

FGH96 高温合金的再结晶组织特征

宁永权¹, 李 辉², 姚泽坤¹, 郭鸿镇¹

(1. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

(2. 中国航空工业第一飞机设计研究院, 陕西 西安 710089)

摘 要: FGH96 高温合金的再结晶主要包括孕育期、形核期和晶核长大期。再结晶形核与长大对温度非常敏感: 当变形量较小时, 在 1050 °C 充分形核, 在 1080 °C 再结晶晶核等轴化过程稳定, 能够得到均匀细小的等轴晶, 而当温度高于 1110 °C 时, 再结晶等轴晶粒显著长大; 随着变形量的增大, 获得细晶粒的温度由 1110 °C 降低到 1080 °C 左右。促进形核、抑制晶粒长大均有利于晶粒细化。另外, 再结晶优先在原始颗粒边界发生, 当变形不充分时, 内部残留未再结晶区, 得到不完全再结晶组织, 即“项链”组织。同时, 这种组织也是粉末冶金材料晶粒细化过程中必然存在的中间态特征组织, 随着变形方向的增加、累积变形量的增大, 原始颗粒中心区域能够发生再结晶, “项链”组织也逐渐转化成等轴细晶组织。

关键词: 粉末冶金高温合金; 再结晶特征; 项链组织; 晶粒细化

中图分类号: TG132.3²; TG113

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)05-1225-05

航空发动机推重比往往可以衡量一个国家的航空工业水平, 发达国家航空发动机推重比达 12~15。获得具有梯度结构的双晶粒组织——盘心细晶组织、盘缘粗晶组织, 充分发挥粗、细晶组织在高、低温条件下的性能优势, 实现双性能, 满足涡轮盘各个部位实际工作需要, 可大大提高发动机的推重比。由于双性能涡轮盘的组织符合涡轮盘的实际工作需要, 能够充分发挥材料的性能潜力, 因此受到先进工业国家的科技工作者的高度青睐。

双性能涡轮盘是提高发动机推重比的有效手段, 但是由于研制时间短, 包括美国在内双性能涡轮盘制造技术尚不成熟。尽管在 20 世纪 90 年代, 已有少量双性能涡轮盘被应用在发动机上, 但制造工艺仍然需要改进和完善。目前, 双性能涡轮盘的研制主要有两个方向, 即双合金双性能和单合金双性能。无论那种研制方向都要求盘缘部位合金具有良好的蠕变和裂纹扩展抗力, 盘心部位合金具有较高的抗拉强度和低周疲劳抗力^[1]。

单合金双性能涡轮盘实际是在盘缘和盘心形成显著的晶粒度梯度, 盘心部位的晶粒度(ASTM)一般为 10~12 级, 盘缘部位的晶粒度则为 ASTM 3~6 级^[2]。关键技术包括超细晶盘坯制备和梯度热处理。超细晶

盘坯制备技术已经做过报道^[3], 本文不再赘述。梯度热处理则是使盘心保持细晶组织、盘缘晶粒粗化的关键。FGH96 合金^[4,5]作为典型的新型粉末冶金高温合金, 研究其再结晶行为不仅能够丰富再结晶理论, 更重要的是合理地应用再结晶理论控制具有梯度结构的双晶组织的形成, 为优化梯度热处理技术提供科学依据。

1 实 验

实验用 FGH96 粉末高温合金的名义成分(质量分数, %)为: C, 0.02~0.05; Al, 2.0~2.4; W, 3.8~4.2; Nb, 0.6~1.0; Mo, 3.8~4.2; Ti, 3.5~3.9; Cr, 15.5~16.5; Co, 12.5~13.5; Fe, < 0.5; B, 0.006~0.015; Mn, < 0.15; Zr, 0.025~0.05; Si, < 0.20; P, < 0.015; S, < 0.015; H, < 0.001; N, < 0.005; O, < 0.007; Ni, 余量。母合金采用真空感应熔炼, 用等离子旋转电极(plasma rotary electrode powder, PREP)^[6,7]法制粉, 真空脱气、包套后热等静压(hot isostatic press, HIP)^[8-10]成形。

