

喷射成形粉末高温合金 FGH4095M 的制备及组织特征

王天天 葛昌纯 贾崇林 汪杰 谷天赋 吴海新

Fabrication and microstructure of spray formed powder metallurgy superalloy FGH4095M

Wang Tian-Tian Ge Chang-Chun Jia Chong-Lin Wang Jie Gu Tian-Fu Wu Hai-Xin

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 64, 106103 (2015) DOI: 10.7498/aps.64.106103

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.106103>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2015/V64/I10>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

NiZr, AlZr 和 BCr 相局域原子短程序特征

Local atomic short-range-order features of NiZr, AlZr and BCr crystalline phases

物理学报.2014, 63(6): 066101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.066101>

高温高压下 Ag-Mg-Zn 合金中金属间化合物的微观结构与热动力学性质的第一性原理计算

First-principles calculations of microstructure and thermodynamic properties of the intermetallic compound in Ag-Mg-Zn alloy under high pressure and high temperature

物理学报.2013, 62(1): 016106 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.016106>

氮气喷射成形 FGH4095 的组织特征

Microstructure of spray-formed superalloy FGH4095

物理学报.2012, 61(19): 196101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.196101>

高压处理对 Cu_{75.15}Al_{24.85} 合金组织与电阻率的影响

Effect of high pressure treatment on microstructure and resistivity of Cu_{75.15}Al_{24.85} alloy

物理学报.2012, 61(17): 176103 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.176103>

GeSn 合金的晶格常数对 Vegard 定律的偏离

Lattice constant deviation from Vegard's law in GeSn alloys

物理学报.2012, 61(17): 176104 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.176104>

喷射成形粉末高温合金FGH4095M的制备及组织特征*

王天天¹⁾ 葛昌纯^{1)†} 贾崇林²⁾ 汪杰³⁾ 谷天赋¹⁾ 吴海新¹⁾

1)(北京科技大学材料科学与工程学院粉末冶金先进陶瓷研究所, 北京 100083)

2)(北京北冶功能材料有限公司高温材料所, 北京 100192)

3)(西南交通大学材料科学与工程学院, 成都 610031)

(2014年10月26日收到; 2014年12月3日收到修改稿)

喷射成形是一种近净成形的在粉末冶金气体雾化制粉技术基础上发展起来的快速凝固技术. 本文采用喷射成形技术制备成分优化后的FGH4095M合金, 研究了喷射成形FGH4095M合金沉积坯的致密度、显微组织特征, 特别是研究了喷射成形高温合金组织中特殊形貌的 γ' 相. 研究表明, 致密度与沉积坯部位有关, 底部致密度最高, 可达99.63%, 热等静压后的致密度可达100%. 喷射成形合金组织以均匀细小的等轴晶为主, 不存在原始颗粒边界; 一次 γ' 相尺寸约为0.6—0.8 μm , 二次 γ' 相尺寸约为0.1—0.5 μm , 在二次 γ' 相的间隙中有少量尺寸约为10—20 nm的三次 γ' 相. 喷射成形FGH4095M合金中的二次 γ' 相中出现特殊形貌的 γ' 相, 这是由单个 γ' 颗粒分裂形成, 与沉积过程的低冷却速度有关. 分裂过程是 γ' 颗粒总能量降低的过程, γ' 颗粒间的弹性交互作用能起到主导作用. 对分裂 γ' 相的等效直径进行统计, 得到 γ' 相等效直径超过0.40 μm 后, 会出现分裂趋势. 合金具备优异的拉伸性能, 室温塑性得到显著提高, 出现 γ' 相分裂的特殊形貌组织是否对合金性能的提高产生直接影响仍需进行进一步的研究.

关键词: 喷射成形, 粉末高温合金, 组织, γ' 相

PACS: 61.66.Dk, 61.72.Mm, 81.05.Zx, 81.70.Bt

DOI: 10.7498/aps.64.106103

1 引言

涡轮盘是航空发动机的核心, 随着高推重比发动机的不断发展, 对在极其苛刻的高温条件下(一般为540—840 $^{\circ}\text{C}$ ^[1])工作的涡轮盘材料提出了更高的要求. 粉末高温合金是制造高性能涡轮盘的首选材料^[2]. 国内外粉末高温合金的制备均采用粉末冶金工艺, 然而, 即便通过各项工序严格处理, 此种工艺依然存在原始颗粒边界、热诱导孔洞及夹杂等无法避免的缺陷, 同时过程的严格控制会大幅度提高生产成本. 粉末冶金工艺流程的复杂与生产成本的升高使得发展创新的简单工艺流程成为当务之急.

喷射成形(spray forming, SF)是一种在粉末冶金气体雾化制粉技术基础上发展起来的快速凝固技术. 国内外研究表明, 喷射成形坯组织均匀、无宏观偏析、可获得细小等轴晶结构、整体致密, 而热加工热处理后的材料性能与传统粉末冶金制得的材料性能一致或更高, 同时是一种近净成形技术, 流程短, 材料不易受污染, 可避免粉末冶金工艺的流程长、材料易受污染、成本高等缺点, 目前已实际应用于多种材料的制备并取得了良好的效益^[3]. 基于喷射成形工艺的特殊优势, 目前, 国内外已有多家单位开展了研究工作. 例如: 美国、英国等对喷射成形粉末高温合金René80, IN718等进行了试验和研究^[4-6]; 国内北京航空材料研究院采用喷射成形工艺制备难变形类高温合金GH742y, 进行了大

* 国家自然科学基金(批准号: 51171016)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: ccge@mater.ustb.edu.cn

量的研究工作^[7-10]. 北京科技大学葛昌纯院士团队采用喷射成形工艺制备了FGH4095等高温合金, 已取得了一些阶段性成果^[11-17]. 虽然喷射成形高温合金较常规的粉末冶金高温合金存在诸多的优势, 但是与常规成熟的粉末冶金路线相比(目前先进发动机型号大多定型为常规路线的粉末冶金高温合金), 喷射成形工艺尚处于研究阶段. 所以, 喷射成形工艺本身的深入、系统研究十分重要, 特别是喷射成形态高温合金中微观组织结构特征、夹杂物、原始颗粒边界、孔洞的消除及控制等; 只有充分系统研究了喷射成形态高温合金, 才能很好地指导后续的热加工、热处理工艺, 从而为制备高性能的喷射成形高温合金部件奠定良好的基础.

