

# 高性能镍基粉末高温合金固溶处理连续冷却 $\gamma'$ 相多阶段析出行为和尺寸粗化动力学研究

张 明, 刘国权, 王 浩, 黄海亮, 胡本芙

(北京科技大学, 北京 100083)

**摘要:**采用示差扫描量热分析和热模拟连续冷却实验,系统地研究了新型高性能第3代粉末高温合金在 $\gamma'$ 相固溶线温度以上连续冷却过程中强化相 $\gamma'$ 相多批次析出行为。采用线性回归方法拟合得到二次 $\gamma'$ 相平均尺寸与冷却速率定量关系。分析和讨论了在 $\gamma$ 相基体上形成多模 $\gamma'$ 相尺寸分布的动力学机理。研究结果表明,合金在0.1和0.4 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ 冷却速率下可以获得 $\gamma'$ 相多模尺寸分布显微组织。这种 $\gamma'$ 相多批次析出与冷却速率密切相关,缓慢冷却是造成 $\gamma'$ 相尺寸多模分布的主要原因。对具有多模 $\gamma'$ 相尺寸分布的合金进行时效处理发现,由于合金显微组织中大尺寸二次 $\gamma'$ 相的形态不稳定,出现 $\gamma'$ 相反粗化现象,即随着时效时间增加, $\gamma'$ 相尺寸逐渐减小。这种反粗化效应使合金强度升高,增强合金显微组织稳定性。讨论了反粗化效应的发生条件,为研发新型高性能粉末高温合金提供制造工艺和组织调控的理论依据。

**关键词:**粉末高温合金;  $\gamma'$ 相; 多批次析出; 反粗化效应

中图法分类号: TG132.3<sup>+3</sup>; TG113.12

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)10-3258-07

镍基粉末高温合金由于其优良的高温强度和塑性以及高疲劳抗力和抗氧化能力,常被用于制造近代先进航空发动机涡轮盘等热端部件<sup>[1]</sup>。该合金优良的力学性能与其共格强化相 $\gamma'$ 相( $\text{Ni}_3\text{Al}$ , L1<sub>2</sub>结构)数量、尺寸分布以及形貌密切相关。由于 $\gamma'$ 相析出速度快,析出温度范围宽和析出形态不稳定,所以,对 $\gamma'$ 相析出特点和规律的研究一直是备受关注的课题<sup>[2-5]</sup>。

Babu等<sup>[6]</sup>指出, $\gamma'$ 相在冷却的不同温度阶段析出,形成 $\gamma'$ 相尺寸分布的多模形式(multimodel size distribution),显微组织中同时存在二次和三次 $\gamma'$ 相,与单模 $\gamma'$ 相尺寸分布相比,可以使合金具有更高的高温蠕变强度<sup>[7-9]</sup>。Radis等<sup>[10]</sup>对U720Li合金连续冷却过程中 $\gamma'$ 相析出的多模尺寸分布做出详细分析和讨论,并指出冷速降低不仅能够使基体上 $\gamma'$ 相的尺寸分布由单模变为多模,还使得二次 $\gamma'$ 相形貌从圆形向方形、蝶形和非共格类树枝结构转变。Singh<sup>[11]</sup>和Goodfellow<sup>[12]</sup>等采用原子探针(APT)对高温合金中 $\gamma$ 相和 $\gamma'$ 相的元素组成进行分析,进而对成分差异与合金组织演变和强度的密切关系做出评估。由上述近期研究结果可知,合金在连续冷却过程中, $\gamma'$ 相的多批次析出造成其尺寸分布的改变,对合金力学性能有很大影响,可进一步提高合金的高温强度、抗热疲劳性

能和高温蠕变抗力,这也是新型高温合金追求的理想显微组织,如何形成具有多模尺寸分布的 $\gamma'$ 相以及其形成机理越发受到关注。不过目前的研究更多的是从热力学方面对这种组织的形成机理给出解释,对于获得多模尺寸分布的组织动力学和 $\gamma'$ 相形态演变规律方面的研究还鲜有报道。

众所周知, $\gamma'$ 相形态失稳会给合金性能带来重要影响。对于热处理过程中发现的多种 $\gamma'$ 相形态不稳定性现象有很多理论解释<sup>[13]</sup>。多名学者<sup>[14-17]</sup>对不同形状的析出相弹性应变能和界面能大小进行计算和对比分析,判定 $\gamma'$ 相形态演化的条件和可能性。但是上述研究中,形态失稳导致的反粗化效应对组织稳定性的影响却缺少有关报道。 $\gamma'$ 相形态稳定是组织稳定性的重要内容,因此,研究热处理过程中 $\gamma'$ 相从稳定形态发生偏离而出现的各种形态变化,从而导致 $\gamma'$ 相发生反粗化效应有着重要的理论和实践意义。