对 HIP 态 FGH96 合金按照表 1 进行不同工艺条件下的热加工。序号 1 是室温条件下在自由锻锤上“多次轻打”而成的, 其总的拔长量为 10%; 序号 2 是在 1000 °C 下自由锻粗 40%。保证在以上 2 种变形过程中不发生动态再结晶, 以更准确地研究退火过程中的静

收稿日期: 2015-05-06

基金项目: 国家自然科学基金(51101119); 中国博士后科学基金(2015M570851); 香江学者计划(XJ2014047)

作者简介: 宁永权, 男, 1982 年生, 博士后, 副教授, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072, 电话: 029-88493744, E-mail: ningke521@163.com

态再结晶。分别对冷拔长和热墩粗后的试样进行从 900~1170 °C 的退火处理。用箱式电阻炉加热，温度误差为 ± 2 °C；采取到温入炉的加热方式，保温 30 min 后，即刻水淬。应该指出，本实验所用的原材料（即热等静压态的粉末高温合金）存在着一定的再结晶组织^[11,12]，会对本研究造成一定的影响，需要依靠大量、系统的分析予以排除。序号 3~6 是在液压机上对原材料进行不同工艺的塑性变形和热处理，以细化晶粒为目的。利用 OLYMPUS PMG3 光学显微镜观察金相组织，应用 TESCAN VEGA 2 扫描电镜观察微观组织。

2 结果与讨论

2.1 再结晶温度的初步确定

HIPed 态 FGH96 合金经冷拔长和不同温度退火后的微观组织如图 1 所示。应该指出，在室温下进行自由拔长难度非常大，一方面是因为合金的变形抗力非常大，另一方面是过重的锤打极易产生锻造裂纹。经

过数次的极小变形量自由锻终于将合金拔长 10%。但是，小变形量自由锻产生的变形非常小，可避免因过度变形热引起合金内部结构的变化。在退火处理时，温度对静态再结晶起决定性作用。冷拔长后的合金的静态再结晶可分为 3 个时期：

I. 孕育期 (930~990 °C)：个别晶界出现弯曲，但未形成再结晶晶核；

II. 形核期 (1020~1080 °C)：晶界弯曲明显，随着温度的升高形成了明显的再结晶晶核；

III. 晶核长大期 (1110 °C 以上)：再结晶晶核长大、形成了均匀的等轴晶粒。随着温度的升高，等轴晶粒将发生粗化。

根据以上分析可知，当总变形量较小、退火保温 30 min 时，FGH96 合金的静态再结晶温度约为 1110 °C。应该指出，随着变形量的增加，发生再结晶形核和长大的温度均会有所降低，即在低于 1110 °C 的温度下能够获得等轴状再结晶晶粒。

表 1 HIP 态 FGH96 合金的热加工工艺
Table 1 Hot working parameters of HIPed FGH96 superalloy

No.	Process	Deformation condition			Heat treatment condition
		Equipment	Temperature/°C	Deformation/%	
1	Free drawing and annealing	Free forging hammer	20	10	900~1170 °C, 30 min/WQ
2	Hot upsetting and annealing	Hydropress	1000	40	900~1170 °C, 30 min/WQ
3	Sadden drawing and direct annealing	Hydropress	1140	40	750 °C, 8 h/AC
4	Upsetting and solution plus annealing	Hydropress	1140	40	1150 °C, 2 h + 750 °C, 8 h/AC
5	Multiple forging and solution plus annealing	Hydropress	1140	70	1150 °C, 2 h + 750 °C, 8 h/AC
6	Multiple forging and solution plus annealing	Hydropress	1140	100	1150 °C, 2 h + 750 °C, 8 h/AC

