

镍基高温合金粉末的室温吸氧特性与高温氧化行为

钟伟杰¹, 焦东玲¹, 刘仲武¹, 许文勇², 刘娜², 李周², 张国庆²

(1. 华南理工大学 材料科学与工程学院, 广东 广州 510640)

(2. 中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095)

摘要: 研究了不同粒径镍基高温合金粉末的球形度、比表面积、氧含量、表面氧状态和高温氧化特征, 总结了粉末在室温下的吸氧特性与高温氧化行为。将氩气雾化粉末筛分为小于 30、30~49、50~60、61~73 和 74~105 μm 等不同粒度。发现粒径为 61~73 μm 的粉末平均球形度最低, 比表面积最小, 且氧含量最低; 粒径为 30~49 μm 的粉末球形度最高, 比表面积最大; 但粒径小于 30 μm 的粉末氧含量最高。粉末在 950 $^{\circ}\text{C}$ 高温氧化的过程可分为 2 个阶段: 氧化初期 (0~12 h), 粉末表面形成致密的 NiO 、 Cr_2O_3 和 TiO_2 混合氧化层; 氧化后期 (大于 12 h), 混合氧化层脱落, 抗氧化性失效。氧化 24 h 后氧化层明显脱落并暴露基体, 抗氧化性彻底失效。高温暴露 100 h 后, 粉末已氧化为 NiO , 表面无明显层状氧化物。

关键词: 镍基高温合金; 粉末; 比表面积; 氧含量; 高温氧化

中图分类号: TG132.3+3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)07-1985-07

粉末冶金镍基高温合金具有优秀的抗氧化性和抗腐蚀性, 在较高温度下能表现出良好的组织稳定性, 主要被用于制造航空发动机、工业燃气轮机的关键热端部件^[1]。因为粉末质量直接决定粉末制件的质量与性能, 航空发动机涡轮盘首先要求高纯净的镍基高温合金粉末^[2]。但在粉末制备和后续处理过程中, 高温合金粉末会不可避免地发生氧化, 在粉末表面形成氧化物。在热成型过程中容易在粉末原始颗粒边界 (PPB) 处析出第二相颗粒, 如氧化物、碳化物等^[3]。第二相颗粒容易造成孔洞和应力集中, 影响粉末颗粒之间的冶金结合, 诱发裂纹的萌生和扩展, 最终严重影响合金的力学性能^[4]。因此, 高温合金粉末抗氧化性能也越来越受到研究人员的关注。

不少学者对粉末颗粒的氧化特征进行了探讨。高正江等^[5]研究了镍基高温合金粉末粒度和氧含量之间的关系, 发现粉末粒度降低时, 颗粒比表面积增大, 粉末氧含量升高。刘娜等^[6]研究了氩气雾化镍基高温合金粉末的表面形貌与氧含量之间的关系, 发现有卫星式粘黏的粉末氧含量比光滑粉末要高。前者主要在表面形成纳米氧化层, 后者的表面氧含量主要来自于氧的物理吸附。为保证后续成型部件遗传组织的冶金质量, 也有学者对粉末表面状态和气体脱吸附过程进

行了深入研究。Zhang 等人^[7]发现高温合金原始粉末表面存在 $\text{NiO}/\text{Ni}(\text{OH})_2$ 纳米级氧化层, 颗粒尺寸越小, 氧化层也越薄。还研究了合金粉末的气体脱吸附行为, 发现活泼元素 (Al、Ti) 含量增加和粉末粒度减小会导致气体脱附量明显升高。许文勇等^[8]研究了温度对镍基高温合金粉末氧化行为的影响, 发现合金粉末在 150 $^{\circ}\text{C}$ 下氧含量增加不明显, 当温度达到 250 $^{\circ}\text{C}$ 时粉末表面已完全氧化, 主要由 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 、 Cr_2O_3 和 TiO_2 组成。氧含量、比表面积、粒度和球形度作为合金粉末的重要特性, 研究者们探索了两两之间的变化关系, 但没有对不同粒度粉末氧含量产生变化的实质原因作进一步诠释。另外, 学者们对于高温合金粉末的研究主要集中在中低温阶段^[9-11], 目的是研究在室温下合金粉末表面固有存在的氧化层组成和表面吸附气体的脱吸附过程, 对于合金粉末的本征高温氧化行为的研究却鲜有报道。高温氧化行为的研究大多聚焦于合金块体^[12-16], 但往往只能从最终结果推测合金块体氧化层的形成过程。由于合金粉末的组织具有遗传性, 对合金粉末的本征高温氧化行为研究可以为合金块体氧化过程的推测提供有力的实验依据。

本工作研究了氩气雾化镍基高温合金粉末球形度、比表面积、氧含量和表面氧状态之间的关系, 分

收稿日期: 2023-07-16

基金项目: 国家重点研发计划 (2021YFB3704000)