针对上述两个问题,本工作将对新型镍基粉末高温合金,在固溶处理连续冷却过程中 $\gamma'$ 相不同批次析出过程的动力学进行研究和分析,同时,对时效过程中 $\gamma'$ 相形态不稳定导致的反粗化现象予以解释,对合金 $\gamma'$ 相多模尺寸分布显微组织的长时稳定性进行探讨。

收稿日期: 2018-10-18

基金项目: 国家高技术研究发展计划(2015AA034201); 国家自然科学基金(51371030)

作者简介: 张 明,男,1988年生,博士生,北京科技大学材料科学与工程学院,北京 100083,电话: 010-62334314, E-mail: aaabbr@126.com

## 1 实验

实验材料为制造涡轮盘用第 3 代粉末高温合金。主要化学成分(质量分数, %)为: C 0.05, Cr 12.7, Co 20.4, W 3.8, Mo 2.6, Al 3.5, Ti 3.7, Nb 0.9, Ta 2.4, B 和 Zr 微量, Ni 余量。合金经氩气雾化制粉, 热等静压成型, 热挤压和等温锻造等工艺制成盘坯。

示差扫描量热(DSC)曲线由 STA-449C 示差扫描量热仪测定, 加热速率为  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ , 加热至  $1191\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温 20 min, 冷却速率为  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ 。连续冷却实验(continuous cooling)在 Gleebe-3500 热模拟试验机上进行。试样直径为 8 mm, 高为 12 mm。将试样加热至  $1191\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 保温 20 min, 然后以设定的冷却速率, 将试样冷至室温。本实验选择 4 个冷却速率, 其值分别为  $4.3, 1.4, 0.4$  和  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ 。对冷却后的样品进行  $815\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效处理, 时间最长为 100 h, 观察合金组织稳定性。利用 Zeiss Supra55 场发射扫描电子显微镜对合金显微组织进行观察。采用 Image J 和 Photoshop 软件分析显微组织相关参数, 用等效圆直径法统计  $\gamma'$  相尺寸<sup>[18]</sup>。采用形状因子(shape factor,  $\zeta$ )对析出相形态进行定量表征<sup>[19]</sup>, 析出相形状因子的计算公式为  $\zeta=4\pi A/C^2$ , 式中的  $A$  和  $C$  分别为析出相二维截面的面积和周长。通过该公式计算圆形、方形、蝶形和枝晶形态  $\gamma'$  相的形状因子分别约为 0.89、0.77、0.30 和 0.19, 如图 1 所示。形状因子的值越小, 形态失稳现象越严重。

## 2 结果与讨论

### 2.1 示差扫描量热曲线

合金的 DSC 曲线如图 2 所示。冷却曲线上存在多个峰, 表明合金在连续冷却过程中,  $\gamma'$  相出现多批次析出。峰值所对应的温度为  $\gamma'$  相析出的温度(范围)。峰值的高低与  $\gamma'$  相析出的体积分数有关。第 1 个峰值位于  $1120\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 峰值较高。随着温度降低, 在  $1060$  和  $1020\text{ }^{\circ}\text{C}$  分别出现第 2 个和第 3 个析出峰, 其中第 3 个峰显示不明显, 表示该温度范围析出的  $\gamma'$  相体积分数较少。

