

# 精确控冷热处理对盘用粉末高温合金 FGH4113A 高温塑性的影响研究

程俊义<sup>1,2</sup>, 赵春玲<sup>3</sup>, 刘朝峰<sup>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)

(3. 中国航发湖南动力机械研究所, 湖南 株洲 412002)

**摘要:** 本文以粉末高温合金 FGH4113A 为研究对象, 设计并实施了固溶阶段精确控冷, 研究了不同冷却路径对其微观组织演变及 800°C 拉伸性能的影响机制。研究表明, 冷却路径对合金的强度塑性协同性具有重要影响。采用传统的 150°C/min 连续冷却工艺时, 合金 800°C 拉伸屈服强度为 920 ± 7 MPa, 抗拉强度为 1079 ± 9 MPa, 断后延伸率为 13 ± 3%。相比之下, 采用第一阶段慢冷 (44~75°C/min) 与第二阶段快冷 (459~594°C/min) 相结合的工艺 (CP2), 屈服强度和抗拉强度分别提升至 978 ± 7 MPa 和 1112 ± 5 MPa, 同时延伸率优化至 15 ± 1%。通过将工艺参数优化为第一阶段 48~65°C/min 冷却及第二阶段 275~326°C/min 冷却 (CP3), 在保持屈服强度 975 ± 10 MPa, 抗拉强度 1108 ± 6 MPa 的同时, 将延伸率提升至 18.5 ± 1%。微观组织表征揭示, 阶段控冷工艺通过高温慢冷促进位错回复与中温区间快冷冻结低缺陷结构的组合, 有效获得了低晶粒取向、低位错密度的晶粒组织。此外,  $\gamma'$  相析出行为分析表明, 第一阶段冷却速率主导了二次  $\gamma'$  相的尺寸, 而冷速转折温度则调控三次  $\gamma'$  相的体积分数。第二阶段冷却速率会影响三次  $\gamma'$  相的尺寸。通过  $\gamma'$  相的多尺度协同分布, 具体而言, 适中的二次  $\gamma'$  相通过促进位错绕过机制, 增强材料的应变硬化能力; 弥散分布的三次  $\gamma'$  相则通过位错切割机制补偿二次  $\gamma'$  相粗化造成的强度损失。本研究表明, 阶段精确控冷是一种无需改变合金成分即可实现 FGH4113A 粉末高温合金的 800°C 强度-塑性协同优化的有效途径, 为该合金的热处理工艺设计提供理论依据和实践指导。

**关键词:** 镍基粉末高温合金; 热处理; 高温塑性;

中图法分类号: TG166.7 文献标识码: 文章编号:

镍基粉末高温合金是一种通过粉末冶金工艺制备的先进高温结构材料<sup>[1]</sup>, 因其具备优异的高温强度、高温蠕变抗力、抗氧化和耐腐蚀性能, 被广泛应用于制备航空发动机、燃气轮机等关键热端部件<sup>[2, 3]</sup>。随着航空航天、能源动力等领域对材料力学性能要求的日益提高, 粉末高温合金的成分设计<sup>[4-7]</sup>、工艺革新<sup>[8-10]</sup>和微观组织调控<sup>[11-13]</sup>获得了持续创新。粉末高温合金涡轮盘件的关键力学性能指标包括室温和高温拉伸性能、

持久强度、蠕变抗力以及低周疲劳性能<sup>[14]</sup>都获得了突破。强度和塑性是材料力学性能的基本属性, 是上述力学性能指标的核心评价维度。

近年来, 第三代粉末高温合金的拉伸和蠕变变形机制研究取得了显著进展, 相关理论和数学建模工作不断深入<sup>[15-19]</sup>。通过系统的成分设计与显微组织调控, 研究者们已逐步揭示了合金元素配比、 $\gamma'$  相演变与力学性能之间的内在关联机制, 特别是强度贡献方面的作

收稿日期:

基金项目: 作者简介: 程俊义, 男, 深圳万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518035, E-mail:223302084@csu.edu.cn

用机理已获得较为完善的理论阐释。延伸率是衡量材料抗断裂、抗疲劳、抗冲击的核心塑性指标，直接影响涡轮盘部件的安全性和可靠性。涡轮盘在高速运转时承受复杂的交变应力，较高的延伸率使材料在应力集中处通过塑性变形重新分配应力，延缓裂纹萌生。在遭遇突发高载荷时，高延伸率可以通过塑性变形吸收能量，防止灾难性的脆性断裂。因此，延伸率是评估合金抗损伤能力的重要参数之一。

强度和塑性的“倒置关系”普遍存在于合金材料中<sup>[20-22]</sup>。FGH4113A 是一款低层错能的第三代粉末高温合金，其塑性在同类粉末合金中处于较高水平<sup>[9]</sup>。尽管如此，在极端服役条件下，进一步提升强度塑性协同能力仍是优化材料损伤容限的关键。在塑性变形过程中，局域软化区域会引发变形集中，导致位错运动在空间上形成高密度聚集。当应变硬化能力不足时，就容易形成快速颈缩，最终引发材料的塑性失稳和早期破坏<sup>[23]</sup>。抑制材料的塑性失稳，建立强度与应变硬化能力的动态平衡机制，是克服合金材料强度塑性倒置关系的有效手段。近年来，人们普遍认为，合金的异质结构有助于提升强度和塑性<sup>[22, 23]</sup>。对于镍基粉末高温合金，行之有效的提高强度塑性协同手段主要包括成分调控、孪晶诱导、晶界调控和析出相调控<sup>[23-26]</sup>。

第三代粉末高温合金的屈服强度在 800°C 下可达到 900MPa 以上<sup>[27]</sup>，优异的高温强度可使涡轮盘的服役温度提高到 750°C 以上，但是屈服强度的提高通常伴随着拉伸塑性的降低，提高粉末合金的高温塑性对于降低涡轮盘榫齿部位的缺口敏感性，降低裂纹扩展速率，提高涡轮盘的服役可靠性具有重大意义。本研究基于材料素化<sup>[28]</sup>理念，选用具有优异初始塑性的低层错能镍基粉末高温合金 FGH4113A 作为研究对象<sup>[9]</sup>，通过创新设计阶段精确控冷工艺，实现了  $\gamma'$  相的多尺度协同调控。该工艺不仅充分发挥了 FGH4113A 合金固有的高塑性特征，更进一步通过析出相形貌与分布的优化，使材料在强度-塑性协同性方面获得显著提升。

## 1 实验

实验合金 FGH4113A 的名义成分如表 1 所示。采用氩气雾化法制备-270 目 ( $\leq 53\mu\text{m}$ ) 合金粉末，随后通过热等静压 (1150°C/150MPa/5h) 致密化成坯料。将坯料进行热挤压 (1110 °C/50mm/s, 挤压比 5: 1) 和等温锻 (1080 °C/ 0.005 s<sup>-1</sup>) 后制备成盘坯。所得盘坯最大直径约 330mm，最大高度约 160mm。

在盘坯鼓肚处取圆柱形试样 ( $\Phi 13\text{mm}\times 82\text{mm}$ ) 用于测定冷却速率和力学性能实验。首先在 1 根试棒毛坯的中心轴线位置加工与热电偶匹配的半通孔 ( $\Phi 6\text{mm}$ )，插入 K 型热电偶后用高温密封胶固定，随后通过包裹耐高温陶瓷纤维毡实现冷速控制，并通过调节风机功率或油冷实现冷速强制提升。基于冷却速率实验结果，设计四组符合实际生产条件的固溶冷却路径，分别标记为 CP1~CP4 (每组实验 4 根试棒)，如表 2 所示。表中所列的冷却速率范围对应于冷速试棒的实测结果，其上下限分别代表了实验中获得的最大值与最小值。所有力学性能试棒均在  $1180 \pm 10^\circ\text{C}$  固溶处理 2 小时，以不同冷却方式冷却。随后在  $815 \pm 10^\circ\text{C}$  时效 8 小时，空冷。

按 GB/T 228.2-2015 标准要求，制备标准拉伸试样。随后在 800°C 下进行拉伸性能测试，记录屈服强度、抗拉强度、断后延伸率和断面收缩率等指标。

在每组拉伸试棒中分别选取一根进行 EBSD 分析，依据 ASTM E2627 标准测量晶粒尺寸。设备采用 Quantax eFlash HR 系统 (Bruker 公司, 美国)，电压 20kV，扫描步长 0.458 $\mu\text{m}$ ，分析使用 AZtecCrystal 软件 (v2.1)。 $\gamma'$  相分析基于热力学软件 Pandat (2022a) 和 JMatPro (V7.0) 并使用 sigma-300 场发射扫描电镜 (Carl Zeiss 公司, 英国) 进行表征。样品采用电解腐蚀，腐蚀电压和时间分别为 3V 和 3S，腐蚀剂配比为 15g CrO<sub>3</sub> + 10ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 150ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>。

表 1 实验合金 FGH4113A 的名义成分 (wt.%)

Table 1 The nominal composition of the experimental alloy FGH4113A (wt.%)

Co	Cr	Al	Ti	W	Mo	Ta	Nb	C	B	Hf	Zr	Ni
19.0	13.0	3.0	3.7	4.0	4.0	1.0	1.2	0.045	0.03	0.2	0.05	Bal.

