

doi:10.11835/j.issn.1000-582X.2021.06.013

长期时效对 FGH96 合金组织与力学性能的影响

周晓明, 王志彪, 冯业飞, 曾维虎

(中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095)

摘要:研究了长期时效热处理制度对 FGH96 合金的显微组织、析出相、拉伸性能、持久性能及蠕变性能的影响。采用光学显微镜分析了合金的晶粒组织,用扫描和透射电镜分析了 γ' 相、碳化物和硼化物的形貌、尺寸和含量。通过力学性能测试分析了拉伸、持久和蠕变性能。结果表明在时效温度 550 °C 和 650 °C 下,时效时间在 100 h 至 7 500 h 变化时,FGH96 合金的晶粒尺寸、 γ' 相形貌尺寸、MC 型碳化物和 M_3B_2 型硼化物相含量、拉伸性能、持久性能等基本保持不变。时效温度为 650 °C 时,随着时效时间的延长, γ' 相及 $Cr_{23}C_6$ 碳化物的含量相比 550 °C 略有增大,导致蠕变性能降低,残余应变增大。

关键词: FGH96; 长期时效; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG136.2

文献标志码: A

文章编号: 1000-582X(2021)06-127-10

Effect of long-term aging on the microstructure and mechanical properties of FGH96 superalloy

ZHOU Xiaoming, WANG Zhibiao, FENG Yefei, ZENG Weihu

(Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 10095, P. R. China)

Abstract: The mechanical properties of FGH96 superalloy after long-term aging were studied with tensile tests, stress rupture tests, and creep tests. The microstructure and precipitation phases were investigated by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), and transmission electron microscopy (TEM). Results show that at the condition of aging temperature of 550 °C and 650 °C, aging time from 100 h to 7 500 h, the grain size, morphology of γ' phase, fraction of MC plus M_3B_2 phases, tensile properties, and rupture strength of the FGH96 superalloy after long-term aging keep nearly the same with those before long-term aging. The factions of γ' phase and $Cr_{23}C_6$ phase increase with increasing aging time at 650 °C while they remain almost unchanged at 550 °C, which leads to the increasing residual strain of creep deformation for the 650 °C aged FGH96 superalloy.

Keywords: FGH96 superalloy; long-term aging; microstructure; mechanical properties

收稿日期: 2021-02-28

基金项目: 国家科技重大专项资助项目(2017-VI-0009-0079)。

Supported by the National Science and Technology Major Project of China(2017-VI-0009-0079).

作者简介: 周晓明(1976—),男,博士,高级工程师,主要从事粉末高温合金盘件制备技术与工艺研究,(E-mail) xzmzhouf@163.com。

粉末高温合金由于无宏观偏析、组织均匀、细小、抗氧化、耐腐蚀,具有优良的综合力学性能^[1-2],已成为制备先进航空发动机中关键热端部件的优选材料^[3-4]。FGH96 是第二代损伤容限型粉末高温合金,在多型先进航空发动机用涡轮盘制备中获得了广泛应用^[5],与第一代粉末高温合金 FGH95 相比具有更好的损伤容限、断裂韧性和抗疲劳裂纹扩展能力^[6]。FGH96 合金的强化方式主要包括:W、Mo、Nb 等高熔点合金元素的固溶强化, $M_{23}C_6$ 型碳化物和 M_3B_2 型硼化物的晶界强化,以及 γ' 第二相沉淀强化^[7-11]。其中, γ' 第二相沉淀强化是最重要的强化方式,其形状和尺寸对合金基体的强化效果产生重要影响^[12]。基于 FGH96 合金的损伤容限特性,该合金需在粗晶条件下使用^[13],晶粒度通常控制在 ASTM8 级左右。与第一代高强型 FGH95 合金相比, γ' 相质量百分含量有所降低,约为 33%~36%^[14]。

热挤压工艺已成为欧美国家粉末盘制备的重要工艺环节。在三向应力的作用下,通过大变形量使合金的组织得到细化和均匀化,为后续超塑性等温锻造成形工艺的实现提供了良好的组织准备,提高了锻件在变形过程中的塑性,保证锻件的外观完整性,有利于提高粉末盘的组织均匀性,降低因变形不均匀而产生的残余应力,从而提高盘件的使用寿命和可靠性。国外在该技术领域长期对我国进行技术封锁。我国科研人员经过技术攻关,克服技术和设备等条件的不利影响,通过基础研究和工程化应用研究两个阶段,突破了粉末高温合金热挤压棒材制备中的多项关键技术,并带动了我国热挤压设备条件的改善和提升。热挤压技术的突破,完善了我国粉末盘制备的工艺路线,使盘件的冶金质量达到了国外同类合金的水平。

FGH96 合金性能是多种强化方式的综合体现。在引入热挤压工艺后,结合母合金熔炼、雾化制粉、热等静压、等温锻造、固溶和时效等^[15-18],通过复杂的工艺调整,使 FGH96 合金盘件获得了满足要求的使用性能。下一步研究工作的重点是在发动机使用工况条件(如温度场和应力场)下,如何保证长期使用的组织和性能的稳定性。笔者根据某型发动机使用的温度场工况及使用寿命,选取了 2 个温度,首次对经长期时效后带热挤压工艺 FGH96 合金的组织 and 性能的稳定性进行了评估,为验证带热挤压工艺 FGH96 合金盘件在该型发动机设计寿命周期内使用的安全性和可靠性提供了技术支持。

1 试验方法

用于试验的 FGH96 合金化学成分见表 1。首先按该合金的标准制备工艺(母合金熔炼+雾化制粉+热等静压+热挤压+等温锻造+热处理)完成原始坯料的制备。然后在所制坯料的轮缘处切取试样,以保证试样原始组织和性能的一致性。最后参照某型发动机的使用温度,分别选取了 650 °C(接近最高使用温度)和 550 °C(稍低于最高使用温度)进行长期时效,以研究带热挤压工艺制备的 FGH96 合金在经过最高使用温度上限和稳态工作条件下组织和性能的稳定性。

