



Effect of Sand Blasting on Single Crystal Superalloy M4761

Lin Xiaohu^{1,2}, Guo Weihua^{1,*}, Zhang Qiongyuan¹, Wei Xianping¹, Gong Xiufang¹, Yang Gongxian¹, Xi Shengqi²

¹State Key Laboratory of Long Life and High Temperature Materials, Dongfang Electric Group Dongfang Steam Turbine Co., Ltd., Deyang, China

²School of Materials Science and Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, China

Email address:

540481978@qq.com (Guo Weihua)

*Corresponding author

To cite this article:

Lin Xiaohu, Guo Weihua, Zhang Qiongyuan, Wei Xianping, Gong Xiufang, Yang Gongxian, Xi Shengqi. Effect of Sand Blasting on Single Crystal Superalloy M4761. *Science Discovery*. Vol. 7, No. 4, 2019, pp. 232-238. doi: 10.11648/j.sd.20190704.20

Received: July 8, 2019; Accepted: August 22, 2019; Published: August 27, 2019

Abstract: In this paper, the recrystallization evolution of single crystal superalloy M4761 at different solid solution temperatures after different sandblasting stress and different blasting time is studied. The results show that the sample is treated by solution treatment after blasting. When the solution temperature reaches the γ' phase dissolution temperature, the depth of the recrystallized layer increases rapidly, and the γ' phase dissolution temperature is not reached. The depth of the recrystallized layer grows slowly or Recrystallization does not occur; the depth of the recrystallized layer increases with the blasting time; but as time increases, the growth rate gradually becomes slower overall; the solid solution effect of the single crystal superalloy M4761 is best around 1180°C, a fine γ' phase is obtained and the structure is uniform; the grain boundary is composed of a coarse γ' phase, and the recrystallized region gradually increases in size from the edge of the sample to the grain boundary.

Keywords: Recrystallization, Solution Treatment, M4761, Sand Blasting

喷砂对于单晶高温合金M4761的影响

林小虎^{1,2}, 郭维华^{1,*}, 张琼元¹, 魏先平¹, 巩秀芳¹, 杨功显¹, 席生岐²

¹东方电气集团东方汽轮机有限公司, 长寿命高温材料国家重点实验室, 德阳, 中国

²西安交通大学材料科学与工程学院, 西安, 中国

邮箱

540481978@qq.com (郭维华)

摘要: 本文研究了单晶高温合金M4761经不同喷砂应力、不同喷砂时间后在不同固溶温度下的再结晶演化规律。结果表明: 试样在喷砂后经固溶处理, 当固溶温度达到 γ' 相溶解温度时, 再结晶层深度增长较快, 未达到 γ' 相溶解温度, 再结晶层深度增长较慢或不发生再结晶; 再结晶层深度随着喷砂时间的增加而增加; 但随着时间的增加, 增长速率整体上逐渐变缓; 1180°C左右对于单晶高温合金M4761的固溶效果最好, 得到细小的 γ' 相且组织均匀; 晶界由粗大的 γ' 相组成, 且再结晶区域, 从试样边缘到晶界, γ' 相尺寸逐渐增大。

关键词: 再结晶, 固溶处理, M4761, 喷砂

1. 引言

单晶高温合金由于优异的高温力学性能，目前已经被广泛应用于制造航空发动机及燃机涡轮叶片。单晶叶片由于消除了晶界[1]，相较于传统合金性能得到了很大的提升。单晶涡轮叶片在生产过程中要经历喷砂、打磨、抛光等前处理使表面产生塑性变形，存在一定的残余应力，在随后的热处理过程中极易产生再结晶，生产流程如图1所示。再结晶为叶片性能薄弱的区域，能显著降低高温合金的力