表 2 力学性能试棒的热处理工艺

Table 2 Heat treatment process for mechanical property test bars

编号	固溶保温	第一段冷速[°C/min]	转折温度[°C]	第二段冷速[°C/min]	时效处理
CP1		150		150	
CP2	1180±10°C,2h	44~75	1020~1060	459~594	815°C,8h,空冷
CP3		48~65	1100~1120	275~326	
CP4		35~51	1090~1110	121~143	

## 2 结果与分析

### 2.1. 阶段冷却对拉伸性能的影响

图展示了不同冷却路径下 FGH4113A 合金在 800°C 高温拉伸测试的对比结果。其中, CP1 代表冷却速率约 150°C/min 的连续冷却工艺, 该冷却工艺参数对应于航空发动机复杂形状全尺寸涡轮盘件的传统制造工艺, 其典型特征为采用直接介质冷却方式, 在固溶处理后立即实施快速冷却, 且冷却过程无间断性工艺停顿。为降低全尺寸盘件的开裂风险, 本研究将该工艺的冷速限制在约 150 °C/min。CP2~CP4 为阶段固溶冷却工艺, 其核心在于采用多模态精确控冷方法, 在完成固溶处理后, 工件首先进行缓冷, 随后通过动态调节冷却介质参数或优化冷却条件, 实现冷却速率的可控提升。

其中, CP3 和 CP4 的第二阶段冷速实测值分别为 275~326°C/min 和 121~143°C/min, 冷速转折温度介于 1090~1120°C。转折温度的设置基于全尺寸盘件的实际生产条件和制备经验。CP2 的第二阶段冷速实测值为 459~594°C/min, 模拟涡轮盘件边缘位置的油冷冷却速率。由于过高的冷却速率会加大盘件各部温度分布不均, 从而产生过大的残余应力<sup>[29]</sup>, 因此将冷速转折温度设定为 1020~1060°C。800°C 拉伸测试结果显示, CP1 和 CP4 表现出相近的屈服强度, 分别为 920±7MPa 和 915±13MPa, 相比之下, CP2 和 CP3 表现出更优异的屈服强度, 分别达到 978±7MPa 和 975±10MPa, 如图 (a) 所示。然而, 在塑性变形方面, 四种冷却路径的断后延伸率和断面收缩率呈现明显的递增趋势: CP1<CP2<CP3<CP4。其中, CP3 工艺获得了最好的强度和塑

收稿日期:

基金项目: 广东省重点领域研发计划项目 (2019B010935001)

作者简介: 程俊义, 男, 深圳万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518035。

性协同优化。

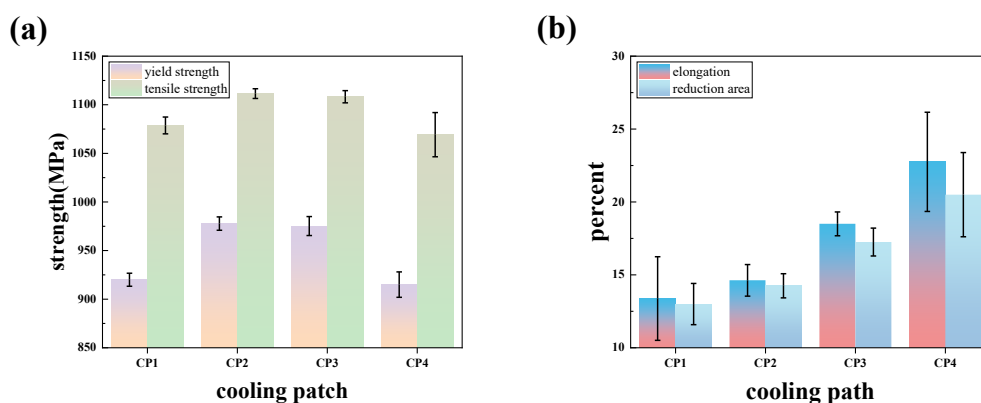


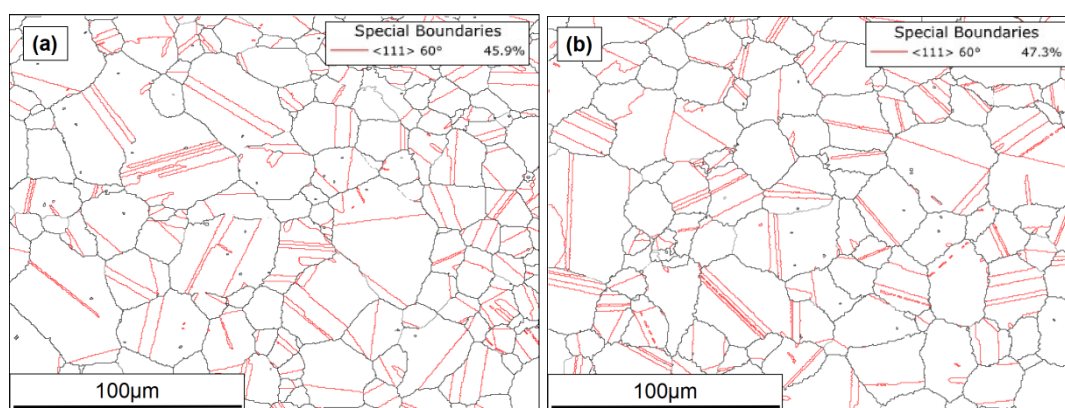
图 1 不同固溶冷却路径 FG4113A 试棒的 800°C 拉伸性能: (a) 屈服强度和抗拉强度; (b) 断后延伸率和断面收缩率

Figure 1 Tensile properties of FG4113A specimens at 800°C under different solution cooling paths:(a)Yield strength and tensile strength; (b)Elongation after fracture and reduction of area

## 2.2. 阶段冷却对晶界特征及亚结构的影响

高密度孪晶界可以有效降低位错的平均自由程，提高屈服强度。孪晶界还可以吸纳位错，促进位错的缠绕、增殖，有效提升应变硬化能力，同步提高材料的强度和塑性<sup>[21, 23, 24, 30]</sup>。面心立方合金材料孪晶界的形成源于晶界迁移时其(111)面的原子堆垛错排。孪晶界 $\Sigma 3^n$  ( $n=1, 2, 3$ ) 相较于随机晶界 ( $\Sigma > 29$ ) 具有

更低界面能和更高的原子有序度，在延展性方面有更好的表现<sup>[31-33]</sup>。图展示了实验试棒螺纹段的孪晶界占比和分布。CP1~CP4 的孪晶占比分别为 45.9%、47.3%、54.0%和 48.6%。较高的孪晶占比源于 FG4113A 是低层错能合金，且材料经过了热挤压和等温锻造工艺。结果表明，不同固溶冷却路径对孪晶占比的影响小于 10%。锻造态 FG4113A 合金经过固溶热处理后拥有较高的孪晶占比，为优异的强度塑性协同提供了条件。



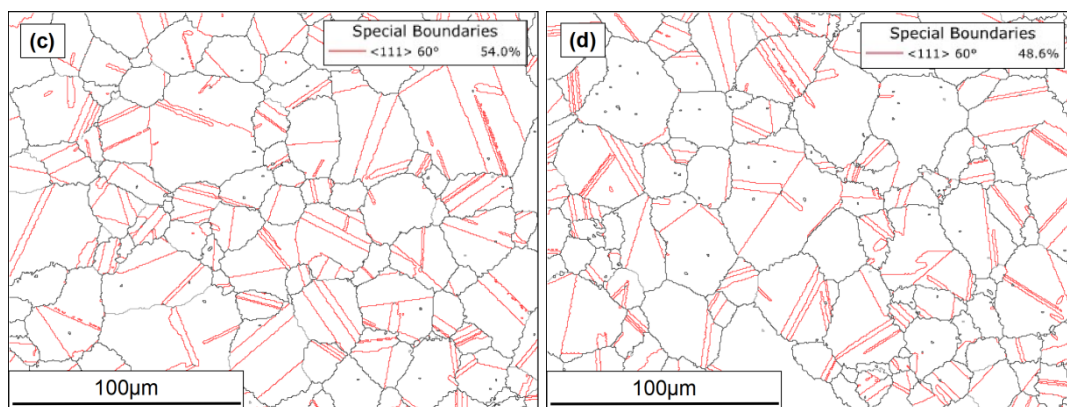


图2 拉伸试棒螺纹段的孪晶界分布和占比: (a-d) CP1~CP4

Figure 2 Distribution and proportion of twin boundaries in the threaded section of tensile specimens:(a-d) CP1~CP4

