

一种新型第三代镍基粉末高温合金亚固溶热处理调控 γ' 相分布的研究

程俊义¹, 熊江英^{1,2}, 刘朝峰^{1,2}, 朱立华³, 计红军³, 郭建政^{1,2}

(1. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000)

(2. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083)

(3. 哈尔滨工业大学(深圳) 先进焊接与连接国家重点实验室, 广东 深圳 518055)

摘要: 本工作研究了热处理工艺对一种新型第三代镍基粉末高温合金 FGH4113A(WZ-A3)的 γ' 相组织的影响规律。主要探究了亚固溶热处理温度、保温时间、冷却速度, 以及过固溶+亚固溶、亚固溶+亚固溶对 γ' 相的影响。结果表明: 亚固溶温度越接近 γ' 相固溶温度, 回溶越多; γ' 相的回溶倾向与尺寸成反比; 晶内未回溶的 γ' 相尺寸与保温时间呈正比, 数量与保温时间呈反比; 晶界 γ' 相尺寸随保温时间增加而增大; γ' 相总体积分数随保温时间增加没有明显变化; 使用较快的冷速可使晶内重新析出细小的单模组织; 使用较慢的冷速可使晶内重新析出多模组织; 回溶析出的 γ' 相尺寸与冷却速度成反比; 过固溶+亚固溶热处理后的组织主要受亚固溶热处理的温度和冷速影响, 温度越低, 晶内的矩形 γ' 相越多; 小尺寸球形 γ' 相在高温阶段会粗化成矩形, 受 γ/γ' 相的错配度绝对值影响; 亚固溶+亚固溶热处理的组织受温度影响较大, 根据温度的不同, γ' 相组织会有各种变化。

关键词: 第三代镍基粉末高温合金; 亚固溶热处理; 显微组织; γ' 相

中图分类号: TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)02-0699-11

当前, 镍基粉末高温合金是制备航空发动机涡轮盘的首选材料^[1-3]。其合金系统通常由十多种元素共同组成, 共同特点是具有 A1 结构晶胞的 γ 相作为基体, 以及 L1₂ 结构晶胞的 γ' 相作为沉淀强化相。当热处理温度高于 γ' 相固溶温度时, γ' 相将全部回溶于基体内, 晶粒尺寸显著长大。当热处理温度低于 γ' 相固溶温度时, 晶界 γ' 相钉扎晶粒, 在部分 γ' 相回溶的同时, 保持晶粒尺寸不变。为了应对不断提高了涡轮进口温度, 通过双重组织热处理工艺 (dual microstructure heat treatment, DMHT) 调控 γ/γ' 双相微观组织是镍基粉末高温合金涡轮盘生产的关键技术^[4-10]。对涡轮盘盘缘部位施加过固溶热处理获得较粗大晶粒和优异的蠕变抗力^[11], 对轮毂及辐板部位采用亚固溶热处理保持细小晶粒为中低温大应力条件下提供高屈服强度, 抗拉强度和抗疲劳性能。研究指出^[12-15], 在位错切割 γ' 相时, 位错会成对出现, 第二条位错需要克服反相畴界能^[5]。位错切割 γ' 相所需的力与 γ_{APB}/b 成对应关系。其中 γ_{APB} 是反相畴界能, b 为柏格斯矢量^[16]。 γ' 相是中低温条件下强化合金的最主要因

素, 其强化贡献要高于晶界强化和固溶强化等^[17-21]。依据镍基高温合金强化模型^[17-22], 除反相畴界能和柏格斯矢量作为材料常数主要受合金成分配比决定外, 影响位错切割强化贡献的主要有 γ' 相的体积分数、颗粒尺寸和颗粒间距。对镍基粉末高温合金进行亚固溶热处理后, 其 γ/γ' 双相微观组织包含 γ 相基体、晶界未回溶的大尺寸 γ' 相、以及晶内回溶析出的相对小尺寸 γ' 相。在晶粒度级别和 γ' 相体积分数相近的情况下, γ' 相的分布和尺寸是合金强度的决定性因素。

本工作的实验合金为自主研发的第三代镍基粉末高温合金 FGH4113A(WZ-A3)^[23-25], 通过实验和理论分析该合金热处理时 γ' 相的演化规律, 为该合金的双重组织热处理工艺提供依据。

1 实验

实验用合金为自主研发的第三代镍基粉末高温合金 FGH4113A(WZ-A3), 主要化学成分列于表 1。实验合金经氩气雾化 (AA) 制粉; 粉末筛分后装包套脱气;

收稿日期: 2022-04-25

基金项目: 国家科技重大专项 (2017-VI-0009-0080); 深圳市工业和信息化局项目 (201806071354163490, 201806071114243770); 广东省重点领域研发计划项目 (2019B010935001)

作者简介: 程俊义, 男, 1986 年生, 硕士, 深圳万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000, 电话: 0755-82731326, E-mail: 1025046204@qq.com

1150 °C ×4 h 热等静压成 $\Phi 237 \text{ mm} \times 270 \text{ mm}$ 的圆柱形锭坯；以 1100 °C 的挤压温度、25 mm/s 的挤压速度、4.7:1 的挤压比制成 $\Phi 105 \text{ mm} \times 1040 \text{ mm}$ 的棒材；随后经 1080 °C 等温锻造制成 $\Phi 200 \text{ mm}$ 的实验用盘坯。

在盘坯的心部取热处理试验用样品，首先使用 KSL-1400 马弗炉将一组试验件分别升温至 1040、1070、1100 和 1130 °C 后空冷，以观察亚固溶热处理温度对 γ' 相组织的影响。然后将另外一组试验件置于马弗炉中进行 1100 °C 亚固溶热处理，保温时间分别为 0、4、8、12 h。完成后空冷，以观察亚固溶热处理保温时间对 γ' 相的影响。试验件经打磨抛光后腐蚀 γ' 相，腐蚀剂体积配比为硝酸:水:乙酸:氢氟酸=3:3:3:1。随后使用 IPSEN 真空气淬炉对第 3 组试验件进行 1120 °C 亚固溶热处理，通过调整通气量和风扇转速控制试验件平均冷速，使试验件的平均冷速分别为 15、200 和

480 °C/min，冷却至室温后进行电解腐蚀，以观察亚固溶热处理冷速对 γ' 相的影响。以上实验条件如表 2 所示。电解腐蚀所采用的腐蚀剂配比为 15 g CrO_3 +10 mL H_2SO_4 +150 mL H_3PO_4 ，腐蚀电压和腐蚀时间分别为 3 V 和 3 s。使用德国蔡司 Sigma 300 场发射扫描电镜观察试验件。

为观察过固溶+亚固溶的热处理工艺组合对 γ' 相的影响，进行了过固溶+亚固溶热处理试验。使用 IPSEN 真空气淬炉对一组试验件进行 1200 °C 保温 2.5 h 热处理，以 100 °C/min 的冷速冷却。随后将其中 3 件试验件分别升温至 1150、1140 和 1130 °C，保温 2.5 h 后以 100 °C/min 冷却，如表 3 所示。本工作的最后一部分进行了亚固溶+亚固溶的热处理工艺组合试验。通过调整温度和冷速观察 γ' 相的变化，实验条件如表 3 所示。试验完成后腐蚀 γ' 相，使用德国蔡司 Sigma 300 场发射扫描电镜观察试验件。

表 1 实验合金的主要成分

Table 1 Main composition of the alloy ($\omega/\%$)

Al	Co	Cr	Mo	Nb	Ti	W	Ta	Hf	Ni
2.8~3.2	18.5~19.5	12.5~13.5	3.75~4.25	1.1~1.3	3.5~3.9	3.75~4.25	0.9~1.1	0.17~0.23	Bal.

