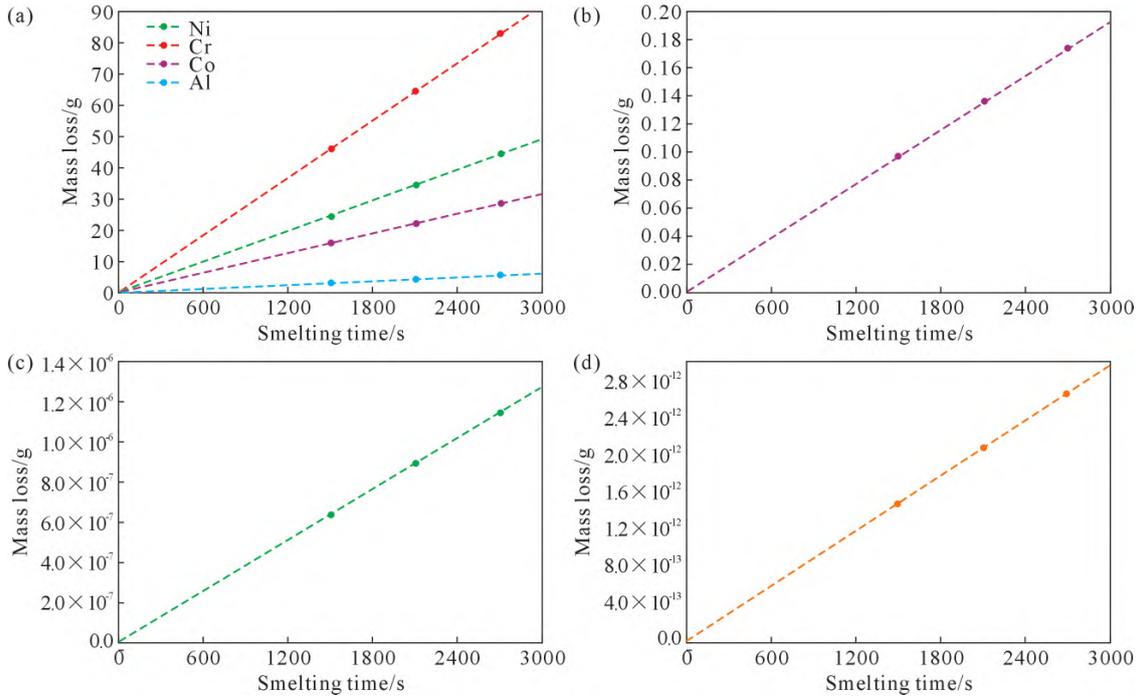


图 5 12 kW 功率下各元素理论质量损失量随时间的变化:(a) Ni、Cr、Co、Al; (b) Ti; (c) Mo; (d) W

Fig.5 Relationships between the amount of mass loss of each element and time at 12 kW: (a) Ni, Cr, Co, and Al; (b) Ti; (c) Mo; (d) W

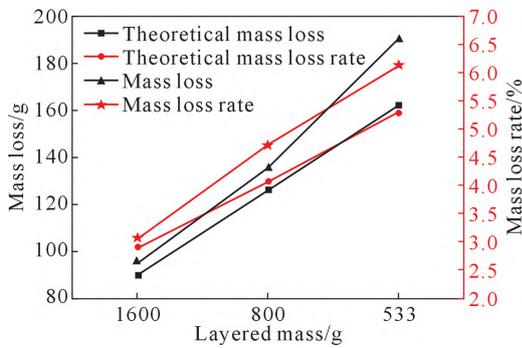


图 6 不同层覆质量样品熔炼后质量损失量和质量损失率以及理论质量损失量和理论损失率

Fig.6 The amount of mass loss and the rate of mass loss after melting, as well as the amount of theoretical mass loss and the rate of theoretical loss of samples with different layered masses

固层厚为 5.2 mm(533 g)的样品实际挥发值与理论挥发值差距较大,这是因为计算过程中没有考虑上层对下层的重熔,层覆凝固层厚为 5.2 mm(533 g)的样品因层覆层厚太小导致下层重熔严重,因此质量挥发最严重。综上所述,层覆凝固层厚为 5.2 mm(533 g)的样品质量挥发最多,其次是层覆凝固层厚为 7.8 mm(800 g)的样品,层覆凝固层厚为 15.5 mm(1 600 g)的样品质量损失最小,损失率也最小。

