

淬火工艺对 FGH95 合金组织结构与蠕变性能的影响

田素贵¹, 谢君¹, 周晓明², 钱本江¹, 伦建伟¹, 于丽丽¹, 汪武祥²

(1. 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110023;

2. 北京航空材料研究院, 北京 100095)

摘要: 通过蠕变曲线测定及组织形貌观察, 研究固溶及淬火工艺对 FGH95 镍基合金蠕变行为及变形特征的影响。结果表明: 固溶后经油浴冷却的合金的组织结构由不均匀的颗粒及 γ' 相组成, 粗大 γ' 相在边界区域呈不连续分布, 边界区域为 γ' 相贫化区; 经盐浴热处理后合金中无粗大 γ' 相, 晶粒略微长大, 晶内细小的 γ' 相弥散分布, 粒状(Ni, Ti)C 相沿晶界不连续析出; 在 650 和 1 034 MPa 条件下, 经盐浴热处理后合金的蠕变寿命较长, 测定出该合金的蠕变激活能为 542.07 kJ/mol。固溶后经油浴冷却的合金在蠕变期间的变形机制是位错发生双取向滑移, 而固溶后经盐浴冷却合金在蠕变期间可形成位错缠结和层错等位错组态, 晶界及晶界处不连续析出的粒状碳化物可有效阻碍位错滑移, 这是合金具有较高蠕变抗力和较长蠕变寿命的主要原因。

关键词: 高温合金; 粉末镍基合金; FGH95 镍基合金; 热处理; 组织结构; 蠕变性能

中国分类号: TG156.32 文献标志码: A

Effects of quenching techniques on microstructure and creep properties of FGH95 superalloy

TIAN Su-gui¹, XIE Jun¹, ZHOU Xiao-ming², QIAN Ben-jiang¹, LUN Jian-wei¹, YU Li-li¹, WANG Wu-xiang²

(1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110023, China;

2. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: The effects of the solution and quenching techniques on the microstructure and creep properties of FGH95 nickel-based superalloy were investigated by measurement of creep properties and microstructure observation. The results show that the microstructure of the solution treated alloy cooled by oil bath consists of the inhomogeneous particles and γ' phase, the relatively thick γ' phase discontinuously distributes in the boundary region that is poor of fine γ' phase. No coarse γ' phase is detected in the molten salt cooled alloy in which the grain size increases slightly and the fine γ' phase dispersively distributes within the grains, and some of the particle-like (Ni, Ti)C phases precipitate discontinuously along the boundaries. Under the conditions of the applied stress of 1 034 MPa and 650, the molten salt cooled alloy displays a longer creep lifetime, and the creep activation energy of the alloy is measured to be 542.07 kJ/mol. During the creep, the deformed mechanism of the solution treated alloy cooled in oil bath is that the double orientation slipping of the dislocations is activated, the configuration of the dislocation tangles and stacking fault may be formed in the molten salt cooled alloy. Thereinto, the fact that the particles-like carbides are discontinuously precipitated along the boundary may effectively restrain the dislocation slipping, which is the main reason why this alloy possesses relatively good creep resistance and long creep lifetime.

Key words: high-temperature alloy; P/M nickel-based superalloy; FGH95 superalloy; heat treatment; microstructure; creep properties

粉末镍基合金由于具有晶粒尺寸小、组织均匀、无宏观偏析、合金化程度及屈服强度高等优点^[1-3]，是制造先进航空发动机高温承力转动部件的理想材料，主要用于制造先进航空发动机的涡轮盘等热端承力部件^[4-7]。FGH95 是一种高合金化的 γ' 相沉淀强化型粉末镍基合金， γ' 相的体积分数为 50%~55%，由于具有优良的综合力学性能，并在 650℃ 下具有较高的抗拉强度，因此得到广泛应用^[8-10]。FGH95 镍基粉末合金的制备方法主要包括工艺环节：粉末预处理、热等静压(HIP)和热处理等，其组织结构由 γ 、 γ' 相和碳化物所组成^[11-12]。合金的热处理包括高温固溶处理和二次时效处理，其中，固溶后可采用盐浴和油冷等不同冷却方式，且采用不同热处理制度处理后，合金获得不同的组织结构与蠕变性能^[13-14]，但采用盐浴和油冷淬火处理对合金组织结构与蠕变性能的影响研究鲜见报道。

