

GH3536 高温合金铸态组织特征及均匀化工艺的综合分析研究

刘悦, 江河, 姚志浩, 董建新

(北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘要: 本研究采用光学显微镜 (OM)、扫描电子显微镜 (SEM)、能谱分析 (EDS)、萃取相分析、XRD 以及热力学计算等多种表征方法研究了经真空感应熔炼+电渣重熔双联工艺生产的 GH3536 合金电渣锭的铸态组织特征, 并结合均匀化热处理后组织演变及热压缩模拟实验结果进一步综合分析确定了该合金适宜的均匀化工艺。结果表明, 合金内的主要偏析元素是 Mo 元素; 电渣锭中除奥氏体基体外, 还存在富 Cr 元素的 $M_{23}C_6$ 和富 Mo 元素的 M_6C 两种碳化物。经过 1180°C/48 h 的均匀化热处理后, 合金内大块析出相基本回溶, 元素偏析显著消除, 均匀化后的合金呈现出良好的热塑性。

关键词: 高温合金; 铸态组织; 均匀化

中图法分类号: TG146.1+5;TG27

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X

1 引言

GH3536 合金^[1-3]是一种固溶强化型镍基高温合金, 通过添加 Cr、Mo 等元素使其具备优异的综合力学性能及良好的抗氧化和耐腐蚀性, 被广泛应用于航空发动机、燃气轮机叶片以及核工业高温结构件等热端部件。^[4-5]均匀化处理作为合金热加工流程中的关键工序, 通过消除铸态偏析、提高合金塑性, 直接影响合金的热变形行为和后续的冷变形工艺。^[6]因此, 通过开展合理的均匀化热处理工艺消除铸态组织中的成分偏析并对合金内部析出相进行调控, 获得组织均匀的合金铸锭, 是提升 GH3536 合金综合性能的关键环节。

GH3536 合金超薄带是制造燃烧室部件和密封蜂窝结构的关键材料^[7-8], 国内外的研究重点集中在 GH3536 合金的变形行为和退火工艺上。比如, M.Aghaie-Khafri 等^[9]研究了 Hastelloy X 合金在热变形过程中的成形行为和可加工性。利用热压缩实验分析了 900~1150°C 以及应变速率 0.001 至 0.5s⁻¹ 的热变形行为, 基于获得的流应力数据作为压缩中温度和应变率的函数, 开发了热加工的功率耗散图和不稳定性图。贾崇林等^[10]研究了 GH3536 高温合金带材的力学性能和变形织构, 研究了冷轧变形在 12.5%至 60%之间变形对机械性能、织构形成以及微观组织演变的影响。提出了在 25%和 37.5%之间优化的冷轧变形加工参数, 以获得 GH3536 合金带材的优异成形性和冷加工性。于广娜等^[11]研究了重复固溶处理对 GH3536 合金板材组织和性能的影响, 认为重复固溶处理会使晶粒长大, 室温拉伸性能降低, 但对高温拉伸性

能的影响较小, 同时重复固溶处理可改善板材的持久性能和弯曲振动疲劳性能。耿硕等^[12]研究了均匀化处理对 SLM 成型 GH3536 合金组织和性能的影响, 发现经过均匀化处理后合金的熔池和熔道形貌消失, 晶粒转为等轴晶且出现孪晶组织, 显微硬度下降。

虽然针对薄带材 GH3536 合金的相关工艺控制方面和 SLM 成型 GH3536 合金均匀化工艺已经有了一定的报道, 但对 GH3536 合金的铸态组织特征及其均匀化过程的元素偏析和组织演变行为仍缺乏系统性的研究报告。而铸态组织和均匀化工艺的影响程度是合金后续冷轧的初始输入组织, 其组织状态严重影响后续的质量控制水平。因此本文针对双联工艺生产的 GH3536 合金电渣锭进行研究, 分析其铸态组织特征、元素偏析和析出相, 并结合热压缩实验给出针对适合 GH3536 合金的均匀化工艺。

2 实验材料与方法

实验用 GH3536 合金由真空感应熔炼 (VIM) 和保护气氛电渣重熔 (ESR) 的双联工艺冶炼得到, VIM 采用带冒口的 $\Phi 250$ mm 钢锭模浇注而成, ESR 采用五元渣并浇注成 $\Phi 100$ mm 铸锭。成分如表 1 所示。从 $\Phi 110$ mm 电渣锭中切取 30 mm 厚的半圆进行均匀化实验研究。分别在铸锭心部、1/2 半径位置 (1/2R) 和边缘切取 10 mm×10 mm×9 mm 的方形试样进行原始铸态组织观察。

对铸锭不同部位的样品分别进行均匀化热处理实验, 均匀化温度为 1180、1200 和 1220°C, 保温时间为

收到初稿日期:

基金项目: 国家重大专项 (项目号 VI-0021-0137)

作者简介: 刘悦, 女, 2001 年生, 博士, 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083, E-mail:d202510207@xs.ustb.edu.cn

10、20、30、48 h, 均匀化处理后进行组织观察。

表1 GH3536 合金化学成分(质量分数, wt.%)

Table 1 Chemical compositions of GH3536 superalloy(wt.%)

C	Cr	Fe	Co	Mn	W	Mo	Ni
0.055	21.16	18.58	1.49	0.57	0.62	8.57	Bal.

