

# 一种新型高温合金凝固组织和元素偏析行为研究

于 洵<sup>1,2</sup>, 王琳琳<sup>2</sup>, 欧美琼<sup>1</sup>, 马颖澈<sup>1</sup>, 辛啟斌<sup>2</sup>, 刘 奎<sup>1</sup>

(1. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 东北大学, 辽宁 沈阳 110819)

**摘 要:** 采用热力学平衡模拟计算、差热分析(DTA)和等温凝固淬火试验(ISQ)相结合的方法对一种新型镍基高温合金 K4750 合金的凝固组织和主要元素的偏析行为进行研究。结果表明, 实际 K4750 合金的固相线温度为 1270 °C, 液相线温度为 1350 °C, MC 型碳化物析出温度为 1320 °C; 凝固顺序为 L→ $\gamma$ (1350 °C), L→ $\gamma$ +MC(1320 °C)。K4750 合金在凝固初期凝固速度较快, 液相体积分数下降明显, 凝固后期速度开始变慢, 在 1310~1290 °C 温度区间内枝晶间连通残余液相开始断开, 同时会有大块状的 MC 相析出, 进一步阻碍液相的连通, 从而极易导致合金凝固疏松的形成。合金中 W、Fe、Cr 的溶质分配系数大于 1, 富集于枝晶干, 为负偏析元素; Ti、Nb、C、Mo 的溶质分配系数小于 1, 富集于枝晶间的液相中, 为正偏析元素。

**关键词:** 元素偏析; 热力学平衡模拟计算; 镍基高温合金

**中图分类号:** TG146.1<sup>+</sup>5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2019)05-1488-09

铸造镍基高温合金因其具有优异的高温强度、良好的抗氧化性和出色的抗腐蚀性能, 被广泛应用于航空发动机部件中<sup>[1-4]</sup>。由于高温合金的合金化程度高和成型铸件浇铸壳型的复杂结构, 铸造镍基高温合金在凝固时容易出现很多铸造缺陷<sup>[5,6]</sup>。有研究指出, 合金凝固末期金属熔体的补缩困难是凝固缺陷形成的主要原因<sup>[7-9]</sup>。高合金化的镍基合金在凝固过程中, 后凝固的枝晶间富含低熔点元素, 枝晶干和枝晶间因元素偏析造成析出相种类和尺寸的差异, 影响合金铸造性能<sup>[10-12]</sup>。高温合金凝固后期少量残余液相中析出低熔点共晶、 $M_3B_2$  或者  $\eta$  相, 微量液相以液膜状态存在于枝晶间和晶界, 对铸件热裂也有影响<sup>[13]</sup>。

对于高温合金, 可以通过改善合金成分、优化铸造工艺或制定合理的热处理制度来消除合金中的铸造缺陷和偏析, 但这样的研究较多地集中在个别合金<sup>[14-19]</sup>。Zheng 等<sup>[10]</sup>通过等温凝固实验确定了适宜的浇铸参数, 实现了金属熔体的持续补缩, 改善了合金的铸造性能。Shi<sup>[20]</sup>研究了 K418 合金的固液相线等一系列凝固参数与合金热裂纹之间的关系, 更好指导合金性能的优化。

为满足发动机相关部件更高使用温度的要求, 中国科学院金属研究所研发了一种可承温能力达到 750 °C 的新型铸造高温合金 K4750 合金, 该合金在 700~800 °C 具有良好的强度和塑性, 组织稳定性较好, 也具有有良好的铸造性能和焊接性能。由于 K4750 合金

是一种新合金, 为了获得合金的最佳性能, 十分必要开展 K4750 合金凝固组织和元素偏析行为的研究。本研究采用热力学模拟计算、DTA 分析和等温凝固淬火实验相结合的方法, 分析 K4750 合金的固液相线温度, 初生相析出温度及元素偏析行为, 揭示新合金 K4750 元素偏析机理和凝固特征, 为新合金的性能优化提供可靠的基础数据。

## 1 实 验

实验采用真空感应熔炼制备合金, 合金化学成分(质量分数, %)为: Cr 20, Fe 4, W+Mo 4.5, Nb+Al+Ti 5.77, C 0.11, Zr 0.019, B 0.006, Ni 余量。合金中的 S, O 含量小于 10  $\mu\text{g/g}$ , N 为 12  $\mu\text{g/g}$ 。

取  $\Phi 3.5 \text{ mm} \times 1.5 \text{ mm}$  的柱状试样, 砂纸打磨去掉氧化皮, 1000#砂纸打磨至表面粗糙度  $R_a$  为 3.2  $\mu\text{m}$ 。通过 SETARAM SETSYS EVOLUTION 18 DSC/DTA 测试机, 在氧化铝坩埚于氩气状态下进行 DTA 实验。测量合金的相变点及固、液相线温度, 其升温速率为 10 °C·min<sup>-1</sup>。DTA 实验的加热降温方式为: 以 30 °C/min 从室温升至 600 °C 稍作停留, 后以 10 °C/min 升温速率升至 1400 °C, 保温 10 min, 保证合金完全熔化。再从 1400 °C 以 10 °C/min 降温到 600 °C, 后以 30 °C/min 降温至室温, 至合金完全凝固。

取  $\Phi 16 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$  的柱状样品, 将其置于氧化铝

收稿日期: 2018-05-10

作者简介: 于 洵, 男, 1993 年生, 硕士生, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-23971986, E-mail: xy962466@163.com

