

GH4151 合金的凝固偏析行为及均匀化热处理研究

盖永超¹, 张瑞¹, 周子荐¹, 吕少敏^{2,3}, 崔传勇¹, 曲敬龙^{2,3}

(1. 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 钢铁研究总院 高温材料研究所, 北京 100081)

(3. 北京钢研高纳科技股份有限公司, 北京 100081)

摘要: GH4151 合金是一种承温能力高达 800 °C 的新型涡轮盘用铸锻变形高温合金, 该合金在凝固过程中元素偏析严重, 主要偏析元素包括 Nb、Mo 和 Ti 等元素, 同时合金中包含大量的 C 元素, 在熔炼凝固后期由于残余液相中的元素富集, 枝晶间会析出大量有害相, 包括 (γ - γ') 共晶, Laves 相, η 相和 MC 碳化物。实验通过研究 C 含量对各偏析元素的影响发现, 增加 C 含量可减轻 Nb 元素在枝晶间的偏析, 此外, 随 C 含量的增加枝晶更发达, 枝晶间区域减少。随后通过研究在 1160~1210 °C 不同温度下的均匀化热处理对各枝晶间析出相的影响发现, (γ - γ') 共晶和 Laves 相的熔点约为 1180 °C, η 相的熔点约为 1200 °C, MC 碳化物的熔点超过 1300 °C; 同时, 发现 1170 °C/16 h+1200 °C/8 h 双步均匀化热处理不仅可以消除铸锭中的偏析, 而且避免了低熔点相过烧而产生的孔洞, 使坯料更加有利于后续开坯变形。

关键词: 变形高温合金; 凝固偏析; 有害相; 均匀化

中图分类号: TG146.1⁺5; TG156.2⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)01-0159-10

随着航空工业的不断发展, 人们致力于获得具有更高性能、低成本、长寿命的航空发动机, 因此对其关键热端部件的力学性能要求也在不断提高^[1-3]。其中, 涡轮盘作为航空发动机的重要承温部件, 服役温度已经达到 700 °C 以上, 然而对涡轮盘服役温度的要求仍在不断提高^[4-5]。涡轮盘主要由变形高温合金制备而成, 为了使涡轮盘的承温能力得到提升, 盘用合金的合金化程度也越来越高^[6-7]。例如, Rene65 合金中含有约 6.6% (质量分数, 下同) 的 γ' 相形成元素 (Al+Ti+Nb), 其服役温度约为 700 °C^[8]。U720Li 合金中 γ' 相形成元素 (Al+Ti) 含量相比 Rene65 合金提高到了约 1%, 综合服役性能得到了进一步提升^[9-11]。GH4068 合金 γ' 相形成元素 (Al+Ti) 含量接近 8%, 同时含有较多的 Co 和 Ta 元素 (Co+Ta=25%~27%), 降低了合金的层错能, 促进了中温区的微孪晶强化机制, 服役温度相比 U720Li 合金提高了 30 °C^[12-13]。GH4151 合金不仅含有大量的 γ' 相形成元素 (Al+Ti+Nb \approx 9.9%), 固溶强化元素含量也相对较高 (W+Mo+Co+Cr \approx 33.5%), 同时合金中还含有将近 0.1% 的 C 元素。在这些元素的共同作用下, 可实现多种强化机制共同作用, 保证了合金在较高的服役温度下具有良好的力学性能^[14-15], 使该合金可在 800 °C 的环境下服役。

然而, 大量且复杂的合金化元素导致合金在熔炼过程中产生严重的凝固偏析, 析出大量的有害相, 进而影响合金的热加工性能。因此, 研究合金凝固过程中的元素偏析行为以及均匀化热处理对组织的影响尤为重要, 一方面可以为后续的锻造开坯工艺做准备; 另一方面也可以揭示合金化学成分与微观组织的内在联系, 为均匀化热处理工艺的制定提供理论依据。

常用的改善合金凝固偏析的方法主要有 2 种, 分别为均匀化退火和成分调控, 其中最有效的途径就是均匀化退火。大量报道对变形高温合金的均匀化退火工艺进行了研究^[16-19], Sohrabi 等人^[20]研究了 Inconel718 合金在均匀化热处理过程中的组织演变, 该合金中由于 Nb 含量较高, 析出了大量的 Laves 相, 当均匀化温度为 1150 °C 时, 富 Nb 的偏聚区逐渐消失, Laves 相逐渐回溶; Zhou 等人^[21]研究了均匀化工艺对一种含较高 Al、Ti 元素的 Ni-Co 基高温合金偏析消除的影响, 结果表明: 合金中的析出相主要包括 η -Ni₃Ti 相和 (γ - γ') 共晶组织, 并确定了均匀化温度为 1180 °C 时消除有害相效果最佳。均匀化退火温度一般选择在合金析出相的初熔温度以下 10 °C 左右, 均匀化时间主要取决于合金元素的扩散系数, 在给定的均匀化温度下, Nb 元素在 Ni 中的扩散系

收稿日期: 2023-01-26

基金项目: “航空发动机与燃气轮机”国家科技重大专项 (2019-VI-0006-0120); 国家重点研发计划 (2019YFA0705300, 2017YFA0700703); 中国科学院金属研究所创新基金 (2021-PY09); 辽宁省博士启动基金 (2020-BS-007)

作者简介: 盖永超, 男, 1996 年生, 博士生, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-83978292, E-mail: ychgai19s@imr.ac.cn

数相对较小, 扩散速度较慢^[22-23]。因此均匀化退火时间则主要取决于 Nb 元素达到均匀化所需的时间。此外, 成分调控也是一种改善偏析的方法, 如 U720 合金中的 Cr 元素含量较高, 在高温下长期服役过程中容易析出有害相降低合金服役性能, 通过降低 Cr 元素含量并优化其他合金元素成分, 从而研制出了可在高温环境下长期服役的 U720Li 合金^[4]。

对于承温能力达到 800 °C 的 GH4151 合金, 合金中的 Nb 等易偏析元素含量高, 同时还含有一定量的 C 元素, 而 Nb 与 C 的结合力强, 易形成 MC 碳化物, 这种一次碳化物回溶温度高, 不易消除, 同时在后续变形过程中容易萌生和传播裂纹。因此, 实验中还通过调整 C 元素的含量来研究 C 元素对其他元素偏析的影响, 以降低合金凝固过程中的元素偏析现象, 并进一步研究合金均匀化过程中的元素扩散行为, 指导制定出合理的均匀化处理工艺。

1 实验

首先利用真空感应熔炼炉制备含 3 种不同 C 含量的 GH4151 合金铸锭, 铸锭尺寸为 $\Phi 90 \text{ mm} \times 380 \text{ mm}$, 其中 C 含量 (质量分数) 分别为 0.01%, 0.04% 和 0.08%, 其他元素含量一致, 如表 1 所示。分别在铸锭边缘、1/2 半径、心部切取 5 mm×5 mm×10 mm 的小块若干, 对合金的铸态组织进行观察。取心部试样进行均匀化热处理实验, 实验包括单步和双步均匀化热处理, 单步均匀化温度范围为 1160~1210 °C, 间隔为 10 °C, 分别保温 2 h, 根据合金中的元素扩散行为和析出相回溶规律制定双步均匀化热处理工艺。

