

热等静压对 In718C 高温合金组织和性能的影响

韩凤奎^{1, 2, 3}, 薛鑫^{2, 3}, 刘蓓蕾^{2, 3}, 吴保平^{2, 3}

(1. 钢铁研究总院高温材料研究所, 北京 100081; 2. 北京钢研高纳科技股份有限公司, 北京 100081;

3. 河北钢研德凯科技有限公司, 河北涿州 072750)

摘要: 以In718C铸造高温合金为研究对象, 观察分析了热等静压前后合金高低倍组织的变化, 研究了热等静压对In718C合金组织结构和性能的影响。结果表明, In718C合金经热等静压后, 铸造疏松缺陷得以基本消除, 合金均匀化程度提高, Laves相、 δ 相得以消除, 主要强化相 γ 的尺寸、数量发生改变。热等静压后需对热处理进行适当调整, 使 γ 相尺寸形貌恢复到最佳状态。

关键词: 热等静压; In718C; 高温合金; γ 相; 性能

热等静压 (HIP) 技术是20世纪50年代中期由美国巴蒂尔 (Battelle) 研究所开发利用的, 其实质是利用高温高压下合金元素的快速蠕变、扩散消除零件内部的缺陷, 研究表明: HIP高温高压环境对材料蠕变和元素扩散的进行十分有利^[1]。经过半个多世纪的研究发展, 目前热等静压技术已成为获得高性能、高稳定性零件的一个重要途径, 在铸造技术领域通过热等静压工艺可以解决铸造过程中一些难以解决的缺陷问题, 例如: 可以均匀化成分偏析, 闭合显微疏松和内部缩孔^[2-6], 使合金组织致密, 从而提高铸件使用性能的可靠性和一致性。

In718C是目前世界上使用量最大的高温合金材料, 采用该材料浇注的铸件正向大型、薄壁、复杂结构方向发展, 这种结构的变化会造成铸件在凝固过程中凝固顺序和溶质析出顺序发生较大的变化, 从而在部分区域不可避免地会导致疏松的产生, 严重时甚至会产生缩孔缺陷, 从而影响铸件质量的稳定性。为避免铸造过程中产生的这种不致密组织影响铸件质量, 提高铸件性能水平的可预测性, 目前航空、航天用大型复杂结构铸件已普遍采用热等静压技术来消除这些铸造缺陷, 提高铸件质量的一致性、稳定性。但同时前期研究也发现: 由于热等静压是在高温高压条件下进行的, 这种高温高压环境在蠕变消除缺陷的同时, 也会加速合金元素的扩散能力, 导致合金组织结构产生一系列的变化, 包括元素的分布、强化相的溶解、聚集和长大等, 影响合金性能。更有甚者, 这种组织结构的变化可能会削弱强化相的强化效果, 影响合金性能^[7]。因此, 在进行热等静压的同时, 有必要开展相应的组织、性能演变研究。

本文以铸造高温合金In718C为研究对象, 研究热等静压对In718C合金组织性能的影响规律。本研究关注热等静压工艺在闭合疏松、致密合金组织的同时, 这种高温高压HIP气氛对In718C合金显微组织和性能的影响规律, 然后通过铸件压后热处理工艺的调整, 回复合金强化相 γ 最佳尺寸形貌, 保证合金保持优异的组织性能。

1 试验材料及方法

合金主要成分为: 19wt% Cr、52wt% Ni、3.0wt% Mo、5.0wt% Nb+Ta、0.5wt% Al、0.9wt% Ti、< 1.0wt% Co, 其余为Fe。试验试样采用 $\Phi 14$ mm标准成形理学试棒, 试样制得采用同炉母合金、相同的浇注工艺制备, 以保证试样铸态组织结构的一致性。然后对制得试样进行热等静压处理, 以达到闭合铸态组织中存在的显

作者简介:

韩凤奎 (1977-), 男, 高级工程师, 硕士, 研究方向为铸造高温合金。电话: 13520869047, E-mail: hanfeng2008bj@163.com

中图分类号: TG143

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977 (2022)

01-0039-05

收稿日期:

