

喷射成型 FGH4095 静态再结晶组织特征*

张宇 葛昌纯[†] 沈卫平 邱成杰

(北京科技大学材料科学与工程学院, 特种陶瓷粉末冶金研究所, 北京 100083)

(2012年5月7日收到; 2012年5月10日收到修改稿)

为了研究喷射成型 FGH4095 高温合金经热等静压、近等温锻后固溶热处理的组织特征, 采用喷射成型高温合金, 经 1170 °C, 120 MPa, 3 h 热等静压和 75% 压缩量的近等温锻, 经 1120 °C, 1140 °C, 1160 °C 保温 10, 20, 40 min 固溶热处理, 再经油淬后研究其再结晶过程及晶粒尺寸、析出相的变化规律. 结果表明, 固溶温度强烈影响静态再结晶过程及固溶后的组织. 在 1120 °C 下固溶 20 min, 由于区域化的不完全再结晶, 可形成项链组织; 1140 °C 下固溶 40 min 可基本完成再结晶, 并得到细化的再结晶组织, 平均晶粒尺寸约为 8 μm ; 1160 °C 下固溶 10 min 即可基本完成再结晶, 晶粒尺寸长大到约 18 μm .

关键词: 再结晶, 高温合金, 固溶处理, 喷射成型

PACS: 81.10.Jt, 61.72.Mm, 64.75.Nx

1 引言

FGH4095 是一种高合金的 γ' 相沉淀强化型粉末高温合金, 其 γ' 相的体积含量为 50%—55%. 作为第一代粉末高温合金的代表, FGH4095 是在 650 °C 使用温度下具有高强度的高温合金之一^[1], 其通常采用的热处理制度为固溶 +2 次 (或 1 次) 时效处理^[2]. 采用固溶温度低于 γ' 完全溶解温度 (约 1160 °C—1170 °C) 以下的亚固溶处理, 得到细晶组织, 可获得较好的常温、高温拉伸强度和低周疲劳性能, 高于 γ' 完全溶解温度则可以获得较粗的晶粒和较好的高温蠕变、较好的韧性等.

喷射成型是一种快速凝固技术, 具有快速凝固的组织特征^[3]. 液态金属液流经气雾化喷嘴粉碎为液滴, 在下落过程中与环境进行热交换, 液滴最终降落在沉积器上并继续冷却形成具有快速凝固特征的坯体. 采用喷射成型可以得到与粉末冶金法类似的晶粒细小、无宏观偏析的高温合金锭, 同时具有工艺流程短、生产效率高的优点; 在组织性能方面由于其致密化的过程在合金固相线的温度附近

进行, 与粉末冶金法制得的高温合金相比, 可大大降低原始颗粒边界的危害^[4,5].

根据前一阶段的研究^[6], 对于喷射成型的 FGH4095 在最高超过 γ' 完全溶解温度约 30 °C 的 1200 °C 温度下保温 3 h, 其晶粒尺寸仍基本保持了喷射成型时的大小. 但由于喷射成型高温合金在实际应用时需要锻造加工消除孔隙, 本文就对经较大热变形后的喷射成型高温合金在不同温度下固溶不同时间后油淬组织进行了研究.

2 实验材料及方法

母合金采用 VIM-VAR 双联工艺制备的 FGH4095 合金锭, 母合金的主要成分 (质量分数%) 为: Cr 12.24, Co 8.54, Mo 3.65, Al 3.53, Nb 3.49, W 3.46, Ti 2.46, C 0.06, Zr 0.03, B 0.008, 余量为 Ni. 喷射成型采用氮气作为雾化介质, 制得的喷射成型坯直径约 200 mm, 高度约 320 mm. 采用电火花切割其芯部约 Φ 80 mm \times 40 mm 的喷射成型坯, 经 1170 °C, 120 MPa, 3 h 热等静压 (HIP) 处理. 然后将坯料使用平板模进行热模锻造, 锻造的工程应变

* 国家自然科学基金 (批准号: 50974016) 资助的课题.

