

GH4169 合金均匀化过程中相变动态原位研究

刘艳梅¹, 赵美兰², 冯 辉³, 赵庆权⁴, 孙文儒³, 王铁钢¹

(1. 天津职业技术师范大学 天津市高速切削与精密加工重点实验室, 天津 300222)

(2. 天津重型装备工程研究有限公司, 天津 300450)

(3. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(4. 天津德正科技有限公司, 天津 301718)

摘 要: 为揭示 GH4169 合金在均匀化处理过程中成分和组织的演变规律, 利用高温金相显微镜实时原位观察热处理过程中合金的显微组织, 定量分析了冷却后合金中 Laves 相的粒度分布, 用电子探针 EPMA 探讨了合金中 Nb 元素在热处理前后的分布规律。结果表明, GH4169 合金升温到 1151 °C 时, 邻近 Laves 相周围区域开始初熔。1180 °C 热处理后 GH4169 合金中 Laves 相颗粒数增加, 但 Laves 相最大颗粒尺寸显著减小, 小颗粒 Laves 相比比例略有增加。在 1180 °C 保温时, GH4169 合金中已有液相存在, 但 NbC 未溶解。热处理后合金中原枝晶间黑色区域的 Nb 元素偏析仍存在, 但 Nb 元素在枝晶轴 γ 相中分布更加均匀。

关键词: GH4169 高温合金; 均匀化; 原位观察; Laves 相

中图分类号: TG132.3⁺3; TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)04-1334-08

GH4169 合金由于其较好的高温力学性能、良好的热工艺和焊接性能, 广泛应用于航空发动机涡轮盘、叶片、石油管道、核工业结构件等领域^[1,2]。在 GH4169 合金成分中, Nb 的含量达到 4.75%~5.50%, 是形成材料中强化相 γ'' (体心四方结构亚稳相, 化学式为 Ni_3Nb) 的重要条件, 但高的 Nb 含量容易在铸锭凝固结晶过程中产生成分偏析, 导致在枝晶间形成白色块状 Laves 相。Laves 相为六方 A_2B 金属间化合物, 其通常的化学式为 $(\text{Ni}_{0.5}\text{Fe}_{0.25}\text{Cr}_{0.25})_2(\text{Nb}, \text{Mo}, \text{Si}), \text{Co}_2\text{Ti}$ 和 $\text{Fe}_2(\text{Nb}, \text{Ti}, \text{Mo})$ 。Laves 相含 25% 的 Nb, 大大减少了 γ'' 相析出所需要的 Nb, 降低了合金的强度。Laves 相呈脆性, 它的存在会使材料抗冲击性能和塑性急剧降低, 在合金锭开坯过程中易引发开裂^[3]。为减轻和改善成分偏析, 主要手段是采取均匀化处理, 通过高温下的长时间加热保温, 促进溶质原子的扩散迁移, 消除 Laves 相, 实现枝晶干与枝晶间元素浓度差异的最小化^[2]。

中国 GH4169 合金和美国 Inconel 718 合金 (与 GH4169 合金为同种材料) 相比, 冶金质量还有一定差距, 主要表现在冶金过程中的黑斑缺陷控制、合金中杂质元素的控制不够稳定、组织均匀性差等^[4]。为了提高 GH4169 合金的组织均匀性, 对合金冶金控制及均匀化处理等方面的研究一直在进行^[1,5,6]。现有对

GH4169 合金均匀化过程的研究主要是采用高温水淬, 结合 SEM 微观分析及电子探针成分分析的方法来探索 GH4169 合金凝固过程微观偏析及均匀化的规律^[7]。但水淬法不能连续观察合金在高温下的组织变化情况, 不能准确地反映高温下的组织形态。采用高温金相显微镜原位观察金属、合金的高温及冷却过程中的组织, 可以更准确地获得合金在高温时的组织变化, 并且与其他分析方法相结合, 研究合金的均匀化过程能更加全面地掌握合金在加热冷却时析出相的变化规律^[8-10]。

本工作采用高温金相显微镜动态原位观察法, 对 GH4169 合金在加热及冷却过程中相变情况进行实时原位观察, 结合 DSC、图像定量分析、原位再抛光腐蚀等分析技术研究了合金的均匀化过程, 为进一步掌握 GH4169 合金均匀化热处理过程中 Nb 元素的扩散特点、微观组织的演变及主要组成相的变化提供了数据基础。

1 实 验

采用真空感应加真空自耗工艺冶炼 GH4169 合金铸锭, 其化学成分 (质量分数, %) 为 C 0.021, Nb 5.36, Ti 0.97, Al 0.56, Mo 2.98, Fe 19.93, Cr 17.72, Ni 余量。制备直径为 5 mm, 厚度为 1 mm 的金相样品, 并利用

收稿日期: 2020-06-02

基金项目: 天津市科技重大专项 (18ZXJMTG00050); 天津市自然科学基金 (19JCYBJC17100)

作者简介: 刘艳梅, 女, 1976 年生, 硕士, 天津职业技术师范大学, 天津 300222, 电话: 022-88181083, E-mail: 13502158936@163.com