在以上 2 个温度条件下分别时效 100,400,700,1 000,2 000,5 000 h,最长至 7 500 h(表 2),每个时效处理参数下设置一组试样,试样数量如表 3 所示。对时效处理后的试样进行分析和测试,并与未时效态(即原始态)进行对比,研究该合金组织与性能随时效温度和时间变化规律。通过金相显微镜(OM)观察晶粒尺寸的变化,通过场发射扫描电镜(SEM)观察 γ' 相和晶界碳化物的形貌,并通过透射电镜(TEM)对 $M_{23}C_6$ 和 MC 型碳化物进行相的确认,通过物理化学相分析法测量 γ' 相、MC 型、 $M_{23}C_6$ 型碳化物以及硼化物的含量,通过电子标尺“e-ruler”软件,对不同温度/时间时效条件下 γ' 相的尺寸分布进行测量,每个视场 γ' 相的测量数量不少于 10 个。室温和 650 °C 拉伸性能测试取 3 次测试平均值;持久强度的测试条件为 650 °C/100 h 和 750 °C/50 h,测试 5 次取平均值;蠕变性能测试条件为 700 °C/690 MPa /68 h,测试 3 次取平均值。

表 1 FGH96 合金化学成分

Table 1 Composition of FGH96 alloy in terms of mass fraction

										%
$w(\text{Co})$	$w(\text{Cr})$	$w(\text{Mo})$	$w(\text{W})$	$w(\text{Al})$	$w(\text{Ti})$	$w(\text{Nb})$	$w(\text{C})$	$w(\text{B})$	$w(\text{Zr})$	$w(\text{Ni})$
12.960	16.170	4.040	4.010	2.200	3.780	0.690	0.050	0.016	0.042	余量

表 2 长期时效方案

Table 2 Long-term aging processes

温度/°C		时间/h					
550	100	400	700	1 000	2 000	5 000	7 500
650	100	400	700	1 000	2 000	5 000	7 500

表 3 每组合金试验测试项目及数量

Table 3 Testing items and sampling quantities for each heat treatment

测试项目	组织	相分析	拉伸	持久	蠕变
数量	1 块	1 根	6 根	10 根	3 根

2 结果与分析

2.1 长期时效对 FGH96 合金组织的影响

2.1.1 对晶粒尺寸的影响

图 1 为 550 °C 和 650 °C 条件下,未时效(即原始态)及按表 2 所示工艺参数长期时效后的金相组织。可以看出,在这 2 个时效温度条件下,FGH96 合金在整个 7 500 h 的寿命周期内,晶粒尺寸未发生明显变化, γ 基体组织稳定,晶界仍然呈锯齿状。这是由于制备 FGH96 合金坯料时,在标准热处理(固溶处理+时效处理)过程中,变形后的组织已发生了形核和长大,完成了充分再结晶,位错密度较小的新的无畸变晶粒取代了位错密度很高的冷形变晶粒,而后续的长期时效温度较低,最高仅为 650 °C,该温度对完成再结晶后的晶粒尺寸影响本身就很弱,故经过长期时效后合金的晶粒尺寸未发生变化,仍然保持 ASTM 8 级,表现出了该合金晶粒度的稳定性。

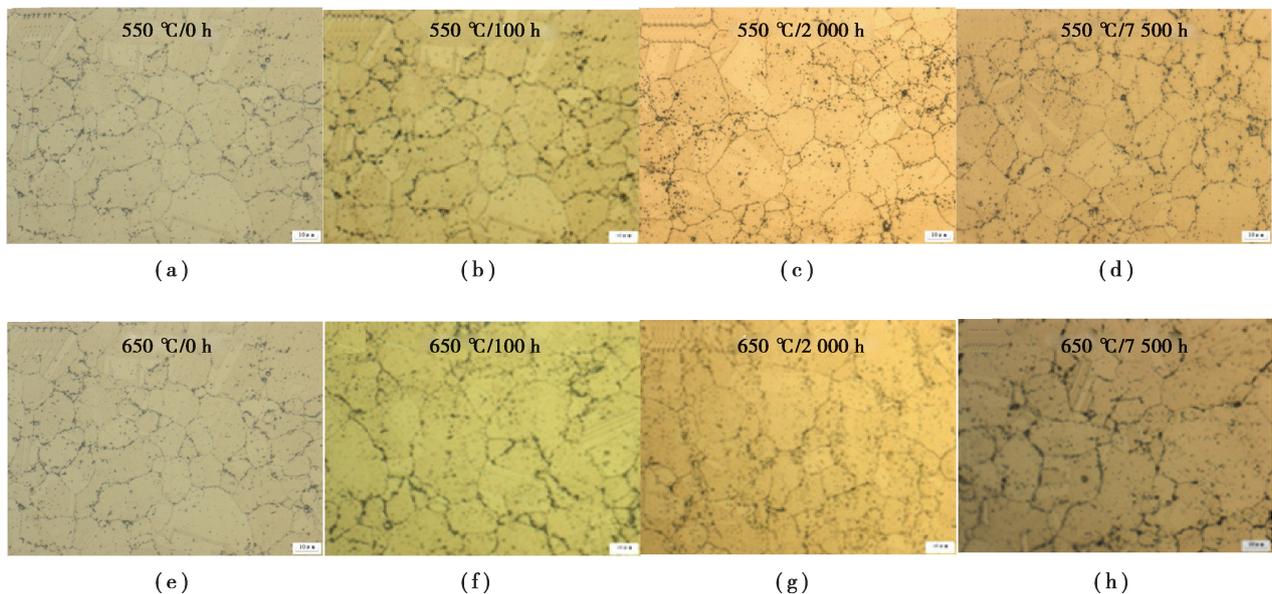


图 1 长期时效后金相组织

Fig. 1 Optical microstructure after long-term aging

2.1.2 对 γ' 相的影响

图 2 所示为不同条件时效后 γ' 相的形貌。FGH96 合金中 γ' 相的体积分数约为 33%~36%,通过固溶处理,同时在多种复杂冷速控制的调整下,二次 γ' 相主要呈球形和方形,尺寸范围为 150~300 nm,固溶冷却过