表 2 单级亚固溶热处理参数

Table 2 Single sub-solvus heat treatment parameters

Experiment	Temperature/°C	Soaking time/h	Cooling rate/°C min ⁻¹
①	1040	0	480
	1070	0	480
	1100	0	480
	1130	0	480
②	1100	0	480
	1100	4	480
	1100	8	480
	1100	12	480
③	1120	0	15
	1120	0	200
	1120	0	480

表 3 复合亚固溶热处理参数

Table 3 Compound sub-solvus heat treatment parameters

Experiment	1. Temperature/°C	Time/h	2. Temperature/°C	Time/h	Cooling rate/°C min ⁻¹
① Super-solvus	1200	2.5	-	-	-
	1200	2.5	1150	2.5	100
	1200	2.5	1140	2.5	100
	1200	2.5	1130	2.5	100
② 1st sub-solvus	1070		1120		50
	1140		1120		50
③ 2nd sub-solvus	1120		1090		50
	1120		1120		50
	1120		1140		50
	1120		1120		80
	1120		1120		140

2 结果与讨论

2.1 亚固溶温度

使用热力学软件计算 FGH4113A(WZ-A3)合金的 γ' 相固溶温度约为 1154 °C。图 1 是单级热处理的试验件各自升温至 1040、1070、1100 和 1130 °C 后的 γ' 相扫描电镜背散射电子 (SEM-BSE) 图像。小试验件热处理后空冷的平均冷速经测算接近 500 °C/min (表 2)。图 1 能较高度反映试验件升温至该温度的瞬时组织情况。使用图像处理软件 ImageJ 和热力学软件 JMatPro, 统计试验件 γ' 的体积分数和计算试验件的 γ' 质量分数, 结果列于图 2。由结果可知, γ' 相在合金系统中的占比随温度升高而降低。在图 1a~1d 中, 到温 1040 °C 和到

温 1070 °C 的样品区别不大, 在晶界能清晰观察到大量大尺寸的一次 γ' 相钉扎晶界, 且前者的密度和尺寸都稍大。大尺寸 γ' 相周围有明显的 γ' 相贫化区, 这是因为大尺寸 γ' 相占用了大量的 γ' 相组成元素, 且试验件的过冷度较低、冷速过快, 回溶析出的 γ' 相数量少、尺寸小, 较难观察到^[26]。大尺寸 γ' 相和 γ' 相贫化区可促进热变形过程中的动态再结晶^[27-28]。这一温度区间可为 FGH4113A 合金的热成形提供参考, 并结合应变速率、应变等工艺参数和开裂倾向进行调整。当温度升至 1100 °C 时 (图 1e~1f), γ' 相占比进一步降低 (图 2), 晶界内 γ' 相大范围回溶, 未完全回溶的晶内 γ' 相尺寸与图 1b 和图 1d 中的晶内 γ' 相尺寸接近。当温度提高至 1130 °C 时 (图 1g~1h), γ' 相体积分数占比剩约 3.6% (图 2), 晶界残

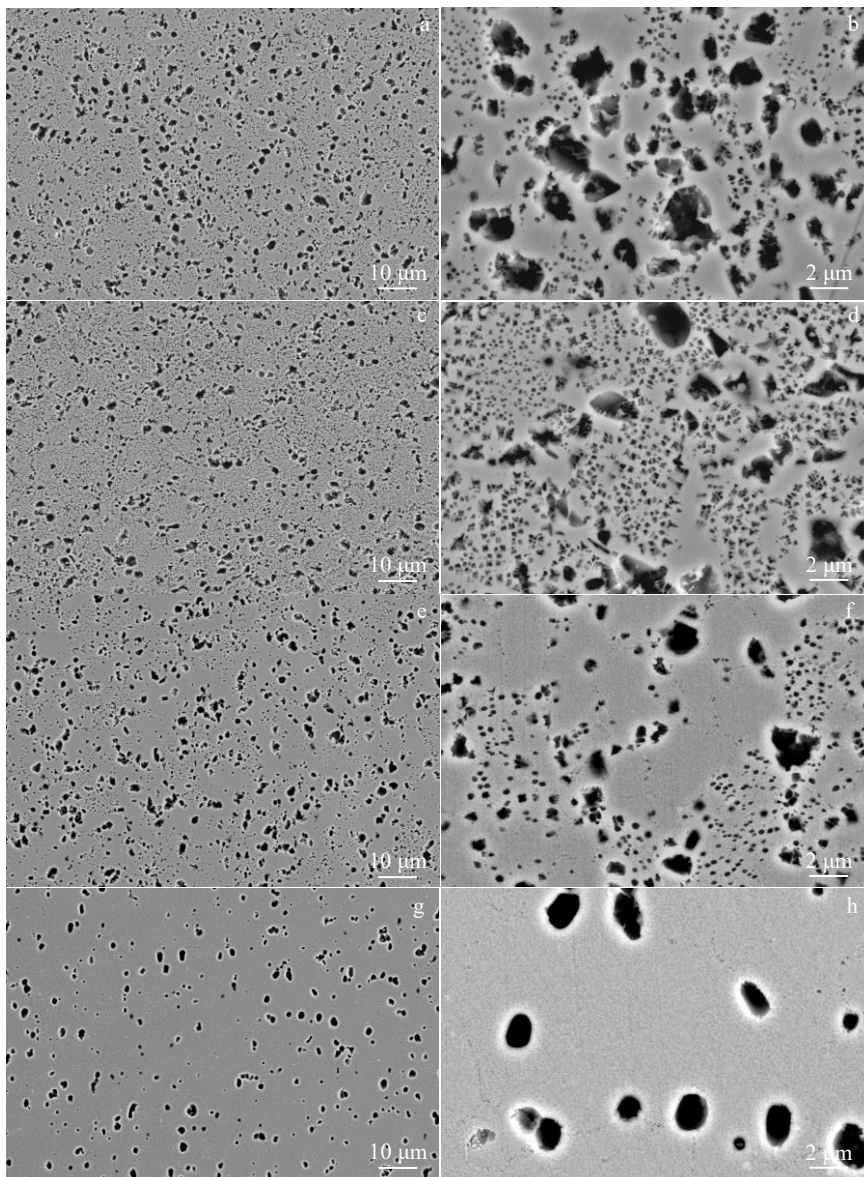


图 1 试验件升温至相应温度后空冷的 SEM-BSE 照片

Fig.1 SEM-BSE images of the samples after heating up to the corresponding temperature and then air cooling: (a, b) 1040 °C, (c, d) 1070 °C, (e, f) 1100 °C, (g, h) 1130 °C

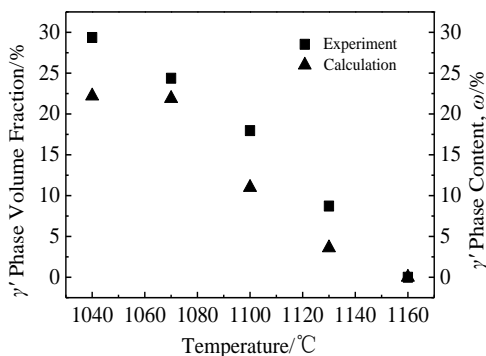


图 2 试验件 γ' 相体积分数及热力学软件计算的质量分数

Fig.2 Volume fraction and mass fraction calculated by thermodynamic software of γ' phase (volume fraction and mass fraction are similar in solid compounds, but not equal)