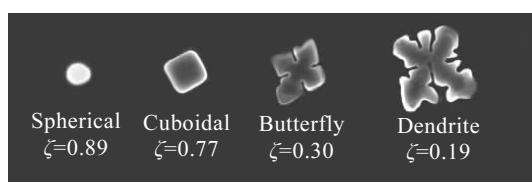


图 1  $\gamma'$  相形态和形状因子的关系

Fig.1 Relationships between morphology and shape factor of  $\gamma'$  phase

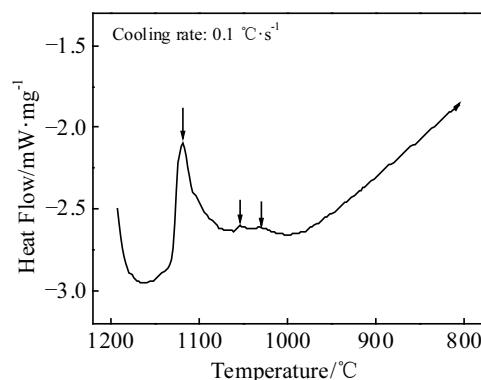


图 2 合金的示差扫描量热分析曲线

Fig.2 Differential scanning calorimeter curve of the alloy

### 2.2 不同冷速下 $\gamma'$ 相析出特征

固溶处理不同冷速下试样的显微组织如图 3 所示。在  $\gamma'$  相形态和尺寸分布上可分为两种情况。

冷速为  $4.3$  和  $1.4\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  时(图 3a, 3b),  $\gamma'$  相尺寸细小, 数密度较高, 均匀分布在  $\gamma$  基体内和晶界上, 平均尺寸为  $56\sim114\text{ nm}$ ,  $\gamma'$  相尺寸呈单模分布(图 4a, 4b)。形态规则, 形状因子大于 0.73。运用线性回归方法, 建立  $\gamma'_s$  平均尺寸  $d_{\gamma'_s}$  与冷速  $dT/dt$  的定量关系为:

$$\ln d_{\gamma'_s} = -0.46 \ln dT/dt + 0.51 \quad R^2 = 0.98 \quad (1)$$

冷速为  $0.4$  和  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  时(图 3c, 3d), 在较慢冷速下, 明显看出  $\gamma'$  相尺寸和形态均发生明显改变。 $\gamma'$  相尺寸大小不均, 平均尺寸增加, 大颗粒尺寸为  $0.25\sim0.85\text{ }\mu\text{m}$ , 而小颗粒尺寸小于  $100\text{ nm}$ ,  $\gamma'$  相体积分数大尺寸颗粒占  $85\%\sim90\%$ , 而小尺寸颗粒占  $10\%\sim15\%$ 。当冷速为  $0.4\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  时, 晶界上二次  $\gamma'$  相以大块状沿晶界生长, 晶内二次  $\gamma'$  相呈不规则形态分布在  $\gamma$  基体上, 无明显分裂形态。三次  $\gamma'$  相呈圆形分布在二次  $\gamma'$  相间通道处(称为通道效应)(图 3c 插图)。晶界处还有尺寸更细小的  $\gamma'$  相在二次或三次  $\gamma'$  相颗粒间呈区域性分布。当冷速降低至  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  时, 晶界上二次  $\gamma'$  相尺寸增加, 晶内  $\gamma'$  相出现平行片偶状(doublet)和八重小立方体状(octet of cubes)分裂形态。并首次发现晶界附近析出尺寸较大的三次  $\gamma'$  相发生形态失稳, 呈“菜花状”不稳定长出形态(unstable protrusion)(图 3d 插图)。而靠近晶界边缘更细小圆形  $\gamma'$  相沿晶界靠近三次  $\gamma'$  相周边高密度析出, 晶内二次  $\gamma'$  相颗粒间也有数密度较高的细小  $\gamma'$  相析出, 形态稳定呈圆形分布其中。

由上述实验结果可知, 固溶冷却速率明显改变合金中  $\gamma'$  相尺寸和形态。随着冷却速度减小, 连续冷却过程中  $\gamma'$  相多尺寸分布被观察到, 与曾报道过的相场模拟结果相吻合<sup>[20]</sup>。实验结果表明, 冷速大于  $1.4\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$

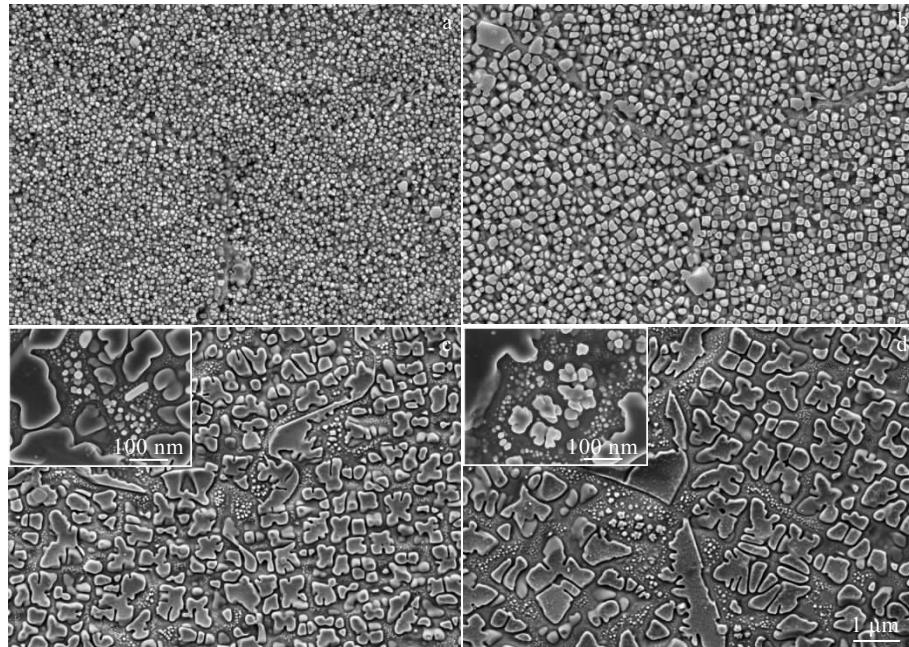


图 3 不同冷速下试样的显微组织

Fig.3 Microstructures of the samples at different cooling rates of  $4.3\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (a),  $1.4\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (b),  $0.4\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (c), and  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (d)

