"盐浴"冷却温度对 FGH95 合金组织与 持久性能的影响

谢 君1,田素贵1,周晓明2

(1. 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 110870 沈阳; 2. 北京航空材料研究院, 100095 北京)

摘 要:通过对不同工艺处理的 FGH95 合金进行组织形貌观察及持久性能测试,研究了"盐浴"温度对合金 组织与持久性能的影响.结果表明:经1150 ℃固溶及650 ℃盐浴冷却时和时效处理后,细小γ′相在晶内弥 散析出,且少量碳化物在合金中弥散分布;随盐浴温度降低,细小γ′相尺寸逐渐减小,碳化物数量增加.当盐 浴冷却温度降低到520 ℃,合金中细小γ′相尺寸进一步减小,且较多细小碳化物在晶内弥散析出,可改善晶 内强度,使合金在实验条件下具有较长持久寿命.

关键词: FGH95 合金;盐浴温度;组织结构;持久性能;变形特征 中图分类号: TG156.34 文献标志码: A 文章编号: 0367 - 6234(2012)09 - 0118 - 05

Influence of molten salt cooling temperatures on microstructure and stress rupture properties of FGH95 Ni-based superalloy

XIE Jun¹, TIAN Su-gui¹, ZHOU Xiao-ming²

(1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, 110870 Shenyang, China;2. Beijing Institute of Aeronautical Materials, 100095 Beijing, China)

Abstract: By means of microstructure observation and enduring properties measurement, an investigation has been made to study the influence of the molten salt cooling temperatures on microstructure and stress rupture properties of FGH95 Ni-based superalloy. The results show that, when the alloy solution treated at 1 150 °C is quenched in molten salt at 650 °C and aged, the fine γ' phase dispersedly precipitates in the grain, and less carbide phase distributes in the alloy. With the molten salt temperature decreases, the size of fine γ' phase decreases gradually, but the amount of the carbides increases. When the molten salt temperature is 520 °C the size of fine γ' phase decreases gradually, but the amount of the carbides further, and there are more carbide particles which discontinuously precipitate in the grain and along the grain boundaries. The carbide particles are dispersedly precipitated in the grain, which improves the grain strength and makes the alloy possess longer enduring life under the experimental condition.

Key words: FGH95 nickel-base superalloy; molten salt temperature; microstructure; enduring properties; deformation feature

随着航天技术的迅速发展,要求航空各部件 (尤其发动机涡轮盘)具有更高的完整性和安全 性,并在使用条件下具有较高的蠕变抗力和持久

- 基金项目:国家自然科学基金资助项目(50571070).
- 作者简介:谢 君(1986—),男,博士研究生.

强度^[1-3].由于传统的变形高温合金随着合金化 程度的不断提高,合金组织的不均匀,元素严重地 偏析,使得合金的热加工性能恶化;由于粉末镍基 合金具有成分均匀,较高的抗拉和屈服强度等优 点,被认为是制造航空发动机涡轮盘的新型 合金^[4-7].

FGH95 粉末合金是以 γ′(Ni₃Al)相沉淀强化 的新型合金,并在 650 ℃条件下具有较高的屈服

收稿日期: 2011-03-09.

通信作者:田素贵, tiansugui2003@163.com.

强度^[8-9].FGH95 合金经热等静压处理及随炉冷 却,有粗大 γ'相沿合金原始颗粒边界(PPB)不连 续分布,且细小 γ'相在颗粒内弥散析出,经不同 工艺热处理后,合金可获得不同形态和尺寸的 γ' 和碳化物相^[10-13].经研究^[14]表明,不同淬火工艺 (如油冷和盐浴)对合金的组织与蠕变性能有着 重要影响,且盐浴冷却的合金比油冷合金具有更 高的蠕变寿命.因此,本文将固溶后的 FGH95 合 金进行不同温度的盐浴冷却处理,并进行时效处 理.将不同温度盐浴冷却的合金在同一温度应力 下进行持久性能测试及组织形貌观察,研究"盐 浴"冷却温度对合金组织结构与持久性能的影响 规律.