2.2 层覆凝固层厚对组织的影响

图 7 为各个样品的截面组织宏观形貌,3 个样品底部区域均由方向杂乱的大晶粒组成,晶粒粗大的原因是底层持续受到上层的热影响导致温度上升,原子扩散速率加快,晶粒之间吞并速度加剧,从

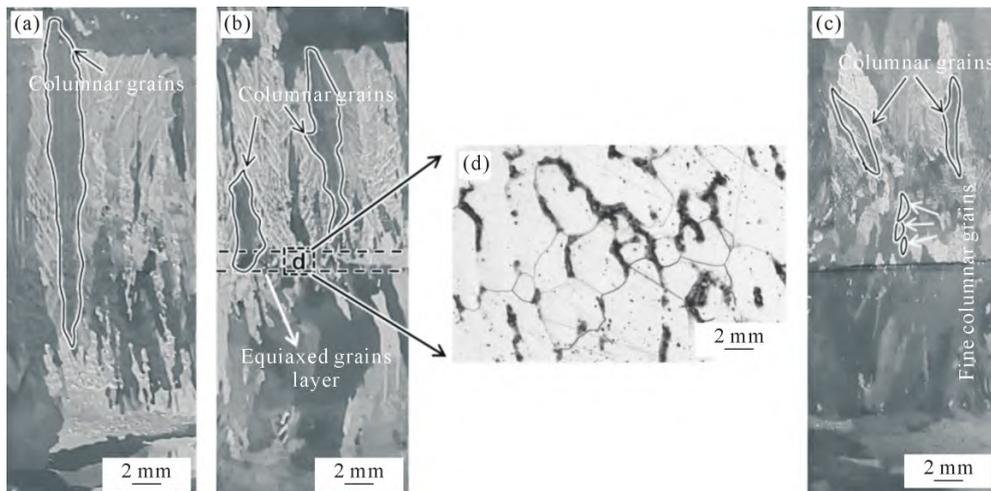


图 7 合金组织宏观形貌:(a) 14.5 mm+5.2 mm×3; (b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm; (d) 细晶层处的等轴晶

Fig.7 Macrostructure of the alloy: (a) 14.5 mm+5.2 mm×3; (b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm; (d) equiaxed grains in the fine-grained layer

而导致晶粒长大。3个样品均有粗大柱状晶区并且所占面积最大且分布均匀,在凝固过程中,底部初始凝固区域的形成改变了坩埚内部熔体的温度分布,产生了自下而上的温度梯度,并且在区域传质和传热较为平衡,凝固组织沿着热流方向逐渐生长,使得柱状晶可以充分稳定地生长^[20]。层覆凝固层厚为7.8 mm的样品层间出现细晶层,可以看出层间细晶层界面由细小等轴晶组成,等轴晶粒之间尺寸大小不同(图7d),细晶层的产生可以用快速凝固来解释,快速凝固是局部的热量输入和少量熔融材料的结果^[21],过冷度较大导致形核率较高,晶核迅速长大到互相接触,形成细小的、方向杂乱的等轴晶粒。层覆凝固层厚为15.5 mm的样品层间出现层间空隙,是因为层覆质量太大,从而导致电子束熔透能力不足,上下两层结合不紧密,从而产生层间空隙,空隙层上方出现尺寸较小的柱状晶,因为此处冷却速率较快,柱状晶来不及长大。层覆凝固层厚为5.2 mm的样品层间结合良好,但是没有出现细晶层,这是因为后续层的沉积热作用于前一层,并将导致前一层的等轴晶重熔^[22]。

