

FGH4097合金热处理过程中 γ' 相演变行为

王 强¹, 张 兵^{1,2}, 瞿宗宏³, 张曾雯¹, 赖运金³, 高 欢¹,
李少强³, 杨 奔¹, 王快社^{1,2}

(1. 西安建筑科技大学 冶金工程学院, 陕西 西安 710055)

(2. 西安建筑科技大学 功能材料加工国家与地方联合工程研究中心, 陕西 西安 710055)

(3. 西安欧中材料科技有限公司, 陕西 西安 710018)

摘 要: 对热等静压态 (hot isostatic pressure, HIP) FGH4097 合金进行热处理, 采用 SEM 和 TEM 等分析手段, 研究了合金中 γ' 相在固溶和冷却过程中的溶解和析出行为。结果表明: 固溶过程中, 位错辅助 Al、Ti 原子扩散, 促进 γ' 相分裂溶解, 其中次生 γ' 相从中心分裂成细小的 γ' 相优先溶解, 初生 γ' 相通过 γ/γ' 相界面向内分裂成尺寸较小的 γ' 相而后溶解; 基于 JMAK 方程, 建立了描述 γ' 相溶解的动力学方程, 线性拟合相关系数 $R=0.9933$, 平均相对误差 (average relative error, AARE) 值为 10.01%, 可预测 γ' 相在 850~1200 °C 范围内的面积分数; 冷却过程中, 在位错作用下, 初生 γ' 相优先在晶界析出, 沿着垂直于晶界方向不规则生长, 导致弯曲晶界生成; 次生 γ' 相在晶内析出。随着中间温度 (middle temperature, MT) 从 1200 °C 降低至 850 °C, 晶内析出的 γ' 相尺寸从 76 nm 增加到 521 nm, 合金显微硬度从 471.45 HV 减小到 394.18 HV, 表明合金的显微硬度随 γ' 相尺寸的增大而减小。

关键词: FGH4097 合金; γ' 相; 溶解和析出行为; JMAK 方程; 弯曲晶界

中图分类号: TG146.1*5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2025)09-2290-11

1 引言

FGH4097 合金是由无序面心立方结构 γ 相基体和 L12 有序结构 γ' 相($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$)等组成, 在 650 °C 以下具有稳定强度、塑性和疲劳强度等优异力学性能, 被广泛应用于航空发动机涡轮盘、叶片等热端部件^[1-3]。热处理可以显著改变合金的显微组织, 特别是合金中主要强化相 γ' 相的形态、分布、尺寸及含量, 从而对合金的力学性能产生重要影响^[4-7]。因此, 研究 FGH4097 合金在热处理过程(包括固溶和冷却)中 γ' 相的演变行为(即溶解和析出行为)对获得具有优异显微组织和力学性能的合金具有重要意义。

迄今, 国内外学者针对镍基高温合金中强化相 γ' 相的溶解行为进行了许多研究^[8]。Masoumi^[9]等人研究发现, 锻态 AD730TM 合金在 1080~1120 °C/1.5~60 min 的热处理过程中, 不同尺寸 γ' 相(1.4、0.5、0.2 μm)的溶解速率(1.46×10^{-3} 、 4.11×10^{-3} 、 5.02×10^{-3} $\mu\text{m/s}$)是不同的, 其中尺寸较大(1.4、0.5 μm)的 γ' 相分裂成 2 个或多个小尺寸的 γ' 相, 并从中心开始溶解, 这是 γ' 相的主要溶解机制之一。Wang^[10]等人通过对铸态 IN100 和 DS Rene 2 种镍基

高温合金进行热处理, 研究了 γ' 相的溶解行为, 发现在 1200 °C/15 min 下, IN100 合金内 γ' 相从中心优先分裂成较小的碎片, 然后溶解到基体中, 而 DS Rene 合金内 γ' 相从四周开始向中心溶解。Huang^[11]等人通过 Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) 方程描述了 HIP 态 FGH98 合金在 1109~1172 °C/0~120 s 下 γ' 相的溶解动力学模型。结果发现, 随着保温时间从 0 s 增加至 120 s 时, γ' 相的溶解活化能从 84.59 kJ/mol 增加到 256.09 kJ/mol。同时, 针对合金在冷却过程中 γ' 相的析出行为也有众多研究。周宣^[12]等人通过 Gleeble-3800 热模拟机对 HIP 态 FGH4097 合金进行固溶处理(1200 °C/5 min), 随后以不同的冷却速度(15~240 °C/min)冷却至 700 °C。研究了不同冷却速度对 γ' 相的析出行为和性能的影响, 结果表明, 随着冷却速度的降低, γ' 相的尺寸逐渐减小, 合金的强度先升高后降低, 在 120 °C/min 时, 室温和高温的抗拉强度达到最大值, 分别为 1400.9 和 1283.0 MPa。Haack^[13]等人对 HIP 态 Haynes230 合金经过 1280 °C 固溶 2 h 后, 采用缓慢冷却(冷却速率为 3 °C/min), 研究了晶界的演变。结果发现缓慢冷却可以获得弯曲晶界, 但这会导致粗大的 γ' 相析出, 致使合金强度下降。尽管部分学者已经报道

收稿日期: 2024-09-05

基金项目: 陕西省重点研发计划(2022-LL-JBGS-00X); 陕西省秦创原“科学家+工程师”队伍建设项目(2023KXJ-012)

作者简介: 王 强, 男, 1998 年生, 硕士, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, E-mail: w18844216863@xauat.edu.cn

了 γ' 相对FGH4097合金性能和显微组织的影响,然而关于合金在固溶处理过程中 γ' 相的溶解与冷却过程中的析出行为研究相对较少,特别是 γ' 相的演变对于晶界的影响少有人报道。因此,有必要对合金在热处理过程中 γ' 相的溶解与析出行为进行系统性的研究。

本研究以HIP态FGH4097合金为对象,研究了合金在固溶过程中 γ' 相的溶解行为,并利用JMAK方程建立了可预测 γ' 相溶解的动力学模型;同时,探讨了冷却过程中 γ' 相的析出行为及组织演变,为合金的实际生产提供数据支撑。

2 实验

本实验所用材料是HIP态FGH4097,尺寸为 $\phi 300\text{ mm}\times 25\text{ mm(T)}$,其化学成分如表1所示。通过线切割沿圆饼厚度方向切取 $5\text{ mm(T)}\times 10\text{ mm(W)}\times 10\text{ mm(L)}$ 的样品。

采用管式热处理炉(NBD-CMT1200-80IT)进行热处理试验。

固溶处理:将样品在 $850\sim 1200\text{ }^{\circ}\text{C}/5\sim 600\text{ min}$ (氩气保护)条件下进行固溶处理,水淬至室温。具体实验工艺如图1a所示。

冷却过程:将样品在 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}/4\text{ h}$ (氩气保护)条件下进行固溶处理,然后以 $10\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ 的冷却速率冷却至中间温度(MT) $850\sim 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$,随后空冷至室温。具体实验工艺如图1b所示。

将热处理后的样品粗磨和机械抛光后进行化学腐蚀,腐蚀液为 $20\text{ g CuSO}_4+100\text{ mL H}_2\text{O}+50\text{ mL HCl}$,通过场发射扫描电子显微镜(Zeiss Gemini SEM300)对腐蚀后FGH4097合金内 γ' 相的形貌及分布进行观察分析,利用透射电子显微镜(TEM)分析讨论了 γ' 相的溶解和析出

行为。使用Image-Pro Plus软件对 γ' 相的尺寸和面积分数进行定量统计。使用硬度机(DHV-1000Z)对样品进行显微硬度测量,载荷为 1 kg ,保压时间为 10 s 。

3 结果与讨论

3.1 HIP态FGH4097合金微观组织

图2为HIP态FGH4097合金中 γ' 相的形貌。从图2中可以看出,合金的初始组织由 γ 相基体、条状初生 γ' 相和蝶状次生 γ' 相组成。 γ 相基体由Ni和其他固溶元素如Cr、Al、Ti和Mo组成; γ' 相主要由合金元素Ni、Al和Ti组成^[14-15],其中条状初生 γ' 相呈链状分布在晶界处,平均尺寸为 $3.24\text{ }\mu\text{m}$;蝶状次生 γ' 相在晶内析出,平均尺寸为 $0.87\text{ }\mu\text{m}$ 。条状初生 γ' 相和蝶状次生 γ' 相总面积分数为 57.97% 。

