

热处理冷速对 FGH97 盘件显微组织和蠕变性能的影响

张 海, 邹志欢, 龙安平, 王 冲, 欧业韬

(深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518045)

摘 要: 对 FGH97 粉末高温合金盘件进行热处理, 采用光学显微镜、扫描电子显微镜、能谱仪和蠕变试验机研究了不同固溶冷速下合金的显微组织、蠕变性能和蠕变机制。研究表明: 随固溶冷速的增加, γ' 相尺寸减小, 富 Ti、Nb、Hf 的 MC 型碳化物由连续析出变为颗粒状弥散析出。在 750 °C/450 MPa 蠕变试验条件下, 固溶冷速为 94 °C/min 的样品性能明显优于 43 °C/min。FGH97 粉末高温合金在 750 °C/450 MPa 条件下的蠕变机制为位错切割 γ' 相, 在晶界处产生应力集中导致裂纹的萌生, 裂纹沿着晶界碳化物扩展, 最终导致材料的断裂。弥散颗粒状分布的碳化物能有效抑制微裂纹的贯通。

关键词: 粉末高温合金; 微观组织; 蠕变; 断裂; 晶界碳化物

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)07-2488-06

粉末高温合金由于具有优异的高温强度、良好的疲劳性能和断裂韧性而被广泛应用于航空航天、核工程、能源动力等领域^[1]。粉末高温合金由于成分和工艺的差异, 服役温度也会存在较大区别, 如 FGH95 粉末高温合金的 γ' 相体积分数占 40%~50%, 其使用温度为 650 °C, 随着工艺和成分调节, 发展了以 FGH96 和 FGH97 一系列的粉末高温合金, 其中 FGH97 粉末高温合金的使用温度达到了 750 °C, 合金中 γ' 相体积分数达到了 60%以上。该合金具有组织均匀、晶粒细小及良好的综合力学性能。FGH97 粉末高温合金盘件制备工艺过程为: 母合金熔炼、雾化制备合金粉末、粉末处理、装套、热等静压和热处理, 其中热处理是盘件制备过程中的一道关键工序。目前国内外对于粉末高温合金的热处理研究主要为固溶温度、保温时间、固溶冷却方式(速率)、时效温度及时间对合金组织及性能的影响。

田素娟等^[2]采用不同固溶温度对 FGH95 粉末高温合金进行热处理发现: 采用适当的固溶温度可以改善 γ' 相的尺寸、形貌和碳化物的分布, 提高合金的蠕变性能。王璞等^[3]采用不同热处理制度处理 GH 864 合金发现: 晶粒度对合金的裂纹扩展速率影响较大, 粗晶组织能明显降低裂纹扩展速率, 同时晶界析出相对裂纹扩展速率有较大作用, 而强化相 γ' 对裂纹扩展速率

影响不明显。Jia 等^[4]采用不同热处理制度处理 FGH100L 合金发现: 不同的固溶冷速会导致合金的晶界形态和 γ' 的尺寸发生变化, 从而影响合金的蠕变性能。吴凯等^[5,6]采用不同固溶冷速处理 FGH 98 I 合金发现: 随着固溶冷却速度增加, 合金中二次和三次 γ' 相的尺寸减小, 二次 γ' 相形状从蝶形向球形转变, γ' 相的形状因子和颗粒密度增大, 面积分数减小。

通过文献报道可发现, 粉末高温合金的力学性能与 γ' 相尺寸及碳化物的数量、形态和分布密切相关, 特别是晶界及晶界处析出的碳化物形态对合金的蠕变性能有重要影响^[7-11], 而 γ' 相尺寸及碳化物的数量、形态和分布与热处理制度密切相关。盘件实际生产过程中主要以氩气作为冷却介质, 在不同气冷压力 and 不同工件尺寸下, 固溶冷却速率有较大差异, 大尺寸盘件在热处理过程中的固溶冷却速率会直接影响到盘件最终的组织 and 力学性能。因此, 研究固溶热处理冷速对蠕变性能的影响对盘件生产具有重大意义。本研究在 FGH97 盘件热处理试验中, 测试了盘件 3 个不同径向部位的固溶冷却速度, 分析了各部位盘件的显微组织及蠕变性能, 深入研究了固溶冷却速率对 FGH97 合金显微组织和蠕变性能的影响。

