

# 复合亚固溶热处理对一种新型镍基粉末高温合金涡轮盘锻态显微组织的影响

刘朝峰<sup>1,2</sup>, 程俊义<sup>1,2</sup>, 马向东<sup>2</sup>, 肖磊<sup>2</sup>, 郭建政<sup>1,2</sup>, 冯干江<sup>1,2</sup>

(1. 中南大学粉末冶金国家重点实验室, 湖南长沙 410083)

(2. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东深圳 518035)

**摘要:** 研究了复合亚固溶热处理工艺对一种新型镍基粉末高温合金 FGH4113A(WZ-A3)  $\gamma'$ 相组织的影响。结果表明, 大尺寸锻造态涡轮盘件锻后冷却速度较低,  $\gamma'$ 相的尺寸在 100~4500 nm 之间分布。在盘件上取小试样进行热处理试验, 试样升温至 1000 和 1050 °C 时,  $\gamma'$ 相总占比下降, Oswald 熟化机制及 PAM 机制同时存在。试样升温至 1100 °C 时, 晶内  $\gamma'$ 相完全回溶。使用复合亚固溶热处理工艺, 先将试样升温至 1120 °C 保温 2 h, 快速冷却后再分别升温至 1000、1050 和 1100 °C 时,  $\gamma'$ 相总占比均下降, 晶内  $\gamma'$ 相演变以 Oswald 熟化机制为主导, 其形貌及尺寸在升温过程中相对稳定。在盘件上取性能试样分别进行锻造态+1000 °C(不保温)+时效热处理和锻造态+1120 °C/2 h, 80 °C/min+1000 °C+815 °C/8 h 进行 550 °C 拉伸测试, 后者的屈服强度和抗拉强度显著高于前者, 可为大尺寸涡轮盘件的双性能热处理工艺的制定提供参考。

**关键词:** 镍基粉末高温合金; 热处理; 显微组织;  $\gamma'$ 相

中图分类号: TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)03-0768-10

镍基粉末高温合金在室温和高温状态下具有高强度、高塑性、高疲劳寿命、高蠕变强度等优秀的力学性能, 在航空发动机涡轮盘、挡板、鼓筒轴等关键部件中得到广泛应用。其中, 有序排列的  $\gamma'$ 相(或  $\gamma''$ 相), 它们与无序排列的  $\gamma$ 相形成共格关系, 对材料的力学性能起到了重要作用<sup>[1]</sup>。改变其晶粒尺寸大小在一定程度上影响特定条件下的性能。近年来, 为更好地适配新一代航空发动机涡轮盘的复杂工况, 研究者们提出了单合金双性能涡轮盘的概念及相应的制备工艺, 通过特殊热处理工艺, 使盘缘在  $\gamma'$ 相固溶温度以上获得粗晶组织, 盘芯在  $\gamma'$ 相固溶温度以下获得细晶组织。

复杂结构大尺寸单合金双性能涡轮盘件热处理工艺的主要难度在于对大尺寸盘件温度梯度的控制, 可通过改造设备或采用隔热工装实现。改造设备可使盘缘和盘芯分别在过固溶和亚固溶温度下均温, 但晶粒过渡区易形成薄弱区, 且成本较大, 不利于批量生产。采用隔热工装可低成本、便捷地实现盘件的温度梯度。盘芯被隔热材料工装包裹, 升温仅依靠热传导, 升温较慢。盘缘裸露在炉腔中, 由盘缘沿径向至盘芯温度逐渐降低。盘

芯包裹合适的隔热材料可使盘件在短距离内形成大的温度梯度, 但也会使盘件的热处理温度由盘缘至盘芯逐渐降低。对于锻造态大尺寸盘件, 受制备工艺所限, 固溶温度太低不利于其力学性能<sup>[1-7]</sup>。如何优化双性能热处理工艺, 高效配置盘件显微组织分布及对应的力学性能, 满足量产需要和力学性能指标, 是当今业界的研究重点之一。

本研究使用光学显微镜、场发射扫描电子显微镜表征对比分析热处理后 FGH4113A(WZ-A3)锻造态盘件的显微组织, 为低成本制备高性能航空涡轮盘件的双性能热处理工艺提供新思路。

## 1 实验

实验合金为自主研发的新一代镍基粉末高温合金 FGH4113A(WZ-A3), 其名义化学成分见表 1。使用氩气雾化法(AA)制备合金粉末, 随后经热等静压(HIP)+热挤压(HEX)+等温锻(IF)制备成  $\Phi 650$  mm 的盘坯。使用线切割机在盘坯上取 2 组尺寸为 10 mm×10 mm×10 mm 的样品分别进行不同的热处理工艺试验。A 组无预热处理, 样

收稿日期: 2023-08-22

基金项目: 广东省引进创新创业团队项目(607264877417); 国家科技重大专项(2017-VI-0009-0080); 深圳市工业和信息化局项目(201806071114243770)

作者简介: 刘朝峰, 男, 1986 年生, 博士生, 中南大学粉末冶金国家重点实验室, 湖南长沙 410083, E-mail: 64997798@qq.com

表1 实验合金的名义化学成分

Table 1 Nominal chemical components of the experimental alloy (wt%)

Al	Co	Cr	Mo	Nb	Ti	W	Ta	Hf/C/B/Zr	Ni
3.0	19	13	4.0	1.2	3.7	4.0	1.0	Minor	Bal.

品在马弗炉中以 5 °C/min 分别升温至 1000、1050 及 1100 °C 后取出并空冷, 不保温。B 组样品先在真空气淬炉中进行一次亚固溶热处理, 样品缓慢升温至 1120 °C, 保温 2 h 后通过调整通气量及风扇转速以 80 °C/min 冷却至室温。随后在马弗炉中以 5 °C/min 分别升温至 1000、1050、1100 °C 后取出并空冷。抛光打磨样品后化学腐蚀  $\gamma'$  相, 腐蚀剂体积配比为硝酸:水:乙酸:氢氟酸=3:3:3:1。使用德国蔡司 Sigma 300 场发射扫描电镜 (SEM) 观察样品的  $\gamma'$  相。取上述亚固溶温度为 1000 °C 的 2 组样品, 经 815 °C/8 h 时效后进行 550 °C 拉伸试验, 对比 2 组样品在该温度下的拉伸性能。

## 2 结果与讨论

### 2.1 锻态组织

粉末高温合金涡轮盘件的晶粒尺寸和均匀程度除了受热处理工艺参数影响外, 还受到热变形工艺中的再结晶程度、等效应变、变形温度和应变速率的影响<sup>[8-12]</sup>。实验样品锻态显微组织如图 1 所示。图中包含分布于

晶界的形状不规则大尺寸一次  $\gamma'$  相, 分布于晶内的蝶状中尺寸二次  $\gamma'$  相, 以及位于二次  $\gamma'$  相之间的小尺寸三次  $\gamma'$  相。由于实验合金的锻造温度略低于  $\gamma'$  相固溶温度, 大尺寸一次  $\gamma'$  相钉扎晶界, 如图 1a。前期研究显示晶内  $\gamma'$  相在锻造温度下会部分或全部回溶<sup>[13]</sup>。晶内  $\gamma'$  相尺寸约 100~500 nm, 形貌呈球形、矩形或蝶状。蝶状  $\gamma'$  相由小尺寸球型发展而来, 通常尺寸较大并可能与基体非共格<sup>[1,14]</sup>, 其尺寸与强化效果呈反比<sup>[2-7]</sup>。

