

热处理对粉末冶金 Inconel 718 高温合金组织及性能的影响

韩志宇^{1,2}, 张平祥¹, 宋嘉明², 王庆相², 梁书锦², 唐 斌¹, 赖运金²

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西安欧中材料科技有限公司, 陕西 西安 710018)

摘 要: 以超高转速等离子旋转电极法 (SS-PREP 法) 制备的高球形度 Inconel 718 高温合金粉末为原料, 采用热等静压 (HIP) 工艺制备了 Inconel 718 粉末高温合金, 重点研究了热处理制度对合金组织和力学性能的影响。实验结果表明: 采用 SS-PREP 法制得的 Inconel 718 高温合金粉末粒度分布均匀, 球形度良好, 具有优异的 HIP 工艺性能; 随着固溶温度的提高, 合金晶界逐渐变浅, 说明晶界析出相数量逐渐减少。时效热处理后, 沿晶界析出大量针状 δ 相, 同时还有少量 MC 碳化物相。在 1210 °C、120 MPa 条件下保温保压 4 h 的 HIP 工艺下, 经 1020 °C 固溶热处理后, 合金室温抗拉强度可达 1404 MPa; 经 980 °C 固溶处理后, 合金在 650 °C 的高温抗拉强度为 1153 MPa, 固溶处理温度为 980 °C 的合金综合性能较好。

关键词: 粉末 Inconel 718 高温合金; 热等静压; 超高转速等离子旋转电极法; 热处理

中图分类号: TG146.1⁺5; TF124.32

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)02-0693-06

Inconel 718 高温合金是一种时效强化型镍铁基高温合金, 因其有良好的高温组织稳定性、抗氧化腐蚀性能和焊接性能, 优异的抗疲劳和抗蠕变性能, 在航空、航天、核能、石油等领域中广泛应用^[1,2]。目前, Inconel 718 高温合金的生产制备方法主要是熔炼锻造工艺, 合金的组织对加工工艺特别敏感, 因此必须严格控制各道工序才能获得所要求的组织性能。采用粉末冶金工艺制备 Inconel 718 高温合金可以得到几乎无偏析、晶粒细小、组织均匀的高温合金材料, 改善了合金的中低温屈服强度和抗疲劳性能, 并提高了材料的利用率^[3,4]。

赵丰等^[5]利用粉末冶金方法制备了 FGH4169 合金, 并研究了合金中原始颗粒边界的形成机理及其对合金组织性能的影响。Chang 等^[6]采用感应加热雾化法 (EIGA 法) 制粉+热等静压 (HIP) 成形+热处理工艺制备了 Inconel 718 合金, 并研究了 HIP 温度、保温时间等对合金的微观组织的影响, 初步分析了析出相的形态及分布情况。Lee 等^[7]利用 HIP 手段制备了粉末 Inconel 718 合金, 研究了 HIP 温度、压力及保温保压时间等参数对合金组织及拉伸性能的影响, 并给出最适宜的工艺参数, 即 1180 °C/175 MPa/4 h。Rao 等^[8]利用

氩气雾化法制备合金粉末, 并通过热等静压成型制备了高温合金, 探讨了合金粉末中的氧含量对合金致密度及性能的影响。以上工作大多侧重于对 HIP 温度、压力、保温保压时间等参数的研究和优化, 而对 HIP 后合金的热处理工艺研究较少, 所采用的热处理制度均为 Inconel 718 高温合金标准热处理工艺^[5-8], 该制度是基于传统熔炼锻造工艺开发的, 并不完全适用于 Inconel 718 合金 HIP 件的热处理。特别是热处理工艺对合金晶界析出相数量、形态及演变规律的影响的研究鲜有报道。

本工作采用超高转速等离子旋转电极法 (SS-PREP 法^[9-11], 最大转速 30 000 r/min) 制备的高球形度 Inconel 718 合金粉末为原料, 通过 HIP+热处理的方法制备出 Inconel 718 高温合金, 重点研究了固溶温度对粉末冶金 Inconel 718 高温合金组织及室温、高温拉伸性能的影响, 特别研究了不同热处理工艺下晶界析出相的形态和分布规律。

1 实 验

采用 SS-PREP 法制备的 Inconel 718 高温合金粉末为原料, 其主要化学成分见表 1, 粉末形貌及内部组织如图 1 所示。粉末颗粒为规则球形, 颗粒表面可