晶粒取向分布是区分动态再结晶 (Dynamic Recrystallization, DRX) 区域与变形基体的常用表征方法<sup>[34]</sup>。有研究表明, 对于热变形后的镍基高温合金, 当晶粒的 GOS (Grain Orientation Spread) 值小于  $2^\circ$  时, 表明发生了动态再结晶<sup>[35]</sup>。图 2 为拉伸试棒的 GOS 图, 实验材料在热处理前经过挤压、锻造和过固溶热处理工艺后已充分再结晶, 但 CP1 有 17% 的区域 GOS 值大于  $2^\circ$ , 其余试棒 (CP2~CP4) GOS 值小于  $2^\circ$  的接近 100%。图 3 展示了不同试棒的内部晶界角分布, CP1 和 CP4 内部存在大量亚晶界, CP2 和 CP3 则较少。

结合图 3 和图 4, CP1 晶粒内部取向相对不均匀, 有大量亚晶界。CP2 和 CP3 晶粒内部取向高度均匀, 无亚晶界。CP4 晶粒内部高度均匀, 有大量亚晶界。在固溶保温阶段, 材料内部高位错密度区域中, 储存能同时提供了静态再结晶 (SRX) 的形核驱动力和位错动态回复 (DRV) 的激活条件。理想情况下, 充分保温后晶粒内部可形成低位错密度的等轴晶组织。但在实际快速冷却过程中, 由于热应力梯度引起的非均匀塑性变形,

导致位错胞结构的形成, 最终演化为小角度亚晶界。此外, 快速冷却减少了原子扩散时间, 抑制了位错的动态回复。因此, CP1 内部取向相对不均匀, 且有大量亚晶界。

与之相对, CP2~CP4 在高温慢冷过程中, 热应力通过位错重排和动态回复 (DRV) 有效松弛, 避免了局部畸变的累积, 从而使 GOS 值保持在低位, 如图 (b~d) 所示。其中, CP2 和 CP3 的第二段冷速达  $275^\circ\text{C}/\text{min}$  以上, 快速冻结了 DRV 初期形成的亚晶核。由于亚晶核尺寸小于 EBSD 扫描步长 ( $0.458\mu\text{m}$ ), 且取向差角度未达到常规小角度晶界 (LAGBs) 的识别阈值 ( $2^\circ$ ), 因此, 在图 (b,c) 中未观察到明显亚晶界。CP4 的第二段冷速为  $121\sim 143^\circ\text{C}/\text{min}$ , 允许亚晶界通过位错吸收持续粗化至可检测尺度, EBSD 清晰显示取向差均匀分布在  $2\sim 4^\circ$  范围内的 LAGBs 网络, 如图 (d) 所示。CP4 的 GOS 值仍保持低位 (图 d), 这是因为相邻晶粒取向梯度呈线性连续分布, 与 CP1 有明显区别。

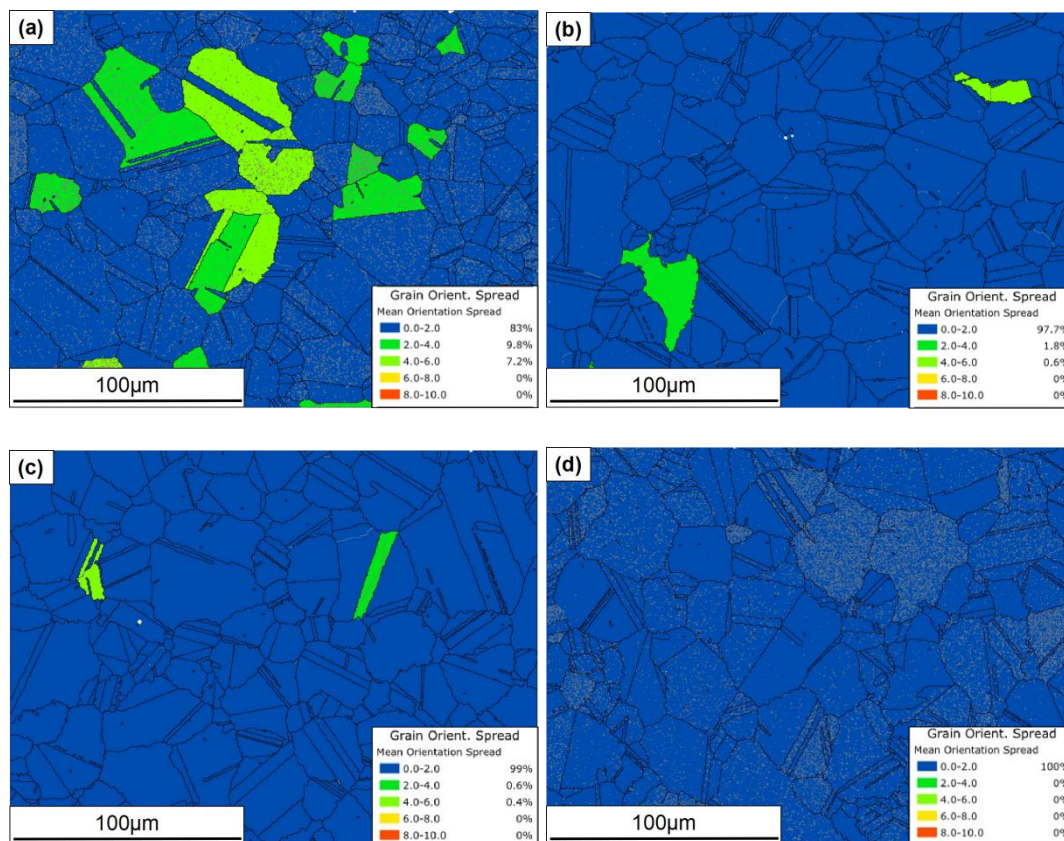


图3 拉伸试棒螺纹段的 GOS 图: (a-d) CP1-CP4

Figure 3 GOS map of the threaded section in tensile test specimens

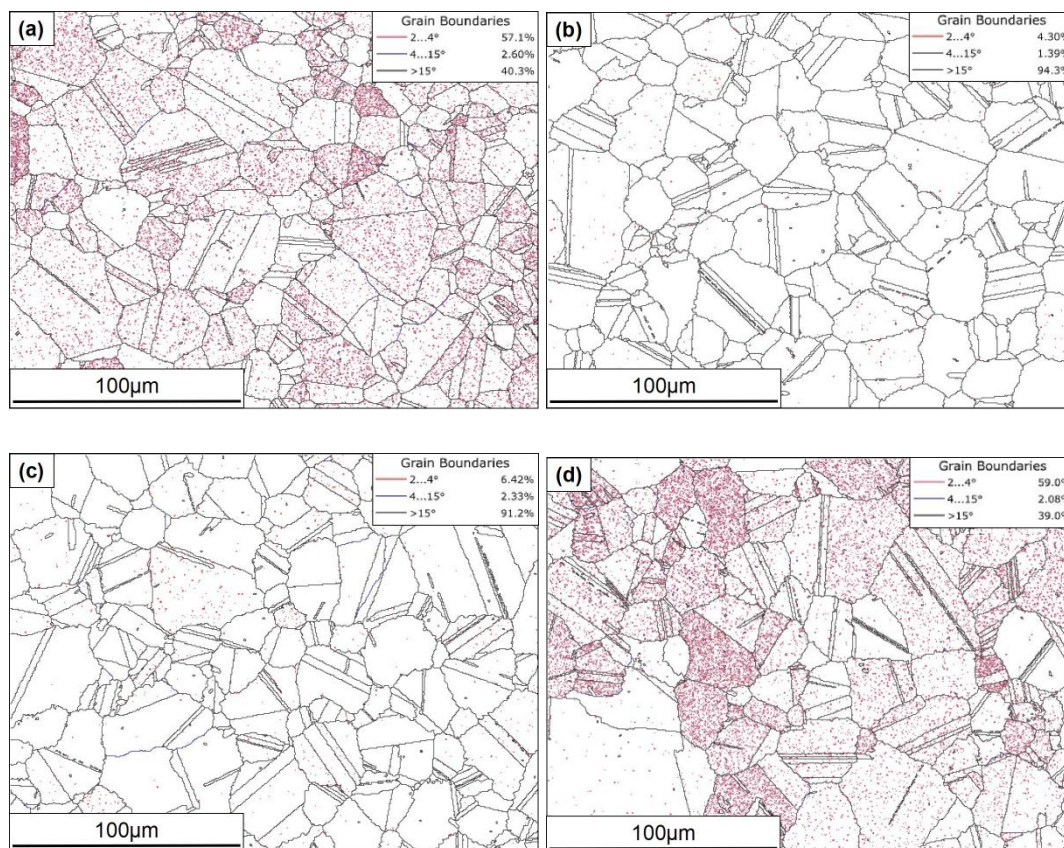


图 4 拉伸试棒螺纹段的亚晶界占比, (a-d) CP1-CP4

Figure 4 Proportion of subgrain boundaries in the threaded section of tensile specimens

