

# 挤压变形和热处理工艺对 FGH95 合金 $\gamma'$ 相析出的影响

Effect of Hot Extrusion and Heat Treatment on the  $\gamma'$  Phase Precipitation in FGH95 Alloy

尹法章, 胡本芙, 金开生, 贾成厂

(北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

YIN Fa-zhang, HU Ben-fu, JIN Kai-sheng, JIA Cheng-chang

(School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

**摘要:**  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{AlTi})$ ) 相强化的镍基粉末高温合金(FGH95)采用热挤压工艺可以明显改善合金晶粒大小、 $\gamma'$  相尺寸、分布以及碎化夹杂物,是一种优良的热加工变形的成型工艺。本工作研究 FGH95 合金经热等静压+ 热挤压+ 热处理工艺处理后强化相  $\gamma'$  的析出行为,以及对合金力学性能的影响。实验结果表明:热等静压温度升高,中等尺寸  $\gamma'$  相平均尺寸增大。热挤压后,热等静压态中的  $\gamma'$  相尺寸发生长大,改变大、中、小  $\gamma'$  相的数量比例。固溶热处理后冷却速度明显影响  $\gamma'$  相尺寸变化,盐浴冷却增加中等尺寸  $\gamma'$  相数量,明显改善合金高温塑性。

**关键词:** 镍基粉末高温合金; 热挤压变形;  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{AlTi})$ ) 相

中图分类号: TQ343 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2005)10-0052-04

**Abstract:** Deformed by hot extrusion, the grain size, the size and distribution of  $\gamma'$  phase of the  $\gamma'$  phase strengthened nickel-base powder superalloy (FGH95) can changed obviously. The means of deformation also can break the impurities, it is a quality hot deformation processing. The precipitation of  $\gamma'$  phase after HIPed + hot extrusion + heat treatment processing as well as the effects to tensile properties was discussed. The results indicated that, with the HIPed temperature increasing, the average size of middle  $\gamma'$  phase increased. After hot extrusion, the size of  $\gamma'$  phase after HIPed is grown, and the number rate among big, middle and litter  $\gamma'$  phase was changed. The size of  $\gamma'$  phase was affected by the cooling rate after solid-solution hot treatment obviously, and salt cooling can increase the number of middle  $\gamma'$  phase, and also can improve the high temperature tensile properties of the superalloy.

**Key words:** nickel-base powder superalloy; hot extrusion deformation;  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{AlTi})$ ) phase

FGH95 合金是一种高合金化的  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{AlTi})$ ) 相沉淀强化型镍基高温合金,  $\gamma'$  相体积分数达 50% ~ 55%,  $\gamma'$  相形成元素质量分数为 12.8%。FGH95 合金是制造高推重比、高效率发动机压气机盘、涡轮盘以及其他高温部件的优良材料<sup>[1-3]</sup>。

20 世纪 70 年代中期,美国 G. E 公司相继采用 HIP、HIP+ 热模锻、HIP+ 等温锻、HIP+ 挤压+ 等温锻等制造粉末涡轮盘等高温部件。热挤压工艺综合了热压缩和热加工变形特点,是一种较好的变形工艺,挤压强度、挤压比等参数对合金晶粒尺寸、相尺寸分布以及碎化夹杂物都有明显影响<sup>[4]</sup>。本工作研究 FGH95 合金经热等静压(HIP)+ 热挤压(EX)+ 热处

理(HT)工艺合金强化相  $\gamma'$  相的变化以及对力学性能的影响。

## 1 实验程序及方法

用-60 目的氩气雾化 FGH95 粉末(成分如文献[5]),装套、真空脱气、封焊处理之后在 105MPa 下,然后分别在 1120℃和 1190℃等静压 3h,压坯尺寸为  $\phi 80\text{mm} \times 90\text{mm}$ 。

热等静压的锭子去掉包套后重新包套,包套尺寸为  $\phi 100\text{mm} \times 90\text{mm}$ ,壁厚 6mm,包套与锭子之间涂上润滑剂,在 1120℃加热 2h,随后挤压成材,挤压比为 6.5:1。

然后,对上述挤压后的材料进行如下两种热处理工艺处理: HT 1: 1130℃/1h/油淬+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷; HT2: 1140℃/1h/盐淬+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷。采用不同处理制度后的试样对应的编号如下:

- 2HE, 1120℃HIP(热等静压)+ 1120℃挤压;
- 9HE, 1190℃HIP(热等静压)+ 1120℃挤压;
- HT1, 1130℃/1h/油淬+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷;
- HT2, 1140℃/1h/盐淬(538℃)+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷;
- 2HT1, 1120℃HIP(热等静压)+ 1120℃挤压+ 1130℃/1h/油淬+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷;
- 2HT2, 1120℃HIP(热等静压)+ 1120℃挤压+ 1140℃/1h/盐淬(538℃)+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷;
- 9HT1, 1190℃HIP(热等静压)+ 1120℃挤压+ 1130℃/1h/油淬+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷。

采用 IBAS2000 图像分析仪对  $\gamma'$  相进行了定量分析,由于图像分析仪要求样品衬度很高,故  $\gamma'$  的定量均采用照片,大、中  $\gamma'$  相采用 SEM 照片,小  $\gamma'$  相采用 TEM 中心暗场照片。本研究称尺寸在 1.0 $\mu\text{m}$  以上的  $\gamma'$  相为大  $\gamma'$  相,尺寸在 0.1~1.0 $\mu\text{m}$  之间的  $\gamma'$  相为中  $\gamma'$  相,尺寸在 0.1 $\mu\text{m}$  以下的  $\gamma'$  相为小  $\gamma'$  相。

2 实验结果

2.1 直接热等静压工艺后合金中  $\gamma'$  相

采用记点法,用 50mm×50mm 方格子测定至少 50 个视场,统计  $\gamma'$  相尺寸和面积分数(%),作出  $\gamma'$  相频度分布曲线。图 1 分别给出 1120,1190℃热等静压后合金中  $\gamma'$  相频度分布曲线,对比可以看出: 1190℃

热等静压较 1120℃热等静压  $\gamma'$  尺寸大些,而且有更多的中等尺寸  $\gamma'$  相约 76.45%(1120℃,75%),而两者的大尺寸  $\gamma'$  相分布相近。

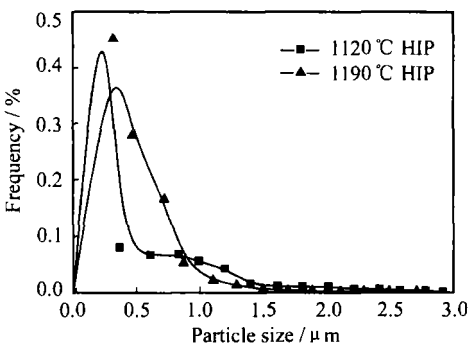


图 1 1120℃和 1190℃热等静压后相频度分布曲线  
Fig 1 Distribution of  $\gamma'$  phase after HIPed at 1200, 1900℃ respectively

2.2 热等静压+ 热挤压工艺后合金中  $\gamma'$  相

图 2,3 是直接热等静压和热等静压+ 挤压工艺后  $\gamma'$  相频度和负累积分布曲线。从图中可知,挤压态与热等静压相比,无论大、中  $\gamma'$  相平均尺寸以及大  $\gamma'$  相数量所占分数均是热挤压态大,所以在频度分布曲线上表现为较大  $\gamma'$  相所占的分数较大,在负累积分布曲线上热等静压曲线在挤压态曲线上方,表示热等静压  $\gamma'$  相尺寸总体较小,对比图 2 和图 3 可清楚表明,热等静压温度升高在同样热挤压工艺下  $\gamma'$  相尺寸分布和负累积分布曲线所展示的规律并没有发生明显变化,即经热挤压工艺后热等静压态中的  $\gamma'$  相尺寸发生长大,大、中尺寸  $\gamma'$  相所占分数发生变化,大  $\gamma'$  相所占分数升高,中尺寸  $\gamma'$  相所占分数减少。

2.3 热处理工艺后  $\gamma'$  相

对不同热等静压温度的热挤压工艺的合金进行热处理工艺处理(HT 1: 1130℃/1h/油淬+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷; HT2: 1140℃/1h/盐淬(538℃)+ 870℃/1h/空冷+ 650℃/24h/空冷)。

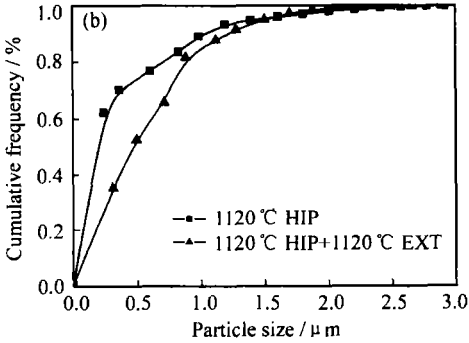
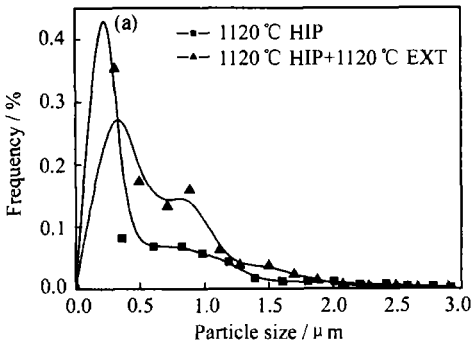