3.2 固溶过程中 γ' 相演变

3.2.1 γ' 相溶解行为

图3为HIP态FGH4097合金在 $1000\sim 1200\text{ }^{\circ}\text{C}/5\sim 240\text{ min}$ 下 γ' 相的形貌。如图3a所示,在 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}/5\text{ min}$ 时,合金内初生和次生 γ' 相形貌未发生明显变化,仍然为条状和蝶状,但平均尺寸相较于HIP态略有减小,分别为 2.87 和 $0.73\text{ }\mu\text{m}$ 。随着时间的延长,条状初生和蝶状次生 γ' 相的尺寸没有明显变化(图3a₁~3a₄)。在 $1100\text{ }^{\circ}\text{C}/5\text{ min}$ 时,条状初生 γ' 相平均尺寸相较于HIP态未发生明显变化,蝶状次生 γ' 相平均尺寸略有减少,为 $0.71\text{ }\mu\text{m}$,且部分蝶状次生 γ' 相从中心溶解成球形次生 γ' 相,平均尺寸约为 $0.41\text{ }\mu\text{m}$ (图3b);随着时间的延长,球形次生 γ' 相数量随着蝶状次生 γ' 相的分裂而增多(图3b₁~3b₄)。在 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}/5\text{ min}$ 时(图3c),条状初生、蝶状和球形次生 γ' 相都发生溶解,平均尺寸减小。随着时间的增加, γ' 相逐渐溶解(图3c₁~3c₂);当保温时间大于 120 min 时,蝶状和球

表1 FGH4097合金化学成分

Table 1 Chemical composition of FGH4097 alloy (wt%)

C	Cr	W	Co	Mo	Al	Ti	Nb	Hf	B	Zr	Ce	Mg	Fe	Mn	Si	P	S	O	Ni
0.04	9.48	4.8	15.59	4.02	4.87	1.66	2.17	0.24	0.08	0.02	0.020	0.03	0.011	0.22	0.01	0.01	0.01	0.04	56.68

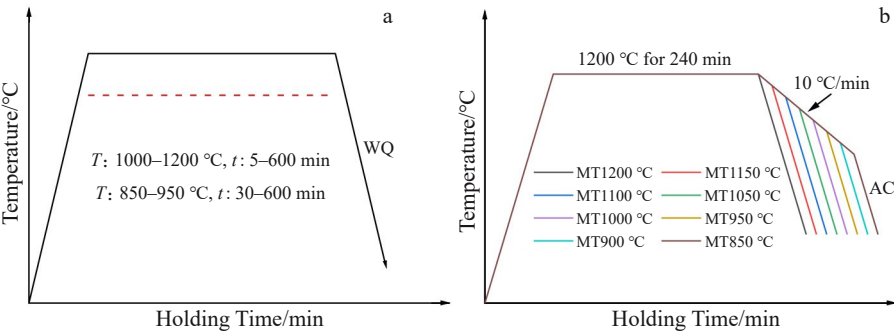
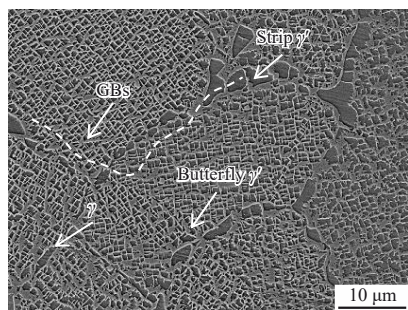


图1 实验中的热处理工艺

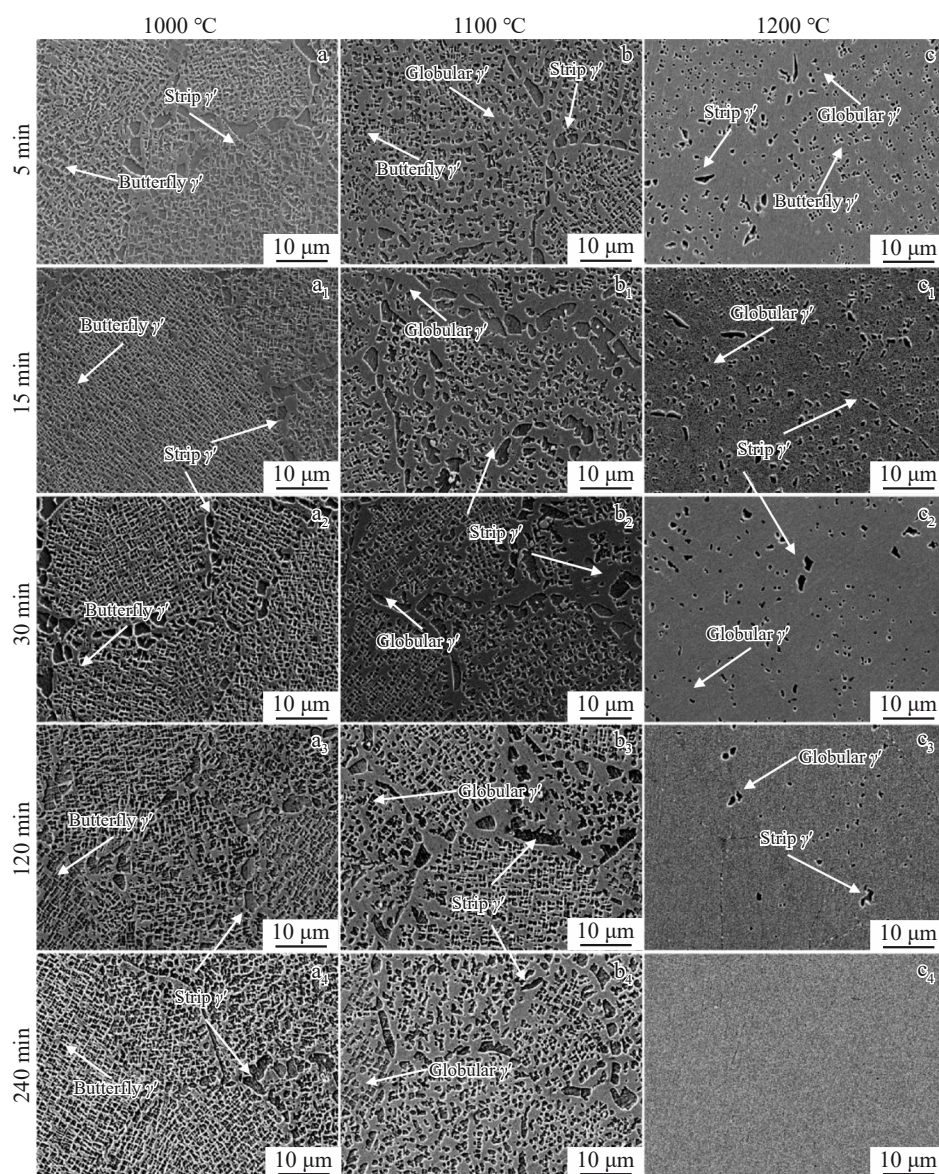
Fig.1 Heat treatment process in experiments: (a) solid solution treatment and (b) intermittent cooling

图2 HIP 态 FGH4097 合金中 γ' 相的形貌Fig.2 Morphology of γ' phase in HIP FGH4097 alloy

形次生 γ' 相几乎全部溶解, 仅剩少量未溶解的条状初生 γ' 相(图 3c₃~3c₄)。综上所述, 不同形貌 γ' 相的溶解速率和机制是不同的, 尺寸越大, 溶解速率越慢。定量化分析结

果表明, 在 1000 °C 下, 随保温时间延长, γ' 相面积分数缓慢减小, 从 54.92% (5 min) 减小至 47.16% (240 min)。在保温时间为 5 min 时, 随温度升高, γ' 相面积分数迅速减小, 从 54.92% (1000 °C) 减小至 3.56% (1200 °C)。由此可知, 在 γ' 相的溶解过程中, 温度起着主导作用^[16]。