学性能，缩短单晶涡轮叶片的使用寿命，造成巨大的经济损失。目前对于镍基单晶高温合金再结晶的研究已经取得一定成果，如再结晶机制以及工艺上再结晶随着热处理温度以及喷砂时间的关系等[2]。单晶高温合金M4761为国内最新生产的合金，尚未对其再结晶行为进行相应的研究。通过探究合金经不同喷砂时间在不同固溶温度下再结晶变化以及相应的特征、机理、内部组织演变，对于找出相应的工艺参数，防止再结晶的产生，避免单晶叶片的组织缺陷具有重要意义。

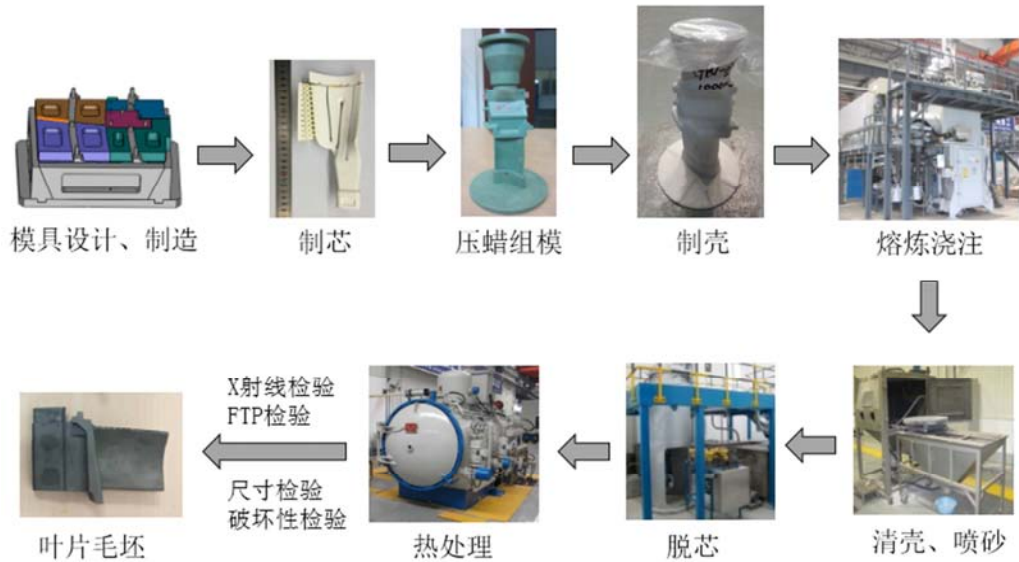


图1 叶片的精密铸造流程。

2. 实验材料及方法



图2 螺旋选晶法制备的M4761单晶高温合金试板。

实验选用的镍基单晶高温合金牌号为M4761，化学成分（质量分数，%）：C 0.07, Cr 12.15, Co 9, W 3.8, Mo 1.9, Al 3.6, Ti 4.075, Ta 5,其余为Ni。选用螺旋选晶法制备的单晶高温合金试板（如图2），用机器人（如图3）分别对其

进行喷砂，沙粒为白刚玉，直径为200μm，机器喷枪枪头距试板的距离为11cm，枪头与竖直方向的试板夹角为50°，喷砂压力为0.4MPa。喷砂时间分别为30s,60s,90s,喷砂完成后分别对三支试板进行线切割，从而避免残余应力。在试板上切取一组1.5cm×0.9cm×0.4cm的小试样，随后分别对其进行1180℃，1200℃，1220℃，1250℃保温2h的固溶处理。观察0.4cm×0.9cm截面，该截面与晶粒生长<001>方向垂直。然后对观察截面进行机械研磨，抛光，腐蚀，选用的腐蚀剂为钼酸，腐蚀时间10s，最后在DM6光学显微镜和JSM-6490LV扫描电镜下观察分析其组织形貌。



图3 喷砂机器人。

3. 结果及分析

3.1. 铸态组织

图4 (a) 为铸态试样经腐蚀后在体视镜下观察到的枝晶结构,可以看到枝晶在整个界面上排列规整,均匀分布,且尺寸无明显差异。图4 (b) 为铸态试样M4761经腐蚀后