使用 Image J 软件统计锻态  $\gamma'$  相如图 2a, 面积分数为 37.5%, 平均尺寸约 243 nm。其中, 0~200 nm 的面积分数为 60.3%; 200~400 nm 的面积分数为 28.4%, 如图 2b 所示。图 2c 为等效直径大于 1  $\mu\text{m}$  的  $\gamma'$  相轮廓及分布, 面积分数为 25.3%。本研究后续采用相同的方法对  $\gamma'$  相进行统计。锻态样品中大尺寸  $\gamma'$  相占比较多的主要原因是盘件尺寸较大 ( $\Phi 650 \text{ mm}$ ), 在热等静压、挤压和锻造后冷速较慢,  $\gamma'$  相有充裕的时间粗化。 $\gamma'$  相在镍基粉末高温合金中作为主要强化相, 其形成机制高度依赖于固溶处理的冷却过程。高冷速会形成细小、球形、高密度的单模结构  $\gamma'$  相<sup>[15-19]</sup>。 $\gamma'$  相的形核和长大机制受到热力学和动力学的复杂影响<sup>[17,20-21]</sup>, 从而形成 2 种或 2 种以上尺寸、形貌的双模或多模结构  $\gamma'$  相<sup>[15-19]</sup>, 如图 1 所示。多模结构的形成基于连续冷却过程中多次形核爆发。冷却时的高过冷度增加  $\gamma'$  相形核析出的热力学驱动力, 但  $\gamma'$  相析出后会降低下一轮形核析出的热力学驱动力,  $\gamma'$  相组成元素的长程扩散能力亦会随着温度降低而下降<sup>[16,20]</sup>, 因

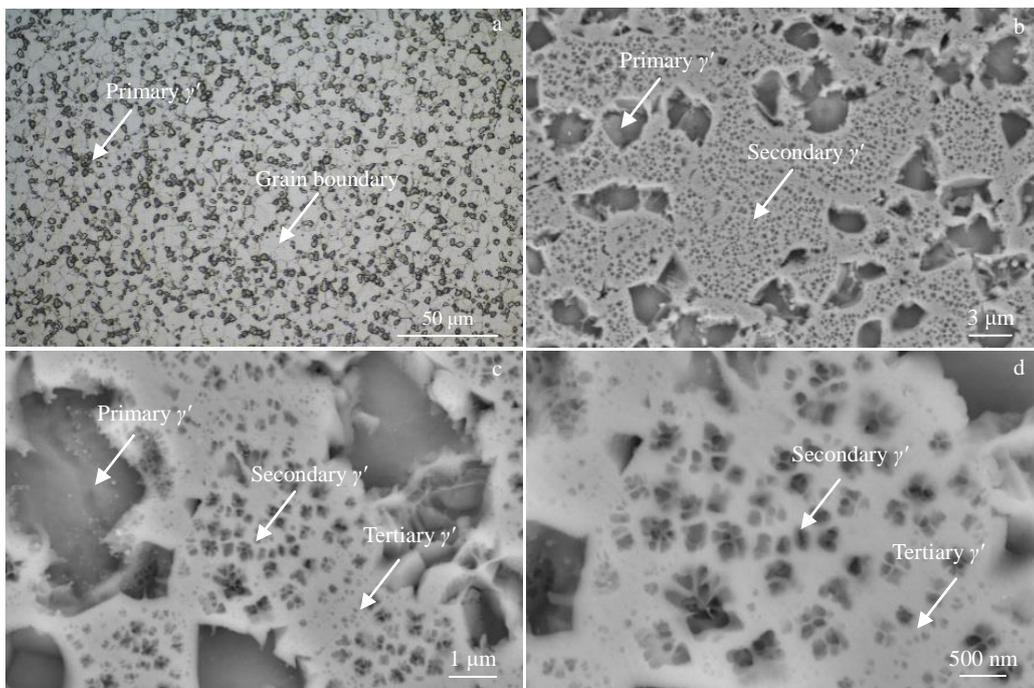


图1 锻态 FGH4113A 合金的显微组织

Fig.1 Microstructures of the as-forged FGH4113A alloy: (a) grain structure and (b-d)  $\gamma'$  phase

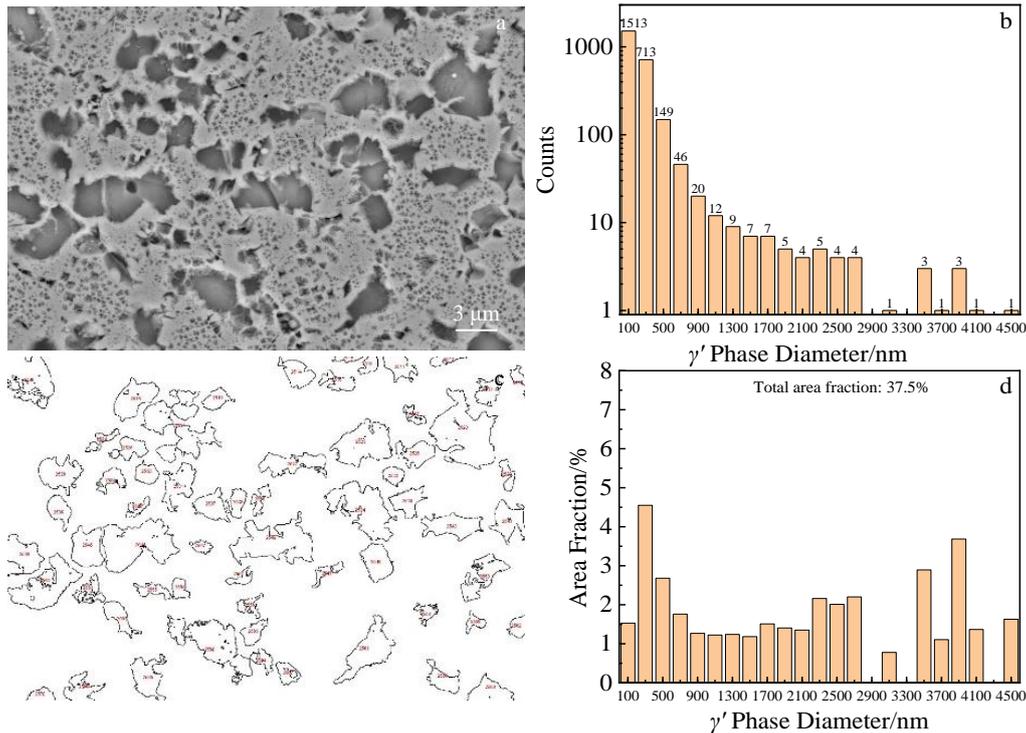


图 2 锻态 FG4113A 合金的  $\gamma'$  相统计

Fig.2  $\gamma'$  phase statistic results of the as-forged FG4113A alloy. (a) statistical image, (b) size distribution of  $\gamma'$  phase (the abscissa is the median of the interval), (c)  $\gamma'$  phase with equivalent diameter greater than 1  $\mu\text{m}$ , and (d) area fraction of  $\gamma'$  phase with different diameters (the abscissa is the median of the interval)