程和时效时补充析出的三次 γ' 相呈球形, 尺寸范围为 10~36 nm。经过 550 °C 和 650 °C 分别时效不同时间后, γ' 相的尺寸和形貌均未发生显著变化。

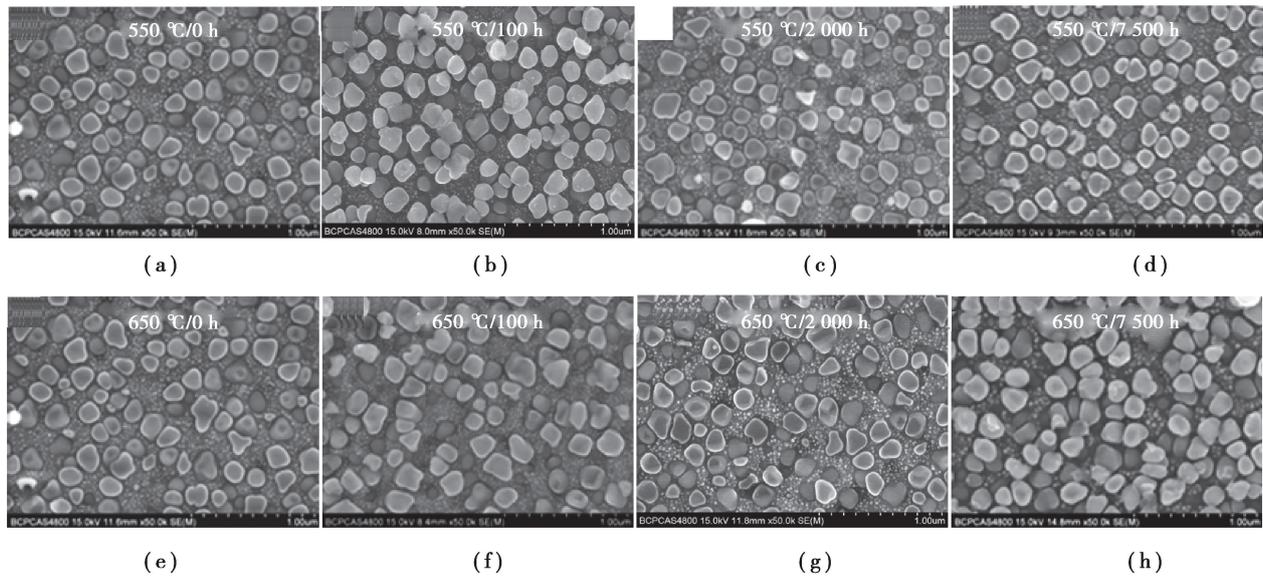


图 2 长期时效后 γ' 相的形貌和尺寸 (SEM)

Fig. 2 The morphology of γ' precipitates after long-term aging (SEM)

图 3 所示为经上述 2 个温度时效不同时间后 γ' 相的质量分数变化。可以看出, 当时效温度为 550 °C 时, 随着时效时间延长, γ' 相的质量分数与未时效态相近, 含量范围为 34.9%~35.1%; 当时效温度为 650 °C 时, 随着时效时间延长, γ' 相的质量分数波动范围为 35.0%~35.5%, 比 550 °C 不同时效时间的含量范围稍有升高, 但变化不大, 表现出 γ' 相在质量百分含量方面的相对稳定性。