在此思想的指导下, 本文采用喷射成形工艺制备了根据国内第一代粉末高温合金FGH4095优化改性后的FGH4095M合金, 并对其喷射成形态的组织特征进行了系统研究分析, 重点对喷射成形态中特殊形貌的 γ' 相进行研究分析.

2 实验材料及方法

实验材料为第一代粉末高温合金FGH4095的基础上自主设计的改性FGH4095M合金, 主要合金成分(质量分数%)为Cr 13.00, Co 8.00, Mo 3.50, Al 3.50, Ti 2.50, Nb 3.50, W 3.50, C 0.055, Zr 0.05, B 0.015, 某些微量元素, 余量为Ni. 采用真空感应熔炼-真空电弧自耗熔炼双联工艺制备母合金锭, 通过喷射成形工艺和热等静压工艺制备研究材料.

喷射成形坯件的研究在上、中、下部分别线切割取样, 试样经240#—2000#砂纸打磨表面后抛光, 可直接观察试样疏松情况. 晶粒度观察的腐蚀剂为10 g CuCl_2 +50 mL HCl +50 mL H_2O , 腐蚀时间7—10 s; γ' 相观察需要经过电解抛光与电解腐蚀, 电解抛光剂为20% H_2SO_4 +80% CH_3OH , 抛光时间30—40 s; 电解腐蚀剂为9 g CrO_3 +90 mL H_3PO_4 +30 mL $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 腐蚀时间3—5 s. 利用光学显微镜和场发射扫描电子显微镜观察了合金的组织特征.

3 喷射成形沉积坯的制备

3.1 喷射成形雾化沉积过程

喷射成形在德国Bremen大学的SK2装置上进行, 使用高纯氮气(N_2)作为雾化气体, 整个过

程在高温高压、惰性气体保护下进行. 93.8 kg的FGH4095M母合金置于熔炼坩埚中抽真空至1 Pa, 熔炼时充入保护性气体氩气(Ar). 坩埚采用感应线圈加热, 熔体过热度设置为150 K, 最终熔化温度为1470 °C, 图1(a)左下角为母合金在坩埚中的熔炼情况. 中间包加热到1500 °C, 降低母合金通过中间包时的温度损失. 当熔化母合金和中间包均达到预定温度时, 过热的母合金溶液倒入中间包, 由中间包底部的陶瓷喷嘴流出, 被机械扫描式喷嘴喷出的高速氮气雾化形成固态、半固态或液态的细小熔滴射流, 直接沉积在设备底部的旋转沉积器上, 如图1(b)所示. 熔滴在沉积器上经过附着、堆积、铺展、融合、凝固, 最终形成图1(c)所示的喷射成形沉积坯.

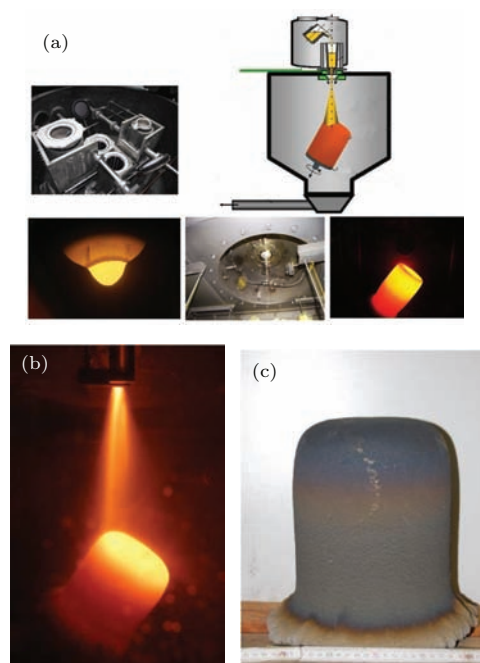


图1 (网刊彩色) 喷射成形工艺设备及制备高温合金的过程 (a) 喷射成形SK2装置; (b) 雾化沉积过程; (c) 喷射成形坯

Fig. 1. (color online) Spray forming process facility and preparation process of superalloy: (a) spray forming SK2 facility; (b) process of atomization and deposition; (c) spray-formed billet.

如图2所示, 在喷射成形过程中, 沉积基体的表面温度在1275—1350 °C之间变动, FGH4095M的熔化温度区间是1260—1348 °C, 即沉积坯表面基本处于半固-半液的状态. 温度曲线先达到一个峰值, 随后呈下降趋势, 这是由于附着在沉积器上的细小的熔滴与沉积器以及雾化气氛之间需要一段热交换的时间, 进而达到热力学的平衡. 在喷射成形过程进行80 s后, 平衡基本建立, 沉积基体表

面温度基本稳定在 1305 °C. 在 280 s 左右喷射成形过程结束后, 熔化的液流已倾倒入, 失去热源, 同时雾化氮气依然存在, 导致温度急速下降, 在 10 s 内温度迅速由 1305 °C 下降到 1185 °C, 速率将近 12 °C·s⁻¹. 随后温度下降速率变慢, 在 320 s 左右甚至出现短暂回升现象, 一方面是由于停止雾化气体的供应, 进入自由降温阶段; 另一方面是由于合金锭芯部温度高, 热量逐渐由芯部向表面处扩散, 造成温度短暂回升. 温度回升后, 在 335 s 左右继续下降, 且下降速率基本维持稳定, 这种温度稳定下降的过程对合金坯组织的形成会产生重要的影响, 将在后面进行讨论分析.

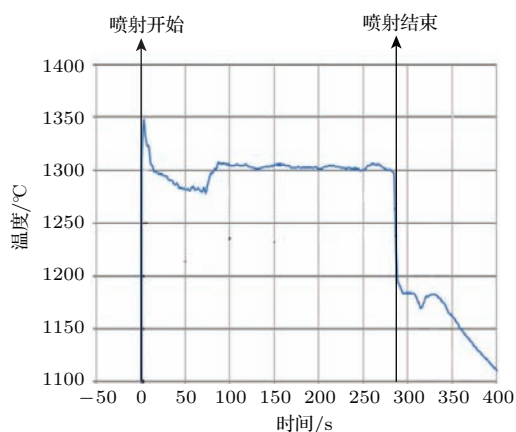


图2 喷射成形过程沉积基体表面温度变化

Fig. 2. Variation on surface temperature of deposited billet of spray forming process.

