

# 时效热处理对 EB-PVD 镍基合金薄板组织与力学性能的影响

宋广平, 孙 跃, 赫晓东, 赵轶杰, 曲 伟

(哈尔滨工业大学, 黑龙江 哈尔滨 150080)

**摘 要:** 采用电子束物理气相沉积方法 (EB-PVD) 成功制备了直径为 1000 mm, 厚度为 0.10~0.13 mm 的镍基合金薄板。利用光学显微镜 (OM)、扫描电子显微镜 (SEM) 和透射电子显微镜 (TEM) 等测试方法, 对时效热处理前后试样形貌、析出相组成、高温拉伸性能进行了研究。结果表明, 镍基合金薄板材料时效热处理后, 晶粒长大, 随时效时间延长, 晶粒长大速率明显降低。在时效过程中, 有细小碳化物颗粒在晶界析出, 衍射花样分析表明, 碳化物为 FCC 结构的  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$ 。时效热处理后, 镍基合金薄板材料高温拉伸性能有了很大提高, 延伸率有一定的降低。

**关键词:** 镍基薄板; 电子束物理气相沉积; 时效热处理; 显微结构; 力学性能

**中图法分类号:** TG146.1<sup>+</sup>5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2009)10-1856-04

随着空间飞行器飞行速度的不断提高, 飞行器外表面的温度越来越高。当飞行器表面温度高于 650 °C 时, 已经达到钛合金的使用温度上限, 因而制备能满足在更高环境温度下使用的表面蒙皮就变得非常重要<sup>[1~3]</sup>。镍基高温合金由于具有良好的高温强度、抗氧化性能和相稳定性, 在航空、航天和高温应用领域中被广泛的使用<sup>[4~6]</sup>。在 650~1000 °C 的温度范围内, 越来越多的镍基高温合金被应用到飞行器表面, 作为热防护面板结构的蒙皮材料<sup>[7,8]</sup>。但采用传统轧制工艺制备面宽达到 0.4 m、厚度为 0.10~0.13 mm 的镍基合金薄板, 由于工艺复杂, 成本高而很难实现。

本实验采用电子束物理气相方法, 通过双源同时蒸发, 以期制备厚度为 0.10~0.13 mm、直径为 1000 mm 的镍基合金薄板。重点讨论了不同时效热处理条件下试样的微观组织形貌、第二相析出及高温力学性能等。

## 1 实 验

采用乌克兰 GEKONT 公司研制的 L5 型超大尺寸 EB-PVD 沉积设备制备大尺寸镍基合金薄板。电子枪为直线式皮尔斯枪, 加速电压为 20 kV, 基板为水平转动, 基板面平行于蒸发源表面。沉积过程中采用双源铌料同时蒸发, 基板材料为不锈钢 K430, 直径为 1000 mm 的圆钢板。基板温度为  $(700 \pm 20)$  °C, 基板转速为 30 r/min。沉积完毕后, 随炉冷却至室温。

制备态薄板剪切成实验用试样, 表面喷涂一层抗氧化涂层。试样首先在 1020 °C 固溶 30 min, 水冷。然后在 760 °C 时效, 空冷。用线切割把处理后试样加工成拉伸试样。

利用奥林巴斯 PMG3 型光学显微镜 (OM)、FEI Quanta200 型扫描电子显微镜 (SEM) 和 Philips 公司 CM12 型透射电子显微镜 (TEM) 对试样进行显微形貌观测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 显微形貌

图 1 是镍基合金薄板制备态 SEM 表面形貌和时效热处理态试样表面金相照片。图 1a、1b 为制备态 SEM 表面形貌, 图中显示制备态镍基合金薄板晶粒细小, 从几百纳米到 2~3 μm 不等, 大小晶粒相间分布, 材料表面致密, 无明显孔隙存在。晶粒生长表面平滑, 表明材料制备过程中有明显表面扩散现象发生, 见图 1b。图 1c 为 1020 °C 固溶 0.5 h, 水冷, 760 °C 时效 8 h 热处理镍基薄板表面金相照片。在热处理过程中, 晶粒发生明显长大。随时效时间的延长, 晶粒长大速率降低, 从时效 32、48 和 67 h 热处理薄板表面金相照片可以看到 (图 1d, 1e, 1f), 时效时间超过 32 h 以后, 晶粒大小没有显著变化。图 2 中显示的是不同时效时间薄板试样的截面金相照片。由于取样的位置不