1 实 验

将 FGH95 合金粉末(粒度≤100 µm)置入不 锈钢包套中,在1 050 ℃保温4h进行粉末预处 理,随后升温至1 150 ℃并施加 120 MPa 应力进 行4h的热等静压成型,FGH95 合金的化学成分 如表1所示.对热等静压合金采取的热处理制度 如表2所示.

	表	1 F	GH95	;合金	的化	と学り	戓分			%
合金	С	В	Cr	Co	Al	Ti	W	Mo	Nb	Ni
质量分数	0.060	0.012	12.98	8.00	3.48	2.55	3.40	3.40	3.50	余量

表 2 FGH95 合金热处理制度

合金	固溶处理	盐浴处理	两级时效
A1		520 ℃ ×15 min	
A2	1 150 ℃ ×1 h	583 ℃ ×15 min	870 °C $\times 1$ h + 650 °C $\times 24$ h
A3		650 $^{\circ}\!\!\!\mathrm{C} \times 15~\mathrm{min}$	

将不同温度盐浴冷却处理的 FGH95 合金用 线切割加工成平板工字形拉伸试样(横断面为 4.5 mm×2.5 mm,标距长度为20 mm),然后分别 置于 GWT504 型高温持久/蠕变试验机中,在 650 ℃、1 034 MPa 条件下进行持久性能测试.同 时,在扫描电镜(SEM)和透射电镜(TEM)下观察 不同合金的组织形貌,分析盐浴冷却温度对合金 组织及持久性能的影响规律.

2 结果与分析

2.1 "盐浴"温度对合金组织结构的影响

固溶态合金经不同温度(520、583 和 650 ℃) 盐浴冷却时效后的组织形貌如图 1 所示.其中, A1 合金经 520 ℃"盐浴"处理后的低倍 SEM 形貌 如图 1(a)所示,可以看出,合金晶粒尺寸约为 10~25 μm,并有少量粗大 γ' 相沿晶界不连续析出(如图中短箭头所示),且较多白色粒状碳化物^[15]沿晶界不连续分布,(如图 1 中长箭头所示);图1(d)是其局部高倍 SEM 组织形貌,可清晰观察到,细小碳化物在晶粒内弥散分布,如图中短箭头所示,并有粒状碳化物沿晶界不连续析出(如图中长箭头所示);此外,该合金的 TEM 微观组织形貌如图 1(g)所示,可以看出,尺寸约为0.1~0.16 μm 的细小 γ' 相在合金基体中弥散分布.

随"盐浴"温度升高到 583 ℃后,A2 合金晶 粒尺寸无明显变化,在晶界处仍有较少的粗大 γ' 相存在,但细小碳化物的析出数量减少,并沿晶界 和晶内不连续分布,如图 1 (b) 中箭头所示; 图 1 (e) 为合金的局部放大 SEM 形貌,可以看出, 合金中细小 γ' 相在晶内弥散析出,晶内碳化物数 量减少(如图中短箭头所示),并有碳化物沿晶界 不连续分布(如图中长箭头所示);同时,合金中 的细小 γ' 相的 TEM 形貌如图 1 (h) 所示,可清晰 观察到,晶内析出的 γ' 相略有长大,其尺寸约为 0.12 ~0.18 μ m.

当"盐浴"温度进一步提高到 650 ℃ 后,A3 合金的低倍 SEM 形貌如图 1(c)所示,与前两者 相比,晶粒尺寸仍无明显变化,尺寸约为1~ 2.5 µm的粗大 γ '相沿晶界不连续分布,且碳化物 数量进一步减少,如图 1(c)所示;其局部放大的 SEM 形貌如图 1(f)所示,沿晶界析出的粒状碳化 物如图中箭头所示,且细小 γ '相在晶内弥散分 布.此外,晶内弥散析出的纳米级 γ '相的 TEM 形 貌如图 1(i)所示,可以看出,晶内 γ '相尺寸增加 至 0.15 ~ 0.20 µm.结果表明,固溶态合金经不 同温度"盐浴"冷却和时效后,可在晶内析出不同 尺寸的 γ '相,且 γ '相尺寸随"盐浴"温度提高而 逐渐增大.因此,通过改变"盐浴"冷却温度,可以 调整 γ '相的尺寸.

