

高温合金差示扫描量热分析 (DSC) 的影响因素: 粉末粒度和显微组织

郑亮¹, 刘玉峰¹, Gorley Michael J^{2,3}, Hong Zuliang³,
Day Sarah⁴, Tang Chiu C⁴, 李周¹, 张国庆¹

(1. 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)

(2. Culham Centre for Fusion Energy, Culham Science Centre, Oxford OX14 3DB, UK)

(3. Department of Materials, University of Oxford, Begbroke Science Park, Oxford OX5 1PF, UK)

(4. Diamond Light Source, Harwell Science and Innovation Campus, Oxford OX11 0DE, UK)

摘要:对固溶强化型 625 镍基高温合金粉末进行升、降温差示扫描量热分析 (DSC) 试验,研究了不同粉末粒度 (<37, 45~53, 75~105, 105~150, 150~355 μm) 对相变温度的影响。采用场发射扫描电镜 (FESEM)、电子探针 (EPMA) 和同步辐射 X 射线衍射 (SXRD) 对 625 合金粉末的形貌、元素分布和相组成进行表征。结果表明:不同粒径 PM625 粉末均为树枝晶结构,枝晶间距在 2~10 μm 范围,元素 Ni 和 Cr 倾向分布于枝晶干,Mo 和 Nb 偏析于枝晶间。不同粒度的 PM625 粉末中均仅存在基体 γ 相。PM625 粉末 DSC 加热曲线固相线附近区域拐点尖锐,表现为合金开始熔化温度 (偏离基线的拐点) 与名义固相线温度 (切线交点) 差异很小,不同粒度间的差异仅为 2~5 $^{\circ}\text{C}$ 。合金完全熔化后重新冷却的过程中原始粉末的低偏析特性消失,冷却曲线固相线区域圆弧较大,名义固相线和终凝温度差较大,为 53~65 $^{\circ}\text{C}$ 。DSC 试验升温过程中不同粒径粉末的固、液相线以及初熔温度最大差异分别为 3, 2 和 2 $^{\circ}\text{C}$, 降温过程不同粒径粉末固、液相线温度差分别为 6 和 2 $^{\circ}\text{C}$ 。0~355 μm 粉末粒径范围内,粒径对固溶强化型 PM625 高温合金粉末相变温度无明显影响。

关键词: 625 镍基高温合金; 差示扫描量热分析 (DSC); 同步辐射 XRD; 粉末粒度; 相变

中图分类号: TG132.3⁺2; TG115.25

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)05-1591-07

当前,镍基高温合金已应用于航空发动机和工业燃气轮机、核电、等温锻造模具、化工以及海底油气开采等多个领域^[1-6]。高温合金通常含有 10 个以上的元素,相组成较为复杂,凝固过程除通常析出碳化物^[7]、共晶 γ ^[8,9]、硼化物^[10]和 Ni_3Hf ^[11]等初生相,有时还会出现一些反常组织如初生 α 相^[12]、初生 β 相^[13]、初生 μ 相^[14]和合金/陶瓷界面反应产物^[15]等。差热分析 (DTA) 和差示扫描量热分析 (DSC) 是应用于金属凝固过程和相变研究最常见的表征手段。目前,在高温合金相变研究中 DTA 和 DSC 多被广泛采用^[16-24]。特别是在进行新合金研究时,为确定合金凝固过程相变温度以及相析出顺序,还需 DSC 和等温凝固淬火 (ISQ) 或定向凝固淬火 (DSQ) 结合的方法^[25-33]。首先用 DSC 曲线确定相变温度范围,再在相变温度附近进行等温凝固试验和显微组织观察以最终确定相的种类和析出顺序。

不同的试验条件可能导致 DSC 结果不同,对其影响因素应加以关注。以往研究中有采用 DSC 加热曲线线性外推法^[19]或加热、冷却曲线平均值法确定合金相变温度^[34]。近期研究表明采用 5~40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 加热、冷却速度条件下的 DSC 曲线特征峰或拐点取平均值的方法确定定向凝固镍基高温合金相变温度值相对固定,而线性外推法除液相线温度外都存在一定的差异,此外还发现取样部位不同导致合金微观组织差异也会影响合金升温过程的相变温度^[35],这些在合金实际热工艺参数选择时也应特别注意。在 DSC 试验过程中,加热、冷却曲线应分开考虑,以分别对应热工艺过程的加热、冷却阶段不同的相变温度。