因此，本文作者将热等静压(HIP)处理的 FGH95 镍基合金高温固溶处理后，进行油冷和盐浴两种不同冷却方式，随后进行两级时效处理。将不同工艺淬火处理合金进行不同温度和应力水平下的蠕变性能测试及组织形貌观察，研究淬火工艺对 FGH95 合金组织结构与蠕变性能的影响规律，为合金的发展与应用提供理论依据。

1 实验

将粒度小于 100 μm 的 FGH95 镍基合金粉末置入不锈钢包套中，在 1050℃ 保温 4 h 进行粉末预处理，随炉升温，在 1180℃、120 MPa 条件下保温 4 h 随炉冷，进行热等静压(HIP)处理；之后采用如下两种工艺进行热处理：1) 将 HIP 处理的合金随炉加热到 600℃ 保温 1 h，再升温到 900℃ 保温 1 h，升到 1150℃ 保温 2 h 后，迅速转移至 120℃ 的油槽中冷却，15 min 后取出，称为油冷热处理工艺(工艺 A)；2) 将 HIP 处理后的合金在 1160℃ 保温 1 h 进行高温固溶处理，之后迅速将其转移至 583℃ 的盐浴冷却介质中，保温 15 min 后取出空冷至室温，称为盐浴热处理工艺(工艺 B)。

经以上两种工艺热处理后，将合金粉末在 870℃ 保温 1 h 空冷+650℃ 保温 24 h 空冷至室温，进行双级时效处理。FGH95 合金粉末的化学成分如表 1 所列。

将制备的 FGH95 镍基合金用线切割加工成横断面为 4.5 mm × 2.5 mm，标距长度为 20 mm 的片状拉伸蠕变试样，并将样品置入 GWT504 型高温持久/蠕

变试验机中，在不同温度和应力条件下，测定合金的蠕变曲线。采用 SEM 和 TEM 观察经不同工艺固溶、淬火处理及蠕变断裂后合金的组织形貌，并进行变形机理分析。

表 1 FGH95 合金粉末的化学成分

Table 1 Chemical composition of FGH95 nickel-based alloy powder (mass fraction, %)

C	B	Cr	Co	Al	Ti	W	Mo	Nb	Ni
0.060	0.012	12.98	8.00	3.48	2.55	3.40	3.40	3.50	Bal.

2 结果与讨论

2.1 热处理工艺对合金蠕变性能的影响

将经油冷热处理的 FGH95 镍基合金进行不同条件下的蠕变性能测试，其蠕变曲线如图 1 所示。由图

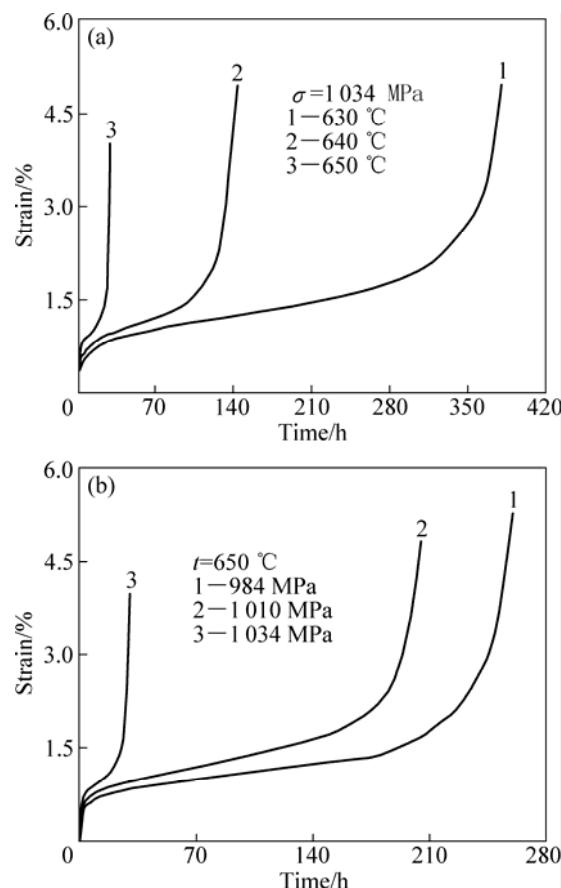


图 1 经油冷热处理后 FGH95 合金在不同条件下的蠕变曲线

Fig.1 Creep curves of oil cooling treated FGH95 alloy under different conditions: (a) At applied stress of 1 034 MPa and various temperatures; (b) At different applied stresses and 650