通过对不同温度"盐浴"处理合金中细小 γ' 相进行能谱分析(EDS),确定出 γ' 相的化学成分 如表 3 所示.可以看出,随着"盐浴"温度的升高, γ' (Ni₃Al)相的主要构成元素(Al、Ni等)的原子 分数逐渐增加,但其他固溶元素(如 W、Mo等)的 含量逐渐减少,其中,由于 Al 元素的原子半径较 大,故 γ' 相的平均尺寸随着 Al 元素含量的增加 而增大,同时, γ' 相强度随其他固溶元素含量的 增加而增大,因此,随着盐浴温度的升高,合金中 细小 γ' 相尺寸略有增大,但其强度略有降低.



(g)A1 合金中 γ'相的 TEM 形貌

(h)A2 合金细小 γ'相的 TEM 形貌

(i)A3 合金中纳米级 γ'相的 TEM 形貌

图1 固溶态合金经不同温度"盐浴"冷却处理和时效后的组织形貌

表 3 不同合金中 γ'相的化学成分(质量分数)%

合金	Cr	Со	Al	Ti	W	Mo	Nb	Ni
A1	3. 59	3.20	14.07	5.38	3.35	4.34	4.35	61.72
A2	3.16	3.77	14. 67	5.41	2.39	3.08	4.02	63.50
A3	2.88	3.97	15.12	5.34	2.12	1.82	3.74	65.01

2.2 "盐浴"冷却温度对合金持久性能影响

在 650 ℃、1 034 MPa 条件下,对不同温度 "盐浴"冷却合金进行持久性能测试,其测试结果

如表4所示,可以看出,520 ℃"盐浴"冷却合金的 持久寿命长达70h,其伸长率和断面收缩率分别 为3.0、4.5%;当"盐浴"冷却温度升高至583 ℃ 后,合金的持久寿命缩短至67h,但伸长率升高到 3.4%,断面收缩率也提高到5.1%,即塑性略有 增加;当"盐浴"温度进一步升高至650℃后,合 金的持久寿命下降至37.2h,表明,固溶合金经较 低温度"盐浴"冷却和时效后,合金具有较高的持 久强度和较长的持久寿命.

表4 "盐浴"温度对合金持久性能的影响

盐浴冷却温度/℃	持久寿命/h	延伸率/%	断面收缩率/%
520	70.0	3.0	4.5
583	67.0	3.4	5.1
650	37.2	3.1	5.7

2.3 合金的变形机制

经1150 ℃固溶及520 ℃盐浴冷却和时效 后,合金在650 ℃、1034 MPa条件下持久断裂后 的TEM形貌如图2所示.图2(a)为合金持久断 裂后的局部微观形貌,细小粒状碳化物在基体中 弥散析出(如图中黑色箭头所示),并在碳化物附 近形成网状的位错组态清晰可见,如图中白色箭 头所示,表明,在基体中弥散析出的碳化物可阻碍 位错滑移,提高合金持久强度;此外,在合金中形 成相互交割的层错形貌如图2(b)所示,其交割方 向如图中交叉箭头所示,分析认为:当有<110> 位错切入γ或γ'相中,可发生分解形成两(1/6) <112>肖克莱不全位错或(1/3)<112>超肖克 莱不全位错+层错的位错组态^[16].