均匀化前后的试样表面经磨抛至光亮后, 均采用 0.5 g CuCl₂+10 mL HCl+10 mL C₂H₅OH 的氯化铜腐蚀剂刻蚀表面, 腐蚀时间 10~15 s。利用光学显微镜 (optical microscope, OM) 和扫描电子显微镜 (scanning electron

表 1 3 种不同 C 含量的 GH4151 合金铸锭化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4151 alloy ingot with different C contents (wt%)

C	Cr	Co	Al+Ti+Nb	W+Mo	B+Zr	V	Ni
0.01							
0.04	11	15	9.7	7.5	0.015	0.6	Bal.
0.08							

microscope, SEM) 对样品的枝晶和析出相形貌进行观察。利用电子探针 (electron probe microanalyzer, EPMA) 和扫描电镜能谱 (SEM-EDS) 对元素偏析情况进行分析。为进一步分析合金元素的偏析行为, 利用热力学分析软件 (JMat Pro) 对合金在凝固过程中的平衡相图和元素再分配规律进行计算, 软件数据库为 Ni 基高温合金。

2 实验结果

2.1 热力学软件计算

通过 JMat Pro 计算了合金在凝固过程中的凝固曲线 (图 1a) 和元素的质量分数随液相的变化规律 (图 1b)。从凝固曲线上可以看出, 液相线温度约为 1337.7 °C, γ' 相析出温度为 1168 °C, η 相的析出温度接近 1200 °C, MC 碳化物在 1302 °C 时开始形成。其中, γ' 相为高温合金的主要强化相, MC 碳化物析出温度过高, 难以消除。因此, 将研究均匀化热处理制度对有害相的影响, 选择在 1160~1210 °C 之间进行。此外, 凝固曲线的斜率可以代表凝固速率, 可见在凝固后期的凝固速率快速下降。在图 1b 中可以看到凝固后期 Nb 和 Mo 元素在液相中的质量分数快速增加, 这是因为在凝固过程中元素逐渐向残余液相中扩散, 致使偏析元素在残余液相中大量富集, 使其质量分数快速增加。铸锭的边缘温度降低迅速, 最先凝固, 越靠近心部温度下降速度越低, 铸锭的心部最后凝固, 会产生严重的偏析, 形成大量的有害相。为确定铸锭中有害相的种类, 将对铸态组织进行观察分析。

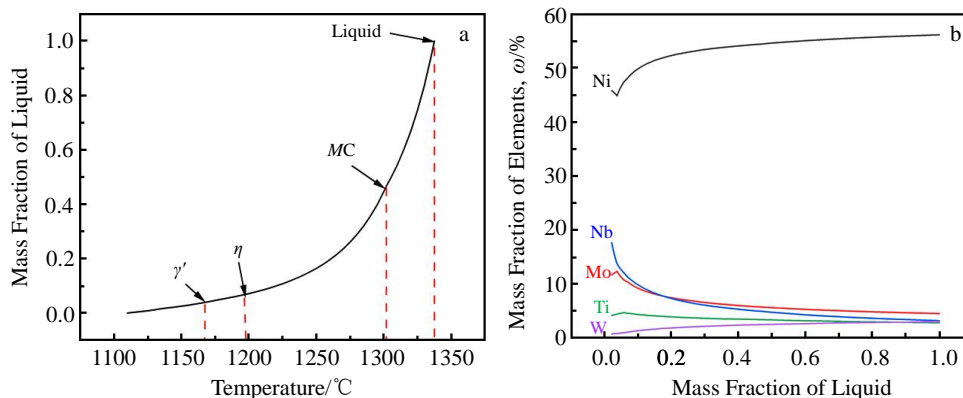


图 1 0.04% C 含量合金凝固过程中液相质量分数随温度的变化和元素再分配规律

Fig.1 Variation of liquid mass fraction with temperature (a) and elements redistribution (b) during solidification of 0.04% C alloy

2.2 铸态组织

图 2 为 0.04% C 含量合金铸锭 1/2 半径处的扫描电镜下观察获得的微观组织照片。可以看到, 枝晶间的析出相根据形貌可分为四类: 葵花状 (A 相)、连续小块状 (B 相)、板条状 (C 相) 和不规则块状 (D 相)。通过 SEM-EDS 对这 4 个区域和基体进行打点成分分析, 观察各相的合金成分, 结果如表 2 所示。可以发现 A 相中富集 Al、Ti 和 Nb 元素, 且形状和尺寸与高温合金中常见的 (γ - γ') 共晶组织相似^[24], 因此 A 相应为 (γ - γ') 共晶组织。B 相富集 Nb 和 Mo 元素, 且含有较多的 Cr 和 Co 元素, 成分和形貌与高温合金中普遍的 Laves 相相似^[25], 因此 B 相为 Laves 相。C 相富集 Ti 和 Nb, 且 Ni/(Nb, Ti) 比为 2.96, 根据其呈板条状的特征^[26], 判定 C 相为 η -Ni₃(Nb, Ti)。D 相中富集大量的 Ti 和 Nb 元素而贫化其他元素, 符合高温合金中 MC 碳化物的特征^[27-28], 因此 D 相应为 MC 碳化物。

图 3 为铸锭不同位置的枝晶组织 (图 3a~3c) 和枝晶间的析出相形貌 (图 3d~3f)。可以看出, 枝晶间距

(黑色区域) 从心部 (图 3a) 到边缘 (图 3c) 逐渐减小, 边缘处的二次枝晶最细, 心部的枝晶最粗。从枝晶间析出相的分布也可以看出, 大量的析出相存在于心部, 边缘处最少。说明铸锭的心部为偏析最严重区域, 且具有较大的二次枝晶间距, 可容纳更多的析出相。因此, 在后续的统一化热处理实验中, 为充分体现均匀化对析出

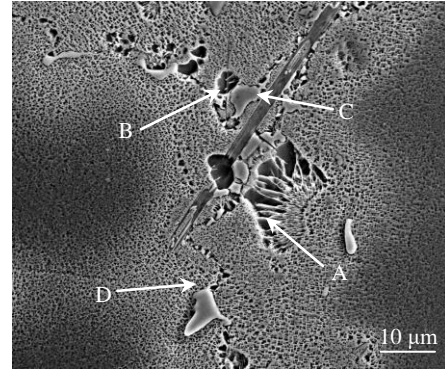


图 2 0.04% C 含量合金中枝晶间的析出相形貌
Fig.2 Morphology of interdendritic precipitates in 0.04% C alloy

表 2 图 2 中 0.04% C 含量合金中枝晶间析出相和基体的合金成分

Table 2 Composition of interdendritic precipitates and matrix of 0.04% C alloy in Fig.2 (wt%)

Element	V	Cr	Co	Ni	W	Nb	Mo	Ti	Al
Matrix	0.74	11.82	16.58	56.69	3.48	1.32	3.91	1.82	3.31
Area A	0.38	6.03	12.84	58.95	0.87	7.08	3.42	5.36	5.45
Area B	0.9	15.70	18.23	25.93	4.68	17.60	16.21	1.12	0.53
Area C	0.29	5.30	12.69	53.61	2.90	12.64	4.88	5.49	2.49
Area D	0.69	0.50	0.75	3.68	1.29	76.11	3.79	13.76	0.12