时,  $\gamma'$ 相尺寸分布为单模形式, 而只要冷速不大于  $1.4\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  就可以获得多峰尺寸分布的  $\gamma'$  相(图 4c, 4d)。不过在实际部件生产中具体采用怎样的慢冷速, 控制到什么程度才会析出三次或更细小的  $\gamma'$  相, 这与合金成分设计有关, 如 RR1000 合金, 当冷却速率小于  $1.7\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  时有三次  $\gamma'$  相析出<sup>[21]</sup>, 而对于 Rene88DT 合金, 冷速仅需要小于  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  就有大量三次  $\gamma'$  相析出。因此要保证高性能合金获得高的综合力学性能, 合金基体上必须形成具有多尺寸峰分布的  $\gamma'$  相的显微组织, 冷速的选择是重要的工艺技术参数。

### 2.3 连续冷却多层次析出动力学

根据 DSC 曲线试验结果, 以  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  冷却速率为例来说明连续冷却过程中,  $\gamma'$  相多层次析出行为, 示意图如图 5 所示。

当温度降低至  $\gamma'$  相溶解温度线以下时, 合金获得过冷度很小(仅约  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), 基体合金元素过饱和度低, 第一批次析出数密度较低的圆形  $\gamma'$  相(图 5a)。由于  $\gamma'$  相中 Al、Ti 溶解度比  $\gamma$  基体要高很多, 在较高温度下基体中 Al、Ti 会向  $\gamma'$  相扩散促使  $\gamma'$  相快速长大。 $\gamma'$  相很快长大呈方形(图 5b)。随着  $\gamma'$  相形态受各向异性的弹性应变能控制, 大尺寸方形  $\gamma'$  相开始出现不规则形态(图 5c)。较高的温度下合金元素具有较高扩散速率, 使  $\gamma'$  相近场区域(near field)的  $\gamma$  相成分中缺少  $\gamma'$  相形成元素 Al、Ti, 而 Cr、Co 浓度增加, 促使  $\gamma'$

相与它相邻  $\gamma$  基体之间出现  $\gamma'$  相形成元素的贫化区(depletion zone)<sup>[22]</sup>,  $\gamma'$  相长大所能利用的基体过饱和度越来越小。而  $\gamma'$  相远场区域(far field)的  $\gamma$  基体中富含 Al、Ti, 而 Cr、Co 含量相对较低, 不能很快扩散达到平衡, 导致第 1 批次  $\gamma'$  相颗粒之间远场的  $\gamma$  基体中出现狭长的过饱和区域, 发生第 2 批次  $\gamma'$  相再析出。随着温度进一步降低, 溶质原子流动性减弱, 合金元素再分配变得越来越困难, 使第 2 批次  $\gamma'$  相的数密度较高, 尺寸细小, 且较低的温度使其长大受到限制。继续降低温度会再析出第 3 批次  $\gamma'$  相, 并且低的元素扩散速率和有限的过饱和度, 限制了再析出的  $\gamma'$  相长大, 使再析出的  $\gamma'$  相数密度更大, 尺寸更细小(图 5d)。 $\gamma'$  相颗粒之间距离很小, 形成扩散场重叠(软碰撞), 阻碍  $\gamma'$  相进一步长大。对尺寸足够小的  $\gamma'$  相, 其形态受各向同性的内界面能控制, 故再析出的  $\gamma'$  相保持圆形。析出位置位于前两个批次颗粒通道间。且与第 1 批次相比, 第 2 批次  $\gamma'$  相周围 Al、Ti 的贫化区范围更小, 所以在冷速较慢条件下(图 3d)观察到的非常细小  $\gamma'$  相析出位置更接近第 2 批次  $\gamma'$  相的周边。

由上述分析可知, 第 1 批次形成的  $\gamma'$  相(低过冷度, 较高温度)和第 2、3 批次产生的  $\gamma'$  相(较高过冷度和较低温度)相比, 析出机理是不同的: 第 1 批次  $\gamma'$  相的形成遵循经典形核-长大理论; 第 2、3 批次  $\gamma'$  相的形成是通过扩散产生的, 依靠  $\gamma'/\gamma$  界面附近 Al、