1(a)可以看出：在630℃合金具有较低的应变速率和较长的蠕变寿命，蠕变寿命达380 h；随温度升高到640℃，蠕变寿命缩短到144 h，随温度进一步提高到650℃，合金的蠕变寿命缩短到32 h，而合金在680℃时，其蠕变寿命仅4 h(略去蠕变曲线)，表明合金具有明显的温度敏感性。由图1(b)可以看出：当施加984 MPa的拉伸应力时，合金具有较短的初始蠕变阶段，较长的稳态蠕变阶段，蠕变寿命为260 h；随施加应力提高到1 010 MPa，合金的蠕变寿命为205 h；随施加应力提高到1 034 MPa，合金的蠕变寿命大幅度缩短，这表明当施加应力大于1 010 MPa时，合金具有极强的施加应力敏感性。

经盐浴处理的合金在不同条件下测定的蠕变曲线如图2所示。其中合金在不同温度施加1 034 MPa条件下的蠕变曲线如图2(a)所示。由图2(a)可以看出，在650℃，合金具有较低的应变速率和较长的蠕变寿命，蠕变寿命达72 h；随温度升高到660和670℃，

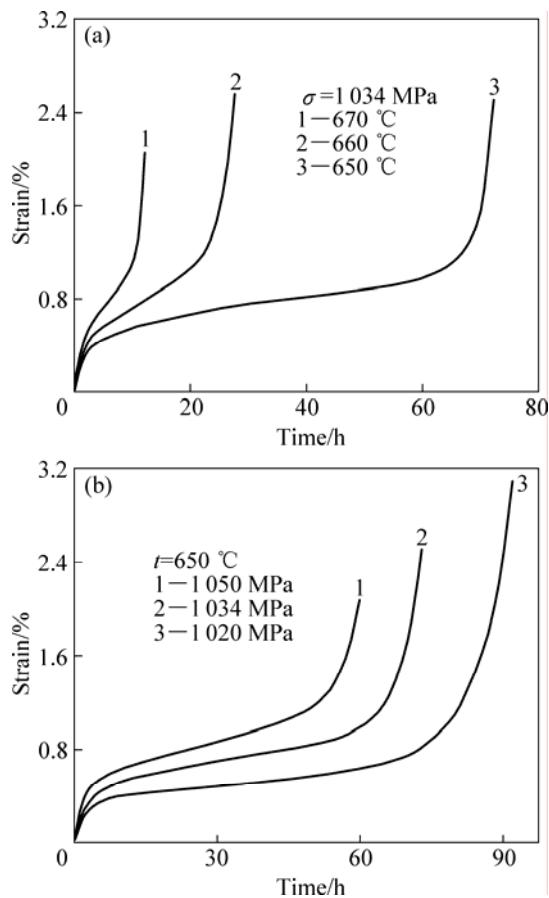


图2 盐浴处理的合金在不同条件下的蠕变曲线

Fig.2 Creep curves of salt cooling treated alloy under different conditions: (a) At applied stress of 1 034 MPa and various temperatures; (b) At different applied stresses and 650

合金在稳态蠕变期间的应变速率提高，蠕变寿命分别缩短到25和13 h，表明合金具有明显的施加温度敏感性。由图2(b)可知，当施加1 020 MPa拉伸应力时，合金具有较短的初始蠕变阶段，较长的稳态蠕变阶段，蠕变寿命为92 h；随施加应力提高到1 034和1 050 MPa，合金的应变速率提高，蠕变寿命分别为72和60 h，降低幅度较小，这表明在试验温度与应力范围内，该合金对施加应力无明显敏感性。

在试验温度和应力范围内，两种工艺处理合金在稳态蠕变期间的应变速率与温度、施加应力之间的关系如图3所示。其中，应变速率与温度的线性关系如图3(a)所示，由此计算出油冷和盐浴处理合金在不同温度区间的蠕变激活能分别如下： $Q_A=381.1 \text{ kJ/mol}$ ， $Q_B=542.1 \text{ kJ/mol}$ 。不同工艺处理合金在稳态蠕变期间的应变速率与施加应力的关系如图3(b)所示，由此可求出两工艺处理合金在试验条件下的应力指数分别如下： $n_A=17.9$ ， $n_B=14.8$ 。其值列于表2。与油冷处理合金相比，盐浴处理合金具有较高的蠕变激活能，这表

