

固溶冷却介质对 FGH96 合金 γ' 相和性能的影响

Effect of Cooling Medium on γ' Precipitates and Properties in FGH 96 Alloy

田高峰¹, 贾成厂¹, 刘建涛², 胡本芙¹

(1 北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083;

2 钢铁研究总院 高温材料研究所, 北京 100081)

TIAN Gao-feng¹, JIA Cheng-chang¹, LIU Jian-tao², HU Ben-fu¹

(1 School of Materials Science and Engineering, University of Science

and Technology Beijing, Beijing 100083, China; 2 High Temperature Materials

Research Institute, Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

摘要: 采用光学显微镜(OM)和场发射扫描电镜(FESEM)对 FGH 96 合金在不同冷却介质下 γ' 相的析出行为进行了实验研究。结果显示:时效前后, γ' 形态均为球形, 水冷得到的 γ' 相尺寸最小。硬度测试结果表明: 水冷得到的合金硬度值最大, 油冷次之, 盐浴冷最小; 时效后, 硬度仍然保持冷却后相应的顺序。

关键词: 冷却介质; FGH96 合金; γ' 相; 硬度

中图分类号: TG 146. 1⁺ 5; TF125 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2006)12-0024-04

Abstract: The experiment that effect of cooling mediums on γ' precipitates and properties in FGH96 alloy was carried out by using optical microscope (OM) and field emission scanning electron microscope(FESEM). The results showed that the γ' precipitates formed were spherical in shape as-cooled or aged, the size of γ' precipitates was the smallest using water cooling. The results of hardness test indicated that the highest hardness value of alloys was gained using water cooling, followed by oil cooling, and the lowest using salt bath cooling; the hardness value of aged specimen was maintained the same order to that as-quenched specimen.

Key words: cooling medium; FGH96 alloy; γ' precipitates; hardness

粉末高温合金是 20 世纪 60 年代诞生的高温合金, 在高温下能表现出优异的性能, 这主要归功于共格的 γ' 相在 γ 基体上析出, 产生沉淀强化效果^[1-3]。由于 γ' 相的形核与长大强烈依靠淬火过程中的冷却速度, 而 γ' 相的大小与分布又是决定合金性能的重要因素, 因此, 选择合适的冷却介质就显得尤其关键。固溶冷却速度快, 合金的过饱和度大, 时效析出的 γ' 相密度大, 尺寸细小, 因而可使屈服强度增高, 并能改善低周疲劳寿命和蠕变强度; 但冷却速度过快, 则容易引起淬裂, 过慢的冷却速度, 合金的过饱和度减少, 并形成粗大的 γ' 相, 不过有利于锯齿状晶界的形成, 阻碍裂纹沿晶界扩展^[4]。固溶后的冷却介质对 γ' 相形态大小的影响, 取决于冷却介质的冷却能力。FGH96 是国

内开发的使用温度为 750℃的第二代损伤容限型镍基粉末高温合金。本工作选择了三种不同的冷却介质, 研究和对比冷却介质对 γ' 相析出的影响, 为优化热处理工艺参数提供实验依据。

1 实验方法

表 1 是实验用 FGH96 合金中主要元素的化学成分。母合金采用真空熔炼, 等离子旋转电极(PREP)法制得尺寸为 50~ 100 μ m 粉末, 粉末通过真空脱气后装入包套、封焊、热等静压(HIP)成型, 然后进行等温锻造。试样的热处理制度分两组: 第一组是在 1150℃固溶处理 60min, 然后进行水冷(WQ)、油冷(OQ)和

表 1 FGH96 合金的化学成分

Table 1 Chemical components of FGH96 alloy

Element	Cr	Co	W	Mo	Nb	Al	Ti	C	B	Zr	Ni
Mass fraction/ %	15. 78	13. 04	4. 14	4. 33	0. 82	2. 26	3. 88	0. 03	0. 01	0. 032	Bal

560℃盐浴(2min)+空冷(SQ),冷却速度依次递减;第二组是在第一组的基础上再在760℃时效8h。采用光学显微镜(OM)和场发射扫描电镜(FESEM)观察显微组织,试样处理的浸蚀剂和规范见表2。显微硬度