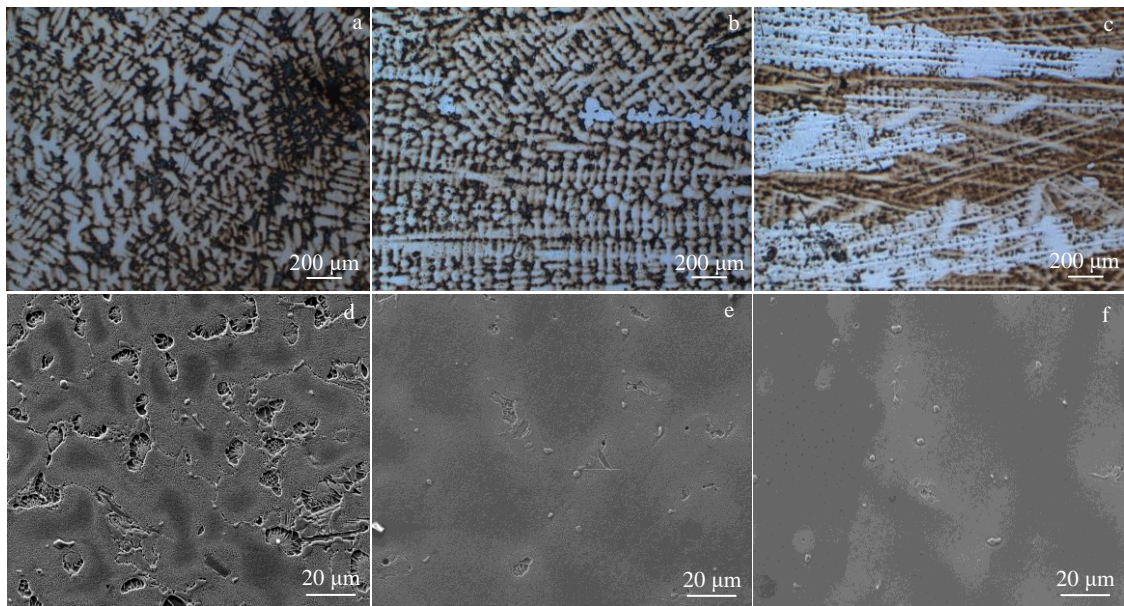


图 3 0.04% C 含量合金不同位置的微观组织

Fig.3 Dendritic (a-c) and interdendritic precipitates (d-f) microstructures in different positions of 0.04% C alloy: (a, d) center, (b, e) 1/2 radius, and (c, f) edge

相回溶的影响，以铸锭的心部组织作为主要研究对象。

2.3 元素偏析

在凝固过程中偏析元素会在残余液相中大量富集，枝晶间区域最后凝固，所以在此区域容易发生元素聚集，进而形成大量有害相。通过 EPMA 观察各元素的分布情况，如图 4 所示。Al 和 Ti 元素富集在 η 相和 $(\gamma-\gamma')$ 共晶组织中，而在 Laves 相中的含量较低。相反，Cr 和 Mo 元素在 η 相和 $(\gamma-\gamma')$ 共晶组织中贫化，富集于 Laves 相中。MC 碳化物只富集 Ti 和 Nb 元素，因此 MC 碳化物应为(Nb, Ti)C 型碳化物。值得注意的是 Nb 元素在所有析出相中均具有较高的含量，因此，Nb 元素为合金凝固过程中的主要偏析元素。通过 EPMA 统计与计算获得的各元素分配系数 K （分别在枝晶干和枝晶间的基体上测三点取平均值）如表 3 所示。Co、W、V 的 K 值 >1 ，属于负偏析元素，偏聚于枝晶干；Ti、Zr、Nb、Mo 的 K 值 <1 ，属于正偏析元素，偏聚于枝晶间，偏析程度为 $Nb > Zr > Ti > Mo$ ；而 Al、Cr、Ni 的 $K \approx 1$ ，表明这些元素偏析程度低。综合分析，W、Ti、Nb、Mo 为主要的偏析元素。其中 Nb、Ti、和 Mo 为主要的枝晶间偏析元素。Nb 和 Ti 又是 MC 碳化物的主要形成元素，因此，后续的实验将通过调整合金中的 C 含量来改善元素的偏析程度。

2.4 不同 C 含量合金的微观组织

不同 C 含量合金的微观组织如图 5 所示。图 5a~5c 为枝晶组织形貌，0.01% C、0.04% C 和 0.08% C 合金的二次枝晶间距分别约为 53.3、55.8 和 58.94 μm 。可见随 C 含量的增加，二次枝晶间距增大，二次枝晶的长度也在增加。图 5d~5f 为 3 种不同 C 含量合金的枝晶间析出相形貌，0.01% C 和 0.04% C 合金中的 MC 碳化物主要呈块状分布，0.08% C 合金中的部分 MC 碳化物呈棒状分布。

为研究 C 含量对其他元素偏析程度的影响，对 3 种不同 C 含量合金的枝晶干和枝晶间的元素分布进行分析，如图 6 所示。可以看出，增加 C 含量不仅对微观组织有影响，还会影响各元素在枝晶干和枝晶间的分布。其中变化比较明显的是 Nb、Mo 和 V 元素，随 C 含量的增加，枝晶间的 Nb 和 V 元素含量逐渐减少，Mo 元素含量有增加趋势（图 6b），因此减轻了 Nb 和 V 元素的偏析，但加重了 Mo 元素的偏析（图 6c）。0.08% C 合金中的 Ti 元素在枝晶间的含量较低，根据 2.3 中的结果可以知道 Ti 元素是枝晶间偏析元素，还是 MC 碳化物的主要形成元素，形成大量的碳化物会消耗 Ti 元素，从而减轻了 Ti 元素的偏析，同样 Nb 和 V 元素的偏析也是受碳化物的影响而减弱（图 6c）。