此，等效直径小于 1  $\mu\text{m}$  的  $\gamma'$  相面积分数约为 12.2%，如图 2d 所示。

### 2.2 锻态+直接亚固溶热处理

对实验合金的锻态组织分别进行 1000、1050 和 1100  $^{\circ}\text{C}$  的直接亚固溶热处理，使用场发射扫描电镜观察样品的  $\gamma'$  相，其结果如图 3 所示。实验样品的尺寸较小，亚固溶热处理冷却方式为空冷。经热电偶测量换算后得出冷却至 800  $^{\circ}\text{C}$  的平均冷却速度约为 500  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，前期研究显示在该冷却速率下，冷却析出的  $\gamma'$  尺寸很小<sup>[22-23]</sup>，有利于观察  $\gamma'$  相的回溶情况。图 4a~4d 为锻态+不同亚固溶热处理后的不同尺寸  $\gamma'$  相面积分数。随着热处理温度的升高， $\gamma'$  相回溶程度提高，统计得到的面积分数下降，其原因是较快的固溶冷速下一部分  $\gamma'$  相来不及析出， $\gamma$  相保留一定的过饱和度。当锻态试样的热处理温度为 1000  $^{\circ}\text{C}$  时，统计结果显示  $\gamma'$  相尺寸无明显变化，面积分数下降。当热处理温度为 1050  $^{\circ}\text{C}$  时，晶内二次  $\gamma'$  相尺寸变小，形貌向近球形转变，三次  $\gamma'$  相完全回溶。随着热处理温度进一步提升至 1100  $^{\circ}\text{C}$  时，晶界一次  $\gamma'$  相面积分数明显下降，晶内  $\gamma'$  相完全回溶。该现象表明，锻态组织中的一次  $\gamma'$  相和二次  $\gamma'$  相的开始析出温度分别高于 1100 和 1050  $^{\circ}\text{C}$ ，三次  $\gamma'$  相的开始析出温度

低于 1000  $^{\circ}\text{C}$ <sup>[15,24]</sup>。

### 2.3 锻态+复合亚固溶热处理

为保证锻态合金为细晶组织且晶内  $\gamma'$  相完全回溶并贴合实际盘件双性能热处理生产条件，进行复合亚固溶热处理试验。首先在 1120  $^{\circ}\text{C}$  进行预亚固溶热处理，并将冷速设置为约 80  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，获得的  $\gamma'$  相及其尺寸频数和面积分数如图 5 所示。取小试样进行不同温度亚固溶热处理并空冷后的  $\gamma'$  相如图 6 所示。 $\gamma'$  相面积分数如图 7 所示。其中，400 nm 以上的大尺寸  $\gamma'$  相无明显变化，400 nm 以下的小尺寸  $\gamma'$  相随着热处理温度的提高而减少，平均尺寸无明显变化，故高温稳定性高于锻态组织。

### 2.4 $\gamma'$ 相演变

$\gamma'$  相在同一亚固溶温度下保温会发生粗化和聚合，并伴随着小尺寸  $\gamma'$  相回溶<sup>[13]</sup>。粗化源自其对基体相中溶质原子的吸收，遵循 Oswald 熟化机制 (Oswald ripening, OR)。聚合可用 PAM 机制 (precipitates agglomeration mechanism, PAM) 进行解释<sup>[25]</sup>，PAM 机制假设基体和析出相之间由于错配度引起的晶格畸变足够大而产生应变能。晶格畸变是弹性的， $\gamma'$  相对基体施加与自身质量成正比的应力，尺寸越大应变能越高。 $\gamma'$  相通过合并可显著降低总应变能，因此，相邻的大尺寸的二次  $\gamma'$  相距离越近，

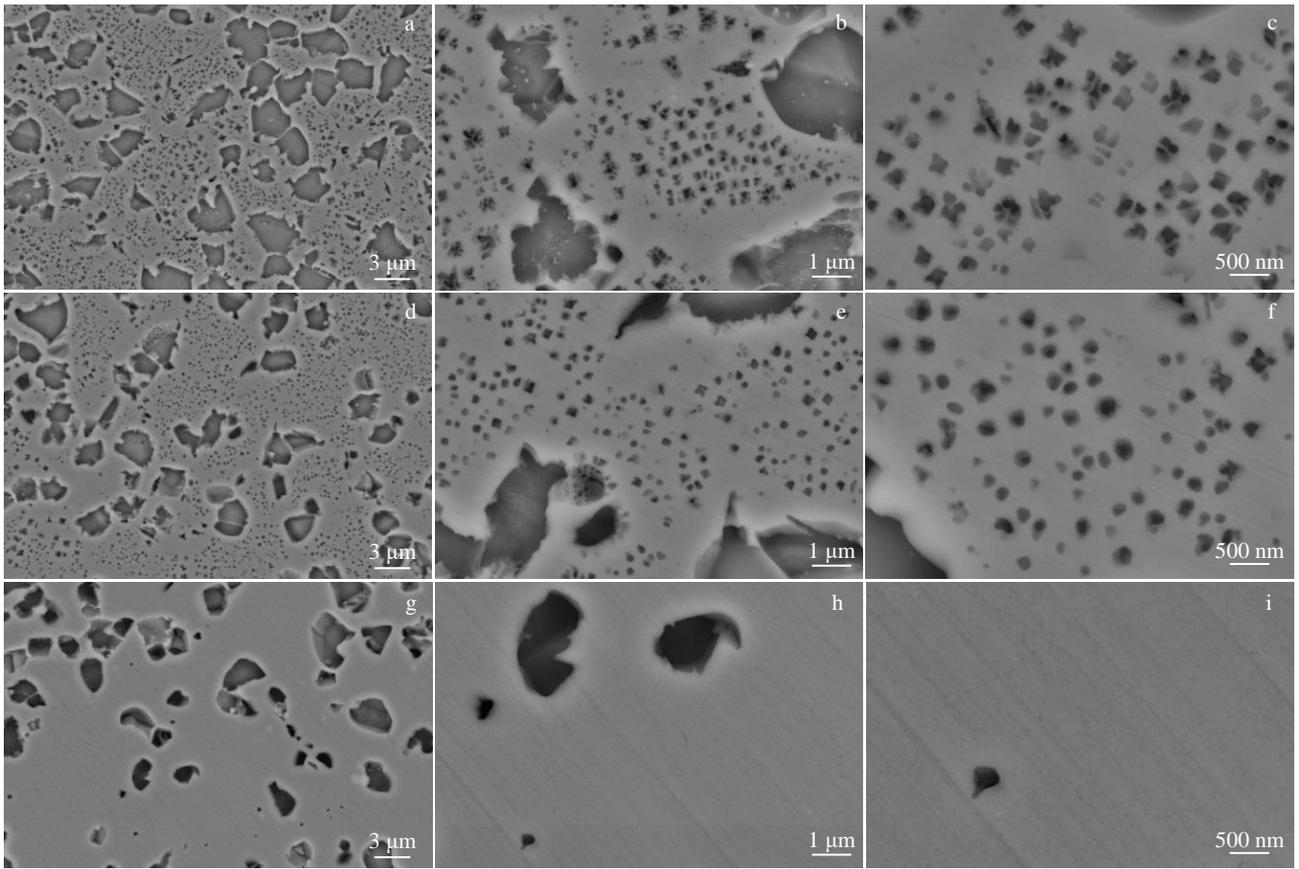


图 3 锻造态 FGH4113A 合金不同温度直接亚固溶热处理后的  $\gamma'$ 相显微组织

Fig.3 Microstructures of  $\gamma'$  phase of as-forged FGH4113A alloy at different temperatures after direct sub-solution heat treatment: (a-c) 1000 °C, (d-f) 1050 °C, and (g-i) 1100 °C