以往 DSC 研究多数集中在 γ 沉淀强化高强型镍基高温合金,对固溶强化型高温合金的关注相对较少。625 合金是一种应用广泛的固溶强化型镍基合金,合金以 Cr、Mo 和 Nb 作为主要强化元素,最高使用温度为 950 $^{\circ}\text{C}$ 。

收稿日期: 2018-05-10

基金项目: 国家重点研发计划 (2016YFB0701404); 国家科技支撑计划 (2015BAE03B01); 国家自然科学基金 (51304177); 国家国际科技合作专项 (2012DFA50240); 重点实验室基金 (9140C430202150C43200); 英国 Diamond Light Source 同步辐射光源 (EE10597)

作者简介: 郑亮,男,1979 年生,博士,高级工程师,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,电话: 010-62498268, E-mail: liang_zheng@126.com

合金具有良好的抗拉强度和抗疲劳性能，且加工和焊接工艺性能良好，在海洋环境下极优的耐腐蚀、抗点蚀和抗应力腐蚀是该合金的重要特征^[36,37]。目前，铸造、变形和粉末冶金3种状态的625合金均有应用，本项目研究粉末粒度、加热/冷却速度以及合金不同样品组织状态包括粉末态、热等静压态和铸态等多种因素对625合金DSC试验相变温度的影响。其中，在PM625合金粉末热等静压烧结成形时，往往根据要求选用不同粒度范围的粉末，其相变温度直接影响固结成形工艺参数。因此，本研究重点关注高温合金粉末粒度及显微组织对DSC试验相变温度的影响，对热工艺参数控制具有实际意义。

1 实验

差示扫描量热分析(DSC)试样取自真空感应熔炼、重熔和氩气雾化(AA)制粉制备的镍基625合金粉末，其分析成分如表1所示。

采用Retsch AS200型机械振动筛对PM625合金粉末进行筛分，分出粒径<37, 45~53, 75~105, 105~150, 150~355 μm共5个粒度段的粉末用于DSC实验。粉末态625合金的DSC试验在NETZSCH STA409C型综合热分析仪上进行，实验气氛为高纯Ar气，Ar气流量为50 mL/min，采用Al₂O₃空坩埚作为参比样。

不同粒度范围的625合金粉末分别进行DSC升、降温试验，升、降温速度均为10 °C/min，以研究粉末粒度的影响。为了减小DSC试验条件和样品状态的影响，为使合金相变温度更具可比性，采用升、降温曲线取平均值法确定625合金的近平衡相变温度。

不同粒度范围625合金粉末的XRD试验在英国Diamond Light Source同步辐射光源的I11高分辨X射线粉末衍射线站进行，能量为15 keV，波长0.082 577 nm，扫描时间1800 s，以鉴别625合金粉末中可能存在的微量相。采用FEI NanoSEM450场发射扫描电镜观察不同粒径粉末的微观组织，并测量枝晶间距以确定其与粉末粒度的关系。采用JEOL JXA8100电子探针对粉末态625合金进行元素面扫描，确定不同粒度合金粉末的元素分布特征，进而对比研究合金的显微组织特征与DSC结果的关系。

2 结果与分析

2.1 不同粒径PM625合金粉末的显微组织

不同粒度范围的625合金粉末的表面形貌如图1所示，可以看到粉末呈球型，表面均可以观察到树枝

晶形貌。枝晶间距与粉末粒径的定量关系曲线如图1f所示，随着粒径的增大，枝晶间距也呈现上升趋势，粒径和枝晶间距呈近抛物线规律。粉末粒径在50 μm左右时枝晶间距约为2 μm，而大粉末粒径达400 μm时枝晶间距约为10 μm。枝晶间距大小通常代表合金的偏析程度。由于氩气雾化制粉过程中冷却速度快，合金粉末的枝晶间距远低于铸造镍基高温合金^[27]，与激光快速成形高温合金枝晶间距相近^[38]。

对较细(<37 μm)和较粗(150~355 μm)625合金粉末截面分别进行电子探针面扫描分析，结果示于图2。可以看见，粉末内部均存在一定程度的枝晶偏析，其中元素Mo、Nb主要分布于枝晶间，为正偏析元素，而Ni和Cr分布于枝晶干，为负偏析元素。粗粉和细粉的元素偏析倾向并没有明显差别。从粉末截面枝晶干和枝晶间元素偏析可见625合金粉末内部枝晶间距都处于微米数量级，与粉末表面枝晶间距差异不大(图1、2)。