1 实 验

收稿日期: 2019-07-15

基金项目: 广东省重点领域研发计划项目 (2019B010935001); 深圳市海外高层次人才资金 (20150128085205453)

作者简介: 张 海, 男, 1991 年生, 硕士, 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518045, 电话: 0755-23616923, E-mail: Zhangxianhai2017@163.com

实验用 FGH97 高温合金名义成分(质量分数, %)为: Cr 8.87, Mo 3.98 W 5.57, Ti 1.82, Co 15.72, Al 5.19, Nb 2.67, Hf 0.21, Ni 余量。采用氩气雾化(AA)法制备 FGH97 高温合金粉末, 粉末经筛分和预处理后装入不锈钢包套, 真空脱气封焊后在 1200 °C/150 MPa 下保持 4 h 进行热等静压。盘件采用三级时效进行热处理, 具体热处理制度为: 固溶: (1200±10) °C 保温 4 h, 气冷; 时效: (1) 一级时效: (910±10) °C 保温 3h, 空冷; (2) 二级时效: (750±10) °C 保温 8 h, 空冷; (3) 三级时效: (700±10) °C 保温 17 h, 空冷, 上述过程在 IPSEN TITAN(H2-12bar)真空气淬炉中进行。用热电偶测得盘件 3 个不同径向部位 A、B、C 的固溶冷却速率如图 1 所示。固溶冷却速率定义为从固溶温度冷却至 900 °C 的平均冷速为该工件的固溶冷却速率。A、B、C 部位的冷却速率分别为 19、43、94 °C/min, 用于组织和性能分析的试样分别为 A、B 和 C。采用的腐蚀剂为 5 g CuCl₂+100 mL HCl+100 mL 乙醇, 采用 Image-J 软件并参考了文献[12, 13]分析统计 A、B、C 样品的 γ' 相尺寸, 采用 RJ-50 型蠕变试验机进行蠕变测试, 样品尺寸如图 2 所示, 利用 EVO MA 25 型 SEM 观察蠕变断口形貌及样品纵截面显微组织。