坩埚中进行等温淬火实验，并覆盖氧化铝粉末以减少重熔过程中的氧化。等温凝固样品放于 KBF1700 箱式电阻炉加热至 1450 °C 保温 15 min，使样品熔化均匀。再以 10 °C/min 的速度冷却至指定温度（1360 到 1270 °C 每 10 °C 取一个温度），保温 10 min 后水淬，以保留指定温度的凝固组织，对各温度淬火样品取样并进行微观组织观察和分析。金相样品的腐蚀液为 20 g CuSO<sub>4</sub>+150 mL HCl+80 mL H<sub>2</sub>O，在 Olympus 金相显微镜和扫描电子显微镜 (SEM) 下观察样品淬火组织。在 JEOL JXA8530F 电子探针上测定固相和液相元素分布规律，相鉴定采用 TEM 选区电子衍射 (SAED) 和能谱 (EDS) 相结合方式。TEM 样品采用双喷电解减薄制备，双喷液为 10% HClO<sub>4</sub>+90% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (体积分数)。等温样品组织在金相下液相为细小的枝晶组织，液相细枝晶体积分数采用 Sisc IAS 分析软件进行统计，统计结果为 10 张照片的平均值。采用 Thermo-Calc 软件和镍基高温合金数据库在平衡条件下计算固液相线和相析出温度。

## 2 结果与分析

### 2.1 固液相线温度及相析出温度

采用 Thermo-calc 热力学软件对 K4750 合金平衡条件下组织随温度变化趋势进行计算，并根据模拟结果中各温度点确定合金中相析出温度和固液相线温度。图 1a 所示为该实验合金平衡计算下相分数随温度变化图。平衡模拟计算结果显示，合金中包含  $\gamma$  基体相、MC 型碳化物、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> 型碳化物、 $\gamma'$  相、 $\eta$  (eta) 相。MC 型碳化物在固液两相区中析出， $\gamma'$  相、 $\eta$  相和 M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> 型碳化物在固相中析出。图 1b 为在平衡凝固过程中合金凝固顺序： $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + MC \rightarrow \gamma + MC$ 。平衡模拟计算得出合金的液相线温度为 1340 °C，MC 型碳化物析出温度 1320 °C，固相线温度为 1287 °C。

K4750 合金的加热和冷却 DTA 曲线如图 2 所示。从加热 DTA 曲线 (图 2a) 显示合金在 1032 °C 偏离基线，表明该温度下合金中  $\gamma'$  相开始熔化，1331 °C 时 MC 型碳化物开始熔化。1355 °C 时合金熔化结束，曲线迅速回归到基线。合金主要的熔化温度区间为 1306 ~ 1355 °C。从图 2b 的冷却曲线可以得到，1348 °C 时， $\gamma$  枝晶迅速形成，放出大量结晶潜热，形成很陡的放热峰。余下枝晶间的液相要在持续很宽的温度区间内缓慢凝固，在 1294 °C 析出 MC 型碳化物。DTA 结果<sup>[12]</sup>中固相线是合金融化过程中第 1 个峰的外推温度点，液相线是合金凝固过程中第 1 个峰的峰值温度。

由 DTA 升温曲线可以得出的主要相溶解过程： $\gamma'$  相溶解进入  $\gamma$  基体；碳化物溶解； $\gamma$  基体熔化。由降温曲线可以得出的主要相析出过程： $\gamma$  基体开始形成；

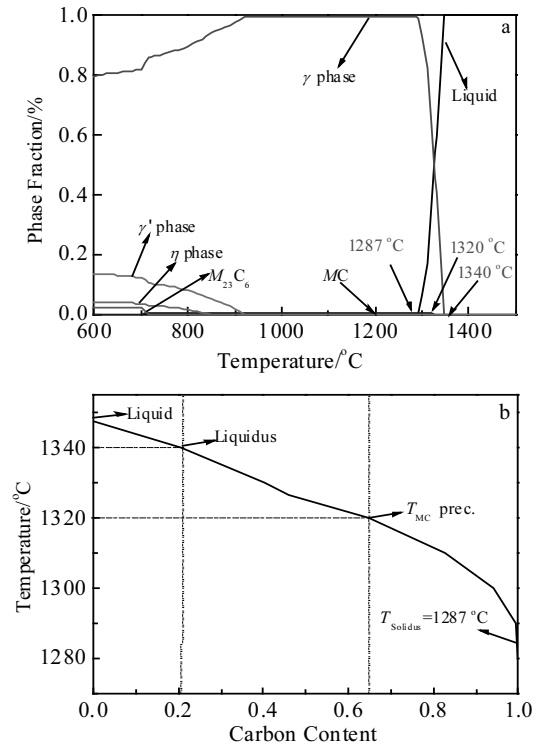


图 1 Thermo-calc 计算合金的平衡凝固顺序  
Fig.1 Calculated solidification sequence of K4750 superalloy by Thermo-calc: (a) equilibrium phase and their mass fraction at each temperature and (b) solidification sequence calculated by Thermo-calc

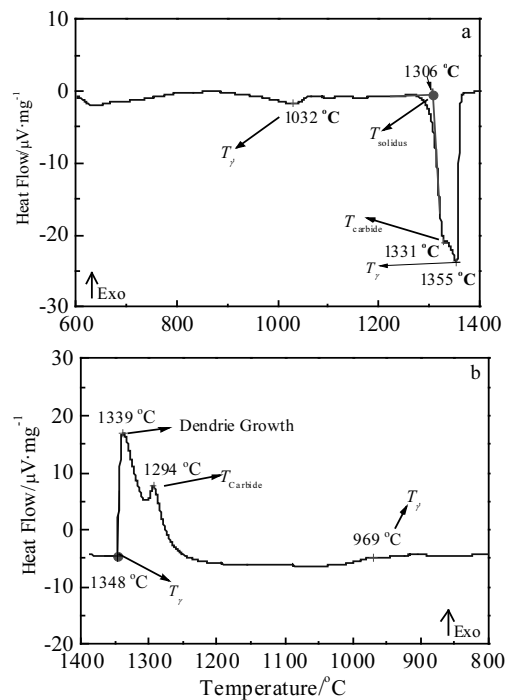


图 2 K4750 的 DTA 实验结果  
Fig.2 DTA results for K4750 alloy heating (a) and cooling (b) process