图 为试棒的 KAM 图, 反映了试棒热处理后的位错密度和分布。CP1 和 CP4 的 KAM 值约为  $2.5^\circ$ , 表示位错缠结或亚结构相对多, 与图 对应。CP2 和 CP3 的 KAM 值接近  $0^\circ$ , 对应完全再结晶或位错充分回复区域。CP2 和 CP3 的观察结果表明, 固溶热处理后第一段冷却采用慢冷工艺可以有效促进位错回复, 生成低畸变组织, 在低畸变状态 (约  $1100^\circ\text{C}$ ) 快速冷却, 此时合金仍处于高塑性状态, 无新位错激活, 避免了应力累积。CP1 在高温区间位错动态回复效果较弱, 热应力更易转化为位错形式储存。CP4 虽然在高温阶段通过位错的动态回复充分抵消了热应力的影响, 但第二段冷却过程中动态回复效率下降, 而冷速偏慢, 重新引入了热应力, 使位错密度上升。

图 展示了 CP1~CP4 的拉伸试棒螺纹段反极图 (IPF) 及晶界角分布。经过对显微组织的筛选分析 (剔除孪晶界及等效直径小于  $2\ \mu\text{m}$  的  $\gamma'$  相颗粒), 测得材料平

均晶粒度为 8.5-8.7 级 (ASTM E2627)。结合图 对比分析, 四种工艺制备的晶粒间取向差均以大角度晶界 ( $>15^\circ$ ) 为主。根据晶粒生长热力学原理<sup>[36]</sup>, 大角度晶界因其较高的界面能, 在热激活过程中表现出更快的迁移速率, 倾向于通过晶粒兼并方式降低系统的总界面能。该界面结构在材料变形中根据环境条件呈现不同的作用机制。在低温区间, 大角度晶界阻碍位错跨晶界运动, 促使位错塞积群形成, 进而激发相邻晶粒内位错源开动和多滑移系启动, 有效提升均匀变形能力。在高温区间, 晶界自身可作为塑性变形载体, 通过晶界滑移机制协调晶粒间的应变。但在高温区间时晶界本身成为元素扩散通道, 易形成空穴和裂纹。在本工作中, 样品晶粒间取向差均是以大角度晶界为主, 拉伸测试温度位于高温区间。然而, 不同试样的晶粒尺寸接近, 但延伸率差别较大, 表明大角度晶界不是影响  $800^\circ\text{C}$  拉伸延伸率的主要原因。

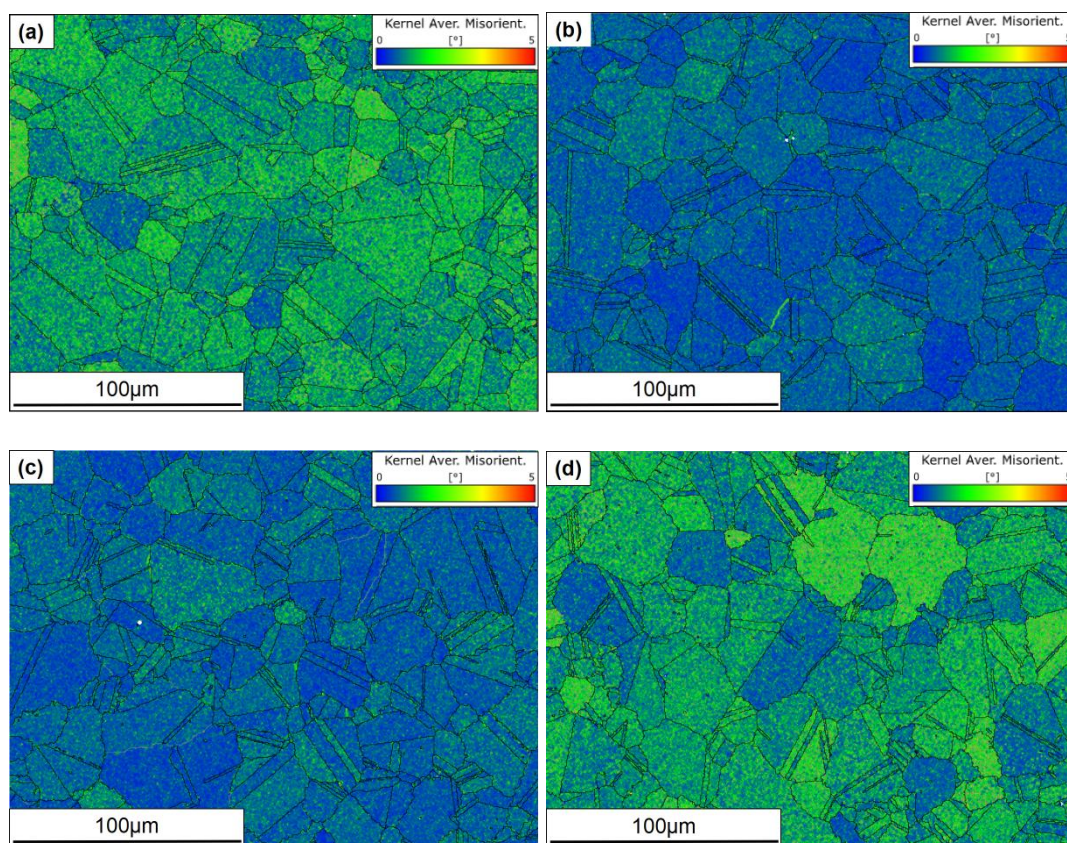


图 5 拉伸试棒螺纹段的 KAM 图: (a-d) CP1~CP4

Figure 5 KAM map in the threaded section of tensile specimens:(a-d) CP1~CP4

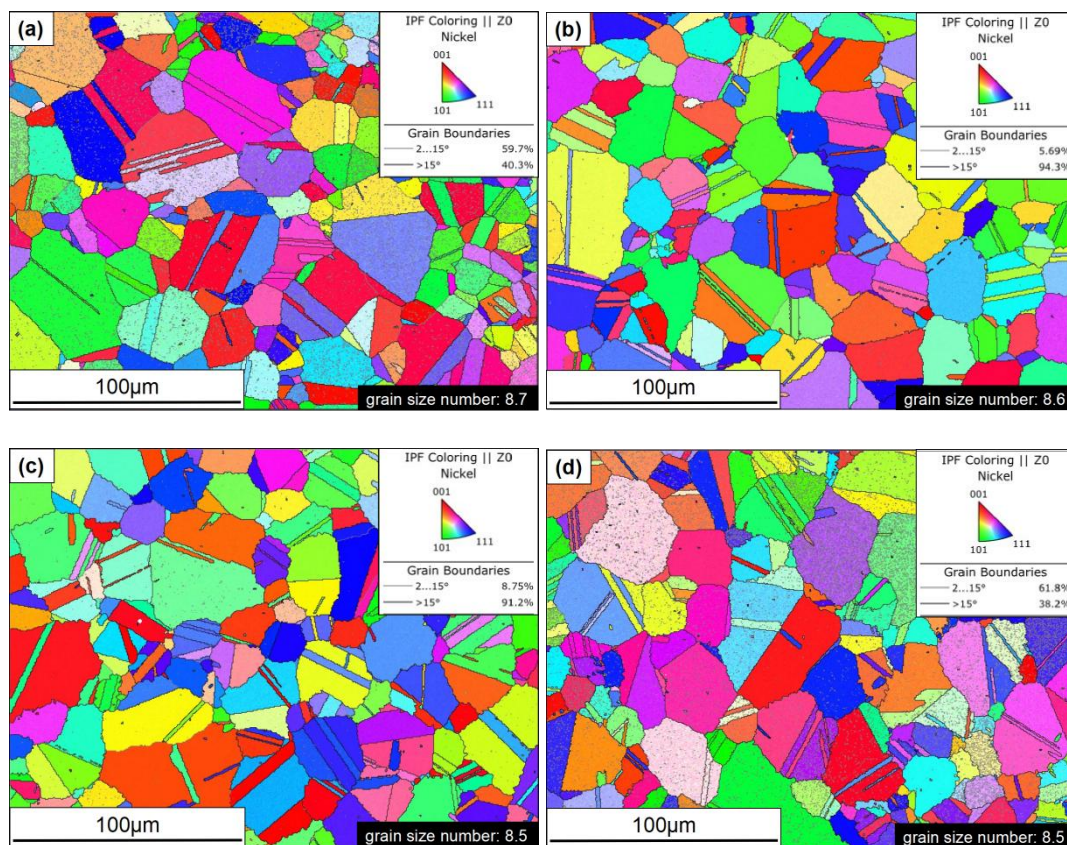


图 6 拉伸试棒螺纹段的反极图: (a-d) CP1~CP4

Figure 6 IPF map in the threaded section of tensile specimens:(a-d) CP1~CP4

EBSD 分析结果表明,采用中等冷速 ( $150^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) 连续冷却工艺时,高温阶段即引入的全局热应力在冷却过程中形成大量亚结构,导致最终组织呈现高 GOS 值、多亚结构和高 KAM 值的特征。相比之下,慢冷 ( $44\sim 75^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) 加快冷 ( $275\sim 594^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) 的冷却路径通过在高温阶段实现位错的充分回复,再通过快速冷却维持这种低缺陷状态,最终获得低 GOS 值、少亚结构和低 KAM 值的组织,这种组织在  $800^{\circ}\text{C}$  拉伸测试中