将 1180°C/48 h 均匀化后的合金加工成 $\phi 10 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ 的圆柱试样, 在 Gleeble 3800 试验机上以 0.1 s^{-1} 的应变速率进行等温压缩以验证均匀化效果, 变形温度为 1080°C、1130°C、1180°C, 压缩量为 30%、50%。

试样经机械打磨抛光后, 使用 3 g $\text{CuCl}_2 + 20 \text{ ml HCl} + 30 \text{ ml C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液对合金表面侵蚀 60 s, 利用金相显微镜观察其金相组织, 测量枝晶间距; 利用扫描电子显微镜观察析出相形貌, 并利用 EDS 能谱仪分析微区成分对析出相进行鉴定。所有测量均采集 10 组样本, 并取平均值作为最终结果。

为进一步确定铸锭析出相成分, 在 1/2R 半径处切取 $\phi 10 \times 80 \text{ mm}$ 的样品并表面车光后, 进行萃取相分析实验。采用 10% (g/L) $\text{LiCl} + 40$ (g/L) 磺基水杨酸 + 5% (V/V) 甘油甲醇溶液, 电流密度 0.05 A/cm^2 , 电解温度 $0 \sim -5^\circ\text{C}$, 电解萃取碳化物相和 γ' 相以外的金属间相。将洗净干燥的电解残渣作为样品, 采用帕纳科 X'Pert MPD 衍射仪进行结构分析; 将滤膜和电解残渣放入聚四氟乙烯烧杯内加盐酸、硝酸和氢氟酸溶解后, 用水稀释至 100 ml 容量瓶中定容, 用 ICP-AES 测定各元素的含量。

3 实验结果与讨论

3.1 铸态组织特征及元素偏析

利用 Thermo-Calc 软件对该合金进行热力学平衡相图的计算, 如图 1 所示, 可以看出, 合金凝固区间为 $1315 \sim 1376^\circ\text{C}$, 主要析出相为 $M_6\text{C}$ 、 $M_{23}\text{C}_6$ 和 σ 相。其中, $M_{23}\text{C}_6$ 完全回溶的温度约为 930°C , $M_6\text{C}$ 碳化物的回溶温度约为 1190°C , 计算相图是基于热力学平衡态的结果, σ 相会在长期时效过程中析出^[13]。

图 2 为 GH3536 合金电渣锭的宏观组织形貌, 在铸锭的最外层是细晶区, 由随机取向的等轴晶组成; 然后是柱状晶区, 由平行于热流方向排列的柱状晶粒组成; 铸锭中心为等轴晶区, 由较粗大的随机取向等轴晶粒组成。

为进一步观察电渣锭组织特征, 在心部、1/2 半径和边缘处取样, 并观察金相组织, 如图 3 所示。可以看出, 这三个位置均为发达的枝晶组织, 并且枝晶间存在析出相。表 2 为不同部位一次枝晶和二次枝晶间距尺寸。其中, 心部、1/2 半径处的一次枝晶间距和二次枝晶间距均明显大于铸锭边缘的。由经典理论可知, 枝晶间距随冷却速率增大而减小。在合金电渣锭凝固过程中, 边缘处与水冷结晶壁接触, 冷却速度最大, 而 1/2R 处和心部冷却速度较小, 枝晶按照最快散热方向迅速发展。

枝晶的存在会导致合金内部的化学成分不均匀分布, 从而影响合金的力学性能和热加工性能, 所以需要通

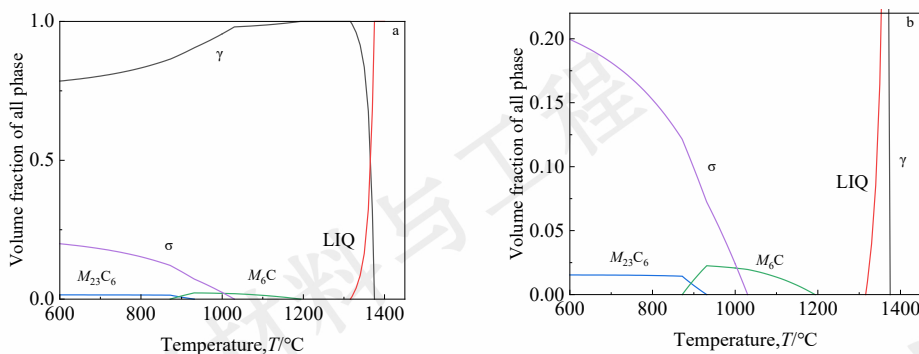


图1 GH3536 合金热力学平衡相图(a)与局部放大图(b)

Fig.1 Phase calculation results of GH3536 (a) and partial magnification (b)

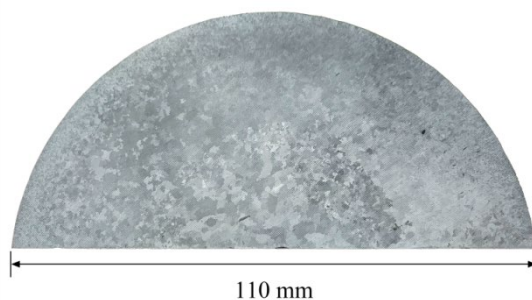


图2 GH3536 合金铸锭

Fig.2 Macrostructure of the GH3536 alloy ingot

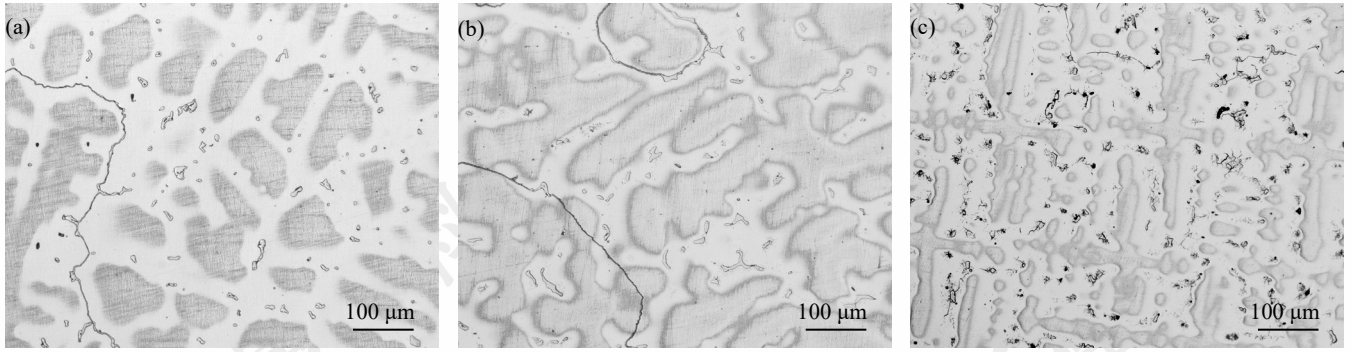


图 3 GH3536 合金铸锭不同位置枝晶形貌:(a)心部,(b)1/2R,(c)边缘

Fig.3 Characterization of dendrites at different positions of GH3536 alloy ingot:(a) center, (b) 1/2 radius; (c) edge