3.2 致密度分析

从喷射成形坯与热等静压坯的不同部位取样, 利用阿基米德原理, 采用排水法对喷射成形沉积坯与热等静压坯的密度进行检测. FGH4095M 合金的理论密度为 8.27 g·cm⁻³, 根据理论密度可得到坯件的相对密度, 反映沉积坯致密度情况.

表 1 中列出了喷射成形坯和热等静压坯两种不同状态下的合金密度及相对密度值. 可以看出, 喷射成形坯密度分布不均匀, 与其取样部位有关, 越靠近底部的部位密度越高, 致密度可达到 99.63%, 中部靠上部位密度偏低, 顶部致密度为 98.91%. 图 3 是 FGH4095M 喷射成形坯顶部与中部的疏松情况, 可以看到两者均有不同程度的大量疏松, 顶部尤甚. 这是由于顶部是喷射成形过程的最后凝固区域, 顶部坯件温度低且凝固速度较快. 另外, 最后凝固区域易产生凝固收缩, 可能造成顶部致密度进一步降低. 对雾化参数的调整, 尤其控制喷射熔体射流的过热度是提高坯件整体致密度

的重要因素. 合金喷射成形坯致密度平均 99% 以上, 孔隙率 < 1%. 喷射成形坯经热等静压后, 孔隙消失, 致密度达 100%(表 1).

表 1 喷射成形坯及热等静压坯的致密度

Table 1. Density and relative density of deposited billet and hot isostatic pressed billet.

合金	状态	取样部位	密度 /g·cm ⁻³	致密度/%	理论密度 /g·cm ⁻³
FGH4095M	沉积坯	顶部	8.18	98.91	8.27
		中部	8.20	99.15	
		底部	8.24	99.63	
FGH4095M	热等静压坯	中部	8.27	100	

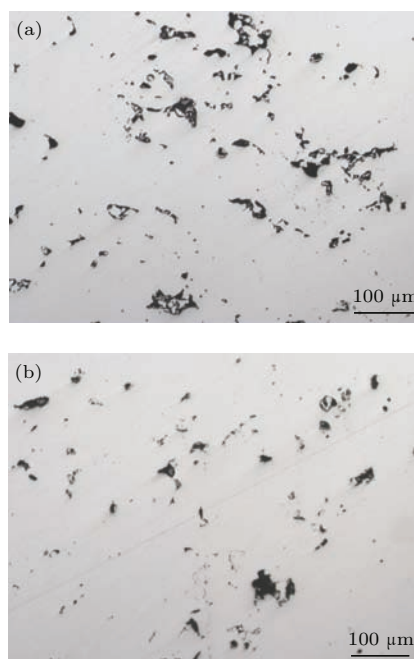


图 3 FGH4095M 喷射成形坯疏松情况 (a) 顶部; (b) 中部

Fig. 3. Loose of spray-formed FGH4095M at different location of billet: (a) top; (b) middle.

4 分析与讨论

4.1 喷射成形坯的晶粒组织特征

与传统铸造工艺的非均匀树枝晶凝固组织相比, 喷射成形态 FGH4095M 合金组织 (见图 4) 以均匀细小的等轴晶为主, 这说明喷射沉积过程有利于等轴晶粒的形成. 晶粒主要呈圆形, 显微组织细化, 晶粒尺寸在 10—40 μm 之间, 平均晶粒度约 7—8 级, 如图 4 所示. 沉积坯的晶粒大小与沉积坯的部位息息相关, 沉积坯底部细小晶粒较多, 顶部晶粒略大, 由沉积坯的顶部到底部, 显微组织逐渐

细化,同时可明显看到沉积坯顶部有较多空隙,与沉积坯的致密度研究结果一致.沉积坯底部晶粒细化是由于沉积于底部的金属射流被喷射的 N_2 破碎成金属熔滴后直接接触水冷的沉积器,两者以较快速度进行热交换,形成的晶粒十分细小;随着沉积高度的增加,冷却速度降低,沉积坯温度升高,晶粒缓慢均匀地长大;接下来随着沉积高度的再次缓慢增加,热量传输过程基本稳定时,晶粒尺寸会基本保持不变.

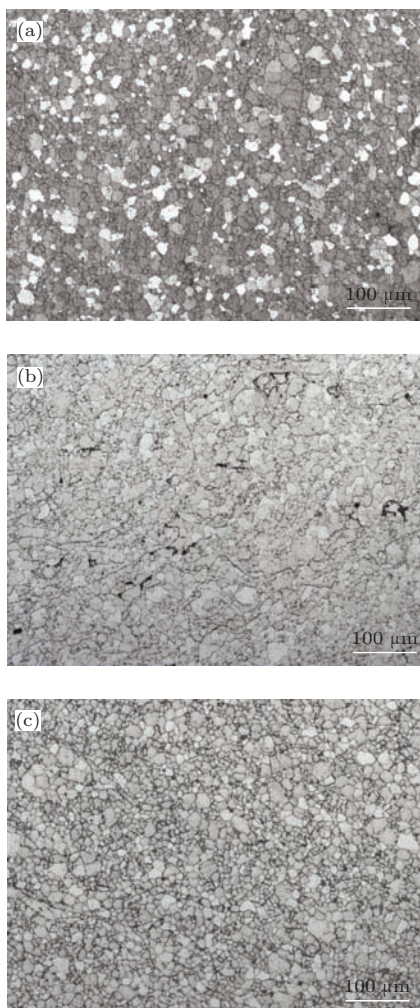


图4 FGH4095M喷射成形坯的显微组织特征 (a)顶部; (b)中部; (c)底部

Fig. 4. Microstructure of spray-formed FGH4095M at different locations of billet: (a) top; (b) middle; (c) bottom.