作者简介: 钟伟杰, 男, 1992 年生, 博士, 华南理工大学材料科学与工程学院, 广东 广州 510640, 电话: 020-22236906, E-mail: msweijiezhong@mail.scut.edu.cn

析了合金粉末在室温下的吸氧特性, 并且探索了粉末在 950 °C 等温氧化动力学规律及氧化膜组成, 总结了粉末的高温氧化特征, 为高温合金粉末应用设计提供参考依据。

1 实验

实验材料为氩气雾化镍基高温合金粉末, 主要成分(质量分数)为: 12%~18% Cr, 10%~14% Co, 2%~6% W, 2%~6% Mo, 2%~6% Ti, 2%~6% Al, 余量 Ni。经机械筛分后, 获得以下粒径范围的合金粉末: 小于 30、30~49、50~60、61~73 和 74~105 μm 。利用 Quanta 200 扫描电子显微镜 (SEM) 表征粉末的微观形貌, 并利用 Image Pro Plus 6.0 软件的图像识别与测量功能对低倍 SEM 图像中的大量合金粉末的周长 L 和面积 A 进行当量直径计算, 根据公式得出粉末球形度 Q 。粉末氧含量根据 YS/T 539.13-2009 标准, 采用 ONH 836 氧氮氢分析仪测得。粉末比表面积根据 GB/T 19587-2004 标准, 采用 ASAP 2020 全自动比表面及孔隙度分析仪 (BET) 测得。采用 AXIS Ultra DLD X 射线光电子能谱仪 (XPS) 表征了粉末表面化学态。在高温氧化实验中, 选用粒径为 30~49 μm 的粉末, 在 950 °C 马弗炉中保温 0.5、1、3、6、12、24、50 和 100 h 后取出并记录氧化前后的粉末质量。采用 X'Pert Pro MPD X 射线衍射仪 (XRD) 表征了氧化不同时间的粉末物相。采用 OXFORD X-MaxN 能谱仪表征合金粉末表面氧化层成分与元素分布。

2 结果与讨论

2.1 高温合金粉末的微观形貌与球形度

粉末的球形度直接影响粉末的流动性和堆积性

能, 因此球形度是粉末结构表征的重要参数^[17-18]。通过 SEM 获取了不同粒径各 50 颗镍基高温合金粉末的微观形貌, 图 1a~1e 为典型颗粒形貌。利用 Image Pro Plus 6.0 软件的计数与测量功能, 将粉末颗粒 SEM 图导入软件中进行筛选并测量。粉末的球形度 Q 定义为颗粒的面积等效直径 d_a 与颗粒周长等效直径 d_l 之比, 即 $Q=d_a/d_l$ 。其中, d_a 通过测量颗粒的面积 A , 并由 $A=\pi d_a^2$ 获得; d_l 通过测量颗粒的周长 L , 并由 $L=2\pi d_l$ 获得。将各粒径粉末颗粒划分后统计出的球形度系数描绘散点图, 如图 1f~1j 所示。球形度越接近 1, 表示其球形度越好, 以蓝色表示; 球形度数值越小, 粉末的球形度越差, 颜色过渡为红色。

图 2 统计出了图 1f~1j 中各粒径粉末的平均球形度系数与标准差。所有氩气雾化粉末的球形度较高, 球形度均在 0.9843 以上。粉末粒径对粉末球形度有显著影响, 但球形度并非随着粒径降低呈单调递增的趋势。粒径为 61~73 μm 时, 粉末的平均球形度最低, 仅为 0.9843, 标准差为 0.0159, 表明该粒度下的粉末颗粒形状波动较大。结合图 1b 可发现, 此粒径下的粉末颗粒表面存在较大颗粒的卫星式粘黏, 且异型粉数量较多, 导致该粒径球形度的下降。而粒径为 74~105 μm 的粉末表面也有大量卫星式粘黏, 但以小颗粒的粘黏为主, 对粉末球形度影响较小。粒径为 30~49 μm 的粉末球形度最高, 可达 0.9946, 标准差仅为 0.006。结合图 1d, 此粒径下的粉末表面整洁, 卫星粉及包覆粉数量较少, 球形度系数最接近 1, 且波动范围较小。由图 1e, 粒径小于 30 μm 的粉末表面光洁度较好, 也没有明显的卫星粉, 但平均球形度并非最高。这是由于小颗粒在雾化时容易发生刚性碰撞而造成凹陷等变形现象^[19]。