在光学显微镜下观察到的枝晶结构,在图中可看到明显的枝晶杆与枝晶间,枝晶间分布的白色的块状组织为 γ/γ' 共晶。将其进一步放大,其典型的共晶组织照片如图4(c)所示,形状呈葵花状,共晶芯由细小的 γ 和 γ' 两相组成,共晶冠为粗大的 γ' 相[3],属于在液体中自由形核方式形成的共晶。

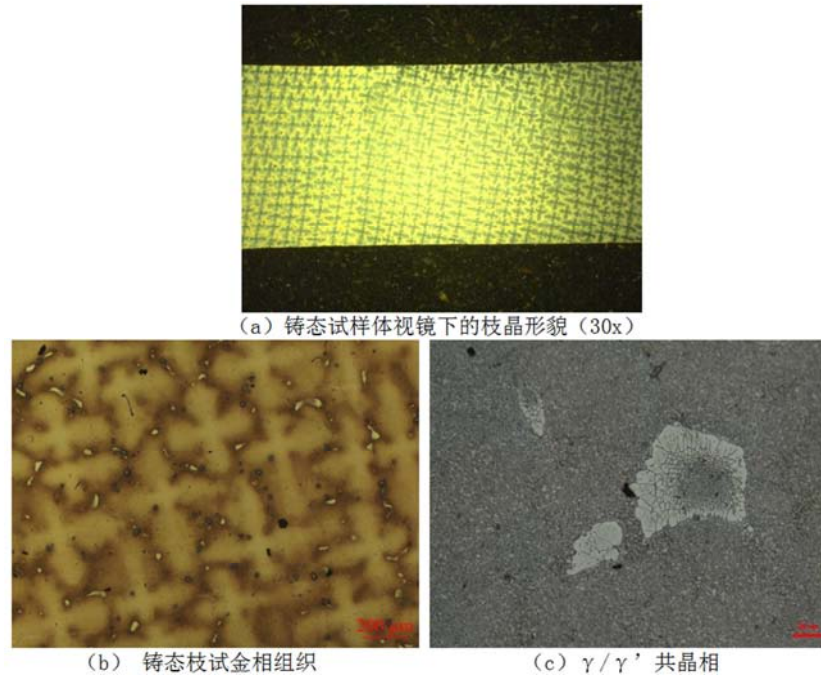


图4 M4761单晶高温合金铸态组织。

图5为喷砂后的铸态试样在扫描电镜下观察到的表面显微组织。可以看出,无论是枝晶杆还是枝晶间,表面的 γ' 相均发生形变,由规则的块状变得极不规则,变形程度从表面向内部逐渐较小,直到内部 γ' 相规整且均匀分布。在图中可看到经喷砂后截面处存在明显的塑性变形层。随着喷砂时间的增加,变形区域的面积也相应增大。由于在铸造过程中凝固先后的不同,存在成分偏析, γ' 相的形成元素Al,Ta等在枝晶间聚集,导致枝晶间与枝晶杆 γ' 相的成分含量不同[4],导致枝晶杆的 γ' 相尺寸相对枝晶间要小,经图5 (a) (b) 对比可看出。

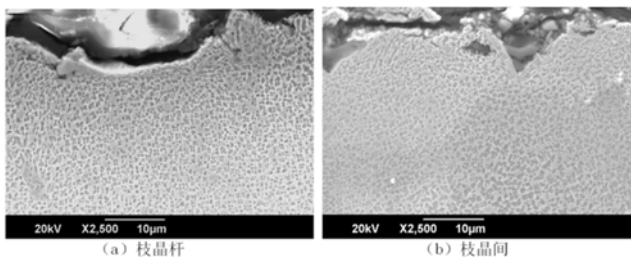


图5 铸态喷砂后边缘组织形貌。

3.2. 固溶后的金相组织

图6 (a) 为0.7Mpa,经30s喷砂后的试样经1250°C/2h固溶处理后试样边缘及内部的枝晶组织。固溶处理后时,边缘受影响区二次枝晶间距相较于铸态的枝晶间距明显