图 4 为固溶处理过程中 γ' 相的溶解曲线。由图 4 可看出, 曲线变化趋势相同。当温度相同时, 在加热初期, γ' 相面积分数迅速减小, 然后趋于稳定。这是因为 γ' 相的溶解主要受 Al、Ti 原子的扩散控制, 溶解活化能与形成 γ' 相元素的浓度梯度有关。在溶解初期, γ' 相与 γ 基体间原子的浓度梯度较高, Al、Ti 原子扩散所需的活化能较低, γ' 相溶解速率快。随着保温时间的延长, γ' 相与 γ 基体间 Al、Ti 原子的浓度梯度逐渐减小, 扩散所需的活化能逐渐增加, 导致溶解速率降低^[17-18]。在 850~950 °C 时, 保温时

图3 HIP 态 FGH4097 合金在不同加热温度、不同保温时间下 γ' 相的形貌Fig.3 Morphology of γ' phase of HIP FGH4097 alloy under different heating temperatures and holding time

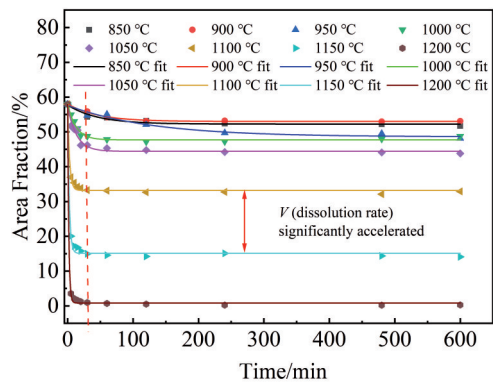


图 4 γ' 相在固溶处理过程中的溶解曲线
Fig.4 Dissolution profiles of γ' phase during solid solution treatment

间延长到 240 min 进入稳定阶段。在 1000~1050 °C 时,达到稳定阶段所需要的时间显著减小,为 60 min。当升温至 1200 °C 时,仅需 20 min,就进入了稳定阶段。这一现象表明,随着温度的升高,进入稳定阶段的时间不断减少。

JMAK 方程可以预测 γ' 相在给定温度下的溶解过程^[19],表达式为式(1):

$$F_A = f_0 + f_1 \exp\left(-\frac{t}{t_1}\right) \tag{1}$$

式中, F_A 为不同温度时间下 γ' 相的面积分数; f_0 为热力学平衡状态下 γ' 相的面积分数; f_1 为温度常数; t 为保温时间; t_1 为溶解常数。

基于图 4 中 γ' 相的溶解曲线,将式(1)代入,得到了不同加热温度下 f_0 、 f_1 和 t_1 的值,对应 f_0 、 f_1 和 t_1 的值如表 2 所示。随着温度的增加, f_0 和 t_1 逐渐减小,而 f_1 逐渐增大。

本研究采用基于 JMAK 方程来表述 γ' 相的溶解行为,构建以温度为自变量 HIP 态 FGH4097 合金内 γ' 相的溶解动力学方程如式(2)~式(4):

$$f_0 = 3.1065 \times 10^4 - 9.5930 \times 10T + 1.1055 \times 10^{-1}T^2 - 5.6191 \times 10^{-5}T^3 + 1.0613 \times 10^{-8}T^4 \tag{2}$$

$$f_1 = -3.4574 \times 10^4 + 1.0697 \times 10^2T - 1.2333 \times 10^{-1}T^2 + 6.2736 \times 10^{-5}T^3 - 1.1866 \times 10^{-8}T^4 \tag{3}$$

表 2 f_0 、 f_1 和 t_1 随温度变化的数值
Table 2 Values of f_0 , f_1 and t_1 as a function of temperature

$T/^\circ\text{C}$	$f_0/\%$	f_1	t_1
850	52.26	5.48	45.46
900	53.02	5.03	45.15
950	48.60	9.04	38.73
1000	47.72	10.15	13.62
1050	44.44	12.84	12.66
1100	33.20	24.71	2.89
1150	15.11	42.83	2.41
1200	0.84	57.12	1.66

$t_1 = -8.1027 \times 10^4 + 2.4781 \times 10^2T - 2.8224 \times 10^{-1}T^2 + 1.4237 \times 10^{-5}T^3 - 2.6785 \times 10^{-8}T^4 \tag{4}$

γ' 相面积分数实验值与理论计算值拟合曲线如图 5 所示,拟合结果优异,线性拟合相关系数 $R=0.9933$,平均相对误差 (average relative error, AARE) 值为 10.01%,构建的溶解动力学模型,可较好预测 γ' 相的面积分数。

结合图 4 和式(2)~式(4)所构建的溶解动力学模型,发现随温度从 1100 °C 升高至 1200 °C, γ' 相的溶解速率明显加快。据此本研究将深入分析不同温度保温 30 min 对 γ' 相溶解行为的影响。

图 6 为 HIP 态 FGH4097 合金在 850~1200 °C/30 min 下 γ' 相的形貌。如图 6a~6c 所示,在 850~950 °C 时,与 HIP 态(图 2)相比, γ' 相的平均尺寸并未发生明显变化,条状初生和蝶状次生 γ' 相的尺寸分别为 3.11 和 0.82 μm ; γ' 相面积分数变化不大,在 54%~56% 之间。由图 6d~6h 可看出,在 1000~1200 °C 时,随温度的升高,次生 γ' 相的尺寸明显减小,从 0.72 μm 减小到 0.43 μm ;其中,当温度从 1000 °C 升高至 1100 °C 时,初生 γ' 相平均尺寸变化不大,约为 2.61 μm 。在 1100~1200 °C 时,初生 γ' 相平均尺寸显著减小至 0.92 μm ;随着温度的升高, γ' 相面积分数从 1000 °C 的 48.75% 减小至 1200 °C 的 0.91%。由此可知,1000 °C 为 γ' 相溶解温度,在 1000 °C 以下时, γ' 相没有发生溶解现象,面积分数未发生明显变化。在 1000 °C 以上时, γ' 相的 Al、Ti 原子开始逐渐扩散至 γ 基体,随温度升高,面积分数迅速减小^[20]。在 1000 °C, γ' 相主要由次生 γ' 相溶解为主导,而在 1150 °C 时, γ' 相由初生和次生 γ' 相的溶解为主导,所以从 1100 °C 升温至 1200 °C 时, γ' 相的溶解速率明显加快。

图 7 为 HIP 态 FGH4097 合金在 1050 和 1150 °C 下,不同保温时间内 γ' 相的形貌和面积分数与尺寸随温度的变化曲线图。如图 7a、7b 所示,在 1050 °C 下,保温时间为 5~60 min 时,次生 γ' 相的平均尺寸(0.62 μm)和 γ' 相总面积分数(51.72%)逐渐减小至 0.52 μm 和 45.33%,初生 γ'

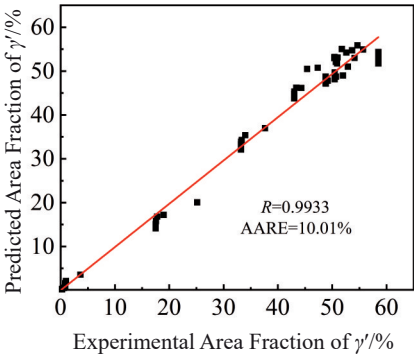


图 5 γ' 相面积分数实验值与理论计算值的拟合曲线
Fig.5 Fitting curve of experimental values to predicted values of γ' phase area fraction

