

FGH96 合金微观组织和力学性能调控

安震¹, 韩昊¹, 李福林², 付锐², 孟广慧¹, 丁旭¹, 曹静¹, 付宝全³, 柯鹏¹

(1. 西安航空学院, 陕西 西安 710077)

(2. 钢铁研究总院, 北京 100081)

(3. 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018)

摘要: 利用电子探针、场发射扫描电镜等检测手段分析了粉末冶金 FGH96 合金在不同固溶热处理条件下的组织演变和力学性能。结果表明: 粉末冶金 FGH96 合金涡轮盘边缘部分可观察到亮白色颗粒状的硼化物相, 经 EDS 测试了元素面扫描图像, 可以判定硼化物相主要为富含元素 W 和 Mo; 随着固溶温度从 1080 °C 升高至 1160 °C, 抗拉强度和屈服强度都小幅度增加, 而随着冷却速率的增加, 抗拉强度和屈服强度相应增加; 通过不同固溶温度处理后 FGH96 合金的蠕变性能相当, 而随着冷却速率的增加, 蠕变抗力大大增加。

关键词: FGH96 合金; 高温合金; 微观组织演化; 固溶处理

中图法分类号: TG146.1⁺⁵

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)07-2297-08

在现代航空涡轮发动机、火箭发动机以及舰船燃气轮机中, 涡轮盘是最重要的核心部件。对于现代民用涡扇发动机, 比如 Trent800 型发动机中涡轮盘占总质量的 20%, 价格约占发动机服役全成本的 10%; 对于军用发动机, 比如 EJ200 型发动机, 涡轮盘占总质量的 5%, 价格占成本的 25%^[1-3]。粉末冶金高温合金的由来是当高温合金的合金化程度提高, 铸锭偏析问题十分突出, 热加工性能差, 传统的铸造+锻造工艺成形变得困难。而利用粉末冶金方法制备高温合金, 具有成分均匀、无宏观偏析、制件性能稳定、热加工工艺性能较好等优点。

美国 P&WA(Pratt & WhitneyAircraft)公司首先将 Astroloy 合金制成预合金粉末, 成功地锻造出力学性能相当或略高于铸造+锻造高温合金 Waspaloy 的盘件, 开创了粉末高温合金盘件用于航空发动机的先河。P&WA 公司于 1972 年将 IN100 粉末高温合金制备的压气机盘和涡轮盘装配在 F15 和 F16 飞机上, 从此粉末高温合金进入了实际应用阶段。俄罗斯几乎与美国在同一个时期开始该合金的研制工作, 在这一领域进行了开拓性的研究, 发展了具有自身特色的镍基粉末高温合金制备技术, 并取得了重要成果。前苏联的全俄轻合金研究院在 20 世纪 80 年代成立了粉末高温合金研发实验室, 开始研制镍基粉末高温合金^[4,5]。

国内外相关研究学者对粉末冶金 FGH96 开展了

很多研究, 我国相关科研单位分别在工艺路线和合金牌号方面分别仿制俄罗斯和美国, 虽然取得较大进展, 但目前还存在问题。FGH96 合金是我国制备高推比先进航空发动机涡轮盘、环类等热端部件的首选材料。FGH96 合金元素成分仿制国外粉末冶金合金 Rene88DT, 且国外发动机中已经对该合金材料有相当长时间的应用, 这反映该合金具有优异的综合性能。我国采用粉末冶金工艺路线制备 FGH96 合金历史已接近 30 年, 取得了很多成绩, 但是粉末冶金涡轮盘工艺成本一直居高不下, 这对该合金的进一步推广应用受到了限制。本研究通过电子探针、透射电子显微镜等多种检测手段, 分析粉末冶金 FGH96 合金在不同固溶热处理条件下显微组织的演变规律, 综合调控其力学性能。

1 实验

选用的粉末冶金 FGH96 合金材料为采用粉末冶金+锻造工艺(真空感应(VIM)+制粉工艺+热等静压+等温锻造), 最终得到成品盘件。初始组织如图 1 所示。其化学成分如表 1 所示。

用于场发射扫描电镜的试样, 先用砂纸研磨至 2000#, 电解抛光(抛光液: 20%硫酸+80%甲醇, 电压 25~30 V, 时间 5~10 s), 电解腐蚀(腐蚀液: 170 mL H₃PO₄+10 mL H₂SO₄+15 gCrO₃, 电压 3~5 V, 时间

收稿日期: 2018-07-10

基金项目: 西安市科技创新引导项目(201805032YD10CG16(4)); 博士后基金(2017M613235); 西安市科技局高校院所人才服务企业工程项目(2017076CG/RC039(XAHK004))

作者简介: 安震, 男, 1985 年生, 博士, 讲师, 西安航空学院材料工程学院新材料研究所, 陕西 西安 710077, E-mail: anzhen1016@163.com

5~10 s), 场发射扫描电镜型号为 JSM-7800F。

试样线切割成厚 0.3 mm 的薄片, 用砂纸研磨至厚度 50 μm 以下, 用手动冲样机制成 $\varnothing 3$ mm 的圆薄片, 最后电解双喷(双喷液: 10%高氯酸+90%乙醇)。在型号为 TECNAI-G2F20 的 TEM 上分析试样蠕变后的第二相以及位错组态。用于 EPMA 分析的试样同样先经过砂纸研磨, 最后电解抛光, 在型号为 JXA-8530F 的场发射电子探针上进行 EDS 元素面扫描分析。