(a)碳化物阻碍位错运动形貌

(b)层错形貌

(c)滑移位错终止于晶界处形貌

图 2 经 520 ℃盐浴冷却合金持久断裂后的 TEM 形貌

图 2(c) 为合金中另一局部区域 TEM 形貌, 可清晰观察到合金中的三叉晶界(如图中黑色箭 头所示),并有粒状碳化物沿晶界和晶内弥散分 布(如图中白色短箭头所示),且形变位错在晶界 上方发生束集,并沿长箭头方向发生单取滑移和 终止在晶界处,分析认为,形变位错滑移至晶界处 受阻并发生塞积,表明晶界及沿晶界析出的碳化 物可有效阻碍位错的滑移.

3 讨 论

合金经1150℃固溶和淬火及时效处理后,由 于合金固溶温度低于 γ' 相的溶解温度($T_{\gamma'}$ = 1160 °C^[17]),使合金中粗大 γ' 相未能完全溶解, 故在晶界处残留有少量的粗大 γ' 相如图1所示. 胡本 芙 等^[18]认为,合金粉末颗粒在950~ 1120 ℃条件下进行预处理过程中可形成不同形态的 MC型碳化物和少量的 M₂₃C₆和 M₆C;其中, MC型碳化物的稳定温度为760~1150 °C^[19], 而当1150 °C固溶合金在520 °C"盐浴"淬火时, 由于冷却速率较快,合金固溶体的过饱和度较高, 一方面使合金基体存在内应力,另一方面,由于形 成碳化物的 Nb、Ti 等原子半径较大,在冷却过程 中未能及时扩散,形成溶质富集区^[20],且在基体 中可形成较高的碳过饱和固溶体,促使碳化物在 冷却和时效过程中析出,如图 1(d)所示.此外,随 着盐浴淬火温度的升高,固溶合金的冷却速度相 对较慢,故合金元素得到较充分地扩散,有利于 γ'相在时效过程中析出和长大,因此,在 650 ℃ 进行盐浴冷却时,可获得尺寸相对较大的 γ'相, 如图 1(i)所示,研究表明,通过固溶冷却速度可 控制和调节合金中 γ'相的尺寸大小.

经1150 ℃固溶和520 ℃"盐浴"及2次时效 后,由于合金中具有尺寸较小的细小 γ ′相弥散分 布、较多的粒状碳化物在晶内及沿晶界不连续分 布,其中,在晶内不连续析出的碳化物可有效阻碍 位错运动,其示意图如图3所示,当运动位错与碳 化物交互时,所需克服临界切应力 $\tau_e^{[21]}$ 为

$\tau_c = 1.2\Gamma/bL.$

式中: *Г* 为位错相关参数; *b* 为位错柏氏矢量; *L* 为碳化物粒子间距.可以看出,随着碳化物粒子间距的减小,形变位错越过碳化物所需克服的剪切应力越大,因此,520 ℃盐浴合金析出细小碳化物可提高晶内强度.



4 结 论

1)经1150 ℃固溶和低温盐浴冷却及时效处 理后,FGH95 合金中少量粗大γ′相在晶界不连续 析出,细小γ′相在晶内弥散析出,且较多细小粒 状碳化物在合金中弥散析出;随着盐浴冷却温度 的提高,合金中细小γ′相的尺寸逐渐增大,而碳 化物的数量逐渐减小.

2)合金经1150 ℃固溶及520 ℃盐浴处理后,晶内弥散析出的γ'相尺寸较小,且较多细小碳化物在晶内和晶界不连续分布,可提高晶内强度,使合金在650 ℃、1034 MPa条件下具有较高的持久强度.合金的变形特征是位错形成位错网、位错切割γ'相和单取向滑移.