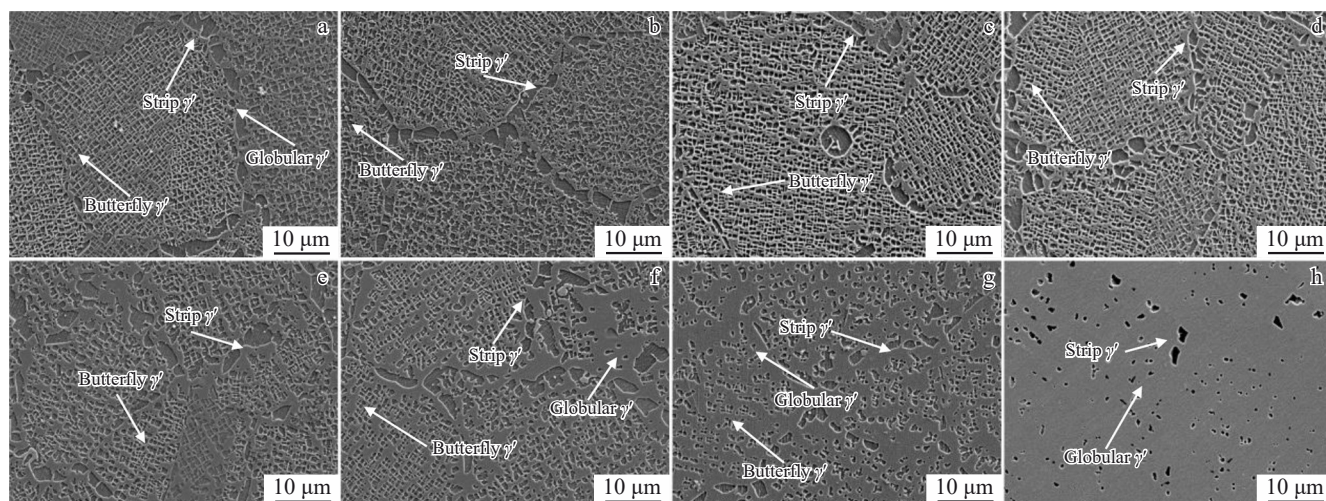


图6 HIP态FGH4097合金在不同加热温度下保温30 min后 γ' 相的形貌

Fig.6 Morphologies of γ' phase of HIP FG4097 alloy held at different heating temperatures for 30 min: (a) 850 °C, (b) 900 °C, (c) 950 °C, (d) 1000 °C, (e) 1050 °C, (f) 1100 °C, (g) 1150 °C, and (h) 1200 °C

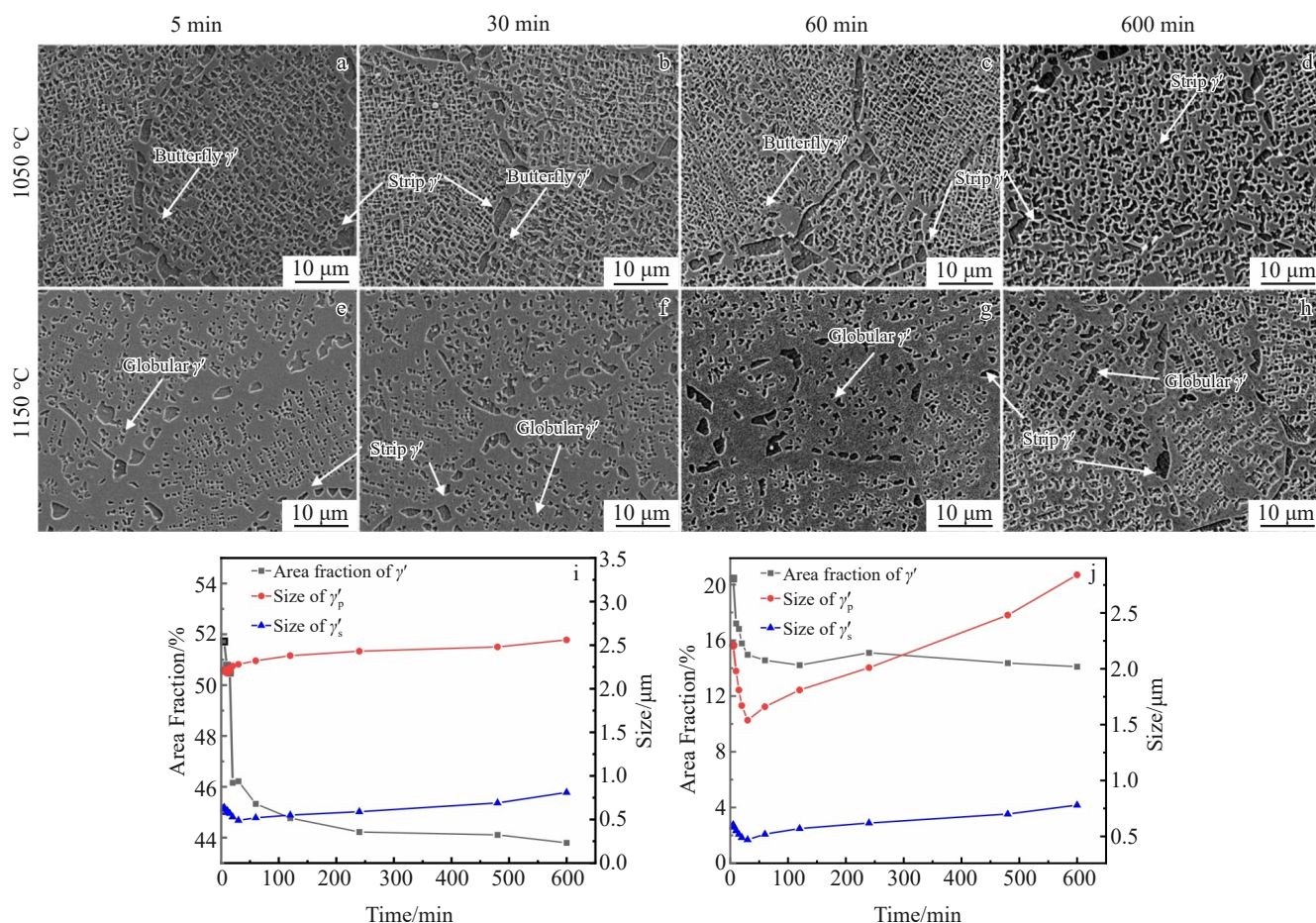


图7 HIP态FGH4097合金在1050和1150 °C下不同保温时间的 γ' 相的形貌和面积分数、尺寸随时间变化的曲线

Fig.7 Morphologies of γ' phase in HIP FG4097 alloy at 1050 and 1150 °C with different holding time (a-h); variations of area fraction and size of γ' phase with time at 1050 °C (i) and 1150 °C (j)

相的平均尺寸(2.21 μm)逐渐增加至2.32 μm 。随着保温时间延长,在1050 °C下保温60~600 min时, γ' 相的面积

分数变化不大(46%左右),次生 γ' 相的平均尺寸逐渐增加至0.81 μm ,而初生 γ' 相依然呈增长趋势(图7c、7d)。

在 1150 °C 下,保温时间为 5~30 min 时,初生和次生 γ' 相的平均尺寸分别从 1.98 和 0.54 μm 减小至 1.54 和 0.47 μm 。 γ' 相面积分数从 17.21% 减小至 14.97%(图 7e、7f)。由图 7g、7h 可看出,在 1150 °C 下保温时间延长至 30~600 min 时, γ' 相面积分数变化不大。在 14% 左右,初生和次生 γ' 相的平均尺寸逐渐增加至 2.64 和 0.79 μm (以上具体数值变化如图 7i、7j 所示)。由图 4 可知,60 和 30 min 分别是 1050 和 1150 °C 下, γ' 相的溶解进入稳定阶段的时间。综上所述,在进入稳定阶段以前,随着保温时间的延长, γ' 相的平均尺寸减小。在进入稳定阶段后,随着保温时间的延长, γ' 相的平均尺寸增长。这是因为,在保温初期,Al、Ti 原子并未在 γ 基体中饱和,此时主要发生 γ' 相的溶解,导致 γ' 相的平均尺寸减小。当合金逐渐进入稳定阶段后,饱和固溶体已经形成。随着保温时间的继续延长,合金内的 Al、Ti 原子通过扩散重新分布,当这些 Al、Ti 原子在 γ' 相上偏聚时就会导致其粗化^[21]。而在 1050 °C 时,溶解主要由次生 γ' 相的 Al、Ti 原子扩散控制,而这些 Al、Ti 原子会在初生 γ' 相偏聚,因此,在稳定阶段以前,初生 γ' 相的平均尺寸也会随着保温时间的增加而逐渐粗化。