增加,内部枝晶间距无明显变化。故影响区的面积必然与喷砂的相关参数有关。晶间的白亮区域即共晶组织,经1250°C固溶处理后在图6(a)中可以看到共晶组织明显尺寸变狭长大且数量增多,由于在该温度固溶处理后,试样表层发生了再结晶,在晶粒长大后后期,由于元素偏析,晶粒与晶粒之间(即晶界处)溶质成分达到共晶点,析出大量共晶 γ/γ' 相,同时由于元素的浓度不同导致的扩散效应,析出的共晶相尺寸狭长[5]。共晶组织是高温合金内的有害组织,对高温合金的力学性能有着不利影响,因此在试样热处理的过程中,选择合理的固溶温度,避免再结晶以及新的共晶相的产生。

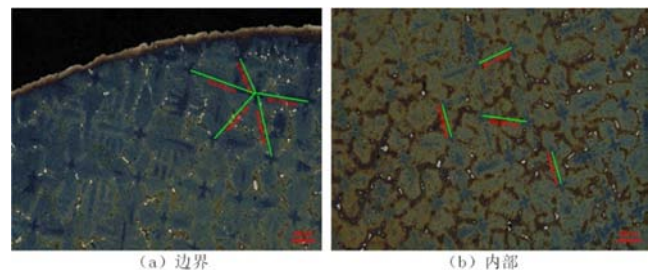


图6 1250°C固溶后枝晶组织。

图7,图8分别为不同喷砂应力下的试样经固溶处理后的再结晶金相组织,经0.4Mpa喷砂时,可以看到经1180°C,1200°C固溶时,并未发生再结晶,在1220°C,1250°C

固溶时则发生了再结晶，在边界处可以看到一条淡色的白线，即为再结晶晶界。而经0.7Mpa喷砂的试样，在固溶处理后均发生了再结晶，边缘处的晶界更为明显。表层处白

色区域为贫化层，与Al、Ti的熔点较低，表层处的Al、Ti发生了挥发和氧化有关。

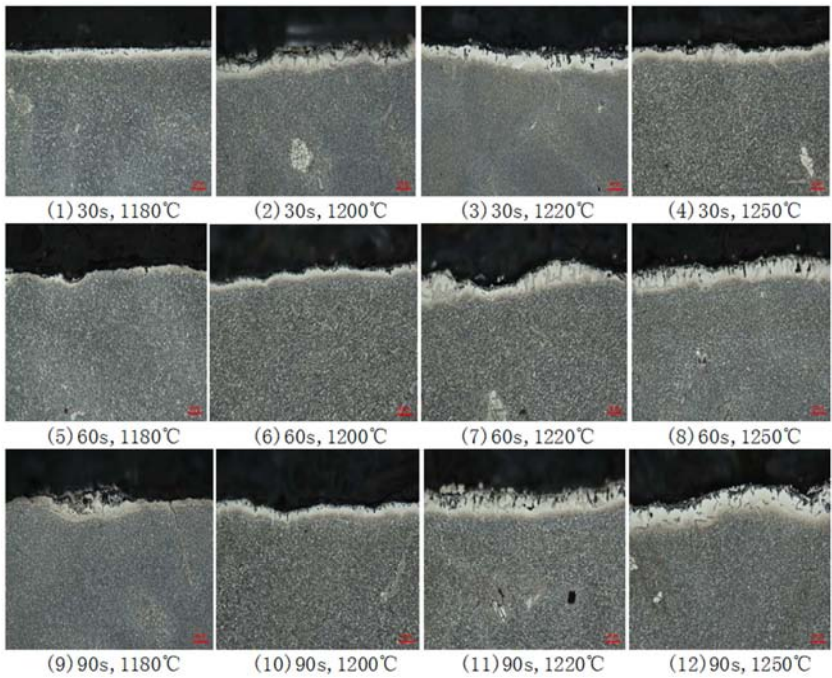


图7 (1)~(12) 分别0.4MPa喷砂后，不同喷砂时间（30s、60s、90s）经不同固溶温度（1180℃、1200℃、1220℃、1250℃）处理后的边界再结晶金相组织。

