

喷射成形镍基高温合金的 显微组织特征^①

孙剑飞 沈 军 贾 均 李庆春

(哈尔滨工业大学金属精密热加工国防科技重点实验室, 哈尔滨 150001)

摘 要 采用喷射成形技术制备了镍基高温合金沉积坯, 对合金沉积态、热等静压态和热处理态的显微组织进行了观察, 并对其热处理后的维氏硬度、拉伸性能及断裂组织特征进行了测试和分析。结果表明, 喷射成形高温合金组织细小、均匀, 呈现出典型的快速凝固组织特征。合金具有良好的高温组织稳定性, 适宜的热等静压和热处理可使材料具有良好的拉伸性能。

关键词 喷射成形 高温合金 显微组织

中图法分类号 TG146.2

喷射成形是在快速凝固粉末冶金工艺基础上发展起来的一种先进材料制备技术。它将金属的雾化与固结成形有机地结合在一起, 有效地克服了粉末冶金工艺氧化严重, 工序繁多的缺陷, 使得喷射成形材料能够拥有较粉末冶金材料更高的塑性与疲劳性能; 同时, 由于冷却速度较高, 克服并弥补了铸锭冶金法因冷却速度低而导致的成分偏析问题, 从而为开辟新型合金系材料提供了可能^[1, 2]。镍基高温合金作为在高温下使用的重要金属材料, 因航空、航天工业的迅猛发展而被赋予了越来越高的性能要求。

进入80年代以来, 为了解决传统铸锭-锻轧方法的严重偏析和粉末冶金工艺的氧化污染问题, 人们开始关注日渐成熟的喷射成形工艺在镍基高温合金方面的应用并进行了大量的实验研究^[3-5], 为喷射成形镍基高温合金在航空、航天领域, 特别是发动机热端材料方面的最终应用奠定了良好的基础。

本文主要对喷射成形镍基高温合金在喷射成形态、热等静压态、热处理态及经拉伸后的

组织特征进行了观察和分析。

1 实验方法

选用一种高 γ' 含量的变形镍基合金作为实验材料。用双真空熔炼工艺配制母合金。在多功能喷射成形装置上进行合金锭的制备, 工艺条件为: 氩气保护熔炼, 氮气雾化, 合金过热度200℃, 雾化压力1.5~2.0 MPa, 沉积距离375~450 mm。

采用热等静压工艺(HIP)进行喷射成形锭的致密化, 致密工艺参数为: 温度1120~1150℃, 压力150~200 MPa, 保温时间2~3 h; 然后进行随炉冷却。材料的热处理制度为固溶+时效。

分别用Olympus-BH2光学显微镜, 带能谱的S-570型扫描电镜(SEM), Philips-CM12/S透射电镜(TEM)进行组织观察。采用Instron1186电子万能拉伸试验机进行力学性能测试。在标准HV120型维氏硬度计上测定材料的维氏硬度。

① 收稿日期: 1999-01-15 孙剑飞, 男, 36岁, 博士研究生

2 实验结果与讨论

图 1(a) 为沉积态镍基合金的低倍显微组织(OM)。可见材料呈细小、均匀的等轴非枝晶组织, 晶粒尺寸在 $20\sim 50\mu\text{m}$ 之间, 基本上消除了粉末冶金工艺的原始颗粒边界(PPB)和常规铸锭的枝晶偏析缺陷。但仍然分布着一定数量的疏松, 这也是喷射沉积坯的一个固有特点, 有待后续热加工工序消除。扫描电镜下呈现其狭窄的晶界形态及其上的块状 MC 型碳化物, 在晶内也有少量分布(图 1(b))。图 1(c) 的透射电镜组织进一步表明: 沉积态 γ' 相尺寸十分细小, 边长(直径) 约为 $0.1\mu\text{m}$ 的方形或类球形。说明虽然喷射成形工艺的平均冷却速度较高, 但对于这种高 γ' 含量的合金在固态冷却过程中仍然存在 γ' 析出的现象。同时沉