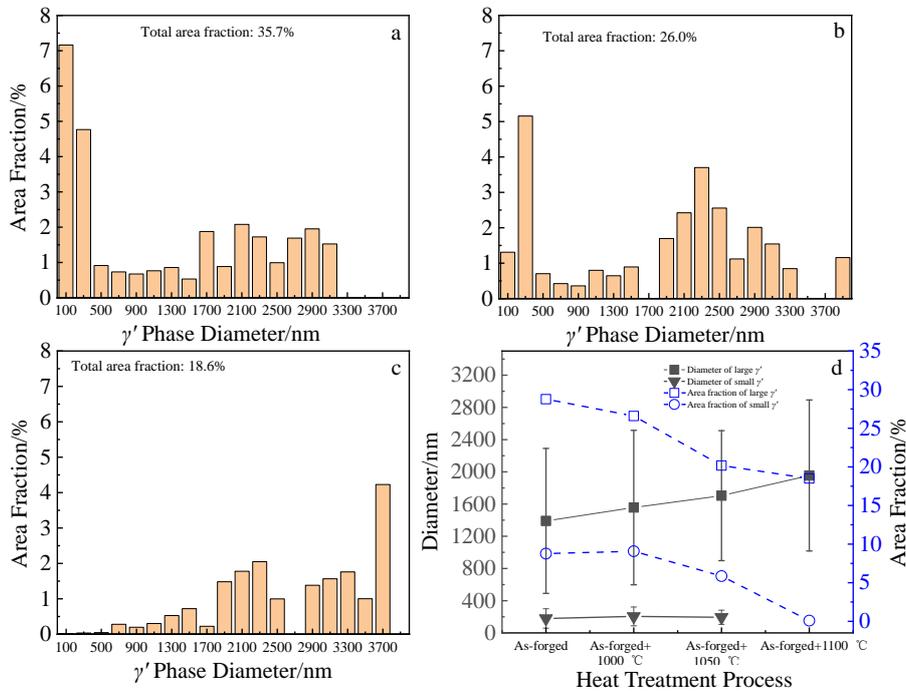


图 4 锻造态 FGH4113A 合金不同温度直接亚固溶热处理后的  $\gamma'$ 相面积分数及大尺寸和小尺寸  $\gamma'$ 相面积占分数

Fig.4 Area fraction of as-forged FGH4113A alloy after direct sub-solution heat treatments at 1000 °C (a), 1050 °C (b), and 1100 °C (c); diameter and area fraction of large and small  $\gamma'$  phases (d)

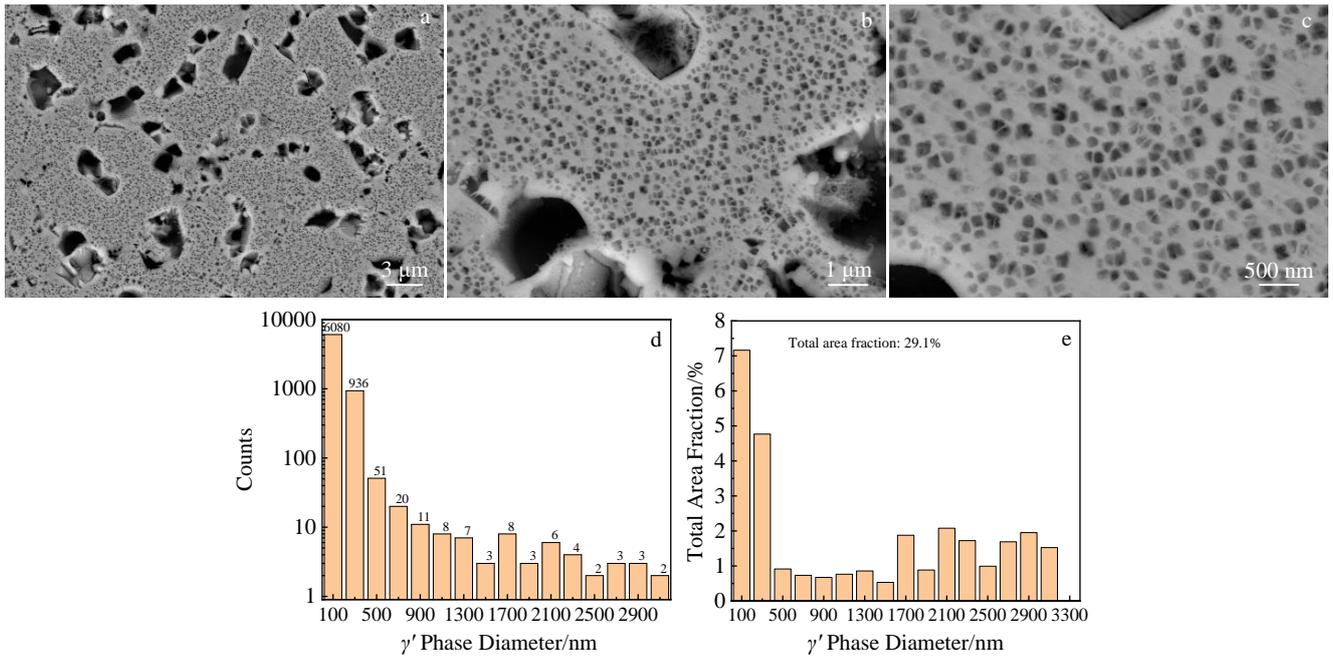


图 5 锻造态 FGH4113A 合金经 1120 °C 亚固溶热处理后，以平均冷却速 80 °C/min 冷却的  $\gamma'$  相显微组织尺寸频数及面积分数  
Fig.5  $\gamma'$  phase microstructures (a-c), size frequency (d) and total area fraction (e) of as-forged FGH4113A alloy after sub-solution heat treatment at 1120 °C with cooling rate of 80 °C/min