表 2 GH3536 合金不同位置枝晶间距

Table 2 Dendrite arm spacing in different regions of GH3536 alloy ingot

	Primary dendrite arm spacing/ μm	Second dendrite arm spacing / μm
Center	194.2	72.6
1/2 radius	200.1	69.9
Edge	134.0	30.4

过均匀化退火消除铸锭内部的枝晶和元素偏析,提高热塑性。^[14]通常使用元素偏析 k (k =枝晶间元素含量/枝晶干元素含量) 来表征元素的偏析程度^[15], 当这个参数的大小越接近“1”则说明该元素的偏析程度越小。表 3 为合金不同位置的元素偏析系数 k 。根据表 3 可知 Fe 和 Cr 元素的偏析系数小于 1, 发生正偏析; 而 Mo 元素的偏析系数大于 1, 发生负偏析。其中, Mo 元素的偏析最为明显, 这是因为 Mo 元素的原子半径较大, 在凝固过程中扩散较为困难, 凝固末期在残余液相中聚集, 所以枝晶间浓度较高。不同部位的偏析程度不同, 其中, 心部和 1/2R 的偏析较为严重。

表 3 GH3536 合金铸锭元素偏析系数

Table 3 Segregation coefficient in different regions of GH3536 alloy ingot

alloy ingot	Co	Fe	Cr	Mo
Center	0.70	0.88	1.10	2.09
1/2 radius	0.76	0.88	1.05	1.81
Edge	0.92	0.83	1.12	1.49
k_{ave}	0.79	0.86	1.09	1.80

GH3536 合金为固溶强化型镍基高温合金, 靠 Mo 元素等强化元素固溶于 γ 基体以起到强化作用, 所以合金中会有较多偏聚在枝晶间和晶界处的析出相。从图 2 中可以观察到, 析出相在晶界处主要呈条带状分布, 在枝晶间以块状析出。经扫描电镜对析出相进行观察 (图 4), 可以看出, 晶界处存在两种析出相, 一种 (1#) 是不连续的亮白色颗粒状析出相; 另一种 (2#) 是尺寸较大的复合结构析出相, 其内部为灰色片层状、外围被颗粒状包覆。复合

结构的析出相尺寸在 20~40 μm , 其占比约为总量的 27%; 颗粒状碳化物尺寸约为 3 μm , 其占比约为总量的 34%。此外, 枝晶间区域同样存在这种具有包覆状结构的大块析

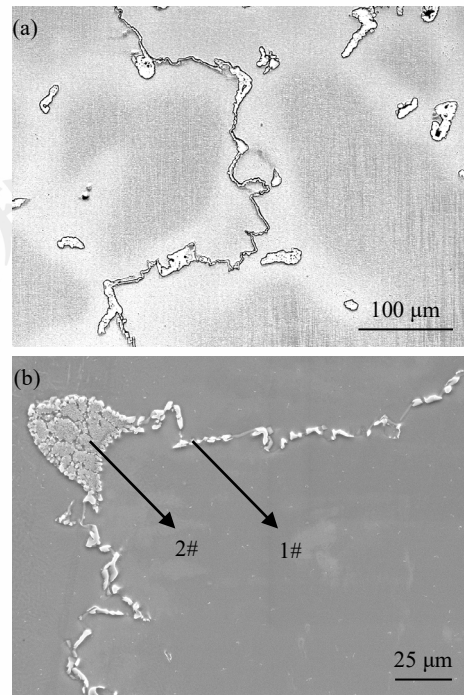


图 4 GH3536 合金铸态组织析出相形貌:

(a)低倍组织,(b)高倍组织

Fig.4 Characterization of precipitate phase in the as-cast microstructure of GH3536 alloy:

(a) high-magnification microstructure, (b) low-magnification microstructure

收到初稿日期:

基金项目: 国家重大专项 (项目号 VI-0021-0137)

作者简介: 刘悦, 女, 2001 年生, 博士, 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083, E-mail:d202510207@xs.ustb.edu.cn

出相。对该类析出相进行 EDS 面扫描分析,如图 5 所示,可以发现,外围的颗粒状析出相主要富含 Cr 元素,中间片层状的碳化物主要富含 Mo 元素。为了进一步对该类复合结构析出相(图 6a)进行观察分析,对图 6(b)标示出的对应析出相进行 EDS 点扫描分析,如表 4 所示,灰色片层状析出相主要由 Mo、Cr、Ni 元素组成,应该为 M_6C 型碳化物和基体的共晶组织($\gamma+M_6C$);亮白色颗粒状析出相主要由 Cr 元素组成,为 $M_{23}C_6$ 型碳化物。这是因为在合金凝固末期,残余液相中先析出 M_6C 型碳化物与 γ 基体形成片层状共晶组织,使得周围因贫 Mo 元素、富 Cr 元素而析出颗粒状 $M_{23}C_6$ 型碳化物。

为了对合金析出相的种类、各相的组成成分和各相在合金内的含量进行分析,对合金铸锭进行萃取相分析,萃取获得的析出相粉末的 XRD 谱如图 7 所示。可以看出,合金内部存在富 Mo 元素的 M_6C 和富 Cr 元素的 $M_{23}C_6$ 两种碳化物。定量分析两种析出相的组成成分如表 5 所示;