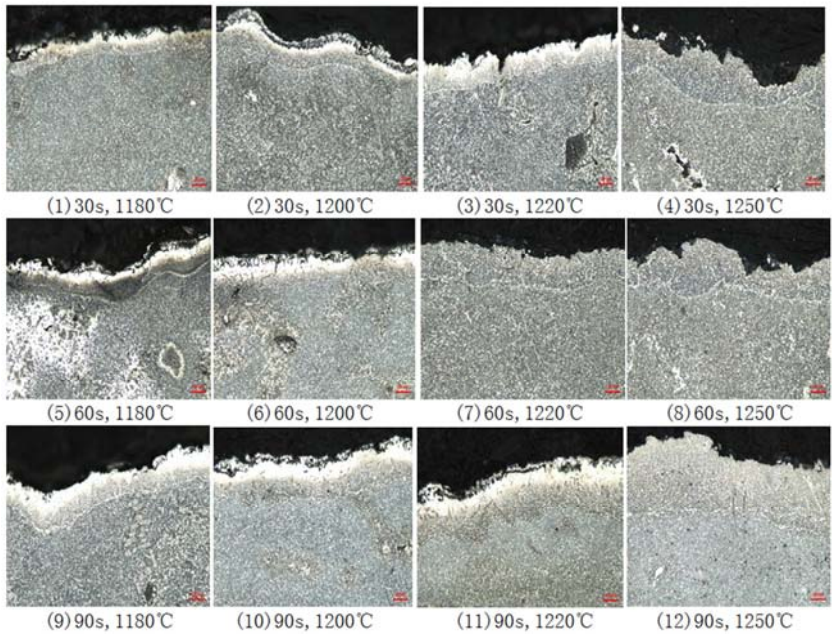


图8 (1)~(12) 分别0.7MPa喷砂后，不同喷砂时间（30s、60s、90s）经不同固溶温度（1180℃、1200℃、1220℃、1250℃）处理后的边界再结晶金相组织。

在金相下的再结晶区域取三组测量数据，取平均值，即代表再结晶层深度。测量结果如下表1所示。

图9为再结晶层深度随固溶温度及喷砂时间的变化趋势。由图可知，再结晶层深度随着固溶温度以及喷砂时间的增加而增加；喷砂应力增加，再结晶层深度明显增大。 γ' 相溶解是再结晶产生的重要条件[6]，文献上溶解温度在

1220℃左右[7]，对于0.4Mpa喷砂试样，在低于1220℃固溶温度处理时，并未发生再结晶。0.7MPa喷砂，低于1220℃固溶，少量 γ' 相溶解，再结晶层增加缓慢，高于1220℃时，再结晶层深度相对加快。一方面可能是由于表层处为应力集中区域，固溶处理过程中，由于Al、Ti等元素的挥发，表层区域已经不再是纯粹的单晶高温合金组织，在表层处

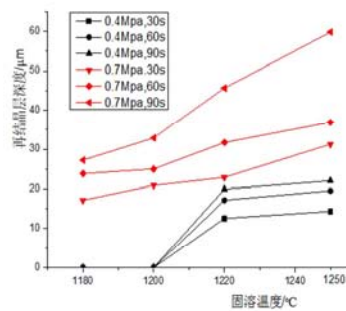
极易形核产生再结晶[8]; 另一方面也可能由于合金状态的差异导致不同热处理温度下的 γ' 相溶解温度的差异[9], 导致再结晶层深度变化的不同。

