

镍基铸造高温合金的热等静压改性研究

王 伟, 李 强, 杨维才, 叶林森

(中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900)

摘要: 研究了热等静压处理对镍基铸造高温合金内部缺陷及显微组织的影响。结果表明, 铸态镍基高温合金中存在大量疏松、孔洞等缺陷, 合金由 γ 相及 γ' 相两相共存, γ' 相的数量较多但分布不均匀, 并有少量已发生团聚。1040 °C $\times$ 2 h 热等静压处理可明显减少合金中疏松和孔洞等显微缺陷, 增加强化相数量, 但 γ' 相有少量聚集长大。1200 °C $\times$ 2 h 下热等静压处理基本消除了合金中的疏松组织, 但仍存在少量的微孔, 原始的 γ' 相溶化并重新析出了细小的二次 γ' 相。

关键词: 镍基高温合金; 铸造合金; 热等静压; 显微组织; 缺陷

中图分类号: TG156.9 **文献标志码:** A **文章编号:** 0254-6051(2014)01-0085-04

Modification of cast nickel-base superalloy by hot isostatic pressing

Wang Wei, Li Qiang, Yang Weicai, Ye Linsen

(China Academy of Engineering Physics, Mianyang Sichuan 621900, China)

Abstract: Effect of hot isostatic pressing (HIP) treatment on microstructure of cast nickel-base superalloy was investigated. The results show that the microstructure of cast nickel-base superalloy is consisted of γ phase and γ' phase which are unevenly distributed. There are a lot of defects such as gas porosity in cast nickel-base superalloy. After HIP treatment at 1040 °C for 2 h, defects in the alloy significantly reduce and amount of γ' phase increase, but some γ' phase grow up. After HIP treatment at 1200 °C for 2 h, defects in the alloy almost disappear, the original γ' phase melts and reprecipitates, but there are still a small amount of micropores.

Key words: nickel-base superalloy; cast alloy; hot isostatic pressing (HIP); microstructure; defect

镍基铸造高温合金因具有高温强度高等特点, 主要用来制造航空发动机和工业燃气轮机的涡轮叶片和导向叶片等在高温下使用的部件。但铸件一般都具有不同程度的气孔、显微疏松等缺陷, 特别是凝固温度范围较宽的合金铸件, 在凝固过程中容易形成发达的树枝状结晶, 树枝晶很容易将枝晶间的残留液体分割成孤立的小熔池, 断绝补缩来源, 形成分散且区域广的疏松。尤其近年发展的细晶铸造高温工艺, 为保证合金晶粒度细小, 出现的气孔类缺陷更为突出, 这些均严重影响着合金的使用可靠性和铸件的成品率, 曾引起相当数量的灾难性事故和造成惨重的经济损失^[1]。

热等静压(hot isostatic pressing, 简称 HIP)处理可以有效地消除铸件内部疏松和孔洞类缺陷, 已在国内外得到广泛应用。已有研究表明, 热等静压处理不仅可以消除铸件缺陷, 还能改善铸件的显微组织, 从而改善合金力学性能, 提高铸件可靠性。此外, 用热等静压处理来改善价格昂贵的熔模铸件的质量, 可大大提高铸件合格率, 经济效益显著^[2-4]。美国空军、通用电气公司、巴蒂尔所于 1970 年开始

研究热等静压对 Ti-6Al-4V 合金铸件的缺陷治愈, 经热等静压处理后铸件的塑性指标可提高 50%, 高周疲劳性能提高 25%, 目前工业生产中已将热等静压用于钛合金铸件改性^[5]。王和堂等^[6]采用热等静压技术对高转速钛转子叶轮铸件进行了处理, 明显提高了钛合金的力学性能, 其强度提高到锻造合金水平, 疲劳性能至少提高 20%, 应力断裂寿命增加了 2~4 倍, 叶轮使用寿命也有一定改善。熊翔等^[7]采用热等静压处理改善 TiAl 合金的弯曲延性, 结果表明, 经 1200 °C、150 MPa、2 h 热等静压处理后, 合金内部原有的封闭孔洞可以全部被消除, 合金的弯曲延性得到显著改善。呼和等^[8-9]采用热等静压技术较好地消除了镍基高温合金的缺陷, 明显提高了合金的力学性能。