[†] E-mail: ccge@mater.ustb.edu.cn

量为 75%，模具下压速率约 0.05 mm/s，始锻温度 > 1100 °C，终锻温度 > 1000 °C，锻后空冷至室温。锻坯采用线切割分割，切割后的 FGH4095 变形坯在高温箱式电阻炉内于 1120 °C，1140 °C，1160 °C 下分别保温 10，20，40 min 进行固溶处理，然后出炉油淬。热处理后的试样经线切割后进行磨、抛处理。金相试样采用 5 g CuCl₂ + 100 mL HCl + 100 mL C₂H₅OH (Kalling #2 试剂) 侵蚀，侵蚀后的组织在 Leica DMR 正置式广视野金相显微镜上进行组织观察；析出相采用 20 vol% H₂SO₄ + 80 vol% CH₃OH 作为电解液，25—30 V 抛光 30—60 s，然后采用 9 g CrO₃ + 90 mL H₃PO₄ + 30 mL C₂H₅OH 为电解液，在 2—5 V 电压下腐蚀 1—5 s，使用 ZEISS ULTRA 55 型热场发射扫描电镜及 LEO-1450 型扫

描电镜进行观察。

3 实验结果

3.1 热等静压态及锻态的组织特征

如图 1(a) 所示，经热等静压后喷射成型 FGH4095 的晶粒呈规则的等轴晶，晶粒尺寸约为 33 μm。由于热等静压后降温速率较慢，一次 γ' 长大至 1.2—1.5 μm，且由于弹性作用能的影响，γ' 相分裂成几个中间连接的颗粒，如图 1(b) 所示。

如图 2(a) 所示，经近等温锻后，高温合金的晶粒在锻造下压方向被压缩，在横向伸长；如图 2(b) 所示，晶内 γ' 相尺寸普遍在 0.3 μm 以下，晶界上存在稍大尺寸的 γ'。

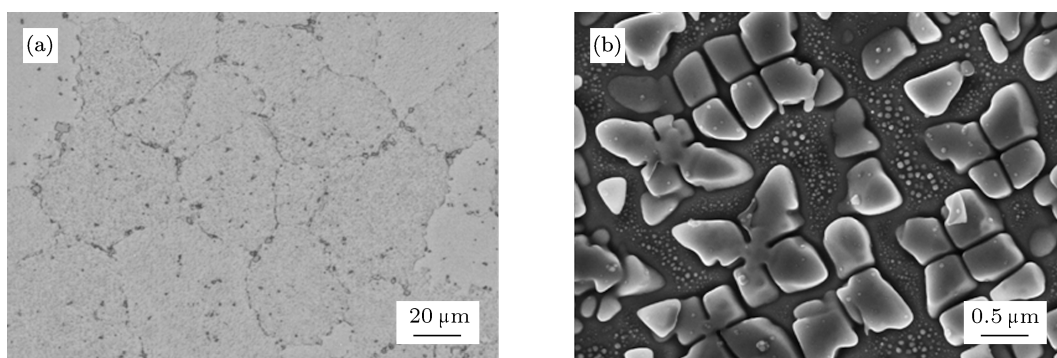


图 1 热等静压后的 FGH4095 的晶粒和 γ' 形貌

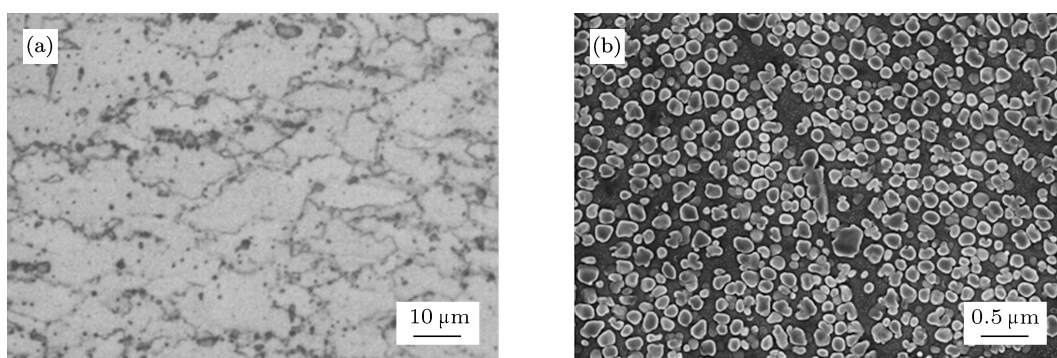


图 2 热模锻后的 FGH4095 组织

3.2 锻态及不同温度下 40 min 固溶后组织的 EBSD 分析

反极化图 (inverse pole figure, IPF) 能更清晰地显示经近等温锻后喷射成型 FGH4095 的晶粒形貌及取向排布情况。如图 3 所示，不同色彩表示不

同的晶体学取向，图 3 所示的 IPF 图中大角度晶界 (相邻晶粒取向差 > 15°) 以粗黑线表示，小角度晶界 (相邻晶粒取向差 < 10°) 以细蓝色线表示，取向差在 10°—15° 之间的以细红色线表示。经近等温锻后，较大的晶粒呈现被压缩的形貌，同时其内部有明显的位相差，并在晶粒内部存在着小角度