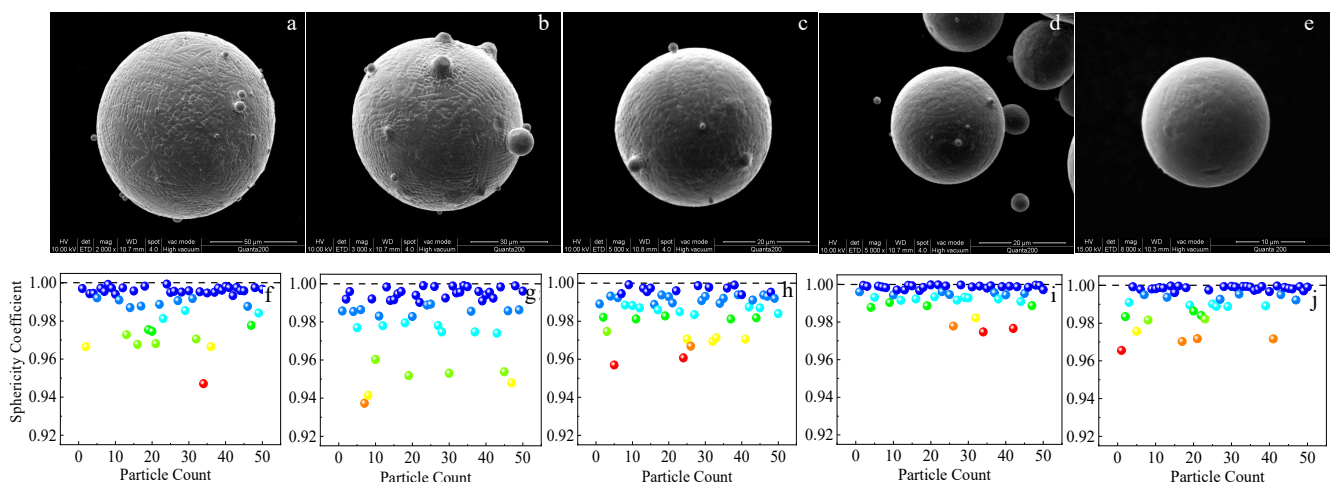


图 1 各粒度镍基高温合金粉末的微观形貌和球形度系数分布图

Fig.1 Microstructure (a-e) and sphericity coefficient distributions (f-j) of nickel-based superalloy powder with different particle sizes: (a, f) 74-105 μm ; (b, g) 61-73 μm ; (c, h) 50-60 μm ; (d, i) 30-49 μm ; (e, j) <30 μm

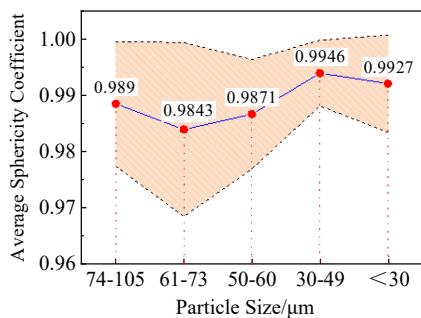


图 2 各粒度镍基高温合金粉末的平均球形度系数与标准差

Fig.2 Average sphericity coefficient and standard deviation of nickel-based superalloy powder with different particle sizes

2.2 高温合金粉末的室温吸氧特性

在室温下测量了空气中放置的不同粒径镍基高温合金粉末的比表面积与氧含量, 如图 3 所示。未筛分粉末的比表面积比各粒径粉末的比表面积都大。合金粉末比表面积随着粉末粒径的变化规律与图 2 中的平均球形度的变化规律一致。当粒径为 61~73 μm 时, 粉末比表面积最低, 仅为 0.0003 m^2/g 。这是由于该粒径下粉末球形度最低, 粉末异形率高, 粉末颗粒之间容易发生大颗粒粘黏。当粒径为 30~49 μm 时, 粉末比表面积最高, 为 0.0377 m^2/g 。这是由于该粒径下粉末颗粒表面整洁, 球形度系数也最接近 1。粒径大于 30 μm 的粉末氧含量随粉末粒径的变化趋势与比表面积的变化规律一致。图 3 还表明, 比表面积越大, 氧含量越高。粒径为 61~73 μm 的合金粉末氧含量最低, 仅为 75 $\mu\text{g}/\text{g}$, 粒径为 30~49 μm 的合金粉末氧含量可达到 170 $\mu\text{g}/\text{g}$ 。而粒径小于 30 μm 的合金粉末氧含量变化与比表面积变化相反, 比表面积下降时粉末氧含量却升高至 280 $\mu\text{g}/\text{g}$, 说明比表面积不是影响氧含量的唯一因素。

采用 XPS 对 5 种粒径的镍基高温合金粉末表面化学态进行表征, 图 4 为氧图谱。各粒径粉末表面 531.7 eV 附近的峰强最高, 说明氧元素主要以表面氧的形式存在, 包括表面吸附氧离子 $\text{O}_{(\text{Surf})}^-$ 和表面晶格氧离子 $\text{O}_{(\text{Surf})}^{2-}$ 。表面氧的存在说明粉末表面具备了气相氧进入晶格的条件。由于粉末中的合金元素均具有较强的氧亲和力, 因此即使在室温下也会在粉末表面发生氧化反应。在 529.7 eV 附近也出现了较强的体晶格氧峰 $\text{O}_{(\text{Bulk})}^{2-}$, 表明原始的高温合金粉末表面可能已经存在种类繁多的氧化物, 如 NiO 、 Cr_2O_3 、 Co_3O_4 、 Ti_2O_3 、 MoO_2 、 MoO_3 、 WO_2 、 WO_3 、 Nb_2O_5 和 Al_2O_3 。