试样取自解剖的涡轮盘缘位置, 线切割成直径 $\varnothing 6$ mm \times 80 mm 试样, 连续冷却在 Gleeble1500 试验机上进行, S 型铂铑热电偶焊接在试样中心位置处, 到 600 °C 后保温 10 min, 连续冷却温度和时间所记录数据主要范围为固溶温度至 600 °C 之间。

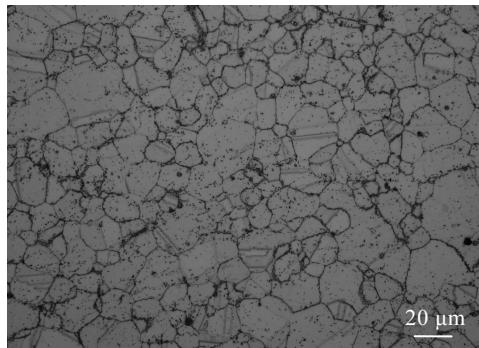


图 1 粉末冶金 FGH96 合金初始组织

Fig.1 Initial microstructure of FGH96 alloy

表 1 粉末冶金 FGH96 合金实测化学成分

Table 1 Chemical composition of powder metallurgy FGH96 alloy ($\omega/\%$)

Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Nb	Zr	Ni	N	O	H	C
15.98	12.96	3.89	3.98	3.85	2.21	0.73	0.033	Bal.	0.0018	0.0096	0.000144	0.051

2 结果与分析

2.1 粉末冶金 FGH96 合金初始组织 EPMA 分析

对粉末冶金 FGH96 合金涡轮盘缘取样, 采用电子探针对元素成分分布进行了面扫描分析, 如图 2 所示, 背散射电子图像中可观察到亮白色颗粒状的硼化物相, 对照 EDS 元素面扫描图像, 可以判定硼化物相主要为富含元素 W 和 Mo; 从背散射图像中还可观察到含量较多、尺寸较小的碳化物和氧化物颗粒, 形成机理主要是在粉末颗粒表面吸附的 O 元素与粉末表面层固溶体中偏析的 C 和 Ti 等溶质元素发生化学反应形成 (Ti、Nb)(C、O) 型析出相, 这是粉末冶金工艺带来的特有缺陷原始颗粒边界 PPB, 无法彻底消除, 只能通过控制工艺过程来减少氧含量或是挤压锻造等手段, 将其减少使其成不连续分布, 通常以氩气雾化制备粉末合金时, 粉末粒度越小, 氧含量越高, 粉末颗粒表面就会形成大量的 ZrO₂, 成为 MC 碳化物形成核心, 促进了大量 MC 的形成^[6]。PPB 的存在阻碍了粉末颗粒间的扩散和结合, 成为潜在裂纹源, 降低了合金的塑性和力学性能, 同时阻碍变形和晶粒生长, 不利于合金组织的控制^[6-8]。

2.2 固溶处理对粉末冶金 FGH96 合金微观组织的影响

2.2.1 固溶温度对晶粒组织的影响

试样取自粉末冶金 FGH96 合金涡轮盘缘处, 试样截面尺寸 15 mm \times 15 mm, 研究了在 1110~1190 °C 温度范围晶粒长大情况, 如图 3 所示。从图中可以看出,

并经统计, 晶粒尺寸随固溶温度提高并没有发生变化, 这主要跟合金中存在大量弥散的碳氧化物对晶界的钉扎作用有关。合金的平均晶粒尺寸随固溶温度升高的变化曲线见图 4。这跟刘建涛^[9]等研究的等离子旋转电极法制备粉末冶金 FGH96 合金晶粒长大规律有所区别, 研究指出 γ' 相对晶粒长大有显著阻碍作用, 在低于 γ' 相固溶温度(1109 °C)热处理时, 大量未溶解的 γ' 相使得晶粒长大缓慢; 在高于 γ' 相固溶温度以上时, 合金为单相奥氏体组织, 晶粒随温度的升高快速长大。晶粒长大动力学表明: 在高于 γ' 相固溶温度以上时, 晶粒生长指数随着热处理温度的升高而增加; 在热处理温度为 1135 和 1150 °C 下的晶粒长大激活能为 293.4 kJ/mol, 晶粒长大机理为自扩散过程控制机理。

2.2.2 固溶冷却速率对晶内冷却 γ' 相的影响

冷却热处理在 Gleeble 模拟试验机上进行, 试样的热处理制度是, 首先将试样加热到过固溶温度 1140 °C 固溶处理, 保温 10 min, 然后分别以 10、70、200、450、7000 °C/min 速度冷却至 600 °C。冷却速率对晶内 γ' 相形态的影响的场发射扫描电子显微镜图像如图 5 所示。由图 5a 可见, 10 °C/min 的速度冷至 600 °C 时, 基体上出现了不规则蝶状和分裂的 γ' 相, 一些 γ' 相已经分裂成八方小颗粒分布的 γ' 相, 有部分 γ' 相同时既发生着分裂也发生不稳定长大 2 种形态不稳定现象(如箭头所示), 分裂影响不稳定长大, 并且受到周围其他颗粒的影响^[10-12]。随着冷却速率增加至 70 °C/min(图 5b) 时, 部分 γ' 相形态为带有圆角的方形, 这种形态被认为是从

