

浇铸制度对 K4750 合金室温拉伸性能的影响

赵鹏飞^{1,2}, 王 旻¹, 欧美琼¹, 马颖澈¹, 刘 奎¹

(1. 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国科学技术大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: K4750 合金是一种新型铸造镍基高温合金, 在 700~750 °C 具有较为优异的力学性能, 有望代替 K4169 合金使用。但是 K4750 合金的室温拉伸塑性波动性较大, 合金室温拉伸性能、凝固组织和浇铸制度之间的关系尚不明确。本工作采用不同的浇铸温度和型壳冷却条件制备了多组 K4750 合金试棒, 采用单轴拉伸测试了合金的室温拉伸性能, 评价了合金室温拉伸性能对浇铸温度和型壳冷却速率变化的敏感性, 并通过组织表征进行了机理阐述。结果表明, 浇铸温度降低, 合金晶粒尺寸显著减小, 合金屈服强度小幅提高, 塑性保持稳定; 而当型壳冷却速率降低后, 合金室温拉伸断后延伸率显著下降。这主要是由于型壳冷却条件显著影响了 MC 碳化物的析出特征。当冷却速率较低时, 晶界析出粗大的长条状 MC 碳化物, 其在应力作用下易于产生内部裂纹, 加速合金晶界失效降低合金塑性。为优化 K4750 合金的室温拉伸性能, 应重点关注型壳或铸件在浇铸后的冷却速率与晶界 MC 碳化物析出形态, 抑制粗大晶界碳化物产生, 提高晶界塑性。

关键词: K4750 合金; 浇铸制度; 力学性能; 碳化物; 晶界

中图分类号: TG244;TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)11-3809-09

铸造镍基高温合金因其具有优异的高温强度和塑性、良好的抗氧化和抗热腐蚀等综合性能, 广泛用于航空发动机大型热端铸件的制造。而尺寸较大的薄壁铸件在铸件成型过程中, 容易产生欠浇、疏松等冶金缺陷, 后期需要对铸件进行补焊处理, 这要求铸件所用高温合金同时具备良好的承温性能、铸造性能和焊接性能。目前, 我国主要采用 K4169 合金制造航空发动机热端铸件, 该合金承温能力最高不超过 650 °C^[1]。随着发动机推重比不断提高和整铸技术不断地推广, 发动机热端部件的结构日趋复杂, 亟需研制承温能力更高, 同时具有良好焊接性能和铸造性能的镍基高温合金, 以满足先进航空发动机的研制需求^[2]。

K4750 镍基高温合金是中科院金属研究所研制的一种新型沉淀强化型铸造高温合金, 该合金在 700~750 °C 具有较为优异的力学性能, 持久性能显著优于 K4169 合金, 同时兼具良好的铸造性能和焊接性。前期研究表明, K4750 合金在高温环境中具有良好的性能稳定性, 但其在室温条件下拉伸塑性波动较大, 容易出现室温拉伸断后延伸率不合格的问题。对于铸造镍基高温合金, 晶体组织形态和晶粒尺寸, 以及析出相的形态、尺寸和分布情况是影响合金力学性能的关键因

素^[3-4], 而合金的凝固组织构成与浇铸工艺参数密切相关。为保证 K4750 合金及其铸件的室温拉伸性能, 首先需要评价合金凝固组织和力学性能对不同浇铸工艺参数的敏感性, 进而有针对性地进行工艺改进与优化。

合金熔体在浇注进入型壳后, 不断降温冷却直至凝固。熔体进入型壳前的温度即浇铸温度决定了熔体降温过程的起始温度, 熔体在型壳内的冷却环境即型壳或铸件的冷却速率决定了熔体的凝固过冷度和凝固时间, 这两者均会显著影响合金的凝固组织构成。随型壳内熔体的凝固速度和温度梯度变化, 会形成树枝晶、柱状晶、等轴晶等不同形态的晶体组织, 同时晶粒尺寸也不尽相同^[5-6]。MC 碳化物是高温合金特别是铸造镍基高温合金中最重要的强度相之一, 其析出形态也与熔体凝固条件密不可分^[7-10]。Wang^[11]等人研究不同浇铸温度对 K465 合金组织和性能的影响, 发现高浇铸温度使 MC 碳化物形核驱动力增大, 导致 MC 型碳化物增大, 不利于合金拉伸性能。当 MC 碳化物以块状或棒状沿晶界分布时, 可以有效阻碍晶界的滑移变形, 提高晶界强度; 而当 MC 碳化物尺寸增加或呈汉字状时, 微孔易在 MC/ γ 截面形核长大, 影响合金持久寿命^[12-14]。合理的浇铸工艺可以控制合金中 MC 型碳化物析出形态, 从而有助于

收稿日期: 2023-01-06

基金项目: 中国博士后科学基金(2020M671403)

作者简介: 赵鹏飞, 男, 1998 年生, 博士生, 中国科学技术大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016, E-mail: pfzhao19s@imr.ac.cn

提高合金力学性能^[15-17]。但对于 K4750 合金，其晶体组织形态和第二相析出特征对合金室温拉伸塑性的影响尚不明确，无从得知影响合金凝固组织和性能的关键工艺参数，从而无法制定合理的浇铸工艺以稳定合金的室温力学性能。

鉴于此，为优化 K4750 合金的室温力学性能，本实验研究浇铸工艺对 K4750 合金凝固组织的影响，重点考察合金室温拉伸性能对浇铸温度和型壳冷却速率变化的敏感性，为合金与铸件浇铸工艺设计提供参考。