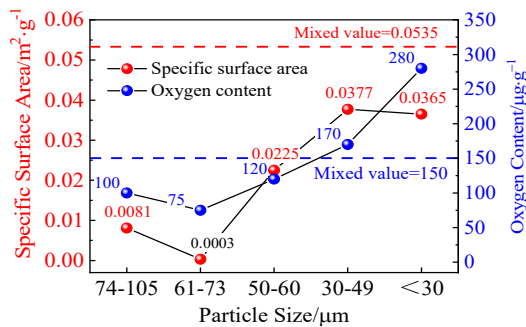


图 3 各粒度镍基高温合金粉末的比表面积与氧含量

Fig.3 Specific surface area and oxygen content of nickel-based superalloy powder with different particle sizes

图 4d 与图 4e 中粒径 30~49 μm 和小于 30 μm 的粉末表面出现吸附氧峰, 分别对应 533.5 与 533.4 eV, 表明在空气下暴露, 细粉表面已经发生了充分的氧化反应, 而且在表面吸附着富余的氧气分子, 这就是粒径小于 30 μm 的粉末氧含量显著升高的原因。而粒径大于 50 μm 的粗粉表面只存在表面氧峰和体晶格氧峰 (图 4a~4c 中绿色峰与红色峰), 表明粗粉表面的氧化反应仍在进行中, 没有富余的氧气分子吸附在粉末表面, 氧含量主要受比表面积的影响。

2.3 高温合金粉末的高温氧化行为

选用球形度最高的粒径为 30~49 μm 的镍基高温合金粉末在静态空气中进行高温氧化实验, 实验过程中无氧化皮损失。

图 5 为合金粉末在 950 $^{\circ}\text{C}$ 下的等温氧化动力学曲线。由于粉末堆积面积难以精确测量, 采用增重率作为衡量氧化反应速率快慢的判定依据。根据氧化速率的快慢, 可以将氧化 100 h 的整个过程分为 2 个阶段: 氧化初期与氧化后期, 如图 5 所示。在氧化初期, 粉末的氧化速率很快, 氧化 6 h 后粉末增重 16.61%。随后氧化速率变缓, 在氧化 12 h 后粉末仅增重至 17.94%。在氧化后期, 氧化速率开始逐渐升高, 氧化 100 h 后粉末增重 27.37%。动力学曲线的变化表明, 在氧化初期可能形成了连续致密的氧化层, 防止了粉末快速氧化, 在氧化后期氧化层发生破坏而导致粉末氧化速率升高。

图 6 为粉末在 950 $^{\circ}\text{C}$ 下等温氧化不同时间后的 XRD 图谱, 结果表明, 原始的合金粉末存在主相 $\gamma\text{-Ni}$ 与强化相 $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, 也存在少量 NiO 。等温氧化过程中形成的氧化物主要为 NiO 、 Cr_2O_3 和 TiO_2 。氧化 12 h 后粉末表面的 $\gamma\text{-Ni}$ 峰位消失, 氧化至 24 h 后峰位重新出现。

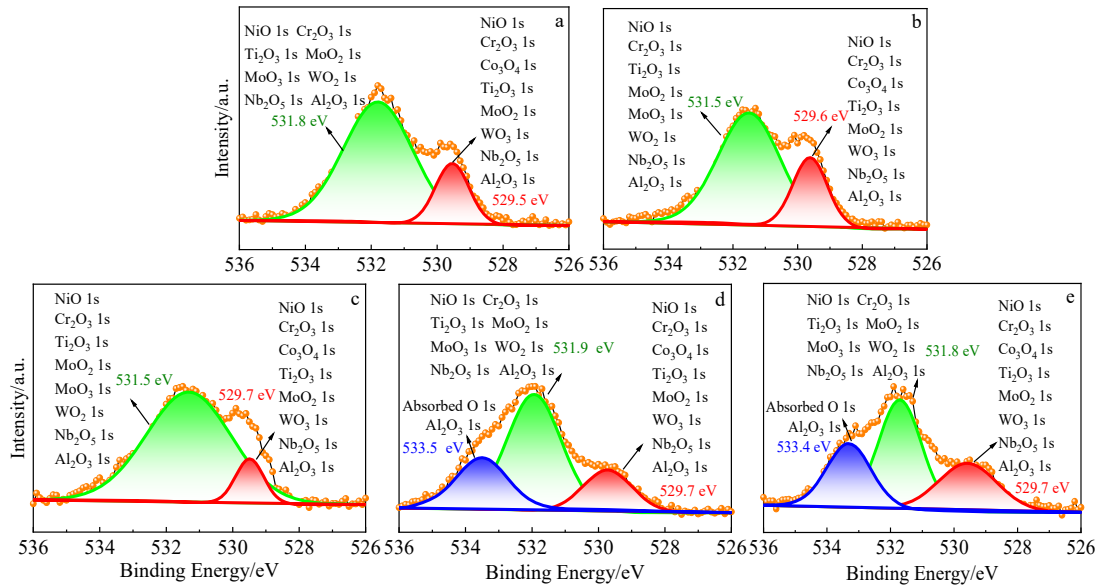


图 4 各粒度镍基高温合金粉末的表面氧图谱

Fig.4 XPS spectra of surface oxygen of nickel-based superalloy powder with different particle sizes: (a) 74-105 μm , (b) 61-73 μm , (c) 50-60 μm , (d) 30-49 μm , and (e) <30 μm