晶界. 根据先前的恒温、恒形变速率热模拟压缩实验研究结果, 喷射成型在较低应变速率时 ($\dot{\epsilon} < 0.001 \text{ s}^{-1}$), 若变形温度较高 ($T > 1100 \text{ }^\circ\text{C}$) 则发生动态再结晶, 温度较低 ($T < 1050 \text{ }^\circ\text{C}$) 则主要发生动态回复. 锻造初始阶段由于始锻温度高而变形速率低, 进行了动态再结晶, 得到了一定程度细化的晶粒; 由于锻造模具温度的限制, 锻造的终锻温度较低. 随着锻造过程的进行, 由于锻坯的温度下降,

再结晶过程的速率降低, 变形机制逐渐过渡到以动态回复为主, 晶粒发生整体压缩, 形成了锻后的较大变形晶粒加细小再结晶晶粒的组织特征. 较大尺寸的变形晶粒内部普遍存在着大量小角度晶界, 这为固溶时的静态再结晶提供了晶格畸变能作为再结晶的驱动力储备. 另外锻态的组织中同样存在着细小等轴晶组织, 晶粒尺寸约为 $1\text{--}3 \mu\text{m}$, 可作为后续静态再结晶的核心.

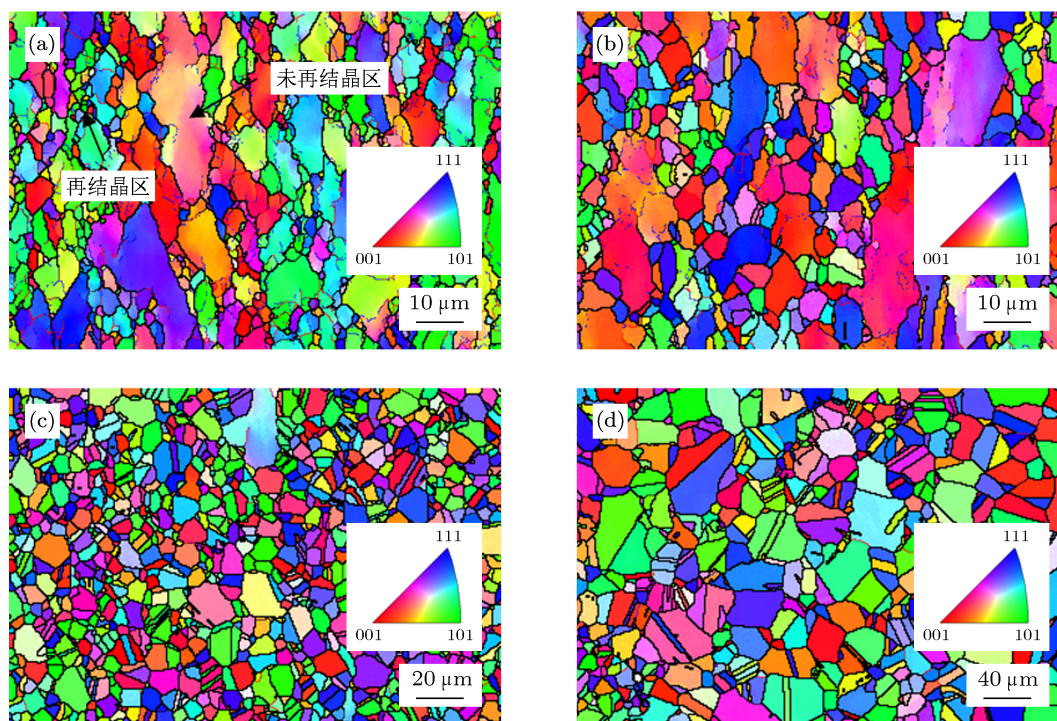


图3 喷射成型 FGH4095 近等温锻及锻后不同温度下固溶 40 min 的 IPF 图 (a) 近等温锻后; (b) $1120 \text{ }^\circ\text{C}$ 固溶 40 min; (c) $1140 \text{ }^\circ\text{C}$ 固溶 40 min; (d) $1160 \text{ }^\circ\text{C}$ 固溶 40 min

如图 3(b) 所示, 经 $1120 \text{ }^\circ\text{C}$ 40 min 固溶后, 大块的变形晶粒占比减少, 而 $5 \mu\text{m}$ 左右晶内基本无位相变化的再结晶晶粒数量增加. 如图 3(c) 所示 (注意图 3(d) 和 (e) 的放大比例变化), 固溶温度增加到 $1140 \text{ }^\circ\text{C}$ 后, 残余变形晶粒更少, 大部分晶粒为无畸变的多边形再结晶晶粒, 表明其动态再结晶过程基本完成. 经 $1160 \text{ }^\circ\text{C}$ 时固溶 40 min, 晶粒尺寸显著增加, 大部分晶粒尺寸约为 $40 \mu\text{m}$, 同时也存在着部分较细的尺寸约为 $10 \mu\text{m}$ 的晶粒.