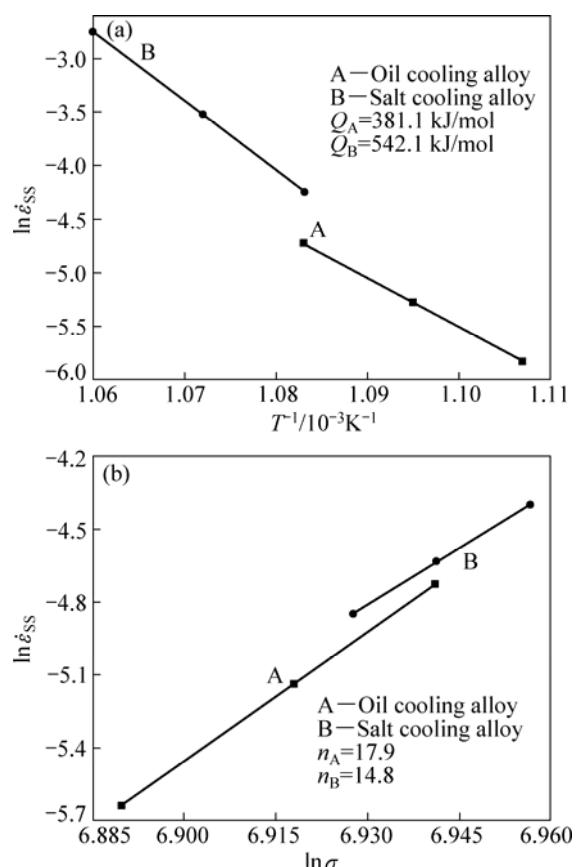


图3 不同工艺处理的合金在稳态蠕变期间的应变速率与施加温度和应力之间的关系

Fig.3 Relationships between strain rates and temperatures for alloys treated by different techniques: (a) Curves of strain rate vs temperature; (b) Curves of strain rate vs stress

表 2 不同工艺处理的合金在稳态蠕变期间的蠕变激活能和应力指数

Table 2 Activation energies and stress exponents of alloy during steady-state creep under different conditions

Technic No.	Activation energy/ (kJ·mol ⁻¹)	Stress exponents, <i>n</i>
A	381.10	17.9
B	542.07	14.8

明经盐浴处理合金具有较好的蠕变抗力。

在 650 、 1 034 MPa 条件下, 不同工艺淬火处理的合金的蠕变曲线如图 4 所示。由图 4 可以看出, 经盐浴处理的合金具有较低的应变速率及较长的蠕变寿命, 因而可以认为, 合金经盐浴热处理的具有较好的蠕变抗力。

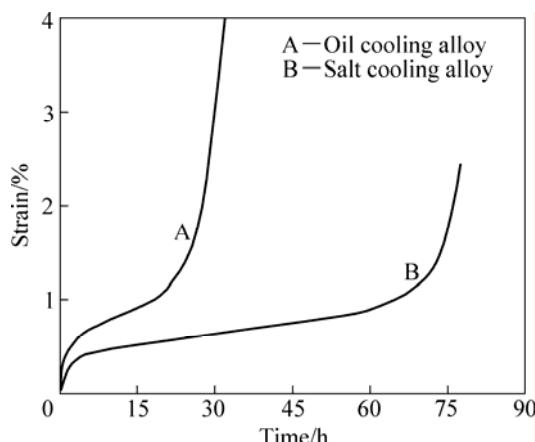


图 4 在 650 、 1 034 MPa 条件下经不同工艺淬火处理合金的蠕变曲线

Fig.4 Creep curves of alloy treated by different quenching techniques at applied stress of 1 034 MPa and 650

2.2 热处理对合金组织形貌的影响

经 1 050 预处理及 1 180 热等静压处理(HIP)后, FGH95 合金的组织形貌如图 5 所示。由图 5 可以看出, 合金经烧结及 HIP 处理后, 晶粒呈不规则形状, 尺寸约为 20~40 μm , 在类球状颗粒之间的暗色区域为粉末颗粒烧结后形成的边界(PPB), 在边界区域存在较大的颗粒相, 称为一次 γ' 相, 呈不均匀分布, 如图 5(a) 所示; 颗粒内为弥散析出的细小 γ' 相, 称为二次 γ' 相, 在颗粒边界区域的大颗粒 γ' 相周围无细小 γ' 相, 为 γ' 相贫化区, 如图 5(b) 所示。

合金经油冷热处理及两级时效热处理后的组织形貌如图 6(a) 所示。由图 6(a) 可以看出, 合金由不同尺寸

的颗粒相互连接所组成, 颗粒形状清晰可见, 在颗粒内有弥散析出的细小 γ' 相, 并规则排列, 如图 6(a) 中箭头所示, 其中, 颗粒的尺寸较不均匀, 个别颗粒略有长大, 较大的颗粒尺寸约为 40~60 μm , 较小的颗粒尺寸约为 20 μm , 颗粒之间仍存在连接区, 连接区域较粗大粒状 γ' 相呈串状不连续分布, 并在局部区域粗大 γ' 相聚集一起; 由于形成较粗大 γ' 相后, 消耗了较多元素 Al 等 γ' 相元素, 故粗大 γ' 相周围无细小 γ' 相析出, 为 γ' 相贫化区。