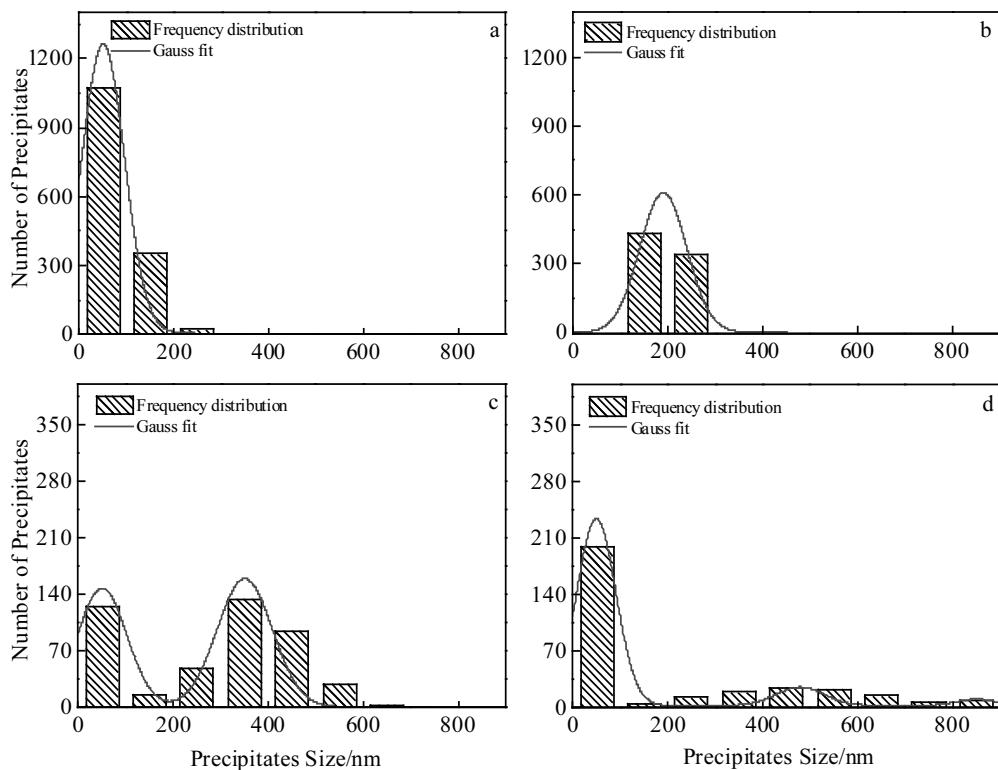
图4 不同冷速下合金 $\gamma'$ 相尺寸分布图

Fig.4  $\gamma'$  phase size distribution plots of the alloys at different cooling rates of  $4.3 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (a),  $1.4 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (b),  $0.4 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (c), and  $0.1 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (d)

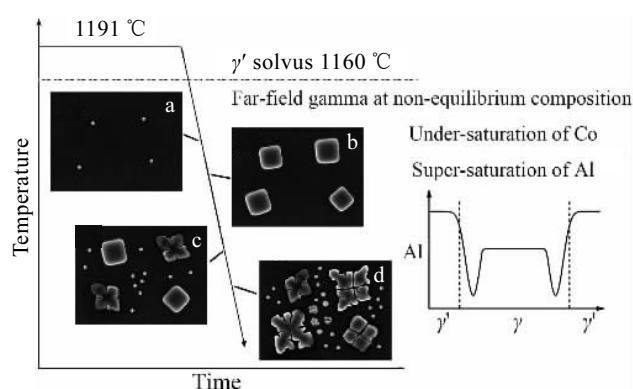
图5 连续冷却过程中 $\gamma'$ 相多批次析出与形态失稳示意图

Fig.5 Schematic illustration of  $\gamma'$  multiple generations precipitation and morphological instability during continuous cooling: (a) first nucleation burst, (b) growth of  $\gamma'$ , (c) morphology instability of  $\gamma'$  and second generation precipitation, and (d) third generation precipitation

Ti贫化区与 $\gamma$ 相平衡成分之间的浓度梯度差，表现出非自发形核-长大特征。

#### 2.4 时效处理对合金 $\gamma'$ 相析出行为的影响

为了研究合金 $\gamma'$ 相多模尺寸分布显微组织的稳定性，在对试样进行标准时效处理（温度为 $815 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ，时间为8 h）之后，继续对试样进行长期时效。不同时效时间下的显微组织如图6所示。