3.3 不同温度及固溶时间条件下的晶界及 γ' 相的变化

经 $1120 \text{ }^\circ\text{C}$ 10 min 固溶后, 有少量再结晶的区域出现. 通过热场发射显微镜观察, 如图 4(b) 和 (c)

所示, γ' 相在细小晶粒的再结晶区与尺寸较大、形状不规则的未再结晶区的形貌分布差别较大. 在已再结晶区晶粒内部分布着经油淬冷却形成的尺寸均匀 (约为 $60\text{--}70 \text{ nm}$) 的二次 γ' , 在再结晶晶粒的晶界上存在着尺寸较大 (约 $0.7\text{--}2 \mu\text{m}$) 的一次 γ' ; 而未再结晶区内存在着未溶解的残余一次 γ' , 其尺寸和形态与近等温锻后空冷态的一次 γ' 相似, 同时该区域内的二次 γ' 量很少. 形成这种组织特征的机理如下: 在低于 γ' 完全溶解温度以下进行固溶处理时, 一部分一次 γ' 溶解入基体内, 晶界迁移所受到的阻碍降低; 原锻态的组织中存在的较少畸变能的细小再结晶晶粒以应变存储能差作为驱动力, 使大角度晶界向位错密度高的一侧移动, 进而形成无应变的再结晶晶粒; 而随着晶界的迁移, 遇到未再结晶区域内残存的 γ' 时, 由于晶界具有比

晶内大得多的扩散系数, 残存的 γ' 倾向于溶解, 溶出的 γ' 形成元素 (主要是 Al, Ti, Nb) 一部分留在原位, 形成在保温温度下对 γ' 基本饱和的 γ 相, 另外富余的 γ' 形成元素通过晶界的短路扩散聚集在附近的晶界和三叉晶界位置; 大角度晶界处原子排列不规则, 具有和 γ 基体晶格存在错配的 γ' 在晶界上形成时, 相比在晶内形成而言系统的弹性势能更低, 生成大块的 γ' 也有利于界面能的降低, 因此在晶界更有利于 γ' 的生长; 随着再结晶晶界的迁移, 有些在晶界发育的大尺寸 γ' 相也会与晶界脱

离, 处于已再结晶晶粒内部的位置, 如图 4(b) 中箭头处所示.

图 5(a) 和 (b) 显示了 1120°C 固溶 20 min 后由于区域化的不完全再结晶所导致的、具有细等轴晶分布于非等轴粗晶周围的项链组织特征 [7,8], 该组织可望具有比常规锻造组织更优异的蠕变、持久和低周疲劳性能. 由于实际盘件厚度较大, 为了保证加热温度均匀, 其加热时间一般较长. 在此情况下, 若希望得到项链组织可考虑采用更低温度、较长加热时间的方法.