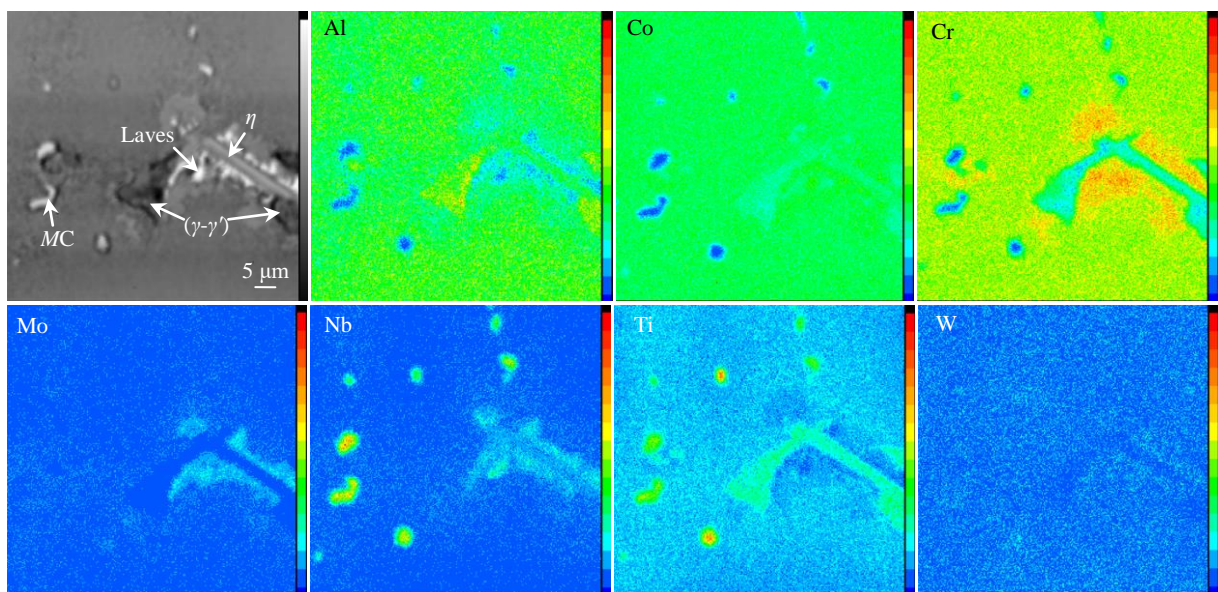


图 4 0.04% C 含量合金中枝晶析出相的元素分布图

Fig.4 Elements distribution maps of the interdendritic precipitates of 0.04% C alloy

表 3 0.04% C 含量合金中枝晶干和枝晶间的化学成分和各元素的分配系数(K)

Table 3 Chemical composition and element partition coefficient of dendrite arm and interdendrite in 0.04% C alloy

Element	Cr	Co	W	Ti	Mo	Nb	Al	V	Zr	Ni
Dendrites content, $\omega/\%$	11.82	16.58	3.48	1.82	3.91	1.32	3.31	0.74	0.018	57.01
Interdendrites content, $\omega/\%$	11.80	15.24	1.79	3.40	4.67	3.26	3.41	0.68	0.043	55.72
K	1.00	1.09	1.94	0.54	0.84	0.40	0.97	1.09	0.42	1.02

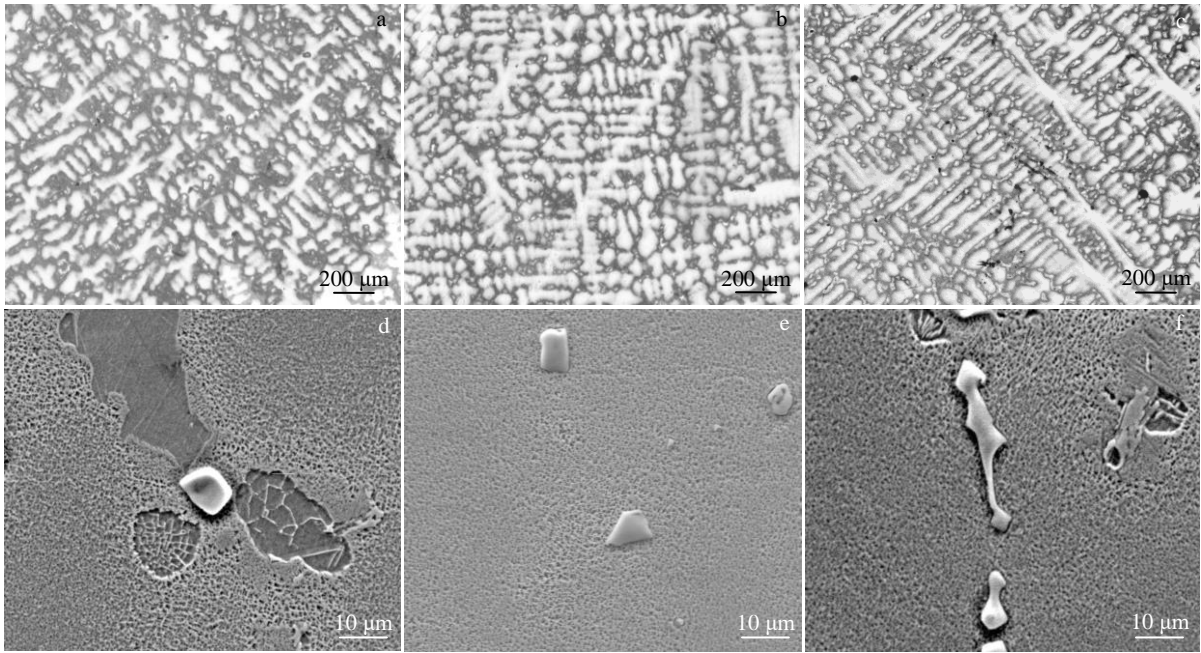


图 5 不同 C 含量合金的微观组织

Fig.5 Dendritic (a-c) and interdendritic precipitates (d-f) microstructures of alloy ingots with different C contents: (a, d) 0.01% C alloy, (b, e) 0.04% C alloy, and (c, f) 0.08% C alloy

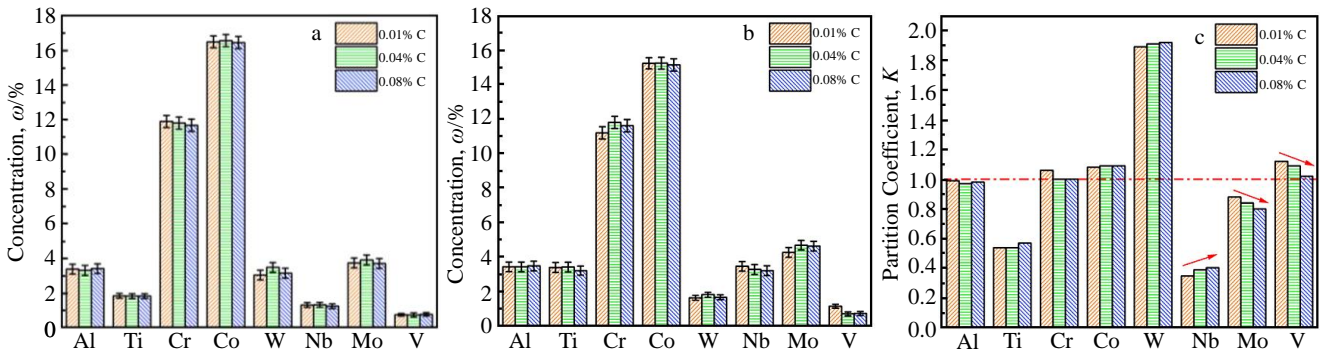


图 6 不同碳含量合金中各元素在枝晶干和枝晶间的分布及分配系数

Fig.6 Average composition of dendrite arm (a) and interdendrite (b); element partition coefficient of the three alloys (c)

2.5 均匀化热处理

2.5.1 均匀化温度对组织的影响

根据上述研究结果可知, 该合金在凝固过程中存在严重的枝晶偏析, 导致大量的有害相在枝晶间析出, 包括 η 相、 $(\gamma-\gamma')$ 共晶, Laves 相和 MC 碳化物。此外由于元素分布不均匀, 会使一些微量元素在某些晶界上偏聚形成少量析出相, 进一步导致变形组织不均匀。因此, 需要制定合理的均匀化热处理制度来消除有害相并减轻偏析。

选择 0.08% C 合金在 1160~1210 °C 的不同温度下保温 2 h, 观察均匀化温度对各析出相的影响, 如图 7 所示。随着温度的升高, 枝晶间区域逐渐减少, 枝晶变得逐渐