2021-07-21 收到初稿,

2021-08-28 收到修订稿。

微疏松和内部缩孔的目的。试验选用HIP工艺为：温度1 165 ℃，压力140 MPa，保压时间4 h，热等静压气氛为氩气；然后采用In718C合金正常的热处理工艺对试样进行热处理，热处理工艺为：(1 095±10) ℃×(1~2) h/空冷或快冷；+(955±10) ℃×1 h/空冷或快冷；+(720±10) ℃×8 h/炉冷(56 ℃/h)→(620±10) ℃×8 h/AC。对比研究试样状态如表1所示。

不同状态试样加工成标准力学测试试样后，采用拉伸、持久试验机测试不同状态试样的力学性能，研究不同状态合金性能的演变规律；采用光学显微镜和扫描电镜对不同状态试样缺陷闭合情况和组织结构演化情况进行分析，研究不同工艺参数下In718C合金中Laves相、 δ 相和碳化物等组织结构形貌的演变；利用透射电镜分析比较不同状态试样强化相 γ'' 的尺寸、分布等变化，研究确定热等静压对合金微观组织和性能的影响规律。

2 试验结果与讨论

2.1 试验结果

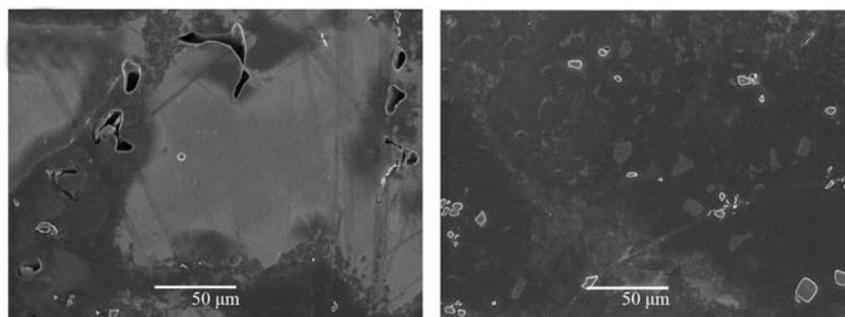
2.1.1 铸造缺陷

对热等静压前后的试样进行解剖、金相分析观察，热等静压对缺陷消除效果如图1所示。未热等静压铸态试样存在多处不致密组织(图1a)，试样中这些显微缺陷尺寸较小，尺度一般不超过100 μm ，但数量较多，在多个金相视场均有发现；而试样经1 165 ℃/140 MPa/4 h热等静压处理后(图1b)，合金中铸态组织发现的孔洞缺陷已不可见，试样组织致密，显微疏松、孔洞等铸造缺陷得以闭合。运用金相定量分析软件对于试样显微疏松等级进行定向标定，分析试样HIP前显微疏松面积约在2%左右，热等静压后In718C合金显微疏松已完全消除，合金致密度提高。

2.1.2 显微组织

(1) 低倍组织

图2为不同状态In718C合金显微组织金相图片。图



(a) 铸态组织形貌

(b) HIP后组织形貌

图1 In718C合金热等静压后和铸态的缺陷比较

Fig. 1 Pore defects of In718C alloys before and after HIP treatment

2a为未经HIP的In718C试样铸态组织，在枝晶间存在大量块状Laves相、针状 δ 相和块状初生MC碳化物，研究表明，这种粗大的Laves相、针状 δ 相的存在是由于试样凝固收缩过程中Nb元素的严重偏析造成的，对合金性能存在不利影响；经1 165 ℃/140 MPa/4 h热等静压后，合金组织中的Laves相、针状 δ 相和块状碳化物已基本不可见(图2b)。由此可见，HIP对于均匀化成分偏析、回溶粗大的Laves相和针状 δ 相起到了很好效果，合金组织得到明显的优化。运用电子探针对合金元素分布情况进行分析可知：合金经HIP后，铸态Nb元素在枝晶间的强偏析状态得到一定的缓解，粗大的Laves相和针状 δ 相基本得以消除。试样C、D分别为合金热处理状态(HT)与HIP+HT态的组织(图2c、d)，由图2c可知：合金经HT后，大量粗大的Laves相和针状 δ 相有效回溶，数量大大减少，但在合金晶界处仍存在部分Laves相和碳化物聚集，晶内亦存在少量块状碳化物，且尺寸都比较大；而合金经HIP+HT后，组织中的大块状Laves相得到基本消除，晶界及晶内的粗大碳化物已回溶，重新以较细小弥散的方式析出，而在晶界及晶内重新弥散析出大量尺寸较小的碳化物，如图2d所示。