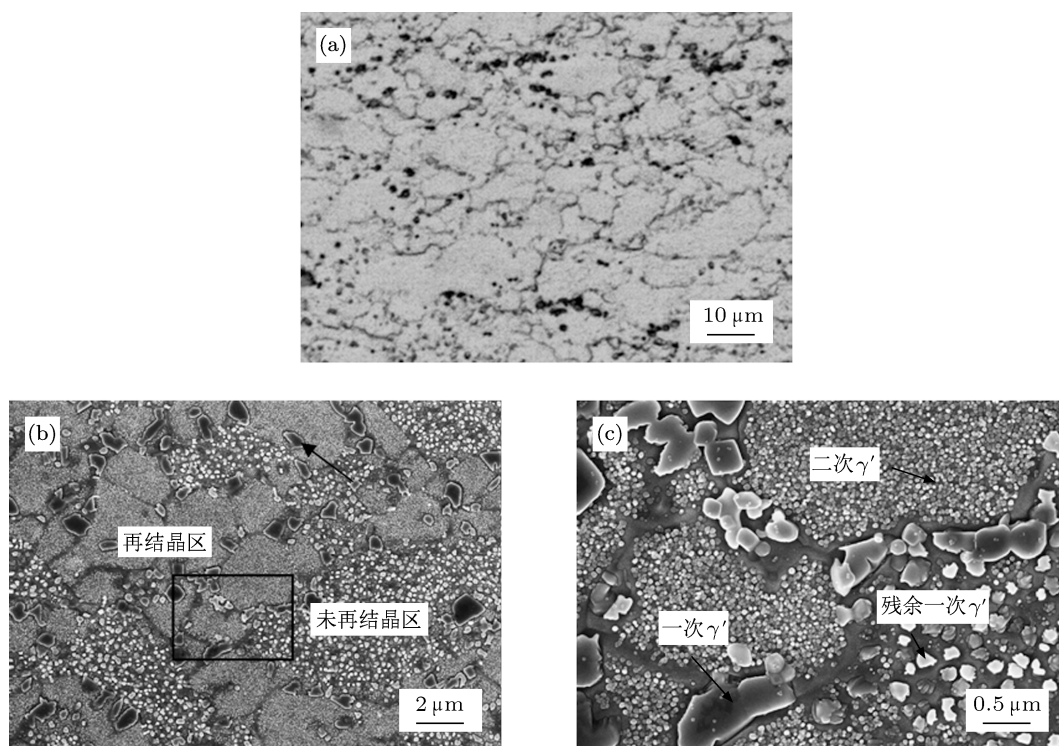


图 4 1120°C 固溶 10 min 后的晶界和 γ' 形貌 (a) 晶界形貌; (b) γ' 分布; (c) γ' 形貌——图 2(b) 方框中的局部放大

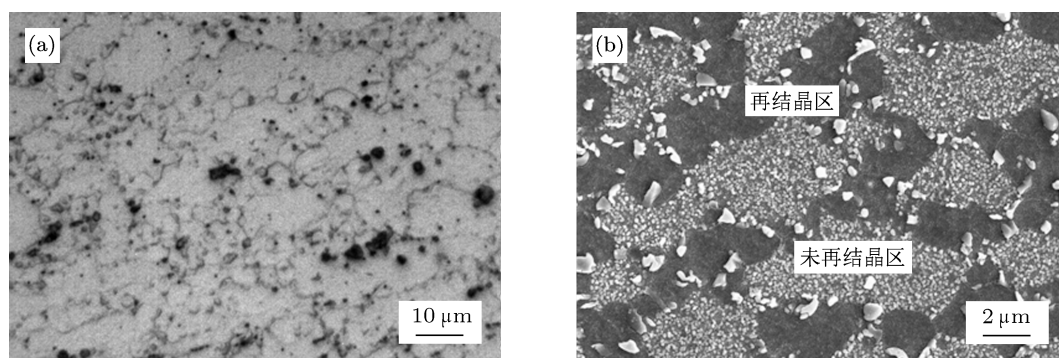


图 5 1120°C 固溶 20 min 后形成的项链组织 (a) 晶界形貌; (b) γ' 分布

如图 6(a) 所示, 随着 1120 °C 固溶时间加到 40 min 时, 再结晶区域进一步扩大, 原锻态大

晶粒残余未再结晶部分晶粒更小, 参见图 3(b). 另一方面, 由于在 1120 °C 时 FGH4095 的平衡 γ' 相

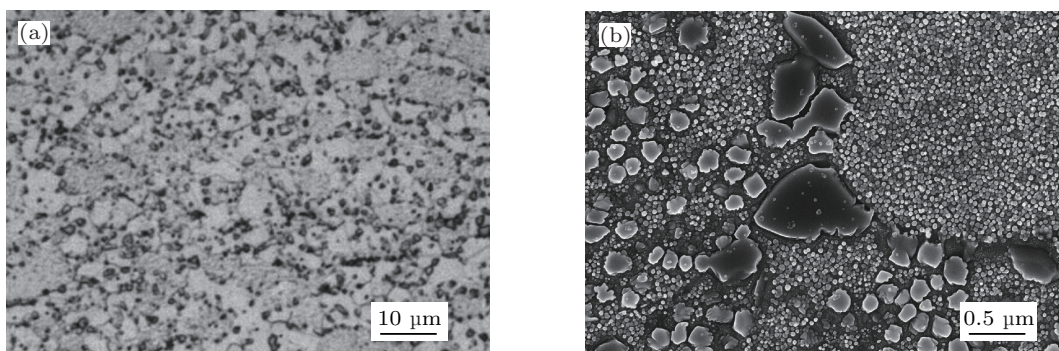