显微硬度计在腐蚀好的样品表面做标识。采用 SETARAM 公司的 SETSYS Evolution18 综合热分析仪, 及 TG-DSC 附件进行热分析。实验气氛为氩气、流量 30 mL/min, 样品置于氧化铝坩埚内。将试样快速加热到 650 °C 保温 20 s, 以 20 °C/min 速率, 从 650 °C 加热到 1400 °C, 在 1400 °C 保温 20 s, 然后再以 20 °C/min 速率, 从 1400 °C 降温到 700 °C, 最后快速降至室温。采用 Zeiss Axiophoto2 高温金相显微镜实时观察样品在加热和冷却时的显微组织变化。加热时通入高纯氩气保护, 以 100 °C/min 升温到 650 °C, 再以 20 °C/min 将样品加热到 1100~1330 °C 保温 3~30 min, 然后再以 100 °C/min 冷却到室温。将经加热处理冷却后的样品稍许抛光并腐蚀, 制备金相样品, 在显微镜下进行观察。并利用 Micro-image Analysis-Process System (Release Ver.5.7) 金相图像分析软件, 对 Laves 相、NbC 进行粒度分析。在金相显微组织分析中, 根据 Laves、NbC、 δ 相的形态特征、化学腐蚀后及加热过程中颜色、衬度变化等对铸态 GH4169 合金样品中的各相进行判断和分析^[11,12]。利用 EPMA-1610 电子探针分析 GH4169 合金加热前后 Nb 元素的分布。

2 结果与分析

2.1 GH4169 合金在加热及冷却过程中的相变

图 1 是铸态 GH4169 合金的加热及冷却 DSC 曲线。可以看出, 774、803、1190、1270 °C 分别为 γ' 、 γ'' 、Laves、NbC 相在加热过程中的相变点。1165、1248 °C 分别为 Laves、NbC 相在冷却过程中的相变点。

将样品加热到 1100~1330 °C 并保温, 原位观察铸态 GH4169 合金在加热时的相变过程。选取经过不同热处理的铸态 GH4169 合金样品进行分析, 样品编号及热处理参数详见表 1。

图 2 是 1#样品的加热过程中的原位观察显微组

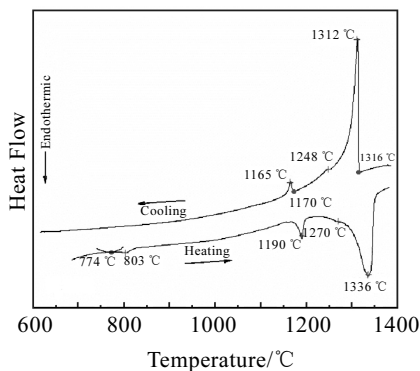


图 1 GH4169 合金加热及冷却时的 DSC 曲线

Fig.1 DSC curves of GH4169 alloy during heating and cooling

表 1 GH4169 合金样品编号及热处理参数
Table 1 Sample number and heat treatment parameters of GH4169 alloy

Sample	Heat treatment temperature/°C	Holding time/min
1#	1100	30
2#	1180	5
3#	1330	3

织。图 2a 为样品在加热之前的显微组织。样品中大面积白色区域为枝晶轴 γ 相, 枝晶轴 γ 相上分布着少量不规则形状的 NbC; 黑色区域为枝晶间 γ 相, γ 相基体上面分布着由于 Nb 的偏析析出的大量的 δ 相; 枝晶间内部分布着大量形状和尺寸不同的岛状白色 Laves 相及少量的 NbC。

1#样品加热到 1100 °C 并保温 30 min 的过程中 Laves 相及 NbC 形态无显著变化, 未发现 γ 相的初熔及 Laves 相及 NbC 的溶解 (图 2b)。与样品加热前对比, 样品冷却后再抛光腐蚀的显微组织中的 Laves 相及 NbC 形态也无明显改变。枝晶间 γ 相黑色区域变小, 这是由于枝晶间大量的 δ 相在加热保温过程中回溶到 γ 相基体中, 见图 2c。在 Laves 相附近有长度不一的针状 δ 相, 这是由于该区域 Nb 含量仍然较高, 有利于 δ 相的析出长大, 在冷却过程中 δ 相重新析出。同时也说明, 结合加热时动态观察及加热后再抛光腐蚀观察, 可以反映样品在加热后的显微组织变化。

图 3 是 2#样品的加热过程中的原位观察显微组织。图 3a 为 2#样品在加热之前的显微组织。2#样品在加热到 1102 °C 时, 样品中的 Laves 相、NbC 无明显变化; Laves 相颜色逐渐变暗, 轮廓依然清晰; 枝晶间 γ 相颜色逐渐变淡, 见图 3b。

加热温度升高到 1151 °C 时, Laves 相边界逐渐模糊, 紧邻 Laves 相周围区域颜色加深, 并随着温度的升高颜色加深区域向外扩展, 这是合金中熔点最低的固相区域开始初熔, 见图 3c。随着温度的继续升高以及在 1180 °C 保温, 各相的颜色略变暗, Laves 相、NbC 尺寸逐渐减小, 这是因为溶解区在逐渐增大, 图 3d, 3e 为加热到 1180 °C 及在 1180 °C 保温 5 min 的显微组织。

图 4 是 3#样品的加热过程中的原位观察显微组织。图 4a 为 3#样品加热前的显微组织。样品在加热到 1330 °C 保温时, 样品中枝晶间 γ 相快速熔化, 合金中的 Laves 相、NbC 快速随落入液相中, 见图 4b。随着保温时间的增长, 迅速向枝晶轴 γ 相扩张, 图 4c 为样品在 1330 °C 保温 3 min 的显微组织。