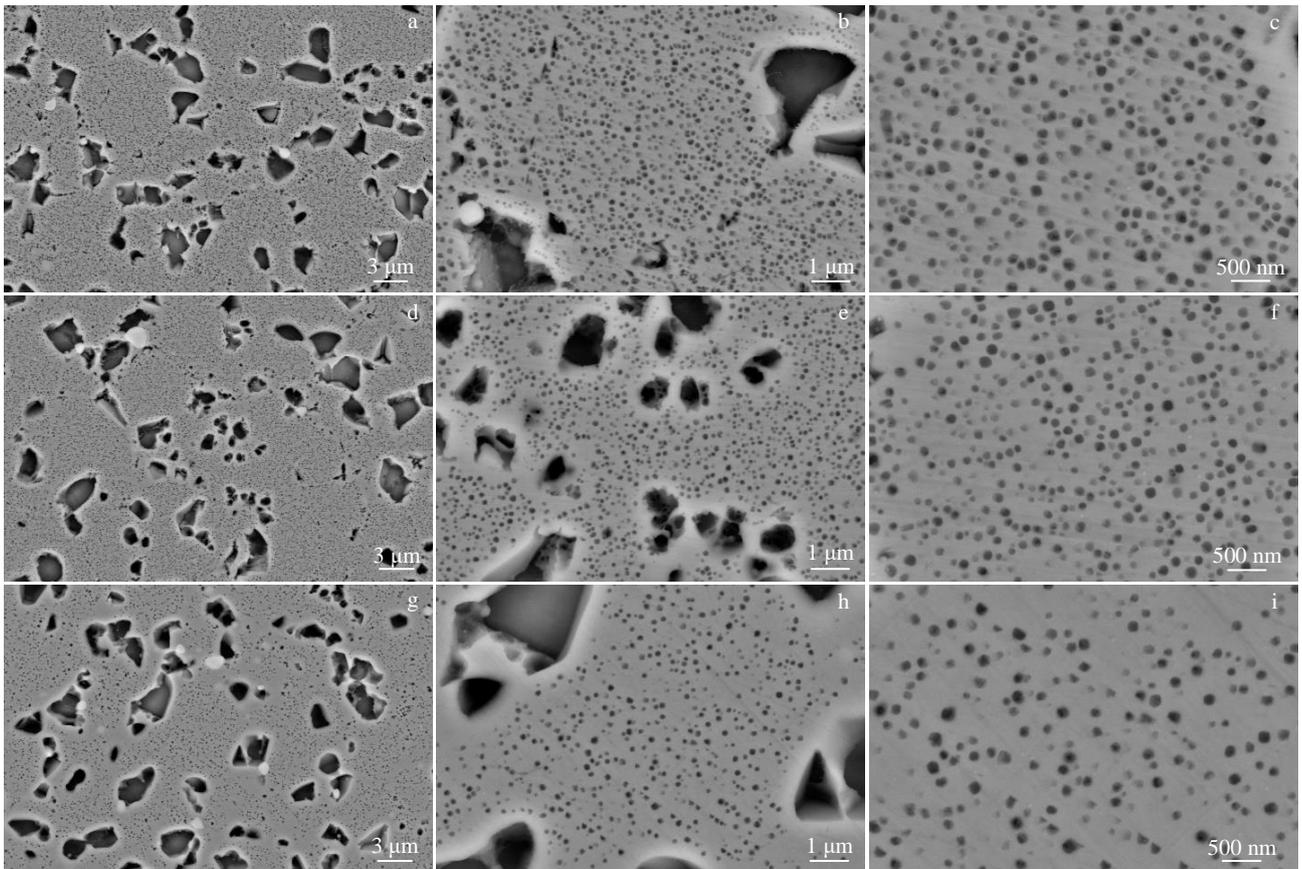


图 6 锻造态 FGH4113A 合金不同温度复合亚固溶热处理后的  $\gamma'$  相显微组织  
Fig.6 Microstructures of  $\gamma'$  phase of as-forged FGH4113A alloy after two-step sub-solution heat treatments at different temperatures: (a-c) 1000 °C, (d-f) 1050 °C, and (g-i) 1100 °C

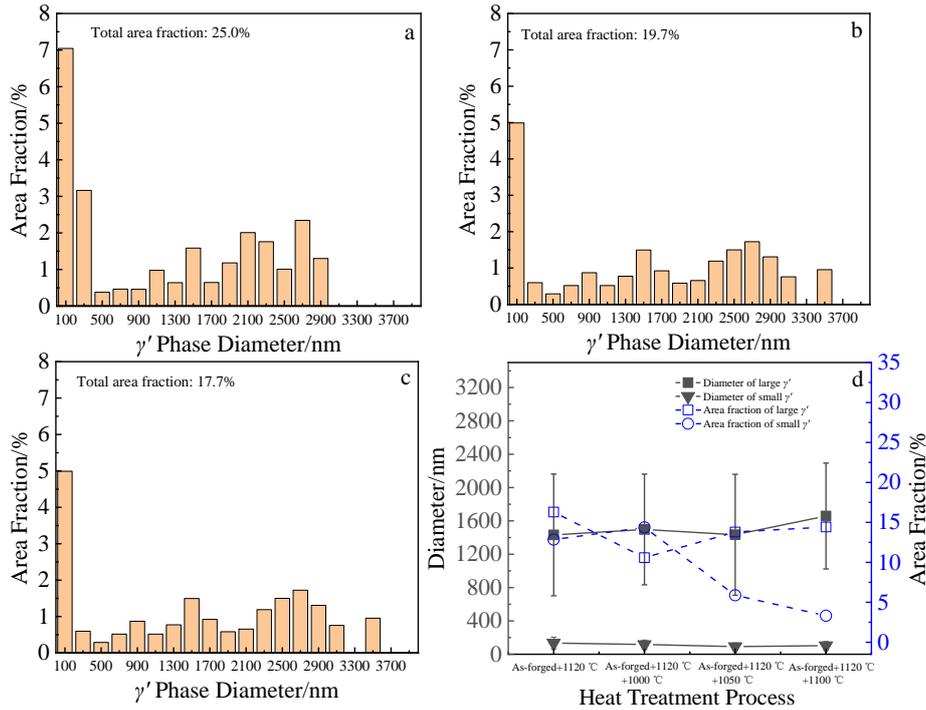


图 7 锻态 FG4113A 合金不同温度复合亚固溶热处理后的  $\gamma'$  相面积分数

Fig.7 Area fraction of  $\gamma'$  phase of as-forged FG4113A alloy after two-step sub-solution heat treatments at 1000 °C (a), 1050 °C (b), and 1000 °C (c); diameter and area fraction of large and small  $\gamma'$  phases (d)

应变能越高, 应变场重合度越高, 则聚合驱动力越大<sup>[25]</sup>。

$\gamma'$  相最初形核时是小尺寸球形, 以具备最小的表面能 (表面积相关) 和应变能 (体积相关), 当温度升高或保温时间延长时,  $\gamma'$  相形貌由球形转化成矩形, 随后蝶形, 最后发生分裂, 晶格错配度越高, 形貌转变的临界尺寸越低<sup>[1]</sup>。图 8a 为锻态组织  $\gamma'$  相形貌, 由于盘件锻后冷速较慢,  $\gamma'$  相有充足时间粗化长大分裂。图 8b 为锻态 +1000 °C 的晶内  $\gamma'$  相形貌, 其平均尺寸约为 (205±17) nm, 除了正在分裂的大尺寸  $\gamma'$  相外, 还观察到中等尺寸的、近矩形、较规则的  $\gamma'$  相。根据演化规律判断, 其由图 8a 中的小尺寸  $\gamma'$  相粗化而来, 或由蝶形  $\gamma'$  相分裂而来, 并处在粗化过程中。此外,  $\gamma'$  相通道中的小尺寸  $\gamma'$  相明显减

少, 这是由于随着热处理温度升高,  $\gamma'$  相占比下降 (图 4), 小试样中的  $\gamma'$  相在空冷时来不及析出。图 8c 中晶内  $\gamma'$  相平均尺寸约为 (194±88) nm, 可见  $\gamma'$  相有聚合迹象, 具体表现为少量近矩形的中尺寸  $\gamma'$  相对齐排列, 相邻应变场重叠, 其中的  $\gamma'$  相通道拥有较大的应变场<sup>[26]</sup>。

由图 8 可见, 晶内  $\gamma'$  相由蝶形转化成近球形; 蝶形  $\gamma'$  相分裂后产生的小颗粒以及小颗粒聚合产生的颗粒在高温下都会通过表面与基体之间的元素扩散迅速调整自身形貌<sup>[27]</sup>。因此, 锻态 FG4113A 组织升温至 1100 °C 的过程中, 随着  $\gamma'$  相占比下降, 同时发生了回溶、生长、分裂、聚合现象。其中, 小尺寸  $\gamma'$  相回溶或粗化至中尺寸, 中尺寸  $\gamma'$  相粗化或聚合至大尺寸, 大尺寸  $\gamma'$  相粗化

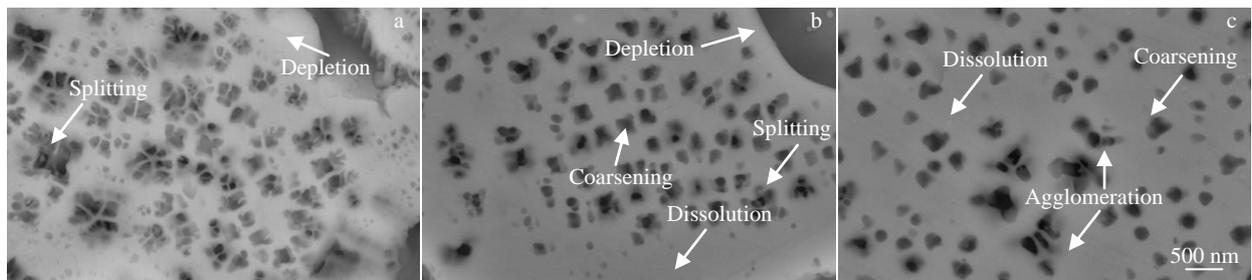


图 8 FG4113A 合金锻态及锻态不同温度直接亚固溶热处理后的  $\gamma'$  相形貌

Fig.8 Morphologies of  $\gamma'$  phase of as-forged FG4113A alloys before (a) and after direct sub-solution heat treatments at 1000 °C (b) and 1050 °C (c)