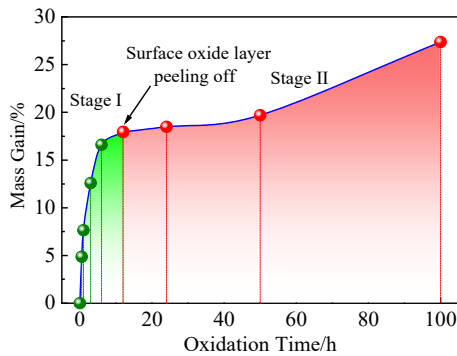
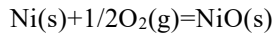


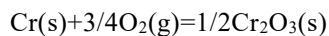
图 5 镍基高温合金粉末在 950 °C 下的等温氧化动力学曲线

Fig.5 Isothermal oxidation kinetics curve of nickel-based superalloy powder at 950 °C

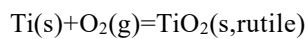
通过热力学计算了 Ni、Cr 和 Ti 这 3 种合金元素氧化过程中的吉布斯自由能，如下式^[20]：



$$\Delta G^0 = -232450 + 83.59(T + 273.15), T \in (25, 1453) \text{ } ^\circ\text{C} \quad (1)$$



$$\Delta G^0 = -555070 + 123.66(T + 273.15), T \in (900, 1650) \text{ } ^\circ\text{C} \quad (2)$$



$$\Delta G^0 = -941000 + 177.57(T + 273.15), T \in (25, 1670) \text{ } ^\circ\text{C} \quad (3)$$

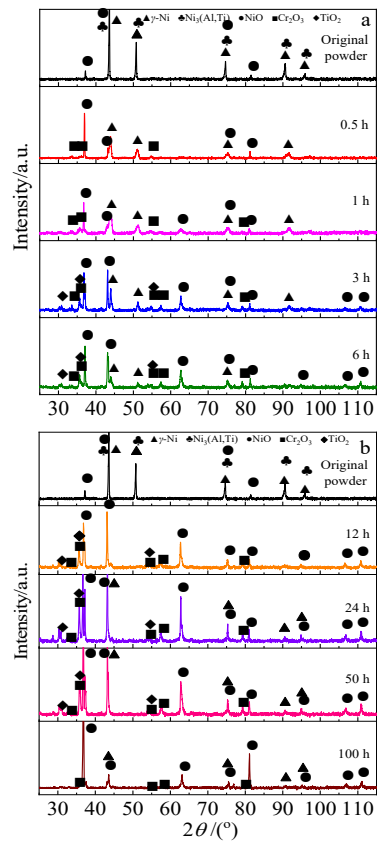


图 6 镍基高温合金粉末在 950 °C 下等温氧化不同时间的 XRD 图谱

Fig.6 XRD patterns of nickel-based superalloy powder under isothermal oxidation at 950 °C for different durations: (a) 0.5, 1, 3, and 6 h; (b) 12, 24, 50, and 100 h

图7为上述氧化反应的吉布斯自由能和温度之间的关系,结果表明,在950℃时3种合金元素的氧化反应都可能自发进行,吉布斯自由能的大小为 $\Delta G^0_{(\text{Ti})} < \Delta G^0_{(\text{Cr})} < \Delta G^0_{(\text{Ni})}$,反应趋势为 $\text{Ti} > \text{Cr} > \text{Ni}$ 。

图8为合金粉末在950℃氧化不同时间后的合金粉末微观形貌,图9为高倍SEM下观察到的粉末表面氧化层的形貌转变过程。结合图6中的XRD结果,可以分析合金粉末的高温氧化行为。原始的合金粉末无明显氧化层,如图1d所示。从氧化0.5 h开始,合金粉末表面已经被明显的氧化层包覆,如图8a。氧化初期,粉末表面形成的氧化层呈团簇状突起(图9a),根据XRD结果,主要为NiO与少量 Cr_2O_3 。随着氧化时间的增加,XRD图中逐渐出现 TiO_2 相,从图9b发现,氧化6 h后粉末表面已经包覆致密的NiO、 Cr_2O_3 和 TiO_2 混合氧化层。氧化12 h后,XRD图中基体主相 γ -Ni峰已消失,形成一定厚度的氧化层。但如图8e所示,此时混合氧化层已出现轻微脱落,图5结果表明氧化12 h后进入氧化后期。氧化24 h后,该混合氧化层出现明显的脱落并暴露基体,如图8f所示。此时XRD图中基体主相 γ -Ni峰重新出现,NiO峰强急剧升高,这是由于表层氧化层脱落后粉末内部被继续氧化,这也是图5中在24 h出现氧化速率拐点的原因。图9c表明,脱落的混合氧化层厚度约1.48 μm 。图10为氧化24 h后的粉末表面元素分布,证实脱落的混合氧化层确实富含Cr、Ti元素,暴露出的内部区域富含Ni、