2.2 GH4169 合金加热再冷却后的组织分析

2#、3#样品经过加热冷却后, 轻抛光样品表面, 去掉表面氧化层并腐蚀样品, 根据标识找到加热时观

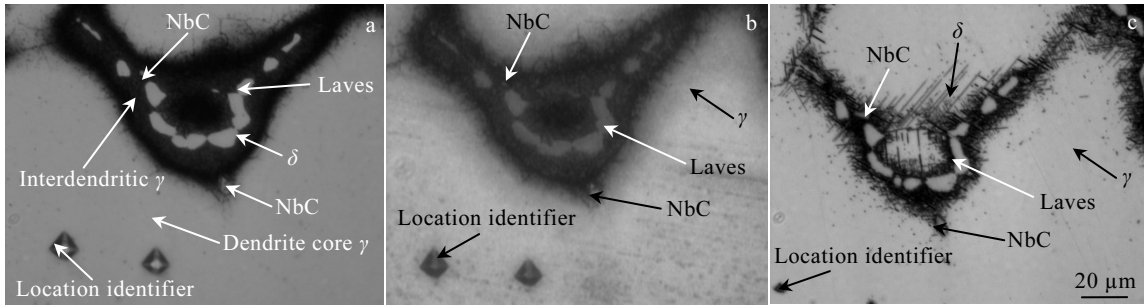


图 2 1#样品加热过程中的显微组织

Fig.2 Microstructures of sample 1# during heating: (a) at room temperature, (b) at 1100 $^{\circ}\text{C}$ for 30 min, and (c) after polishing and corrosion followed by cooling

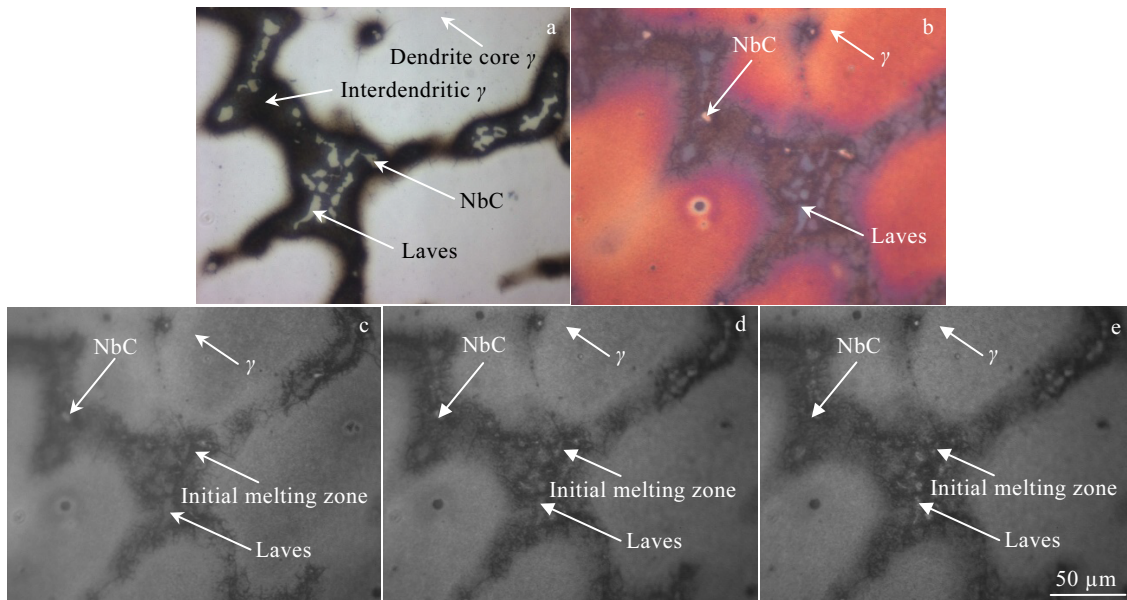


图 3 2#样品加热过程中不同温度下的显微组织

Fig.3 Microstructures of sample 2# at different temperatures during heating: (a) at room temperature, (b) at 1102 $^{\circ}\text{C}$, (c) at 1151 $^{\circ}\text{C}$, (d) at 1180 $^{\circ}\text{C}$, and (e) at 1180 $^{\circ}\text{C}$ for 5 min

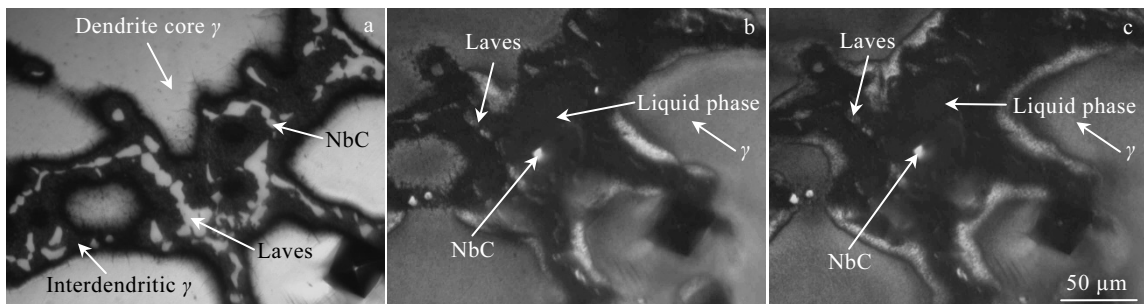


图 4 3#样品加热过程中不同温度下的显微组织

Fig.4 Microstructures of sample 3# at different temperatures during heating: (a) at room temperature, (b) at 1330 $^{\circ}\text{C}$, and (c) at 1330 $^{\circ}\text{C}$ for 3 min