积态组织中普遍存在大量的位错(图 1(d)), 表明沉积态组织形成过程中曾经历过一定量的塑性变形。

雾化过程的快速冷却, 沉积过程的枝晶破碎和熔断, 随后缓冷过程中的粗化、合并与均匀化的共同作用促使喷射成形材料形成等轴非枝晶组织^[6]。

初步分析认为本文实验合金的凝固过程包括雾化、沉积和固态冷却 3 个阶段。在雾化阶段, 合金液在高速惰性气体的强烈冲击下被破碎成一定粒度范围内的液滴, 与此同时获得了很高的冷却速度并有一部分液滴发生了快速凝固, 在该阶段主要是生成了树枝状的 γ 相基体。在沉积阶段, 在给定的条件(合金过热度, 气流速度, 金属流率, 沉积器位置等)下, 大部分液滴在沉积瞬间处于半凝固状态, 由于高速气流的作用, 此半凝固态的液滴在沉积时对沉

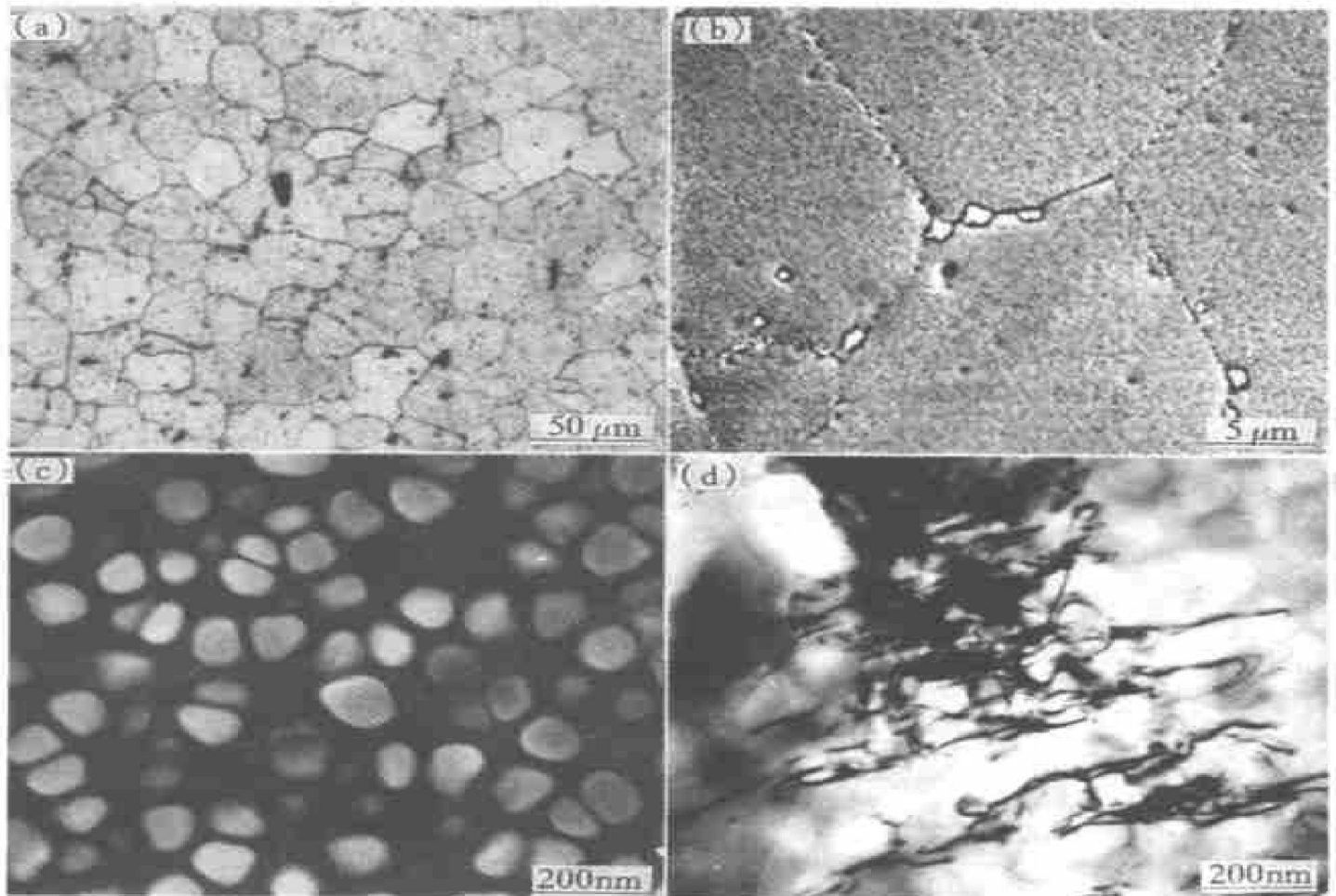


图 1 沉积态显微组织

Fig. 1 Microstructures of as-spray deposited superalloy

(a) —OM; (b) —SEM; (c), (d) —TEM

积层产生很大的冲击力,从而使已凝固 γ 相枝晶发生机械破碎和枝晶熔断。这些破碎和熔断了的枝晶块成为新的结晶核心,剩余液相则富含 Nb, Ti, Cr, Mo 等碳(氮)化物形成元素并充填在其周围空间而使之生长,完成凝固过程。