

# FGH95 粉末枝晶间合金元素偏析的研究

## A Study of Dendrite Microsegregations on PREP FGH95 Powders

陈焕铭, 胡本芙, 余泉茂, 宋 铎 (北京科技大学材料学院, 北京 100083)  
CHEN Huan-ming, HU Ben-fu, YU Quan-mao, SONG Duo  
(University of Science & Technology Beijing, Beijing 100083, China)

**摘要:** 测定两种工艺方法生产的 FGH95 粉末颗粒截面的枝晶偏析和胞晶偏析。结果表明: 粉末颗粒内部枝晶间 (或胞晶间) 富 Mo, Nb, Ti 元素而贫 Ni, Co, W 元素。随着粉末颗粒尺寸的减小, 枝晶偏析 (或胞晶偏析) 明显减小。与相同粒度级别的氩气雾化 (AA) 粉末相比, 等离子体旋转电极 (PREP) 粉末的枝晶偏析明显低于 AA 粉末的枝晶偏析。

**关键词:** FGH95 粉末; 显微组织; 枝晶偏析

**中图分类号:** TF125.212    **文献标识码:** A    **文章编号:** 1001-4381 (2002) 03-0032-04

**Abstract:** The dendrite microsegregations in PREP FGH95 powders has been studied by using SEM. The results show that there are riched with Mo, Ti, Ni elements, and poored with Ni, Co, W elements between the powders dendrite arm. It also seems that the dendrite microsegregations decrease with decreasing particle size. Compared with argon-atomized powders, the dendrite microsegregations in PREP FGH95 powders is lower.

**Key words:** FGH95 powders; microstructure; dendrite microsegregations

涡轮盘是发动机重要的部件之一, 要求材料具有优良的力学性能和理化性能, 尤其是高温下的低周循环疲劳和热疲劳性能。由于粉末冶金能生产出用传统的铸锭/锻压工艺无法生产出的高性能材料, 同时成本降低, 因此应用范围逐渐扩大。其成功的关键在于能够制造出低碳、低氧、晶粒细小、无粗大偏析的原始粉末颗粒<sup>[1,2]</sup>。本实验利用扫描电镜能谱仪分析测定 FGH95 粉末颗粒截面的枝晶偏析和胞晶偏析。

### 1 实验方法

选取大、中、小 (− 147 ~ + 110 μm、− 110 ~ + 80 μm、− 55 ~ + 43 μm) 三种尺寸的等离子旋转电极雾化 (Plasma Rotation Eletrode Process) 粉末颗粒及氩气雾化 (Argon Atomized) 粉末颗粒 (− 110 ~ + 80 μm) 作为研究对象, 化学成分见表 1。

用型号为 S-250MK3 的扫描电镜及其附带能谱仪 NH100G 进行形貌观察与偏析测定。试样制备采用化学沉积镍固定粉末的方法<sup>[3]</sup>, 其过程为: 将铜块 (13mm × 12mm) 用粗砂纸 (200<sup>#</sup>) 打磨平整后与粉末分别放入 5% 盐酸水溶液中活化, 然后用去离子水清洗干净, 再将粉末均匀涂在铜块上用玻璃片压平后放入配好的沉积液中, 最后将沉积好的粉末样品用 400<sup>#</sup> 以上的砂纸磨制成金相试样。

表 1 实验用合金粉末化学成分 (质量分数, %)

Table 1 The chemical components of powders (mass fraction/%)

材料	元素										
	C	Cr	Co	Mo	W	Nb	Al	Ti	B	Zr	Ni
AA 粉	0.06	13.08	8.62	3.48	3.48	3.35	3.46	2.51	0.011	0.04	Bal
PREP 粉	0.073	12.24	8.47	3.61	3.42	3.40	3.51	2.23	0.009	0.046	Bal

### 2 结果与讨论

**2.1 AA 粉末颗粒内部的显微组织**

图 1 为不同粒度级 AA 粉末颗粒内部的显微组织。可以看到几种不同的形态, 有一般树枝晶 (图 1a), 放射状树枝晶 (图 1b), 胞状树枝晶 (图 1c) 和胞状晶 (图 1d)。