(2) 高倍组织(γ'')

In718C合金的主要强化相是 γ'' (其成分主要是 Ni_3Nb)，运用透射电镜对强化相 γ'' (图3)HIP前后的形貌及分布进行分析。未经HIP的合金试样热处理后，枝晶间部位存在大量枣核状 γ'' 强化相，尺寸相对

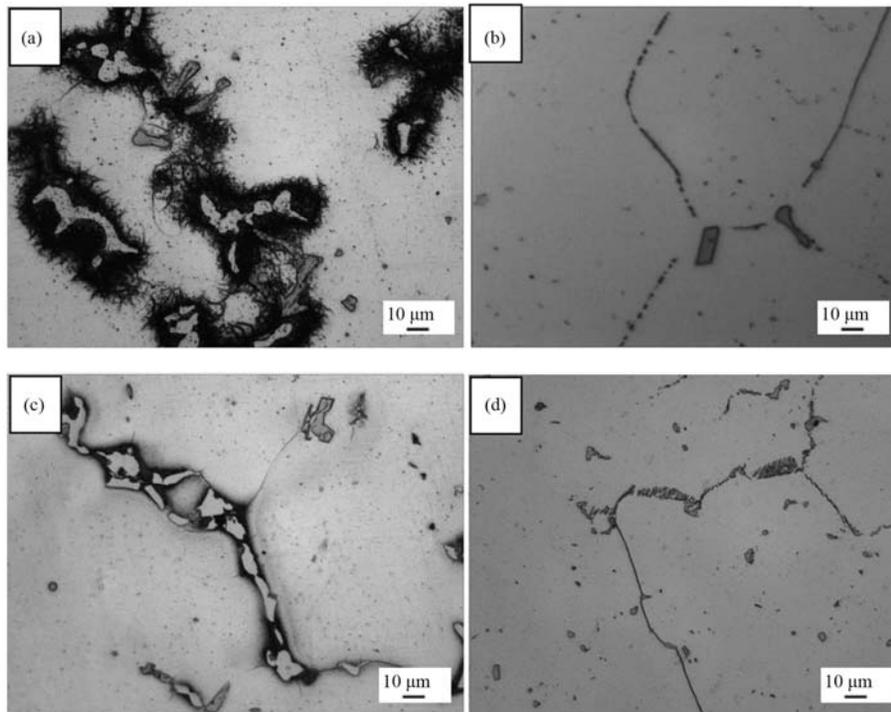
表1 试样状态
Table 1 States of different specimens

试样编号	试样状态
A	铸态
B	铸态+热等静压(HIP)
C	铸态+热处理(HT)
D	铸态+热等静压(HIP)+热处理(HT)
E	铸态+热等静压(HIP)+改型热处理(HT改)

较大(图3a);而合金经HIP+HT后,合金强化相 γ'' 数量明显增多、分布区域更广,但单个 γ'' 相的尺寸相对减小(图3b),强化相 γ'' 尺寸形貌发生较大变化,这可能会对合金的性能产生一定的影响;而若要得到与试样HT态尺寸、形貌一致的 γ'' 强化相,需对热等静压后热处理工艺进行调整,即减缓时效处理冷却速率,以增加 γ'' 析出、长大的时间,使之调整到与热等静压前一致的强化相尺寸和形貌(图3c)。

2.1.3 力学性能

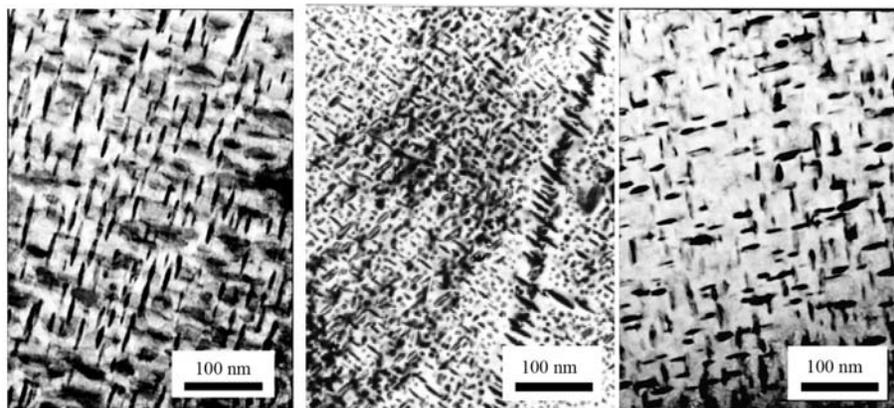
不同状态试样的室温拉伸性能数据如表2所示(数据为3次结果平均值),650 °C/620 MPa持久性能如表3所示(数据为3次测量结果的数据波动区间)。结果表明:经热等静压后采用原热处理制度,In718C合金室温拉伸强度较未热等静压试样有所下降,抗拉和屈服强度都下降约100 MPa,塑性得到显著提高;In718C合金650 °C/620 MPa持久寿命较未HIP急剧下降。对合金