收稿日期: 2020-06-09

基金项目: 国家重点研发计划 (2018YFB1106400); 陕西省重点研发计划 (2018ZKC-093, 2019GY-172)

作者简介: 韩志宇, 男, 1984 年生, 博士生, 西安欧中材料科技有限公司, 陕西 西安 710018, 电话: 029-86261150, E-mail: hanyz@c-semt.com

表 1 Inconel 718 高温合金粉末的化学成分

Table 1 Chemical composition of Inconel 718 superalloy powder (ω/%)										
C	Cr	Fe	Al	Ti	Mo	Nb	N	H	O	Ni
0.021	17.74	18.31	0.51	1.01	2.89	5.12	0.006	0.001	0.004	Bal.

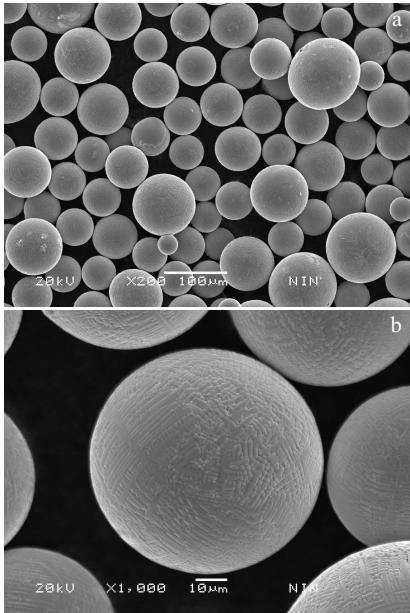


图 1 Inconel 718 高温合金粉末的 SEM 形貌

Fig.1 SEM morphologies of Inconel 718 superalloy powder

观察到明显的树枝晶和胞状晶形貌。颗粒内部组织如图 2 所示。可见内部为典型树枝晶和胞状晶组织。Inconel 718 高温合金粉末的粒度分布如图 3 所示。粉末颗粒粒径为 45~150 μm，平均粒度为 75 μm。Inconel 718 高温合金粉末的工艺性能如表 2 所示。

将 Inconel 718 高温合金粉末装入不锈钢包套，经过 400 ℃/2 h 真空脱气、封焊后，在 1210 ℃、120 MPa 条件下保温保压 4 h 热等静压（HIP）成形；HIP 成形件的热处理工艺如表 3 所示。选取 940、980、1020 ℃

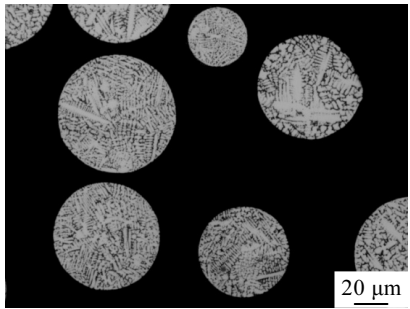


图 2 Inconel 718 高温合金粉末的金相组织

Fig.2 OM image of Inconel 718 superalloy powder

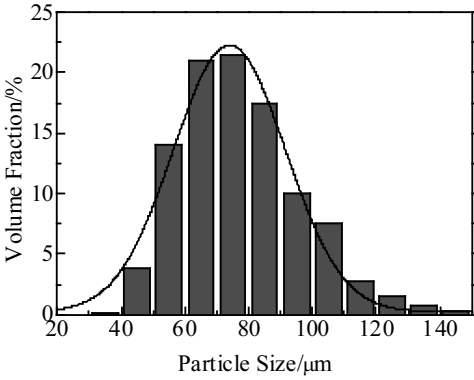


图 3 Inconel 718 高温合金粉末的粒度分布

Fig.3 Particle size distribution of Inconel 718 superalloy powder

表 2 Inconel 718 高温合金粉末的物理性能

Table 2 Physical properties of Inconel 718 superalloy powder	
Physical property	Detection Result
Apparent density/g·cm ⁻³	4.82
Compaction density/g·cm ⁻³	5.14
Hall flow rate/s·(50 g) ⁻¹	16

表 3 HIP 成形件的热处理工艺

Table 3 Heat treatment processes for as-HIPed billet	
No.	Heat treatments process
A	As-HIPed
B	940 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC
C	980 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC
D	1020 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC

3 种固溶温度，目的是为了研究不同温度下晶界析出相的析出行为和对合金性能的影响（易于晶界析出的 δ 相的固溶温度约为 1000 ℃）。

粉末及合金金相组织观察在 OLYMPUS PMG3 倒置式金相显微镜下进行，金相样品经打磨、抛光后，采用 100 mL C₂H₅(OH)+100 mL HCl+5 g CuCl₂ 侵蚀液侵蚀 5 min 左右。粉末形貌、合金微观组织及断口形貌观察在 JSM-6460 型扫描电子显微镜上进行，室温及高温拉伸试验在 598X 系列材料试验机上进行。

2 结果及分析

2.1 合金微观组织

HIP 态 Inconel 718 高温合金的微观组织如图 4 所

示。合金平均晶粒尺寸约为 $50\ \mu\text{m}$, 晶粒内部可以观察到孪晶, 晶界处及个别晶粒内部存在白色析出物。研究表明, 该析出物主要为氧化物及 MC 碳化物^[8]。

合金固溶处理后的金相组织如图 5 所示。不同温度下固溶处理对合金晶粒尺寸影响不大, 随着固溶温度的提高, 晶界逐渐变浅。说明晶界析出相数量随着固溶温度的提高逐渐减少。

固溶时效处理态 Inconel 718 高温合金的 SEM 形貌如图 6 所示。合金在 $940\ ^\circ\text{C}$ 固溶时效处理后, 沿晶界析出大量针状 δ 相, 同时还有少量 MC 碳化物相。由图 6b 可看出, 在 $980\ ^\circ\text{C}$ 固溶时效处理后, 合金晶界处析出相数量和尺寸都明显减小。图 6c 显示, 在

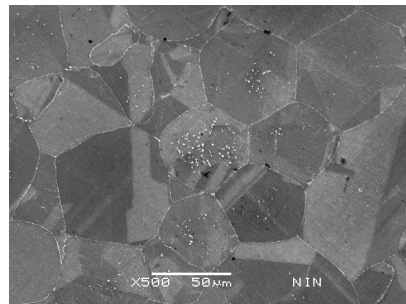


图 4 HIP 态 Inconel 718 高温合金的微观组织

Fig.4 Microstructure of the as-HIPed Inconel 718 superalloy

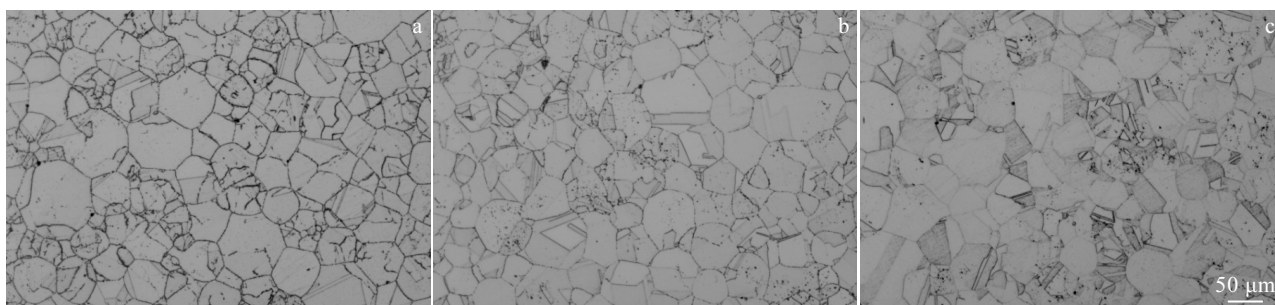


图 5 固溶处理后 Inconel 718 高温合金的金相组织

Fig.5 OM microstructures of Inconel 718 superalloy after solution treatment at $940\ ^\circ\text{C}$ (a), $980\ ^\circ\text{C}$ (b), and $1020\ ^\circ\text{C}$ (c) for 1 h