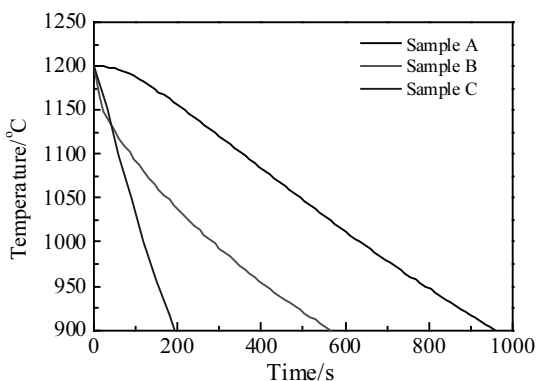


图 1 3 种不同固溶冷速试样的冷却曲线

Fig.1 Cooling curves of three sample at different solution cooling rates

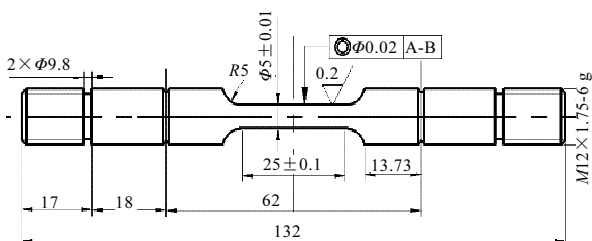


图 2 蠕变试样尺寸

Fig.2 Sketch of the rod-type specimen for stress rupture test

2 实验结果

2.1 不同固溶冷速下的显微组织

FGH97 粉末高温合金盘件在不同固溶冷速下的组织如图 3 所示。从图中可以看出, 合金微观组织呈现出等轴晶组织, 晶粒尺寸为 20~30 μm , γ 基体上分布着 γ' 相, 碳化物主要分布在晶界上。随着固溶冷却速度的增加, 合金的晶粒尺寸变化不大, γ' 相尺寸减小, 合金的固溶冷速由 19 °C/min 上升为 94 °C/min 时, γ' 相尺寸由 535 nm 减小到 359 nm, 见表 1, 碳化物的分布也由连续网状分布变为弥散型分布。为了进一步表征 γ' 的尺寸变化情况, 采用 ImageJ 对 γ' 相的面积进行了统计, 拟合曲线如图 4 所示, 固溶冷速为 43 和 94 °C/min 时, γ' 相的面积大小绝大部分位于 0.05~0.1 μm^2 , 而当固溶冷速为 19 °C/min 时, 大部分 γ' 相的面积大小位于 0.1~0.15 μm^2 。随着固溶冷速的增加, γ' 相的面积平均值分别为 0.059、0.070 和 0.013 μm^2 。

在冷速相对较慢的情况下, 溶质原子 Ti、Nb、Hf 等扩散充分, 加上晶界特殊的结构, 使其在晶界上与 C 元素有充分时间反应生成碳化物并聚集长大, 最终形成慢冷速下碳化物的分布特征。 γ' 相尺寸与基体过饱和度有紧密的关系, 而基体过饱和度大小取决于冷却速度, 在较快冷速下, 基体能够迅速累积较高的过饱和度, 给 γ' 相形核提供较大的驱动力, 根据经典形核理论, γ' 相需要的形核功会大大减小, 析出临界尺寸也很小。且快冷条件下 Al、Ti 原子扩散不充分, 导致 γ' 相在冷却过程中的长大受阻。不同固溶冷速下合金的晶粒度、 γ' 相尺寸及碳化物分布情况如表 1 所示。图 5 为碳化物与基体 EDS 能谱分析位置图, Point 1 为晶界上碳化物, Point 2 为基体。能谱仪测试碳化物成分表明: 晶界碳化物主要为富 Ti、Nb、Hf 的 MC 型化合物。

2.2 不同固溶冷速下的蠕变性能

选取 B、C 2 种固溶冷速下的样品进行 750 °C/450 MPa 条件下的蠕变试验。图 6 为 B、C 样品 750 °C/450 MPa 条件下测定的蠕变曲线和蠕变速率曲线。从图 6a 和图 6b 可知, 样品 B 的蠕变曲线包含 3 个典型的蠕变阶段, 分别为初期蠕变、稳态蠕变和加速蠕变。在初期蠕变阶段, 蠕变速率降低; 趋于稳定后进入稳态蠕变阶段, 测得样品 B 在稳态期间的蠕变速率为 0.0026%/h, 蠕变到 0.2% 的时间为 46 h; 随后蠕变速率不断增大, 进入加速蠕变阶段直至断裂, 样品 B 蠕变断裂寿命为 879 h。样品 C 的初期蠕变阶段时间较短, 快速进入稳态蠕变阶段, 测得样品 C 在稳态期间的蠕变速率为 0.0016%/h, 蠕变到 0.2% 的时间为 157 h, 蠕变断裂寿命为 1007 h, 如表 2 所示。对比分析样