在雾化的后期和沉积过程中还可能发生少量 γ' 相和碳化物的沉淀析出。之后,沉积锭处于冷却速度相对低得多的固相冷却阶段^[6],在此阶段同时发生枝晶粗化、合并和均匀化,使晶粒长大到最终状态的晶粒度, γ' 相和 MC 型碳化物则进一步析出,形成了均匀、细小的非枝晶等轴沉积坯组织。其 γ 相基体上均匀分布着一定数量的细小 γ' 析出相,碳化物主要以 MC 型碳化物形式分布于晶界。而组织中位错的出现则主要基于两方面的原因:第一是半凝固态雾滴在沉积瞬间对已凝固部分产生很大的冲击作用引起塑性变形而产生位错;第二是在

沉积表面因所存在的液态、固态和半固态收缩性质的差异使得沉积坯因收缩受阻而产生位错。

热等静压在使材料充分致密化的同时,也将引起微观组织的变化。本文实验合金 HIP 处理后的晶粒长大并不明显,说明此种细晶粒组织具有很强的抗晶粒长大能力。在较低温度下进行 HIP 处理时,出现了轻微的碳化物长大倾向(图 2(a)),而当 HIP 温度偏高时,不但在晶界而且在晶内均出现了较大量的条状碳化物(图 2(b))。由图 2(c), 2(d) 可以发现, γ' 相的形态亦由类圆形变化为不规则的多边形,且其尺寸也长大了一倍左右,同时存在特别细小的 γ' 相。由于 HIP 处理是在 γ' 相溶解温度附近进行,实际上相当于一次固溶或均匀化处理。之后随炉冷却的冷速不高,因而造成了 γ' 相析出形态的变化。有研究表明,尽可能地提高