收稿日期: 2008-12-17

基金项目: 国家自然科学基金 (50304007); 国家“863”资助项目

作者简介: 宋广平, 男, 1973 年生, 博士生, 哈尔滨工业大学复合材料与结构研究所, 黑龙江 哈尔滨 150080, 电话: 0451-86402928, E-mail: gpsong555@hit.edu.cn

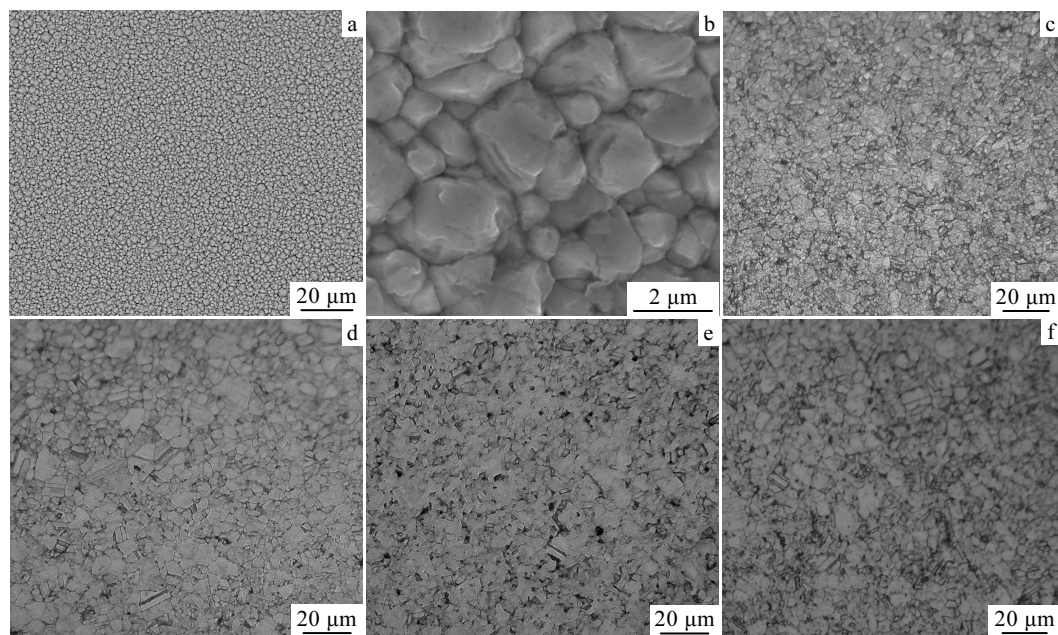


图 1 试样制备态与热处理态表面形貌照片

Fig.1 Metallographs of the surface of as-deposited and aged samples: (a) as-deposited, SEM, (b) as-deposited, SEM, (c) aged at 760 °C for 8 h, OM, (d) aged for 32 h, OM, (e) aged for 48 h, OM, and (f) aged for 67 h, OM

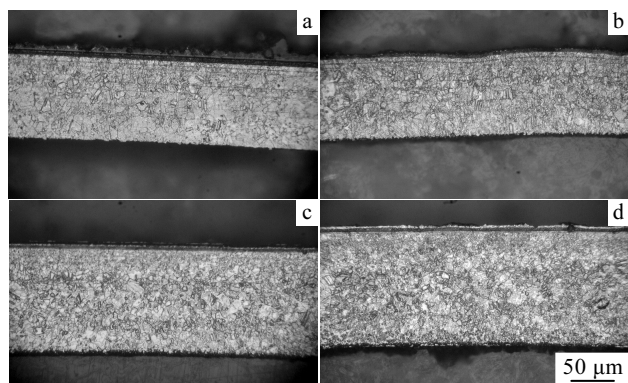


图 2 不同时效热处理时间试样截面金相照片

Fig.2 Optical metallographs of cross-section of samples aged for different time: (a) 8 h, (b) 32 h, (c) 48 h, and (d) 67 h