留零星分布的大尺寸 γ' 相，对晶粒的钉扎作用减弱。晶内密布尺寸很小的 γ' 相是回溶 γ 相基体后以 480 °C/min 的冷速析出的。这组试验表明，热处理温度越接近 γ' 相固溶温度， γ' 相回溶愈加明显，晶内相对小尺寸的 γ' 相将会发生明显回溶。当晶内 γ' 相大范围回溶后，晶界 γ' 相亦开始发生明显回溶，此时晶界 γ' 相对晶粒的钉扎作用会明显减弱。在高温下必然导致晶粒明显长大，从而削弱中低温条件下的细晶强化效果^[17-21]。经统计，虽然 γ' 体积分数占比明显下降，但是残余的 1000 nm 以上的 γ' 相尺寸未发生明显改变，如表 4。说明相对小尺寸的 γ' 相有更高的回溶率，大尺寸 γ' 相的尺寸没有发生明显变化，在一定的温度下，其与位错的交互机制不会发生明显改变。利用所述规律，可以通过调整亚固溶热处理温度维持足够多的 γ' 相，以抑制晶粒长大，并尽量使晶内 γ' 相回溶，优化细晶强化效果和沉淀强化效果。这对制定双重组织涡轮盘盘芯的热变形温度和亚固溶热处理有重要意义。

2.2 亚固溶保温时间

为方便观察，选取 1100 °C 作为保温试验温度，保温时间设置为 0、4、8、12 h，如表 2 所示。晶内 γ' 相试验结果列于图 3。使用 ImageJ 软件统计试验件晶界和晶内 γ' 相尺寸以及 γ' 相总占比，统计结果见图 4。在

表 4 亚固溶温度试验大尺寸 γ' 相的平均尺寸

Table 4 Average sizes of large-size γ' phase after the sub-solvus temperature heat treatment tests

Temperature/°C	Average particle size/nm
1040	1622
1070	1687
1100	1577
1130	1883

图 3a~3h 中，清晰观察到晶内广泛分布密集的 50 nm 以下的小尺寸 γ' 相，由于腐蚀效果略微不同，其密度呈现些许差异。这些小尺寸的 γ' 相是小试验件在亚固溶热处理后的空冷阶段以 480 °C/min 的冷速析出的，可通过调整冷速调整尺寸、分布和形貌^[29-33]。除此之外的 γ' 相是冷却开始时的瞬时组织。晶内未回溶的 γ' 相尺寸与保温时间成正比，这是因为 γ' 相在高温保温过程中会持续粗化且粗化速率较高，但在不同的温度区间有不一样的粗化速率^[34]。图 3 中晶内和晶界 γ' 相的粗化现象仅代表 γ' 相在 1100 °C 的粗化速率，但能较好的反映 γ' 相在高温保温阶段的演化规律。晶内和晶界 γ' 相的粗化速率与初始尺寸无关^[35]。未回溶的 γ' 相数量与保温时间成反比，这是因为缓慢的升温速率和较长保温时间使 γ' 相的体积分数接近保温温度的平衡状态，随着保温时间的延长没有明显变化。晶界及晶内 γ' 相的粗化必然导致相对小尺寸 γ' 相回溶。这一结果表面，亚固溶热处理工艺增加适当的保温时间，在晶粒内形成更多细小的二次 γ' 相，有利于提高材料中低温的力学性能。

2.3 亚固溶冷却速度

为使晶内 γ' 相尽量回溶至 γ 相基体并保留晶界 γ' 相，选取 1120 °C 作为亚固溶冷却速度试验温度，试验件冷却结束后进行电解腐蚀以清晰观察冷却析出的 γ' 相尺寸和形貌并与锻态组织进行对比，试验结果见图 5。全尺寸锻态工件较大，锻后冷却速度非常慢。极慢的冷速导致晶内 γ' 相有充足的时间生长粗化，因此在图 5a~5b 中，可观察到晶界和晶内的 γ' 相尺寸都很粗大。晶内除了粗大的 γ' 相外，还有小尺寸的 γ' 相，且尺寸分布跨度较大，这是因为 γ' 相在慢冷速下是梯度析出的^[29-33]。当合金以很慢的冷速从高温开始冷却，先析出的 γ' 相体积占比逐渐增加， γ' 相组成元素在 γ 相通道中中程扩散能力逐渐减弱，饱和度会从非饱和状态重新转变为过饱和状态，导致新一轮的 γ' 相析出^[36-38]。当这一过程多次出现，就会在晶内观察到尺寸差异明显的 γ' 相组织，即多模组织。把锻态组织以 4.5 °C/min 升温至 1120 °C 后以 15 °C/min 的速度冷却，晶内 γ' 相尺寸远小于锻态组织（图 5a~5d）。其原因是当温度升温至 1120 °C 时，晶内很大一部分 γ' 相回溶至 γ 相基体中，随后以 15 °C/min 以上的冷速进行冷却，冷速高于锻造后冷却，因此所获得的晶内 γ' 相要小于锻态，但由于冷速依然较慢，形貌呈近蝶状。此外，相比于锻态组织，晶界 γ' 相有连接趋势，其原因是晶内 γ' 相在高温环境下回溶， γ' 相组成元素扩散至晶界，晶界 γ' 相持续粗化趋向连接。把冷速提升至 200 和 480 °C/min 后， γ' 相呈双模结构，如图 5e~5h 所示，快冷速使 γ' 相在较短时间间隔内大量析出且来不及长大，因此，冷却析出的 γ' 相呈现单一尺寸且尺