枝晶长大；碳化物析出； $\gamma'$ 从 $\gamma$ 基体中析出。DTA 曲线得到的各相溶解、析出温度如表 1 所示。合金液相线温度为 1348 °C，固相线温度为 1306 °C，MC 型碳化物析出温度为 1294 °C，MC 型碳化物溶解温度为 1331 °C。

等温凝固实验加热冷却过程中，试样加热到 1450 °C 保温 10 min 以确保合金充分熔化，然后冷却到指定温度保温 10 min 后快速淬火以保留该温度下的凝固组织。不同温度下的凝固样品组织如图 3 所示。从图中可以看出，合金在 1360 °C 保温 10 min 后淬火，其金相组织全部为细小的枝晶(图 4a)，说明合金还没有开始凝固，细小枝晶主要是液相直接淬火所致。合金在 1350 °C 保温后淬火，合金中出现了体积分数约

为 25.7%的 $\gamma$ 相(图 3b 中白色块状)。说明 1350 °C 刚开始凝固不久，初步判断合金的液相线温度为 1350 °C。随着温度的降低，析出固相的体积分数不断增加(图 3c, 图 3d)。1320 °C 凝固的样品组织(图 3e)可以看出，

表 1 DTA 实验获得的主要相转变温度

Table 1 Major phase transformation temperature obtained from DTA measurement (°C)

	$T_\gamma$	$T_{\text{carbide}}$	$T_{\gamma'}$	$T_{\text{liquidus}}$	$T_{\text{solidus}}$
Heating curve	1355	1331	1032	-	1306
Cooling curve	1348	1294	969	1348	-

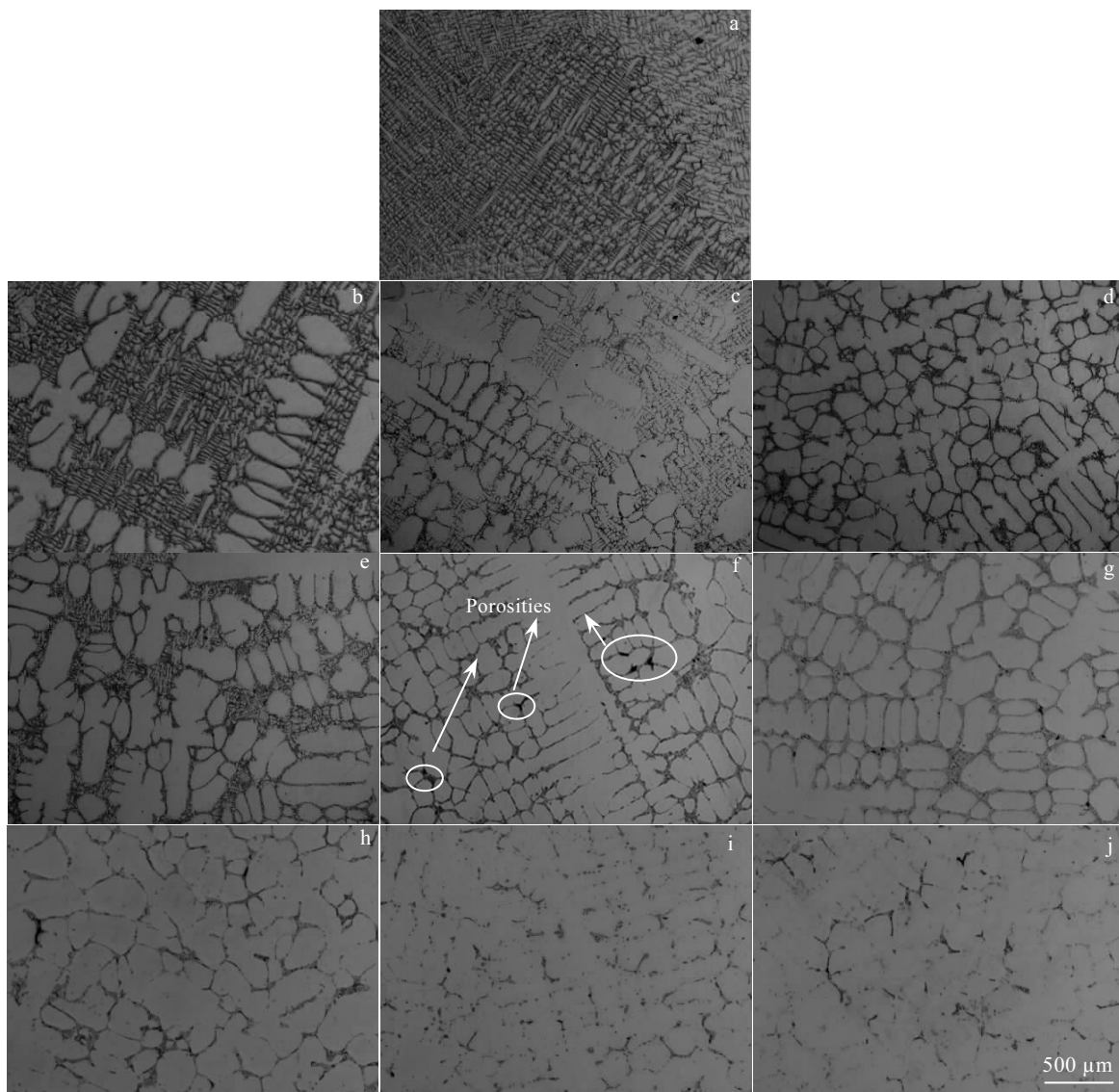


图 3 K4750 不同温度等温凝固的金相照片

Fig.3 Solidification microstructures of K4750 quenched at different temperatures: (a) 1360 °C, (b) 1350 °C, (c) 1340 °C, (d) 1330 °C, (e) 1320 °C, (f) 1310 °C, (g) 1300 °C, (h) 1290 °C, (i) 1280 °C, and (j) 1270 °C