并蝶化直至分裂。晶内  $\gamma'$ 相演变示意图如图 9 所示，最终仅残留少量的大颗粒。

结合图 7d 和图 10 (锻造态+复合亚固溶热处理后的  $\gamma'$ 相形貌)，经过 1120 °C/2 h, 80 °C/min 亚固溶热处理的试样从 1000 °C 升至 1100 °C 后，晶内二次  $\gamma'$ 相尺寸稳定，占比下降。图 10a~10c 中  $\gamma'$ 相平均尺寸分别为 (116±54)、(92±43)、(103±49) nm。面积分数分别为 14.4%、5.9%、3.3%。其形貌维持在近球形，未向矩形转变，表明其尺寸始终未生长至临界尺寸。根据 LSW 理论<sup>[28-29]</sup>：

$$d_t^3 - d_0^3 = Kt, K = K_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

式中， $d_t$  为粗化后的晶粒尺寸， $d_0$  为初始颗粒尺寸， $K$  为粗化速率， $K_0$  为与温度无关的迁移速率常数， $Q$  为粗化激活能， $R$  为理想气体常数， $t$  为保温时间。遵循 LSW

理论的晶内  $\gamma'$ 相粗化理论与元素体扩散相关，受保温时间影响较大。图 11 为球型  $\gamma'$ 相的演变示意图。图 10 中  $\gamma'$ 相平均尺寸稳定，但面积分数下降，表明随着温度的提高，在不设置保温时间的情况下， $\gamma'$ 相的演变主要发生了回溶，未回溶的  $\gamma'$ 相来不及粗化。

### 2.5 对盘件抗拉强度的影响

细小弥散的晶内  $\gamma'$ 相对沉淀强化相型镍基粉末高温合金力学性能影响较大。双性能涡轮盘件亚固溶热处理区域主要位于轮毂，该部位在服役过程中受到离心力作用下承受较大的拉应力，需要优异的低温屈服强度以保证安全性。沉淀强化效果对合金屈服强度的贡献主要体现在位错强切割、弱切割和绕过机制<sup>[1-7]</sup>。弱切割机制的强化效果随  $\gamma'$ 相尺寸的增大而提高，强切割机制相反。当  $\gamma'$ 相尺寸进一步增大，颗粒间距增加，位错弯曲所需的力减小，与  $\gamma'$ 相的交互机制逐渐转变为绕过为主。

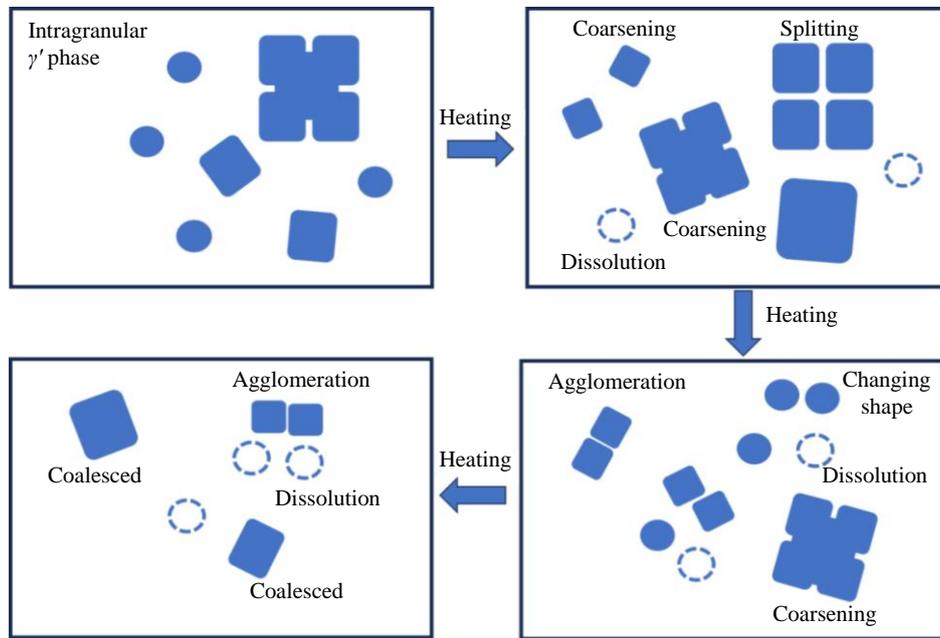


图 9 锻造态 FG4113A 合金直接升温至亚固溶热处理过程中的组织演变示意图

Fig.9 Schematic diagrams of  $\gamma'$  phase evolution of as-forged FG4113A alloy during heating to sub-solution temperature

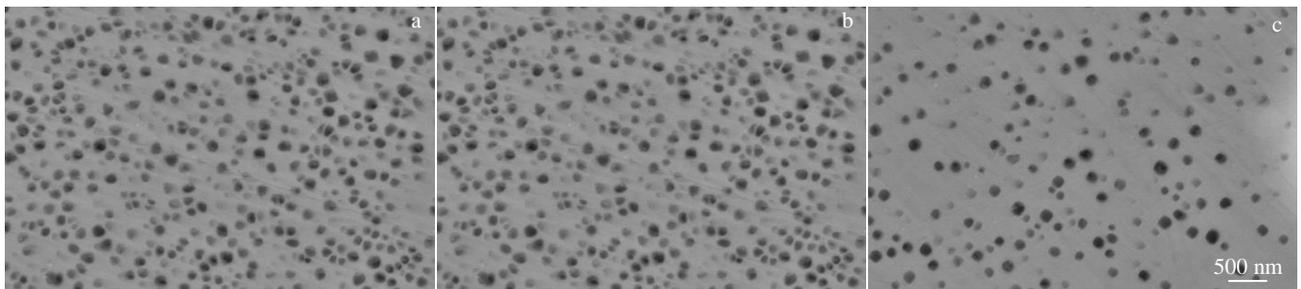


图 10 锻造态 FG4113A 合金不同温度复合亚固溶热处理后的  $\gamma'$ 相形貌

Fig.10 Morphologies of  $\gamma'$  phase of as-forged FG4113A alloy after two-steps sub-solution heat treatments at different temperatures: (a) 1120 °C+1000 °C; (b) 1120 °C+1050 °C; (c) 1120 °C+1100 °C

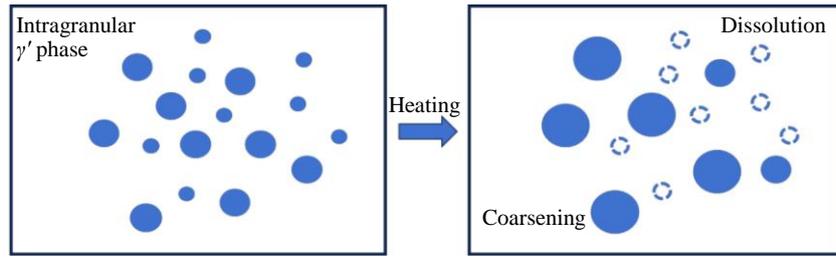


图 11 球形  $\gamma'$  相粗化示意图

Fig.11 Schematic diagrams of the coarsening of spherical  $\gamma'$  phase

弱切割贡献可用以下公式表示<sup>[4]</sup>:

$$\Delta\tau_w = \frac{1}{2} \left( \frac{\gamma_{APB}}{b} \right)^{3/2} \left( \frac{bd_s f}{T} \right)^{1/2} A - \frac{1}{2} \left( \frac{\gamma_{APB}}{b} \right) f \quad (2)$$