图 2 1120℃热等静压和 1120℃热等静压+ 挤压工艺后  $\gamma'$  相频度(a)和负累积分布(b)曲线  
Fig 2 Distribution of  $\gamma'$  phase frequency (a) and cumulative frequency (b) after HIPed and HIPed plus hot extrusion respectively at 1120℃

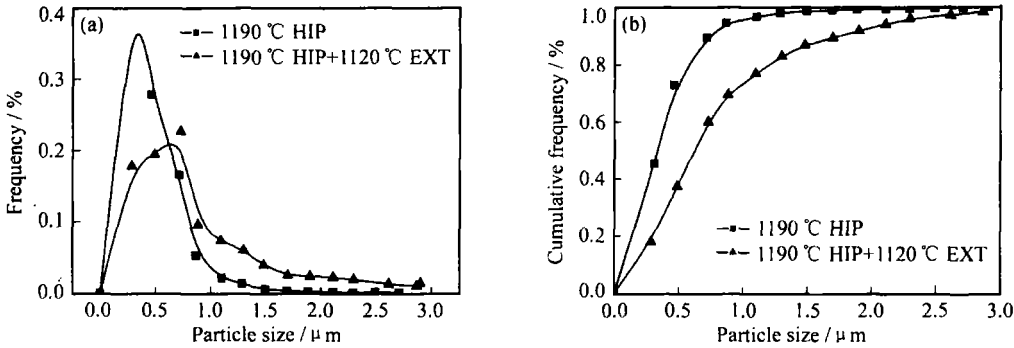


图3 1190℃热等静压和1190℃热等静压+挤压工艺后 $\gamma'$ 相频度(a)和负累积分布(b)曲线

Fig 3 Distribution of  $\gamma'$  phase frequency (a) and cumulative frequency (b) after HIPed and HIPed plus hot extrusion respectively at 1190 °C

图4给出TEM中心暗场像不同工艺处理后小 $\gamma'$ 相形貌,并通过暗场像统计不同热处理工艺小尺寸 $\gamma'$ 相数量,并把大、中、小 $\gamma'$ 相数量与 $\gamma$ 相数量对比,其结果如图5所示。由图5a,b可知:油冷(HT1)与盐浴冷(HT2)相比,盐浴冷后时效析出的小 $\gamma'$ 相数量少。1120℃HIPed合金热处理后 $\gamma'$ 相所占总量的面积分数为54.73%,其中小 $\gamma'$ 相占46.7%,而大 $\gamma'$ 相仅占2.33%。1190℃HIPed合金热处理后 $\gamma'$ 相所占

总量的面积分数为48%,其中小 $\gamma'$ 相占41.3%,而大 $\gamma'$ 相占4.76%,显然热等静压温度升高,使热处理后大 $\gamma'$ 相所占分数增多,而中、小 $\gamma'$ 相略有减少。固溶热处理冷却介质采用盐浴时(图5c)(HT2),发现 $\gamma'$ 相总量明显增加至56.44%,特别是中等尺寸 $\gamma'$ 相增加至17.14%,盐浴淬火明显增加中等尺寸 $\gamma'$ 相的数量。上述结果表明不同热处理工艺,无论油冷或盐浴冷,其相总量变化不明显,而不同尺寸相分布却有很多差异。

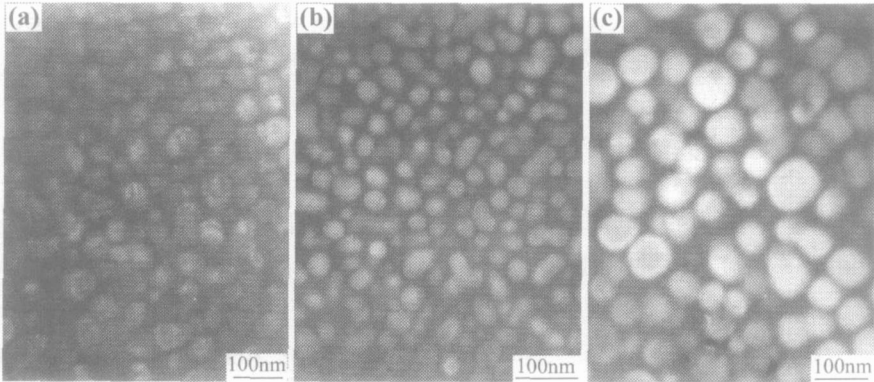


图4 不同热处理工艺后小 $\gamma'$ 相TEM中心暗场像 (a)2HET1; (b)2HET2; (c)9HET1

Fig 4 TEM micrograph of small  $\gamma'$  phase after different heat treatment processing (a)2HET1; (b)2HET2; (c)9HET1