另外,值得注意的是从图4中可看出喷射成形态合金不存在原始颗粒边界,消除宏观偏析,组织均匀性得到改善.这是由于喷射成形工艺的过程是利用高压气体(N_2)将金属液流进行破碎形成金属液滴,金属液滴在高速气流下飞行并冷却,这个过程时间极短,并在尚未完全凝固的状态下进行沉

积, Nb , Ti 等碳化物在颗粒边界无法富集,时间上来不及形成连续的项链状碳化物晶界,从而避免了原始颗粒边界的缺陷.

4.2 γ' 相形貌研究

图5是喷射成形状态下的 γ' 相形貌.图5(a)是喷射成形制备的高温合金 γ' 相和碳化物分布情况,一次 γ' 相尺寸约为 $0.6\text{--}0.8\ \mu\text{m}$ 且基本分布于晶界,与碳化物连成一片,晶界碳化物连续性强,分布较为集中,可钉扎晶界,提高晶界强度;晶内碳化物分布较为分散,有一定的强化作用.从图5(b)中可看出二次 γ' 相尺寸约为 $0.1\text{--}0.5\ \mu\text{m}$,图5(c)中在二次 γ' 相的间隙中有少量更加细小的三次 γ' 相,均呈球形形貌,尺寸约为 $10\text{--}20\ \text{nm}$,这些三次 γ' 相是在低温下由二次 γ' 相消耗后剩余的 γ' 相形成元素的析出而形成,由于无法进行长距离扩散,形成密集细小的球形颗粒 γ' 相.

图5中可明显看出,喷射成形高温合金的 γ' 相分布以二次 γ' 相为主,且观察到二次 γ' 相出现凹陷和分裂现象,类似于梅花状^[18],如图5(d)所示,晶粒内部各处均出现 γ' 相向梅花状转变的现象,且不具有择域生长特性.粉末冶金工艺制备的高温合金进行热处理后出现过类似的特殊形貌^[18-22],但在工艺制备过程中并未出现这种特殊形貌.

Doi等^[23,24]在“分叉理论”的基础上提出,一旦形成形貌良好的 γ' 相,这种 γ' 相很难再进行粗化. γ' 相分裂的根本原因是颗粒长大到一定值后,通过分裂来降低其总能量,使分裂后的 γ' 相粒子处于稳定状态.镍基合金在缓慢冷却过程中不稳定的 γ' 相逐渐长大,会出现分裂为两个或八个立方小 γ' 相颗粒(即梅花状)的情况;在快速冷却过程中,会形成形貌良好稳定的 γ' 相,并不会出现长大或分裂的现象.

γ' 相分裂的两种情况如图6所示.在平面截面上观察到梅花状 γ' 相的四个立方小 γ' 相颗粒,实际上在三维空间上分裂为八个立方小 γ' 相颗粒[见图6(c)],如图5(d)所示.其中,分裂为两个 γ' 相颗粒[见图6(b)]的原因可以有两种解释:1)分裂为两个 γ' 相颗粒的过程已将整体能量降低到稳定状态,完成了分裂过程;2)这只是向梅花状 γ' 相转变的中间过程,若转变环境允许,两个 γ' 相颗粒会继续出现凹陷完成梅花状的分裂.

γ' 相的具体分裂过程如图7所示.图7(a)是未分裂的 γ' 相,图7(b)下部出现凹陷,开始进行分

裂. 通常存在两种分裂形式, 图7(c)是始于一个象限中分裂的形式, 而图7(d)是直接分裂为两半. 分为两半的 γ' 相若稳定则继续以这种形式存在, 完成

上述分裂为两个立方小 γ' 相颗粒的过程, 若不稳定将继续分裂, 最终形成图7(e)和(f)中的分裂形貌, 完成上述分裂为梅花状 γ' 相颗粒的过程.

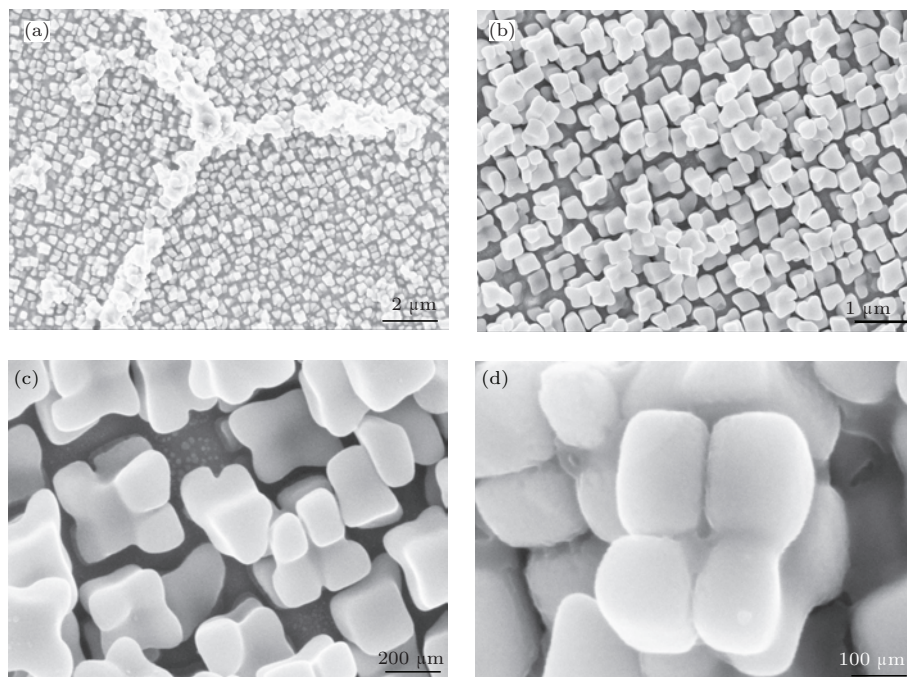


图5 喷射成形坯的 γ' 相形貌 (a)一次 γ' 相及碳化物分布情况; (b)二次 γ' 相形貌; (c)细小的三次 γ' 相形貌; (d)梅花状的 γ' 相形貌

Fig. 5. Morphology of γ' particles of spray-formed billet: (a) distribution of primary γ' particles and carbides; (b) morphology of secondary γ' particles; (c) morphology of fine tertiary γ' particles; (d) splitting γ' particles.