强切割贡献可用以下公式表示<sup>[4]</sup>:

$$\Delta\tau_s = \frac{1}{2} \left( \frac{Gb}{d_s} \right) f^{1/2} 0.72 \omega \left( \frac{\pi d_s \gamma_{APB}}{\omega G b^2} - 1 \right)^{1/2} \quad (3)$$

式中,  $\tau$  为临界剪切应力;  $\gamma_{APB}$  为反相畴界面能<sup>[2-4]</sup>, 使用 JMatPro 软件计算 FGH4113A 合金室温状态反相畴界面能为 0.244 J/m<sup>2</sup>;  $b$  为伯格矢量, 与晶格常数  $a$  有关, 对于 {111} 滑移面可使用公式进行计算:

$$b = \sqrt{2}a/2 \quad (4)$$

镍基高温合金  $\gamma$  相和  $\gamma'$  相晶格常数约为 0.360 nm<sup>[26]</sup>, 代入公式 (4) 可得  $b$  约 0.25 nm,  $d_s$  为强化相尺寸,  $f$  为  $\gamma'$  相体积分数, 锻造态试样的面积分数为 37.5%, 见图 2d;  $A$  为几何常数, 球型  $\gamma'$  相取 0.72,  $G$  为  $\gamma'$  相的剪切模量, 使用 JMatPro 计算, 取值 82 GPa;  $\omega$  值可取 1<sup>[30]</sup>,  $T$  为线性张量, 且:

$$T = \frac{Gb^2}{2} \quad (5)$$

由公式 (5) 可知, 影响强化效果的最大变量是  $\gamma'$  相尺寸和体积分数。若  $d_s$  满足  $\Delta\tau_w = \Delta\tau_s$ , 则该尺寸为临界尺寸, 既可能激活弱切割机制, 也可能激活强切割机制。若  $\gamma'$  相尺寸较大, 位错对与  $\gamma'$  相交互机制将由强切

割机制转变成绕过机制, 并满足公式 (6)、公式 (7)<sup>[6,31]</sup>:

$$\tau_{oro} = \frac{Gb}{L} \quad (6)$$

式中,  $L$  为有效颗粒间距, 且:

$$L = \sqrt{\frac{8}{3\pi f}} d_s - d_s \quad (7)$$

平衡状态下,  $\gamma'$  相的体积分数占比接近恒定, 当其尺寸较大时, 密度较低, 则颗粒间距较大, 位错绕过  $\gamma'$  相所需的力就越小。由公式计算, FGH4113A 合金  $\gamma'$  相弱切割与强切割的临界尺寸约为 40 nm, 强切割与绕过的临界尺寸约为 530 nm, 见图 12。位错对与  $\gamma'$  相接触时, 优先启动需要较低临界剪切应力的机制, 因此,  $\gamma'$  相尺寸在 40 nm 以下的主要强化机制为弱切割, 40~530 nm 的为强切割, 530 nm 以上的为绕过。

由表 2 可见, 锻造态不同温度直接亚固溶热处理空冷后的样品中大尺寸和小尺寸  $\gamma'$  相均随着热处理温度的提高而显著减少, 与锻造态相比, 溶解的  $\gamma'$  相面积分数分别达到了 1.8% (1000 °C)、11.4% (1050 °C)、18.1% (1100 °C)。溶解的  $\gamma'$  相可通过时效热处理补充析出, 实现对大尺寸  $\gamma'$  相的替换。与直接亚固热处理相比, 复合亚固溶热处理在 1000 °C 时大尺寸  $\gamma'$  相占比仅有 10.6%, 与锻造态相比, 溶解的  $\gamma'$  相面积占比高达 12.5%。因此, 利用复合热处理工艺可显著改善梯度热处理中低温固溶区域

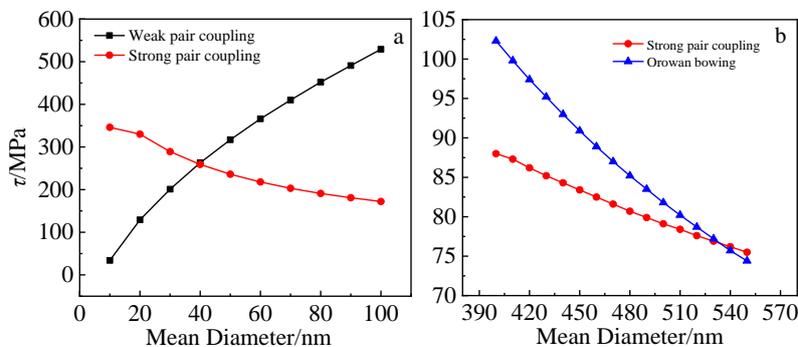


图 12 FGH4113A 合金的  $\gamma'$  相尺寸及相应的位错交互机制所需要的临界剪切应力

Fig.12 Relationships of mean diameter of  $\gamma'$  phase for CRSS in the FGH4113A alloy: (a) weak pair coupling and strong pair coupling and (b) strong pair coupling and dislocation by passing (the volume fraction of  $\gamma'$  phase is set as 38%)

表 2 小试样直接亚固溶热处理和复合亚固溶热处理空冷后  $\gamma'$  相统计

Table 2 Statistic results of  $\gamma'$  phase of small samples after direct sub-solution and two-step sub-solution heat treatments

Heat treatment	Schedule	Large $\gamma'$ phase		Small $\gamma'$ phase		Dissolve of $\gamma'$ phase
		Diameter/nm	Area fraction/%	Diameter/nm	Area fraction/%	Area fraction/%
Direct sub-solution	As-forged, FC	1391±900	28.8	179±121	8.8	-
	1000°C, AC	1556±959	26.6	205±117	9.1	1.8
	1050°C, AC	1704±807	20.2	194±88	5.9	11.4
	1100°C, AC	1954±937	18.5	-	0.9	18.1
Two-step sub-solution	As-forged+1120 °C+80 °C/min	1431±730	16.3	134±70	12.8	8.4
	1000 °C, AC	1497±664	10.6	116±54	14.4	12.5
	1050 °C, AC	1434±726	13.8	171±64	5.9	17.8
	1100 °C, AC	1659±635	14.4	188±36	3.3	19.8

Note: FC—furnace cooling; AC—air cooling

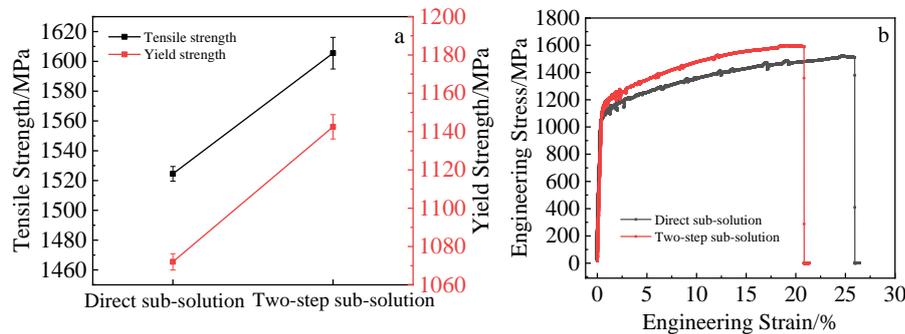


图 13 FGH4113A 合金经过直接亚固溶热处理+时效 (1) 和复合热处理+时效 (2) 后 550 °C 拉伸性能

Fig.13 Comparisons of tensile properties at 550 °C of FGH4113A alloy after direct sub-solution+aging (1) and two-step sub-solution+aging (2):

