

DD6 合金真空热处理表面污染研究

北京航空材料研究院 (100095) 张善庆

DD6 合金是我国设计、生产的第二代镍基单晶高温合金,适用于制作 1100℃ 以下工作的燃气涡轮叶片等高温零件。该合金固溶处理的加热温度高 (1290 ~ 1315℃)、加热时间长 (总时间 7h),技术条件中规定叶片等表面不加工的零件应在真空下进行热处理。但是,真空热处理时真空炉的结构材料中的合金元素渗入零件表面而产生污染。本文拟对不同真空加热温度、不同真空度和不同真空充氩气压力下试样受外来元素的污染情况开展较全面的测试分析,以寻求解决合金元素污染的方法与措施,为制定合理的真空热处理工艺,提供试验依据及工艺手段。

1. 试验材料和方法

(1) 试样加工 根据表 1 的技术条件规定配制 DD6 合金,通过真空熔炼和重熔,浇注成试棒,加工成 $\phi 10\text{mm} \times 5\text{mm}$ 的试样。

表 1 DD6 合金的成分规定 (质量分数) (%)

元素	Al	Cr	Co	Ni	Mo	Ta	W	Re
Q/6S1678	5.2 ~ 6.2	3.8 ~ 4.8	8.5 ~ 9.5	其余	1.5 ~ 2.5	6.0 ~ 8.5	7.0 ~ 9.0	1.6 ~ 2.4

(2) 试样热处理 真空加热温度: 1295℃、1305℃、1315℃、1325℃; 加热时间: 4h; 真空度: $\sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 、 $\sim 5 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 、 $\sim 1 \times 10^{-2}\text{Pa}$; 真空充氩气压力 (分压压力): 1 ~ 10Pa、70 ~ 90Pa、200Pa、300Pa。

目前,生产中采用固定常用真空度。预抽时,开扩散泵抽空,升温时就采用充氩气分压至 80Pa。

(3) 试样表面合金元素含量测量 采用捷克生产的 TS5136XM 型扫描电子显微镜所带的 INCA250 能谱仪,在试样表面的一定面积上测量合金元素的含量。

2. 试验结果与讨论

(1) 试样的成分 将 4 个真空处理试样打磨去掉 0.5mm,测量心部的合金元素含量,取其平均值作为

DD6 合金基体的成分,以便于试样表面测量结果的比较分析,结果见表 2。

表 2 DD6 合金的成分 (质量分数) (%)

序号	Al	Cr	Co	Ni	Mo	Ta	W	Re
1	6.20	4.36	9.06	58.90	1.54	7.75	9.77	2.88
2	8.00	4.40	8.83	58.54	1.56	7.06	8.36	3.26
3	5.57	4.49	9.07	61.55	1.72	6.35	9.09	2.77
4	6.18	4.45	9.29	60.65	—	6.91	9.04	2.81
平均	6.49	4.43	9.06	59.91	1.61	7.02	9.07	2.93

比较表 1 和表 2 中的数据,试验所用试样的成分基本符合 DD6 合金成分技术条件的规定。

(2) 不同真空度条件下,合金元素污染对试样表面的影响 从表 3 中的数据还可以看出,在低真空度下,Mo 的含量与基体基本相同,而高 ($\sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$)、中 ($\sim 5 \times 10^{-2}\text{Pa}$) 真空度下 Mo 含量显著增加,高达 $w_{\text{Mo}} = 32\%$ 。检测分析结果表明:这是真空炉加热体 Mo 带蒸发、沉积所致。

表 3 不同真空度条件下,合金元素污染对试样表面的影响 (质量分数)

序号	真空度/Pa	B (%)	Mo (%)
1	$\sim 5 \times 10^{-3}$	48.93	31.98
2	$\sim 5 \times 10^{-2}$	43.39	32.66
3	$\sim 1 \times 10^{-2}$	1.48	1.96
平均	—	—	1.61

最值得注意的是,高 ($\sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$)、中 ($\sim 5 \times 10^{-2}\text{Pa}$) 真空度下试样表面的 B 含量显著增加,高达 $w_{\text{B}} = 49\%$,而低 ($\sim 1 \times 10^{-2}\text{Pa}$) 真空度的 B 很少,这也与真空炉加热体 Mo 带及固定螺栓等结构材料中含有 B 元素有关。高温、高真空度下, B 元素蒸发并沉积在试样的表面,造成试样表面严重的污染。如果污染了叶片零件表面,将会大大降低叶片的高温性能和