对粒径范围为<37, 75~105和150~355 μm的625合金粉末分别进行同步辐射X射线衍射试验，结果如图3所示。可以看出，不同粒度范围的625粉末仅存在衍射峰强的变化，在相种类上没有区别，谱线背底光滑平直，除γ固溶体(基体)相外未发现其它微量相存在，因此在DSC试验时更多关注合金的固、液两相转变。

2.2 不同粒度范围PM625合金粉末的DSC结果

不同粒度范围的625合金粉末分别在10 °C/min的升温、降温速率下进行DSC试验，结果如图4所示。在DSC加热曲线中，随着温度的升高合金粉末首先到达基体开始熔化温度(偏离基线的拐点，1324~1326 °C)，随后紧邻的是名义固相线温度(切线交点，1327~1330 °C)。随着温度的进一步升高，升温曲线达到最高峰的液相线温度(峰位，1377~1379 °C)，随后迅速回到基线。从升温DSC曲线中可以看出，峰位和拐点位没有明显变化，不同粒径粉末的固、液相线以及开始熔化温度最大差异分别为3, 2和2 °C。(图4a)。值得注意的是粉末升温时基体开始熔化温度和名义固相线温度差异也很小，在2~5 °C的范围内，通常这是合金具有较小的偏析倾向的表现，这与PM625粉末枝晶间距较小相一致。此外，升温曲线在固、液两相范围有一不平滑段(大致在1330~1377 °C范围)，且波动位置并无明显规律。同步辐射XRD(图3)和显微组织(图1、2)观察结果均表明合金粉末并无

表 1 DSC 试验用 625 镍基合金粉末的成分分析

Table 1 Analysis composition of 625 alloy powder for DSC experiment (ω/%)

Alloy	C	Cr	Mo	Nb	Al	Ti	Ni
PM625	<0.002	21.14	8.94	3.66	<0.02	<0.01	Bal.