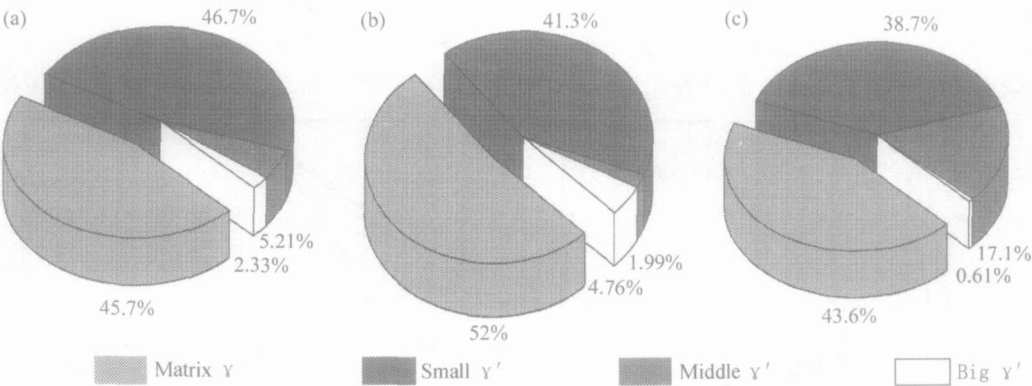


图5 不同热处理制度下 $\gamma$ 相和不同尺寸 $\gamma'$ 相的分布 (a)2HET1; (b)9HET1; (c)2HET2

Fig 5 Distribution of  $\gamma$  and  $\gamma'$  phase under different heat treatments (a)2HET1; (b)9HET1; (c)2HET2

2.4 挤压变形后合金的力学性能

对经挤压变形后合金室温拉伸性能、高温持久和

低周疲劳性能进行测试。从性能指标看出<sup>[6]</sup>,经挤压变形后合金室温强度和塑性指标均较高,达到美国

G. E 公司技术规范的要求。无论油冷或盐浴冷, 合金强度和塑性以及低周疲劳性能均达到较高的值, 但是在高温拉伸(650℃)时(见图6), 油冷合金塑性却明显降低, 从断口观察表明瞬断区韧窝较少, 解理面所占的比例明显增大。

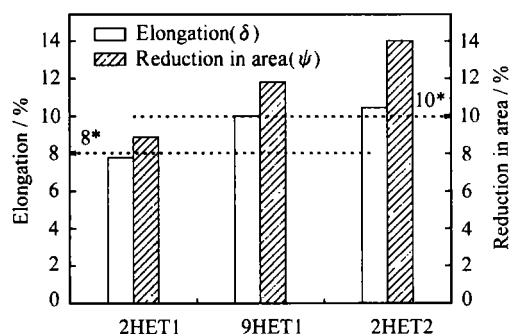


图6 不同热处理制度高温(650℃)塑性比较

Fig. 6 Comparison of tensile properties at 650℃ under different heat treatments

### 3 讨论

#### 3.1 热等静压温度对 $\gamma'$ 相析出的影响

热等静压温度可明显改变中等尺寸  $\gamma'$  相分布而对大尺寸  $\gamma'$  相的分布影响不大。HIP 温度高, 频度曲线峰值右移, 中等尺寸  $\gamma'$  相所占分数也增加。这是因为中等  $\gamma'$  相都是在冷却过程中析出的, 1190℃HIP 时,  $\gamma'$  相完全溶解, 增大了基体中  $\gamma'$  相元素的过饱和度和, 在冷却时, 中等  $\gamma'$  相析出的数目较过饱和度小的 1120℃HIP 中等  $\gamma'$  相的数目要多, 尺寸也略大一些, 从而使 1190℃HIP 中大、中  $\gamma'$  相平均尺寸比 1120℃HIP 中大、中  $\gamma'$  相平均尺寸大。