1 实验

实验采用熔模铸造法在真空感应熔炼炉中制备 K4750 合金试棒，采用 ICP6300 光谱仪等测定了 K4750 合金中元素的化学成分，分析结果如表 1 所示。本实验采用不填砂的单壳浇铸方式制备试样，设置了不同的浇铸温度和熔体冷却条件，如表 2 所示。12 支试棒壳型如图 1 所示。K4750 合金在真空感应熔炼炉坩埚中通过“功率下降法”实测的合金凝固起始温度为 1353 ℃。本实验选取的 3 个浇铸温度 1393、1383 和 1373 ℃分别对应熔体过热温度 40、30 和 20 ℃。同时为定性考察冷却条件对 K4750 合金凝固组织性能的影响，本实验还通过变更型壳保温棉包棉层数（单层包棉和双层包棉）和型壳尺寸或型壳容积（12 支试棒壳型和 16 支试棒壳型）获得不同的熔体冷却速率。各组实验浇铸前的型壳保温温度均为 900 ℃。合金试棒均以热处理态进行组织性能分析，热处理制度同为 1150 ℃ ×2 h/AC+1120 ℃ ×2 h/AC+800 ℃ ×20 h/AC+700 ℃ ×20 h/AC。K4750 合金的金相试样均采用电火花线切割方式切取，经砂纸逐级磨平后分别用 2.5 和 1 μm 的金刚石抛光膏进行抛光去除划痕，随后采用 20 g CuSO₄+100 mL HCl+5 mL H₂SO₄+100 mL H₂O 腐蚀剂擦拭腐蚀 10 s，最后用无水乙醇冲洗干净后吹干。采用 Olympus 金相显微镜（Optical Microscope, OM）和 FEIXL-30FEG 场发射扫描电子显微镜观察 K4750 合金试样的显微组织，采用 13 mL H₃PO₄+42 mL H₂SO₄+45 mL HNO₃ 腐蚀剂电解腐蚀后，观察 γ'相。电解腐蚀的电压为 1.5 V，时间为 8 s。按照国标 GB/T2281-2010 对热处理态试样加工后进行室温拉伸，同一实验条件下均选择 2 支平行试样，分别测定其抗拉强度、屈服强度、延伸率和断面收缩率，平均值作为该条件下的拉伸性能。在拉伸截面附近切割 2 mm 厚的试样。在 10% HClO₄+90% C₂H₅OH 溶液中进行磨削和电解抛光后，利用电子背散射衍射 (EBSD) 观察拉伸后的塑性变形分布。

表 1 K4750 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of K4750 alloy (ω/%)

Cr	Fe	W+Mo	Al+Ti+Nb	B	Zr	C	Ni
19.91	4.28	4.57	5.78	0.0078	0.02	0.11	Bal.

表 2 K4750 浇铸工艺参数

Table 2 Casting process parameters of K4750

Process	Pouring	Cooling conditions of shells
	temperature/℃	
Z1	1393±3	12-sample-shell with single-layer cotton
Z2	1383±3	12-sample-shell with single-layer cotton
Z3	1373±3	12-sample-shell with single-layer cotton
Z4	1377±3	12-sample-shell with single-layer cotton
Z5	1377±3	12-sample-shell with double-layer cotton
Z6	1377±3	16-sample-shell with double-layer cotton



图 1 12 支试棒壳型的照片

Fig.1 Photograph of 12 test rods shell type

2 实验结果

2.1 浇铸工艺对合金组织的影响

图 2 为不同浇铸工艺制备 K4750 合金试棒经室温拉伸试验断后的宏观晶粒组织形貌。可以发现，各试样均由等轴晶构成，晶粒大小存在明显差异。随着浇铸温度降低，Z1 至 Z3 试样晶粒尺寸明显减小，而 Z4、Z5 和 Z6 试样晶粒尺寸差异不大。实验采用 Sisc IAS Image Analysis System 软件中的截点法对各试样标距段内的晶粒进行了尺寸统计，结果如表 3 所示。数据表明，浇铸温度对合金晶粒尺寸的影响非常显著，Z1 和 Z3 试样对比，浇铸温度仅降低 20 ℃，而晶粒尺寸减小 80% 以上。

不同浇铸工艺 K4750 合金热处理态金相显微组织形貌如图 3 所示。各样品组织中均发现大量 MC 碳化物，主要以规则或不规则几何块状形貌存在。Z1~Z3 样品中的碳化物析出状态较为相似均为几何块状，但

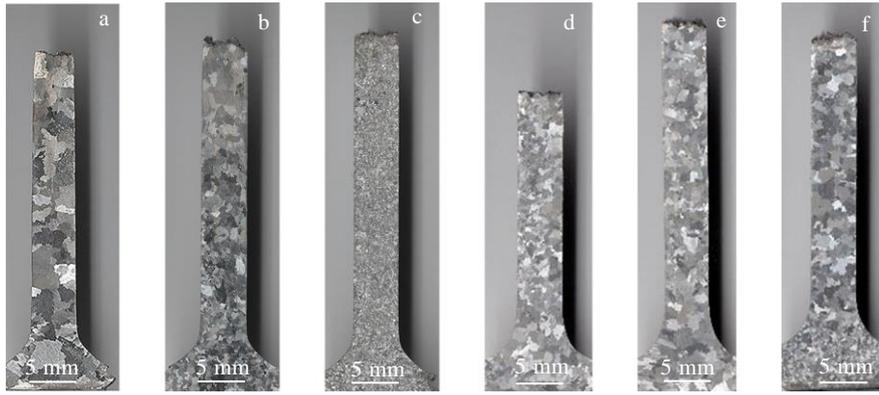


图 2 不同浇铸工艺合金断后的宏观晶粒形貌

Fig.2 Macroscopic grain morphologies of fracture alloys with different casting processes: (a) Z1, (b) Z2, (c) Z3, (d) Z4, (e) Z5, and (f) Z6

表 3 不同浇铸工艺合金的平均晶粒尺寸

Table 3 Average grain size of alloy with the different casting processes (μm)

Process	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6
Grain size	835.3±190.7	585.9±93.0	153.9±16.7	427.5±50.4	519.5±113.3	552.8±145.8