在不同尺寸的粉末颗粒中冷凝组织形态略有不同, 在较大尺寸粉末颗粒中 (+ 110 μm) 以粗大树枝晶为主, 而中等尺寸粉末颗粒中 (− 110 ~ + 55 μm) 以细树枝晶为主, 偶尔也出现胞状晶及常见放射状树枝晶, 在这种组织中细小的胞状晶在形核中心可以被看到, 远离形核中心形成树枝晶, 枝晶间距随离核心距离的增大而增大 (图 1b), 在小尺寸粉末颗粒中 (−

55  $\mu\text{m}$ ) 则以胞状树枝晶和胞状晶为主。随着粉末颗粒

尺寸的减小, 粉末颗粒的显微组织细化, 树枝晶所占

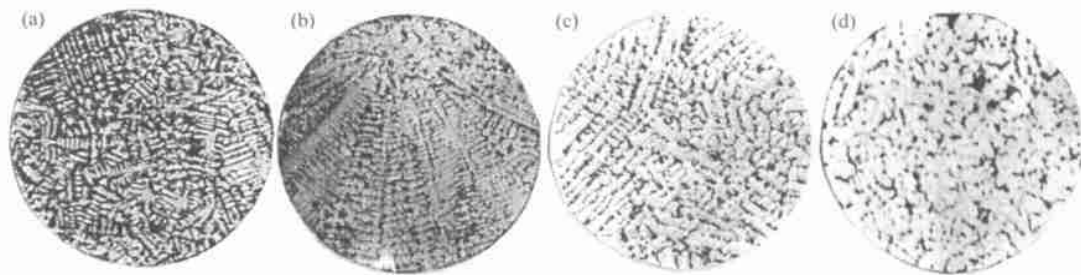


图1 氩气雾化粉末颗粒凝固组织

Fig. 1 Microstructure of argon atomized powders

(a) - 147 ~ + 110  $\mu\text{m}$ ; (b) - 80 ~ + 74  $\mu\text{m}$ ; (c) - 55 ~ + 44  $\mu\text{m}$ ; (d) - 55 ~ + 44  $\mu\text{m}$

比例减小, 胞状树枝晶及胞状晶所占比例增加。

## 2.2 FGH95 PREP 粉末颗粒内部的显微组织

与 AA 粉末颗粒存在的三种组织 (树枝晶、胞状树枝晶、胞状晶) 不同, PREP 粉末颗粒也存在三种组织, 即具有一次、二次晶轴状的, 在树枝晶间第二相明显析出的树枝晶组织 (图 2a, b); 没有二次晶轴, 但胞状晶间有连续点状析出物的胞状晶长大组织 (图 2c); 有很多个独立分散的小晶体组成的微晶凝固组织, 微晶间无明显析出物, 成多点形核特点 (图 2d)。三种组织形态并不是完全独立存在, 在不同尺寸的粉末颗粒中, 可同时存在以上三种组织, 只是所占比例有所不同。在较粗粉末颗粒中 (- 147 ~ + 110  $\mu\text{m}$ ) 以较粗大的树枝晶为主, 二次晶轴比较发达 (图 2a); 而中等尺寸粉末颗粒中 (- 110 ~ + 80  $\mu\text{m}$ ) 以细树枝晶

为主, 偶尔出现较多的胞状晶长大组织 (图 2b); 在较细粉末颗粒中 (- 74 ~ + 55  $\mu\text{m}$ ) 以胞状晶长大组织为主 (图 2c); 在细粉末颗粒中 (- 55 ~ + 43  $\mu\text{m}$ ) 则出现较多的微晶凝固组织, 基本上以微晶凝固组织为主 (图 2d), 这些粉末颗粒中包含一些小的枝晶区, 树枝晶与胞状晶有很多不同取向, 这说明粉末凝固时有足够多的形核率, 从而限制了其枝晶的生长。与 AA 粉末颗粒的显微组织相比, PREP 粉末颗粒中树枝晶与胞状晶的晶轴取向增多, 并且出现较多的微晶凝固组织, 很少出现粗大的放射状树枝晶和胞状树枝晶组织。随着粉末颗粒尺寸的减小, PREP 粉末颗粒组织由树枝晶为主逐渐转变为以胞状晶长大组织、微晶凝固组织为主。显微组织细化, 表明 PREP 粉末颗粒内部组织具有细密的特点。