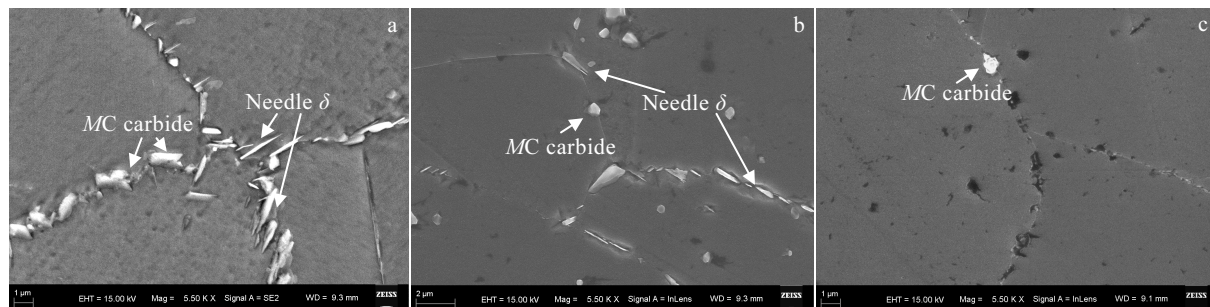


图 6 固溶时效处理后 Inconel 718 高温合金的晶界析出相

Fig.6 Grain boundary precipitates in the solution-and-aged Inconel 718 superalloy with the solution temperature of $940\ ^\circ\text{C}$ (a), $980\ ^\circ\text{C}$ (b), and $1020\ ^\circ\text{C}$ (c)

$1020\ ^\circ\text{C}$ 固溶时效处理后, 晶界处几乎没有针状 δ 相存在, 仅有少量的块状 MC 碳化物。

实验结果表明, 固溶时效处理后, Inconel 718 高温合金中的 δ 相和 MC 碳化物相沿晶界析出。在温度较低时, δ 相呈针状大量析出。随着固溶温度的升高, 晶界 δ 相数量和尺寸逐渐减小。在温度达到 $1020\ ^\circ\text{C}$ 时, 合金中 δ 相几乎全部溶入奥氏体基体。在 720 和 620

$^\circ\text{C}$ 双时效处理后, δ 相含量基本保持固溶时的含量。

2.2 合金力学性能

HIP 态、不同固溶温度下热处理后试样的室温拉伸性能如表 4 所示。HIP 态试样抗拉强度和屈服强度略低于锻件水平, 塑性指标与锻件接近。合金热处理后的室温抗拉及屈服强度与 HIP 态相比增幅较大, 且随着固溶温度的升高而升高, 延伸率与断面收缩率有

所降低。固溶温度为 1020 ℃时, 室温延伸率与断面收缩率接近 HIP 态合金。综合比较, 1020 ℃固溶+时效处理后合金的室温拉伸性能最佳, 抗拉强度达到 1404 MPa。

不同固溶温度下热处理后合金在 650℃下的高温拉伸性能如表 5 所示。随固溶温度的升高, 合金的高温抗拉和屈服强度先增加后降低, 在 980 ℃下固溶合金的高温性能较好(抗拉强度为 1153 MPa), 延伸率和断面收缩率变化不大。

2.3 合金断口分析

经 980 ℃下固溶及时效处理后合金的断口形貌如图 7 所示。合金断口为典型的沿晶脆性断口, 且断裂形貌与原始颗粒边界(PPB)吻合。在个别晶粒内部也发现了韧窝形貌, 说明合金中部分晶粒晶界结合力较强, 针状 δ 相在晶界处起到强化作用, 在断裂过程

中呈韧性断裂。

3 讨 论

3.1 合金微观组织

如图 4 所示, HIP 态合金显微组织均匀细小, 平均晶粒尺寸约为 50 μm, 比常规锻造合金晶粒尺寸(约 100 μm)更加细小, 更接近于粉末原始尺寸。并且在随后的固溶处理过程中, 晶粒尺寸没有发生明显长大(图 5)。这一现象可以归因于 Al₂O₃ 和 TiO₂ 等氧化物颗粒以及 MC 碳化物在原始颗粒边界处析出^[12], 起到了钉扎晶界的作用, 阻碍了 HIP 和热处理过程中晶粒的进一步长大。因此, 可以认为采用该方法制备的合金的晶粒尺寸主要由原始粉末颗粒尺寸决定, 使用粒度更细小的合金粉末, 可以获得更加细小的晶粒尺寸。

HIP 态合金中个别晶粒内部存在的氧化物及碳化

表 4 Inconel 718 高温合金室温拉伸性能
Table 4 Tensile properties of Inconel 718 superalloy evaluated at room temperature

Heat treatment	<i>R_m</i> /MPa	<i>R_{p0.2}</i> /MPa	<i>A</i> /%	<i>Z</i> /%
As-HIPed	1258	974	13.7	19.5
940 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC	1379	1197	6.3	9.5
980 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC	1397	1235	5.8	8.5
1020 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC	1404	1233	10.8	17.0
Property of forging	≥1280	≥1030	≥12	≥15