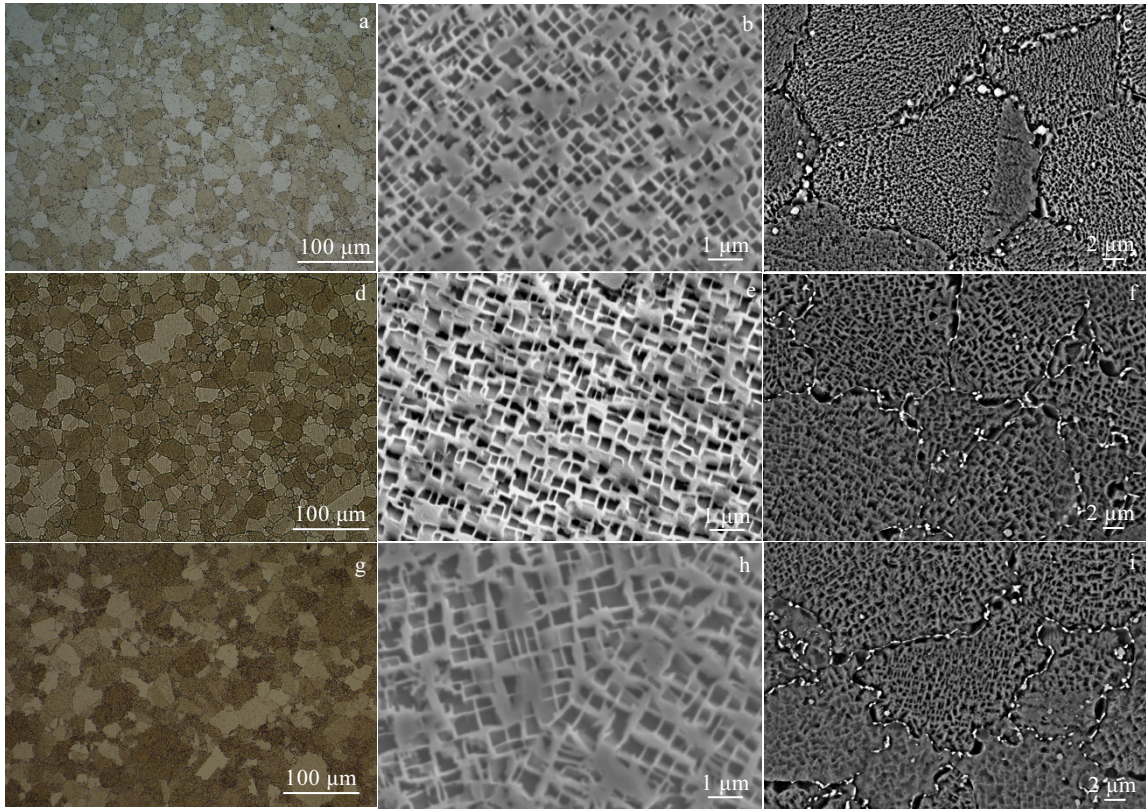


图 3 不同固溶冷速下的 FGH97 盘件的显微组织

Fig.3 Microstructures of FGH97 superalloys at different solution cooling rates: (a~c) sample C, 94 °C/min; (d~f) sample B, 43 °C/min; (g~i) sample A, 19 °C/min

表 1 不同固溶冷速下合金的晶粒度、 γ' 尺寸及碳化物分布情况

Table 1 Grain size number, size of γ' and distribution of carbides at different cooling rates

Cooling rate/ $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$	Grain size ASTM number	Size of γ' /nm	Distribution of carbides
19	7.1	535 \pm 10	Continuous
43	7.8	395 \pm 1	Continuous
94	8.0	359 \pm 13	Discrete

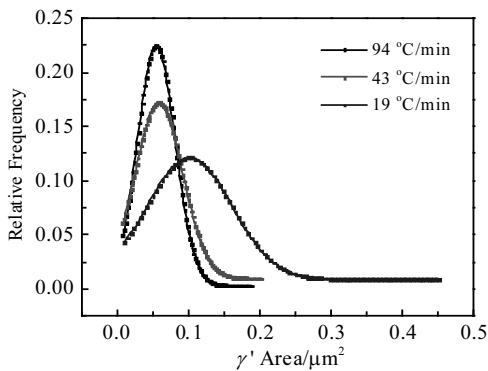
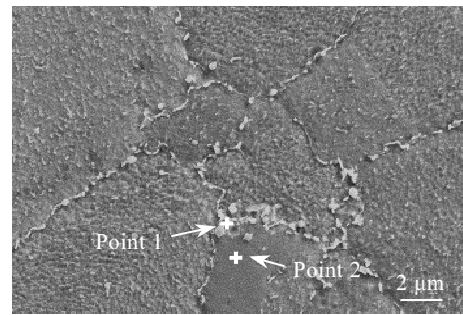


图 4 不同固溶冷速下 γ' 相的面积拟合曲线

Fig.4 Fitted distribution curves of the γ' particle area at different solution cooling rates



Point	C	Al	Ti	Nb	Hf
1	10.25	1.93	5.63	21.76	6.48
2	5.39	4.95	1.38	2.56	0.08

图 5 碳化物和基体的 EDS 能谱分析结果

Fig.5 EDS analysis (mass fraction, %) of carbide (Point 1) and matrix (Point 2)