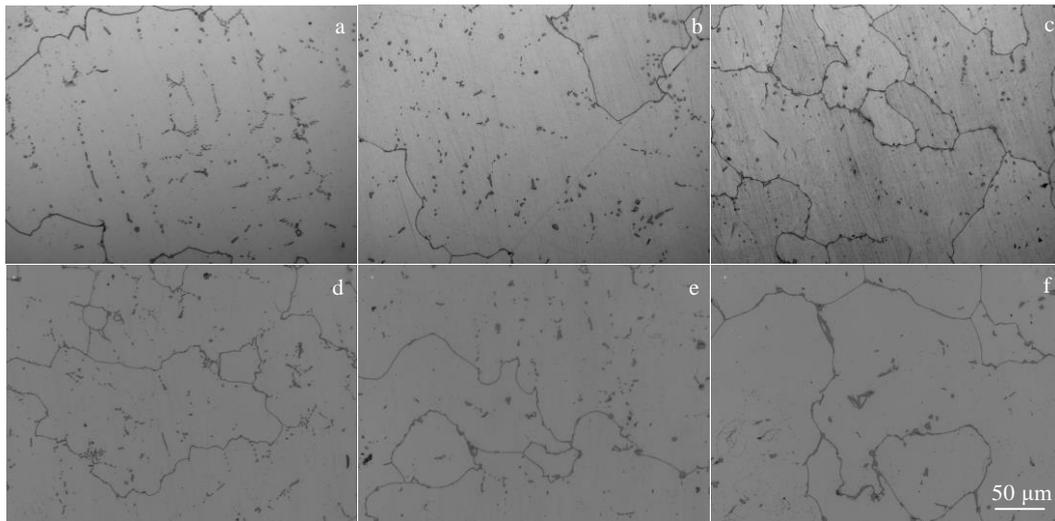


图 3 不同浇铸工艺合金的热处理态金相组织

Fig.3 OM microstructures of heat-treated alloys with different casting processes: (a) Z1, (b) Z2, (c) Z3, (d) Z4, (e) Z5, and (f) Z6

尺寸减小、数量增多。Z4~Z6 样品中的碳化物尺寸逐渐增大、数量逐渐减少，形貌由规则块状向不规则块状转变。经过对不少于 20 张放大倍数为 200 倍的 OM 组织进行碳化物体积分数统计，发现各样品中的 MC 碳化物析出量基本相近，均为 2.5vol% 左右。

图 4 所示是不同浇铸工艺 K4750 合金热处理态 SEM 组织。可以观察到 MC 碳化物多以颗粒状、块状或棒状存在于晶界，而且不同浇铸工艺试样中获得的 MC 型碳化物尺寸、形态存在差异。浇铸温度越低、试样凝固冷却条件越好，碳化物尺寸越细小，如 Z3 和 Z4 试样（图 4c, 4d）。在浇铸温度较高的 Z1 试样和

熔体冷却条件较差的 Z6 试样中 MC 型碳化物尺寸均较大，形貌多为大块状或沿晶界生长的长条状形态。

为了进一步比较 MC 碳化物尺寸变化，对不少于 20 张放大倍数为 2000 倍的 SEM 组织进行晶界碳化物尺寸统计，给出了不同样品中单个碳化物颗粒沿晶界方向长度和单个碳化物颗粒显露面积的平均值，结果如表 4。与组织观察结果一致，浇铸温度越低碳化物尺寸越小，Z3 试样中的 MC 碳化物颗粒面积和沿晶界长度分别为 $27.93 \mu\text{m}^2/\text{个}$ 和 $11.39 \mu\text{m}$ ，均明显低于 Z1 和 Z2 样品。对比 Z4-Z6 3 个试样发现，熔体在浇铸后的冷却速率降低，MC 碳化物的颗粒面积和沿晶界长

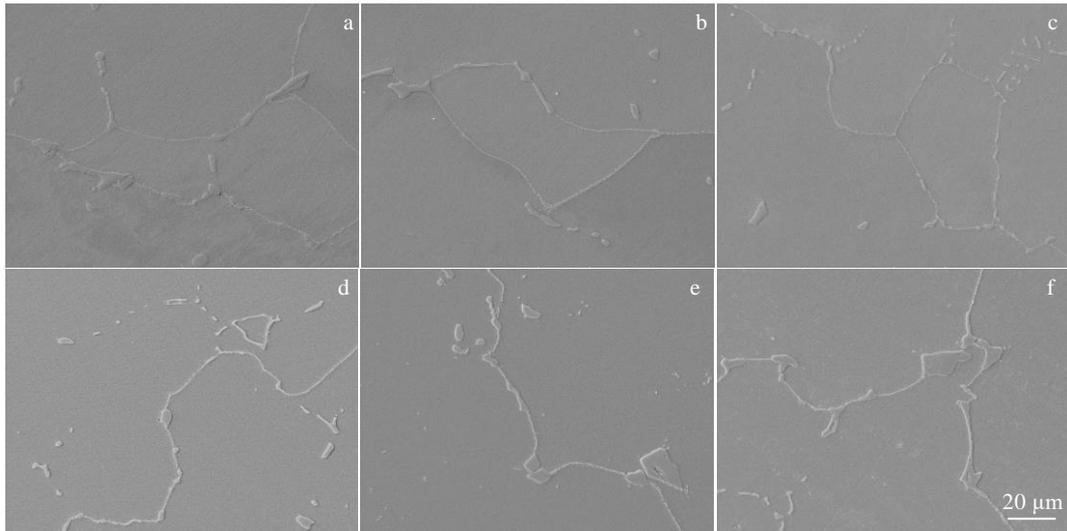


图 4 不同浇铸工艺合金的热处理态 SEM 组织

Fig.4 SEM microstructures of heat-treated alloys with different casting processes: (a) Z1, (b) Z2, (c) Z3, (d) Z4, (e) Z5, and (f) Z6