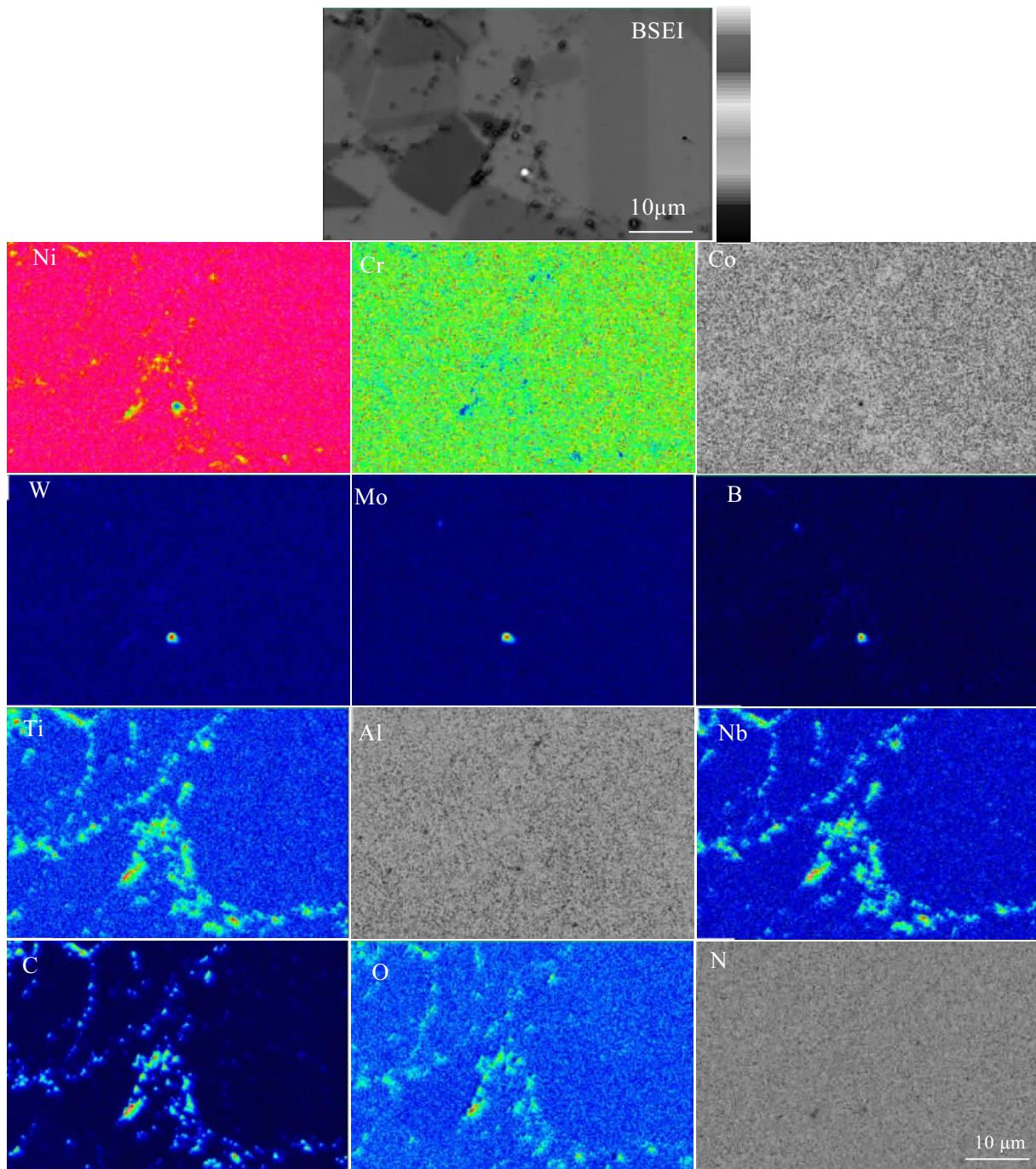


图2 粉末冶金FGH96合金涡轮盘盘缘元素成分的EPMA分析

Fig.2 EPMA analysis of elemental composition of turbine disk edge of FGH96 alloy

球形到方形的一种过渡阶段,极个别的 γ' 相发展成了带有尖瓣的方形,也有个别 γ' 相发生了明显的不稳定突出,这种突出被认为是在冷却过程中饱和度的突然变化引起的,但是没有出现任何 γ' 相分裂。在上述2种冷却速率状态下,在二次 γ' 相之间观察到了细小的三次 γ' 相,这是在固溶冷却的较低温度形成的,三次 γ' 相的形成受基体过饱和度的影响。从图5c可见,随着冷却速

率继续增加至200 °C/min时,基体上的 γ' 相几乎都是带有圆角的方形,没有任何形态不稳定现象发生。随着冷却速率继续增加,基体上析出的 γ' 相全部为球形颗粒状,并且尺寸细小^[13-15]。