### 2.3. 阶段冷却对 $\gamma'$ 相的影响

由图的  $800^{\circ}\text{C}$  屈服强度可见, CP1 ( $920\pm 7\text{MPa}$ ) 和

具有优异的延伸率。而慢冷 ( $35\sim 51^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) 加中等冷速 ( $121\sim 143^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) 的工艺组合则表现出过渡特征,在高温阶段使位错充分回复,但随后中等冷速的冷却又在中低温重新引入位错,最终形成低 GOS 值、多亚结构和高 KAM 值的组织。高温下位错运动能力增强,初始高位错密度提供的加工硬化效应可能因动态回复而部分抵消,削弱应变加工硬化率。高位错密度也可能成为再结晶形核点,在高变形过程中形成无位错的新晶粒,显著软化材料。加工硬化率不足以及局域软化都会导致塑性失稳,萌生破坏。

CP4 ( $915\pm 13\text{MPa}$ ) 明显低于 CP2 ( $978\pm 7\text{MPa}$ ) 和 CP3 ( $975\pm 10\text{MPa}$ )。CP1~CP4 的断后延伸率分别为  $13\pm 3\%$ 、 $15\pm 1\%$ 、 $18.5\pm 1\%$  和  $23\pm 3\%$ 。采用阶段精确控

冷工艺的试棒获得了更高的强度和延伸率协同。

上文分析了冷却方式对晶界特征和亚结构的影响,但无法充分解释为何低缺陷组织 (CP2 和 CP3) 相比高缺陷组织拥有更高的强度 (与 CP4 相比) 或延伸率 (与 CP1 相比)。由此亦可推定,  $\gamma'$  相的分布特征在此扮演关键角色。

图展示了基于热力学软件 Pandat 模拟的 WZ-A3 合金  $\gamma'$  相在实验条件下的形核析出动力学行为, 该模拟方法已通过前期研究获得良好的验证<sup>[37]</sup>。图 (a) 定量分析了  $\gamma'$  相的尺寸分布及其数密度演化规律。图 (b) 则系统统计了不同尺寸  $\gamma'$  相的体积分数分布特征。研究表明<sup>[38]</sup>, 镍基高温合金在冷却过程中, 温度的降低导致基体中合金元素过饱和度变化是控制  $\gamma'$  相形核的主要因素, 而合金元素的扩散特性则决定了  $\gamma'$  相的粗化行为。在冷却初期, 随着过冷度增加,  $\gamma'$  相开始形核并析出。随后, Al、Ti、Nb、Ta 在  $\gamma'$  相中发生择优扩散, 促使  $\gamma'$  相在高温区间 (扩散速率较高) 快速生长。随着温度进一步降低,  $\gamma'$  相组成元素在基体中的固溶度下降, 同时其长程扩散能力减弱, 从而引发新一轮形核过程。因此, 不同固溶冷却路径处理的样品均表现出分批次析出特征<sup>[39]</sup>,  $\gamma'$  相尺寸分布呈现 2~3 个特征峰值。本研究的样品经过固溶热处理后未观察到热处理前工艺所形成的一次  $\gamma'$  相。基于尺寸分布特征, 将  $\gamma'$  相划分为两类, 尺寸较小的定义为三次  $\gamma'$  相, 较大的定义为二次  $\gamma'$  相。通过对图 (b) 的定量统计分析, 获得了  $\gamma'$  相平均尺寸分布图 (图 (c))。

CP1~CP4 的二次  $\gamma'$  相尺寸分别为 132.8±23.9 nm、174.4±29.1 nm、166.9±30.2 nm 和 201.9±31.9 nm, 呈现出随第一段冷却速率降低而增大的趋势。结合错误!未

找到引用源。观察, 二次  $\gamma'$  相的平均尺寸与材料高温阶段的冷速密切相关, 在当前条件下, 高温阶段的平均冷速越慢, 二次  $\gamma'$  相的尺寸越大。虽然 CP2 和 CP3 的第一段冷却速率接近, 但 CP2 的二次  $\gamma'$  相尺寸 (174.4±29.1 nm) 略大于 CP3 (166.9±30.2 nm), 这主要是由于 CP2 的转折温度较低, 使得二次  $\gamma'$  相获得了更长的粗化时间。

CP1~CP4 的三次  $\gamma'$  相尺寸分别为 23.9±8.4 nm、20.9±3.7 nm、44.5±15.8 nm、49.2±19.2 nm。CP2~CP4 的三次  $\gamma'$  相尺寸随第二段冷却速率的降低呈现明显的增加趋势, 而 CP1 的三次  $\gamma'$  相尺寸 (23.9±8.4 nm) 与 CP2 (20.9±3.7 nm) 较为接近。这一现象可归因于固溶冷却至低温区间时基体中保留的溶质元素过饱和度, 过饱和和溶质原子也可在后续时效热处理过程中促进小尺寸  $\gamma'$  相的补充析出。图 (d) 展示了不同固溶-时效处理后二次  $\gamma'$  相、三次  $\gamma'$  相及时效  $\gamma'$  相的体积分数分布。分析表明, 除 CP1 外, 三次  $\gamma'$  相的含量与转折温度呈相关性, 转折温度越低, 三次  $\gamma'$  相占比越小。CP1 的三次  $\gamma'$  相 (6.64%) + 时效  $\gamma'$  相 (4.15%) 含量最低, 该现象源于二次  $\gamma'$  相占比 (39.8%) 最高 (图 (d)) 且尺寸 (132.8±23.9 nm) 最小 (图 (c))。这导致在低温冷却阶段, CP1 基体中的溶质过饱和度最低且二次  $\gamma'$  相的颗粒间距最短 (短程扩散占优), 从而抑制了低温区间形核的驱动力, 如图 (b) 所示。CP2 样品表现出最高的时效  $\gamma'$  相体积分数 (13.1%), 主要原因是固溶冷却的第二段冷却速率极高。CP3 的二次  $\gamma'$  相占比 (27.8%) 最低, 则归因于其较高的转折温度。