当时效时间为16 h时（图6a），大尺寸条状 $\gamma'$ 相沿晶界分布。晶内二次 $\gamma'$ 相呈现多种形态，未完全分裂的 $\gamma'$ 相呈蝶形；而分裂完全的 $\gamma'$ 相呈八重小立方体组态。由蝶形逐渐发展为八重小立方体形态的 $\gamma'$ 相在显微组织中占大多数。二次 $\gamma'$ 相平均尺寸为350 nm。三次 $\gamma'$ 相沿晶界和通道间呈细小圆形分布。时效时间为24 h时（图6b），二次 $\gamma'$ 相分裂形态进一步发展，使其由一个尺寸较大的 $\gamma'$ 相逐渐分裂为几个尺寸较小的 $\gamma'$ 相，导致二次 $\gamma'$ 相平均尺寸减小（300 nm），单位面积内数量增加。这种随着时效时间增加， $\gamma'$ 相尺寸减小的现象，不符合LSW粗化理论，被称为反粗化现象（reverse coarsening）。当时效时间为48 h时（图6c），八重小立方体状二次 $\gamma'$ 相分裂得更加充分， $\gamma'$ 相平均尺寸明显减小（270 nm），合金硬度得到提升。与48 h相比，时效时间达100 h时（图6d），二次 $\gamma'$ 相平均尺寸有所增大（310 nm），单位面积上 $\gamma'$ 相数量减少，

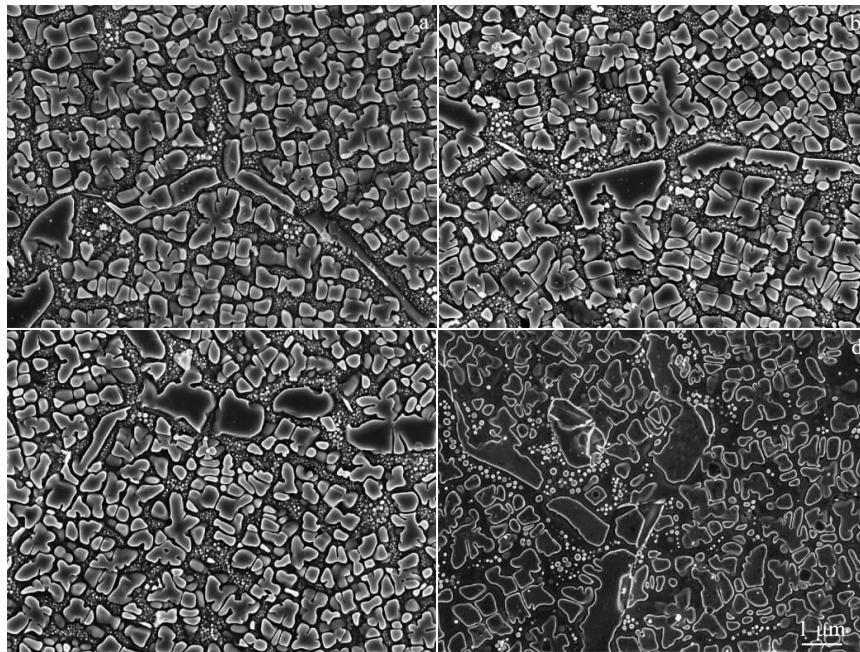


图 6 不同时效时间下合金的显微组织

Fig.6 Microstructures of the alloys after 16 h (a), 24 h (b), 48 h (c), and 100 h (d) of aging at 815 °C

形态呈现出圆润化，但粗化速率明显降低。 $\gamma'$ 相粗化导致硬度有所下降，符合 LSW 粗化变化过程。时效时间与二次  $\gamma'$ 相尺寸、形状因子和硬度的关系曲线如图 7 所示。

从上述实验结果可得出，在过固溶线温度下进行固溶处理后，时效过程中，在含有  $\gamma'$ 相多模尺寸分布的组织中观察到  $\gamma'$ 相发生反粗化现象。随时效时间延