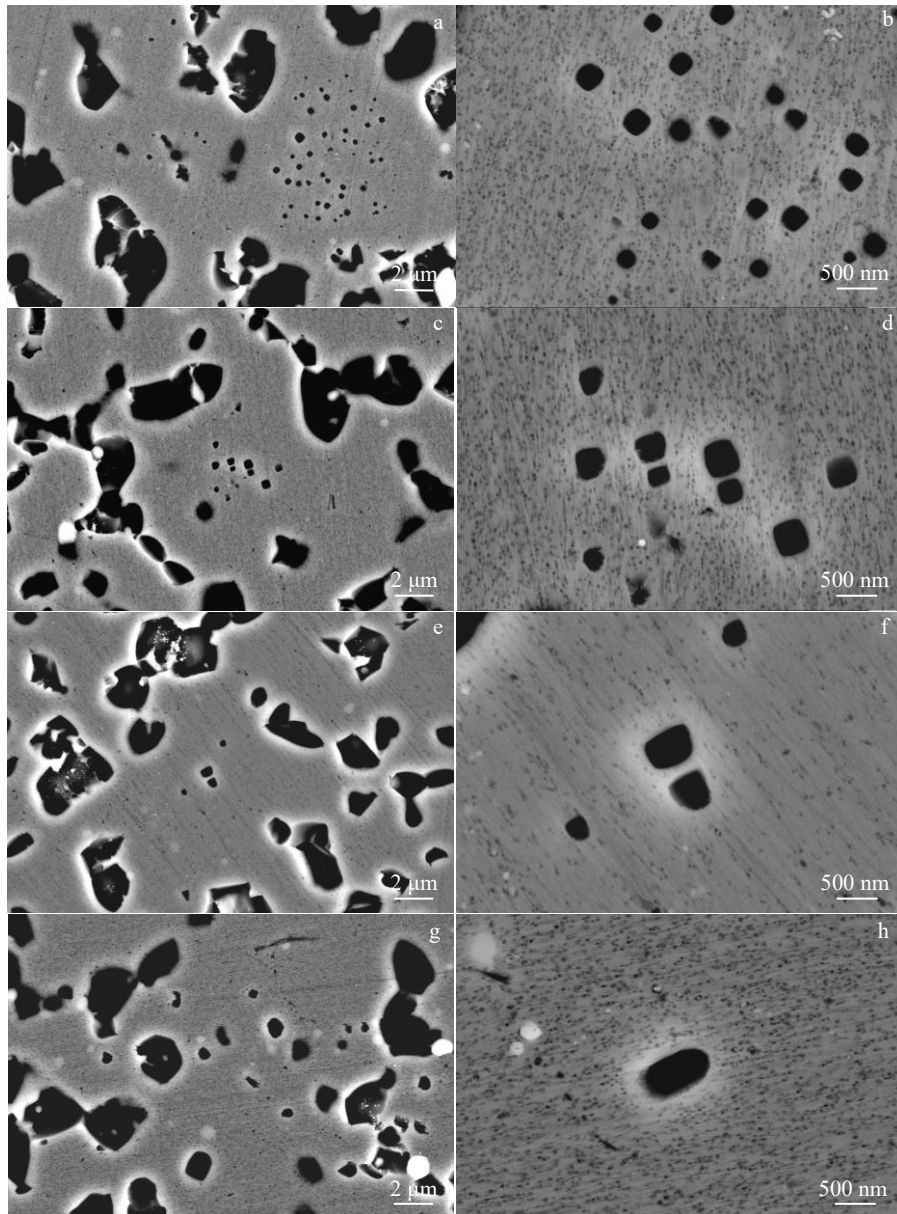


图 3 保温试验件的 SEM 照片

Fig.3 SEM images of the samples at 1100 °C for different soaking time: (a, b) 0 h; (c, d) 4 h; (e, f) 8 h; (g, h) 12 h

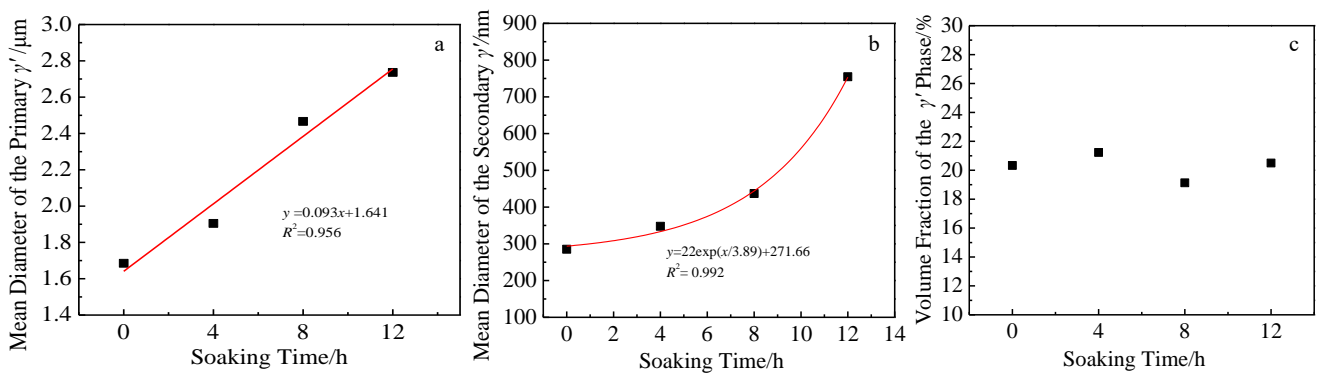


图 4 试验件的晶界和晶内 γ' 相尺寸以及 γ' 相总体积分数随保温时间的变化

Fig.4 Variation of the primary (a) and secondary γ' phase size (b) and the γ' phase volume fraction of the test samples with soaking time (c)

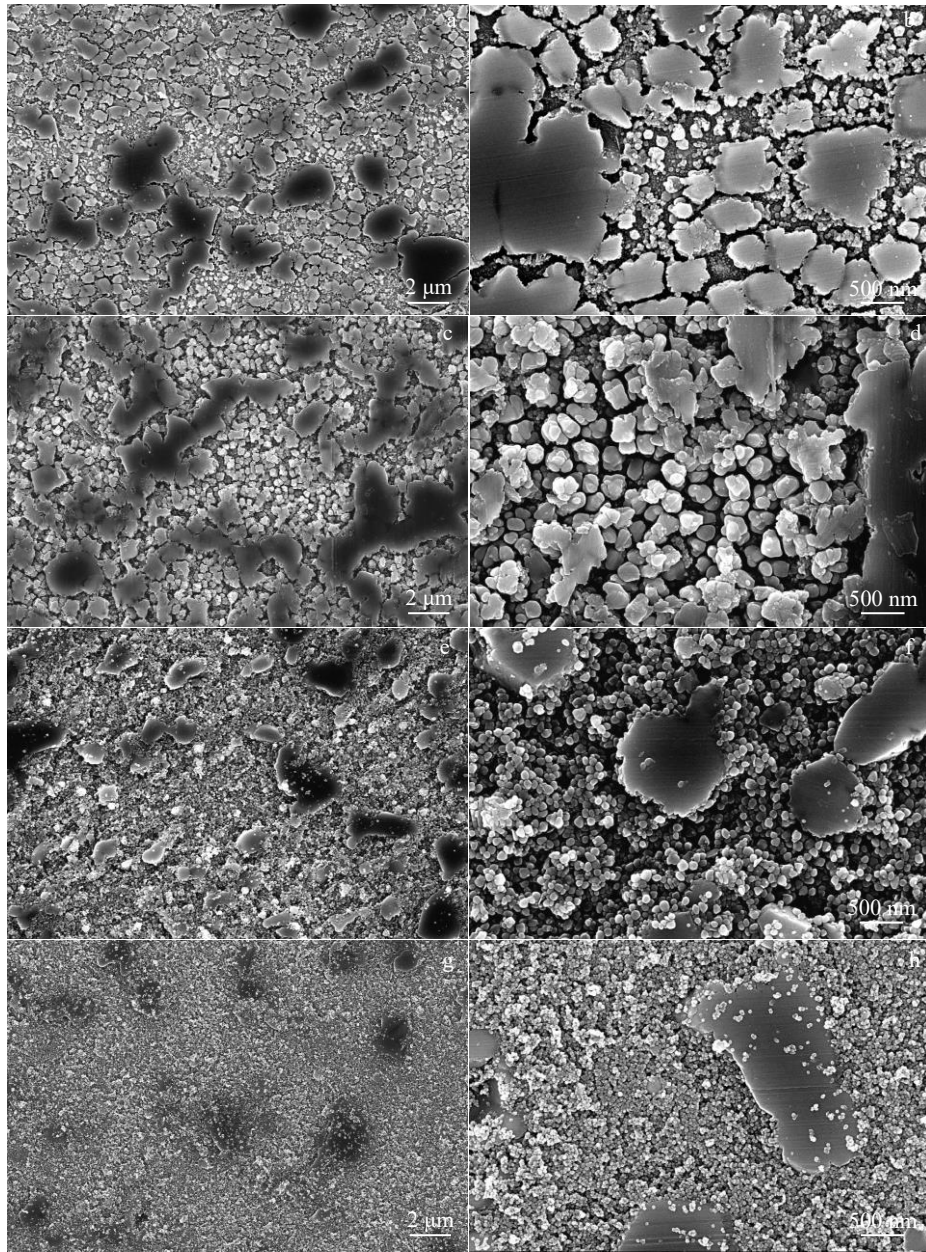


图 5 亚固溶冷速试验件的 SEM 照片

Fig.5 SEM images of the samples at 1120 °C cooling tests: (a, b) as-forged, (c, d) 15 °C/min, (e, f) 200 °C/min, (g, h) 480 °C/min