表 4 不同浇铸工艺合金的晶界碳化物尺寸

Table 4 Grain boundary carbide size of alloy with different casting processes

Process	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6
Average particle length/ μm	12.38	11.70	11.39	11.64	13.87	16.61
Average particle area/ $\mu\text{m}^2 \text{ piece}^{-1}$	36.64	33.35	27.93	32.36	41.47	44.65

Note: average particle length — the length of carbides along grain boundaries

度显著增加。Z6 试样中的 MC 碳化物颗粒面积和沿晶界长度分别可达 $44.65 \mu\text{m}^2/\text{个}$ 和 $16.61 \mu\text{m}$ ，均大于其他样品。

图 5 为 Z3 样品中的 $M_{23}C_6$ 碳化物和 γ' 相形貌。在 K4750 合金中， $M_{23}C_6$ 碳化物多以颗粒状在晶界析出，颗粒尺寸约为 $0.47 \mu\text{m}$ 。 γ' 相为球形颗粒，弥散分布在基体上，尺寸约为 27 nm 。本工作中的各种浇铸工艺未对 K4750 合金中 $M_{23}C_6$ 型碳化物和 γ' 相的析出形貌和尺寸产生明显影响

2.2 浇铸工艺对合金拉伸性能的影响

图 6 为不同浇铸工艺 K4750 合金试样的室温瞬时拉伸性能。可以发现，随着浇铸温度降低，合金的室温拉伸屈服强度和抗拉强度均逐渐增加，同时塑性未产生明显降低。随着熔体冷却速率降低，试样拉伸强度的变化并不明显，仅为小幅下降，但与此同时合金的拉伸塑性显著恶化。Z3 试样相比其他试样具有最为优异的室温拉伸强度和塑性，屈服强度和抗拉强度分别达到 823 MPa

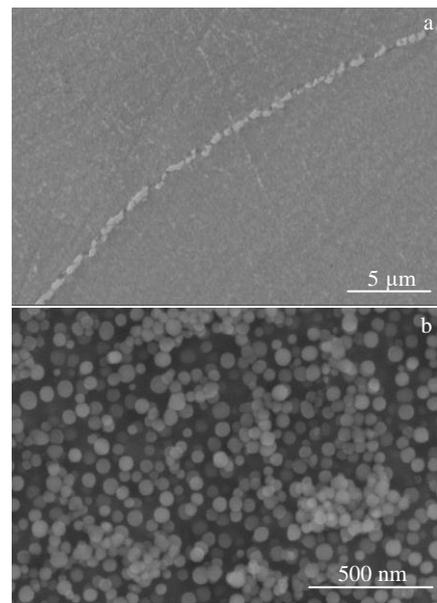


图 5 试样 Z3 热处理态的 $M_{23}C_6$ 碳化物和 γ' 相形貌

Fig.5 Morphology of $M_{23}C_6$ carbide (a) and γ' (b) in Z3 sample

和 1067 MPa ，同时保持 5% 的断后延伸率。Z6 试样与 Z3 试样强度接近，但其断后伸长率和断面收缩率均仅为 2%。

2.3 合金拉伸断口组织

分析不同浇铸工艺制备的 K4750 合金试样室温拉伸断口纵剖面，发现各样品均存在明显的沿晶开裂现象。图 7 为 Z4~Z6 样品断口附近的组织形貌。可以看出，3 种试样中均在断口附近出现沿晶裂纹，并且随着合金型壳冷却速率的降低，样品截面断口沿晶开裂

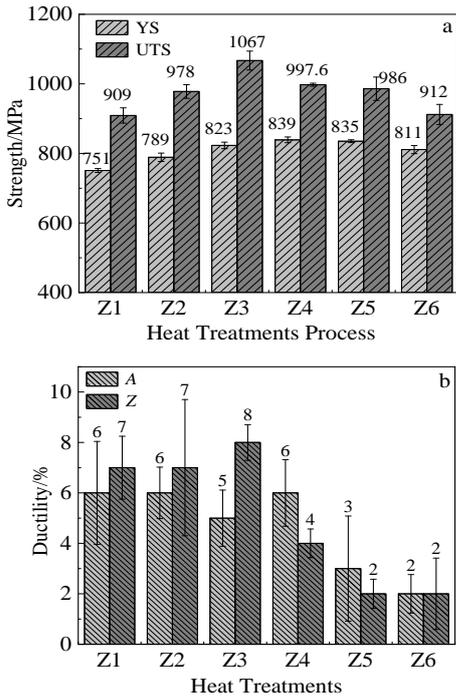


图 6 不同浇铸工艺 K4750 合金的力学性能

Fig.6 Mechanical properties of K4750 alloy with different casting processes: (a) yield strength (YS) and tensile strength (UTS), (b) elongation (A) and reduction of area (Z)

现象愈发严重。Z6 样品在室温拉伸过程中产生严重晶界开裂的原因将在“分析讨论”部分详细阐述。

3 分析与讨论

在镍基铸造高温合金的熔模铸造过程中，浇铸工艺的差异可显著改变金属液的凝固冷却过程，从而影响合金晶粒和 MC 碳化物等初生组织的显微形貌，以及其他第二相的固相析出行为^[18]。本工作分析了浇铸

温度和熔体冷却条件对 K4750 合金凝固组织和室温拉伸性能的影响。对于 K4750 合金，相比冷却速率，合金晶粒尺寸对浇铸温度的变化更为敏感，如图 2 所示。随浇铸温度临近合金凝固点或液相线温度，合金晶粒尺寸减小幅度快速增大。当熔体过热度为 20 °C 时晶粒尺寸仅为 154 μm (ASTM 2~3 级)，这说明降低浇铸温度是 K4750 实现细晶铸造的有效手段。