参考文献:

- [1] 胡本芙,田高峰,贾成厂,等.双性能粉末高温合金 涡轮盘的研究进展[J]. 航空材料学报,2007,27(4): 80-84.
- [2] 王淑云,李惠曲,杨洪涛.粉末高温合金超塑性等温 锻造技术研究[J]. 航空材料学报,2007,27(5): 30-33.
- [3] ZAINUL H. Development of heat-treatment process for a P/M superalloy for turbine blades [J]. Materials and Design, 2007, 28(5): 1664 – 1667.
- [4] RAUJOL S, PETTINARI F, LOCQ D, et al. Creep straining micro-mechanisms in a power-metallurgical nickel-based superalloy [J]. Mater Sci Eng A, 2004, (387/388/389): 678-682.
- [5] 陈焕铭, 胡本芙, 李慧英, 等. 等离子旋转电极雾化 FGH95 高温合金粉末的预热处理[J]. 中国有色金 属学报, 2003, 13(3): 554-559.
- [6] XIE Xishan, ZHANG Lina, ZHANG Maichang, et al. Micro-mechanical behavior study of non-metallic inclusions in P/M disk superalloy Rene' 95 [C]//Superalloys. Warrendale, PA: TMS, 2004: 451-458.
- [7] BIANCHI L M. Argon atomized superalloys for jet engine discs [C]//European Powder Metallurgy Conference on Meeting the Challenges of a Changing Market Place. [S. l.]: [s. n.], 2003: 328 - 332.
- [8] LU Z Z, LIU C L, YUE Z F. Probabilistic safe analysis of the working life of a powder metallurgical turbine disc

 [J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 395(1/2): 153-159.

- [9] DOMINGUE J A, BOESCH W J, RADAVICH J F. Phase relationships in Rene' 95 [C]//Proceeding 4th International Superalloy Symposium on Superalloy held in Champion. Pennsylvamia: TMS, 1980: 335 - 344.
- [10] TIAN Sugui, LIU Yang, ZHAO Xiaoming, et al. Creep behaviors of FGH95 powder Ni-base superalloy [J]. Chinese Journal of Aeronautics, 2009, 22(4): 444 – 448.
- [11]刘明东,张莹,刘培英,等. FGH95 粉末高温合金 原始颗粒边界及其对性能的影响[J].粉末冶金工 业,2006,16(3):1-5.
- [12]李红宇,宋西平,王艳丽,等. FGH95 合金中γ'相 稳定性研究[J].稀有金属材料与工程,2009, 38(1):64-67.
- [13] 贾建, 陶宇, 张义文, 等. 时效制度对粉末冶金高温
 合金 FGH95 组织和性能的影响[J]. 粉末冶金工业,
 2010, 20(1): 25 30.
- [14]田素贵,谢君,周晓明,等.淬火工艺对 FGH95 合 金组织结构与蠕变性能的影响[J].中国有色金属学 报,2010,20(5):852-858.
- [15]田素贵,刘洋,赵忠刚,等.FGH95 粉末镍基合金热 处理后的微观组织与蠕变行为[J].航空材料学报, 2009,29(6):33-37.
- [16] TIAN Sugui, YU Xingfu, Yang Jinghong, et al. Deformation features of a nickel-base superalloy single crystal during compress creep [J]. Materials Science Engineering A, 2004, 379(1/2): 141-147.
- [17]张义文,张莹,张凤戈,等.固溶温度对 FGH95 粉 末高温合金性能的影响[J].材料热处理学报, 2002,23(3):72-75.
- [18] 胡本芙, 陈焕铭, 宋铎, 等. 预处理对 FGH95 合金 高温合金粉末中碳化物的影响[J]. 金属学报, 2003, 39(5): 470-475.
- [19] 陆金生, 王彪, 姚影澄. 钢和合金中常见相 X-射线 鉴定手册[M]. 北京: 钢铁研究总院, 1990: 9-10.
- [20] YOUDELIS W V, KWON O. Carbide phases in cobalt base superalloy: role of nucleation entropy in refinement[J]. Metal Science, 1983, 17(8): 379 381.
- [21] ARDELL A J. Precipitation hardening[J]. Metallurgical Transactions A, 1985, (16): 2131-2165. (编辑 张 红)