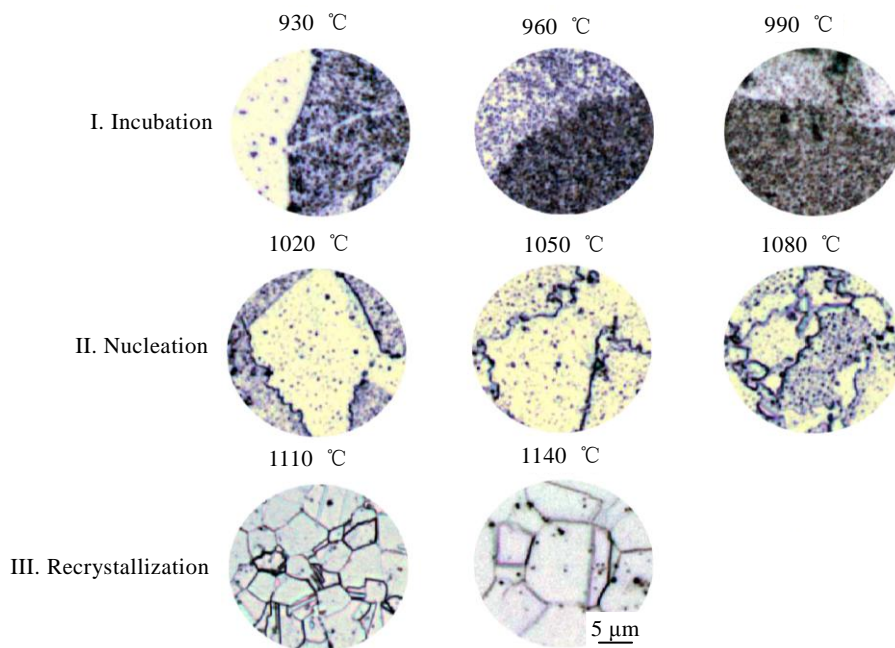


图 1 FGH96 合金经冷拔长和退火后的典型组织

Fig.1 Typical microstructures of FGH96 superalloy after cold drawing and annealing treatment at different temperatures

2.2 晶粒长大

HIPed 态 FGH96 合金经热模锻造和不同温度退火后的微观组织如图 2 所示。热模锻造后晶粒被显著拉长, 储存了较大的形变能。在 1050 °C 下进行退火时, 在原始颗粒边界上形成了细小的晶核; 退火温度升高到 1080 °C 时, 晶核发生长大, 形成了均匀的等轴晶。继续升高退火温度, 等轴晶粒将发生粗化。但是, 在一定的温度范围内, 当晶粒尺寸达到某个值以后便不再变化。此时, 所有晶界的迁移达到了一个动态的平衡。热模锻造后的 FGH96 合金在 1110~1170 °C 温度内的退火组织的晶粒尺寸就十分接近。与冷拔长相比, 热模锻造的变形量由 10% 增加到 40%, 合金的再结晶温度由 1110 °C 降低到 1080 °C 左右。就晶粒细化工艺而言, 退火温度必须受到严格控制。稍高的退火温度会使再结晶晶粒发生粗化, 低的退火温度又不能使晶核长成等轴晶。实验结果表明, 对于深度变形的 FGH96 合金而言, 1080 °C 是获得均匀、细小等轴晶的最佳温度。

2.3 晶粒尺寸的控制

研究再结晶形核和晶粒长大的目的是为了控制晶粒尺寸^[13,14]。再结晶的不同时性预示着晶粒长大是不可避免的, 优先再结晶的晶粒将在其后的再结晶过程中发生长大。在实际工程中几乎没有可能通过控制工艺使材料恰好发生再结晶而不使其长大。所以“晶粒细化”应理解为采取合适的方法以尽可能地促进再结晶的形核过程, 并且抑制或者延缓等轴晶粒的长大。

退火温度对 FGH96 合金的微观组织和晶粒尺寸的影响示意图如图 3 所示。热变形后, 剧烈变形的晶粒边界存在少许的再结晶晶核, 说明在热变形过程中发生了轻微的动态再结晶形核。随着退火温度由 930 °C 升高到 1050 °C, 再结晶晶核的数目明显增多, 但再结晶晶核的尺寸维持在 1~2 μm; 当温度升高到 1080 °C 时, 不论晶内还是晶界, 均发生再结晶, 最后可得到 6 μm 左右的等轴细晶; 当温度由 1110 °C 升高到 1200 °C 时, 等轴晶粒长大至 18~22 μm。综上所述, 热模锻造后 FGH4096 合金的微观组织受到再结晶退火温度的显著影响: 1050 和 1080 °C 将分别作为最佳的形核和再结晶温度, 1110 °C 将作为晶粒长大的临界温度。