合金晶粒尺寸主要受合金熔体凝固过程中的过冷度、熔体凝固形核时的形核率、凝固后晶粒长大等条件影响。熔体进入型壳后将首先经历金属熔体与型壳两者间的均温过程，表现为熔体温度迅速降低。当浇铸温度较低时，熔体的过热度较小，熔体在均温过程的作用下以较快速率冷却经过临界结晶温度，产生较大过冷度和形核率，获得较小的晶粒尺寸。若浇铸温度较高，浇铸后熔体温度在降低过程中经过临界形核温度时下降速率相对较慢，形核过冷度较小，产生的晶核数量较少，最终获得较大的晶粒尺寸^[19-20]。因此降低浇铸温度可有效地提高合金中的晶粒数量，减小晶粒尺寸。

在完成 Z1~Z3 试样的浇铸与组织分析后，考虑在实际工程应用中，大尺寸铸件中的晶粒尺寸较难达到 Z3 试样（浇铸温度为 1373 °C）的晶粒细化程度和组织均匀性，故 Z4~Z6 实验的浇铸温度在 Z3 浇温的基础上适当提高至 1377 °C，并参考实际工况设计了 3 种不同的熔体冷却条件，获得不同的熔体冷却速率。Z4 型壳的实验参数除浇铸温度升高外其余均与 Z3 相同；Z5 型壳通过增加保温棉层数降低熔体冷却速率；Z6 型壳在双层包棉的前提下增大壳容积、增加钢液容量，模拟增大工件尺寸的效果。由图 1 所示，Z4~Z6 试样晶粒尺寸较为接近，处于 Z2 和 Z3 试样晶粒大小之间且更接近 Z2。导致 Z4 至 Z6 试样（1377 °C 浇铸）和 Z3 试样（1373 °C 浇铸）晶粒尺寸差异的原因仍是浇铸温度。Z1~Z3 试样组织分析表明，随浇铸温度降



图 7 试样 Z4、Z5 和 Z6 断口附近纵剖面 OM 组织

Fig.7 OM microstructures of section fracture of sample Z4 (a), Z5 (b) and Z6 (c) alloy

低合金晶粒尺寸逐渐减小。但合金晶粒尺寸与浇铸温度的关系并非线性,而是浇铸温度与合金固相线的温度差异越小,这种晶粒细化的作用越明显,这主要与熔体在经过临界结晶温度的过冷度和形核率有关。因此,虽然 1377 °C (Z4-Z6 试样)的浇铸温度与 1373 °C (Z3 试样)和 1383 °C (Z2 试样)均相差 5 °C,但 1377 °C 浇铸获得的晶粒尺寸却与 1383 °C 更为接近。从表 3 结果来看,熔体冷却速率降低,试样的晶粒尺寸有一定程度的增大,但不及浇铸温度对合金晶粒度的影响程度显著。这主要是由于 Z4-Z6 实验的熔体过热度较低(约 24 °C),金属液在浇入型壳后温度快速下降并开始凝固,增加保温棉层数或增大熔体体积对熔体冷却速率降低的作用较为间接,在熔体进入型壳初期的影响作用较为有限。但在合金凝固后,双层包棉和增大尺寸的 Z5 和 Z6 型壳冷却速率更低,晶粒能够在冷却过程有更多的时间长大。因此 Z4-Z6 样品的晶粒尺寸表现出一定的增大趋势,但差异较小。

铸造过程中,在金属液凝固后期,C 元素与熔体中的 Ti、Nb 等元素结合形成 MC 型碳化物,分布于枝晶间或晶界。浇铸制度除了对合金晶粒尺寸影响较大外,对合金中 MC 碳化物析出也有一定影响。

L. Liu 等人^[21]认为液固界面的温度梯度(GL)与结晶生长速率(R)的比值对碳化物的生长起主导作用,当 GL/R 值比较高时,MC 主要呈八面体形状,中间或有一次枝臂长出,随着 GL/R 值的减小,碳化物形状越发达。Wang^[11]等人对铸造 K465 高温合金中的 MC 碳化物进行了一系列研究,发现熔体温度越高,MC 碳化物的形核驱动力越大,析出形貌越发达。在本实验中,由于浇铸温度差别只有 20 °C, Z1~Z3 3 种工艺的 GL/R 值较为接近,MC 碳化物在熔体内的生长条件类似,均以块状或杆状形貌析出。Z1~Z3 样品中晶界 MC 碳化物的尺寸差异主要是由晶粒尺寸差异所导致。一般认为形成于枝晶间的碳化物由 Ti、Nb 等碳化物形成元素的枝晶偏析所导致,而晶界碳化物的析出由凝固末期残余液相中的元素偏析所引发。当合金的晶粒尺寸较小时,凝固末期的残余液相分布较为离散,这压缩了碳化物的生长空间,使得 Z3 合金晶界上的 MC 碳化物尺寸较小^[20,21]。

Z4~Z6 试样的浇铸温度相同,不同的是熔体进入型壳后的冷却速率。由于金属熔体在充满型壳后熔体温度仍然高于液相线,因此型壳的冷却条件将显著影响合金中 MC 型碳化物的析出形态和尺寸。在浇铸温度一定的前提下,过热熔体浇铸到型壳中,MC 形核驱动动力基本相同。型壳保温效果的提升致使液固界面温度梯度(GL)减小,MC 碳化物形貌更为发达,由

规则块状转变不规则形态同时尺寸增大,如图 4d~4f 所示。此外,熔体体量增加会导致型壳冷速率下降,熔体局域凝固时间延长,加剧残余液相中的元素偏析,使晶界 MC 碳化物有更多的时间和空间长大,导致形成沿着晶界生长的大尺寸长条形 MC 碳化物。这说明碳化物的析出形貌与浇铸过程的冷却速率存在一定的对应关系,即冷却速率越快,小尺寸、规则几何块状形貌的碳化物越多;而冷却速率越慢,碳化物倾向以大尺寸、不规则形貌或长条状在晶界析出。

Z1~Z6 样品 $M_{23}C_6$ 碳化物和 γ' 相的析出行为未表现出明显差异。这是因为这两种析出相均在合金固溶后的时效过程中析出,受浇铸工艺参数的影响较小。此外,由于 Z1~Z6 样品中的 MC 碳化物体积分数基本相同,由 MC 碳化物析出导致的 C 元素消耗大体相近, $M_{23}C_6$ 碳化物的析出量未受到影响。