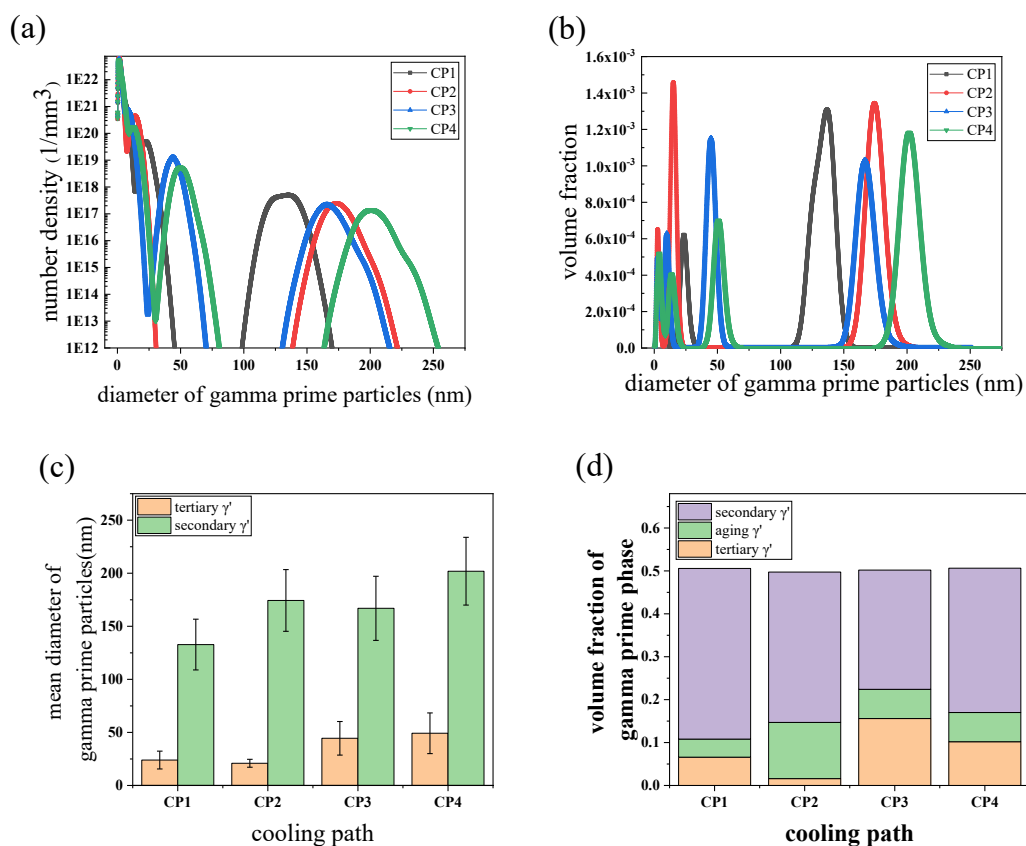


图 7 热力学软件 Pandat 计算的不同冷却路径的  $\gamma'$  相析出规律: (a) 不同尺寸  $\gamma'$  相的数密度, (b) 不同尺寸  $\gamma'$  相的体积占比, (c) 二次和三次  $\gamma'$  相的平均尺寸, (d) 不同  $\gamma'$  相的体积分数占比

Figure 7 Precipitation behavior of the  $\gamma'$  phase under different cooling paths calculated by-the thermodynamic software Pandat:(a) Number density of  $\gamma'$  phases with different sizes; (b) Volume fraction of  $\gamma'$  phase with different sizes;(c) Average size of secondary and tertiary  $\gamma'$  phase; (d) Volume fraction distribution of different  $\gamma'$  phase types.

图 所示为实验试棒螺纹段的电解腐蚀显微组织,  $\gamma'$  相呈现明显的双模态分布特征。为定量分析实验试棒经过  $815^\circ\text{C}/8\text{h}$  时效热处理后  $\gamma'$  相的粗化过程, 本研究采用热力学软件 JMatPro (V7.0) 的粗化动力学数据库模块进行了模拟计算, 如图 所示。模拟结果与实验表征结果表现出良好的一致性。二次  $\gamma'$  相由于初始尺寸较大 ( $132.8\sim 201.9\text{ nm}$ ), 在时效过程中尺寸稳定性较好, 粗化程度可忽略不计, 如图 (a) 所示。而小尺寸  $\gamma'$  相

则遵循 Ostwald 熟化机制发生了略微粗化, 具体表现为:

- (1) CP1 的三次  $\gamma'$  相和时效  $\gamma'$  相总量较少, 且最终尺寸约  $36.7\text{ nm}$ ;
- (2) CP2~CP4 的小尺寸  $\gamma'$  相含量较多;
- (3) CP3 和 CP4 的小尺寸  $\gamma'$  相最终尺寸分别约  $49.8\text{ nm}$  和  $53.7\text{ nm}$ , 如图 (b) 所示。纳米尺度的析出相阻碍位错运动, 使位错增殖的机会大增, 有效提升应变硬化和拉伸塑性<sup>[23]</sup>。

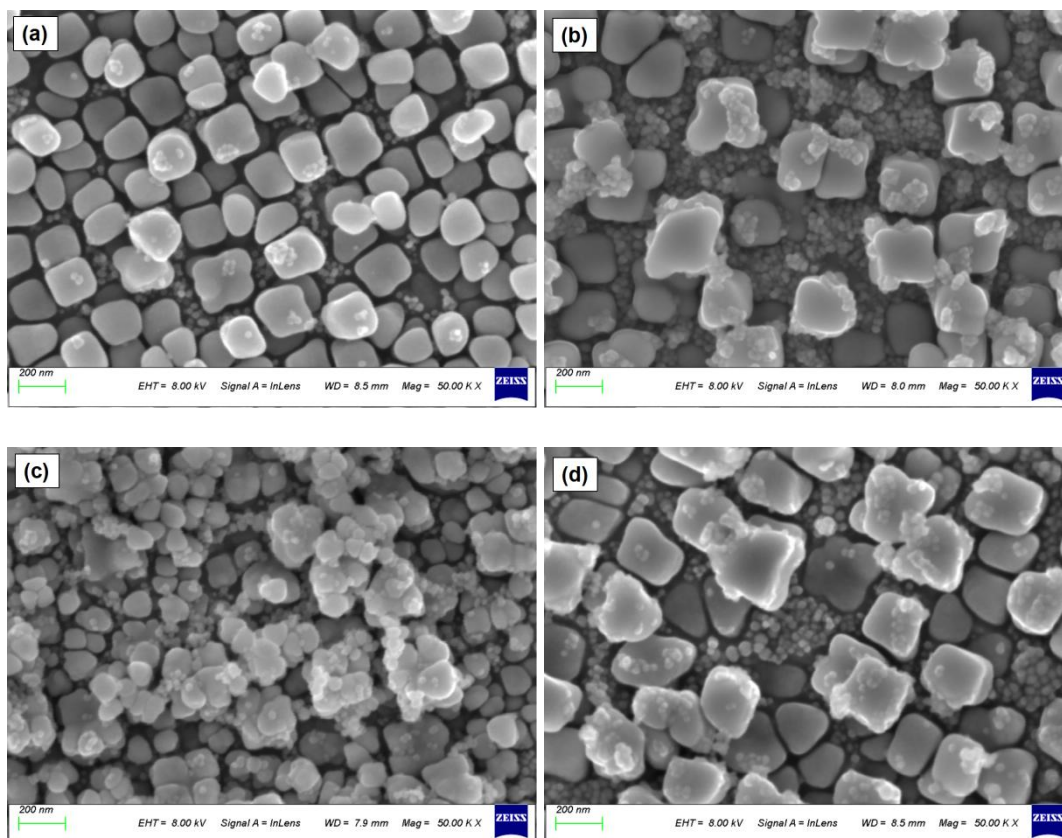


图 8 不同冷却路径样品+ 815°C/8h 时效热处理后的电解腐蚀照片: (a-d) CP1~CP4

Figure 8  $\gamma'$  phase subjected to different cooling paths followed by 815°C/8h aging heat treatment: (a-d) Cp1~CP4

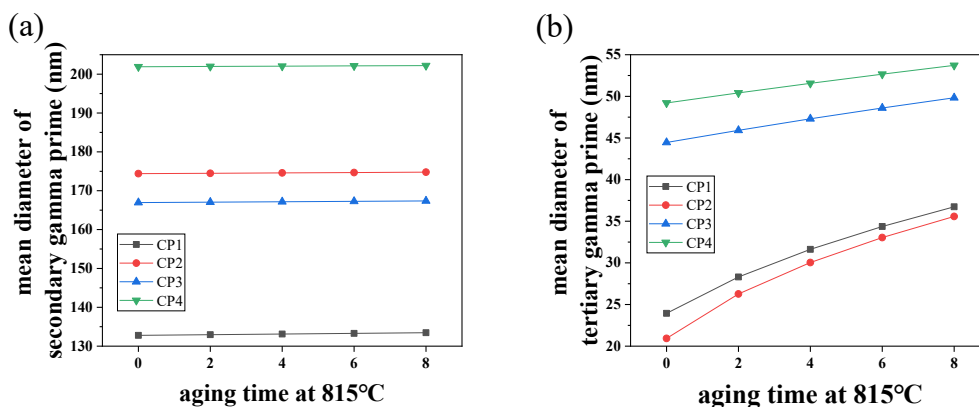


图 9 FGH4113A 合金在 815°C 时效处理后: (a) 二次  $\gamma'$  相尺寸, (b) 三次  $\gamma'$  相尺寸

Figure 9 Characteristics of FGH4113A superalloy after aging treatment at 815°C: (a) secondary  $\gamma'$  phase, (b) tertiary  $\gamma'$  phase size

#### 2.4. 阶段冷却对屈服强度和塑性的影响

传统认知中, 镍基粉末高温合金的主要强化机制包括固溶强化、晶界强化、沉淀强化和共格强化<sup>[15]</sup>, 近年研究也涉及位错强化、异质晶粒强化和孪晶强化<sup>[25,26,31]</sup>。本工作中采用同一合金, 并经过一致的热挤压

与等温锻工艺, 促使材料完全再结晶。随后通过相同固溶保温工艺使晶粒生长至相近尺寸。因此, 其固溶强化和晶界强化效果可视为基本相同。此外, 样品的制备工艺流程不会引入异质晶粒结构。