察的位置, 分析它们的显微组织变化。

图 5a 为 2#样品加热前的显微组织。图 5b 为 2#样品冷却后的显微组织, 枝晶间 γ 相大片的黑色褪去。这是由于枝晶间中的大量 δ 相在加热保温过程中回溶到 γ 相基体中; Laves 相分布在原位位置附近, 颗粒边界趋向圆钝, 形状、尺寸有显著变化。NbC 相形态也发生改变, 颗粒形态趋向圆钝, 尺寸未见明显减小, 在 Laves 相附近存在针状的 δ 相。

图 6a 为 3#样品加热前的组织。图 6b 为 3#样品冷却后的显微组织, 可以看到, Laves 相形态发生显著变化, 并且 Laves 相位置有明显改变。Laves 相分布在 γ 相基体上, 一些形态为菊花状, 这是 Laves/ γ 相共晶组织; 也存在一些 Laves 相为岛状, 为 Laves/ γ 离异共晶组织。Laves 相形态的显著改变说明 Laves 相及附近的 γ 相在 1330 $^{\circ}\text{C}$ 加热时完全熔化为液相, 但该区域 Nb 元素并没有迅速扩散, 保持了高的 Nb 含量。部分熔化的 γ 相与 Laves 液相混合, 在冷却过程中先结晶出 γ 相, 随着温度的降低及 γ 相的结晶使液相成分中 Nb 含量逐渐升高并达到 Laves/ γ 相共晶成分 (Nb 质量分数 $\approx 20.6\%$), 最后形成 Laves/ γ 共晶组织^[13,14]。NbC 相形态、尺寸也发生改变, 但尺寸及数量未见明显减小。3#样品在加热结束时液相表面漂浮的 Laves 相和 NbC 在抛光后腐蚀的样品中并未出现, 说明在加热过程中 Laves 相和 NbC 已经完全熔化, 加热结束时液相

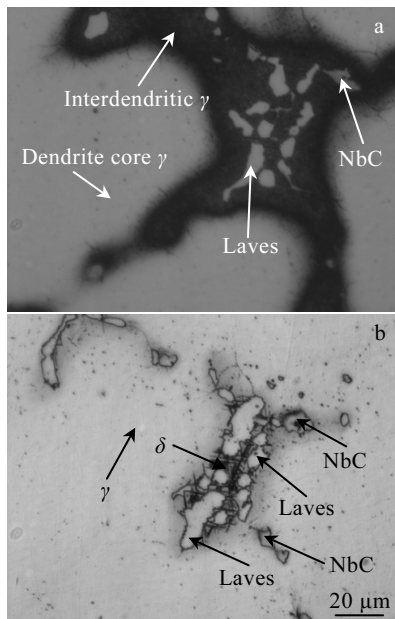


图 5 2#样品加热前及冷却后抛光腐蚀的显微组织
Fig.5 Microstructures of sample 2# before heating (a) and after polishing and corrosion followed by cooling (b)

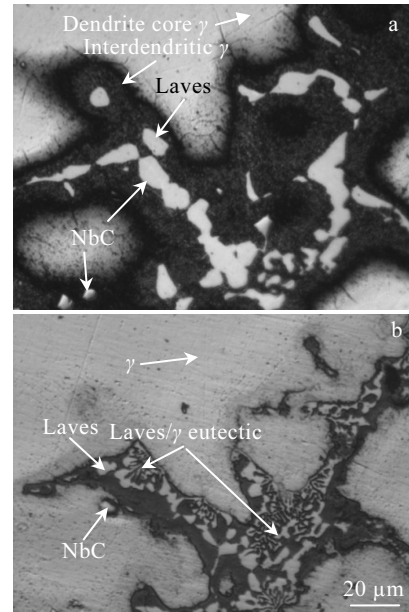


图 6 3#样品加热前及冷却后抛光腐蚀的显微组织
Fig.6 Microstructures of sample 3# before heating (a) and after polishing and corrosion followed by cooling (b)

表面漂浮的 Laves 相和 NbC (图 4c) 只是假象。合金表层与内部性质有显著差别, 在加热过程中有时会出现表层不能完全反映内部变化的现象。在本实验中, 与后续其他实验结果相结合分析, 这个假象不会影响分析结果的准确性。

为了对加热后 Laves 相及 NbC 的变化进行准确描述, 采用金相图像分析软件对 GH4169 合金样品在加热前后 Laves 相进行粒度分析。将 3 个经加热到 1180 $^{\circ}\text{C}$ 再冷却的 GH4169 合金样品进行抛光腐蚀。每个样品在金相显微镜下随机选取 10 个视场进行粒度分析, 对比 GH4169 合金样品在加热前后显微组织中 Laves 相颗粒数、Laves 相最大颗粒尺寸、小尺寸 Laves 相 (Laves 相颗粒视场 $< 200 \mu\text{m}^2$) 所占颗粒比例。