液相保持连通，固相被孤立，但液相的连通通道变窄。1310 °C凝固样品组织（图 3f）中的液相通道已经非常细小，但依旧保持连通，细小的残余液相内发现了疏松（图 3f 红圈中的疏松）。温度降至 1290 °C时，凝固样品组织中（图 3h）的液相断开，部分液相呈现孤立岛状，残留液相体积分数仅为 11.4%。随着温度的进一步降低，残余液相越来越少，孤立的液相被固相包裹，进入凝固后期。当温度降到 1270 °C时，凝固样品组织中（图 3j）残余液相的体积分数仅为 2.76%，一般认为<sup>[21]</sup>当残余液相体积分数小于 3%时的温度为合金固相线温度，故该合金的固相线为 1270 °C。Zheng 等<sup>[14]</sup>研究结果指出合金凝固过程中的液相从连通到断开，形成孤立熔池的过程与合金铸件疏松的形成有直接关系，故 K4750 合金与合金形成凝固疏松直接相关的温度区间为 1310~1290 °C，采用该合金铸造零部件时，应合理控制合金冷却速度，避免在这个温度区间停留过长，减少疏松的形成。

通过金相组织的观察发现，在合金凝固中后期样品微观组织存在块状的析出相（如图 4 所示）。SEM 分析结果如图 5 所示，块状析出相为富 Ti、Nb、W、C，贫 Cr 的碳化物相，初步认为块状析出相为 MC 型碳化物。结合 TEM 形貌和选区电子衍射花样（如图 6 所示）

分析，块状相的晶格常数为 0.445 nm。对比(Ti, Nb)C 的晶格常数，可以确定该块状相为(Ti, Nb, W)C 型碳化物相。1320 °C等温凝固样品组织中最先发现块状的 MC 型碳化物析出（图 5a），可以确定 MC 型碳化物析出温度为 1320 °C。随着温度的降低（图 4），析出 MC 型碳化物越来越多，尺寸越大。在低于 MC 析出温度下保温，MC 型碳化物析出条件越充分，导致 MC 型碳化物的尺寸和体积分数都在增加。

## 2.2 元素偏析行为

等温凝固淬火实验可以将不同温度下合金凝固组织很好的保留下来，因此，采用电子探针波谱打点分析了 1350~1270 °C 范围内不同温度凝固样品中的元素偏析情况。确定不同温度凝固样品中合金主元素在固液相中的质量分数，来分析合金中各元素的偏析行为。不同温度凝固样品中合金主元素在固液相中的质量分数的具体数值列于表 2 中。随着实验温度的降低，凝固后期 1320 °C 的等温试样中发现块状相 MC 型碳化物，在挨着液相的固相中析出。1320 °C 样品电子探针 EPMA 分析如图 7 所示。近液相的块状相为富 C、Ti、Nb，贫 Cr、Fe 的 MC 型碳化物相，C、Ti、Nb、Mo 富集于液相中，而 Fe、W 更易富集于固相，Cr 在固相中略有富集，但不明显。

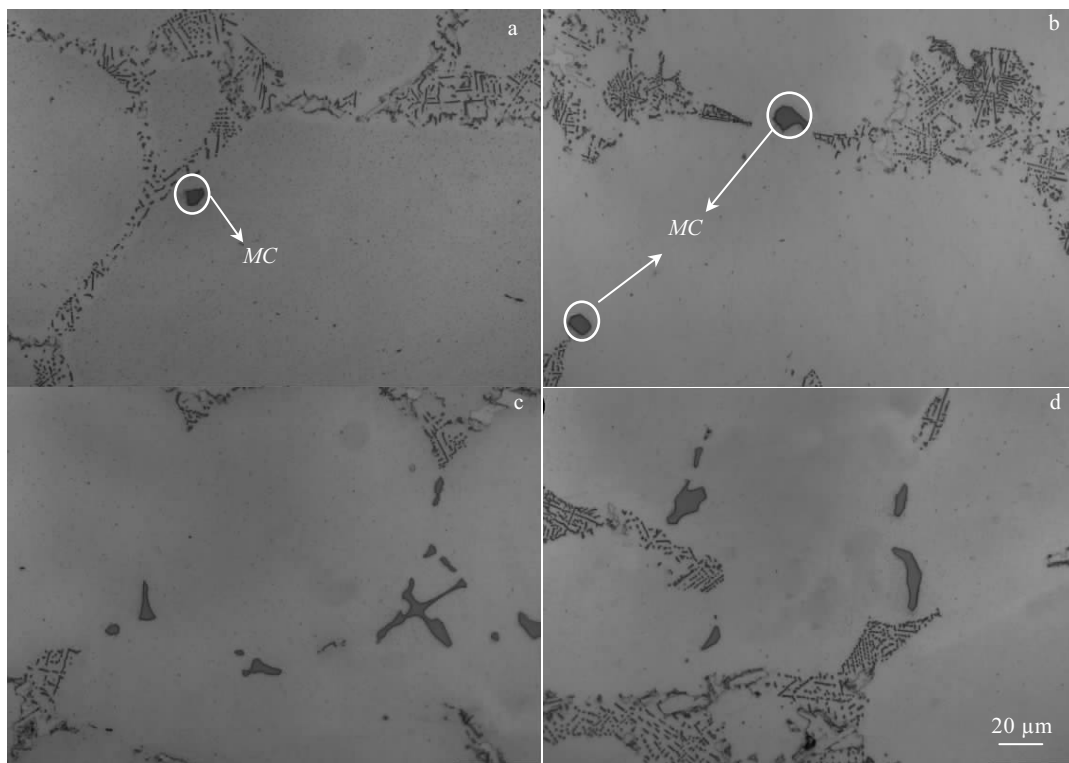


图 4 不同温度等温实验试样的微观组织

Fig.4 OM images of the samples quenched at different temperatures: (a) 1320 °C, (b) 1310 °C, (c) 1290 °C, and (d) 1280 °C,