力学性能试棒的 GOS 值和 KAM 值存在微小差

异,反映了冷却方式对显微组织产生了细微影响。与组织均匀、低应变(低GOS+低KAM)的CP2和CP3相比,CP1表现出较高的GOS和KAM值。理论上,这种晶粒结构的不均匀性会引入薄弱区域,从而劣化材料的屈服强度与抗拉强度。较高的GOS值表明再结晶程度相对低,拉伸过程中的塑性变形可能优先发生于低位错密度的再结晶晶粒。而未完全再结晶晶粒与再结晶晶粒的界面处易产生应力集中,促进裂纹早期萌生,造成塑性损失和抗拉强度的降低。对于呈现低GOS+高KAM特征的CP4试棒,其低GOS值表明材料已完全再结晶,晶粒内部平均取向较为一致。相对较高的KAM值则暗示存在局部应变集中与位错塞积,此因素虽可能提升强度,但也同样可能成为裂纹萌生源。然而,实验结果表明,CP4试棒获得了最低的屈服强度与最高的延伸率。这证实了由冷却过程引起的晶粒取向与局部应变差异对合金的强度和塑性影响相对有限。相比之下, $\gamma'$ 相的尺寸分布才是主导拉伸性能的关键因素。

$\gamma'$ 相同时提供沉淀强化和共格强化,其中共格强化

本研究设计了固溶阶段精确控冷工艺,研究了不同冷却路径对FGH4113A合金显微组织演变和拉伸性能的影响,结果表明:

(1)采用传统的固溶连续冷却工艺(150°C/min)结合时效热处理后,合金在800°C的屈服强度、抗拉强度和延伸率分别为920±7MPa、1079±9MPa和13±3%。当采用阶段精确控冷工艺,进行第一阶段慢冷(44~75°C/min)与第二阶段快冷(459~594°C/min)相结合的固溶冷却工艺后,以上力学性能分别提升至978±7MPa、1112±5MPa和15±1%。进一步调整第一阶段冷却速率至48~65°C/min与第二阶段冷却速率至275~326°C/min时,在保持高水平800°C屈服强度(975±10MPa)和抗拉强度(1108±6MPa)的同时,合金的延伸率提升至18.5±1%,表明阶段精确控冷工艺可实现该合金强度与塑性的协同优化。当第二阶段冷速

的贡献相对较小。在共格应变条件相近的前提下,沉淀强化机制对合金的强度的主导作用最为显著。该机制与 $\gamma'$ 相尺寸密切相关,对于FGH4113A合金来说,位错切割机制对应的最佳尺寸约为40nm<sup>[40]</sup>,即弱切割机制与强切割机制的临界尺寸,但该临界尺寸会受到三次 $\gamma'$ 相体积分数和变形温度的影响<sup>[41]</sup>。当 $\gamma'$ 相尺寸增大或温度升高时,位错绕过机制所需的临界分切应力降低,主要强化机制由切割机制转向绕过机制<sup>[41]</sup>。较大尺寸的二次 $\gamma'$ 相会促使位错绕过行为并形成位错环,从而提高位错储存效率,提升应变硬化能力。需注意,位错切过 $\gamma'$ 相需克服反相畴界面能,在有序的 $\gamma'$ 相内的增殖能力远不如在 $\gamma$ 相基体中,因此,小尺寸 $\gamma'$ 相对应应变硬化能力的提升不如大尺寸 $\gamma'$ 相。但是大尺寸的二次 $\gamma'$ 相会增大颗粒间距,进而削弱绕过机制带来的强化效果。此时,广泛分布于 $\gamma$ 相通道中的三次 $\gamma'$ 相可提供额外的弱切割强化效果,从而补偿颗粒间距增大导致的强度损失。因此,通过调控二次 $\gamma'$ 相尺寸分布促进位错绕过机制以提高应变硬化能力,同时优化三次 $\gamma'$ 相的尺寸分布以弥补二次 $\gamma'$ 相粗化造成的强度损失,是实现FGH4113A合金强度与塑性协同提升的有效手段。

### 3 结论

控制在121~143°C/min时,合金的800°C拉伸延伸率达到23±3%。

(2)EBSD分析显示,采用中等冷速连续冷却工艺时,合金初始组织呈现高位错密度特征,具体表现为较高的晶粒取向差(GOS)值、丰富的亚结构以及较大的核平均取向差(KAM)值;而采用慢冷-快冷组合工艺则能有效降低位错密度,获得低GOS值、少亚结构和低KAM值的初始组织,这种显微组织特征是800°C下高强度高塑性的优选组织。

(3) $\gamma'$ 相演化规律表明,第一段冷却速率显著影响二次 $\gamma'$ 相尺寸,冷却速率越慢,二次 $\gamma'$ 相粗化越明显;冷速转折温度主导三次 $\gamma'$ 相析出行为,转折温度越高,三次 $\gamma'$ 相体积分数越大。 $\gamma'$ 相的尺寸分布特征及相对含量是调控材料800°C拉伸强度和延伸率的关键因素之一。

(4)在晶粒尺寸与固溶强化贡献基本一致的条件下,

FGH4113A 合金的强度塑性协同优化主要源于  $\gamma'$  相的尺寸分布调控。其中, 尺寸较大的二次  $\gamma'$  相通过促进位错绕过机制, 增强应变硬化能力; 而弥散分布的三次  $\gamma'$  相则通过位错切割机制, 补偿因二次  $\gamma'$  相粗化所造成的强

度损失。冷却工艺所引起的晶粒取向与局部应变差异对力学性能的影响相对有限,  $\gamma'$  相的协同强化行为是性能优化的主导因素。

#### 参考文献 Reference

- [1] Huang Boyun (黄伯云), Wei Weifeng (韦伟峰), Li Songlin (李松林) *et al.* 现代粉末冶金材料与技术进展[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* (中国有色金属学报), 2019,29(9):1917-1933.
- [2] Jia C, Ge C, Yan Q. Innovative technologies for powder metallurgy-based disk superalloys: Progress and proposal[J]. *Chin. Phys. B*, 2016,25(2):26103.
- [3] Yang L, Ren X, Ge C *et al.* Status and development of powder metallurgy nickel-based disk superalloys[J]. *International Journal of Materials Research*, 2019, 110(10): 901-910.
- [4] Zhang Yiwen (张义文), Liu Jiantao (刘建涛), Jia Jian (贾建) *et al.* 欧美第四代粉末高温合金研究进展[J]. *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业), 2022,32(1):1-14.
- [5] Wang Zhicheng (王志成), Wang Hao (王浩), Huang Hailiang (黄海亮) *et al.* Ta 含量对高性能镍基粉末高温合金高温拉伸性能的影响[J]. *Chinese Journal of Materials Research*. 材料研究学报, 2019,33(5):332-337.
- [6] Bai J M, Xing P Y, Zhang H P *et al.* Effect of tantalum on the microstructure stability of PM Ni-base superalloys[J]. *Materials Characterization*, 2021, 179: 111326.
- [7] Smith T M, Zarkevich N A, Egan A J *et al.* Utilizing local phase transformation strengthening for nickel-base superalloys[J]. *Communications Materials*, 2021, 2(1): 106.
- [8] Dada M, Popoola P, Mathe N. Recent advances of high entropy alloys for aerospace applications:a review[J]. *World journal of engineering*, 2023,20(1):43-74.
- [9] Cheng Junyi (程俊义), Liu Zhaofeng (刘朝峰), Ma Xiangdong (马向东) *et al.* 一种新型镍基粉末高温合金涡轮盘的双性能热处理工艺研究[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*. 稀有金属材料与工程, 2024, 53(9): 2614-2623.
- [10] Wang Lei (王磊), Liu Mengya (刘梦雅), Liu Yang (刘杨) *et al.* 镍基高温合金表面冲击强化机制及应用研究进展[J]. *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报), 2023,59(9):1173-1189.
- [11] Ye X, Yang B, Liu J *et al.* Correlation between Microstructure and Mechanical Properties of Heat-Treated Novel Powder Metallurgy Superalloy[J]. *Materials*, 2022, 15(13): 4524.
- [12] Gudivada G, Pandey A K. Recent developments in nickel-based superalloys for gas turbine applications: Review[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, 963: 171128.
- [13] Cheng J, Xiong J, Long A, *et al.* Influence of Hot Deformation Temperature on Grain Size and  $\gamma'$  Phase in U720Li Alloy After Sub-Solvus Heat Treatment[J]. *Metals*, 2025,15(4):409.
- [14] Zhang Guoqing (张国庆), Zhang Yiwen (张义文), Zheng Liang (郑亮) *et al.* 航空发动机用粉末高温合金及制备技术研究进展[J]. *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报), 2019, 55(9): 1133-1144.
- [15] Goodfellow A J. Strengthening mechanisms in polycrystalline nickel-based superalloys[J]. *Material Science and Technology*, 2018, 34(15): 1793-1808.