再结晶深度的增加整体上随着喷砂时间逐渐变缓, 由于喷砂使得试样表面产生了塑性变形层, 尽管喷砂时间在

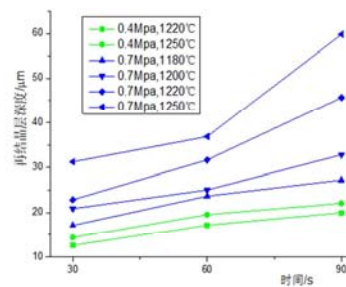
增加, 但表面的变形层向深处拓展较为困难, 即残余应力大小与喷砂时间并非正向线性相关, 从而看到再结晶层深度的增加整体上随喷砂时间的增加呈逐渐变缓的趋势。

表1 喷砂后固溶再结晶深度测量表。

固溶温度/°C		1180	1200	1220	1250
再结晶层深度/ μm	喷砂时间/s				
0.4Mpa	30s	—	—	12.58	14.37
	60s	—	—	17.19	19.56
	90s	—	—	20.00	22.08
0.7Mpa	30s	17.16	20.90	22.89	31.26
	60s	23.68	25.04	31.69	36.85
	90s	27.24	32.84	45.67	59.82



(a) 再结晶深度随固溶温度变化



(b) 再结晶深度随时间的变化

图9 再结晶随固溶温度以及喷砂时间演变规律。

3.3. 固溶处理后的显微组织

固溶后试样内部的显微组织如图10所示。用imagepro测量 γ' 相尺寸, 得到的结果如下图11所示。 γ' 相尺寸由1180°C的0.4468 μm , 到1200°C增加为0.5571 μm , 1220°C略微下降为0.5440 μm , 在1250°C, γ' 相尺寸明显增大, 变为

0.6365 μm 。固溶的目的为了溶解强化相, 获得细小均匀的组织, 从而提高合金的综合性能。因此对于单晶高温合金M4761而言, 最好的固溶温度应该在1180°C左右, 此时 γ' 相细小均匀且致密, 使得单晶高温合金拥有好的高温力学性能[10]。