图8为样品的金相组织,3个样品最底部无树枝晶,这是由于最底部直接接触水冷坩埚冷却速度较大,溶质原子无法得到有效扩散,难以形成二次枝晶。层覆凝固层厚为15.5 mm的样品顶部具有细小二次枝晶(图8g),层间无树枝晶(图8h),因为受上层热影响,元素在热影响下扩散速度加快,分布趋于均匀,从而导致二次枝晶回熔,但基底层的二次枝晶并没有完全回熔(图8i),电子束熔透能力不足导致这部分区域受上层热影响较小。层覆凝固层厚为7.8 mm的样品基层无二次枝晶(图8f),底部热影响

区持续受热导致枝晶全部回熔,达到了均匀化的效果。样品细晶层处形成了胞状偏析(图8),因为电子束层覆凝固过程中,下面的铸锭表面部分区域会产生重熔,导致后一层凝固开始之前,界面前会产生糊状区域,由于结构过冷的存在,在糊状区域已经产生凝固初期阶段的枝晶,当成分过冷区较窄时,固液界面凸出的部分伸入过冷区,加速了其向前发展,凸出的部分局限在成分过冷区不会产生侧向枝晶,从而形成胞状偏析^[23]。随凝固进行,温度梯度 G 减小,凝固速率 R 增大, G/R 值逐渐减少。对于合金来说, G/R 值越大过冷区越大,胞状组织变得不规则,开始出现侧向枝晶,逐渐变成树枝晶。如图8d所示,白色区域为枝晶间部分,黑色部分为枝晶干部分,可以看出铸锭上部分枝晶组织明显细小,下部分枝晶变的粗大,其粗化机理可由Furer-Wunderlin模型解释^[24]:较细的二次枝晶臂融化,而较粗的分枝枝晶增加。每当一个细二次臂融化时,局部二次枝晶臂间距加倍,这一过程的驱动力是曲率不同的晶粒之间的界面能差。

二次枝晶间距反映了样品的微观偏析行为,二次枝晶间距越大则偏析越大,二次枝晶间距可以通过线性截距法测量和计算,二次枝晶测量公式如式(4):

$$\lambda_s = \frac{\sum \frac{L_i}{N_i}}{n} \quad (4)$$

式中, λ_s 是二次枝晶间距; L_i 是线段 i 穿过二次枝晶的距离; N_i 是线段 i 穿过二次枝晶的数量; n 是所选取截线的总数量。本实验每个位置选取了30条截线,每个样品选取了60条截线,最终将平均值作为二次枝晶间距 λ_s 的值。不同样品二次枝晶间距随高度变化情况如图9所示。