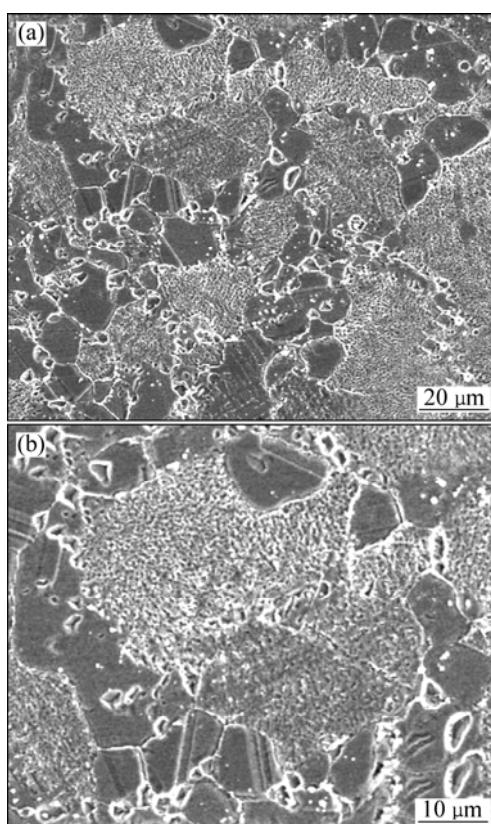


图 5 合金经热等静压处理后的组织形貌

Fig.5 Morphologies of alloy after being treated by HIP: (a) Distribution features of particles; (b) Fine γ' phase within particles, thick γ' phase in boundaries regions

合金经盐浴及两级时效热处理后的组织形貌如图 6(b) 所示。由图 6(b) 可以看出, 由于固溶温度较高, 原在颗粒边界区域较粗大的 γ' 相已经溶解, 其晶粒尺寸的不均匀程度增加, 较小的晶粒尺寸约为 8~10 μm , 较大的晶粒尺寸约为 40~60 μm , 晶界已经平直化, 并有白色颗粒相在晶界及晶内弥散析出(见图 6(b))。

图 7(a) 所示为合金中弥散析出的粒状相 TEM 像。能谱成分分析表明, 该粒状相富含 Nb、Ni 和 C, 根据该相的衍射斑点及指数标注(见图 7(b)), 可鉴定出

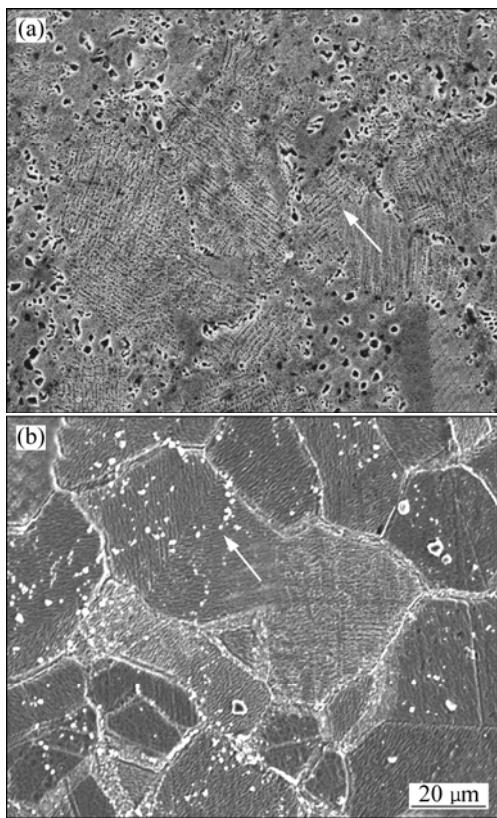


图 6 合金经不同工艺淬火处理后的组织形貌

Fig.6 Morphologies of alloy treated by different technics:
(a) Oil cooling treated; (b) Salt cooling treated

该粒状相为(Ni, Ti)C型碳化物。该类细小碳(硼)化合物不连续析出呈类环状, 所围绕的环形直径约为20~25 μm(见图 6(b)中箭头所指), 其碳化物颗粒围绕的环状直径与原始粉末的粒子直径相同。