(a) 铸态; (b) HIP态; (c) 热处理态; (d) HIP+热处理

图2 不同状态合金组织

Fig. 2 Micrographs of In718C alloys in different states



(a) HT; (b) HIP+HT; (c) HIP+HT (改型)

图3 合金主要强化相 γ'' 形貌

Fig. 3 Morphologies of main precipitation γ'' phase of In718C super alloys

表2 合金热等静压前后室温拉伸性能比较
Table 2 Comparison of the tensile strengths of In718C alloys before and after HIP treatment at room temperature

工艺	抗拉强度	屈服强度	伸长率	断面收缩率
	/MPa	/MPa	/%	/%
热处理	955	743	19.5	29.5
HIP + 热处理	830	654	38.0	42.6
HIP + 改型热处理 (缓冷)	1 270	1 110	16.0	30.0

表3 合金热等静压前后持久性能比较 (650 °C/620 MPa)
Table 3 Comparison of stress ruptures of In718C alloys before and after HIP treatment at 650 °C and 620 MPa

工艺	持久寿命/h	伸长率/%
热处理	40~60	1~2
HIP + 热处理	8~20	5~6
HIP + 改型热处理 (缓冷)	192~256	3~4

热处理制度进行调整, 减缓热处理后合金冷却速率, 增加强化相 γ'' 析出长大时间, 使之尺寸、形貌回复到未HIP前的热处理状态, 合金性能显著改善, 拉伸性能显著提高, 650 °C/620 MPa持久寿命提高十分明显, 相对于未热等静压态试样, 持久寿命提高了约5倍。

2.2 讨论

In718C合金的主要组成相为: Laves相、针状 δ 相和 γ'' 相和碳化物, 而Laves相、针状 δ 相和 γ'' 相的主要构成元素是强偏析元素Nb, 在铸造过程中, Nb元素主要在枝晶间大量富集。为提高材料性能, In718C合金固溶前需采用均匀化预热处理来缓解元素偏析、减少有害相的存在, 同时通过固溶和时效处理调整强化相 γ'' 的分布、数量以及尺寸形貌至最佳强化状态。

已有研究表明: In718C合金主要强化相 γ'' 溶解温度为770~950 °C^[8], 而本研究采用的热等静压温度远远高于合金主要强化相 γ'' 的溶解温度, 因此铸件采用热等静压处理后, 热等静压在闭合铸件缺陷的同时还加速了元素扩散、均匀了合金微观组织。

根据阿累尼乌斯公式:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

式中: D 为元素扩散系数; D_0 为正常气氛下扩散系数; Q 为扩散激活能; R 为气体常数; T 为温度。

由公式可知, In718C合金经热等静压后, 在长时高温高压气氛下, 元素扩散系数 D 明显增加, 强烈偏析于枝晶间的Nb元素得到较充分的扩散、偏析程度降低, 由于强偏析而产生的Laves相、针状 δ 相等得以有效回溶消除。同时, 由于HIP后, Nb元素偏析得到更大程度的缓解, 因此若HIP后采用原热处理工艺, 由于Nb元素更加均匀化, In718C合金强化相 γ'' 的分布、数量、尺寸形貌等都会较未HIP态存在一定差异, γ'' 形核数量虽增多, 但分散度增大, 而且小的 γ'' 强化相间相互吞食长大动力不足, 造成在后续冷却、时效过程中重新析出的 γ'' 相长大动力不足, 强化相 γ'' 强化相虽数量较多、但尺寸较小, 而对于In718C合金这种沉淀析出强化型高温合金^[9-12], 合金主要强化相 γ'' 的分布、数量、尺寸形貌与合金性能紧密相关, 这种较小尺寸的 γ'' 已不处于强化相的最佳强化状态, 合金性能会有所降低。因此, 若要获得理想的性能数据需对合金热处理进行适当的调整, 使 γ'' 强化相回复到正常热处理态的尺寸和形貌, 以最大程度发挥性能潜力, 合金性能将大大提高, 其650 °C/620 MPa的持久寿命将提高到未HIP试样的5倍。