品 B、C 的蠕变曲线，主要差异在初期蠕变阶段，样品 C 在蠕变初期具有较大的变形抗力，而样品 B 是在发生一定的塑性变形后，在变形硬化作用下产生较大变形抗力进入到稳态蠕变阶段。样品 C 蠕变到 0.2% 的时间为样品 B 的 341%，同时其稳态蠕变速率仅为

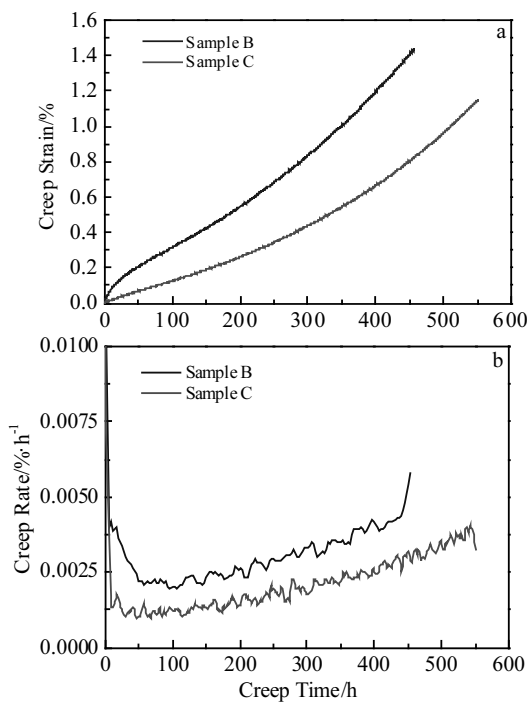


图 6 样品 B 和 C 在 750 °C/450 MPa 下测得的蠕变曲线和蠕变速率曲线

Fig.6 Creep curves of the sample B and sample C at 750 °C/450 MPa: (a) creep strain curves and (b) creep rate curves

样品 B 的 62%，表明样品 C 比样品 B 具有更好的综合蠕变性能。

3 讨论

不同固溶冷速下合金的蠕变断口纵截面的组织如图 7 所示，从断口附近的组织可以看出：FGH97 粉末高温合金在 750 °C/450 MPa 条件下的蠕变断裂为沿晶断裂模式，这是因为在 750 °C 已经超过了合金的等温强度，即合金的晶界强度小于晶粒强度。此外，还发现样品 B 蠕变断口纵截面组织的裂纹数量远多于样品 C，且尺寸较大，说明固溶冷速为 94 °C/min 的样品 C 的变形能力比固溶冷速为 43 °C/min 的样品 B 更强。上文提到粉末高温合金的力学性能与 γ' 相及碳化物的

表 2 样品 B 和 C 在 750 °C/450 MPa 下的蠕变参数

Table 2 Creep parameters of the sample B and sample C at 750 °C/450 MPa

Sample	Cooling rate/ °C·min ⁻¹	Time of creep strain to 0.2%/h	Steady creep rate/%·h ⁻¹	Creep life/ h
B	43	46	0.0026	879
C	94	157	0.0016	1007

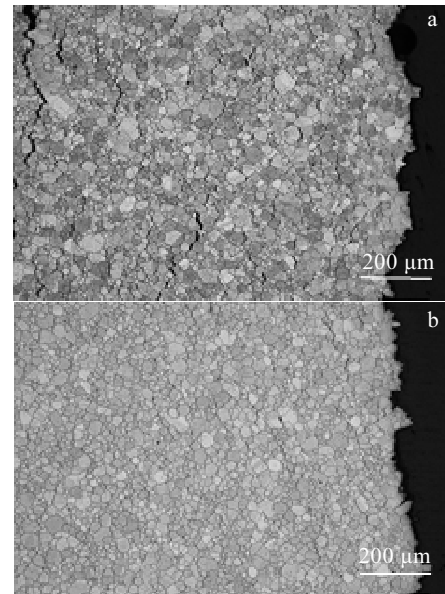


图 7 不同固溶冷速下断口附近纵截面组织

Fig.7 Microstructures of creep fracture at different cooling rates: (a) sample B, 43 °C/min; (b) sample C, 94 °C/min