2.3 蠕变期间的变形特征

经油冷处理的合金在650、984 MPa条件下蠕变260 h断裂后, 合金中晶内弥散分布的细小 γ' 相形貌如图8(a)所示。由图8(a)可以看出, γ' 相呈球状, 尺寸约为0.1~0.2 μm, 由于 γ' 相细小且弥散分布, 故可有效提高合金的蠕变抗力。在蠕变期间合金的变形特征是位错滑移, 在晶内出现位错双取向滑移的微观变形特征如图8(b)所示, 其中位错的主要滑移方向如图8(b)中箭头所示, 在近水平方向的变形位错主要以位错缠结的形式存在, 而近垂直取向, 则以位错束的形式存在, 并有多组位错束沿固定取向滑移; 蠕变位错滑移遇晶界受阻时的形貌(见图8(c)中箭头)。在670、1 034 MPa条件下, 盐浴处理合金蠕变72 h断裂后的微观组织形貌如图9所示。由图9可知, 粒状碳

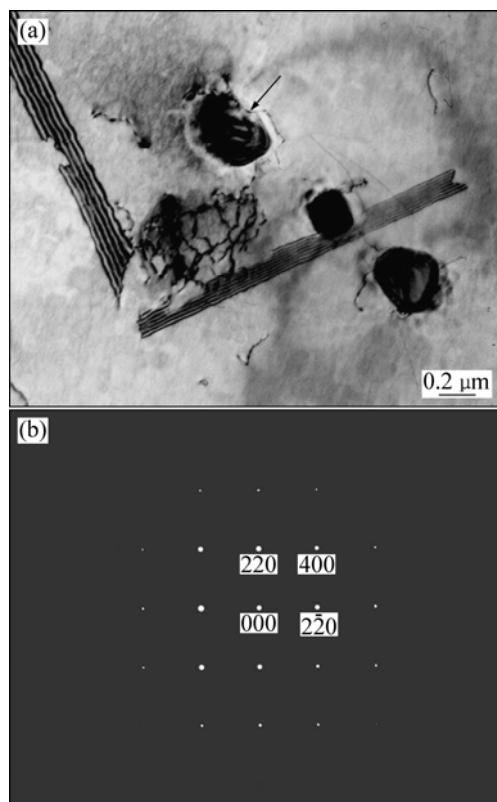


图 7 经盐浴及时效处理后合金中粒状碳化物的形貌及SAD谱

Fig.7 Morphology (a) and SAD patterns (b) of carbide phases of solution treated alloy cooled by molten salt

化物沿晶界不连续析出, 晶界呈现凹凸不平特征、并呈现出等倾条纹的形貌(见图9(a)中箭头)。晶界左侧为无位错区, 晶界的右侧存在较多位错, 并有粒状碳化物沿晶界不连续析出, 其形貌如图9(b)中箭头所示。对晶界左、右两侧有/无位错的理论分析认为, 在蠕变期间位错滑移主要发生在晶界的右侧晶粒内, 当蠕变位错滑移至晶界处受阻, 使其在近晶界区域塞积(见图9(b)), 这表明晶界及晶界碳化物可有效阻碍位错的滑移, 提高合金的蠕变抗力。

在局部区域, 晶内出现位错双取向滑移的微观特征如图9(c)所示, 图中下部箭头所示为合金的晶界。基体中出现位错双取向滑移的方向上部箭头所示(见图9(c)), 箭头方向指向左侧的位错以缠结的形式存在, 指向右侧的箭头表现出层错衬度, 其中, 形成的层错为 $\langle 110 \rangle$ 超位错分解成两个 $(1/3)\langle 112 \rangle$ 超肖克莱不全位错所致, 并在两个不全位错之间显示层错衬度^[15], 这种不全位错+层错的组态, 可抑制位错的交滑移, 因而可提高合金的抗蠕变能力。

