



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102071385 A

(43) 申请公布日 2011. 05. 25

(21) 申请号 200910220150. 2

(22) 申请日 2009. 11. 25

(71) 申请人 中国科学院金属研究所

地址 110015 辽宁省沈阳市沈河区文化路
72 号

(72) 发明人 谢光 张健 楼琅洪

(74) 专利代理机构 沈阳晨创科技专利代理有限
责任公司 21001

代理人 张晨

(51) Int. Cl.

C22F 1/10 (2006. 01)

C23C 8/00 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法

(57) 摘要

本发明提供了一种控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在於:采用渗碳结合循环回复热处理工艺对已产生变形的定向凝固镍基高温合金进行热处理,然后对合金进行标准固溶处理;其中渗碳工艺为微弧火花渗碳,渗碳材料为石墨电极,渗碳工艺参数为:频率:1000~5000HZ,功率:500~3000W,电压:20~100V;循环回复热处理工艺每个周期的最高热处理温度比合金的固溶温度至少低 20℃,每个周期的最低热处理温度不低于合金的时效热处理温度,循环周期为 3~10 个周期。该方法能够减少合金表面再结晶形核,抑制再结晶长大,降低变形合金的储存能,从而控制再结晶,使镍基高温合金变形后产生的再结晶显著减少。

1. 一种控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:采用渗碳结合循环回复热处理工艺对已产生变形的定向凝固镍基高温合金进行热处理,然后对合金进行标准固溶处理;

其中渗碳工艺为微弧火花渗碳,渗碳材料为石墨电极,渗碳工艺参数为:频率:1000~5000HZ,功率:500~3000W,电压:20~100V;

循环回复热处理工艺每个周期的最高热处理温度比合金的固溶温度至少低20℃,每个周期的最低热处理温度不低于合金的时效热处理温度,循环周期为3~10个周期。

2. 按照权利要求1所述控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺所用设备为微弧火花加工机3H-ES-1500。

3. 按照权利要求1所述控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺频率为1000~2000HZ。

4. 按照权利要求1所述控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺功率为1000~3000W。

5. 按照权利要求1所述控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺电压为50~80V。

6. 按照权利要求1所述控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺中,起始周期最低热处理温度为合金的时效温度,最高热处理温度比合金的固溶温度低100~150℃,随后的周期内最高热处理温度和最低热处理温度依次增加20~30℃。

7. 按照权利要求1所述控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺最高热处理温度与最低热处理温度之间的升温速率与降温速率为2~8℃/min。

8. 按照权利要求1所述控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺循环周期为3~6个周期。

9. 按照权利要求1所述的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺结束后,以炉冷或空冷的方式冷却。

一种控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法

技术领域

[0001] 本发明涉及再结晶控制技术,特别涉及一种渗碳结合循环回复热处理工艺控制定向凝固柱状晶或单晶镍基高温合金再结晶的技术。

背景技术

[0002] 燃气轮机、航空发动机叶片都是在较高温度下使用,且叶片主要受离心力作用,而在高温下,晶界的强度不如晶内强度,横向晶界就成了叶片的薄弱环节。为此,人们发展了定向柱晶甚至单晶叶片来消除横向晶界或全部晶界。与传统多晶叶片相比,这些叶片具有更好的纵向机械性能和更高的承温能力。

[0003] 但是,叶片在定向凝固过程中,由于金属与陶瓷铸型、型芯热膨胀系数的差异,铸件会产生变形。随后的整形、喷砂、钎焊甚至服役过程中也有可能产生变形。这样,叶片经高温处理(固溶处理或服役过程中的高温)就会产生再结晶。再结晶产生横向晶界,于是又形成了叶片的薄弱环节,严重影响叶片的性能。

[0004] 目前,对于定向凝固叶片产生的再结晶,采取的措施主要是控制叶片的变形(如尽量减少机械加工,优化设计铸型、型芯等)来预防叶片产生再结晶,或者建立叶片再结晶标准,严格检测,超过某一程度再结晶的叶片即行报废。

[0005] 由于叶片在生产过程中不可避免要经过某些工序(如喷砂等),这些工序所产生的变形就无法避免。因此而带来的再结晶会大幅度降低铸件合格率,增加成本,严重影响生产效率。