数量、形态和分布密切相关，蠕变试验结果表明固溶冷速对碳化物及 γ' 相尺寸有着显著影响，特别是晶界处析出的碳化物形态对合金的蠕变性能有重要影响。

3.1 γ' 相

γ' 相的体积分数、形态及尺寸对 FGH97 粉末高温合金的蠕变性能有着极其重要的影响。文献[14]采用不同热处理制度对 FGH97 进行处理发现： γ' 相的体积分数变化不大，而 γ' 相尺寸变化显著。 γ' 相的尺寸、形态和分布对合金性能有决定性的影响，而这些与合金固溶冷却速率密切相关。

高温合金根据 γ' 相的数量、尺寸、形状和分布不同，它与基体相结合状态不一、以及 γ' 相的形变特征的差异，可将 γ' 相的强化作用分为 3 种：一种为位错绕过 γ' 相的变形机制；另一种为位错切割 γ' 相的机制，第 3 种为位错攀移机制^[15]。如图 8 所示，在样品 B (图 8a) 和样品 C (图 8b) 蠕变断口横截面附近发现有 γ' 相被切割过的迹象，因此可以推断在 750 °C/450 MPa 条件下，FGH97 粉末高温合金的变形机制为位错切割 γ' 相。

根据位错切割第二相的几何模型^[16]，假定第二相粒子为球形， τ 为位错脱离钉扎而离开粒子的临界应力，此时位错线所受的力为 F_m ， T 为位错线的线张力，则第二相粒子的平均直径 r 、第二相的体积分数 f 、以及滑移面上粒子的平均间距 l 特征参数之间存在如式 (1)、式 (2) 关系，可得随着 γ' 相尺寸的增加，滑移

面上粒子的平均间距 l 增大, 位错脱离钉扎离开粒子的临界应力 τ 减少, 位错更容易切割 γ' 相产生塑性变形。因此随着固溶冷速的增加, 基体中的第二相 γ' 相的尺寸减小, 合金的最大切应力 τ 增大, 因此, 冷速大的样品在蠕变前期更难变形, 从蠕变曲线来看: 样品 B 变形到 0.2% 时所需时间为 46 h, 远低于样品 C 变形到 0.2% 时所需时 150 h, 这与 γ' 相的尺寸有着重要的关系。

$$\tau = \left(\frac{F_m}{2T}\right)^{3/2} \left(\frac{2t}{lb}\right) \quad (1)$$

$$l = r \left(\frac{2\pi}{3f}\right)^{1/2} \quad (2)$$

3.2 晶界碳化物

从上述结果可得: FGH97 粉末高温合金在 750 °C 服役条件下, 晶界为合金的薄弱环节, 蠕变裂纹会沿着晶界扩展。晶界碳化物的析出则能提高晶界强度, 抑制裂纹的萌生和扩展, 而抑制裂纹的效果则与晶界碳化物的分布、形貌和尺寸有着紧密的关系。如图 9 所示, 在固溶冷速为 94 °C/min 情况下, 晶界碳化物以颗粒状分布在晶界上, 一定程度上抑制了晶界裂纹的相互贯通, 延缓整个晶界断裂过程, 文献[17]对此类现象也有报道。当固溶冷速比较慢时, 晶界碳化物以大尺寸连续状分布在晶界上, 削弱了晶界之间的结合强度, 裂纹会沿着连续的碳化物界面扩展, 因而对晶界裂纹的萌生和扩展有利, 加速断裂过程。

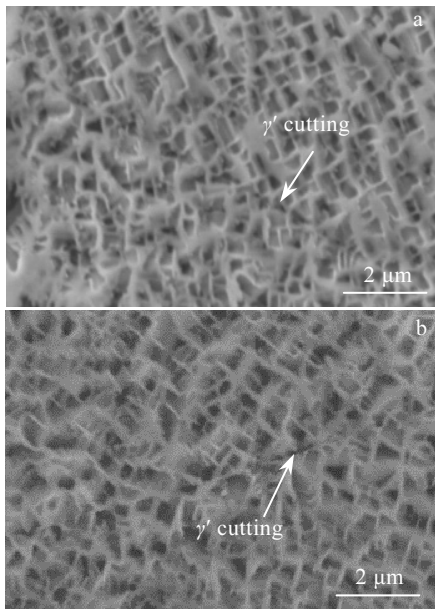


图 8 750 °C/450 MPa 条件下蠕变断口附近 γ' 相被切割形貌
Fig.8 Microstructures of γ' phase cutting near creep fracture:
(a) sample B, 43 °C/min; (b) sample C, 94 °C/min