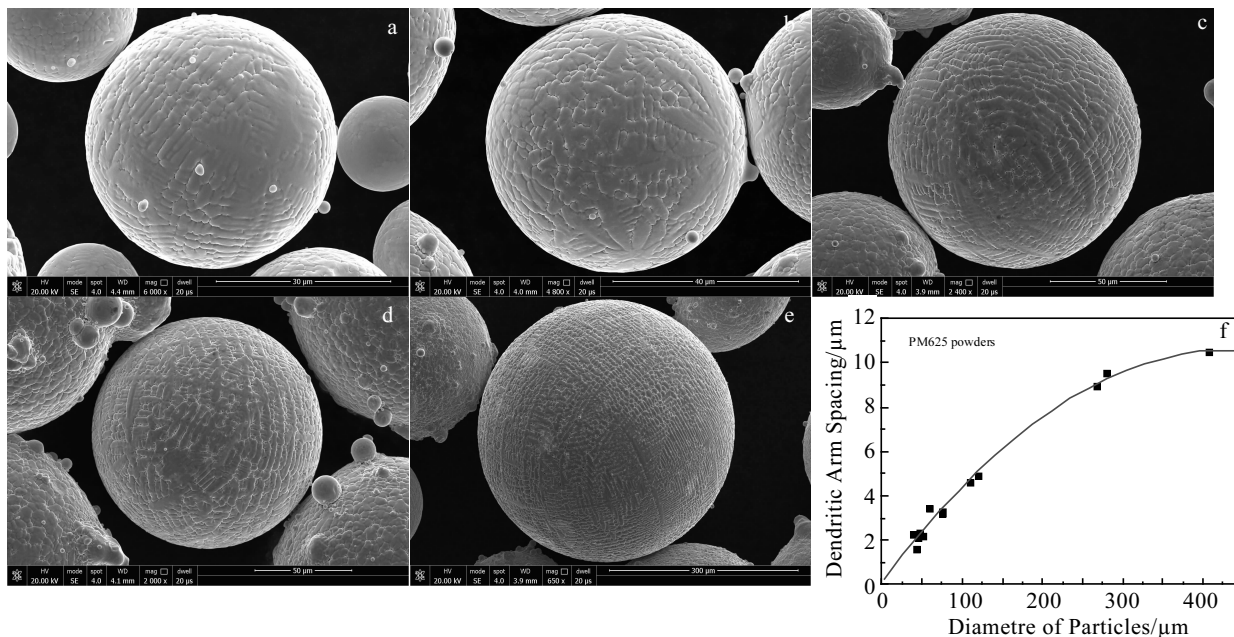


图 1 不同粒径 PM625 镍基合金粉末的表面形貌及粒径与枝晶间距的关系

Fig.1 Surface morphology of PM625 alloy powders with different diameters (a~e) and the relationship between particle size and dendritic arm spacing (f): (a) <math>< 37 \mu\text{m}</math>, (b) 45~53 $\mu\text{m}</math>, (c) 75~105 $\mu\text{m}</math>, (d) 105~150 $\mu\text{m}</math>, and (e) 150~355 $\mu\text{m}</math>$$$$

其它微量相存在, 因此曲线波动可能是由于粉末颗粒装填并非致密均匀所致 (图 4a)。从 625 粉末 DSC 降温曲线可以看到粉末完全熔化后再重新凝固时固液范围内均不存在此现象, 曲线较为平滑 (图 4b)。在 DSC 降温曲线中, 首先到达合金开始凝固温度, 即液相线温度 (偏离基线的拐点, 1373~1375 $^{\circ}\text{C}</math>), 随后是 γ 基体大量凝固析出温度 (峰位, 1363~1369 $^{\circ}\text{C}</math>), 接下来是名义固相线温度 (切线交点, 1333~1339 $^{\circ}\text{C}</math>) 和凝固终止温度。降温过程不同粒径粉末固、液相线最大温度差分别为 6 和 2 $^{\circ}\text{C}</math>。与升温曲线不同的是, 在固相线附近拐点处比较圆滑, 呈现一较大圆弧, 表现为固相线温度 (切线交点) 与凝固终止温度的温度差较大 (图 4b)。这主要是由于合金粉末完全熔化再重新凝固时, 凝固速度远低于雾化制粉时的冷却速度, 导致合金出现较大程度的偏析。由于曲线在此处圆弧较大, 且基线倾斜比较大, 因此凝固终止温度的数值误差较大, 仅作为参考。DSC 曲线固相线温度附近的圆弧大小与合金的偏析倾向密切相关。PM625 合金粉末 DSC 加热曲线固相线附近区域拐点尖锐, 表现为合金开始熔化温度 (偏离基线的拐点) 与名义固相线温度 (切线交点) 差异很小, 仅为 2~5 $^{\circ}\text{C}</math>。粉末完全熔化后重新凝固, 原始粉末的低偏析特性消失, 冷却曲线固相线区域圆弧较大, 名义固相线和终凝温度差较大, 为 53~65 $^{\circ}\text{C}</math>。$$$$$$

不同粒度范围 625 合金粉末 DSC 曲线的相变温度

汇总于表 2 中, 将加热与冷却曲线对应的固、液相线温度取平均值作为合金近平衡态相变温度以便于合金横向比较, 可以看到不同粒度范围粉末的固、液相线温度差距不大, 分别在 1330~1335 和 1371~1373 $^{\circ}\text{C}</math> 的温度范围变化。粉末粒度对平均值法确定的合金固、液相线影响产生的最大温度差分别在 5 和 2 $^{\circ}\text{C}</math>。值得注意的是, 由不同粒度范围粉末的 DSC 冷却曲线拐点确定的液相线温度为 1373~1375 $^{\circ}\text{C}</math>, 与加热/冷却曲线峰位平均值法确定的液相线温度 1371~1373 $^{\circ}\text{C}</math> 接近, 这与文献[35]报道的结果一致。$$$$

粉末高温合金在固结成形前往往需要对粉末进行筛分, 选取一定粒度范围的粉末以满足部件的要求。如对于航空发动机涡轮盘用材, 需要控制夹杂颗粒的尺寸, 往往采用较细粉末。对于一些对疲劳性能要求不高的非转动的部件, 可以选用相对较粗粒度的粉末, 较粗粉末也利于合金氧含量的控制。粉末经过筛分、除气、封焊包套, 后续再通过热等静压 (HIP) 固结成形, 其参数的选择尤为重要。而热工艺参数的选择往往依据前工序材料的相变温度, 因此, 了解不同粒度范围高温合金粉末的相变温度具有实际意义。本研究结果表明, 在 0~355 $\mu\text{m}</math> 范围内粉末主要为 γ 固溶体, 枝晶间距小于 10 $\mu\text{m}</math>, 不同粉末粒度的合金升温过程固、液相线温度差异仅为 2~3 $^{\circ}\text{C}</math>, 没有明显影响。因此, 在热工艺参数选择时可以忽略粉末粒度差异的影响。$$$