模糊, 在 1210 °C 热处理后枝晶组织基本上被完全消除。不同温度下保温 2 h 水淬后合金中枝晶间析出相形貌如图 8 所示。当保温温度低于 1170 °C 时, 枝晶间仍存在大量的析出相, 几乎没有出现明显的回溶现象; 当保温温度升高到 1180 °C 时, $(\gamma-\gamma')$ 共晶已基本回溶, Laves 相也开始出现回溶, 在 Laves 相中间还穿插着未完全回溶的针状 η 相; 当均匀化温度达到 1200 °C 后, Laves 相和 η 相开始大量回溶; 在 1210 °C 保温条件下, 只保留少部分未完全回溶的析出相, 而 MC 碳化物在整个研究的温度区间内均无明显的变化。根据各析出相在不同温度下的回溶情况, 确定升温过程中的回溶顺序为: $(\gamma-\gamma')$ 共晶 \rightarrow Laves 相 $\rightarrow \eta$ 相 \rightarrow MC 碳化物。

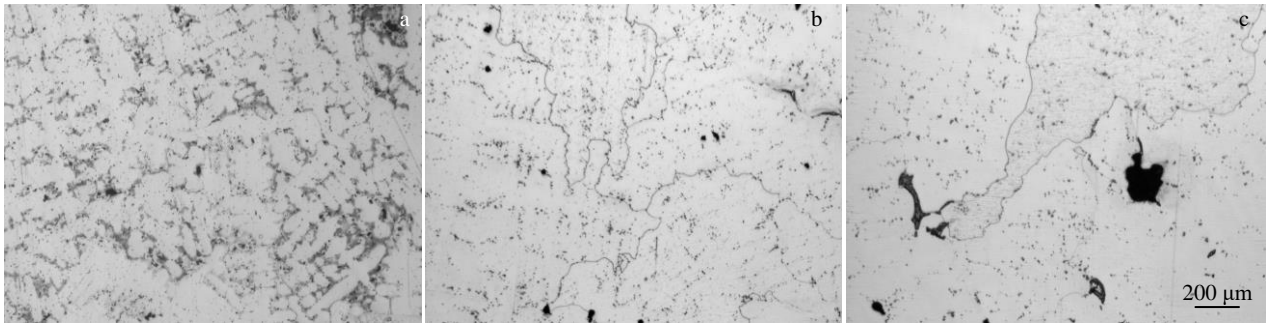


图 7 0.08% C 合金在不同温度下保温 2 h 后的枝晶形貌

Fig.7 Dendritic morphology of 0.08% C alloy held at different temperatures for 2 h: (a) 1160 °C, (b) 1180 °C, and (c) 1210 °C

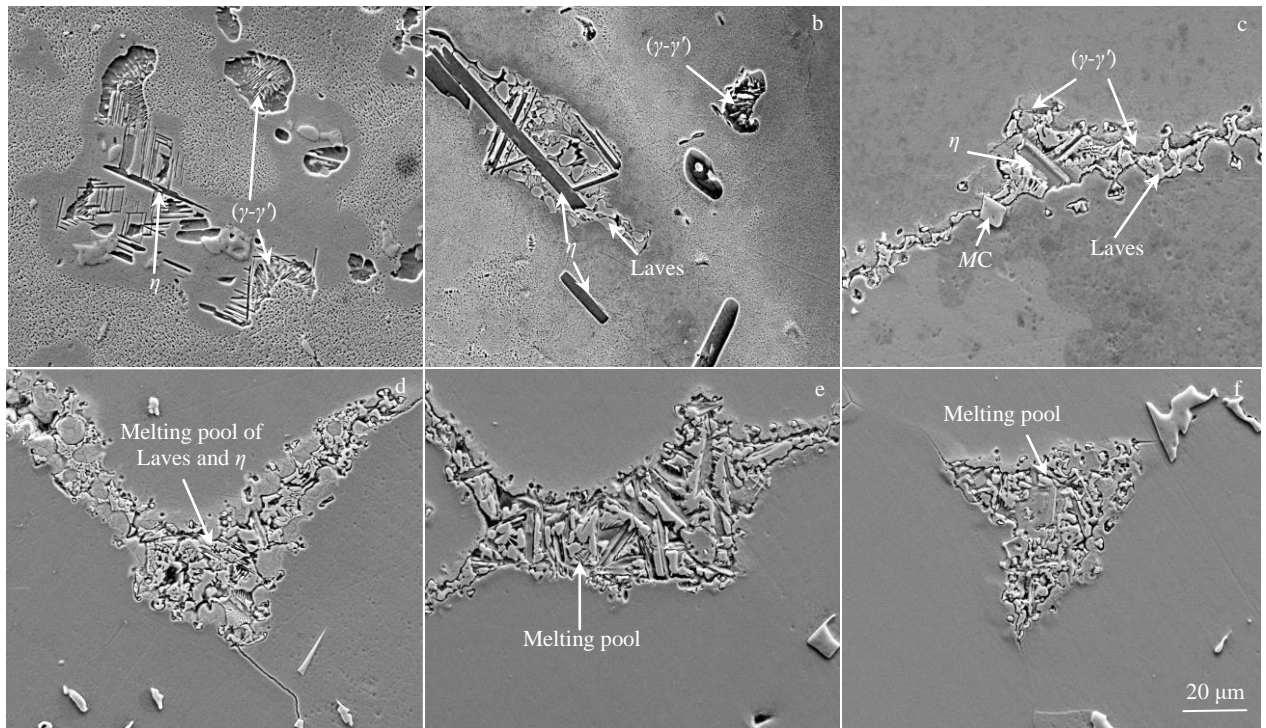


图 8 0.08% C 合金在不同温度下保温 2 h 后的析出相形貌

Fig.8 Morphology of interdendritic precipitates in 0.08% C alloy held at different temperatures for 2 h: (a) 1160 °C, (b) 1170 °C, (c) 1180 °C, (d) 1190 °C, (e) 1200 °C, and (f) 1210 °C

2.5.2 均匀化时间对组织的影响

选择 1170 和 1200 °C 分别保温 4、8 和 16 h，研究均匀化时间对析出相的影响。图 9 为 0.08% C 合金在 1170 °C 下保温不同时间后的组织，可以看到，即使保温时间长达 16 h，合金中仍然含有少部分的 η 相。当合金在 1200 °C 下保温不同时间时（如图 10），4 h 后各析出相已基本全部回溶，但是出现了一些圆形孔洞，且随着保温时间的延长孔洞的数量增多，如白色箭头所示。分析孔洞形成的原因有可能是因为均匀化温度过高，造成低熔点相过烧而留下的。因此均匀化温度不宜过高，但温度太低有害相又难以消除。所以采用双步均匀化热处

理制度，第一步低温保温消除低熔点相，第二步升高温度促进元素扩散，消除其他有害相使组织得到充分均匀化。

双步均匀热处理制度为 1170 °C/16 h+1200 °C/8 h。为了与双步均匀化效果进行对比，开展 1200 °C 下保温 24 h 的单步热处理实验。如图 11a, 11c 为单步均匀化后的组织，图 11b, 11d 为双步均匀化后的组织。可以看出，单步均匀化处理后的枝晶要比双步均匀化处理后的枝晶消除得更完全，但在单步均匀化处理后的试样中，MC 碳化物成为了裂纹源，萌生了裂纹并扩展。而在双步均匀化热处理后的样品中，枝晶间的有害相已基本得到了