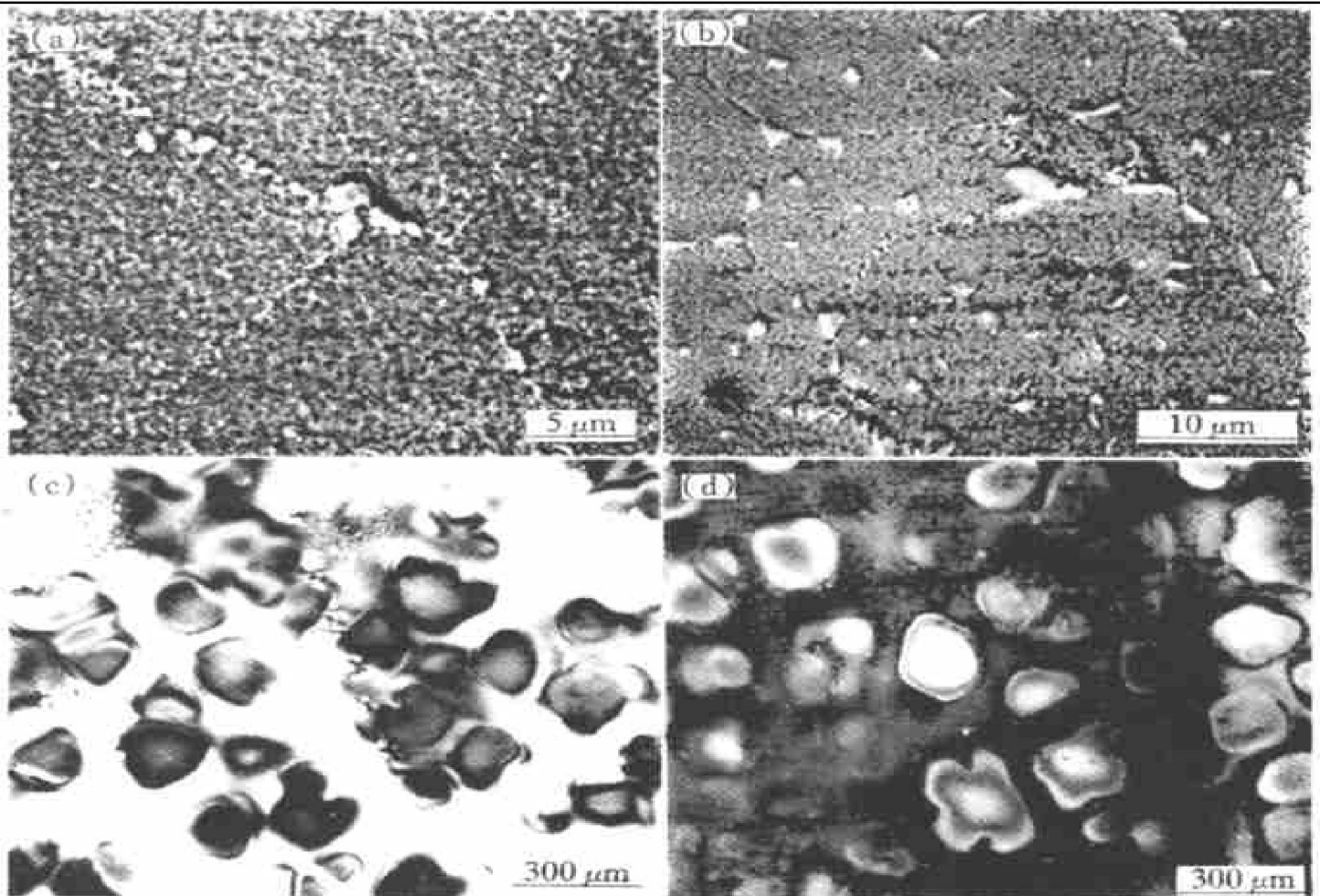


图2 热等静压态组织

Fig. 2 Microstructures of as-spray formed and HIPped superalloy

(a), (b) —SEM; (c) —TEM (BF); (d) —TEM (DF)

HIP 的冷却速度对于进一步改善材料性能有积极意义^[7]。

图 3 为本文实验合金经时效处理后的显微组织, 可见二次相(碳氮化物)仍主要集中在晶界, 晶内 γ' 相有大小不同的尺寸分布。因所采用的固溶制度为不完全固溶, 所以存在一部分 γ' 相的长大, 这种长大还伴随着 γ' 相周围的贫化。随时效的充分进行, 在大尺寸的 γ' 相周围会补充析出一些细小的 γ' 相, 使贫化带消失(图 3(b))。热处理后 γ' 相的形态、尺寸与分布对材料的最终性能具有决定性影响, 通过固溶与时效制度的适宜配合可以得到所要求性能的材料。