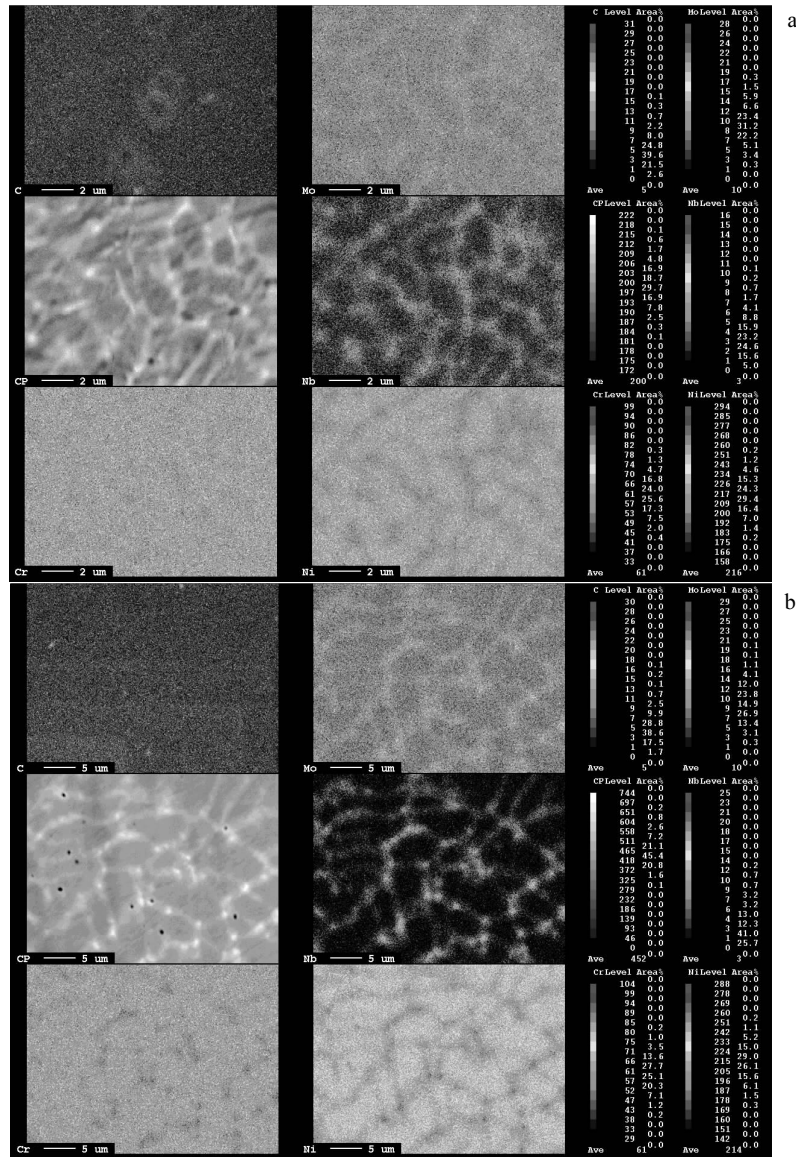


图 2 不同粒径 PM625 合金粉末内部的元素面分布图 (电子探针)

Fig.2 Elemental mapping of PM625 alloy powders with different particle size range (EPMA): (a) < 37 μm and (b) 150~355 μm

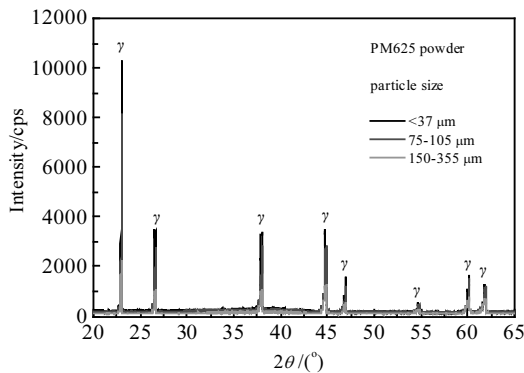
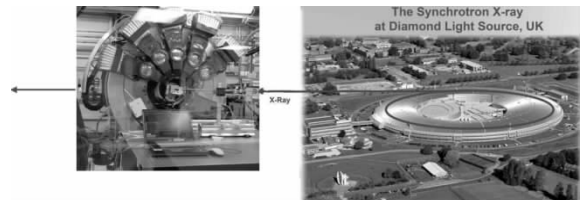