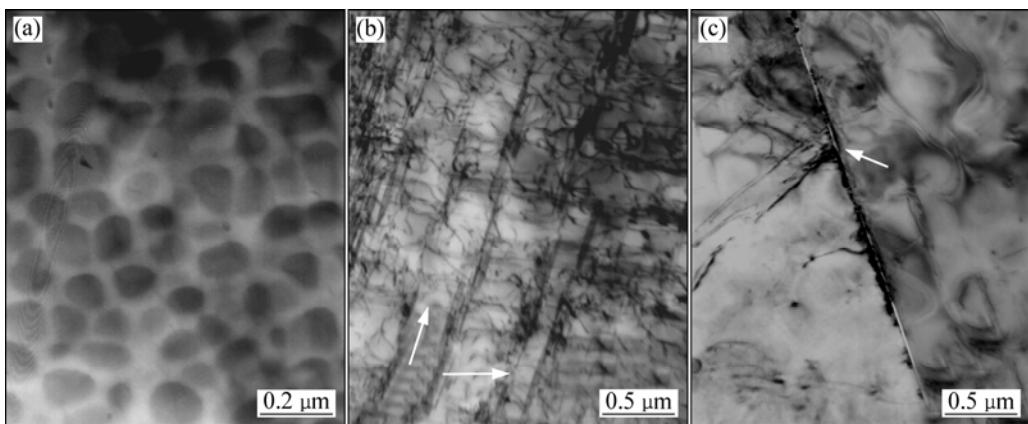


图8 在650 °C、984 MPa条件下油冷处理的合金蠕变260 h断裂后的微观组织面貌

Fig.8 Microstructures of oil cooling treated alloy crept for 260 h to fracture at applied stress of 980 MPa and 650 °C: (a) Fine γ' phase precipitated dispersedly within grains; (b) Double orientations slipping of dislocation as marked by arrows; (c) Dislocations slipping stopped on boundary

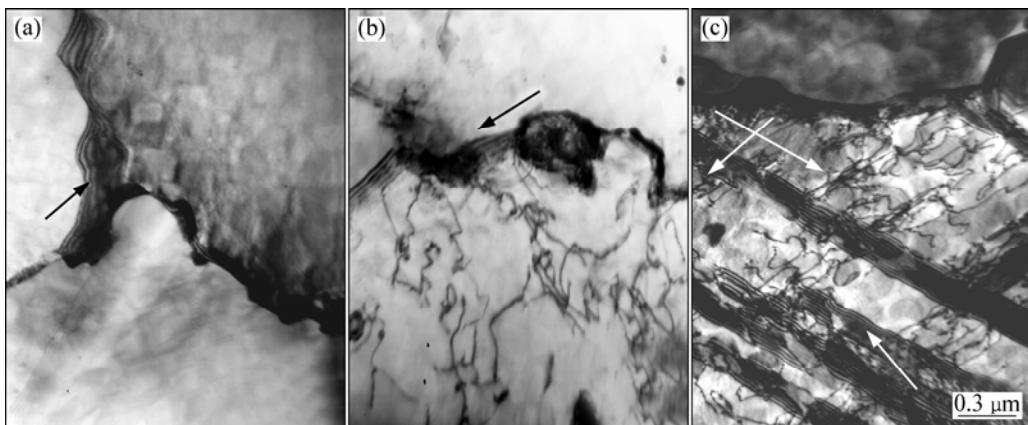


图9 在670 °C、1 034 MPa条件下盐浴处理的合金蠕变72 h断裂后的微观组织

Fig.9 Microstructures of salt cooling treated alloy crept for 72 h to fracture at applied stress of 1 034 MPa and 650 °C: (a) Carbide precipitates along grain boundary; (b) Dislocation tangles pile up near boundaries regions; (c) Stacking fault and dislocations within grain

3 结论

1) 合金经热等静压处理后组织致密,颗粒尺寸均匀,细小 γ' 相在颗粒内弥散分布,并有粗大 γ' 相沿颗粒边界不连续分布;固溶后经油冷处理,合金由尺寸不均匀的颗粒组成,在颗粒边界有较粗大的 γ' 相不连续分布,其周围为 γ' 相贫化区;固溶后经盐浴处理,合金中无较大尺寸的 γ' 相,晶粒尺寸不均匀程度增加,在晶内为弥散分布细小的 γ' 相,并有粒状碳化物沿晶界不连续析出。

2) 在实验的温度和应力范围内,经盐浴处理的合金有较长的蠕变寿命,测定出经油冷和盐浴处理的合

金在稳态蠕变期间的蠕变激活能分别为381.1和542.1 kJ/mol。

3) 油冷处理的合金在蠕变期间的变形机制是位错在基体中发生双取向滑移;盐浴处理的合金在蠕变期间可形成位错缠结和层错等位错组态,其中晶界及晶界处不连续析出的粒状碳化物可有效阻碍位错滑移是使合金具有较高蠕变抗力和较长蠕变寿命的主要原因。

REFERENCES

[1] 汪武祥,毛健,呼和,龚章汉,杨万宏,邹金文.热等静压FGH95粉末涡轮盘[J].材料工程,1999,12:39-43.

WNAG Wu-xiang, MAO Jian, HU He, GONG Zhang-han, YANG Wan-hong, ZOU Jin-wen. As-HIP FGH95 powder metallurgy superalloy turbine disks[J]. *Journal of Materials Engineering*, 1999, 12: 39–43.