本文实验合金维氏硬度与 760 °C 下时效时

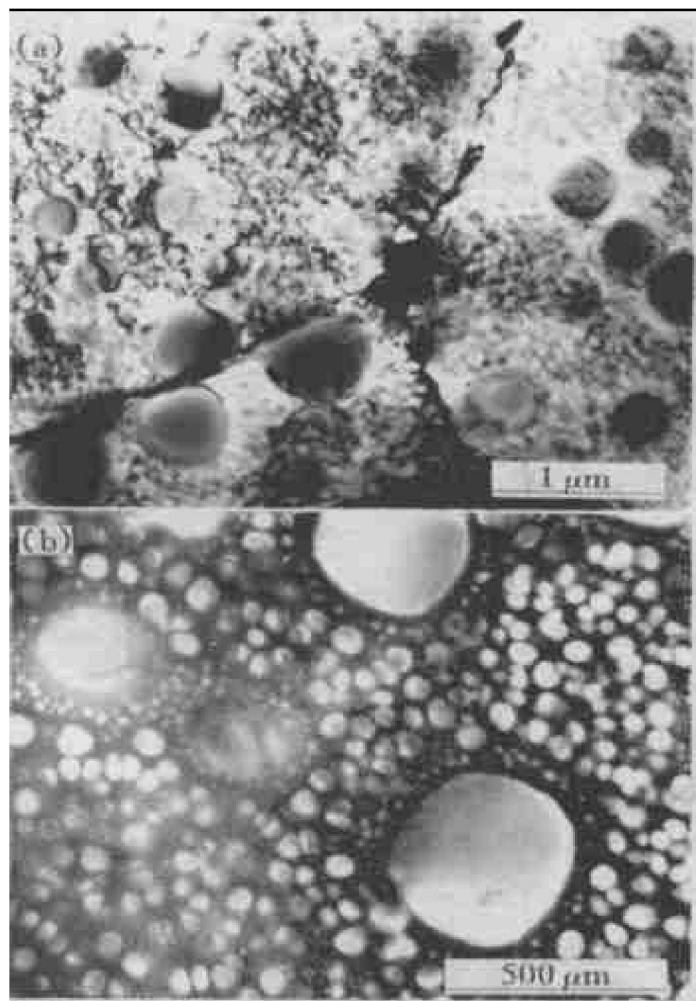


图 3 固溶和时效后材料的显微组织

Fig. 3 Microstructures of superalloy after solid solution and aging treatment showing MC on grain boundaries (a) and additional precipitated of γ' phases around previous γ' phases (b)

间的关系如图 4 所示。可见 760 °C 时效约 6 h 达到峰时效, 之后再延长时效时间, 硬度值呈下降趋势, 为过时效状态。图 5 则分别给出了时效 3 h 和 6 h 后维氏硬度与时效温度的关系。在 780 °C~ 850 °C, 时效 3 h 其硬度值随时效温度单调上升, 而时效 6 h 则硬度值随时效温度单调下降。这一现象符合 γ' 相粗化长大的规律^[8]。