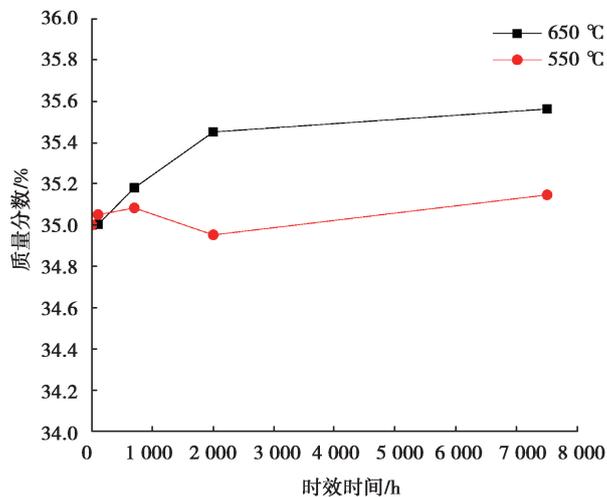


图 3 不同温度、不同时效时间 γ' 相含量的变化图

Fig. 3 Fraction of γ' phase after long-term aging

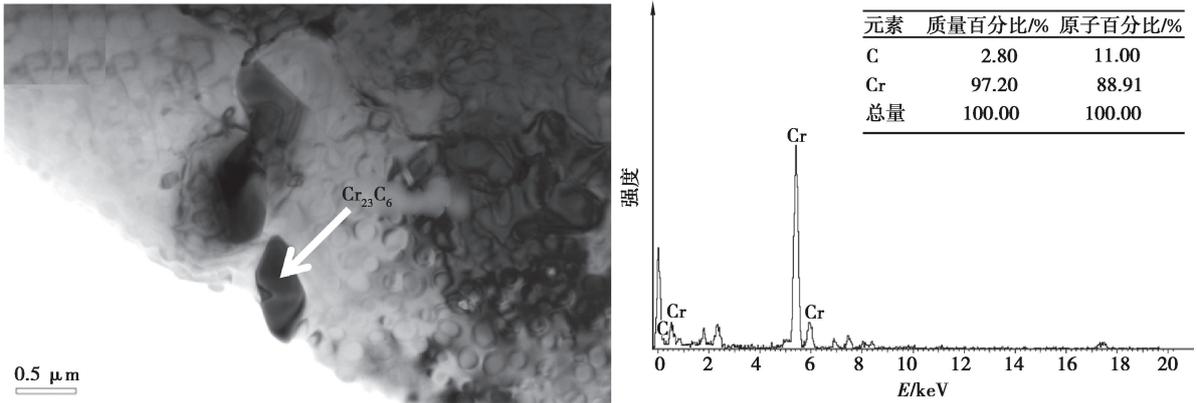
γ' 相尺寸分布结果显示, 在 550 °C 条件下, 随着时效时间延长, 二次和三次 γ' 相的尺寸分布未发生变化。在 650 °C 条件下, 随着时效时间延长, 二次 γ' 相的尺寸分布未发生变化, 而三次 γ' 相进一步补充析出, 尺寸出现少量粗化, 导致该温度条件下长期时效过程中 γ' 相含量出现微量升高。因三次 γ' 相对整个合金综合强化效果的贡献有限, 其少量粗化不会对合金的性能产生显著影响。

γ' 相的固溶温度范围为 1110~1126 °C, 在 550 °C 和 650 °C 两个温度条件下进行时效, 因温度较低, 不会

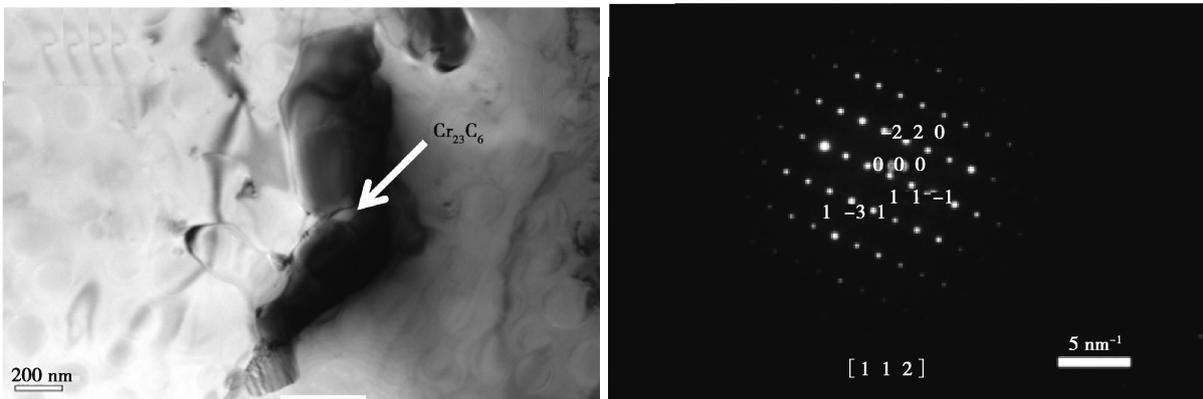
对 γ' 相的形貌、尺寸和含量产生显著影响。且 γ' 第二相强化是粉末高温合金中最主要的强化方式,其含量和尺寸的稳定性保证了整体合金性能水平的稳定,因此,FGH96 合金在约 650 °C 条件下长期服役的安全性和可靠性得到了保障。

2.1.3 对碳化物和硼化物的影响

图 4 是 FGH96 合金长期时效前(即原始态)晶界处透射电镜(TEM)形貌、能谱和衍射花样照片。在晶界处有富含 Cr 元素和 C 元素的相,颜色呈灰色,通过电子衍射花样标定确定该相为 Cr_{23}C_6 ,入射束方向为 $[1\ 1\ 2]$,为立方晶系、面心点阵,晶格常数 $a=1.063\ 8\ \text{nm}$ (图 4(a)~(c))。在晶界和晶内有富含 Ti 元素和 C 元素的相析出,呈立方状或球状分布,颜色较亮,通过电子衍射花样标定可以确定该相为 TiC,入射束方向为 $[0\ -1\ -1]$,为立方晶系、面心点阵,晶格常数 $a=0.425\ \text{nm}$ (图 4(d)~(f))。

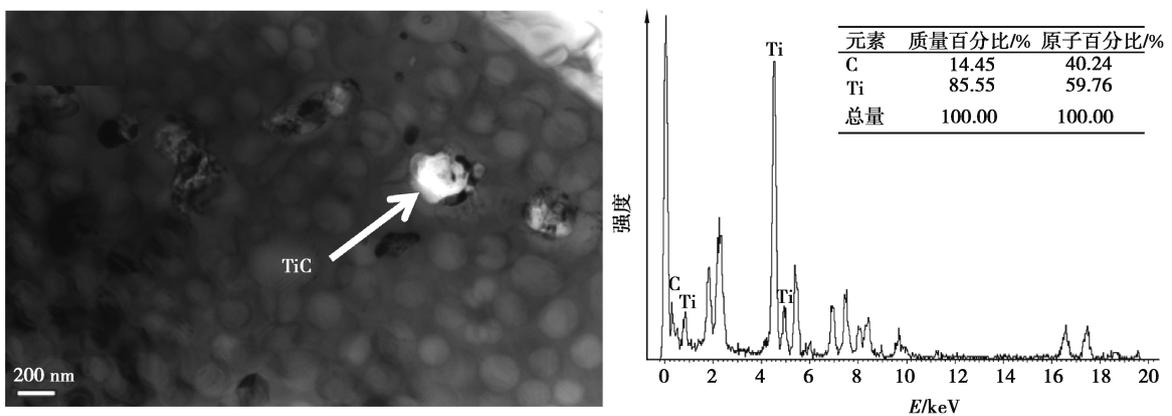


(a)