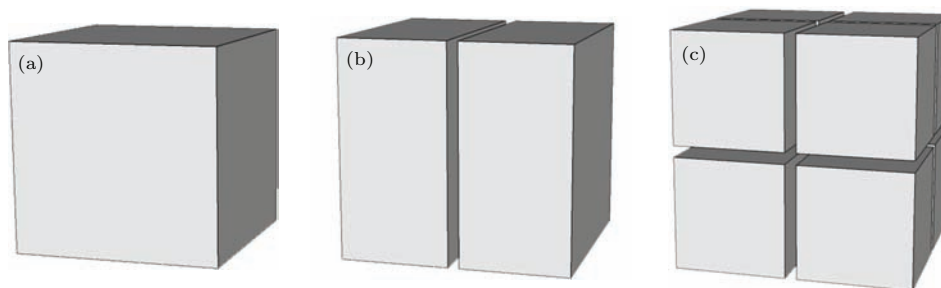


图6 γ' 相分裂的两种情况 (a)单个 γ' 颗粒; (b)分裂为两个平行粒子一组的形貌; (c)分裂为梅花状形貌

Fig. 6. Different kinds of splitting γ' particles: (a) a single particle before splitting; (b) single particle splits into doublet; (c) single particle splits into octets.

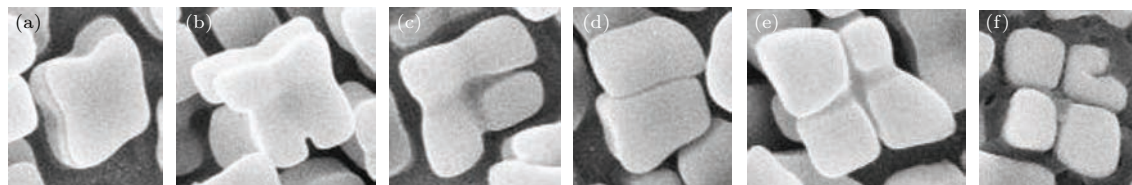


图7 γ' 相的具体实际分裂过程 (a)分裂前的单个 γ' 颗粒; (b) γ' 颗粒出现凹陷; (c) γ' 颗粒继续分裂; (d)分裂为两个平行粒子一组; (e) γ' 相向梅花状形貌分裂; (f)完成梅花状形貌分裂

Fig. 7. γ' particles at different stages in splitting process: (a) a single particle before splitting; (b) start to split at its edge; (c) continue to split; (d) split into doublet; (e) particle in the process of splitting into eight small particles; (f) split into octets completely.

γ' 相的分裂可以通过能量理论进行解释. 据文献 [24—26], γ' 粒子在长大过程中的总能量可以表示为

$$E = E_{\text{str}} + E_{\text{surf}} + E_{\text{int}}, \quad (1)$$

其中, E_{str} 为弹性应变能, 与 γ 和 γ' 相间的错配度相关, 可以表示为 $E_{\text{str}} = VE_{\text{incl}}(P)$, V 为粒子体积, $E_{\text{incl}}(P)$ 为应变能密度, 取决于纵横比 P ; E_{surf} 为 γ' 粒子的表面能, 可以表示为 $E_{\text{surf}} = \gamma_s S(P)$, γ_s 为表面能密度, $S(P)$ 为粒子表面积; E_{int} 为 γ' 粒子间的弹性交互作用能.

分裂前后 γ' 粒子总能量分别表示为 E_1, E_2 (分裂为两个粒子), E_8 (分裂为梅花状粒子), 分裂前的单个 γ' 粒子不存在弹性交互作用能, 两个粒子和八个粒子的弹性交互作用能分别表示为 $E_{\text{int}}^2, E_{\text{int}}^8$, 那么, 各种状态下的粒子总能量可用下式表述:

$$E_1 = VE_{\text{incl}}(P) + \gamma_s S(P), \quad (2)$$

$$E_2 = VE_{\text{incl}}(P) + \frac{4}{3}\gamma_s S(P) + E_{\text{int}}^2, \quad (3)$$

$$E_8 = VE_{\text{incl}}(P) + 2\gamma_s S(P) + E_{\text{int}}^8. \quad (4)$$

利用微弹性力学的基础理论对上述不同状态下的 γ' 粒子进行计算, 可以得到 γ' 粒子不同分裂情况下总能量的变化图 [27]. 从图 8 可以明显看出, 当尺寸小于 D_2^* 时, E_1 最小, 以单个 γ' 粒子存在; 当尺寸大于 D_2^* 时, E_2 最小, γ' 粒子分裂为两个粒子; 当尺寸大于 D_8^* 时, E_8 最小, γ' 粒子分裂为梅花状 γ' . 在整个过程中, 粒子的表面能随尺寸的增加而增加, 而弹性交互作用能相应降低, 弹性交互作用能是使总能量降低的关键因素.

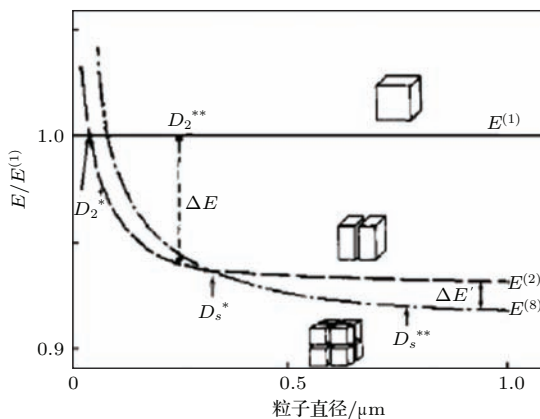


图 8 γ' 粒子总能量变化图

Fig. 8. Variation of total energy of γ' particle.