同, 试样在厚度上存在一定差别。

图 3a 为薄板试样 1020 °C 固溶 0.5 h, 760 °C 时效 48 h 的 TEM 照片。图中显示为热处理过程中生成的退火孪晶和少量的在晶界析出的碳化物, 从热处理试样表面金相照片中也可以看到大量的孪晶形貌晶粒。图 3b 中时效 67 h 试样 TEM 照片显示, 有大量的尺寸为纳米级细小球形碳化物颗粒在晶界处析出, 通过对碳化物衍射花样分析 (如图 3c), 析出碳化物成分为  $(\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$ , 晶体结构为面心立方 (FCC)。随时效时间的延长, 碳化物不断在晶界处析出, 阻碍了晶界的迁移, 从而使晶粒的长大速率降低, 对合金晶界迁移起到钉扎作用。

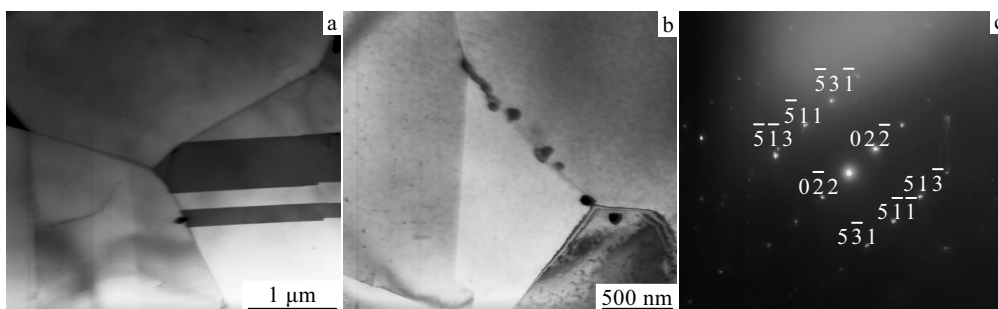


图 3 时效热处理试样 TEM 照片及碳化物衍射花样分析

Fig.3 TEM images of samples aged for 48 h(a), 67 h(b), and diffraction pattern of carbide(c)

## 2.2 力学性能

图 4a 为制备态与 760 °C 时效 48 h 热处理试样的温度与拉伸屈服强度关系曲线。从图中可以看出, 制备态及时效热处理态试样的拉伸屈服强度随温度升高而降低, 近似符合线性变化。制备态试样在拉伸温度大于 700 °C 后, 屈服强度随温度变化很小; 而时效热处理态试样拉伸屈服强度在 900 °C 前, 没有出现强度趋同。这主要是由于在高温拉伸时, 一方面因变形而产生加工硬化, 另一方面在高温下发生回复软化, 变形过程中加工硬化与回复软化达到动态平衡。加工硬化是位错滑移过程中发生增值, 遇到障碍而塞积引起的, 而被塞积的位错通过攀移与另一位错相互湮没是回复过程, 攀移是通过原子扩散来进行的, 高温时原子扩散速度明显加快。同时制备态晶粒细小, 没有第二项强化, 晶界数量多, 在低温拉伸, 晶界可以起到强化作用, 而在高温时, 晶界则增加滑移面, 使材料的高温强度降低。而时效热处理以后, 在相同温度下拉伸屈服强度比制备态薄板有了很大的提高, 尤其是高温强度。这主要是因为热处理后, 晶粒发生了明显长大, 减少了晶界数量, 同时在晶界处析出了许多细小的球形碳化物第二相, 对晶界起到了钉扎的作用, 阻碍了晶界运动, 从而明显提高了材料的高温拉伸性能。

薄板材料延伸率随温度升高而升高, 如图 4b。当温度大于 600 °C, 延伸率快速增加。在相同温度下, 制备态延伸率明显高于时效热处理后试样的延伸率。这主要是由于热处理试样晶粒发生长大和第二相碳化物在晶界的析出, 在提高了材料的拉伸强度的同时, 使材料的韧性有了一定的降低。但由于长大后的晶粒和第二相碳化物颗粒尺寸还都很细小, 所以热处理后材料的塑性变形能力下降不多。热处理材料在 600 °C 时延伸率较低, 这主要和时效热处理后镍基合金在 650 °C 左右存在动态脆化有关<sup>[9~11]</sup>。