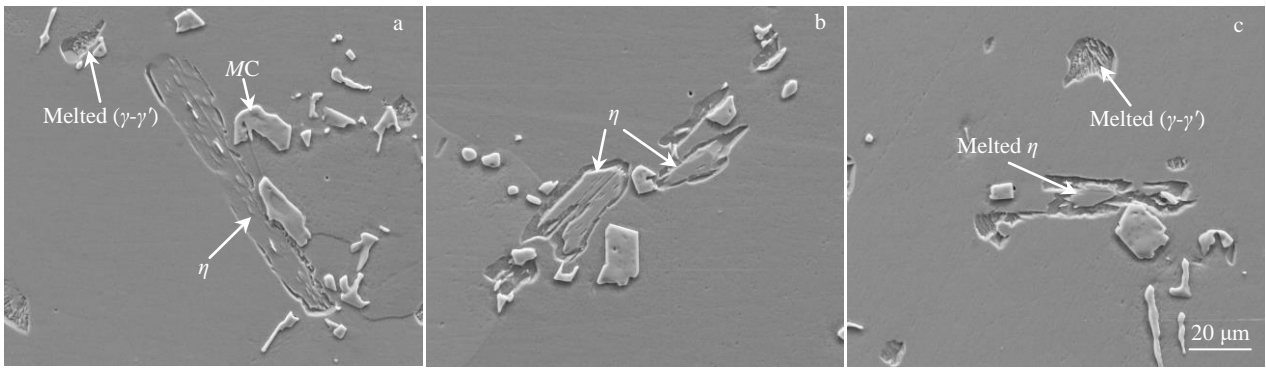


图 9 0.08% C 合金在 1170 °C 下保温不同时间后的析出相形貌

Fig.9 Morphology of interdendritic precipitates in 0.08% C alloy held at 1170 °C for different time: (a) 4 h, (b) 8 h, and (c) 16 h

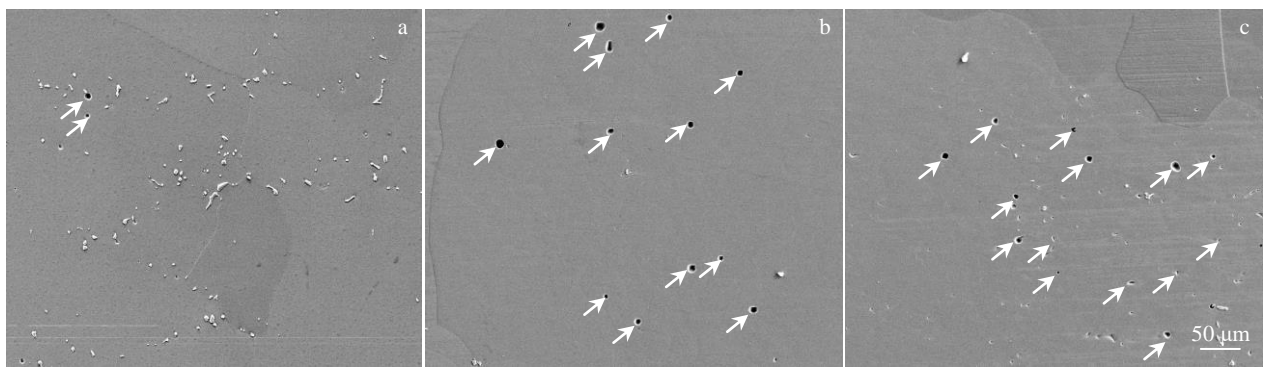


图 10 0.08% C 合金在 1200 °C 下保温不同时间后的 SEM 照片

Fig.10 SEM images of 0.08% C alloy held at 1200 °C for different time: (a) 4 h, (b) 8 h, and (c) 16 h

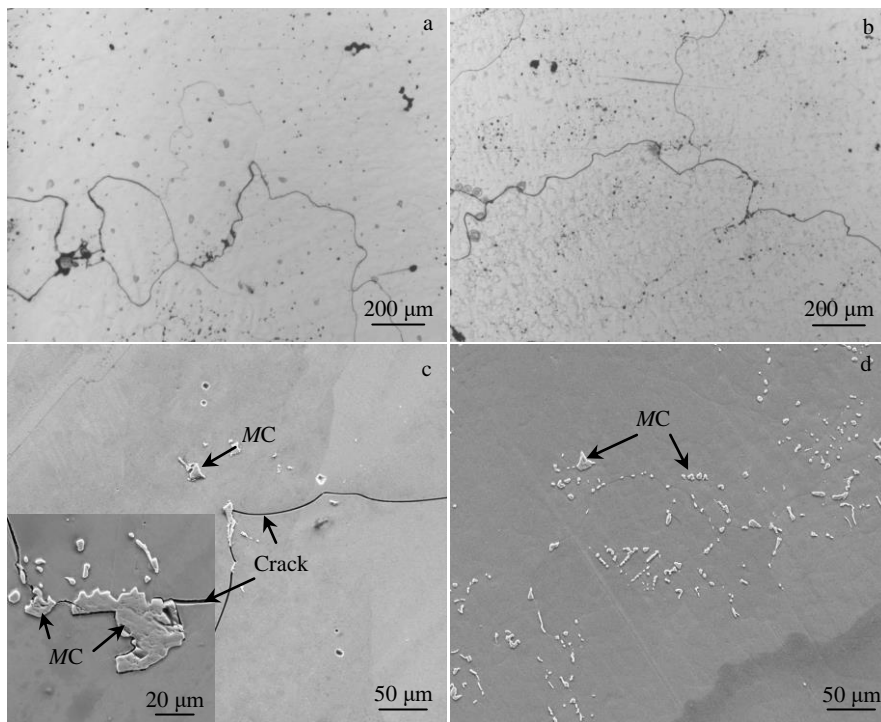


图 11 0.08% C 合金经单步和双步均匀化热处理后的 OM 照片和 SEM 照片

Fig.11 OM (a, b) and SEM (c, d) microstructures of 0.08% C alloy after one-step heat treatment (a, c) and two-step heat treatment (b, d)

消除，且无孔洞产生，只有剩下难以消除的 MC 碳化物。因此，双步均匀化热处理不仅可以提高组织的均匀性，而且避免了由于高温过烧而产生孔洞，有利于后续热加工工序的顺利进行。

3 讨论

3.1 凝固偏析行为

凝固过程中各析出相的质量分数随温度的变化如图 12 所示，在 800 °C 以下，基体 γ 相占 52%， γ' 相占 47%，其他相只占 1%。值得注意的是，在平衡凝固条件下，析出相中只有 η 相、MC 碳化物和少量的 M_3B_2 ，而没有 Laves 相和 $(\gamma-\gamma')$ 共晶，这说明铸态组织中的 Laves 相和 $(\gamma-\gamma')$ 共晶是由于非平衡凝固造成的。根据均匀化过程中各析出相的回溶规律确定凝固析出顺序为 MC 碳化物 \rightarrow η 相 \rightarrow Laves 相 \rightarrow $(\gamma-\gamma')$ 共晶，其中 MC 碳化物的析出温度相对较高，其余三相的析出温度相近。当凝固温度下降到 1200 °C 以下时， η 相首先从液相中析出，吸收了周围的 Al、Ti 元素，导致 Nb 等其他元素的含量增