另外, 从图 5 和图 7 可看出, γ' 粒子基本可看作为立方体, 边长为 a , 从而简化能量表达式. 弹性

交互作用能可以表示为 $E_{\text{int}} = -ALV$ [20], L 为 γ' 粒子间距, A 为常数. 分裂为两个粒子的粒子间距为 L_2 , 分裂为梅花状粒子的粒子间距为 L_8 , 那么, 各种状态下的粒子总能量可简化为下式:

$$E_1 = VE_{\text{incl}}(P) + 6\gamma_s a^2, \quad (5)$$

$$E_2 = VE_{\text{incl}}(P) + 8\gamma_s a^2 - AL_2 a^3, \quad (6)$$

$$E_8 = VE_{\text{incl}}(P) + 12\gamma_s a^2 - AL_8 a^3. \quad (7)$$

令 $E_2 \leq E_1$, 可得 $a \geq \frac{6\gamma_s}{AL_2}$, 令 $E_8 \leq E_2$, 可得

$a \geq \frac{6\gamma_s}{A(L_8 - L_2)}$, 这两个数值分别对应上述 D_2^* 和 D_8^* , 简化后的表达式若要得到具体数值, 尚需对 γ' 粒子的粒子间距进行深入分析.

临界尺寸也可通过实验得到的具体图片采用对分裂 γ' 相的等效直径进行统计来得到. 分裂为两个颗粒 γ' 相的现象属少数, 无法达到可统计数目, 因此, 对梅花状 γ' 相的尺寸进行统计. 由于梅花状 γ' 相形貌不规则, 采用等效直径 d 表示不同形貌 γ' 相的尺寸, 根据以下式得到等效直径:

$$d = \left(\frac{4A}{\pi} \right)^{1/2}, \quad (8)$$

其中 A 是 γ' 相的表面积. 利用 ImageJ 软件统计图片中处于分裂的 γ' 相的面积, 进而得到出现分裂现象的梅花状 γ' 相颗粒的等效直径, 其频率分布图如图 9 所示.

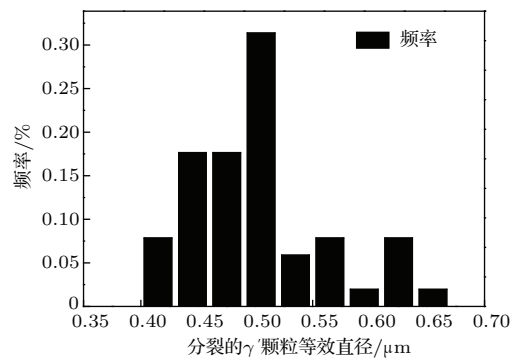


图 9 出现分裂现象的梅花状 γ' 相等效直径频率分布图

Fig. 9. Frequency distribution of the average equivalent diameter of the splitting γ' particles.

从图 9 可得到, 出现分裂现象的梅花状 γ' 相的等效直径分布在 0.41—0.65 μm 之间, 其中 0.50 μm 左右所占比例最高. 上述统计分析说明当 γ' 相等效直径超过 0.40 μm 后, 会出现向梅花状 γ' 相分裂的趋势. 因此, 控制雾化沉积工艺会得到需要的 γ' 相形貌和组织形态.

4.3 喷射成形工艺对形成特殊 γ' 相形貌的影响

下面讨论喷射成形工艺的关键技术及参数与 γ' 相形貌的关联. 随着冷却速率的降低, γ' 相的尺寸变大, 形状由简单向复杂形态转变^[21-23], 因此, 喷射成形的雾化沉积过程是沉积坯组织及形貌形成的关键. 在雾化过程中, 被雾化气体破碎的熔滴经历一个短暂的快速凝固过程, 这个过程将显微组织细化, 而在后续的沉积过程中其冷却速度与雾化过程的冷却速度相比要低得多. 图2中可得到沉积过程中1150 °C到1000 °C的平均冷却速度约为0.5 °C·s⁻¹, 同时受沉积基板的热性质及传热系数的控制, 如此低的冷却速度相当于一个高温退火过程, 喷射成形坯件中的 γ' 相就是在金属射流喷射结束后的沉积冷却过程中形成, 低的冷却速度影响 γ' 相形貌的形成.

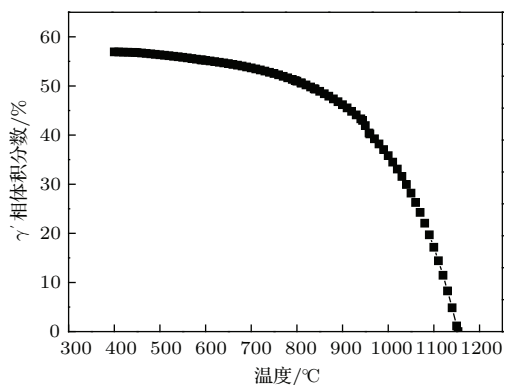


图10 JMatPro软件计算的 γ' 相析出温度图

Fig. 10. Precipitation temperature of γ' phase calculated by JMatPro.

据何峰等^[28]的研究, γ' 相主要在1000—1170 °C的温度区间内析出长大, 1000 °C以下 γ' 相将不再粗化. 利用JMatPro软件计算的 γ' 相的析出温度图如图10所示. 图中显示 γ' 相析出温度为1150 °C, 与上述结论一致. 从前面所述的喷射成形过程沉积基体表面温度数据可以看出(见图2), 在300 s后开始达到 γ' 相的析出温度, 开始的几十秒内温度浮动, 后面的温度下降速率基本保持一致, 1150 °C时 γ' 相开始析出, 1150 °C到1000 °C的平均冷却速度约为0.5 °C·s⁻¹, 冷却速度较慢, γ' 相易长大成方形且各相之间间距增大. 分裂现象有可能出现在冷却过程中, γ' 相在不同区域形核长大, 长大过程中由于没有充裕的 γ' 相形成元素Al, Ti, Nb等. 长大到一定程度时分裂为小的方形 γ' 相颗粒, 其根本原因是 γ' 相颗粒表面能和弹

性交作用能竞争的结果. 在1000—1150 °C的析出长大阶段, γ/γ' 相表面能占主导地位, γ' 相颗粒逐渐由球形转变为方形, 长大到临界尺寸时开始分裂, 并呈团簇分布. γ' 相在分裂过程中表面能继续增加, 而弹性交互作用能通过分裂的降低抵消表面能的增加, γ' 相间的弹性交互作用能在分裂阶段起到控制作用, 最终达到平衡. 在1000 °C以下的冷却过程中, 部分 γ' 相完成两个或八个颗粒的分裂, 部分未完成分裂, 形成正常形貌的 γ' 相与梅花状形貌 γ' 相同时存在的特殊形貌.