(b)

(c)



(d)

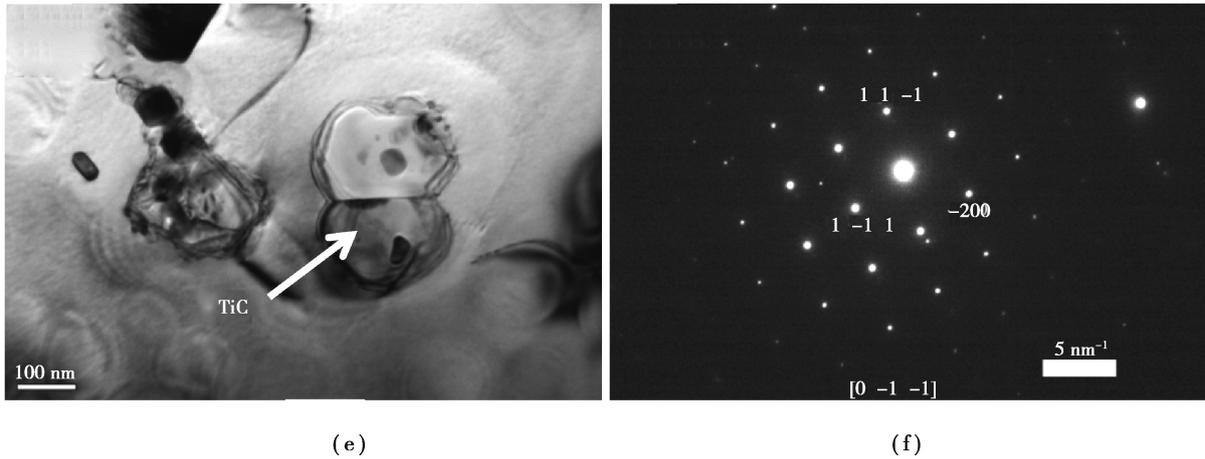


图 4 长期时效前 FGH96 合金晶界处的透射电镜(TEM)形貌、能谱和衍射花样照片
Fig. 4 The TEM, EDS, and diffraction patten of precipitation phases before long-term aging

图 5 为 Cr_{23}C_6 碳化物相随不同温度、不同时效时间质量分数的变化规律。当时效温度为 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 时,该型碳化物相处于稳定状态,随着时效时间延长,其含量基本在 0.015% 附近波动。当时效温度升至 $650\text{ }^\circ\text{C}$ 时,随时效时间延长, Cr_{23}C_6 碳化物的质量分数呈增大趋势,最大质量分数升至 0.11% ,增大幅度不大。SEM 形貌观察和 TEM 分析结果表明, $650\text{ }^\circ\text{C}$ 长期时效至 $2\ 000\text{ h}$ 时, Cr_{23}C_6 碳化物沿晶界分布的密集程度已开始增加(图 6)。

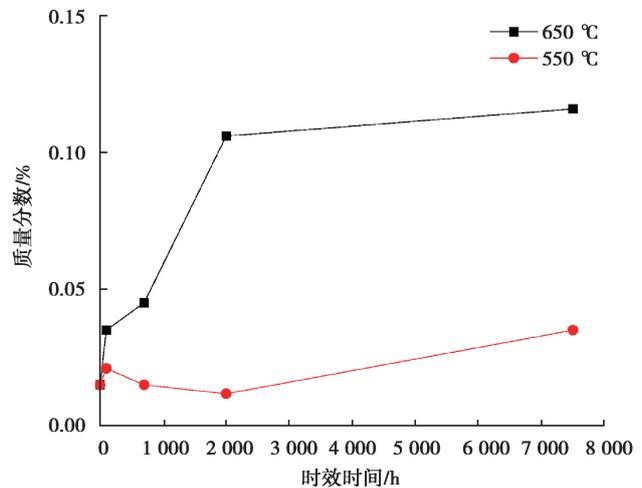
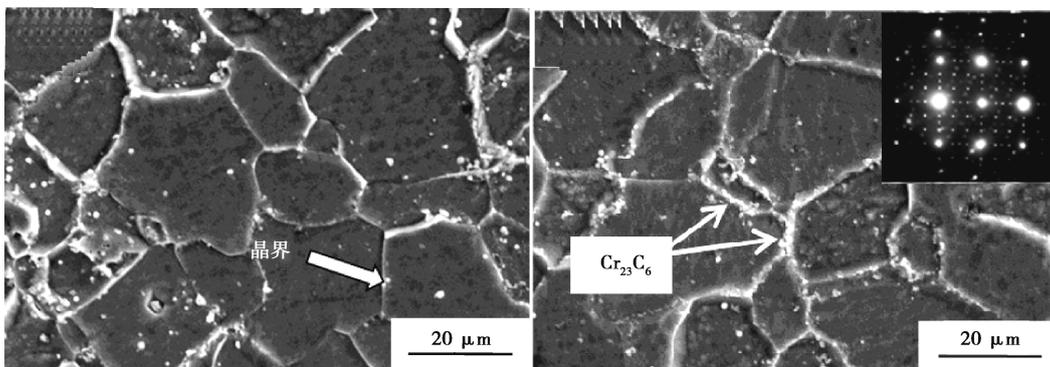


图 5 不同温度、不同时效时间 Cr_{23}C_6 相含量的变化图
Fig. 5 Fraction of Cr_{23}C_6 phase after long-term aging