结合室温拉伸性能,可以发现随着浇铸温度降低,合金抗拉强度和屈服强度都有一定升高,可分别提高至 826 和 1067 MPa,同时合金的拉伸塑性未发生降低。这主要是由于浇铸温度的降低使得合金晶粒细化,产生了细晶强化的效果。比较而言,型壳冷却条件的改变导致了合金拉伸塑性的大幅降低。图 4d~4f 和图 7 表明随着型壳冷却速率的降低,合金晶界 MC 碳化物尺寸显著增大,同时在室温拉伸过程中晶界开裂现象持续增多。这表明 Z4~Z6 合金室温拉伸塑性的降低可能与晶界上 MC 碳化物的析出形态有关。

针对 Z4~Z6 合金断口附近的纵剖面组织开展了 EBSD 分析。EBSD 可以用来研究显微组织与塑性变形之间的关系,分析塑性变形在多晶合金中的分布^[4]。拉伸过程中,应力会导致位错在合金中运动,从而引起塑性变形。局部取向差图可以表达塑性变形的分布。通过对欧拉图像和局部取向差图的比较,可以清楚地揭示多晶合金的塑性变形分布。图 8 是 Z4~Z6 合金拉伸断裂样品平行于应力轴方向组织的 EBSD 分析结果。通过比较所有欧拉图和局部取向差图的图像,发现拉伸塑性变形的应力主要分布在晶界,尤其在晶界上的 MC 碳化物位置集中。EBSD 分析结果表明,该合金在室温拉伸过程中塑性变形主要集中在晶界和碳化物上,拉伸纵剖组织也证实合金断裂为沿晶断裂(图 7)。

MC 碳化物是镍基铸造高温合金中的主要析出相,有学者报道 MC 碳化物在应力作用下会先于基体失效破裂,形成孔洞或裂纹,是合金试样整体断裂失效的裂纹起始位置^[12,22-24]。但现有文献对 MC 碳化物的失效破碎过程鲜有详细报道。本工作针对 Z6 合金断后样品中的 MC 碳化物开展分析,澄清了 MC 碳化

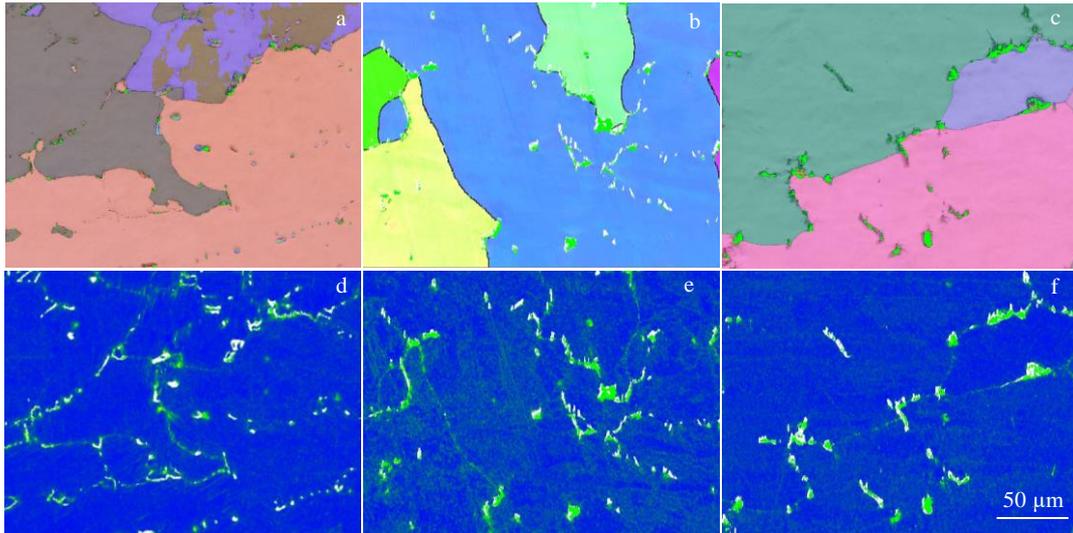


图 8 Z4~Z6 合金截面断口附近 Euler 图和局部取向差

Fig.8 Euler diagram (a-c) and local orientation difference diagram (d-f) of Z4-Z6 alloy section: (a, d) Z4, (b, e) Z5, and (c, f) Z6

物从起裂到破碎的演变过程，如图 9 所示。图 9a~9d 为 Z6 合金截面上，从远离断口到临近断口不同位置的开裂 MC 碳化物 BSE 形貌。由图中可以看出，在刚刚起裂的 MC 碳化物中存在 2~3 条相互平行的平直裂纹，并且在裂纹两端的 MC/γ 界面处存在微孔(图 9a)。随 MC 碳化物开裂程度的加剧，相互平行的裂纹间会出现垂直于原始裂纹的新的微裂纹(图 9b)。随着更多横纵裂纹的形成和发展，MC 碳化物逐渐破碎为多块小尺寸的、具有规则几何外形的碳化物碎片(图 9c)。碳化物碎片中产生大量缝隙，在应力作用下扩展

为沿晶裂纹(图 9d)。

MC 碳化物本身属于硬脆相，不易变形且与基体结合力较差，MC/γ 界面处由位错塞积产生的应力集中会导致 MC 与基体脱粘形成微孔^[25]。在微孔应力集中或 MC/γ 界面位错严重塞积的作用下，MC 内部开始形成裂纹。由于 MC 性质硬脆，裂纹的形成具有小平面特征。在单轴拉应力的作用下，MC 碳化物中结合力较弱的晶面首先开裂，MC 碳化物中在早期形成的裂纹相互平行。随着应力增大，随后横纵交至形成裂纹网络导致 MC 碳化物以几何外形的碎片块状破裂。大