寸与冷速呈反比。这一规律与过固溶热处理相同^[39]。晶界大尺寸 γ' 相的尺寸和分布没有太大变化，但随着冷速提高逐渐被小尺寸 γ' 相覆盖，这是因为快冷速提供的形核驱动力，带来更高的形核密度^[7,36-38]。

2.4 过固溶+亚固溶

在实际生产过程中，为获得双重组织，根据工艺需求和设备条件，可能需要对盘件进行一次以上的热处理。盘缘部位可能会先经历亚固溶热处理再经历过固溶热处理。过固溶热处理会将 γ' 相完全回溶至基体中，因此，只要最后一步是过固溶热处理，那么最终的 γ' 相尺寸就由最后一步的冷速决定。若盘件先经历过固溶热处

理再经历亚固溶热处理。那么过固溶热处理后的 γ' 相组织会在亚固溶热处理过程中部分回溶或粗化。下面研究这一过程中的 γ' 相演变规律。将锻态组织升温至 1200 °C 并保温 2.5 h，将 γ' 相全部回溶于基体中并以 100 °C/min 的平均冷速析出，随后增加一级固溶或亚固溶热处理，温度分别为 1150、1140 和 1130 °C，保温时间均为 2.5 h，冷速 100 °C/min，如表 3 所示。锻态试验件经过 1200 °C 并保温 2.5 h 后以 100 °C/min 的冷速冷却后， γ/γ' 相显微组织如图 6a。 γ' 相全部回溶至 γ 相基体，随后冷却析出。晶界作为元素扩散通道，有利于 γ' 相生长粗化，所以晶界析出的 γ' 相尺寸稍大于晶内。将

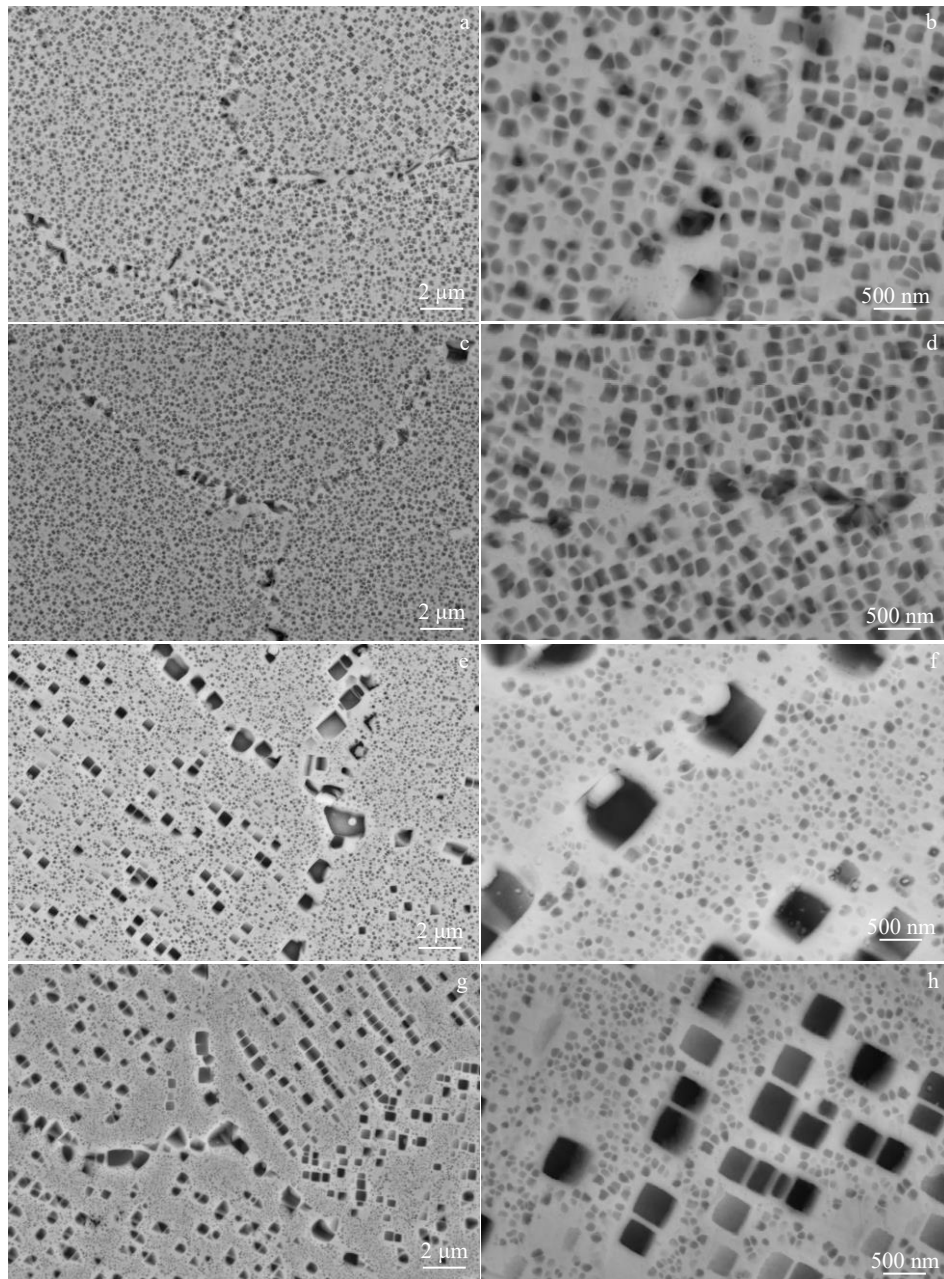


图 6 过固溶+亚固溶试验件的 SEM 照片

Fig.6 SEM images of the samples after super-solvus+sub-solvus heat treatments: (a, b) 1200 °C, (c, d) 1200 °C+1150 °C, (e, f) 1200 °C+1140 °C, and (g, h) 1200 °C+1130 °C

经历过 1200 °C 保温 2.5 h 的过固溶热处理试验件进行 1150 °C 保温 2.5 h 的固溶热处理后以 100 °C/min 的冷速冷却 (表 3), γ' 相的尺寸形貌基本没有变化, 如图 6c, 6d。说明再次将 γ' 相回溶至基体后, γ' 相析出和生长机制没有改变。降低第二步热处理的温度至 1140 和 1130 °C, 如表 3, 试验结果列于图 6e~6h。试验件的显微组织与将锻态试验件直接升温至 1130 °C 随后空冷的显微组织有很大不同 (图 1h)。在图 1h 中, 晶内 γ' 相基本完全回溶, 晶界 γ' 相呈球状或椭圆状, 反映其在冷

却前已经部分回溶。在图 6e~6h 中, 晶界和晶内 γ' 相均为矩形, 这是因为过固溶析出的小尺寸球形 γ' 相与 γ 相基体呈共格状态^[40]。且过固溶快冷组织的晶界和晶内 γ' 相尺寸相差不大, 导致重新升温至亚固溶温度后晶内的 γ' 相有部分没有回溶, 并粗化成矩形^[30,40-42]。图 6e~6h 中所看到的大尺寸矩形 γ' 相是亚固溶冷却前的组织, 周围细小的 γ' 相是快速冷却时析出的, 这是一种典型的镍基粉末高温合金过固溶快冷+亚固溶快冷后的显微组织。同样 100 °C/min 的冷速下, 亚固溶热处理冷却析