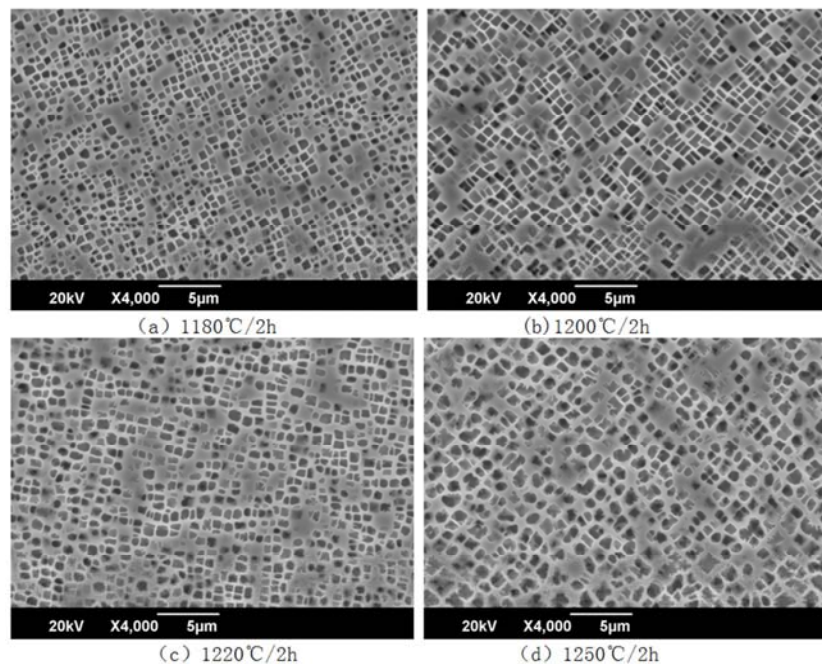


图10 M4761合金经不同固溶温下处理后显微组织。

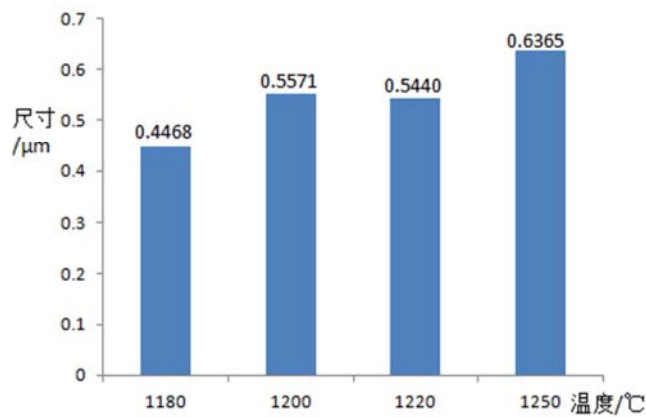


图11 不同温度固溶后 γ' 尺寸统计。

图12为单晶高温合金M4761经0.7MPa,30s喷砂后在1180℃/2h固溶后的再结晶晶界组织，在图中可以看到明

显的再结晶晶界，晶界处 γ' 相富集，晶界由粗大的 γ' 相组成[11]。在发生再结晶区域，可以看到 γ' 相尺寸较小，形状呈雪花状，且由边缘到内部尺寸逐渐变大。未发生再结晶区域，可以看到尺寸相对规整，大而均匀的 γ' 相。

由于晶界结构比晶内结构疏散，溶质原子在晶内的能量比晶界处高[12]，从而溶质原子有自发向晶界偏聚的倾向，Al,Ta等 γ' 相形成元素易于在晶界处聚集，晶界处易于形成尺寸较大 γ' 相[13]，由此可以看到图中所示的晶界形貌。 γ' 相溶解发生再结晶的重要条件，图中看到的 γ' 相是再结晶过程中二次析出的[14]。同时由于某些合金元素的熔点较低，如Al,Ti等[15]，在固溶处理过程（真空度 10^{-2} Pa）中表层处该元素容易发生挥发和氧化，作为 γ' 相的形成元素，从边缘到晶界处含量逐渐降低，从而 γ' 相尺寸从晶界到边缘尺寸逐渐减小。