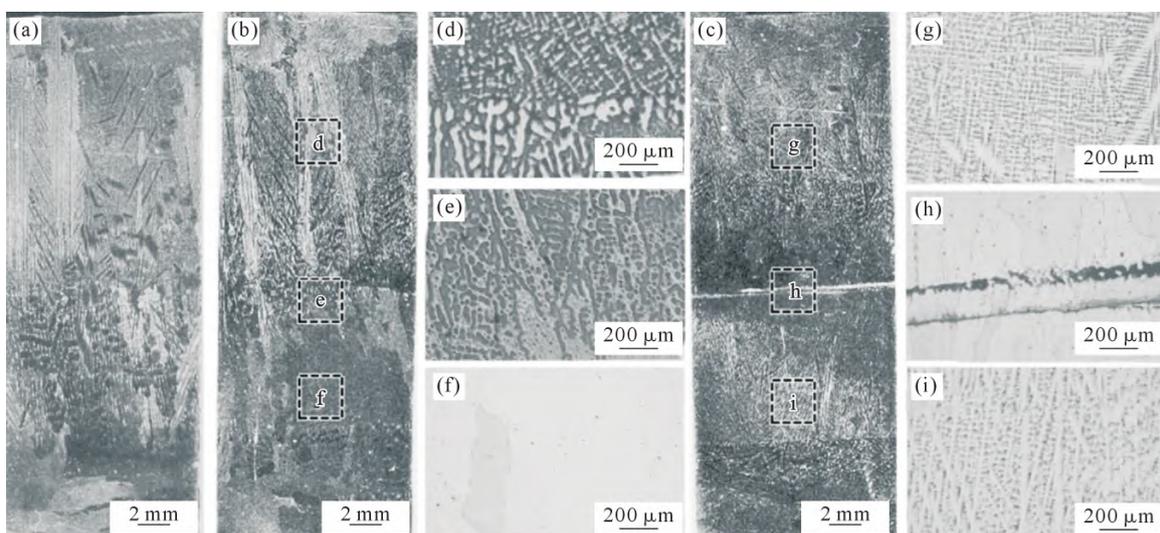


图8 样品金相组织:(a) 14.5 mm+5.2 mm×3;(b) 14.5 mm+7.8 mm×2;(c) 14.5 mm+15.5 mm;(d~i) 对应样品位置的微观金相形貌
Fig.8 Metallographic structure of the samples:(a) 14.5 mm+5.2 mm×3;(b) 14.5 mm+7.8 mm×2;(c) 14.5 mm+15.5 mm;
(d~i) the microscopic metallographic morphology corresponding to the sample position

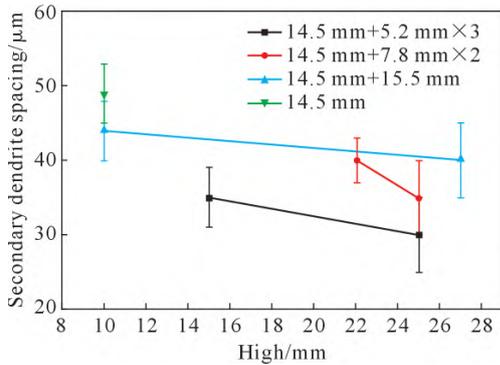


图9 二次枝晶间距随样品高度变化曲线

Fig.9 Relationship between the secondary dendrite spacing and sample height

层覆凝固层厚越小,二次枝晶间距越小,这是因为过热处理时间增加,导致组织细化以及二次枝晶间距减小。层覆凝固层厚为 7.8 mm 的样品因为中部胞状偏析的出现导致二次枝晶区域较小。层覆凝固层厚为 15.5 mm 的样品因为基底层二次枝晶未回熔,导致二次枝晶区域较大。14.5 mm 的单层电子束精炼样品二次枝晶间距大于层覆熔炼样品的二次枝晶间距,证明电子束层覆熔炼技术相比于电子束一次熔炼可以降低样品的二次枝晶间距。另外所有样品均是顶部二次枝晶间距比中部二次枝晶间距小,这是因为最顶部冷却速率最大,所以二次枝晶有明显的细化现象^[25]。

2.3 层覆凝固层厚对元素偏析的影响

GH4068 合金元素较多,合金化程度较高,合金凝固过程中不同元素在固相和液相中的溶解度不同导致元素分布不均匀,从而产生了元素偏析。合金元素若在固相中的溶解度大于在液相中的溶解度则凝固后容易分布在枝晶干处,这些合金元素被称为正偏析元素。若合金元素在液相中的溶解度大于在固相中的溶解度,则凝固时这些元素被排入液相中,最终凝固后分布在枝晶间,这些合金元素被称为负偏析元素^[26]。为了明确地表明枝晶间和枝晶干元素分布情况,采用 EPMA 对样品枝晶干和枝晶间元素含量进行定量分析,并计算各元素的显微偏析系数 K ,计算公式如下^[27]:

$$K = \frac{C_s}{C_L} \quad (5)$$

式中, C_s 是合金元素在枝晶干处的含量; C_L 是合金元素在枝晶间处的含量。

双联工艺(double melt, DM)以及电子束精炼(electron beam smelting, EBS) 和不同电子束层覆凝固层厚下 GH4068 不同位置微观元素偏析系数如图 10 所示。层覆凝固层厚为 5.2 mm 的样品底部元素无偏析(图 10a),层覆凝固层厚为 7.8 和 15.5 mm 底

部热影响区还存在偏析(图 10b 和 c),这是因为层覆凝固层厚为 5.2 mm 的样品底部受上层热影响较大,导致底部产生均匀化效果,底部元素在热影响下逐渐分布均匀。采用传统双联工艺制备样品的偏析程度比电子束层覆熔炼工艺和电子束精炼工艺样品大。层覆凝固层厚为 7.8 mm 的样品 Ti 和 W 元素偏析程度相比于传统双联工艺分别降低 11.2% 和 6.65%,证明电子束熔炼可以有效降低元素偏析程度并提高样品的组织成分均匀性。W 和 Ti 分别是正偏析和负偏析程度最大的元素。