2.3 固溶热处理对拉伸性能的影响

2.3.1 固溶温度对拉伸性能的影响

合金经过不同固溶温度处理后,再经过760 °C/8 h

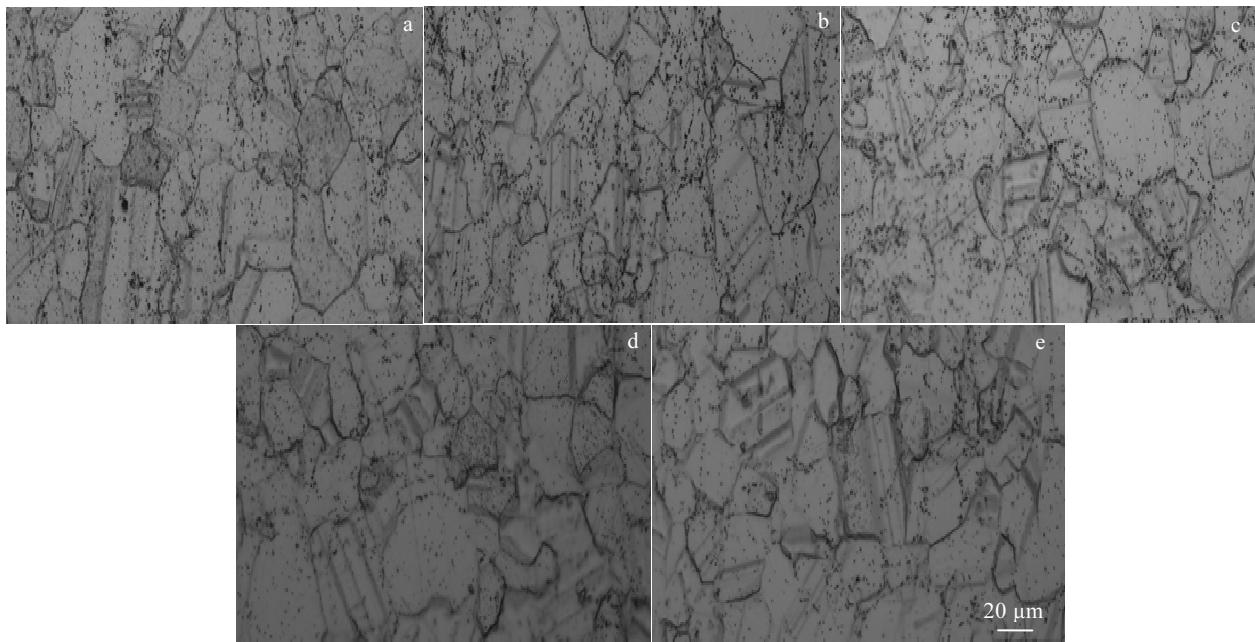


图 3 固溶温度下保温 1 h 后粉末冶金 FGH96 合金晶粒组织 SEM 照片

Fig.3 SEM images of powder metallurgy FGH96 alloy after solution treatment for 1 h at different temperatures: (a) 1110 °C, (b) 1130 °C, (c) 1150 °C, (d) 1170 °C, and (e) 1190 °C

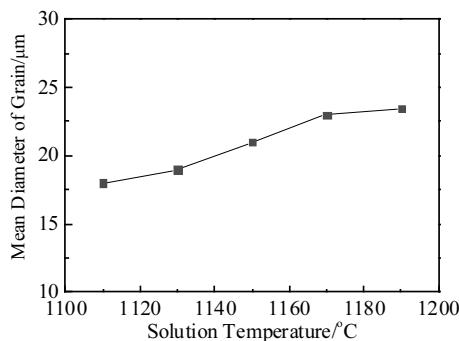


图 4 FGH96 合金晶粒平均尺寸随固溶温度的增加变化曲线
Fig.4 Curve of the average grain size increasing with the solution temperature for FGH96 alloy

时效热处理，研究固溶温度对合金高温抗拉强度的影响。如图 6 所示，随着固溶温度从 1080 °C 增加至 1160 °C 时，抗拉强度和屈服强度都小幅度增加，这跟铸造+锻造 FGH96 合金的影响规律是相反的，因为粉末冶金 FGH96 合金随着固溶温度的升高，晶界未发生迁移，晶粒并没有发生长大，晶界数量没有降低，因此主要影响抗拉强度的是 γ' 相的形态。

如图 7 所示，亚固溶温度 1080 °C 下，部分较大尺寸的 γ' 相呈现失稳的形态（花椰菜形状），与基体失

去共格性，而在过固溶温度 1130 °C 下 γ' 相从基体中共格析出，呈颗粒球形，尺寸细小^[15,16]。

当采用同样的时效制度以及固溶冷却速率时，原始颗粒边界、晶界以及二次 γ' 相作为影响拉伸性能的共同关键基本单元，固溶温度越高，原始颗粒边界有效钉扎晶粒长大，并得到更多数量的共格冷却二次 γ' 相，拉伸性能越优异。