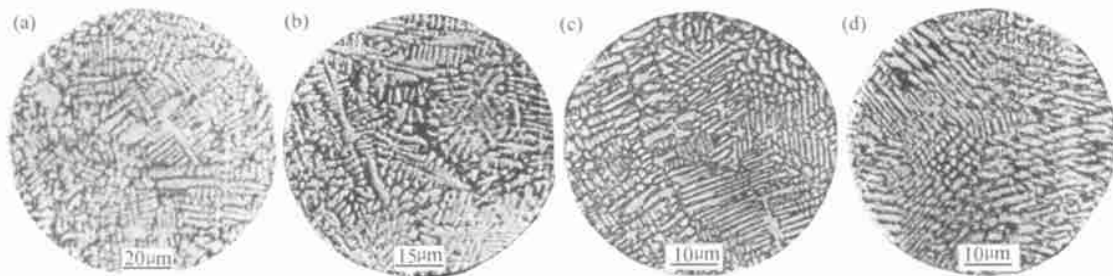


图2 等离子旋转电极雾化粉末颗粒凝固组织

Fig. 2 Microstructure of PREP powders

(a) - 147 ~ + 110  $\mu\text{m}$ ; (b) - 110 ~ + 80  $\mu\text{m}$ ; (c) - 74 ~ + 55  $\mu\text{m}$ ; (d) - 55 ~ + 43  $\mu\text{m}$

## 2.3 枝晶间合金元素偏析的测定

对于大尺寸 (- 147 ~ + 110  $\mu\text{m}$ ) PREP 粉末颗粒枝晶偏析的实际测量点如图 3 所示。在样品上测量三点, 即枝晶轴、枝晶间、枝晶轴。为了比较还测量了

枝晶间无析出相位置的元素浓度, 如图中箭头所示。枝晶间元素浓度变化的测量结果见图 4、图 5。

从测量结果可以看出, PREP 粉末颗粒与 AA 粉末颗粒中均存在明显的树枝状偏析。在所有的粉末颗

粒中, Ni, Co, W 元素在枝晶间的含量均低于枝晶轴上的含量, 而 Mo, Nb, Ti 元素在枝晶间的含量均高于枝晶轴上的含量, Cr, Al 元素在枝晶轴与枝晶间的含量相差不大 (见图 4), 从图 4 可以看出, 在 PREP

粉末颗粒中, 随着粉末尺寸的减小, 偏析程度也随之减小, 这与粉末颗粒的凝固过程有关。合金在凝固过程中的溶质再分配是产生偏析的根本原因, 枝晶偏析的性质是由元素的平衡分配系数  $K_0$  的性质所决定<sup>[4]</sup>。在粉末快速凝固过程中, Mo, Nb, Ti 的  $K_0$  小于 1, 而 Ni, Co, W 的  $K_0$  则大于 1, 因此, Mo, Ni, Ti 富集于枝晶间, Ni, Co, W 富集于枝晶轴。

图 5 所示为相同粒度级 (- 110 ~ + 80 m) PREP 粉末颗粒与 AA 粉末颗粒枝晶间合金元素浓度变化的对比, 该粒度级的 AA 粉末颗粒的枝晶偏析大于 PREP 粉末颗粒的枝晶偏析, 这可能是因为该粒度级的 PREP 粉末颗粒的冷却速率大于 AA 粉末颗粒的冷却速率造成的, 因而枝晶被细化, 枝晶臂间距减小, 元素偏析程度降低。

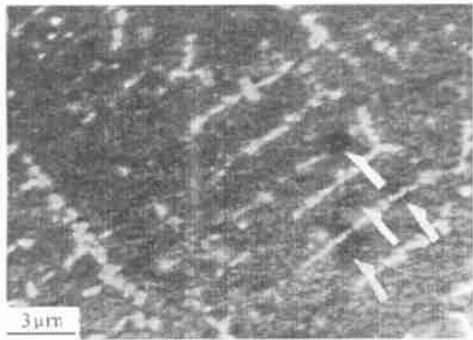


图 3 枝晶偏析测量点 (- 147 ~ + 110 m)  
Fig. 3 Measurement points of dendrite microsegregation