Co、Al元素。这表明,混合氧化层出现脱落时(即氧化12 h),合金粉末的抗氧化性已经开始失效,氧化24 h后抗氧化性彻底失效。根据图8g,氧化50 h后粉末重新被氧化层包覆,但图5中氧化速率正在逐步提升,XRD也显示大量氧化物如NiO、 Cr_2O_3 、 TiO_2 和基体 γ -Ni并存,说明粉末内部亲氧合金元素大量往外扩散并氧化,但无法保护基体。图8h表明,合金粉末继续氧化至100 h时微观形貌已经发生剧烈变化,不再呈现球形而是粉末间互相粘结。而图9d表明,此时粉末基体已经被剧烈氧化,图6中的XRD结果显示此时粉末颗粒主要为NiO。

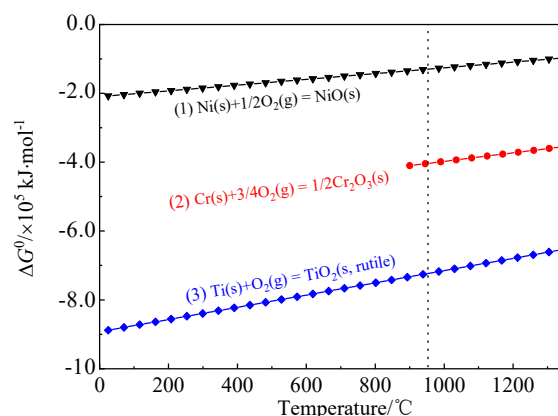


图7 镍基高温合金中Ni、Cr和Ti发生氧化反应的吉布斯自由能与温度之间的关系

Fig.7 Relationship between Gibbs free energy and temperature for oxidation reactions of Ni, Cr and Ti in nickel-based superalloy

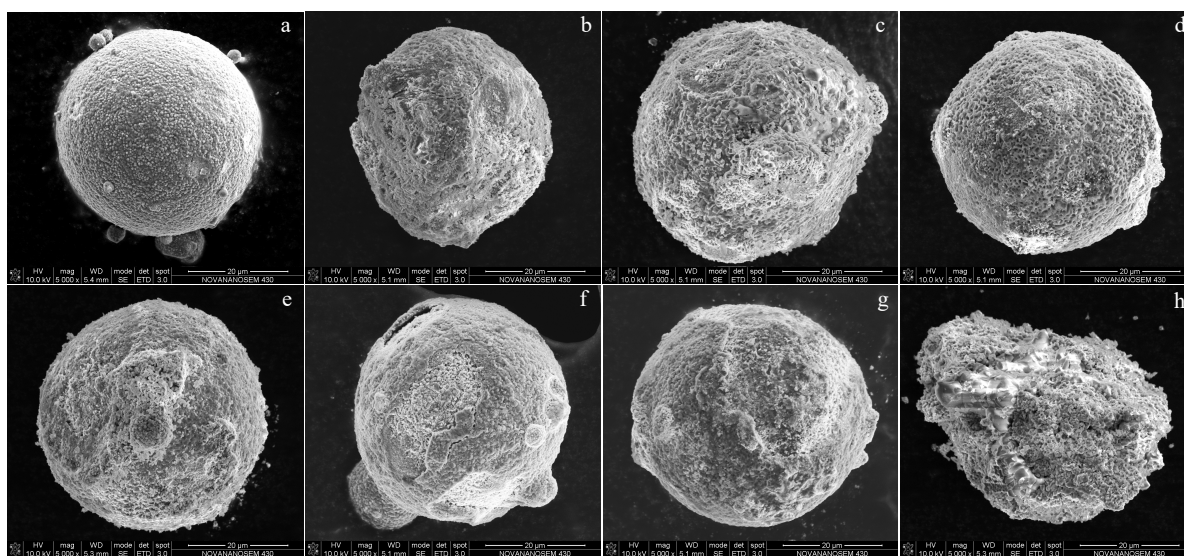


图8 镍基高温合金粉末在950℃下等温氧化不同时间的微观形貌

Fig.8 Microstructures of nickel-based superalloy powders under isothermal oxidation at 950 °C for different durations: (a) 0.5 h, (b) 1 h, (c) 3 h, (d) 6 h, (e) 12 h, (f) 24 h, (g) 50 h, and (h) 100 h