M_6C 碳化物占电渣锭质量分数的 0.482%, 结构式为 $(Mo_{0.413}Ni_{0.259}Cr_{0.217}Fe_{0.090}Co_{0.011}W_{0.009})_6C$; $M_{23}C_6$ 碳化物占电渣锭质量分数的 0.371%, 结构式为 $(Cr_{0.712}Mo_{0.140}Fe_{0.075}Ni_{0.066}Co_{0.003}W_{0.003})_{23}C_6$ 。

综上所述, GH3536 合金铸锭中析出相主要在晶界处和枝晶间析出。其中,大块析出相通常在晶界处和枝晶间以片层状 M_6C 型碳化物与 γ 基体的共晶在内、颗粒状 $M_{23}C_6$ 型碳化物在外的包覆状结构析出;尺寸较小的析出相在晶界处连续析出,为富 Cr 元素的 $M_{23}C_6$ 型碳化物。其中,大块的析出相会对后期的热加工产生不利影响,需要通过均匀化退火消除。

3.2 均匀化热处理

合金均匀化工艺制定需要考虑消除枝晶形貌、消除合金内元素偏析、回溶大块偏析相、晶粒长大和铸锭氧化等因素^[6]。结合热力学计算结果,选取 1180°C、1200、1220°C 作为均匀化温度,分别保温 10、20、30 和 48 h。经过不

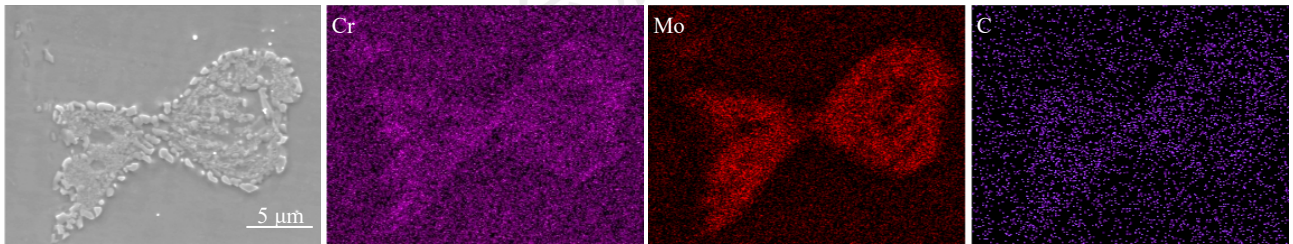


图 5 GH3536 合金铸锭析出相 EDS 面扫描分析结果

Fig.5 EDS element mapping analysis results of precipitates in as-cast GH3536 alloy ingot

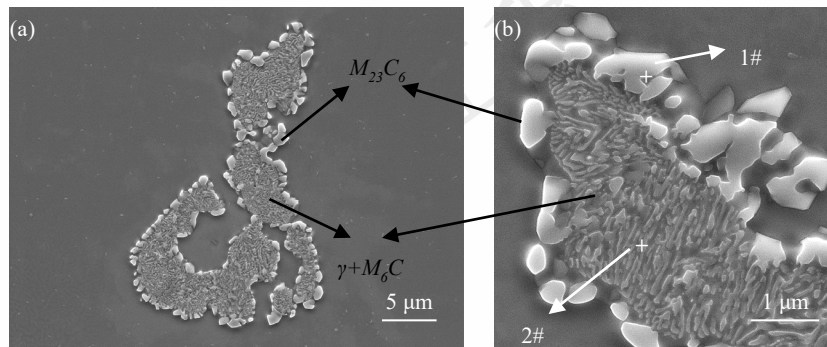


图 6 GH3536 合金铸锭析出相形貌:(a)宏观形貌,(b)局部放大形貌

Fig.6 Characterization of precipitate morphology in the as-cast microstructure of GH3536 alloy:

(a)macroscopic morphology, (b)magnified view

表 4 合金铸锭典型析出相成分/(wt.%)

Table 4 Composition of typical precipitates in the alloy ingot(wt.%)

	Cr	Fe	C	Ni	Mo
1#	46.63	5.56	13.18	7.37	27.26
2#	28.70	7.02	9.33	14.05	40.91

收到初稿日期:

基金项目: 国家重大专项(项目号 VI-0021-0137)

作者简介: 刘悦, 女, 2001 年生, 博士, 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083, E-mail:d202510207@xs.ustb.edu.cn

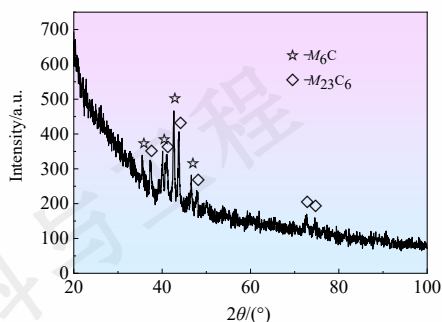


图 7 GH3536 合金萃取析出相粉末的 XRD 谱

Fig.7 XRD spectra of GH3536 alloy extracted precipitated phase powders

表 5 GH3536 合金铸锭物相中各元素占合金的质量分数

Table 5 Mass fractions of each element in the consumable ingot phase of GH3536 alloy ingot

Phase	Fe	Co	Cr	Ni	Mo	W	C
M_6C	6.64	0.89	14.94	20.12	52.44	2.27	2.65
$M_{23}C_6$	6.73	0.32	59.28	6.20	21.56	0.89	5.02