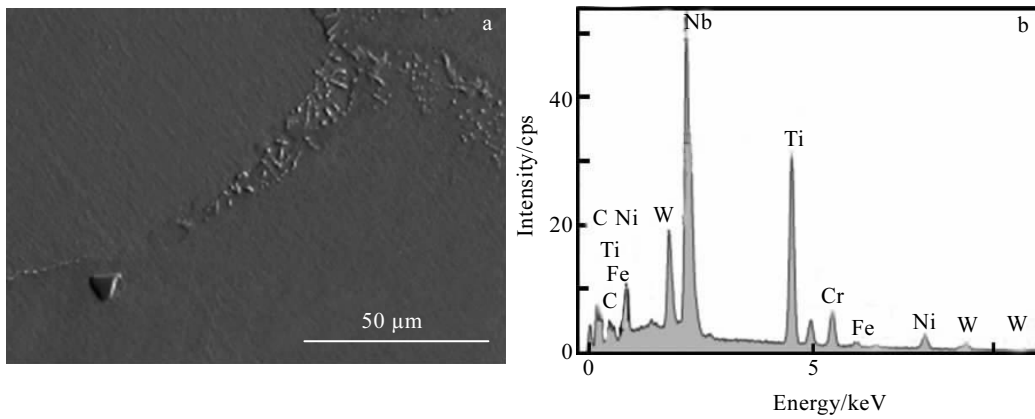


图 5 1320 °C 等温样品中 MC 型碳化物 SEM 及 EDS 分析

Fig.5 SEM image (a) and EDS analysis (b) of the MC carbide in the sample isothermally quenched at 1320 °C

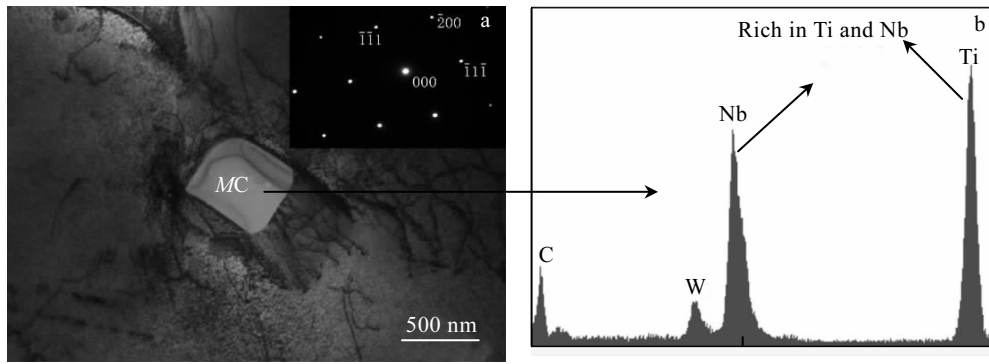


图 6 1270 °C 等温样品中 MC 型碳化物的 TEM 相及 EDS 能谱

Fig.6 TEM image (a) and EDS analysis (b) of MC carbides in the samples quenched at 1270 °C

表 2 不同温度下各元素在固液相的偏析质量分数

Table 2 Element segregation analysis of the sample quenched at different temperatures between solid and liquid phase (ω/%)

Temperature/°C	State	Fe	Cr	W	Ti	Mo	Nb	C
1350	Liquid	4.166	20.169	2.627	3.907	1.16	2.383	0.544
	Solid	4.915	20.498	3.578	1.683	0.993	0.56	0.442
1330	Liquid	3.697	19.968	2.048	5.502	1.373	4.427	1.115
	Solid	4.565	20.856	3.456	1.931	0.997	0.576	0.385
1320	Liquid	3.899	20.485	1.823	5.056	1.373	3.717	0.746
	Solid	4.893	20.749	2.905	2.016	0.997	0.713	0.446
1290	Liquid	3.21	19.518	1.649	5.538	1.832	4.404	1.895
	Solid	4.721	19.855	3.391	2.416	1.103	0.855	0.490
1280	Liquid	2.705	17.855	1.581	7.096	2.026	6.663	1.692
	Solid	4.202	20.308	2.677	2.879	1.065	1.246	0.425
1270	Liquid	2.924	18.504	1.495	7.307	1.568	7.027	1.189
	Solid	4.001	20.357	2.409	2.768	1.076	0.997	0.455

### 3 讨 论

#### 3.1 凝固过程

为清晰表征等温凝固淬火实验得到的 K4750 合金凝固特征，以不同温度等温凝固样品的残余液相体积分数为纵坐标，温度为横坐标做图，如图 8 所示。根据图中的统计结果，并结合图 3 中合金凝固样品的微观组织，可以清晰反映 K4750 合金的凝固过程、残余液相体积分数和温度之间的关系。

合金凝固初期，在 1360 °C 时合金全部为液相。1350 °C 合金中液相的体积分数呈现直线下降，残余液相体积分数为 74.3%。在 1340 °C 时，残余液相体积分数下降为 51.06%，此时液相依旧全部互相连通，固相呈岛状并孤立。凝固中期，合金凝固速度下降，残余液相体积分数呈现抛物线状下降。等温温度降低到 1320 °C 时，液相体积分数减少至 23.58%，部分液相不连通，但存在连通着的液相。