2.3.2 固溶冷却速率对拉伸性能的影响

合金经过 1130 °C 固溶 2 h 后经过不同冷却速率冷却至 600 °C 以下测试 650 °C 的拉伸性能如图 8 所示。从结果可以看出随着冷却速率的增加抗拉强度和屈服强度增加，冷却速率从 200 °C/min 增加至 7000 °C/min，抗拉强度增加值小，冷却速率从 10 °C/min 增加至 200 °C/min，强度值增加幅度很大，因为这时影响瞬时抗拉强度也主要是 γ' 相，慢的冷却速率导致非共格状态存在的 γ' 相形成而削弱合金强化效果。

当采用相同的固溶温度和时效制度热处理时，共格二次 γ' 相是影响拉伸性能的关键基本单元，冷速越快，共格二次 γ' 相越细小，拉伸性能越优异。

2.4 固溶热处理对蠕变性能的影响

2.4.1 固溶温度对蠕变性能的影响

图 9 为合金试棒经过不同固溶温度处理后在 704 °C/690 MPa 下的蠕变曲线。可以看出，不同固溶温度处理后蠕变性能相当，达到塑性变形为 0.2% 的寿命均

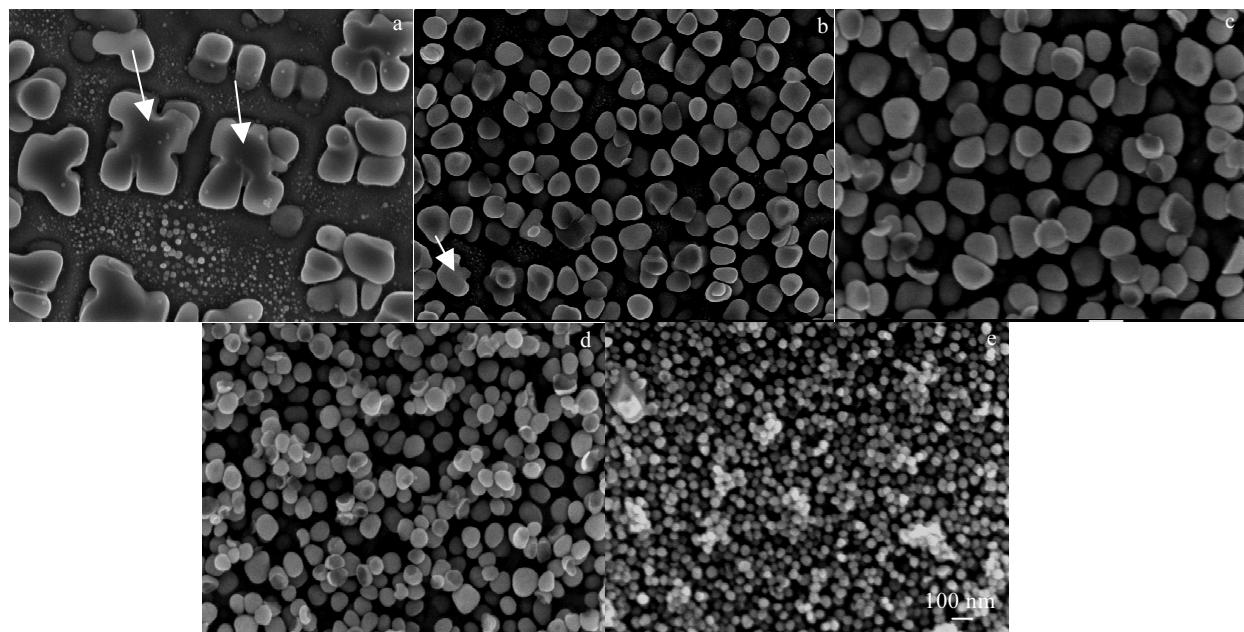


图 5 过固溶 1130 °C 处理不同冷却速率后的晶内 γ' 形貌 FESEM 照片

Fig.5 FESEM images of intragranular γ' morphologies of FGH96 alloy after over solution treatment at 1130 °C at different cooling rates: (a) 10 °C/min, (b) 70 °C/min, (c) 200 °C/min, (d) 450 °C/min, and (e) 7000 °C/min

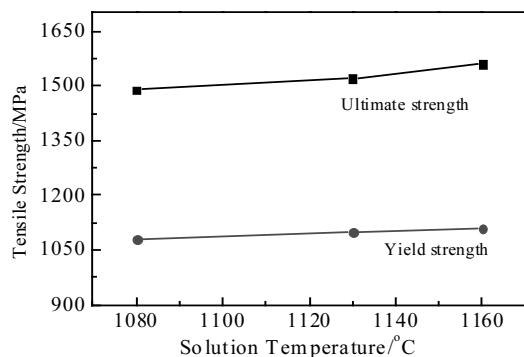


图 6 不同固溶温度对 FGM96 合金抗拉强度的影响
Fig.6 Effect of different solution temperatures on tensile strength of FGM96 alloy