表 2 试样处理的浸蚀剂和规范
Table 2 Etchant solution and parameters for sample preparation

Etchant solution			Criterion	
			Voltage/ V	Time/ s
FESEM	Chemical etching	10g CuSO ₄ + 50mL HCL+ 50mL H ₂ O		20~ 30
	Electrolytic polishing	80% CH ₃ OH + 20% HCL	25~ 30	15
	Electrolytic etching	85mL H ₃ PO ₄ + 8g CrO ₃ + 5mL H ₂ SO ₄	3~ 5	3~ 5
OM				

在 LEICA VMHT30M 型显微硬度实验仪上进行,施加载荷 5kg,每个试样测量 4 次,取平均值。

晶组织,晶粒取向差维持大角度晶界($> 15^{\circ}$)。平均晶粒尺寸约为 32~ 38 μm (相当于 6 级晶粒度)。

2 结果与分析

在采用等温包套模锻后的 FGH96 合金实验盘上取样。图 1 为 FGH96 合金对应盘心部位的晶粒组织。由图 1 可见,合金发生了明显的动态再结晶,导致了晶粒细化。晶粒尺寸约为 10~ 15 μm (相当于 9~ 10 级晶粒度)。

图 2 是在 1150℃固溶处理 60min 后,分别以 WQ、OQ 和 SQ 冷却后的光学显微组织。从图 2 可以看到,试样在经过三种冷却介质冷却处理后,均为单相奥氏体 γ 相晶粒组织,并在晶粒内出现了一定量的李

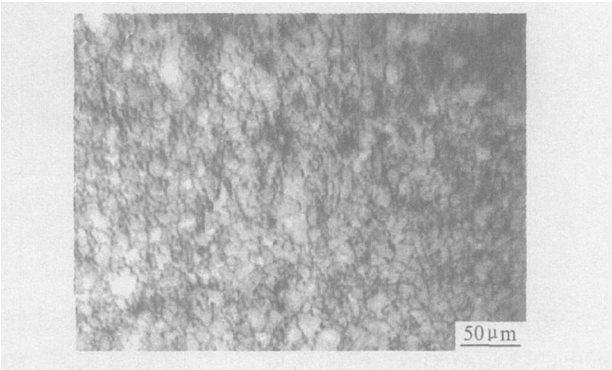


图 1 FGH96 合金等温锻造后盘心部位晶粒组织
Fig. 1 Microstructure of disk bore in FGH96 alloy after isothermal forging

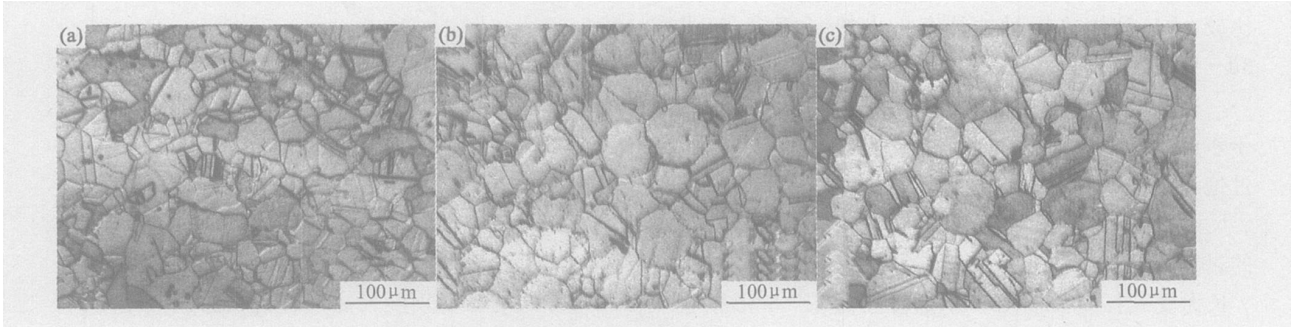


图 2 FGH96 合金在不同冷却介质下淬火的显微结构 (a) WQ; (b) OQ; (c) SQ
Fig. 2 Microstructure of FGH96 alloy after quenching using three different cooling mediums (a) WQ; (b) OQ; (c) SQ