本文研究了不同热等静压工艺对镍基高温合金缺陷及显微组织的影响, 探讨了该合金铸件合适的热等静压工艺制度。

1 试验材料与方法

1.1 镍基铸造高温合金预处理

试验合金为航空航天用镍基铸造高温合金。采用线切割方法从镍基铸造高温合金上切取样品(如图 1 所示)。用硫酸水溶液对高温合金进行超声波清洗,

收稿日期: 2013-06-18

作者简介: 王 伟(1986—), 女, 四川广安人, 硕士, 主要从事粉末冶金相关研究。联系电话: 0816-3626990, E-mail: 13628080837@163.com

去除其表面氧化、氮化层,用蒸馏水将酸洗过的高温合金冲洗干净,然后用乙醇或丙酮对清洗后的高温合金进行脱水处理。

1.2 镍基铸造高温合金热等静压处理

装炉时,试样之间充填 Al_2O_3 陶瓷球。采用氩气作为气源,热等静压工艺为:温度 1040、1200 $^{\circ}\text{C}$,压力 120 MPa,处理时间 2 h。



图 1 镍基铸造高温合金样品(热等静压处理前)

Fig. 1 Ni-base superalloy before HIP treatment

1.3 组织分析与性能测试

1.3.1 密度测试

采用排水法在 TG320 电子天平上测量镍基铸造高温合金热等静压前后的密度,分析热等静压处理提高镍基铸造高温合金致密度的有效性。

1.3.2 显微组织分析

采用线切割方法从铸态和热等静压处理后的合金上切取研究试样,选取线切割后的新鲜面作为研究对象。样品经镶嵌制样后,磨蚀制备金相样品。采用 Olympus GX71 型倒置式金相显微镜分析样品组织及缺陷。采用 FEI SIRION200 扫描电子显微镜分析样品的显微组织形貌、强化相大小及分布等特征。

2 试验结果与讨论

2.1 HIP 处理对合金铸件致密度的影响

表 1 列出了镍基高温合金热等静压工艺前后的密度变化。结果表明,HIP 处理前合金的平均密度为 8.21 g/cm^3 。在镍基高温合金熔点以下,随热等静压温度增加,合金的密度逐渐提高。经 1040 $^{\circ}\text{C}$ 、120 MPa 下处理 2 h 后,合金的平均密度 ρ 为 8.24 g/cm^3 ,密度提高约 0.37%。在 1200 $^{\circ}\text{C}$ 、120 MPa 下处理 2 h 后,合金的平均密度 ρ 已增加到 8.33 g/cm^3 ,密度提高了约 1.46%,表明 HIP 处理可有效消除合金中的气孔、疏松类缺陷,使合金进一步致密化。

表 1 镍基高温合金的热等静压工艺及密度变化
Table 1 Density of the Ni-base superalloy before and after HIP treatment

合金状态	温度/ $^{\circ}\text{C}$	压力/ MPa	保压 时间/h	平均密度 $\rho/(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	密度 变化/%
铸态	—	—	—	8.21	—
1040 $^{\circ}\text{C}$ HIP 处理	1040	120 ± 5	2	8.24	0.37
1200 $^{\circ}\text{C}$ HIP 处理	1200	120 ± 5	2	8.33	1.46

2.2 HIP 处理对合金铸件缺陷的消除作用

图 2 为 HIP 处理前后镍基高温合金铸件经磨制抛光后在金相显微镜下观察到的缺陷(未腐蚀)。由图 2 可知,未处理的铸态试样,几乎每个视场都有较大面积的显微疏松及一定量的微孔,疏松呈板条状,尺寸约为 $20 \sim 30 \mu\text{m}$;经 1040 $^{\circ}\text{C}$ 、120 MPa 下处理 2 h 后,合金铸件的显微疏松尺寸明显减小,大部分呈圆状,尺寸约为 $10 \sim 15 \mu\text{m}$,且一些区域已经闭合;当热等静压温度提高到 1200 $^{\circ}\text{C}$,在 120 MPa 下处理 2 h 后,合金铸件的疏松组织及大的孔洞已基本消除,虽然仍存在少量微孔,但微孔尺寸已经减小到约 $2 \mu\text{m}$ 。可见 HIP 处理可以显著减少镍基高温合金的显微疏松及孔洞,且随



图 2 热等静压处理前后镍基高温合金的缺陷(未腐蚀) $\times 200$

(a) 铸态; (b) 1040 $^{\circ}\text{C}$ $\times 2 \text{ h}$ 热等静压处理; (c) 1200 $^{\circ}\text{C}$ $\times 2 \text{ h}$ 热等静压处理