超过 200 h。由于晶粒尺寸大小差异很小, 经过不同温度固溶处理后冷却速率相同, 说明晶内二次 γ' 相和三次 γ' 相体积分数对蠕变性能影响较小。

当采用相同时效制度及固溶冷却速率热处理时, 原始颗粒边界和晶界作为影响蠕变性能共同的关键基本单元, 晶粒尺寸不受固溶温度的影响, 合金保持优良的蠕变性能。

2.4.2 固溶冷却速率对蠕变性能的影响

如图 10 为合金试棒经过过固溶温度 1130 °C 热处理后以不同冷却速率冷却至 600 °C 以下, 后又经过 760 °C/8 h 时效处理后测试的蠕变性能的曲线。可以

看出随着冷却速率的增加, 蠕变抗力大大增加。当冷却速率为 10 °C/min 时, 冷却的试样蠕变至塑性 0.2% 寿命为不到 10 h, 而 200 °C/min 冷却的试样可持续至 260 h。可见, 影响蠕变性能的是合金中晶内二次 γ' 相的尺寸, 二次 γ' 相即为影响蠕变性能的关键基本单元。

合金在蠕变初期阶段变形机制主要是位错在基体通道内沿着 $\{111\}<110>$ 方向的滑移以及位错在二次 γ' 相之间的基体通道内弓出。当位错从基体通道中弓出时需要克服一个局部的 Orowan 障碍, 位错弓出所需一定的应力, 基体通道的宽度 h 与二次 γ' 相的尺寸和形态有关, 通常较粗的 γ' 相对应较宽的基体通道的 h , 这降低了位错弓出所需的临界 Orowan 抗力。因此, γ' 相尺寸和基体通道的宽度直接影响合金的蠕变性能。随着冷却速率的降低, 基体通道宽度增加, 通道内位错通过滑移和交滑移很容易弓出, 随着变形的增加, 很容易剪切具有大尺寸的二次 γ' 相。因此, 蠕变强度降低。

如图 11a 为 10 °C/min 冷却试样蠕变后位错组态, 不同滑移面的 $\{111\}$ 上形成大量的微孪晶剪切现象, 不全位错切入到共格 γ' 相中留下大量堆垛层错(如箭头所示)。图 11b 为 200 °C/min 冷却试样蠕变后位错组态。可以观察到晶界附近位错密度较高, 吸收了大量长的位错线, 形成位错塞积, 并在晶界附近共格 γ' 相附近可观察到位错在基体通道弓出形成的长的蜿蜒的

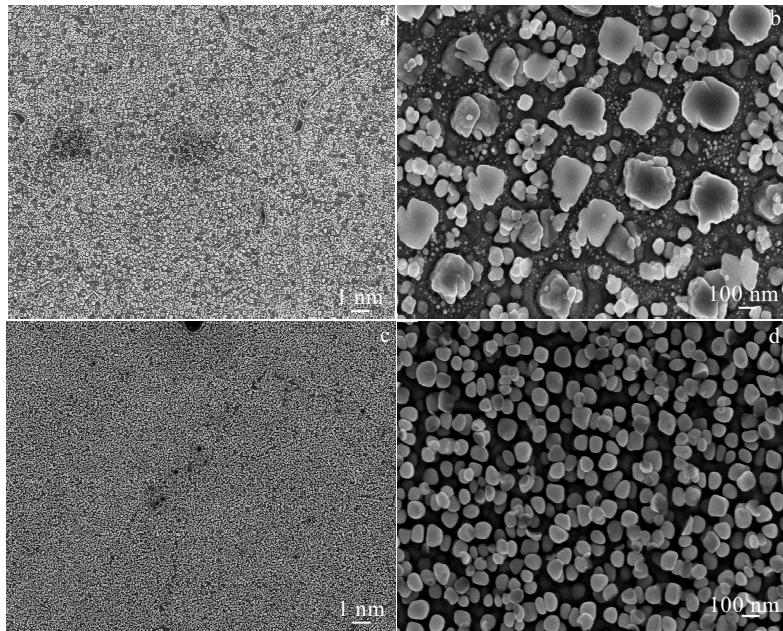
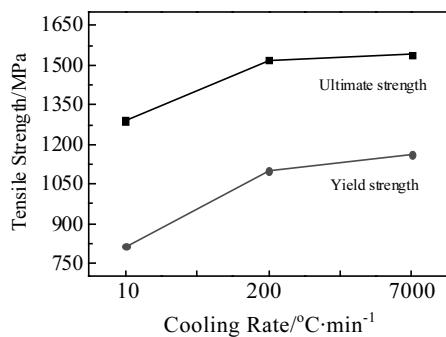
图 7 不同固溶温度冷却试样的晶内二次 γ' 相Fig.7 Intragranular secondary γ' phase of the samples cooled at different solution temperatures: (a, b) 1080 °C and (c, d) 1130 °C

图 8 经过 1130 °C 固溶后采用不同冷速冷却对合金 650 °C 抗拉强度的影响

Fig.8 Effect of cooling at different cooling rates on tensile strength at 650 °C of the sample after solid solution at 1130 °C

位错线，部分 $1/2[110]$ 基体位错攀移形成 Orowan 位错环（如箭头所示）^[17,18]；由图 11c 可观察到连续和连续层错剪切基体和共格 γ' 相。