2.1 γ' 相析出形貌

图 3 是利用 FESEM 摄取的三种不同冷却介质冷却后以及时效后 FGH96 合金中的 γ' 相形貌。从图 3 可以看到,无论时效与否, γ' 相形状几乎都是球形。三种冷却介质的速度相对空冷、炉冷来说是比较快的,由于冷却较快,析出的 γ' 相尺寸小, γ' 相同 γ 基体之间的点阵错配度较小,弹性应变能小,故析出形态主要受表面能影响而成为球形;时效后,补充析出的 γ' 相仍

以球形为主。时效前析出的 γ' 相在经过时效后形状并未出现明显改变,基本还是维持了时效前的形状。

2.2 γ' 相析出尺寸和密度

图 4 为 FGH96 合金在不同冷却介质下时效前后 γ' 相的平均尺寸。从图 4 可以看出,冷却 γ' 相(γ'_c)尺寸大小按 WQ< OQ< SQ 顺序不断增加,而经过时效后,时效析出 γ' 相(γ'_a)和冷却析出 γ' 相(γ'_c)即 $\gamma'_c + \gamma'_a$ 的平均尺寸仍然按 WQ< OQ< SQ 顺序增大,但平

均尺寸均大于冷却 γ' 相平均尺寸, 这说明时效过程中 γ' 相要发生长大, 而且时效析出的 γ' 相尺寸主要决定

于时效析出温度, 而不是冷却介质的冷却速度。所以, 时效后 γ' 相尺寸的变化倾向与时效前是一致的。

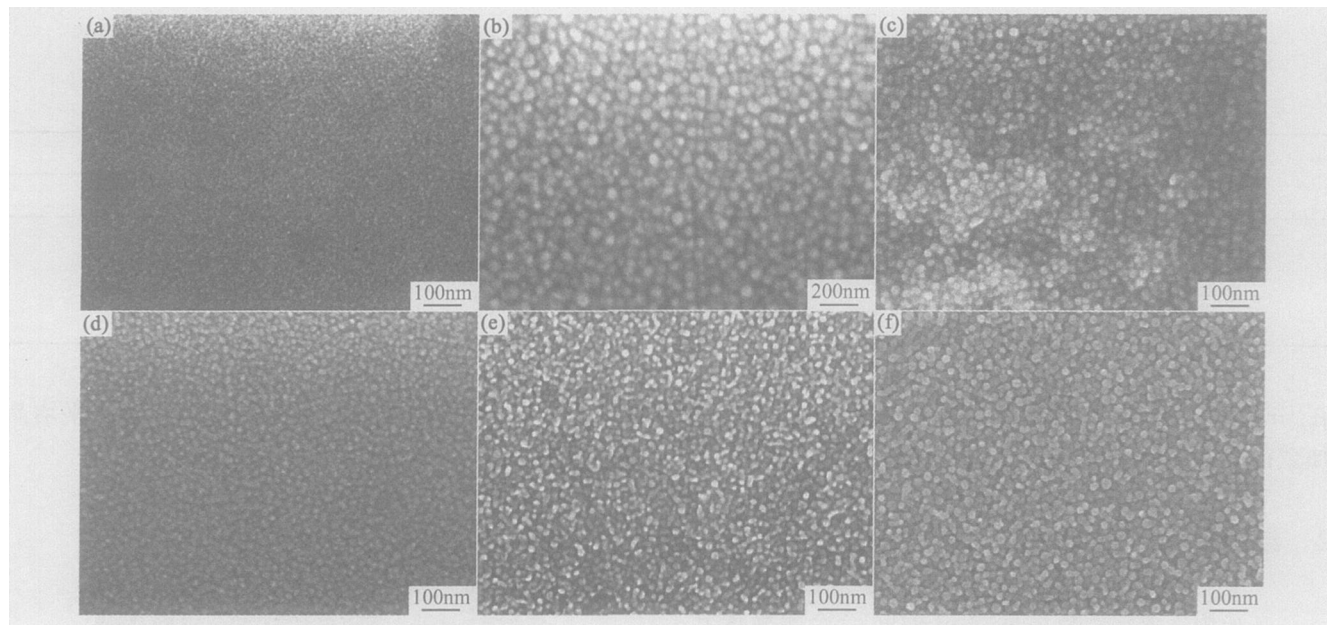


图3 FGH96 合金 γ' 相的场发射扫描图 (a) WQ; (b) OQ; (c) SQ; (d) WQ+ 时效; (e) OQ+ 时效 (f) SQ+ 时效