力学性能测试结果表明, 喷射成形材料的力学性能得到了大幅度提高。其室温和 650 °C 抗拉强度分别为 1.490 GPa 和 1.235 GPa, 延

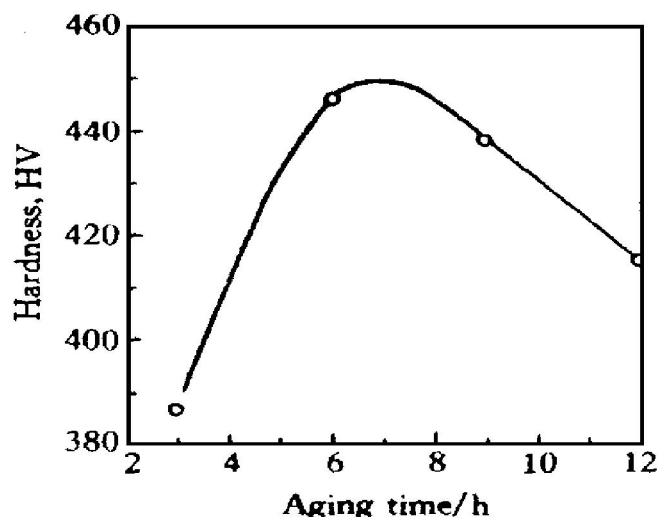


图 4 760 °C 时效时维氏硬度随时效时间的变化

Fig. 4 Variation of Vickers hardness with aging time at 760 °C

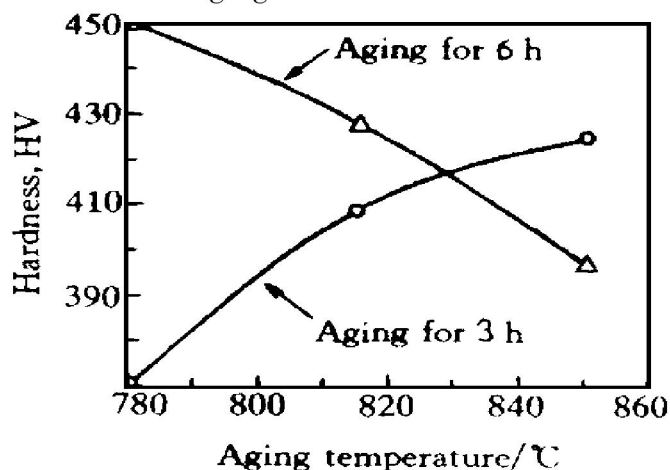


图 5 时效 3 h 和 6 h 时维氏硬度与时效温度的关系

Fig. 5 Variation of Vickers hardness with aging temperatures for 3 or 6 h

伸率分别为 16.5% 和 21.0%。分析认为, 喷射成形镍基高温合金所表现出的较高的力学性能是细晶强化与固溶强化、时效强化共同作用的结果。图 6 为材料的拉伸断口形貌。室温(图 6(a)) 和高温(图 6(b)) 断口由大量韧窝组成, 韧窝底部有粒子存在, 表现出微孔聚集型长大的韧性断裂特征。同时还可观察到由细小韧窝组成的撕裂棱, 说明尽管材料的韧性较高, 但同时也表现出轻微的准解理脆性断裂倾向。因此可以认为材料呈现以韧性断裂为主要特征的混合断裂模式。由图 6(b) 可见, 与室温断口相

比, 高温断口的韧窝大而深, 表明高温下具有优良的塑性。

3 结论

(1) 喷射成形镍基高温合金呈细小、均匀的等轴非枝晶组织, 晶粒度为 $20 \sim 50 \mu\text{m}$, γ' 相粒度也十分细小。

(2) 适宜的热等静压和热处理制度可使材料的组织发生较大变化, 使材料性能得以提高。

(3) 喷射成形镍基高温合金的室温和高温拉伸性能得到了较大幅度的提高, 其拉伸断口呈韧性断裂为主的断裂特征。

REFERENCES

- 1 Evans R W, Leatham A G and Brooks R G. Powder Metallurgy, 1985, 28(1): 13.
- 2 Lavernia E J and Grant N J. Metals Science and Engineering, 1988, 98: 381.
- 3 Brichnell R H. Metallurgical Transactions A, 1986, 17A(4): 583.
- 4 Prichard and Dalal R P. In: Antolovich S D eds, Superalloys 1992. The Minerals, Metals and Materials Society, 1992. 205.
- 5 Tian Shifan, Li Zhou, Zhao Xianguo *et al.* In: Proc the Third Int Conf on Spray Forming. Cardiff, UK, 9- 11, Sep, 1996. 61.
- 6 Liang X, Earthman J C and Lavernia E J. Acta Metall Mater, 1992, 40(11): 3003.
- 7 Wang Shenghong(王声宏) *et al.* Advances in Isostatic Pressing Technique (等静压技术进展). Beijing: Metallurgical Industry Press, 1996: 187- 194.
- 8 Sims C T *et al* eds, Zhao Jie *et al* transl. Superalloy-High Temperature Materials for Aerospace and Industries Power (高温合金-宇航和工业动力用的高温材料). Dalian: Dalian Institute of Technology Press, 1996: 68- 69.