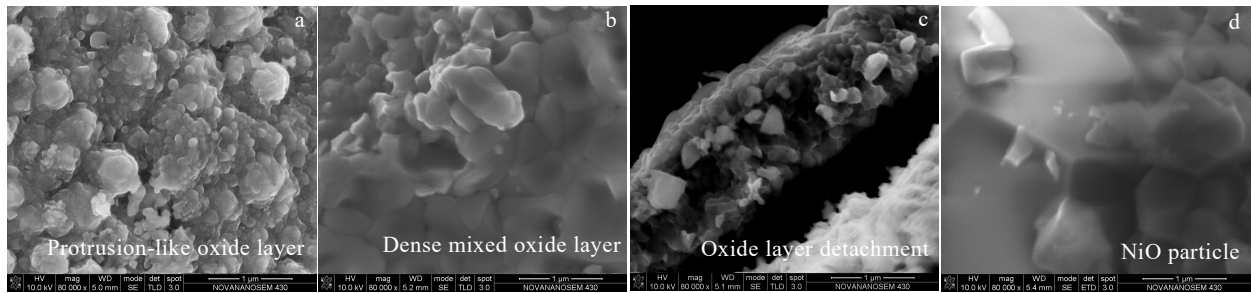


图 9 镍基高温合金粉末表面氧化层的形貌转变过程

Fig.9 Morphological transformation process of surface oxide layer of nickel-based superalloy powders: (a) 0.5 h, (b) 6 h, (c) 24 h, and (d) 100 h

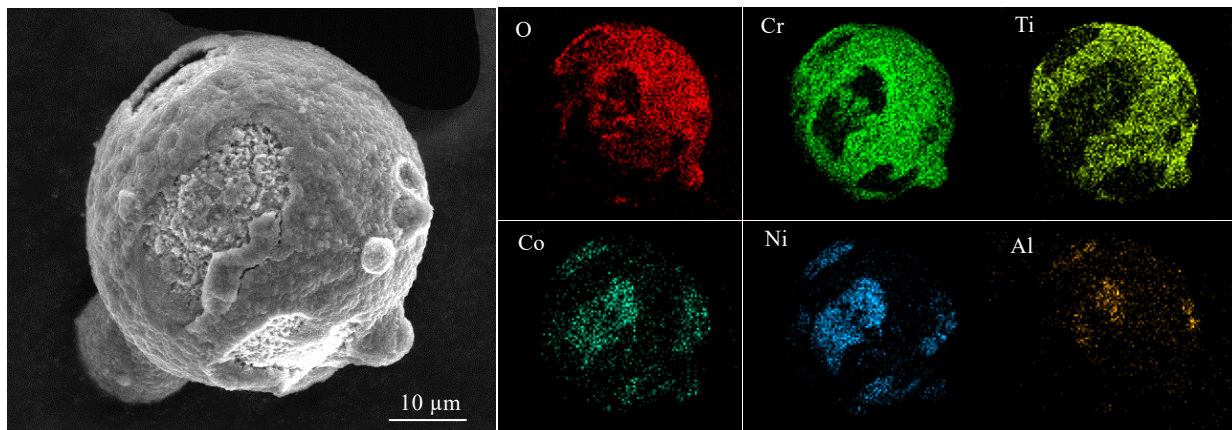


图 10 镍基高温合金粉末氧化 24 h 混合氧化层脱落后的元素分布

Fig.10 Microstructure and element distributions after mixed oxide layer peeling off in nickel-based superalloy powder oxidized for 24 h

3 结 论

1) 氩气雾化镍基高温合金粉末粒径对球形度有显著影响。粒径为 61~73 μm 的粉末平均球形度最低, 粒径为 30~49 μm 的粉末球形度最高。合金粉末比表面积-粒径与球形度-粒径的变化规律一致。粒径为 61~73 μm 的粉末比表面积最低, 而粒径为 30~49 μm 的粉末比表面积最大。

2) 室温下暴露在空气中, 各种粒径的粉末表面均形成了各种金属氧化物。粗粉(粒径>50 μm)的氧含量主要受比表面积的影响, 比表面积越大, 氧含量也越高。细粉(粒径<49 μm)的氧含量同时受比表面积和表面吸附氧的影响, 这导致粒径小于 30 μm 的粉末氧含量可高达 280 $\mu\text{g/g}$ 。

3) 镍基高温合金粉末在 950 $^{\circ}\text{C}$ 空气中等温氧化的过程可分为氧化初期(0~12 h)与氧化后期(>12 h) 2 个阶段。氧化初期前 6 h 氧化速率较快, 6 h 后粉末表面已经包覆了一层致密的 NiO、 Cr_2O_3 和 TiO_2 混合氧化层, 随后氧化速率降低。氧化 12 h 后混合氧化层开始脱落, 粉末抗氧化性开始失效, 氧化速率逐渐升