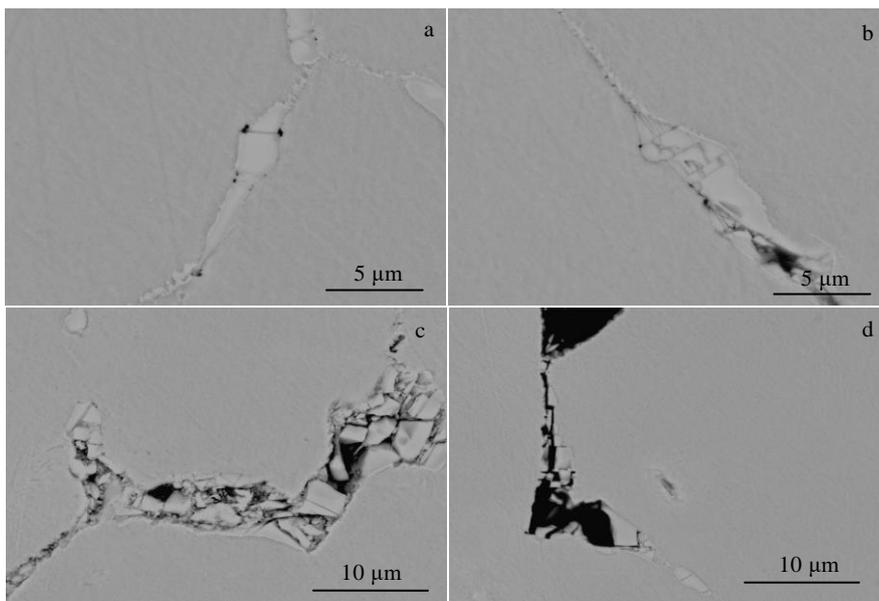


图 9 Z6 合金截面 MC 碳化物断裂 BSE 照片

Fig.9 BSE images of fracture of MC carbide at Z6 alloy section

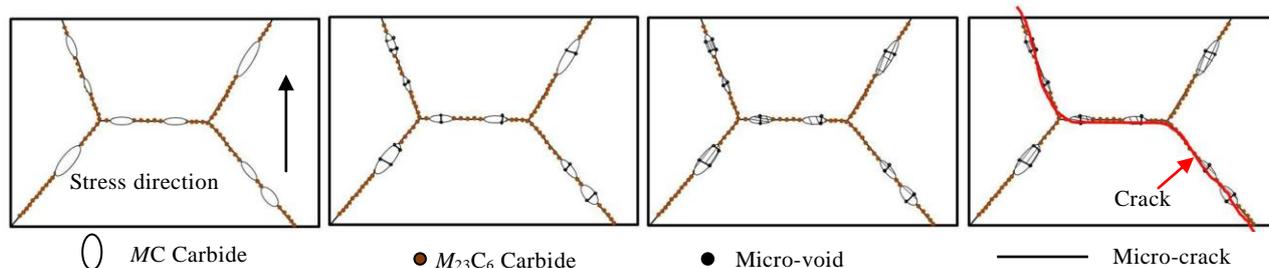


图 10 K4750 合金晶界断裂示意图

Fig.10 Schematic diagram of grain boundary fracture of K4750 alloy

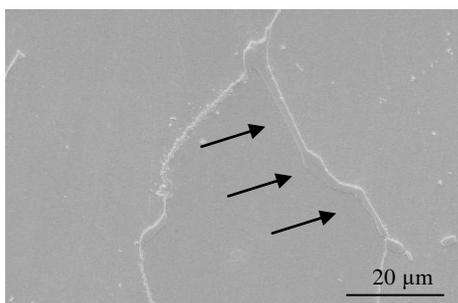


图 11 Z6 试样截面局部 SEM 照片

Fig.11 The SEM image of Z6 sample section

尺寸 MC 破裂或邻近数个 MC 碳化物破碎后串联形成晶界二次裂纹，裂纹在应力作用下沿晶扩展最终导致合金失效断裂，如图 10 所示。因此，沿晶生长的大块状、长条状 MC 碳化物数量越多、尺寸越大，拉伸过程中更容易产生应力集中、发生 MC 破碎，这也是 Z6 合金沿晶开裂现象严重、拉伸塑性较差的原因。

基于上述分析，晶界 MC 碳化物的形态和尺寸对 K4750 合金的晶界强度和室温拉伸塑性具有明显影响。而相比浇铸温度，MC 的析出形态和颗粒尺寸对熔体浇铸后的冷却速率更为敏感。K4750 合金在浇铸过程中应重点关注型壳的冷却速率，为型壳提供良好的冷却条件，避免粗大晶界 MC 碳化物的析出，从而保证合金的室温拉伸塑性。此外，对于 K4750 合金大型铸件，由于浇铸过程中涉及的型壳结构更为复杂、合金熔体总量更大，铸件在浇铸后的冷却条件更为恶劣。若 K4750 大型铸件在实际浇铸过程中工艺参数设置不当、合金凝固过程控制不佳，则会出现类似于 Z6 试样的情况，在晶界引发大尺寸、沿晶界生长的不规则长条状 MC 碳化物析出（图 11）。在 Z6 试样中，部分晶界 MC 碳化物在沿晶方向的长度可达 60 μm，这种粗大晶界 MC 碳化物对合金力学性能的不利影响可想而知。

因此，K4750 合金在浇铸过程中，在保证充型的前提下宜采取较低的熔体过热温度减小晶粒尺寸。同时更为重要的是保证型壳在浇铸完成后能够快速冷却，避免粗大晶界 MC 碳化物形成。本工作通过研究浇铸制度对 K4750 合金晶粒尺寸、MC 碳化物析出和室温拉伸性能的影响，评价了合金室温拉伸塑性对浇铸温度和型壳冷却速率的敏感性，为 K4750 合金浇铸的实际工程实践提供了良好的数据支撑和理论指导。