[2] 刘东明, 张莹, 刘培英, 张义文. 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.

LIU Dong-ming, ZHANG Ying, LIU Pei-ying, ZHANG Yi-wen. Study on the PPB defect of P/M superalloy FGH95[J]. *Powder Metallurgy Industry*, 2006, 16(3): 1–5.

[3] PARK N K, KIM I S. Hot forging of nickel-base superalloy[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 111(2): 98–102.

[4] LU Z Z, LIU C L, YUE Z F. Probabilistic safe analysis of the working life of a powder metallurgical turbine disc[J]. *Mater Sci Eng A*, 2005, 395: 153–159.

[5] 张义文, 杨士仲, 李力, 李世魁, 张莹, 张凤戈, 国为民, 冯涤. 我国粉末高温合金的研究现状[J]. *材料导报*, 2002, 16(5): 1–4.

ZHANG Yi-wen, YANG Shi-zhong, LI Li, LI Shi-kui, ZHANG Ying, ZHANG Feng-ge, GUO Wei-ming, FENG Di. Current status of research on PM superalloy in China[J]. *Materials Review*, 2002, 16(5): 1–4.

[6] 胡本美, 尹法章, 贾成厂, 金开生, 李慧英. 热处理工艺对热挤压变形粉末高温合金 FGH95 组织与性能的影响[J]. *北京科技大学学报*, 2006, 28(12): 1121–1125.

HU Ben-fu, YI Fa-zhang, JIA Cheng-chang, JIN Kai-sheng, LI Hui-ying. Effect of heat treatment processing on the microstructure and properties of hot extrusion-deformed FGH95 alloy[J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2006, 28(12): 1121–1125.

[7] 邹金文, 汪武祥. 粉末高温合金研究进展与应用[J]. *航空材料学报*, 2006, 26(3): 244–249.

ZOU Jin-wen, WANG Wu-xiang. Development and application of P/M superalloy[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2006, 26(3): 244–249.

[8] SHYAM A, PADULA S A, MARRAS S I, MILLIGAN W W. Fatigue-crack-propagation thresholds in a nickel-base superalloy at high frequencies and temperatures[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2002, 33: 1948–1962.

[9] 胡本美, 陈焕铭, 金开生, 李慧英. FGH95 高温合金的静态再结晶机制[J]. *中国有色金属学报*, 2004, 14(6): 901–906.

HU Ben-fu, CHEN Huan-ming, JIN Kai-sheng, LI Hui-ying. Static recrystallization mechanism of FGH95 superalloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2004, 14(6): 901–906.

[10] RAMAKRISHNAN R I, HOWSON T E. Modeling the heat treatment of superalloys[J]. *Journal of Materials Science*, 1992, (6): 29–32.

[11] 国为民, 陈淦生. 直接 HIP 成形 FGH95 合金组织和性能的研究[J]. *材料科学与工艺*, 2000, 8(1): 68–73.

GUO Wei-ming, CHEN Gan-sheng. Texture and properties of FGH95 with direct HIP[J]. *Materials Science and Technology*, 2000, 8(1): 68–73.

[12] 胡本美, 陈焕铭, 宋铎, 李慧英. 预热处理对 FGH95 高温合金粉末中碳化物的影响[J]. *金属学报*, 2003, 39(5): 470–450.

HU Ben-fu, CHEN Huan-ming, SONG Duo, LI Hui-ying. The effect of pre-heating on carbide precipitates in FGH95 superalloy powders prepared by PREP[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2003, 39(5): 470–450.

[13] 周建波, 董建新, 徐志超. 热处理工艺对 FGH95 合金涡轮盘组织和性能的影响[J]. *金属热处理*, 2002, 27(6): 30–32.

ZHOU Jian-bo, DONG Jian-xin, XU Zhi-chao. Effect of process on microstructure and properties of super-alloy FGH95 turbine disk[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2002, 27(6): 30–32.

[14] KLEPSER C A. Effect of continuous cooling rate on the precipitation of gamma prime in nickel-based superalloys[J]. *Scripta Metallurgica*, 1995, 33(4): 589–596.

[15] TIAN Sui-gui, YU Xing-fu, YANG Jian-hong, ZHAO Nai-ren, XU Yong-bo, HU Zhuang-qi. Deformation features of a nickel-base superalloy single crystal during compress creep[J]. *Mater Sci Eng A*, 2004, 379: 141–147.

(编辑 龙怀中)