(a) 原始态

(b) $650\text{ }^\circ\text{C}/2\ 000\text{ h}$ 时效态

图 6 晶界处 Cr_{23}C_6 碳化物的形貌

Fig. 6 The morphology of Cr_{23}C_6 carbide along the grain boundary

图 7 为 MC 型碳化物和 M_3B_2 型硼化物相随不同温度、不同时效时间质量分数的变化规律。当时效温度为 550 °C 时,随着时效时间延长,MC 和 M_3B_2 相含量均处于稳定状态,其质量分数基本保持在 0.35% 左右;当时效温度升至 650 °C 时,上述两相依然处于稳定状态,与 550 °C 不同时效时间的含量基本相同。

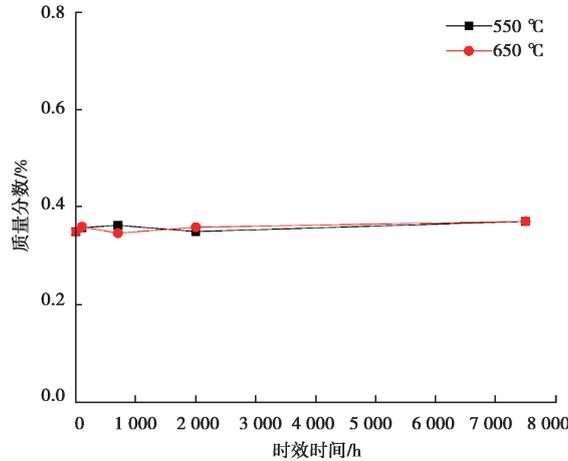
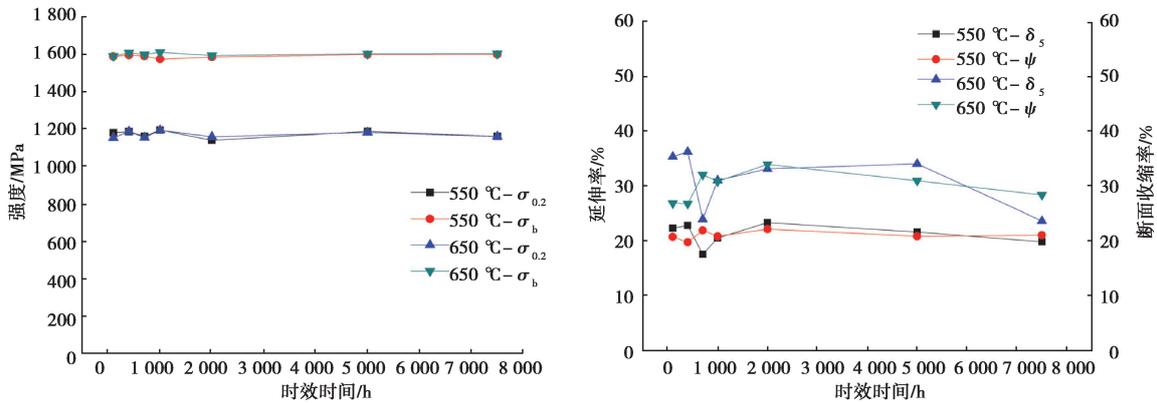


图 7 不同温度、不同时效时间 MC+M₂B₂ 相含量的变化情况
Fig. 7 Fraction of MC plus M₂B₂ phases after long-term aging

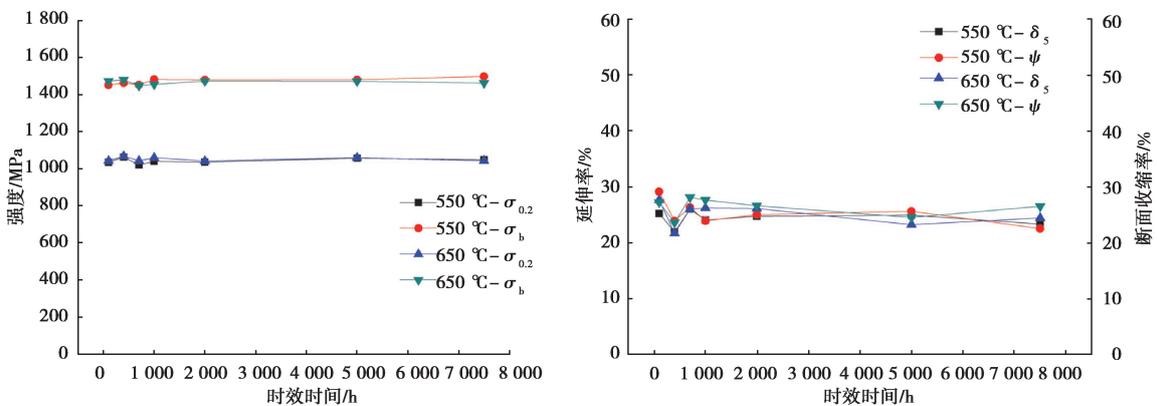
2.2 长期时效对 FGH96 合金力学性能的影响

2.2.1 拉伸性能

图 8 为 550 °C 和 650 °C 下,不同时效时间后室温和 650 °C 拉伸性能的变化规律。在 2 个时效温度下,



(a) 室温拉伸强度和塑性



(b) 650 °C 拉伸强度和塑性

图 8 不同时效处理制度下室温和 650 °C 拉伸性能
Fig. 8 Mechanical properties after long-term aging

随着时效时间延长,FGH96 合金的室温和 650 ℃的抗拉强度(σ_b)、屈服强度($\sigma_{0.2}$)、延伸率(δ_5)和断面收缩率(ψ)均在正常范围内波动,基本没有发生变化,拉伸性能数据稳定。

2.2.2 持久及蠕变性能

图 9 为不同时效温度、不同时效时间后,FGH96 合金在 650 ℃/100 h 和 750 ℃/50 h 条件下的持久强度的变化规律。可见,合金经过 550 ℃和 650 ℃,最长 7 500 h 时效后的持久强度基本没有发生变化,持久强度稳定。