同均匀化制度处理后的 GH3536 合金铸锭组织如图 8 所示。

由图 8 可知,经过均匀化处理后的枝晶形貌与原始组织相比,有所消除,随着均匀化温度的升高、保温时间的延长,合金内部枝晶形貌逐渐消除。当均匀化处理温度为 1180℃时,保温 30 h 后,仍有部分残余枝晶形貌(图 7b),而保温时间 48h 时,已经观察不到枝晶形貌了(见图 11)。均匀化处理温度为 1200℃时,保温 20 h 有部分残余枝晶形貌,当保温时间延长至 30 h 后,在光学显微镜下均观察不到明显的枝晶形貌。当温度提高到 1220℃时,保温 20h 已经未能观察到枝晶形貌了。因此基于枝晶形貌消除

的分析来看,1180℃保温 48h、1200℃保温 30h 和 1220℃保温 20h 都可认为是合适的工艺选择。

除此之外,消除元素在枝晶干和枝晶间的偏析也是均匀化处理的重要目标,尤其是 Mo 元素的偏析。元素偏析的存在导致合金不同部位化学成分不均匀,缩小合金变形温度范围,降低合金热加工性能。在工程上认为,当残余偏析指数 $\delta=0.2$ 时,该元素达到均匀分布^[17]。GH3536 合金中偏析最严重的元素为 Mo 元素,所以着重分析 Mo 元素。

通过 EDS 分析可知,经过均匀化处理后 Mo 元素的残余偏析系数如图 9 所示,可知 Mo 元素的残余偏析系数

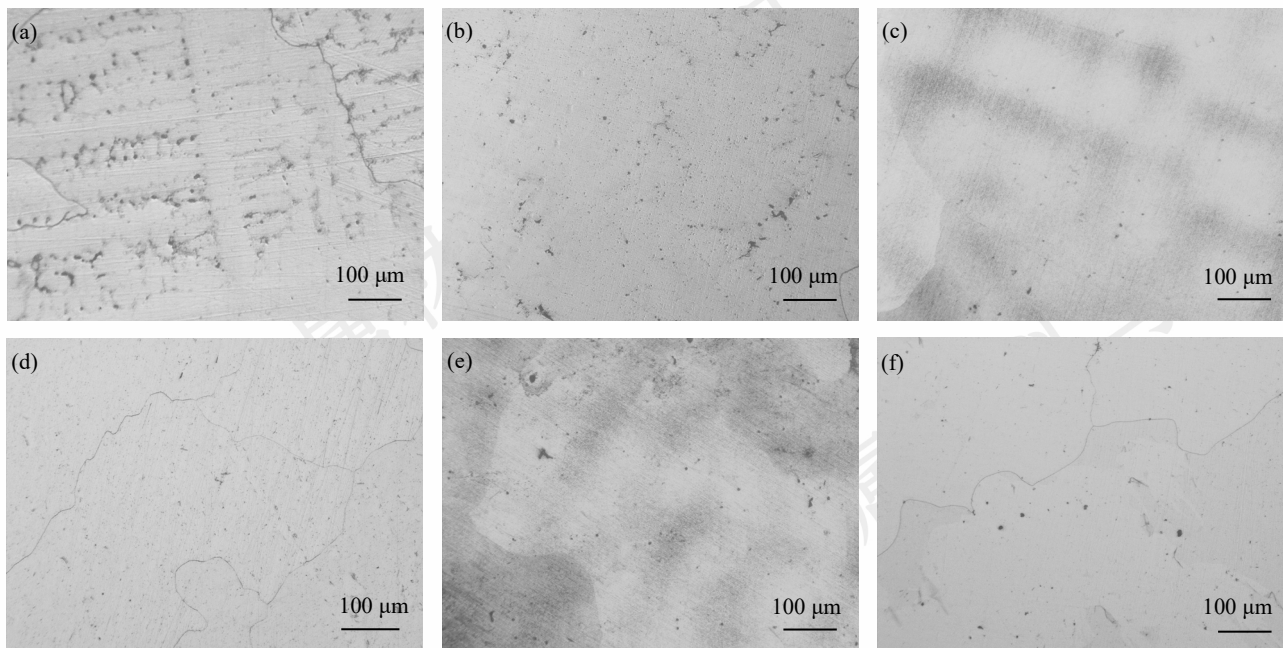


图 8 经过不同均匀化制度处理后的 GH3536 合金心部组织:

(a)1180°C/20 h,(b)1180°C/30 h,(c)1200°C/20 h,(d)1200°C/30 h,(e)1220°C/10 h,(f)1220°C/20 h

Fig.8 Microstructures in the center of GH3536 alloy after different homogenizing treatments:

(a)1180°C/20 h,(b)1180°C/30 h,(c)1200°C/20 h,(d)1200°C/30 h,(e)1220°C/10 h,(f)1220°C/20 h

为 0.78, 时间延长至 30 h 后, Mo 元素的残余偏析系数降低至 0.45, 仍存在元素偏析。当均匀化处理温度为 1200℃ 时, 保温 20 h 后 Mo 元素的残余偏析系数为 0.21, 当保温时间延长至 30 h 时, Mo 元素的残余偏析系数降低至 0.16, 表明在 1200℃ 保温 30 h 均能消除元素偏析。将均匀化处理温度提高至 1220℃ 时, 保温 10 h 后 Mo 元素的残余偏析系数为 0.49, 此时仍存在元素偏析, 时间延长至 20 h 后 Mo 元素的残余偏析系数为 0.17, 可以认为元素偏析基本消除。

从上述的实验结果可以看出, 若仅仅以枝晶消除和残余偏析系数小于 0.2 作为判据的话, 温度越高越有利于较短时间就能达到。但是高温和长时间的均匀化热处理, 还会带来其他的不利影响需要同时考虑, 图 10 给出了不同均匀化温度和时间对合金晶粒度的影响规律, 从图