## 2.3 断口形貌

1020 °C 固溶 0.5 h, 760 °C 时效 48 h 薄板试样, 在

不同温度下的拉伸断口形貌如图 5 所示。从图 5a 中可见, 时效热处理态试样合金常温拉伸断口为混合型断口, 穿晶与沿晶断裂同时存在。600 °C 拉伸断口, 如图 5b, 韧窝较小, 撕裂棱较低。随拉伸温度继续升高, 拉伸断口的韧窝明显加深, 撕裂棱增多。不同温度下薄板材料的延伸率都远高于 5%, 从断口形貌上看, 都属于韧性断裂。

## 2.4 讨论

采用 EB-PVD 方法制备的镍基合金薄板材料在经过 1020 °C 固溶 0.5 h, 水冷, 760 °C 时效 48 h, 空冷热处理后, 材料的高温力学性能有了明显提高, 延伸率有了一定的下降。薄板材料经过时效热处理后, 晶粒开始长大, 同时在晶界处有细小的碳化物 ( $\text{Cr,Fe})_{23}\text{C}_6$  颗粒析出。随时效时间增加, 晶粒长大的速率明显降低, 同时在晶界处析出的碳化物也没有明显的长大, 这说明碳化物的析出主要是受扩散控制的, 由于时效温度较低, 扩散速度很慢, 在晶界处析出的细小颗粒的碳化物阻碍了晶界的迁移, 从而使晶粒的长大速率降低, 对晶界的迁移起到了钉扎作用。

在高温拉伸过程中, 由于镍基薄板材料在时效热处理过程中, 内部的空位、位错等微缺陷被部分消除,

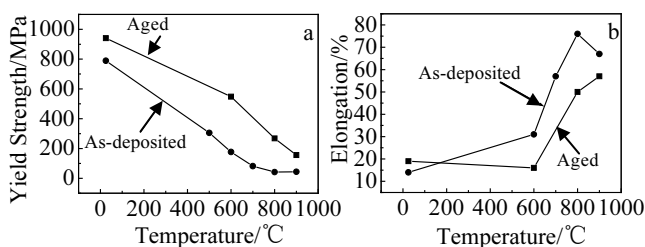


图 4 制备态与 760 °C 时效 48 h 试样的温度与屈服强度、延伸率关系曲线

Fig.4 Relation curves for the as-deposited sample and the aged sample at 760 °C for 48 h: (a) yield strength vs temperature and (b) elongation vs temperature

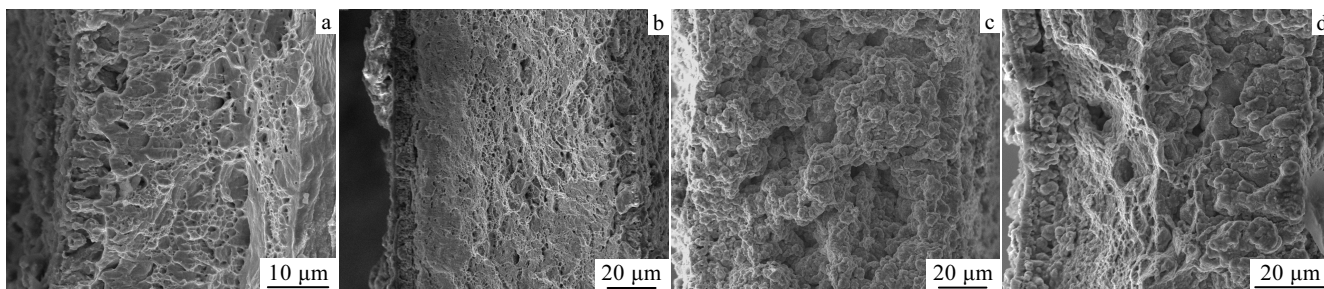


图 5 时效 48 h 试样不同温度拉伸断口形貌

Fig.5 SEM images of the fractured cross-section of samples aged for 48 h at different temperatures:

(a) room temperature, (b) 600 °C, (c) 800 °C, and (d) 900 °C

晶粒发生明显长大, 减少了晶界数量, 从而减小了晶界在高温拉伸时可滑移面积; 同时在晶界处析出了许多尺寸为纳米级细小的碳化物, 细小的球形碳化物对晶界运动起到钉扎的作用, 增加了晶界在滑移过程中的阻力, 使材料的高温拉伸性能有了明显的提高。同时热处理后, 晶粒虽然发生长大, 但依然为超细晶粒, 碳化物颗粒尺寸只有几十纳米, 所以对材料的整体塑性没有太大的影响。

### 3 结 论

1) 采用 EB-PVD 方法成功制备了大尺寸镍基合金薄板。制备态薄板晶粒细小, 大小晶粒相间分布, 表面致密, 无明显孔隙存在, 晶粒生长表面平滑。时效热处理试样晶粒发生长大, 随时间延长, 晶粒长大速率明显降低。在晶界处有细小的结构为 FCC 碳化物  $(\text{Cr, Fe})_{23}\text{C}_6$  析出, 随时效时间增长, 在晶界处析出的碳化物没有明显长大。

2) 760 °C 时效 48 h 热处理后, 薄板材料拉伸性能有显著提高, 延伸率有一定程度下降。晶粒长大, 减少了晶界数量, 使高温拉伸时晶界滑移面积减小, 同时在晶界处析出了许多细小的球形碳化物, 细小的碳化物作为第二相对晶界的滑移起到了钉扎的作用, 增加了晶界在滑移过程的阻力, 使材料的高温拉伸性能有了明显的提高。

3) 时效热处理后, 材料的韧性没有明显降低。在

不同温度下, 时效热处理试样拉伸断裂方式都是明显的韧性断裂。

### 参考文献 References

- [1] Christopher L Clay. *Journal of Aircraft*[J], 2004, 41(5): 978
- [2] Sami M et al. *High Performance RX2™ Ti 6242S Titanium for Re-useable Launch Vehicles Metallic Thermal Protection Systems*[C]. Long Beach, CA: AIAA, 2000: 5147
- [3] Kelly J Murphy et al. *Journal of Spacecraft and Rockets*[J], 2001, 38(5): 670
- [4] Kang Fuwei(康福伟) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(7): 1205
- [5] Zhang Xiaoming (张小明) et al. *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2007, 26(7): 12
- [6] Yoo Y S. *Scripta Materialia*[J], 2005, 53(3): 81
- [7] Han Hongshuo(韩鸿硕). *Aerospace Materials and Technology* (宇航材料工艺)[J], 1994, 24(6): 1
- [8] John T Dorsey et al. *Metallic Thermal Protection System Technology Development: Concepts, Requirements and Assessment Overview*[C]. Nevada: Reno, 2002: 1
- [9] Krupp U et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 387~389: 409
- [10] Krupp U et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 349: 213
- [11] Dymek S et al. *Scripta Mater*[J], 200, 43: 343

## Effect of Aging Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of EB-PVD Ni-Based Alloy Sheet

Song Guangping, Sun Yue, He Xiaodong, Zhao Yijie, Qu Wei

(Harbin Institute of Technology, Harbin 150080, China)

**Abstract:** Ni-based alloy sheet with the diameter of  $\Phi 1000$  mm and thickness of 0.10-0.13 mm was fabricated by electron beam physical vapor deposition (EB-PVD). Microstructure, precipitated carbide composition and tensile strength were studied for the samples before and after aging heat treatment by optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM) and transmission electron microscope (TEM). The results show that crystal grains grow up after aging heat treatment; the growth speed slows down evidently with aging time prolonging. Small carbide particles precipitate at the grain boundary during aging, which are  $(\text{Cr, Fe})_{23}\text{C}_6$  with fcc structure by diffraction pattern analysis. The high-temperature tensile strength of the aged sample increases obviously while the elongation decreases to some extent.

**Key words:** Ni-based alloy sheet; EB-PVD; aging heat treatment; microstructure; mechanical property

Biography: Song Guangping, Candidate for Ph.D., Center for Composite Materials, Harbin Institute of Technology, Harbin 150080, P. R. China, Tel: 0086-451-86402928, E-mail: gpsong555@hit.edu.cn