在凝固的中后期，残余液相的体积分数变化较慢。1310 °C 残余液相的体积分数为 23.58%，枝晶间液相通道变窄并在图 4b 中出现大块的 MC 型碳化物将两块液

相分割开，使残余液相间不再连通。随着等温温度的降低，细长的 MC 大量出现(图 4b)，阻碍了液相间的连通，影响合金凝固过程中的补缩，导致疏松等缺陷的产生。数量多、大块的 MC 型碳化物对合金的纯洁度及合金的性能起到恶化作用，并且 MC 型碳化物比较稳定，析出后就不易改变和消除。所以对于凝固后期 MC 型碳化物析出温度要关注，控制合金凝固过程中在 1310 ~ 1280 °C 停留时间，避免析出大块的 MC。

在 1290 °C 时，残余液相体积分数降低到 11.38%，原本网状结构消失，残余液相被孤立出来不再连通，成为孤立的液相熔池。枝晶间液相从连通到断开最后形成孤立熔池的过程与合金铸件疏松的形成有直接关系，故 1310 ~ 1290 °C 温度区间与合金形成凝固疏松有关。温度降至 1280 °C，枝晶间液相通道非常窄小，合金间液相断开，部分液相呈现孤立岛状(图 3i)，残留液相为 5.1%，进入凝固后期。1270 °C 残余液相的体积分数为 2.8%，组织中仅存少量孤立的残余液相熔池，继续降温液相迟迟不完全消失。认定液相体积分数为 3% 时，取此温度为合金的固相线<sup>[20]</sup>。因此，K4750

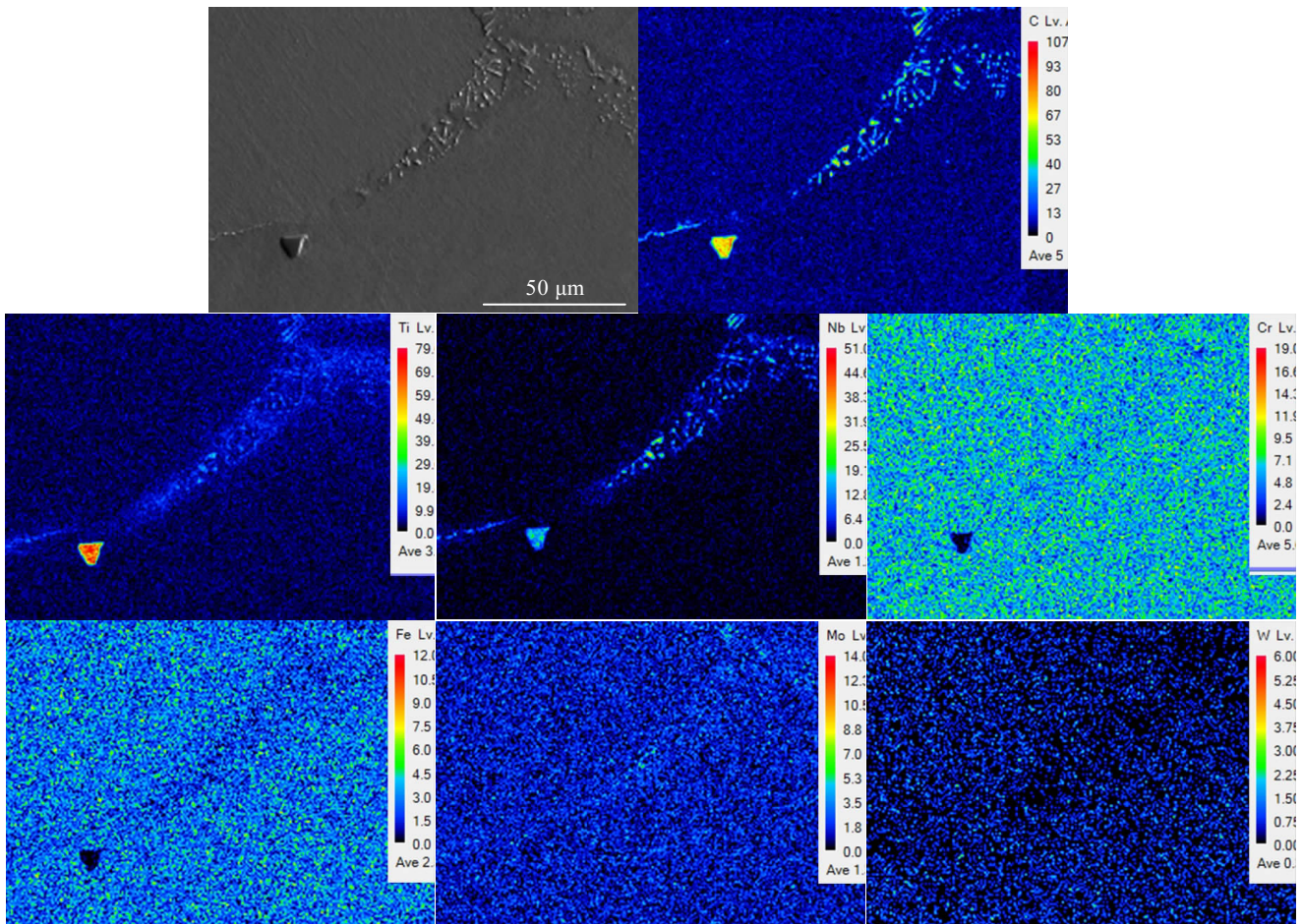


图 7 1320 °C 等温凝固样品 EPMA 分析

Fig.7 EPMA analysis of the sample isothermally solidified at 1320 °C

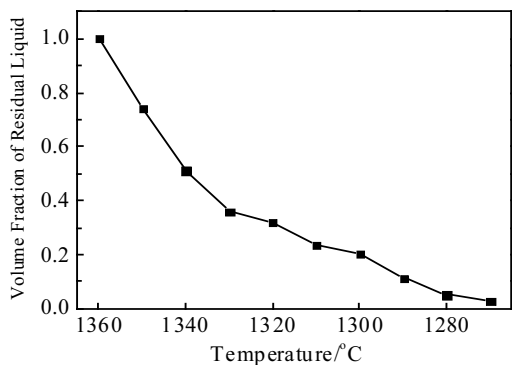


图 8 K4750 合金不同等温温度剩余液相体积分数曲线

Fig.8 Volume fraction of residual liquid for K4750 alloy isothermal solidification at different temperatures