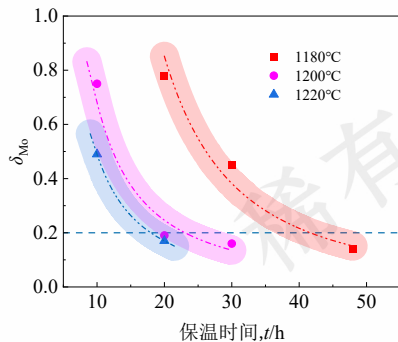


图 9 不同均匀化制度下合金心部 Mo 元素的残余偏析系数

Fig.9 Residual segregation coefficient of Mo in the center of alloy after different homogenizing treatments

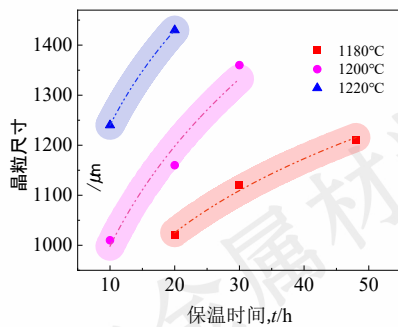


图 10 不同均匀化制度下合金心部晶粒长大规律

Fig.10 Grain growth behavior in the center of alloy after different homogenizing treatment

10 中可以看出, 随着时间延长, 晶粒尺寸都呈长大趋势, 但温度越高晶粒长大越显著。而随晶粒的长大合金塑性开坯过程开裂敏感性增加, 同时使得要获得同样晶粒尺寸的再结晶变形量要增大。

同时还有一个因素需要考虑, 即高温均匀化扩散热处理过程中合金的氧化程度, 图 11 为经过 1200℃ 保温 20 h

后合金样品已经出现比较严重的表面氧化现象。



图 11 1200℃保温 20 h 后试样氧化情况

Fig.11 Oxidation behavior of the sample after exposure at 1200℃ for 20 hours

为此可以看出, 要对一个合金的均匀化工艺的优化判断, 需要综合考虑枝晶、元素偏析、晶粒和氧化等的因素, 同时还需考虑后续的可加工塑性和经济性。均匀化处理温度为 1180℃, 保温 48 h 后, Mo 元素的残余偏析系数为 0.14, 小于 0.2, 在工程上可以认为元素偏析完全消除。扫描电镜观察经过 1180℃/48 h 的均匀化处理后的试样发现, 如图 12 所示, 合金内沿晶界析出的析出相基本回溶, 基体内的大块析出相回溶, 只余少量尺寸较小的碳化物。而 1200℃和 1220℃虽然能快速降低元素偏析系数, 但同时会使得晶粒长大明显, 并会导致较为严重的氧化。故综合上述因素, 将 GH3536 合金的均匀化处理制度确定为 1180℃/48 h 较为合适。

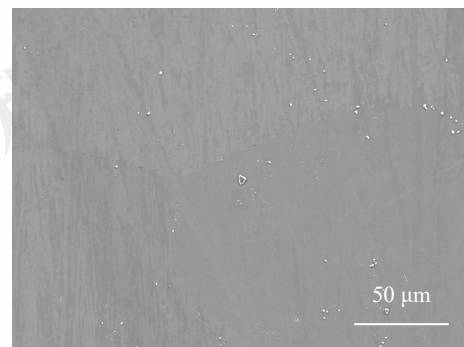


图 12 经过 1180℃/48h 均匀化处理后合金心部析出相示意图

Fig.12 Schematic of precipitates in the center of alloy after homogenization at 1180℃/48h

3.3 均匀化态合金的热变形

高温合金在锻造开坯过程中可能会出现表面开裂现象, 一方面是因为高温合金合金化程度较高, 含有的元素较多; 另一方面与均匀化处理的工艺有关。为了验证均匀化的效果, 对经过 1180℃/48 h 热处理后的样品进行热压缩实验, 实验温度为 1080℃、1130℃、1180℃、变形速率为 0.1s⁻¹、变形量为 30%、50%。图 13 为不同实验条件下合金热变形的真应力-真应变曲线及试样的宏观形貌。观察样品的宏观形貌可知, 在所有给定的变形条件下均未

收到初稿日期:

基金项目: 国家重大专项 (项目号 VI-0021-0137)

作者简介: 刘悦, 女, 2001 年生, 博士, 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083, E-mail:d202510207@xs.ustb.edu.cn

观察到裂纹,可见经过均匀化处理,合金在所选加工范围内塑性较好。这表明给定均匀化制度在消除枝晶和元素偏析、改善合金铸锭的热加工性能方面起到了良好的作用。从真应力-应变曲线可知,在 1080°C 应变量为 30% 的实验条件下,真应力-真应变曲线没有明显峰值和下降段,说明该热变形条件下合金中动态再结晶还未启动。而其他实验条件下,随着变形温度的降低,峰值应力和峰值应变都明显增大,但由于热压缩达到的应变有限,曲线的峰值和稳态均不明显。

图 14、15 为经过不同条件热压缩实验后与压缩轴呈 45° 的试样中心的显微组织形貌,可以发现,变形温度为 1080°C,变形量为 30% 的试样未发生动态再结晶,这与真应力-真应变曲线一致。其他五组试样在热压缩过程中均发生动态再结晶。由热压缩实验结果可以看出,经过 1180°C/48 h 均匀化的 GH3536 合金在变形参数为 1130°C~1180°C、0.1s⁻¹ 范围内具有良好的塑性,采用这一加工区间合金内部发生的动态再结晶有利于降低变形抗力,提高塑性,将是可以选择的开坯加工范围。