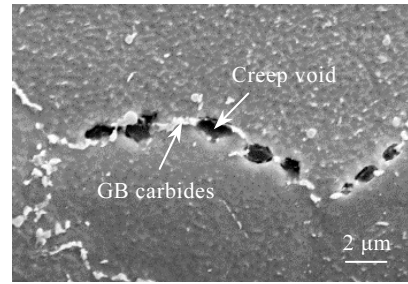


图 9 蠕变裂纹和孔洞的分布形貌
Fig.9 Distribution and morphology of creep voids and GB carbides

综上可得 FGH97 粉末高温合金在 750 °C/450 MPa 条件下的蠕变变形和断裂过程如图 10 所示。在主应力作用下, 位错通过切割 γ' 相产生塑性变形, 如图 10 过程 I 所示。与此同时, 晶界会抑制位错的滑移导致晶界处产生应力集中, 形成微裂纹, 如图 10 过程 II 所示。随着应力持续加载, 微裂纹在晶界处相互贯通, 最终导致样品的断裂, 如图 10 过程 III 所示。

3.3 晶粒尺寸

晶粒尺寸是影响合金力学性能的重要因素, 纯金属、单相合金的蠕变抗力与存在第二相强化的多相合金有明显的区别。研究表明^[18], 第二相在晶界密集析出时, 晶界在蠕变过程中起强化作用。对于 FGH97 粉末高温合金, 晶粒越细, 稳态蠕变速率越低。样品 B 与样品 C 的晶粒尺寸相差不大, 不超过 10 μm 。因此, 在本研究中晶粒尺寸对蠕变性能影响有限。

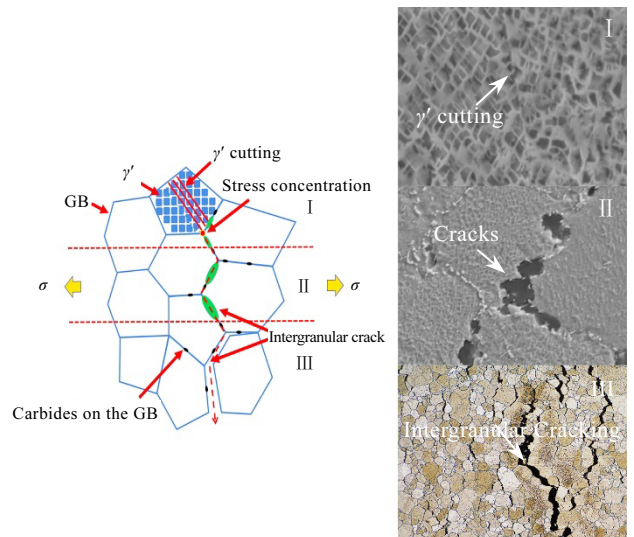


图 10 750 °C/450 MPa 条件下 FGH97 粉末高温合金的变形及断裂示意图
Fig.10 Fracture schematic diagram of FGH97 alloy at 750 °C/450 MPa

4 结 论

1) FGH 97 粉末高温合金随着固溶冷速的增加, γ' 相尺寸减小, 晶界碳化物分布由连续分布变为弥散分布; 碳化物主要为富 Ti、Nb、Hf 的 MC 型化合物。

2) 在 750 °C/450 MPa 条件下, FGH97 粉末高温合金通过切割 γ' 相产生塑性变形, 在晶界处产生应力集中导致微裂纹的产生, 晶界处的微裂纹在应力作用下汇聚连接成主裂纹, 最后导致材料的断裂。此外, 弥散的颗粒状碳化物会抑制裂纹的汇聚。