Fig. 2 Defects in the Ni-base superalloy before and after HIP treatment before etching $\times 200$

(a) as cast; (b) HIP treatment at 1040 $^{\circ}\text{C}$ for 2 h; (c) HIP treatment at 1200 $^{\circ}\text{C}$ for 2 h

着热等静压温度增加,合金中的显微疏松及孔洞明显减少,微孔尺寸逐渐减小,该结果与上述合金铸件的致密度变化一致。这是由于在高温高压的作用下,合金发生了蠕变,使疏松、孔洞逐渐收缩,表面相互接触,并进一步扩散而达到闭合。但由于该合金铸件的疏松组织尺寸较大,导致其内部缺陷难以完全闭合。另外,有研究表明^[5],微孔较疏松及微裂纹更难消除,因而导致合金中仍残留了一些微孔。

表2 镍基高温合金热等静压前后的显微缺陷变化
Table 2 Change of defects in the Ni-base superalloy before and after HIP treatment

合金状态	温度/ ℃	压力/ MPa	保压时间/ h	缺陷平均 尺寸/ μm
铸态	—	—	—	20 ~ 30
1040 ℃ HIP 处理	1040	120 $\pm$ 5	2	10 ~ 15
1200 ℃ HIP 处理	1200	120 $\pm$ 5	2	2

2.3 HIP 处理对合金铸件显微组织的影响

由于 HIP 处理是在合金铸件的强化相即 γ' 相溶解温度(约为 1150 ℃)附近进行,它实际上相当于一次高温固溶或均匀化处理,所以 HIP 处理后的合金显微组织会发生较大变化。

2.3.1 HIP 处理对合金铸件晶粒度的影响

图3为热等静压处理前后镍基高温合金铸件的显微组织(腐蚀后)。由图3可见,HIP前的合金晶粒度约为 15 μm ,经 1040 ℃ HIP 处理后,晶粒长大不明显,合金的晶粒度几乎不变。经 1200 ℃ HIP 处理后,合金的晶粒略有长大,晶粒度约为 20 ~ 25 μm ,这主要是由于 1200 ℃ 时合金中的强化相 γ' 相开始溶解,对晶界的钉扎作用减弱,造成晶粒略微长大。

2.3.2 HIP 处理对合金铸件强化相特征的影响

图4为 HIP 处理前后镍基高温合金铸件的 SEM

照片。图4(a)、(d)为镍基高温合金铸态组织的 SEM 照片,参考图5^[10]可知,镍基铸造高温合金的铸态组织为 γ 相及 γ' 相两相共存,合金中有较大数量的 γ' 相,但其尺寸和分布极不均匀,其中白色区中 γ' 相的尺寸较小, γ' 相的分布较少,灰色区中 γ' 相的尺寸较大,且 γ' 相分布的密度更大。另外,还有少量的 γ' 相已团聚。

由图4(b)、(e)可知,合金经 1040 ℃ HIP 处理后白色区域减少,即 γ' 相数量增加,这主要是由于在该温度下 HIP 处理后,合金中非平衡态的 $\gamma + \gamma'$ 共晶相中开始析出 γ' 相,表明该条件有利于 γ' 相的生成。但合金中有少量的 γ' 相开始聚集长大。

由图4(c)、(f)可知,在 1200 ℃ HIP 处理后,合金中团聚的强化相消失, γ' 相更加细小,形状由原始的方形变为条状及不规则颗粒,表明 HIP 处理后合金偏析减小,组织成分更加的均匀。这主要是由于强化相在高温高压下溶解,在冷却过程中重新析出细小的二次相。HIP 处理后 γ' 相的尺寸大小及形态变化与 HIP 温度和冷却速度有着密切的关系。通常,在超过 γ' 相溶解温度以上 HIP 处理时,铸态的一次 γ' 相会全部溶解,在随后的冷却过程中重新析出二次 γ' 相,这种重新析出的二次 γ' 相尺寸受 HIP 冷却速度控制, γ' 相尺寸随着冷却速度的增加而减小,它与 γ' 相的长大规律相一致。当 HIP 温度低于 γ' 相溶解温度时,原铸态的一次 γ' 相不会溶解,同时尺寸将会长大。如果在 γ' 相溶解温度附近进行 HIP 处理,铸态的一次 γ' 相会有部分溶解而形成二次 γ' 相,这时就存在两种不同尺寸的 γ' 相^[8]。