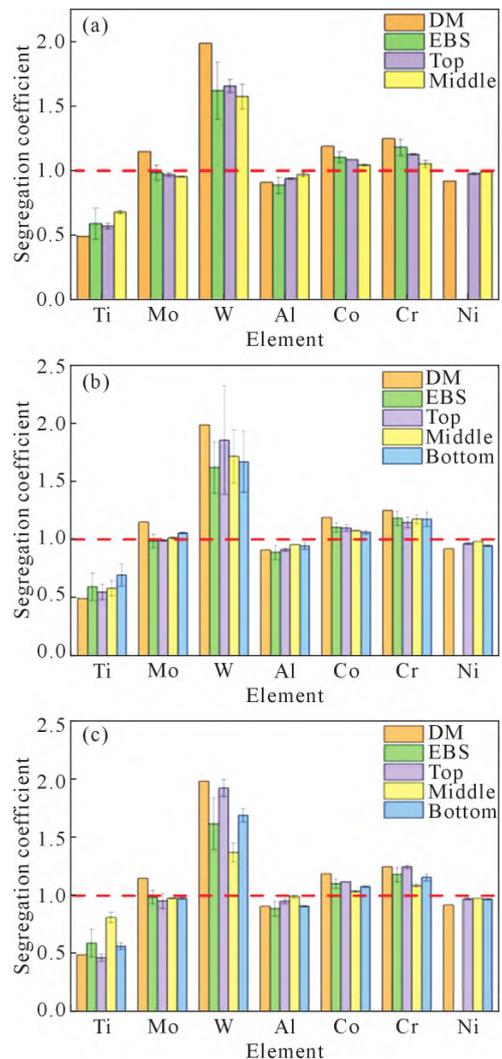


图 10 铸锭各部位元素偏析系数:(a) 14.5 mm+5.2 mm×3;

(b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm

Fig.10 Element segregation coefficient in various parts of the ingots: (a) 14.5 mm+5.2 mm×3; (b) 14.5 mm+7.8 mm×2; (c) 14.5 mm+15.5 mm

由上述分析可知,GH4068 中的 W 和 Ti 元素偏析最为严重,因此研究这两个元素偏析程度具有代表意义。GH4068 合金中 W 和 Ti 元素偏析系数随样品高度变化如图 11 所示,层覆凝固层厚为 15.5 mm 的样品在 10~15 mm 偏析相对于其他区域有所减少,此位置对应图 8h,无树枝晶,偏析较少,最底部

区域层覆凝固层厚为 15.5 mm 的样品偏析程度最大,因为最底部受上层热影响程度较小,偏析程度较大。层覆凝固层厚为 5.2 mm 的样品元素偏析程度最小,偏析程度的大体规律是从底部到顶部偏析程度逐渐增大,其次是层覆凝固层厚为 7.8 mm 的样品,层覆凝固层厚为 15.5 mm 的样品的偏析程度最严重。

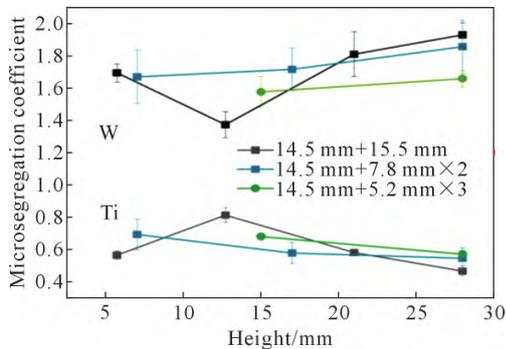


图 11 W 和 Ti 元素偏析系数随样品高度变化

Fig.11 Relationship between the segregation coefficients of W and Ti and sample height