4.4 存在特殊形貌组织的合金拉伸性能研究

喷射成形工艺得到的合金坯件经过热等静压、近等温锻造、热处理工序后得到所需涡轮盘盘件合金, 对盘件合金的性能研究是喷射成形工艺能否作为制备粉末高温合金新型工艺的一个重要判据. 合金的拉伸性能试验结果列于表2.

表2 FGH4095M合金的室温和高温拉伸性能检测结果
Table 2. The research of tensile property at room temperature and high temperature of FGH4095M.

试验温度	合金牌号	拉伸性能			
		R_m /MPa	$R_{P0.2}$ /MPa	A%	Z%
室温	FGH4095M	1585	1242	11.8	13
	早期研究: FGH4095	1465	1210	8.1	12.2
	航标	1520	1170	10	12
650 °C	FGH4095M	1530	1160	12.8	16
	早期研究: FGH4095	1510	1110	11.4	12.4
	航标	1280	1055	8	10

从表2中可看出, 本次研究的喷射成形FGH4095M合金的锻件经热处理后, 抗拉强度(R_m)、屈服强度($R_{P0.2}$)、断口伸长率(A%)、断面收缩率(Z%)四项指标均高于航空标准, 尤其是在650 °C下的性能检测数据显著高于航标, 这证明喷射成形FGH4095M具有良好的拉伸性能, 同时具有优越的高温拉伸性能. 650 °C是第一代粉末高温合金的使用温度, 在此温度下具有优越的拉伸性能是喷射成形FGH4095M合金材料的优势, 具有进一步研究并应用于实际的价值. 证明喷射成形-热等静压-等温锻造-热处理是一条可行的工艺技术路线.

与前期研究的喷射成形FGH4095合金相比, FGH4095M合金性能明显提高. 喷射成形FGH4095合金在室温强度及室温塑性方面与航标还有差距, 而喷射成形FGH4095M合金的室温强度及室温塑性得到提高, 尤其是室温塑性显著提高, 该合金的四项指标全部达标, 这与本次合金成分的微调、形成存在特殊形貌的组织、各项工艺参数的设计选择以及最终热处理制度的优化均有不可分割的联系.

因此, 出现 γ' 相分裂的特殊形貌组织是否对合金性能的提高产生直接影响仍需进行进一步的研究.

5 结 论

1) 喷射成形沉积坯密度分布不均匀, 与沉积坯部位有关, 越靠近底部的部位密度越高, 致密度可达到99.63%, 中部靠上部位密度偏低, 顶部致密度为98.91%, 热等静压后, 致密度达到100%.

2) 喷射成形态FGH4095M合金组织以均匀细小的等轴晶为主, 由沉积坯的顶部到底部, 显微组织逐渐细化, 晶粒主要呈圆形, 晶粒尺寸在10—40 μm 之间. 喷射成形态下 γ' 相尺寸约为0.6—0.8 μm 且基本分布于晶界, 二次 γ' 相尺寸约为0.1—0.5 μm , 在二次 γ' 相的间隙中有少量更加细小的三次 γ' 相, 均呈球形形貌, 尺寸约为10—20 nm.

3) 喷射成形FGH4095M合金中的二次 γ' 相分裂形成特殊形貌, 分裂情况有两个平行粒子一组和梅花状两种形貌, 且存在分裂的临界尺寸, 其根本原因是通过 γ' 颗粒的分裂弹性交互作用能的降低使得总能量降低而维持稳定性, 此现象与喷射成形沉积坯的冷却过程有关, 在低冷却速度时会发生, 为今后喷射成形沉积工艺的优化提供理论基础.

4) 喷射成形FGH4095M合金具有良好的拉伸性能, 同时具有优越的高温拉伸性能, 证明喷射成形-热等静压-等温锻造-热处理是一条可行的工艺技术路线. 出现 γ' 相分裂的特殊形貌组织是否对合金性能的提高产生直接影响仍需进行进一步的研究.