3) FGH97 粉末高温合金随着固溶冷速的增加, 在 750 °C/450 MPa 条件下, 蠕变速率降低, 蠕变寿命明显增加, 合金具有更好的综合蠕变性能。

参考文献 References

- [1] Guo Maowen(郭茂文), Liu Chunrong(刘春荣), Zheng Xueping(郑雪萍) *et al.* *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2017, 46(20): 11
- [2] Tian Sujuan(田素娟), Xie Jun(谢 君), Zhou Xiaoming(周晓明) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(5): 807
- [3] Wang Pu(王 璞), Dong Jianxin(董建新), Hang Yichun(韩一纯) *et al.* *Journal of Mechanical Engineering*(机械工程材料)[J], 2009, 45(5): 79
- [4] Jia Chonglin, Zhang Fenglin, Wei Kang *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 770(5): 116
- [5] Wu Kai(吴 凯), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(7): 1267
- [6] Wu Kai(吴 凯), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙) *et al.* *Journal of Iron and Steel Research*(钢铁研究学报)[J], 2011, 23(2): 514
- [7] Wang Pu(王 璞), Dong Jianxin(董建新), Yang Liang(杨 亮) *et al.* *Materials Reviews*(材料导报)[J], 2008, 22(6): 61
- [8] Chen Xiaofei, Yao Zhihao, Dong Jianxin *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 725: 928
- [9] Singha A R P, Naga S, Hwanga J Y *et al.* *Materials Characterization*[J], 2011, 62(9): 878
- [10] Chen Kai, Dong Jianxin, Yao Zhihao *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 738: 308
- [11] Wu Hongyu, Huang Zaiwang, Zhou Ning *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 739: 473
- [12] Wang X M, Hui Y Z, Hou Y Y *et al.* *Mechanics of Materials*[J], 2019, 136: 1
- [13] Wang X M, Liu H, Hui Y Z *et al.* *Materials Characterization*[J], 2019, 154: 285
- [14] The Society of High-temperature Materials of the Chinese Society of Metals(中国金属学会高温材料分会). *China Superalloys Handbook*(中国高温合金手册)[M]. Beijing: China Standard Press, 2012: 612
- [15] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys*(高温合金材料与工程应用)[M]. Beijing: Science Press, 2010: 93
- [16] Zhang Junshan(张俊善). *High Temperature Deformation and Fracture of Materials*(材料的高温变形与断裂)[M]. Beijing: Science Press, 2007: 205
- [17] Tong J Y, Ding X F, Wang M L. *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 618: 05
- [18] Li Yuqin(李玉清), Liu Jinyan(刘锦岩). *Grain Boundary Interstitial Phases In Superalloys*(高温合金晶界间隙相)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1990: 276

Effect of Solution Cooling Rate on Microstructure and Creep Properties of FGH97 Nickel-base Superalloy of Large Turbine Disk

Zhang Hai, Zou Zhihuan, Long Anping, Wang Chong, Ou Yetao
(Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd, Shenzhen 518045, China)

Abstract: FGH97 nickel-base superalloy was processed at different solution cooling rates. Then the microstructure and creep behavior of the superalloy were studied by optical microscope, scanning electron microscope, energy disperse spectroscopy and creep testing machine. The results show that the size of γ' precipitates decreases and the carbide precipitation changes from continuous to discrete with the increase of the solution cooling rate, and GB carbides are rich in Ti, Nb, and Hf. The creep performance of the alloy with a solution cooling rate of 94 °C/min is significantly better than that with a cooling rate of 43 °C/min under 750 °C/450 MPa. γ' cutting is the deformation mechanism of FGH97 alloy under 750 °C/450 MPa, stress concentration at grain boundary leads to initial cracks, which then propagate along grain boundary and finally lead to fracture. The disperse-distribution carbides on grain boundary can inhibit the propagation of microcracks.

Key words: powder metallurgy superalloys; microstructure; creep; fracture; GB carbides

Corresponding author: Zhang Hai, Master, Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd, Shenzhen 518045, P. R. China, Tel: 0086-755-23616923, E-mail: Zhangxianhai2017@163.com