图 7 为 GH4169 合金 2#样品在加热前后显微组织中 Laves 相颗粒数对比。可见合金中的 Laves 相颗粒数加热后较加热前有不同程度的增加。

图 8 为 GH4169 合金 2#样品在加热前后显微组织中 Laves 相最大颗粒尺寸对比。可见, 加热后 Laves 相最大颗粒尺寸有显著减小, 但也存在加热后 Laves 相最大颗粒尺寸增大现象, 总体上增大现象较减小的少。

图 9 为 GH4169 合金 2#样品在加热前后显微组织中 Laves 相所占颗粒比例对比。可见, 加热后小尺寸 Laves 相所占颗粒比例略有增加。

对比分析经加热到 1180、1330 $^{\circ}\text{C}$ 再冷却的 GH4169

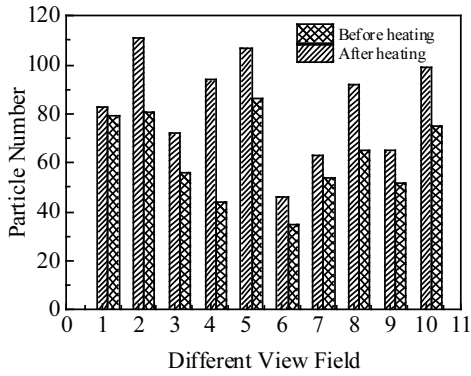


图 7 2#样品加热前后不同视场 Laves 相颗粒数

Fig.7 Particle number of Laves phase of sample 2# before and after heating

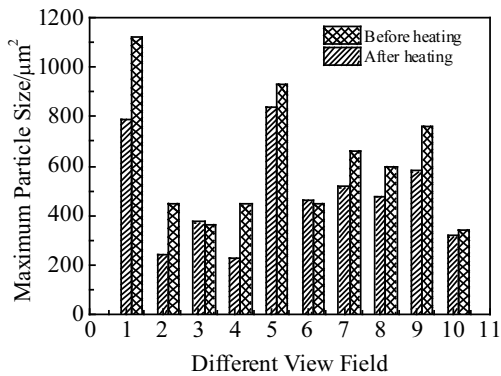


图 8 2#样品加热前后不同视场 Laves 相最大颗粒尺寸

Fig.8 Maximum particle size of Laves phase of sample 2# before and after heating

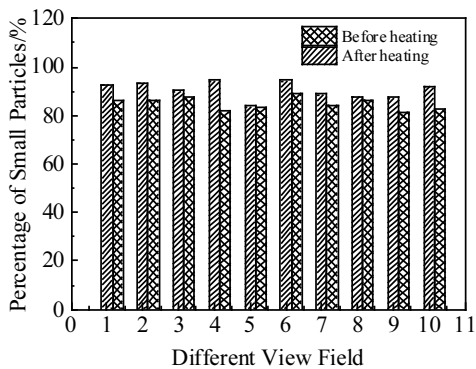


图 9 2#样品加热前后不同视场小尺寸 Laves 相所占颗粒比例

Fig.9 Particle proportion of small Laves phase of sample 2# before and after heating

合金样品加热前后合金中的 NbC 相的粒度, NbC 相未出现明显的数量减少、最大颗粒尺寸减小的现象。

图 10 为 2#样品加热前后 Laves 相附近 Nb 元素的 EDS 线扫描。图 10a 是 2#样品加热前图 10c 中标注线所示位置的 Nb 元素线扫描曲线, 图 10b 是 2#样品加热后图 10d 中标注线所示位置的 Nb 元素线扫描曲线。可见, 经加热后样品中原枝晶间黑色区域的 Nb 元素偏析仍旧存在, 但 Nb 元素在枝晶轴 γ 相中沿线分布更均匀。

图 11 为 2#样品加热前后 NbC 附近 Nb 元素的 EDS 线扫描。图 11a 是 2#样品加热前图 11c 中标注线所示位置的 Nb 元素线扫描曲线, 图 11b 是 2#样品加热后图 11d 中标注线所示位置的 Nb 元素线扫描曲线。可见, NbC 附近 Nb 元素分布较均匀, 且在加热前后未发生显著变化。

2.3 分析与讨论

GH4169 合金铸态组织中有 NbC、TiN、 δ 相和 Laves 相。Nb、Mo 是 GH4169 合金的强化元素, 也是最主要的偏析元素, 尤其是 Nb 元素, 大量富集在枝晶间形成富 Nb 的各种偏析相, 主要为 laves 相。laves 相的形成消耗了大量的 Nb 和 Mo, 弱化了合金元素的强化效果, 降低了合金的强度和塑性。为了消除偏析, 通常采用 1100~1180 $^{\circ}\text{C}$ 长时间均匀化热处理可以使脆性 Laves 相完全回溶, 元素偏析基本消除^[15]。为了减少 Laves 相溶解所需的时间, 应该选用较高的加热温度, 但是温度过高, 合金中将出现共晶组织, 达到 1200 $^{\circ}\text{C}$ 时会由于液相过多, 凝固过程中合金产生疏松^[16,17]。