出的 γ' 相尺寸要远小于过固溶热处理, 这是因为未回溶的大尺寸 γ' 相消耗了大量的 γ' 相组成元素。这一现象说明, 亚固溶冷却析出的 γ' 相尺寸与未回溶的大尺寸 γ' 相占比有较大关系, 需要进一步研究。图 6g, 6h 中, 单位面积内大尺寸矩形 γ' 相的数要大于图 6e, 6f, 因为停留温度越高, γ' 相占比越少, 如图 2。矩形 γ' 相的尺寸约在 500 nm 及以下, 这个尺度依然能激活位错运动的强切割机制^[17]。若采用较慢的冷速, 则矩形 γ' 相会继续沿 [111] 方向生长至不规则形状。一方面, γ/γ' 相界面会从半共格状态转向非共格状态^[21,40,43], 失去共格强化效果。另一方面, 依据屈服强度的位错切割计算模型^[17-21], 若晶粒度级别相同, 则屈服强度随 γ' 相的平均尺寸增加而降低。相比过固溶和固溶组织, 对比图 6d 和图 6f, 晶界的矩形 γ' 相可能增大了晶界厚度, 从元素的晶界扩散理论来看, 这一现象不利于高温低应力服役环境。

2.5 亚固溶+亚固溶

在实际生产过程中, 根据工艺需求和设备条件, 盘芯的局部部位可能会经历两次亚固溶热处理。梯度热处理过程中, 部件不同部位首次热处理温度可能不同。为此将试验分为两步, 第 1 步将第 1 次亚固溶热处理温度设为变量 (1070、1140 °C), 第 2 次亚固溶热处理温度 (1120 °C) 设为定量, 冷却速度均为 50 °C/min, 如表 3 所示, 试验结果见图 7。5000 倍放大观察较难观察到明显差距, 如图 7a, 7c 所示。当放大倍数增至

20000 倍时, 如图 7b, 1070 °C+1120 °C 的试验件晶内 γ' 相主要有 500 nm 左右、100 nm 左右和 50 nm 以下 3 种尺寸。其中, 500 nm 左右的 γ' 相与图 5b 中锻态缓冷的晶内大尺寸 γ' 相相近。在图 5d 中, 在 1120 °C 回溶后以 15 °C/min 析出的晶内 γ' 相未生长至 500 nm 以上。因此, 图 7b 中 500 nm 左右的晶内 γ' 相继承自锻态组织, 且在两次亚固溶热处理过程中均未回溶。在图 7d 中, 1140 °C+1120 °C 的试验件晶内 γ' 相主要有 300 nm 左右、100 nm 左右和 50 nm 以下 3 种。其中, 300 nm 左右的 γ' 相呈规则矩形。结合图 6g~6h 分析, 当初次热处理温度提升至 1140 °C 时, 大部分晶内 γ' 相回溶, 这部分 γ' 相冷却析出后, 在二次 1120 °C 热处理中粗化生长成矩形。图 6b 和图 6d 中 100 nm 左右的 γ' 相是在 1120 °C 热处理后冷却早期析出的, 50 nm 以下的小尺寸球形 γ' 相是进一步冷却至低温时基体重新获得过饱和状态而析出的^[30]。图 8 是使用热力学软件 JMatPro 计算的 γ 、 γ' 相在不同温度时的晶格常数变化。研究报告^[40,43], 随着错配度绝对值减小, γ' 相从球形转化成矩形所需的临界尺寸逐渐增加, 基于这一研究, 图 6h 和图 7b 在主要粗化阶段时的错配度绝对值不一样, 且图 6h 小于图 7b, 说明图 6h 所获得组织主要通过高温阶段粗化。依据共格强化计算模型^[21], 共格强化效果与错配度的绝对值和 γ' 相的尺寸成比, 但若 γ' 相尺寸大到一定程度, γ 相基体会发生局部塑性变形, 使 γ/γ' 界面转变成非共格状态。因此, 在粉末高温合金中, 共格强化贡献占

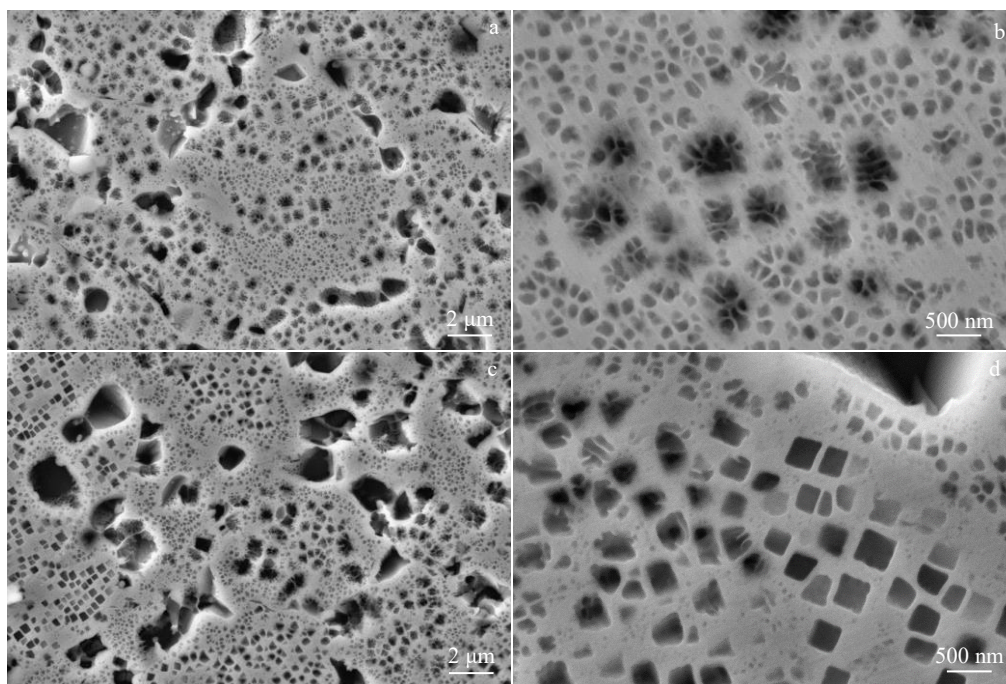


图 7 亚固溶+亚固溶试验件的 SEM 照片

Fig.7 SEM images of the dual sub-solvus heat treatment samples: (a, b) 1070 °C+1120 °C, and (c, d) 1140 °C+1120 °C

整体屈服强度的比例一般不高^[21]。晶内零星分布的未回溶的大尺寸 γ' 相虽然在理论上弱化了位错切割强化效果，但其可能会与共格强化效果相抵消，不会明显影响室温屈服强度。但若错配度的绝对值降低，这种组织的弊端就会开始显现。由图 8 可推测，该合金在 600 °C 以上服役条件时，共格强化效果开始下降。

将第 1 次亚固溶热处理温度设为定量（1120 °C），第 2 次亚固溶热处理温度设为变量（1090、1120、1140 °C），并将冷却速度都设为 50 °C/min，试验结果见图 9。在 1120 °C 双亚固溶 80 和 140 °C/min 的 SEM 照片见图 10。由结果可见，1120 °C+1090 °C 的试验件晶内相对大尺寸的 γ' 相稍多（图 9a, 9b），这是因为 1090 °C 时， γ' 相回溶最少，未回溶的 γ' 相在高温环境下会发生明

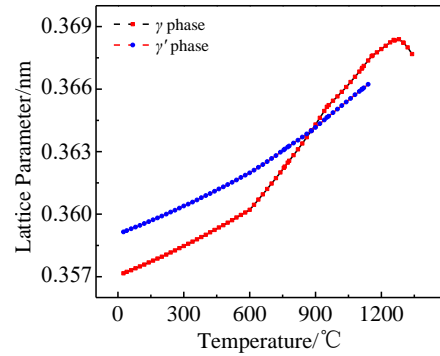


图 8 热力学计算的 FG4113A 合金中 γ 相与 γ' 相在 0~1400 °C 的晶格常数对比

Fig.8 Calculated lattice parameters between the γ phase and γ' phase of the alloy at 0~1400 °C