3.2.2 γ' 相溶解机制

图 8 为 HIP 态 FGH4097 合金在不同条件热处理后 γ' 相的 TEM 照片和溶解机制图。如图 8a、8a₁ 所示,在 1100 °C/30 min 下,可以观察到晶界处的条状初生 γ' 相,尺寸为 2.91 μm ;晶内的蝶状次生 γ' 相,尺寸为 1.63 μm ,大量位错在 γ' 相附近和分裂点上产生和堆积。随着温度升高,在 1200 °C×30 min 时,可观察到晶界处条状初生 γ' 相分裂成尺寸较小的条状,尺寸为 1.71 μm ;晶内次生 γ' 相由蝶状分裂成球形,尺寸为 0.81 μm , γ' 相附近的位错密度减小(图 8b、8b₁)。这是因为随着加热温度的升高, γ' 相的弹性应变能较高,形态不稳定,使得位错在 γ' 相的分裂点上堆积,而堆积后的高密度位错为 Al、Ti 原子快速扩散提供通道,导致位错区的 γ' 相溶解加速,最终分裂成尺寸较小的 γ' 相以减小系统的总能量^[22-23]。不同的是条状 γ' 相通过 γ/γ' 相界面向内分裂成小尺寸的 γ' 相,而蝶状次生 γ' 相从中心分裂成球形次生 γ' 相。随着保温时间的增加,在 1200 °C/240 min 时,在位错的作用下,初生和次生 γ' 相通过 γ/γ' 相界面处 Al、Ti 原子的扩散几乎完全溶解,在晶界处剩余少量位错,三次 γ' 相在基体中呈连续分布(图 8c、8c₁)。由此可知,随着温度的升高和保温时间

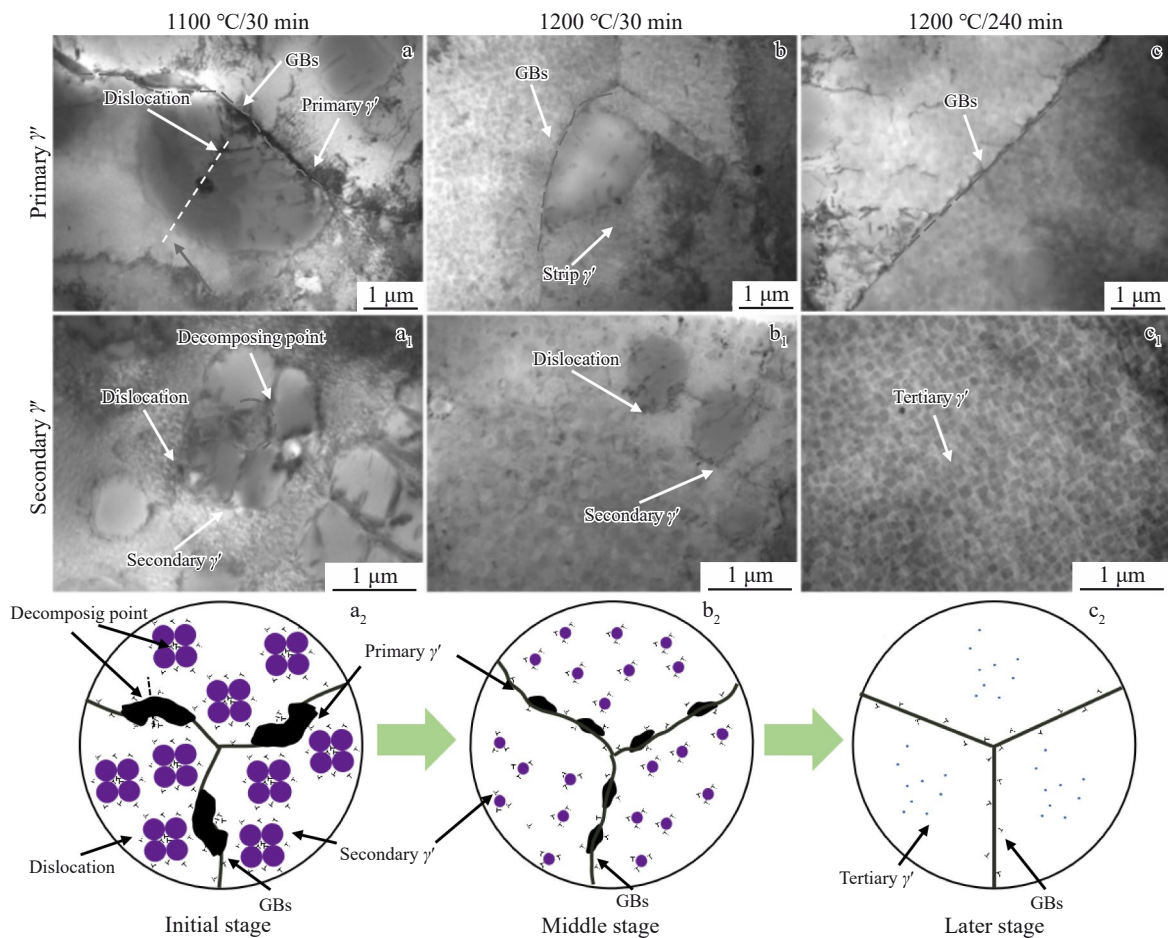


图 8 HIP 态 FGH4097 合金在不同固溶处理后的 γ' 相形貌的 TEM 照片和溶解机制图

Fig.8 TEM images and dissolution mechanism diagrams of HIP FGH4097 alloy after different solid solution treatments

的延长,位错辅助Al、Ti原子扩散促进了 γ' 相的分裂和溶解。同时,随着初生 γ' 相的溶解,晶界从弯曲状逐渐变为平直状(图8a~8c),这表明晶界演变与初生 γ' 相的溶解有关。

3.3 在冷却过程中 γ' 相演变行为

3.3.1 γ' 相析出行为

图9为HIP态FGH4097合金经1200 °C/240 min固溶处理后,冷却(10 °C/min)至不同MT下晶界处 γ' 相的形貌。如图9a所示,在MT 1200 °C时, γ' 相完全溶解,晶界呈平直状。在MT 1150 °C时,少量(0.04%)初生 γ' 相呈球形在晶界处析出,平均尺寸约为0.21 μm ,晶界仍为平直状(图9b)。在MT 1100 °C时,初生 γ' 相由球形转变为长条状,其面积分数和平均尺寸增加,分别为0.74%和1.08 μm ,晶界变为弯曲状(图9c)。随着MT从1050 °C降到850 °C时,初生 γ' 相的形貌仍然为长条状,其面积分数从1.22%增加到5.59%,平均尺寸从1.26 μm 增加到2.36 μm (图9d~9h)。由此可知,随着MT降低,初生 γ' 相的面积

分数和平均尺寸逐渐增加,且在MT 850~1050 °C时,晶界依然呈弯曲状。这种现象是由于初生 γ' 相的不稳定生长所引发的。在MT 1200 °C时,晶界处位错密度较低,晶界呈平直状(图10a)。随着温度降低,Al、Ti原子通过位错提供的通道快速扩散,优先在晶界处偏聚且形成初生 γ' 相晶核,并沿垂直于晶界的方向不规则生长,挤压晶界,导致晶界弯曲(图10b)。合金的弯曲晶界形成机制图(如图10c所示)。对弯曲晶界连续峰之间的平均波长(λ)和晶界的平均振幅(A)进行统计,从表3可以看出,随着初生 γ' 相的长大, λ 从18.59 μm (MT 1100 °C)减小至6.81 μm (MT 850 °C), A 从1.61 μm 增加至2.79 μm 。

图11为合金经1200 °C/240 min固溶处理后,冷却(10 °C/min)至不同MT下晶内 γ' 相的形貌。如图11a所示,在MT1200 °C时,纳米级球形三次 γ' 相在基体中连续分布,其面积分数约为56.21%。随着MT降低到1150 °C时,少量次生 γ' 相(约0.06%)呈球状析出,三次 γ' 相变粗,其面积分数约为54.12%(图11b)。随着MT降低到