铸态 GH4169 合金在 1100 $^{\circ}\text{C}$ 加热保温时, 均匀化时间达到 0.5 h 时 Laves 相、NbC 无明显变化, 枝晶间的 δ 相在加热保温过程中回溶到 γ 相基体中。GH4169 合金加热到 1180 $^{\circ}\text{C}$ 保温 5 min 并冷却后的样品中的 Laves 相边界趋向圆钝。这是由于 Laves 相以岛状存在于基体中, 在加热保温过程中, Laves 相呈球状时相界面的表面能才最小, 所以 Laves 相边界趋向圆钝, 使系统自由能下降。采用 1180 $^{\circ}\text{C}$ 进行均匀化热处理 GH4169 过程中, 加热温度超过 1151 $^{\circ}\text{C}$ 后围绕着 laves 相周围的区域发生初熔, 并且随着温度的升高, 液相逐渐增加。在加热保温过程中液相中的 Nb、Mo 等主要偏析元素向枝晶 γ 相扩散, 导致液相中 Nb、Mo 含量降低。同时, laves 相中的 Nb、Mo 等主要偏析元素向液相中扩散, 但扩散速度较液相中 Nb、Mo 向枝晶 γ 相扩散速度慢, 所以紧邻 γ 相的液相中 Nb、Mo 总体是逐渐降低的, 该区域的液相熔点提高, 液相逐渐凝固。随着保温时间的增长, 均匀化不断进行, laves 相尺寸逐渐减小。由于液相的存在使扩散速度加快, 导致 Laves 相溶解速度较在完全固相下明显加快^[17]。完全扩散均匀需要一定的时间, 在 1180 $^{\circ}\text{C}$ 加热并保温的时间较短, 不足以使 Laves 相完全溶解,

所以合金中仍存在块状的 Laves 相。在随后的冷却过程中, 这些固态的 Laves 相成为结晶的核心。随着温度的不断降低, Laves 相逐渐长大, 凝固结束时最终的 Laves 相与合金加热前的形状会有显著差别。

铸态 GH4169 合金中的 Laves 相形状为不规则的岛状, 导致 Laves 相边界的曲率不同, 与之对应的周围基体 γ 相中 Nb 溶解度不同。Laves 相颗粒曲率半径小的位置具有更高的化学自由能, 此位置会优先发生

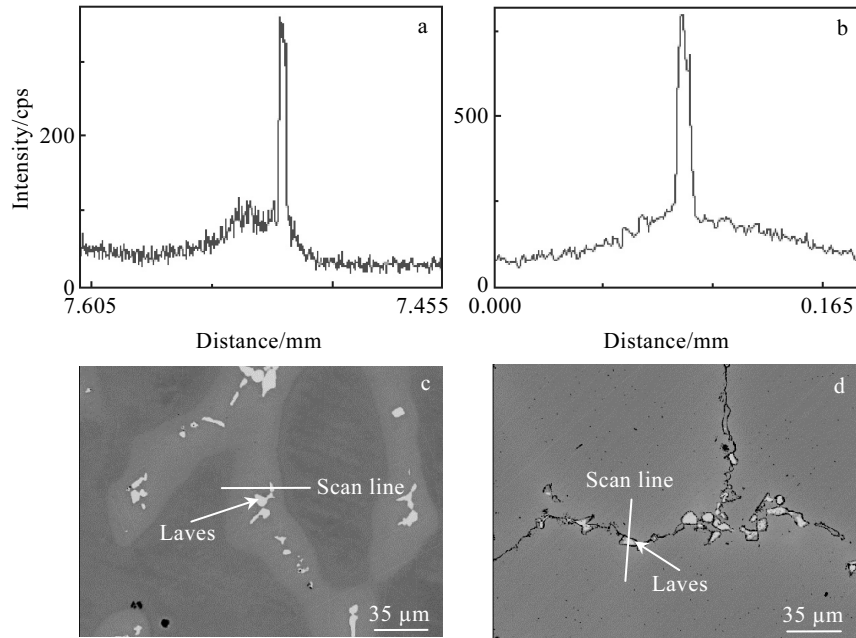


图 10 2# 样品加热前后 Laves 相附近 Nb 元素的 EDS 线扫描

Fig.10 EDS line scanning of Nb element near Laves phase for sample 2#: (a, c) before heating and (b, d) after heating

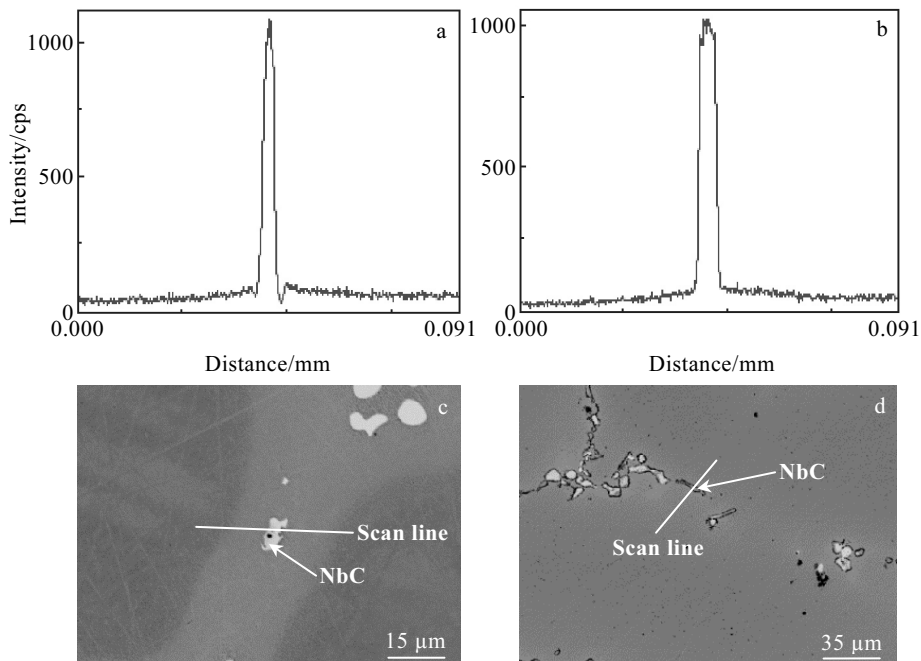


图 11 2# 样品加热前后 NbC 附近 Nb 元素的 EDS 线扫描

Fig.11 EDS line scanning of Nb element near NbC for sample 2#: (a, c) before heating and (b, d) after heating