加，且 Nb 又是偏析元素，局部会出现含高 Nb 的富集区，导致了 Laves 相的析出。与此同时，Nb、Cr、Mo 等元素被 Laves 相消耗后，导致 Laves 相周围的 Al、Ti 含量升高，促进了 $(\gamma-\gamma')$ 共晶的析出。根据这 3 种析出相的析出位置也可以看到（如图 2），Laves 相分布在 η 相周围， $(\gamma-\gamma')$ 共晶挨着 Laves 相析出。

3.2 C 含量对 MC 碳化物和元素偏析的影响

C 元素的原子半径较小，可进入到具有面心立方结构 γ 基体的八面体间隙中，起到固溶强化作用^[4,29]。因此在凝固初期，由于温度较高，碳化物难以析出，C 元素主要固溶在基体内。随着凝固温度的下降，碳化物开始逐渐析出。在 0.01% C 合金中，C 元素含量较低，析出的 MC 碳化物含量较少，如图 13。随着 C 含量的增加，MC 碳化物的含量和析出温度都在不断升高。这是因为当 C 含量增加时，C 元素将很快达到其在基体中的固溶极限而析出，并与周围的 Nb、Ti 元素形成 MC 碳化物，从而提高了析出温度。这为 MC 碳化物的生长提供了更大的温度范围，MC 碳化物会沿着温度降低的方向生长，

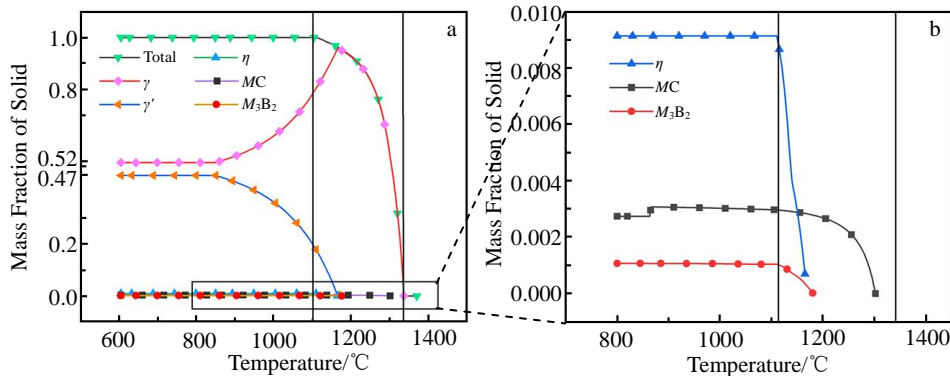


图 12 0.04% C 含量合金中固相质量分数随温度的变化规律

Fig.12 Variation of solid mass fraction with temperature of 0.04% C alloy

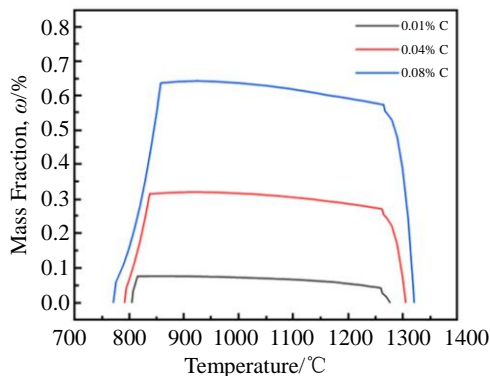


图 13 3 种不同 C 含量合金中 MC 碳化物含量随温度的变化

Fig.13 Variation of the content of MC carbide in three alloys with temperature

进而形成棒状碳化物^[30-31]。余竹焕等人^[32]研究了含 5 种 C 含量（0.001%~0.15%）的镍基高温合金中 MC 碳化物形貌演化。结果表明，随 C 含量的增加，碳化物的形貌逐渐由针状转变为块状、棒状最后到文字状。MC 碳化物的表面能较小，平衡形态应为八面体，但当 C 含量较高时，受碳化物析出温度的影响，碳化物开始从中心向 4 个方向生长，然后分裂为棒状，继续生长为文字状。而在本研究的合金中，C 含量还不足以使 MC 碳化物生长成文字状，只是局部碳化物生长为棒状。

在 C 含量较高的情况下，大量 MC 碳化物的析出消耗了部分 Nb 和 Ti 元素，减轻了基体和残余液相间的成分差异，因此在 0.08% C 合金中 Nb 和 Ti 的偏析程度略有减轻。此外，碳化物中还含有少量的 V 元素，因此 V

元素的偏析系数也相应下降。Liu 等人^[33]测试了含 4 种不同 C 含量的镍基高温合金中各元素的偏析系数, 同样发现了增加 C 含量可减轻碳化物形成元素 Ti 和 Ta 的偏析, 此外 W 元素的偏析也随之降低。然而 W 元素偏析降低的现象在本研究中并没有被观察到。

3.3 均匀化动力学分析

根据合金扩散与相变理论, 合金在一定温度进行均匀化处理时, 元素的偏析程度可用下式来计算^[17]:

$$\delta = \exp\left(-\frac{4\pi^2}{L^2}Dt\right) \quad (1)$$

其中, δ 代表均匀化效果, D 为元素的扩散系数, t 为均匀化退火时间, L 为二次枝晶间距。 δ 越小代表均匀化效果越好, 均匀化效果与扩散系数和均匀化退火时间成反比, 当均匀化效果一定时, 扩散系数越高, 则合金达到均匀化所需的时间越短。偏析元素在 Ni 中的扩散系数大小为: Ti>Mo>Nb, 因此 Nb 元素在均匀化过程中难以达到均匀化。另外, 元素的扩散系数可由下式计算^[17]:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

其中, D_0 为元素在 Ni 中的扩散系数, Q 为扩散激活能, R 是气体常数 ($8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$), T 是绝对加热温度 (K)。可见扩散系数与均匀化温度成正比, 均匀化温度越高, 扩散系数越大, 则达到均匀分布所需时间越短。但并非温度越高越有利, 若均匀化温度过高则会导致低熔点相过烧而留下孔洞, 影响合金的热加工性能。上述研究中确定了 GH4151 合金中各析出相的回溶温度和回溶顺序, (γ - γ') 共晶和 Laves 相最先回溶, 回溶温度约为 1180 °C, 随后是 η 相, 回溶温度约为 1200 °C, 与其他文献中报道的高温合金中析出相回溶温度相一致^[20,34]。均匀化温度的选择应低于析出相的初熔温度, 而 GH4151 合金中的析出相复杂, 无法通过单步均匀化热处理将有害相全部消除, 且在高温下长时间保温还会产生裂纹。Huang 等人^[35]讨论了 Inconel718 合金均匀化热处理过程中裂纹形成的原因, 结果表明, 在高温热处理时会发生晶界上的局部偏析, 降低了系统的自由能, 这种偏析是由 B 元素向晶界迁移导致的, 随着保温时间的延长, B 的偏析严重, 易在晶界处产生微裂纹。在本研究的合金中, 晶粒尺寸较大晶界较少。因此推测有可能是 B 元素在 MC 碳化物和 γ 基体的相界面处聚集, 导致粗大的 MC 周围出现微裂纹。综上所述, 为避免均匀化过程中产生过烧和微裂纹, 并使析出相充分回溶, 采用双步均匀化热处理, 第一步在低温下长时间保温消除低熔点相, 第二步升高温度短时间保温促进元素扩散使组织均一化, 不仅有效地消除了合金中的有害相还缩短了均匀化时间, 降低了成本。