图 6 1120 °C 固溶 40 min 后的组织 (a) 晶界形貌; (b) γ' 分布

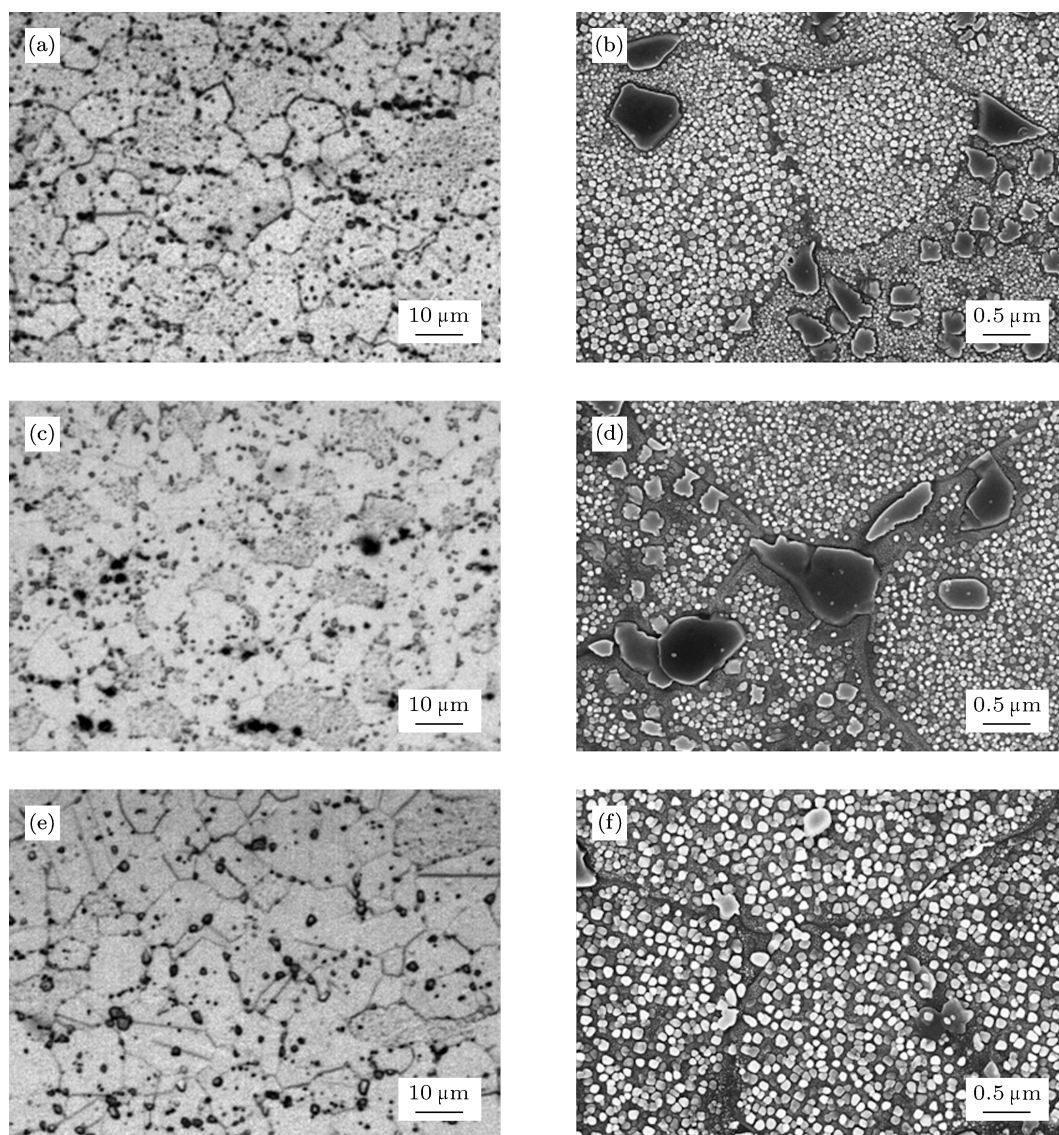


图 7 1140 °C 固溶后的组织 (a) 固溶 10 min 晶界; (b) 固溶 10 min γ' 分布; (c) 固溶 20 min 晶界; (d) 固溶 20 min γ' 分布; (e) 固溶 40 min 晶界; (f) 固溶 40 min γ' 分布

体积分数仍较高, 导致再结晶晶界迁移受阻严重; 在未再结晶晶粒内部未溶解的残余一次 γ' 通过 Oswald 熟化机制长大, 较小的残余一次 γ' 被消耗, 在未再结晶晶粒内部也出现了不含残余一次 γ' 的区域, γ' 形成元素也处于饱和状态, 经油淬后已再结晶区域和未再结晶区内的二次 γ' 的大小和数量基本趋于一致, 如图 6(b) 所示.