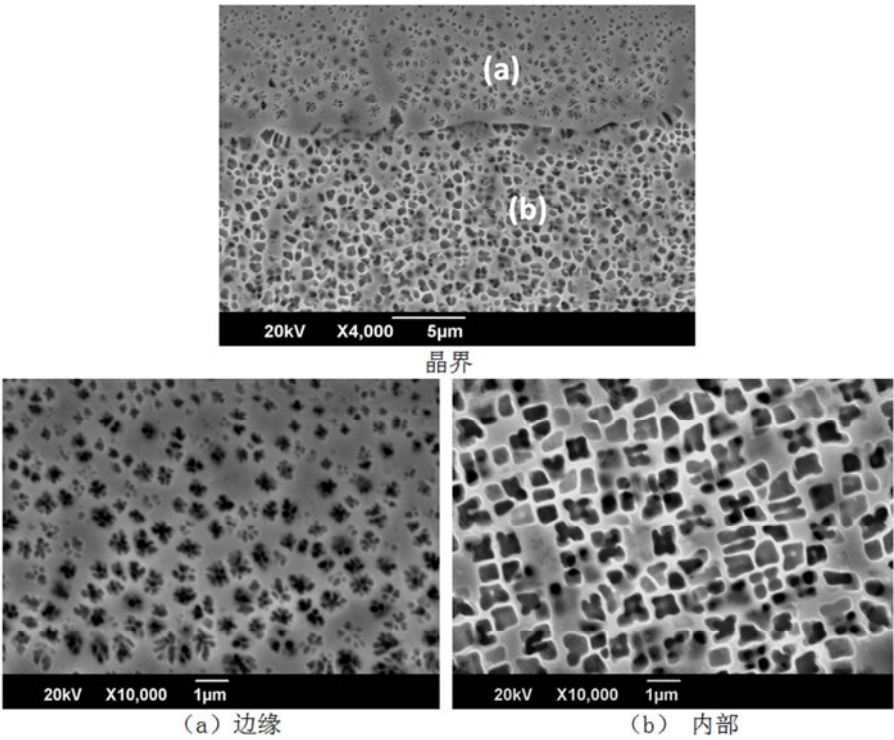


图12 M4761合金经60s喷砂后经1250℃/2h固溶处理后的边界再结晶组织。

4. 结论

- 1) 试样在喷砂后经固溶处理，当固溶温度达到 γ' 相溶解温度时，再结晶层深度增长较快，未达到 γ' 相溶解温度，再结晶层深度增长较慢或不发生再结晶。
- 2) 再结晶层深度随着喷砂时间以的增加而增加；但随着时间的增加，增长速率整体上逐渐变缓。
- 3) 1180℃左右对于单晶高温合金M4761的固溶效果最好，得到细小的 γ' 相且组织均匀。
- 4) 晶界由粗大的 γ' 相组成，且再结晶区域，从试样边缘到晶界， γ' 相尺寸逐渐增大。

参考文献

[1] 胡壮麟，刘丽荣，金涛，等.镍基单晶高温合金发展[J].航空发动机，2005,31（3）：1-7。
[2] 刘丽荣，祖国庆，黄景盛，等.单晶高温合金再结晶的影响因素[J].材料热处理学报，2013,34（3）：55-59。
[3] 孙永辉，高强，唐晓华，等.DD5单晶高温合金在长期时效和持久性能试验中的 γ' 相演化.[J]铸造，2018.1-3。

- [4] 王志刚, 赵京晨, 燕平, 等. 一种镍基单晶高温合金的再结晶[J]. 钢铁研究学报, 2008.2-5。
- [5] 曲彦平, 刘丽荣, 祖国庆, 等. DD6单晶高温合金热处理过程中的再结晶组织演化[J]. 材料工程, 2011, (8): 14-18。
- [6] BOND S D, MARTIN JW. Surface recrystallization in a single crystal nickel-based superalloys [A]. Superalloys 2000 [C]. Warrendale: TMS, 2000. 229-238.
- [7] 陶春虎, 张卫方, 施惠基, 等. 定向凝固高温合金的再结晶[M]. 北京: 国防工业出版社, 2007。
- [8] 师昌绪, 仲增墉. 我国高温合金的发展与创新[J]. 金属学报, 2010, 46: 1281-1288。
- [9] 蒋立武, 李树索, 邱自成, 韩雅芳. 抽拉速率对 Ni3Al 基单晶合金 IC6SX 凝固组织和高温持久性能的影响[J]. 金属学报, 2009, 45: 547-552。
- [10] 杨富民, 孙晓峰, 管恒荣等. K40S 钴基高温合金的高温低周疲劳行为-疲劳性能[J]. 金属学报, 2002, 38 (10): 1047-1052。
- [11] 刘维维, 唐定中. 抽拉速率对 DD6 单晶高温合金凝固组织的影响[J]. 材料工程, 2006, 1: 16-18。
- [12] Wang L, Xie G, Lou L H. Effect of carbon content on the recrystallization of a single crystal nickel-based superalloy [J]. Materials letter, 2013, 109: 154- 157.
- [13] Shi Z X, Liu S Z, Wang X G, et al. Effects of heat treatment on surface recrystallization and stress rupture properties of a fourth-generation single-crystal superalloy after grit blasting [J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2017, 30 (7): 614-620.
- [14] Suzuki S, Sakaguchi M, Inoue H. Temperature dependent fatigue crack propagation in a single crystal Ni-base superalloy affected by primary and secondary orientations [J]. Materials Science & Engineering A, 2018, 724.
- [15] ZHOU Z J, WANG L, WANG D, et al. Effect of secondary orientation on room temperature tensile behaviors of Ni-base single crystal superalloys [J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 659: 130-142.