图 11d、11e 和 11f 分别为冷却速率为 7000 °C/min，蠕变至塑性变形 0.2% 中断后的位错组态。图 11d 为基体通道内滑移形成的蜿蜒的长的位错线，细小的共格 γ' 相导致基体通道间距很窄，位错弓出所需 Orowan 应力大，因此位错很难剪切入共格 γ' 相。由图 11e 中可见大量弥散细小的二次共格 γ' 相，可见宽度很窄的微孪晶条带贯穿基体。图 11f 中为终止于晶界处的层错，层错宽度较窄密度很高，晶界附近位错密度较低。

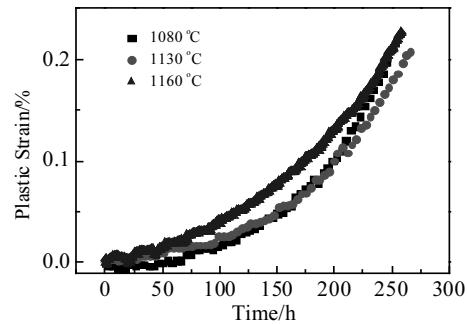


图 9 不同固溶温度处理合金试棒在 704 °C/690 MPa 条件下的蠕变曲线

Fig.9 Creep curves of alloy samples of different solution temperature conditions under 704 °C/690 MPa

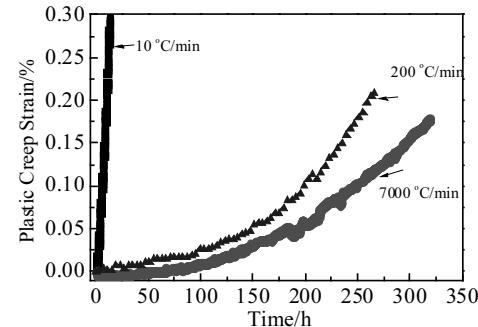


图 10 1130 °C 下固溶不同冷却速率处理试棒在 704 °C/690 MPa 下蠕变性能

Fig.10 Effect of different cooling rates of solid solution samples at 1130 °C on creep properties under 704 °C/690 MPa

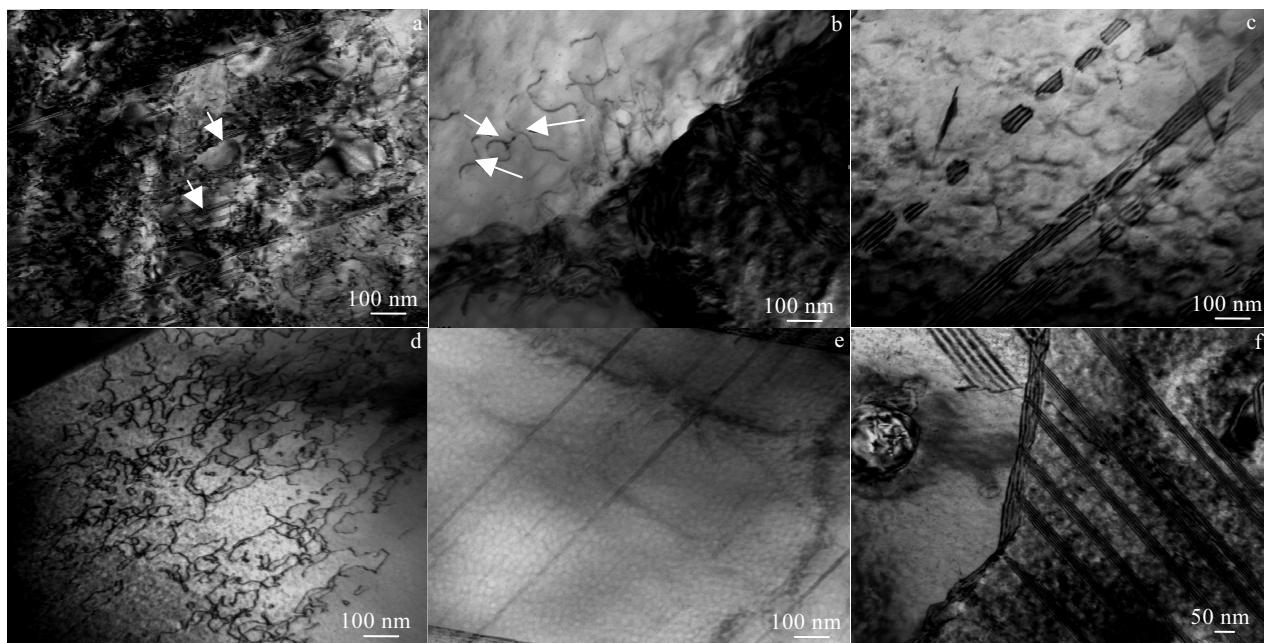


图 11 经过不同冷却速率试样蠕变中断后 TEM 位错组态

Fig.11 TEM Dislocation configuration of sample with different cooling rates after creeping: (a) 10 °C/min, creep to 68 h interrupt; (b, c) 200 °C/min, interrupted after 0.2% plastic deformation; (d, e, f) 7000 °C/min, interrupted after 0.2% plastic deformation

3 结论

1) 粉末冶金 FGH96 合金初始组织中可以判定硼化物相主要为富含元素 W 和 Mo;同时存在含量较多、尺寸较小的碳化物和氧化物颗粒,形成机理主要是在粉末颗粒表面吸附的 O 元素与粉末表面层固溶体中偏析的 C 和 Ti 等溶质元素发生化学反应形成 (Ti、Nb)(C、O) 型析出相。