表 5 Inconel 718 高温合金 650 ℃高温拉伸性能
Table 5 Tensile properties of Inconel 718 superalloy evaluated at 650 ℃

Heat treatment	<i>R_m</i> /MPa	<i>R_{p0.2}</i> /MPa	<i>A</i> /%	<i>Z</i> /%
940 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC	1130	995	8.3	17.5
980 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC	1153	1023	8.0	15
1020 ℃/1 h/AC+720 ℃/8 h→2 h→620 ℃/8 h/AC	1105	1000	6.8	19.5

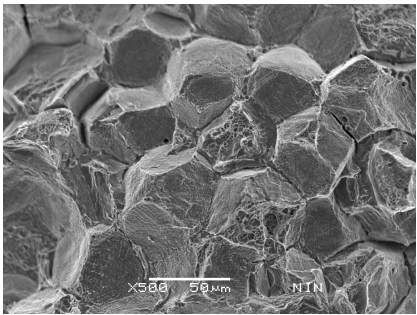


图 7 980 ℃固溶及时效处理后 Inconel 718 高温合金的拉伸断口形貌

Fig.7 Fracture surface of solution-and-aged Inconel 718 superalloy after solution treatment at 980 ℃

物聚集现象可能与该粉末颗粒的快速凝固过程有关。在 SS-PREP 制粉过程中, 如果粉末颗粒在某一特定条件下快速凝固(10⁴ K/s), 导致碳或氧原子被固定在粉末颗粒内部, 来不及向原始颗粒边界处发生偏聚, 随后的 HIP 过程中, 就会以氧化物及 MC 碳化物形式在粉末颗粒内部直接析出。

采用 JMatPro 软件计算出合金中各析出相含量随固溶温度变化的曲线如图 8 所示。当固溶温度为 940 ℃时, δ 相析出比例为 5.45%, 当固溶温度为 980 ℃时, δ 相析出比例为 2.54%, 当固溶温度为 1020 ℃时, 合金中无 δ 相析出。如图 5 所示, 由于在 Inconel 718 高温合金中 δ 相优先在晶界析出, 随着固溶温度的升高, 晶界析出的 δ 相数量明显减少, 表现为金相腐蚀后晶界逐渐变浅。

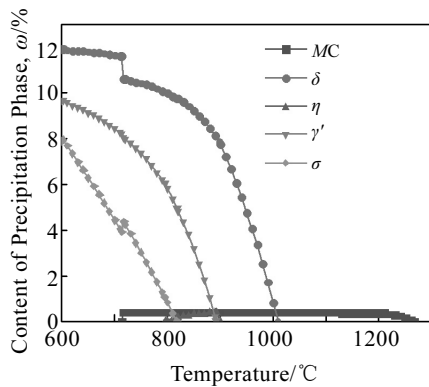


图8 Inconel 718 高温合金中析出相含量随固溶温度变化曲线
Fig.8 Content of precipitation phase vs different solution temperatures for Inconel 718 superalloy

3.2 合金力学性能及断口

研究发现, Inconel 718 高温合金的强韧化机制主要为 γ' 和 γ'' 相沉淀强化、适当数量和形态合理的 δ 相强化和细晶强化^[13-16]。粉末 HIP 工艺实现了合金晶粒的细化及均匀化,但是在晶界处由于粉末颗粒的结合程度不同形成晶界弱化。在室温条件下, γ' 和 γ'' 相沉淀强化起主要作用,随着固溶温度的升高, δ 相的溶解增加了基体中合金元素 Nb 的含量,引起 γ' 和 γ'' 相的增加,使得抗拉强度和屈服强度有所提高,同时由于晶界析出相的消失,合金塑性也有所增加。在高温条件下,晶界强化成为影响合金性能的主要因素^[17-20]。此时,由于晶界的软化,细小弥散析出的针状 δ 相对合金晶界起到明显的强化作用,因此,合金高温强度在固溶温度为 980 °C 时达到最大值。

4 结 论

1) 采用 SS-PREP 法制得的 Inconel 718 高温合金粉末为原料,经热等静压成形后,可以制备出 Inconel 718 粉末高温合金;热等静压态合金的平均晶粒尺寸在 50 μm 左右,晶粒内部可观察到孪晶。