图 3 不同粒度范围 PM625 粉末的同步辐射 X 射线衍射结果及设备图

Fig.3 Synchrotron X-ray diffraction patterns of PM625 alloy powders with different particle size ranges ($\lambda=0.082\ 577\ \text{nm}$) and its equipment



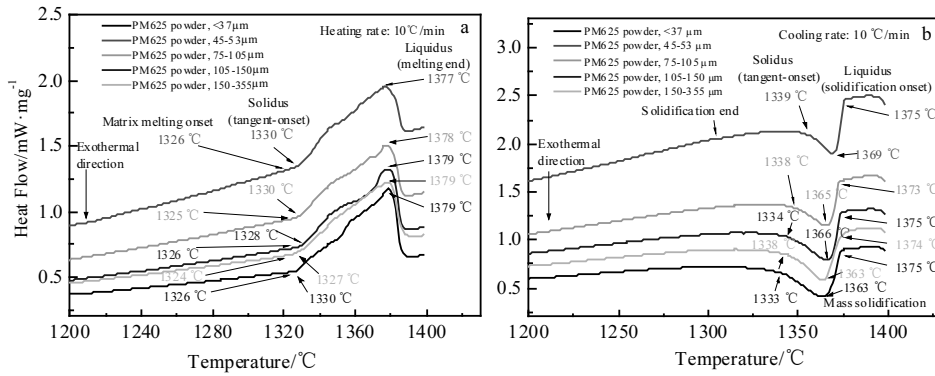


图 4 不同粒度范围 PM625 粉末的 DSC 结果

Fig.4 DSC curves of PM625 alloy powders with different particle size ranges: (a) heating and (b) cooling

表 2 不同粒度范围 PM625 合金粉末 DSC 曲线的相变温度

Table 2 Phase transformation temperatures of PM625 alloy powders with different particle size ranges measured by DSC at heating/cooling rate of 10 °C/min (°C)

Powder particle size/μm	Temperature	Heating	Cooling	Mean value
<37	Liquidus (melting end/ mass solidification), $T_L/°C$	1379	1363	1371
	Liquidus, $T_L/°C$	-	1375	1375
	Solidus, $T_S/°C$	1330	1333	1332
	Matrix melting, $T_{MM}/°C$	1326	-	-
	Solidification end, $T_{SE}/°C$	-	1270	-
45~53	Liquidus (melting end/ mass solidification), $T_L/°C$	1377	1369	1373
	Liquidus, $T_L/°C$	-	1375	1375
	Solidus, $T_S/°C$	1330	1339	1335
	Matrix melting, $T_{MM}/°C$	1326	-	-
	Solidification end, $T_{SE}/°C$	-	1280	-
75~105	Liquidus (melting end/ mass solidification), $T_L/°C$	1378	1365	1372
	Liquidus, $T_L/°C$	-	1373	1373
	Solidus, $T_S/°C$	1330	1338	1334
	Matrix melting, $T_{MM}/°C$	1325	-	-
	Solidification end, $T_{SE}/°C$	-	1285	-
105~150	Liquidus (melting end/ mass solidification), $T_L/°C$	1379	1366	1373
	Liquidus, $T_L/°C$	-	1375	1375
	Solidus, $T_S/°C$	1328	1334	1330
	Matrix melting, $T_{MM}/°C$	1326	-	-
	Solidification end, $T_{SE}/°C$	-	1270	-
150~355	Liquidus (melting end/ mass solidification), $T_L/°C$	1379	1363	1371
	Liquidus, $T_L/°C$	-	1374	1374
	Solidus, $T_S/°C$	1327	1338	1333
	Matrix melting, $T_{MM}/°C$	1324	-	-
	Solidification end, $T_{SE}/°C$	-	1275	-

Note: The end of solidification temperatures from cooling curves are reference value