2.4 项链组织

“项链”组织是 HIPed 态 FGH96 合金中常见的组织, 是一种不完全的再结晶组织。再结晶优先在原始颗粒边界发生^[7, 15]; 随着变形量增加, 向颗粒的内部发展。当不足以使颗粒内部发生完全的再结晶时, 便残留下一部分未发生再结晶的区域, 形成“项链”组织。典型的“项链”组织如图 4 所示。可见, 呈等轴状的再结晶晶粒 (4 μm) 镶嵌在某些尺寸在 10 μm 以上的未再结晶区域的周围。等轴晶表面光滑, 而未发生再结晶区域则比较粗糙。主要是由于再结晶以后, 晶内原子重构完全^[1,16], 大部分变形结构 (如位错) 被消除, 而未再结晶区域则保留了大部分的变形结构^[17,18]。光滑、粗糙表面利于区分再结晶和未再结晶区。

图 5 所示为不同热加工后所获得的典型“项链”

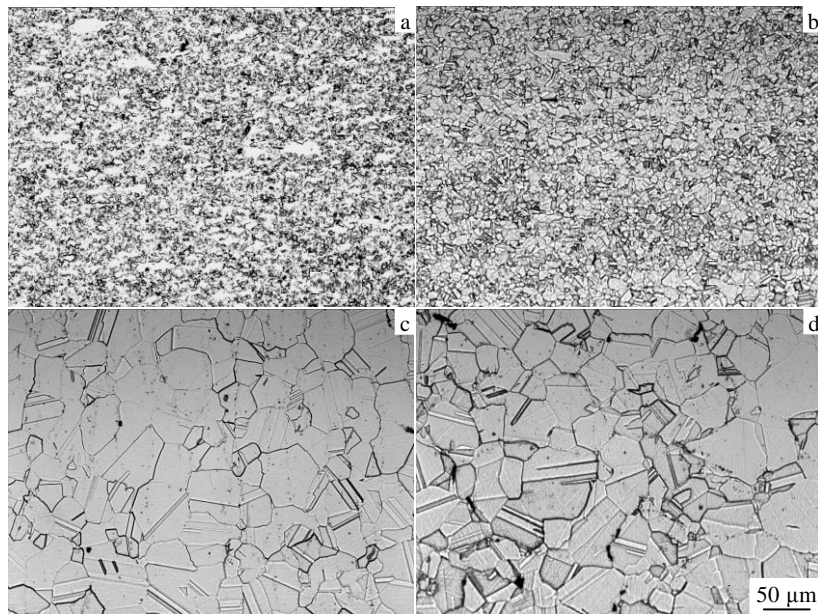


图 2 热等静压态 FGH96 合金经热模锻造和再结晶退火处理后的典型组织

Fig.2 Microstructures of the post-forged FGH96 superalloy after annealing treatment at different temperatures: (a) 1050 °C, (b) 1080 °C, (c) 1110 °C, and (d) 1140 °C

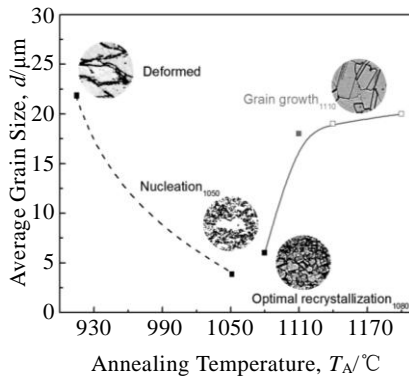


图 3 退火温度对热模锻造 FGH96 合金晶粒尺寸影响
Fig.3 Effect of annealing temperature on microstructure and grain size of FGH96 superalloy after hot die forging

组织。从图中可见，不同工艺处理后获得的等轴晶尺寸相近，约为 $4\ \mu\text{m}$ ；但等轴晶所占比例及未再结晶区域的尺寸却截然不同。热模拔长和直接时效热处理后得到的“项链”组织，其未再结晶区域面积最大，多数呈 $30\ \mu\text{m}\times 10\ \mu\text{m}$ 的椭圆形状，分布比较均匀；等轴晶约占 70% 左右（图 5a）。热模镦粗和固溶时效处理后，未再结晶区域面积减小，分布更均匀但形状不规则，此时等轴晶粒约占 80%（图 5b）。增加变形方向、

增大累积变形程度后，即多方向锻造和固溶时效处理后，仅有个别区域未再结晶，尺寸为 $10\sim 18\ \mu\text{m}\times 8\ \mu\text{m}$ （图 5c）。