2.4 镍基高温合金铸件 HIP 处理改性的难点

采用热等静压处理可以显著减少或消除镍基铸造高温合金的疏松、孔洞等缺陷。但当热等静压温度低于强化相的溶解温度时,合金的强化相有长大倾向;而

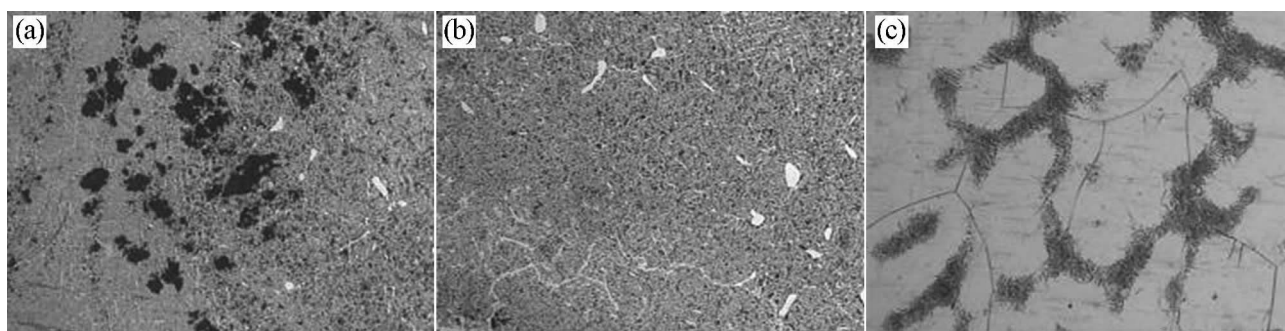


图3 HIP 处理前后镍基高温合金的显微组织(腐蚀后) $\times 160$

(a) 铸态; (b) 1040 ℃ $\times 2$ h HIP 处理; (c) 1200 ℃ $\times 2$ h HIP 处理

Fig. 3 Microstructure of the Ni-base superalloy before and after HIP treatment (after etching) $\times 160$

(a) as cast; (b) HIP treatment at 1040 ℃ for 2 h; (c) HIP treatment at 1200 ℃ for 2 h