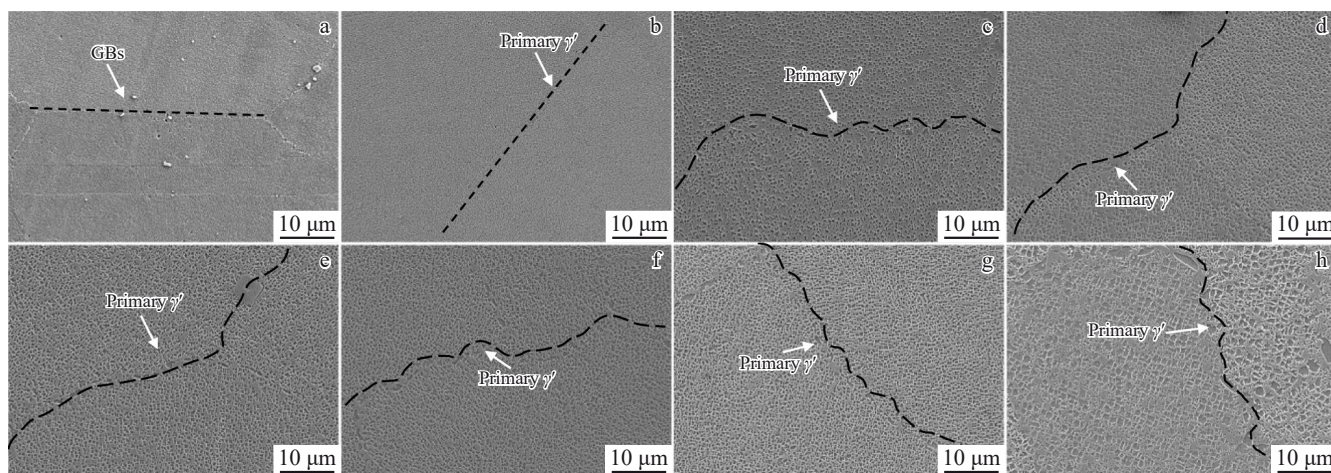


图9 HIP态FGH4097合金在不同中间温度下晶界处 γ' 相的形貌

Fig.9 Morphologies of γ' phase at grain boundaries of HIP FGH4097 alloy at different intermediate temperatures: (a) 1200 °C, (b) 1150 °C, (c) 1100 °C, (d) 1050 °C, (e) 1000 °C, (f) 950 °C, (g) 900 °C, and (h) 850 °C

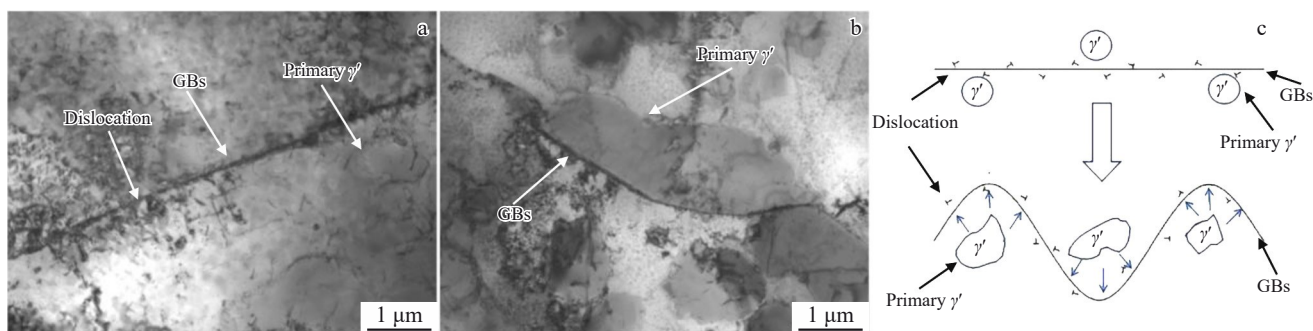


图10 HIP态FGH4097合金的弯曲晶界TEM图和形成机制图

Fig.10 TEM image (a-b) and formation mechanism diagram (c) of bent grain boundaries of HIP FGH4097 alloy at the intermediate temperature of 1200 °C (a) and 1100 °C (b)

表3 不同MT下弯曲晶界的平均波长和平均振幅
Table 3 Average wavelengths and average amplitudes of bent grain boundaries at different intermediate temperatures

Intermediate temperature/°C	Average wavelength/ μm	Average amplitude/ μm
1100	18.59	1.61
1050	16.56	1.72
1000	10.34	1.86
950	9.21	2.19
900	6.07	1.68
850	6.81	2.79

1100 ℃ 时,次生 γ' 相呈蝶状生长,面积分数为27.92%;在相邻次生 γ' 相之间仍存在连续分布的三次 γ' 相,此时三次 γ' 相开始细化,面积分数为28.11%(图11c)。随着温度的进一步降低,在MT 1050 ℃时,蝶状次生 γ' 相开始粗化,面积分数增加,约为35.26%,而球状三次 γ' 相消失(图11d),表明细小的三次 γ' 相随着次生 γ' 相的粗化而溶解。随着MT由1050 ℃降低至850 ℃,次生 γ' 相不断粗化,其面积分数从34.26%增加到51.47%(图11e~11h)。综上所述,随着温度的降低,三次 γ' 相的面积分数逐渐减小至消失,而次生 γ' 相的面积分数和尺寸逐渐增加。

图12为不同MT下晶内 γ' 相的频率尺寸直方图。在MT 1200 ℃时,三次 γ' 相粒径呈单峰分布,主要集中在60~80 nm之间,此时平均粒径为76 nm(图12a)。在MT 1150 ℃时,由于三次 γ' 相粗化,导致尺寸分布变宽,平均粒径为121 nm(图12b)。在MT 1100 ℃时,三次 γ' 相和次生 γ' 相同时在基体上析出, γ' 相的平均粒径为259 nm

(图12c)。当MT降至850 ℃时,三次 γ' 相溶解和次生 γ' 相生长, γ' 相平均粒径增长到521 nm(图12d~12h)。

图13为MT 1100 ℃下 γ' 相形貌的TEM照片。如图13a所示,大小相近的球形次生 γ' 相局部聚集,与蝶状次生 γ' 相相似。这意味着蝶状次生 γ' 相由大小相当的球形次生 γ' 相的不规则团簇产生的。球形次生 γ' 相组合粗化的驱动力是系统总界面能的降低。相邻的几种 γ' 相整合生长,得到蝶状 γ' 相(图13b)。

图14显示了合金在冷却过程中 γ' 相的长大机制(Ostwald熟化机制)。其中白色部分为 γ 基体,蓝色圆为小尺寸 γ' 相,紫色圆为大尺寸 γ' 相,蓝色箭头方向为Al、Ti原子的流动方向。三次 γ' 相随着蝶状和球形次生 γ' 相的生长而溶解,这是因为在合金冷却过程中,小尺寸 γ' 相的Al、Ti原子优先扩散到基体中,再通过基体扩散至大尺寸 γ' 相中。这个过程会使得小颗粒溶解,大颗粒逐渐粗化,最终导致合金内 γ' 相的平均尺寸增加^[24-26](图14a)。而 γ' 相的粗化会导致 γ' 相弹性应变能的增大,为了减小 γ' 相之间的弹性应变能,相邻 γ' 相发生不规则团簇生成蝶状次生 γ' 相(图14b)。

3.3.2 γ' 相对合金显微硬度影响

图15为HIP态合金在不同MT下显微硬度变化。从图15中可以看出,随着MT的降低,合金显微硬度从471.45 HV减小至394.18 HV。这与图12中 γ' 相尺寸的变化规律相反,表明合金的显微硬度随着 γ' 相尺寸的增加而减小。 γ' 相沉淀镍基高温合金可以通过Orowan机制产生强化效果^[8,27](第二相阻碍运动中的位错继续运动的一种强化机制,即位错遇到析出相时产生绕过行为,从而增加合金强化效果)。在这种机制下,强度随着析出相数量的增加而增加。在相同单位面积内,随着 γ' 相尺寸增加,导致 γ' 相数量减小,因此合金的硬度减小。