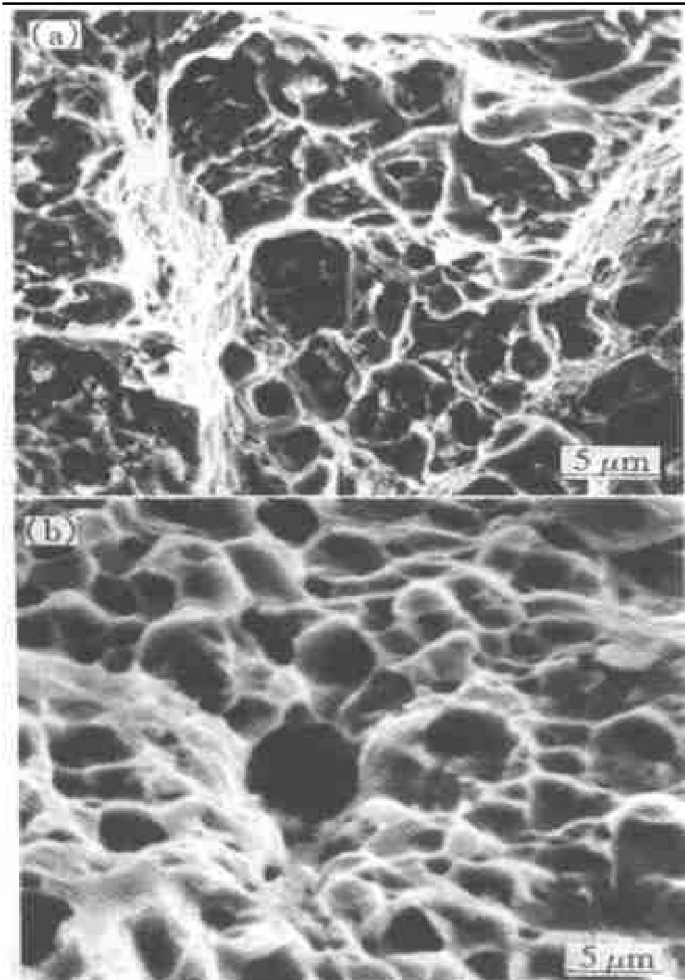


图 6 热等静压及热处理后喷射成形高温合金的拉伸断口形貌

Fig. 6 Morphologies of tensile fracture surfaces of spray formed superalloy after HIP and solid solution then aging treatments

(a) —Tensile testing at room temperature;
(b) —Tensile testing at 650 °C

MICROSTRUCTURAL CHARACTERISTICS OF A NICKEL-BASED SUPERALLOY PRODUCED BY SPRAY FORMING

Sun Jianfei, Shen Jun, Jia Jun and Li Qingchun

*National Defense S and T Key Lab of Metal Precision Hot Processing,
Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China*

ABSTRACT A Nickel-Based superalloy was manufactured by spray forming. The microstructures of as-spray deposited, HIPed and heat treated materials were observed. The Vicker's hardness and tensile properties at room temperature and high temperature of the material after HIP or heat treatment processing were tested and analyzed. The results showed that the alloy features fine and homogeneous rapid solidification microstructures. Excellent stability of microstructure at elevated temperatures, and outstanding mechanical properties at both room temperature and high temperature can be achieved by spray forming, HIP and heat treatment.

Key words spray forming superalloy microstructure

(编辑 黄劲松)