2.4 层覆凝固层厚对显微硬度的影响

图 12 为样品显微硬度随高度变化曲线以及以层覆凝固层厚为 7.8 mm 的组织变化。结果表明,所有样品底部热影响区与顶部细枝晶区处显微硬度较高,因为底部热影响区偏析程度较小,顶部枝晶细小组织致密,因此显微硬度高。中部因为有粗大枝晶和较严重的偏析,所以显微硬度较低。层覆凝固层厚为 7.8 mm 的样品在高度为 14 mm 左右处显微硬度达到最大值(平均为 452.2 HV),这是因为此处为细晶层,很多细小等轴晶粒导致细晶强化,细晶粒受到外力发生塑性变形可分散在更多的晶粒内进行,塑性变形较均匀,应力集中较小;此外,晶粒越细,晶界面积越大,晶界越曲折,越不利于裂纹的扩展。晶粒越细小,位错集群中位错个数越小,应力集中越小,所以材料的强度越高,抗塑性变形能力越高因此硬度

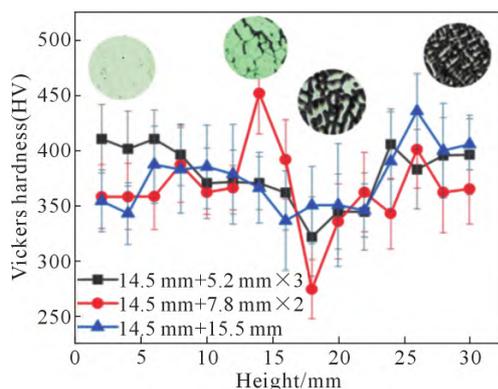


图 12 样品显微硬度随样品高度变化

Fig.12 Relationship between sample microhardness and sample height

值也就越高^[28]。在高度为 18 mm 处显微硬度最小(平均为 274.3 HV),这是因为此处二次枝晶粗大并且偏析较严重。层覆凝固层厚为 5.2 mm 的样品在最底部热影响区的显微硬度平均值高于层覆凝固层厚为 7.8 mm 和 15.5 mm 的显微硬度,原因可能是样品受上层热影响时间较长导致底层偏析较少,组织均匀。

3 结论

(1)层覆凝固层厚为 5.2 mm 的铸锭元素挥发最严重,质量损失率高达 6.13%。

(2)层覆凝固层厚为 15.5 mm 的样品有层间间隙,并且因为上层熔透能力不足导致热影响区域的二次枝晶没有回熔。层覆凝固层厚为 5.2 mm 的样品层间结合良好但没有细晶层,整体组织由底层粗大晶粒以及柱状晶组成。层覆凝固层厚为 7.8 mm 的铸锭层间结合良好并且层间有明显细晶层。

(3)14.5 mm+5.2 mm×3 样品二次枝晶间距最小并且冷却速率最大,平均二次枝晶间距为 32.5 μm。14.5 mm+7.8 mm×2 样品次之,平均二次枝晶间距为 37.5 μm。14.5 mm+15.5 mm 样品枝晶间距最大,平均二次枝晶间距为 42.5 μm。

(4)14.5 mm+5.2 mm×3 样品元素偏析程度最小,14.5 mm+7.8 mm×2 样品次之,14.5 mm+15.5 mm 样品元素偏析最大。层覆凝固层厚为 7.8 mm 的样品 Ti 和 W 元素偏析程度相比于传统双联工艺分别降低 11.2%和 6.65%。

(5)所有样品的热影响区和顶部区域的显微硬度比中部区域大,层覆凝固层厚为 5.2 mm 的样品在底层热影响区域的显微硬度平均值高于层覆凝固层厚为 7.8 和 15.5 mm 的样品。层覆凝固层厚为 7.8 mm 的样品细晶层处的显微硬度最高,可达 452.2 HV。综上,最佳层覆凝固层厚为 7.8 mm。

参考文献:

- [1] 张晓颖. 航空发动机涡轮盘的寿命与可靠性分析[D]. 成都:电子科技大学,2020.
ZHANG X Y. Life and reliability analysis of aeroengine turbine discs[D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology, 2020.
- [2] 江河,董建新,张麦仓,姚志浩. 800 °C 以上服役涡轮盘用难变形镍基高温合金研究进展[J]. 航空制造技术,2021, 64(1): 62-73.
JIANG H, DONG J X, ZHANG M C, YAO Z H. Development of typical hard-to-deform nickel-base superalloy for turbine disk served above 800 °C[J]. Aviation Manufacturing Technology, 2021, 64(1): 62-73.
- [3] CUI C Y, GU Y F, PING D H, FUKUDA T, HARADA H. Phase constituents and compressive yield stress of Ni-Co base alloys[J].