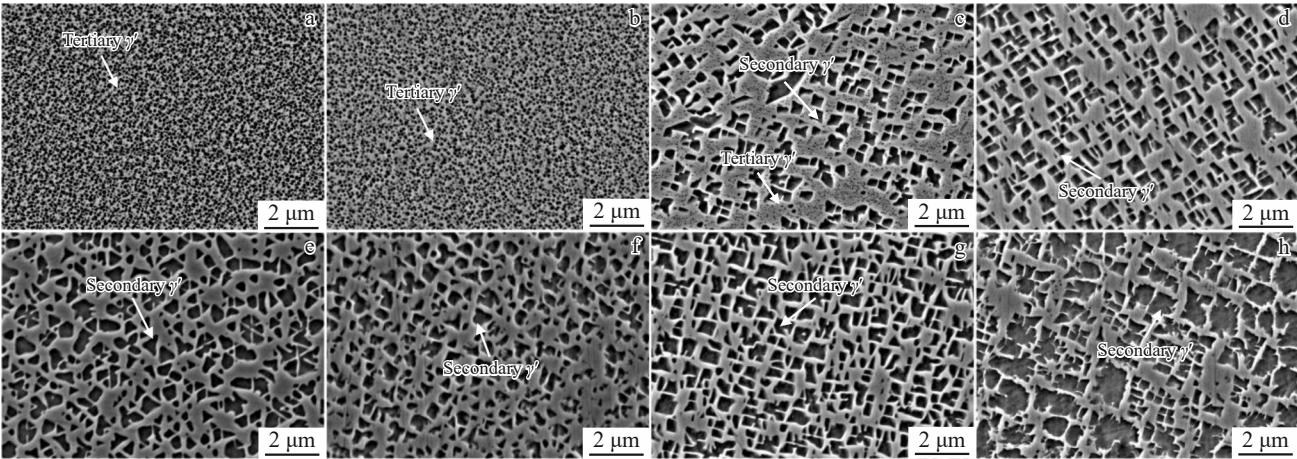


图11 HIP态FGH4097合金在不同MT下晶内 γ' 相的形貌
Fig.11 Morphologies of intragranular γ' phase of HIP FGH4097 alloy at different intermediate temperatures: (a) 1200 ℃, (b) 1150 ℃, (c) 1100 ℃, (d) 1050 ℃, (e) 1000 ℃, (f) 950 ℃, (g) 900 ℃, and (h) 850 ℃

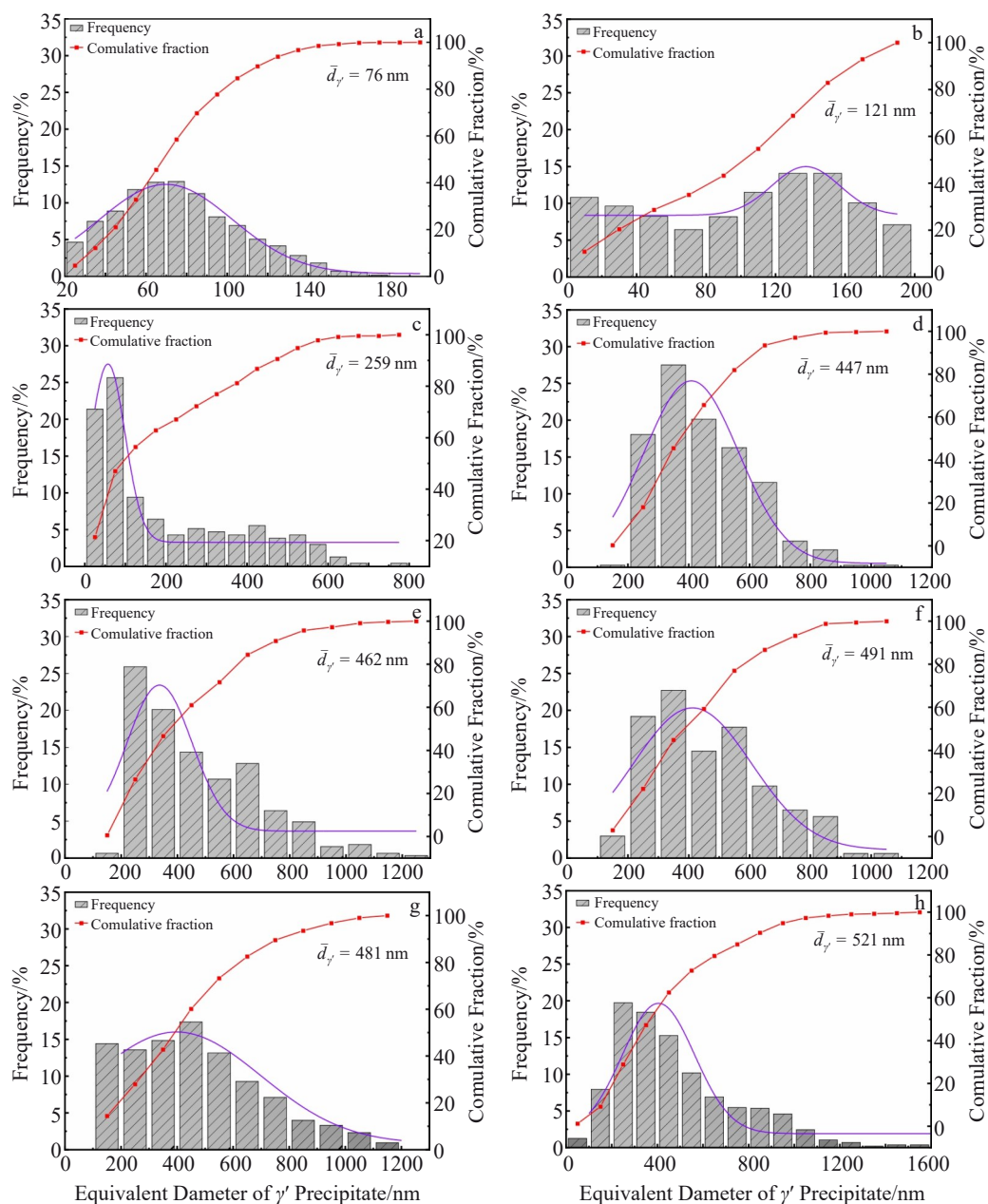


图12 HIP 态 FGH4097 合金在不同中间温度下晶内 γ' 相尺寸分布直方图

Fig.12 Size distribution histograms of intragranular γ' phase of HIP FGH4097 alloy at different intermediate temperatures: (a) 1200 °C, (b) 1150 °C, (c) 1100 °C, (d) 1050 °C, (e) 1000 °C, (f) 950 °C, (g) 900 °C, and (h) 850 °C

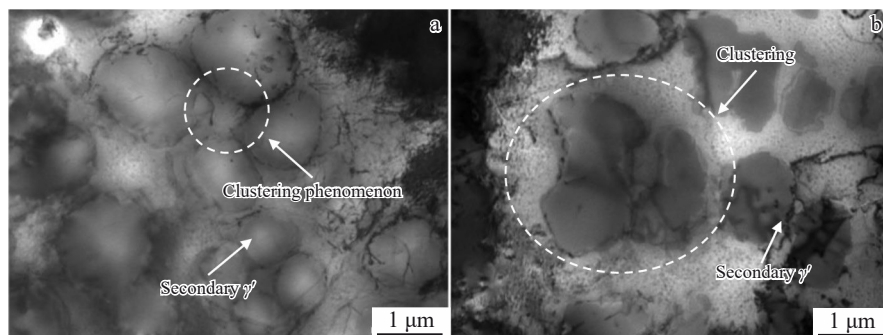


图13 HIP 态 FGH4097 合金在中间温度 1100 °C 下 γ' 相 TEM 形貌

Fig.13 TEM images of γ' phase of HIP FGH4097 alloy at the intermediate temperature of 1100 °C