[0006] 对于再结晶的控制,国外有一些相关的报道。欧洲专利(专利号:EP1038982 A1)采用气体(主要是CO与氩气的混合气体)渗碳的方法将碳扩散到合金基体中形成碳化物,利用碳化物粒子阻碍晶界迁移的作用来控制再结晶和使再结晶局部化。该方法所使用的设备较复杂,操作较繁琐,成本高,以控制生长的方法控制再结晶,而且主要应用于单晶合金。美国专利(专利号:5551999)采用较低温度反复回复的方法来控制再结晶,该方法不能抑制再结晶表面形核和氧化。还有采用涂层里面加入晶界强化元素的方法来强化再结晶晶界,避免裂纹产生(专利号:EP 1036850A1),该方法主要针对单晶镍基高温合金,而且该方法对于涂层过程中带来的应力没有加以考虑。更有甚者,采用化学腐蚀的方法直接将再结晶层腐蚀去除(专利号:5413648)。该方法虽然能够去除再结晶层,但是对于薄壁单晶或者定向柱晶镍基高温合金部件显然不适用。

发明内容

[0007] 本发明目的是提供一种控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,通过渗碳结合循环回复热处理工艺减少合金表面再结晶形核,抑制再结晶长大,降低变形合金的储存能,从而控制再结晶,使镍基高温合金变形后产生的再结晶显著减少。特别对于均匀变形所产生的再结晶的控制作用更加显著,与没有经过上述处理而直接固溶所产生的再结晶比较,再结晶深度减小,再结晶所占面积明显减小。

[0008] 本发明具体提供了一种控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:采用渗碳结合循环回复热处理工艺对已产生变形的定向凝固镍基高温合金进行热处理,然后对合金进行标准固溶处理;

[0009] 其中渗碳工艺为微弧火花渗碳,渗碳材料为石墨电极,渗碳工艺参数为:频率:1000~5000HZ,功率:500~3000W,电压:20~100V;

[0010] 循环回复热处理工艺每个周期的最高热处理温度比合金的固溶温度至少低 20℃,每个周期的最低热处理温度不低于合金的时效热处理温度,循环周期为 3~10 个周期。

[0011] 本发明利用微弧火花渗碳工艺对已变形的定向凝固镍基高温合金进行渗碳处理,然后对合金进行循环回复热处理,最后将合金做标准固溶处理。由于微弧火花渗碳覆盖合金变形表面,一方面可以抑制合金氧化和再结晶表面形核,另一方面其生成的碳化物粒子可以阻碍再结晶晶粒长大;循环回复热处理工艺可以消除渗碳带来的残余应力,降低变形合金的储存能,从而达到控制再结晶的目的。

[0012] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺所用设备为微弧火花加工机 3H-ES-1500。

[0013] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺频率为 1000~2000HZ。

[0014] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺功率为 1000~3000W。

[0015] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述渗碳工艺电压为 50~80V。

[0016] 适当的功率、电压和频率能保证获得适当深度的渗碳层,还能避免损伤合金基体和过度的残余应力。

[0017] 本发明提供的消除定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺具体步骤为:缓慢升温到循环回复热处理起始温度(如图 1 所示 T_1),起始周期中最低热处理温度 T_1 为合金的时效温度,最高热处理温度(如图 1 所示 T_2)比合金的固溶温度低 100~150℃,随后的周期内最高热处理温度和最低热处理温度依次增加 20~30℃。

[0018] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺最高热处理温度与最低热处理温度之间的升温速率与降温速率为 2~8℃/min。

[0019] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺循环周期为 3~6 个周期。这样既能保证达到较好的回复效果,又能适当的提高生产效率。

[0020] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,其特征在于:所述循环回复热处理工艺结束后,以炉冷或空冷的方式冷却。

[0021] 本发明提供的控制定向凝固镍基高温合金再结晶方法,方法具有以下优点:其渗碳工艺为微弧火花渗碳,该工艺设备简单,操作简易可行,比气体渗碳方便得多;所用材料为石墨电极,相对于气体渗碳使用的 CO 和氩气,该材料取材方便,价格便宜,便于存放;渗碳层覆盖合金表面,可以减少表面再结晶形核和合金氧化,渗碳形成的第二相粒子阻碍再