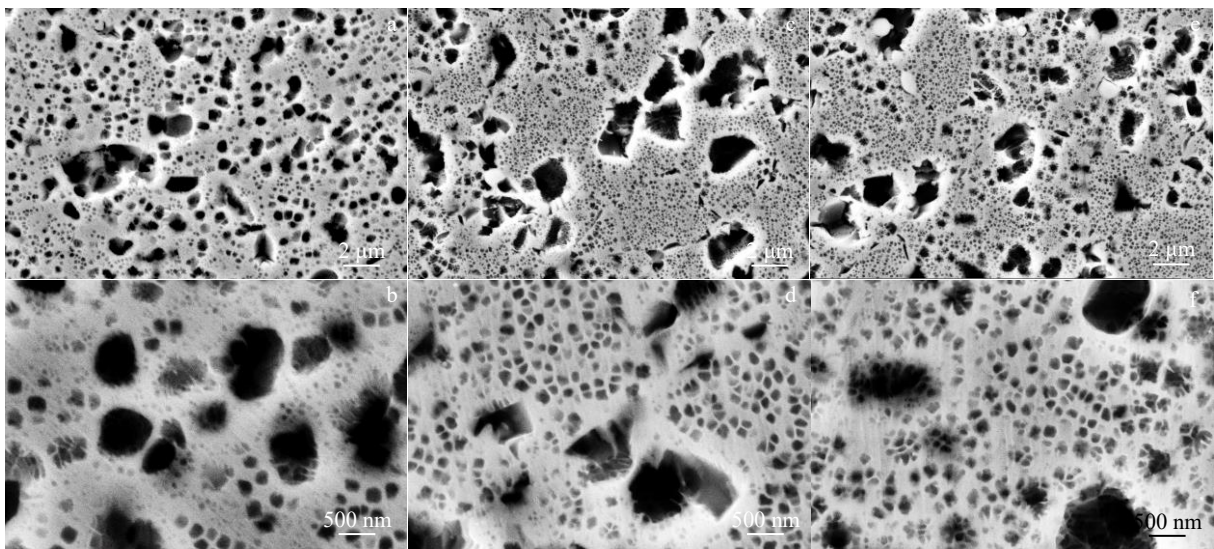


图 9 亚固溶+亚固溶试验件的 SEM 照片

Fig.9 SEM images of the dual sub-solvus heat treatment samples: (a, b) 1120 °C+1090 °C, (c, d) 1120 °C+1120 °C, and (e, f) 1120 °C+1140 °C

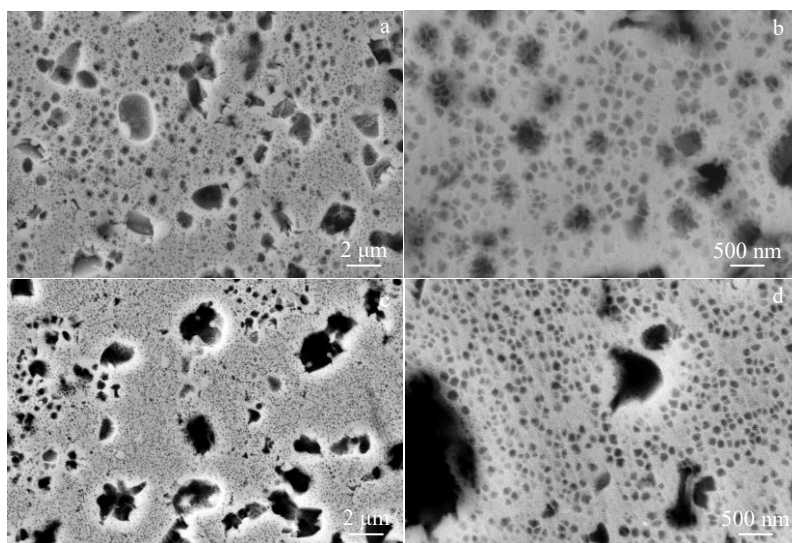


图 10 亚固溶+亚固溶试验件的 SEM 照片

Fig.10 SEM images of the dual sub-solvus heat treatment samples: (a, b) 1120 °C+1120 °C, 80 °C/min; (c, d) 1120 °C+1120 °C, 140 °C/min

显粗化。粗化 γ' 相消耗了更多的 γ 相组成元素, 因此回溶析出的 γ' 相尺寸较小。在图 9c~9f 中, 晶内没有出现如图 7d 中的 500 nm 左右的矩形 γ' 相。其原因是, 在初次亚固溶热处理 (1120 °C) 之后, 部分晶内的相对大尺寸 γ' 相并没有完全回溶, 情况类似图 7a, 7b。而初次亚固溶热处理后回溶析出的 γ' 相在二次亚固溶热处理 (1120 °C、1140 °C) 中, 由于使用了相同的或更高的温度, 而再次回溶析出, 因此 γ' 相的分布和尺寸没有太大的变化。晶内 100 nm 左右及 50 nm 以下的 γ' 相都是在二次亚固溶热处理过程中回溶析出的, 与图 7 的情况一致。

将两次亚固溶热处理的温度都设定为 1120 °C, 并将冷速分别提升至 80 和 140 °C/min, 如表 3 所示。试验结果见图 10。结合图 7c, 7d, 晶内回溶析出的 γ' 相随冷却速度升高而减小, 与过固溶热处理的基本规律相同^[39]。经统计, 50、80 和 140 °C/min 的回溶析出 γ' 相平均尺寸分别为 188、133 和 101 nm。具体值可能会受到未回溶的大尺寸 γ' 相影响。冷速越高, 晶内中等尺寸的 γ' 相尺寸越少, 因为较慢的冷速使高温阶段析出的 γ' 相有相对长的时间长大。从力学性能的角度分析, 细小的晶内 γ' 相有利于合金的屈服强度和抗拉强度提高^[17-22]。

3 结 论

1) γ' 相在合金中的占比随温度升高而降低, 晶界大尺寸 γ' 相数量随温度升高明显降低, 但是尺寸没有明显变化。 γ' 相的回溶倾向可能与其尺寸成反比关系。

2) 保温过程中晶内 γ' 相一部分回溶, 一部分粗化。未回溶的 γ' 相尺寸与保温时间呈正比, 数量与保温时间呈反比。晶界 γ' 相尺寸随保温时间增加而略微增大。总体积分数与保温时间关系不明显。适当延长保温时间可以促进晶内 γ' 相回溶。

3) 合适的亚固溶热处理温度, 可以将遗传自锻态的晶内 γ' 相完全回溶至基体中。随后使用较快的冷速可使晶内重新析出细小的单模组织。使用较慢的冷速可使晶内重新析出多模组织。

4) 过固溶快冷+亚固溶快冷热处理会使晶内未回溶的 γ' 相生长至矩形并保留到冷却结束后, 其数量随亚固溶热处理温度降低而增加。快冷速下, 亚固溶热处理晶内析出的 γ' 相尺寸要小于过固溶热处理。

5) 锻态组织经亚固溶+亚固溶热处理后, 亚固溶热处理的温度决定了 γ' 相回溶程度。未能回溶则会保留至第 2 次亚固溶热处理。若第 1 次亚固溶使大部分晶内 γ' 相回溶, 那么第 2 次亚固溶热处理后部分晶内 γ' 相会生长成矩形, 因为在高温状态下合金的 γ/γ' 相错配度绝对值降低亚固溶热处理回溶后析出的 γ' 相尺寸与冷速成反比。