4 结 论

1) 浇铸温度由 1393 °C 降低至 1373 °C，合金铸造试棒标距段晶粒尺寸由 835.3 μm 减小至 153.9 μm。晶粒尺寸的细化带来的一定的细晶强化效果，合金强度提升，但晶粒尺寸的变化未对合金室温拉伸塑性产生明显影响。

2) 当通过增加型壳包棉层数和增大钢液容量来降低冷却速率时，合金凝固偏析增大、局域凝固时间加长，导致了粗大不规则晶界 MC 碳化物的析出，K4750 合金的室温拉伸塑性产生明显下降。K4750 合金晶界上的大尺寸长条状 MC 碳化物在室温拉伸过程中将引发应力集中。在应力作用下 MC 碳化物内部会逐渐形成纵横交错的网状裂纹，最终发生小平面状破碎，在晶界上产生裂纹源和裂纹扩展通道，导致晶界提前失效从而降低合金塑性。K4750 合金的室温拉伸塑性对型壳冷却速率的变化更为敏感。型壳冷却速率应是 K4750 合金及其铸件浇铸过程中需重点关注的工艺参数。

参考文献 References

[1] Whitmore L, Ahmadi M R, Guetaz L. *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 610(29): 39
 [2] Xu J, Zhang M J, Tang J et al. *Atlas Journal of Materials Science*[J], 2018, 3(6): 78

- [3] Yang Wei(杨伟), Xia Wei(夏卫), Xu Zhifeng(徐志锋) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(1): 117
- [4] Liu L, Sommer F. *Scripta Metallurgica et Materialia*[J], 1994, 30: 587
- [5] Chen Y, Wang H M. *Materials Letters* [J], 2005, 59: 3699
- [6] Sun L L, Wu Q, Zhang J H *et al.* *Materials Letters* [J], 1993, 17: 360
- [7] Baldan A. *Journal of Materials Science*[J], 1991, 26: 3879
- [8] Wang H M, Yu L G, Li X X *et al.* *Science and Technology of Advanced Materials*[J], 2001, 2(1): 173
- [9] Chen J, Lee J H, Jo C Y *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 247(1): 113
- [10] Quedstedt P N, Osgerby S. *Materials Science and Technology*[J], 1986, 2: 461
- [11] Wang L N, Sun X F, Guan H R. *Results in Physics*[J], 2017, 7: 2111
- [12] Chen Q Z, Jones C N, Knowles D M. *Scripta Materialia*[J], 2002, 47(10): 669
- [13] Zi Guoming(紫国明), Chen Xichun(陈希春), Guo Hanjie(郭汉杰). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2012, 22(8): 2205
- [14] Wu Kaixi(吴凯西), Liu Hongxuan(刘宏萱), Peng Zhen(彭真) *et al.* *Special Casting & Nonferrous Alloys*(特种铸造及有色合金)[J], 2019, 39(1): 52
- [15] Jie Z, Zhang J, Huang T *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 706: 76
- [16] Wang Xiaoxuan(王晓轩), Guo Zhenxing(国振兴), Yu Xingfu(于兴福) *et al.* *Foundry*(铸造学报)[J], 2014, 63(9): 924
- [17] Liu Lin(刘林), Fu Hengzhi(傅恒志), Shi Zhengxing(史正兴) *et al.* *Acta Aeronautica et Astronautica Sinica*(航空学报)[J], 1986, 7(2): 181
- [18] Yin F S, Zheng Q, Sun X F *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2007, 183: 440
- [19] Elbagoury N, Nofal A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(29/30): 7793
- [20] Wang Haoyu(王浩宇), Dong Jjianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) *et al.* *Chinese Journal of Engineering*(工程科学学报)[J], 2015, 37(11): 1469
- [21] Sun Changming(孙长明), Wu Baoping(吴保平), Han Fengkui(韩凤奎) *et al.* *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2017, 38(5): 73
- [22] Florian K, Frank Z, Angelika B F. *International Journal of Fatigue* [J], 2014, 65: 86
- [23] Wang W Z, Hong H U, Kim I S *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 523(1-2): 242
- [24] Souza N D, Kantor B, West G D *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 702: 6
- [25] Yang J X, Qi Z X, Sun X F *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 429: 341

Effect of Pouring System on Microstructure and Properties of K4750 Alloy

Zhao Pengfei^{1,2}, Wang Min¹, Ou Meiqiong¹, Ma Yingche¹, Liu Kui¹

(1. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, China)

Abstract: K4750 alloy is a new cast nickel-based superalloy with excellent mechanical properties at 700-750 °C and is expected to replace K4169 alloy. However, the tensile plasticity of K4750 alloy at room temperature fluctuates, and the relationship among room temperature tensile properties, solidification microstructure, and casting parameters is still unclear for this alloy. In this work, several K4750 alloy test bars were prepared with various casting temperatures and shell cooling conditions, and tested at room temperature by uniaxial tension. Sensitivity of the alloy's room temperature tensile properties to changes in casting temperature and shell cooling rate was evaluated, and the mechanism was elucidated by microstructure characterization. Results show that the grain size of alloy drops significantly with decreasing casting temperature, and the yield strength of the alloy slightly increases while the plasticity remains stable. When the cooling rate of the shell decreases, the fracture elongation of the alloy decreases significantly at room temperature. This is mainly because the cooling condition of mold shell significantly affects the precipitation characteristics of MC carbides. When the cooling rate is low, MC carbides tend to precipitate at grain boundaries in coarse and strip-like shapes. MC carbides are prone to internal cracks under stress, accelerating the intergranular failure of material and reducing the plasticity of alloy. In order to optimize the tensile properties of K4750 alloy at room temperature, more attention should be paid to the cooling rate of mold shell after casting and the precipitation morphology of intergranular carbides, prohibiting the formation of coarse intergranular carbides to improve the grain boundary plasticity of the alloy.

Key words: K4750 alloy; casting process; mechanical property; carbide; grain boundary

Corresponding author: Wang Min, Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, P. R. China, E-mail: minwang@imr.ac.cn