结晶长大；循环回复热处理降低了渗碳工艺引入的残余应力，消耗了变形合金基体的储存能，有利于减少再结晶。

附图说明

[0022] 图 1 循环回复热处理工艺示意图；

[0023] 图 2 喷砂变形定向凝固镍基高温合金后，直接固溶处理所产生的再结晶组织；

[0024] 图 3 喷砂变形定向凝固镍基高温合金后，渗碳结合循环回复热处理工艺处理后再经过固溶处理所产生的再结晶组织。

具体实施方式

[0025] 比较例 1 渗碳控制 DZ125L 定向凝固合金再结晶。

[0026] 定向凝固设备制备出定向凝固镍基高温合金板，用线切割从板上切取 $3 \times 12 \times 12 \text{mm}$ 的薄片。将 12×12 （定向柱晶生长方向）的面磨光，用微弧火花加工机进行渗碳处理。渗碳工艺设备为微弧火花加工机 3H-ES-1500，微弧火花加工机频率为 1000HZ，功率为 1000W，电压为 50V。渗碳处理过程要尽量保持表面渗碳层的均匀。然后用水喷砂设备做喷砂处理。喷砂参数如下：喷砂压力为 0.3MPa，喷砂时间为 1min，砂粒为 SiO_2 玻璃球。

[0027] 将样品用酒精清洗干净，开启热处理炉，进行真空标准固溶处理，空冷后将样品切开观察产生的再结晶组织。经过上述处理的样品，平均再结晶深度为 18 微米，而没有经过上述处理直接固溶的样品平均再结晶深度为 30 微米，再结晶连续且再结晶深度大（如图 2 所示）。

[0028] 实施例 1 渗碳结合循环回复热处理控制 DZ125L 定向凝固镍基高温合金再结晶。

[0029] 定向凝固设备制备出定向凝固镍基高温合金板，用线切割从板上切取 $3 \times 12 \times 12 \text{mm}$ 的方块。将 12×12 （定向柱晶生长方向）的面磨光，用微弧火花加工机进行渗碳处理。渗碳工艺设备为微弧火花加工机 3H-ES-1500，微弧火花加工机频率为 1000HZ，功率为 1000W，电压为 50V。渗碳处理过程要尽量保持表面渗碳层的均匀。然后用喷砂装置对样品进行喷砂处理。喷砂参数如下：喷砂压力为 0.3MPa，喷砂时间为 1min，砂粒为 SiO_2 玻璃球。

[0030] 接下来开启热处理炉，设定热处理程序为：室温升温到 900°C 时间 90min， 900°C 到 1100°C 30min，即保证约 $6^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率， 1100°C 到 920°C 60min，即保证约 $3^\circ\text{C}/\text{min}$ 的降温速率。接下来的周期内，对应的温度逐步提高 20-30 $^\circ\text{C}$ ，直到最高温度达到 1190°C 为止，当温度再次到达 900°C 时将时间设定为 0，即炉冷。循环回复热处理过程中，保持上述升温 and 降温速率。按照设定程序热处理后，将合金样进行标准固溶处理，空冷后将合金样品切开，观察产生的再结晶组织。经过上述处理的样品再结晶深度为 12 微米（图 3），而没有经过上述处理直接固溶处理的样品再结晶深度为 30 微米（图 2）。

[0031] 实施例 2 渗碳结合循环回复热处理控制 DZ17G 定向凝固镍基高温合金再结晶。

[0032] 定向凝固设备制备出定向凝固镍基高温合金板，用线切割从板上切取 $3 \times 12 \times 12 \text{mm}$ 的方块。将 12×12 （定向柱晶生长方向）的面磨光，用微弧火花加工机进行渗碳处理。渗碳工艺设备为微弧火花加工机 3H-ES-1500，微弧火花加工机频率为 1000HZ，功率为 1000W，电压为 50V。渗碳处理过程要尽量保持表面渗碳层的均匀。然后用喷砂装置对

样品进行喷砂处理。喷砂参数如下：喷砂压力为 0.3MPa，喷砂时间为 1min，砂粒为 SiO₂ 玻璃球。

[0033] 接下来开启热处理炉，设定热处理程序为：室温升温到 900℃ 时间 90min，900℃ 到 1100℃ 30min，即保证约 6℃ /min 的升温速率，1100℃ 到 920℃ 60min，即保证约 3℃ /min 的降温速率。接下来的周期内，对应的温度逐步提高 20-30℃，直到最高温度达到 1190℃ 为止，当温度再次到达 900℃ 时将时间设定为 0，即炉冷。循环回复热处理过程中，保持上述升温 and 降温速率。按照设定程序热处理后，将合金样进行标准固溶处理，空冷后将合金样品切开，观察产生的再结晶组织。经过上述处理的样品平均再结晶深度为 16 微米，而没有经过上述处理直接固溶处理的样品平均再结晶深度为 40 微米。