在 1140 °C 下固溶过程基本与 1120 °C 时类似, 但由于残余 γ' 相含量更少, 再结晶过程得以更快地进行. 保温 10 min 后, 随着保温时间的延长, 残余一次 γ' 相不断减少, 再结晶区域不断扩大. 如图 7(e) 和 (f) 所示, 固溶 40 min 后, 晶内残余一次 γ' 相基本溶解完毕, 晶粒呈细小的等轴晶, 平均尺寸约 8 μm , 对应的晶粒度约 11 级; 晶界上存在着尺寸约 1—2 μm 的析出相钉扎晶界防止晶粒过快长大,

同时, 散布于晶界位置的析出相可以强化晶界, 使高温合金的蠕变性能提高.

在 1160 °C 固溶条件下, 由于基本达到 FGH4095 的 γ' 相完全溶解温度, 在此温度下, 缺少了大量 γ' 相粒子对晶界迁移的钉扎作用, 以锻后的缺陷浓度差为驱动力再结晶过程得以快速进行, 同时晶粒也迅速长大. 如图 8(a), (c), (d) 所示, 经 10—40 min 固溶处理, 平均晶粒尺寸为 18—20 μm , 对应的晶粒度级别为 8.5—8 级, 晶界绝大部分已平直化, 再结晶过程进行完全. 如图 8(b) 所示, 1160 °C 固溶 10 min 后, 原锻态的一次 γ' 相基本已溶解完毕, 并在随后的油淬时析出均匀细小的二次 γ' 相, 其尺寸约为 60—80 nm. 更长时间的固溶对 γ' 相的大小及分布没有显著影响, 在此不再列出.

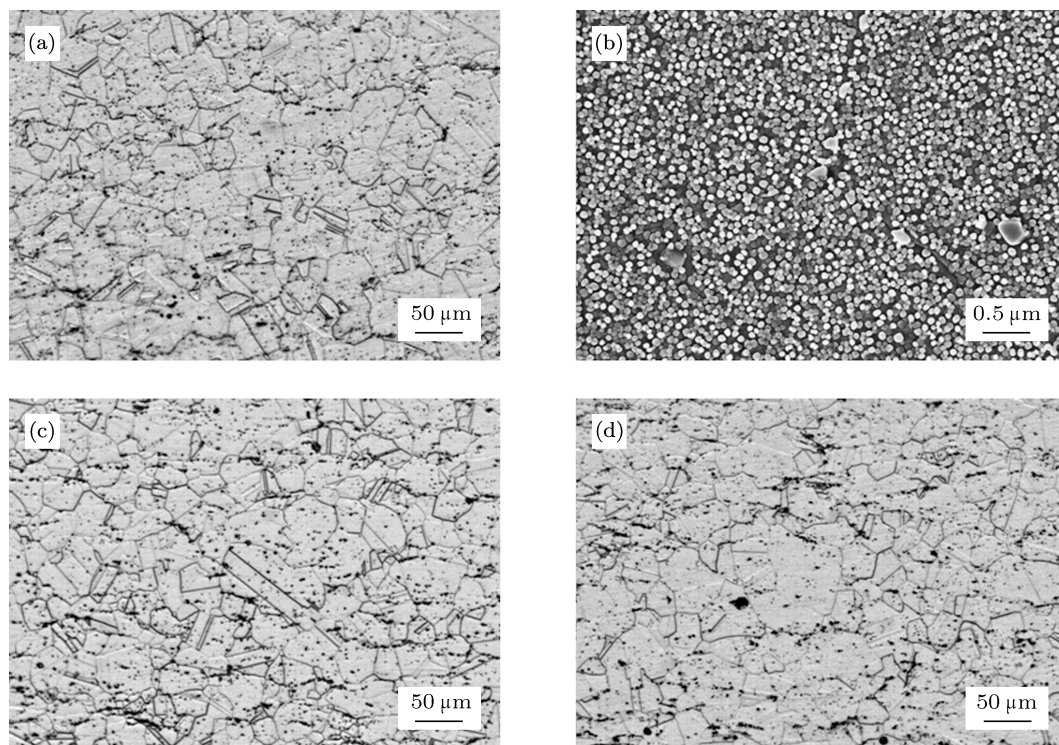


图 8 1160 °C 固溶后油淬组织 (a) 固溶 10 min 晶界; (b) 固溶 10 min γ' 分布; (c) 固溶 20 min 晶界; (d) 固溶 40 min 晶界

4 结论

1) 喷射成型 FGH4095 经热等静压、近等温锻后可以降低再结晶温度, 不同条件的固溶热处理可以得到不同的再结晶微观组织.