Laves 相局部溶解, 使该 Laves 相颗粒在曲率较小处溶解, 形成数量更多、尺寸更小的 Laves 相颗粒^[18]。因此经过加热保温后, GH4169 合金中的 Laves 相颗粒数较加热前有一定程度的增加, 小尺寸的 Laves 相颗粒增多, 且存在的 Laves 相的最大尺寸有所减小。GH4169 合金在经过 1180 °C 保温后冷却, 合金中的液相逐渐凝固, 液相一部分先以枝晶轴为核凝固成 γ 相, 剩余部分液相以 laves 相为核形成 laves/ γ 离异共晶组织, 此时也会有一些小的 laves 相形核, 使小尺寸的 Laves 相颗粒增多^[14]。在保温时, 液相中本来相互孤立的 Laves 相也可能聚集在一起形成较大尺寸的 Laves 相颗粒, 但这种情况总体上不影响小尺寸 Laves 相颗粒增多的总体趋势。最终导致经 1180 °C 加热保温再冷却后的 Laves 相发生显著的形态、尺寸和数量的变化。

NbC 是 GH4169 合金中一个非常重要的相, 存在于铸态 GH4169 合金的枝晶轴 γ 相、枝晶间 γ 相中。经加热到 1180、1330 °C 再冷却的 GH4169 合金样品, 加热前后合金中的 NbC 未出现明显的数量的减少、小颗粒尺寸的增加、最大颗粒尺寸减小的现象。在 1180 °C 加热时, GH4169 合金中已经存在一定量的液相, 但仍未达到 NbC 溶解的温度。GH4169 合金中 NbC 的初熔温度为 1200~1215 °C, 这个温度远低于 NbC/ γ 共晶转变温度 1250 °C。随着加热峰值温度的升高, NbC 液化程度逐渐提高, 当温度达到 1235 °C 时 NbC 完全液化。这说明 NbC 的液化是在一定的温度范围内进行的, 而不是在某一个温度完成。锻造 GH4169 合金中 NbC 周围形成的液态淬火液的平均浓度与铸造合金中产生 Laves 相的液态淬火液的平均浓度大致相同。这意味着变形合金中 NbC 的液化和铸造合金中 Laves 的液化可以用 NbC/ γ /laves 伪三元相图来解释。GH4169 合金从液相开始凝固, 1250 °C 左右发生共晶转变生成 NbC 与 γ 的共晶组织, NbC/ γ 共晶转变在相当大的温度范围内都可以进行, 一直到所有合金的液相结晶结束, 发生 NbC/ γ /laves 共晶转变^[5,19]。NbC 在 1330 °C 虽然已经达到了液化温度, 但由于 NbC 的形成主要取决于合金中 C 与 Nb 的比例, 保温后冷却时合金中的 C、Nb 元素未充分扩散, 所以仍然在 C、Nb 元素聚集处重新结晶形成 NbC/ γ 共晶组织^[19]。

在 GH4169 合金中 δ 相是 γ "相的平衡相, δ 相属于正交晶系的稳定相, 化学式为 $\text{Ni}_3(\text{Nb}_{0.8}\text{Ti}_{0.2})$ 。它的含量、尺寸、分布对合金性能有显著影响。一般认为, δ 相过多会消耗大量的 Nb 元素, 影响合金的强度, 而 δ 相过少会导致合金的缺口敏感性增高。 δ 相在 800 °C 以上保温时开始析出, 并且在 900 °C 左右是 δ 相析出的峰值, 1005~1015 °C 是 δ 相溶解温度, 随着温度的升

高溶解更快。GH4169 合金在加热保温后, 随着各相中元素扩散的进行, Nb 元素在枝晶轴中的分布趋向均匀化, 在随后的冷却过程中, 由于合金在 800~1000 °C 温度范围内冷却速度不足, 并且 Nb 元素还未扩散均匀, 导致 Laves 相附近仍存在 δ 相的析出及长大^[20,21]。

3 结 论

1) GH4169 合金升温至 1151 °C 时, 邻近 Laves 相周围区域开始初熔; 在 1180 °C 保温时, 合金中已有液相存在, 冷却过程中液相一部分以枝晶轴为核凝固成 γ 相, 另一部分以 laves 相为核形成 laves/ γ 离异共晶组织。

2) 铸态 GH4169 合金经 1180 °C 加热, 合金中的 δ 相回溶到 γ 相基体中, 但 NbC 未发生溶解。在随后冷却过程中, 由于在 800~1000 °C 温度范围内冷却速度不足, 导致 δ 相析出长大。Laves 相颗粒数量明显增加, 但 Laves 相最大颗粒尺寸显著减小, 小颗粒 Laves 相比例略有增加。