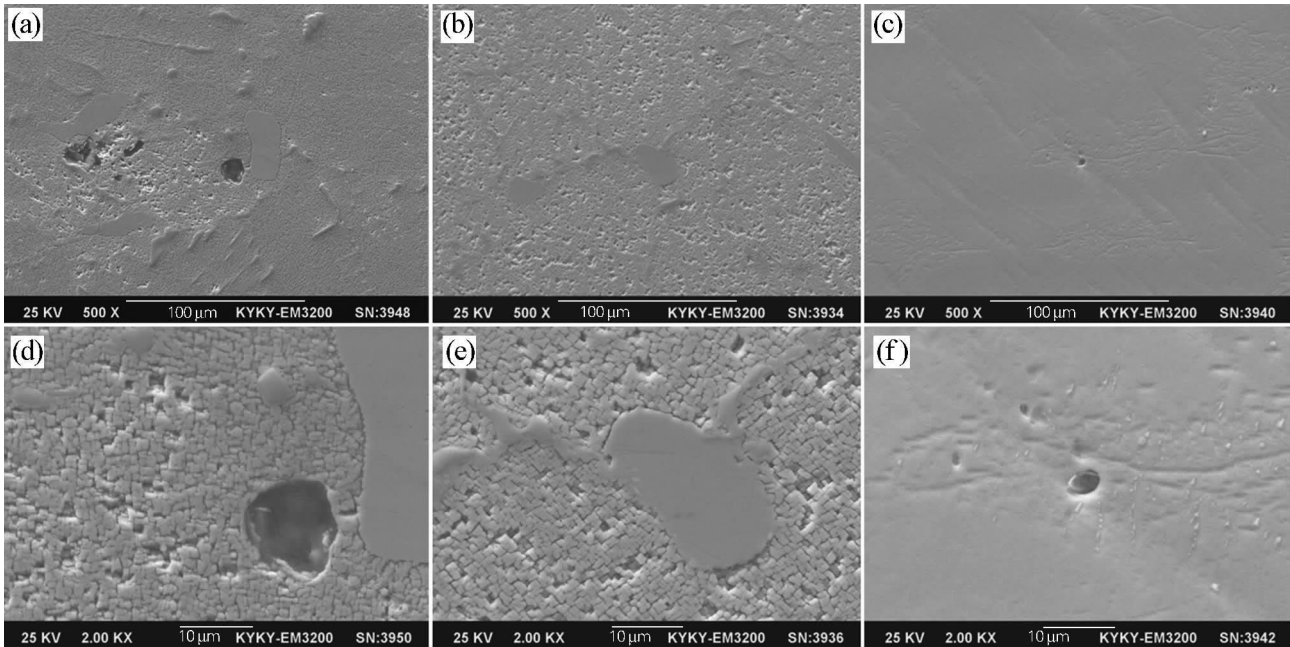


图 4 HIP 处理前后镍基高温合金的 SEM 照片

(a d) 铸态; (b e) 1040 °C × 2 h HIP 处理; (c f) 1200 °C × 2 h HIP 处理

Fig. 4 SEM images of the Ni-base superalloy before and after HIP treatment

(a d) as cast; (b e) HIP treatment at 1040 °C for 2 h; (c f) HIP treatment at 1200 °C for 2 h

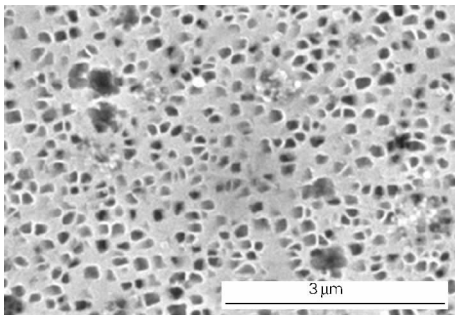


图 5 镍基高温合金的微观组织^[10]

Fig. 5 SEM image of Ni-base superalloy^[10]

温度略高于强化相的溶解温度时, 强化相开始重溶并析出了二次强化相。二次强化相的形状、数量及分布与热等静压工艺及后续热处理工艺密切相关。因此, 如何有效控制强化相的特性是热等静压处理过程中的难点。

3 结论

1) 铸态镍基高温合金中存在大量的疏松、孔洞等缺陷, 合金主要由 γ 相及 γ' 相两相共存, γ' 相的数量较多但分布不均匀, 并有少量已发生团聚。

2) 铸态镍基高温合金经 1040 °C 和 1200 °C 不同温度热等静压处理 (120 MPa/2 h) 后致密度由 8.21 g/cm³ 分别提高到 8.24 和 8.33 g/cm³。

3) 合金经 1040 °C 热等静压处理可以明显减少合

金中疏松、缩孔等显微缺陷, 增加强化相数量, 但 γ' 相有少量聚集长大。1200 °C 热等静压处理基本消除了合金中的疏松组织, 但仍存在少量的微孔, 原始的 γ' 相溶化并重新析出了细小的二次 γ' 相。

参考文献:

- [1] Westerlund J, Vimercati A. Four decades of HIP progress [J]. Metal Powder Report, 2000, 55(2): 14-21.
- [2] 李曙光, 王国庆. 国外先进制造技术与装备应用现状分析 [J]. 航天制造技术, 2004(3): 9-17.
- [3] 申林. 国外热等静压发展概况 [M]. 北京: 冶金工业部有色金属研究总院, 1980: 23-25.
- [4] 王小娥, 王红红. 热等静压处理对 ZrTi 钛合金精铸件组织与性能的影响 [J]. 金属热处理, 1992, 17(4): 30-34.
- [5] 张善勇, 隋玉俭. 铸造高温合金的热等静压致密化机理 [J]. 钢铁研究学报, 1984(1): 10-16.
- [6] 王和堂, 田桂琴, 高和才. 采用热等静压技术提高铸件质量和性能 [J]. 纯碱工业, 1995(2): 43-44.
- [7] 熊翔, 黄伯云. 熔铸 TiAl 合金热等静压处理的研究 [J]. 中国有色金属学报, 1995(3): 82-84.
- [8] 呼和. 镍基铸造高温合金的热等静压处理 [J]. 金属学报, 2002, 38(11): 1199-1203.
- [9] 殷凤仕, 袁超, 孙晓峰, 等. 铸造镍基高温合金 M963 的显微组织研究 [J]. 金属热处理, 2011, 36(7): 1-2.
- [10] Panyawat W, Gobboon L, Viyaporn K, et al. Study of effect of HIP and heat treatments on microstructural restoration in cast nickel based superalloy [J]. Journal of Metals, Materials and Minerals, 2005 (15): 69-75.