高。氧化 24 h 后混合氧化层明显脱落并暴露基体, 粉末抗氧化性彻底失效。高温暴露 100 h 后粉末表面已无明显层状氧化物, 粉末颗粒已氧化为 NiO。

参考文献 References

- [1] Zhang Lichong, Xu Wenyong, Li Zhou *et al.* *Materials Science Forum*[J], 2021, 6114: 143
- [2] Qu Zonghong, Zhang Pingxiang, Liang Shujin *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2020, 22(11): 2000534
- [3] Zhong Weijie, Jiao Dongling, Qiu Wanqi *et al.* *Metals*[J], 2022, 12(6): 972
- [4] He Tong, Tuo Jinghong, Li Zhihua *et al.* *Applied Mechanics and Materials*[J], 2015, 3843(744-746): 1382
- [5] Gao Zhengjiang(高正江), Zhang Guoqing(张国庆), Li Zhou(李周) *et al.* *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2012, 36(4): 665
- [6] Liu Na(刘娜), Li Zhou(李周), Zhang Guoqing(张国庆) *et al.* *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2011, 35(4): 481
- [7] Zhang Qiang, Zheng Liang, Yuan Hua *et al.* *Applied Surface*

- Science*[J], 2021, 556: 149793
- [8] Xu Wenyong(许文勇), Li Zhou(李 周), Liu Yufeng(刘玉峰) *et al. Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2020, 38(3): 192
- [9] Whitman C A, O'Flynn J T, Rayner A J *et al. Thermochimica Acta*[J], 2016, 638: 124
- [10] Bai Q, Lin J, Tian G *et al. Journal of Powder Metallurgy & Mining*[J], 2015, 4(1): 1000127
- [11] Zhang Lichong(张利冲), Xu Wenyong(许文勇), Li Zhou(李 周) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2020, 40(6): 1
- [12] Liu Yahui, Wu Yun, Wang Jun *et al. Applied Surface Science*[J], 2019, 479: 709
- [13] Hu Yebing, Gao Tieshan, Cheng Congqian *et al. Applied Surface Science*[J], 2019, 484: 209
- [14] Wei Xin(魏 鑫), Zhao Longhai(赵龙海), Tan Yi(谭 毅) *et al. Materials for Mechanical Engineering*(机械工程材料)[J], 2018, 42(5): 1
- [15] Liu C T, Ma J, Sun X F. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2010, 491(1-2): 522-526
- [16] Xu He(徐 鹤), Wang Yu(汪 煜), Liu Delin(刘德林) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2023, 51(4): 122
- [17] Nong Bizhong(农必重), Zhang Yazhou(张亚洲), Liu Zuming(刘祖铭) *et al. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2021, 26(6): 547
- [18] Song Meihui(宋美慧), Li Yan(李 岩), Zhang Yu(张 煜) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(2): 617
- [19] Hu Wenbo(胡文波), Jia Chengchang(贾成厂), Hu Benfu(胡本芙) *et al. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2011, 16(5): 671
- [20] Liang Yingjiao(梁英教), Che Mengchang(车萌昌). *Handbook of Thermodynamics of Inorganic Materials*(无机物热力学数据手册)[M]. Shenyang: Northeast University Press, 1993: 449

Oxygen Absorption Characteristics and High Temperature Oxidation Behavior of Nickel-Based Superalloy Powder

Zhong Weijie¹, Jiao Dongling¹, Liu Zhongwu¹, Xu Wenyong², Liu Na², Li Zhou², Zhang Guoqing²

(1. School of Materials Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

(2. Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: The sphericity, specific surface area, oxygen content, surface oxygen state and high temperature oxidation characteristics of nickel-based superalloy powders with various particle sizes were studied. The oxygen absorption characteristics of the alloy powder at room temperature and the oxidation characteristics at high temperature were obtained. The argon-atomized powder was sieved with sizes of <30, 30-49, 50-60, 61-73 and 74-105 μm . The results show that the powder with size of 61-73 μm has the lowest average sphericity, minimum specific surface area and lowest oxygen content. The powder with size of 30-49 μm has the highest average sphericity and specific surface area. However, the powder with size less than 30 μm has the highest oxygen content. The high-temperature oxidation process of powder at 950 $^{\circ}\text{C}$ can be defined as two stages: the initial stage of oxidation (0-12 h) and the later stage of oxidation (>12 h). At the initial stage of oxidation, a dense mixed oxide layer of NiO, Cr_2O_3 and TiO_2 is formed on the powder surface. After oxidation for 12 h, the mixed oxide layer peels off and the oxidation resistance begins to decrease. After oxidation for 24 h, the mixed oxide layer peels off obviously and exposes substrate, resulting in complete failure of oxidation resistance. After oxidation for 100 h, the powder is mainly oxidized into NiO without obvious oxide layer existing on the surface.

Key words: nickel-based superalloy; powder; specific surface area; oxygen content; high temperature oxidation

Corresponding author: Liu Zhongwu, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, P. R. China, Tel: 0086-20-22236906, E-mail: zwliu@scut.edu.cn