合金的固相线为 1270 °C，液相线温度为 1350 °C。等温凝固特征曲线与 DTA 冷却曲线变化趋势一致，都是在凝固初期时曲线趋势较陡，凝固后期平缓，验证等温实验的可靠性。

等温淬火实验验证了 K4750 合金的凝固过程，为以下 5 个阶段：(1) 凝固初期  $\gamma$  基体开始形成；(2)  $\gamma$  基体进入长大期；(3) 液相网状分布并互相连通；(4) 残余液相被固相分开，不再连通孤立存在；(5) 枝晶间的残余液相完全凝固。由等温凝固实验凝固过程得到合金的固相线温度为 1270 °C，液相线温度为 1350 °C。凝固过程中伴随着 MC 型碳化物析出，其析出温度为 1320 °C。

通过实验和理论计算得到的液相、固相及主要的相析出温度列于表 3。如表 3 所示，等温凝固淬火实验获得的固相线为 1270°C，比 DTA 实验获得固相线温度低了 36 °C。DTA 测量固相线温度为宏观结果，在微观下合金组织中仍会存在少许液相。在 1280~1270°C 温度区间会有微量的液相存在于晶界和枝晶间以及形成  $\gamma$ - $\gamma'$  共晶等低熔点相，这些都对合金凝固热裂产生影响<sup>[9]</sup>。3 种方式得到的 MC 碳化物析出温度存在差别。其主要原因是因为 DTA 实验是以连续加热和降温方式进行，而等温凝固实验是达到指定温度等温停留后水淬，等温停留使得合金中元素得到一定程度的扩散。热力学模拟为在热力学平衡下计算，平衡状态析出为理想状态。DTA 的实验结果中加热过程可以真实的反映合金熔化过程及合金的液相线温度和相溶解温度。等温凝固实验可以反映合金凝固过程及微观组织。热力学平衡模拟是热力学平衡条件下计算得出的相析出温度，平衡条件下为理想状态没有考虑合金凝固过程中的偏析及过冷，因此相析出温度最高，固相线温度也较高。

表 3 通过不同实验方法获得的 K4750 液相线、固相线和主要相析出温度

Table 3 Liquidus, solidus and the main phase transformation temperatures of K4169 alloy obtained by DTA analysis, isothermal solidification experiment and Thermo-Calc simulation (°C)

	DTA analysis	Isothermal solidification experiment	Equilibrium model
Liquidus	1348	1350	1345
Solidus	1306	1270	1296
MC carbide formation	1294	1320	1340

### 3.2 偏析行为

为了更好的研究分析合金中各元素的偏析行为，引入溶质分配系数

$$k_i = C_{i,s} / C_{i,l}$$

式中,  $k_i$  为固相溶质浓度  $C_s$  与液相溶质浓度  $C_l$  的比值。 $k$  值大于 1，说明该元素偏聚于固相， $k$  值小于 1，说明该元素偏聚于液相。 $k$  值越小于 1 说明该元素严重偏析于液相。将合金中各元素不同温度的分配系数绘图，如图 9 所示。在整个凝固过程中，Ti, Nb, Mo, C 等元素显著偏聚在液相中，富集于枝晶间；而 Fe, W 等偏聚在固相，富集于枝晶干。Cr 的  $k$  值略大于 1，说明 Cr 在固相中略有偏析。

随着凝固过程的进行，由于不平衡凝固和不完全扩散使偏析于液相的 Ti, Nb, Mo, C 等持续累积，造成了 MC 型碳化物在液相中析出。合金继续凝固，加剧了  $k < 1$  的元素偏析于液相中，这些元素多为碳化物形成元素，导致 MC 型碳化物的析出。碳化物形成元素随着 MC 型碳化物析出而被消耗，所以这类元素的平衡常数在凝固的不同阶段是不同的。在 1320 °C 时析出 MC 型碳化物，随着等温凝固温度的降低，没有新相的析出，只是 MC 型碳化物的体积分数增加。当等温度低于 1320 °C，MC 型碳化物的大量析出导致液相中大量的 C 都被消耗，C 的溶质平衡常数  $k$  降低。Ti 是形成  $\gamma'$  的主要元素，Ti 的溶质分配系数小于 1 偏析于液相，造成合金中的  $\gamma'$  在后凝固的枝晶间区域的体积分数增多。

等温凝固实验可以清晰的表征合金凝固过程的微观结构，DTA 实验可以提供合金的固液相线和相转变点，两者结合可以更加完整的了解合金的凝固过程。其凝固过程为以下部分：(1) 合金全部为液相熔融状态；(2)  $\gamma$  基体呈现枝晶状析出、长大的过程， $L \rightarrow \gamma$  (1350 °C)；(3) 在接近液相处析出块状的 (Nb, Ti)C 型碳化物， $L \rightarrow \gamma + MC$  (1320 °C)；(4) 由于严重的偏析导致合金的终凝迟迟没有结束，最后液相完全凝固，基体中全部为  $\gamma$  和 MC；(5) 终凝后从  $\gamma$  基体相中析出  $\gamma'$ ， $\gamma \rightarrow \gamma'$ 。