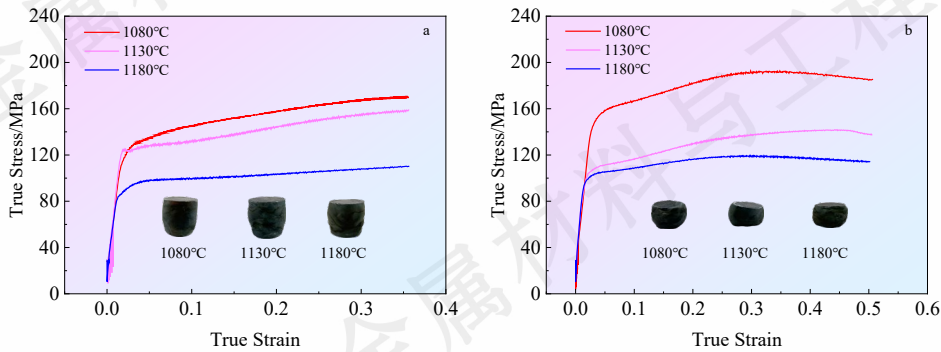


图 13 均匀化处理不同热变形条件的真应力-真应变曲线及热压缩试样宏观形貌

Fig. 13 True stress-true strain curves and macroscopic morphology under different hot deformation conditions after homogenization

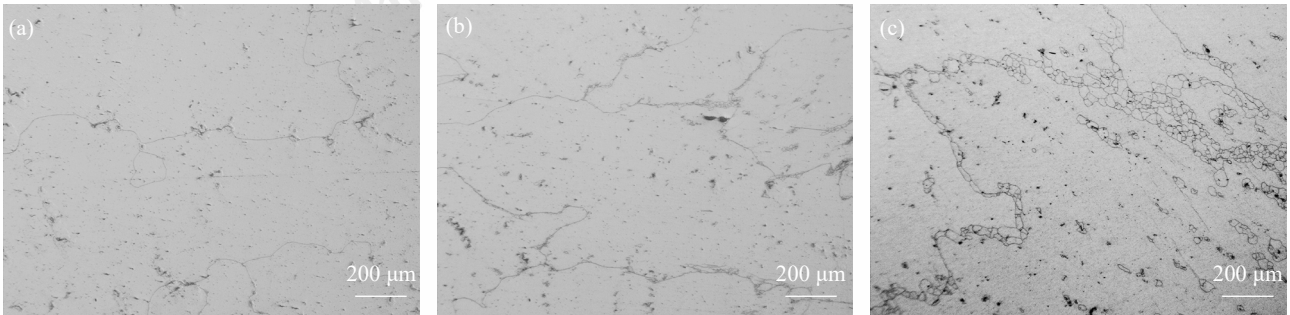


图 14 均匀化处理 GH3536 合金热压缩变形量为 30% 大应变区的组织: (a)1080°C, (b)1130°C, (c)1180°C

Fig. 14 Microstructure of the high-strain zone in GH3536 alloy after homogenization and 30% hot compression deformation:

(a)1080°C, (b)1130°C, (c)1180°C

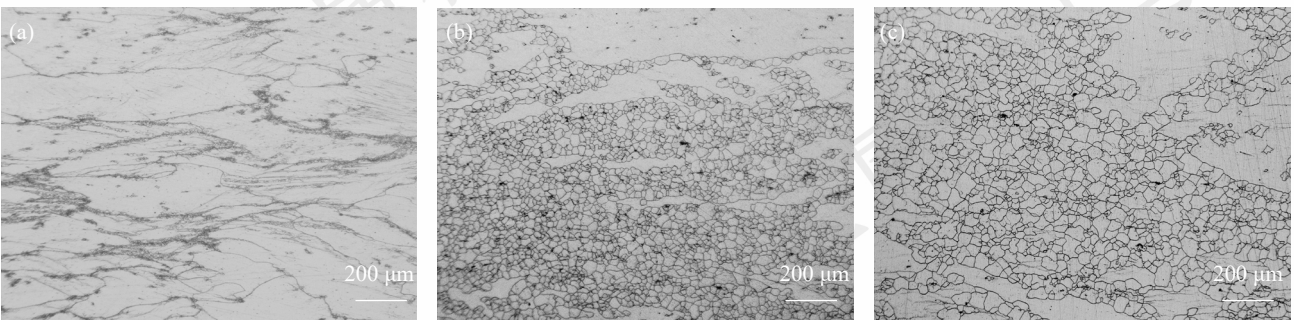


图 15 均匀化处理 GH3536 合金热压缩变形量为 50% 大应变区的组织: (a)1080°C, (b)1130°C, (c)1180°C

Fig. 15 Microstructure of the high-strain zone in GH3536 alloy after homogenization and 50% hot compression deformation:

(a)1080°C, (b)1130°C, (c)1180°C

综上所述,经双联工艺冶炼生产的 GH3536 合金铸锭存在枝晶组织和元素偏析,偏析最严重的元素是 Mo 元素,铸锭中存在沿晶界析出的颗粒状 $M_{23}C_6$ 型碳化物和晶界处和枝晶间析出的以片层状 M_6C 型碳化物与 γ 基体的共晶在内、颗粒状 $M_{23}C_6$ 型碳化物在外的包覆状组织两种析出相。经过 1180°C/48 h 均匀化退火处理后,合金铸锭内的枝晶组织和元素偏析基本消除,大块析出相回溶。当变形速率为 $0.1s^{-1}$ 、变形量为 30%、50% 时,在 1080~1180°C 范围内表现出良好的塑性。

4 结论

本研究对 VIM+ESR 双联工艺制备的 GH3536 合金铸锭的铸态组织和均匀化处理工艺进行分析,发现:

1) GH3536 合金铸锭中存在枝晶组织和元素偏析,其中,Mo 元素的偏析最严重,心部偏析系数达 2.09。铸锭中主要存在 M_6C 和 $M_{23}C_6$ 两种碳化物,质量分数分别为 0.482% 和 0.371%,结构式分别是 $(Mo_{0.413}Ni_{0.259}Cr_{0.217}Fe_{0.090}Co_{0.011}W_{0.009})_6C$, $(Cr_{0.712}Mo_{0.140}Fe_{0.075}Ni_{0.066}Co_{0.003}W_{0.003})_{23}C_6$ 。