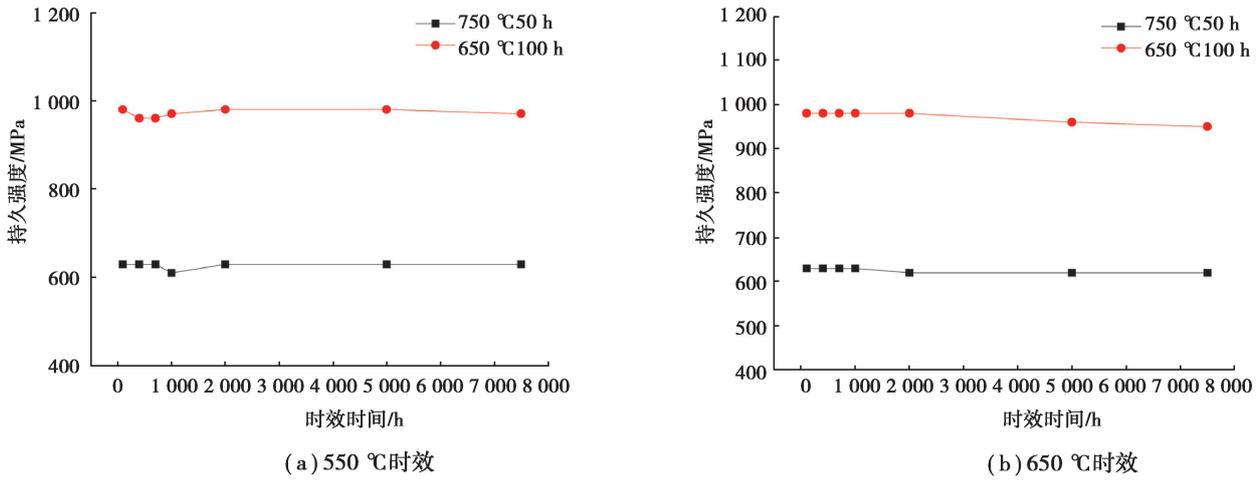


图 9 不同时效处理制度下持久强度

Fig. 9 Rupture strength after long-term aging

图 10 为不同时效温度、不同时效时间后 FGH96 合金蠕变性能的变化规律。当时效温度为 550 ℃时,随时效时间延长,残余应变有略微增长的趋势,最长时效 7 500 h 后,残余应变仍远低于 0.20%。当时效温度提高至 650 ℃后,随时效时间延长,残余应变有明显增长的趋势,稳态蠕变阶段(蠕变第 II 阶段)持续时间相对缩短,快速蠕变阶段(蠕变第 III 阶段)的蠕变速率逐渐增大,7 500 h 时效后,残余应变已达到 0.17%,但仍小于 0.20%的控制标准。

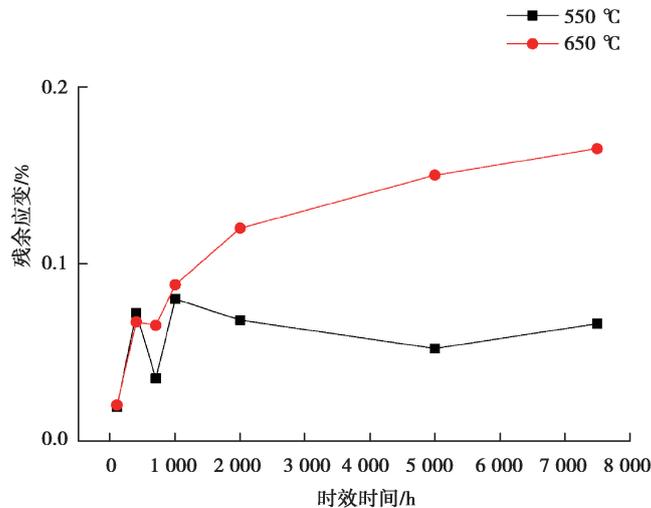


图 10 不同温度、不同时效时间后蠕变性能

Fig. 10 Creep property after long-term aging

研究表明, Cr_{23}C_6 碳化物趋向于分布在晶界处, 对晶界强度会产生一定的影响。当其处于一定的含量范围, 且呈“点”状分布于晶界处时, 对晶界起强化作用; 随着其含量提高, 当其以“网”状分布时, 则对晶界起弱化作用^[19-20]。晶界处分布的硼化物亦会对晶界强度产生一定的影响。在不同温度的长期时效过程中, 晶粒度、二次 γ' 相及 M_2B_2 硼化物的含量一直保持稳定, 而 Cr_{23}C_6 碳化物含量在 650 °C 时效过程中的微量增加和密集分布(图 5 和 6), 是导致该时效温度条件下蠕变性能降低的直接原因, 说明 Cr_{23}C_6 碳化物含量变化对蠕变性能的影响较敏感。另外, 650 °C 时效过程中三次 γ' 相的粗化, 是造成该时效温度条件下蠕变性能降低的次要原因。

3 结 论

1) 在 550 °C 和 650 °C 条件下, 经 100 h~7 500 h 时效处理的 FGH96 合金, γ 相基体组织稳定, 晶粒尺寸基本不变; γ' 相尺寸和形貌也未发生明显变化, 650 °C 下长期时效后, γ' 相含量略高于 550 °C。

2) 在 550 °C 长期时效条件下, Cr_{23}C_6 碳化物相较于稳定, 其含量约为 0.015%; 在 650 °C 长期时效条件下, Cr_{23}C_6 碳化物的质量分数随时效时间延长呈增大趋势, 最大质量百分含量升至 0.11%。MC 型碳化物和 M_3B_2 型硼化物相在不同温度和时效时间条件下均处于稳定状态, 质量分数保持在 0.35% 左右。