2) 经不同固溶温度热处理后,在晶界处有白色针状 δ 相和碳化物析出,随着固溶温度的提高,晶界析出物明显减少;1020 °C 固溶处理后合金室温抗拉强度可达 1404 MPa,980 °C 固溶处理后合金在 650 °C 的高温抗拉强度为 1153 MPa,980 °C 固溶处理的合金综合性能较好。

参考文献 References

- [1] Liao Y S, Shiue R H. *Wear*[J], 1996, 193(1): 16
- [2] Kuo C M, Yang Y T, Bor H Y *et al. Materials Science &*

Engineering A[J], 2009, 510-511: 289

- [3] Chang Litao, Sun Wenru, Cui Yuyou *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 599(4): 186
- [4] Han Zhiyu(韩志宇), Zeng Guang(曾光), Liang Shujin(梁书锦) *et al. Materials China*(中国材料进展)[J], 2014, 33(12): 748
- [5] Zhao Feng(赵丰), Yao Caogen(姚草根), Fan Kaichun(范开春) *et al. Aerospace Materials and Technology*(宇航材料工艺)[J], 2012, 42(1): 92
- [6] Chang Litao, Sun Wenru, Cui Yuyou *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 590: 227
- [7] Lee S C, Chang S H, Tang T P *et al. Materials Transactions*[J], 2006, 47(11): 2877
- [8] Rao G A, Srinivas M, Sarma D S. *Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 435: 84
- [9] Liu Y, Liang S J, Han Z Y *et al. Powder Technology*[J], 2018, 336: 406
- [10] Liu Y, Zhao X H, Lai Y J *et al. Progress in Natural Science: Materials International*[J], 2020, 30: 94
- [11] Zeng Guang, Mao Xiaonan, Zhao Yongqing *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2017, 46(11): 3197
- [12] Rao G A, Mahendra K, Srinivas M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 355: 114
- [13] Shen Jialin(申佳林), Wei Xianyi(韦贤毅), Xu Pingwei(徐平伟) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(5): 1467
- [14] Dong Weiping(董卫平), Wang Linlin(王琳琳), Wang Xiaoming(王晓明) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(5): 1529
- [15] Zhang Qunli(张群丽), Zhang Jie(张杰), Li Dong(李栋) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(5): 1785
- [16] Lv Xudong, Wen Bo, Du Jinhui *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2019, 48(5): 1386
- [17] Zhang Ming(张明), Liu Guoquan(刘国权), Wang Hao(王浩) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(10): 3258
- [18] Huang Hailiang(黄海亮), Liu Guoquan(刘国权), Wang Hao(王浩) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(4): 1142
- [19] An Zhen(安震), Han Hao(韩昊), Li Fulin(李福林) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(7): 2297
- [20] Chen Shiqi, Lu Zhi, Wang Guangxing *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2018, 47(12): 3604

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of P/M Inconel 718 Superalloy

Han Zhiyu^{1,2}, Zhang Pingxiang¹, Song Jiaming², Wang Qingxiang², Liang Shujin², Tang Bin¹, Lai Yunjin²

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Sino-Euro Materials Technologies of Xi'an Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

Abstract: Powder metallurgy (P/M) Inconel 718 superalloy was prepared through hot isostatic pressing (HIP) route from super-speed plasma rotating electrode process (SS-PREP) powder. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of superalloy was studied. The results indicate that Inconel 718 superalloy powder prepared by SS-PREP method has good sphericity and excellent HIP process performance, and its particle size distribution is uniform; with the increase of solution temperature, the grain boundary of the alloy gradually becomes shallower, which indicates that the amount of precipitated phase at grain boundary gradually decreases. After aging treatment, a large amount of needle-like δ phases precipitate along grain boundary, at the same time, a small amount of MC carbides precipitate along the grain boundary as well. The RT tensile strength of the alloy after solution heat treatment at 1020 °C can reach 1404 MPa, and the HT tensile strength of the alloy at 650 °C is 1153 MPa after solution treatment at 980 °C, and the comprehensive properties of the alloy with solution treatment at 980 °C are better.

Key words: P/M Inconel 718 superalloy; HIP; SS-PREP; heat treatment

Corresponding author: Lai Yunjin, Ph. D., Senior Engineer, Sino-Euro Materials Technologies of Xi'an Co., Ltd, Xi'an 710018, P. R. China, Tel: 0086-29-86261053, E-mail: 30149395@qq.com