- Materials Transactions, 2008, 49(3): 424-427.
- [4] GU Y, HARADA H, CUI C, PING D, SATO A, FUJIOKA J. New Ni-Co-base disk superalloys with higher strength and creep resistance[J]. Scripta Materialia, 2006, 55(9): 815-818.
- [5] YUAN Y, GU Y F, ZHONG Z H, OSADA T, YOKOKAWA T, HARADA H. Controlling the deformation mechanism in disk superalloys at low and intermediate temperatures[M]/HURON E S, REED R C, HARDY M C, MILLS M J, MONTERO R E, PORTELLA P D, TELESMA J. Superalloys 2012: 12th International Symposium on Superalloys. Pittsburgh: The Minerals, Metals & Materials Society, 2012: 35-42.
- [6] 张瑞, 刘鹏, 崔传勇, 曲敬龙, 张北江, 杜金辉, 周亦曹, 孙晓峰. 国内航空发动机涡轮盘用铸锻难变形高温合金热加工研究现状与展望[J]. 金属学报, 2021, 57(10): 1215-1228.
- ZHANG R, LIU P, CUI C Y, QU J L, ZHANG B J, DU J H, ZHOU Y Z, SUN X F. Present research situation and prospect of hot working of cast & wrought superalloys for aero-engine turbine disk in China[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2021, 57(10): 1215-1228.
- [7] 谷月峰, 崔传勇, 袁勇, 钟志宏. 一种高性能航空涡轮盘用铸锻合金的研究进展[J]. 金属学报, 2015, 51(10): 1191-1206.
- GU Y F, CUI C Y, YUAN Y, ZHONG Z H. Research progress in a high performance cast & wrought superalloy for turbine disc applications[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(10): 1191-1206.
- [8] ZHOU Z J, ZHANG R, CUI C Y, ZHOU Y Z, SUN X F. Effects of homogenization treatment on the microsegregation of a Ni-Co based superalloy produced by directional solidification[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2021, 34: 943-954.
- [9] 唐凯明, 黄伟, 浦学谊, 张磊. 不同熔炼工艺生产的GH4169合金组织和性能研究[J]. 金属加工(热加工), 2022(4): 81-83.
- TANG K M, HUANG W, PU X Y, ZHANG L. Study on the microstructure and properties of GH4169 alloy produced by different melting processes[J]. MW Metal Forming, 2022(4): 81-83.
- [10] WANG Y G, GUO Q T, REN N, ZHANG W, HU S Q, ZHANG Y J, LI J, XIA M X, LI J G. Experimental and simulation studies of layer casting on industrial-scale Al-4.5 wt. Pct Cu ingot: Effect, defect, and optimization[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2023, 322: 118205.
- [11] YOU Q F, YUAN H, YOU X G, LI J Y, ZHAO L H, SHI S, TAN Y. Segregation behavior of nickel-based superalloy after electron beam smelting[J]. Vacuum, 2017, 145: 116-122.
- [12] ZHUANG X P, TAN Y, ZHAO L H, YOU X G, LI P T, CUI C Y. Microsegregation of a new Ni-Co-based superalloy prepared through electron beam smelting and its treatment[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(3): 5422-5430.
- [13] ZHAO L H, TAN Y, SHI S, YOU X Y, LI P T, CUI C Y. Microsegregation behavior of Inconel 718 superalloy prepared by electron beam smelting layered solidification technology[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 833: 155019.
- [14] CUI H Y, TAN Y, BAI R S, LI Y, ZHUANG X P, CHEN Z, YOU X G, LI P T, CUI C Y. Microsegregation of a new Ni-Co-based superalloy prepared by electron beam smelting layered solidification technology and its homogenization behavior[J]. Materials Characterization, 2022, 184: 111668.
- [15] CUI H Y, TAN Y, NING L D, BAI R S, YOU X G, CUI C Y, LI P T. Microstructure control and hot cracking behavior of the new Ni-Co based superalloy prepared by electron beam smelting layered solidification technology[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2024, 175: 55-71.