参考文献

- [1] Wu K, Liu G Q, Hu B F, Zhang Y W, Tao Y, Liu J T 2010 *Mater. Chin.* **29** 23 (in Chinese) [吴凯, 刘国权, 胡本芙, 张义文, 陶宇, 刘建涛 2010 中国材料进展 **29** 23]
- [2] Zhang Y W, Liu J T 2013 *Mater. Chin.* **32** 1 (in Chinese) [张义文, 刘建涛 2013 中国材料进展 **32** 1]
- [3] Grant P S 1995 *Prog. Mater. Sci.* **39** 497
- [4] Benz M G, Sawyer T F, Carter W T, Zabala R J, Dupree P L 1994 *Powder Metall.* **37** 213
- [5] Fiedler H C, Sawyer T F, Kopp R W, Leatham A G 1987 *JOM* **39** 28
- [6] Hohmann M, Pleier S 2009 *Acta Metall. Sin.* **18** 15
- [7] Zhang G Q, Li Z, Tian S F, Yan M G 2006 *J. Aeronautical 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]
- [8] Xu W Y, Li Z, Zhang G Q, Yuan H, Li Z D, Yao R P, Tian S F, Xu S B 2005 *The Tenth National Youth Materials Science and Technology Symposium C series* Changsha, China, October, 2005 p67 (in Chinese) [许文勇, 李周, 张国庆, 袁华, 李正栋, 姚瑞平, 田世藩, 徐石斌 2005 第十届全国青年材料科学技术研讨会论文集(C辑) 中国长沙, 2005年10月, p67]
- [9] Kang F W 2007 *Ph. D. Dissertation* (Harbin: Harbin Institute of Technology) (in Chinese) [康福伟 2007 博士学位论文(哈尔滨: 哈尔滨工业大学)]
- [10] Li Z, Zhang G Q, Tian S F, Yan M G 2005 *Mater. Sci. Forum* **475** 2845
- [11] Ge C, Zhang Y, Xu Y, Shen W P, Zhang Y C, Wu H 2012 *Superalloys* (Hoboken: John Wiley & Sons Ltd.) p557
- [12] Zhang Y 2012 *Ph. D. Dissertation* (Beijing: University of Science and Technology Beijing) (in Chinese) [张宇 2012 博士学位论文(北京: 北京科技大学)]
- [13] Xu Y, Ge C C, Shu Q 2013 *J. Iron Steel Res. Int.* **20** 59
- [14] Guo B, Ge C C, Xu Y, Zhang Y, Sun C S 2012 *Chin. J. Nonferrous Met.* **22** 3029 (in Chinese) [郭彪, 葛昌纯, 徐轶, 张宇, 孙传水 2012 中国有色金属学报 **22** 3029]
- [15] Zhang Y, Ge C C, Shen W P, Qiu C J 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 208101 (in Chinese) [张宇, 葛昌纯, 沈卫平, 邱成杰 2012 物理学报 **61** 208101]
- [16] Zhang Y, Ge C C, Guo B, Shen W P 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 218102 (in Chinese) [张宇, 葛昌纯, 郭彪, 沈卫平 2012 物理学报 **61** 218102]
- [17] Zhang Y, Ge C C, Shen W P, Qiu C J 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 196101 (in Chinese) [张宇, 葛昌纯, 沈卫平, 邱成杰 2012 物理学报 **61** 196101]
- [18] Li H Y, Song X P, Wang Y L, Chen G L 2009 *Rare Metal Mater. Eng.* **38** 64 (in Chinese) [李红宇, 宋西平, 王艳丽, 陈国良 2009 稀有金属材料与工程 **38** 64]
- [19] Qiu Y Y 1998 *J. Alloys Compd.* **270** 145
- [20] Yu X H, Zhang J H, Hu Z Q 1994 *Acta Metall. Sin.* **30** 551 (in Chinese) [于熙泓, 张静华, 胡壮麒 1994 金属学报 **30** 551]
- [21] Hu B F, Liu G Q, Wu K, Tian G F 2012 *Acta Metall. Sin.* **48** 257 (in Chinese) [胡本芙, 刘国权, 吴凯, 田高峰 2012 金属学报 **48** 257]
- [22] Wu K, Liu G Q, Hu B F, Zhang Y W, Tao Y, Liu J T 2012 *Rare Metal Mater. Eng.* **41** 1267 (in Chinese) [吴凯, 刘国权, 胡本芙, 张义文, 陶宇, 刘建涛 2012 稀有金属材料与工程 **41** 1267]
- [23] Baldan A 2002 *J. Mater. Sci.* **37** 2379

- [24] Doi M, Wakatsuki T, Miyazaki T 1984 *Mater. Sci. Eng.* **67** 247
- [25] Miyazaki T, Imamura H, Mori H, Kozaki T 1981 *J. Mater. Sci.* **16** 1197
- [26] Miyazaki T, Imamura H, Kozaki T 1982 *Mater. Sci. Eng.* **54** 9
- [27] Doi M, Miyazaki T, Wakatsuki T 1985 *Mater. Sci. Eng.* **74** 139
- [28] He F, Wang W X, Yang W H, Zou J W, Wang X Q, Han Y F 2000 *J. Aeronautical Mater.* **20** 22 (in Chinese) [何峰, 汪武祥, 杨万宏, 邹金文, 王旭青, 韩雅芳 2000 航空材料学报 **20** 22]

Fabrication and microstructure of spray formed powder metallurgy superalloy FGH4095M*

Wang Tian-Tian¹⁾ Ge Chang-Chun^{1)†} Jia Chong-Lin²⁾ Wang Jie³⁾
Gu Tian-Fu¹⁾ Wu Hai-Xin¹⁾

1) (School of Materials Science and Engineering, Institute of Powder Metallurgy and Advanced Ceramics, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

2) (Beijing Beiyi Functional Materials Corporation, Institute of High Temperature Materials, Beijing 100192, China)

3) (School of Materials Science and Engineering, Southwest JiaoTong University, Chengdu 610031, China)

(Received 26 October 2014; revised manuscript received 3 December 2014)

Abstract

Spray forming is a kind of near-net-shaped rapid solidification process based on powder metallurgy gas atomization technology. In this work, the FGH4095M is fabricated by spray forming. The pre-alloy is prepared by vacuum induction melting and vacuum arc remelting techniques. Then the alloy is sprayed by SK2 facility with atomization gas nitrogen at University of Bremen in Germany. In this paper we study the density and microstructure of the spray-formed billet, especially the special morphology of γ' phase. The results show that density is associated with different parts of the deposited billet. The relative density of the bottom part is higher (99.63%) than those in the other parts. The relative density of top part (98.91%) is lowest. After hot isostatic pressing, the relative density can be up to 100%. Uniform and fine equiaxed grains are the remarkable morphology of spray-formed alloy without prior particle boundary. The sizes of grains are in a range of about 10–40 μm and the grains at bottom part of billet are finest. The grain sizes of primary γ' phase are in a range of about 0.6–0.8 μm , and the grain sizes of secondary γ' phase in a range of about 0.1–0.5 μm as well as dispersed spherical tertiary γ' particles with the sizes of 10–20 nm. The special morphology of secondary γ' phase occurs with the splitting of γ' particle, which is related to the low cooling rate of the depositing process. The splitting behavior reduces the total energy of γ' particle. Total energy of γ' particle includes elastic interaction energy, elastic strain energy and surface energy, among which the elastic strain energy is invariable. The surface energy increases with the splitting process and the elastic interaction energy reduces. The effect of elastic interaction energy on particles is the major reason why the total energy is reduced. The trend of splitting behavior is analyzed by calculating the equivalent diameter of splitting γ' particle. It indicates that when the equivalent diameter is over 0.40 μm , there is the possibility to split. Subsequently, spray-formed FGH4095M billet is treated by hot isostatic pressing, isothermal forging and heat treatment process to obtain the FGH4095M alloy turbine disk. The research of tensile property of FGH4095M alloy turbine disk shows an excellent property either at room temperature or at high temperature for the optimized alloy. The relationship between special morphology of γ' phase and excellent property needs further investigating.

Keywords: spray forming, powder metallurgy superalloy, microstructure, γ' phase

PACS: 61.66.Dk, 61.72.Mm, 81.05.Zx, 81.70.Bt

DOI: 10.7498/aps.64.106103

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 51171016).

† Corresponding author. E-mail: ccge@mater.ustb.edu.cn