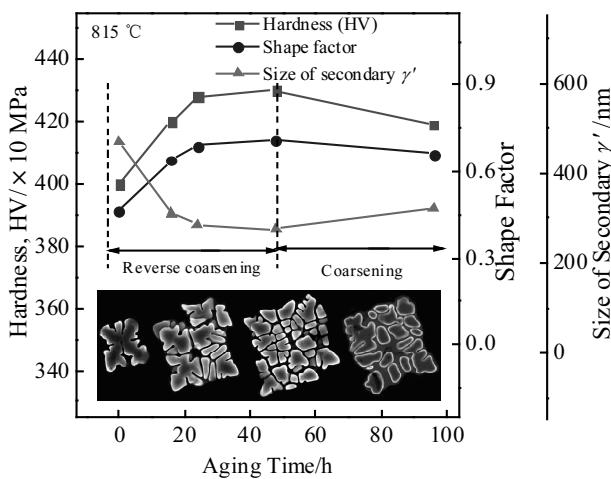
长， $\gamma'$ 相尺寸增大，并非总是单调长大，当  $\gamma'$ 相尺寸达到某一临界尺寸时，大尺寸方形  $\gamma'$ 相要发生分裂，出现一系列小尺寸方形  $\gamma'$ 相组态或平行片偶状  $\gamma'$ 相。 $\gamma'$ 相这一形态变化明显颠覆了时效过程中，小粒子  $\gamma'$ 相溶解，大粒子  $\gamma'$ 相长大，以降低系统总界面能的粗化过程。而相对应的是单独大尺寸  $\gamma'$ 相分裂成紧密排列的小尺寸八重小立方组态  $\gamma'$ 相，出现反粗化现象，不符合按 Ostwald 熟化理论粗化变化过程。

随着高温时效时间的继续延长，分裂形成的小立方形状  $\gamma'$ 相与基体错配度降低，弹性应变交互能降低，系统总能量降低。因此， $\gamma'$ 相形态更稳定，形状因子保持在 0.65 以上，继续时效过程中  $\gamma'$ 相粗化速率变得缓慢（图 7）。

合金具有反粗化效应十分重要，因为  $\gamma'$ 相在服役过程中，过快粗化往往导致合金力学性能，尤其是高温强度明显下降。有一些学者已关注到此实验现象并开展研究工作<sup>[23-25]</sup>，力图解释反粗化现象，但未曾与析出相形态失稳相联系。从本实验结果分析可以看出，反粗化现象有两种形式，均由  $\gamma'$ 相形态不稳定性造成。

(1) 稳定态形式：在时效过程中，由单独大尺寸（达到临界分裂尺寸） $\gamma'$ 相分裂呈现紧密排列八重小立方体组态，发生反粗化效应，分裂后的小尺寸立方状的  $\gamma'$ 相按 Ostwald 熟化理论粗化形成低能择优组织形态。

(2) 不稳定形式：未达到大尺寸立方体形状的  $\gamma'$ 相，

图 7 时效时间对合金硬度、二次  $\gamma'$ 相尺寸和形状因子的影响Fig.7 Effect of aging time on hardness, secondary  $\gamma'$  phase size and shape factor for the alloys

在未完成分裂的同时,发生 $\gamma'$ 相不稳定长出,形成择优取向尺寸增加的类树枝晶状形态,出现定向粗化(directional coarsening)<sup>[23]</sup>,在粗化过程中继续发生树枝晶定向生长。

由上述可知, $\gamma'$ 相发生分裂形式的形态失稳导致反粗化效应的发生。粗化过程中弹性应变能降低起主导作用,而反粗化过程中界面能单调增加,欲使合金获得低能择优形态组织(preferred shape),决定表面能与弹性应变能的竞争和协调,而两者能量综合最低值是择优组织形态处在热弹性准平衡(quasi equilibrium)低能状态重要的能量条件。所以,反粗化效应对保持和提高合金长时服役组织稳定性十分有利,对进一步研发新型高性能粉末高温合金有着重要意义。

### 3 结 论

1) 固溶处理连续冷却过程中, $\gamma'$ 相发生多批次析出,形成多模尺寸分布显微组织,该过程受过饱和度和扩散共同控制。

2) 慢速冷却是造成 $\gamma'$ 相尺寸多模分布的主导因素,建立冷速与二次 $\gamma'$ 相平均尺寸表达式。发现慢冷( $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ )条件下,尺寸较大的三次 $\gamma'$ 相发生不稳定长出形式的形态失稳现象。三次 $\gamma'$ 相遵循Ostwald粗化规律,对二次 $\gamma'$ 相析出行为影响很小。

3) 时效过程中,含有 $\gamma'$ 相多模尺寸分布的合金组织,二次 $\gamma'$ 相形态失稳而分裂形成小尺寸八重小立方体组态的 $\gamma'$ 相,出现反粗化现象,导致二次 $\gamma'$ 相粗化速率减缓,增强合金长期服役过程中组织稳定性。