2) 1120 °C 固溶条件下, 由于存在较高的残

余 γ' 相的阻碍, 导致再结晶过程进行缓慢, 并形成了项链组织. 固溶 40 min 后仍有大量原锻态变形晶粒存在.

3) 1140 °C 固溶 40 min 再结晶过程基本完成, 可得到平均晶粒尺寸约 8 μm 的等轴晶组织, 对应晶粒度约为 11 级, 同时有尺寸为 1—2 μm 的 γ' 相

散布于晶界处.

4) 1160 °C 固溶条件下, 再结晶过程进行迅速, 同时晶粒长大至约 18—20 μm . 油淬后得到的二次 γ' 相尺寸约为 60—80 nm, 平均晶粒尺寸约

为 18—20 μm , 对应晶粒度为 8.5—8 级.

感谢抚顺特殊钢股份有限公司及贵州安大航空锻造有限责任公司对本文工作的支持和贡献.

-
- [1] Guo W, Wu J, Zhang F, Zhao M 2006 *J. Iron Steel Res. Int.* **13** 65
- [2] Jia J, Tao Y, Zhang Y W, Zhang Y 2010 *Powd. Metall. Ind.* **20** 25 (in Chinese) [贾建, 陶宇, 张义文, 张莹 2010 粉末冶金工业 **20** 25]
- [3] Grant P S 1995 *Prog. Mater. Sci.* **39** 497
- [4] Li Z, Tian S F, Zhao X G, Liang Z K, Ren L P, Mi G F, Yan M G 1996 *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)* **9** 523
- [5] Zhang G Q, Li Z, Tian S F, Yan M G 2006 *J. Aero. Mater.* **26** 258 (in Chinese) [张国庆, 李周, 田世藩, 颜鸣皋 2006 航空材料学报 **26** 258]
- [6] Zhang Y, Xu Y, Ge C C, Shen W P, Guo B, Guo Z J 2011 *J. Iron Steel Res.* **23** 466 (in Chinese) [张宇, 徐轶, 葛昌纯, 沈卫平, 郭彪, 郭志家 2011 钢铁研究学报 **23** 466]
- [7] Ning Y Q, Yao Z K, Yue T W, Guo H Z, Tao Y, Zhang Y W 2009 *Rare Metal Mat. Eng.* **38** 1783 (in Chinese) [宁永权, 姚泽坤, 岳太文, 郭鸿镇, 陶宇, 张义文 2009 稀有金属材料与工程 **38** 1783]
- [8] Gao Q, Zhang S H, Hu B F, Li H Y 1996 *Acta Metall. Sin.* **32** 1019 (in Chinese) [高庆, 章守华, 胡本芙, 李惠英 1996 金属学报 **32** 1019]

Microstructure of spray-formed FGH4095 after static recrystallization*

Zhang Yu Ge Chang-Chun[†] Shen Wei-Ping Qiu Cheng-Jie

(*Institute of Special Ceramics and Powder Metallurgy, School of Materials Science and Engineering,*

University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

(Received 7 May 2012; revised manuscript received 10 May 2012)

Abstract

For the study of solution heat treatment characteristic of spray-formed FGH4095 after near iso thermal forging, the superalloy specimens, which have been hot isostatically pressed (HIPed) and forged with a 75% compression ratio, are solution heat treated at 1120 °C, 1140 °C and 1160 °C for 10, 20 and 40 min respectively, and oil quenched. The characteristics of static recrystallization process including grain size and precipitated phase after heat treatment are discussed. The results show that the temperature of solution heattreatment has a great influence on the microstructure. In heat treatment at 1120 °C the recrystallization is slow, and the necklace structure is formed due to the localized incomplete recrystallization; at 1140 °C for 40 min, the static recrystallization is basically completed, the average grain size is about 8 μm; at 1160 °C, the recrystallization is finished in 10 min, and the grains grow up to about 18 μm.

Keywords: recrystallization, superalloys, solution heat treatment, spray forming

PACS: 81.10.Jt, 61.72.Mm, 64.75.Nx

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 50974016).

[†] E-mail: ccge@mater.ustb.edu.cn