3) 铸态 GH4169 合金经 1180 °C 加热后合金中原枝晶间黑色区域的 Nb 元素偏析仍存在, 但 Nb 元素在枝晶轴 γ 相中分布更加均匀。

参考文献 References

- [1] Zhao Xinbao(赵新宝), Gu Yuefeng(谷月峰), Lu Jintao(鲁金涛) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(3): 768
- [2] Du Jinhui(杜金辉), Lv Xudong(吕旭东), Dong Jianxin(董建新) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1115
- [3] Qu Hongxia(曲红霞), Kou Shengzhong(寇生中), Pu Yongliang(蒲永亮) *et al. Foundry Technology*(铸造技术)[J], 2016, 37(3): 481
- [4] Tang Zhongjie(唐中杰), Guo Tieming(郭铁明), Fu Ying(付迎) *et al. Metal World*(金属世界)[J], 2014(1): 36
- [5] Mohammad Javad Sohrabi, Hamed Mirzadeh, Mohsen Rafiei. *Vacuum*[J], 2018, 154(5): 235
- [6] Zhang Fan, Levine Lyle E, Allen Andrew *et al. Scripta Materialia*[J], 2017, 131(4): 98
- [7] Zhang Maicang(张麦仓), Cao Guoxin(曹国鑫), Dong Jianxin(董建新). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(11): 3107
- [8] Zhou Xiying(周细应), Yu Dianrong(于佃荣). *Heat Treatment*(热处理)[J], 2013, 28(2): 9
- [9] Dong H, Chen Y Z, Wang K *et al. Scripta Materialia*[J], 2020, 177(3): 123
- [10] Amir Farokh Payam, Oliver Payton, Loren Picco. *Internationa-*

- tional Journal of Fatigue*[J], 2019, 127(10): 1
- [11] Li Jialian(李佳莲). *Iron Steel Vanadium Titanium*(钢铁钒钛)[J], 2020, 41(1): 136
- [12] Wang Lihong(王立红), Liu Zili(刘子利), Liu Xiqin(刘希琴) *et al. Journal of Materials Science & Engineering*(材料科学与工程学报)[J], 2016, 34(2): 242
- [13] Liu Yanmei(刘艳梅), Sun Wenru(孙文儒), Chen Guosheng(陈国胜) *et al. Nonferrous Metals Engineering & Research*(有色冶金设计与研究)[J], 2017, 38(6): 54
- [14] Knorovsky G A, Cieslak M J, Headley T J *et al. Metallurgical Transactions*[J], 1989, 20(A): 2149
- [15] Lan Bo(兰博), Zhang Guodong(张国栋), Zhang Xuejun(张学军) *et al. Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2019, 48(22): 167
- [16] Tian Dang(田党). *Tianjin Metallurgical*(天津冶金)[J], 1993, 1(4): 24
- [17] Ning Xiuzhen(宁秀珍), Zhang Tianxiang(张天相), Tong Yingjie(佟英杰) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1989, 25(3): 196
- [18] Wang Lei(王磊), Zheng Hongwei(郑宏伟), Chen Zhaoyong(陈兆勇). *Metal Materials and Metallurgy Engineering*(金属材料与冶金工程)[J], 2019, 47(6): 46
- [19] Radhakrishnan B, Thompson R G. *Metallurgical Transactions A*[J], 1991, 22(4): 887
- [20] Azadian Saied, Wei Liuying, Warren Richard. *Materials Characterization*[J], 2004, 53(1): 7
- [21] Anderson M, Thielin A L, Bridier F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 679(2): 48

Dynamic In-situ Study on Phase Transition of GH4169 Superalloy During Homogenization Process

Liu Yanmei¹, Zhao Meilan², Feng Hui³, Zhao Qingquan⁴, Sun Wenru³, Wang Tiegang¹

(1. Tianjin Key Laboratory of High Speed Cutting and Precision Machining, Tianjin University of Technology and Education, Tianjin 300222, China)

(2. Tianjin Heavy Equipment Engineering Research Co., Ltd, Tianjin 300450, China)

(3. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(4. Tianjin Dezheng Technology Co., Ltd, Tianjin 301718, China)

Abstract: In order to reveal the evolution of composition and microstructure of GH4169 alloy during the homogenization treatment, the alloy microstructures during heat treatment were in-situ observed by high temperature metallographic microscope. The particle size distribution of Laves phase in the alloy after cooling was analyzed by quantitative metallographic analysis. The distribution characteristics of Nb element in alloy before and after heat treatment were analyzed by EPMA. The results show that when the heating temperature of GH4169 alloy rises to 1151 °C, the initial melting happens around the Laves phase. The particle number of Laves phase in GH4169 alloy increases after heat treatment at 1180 °C, the particle size of maximum Laves phase decreases significantly, and the proportion of small Laves phase in alloy increases slightly. At 1180 °C, there is a certain amount of liquid phase existing in GH4169 alloy, but the NbC phase undissolves. After heat treatment, the segregation of Nb element in the black area between the primary dendrites still exists, but the distribution of Nb element in the γ phase dendrite becomes more uniform.

Key words: GH4169 superalloy; homogenization; in-situ observation; laves

Corresponding author: Wang Tiegang, Ph. D., Professor, Tianjin Key Laboratory of High Speed Cutting and Precision Machining, Tianjin University of Technology and Education, Tianjin 300222, P. R. China, Tel: 0086-22-88181083, E-mail: tgwang@tute.edu.cn