### 参考文献 References

- [1] Dever J A, Nathal M V, DiCarlo J A. *Journal of Aerospace Engineering*[J], 2013, 26(2): 500
- [2] Wu H, Li J, Liu F et al. *Materials & Design*[J], 2017, 128: 176
- [3] Semiatin S L, Kim S L, Zhang F et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2015, 46(4): 1715
- [4] Singh A R P, Nag S, Hwang J Y et al. *Materials Characterization*[J], 2011, 62(9): 878
- [5] Mao J, Chang K, Yang W et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2001, 32(10): 2441
- [6] Babu S S, Miller M K, Vitek J M et al. *Acta Materialia*[J], 2001, 49(20): 4149
- [7] Viswanathan G B, Sarosi P M, Whitis D H et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 400: 489
- [8] Sarosi P M, Wang B, Simmons J P et al. *Scripta Materialia*[J], 2007, 57(8): 767
- [9] Karthikeyan S, Unocic R R, Sarosi P M et al. *Acta Materialia*[J], 2006, 54(6): 1157
- [10] Radis R, Schaffer M, Albu M et al. *Acta Materialia*[J], 2009, 57(19): 5739
- [11] Singh A R P, Nag S, Chattopadhyay S et al. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(1): 280
- [12] Goodfellow A J, Galindo-Navia E I, Christofidou K A et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2018, 49(3): 718
- [13] Hu Benfu(胡本英), Liu Guoquan(刘国权), Wu Kai(吴凯) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2012, 48(3): 257
- [14] Doi M, Miyazaki T, Wakatsuki T. *Materials Science and Engineering*[J], 1984, 67(2): 247
- [15] Khachaturyan A G, Semenovskaya S V, Morris J W. *Acta Metallurgica*[J], 1988, 36(6): 1563
- [16] Qiu Y Y. *Acta Materialia*[J], 1996, 44(12): 4969
- [17] Véron M, Bréchet Y, Louchet F. *Scripta Materialia*[J], 1996, 34(12): 1883
- [18] Exner H E. *International Metallurgical Reviews*[J], 1972, 17(1): 25
- [19] Tian G, Jia C, Wen Y et al. *Rare Metals*[J], 2008, 27(4): 410
- [20] Cha P, Yeon D, Chung S. *Scripta Materialia*[J], 2005, 52(12): 1241
- [21] Mitchell R J, Preuss M, Tin S et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 473(1): 158
- [22] Masoumi F, Shahriari D, Jahazi M et al. *Scientific Reports*[J], 2016, 6: 28 650
- [23] Miyazaki T, Imamura H, Mori H et al. *Journal of Materials Science*[J], 1981, 16(5): 1197
- [24] Ricks R A, Porter A J, Ecob R C. *Acta Metallurgica*[J], 1983, 31(1): 43
- [25] Kaufman M J, Voorhees P W, Johnson W C et al. *Metallurgical Transactions A*[J], 1989, 20(10): 2171

## Precipitation Kinetics and Coarsening Behavior of Multimodal $\gamma'$ Microstructure in High Performance Ni-Base PM Superalloy

Zhang Ming, Liu Guoquan, Wang Hao, Huang Hailiang, Hu Benfu

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

**Abstract:** Differential scanning calorimetry (DSC) and thermal simulation continuous cooling experiments were used to study the behavior and microstructure of  $\gamma'$  multi-generations precipitation during the continuous cooling process in the third generation high performance PM superalloy. The linear regression method was used to get the quantitative relationship between the average sizes of secondary  $\gamma'$  and cooling rates, and the formation kinetics and mechanism of multimodal size distribution of  $\gamma'$  precipitates on the  $\gamma$  matrix were analyzed and discussed. The results show that the alloy can obtain a multimodal size distribution of  $\gamma'$  precipitates at cooling rates less than  $1.4\text{ }^{\circ}\text{C/s}^{-1}$ . The multi-generations precipitation is closely related to the cooling rates. The slow cooling is the dominant reason for the multimodal size distribution of  $\gamma'$  precipitates. Results of long-term aging of the alloy with  $\gamma'$  multimodal size distribution show that reverse coarsening phenomenon occurs due to the unstable morphology of the large-size secondary  $\gamma'$ , i.e., the average size of  $\gamma'$  precipitates decreases with the increase of aging time. This reverse coarsening effect increases the strength of the alloy, and increases the long-term stability of the microstructure of the alloy. The conditions and reasons for the reverse coarsening of  $\gamma'$  were also discussed. This work will provide a theoretical basis for the further research and development of new high performance PM superalloys.

**Key words:** PM superalloy;  $\gamma'$  phase; multiple generations precipitation; reverse coarsening effect

---

Corresponding author: Wang Hao, Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P. R. China, Tel: 0086-10-62334314, E-mail: hwang@ustb.edu.cn