[0034] 实施例 3 渗碳结合循环回复热处理控制 DZ125L 定向凝固镍基高温合金再结晶。

[0035] 定向凝固设备制备出定向凝固镍基高温合金板，用线切割从板上切取 3×12×12mm 的方块。将 12×12（定向柱晶生长方向）的面磨光，用微弧火花加工机进行渗碳处理。渗碳工艺设备为微弧火花加工机 3H-ES-1500，微弧火花加工机频率为 1000HZ，功率为 2000W，电压为 50V。渗碳处理过程要尽量保持表面渗碳层的均匀。然后用喷砂装置对样品进行喷砂处理。喷砂参数如下：喷砂压力为 0.3MPa，喷砂时间为 1min，砂粒为 SiO₂ 玻璃球。

[0036] 接下来开启热处理炉，设定热处理程序为：室温升温到 900℃ 时间 90min，900℃ 到 1100℃ 25min，即保证约 8℃ /min 的升温速率，1100℃ 到 920℃ 90min，即保证约 2℃ /min 的降温速率。接下来的周期内，对应的温度逐步提高 20-30℃，直到最高温度达到 1190℃ 为止，当温度再次到达 900℃ 时将时间设定为 0，即炉冷。循环回复热处理过程中，保持上述升温 and 降温速率。按照设定程序热处理后，将合金样进行标准固溶处理，空冷后将合金样品切开，观察产生的再结晶组织。经过上述处理的样品再结晶深度为 10 微米，而没有经过上述处理直接固溶处理的样品再结晶深度为 30 微米（图 2）。

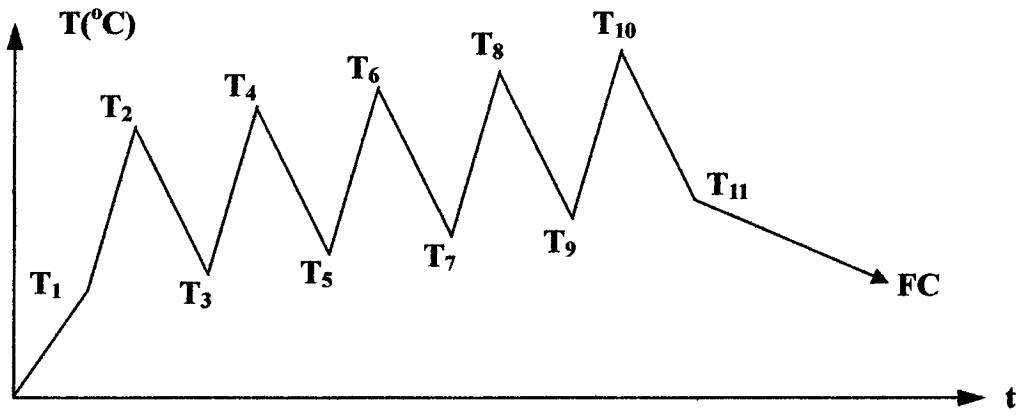


图 1

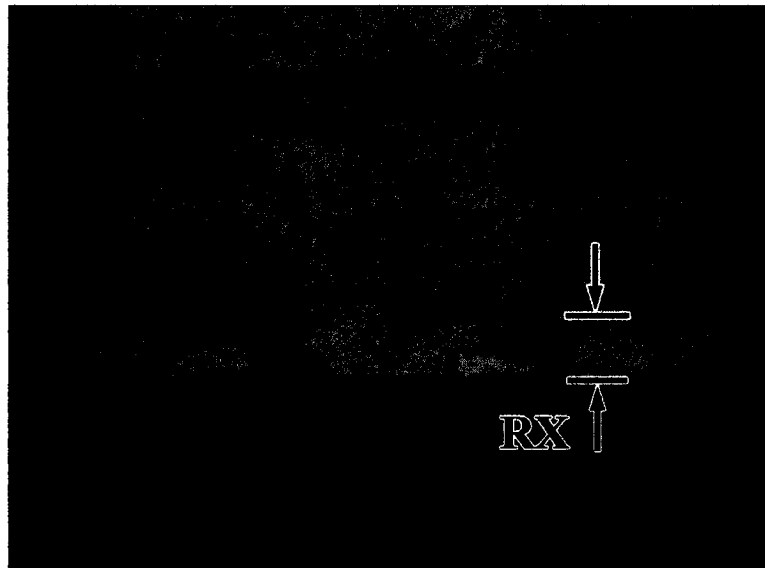


图 2



图 3