2) 经过 1180°C/48 h、1200°C/30 h、1220°C/20 h 均匀化处理,铸锭中心的枝晶形貌基本消失,Mo 元素的残余偏析系数分别降低至 0.14、0.16 和 0.17,但当温度大于 1200°C 时,晶粒粗化和表面氧化严重,因此,合适的均匀化处理制度为 1180°C/48 h。

3) 经过 1180°C/48 h 均匀化处理的试样,在 1080~1180°C、应变速率为 $0.1s^{-1}$ 、变形量为 30%、50% 的热压缩条件下均未发生开裂,表现出良好的热加工塑性。

4 参考文献

- [1] Wang Y Q (王永强), Kong W W (孔维文), Yuan C (袁超), et al. Effects of annealing on microstructures and properties of cold-rolled GH3536 sheet [J]. *Materials Characterization*, 2021, 180: 111409.
- [2] 王源晨, 胡炳利, 张剑锋, 等. 成形工艺参数及后处理对激光粉末床熔融成形 GH3536 合金室温拉伸性能的影响[J]. *金属学报*, 1-22[2025-12-05]
- [3] Kitano H, Tsujii M, Kusano M, et al. Effect of plastic strain on the solidification cracking of Hastelloy-X in the selective laser melting process [J]. *Additive Manufacturing*, 2021, 37: 101742.
- [4] 田伟, 王永钢, 安宁, 等. 镍基高温合金 GH3536 箔材高温氧化与组织演变行为[J]. *中国有色金属学报*, 2024, 34(07): 2304-2317.
- [5] Jagadeesh G V, Gangi Setti S. A review on micromechanical methods for evaluation of mechanical behavior of particulate

reinforced metal matrix composites [J]. *Journal of Materials Science*, 2020, 55: 9848-9882.

- [6] 盖永超, 张瑞, 周子荐, 等. GH4151 合金的凝固偏析行为及均匀化热处理研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2024, 53(01): 159-168.
- [7] Wang Y Q (王永强), Yuan C (袁超), Wei J X (魏建雄), et al. Texture evolution and twinnability prediction of the most compliant orientation in GH3536 superalloy during cold rolling [J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 24: 2743-2756.
- [8] 余华, 李昕, 江河, 等. 碳化物特征对 GH3536 合金冷变形损伤的影响及控制 [J]. *金属学报*, 2024, 60(04): 464-472.
- [9] Aghaiekhafri M, Golarzi N. Forming behavior and workability of Hastelloy X superalloy during hot deformation [J]. *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2008, 486(1): 641-647.
- [10] Jia C L (贾崇林), Fan Q (范强), Wang Y (王颖), et al. Mechanical Properties and Deformation Texture of GH536 Superalloy Strip [J]. *Materials Science Forum*, 2013: 489-496.
- [11] 于广娜, 宋玺玉, 曹一超, 等. 重复固溶处理对 GH536 合金板材组织和性能的影响 [J]. *金属热处理*, 2017(11): 138-141.
- [12] 耿硕, 张冬云, 李健民, 等. 均匀化处理对激光选区熔化 GH3536 和 GH4169 合金组织和显微硬度的影响 [J]. *航空材料学报*, 2024, 44(01): 72-83.
- [13] Hua Yu (余华), Xin Li (李昕), He Jiang (江河), Jianxin Dong (董建新). Influence of initial heat treatment on microstructure evolution and mechanical properties during cold rolling and annealing of Hastelloy X [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2024, 981: 173674.
- [14] 张献光, 陈佳俊, 杨文超, 等. GH4141 难变形高温合金铸态组织析出相鉴别及均匀化过程中回溶行为 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2024, 53(01): 136-147.
- [15] 江河, 董建新, 张麦仓, 等. 700°C 超超临界锅炉材料 617B 合金铸态组织及均匀化工艺 [J]. *北京科技大学学报*, 2014, 36(06): 795-802
- [16] 王珏, 吴赞, 董建新, 等. 700°C 超超临界锅炉材料 GH4700 合金铸态组织及均匀化工艺 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2013, 42(09): 1908-1914.
- [17] 向雪梅, 江河, 董建新, 等. 难变形高温合金 GH4975 的铸态组织及均匀化 [J]. *金属学报*, 2020, 56(07): 988-996.

Integrated Analysis of As-Cast Microstructural Characteristics and the

收到初稿日期:

基金项目: 国家重大专项 (项目号 VI-0021-0137)

作者简介: 刘悦, 女, 2001 年生, 博士, 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083, E-mail: d202510207@xs.ustb.edu.cn

Homogenization Treatment for GH3536 Superalloy

Liu Yue, Jiang He, Yao Zhihao, Dong Jianxin

(School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: In this study, the as-cast microstructure of a GH3536 electroslag ingot, produced via a vacuum induction melting plus electroslag remelting duplex process, was systematically examined using multiple characterization techniques. These included optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), extracted phase analysis, X-ray diffraction (XRD), and thermodynamic calculations. Furthermore, the microstructural evolution following homogenization heat treatment and the results of hot compression simulations were analyzed to identify an appropriate homogenization process for the alloy. The results demonstrate that molybdenum (Mo) is the primary segregating element in the alloy. In addition to the austenitic matrix, the electroslag ingot contains two types of carbides: $M_{23}C_6$, enriched with chromium (Cr), and M_6C , enriched with Mo. After homogenization heat treatment at 1180 °C for 48 h, the coarse secondary phases were largely dissolved, and elemental segregation was significantly reduced. Consequently, the homogenized alloy exhibited excellent hot workability.

Key words: Superalloy; As-cast microstructure; Homogenization

Corresponding author: Dong Jianxin, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P. R. China, Tel: 0086-10-62332884, E-mail: jxdong@ustb.edu.cn