3 结 论

1) 固溶强化型 625 镍基高温合金的粉末为树枝晶组织, 随着粒径的增大, 枝晶间距呈现上升趋势, 粒径和枝晶间距呈近抛物线规律, 不同粒径粉末的枝晶间距在 2~10 μm 范围。元素 Ni 和 Cr 主要分布于枝晶干, Mo 和 Nb 偏析于枝晶间。同步辐射 XRD 结果表明不同粒径的粉末中仅存在 γ 固溶体 (基体) 相, 未发现其它微量相存在。

2) 0~355 μm 范围内粒径对固溶强化型 PM625 合

金粉末固、液相线温度无明显影响, DSC 试验升温过程中不同粒径粉末的固、液相线以及开始熔化温度最大差异分别为 3, 2 和 2 °C。降温过程不同粒径粉末固、液相线最大温度差分别为 6 和 2 °C。

3) 粉末态 PM625 合金 DSC 加热曲线固相线附近区域拐点尖锐, 表现为合金开始熔化温度 (偏离基线的拐点) 与名义固相线温度 (切线交点) 差异很小, 仅为 2~5 °C。对于 DSC 冷却曲线, 粉末完全熔化后重新凝固使原始粉末的低偏析特性消失, 冷却曲线固相线区域圆弧较大, 名义固相线和终凝温度差较大,

为 53~65 °C。DSC 曲线固相线温度附近的圆弧大小与合金样品的偏析相关。

参考文献 References

- [1] Sims C T, Stoloff N S, Hagel W C. *Superalloys II*[M]. New York: Wiley-Interscience, 1987
- [2] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications* [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 122
- [3] Pollock T M, Tin S. *Journal of Propulsion & Power*[J], 2006, 22: 361
- [4] Craig B. *Advanced Materials & Processes*[J], 2008, 5: 33
- [5] Zheng L, Zhang G, Lee T L *et al. Mater Des*[J], 2014, 61: 61
- [6] Zhou T, Ding H, Ma X *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2018, 725: 299
- [7] Sun Wen(孙文), Qin Xuezhi(秦学智), Guo Jianting(郭建亭). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2016, 52(4): 455
- [8] D'Souza N, Dong H B. *Sci Mater*[J], 2007, 56: 41
- [9] Heckl A, Rettig R, Cenanovic S *et al. J Cryst Growth*[J], 2010, 312: 2137
- [10] Zhang Hongwei(张洪伟), Qin Xuezhi(秦学智), Li Xiaowu(李小武). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(6): 684
- [11] Zheng Yunrong(郑运荣), Cai Yulin(蔡玉林). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1980, 16(2): 151
- [12] Zhou T, Feng W, Zhao H *et al. Prog Nat Sci Mater*[J], 2018, 28(1): 45
- [13] Zheng L, Xiao C, Zhang G. *Eng Fail Anal*[J], 2012(26): 318
- [14] Zheng Yunrong(郑运荣). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1999, 35(12): 1242
- [15] Chen Xiaoyan(陈晓燕), Zhou Yizhou(周亦胄), Zhang Chaowei(张朝威). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2014, 50(8): 1019
- [16] Burton C J, Boesch W J. *Met Prog*[J], 1975(5): 121
- [17] Zheng Yunrong(郑运荣), Cai Yulin(蔡玉林), Wang Luobao(王罗宝). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1983, 19(3): 190
- [18] Feng Q, Nandy T K, Tin S *et al. Acta Mater*[J], 2003, 51: 269
- [19] Kearsey R M, Beddoes J C, Jaasalu K M *et al. Superalloys 2004*[C]. Pennsylvania: TMS, 2004: 801
- [20] Bai Guanghai(柏广海), Hu Rui(胡锐), Li Jinshan(李金山) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(10): 1737
- [21] Jiao Sha(焦莎), Zhang Jun(张军), Jin Tao(金涛) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(5): 1028
- [22] Zhou Wei(周伟), Liu Lin(刘林), Jie Ziqi(介子奇) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(12): 3082
- [23] Fang Jiao(方姣), Liu Chenze(刘琛仄), Liu Jun(刘军) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2015, 25(12): 3352
- [24] Ruan J, Ueshima N, Oikawa K. *J Alloy Compd*[J], 2018, 737: 83
- [25] Zheng Yunrong(郑运荣), Chen Hong(陈红). *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 1985(1): 10
- [26] Sponseller D L. *Superalloys 1996*[C]. Pennsylvania: TMS, 259
- [27] Zheng Liang(郑亮), Xiao Chengbo(肖程波), Tang Dingzhong(唐定中) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(9): 1539
- [28] Liu G, Liu L, Zhao X *et al. Metall Mater Trans A*[J], 2011, 42(9): 2733
- [29] Zheng Liang(郑亮), Xiao Chengbo(肖程波), Zhang Guoqing(张国庆) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(8): 1457
- [30] Shi Z, Dong J, Zhang M *et al. J Alloy Compd*[J], 2013, 571: 168
- [31] Zheng L, Zhang G, Xiao C *et al. Scr Mater*[J], 2014, 74: 84
- [32] Zhou Jingyi(周静怡), Zhao Wenxia(赵文侠), Zheng Zhen(郑真). *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2014(8): 90
- [33] Gong L, Chen B, Du Z *et al. J Mater Sci Tech*[J], 2018, 34(3): 541
- [34] Cantor B. *J Therm Anal*[J], 1994(42): 647
- [35] Zheng Liang(郑亮), Xu Wenyong(许文勇), Liu Na(刘娜) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(2): 530
- [36] Suave L M, Bertheau D, Cormier J. *MATEC Web of Conferences*[J], 2014, 14: 21 001
- [37] Jin Kaiming(金凯明), Wang Zhigang(王志刚), Yuan Ying(袁英) *et al. Chinese Superalloys Handbook*(中国高温合金手册)[M]. Beijing: Standards Press of China, 2012: 198
- [38] Li Nan(李楠), Kong Huanping(孔焕平), Du Borui(杜博睿) *et al. Failure Analysis and Prevention*(失效分析与预防)[J], 2016, 11(2): 124