(a) yield strength and tensile strength; (b) engineering stress-strain curves

的  $\gamma'$  相组织, 提高 FGH4113A 合金的抗拉强度。FGH4113A 合金的锻造态+1120 °C/2 h, 80 °C/min+1000 °C+815 °C/8 h 时效热处理的 550 °C 屈服强度和抗拉强度均高于锻造态+1000 °C+815 °C/8 h 时效热处理, 见图 13。

### 3 结论

1) 锻造态合金经 1000、1050、1100 °C 直接亚固溶热处理升温过程中,  $\gamma'$  相总占比下降, 晶内  $\gamma'$  相的演变同时具有 Oswald 熟化机制和 PAM 机制特点, 演变过程相对剧烈。升至 1100 °C 时, 晶内仅残留少数  $\gamma'$  相。

2) 锻造态合金经 1120 °C/2 h, 80 °C/min 亚固溶预处理后, 再升温至 1000、1050、1100 °C 亚固溶热处理的过程中, 晶内  $\gamma'$  相的演变以 Oswald 熟化机制为主导,  $\gamma'$  相尺寸相对稳定, 面积分数下降。

3) 通过室温屈服强度模型计算, FGH4113A 合金  $\gamma'$  相弱切割机制和强切割机制的临界尺寸约 40 nm。 $\gamma'$  相平均尺寸越接近 40 nm, 低温强度越高。

4) 锻造态合金+1000 °C+815 °C/8 h 的样品在 550 °C 抗拉强度低于锻造态合金+1120 °C/2 h, 80 °C/min+1000 °C+815 °C/8 h 的样品。该结果可以用于指导大尺寸涡轮盘

件双性能热处理工艺的制定。

### 参考文献 References

[1] Reed R C. *The Superalloys Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 73

[2] Kozar R W, Suzuki A, Milligan W W *et al. Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2009, 40(7): 1588

[3] Galindo-nava E I, Connor L D, Rae C. *Acta Materialia*[J], 2015, 98: 377

[4] Collins D M, Stone H J. *International Journal of Plasticity*[J], 2014, 54: 96

[5] Goodfellow A J, Galindo-nava E I, Christofidou K A *et al. Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2017, 49A: 718

[6] Goodfellow A J. *Materials Science and Technology*[J], 2018, 34(15): 1793

[7] Goodfellow A J, Galindo-nava E I, Schwalbe C *et al. Materials & Design*[J], 2019, 173: 107760

[8] Ning Y, Yao Z, Fu M W *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(28): 8065

[9] Ning Y, Fu M W, Yao W. *Materials Science and Engineering A*[J],

- 2015, 539: 101
- [10] Song Xiaojun(宋晓俊), Fang Shuang(方爽), Dong Yunpeng(东贇鹏) *et al. Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2015, 44(13): 42
- [11] Payton E, Wang G, Ma N *et al. Superalloys 2008*[C]. Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society, 2008: 975
- [12] Tian G, Jia C, Liu J *et al. Materials & Design*[J], 2009, 30: 433
- [13] Cheng Junyi(程俊义), Xiong Jiangying(熊江英), Liu Zhaofeng(刘朝峰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(2): 699
- [14] Ricks R A, Porter A J, Ecob R C. *Acta Materialia*[J], 1983, 31: 43
- [15] Cheng Junyi(程俊义), Zhu Lihua(朱立华), Ma Xiangdong(马向东) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(10): 3722
- [16] Babu S S, Miller M K, Vitek J M *et al. Acta Materialia*[J], 2001, 49(20): 4149
- [17] Sarosi P M, Wang B, Simmons J P *et al. Scripta Materialia*[J], 2007, 57(8): 767
- [18] Wen Y H, Simmons J P, Shen C *et al. Acta Materialia*[J], 2003, 51(4): 1123
- [19] Wen Y H, Wang B, Simmons J P *et al. Acta Materialia*[J], 2006, 54(8): 2087
- [20] Singh A R P, Nag S, Hwang J Y *et al. Materials Characterization*[J], 2011, 62: 878
- [21] Singh A R P, Nag S, Chattopadhyay S *et al. Acta Materialia*[J], 2013, 61: 280
- [22] Klepser C A. *Scripta Metallurgica Et Materialia*[J], 1995, 33(4): 589
- [23] Fan X, Guo Z, Wang X *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 139: 382
- [24] Boettinger W J, Kattner U R, Moon K W *et al. Methods for Phase Diagram Determination*[M]. USA: Elsevier, 2007: 151
- [25] Roy I, Balikci E, Ibekwe S *et al. Journal of Materials Science*[J], 2005, 40: 6207
- [26] Vogel F, Cheng J, Liang S B *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 919: 165845
- [27] Masoumi F, Shahriari D, Jahazi M *et al. Scientific Reports*[J], 2016, 6: 28650
- [28] Lifshitz I M, Slyozov V. *Journal of Physics & Chemistry of Solids*[J], 1961, 19(1): 35
- [29] Wagner C. *Berichte Der Bunsengesellschaft Für Physikalische Chemie*[J], 1961, 65(7-8): 581
- [30] Hütner W, Reppich B. *Materials Science and Engineering A*[J], 1979, 39(2): 247
- [31] Thomas G. *Strengthening Methods in Crystals*[M]. Amsterdam: Elsevier, 1971

## Effects of Two-Step Sub-solution Heat Treatment on Microstructure of New As-Forged Nickel-Based Powder Superalloy Turbine Disc

Liu Zhaofeng<sup>1,2</sup>, Cheng Junyi<sup>1,2</sup>, Ma Xiangdong<sup>2</sup>, Xiao Lei<sup>2</sup>, Guo Jianzheng<sup>1,2</sup>, Feng Ganjiang<sup>1,2</sup>

(1. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

(2. Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd, Shenzhen 518035, China)

**Abstract:** The effect of two-step sub-solution heat treatment process on the  $\gamma'$  phase microstructure of a novel nickel-based powder metallurgy superalloy FGH4113A(WZ-A3) was studied. The results show that the cooling rate of large-size forged turbine disc is lower after forging, and the size distribution of  $\gamma'$  phases is from about 100 nm to 4500 nm. Small samples were taken from the disc for heat treatment experiments. When the samples are heated to 1000 and 1050 °C, the total proportion of  $\gamma'$  phases decreases, and the evolution mechanism shows signs of Oswald coarsening mechanism and PAM mechanism. When the sample is heated to 1100 °C, the intracrystalline  $\gamma'$  phase is completely dissolved. If two-step sub-solution heat treatment process is used, the sample is first heated to 1120 °C for 2 h followed by rapid cooling, and then heated to 1000, 1050 or 1100 °C. The total proportion of  $\gamma'$  phases decreases. The evolution of intracrystalline  $\gamma'$  phases is dominated by the Oswald coarsening mechanism, and its morphology and size are relatively stable during the heating process. The testing rods were cut from the disc and went through experiments: as-forged state+1000 °C (without heat preservation)+aging heat treatment and as forged state+1120 °C/2 h+aging heat treatment. The tensile tests were conducted at 550 °C. The yield and tensile strengths of the latter one are significantly higher than those of the first one, and this can be treated as a reference for dual-performance heat treatment process design of large-size turbine discs.

**Key words:** nickel-based powder superalloy; heat treatment; microstructure;  $\gamma'$  phase