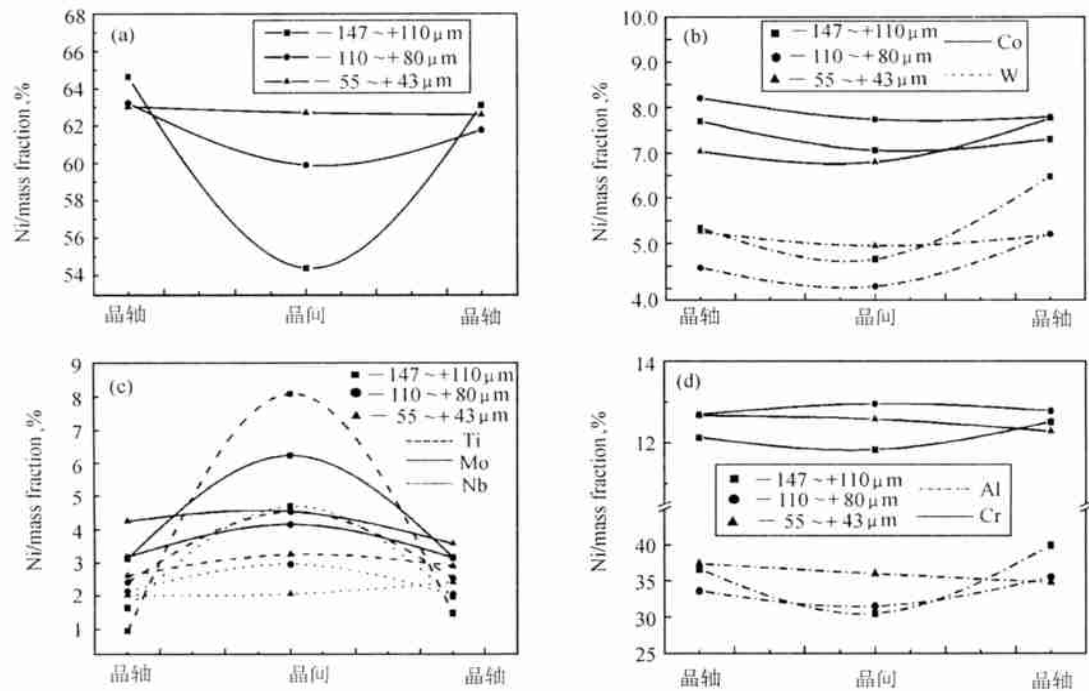


图 4 PREP 粉末颗粒枝晶间合金元素的浓度变化  
Fig. 4 The variation of solute concentration in PREP powders

表 2 PREP 粉末颗粒枝晶间有析出相与无析出相偏析比

Table 2 The microsegregation ratios of solute in PREP powders

元素	Nb	Ti	Mo	W	Co	Cr	Ni	Al
SR	2.45	1.33	1.32	1.04	1.00	0.93	0.89	0.83

表 2 为根据点分析数据求出 PREP 粉末颗粒 (- 147 ~ + 110 m) 枝晶间有析出相与无析出相各元素的偏析比 (SR= 有析出相该元素含量的值与无析出相该元素含量的值之比)。粉末颗粒析出相的形态与分布如图 6 所示, 主要分布在树枝晶间或长大的胞状晶间, 大多呈不连续的颗粒状。从表中可以看出, 元素 Mo, Nb, Ti 的偏析比大于 1, 属正偏析元素, 它们富