Influencing Factors of Differential Scanning Calorimetry (DSC) Analysis of Superalloy: Particle Size and Microstructure

Zheng Liang¹, Liu Yufeng¹, Gorley Michael J^{2,3}, Hong Zuliang³, Day Sarah⁴, Tang Chiu C⁴, Li Zhou¹, Zhang Guoqing¹

(1. Science and Technology on Advanced High Temperature structural Materials Laboratory

Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

(2. Culham Centre for Fusion Energy, Culham Science Centre, Oxford OX14 3DB, UK)

(3. Department of Materials, University of Oxford, Begbroke Science Park, Oxford OX5 1PF, UK)

(4. Diamond Light Source, Harwell Science and Innovation Campus, Oxford OX11 0DE, UK)

Abstract: Differential scanning calorimeter (DSC) experiments were performed on a solid-solution strengthening Ni-base superalloy 625, considering the effects of powder particle size (<37, 45~53, 75~105, 105~150, 150~355 μm) and microstructure on the phase transformation temperature. The alloy powders were characterized by FESEM, EPMA and synchrotron XRD. The results indicate that the dendritic structure is evident in powders with different particle sizes and the dendritic arm spacing is in the 2~10 μm range. Elements Ni and Cr are rich in dendritic core whereas the Mo and Nb tend to be distributed in the interdendritic region. Only the matrix γ phase exists in the PM625 powders with different particle size ranges. The PM625 powders with weak segregation tendency exhibit a sharp inflection point in DSC heating curves in the region near solidus temperature, and there is only a 2~5 $^{\circ}\text{C}$ gap between the incipient melting temperature of the alloy (deviation from the baseline inflection point) and the nominal solidus temperature (tangent-onset intersection) for different particle sizes. However, the gaps between the nominal solidus and the end of the solidification temperatures are relatively large, which is in 53~65 $^{\circ}\text{C}$ range, in DSC cooling curves, because the low segregation characteristic of original powders has been removed during the full remelting and re-solidified process. The differences in solidus, liquidus and incipient melting temperatures in DSC heating curves are maximum 3, 2 and 2 $^{\circ}\text{C}$, respectively among different particle size powders, whereas they are 6 and 2 $^{\circ}\text{C}$ for the solidus and liquidus temperatures of the alloys in the cooling curves, respectively. Therefore, the particle size has minor effect on phase transformation temperature of solid-solution strengthening PM625 alloy powder.

Key words: Ni-base superalloy 625; differential scanning calorimeter (DSC); synchrotron XRD; powder particle size; phase transformation

Corresponding author: Zheng Liang, Ph. D., Senior Engineer, Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, P. R. China, Tel: 0086-10-62498268, E-mail: liang_zheng@126.com