由以上研究分析可以看出, 热等静压在闭合合金缺陷的同时, 会对合金组织形貌产生一定的影响, HIP后若热处理工艺保持不变, 合金的组织、性能会随之发生变化, 因此对于合金铸件工艺的调整需进行相应的组织、性能演化规律研究, 并据此进行适当的调整, 以保证在控制、减少某种缺陷的同时, 不引发其他不利的影 响, 保证合金组织形貌处于最佳强化状态。

3 结论

(1) In718C合金经1 165 °C/140 MPa/4 h热等静压后, 可有效封闭试样中的疏松和缩孔等显微缺陷。

(2) In718C经HIP后, 合金中的元素偏析可有效缓解, 组织中块状Laves相和针状 δ 相等得到有效回溶。

(3) In718C合金经HIP+热处理后, 其主要强化相 γ'' 分布、数量、尺寸大小相对于铸态+热处理后的尺寸较小、但数量增多、分布更广, 合金性能受到较大影响。

(4) In718C合金经HIP后, 需对热处理制度进行适当调整, 使 γ'' 回复最佳强化状态, 合金性能将大大提高, 充分发挥HIP的作用。

参考文献:

- [1] 黄荣芳, 马军, 杨金庆. 热等静压对K17铸造高温合金 σ 相析出的影响[J]. 机械材料工程, 1989(5): 9-11.
- [2] 赵京晨, 燕平. 热等静压处理对K4169合金的改善作用[J]. 钢铁研究学报, 2003(z1): 200-203.
- [3] WOULD S M, BENSON H. Development of a conventional fine grain casting process in superalloy[C]// 1984: 3-12.
- [4] BOUSE G K, BEHRENDT M R. Mechanical properties of microcast-X alloy 718 fine grain investment castings[C]// Superalloys, 1989.
- [5] BRINEGAR J R, NORRIE L F, ROZENBERG L. Microcast-X fine grain casting: a progress report[C]// Superalloy, 1984: 23-32.
- [6] GENEUREUX P D, PAULONIS D F. Processing of high strength superalloy components from fine grain ingot in superalloys[C]// 1988: 535-544.
- [7] 周治生. K17铸造镍基高温合金热等静压后热处理的研讨[J]. 钢铁, 1990(12): 53-58.
- [8] 《中国航空材料手册》编辑委员会. 中国航空材料手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 2002.
- [9] CHESTER T S, WILLIAM C H. The superalloys [M]. New York: JohnWiley&Sons, 1972.
- [10] CHESTER T S, NORMAN S S, WILLIAM C H, et al. Superalloys II [M]. New York: JohnWiley&Sons, 1987.
- [11] MATTHEW J D, STEGHEN J D. Superalloys: a technical guide, second edition [M]. MaterialsPark: ASM International, 2002.
- [12] DEANTONIO D A, DUHL D, HOWSON. ASM handbook: vol.4 [M]. Materials Park: ASM.

Effect of HIP on Microstructure and Properties of In718C Superalloy

HAN Feng-kui^{1,2,3}, XUE Xin^{2,3}, LIU Bei-lei^{2,3}, WU Bao-ping^{2,3}

(1. Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China; 2. Gaona Aero material Co., Ltd., Beijing 100081, China; 3. Gangyan-Dekai Co., Ltd., Zhuozhou 072750, Hebei, China)

Abstract:

In this paper, the influence of hot-isostatic pressing (HIP) on the microstructure and properties of In718C was studied. The results showed that after the HIP, the casting porosity defect was basically eliminated, the homogenization degree of the alloy was improved, Laves phase and δ phase were eliminated, and the size and quantity of γ'' phase were changed. After the HIP, it is necessary to adjust the heat treatment to make the γ'' reach the appropriate size and shape.

Key words:

HIP; In718C; superalloy; γ'' phase; properties