集于枝晶间, 其中 Nb 的偏析最严重, 其偏析比最大为 2.45 左右。元素 Ni, Cr, Al 的偏析比小于 1, 属负偏

析元素, 它们富集于析出相内, 其中 Al 的偏析较严重。

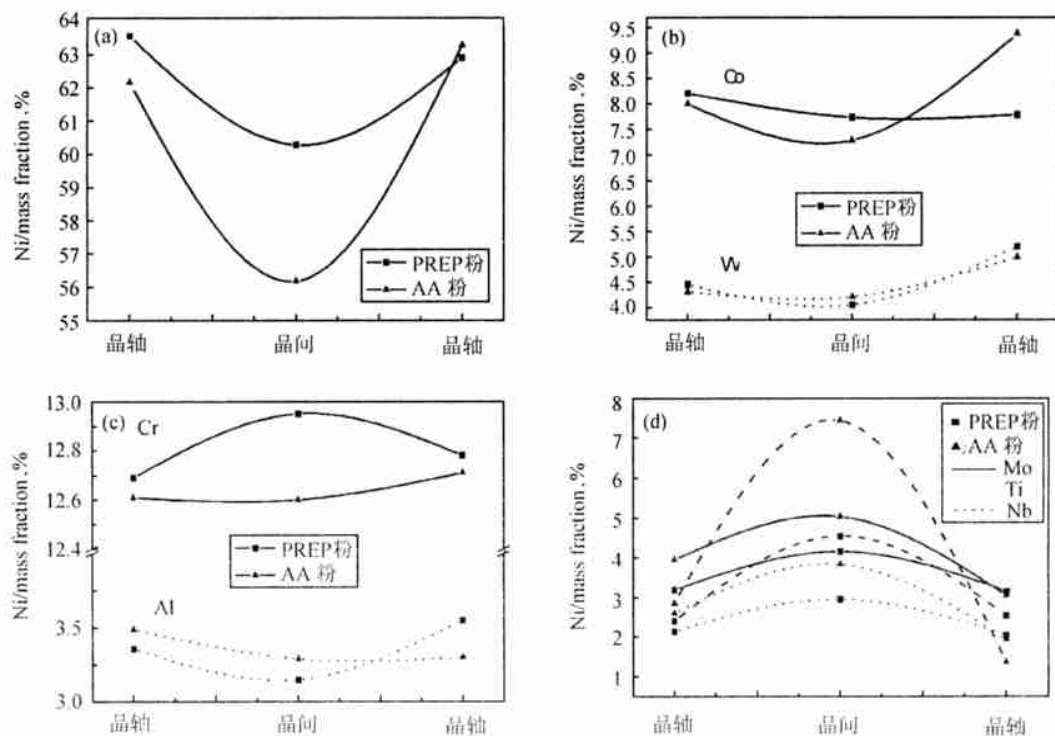


图5 PREP 粉末与 AA 粉末颗粒枝晶间合金元素浓度变化对比

Fig. 5 The comparison of solute concentration variety in PREP powders and AA powders



图6 PREP 粉末颗粒析出相形态与分  
(- 147 ~ + 110 m)

Fig. 6 The morphology of segregation in PREP powder

### 3 结论

(1) PREP 粉末颗粒内部枝晶间 (或胞晶间) 富 Mo, Nb, Ti 元素而贫 Ni, Co, W 元素。随着粉末颗粒尺寸的减小, 枝晶偏析 (或胞晶偏析) 明显减小。

(2) 与相同粒度级别的氩气雾化 (AA) 粉末相比, 等离子体旋转电极 (PREP) 粉末的枝晶偏析明显

低于 AA 粉末的枝晶偏析。

(3) PREP 粉末颗粒 (- 147 ~ + 110 m) 中, 元素 Mo, Nb, Ti 属正偏析元素, 其中 Nb 的偏析最严重, 其偏析比最大为 2.45 左右, 而元素 Ni, Cr, Al 属负偏析元素, 其中 Al 的偏析较严重。

### 参考文献

- [1] 俞克兰, 周光垓. 盘件用粉末高温合金的发展与应用 [C]. FGH95 粉末高温合金论文集, 北京: 北京航空材料研究所, 1990, 1.
- [2] 张智慧, 张国庆, 李周, 等. 高温合金雾化沉积过程中熔滴颗粒特性的研究 [J]. 金属学报, 1999, 35 (S2): S348.
- [3] 宋铎. 旋转电极法 FGH95 粉末性质的研究 [D]. 北京: 北京科技大学, 1995.
- [4] 刘忠元, 李建国, 傅恒志. 凝固速率对定向凝固合金 DZ22 枝晶间距和枝晶偏析的影响 [J]. 金属学报, 1995, 31 (7): A331.

收稿日期: 2001-10-15; 修订日期: 2002-01-21

作者简介: 陈焕铭 (1969-), 男, 讲师, 博士生, 从事粉末高温合金方面的研究, 联系地址: 北京科技大学材料学院 (100083)。