Fig. 3 FESEM micrographs of γ' precipitates in FGH96 alloy (a) WQ; (b) OQ; (c) SQ;

(d) WQ + aged; (e) OQ + aged; (f) SQ + aged

另外, 从图 3a- c 三种不同冷却介质冷却过程中析出的冷却析出 γ' 相的密度、尺寸及数量来看, 水冷 γ' 相密度最高, 尺寸最小, 而油冷次之, 盐浴冷析出的 γ' 相密度最小, 尺寸最大。而经过 760℃/8h 时效后, γ' 相发生明显的补充析出, 表现为 γ' 相密度增大; 相对比较, 水冷和油冷后时效补充析出的 γ' 相较多(见图 3d- f)。

冷却速度是 γ' 相形核与长大的重要影响因素, 由于水的冷却速度最快, 产生的过冷度最大, 导致基体的过饱和度最大, γ' 形核临界尺寸最小^[3,5], 因此析出的 γ' 尺寸最小; 另外, 由于 γ' 析出相的长大是受扩散控制的过程, 温度的快速下降和扩散时间的限制, 也使得 γ' 长大受到抑制。但由于水的冷速过快, γ' 形核在一定程度上也受到抑制, 比较三种冷却介质, 水冷所消耗基体的过饱和度最少, 因此, 在时效后, γ' 则得到充分析出, 而且尺寸长大幅度也最大。而 560℃盐浴的冷却能力在三种冷却介质中最小的, 在没有时效前, 由于冷却速度低, γ' 相可以得到充分析出, 尺寸也比较大, 因此, 时效后 γ' 相补充析出少。时效前后, 平均 γ' 相尺寸变化相对最小。

2.3 冷却介质与硬度变化关系

图 5 是 FGH96 合金在不同冷却介质下时效前后的维氏硬度。从图 5 可以看到, 各硬度值是按 WQ> OQ> SQ 顺序减小。不管是时效前还是时效后都是

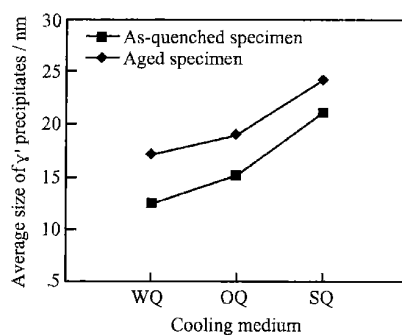


图4 不同冷却介质下对应的 γ' 析出相尺寸

Fig. 4 The size of γ' precipitates vs the different cooling medium

水冷后的合金硬度最高, 油冷次之, 盐浴冷最低。也就是说, 冷却能力越强, 在时效后硬度越高。根据硬度与析出相尺寸之间的关系, 在密度相同的条件下, 强化相尺寸越大, 硬度越低; 由于水冷时效后的 γ' 尺寸最小, 仅 17nm, 对应合金硬度也就最高, 硬度值为 487.6MPa; 盐浴冷却时效后的 γ' 尺寸最大, 因此得到合金最小硬度值, 仅 435.6MPa。另外, 一般说来, 在实验应力超过 0.2% 时, 合金的硬度和强度具有很好的对应关系, 而维氏硬度实验应力约 7%^[6,7], 所以, 硬度越高, 强度也越大。根据共格强化机制^[8], 当析出强化相 γ' 与 γ 基体产生的非共格应变越小, 合金的强度也就越高。而水冷后得到的 γ' 尺寸由于最小, 那么它