不完全再结晶是形成“项链”组织的根本原因。首先，镦粗、拔长和多方向锻造过程中，变形方向和累计变形量存在着差异。变形方向越多、累计变形量越大，动态再结晶进行得越完全。其次，热处理制度决定是否发生静态再结晶：直接时效处理温度较低，将不会发生静态再结晶；而固溶时效处理的固溶过程中，将发生静态再结晶，此时，某些新晶核将形成，某些晶粒也可能长大。比较图 5a 和 5b 可知，“镦粗+固溶时效”后所得到的“项链”组织中存在更多的等轴晶粒和更小的未变形区，这正是由于固溶处理时发生了静态再结晶的缘故。比较图 5b 和 5c 可知，多方向锻造能够获得更多的等轴晶和更小的未再结晶区，归因于变形方向的增加和累计变形量的增大。图 5c 是 HIPed 态 FGH96 合金经 2 次多方向锻造（累计变形量约 100%）和固溶时效处理后的微观组织。此时，未再结晶区域的尺寸与等轴晶很接近。随着累积变形量的增加，原来未发生再结晶的区域也发生了再结晶；此时，试样的显微组织转化成完全的等轴组织，实现了晶粒的细化。

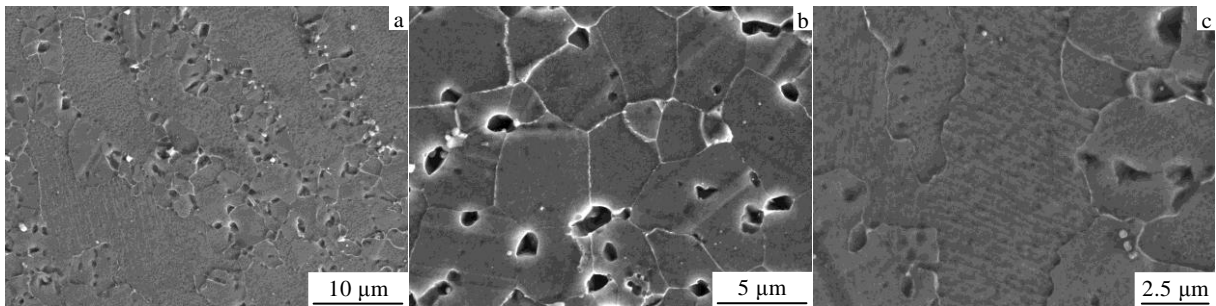


图 4 FGH96 合金的“项链”组织

Fig.4 “Necklace microstructure” in FGH96 superalloy: (a) overview, (b) equiaxed grain, and (c) unrecrystallized zone

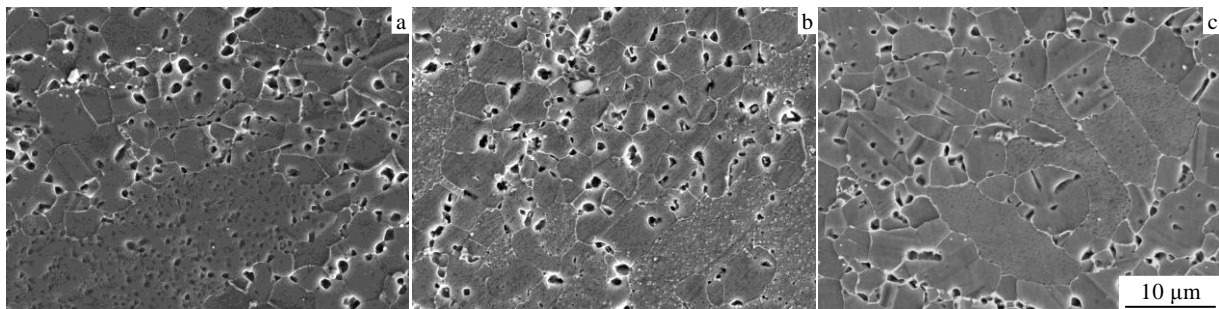


图 5 FGH96 合金经不同工艺热加工后得到的“项链”组织

Fig.5 Different “necklace microstructures” of FGH96 superalloy after different hot working processes: (a) saddle drawing and direct annealing, (b) upsetting and solution plus annealing, and (c) multiple forging and solution plus annealing