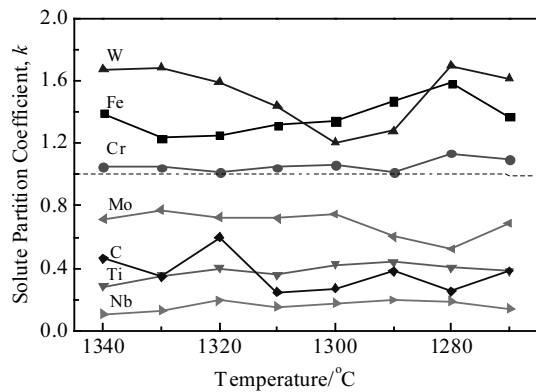


图9 不同温度下各元素的溶质分配系数  $k$

Fig.9 Solute partition coefficient ( $k$ ) of the sample quenched at different temperatures

## 4 结论

1) 通过实验得到的 K4750 合金的液相线温度为 1350 °C, 固相线温度为 1270 °C, MC 型碳化物析出温度为 1320 °C。

2) K4750 的凝固过程为:  $L \rightarrow \gamma$  (1350 °C);  $L \rightarrow \gamma + MC$  (1320 °C);  $\gamma \rightarrow \gamma'$  (969 °C)。

3) 合金在凝固通过 1310~1290 °C 温度区间时, 枝晶间液相由连通转变断开, 这与 K4750 合金铸件疏松形成相关。合金在 1280~1270 °C 依然存在少量液相, 与 K4750 合金热裂纹相关。

4) 凝固过程中, 元素 W、Fe、Cr 分配系数大于 1, 富集于枝晶干区域, 为负偏析元素; C、Ti、Nb、Mo 分配系数小于 1, 富集于枝晶间, 为正偏析元素。

### 参考文献 References

[1] Guo J T, Ranucci D, Picco E *et al.* *International Journal of Fatigue*[J], 1984, 6(2): 95  
 [2] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 33  
 [3] Huang Qian Yao(黄乾尧). *The Superalloys*(高温合金)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000: 4

[4] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys, Vol.1*(高温合金材料学上册)[M]. Beijing: Science Press, 2008: 8  
 [5] Zhang J, Singer R F. *Acta Materialia*[J], 2002, 50(7): 1869  
 [6] Li G, Chen B, Du Z H *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2016(11): 009  
 [7] Warrington H G. *Progress in Metal Physics*[J], 1950, 2(2): 121  
 [8] Cao G, Kou S. *Material Science & Engineering A*[J], 2006, 417(1-2): 230  
 [9] Zhou Y Z, Volek A, Singer R F. *Metallurgical and Material Transaction A*[J], 2005, 36(3): 651  
 [10] Zheng L, Zhang G Q, Xiao C B. *Scripta Materialia*[J], 2014, 74: 84  
 [11] Lecomte-Beckers J. *Metallurgical and Material Transaction A*[J], 1988, 19(9): 2333  
 [12] Chen Q Z, Kong Y H, Jones C N *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2004, 51(2): 155  
 [13] 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): 1458  
 [14] Whitesell H S, Overfelt R A. *Material Science & Engineering A*[J], 2001, 318(1-2): 264  
 [15] Wang N, Mokadem S, Rappaz M *et al.* *Acta Materialia*[J], 2004, 52(11): 3173  
 [16] Gozlan E, Bamberger M, Dirnfeld *et al.* *Material Science & Engineering A*[J], 1991, 141(1): 85  
 [17] Zhang J, Li J G, Jin T *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2010, 26(10): 889  
 [18] Zhang J. *Scripta Materialia*[J], 2003, 48(2): 677  
 [19] Zheng Liang, Gu C Q, Zheng Y R. *Scripta Materialia*[J], 2004, 50(4): 435  
 [20] Shi Z X, Dong J X, Zhang M C *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2013, 571(18): 168



## Solidification Characteristic and Segregation Behavior of a New Nickel Base K4750 Alloy

Yu Xun<sup>1,2</sup>, Wang Linlin<sup>2</sup>, Ou Meiqiong<sup>1</sup>, Ma Yingche<sup>1</sup>, Xin Qibin<sup>2</sup>, Liu Kui<sup>1</sup>

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, Shenyang 110016, China)

(2. Northeastern University, Shenyang 110819, China)

**Abstract:** The solidification microstructures and elemental microsegregation behavior of a new Ni-base superalloy K4750 was comparatively investigated by differential thermal analysis (DTA), Thermo-Calc calculation and isothermal solidification quenching (ISQ) experiment. The results of ISQ indicate that the temperature of liquidus and solidus of K4750 alloy are 1350 °C and 1270 °C, respectively, and the precipitated temperature of *MC* carbide is 1320 °C. The temperature of liquidus obtained by DTA and Thermal-Calc is in close agreement with the result of ISQ, but the temperature of solidus obtained by DTA and Thermal-Calc are 1306 °C and 1296 °C, respectively. In the initial stage of the solidification process, the volume fraction of residual liquid decreases sharply. In solidification process within the temperature range of 1310 °C~1290 °C, the residual liquid in the interdendritic region transforms from connected channels to isolated micro-liquid pools. In the last stage of solidification, these isolated micro-liquid pools are quite sluggish and result in the formation of porosity. The microsegregation coefficients of W, Fe and Cr are larger than 1, so they are considered to be negative segregation elements and segregate in solid. In contrast, the microsegregation coefficients of Ti, Nb, C and Mo are less than 1, and thus they are positive segregation elements and segregated in the liquid.

**Key words:** element segregation; Thermal-Calc calculation; Ni-based superalloy

---

Corresponding author: Ma Yingche, Ph. D., Professor, Division of Materials for Special Environment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971986, E-mail: ycma@imr.ac.cn