#### 3.2 挤压变形后的 $\gamma'$ 相

从实验结果得知(图2, 3), 与 HIP 相比, 无论是经 1120℃或 1190℃HIP 的热挤压变形后中等尺寸  $\gamma'$  相的大小以及所占面积分数均比热等静压态的来得大, 即经热挤压工艺后, HIP 态中的  $\gamma'$  相尺寸发生长大, 大、中尺寸  $\gamma'$  相占面积分数发生变化, 这是因为热挤压变形一方面使基体中形变储存应变能加速合金元素扩散, 促进  $\gamma'$  相尺寸增大, 另一方面基体发生再结晶的同时  $\gamma'$  相会发生粗化, 大  $\gamma'$  相占的面积分数升高, 中等尺寸  $\gamma'$  相减少。

#### 3.3 热挤压变形+ 热处理后的 $\gamma'$ 相

热处理后的  $\gamma'$  相的数量、尺寸和分布不能不考虑小尺寸  $\gamma'$  相( $< 0.1\mu\text{m}$ )的行为。而且固溶处理后的冷却速度会明显影响冷却  $\gamma'$  相的行为, 特别是后续时效处理对小  $\gamma'$  相影响, 直接影响合金的力学性能。

从图5得知, 固溶处理冷却介质用盐浴冷却时发

现  $\gamma'$  相总量增大至 56.44%, 特别是中等尺寸  $\gamma'$  相增加至 17.14%(油冷为 5.21%), 这是因为盐浴冷却比油冷速度慢, 盐浴冷却时有部分  $\gamma'$  相析出在时效时发生长大而成为中等尺寸  $\gamma'$  相, 而且由于部分  $\gamma'$  相冷却时析出, 减少了合金过饱和度, 所以时效时析出细小  $\gamma'$  相数量也少, 相比之下, 盐浴冷却中等尺寸  $\gamma'$  相数量增多。因此, 盐浴冷却最大特征是增加中等尺寸  $\gamma'$  相数量, 改变合金中大、中、小尺寸  $\gamma'$  相的比例。这是采用盐浴冷却工艺合金力学性能优良的主要原因。

#### 3.4 热处理工艺后合金的力学性能

从性能结果可以看出, HT1 工艺和 HT2 工艺在室温和高温拉伸性能上都达到了 G. E 公司的技术规范的要求, 同时从图6可以看出, 两种不同热处理工艺其高温塑性相差明显, 这说明 HT2 热处理制度在保持合金很高的高温强度的同时, 能显著提高高温塑性。同时, 也可以看出在相同热处理下(如 HT1), 热等静压温度也对高温塑性有一定的影响, 温度升高, 其高温塑性增强。

### 4 结论

- (1) 热等静压温度升高可使中等尺寸  $\gamma'$  相平均尺寸增大。
- (2) 热挤压变形后, 热等静压态中的  $\gamma'$  相尺寸发生长大, 大、中尺寸  $\gamma'$  相占的面积分数发生变化。
- (3) 固溶热处理后的冷却速度明显影响大、中、小尺寸  $\gamma'$  相数量比例, 盐浴冷却明显增加中等尺寸  $\gamma'$  相数量, 能显著改善合金高温塑性。

#### 参考文献

- [1] 国为民, 吴剑涛, 张凤戈, 等. FGH95 粉末高温合金非金属夹杂物的研究[J]. 材料工程, 2002, (增刊): 54-57.
- [2] 张义文. 俄罗斯粉末冶金高温合金[J]. 钢铁研究学报, 1998, 10(3): 74-76.
- [3] 张莹, 李世魁, 陈生大. 用等离子旋转电极法制取镍基高温合金粉末[J]. 粉末冶金工业, 1998, 8(6): 17-22.
- [4] 国为民, 冯涤, 吴剑涛, 等. 镍基粉末高温合金冶金工艺的研究与发展[J]. 材料工程, 2002, (3): 44-48.
- [5] 陈焕铭, 胡本英, 李慧英, 等. 等离子旋转电极雾化 FGH95 高温合金粉末颗粒凝固组织特征[J]. 金属学报, 2002, 39(1): 30-34.
- [6] 尹法章, 胡本英, 金开生, 等. 热处理工艺对热挤压变形粉末高温合金(FGH95)组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2004, (3): 44-47.

基金项目: 国家“九五”攻关项目(95-YJ-20)

收稿日期: 2004-10-08; 修订日期: 2005-03-18

作者简介: 尹法章(1981-), 男, 硕士研究生, 从事粉末冶金及高温合金方面的研究, 联系地址: 北京科技大学材料科学与工程学院(100083)。