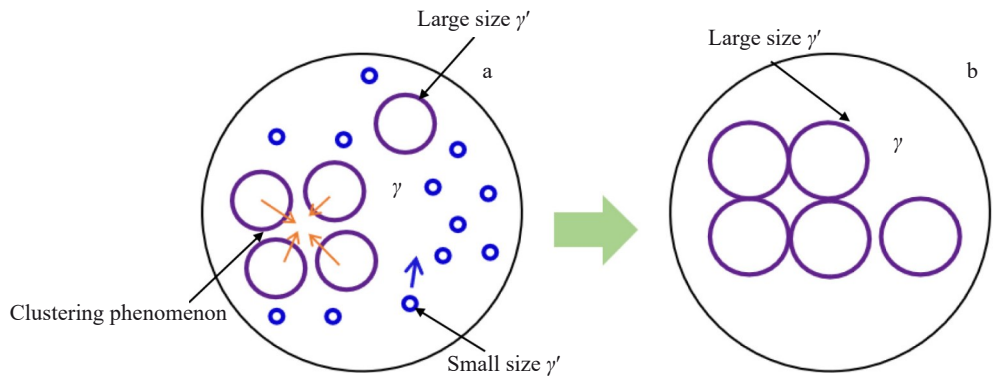


图 14 HIP 态 FGH4097 合金在冷却过程中的 Ostwald 熟化机制

Fig.14 Ostwald ripening mechanisms of HIP FGH4097 alloys during cooling process: (a) early Ostwald ripening and (b) later Ostwald ripening

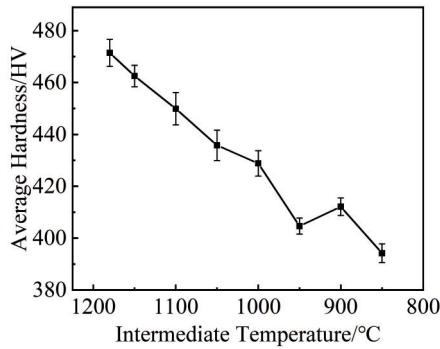


图 15 HIP 态 FGH4097 合金在不同中间温度下的显微硬度

Fig.15 Microhardness of HIP FGH4097 alloys at different intermediate temperatures

4 结 论

1)初生 γ' 相和次生 γ' 相的溶解机制不同,蝶状次生 γ' 相从中心分裂成细小的球形次生 γ' 相优先溶解;初生 γ' 相通过 γ/γ' 界面向内分裂成尺寸较小的初生 γ' 相随后溶解。位错辅助 Al、Ti 原子的扩散在 γ' 相的分裂和溶解中起主要作用。

2)建立了以温度为自变量的溶解动力学模型,可预测 γ' 相在 850~1200 °C 范围内的面积分数,其线性拟合相关系数 $R=0.9933$,平均相对误差 AARE=10.01%。

3)在冷却过程中,由于晶界处位错的辅助作用,初生 γ' 相优先在晶界处析出,且沿垂直晶界的方向不规则生长,导致弯曲晶界生成;次生 γ' 相呈球形在晶内析出,通过 Ostwald 熟化机制粗化,团聚生成蝶状。

4)随着中间温度(MT)从 1200 °C 降至 850 °C,合金晶内的平均尺寸从 76 nm 增加到 521 nm,而其显微硬度从 471.45 HV 降低到 394.18 HV,表明合金的显微硬度值随着 γ' 相尺寸的增大而减小。

参考文献 References

[1] Liu Jiantao(刘建涛), Zhang Yiwen(张义文), Tao Yu(陶 宇) et

al. *Transaction of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2014, 35(7): 107
[2] Xu J C, Zhao X B, Li W Q et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2023, 147: 176
[3] Xu Ming(徐 鸣), Hou Qiong(侯 琼), Li Chang(李 昌) et al. *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2020, 30(6): 89
[4] Guo Shengwu(郭生武), Gao Yuan(高 圆), Yang Jian(杨 健) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(12): 3167
[5] Zeng Qiang(曾 强), Chen Xuhui(陈旭辉), Wu Baoping(吴保平) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(9): 3394
[6] 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
[7] Long Anping(龙安平), Xiong Jiangying(熊江英), Zhang Gaoxiang(张高翔) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(4): 1042
[8] Müller M, Böttger B, Schleifer F et al. *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*[J], 2023, 12(1): 27
[9] Masoumi F, Jahazi M, Shahriari D et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 658: 981
[10] Wang T Y, Wang X M, Zhao Z H et al. *Materials at High Temperatures*[J], 2016, 33(1): 51
[11] Huang H L, Liu G Q, Wang H et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2020, 51(3): 1075
[12] Zhou Xuan(周 宣), Li Yuli(李宇力), Ma Tengfei(马腾飞) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(6): 2147
[13] Haack M, Kuczyk M, Seidel A et al. *Journal of Laser Applications*[J], 2020, 32(3): 32014
[14] Zhou N, Shen C, Mills M J et al. *Acta Materialia*[J], 2011, 59(9): 3484
[15] Qu P, Yang W, Qin J et al. *Intermetallics*[J], 2023, 162: 108017
[16] Cheng Junyi(程俊义), Xiong Jiangying(熊江英), Liu Chaofeng(刘朝峰) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属

- 材料与工程[J], 2023, 52(2): 699
- [17] Gai Y, Zhang R, Yang J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 842: 143079
- [18] Wang Jie(王 杰), Huang Hailiang(黄海亮), Zhou Yazhou(周亚洲) *et al. Materials Reports(材料导报)*[J], 2023, 37(21): 242
- [19] Alvarado K, Janeiro I, Florez S *et al. Metals*[J], 2021, 11(12): 1921
- [20] Wu H, Zhuang X, Nie Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 754: 29
- [21] Li Z, Wang D, Wang L *et al. Materials Characterization*[J], 2023, 199: 112820
- [22] Yang Heyang(杨贺阳), Wen Hongning(温红宁), Jin Junsong(金俊松) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2023, 33(9): 2861
- [23] He D, Lin Y C, Jiang X *et al. Materials & Design*[J], 2018, 156: 262
- [24] Liu Chaofeng(刘朝峰), Cheng Junyi(程俊义), Ma Xiangdong(马向东) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2024, 53(3): 768
- [25] Lifshitz I M, Slyozov V V. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*[J], 1961, 19(1): 35
- [26] Mroczek M, Nembach E. *Acta Materialia*[J], 2008, 56(1): 150
- [27] Zhu J, Lu Y, Sun L *et al. Materials Characterization*[J], 2023, 203: 113095

Evolution Behavior of γ' Phase in FGH4097 Alloy During Heat Treatment

Wang Qiang¹, Zhang Bing^{1,2}, Qu Zonghong³, Zhang Zengwen¹, Lai Yunjin³, Gao Huan¹,
Li Shaoqiang³, Yang Ben¹, Wang Kuaishe^{1,2}

(1. College of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

(2. National and Local Joint Engineering Research Center for Functional Materials Processing,
Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

(3. Sino-Euro Materials Technologies of Xi'an Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

Abstract: FGH4097 alloy was treated by the hot isostatic pressure (HIP) process. The dissolution and precipitation behavior of γ' phase in the alloy during solid solution and cooling were studied by SEM and TEM. The results show that during the solid solution process, dislocations assist the diffusion of Al and Ti atoms and promote the splitting and dissolution of γ' phase. The secondary γ' phase is preferentially dissolved by splitting into fine γ' phase, and the primary γ' phase is dissolved by splitting into smaller γ' phase through the γ/γ' phase interface. Based on the JMAK equation, a kinetic equation describing the dissolution of γ' phase was established. The linear fitting correlation coefficient $R=0.9933$ and the average relative error value is 10.01%, which can predict the area fraction of γ' phase in the range of 850–1200 °C. During the cooling process, under the action of dislocations, the primary γ' phase preferentially precipitates at the grain boundary and grows irregularly along the direction perpendicular to the grain boundary, resulting in the formation of curved grain boundaries. The secondary γ' phase is precipitated in the crystal. With the decrease in intermediate temperature (MT) from 1200 °C to 850 °C, the size of γ' phase precipitated in the crystal increases from 76 nm to 521 nm, and the microhardness of the alloy decreases from 471.45 HV to 394.18 HV, indicating that the microhardness of the alloy decreases with the increase in γ' phase size.

Key words: FGH4097 alloy; γ' phase; dissolution and precipitation behavior; JMAK equation; curved grain boundary

Corresponding author: Zhang Bing, Ph. D., Professor, College of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, P. R. China, E-mail: bingzhang1112@xauat.edu.cn