- [16] CUI H Y, TAN Y, BAI R S, NING L D, CUI C Y, YOU X G, LI P T. Recrystallization behavior of the new Ni-Co-based superalloy with fusion structure produced by electron beam smelting layered solidification technology[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2023, 36: 2013-2030.
- [17] 赵龙海. Inconel 718合金电子束层覆凝固组织及其均质化行为研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2023.
- ZHAO L H. Study on the microstructure and its uniformity behavior of inconel 718 alloy prepared by electron beam smelting layered solidification [D]. Dalin: Dalian University of Technology, 2023.
- [18] KVANDER, GEERLIGS L J, COLETTI G, ARNBERG L, DI SABATINO M, ØVRELID E J, SWANSON C C. Distribution of iron in multicrystalline silicon ingots [J]. Journal of Applied Physics, 2008, 104(6): 064905.
- [19] 王以霖, 谭毅, 崔传勇, 游小刚, 赵龙海, 崔弘阳, 李鹏廷, 李晓娜. 电子束熔炼新型Ni-Co基高温合金过程中合金元素的挥发行为及熔池温度计算[J]. 材料导报, 2023, 37(1): 176-181.
- WANG Y L, TAN Y, CUI C Y, YOU X G, ZHAO L H, CUI H Y, LI P T, LI X N. The volatilization behavior of alloying elements and calculation of melt pool temperature during electron beam melting of a new Ni Co based superalloy[J]. Materials Reports, 2023, 37(1): 176-181.
- [20] 庄辛鹏. 电子束精炼制备GH4068合金凝固偏析及高温变形行为研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2023.
- ZHUANG X P. Solidification segregation and hot deformation behavior of GH4068 alloy prepared by electron beam smelting [D]. Dalin: Dalian University of Technology, 2023.
- [21] HERZOG D, SEYDA V, WYCISK E, EMMELMANN C. Additive manufacturing of metals[J]. Acta Materialia, 2016, 117: 371-392.
- [22] WANG Y F, CHEN X Z, SU C C. Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 fabricated by wire-arc additive manufacturing[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 374: 116-123.
- [23] ZHAO L H, TAN Y, SHI S, YOU X G, LI P T, CUI C Y. Microsegregation behavior of Inconel 718 superalloy prepared by electron beam smelting layered solidification technology [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 833: 155019.
- [24] 李晨希, 郭大明, 李荣德, 李润霞, 伞晶超. 二次枝晶臂间距的研究[J]. 铸造, 2004, 53(12): 1011-1014.
- LI C X, GUO T M, LI R D, LI R X, SAN J C. A study on the spacing between secondary dendrite arms [J]. Foundry, 2004, 53(12): 1011-1014.
- [25] 顾林喻. 高温合金定向凝固枝晶间距与冷却速率的关系[J]. 西安工业学院学报, 1999, 19(2): 63-66.
- GU L Y. The relationship between dendritic arm spacings and cooling rate of superalloy under the directional solidification [J]. Journal of Xi'an Technological University, 1999, 19(2): 63-66.
- [26] 盖永超, 张瑞, 周子荐, 吕少敏, 崔传勇, 曲敬龙. GH4151合金的凝固偏析行为及均匀化热处理研究[J]. 稀有金属材料与工程,

- 2024, 53(1): 159-168.
- GAI Y C, ZHANG R, ZHOU Z J, LYU S M, CUI C Y, QU J L. Solidification segregation behavior and homogenization heat treatment of GH4151 alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2024, 53(1): 159-168.
- [27] GONG L, CHEN B, ZHANG L, MA Y C, LIU K. Effect of cooling rate on microstructure, microsegregation and mechanical properties of cast Ni-based superalloy K417G[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2018, 34(5): 811-820.
- [28] WANG Y F, CHEN X Z. Investigation on the microstructure and corrosion properties of Inconel 625 alloy fabricated by wire arc additive manufacturing[J]. Materials Research Express, 2019, 6(10): 106568.