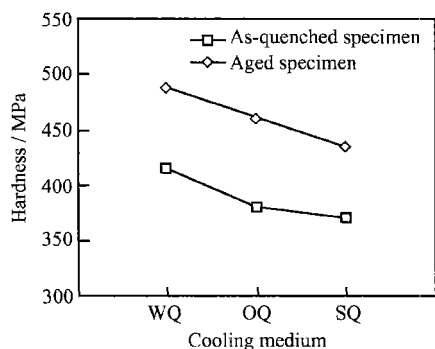


图 5 不同冷却介质与硬度之间的关系

Fig. 5 Relationship between hardness and the different cooling medium

与基体 γ 相的点阵错配度最小, 晶格点阵匹配性最好, 也就是说, 它们之间的共格关系相对最好, 因此, 合金的硬度对应也最高。但由于水冷试样常常容易引起淬火沿晶裂纹, 因此在制备高性能粉末高温合金中一般不选择水作为冷却介质, 油冷时效后的合金硬度居两者之间, 而且引起淬裂的几率相对水冷大大减少, 因此, 国外制备高性能粉末高温合金选择的热处理工艺通常都是固溶处理后油冷, 然后再进行时效。不过, 由于在冷却过程中总会引起热应力, 油冷试样也会存在裂纹, 因此淬裂现象并不可能完全避免, 这需要在今后研究过程中不断探索, 开发出更合适的冷却介质或更合理的热处理工艺, 以最大可能提高合金塑性和消除淬火开裂。

3 结论

(1) FGH96 合金固溶处理后在三种不同介质下冷却, 析出相 γ' 尺寸大小依次是盐浴冷 > 油冷 > 水

冷。时效后补充析出 γ' 相尺寸并没有改变时效前相应的顺序。时效析出 γ' 相尺寸主要决定于时效温度。

(2) 硬度测试结果得到: 无论时效与否水冷的硬度都是最大, 油冷次之, 盐浴冷最小; 时效后, 硬度值的变化倾向与时效前是一致的。

(3) 在确保强度要求时, 为减少淬裂倾向, 选择油冷是适宜的。

参考文献

- [1] 胡本英, 陈焕铭, 金开生, 等. FGH95 高温合金的静态再结晶机制[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(6): 901-905.
- [2] 张义文, 上官永恒. 粉末高温合金的研究与发展[J]. 粉末冶金工业, 2004, 14(6): 30-43.
- [3] MAO J, CHANG K M, YANG W H, et al. Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy U 720Li[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2001, 32: 2441-2452.
- [4] 陈焕铭, 胡本英, 张义文, 等. 飞机涡轮盘用镍基粉末高温合金研究进展[J]. 材料导报, 2002, 16(11): 17-19.
- [5] 余永宁. 金属学原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000.
- [6] JACKSON M P, REED R C. Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties[J]. Materials Science and Engineering A, 1999, 259(1): 85-97.
- [7] O'NEILL H. Hardness measurement of metals and alloys[M]. London: Chapman and Hall, 1967.
- [8] PENG K M Y, BUSHBY A J, DUNSTAN D J. Strength of coherently strained layered superlattices[J]. Philosophical Magazine, 2005, 85(36): 4429-4444.

收稿日期: 2006-07-14; 修订日期: 2006-09-20

作者简介: 田高峰(1979-), 男, 博士研究生, 现主要从事粉末高温合金方面的研究, 联系地址: 北京科技大学材料科学与工程学院粉末冶金研究所(100083)。

欢迎订阅 2007 年度《材料工程》

《材料工程》创刊于 1956 年, 由中国航空工业第一集团公司北京航空材料研究院主办, 是国内外公开发行的技术刊物。

《材料工程》主要刊登有关材料科学与工程方面的学术论文, 同时刊登综合性评述, 报道新材料、新工艺、新产品信息, 及时、准确反映国内材料领域最新成就和最新进展。《材料工程》是美国工程索引(EI)收录期刊, 是中国科技论文统计分析用刊, 同时入选《中文核心期刊要目总览》、中国科学引文数据库、中国学术期刊综合评价数据库、中国学术期刊(光盘版)及万方数据网和中国期刊网。在国内外材料科技期刊中具有一定的地位和影响。本刊设有“测试与表征”、“表面工程”、“工艺”、“综述”等栏目。同时欢迎国内外厂商刊登广告, 价格优惠。

《材料工程》为月刊, 大 16 开本, 精美印刷, 每期 10.00 元, 全年 12 期 120 元。需订阅者可向本刊编辑部索取订单, 或直接汇款至编辑部即可。

地址: 北京 81 信箱 62 分箱《材料工程》编辑部

邮编: 100095

电话: (010) 62496276