使用寿命。

(3) 温度对高真空度下试样表面合金元素污染的影响 从表4中的数据还可以看出,试样表面的Mo含量显著增加,高达 $w_{Mo}=35\%$,而且随温度的降低Mo含量有下降的趋势。这仍然是真空炉加热体Mo带蒸发所致,温度,低蒸发、沉淀的就少。另外,各个温度下试样表面的B含量显著增加,高达 $w_B=49\%$,这也是真空炉加热体Mo带及固定螺栓等结构材料中的B元素蒸发、沉积的结果。

表4 温度对高真空度下试样表面合金元素污染的影响(质量分数)

序号	温度/℃	B (%)	Mo (%)
1	1325	37.97	33.81
2	1315	48.93	31.98
3	1305	46.16	35.27
4	1295	44.34	24.38
平均	—	—	1.61

(4) 温度对试生产用真空度下试样表面合金元素污染的影响 从表5中的数据还可以看出,试样表面的Mo含量显著增加,最高达 $w_{Mo}=12\%$,而1310~1330℃温度下试样表面的B含量也显著增加,高达 $w_B=42\%$,这是真空炉加热体Mo带蒸发所致。

表5 温度对试生产用真空度下试样表面合金元素污染的影响(质量分数)

序号	温度/℃	B (%)	Mo (%)
1	1330	39.11	6.62
2	1320	39.10	6.62
3	1310	42.06	11.76
4	1300	—	5.07
5	1290	—	5.43
平均	—	—	1.61

(5) 分压压力对试样表面合金元素污染的影响 从表6中的数据还可以看出,充氩气压力低的试样表面的Mo含量也显著增加,最高达 $w_{Mo}=34\%$ 。

表6 分压压力对试样表面合金元素污染的影响(质量分数)

序号	充氩气压力/Pa	B (%)	Mo (%)
1	1~10	41.50	15.83
2	70~90	—	34.59
3	200	—	—
4	300	—	—
平均	—	—	1.61

(6) 真空炉加热体Mo带及固定螺栓化学成分测定

为了查找真空度高时试样表面Mo、B元素含量显著增加而造成污染的原因,对真空炉加热体Mo带及固定螺栓的化学成分进行了能谱分析和化学分析,结果见表7。

表7 真空炉加热体Mo带及固定螺栓

化学成分测定结果(质量分数) (%)

螺栓型号	B	O	Al	Mo	Pb
Mo-belt (EDAX)	38.73	1.85	0.16	59.26	—
Mo-belt (CAX)	0.005	—	—	99.995	—
Mo-bolt (EDAX)	36.59	3.57	—	57.64	2.21
Mo-bolt (CAX)	0.005	—	—	99.995	—

结果表明,Mo带及固定螺栓的化学成分基本相似,只是能谱分析的数值远大于化学分析。以化学分析结果为准,二者均为Mo、B合金。可以认为,试样表面Mo、B元素的污染源就是真空炉的加热体Mo带及固定螺栓。这一结果提示我们,加热体为Mo、B合金带的真空炉,在高温、高真空度下使用时,会造成零件表面严重的Mo、B元素污染,值得严重注意。

3. 结语

(1) 充氩气(分压)压力为1~10Pa和高、中真空度下,试样表面的Mo、B含量显著增加,这是真空炉加热体与隔热体蒸发的Mo、B沉积在试样表面的结果。

(2) 加热体为Mo、B合金带的真空炉,在高温、高真空度下使用时,会造成零件表面严重的Mo、B元素污染。**MW**

(20101208)

《金属加工(冷加工)》2011年第3期要目

ARJ21钛合金滑轨的机械加工

硬质合金钢板钻的开发

矩形高速钢刀片用于车工切刀

数控机床机械结构设计分析

大型卧式加工中心高速主轴油气润滑系统的应用

数控机床进给系统必须惯量匹配

挡尘盘冲压工艺分析及模具设计

数控加工中工件自动设置在机测量新方法

CW6163车床重载不能启动的故障排除

数控机床加工尺寸不准的原因探讨

FANUC宏程序实现主轴多点定位

一种高速刚性攻螺纹快捷调试方法和策略

FeatureCAM在数控车实训中的应用