参考文献 References

- [1] Mourer D, Williams J. *The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*[J], 2004: 401
- [2] Gao Jun (高峻), Luo Jiao(罗皎), Li Miaoquan(李淼泉). *Journal of Aeronautical Material*(航空材料学报)[J], 2012, 32(6): 38
- [3] Gayda J, Gabb T, Kantzos P et al. *NASA Technical Reports Server*[R]. Washington D C: NASA, 2003: 22 720
- [4] Betteridge W, Shaw S W S. *Materials Science and Technology*[J], 1987(3): 682
- [5] Reed R C. *In the Superalloys: Fundamentals and Applications* [M]. New York: Cambridge University Press, 2006: 236
- [6] Jackson M P, Reed R C. *Mater Sci Eng A*[J], 1999, 259: 85
- [7] Masoumi F, Shahriari D, Jahazi M et al. *Scientific Reports*[J], 2016, 6: 28 650
- [8] Vaunois J R, Cormier J, Villechaise P et al. *In Proceedings of 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*[R]. Pittsburgh, PA, USA: TMS, 2010
- [9] Laurence A, Cormier J, Villechaise P et al. *In Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*[R]. Pittsburgh, PA, USA: TMS, 2014
- [10] Manonukul A, Dunne F P E, Knowles D. *Acta Mater*[J], 2002, 50: 2917
- [11] Gibbons T B, Hopkins B E. *Metal Science*[J], 1984(18): 273
- [12] Reppich B. *Acta Metallurgica*[J], 1982, 30: 87
- [13] Reppich B, Schep P, Wehner G. *Acta Metallurgica*[J], 1982, 30: 95
- [14] Nembach E, Suzuki K, Ichihara M et al. *Philosophical Magazine*[J], 1985(51A): 607
- [15] Nembach E. *Particle Strengthening of Metals and Alloys*[M]. New York: John Wiley and Sons, 1997
- [16] Kruml T, Conforto E, Piccolo B Lo et al. *Acta Materialia*[J], 2002, 50: 5091
- [17] Kozar R W, Suzuki A, Milligan W W et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40A: 1588
- [18] Collins D M, Stone H J. *International Journal of Plasticity*[J], 2014, 54: 96
- [19] Galindo-Nava E I, Connor L D, Rae C M F. *Acta Materialia*[J], 2015, 98: 377
- [20] Goodfellow A J. *Materials Science and Technology*[J], 2018, 34(15): 1793
- [21] Goodfellow A J, Galindo-Nava E I, Schwalbe C et al. *Materials and Design*[J], 2019, 173: 107 760
- [22] Huether W, Reppich B. *Zeitschrift Fuer Metallkunde*[J], 1978, 69: 628
- [23] Wang Chao(王超), Xiao Lei(肖磊), Zhang Gaoxiang(张高翔)

- et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(9): 3115
- [24] Chen Q, Yang J L, Feng G J. *Powder Metallurgy*[J], 2020, 63(4): 1
- [25] Wang Y L, Li Y, Zhang H *et al. Philosophical Magazine*[J], 2021, 101(2): 193
- [26] Masoumi F, Shahriari D, Jahazi M *et al. Scientific Reports*[J], 2016(6): 28 650
- [27] Wang Shuyun(王淑云), Zhang Mincong(张敏聪), Dong Yunpeng(东贇鹏) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2012, 7: 24
- [28] Yang Jie(杨杰), Liu Guangxu(刘光旭), Wang Wenyong(王文莹) *et al. China Metallurgy*(中国冶金)[J], 2021, 31(8): 40
- [29] Singh A R P, Nag S, Hwang J Y *et al. Materials Characterization*[J], 2007, 62: 878
- [30] Balikci E, Raman A, Mirshams R A. *Metall Mater Trans A*[J], 1997, 28A: 1993
- [31] Radis R, Schaffer M, Albu M *et al. Acta Materialia*[J], 2009, 57: 5739
- [32] Shahriari D, Sadeghi M, Akbarzadeh A. *Materials and Manufacturing Processes*[J], 2009, 24: 559
- [33] Singh A R P, Nag S, Chattopadhyay S *et al. Acta Materialia*[J], 2013, 61: 280
- [34] Guan Y, Liu Y C, Ma Z Q *et al. Vacuum*[J], 2020, 175: 109 247
- [35] Ke Changbo, Xie Bao. *Applied Mechanics and Materials*[J], 2012, 117-119: 1834
- [36] Babu S, Miller M K, Vitek J M *et al. Acta Materialia*[J], 2001, 49: 4149
- [37] Wen Y H, Simmons J P, Shen C C *et al. Acta Materialia*[J], 2003, 51: 1123
- [38] Wen Y H, Wang B, Simmons J P *et al. Acta Materialia*[J], 2006, 54: 2087
- [39] Papadaki C, Wei Li, Korsunsky A M. *Materials*[J], 2018, 11: 1528
- [40] Neumeier S. *Auswirkung von Rhenium und Ruthenium auf die Mikrostruktur und das Hochtemperatur Verformungs-verhalten von Nickelbasis-Superlegierungen der 4. Generation*[D]. Erlangen: University Erlangen-Nuernberg, 2010: 74
- [41] Porter D A, Easterling K E. *Phase Transformations in Metals and Alloys, 2nd ed.*[M]. New York: Chapman and Hall, 1992: 112, 265, 315
- [42] Footner P K, Richards B P. *J Mater Sci*[J], 1982, 17: 2141
- [43] Reed R C. *In The Superalloys: Fundamentals and Applications* [M]. New York: Cambridge University Press, 2006: 51

Sub-solvus Heat Treatment Study on the γ' Distribution of Novel Nickel-Based Superalloy

Cheng Junyi¹, Xiong Jiangying^{1,2}, Liu Chaofeng^{1,2}, Zhu Lihua³, Ji Hongjun³, Guo Jianzheng^{1,2}

(1. Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd, Shenzhen 518000, China)

(2. Powder Metallurgy Institute, Central South University, Changsha 410083, China)

(3. State Key Laboratory of Advanced Welding and Joining, Harbin Institute of Technology (Shenzhen), Shenzhen 518055, China)

Abstract: This research investigated the influence of sub-solvus heat treatment processes on the γ' phase microstructure of a novel third-generation nickel-based powder superalloy FGH4113A(WZ-A3). The temperature, soaking time, cooling rate of sub-solvus heat treatment, and the effects of super-solvus+sub-solvus, sub-solvus+sub-solvus on γ' phase were mainly explored. The results indicate that: the volume fraction of γ' phase is inversely proportional to the sub-solvus heat treatment temperature. The tendency of γ' phase dissolving back into γ phase is inversely proportional to the size, and the quantity is inversely proportional to the soaking time. The size of grain boundary γ' phase increases with the increase of soaking time, and the overall volume fraction of γ' phase does not change significantly with the increase of soaking time. A fast cooling rate can re-precipitate an intergranular fine unimodal γ' phase structure. A slower cooling rate can re-precipitate intergranular multimodal γ' phase structure. The size of the reprecipitated γ' phase is inversely proportional to the cooling rate. The microstructure after super-solvus+sub-solvus heat treatment is mainly affected by the temperature and cooling rate of the sub-solvus heat treatment. The lower the temperature, the more rectangular γ' phases are in the grain. The small size spherical γ' phase will be coarsened into a rectangle shape at high temperature, which is affected by the absolute value of the mismatch degree of the γ/γ' phase. The γ' phase microstructure of sub-solvus+sub-solvus heat treatment is greatly affected by temperature.

Key words: third-generation nickel-based PM superalloy; sub-solvus heat treatment; microstructure; γ' phase