3 结 论

1) FGH96 合金的再结晶过程主要包括孕育期、形核期和晶核长大期。1050 °C 为最佳的形核温度, 而 1110 °C 将作为晶粒长大的临界温度。

2) 促进形核、抑制晶粒长大均有利于晶粒细化。随着变形量的增大, 获得细晶粒的再结晶温度由 1110 °C 降低到 1080 °C 左右。

3) “项链”组织的形成是变形不足、再结晶不完全所致。随着变形方向的增加、累积变形量的增大, 原始颗粒中心区域能够发生再结晶, “项链”组织也逐渐转化成等轴细晶组织。

参考文献 References

- [1] Tian Gaofeng, Jia Chengchang, Liu Jiaotao *et al. Mater Des*[J], 2009, 30: 433
- [2] Ning Yongquan, Yao Zekun, Guo Hongzhen *et al. J Alloy Compd*[J], 2013, 557: 27
- [3] Ning Yongquan(宁永权), Yao Zekun(姚泽坤), Guo Hongzhen(郭鸿镇) *et al. Rare Metal Mater Eng*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(7): 1235
- [4] Ning Yongquan, Yao Zekun, Guo Hongzhen *et al. Key Eng Mater*[J], 2009, 407-408: 694
- [5] Ning Yongquan, Yao Zekun, Li Hui *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527: 961
- [6] Ozols A, Sirkin H R, Vicente E E. *Mater Sci Eng A*[J], 1999, 262: 64
- [7] Guo Weimin, Wu Jiantao, Zhang Fengge *et al. J Iron Steel Rese, Inter*[J], 2006, 13: 65
- [8] Rao G A, Srinivas M, Sarma D S. *Mater Sci Eng A*[J], 2004, 383: 201
- [9] Kim M T, Oh O Y. *J Alloy Compd*[J], 2009, 477: 224
- [10] Traff A. *Metal Powder Report*[J], 1990, 45: 279
- [11] Ning Yongquan, Yao Zekun, Li Hui *et al. Chinese Journal of Mechanical Engineering*[J], 2009, 22: 925
- [12] Ning Yongquan, Yao Zekun, Fu M W *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527: 6968
- [13] Sandim H R Z, Hayama A O F, Raabe D. *Mater Sci Eng A*[J], 2006, 430: 172
- [14] McQueen H J. *Mater Sci Eng A*[J], 2004, 387-389: 203
- [15] Ning Yongquan(宁永权), Yao Zekun(姚泽坤), Xie Xinghua(谢兴华) *et al. Acta Metal Sin*(金属学报)[J], 2010, 46(3): 324
- [16] Murata Y, Morinaga M. *Scripta Mater*[J], 2000, 43: 509
- [17] Ur S C, Nash P. *Scripta Mater*[J], 2002, 47: 405
- [18] Weaver D S, Semiatin S L. *Scripta Mater*[J], 2007, 57: 1044

Recrystallization Characterization of FGH96 Superalloy

Ning Yongquan¹, Li Hui², Yao Zekun¹, Guo Hongzhen¹

(1. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. The First Aircraft Institute, Aviation Industry Corporation of China, Xi'an 710089, China)

Abstract: The recrystallization of powder metallurgical superalloy FGH96 undergoes three characteristic periods, viz., incubation, nucleation and growth. The recrystallization behavior is sensitive to annealing temperature. When the temperature is 1050 °C, there is lots of nucleation at the previous particle boundaries. The nucleation grows up and the fine equiaxed grains are obtained when the temperature is 1080 °C. However, the equiaxed grains would significantly get coarse when the temperature is 1110 °C. Recrystallization usually takes place at previous particle boundaries during hot deformation process. When the deformation is not enough, a typically incomplete recrystallization microstructure, named the “necklace microstructure”, will be obtained. The “necklace microstructure” has fine equiaxed grains inlaid in non-equiaxed coarse grains surrounding. Meanwhile, it is also the intermediate microstructure during the refinement processing of the powder metallurgical materials. Both the severe total deformation and multiple deformation direction are favorable for grain refinement.

Key words: powder metallurgical superalloy; recrystallization characterization; necklace microstructure; grain refinement

Corresponding author: Ning Yongquan, Ph. D., Associate Professor, School of Material Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88493744, E-mail: ningke521@163.com