2) 随着固溶温度从 1080 °C 升高至 1160 °C 时,抗拉强度和屈服强度都呈小幅度增加,这跟铸造+锻造 FGH96 合金的影响规律是相反的,因为粉末冶金 FGH96 合金随着固溶温度的升高,晶界未发生迁移,晶粒并没有发生长大,晶界数量没有降低。因此,主要影响抗拉强度的是 γ' 相的形态。

3) 不同固溶温度处理后蠕变性能相当,达到塑性变形为 0.2% 的寿命均超过 200 h;随着冷却速率的增加抗拉强度和屈服强度相应增加;冷却速率从 200 °C /min 增加至 7000 °C/min 时抗拉强度增加值较小;冷却速率从 10 °C/min 增加至 200 °C/min 时强度值增加幅度很大,因为这时影响瞬时抗拉强度也主要是 γ' 相,慢的冷却速率导致非共格状态存在的 γ' 相形成而削弱合金强化效果。

4) 通过不同固溶温度处理后 FGH96 合金的蠕变性能相当,而随着冷却速率的增大,蠕变抗力大大增

加。当冷却速率为 10 °C/min 时冷却的试样蠕变至塑性 0.2% 寿命为不到 10 h,而 200 °C/min 冷却的试样可持续至 260 h。可见,影响蠕变性能的是合金中晶内二次 γ' 相的尺寸,二次 γ' 相即为影响蠕变性能的关键基本单元。

参考文献 References

- [1] Betteridge W, Shaw S W K. *Metal Science Journal*[J], 2013, 3(9): 682
- [2] Markl M, Müller A, Ritter N et al. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2018, 49(9): 4134
- [3] Kabanov I V, Lomberg B S, Sidorina T N. *Metallurgist*[J], 2017, 61(7-8): 565
- [4] Casas R, Gálvez F, Campos M. *Materials Science & Engineering A*[J], 2018, 724: 461
- [5] Thellaputta G R, Chandra P S, Rao C S P. *Materials Today Proceedings*[J], 2017, 4(2): 3712
- [6] Raujol S, Pettinari F, Locq D et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2004, 387(1): 678
- [7] Silva J M, Cláudio R A, Sousa E B A et al. *Materials Science Forum*[J], 2006, 514-516: 495
- [8] Harrison N J, Todd I, Mumtaz K. *Acta Materialia*[J], 2015, 94: 59
- [9] Liu Jiantao(刘建涛), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本夫)

- et al. Transactions of Material Heat Treatment(材料热处理学报)[J], 2004, 25(6): 25*
- [10] Divya V D, Muñoz-Moreno R, Messé O M D M *et al. Materials Characterization[J], 2016, 114: 62*
- [11] Ruiz-Sabariego J A, Pommier S. *International Journal of Fatigue[J], 2017, 31(11): 1724*
- [12] Wang R Z, Zhang X C, Gong J G *et al. International Journal of Fatigue[J], 2016, 97: 114*
- [13] Liang Y J, Li J, Li A *et al. Scripta Materialia[J], 2017, 127: 58*
- [14] Stinville J C, Echlin M P, Callahan P G *et al. Experimental Mechanics[J], 2017, 57(8): 1289*
- [15] Zhang Q, Chang Y, Gu L *et al. Scripta Materialia[J], 2017, 126: 55*
- [16] Elrakayby H, Kim K T. *Powder Metallurgy[J], 2017, 60(4): 1*
- [17] Charpagne M A, Vennégues P, Billot T *et al. Journal of Microscopy[J], 2016, 263(1): 106*
- [18] Kraemer K M, Mueller F, Oechsner M. *International Journal of Fatigue[J], 2016, 96: 78*

Microstructure and Mechanical Properties of FGH96 Alloy

An Zhen¹, Han Hao¹, Li Fulin², Fu Rui², Meng Guanghui¹, Ding Xv¹, Cao Jing¹, Fu Baoquan³, Ke Peng¹

(1. Xi'an Aeronautical University, Xi'an 710077, China)

(2. Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

(3. Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

Abstract: The microstructure evolution and mechanical properties of powder metallurgy FGH96 alloy under different solution heat treatment conditions were analyzed by electronic probes, field emission scanning electron microscopy and other advanced detection methods. The results show that bright white granular boride phase is observed in the edge of the powder metallurgy FGH96 alloy turbine disk by electron probe. According to the scanning results of the control element, it can be ascertained that the boride phase is mainly rich in elements W and Mo. As the solution temperature increases from 1080 to 1160 °C, both tensile strength and yield strength increase slightly, and they increase with increasing cooling rate. FGH96 alloy after the treatment with different solution temperatures exhibits comparable creep performance; however, as the cooling rate increases, the creep resistance is greatly increased.

Key words: FGH96 alloy; superalloy; microstructure evolution; solution treatment

Corresponding author: An Zhen, Ph. D., Lecturer, School of Materials Engineering, Xi'an Aeronautical University, Xi'an 710077, P. R. China, E-mail: anzhen1016@163.com