3) 经不同长期时效处理的 FGH96 合金, 其室温和 650 °C 拉伸性能、650 °C/100 h 和 750 °C/50 h 持久性能基本保持不变; 因 Cr_{23}C_6 碳化物析出量增加和三次 γ' 相粗化弱化了晶界强度和 γ' 相的强化效果, 650 °C 不同时效时间的合金随着时效时间延长蠕变残余应变较 550 °C 相应时效时间的蠕变残余应变稍有增加, 7500 h 时效时的最大蠕变残余应变达到 0.17%, 但仍小于 0.20%。

4) 在 7 500 h 整个寿命周期内, 带热挤压工艺 FGH96 合金的组织 and 性能可满足 550 °C 和 650 °C 条件下长期使用的要求。

参考文献:

- [1] Reed R C. The superalloys: fundamentals and applications[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2006.
- [2] Jiang R, Song Y D, Reed P A. Fatigue crack growth mechanisms in powder metallurgy Ni-based superalloys — a review[J]. International Journal of Fatigue, 2020, 141: 105887.
- [3] Tan L M, Li Y P, Liu C Z, et al. The evolution history of superalloy powders during hot consolidation and plastic deformation[J]. Materials Characterization, 2018, 140: 30-38.
- [4] 张义文, 刘建涛. 粉末高温合金研究进展[J]. 中国材料进展, 2013, 32(1): 1-11, 38.
Zhang Y W, Liu J T. Development in powder metallurgy superalloy[J]. Materials China, 2013, 32(1): 1-11, 38. (in Chinese)
- [5] Raission G. Evolution of PM nickel base superalloy processes and products[J]. Powder Metallurgy, 2008, 51(1): 10-13.
- [6] Li M Z, Coakley J, Isheim D, et al. Influence of the initial cooling rate from γ' supersolvus temperatures on microstructure and phase compositions in a nickel superalloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 732: 765-776.
- [7] 吴凯, 刘国权, 胡本芙, 等. 新型涡轮盘用高性能粉末高温合金的研究进展[J]. 中国材料进展, 2010, 29(3): 23-32.
Wu K, Liu G Q, Hu B F, et al. Research progress of new type high-performance P/M turbine disk superalloy[J]. Materials China, 2010, 29(3): 23-32. (in Chinese)
- [8] 周磊, 汪煜, 邹金文. C 元素对 FGH96 粉末高温合金显微组织和力学性能的影响[J]. 粉末冶金技术, 2017, 35(1): 46-52.
Zhou L, Wang Y, Zou J W. Effect of carbon content on the microstructure and mechanical properties of powder metallurgy superalloy FGH96[J]. Powder Metallurgy Technology, 2017, 35(1): 46-52. (in Chinese)
- [9] Singh A R P, Nag S, Chattopadhyay S, et al. Mechanisms related to different generations of γ' precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy[J]. Acta Materialia, 2013, 61(1): 280-293.
- [10] 张剑, 姜华, 赵云松, 等. 一种镍基单晶高温合金的反相热机械疲劳行为[J]. 重庆大学学报, 2020, 43(12): 78-86.

- Zhang J, Jiang H, Zhao Y S, et al. On thermo-mechanical fatigue behaviors of a nickel-base single crystal superalloy[J]. Journal of Chongqing University, 2020, 43(12):78-86.(in Chinese)
- [11] 姜华,郭媛媛,卢宇,等. 一种新型镍基单晶高温合金拉伸性能研究[J]. 重庆大学学报,2019,42(8):74-78.
Jiang H, Guo Y Y, Lu Y, et al. Tensile properties of a new nickel-based single crystal superalloy[J]. Journal of Chongqing University, 2019, 42(8):74-78.(in Chinese)
- [12] Tiley J, Viswanathan G B, Hwang J Y, et al. Evaluation of gamma prime volume fractions and lattice misfits in a nickel base superalloy using the external standard X-ray diffraction method[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 528(1): 32-36.
- [13] Zhang L N, Wang P, Dong J X, et al. Microstructures' effects on high temperature fatigue failure behavior of typical superalloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 2013, 587: 168-178.
- [14] 邹金文,汪武祥. 粉末高温合金研究进展与应用[J]. 航空材料学报, 2006, 26(3): 244-250.
Zou J W, Wang W X. Development and application of P/M superalloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2006, 26(3): 244-250. (in Chinese)
- [15] 张国庆,张义文,郑亮,等. 航空发动机用粉末高温合金及制备技术研究进展[J]. 金属学报, 2019, 55(9): 1133-1144.
Zhang G Q, Zhang Y W, Zheng L, et al. Research progress in powder metallurgy superalloys and manufacturing technologies for aero-engine application[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2019, 55(9): 1133-1144. (in Chinese)
- [16] Xu W, Zhang L W, Gu S D, et al. Hot compressive deformation behavior and microstructure evolution of HIPed FGH96 superalloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(1): 66-71.
- [17] Liu C Z, Liu F, Huang L, et al. Effect of hot extrusion and heat treatment on microstructure of nickel-base superalloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(8): 2544-2553.
- [18] Peng Z C, Tian G F, Jiang J, et al. Mechanistic behaviour and modelling of creep in powder metallurgy FGH96 nickel superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 676: 441-449.
- [19] Hu R, Bai G H, Li J S, et al. Precipitation behavior of grain boundary M23C6 and its effect on tensile properties of Ni-Cr-W based superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 548: 83-88.
- [20] Xu Y L, Jin Q M, Xiao X S, et al. Strengthening mechanisms of carbon in modified nickel-based superalloy Nimonic 80A[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(13/14): 4600-4607.

(编辑 罗 敏)