- [16] Smith T, Unocic R, Deutchman H *et al.* Creep deformation mechanism mapping in nickel base disk superalloys[J]. *Materials at High Temperature*, 2016, 33(4-5): 372-383.
- [17] Li W, Ma J, Kou H *et al.* Modeling the effect of temperature on the yield strength of precipitation strengthening Ni-base superalloys[J]. *International Journal of Plasticity*, 2019, 116: 143-158.
- [18] Deng W, Zhang D, Wu H *et al.* Prediction of yield strength in a polycrystalline nickel base superalloy during interrupt cooling[J]. *Scripta Materialia*, 2020, 183: 139-143.
- [19] Tian T, Hao Z, Ge C *et al.* Effects of stress and temperature on creep behavior of a new third-generation powder metallurgy superalloy FGH100L[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2020, 776: 139007.
- [20] Meyers M A, Mishra A, Benson D J. Mechanical properties of nanocrystalline materials[J]. *Progress in Materials Science*, 2006, 51: 427-556.
- [21] Cheng Z, Zhou H, Lu Q, *et al.* Extra strengthening and work hardening in gradient nanotwinned metals[J]. *Science*, 2018, 362(6414): 559.
- [22] Ma E, Zhu T. Towards strength-ductility synergy through the design of heterogeneous nanostructures in metals[J]. *Materials Today*, 2017, 20(6): 323-331.
- [23] Ma E (马恩), Liu Chang (刘畅). 如何使合金兼具高强度与高塑性[J/OL]. *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报), 2025, 1-24. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/21.1139.TG.20250114.0954.004.html> .
- [24] Ding Yutian (丁雨田), Zhang Xia (张霞), Gao Yubi (高钰璧) *et al.* “ $\gamma$ 相+孪晶”复合结构对高温合金强度及塑性的影响[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*. 稀有金属材料与工程, 2022, 51(10): 3732-3742.
- [25] Zheng X, Lu H, Dai W *et al.* Designing an ultrahigh-strength and ductile Ni-based alloy with a partially recrystallized structure[J]. *J Mater Sci*, 2024, 59: 7945-7959.
- [26] Zhang J, Shen Y, Xue W *et al.* Enhancing Strength and Ductility of a Ni-26.6Co-18.4Cr-4.1Mo-2.3Al-0.3Ti-5.4Nb Alloy via Nanosized Precipitations, Stacking Faults, and Nanotwins[J]. *nanomaterials*, 2024, 14(15): 1296.
- [27] Cheng Junyi (程俊义), Zhu Lihua (朱立华), Xiao Lei (肖磊) *et al.* 一种新型第三代镍基粉末高温合金的微观组织及其力学性能[J]. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程), 2022, 51(4): 1478-1487.
- [28] Yang Le (杨乐), Li XiuYan (李秀艳), Lu Ke (卢柯). 材料素化：概念、原理及应用[J]. *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报), 2017, 53(11): 1413-1417.
- [29] Bi Zhongnan (毕中南), Qin Hailong (秦海龙), Dong Zhiguo (董志国) *et al.* 高温合金盘锻件制备过程残余应力的演化规律及机制[J]. *Acta Metallurgica Sinica* 金属学报, 2019, 55(9): 1160-1174.
- [30] Wei D, Wang L, Zhang Y *et al.* Metalloid substitution elevates simultaneously the strength and ductility of face-centered-cubic high-entropy alloys[J]. *Acta Materialia*, 2022, 225: 117571.
- [31] Wang X, Ding Y, Gao Y *et al.* Effect of grain refinement and twin structure on the strength and ductility of Inconel 625 alloy[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2021, 823: 141739.
- [32] Guan X J, Shi F, Ji H M *et al.* A possibility to synchronously improve the high-temperature strength and ductility in face-centered cubic metals through grain boundary engineering[J]. *Scripta Materialia*, 2020, 187: 216-220.
- [33] Zhang Y, Quan G, Zhao J *et al.* A Review on Controlling Grain Boundary Character Distribution during Twinning-Related Grain Boundary Engineering of Face-Centered Cubic Materials[J]. *Materials*, 2023, 16(13): 4562.
- [34] Zhu Y, Cao Y, He Q, *et al.* Machine learning neural-

- network identification for dynamic recrystallization grains during hot deformation of nickel-based superalloy[J]. *Materials Characterization*, 2022, 191: 112108.
- [35] Jia D, Sun W R, Xu D S, et al. Abnormal dynamic recrystallization behavior of a nickel based superalloy during hot deformation[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 787:196-205.
- [36] Najafkhani F, Kheiri S, Pourbahari B, et al. Recent advances in the kinetics of normal/abnormal grain growth: a review[J]. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 2021, 21(1): 29.
- [37] Liu Z, Cheng J, Wang C *et al.* Quantitative Microstructure Prediction of Powder High-Temperature Alloy during Solution Heat Treatment and Its Validation[J]. *Metals*, 2024(14): 769.
- [38] Huang H, Zhang H, Hu B, et al. Study on  $\gamma'$  precipitation behavior in a nickel-based PM superalloy during interrupted continuous cooling[J]. *Intermetallics*, 2020, 116:106659.
- [39] Galindo-Nava E I, Connor L D, Rae C M F. On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal  $\gamma'$  Nickel-base superalloys[J]. *Acta Materialia*, 2015, 98: 377-390.
- [40] Liu Zhaofeng (刘朝峰), Cheng Junyi (程俊义), Ma Xiangdong (马向东) *et al.* 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[J]. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程), 2024, 53(3): 765-777.
- [41] Li W, Ma J, Kou H *et al.* Modeling the effect of temperature on the yield strength of precipitation strengthening Ni-base superalloys[J]. *International Journal of Plasticity*, 2019, 116:143-158.

## The Effect of Precision Controlled Cooling Heat Treatment on the High-Temperature Ductility of Third-Generation Powder Metallurgy Superalloys for Turbine Disks

Junyi Cheng<sup>1,2</sup>, Chunling Zhao<sup>3</sup>, Zhaofeng Liu<sup>2</sup>, Xiangdong Ma<sup>2</sup>, Lei Xiao<sup>2</sup>, Jianzheng Guo<sup>1,2\*</sup>, Ganjiang Feng<sup>1,2</sup>

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

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

3. China aviation industry Corporation Hunan Power Mechanical Research Institute, Zhuzhou 412002

### Abstract:

This study investigates the powder metallurgy superalloy FGH4113A, focusing on the design and implementation of precisely controlled cooling during the solid solution state. It examines the influence of different cooling paths on microstructural evolution and tensile properties at 800°C. The results demonstrate that the cooling path significantly affects the strength-ductility synergy. Employing a conventional continuous cooling rate of 150°C/min resulted in yield strength of  $920 \pm 7$  MPa,

an ultimate tensile strength of  $1079 \pm 9$  MPa, and an elongation of  $13 \pm 3\%$ . In contrast, a two-stage cooling process (CP2), combining an initial slow cooling ( $44\sim 75^\circ\text{C}/\text{min}$ ) with a subsequent fast cooling ( $459\sim 594^\circ\text{C}/\text{min}$ ), enhanced the yield and ultimate tensile strengths to  $978 \pm 7$  MPa and  $1112 \pm 5$  MPa, respectively, while also improving the elongation to  $15 \pm 1\%$ . Further optimization of the process parameters to an initial cooling rate of  $48\sim 65^\circ\text{C}/\text{min}$  followed by a second-stage rate of  $275\sim 326^\circ\text{C}/\text{min}$  (CP3) achieved an elongation of  $18.5 \pm 1\%$  while maintaining high strength levels (yield strength:  $975 \pm 10$  MPa, ultimate tensile strength:  $1108 \pm 6$  MPa). Microstructural characterization revealed that the staged cooling strategy, which promotes dislocation recovery through high-temperature slow cooling and subsequently freezes the low-defect structure through medium-temperature fast cooling, effectively produces grain structures with low orientation spread and low dislocation density. Furthermore, analysis of  $\gamma'$  precipitation behavior indicated that the primary cooling rate governs the size of secondary  $\gamma'$  precipitates, while the cooling transition temperature regulates the volume fraction of tertiary  $\gamma'$  precipitates. The secondary cooling rate influences the size of the tertiary  $\gamma'$  precipitates. Through this multiscale cooperative distribution of  $\gamma'$  precipitates, moderately sized secondary  $\gamma'$  precipitates enhance strain hardening capacity by promoting the Orowan bypass mechanism, while the finely dispersed tertiary  $\gamma'$  precipitates compensate for the strength loss associated with coarsened secondary  $\gamma'$  precipitates through shearing mechanism. This work demonstrates that precisely controlled staged cooling is an effective pathway for synergistically optimizing the  $800^\circ\text{C}$  strength and ductility of FGH4113A superalloy without altering its chemical composition, providing both a theoretical basis and practical guidance for the heat treatment design of this alloy.

**Keywords:** Nickel-based superalloy; heat treatment; high temperature ductility ;