4 结论

1) 铸态 GH4151 合金中的枝晶间析出相主要包括 MC 碳化物, η 相, Laves 相和 (γ - γ') 共晶 4 种, 主要的枝晶间偏析元素为 Nb、Ti 和 Mo, 枝晶干偏析元素为 W。

2) 随 C 含量的增加, MC 碳化物数量增加, 且碳化物的形貌从块状向棒状转变。增加 C 含量可以减轻合金中 Nb 元素在枝晶间的偏析。

3) 枝晶间析出相在均匀化过程中的回溶顺序为 (γ - γ') 共晶, Laves 相, η 相, MC 碳化物。根据各析出相的回溶特点, 制定了双步均匀化热处理制度, 首先在 1170 °C 保温 16 h 消除低熔点相避免过烧, 随后升高温度至 1200 °C 保温 8 h 促进元素扩散, 使组织获得优异的均匀化效果。

参考文献 References

- [1] Gu Y F, Fukuda T, Cui C *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40: 3047
- [2] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008
- [3] Sun Jingxia, Liu Jinla, Chen Chao *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2022, 51(2): 369
- [4] Guo Jianting(郭建亭). *Material Science and Engineering for Superalloys(高温合金材料学(下册))*[M]. Beijing: Science Press, 2008
- [5] Zhang Rui(张瑞), Liu Peng(刘鹏), Cui Chuanyong(崔传勇) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2021, 57(10): 1215
- [6] Gu Y, Harada H, Cui C *et al. Scripta Materialia*[J], 2006, 55: 815
- [7] Zhu C Z, Zhang R, Cui C Y *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2020, 52: 108
- [8] Zhang Beijing(张北江), Zhao Guangpu(赵光普), Zhang Wenyun(张文云) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2015, 51(10): 1227
- [9] Zhao Guangdi(赵广迪), Zang Ximin(臧喜民), Zhao Zhuo(赵卓) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2020, 49: 3809
- [10] Zhao Guangdi, Liu Fang, Zang Ximin *et al. Rare Metals*[J], 2020, 40: 1145
- [11] Chen Jiayu, Dong Jianxin, Zhang Maicang *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 673: 122
- [12] Zhang Rui, Tian Chenggang, Cui Chuanyong *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 818: 152863
- [13] Cui Chuanyong, Zhang Rui, Zhou Yizhou *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2020, 51: 16
- [14] Lv Shaomin, Chen Jinbin, He Xinbo *et al. Materials*[J], 2020,

- 13(20): 4553
- [15] Lv Shaomin, Jia Chonglin, He Xinbo *et al. Materials*[J], 2019, 12(22): 3667
- [16] Rafiei Mohsen, Mirzadeh Hamed, Malekan Mehdi *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 793: 277
- [17] Semiatin S L, Krumb R C, Turner R E *et al. Scripta Materialia*[J], 2004, 51(6): 491
- [18] Bi Zhongnan(毕中南), Qu Jinglong(曲敬龙), Du Jinhui(杜金辉) *et al. Journal of Iron and Steel Research(钢铁研究学报)*[J], 2011, 23: 263
- [19] Xiang Xuemei(向雪梅), Jiang He(江河), Dong Jianxin(董建新) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2020, 56(7): 988
- [20] Mohammad J S, Hamed M, Mohsen R. *Vacuum*[J], 2018, 154: 235
- [21] Zhou Zijian, Zhang Rui, Cui Chuanyong *et al. Acta Metallurgica Sinica-English Letters*[J], 2021, 34: 943
- [22] Patil R V, Kale G B. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1996, 230: 57
- [23] Mohsen Rafiei, Hamed Mirzadeh, Mehdi Malekan *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 793: 277
- [24] Chang Litao, Jin Hao, Sun Wenru. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 653: 266
- [25] Li Xinxu, Jia Chonglin, Zhang Yong *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2020, 30(8): 2107
- [26] Seo S M, Kim I S, Lee J H *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2007, 38: 883
- [27] Zhao Guangdi, Zang Ximin, Jing Yuan *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 815: 141293
- [28] Runn J J, Ueshima N, Oikawa K. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 737: 83
- [29] Wei Chaonan, Bor Huiyun, Chang Li *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509: 5708
- [30] Wei Chaonan, Bor Huiyun, Chang Li *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527: 3741
- [31] Yu Zhuhuan, Liu Lin, Zhao Xinbao *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2010, 20: 1835
- [32] Yu Zhuhuan, Liu Lin, Zhang Jun *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2014, 24: 339
- [33] Liu L R, Jin T, Zhao N R *et al. Materials Letters*[J], 2004, 58: 2290
- [34] Tan Yuanguo, Liu Fang, Zhang Anwen *et al. Acta Metallurgica Sinica-English Letters*[J], 2019, 32(10): 1298
- [35] Huang X, Chaturvedi M C, Richards N L. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1996, 27: 785

Solidification Segregation Behavior and Homogenization Heat Treatment of GH4151 Alloy

Gai Yongchao¹, Zhang Rui¹, Zhou Zijian¹, Lv Shaomin^{2,3}, Cui Chuanyong¹, Qu Jinglong^{2,3}

(1. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. High-temperature Materials Division, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

(3. Beijing CISRI-GAONA Material and Technology Co., Ltd, Beijing 100081, China)

Abstract: GH4151 alloy is a new type of casting and deformation superalloy of turbine disk with the temperature bearing capacity up to 800 °C. The alloy has severe elemental segregation during solidification, and main segregation elements include Nb, Ti and Mo. Meanwhile, the alloy contains a large amount of element C. In the late stages of solidification, due to the enrichment of elements in the residual liquid phase, a large number of harmful phases, including (γ - γ') eutectic, Laves phase, η phase and MC carbides, precipitate between the dendrites. The influence of C content in the GH4151 alloy on the segregation elements was investigated. Result show that increasing C content can reduce the segregation of Nb elements between dendrites. In addition, with the increase in C content, the dendrites become more developed and the interdendrite area decreases. The effects of homogenization heat treatment were studied at different temperatures from 1160 °C to 1210 °C. The melting points of (γ - γ') eutectic and Laves phases are about 1180 °C, that of η phase is about 1200 °C and that of MC carbide is higher than 1300 °C. At the same time, it is found that the 1170 °C/16 h+1200 °C/8 h double step homogenization heat treatment can not only eliminate the segregation in the ingot, but also avoid the holes caused by the overburning of the low melting point phases, which makes the billet more conducive to the subsequent billet deformation.

Key words: wrought superalloy; solidification segregation; harmful phases; homogenization

Corresponding author: Zhang Rui, Ph. D., Associate Professor, Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971758, E-mail: rzhang@imr.ac.cn