

# 粉末 GH4169 合金中的原始颗粒边界问题

赵 丰<sup>1</sup> 姚草根<sup>1</sup> 范开春<sup>2</sup> 黄国基<sup>1</sup>

(1 航天材料及工艺研究所,北京 100076)

(2 中国三江航天集团设计所,武汉 430040)

**文 摘** 探讨了粉末 GH4169 高温合金中的原始颗粒边界的形成机理、其对合金组织性能的影响以及消除措施等。结果表明:粉末 GH4169 合金中原始颗粒边界组织主要由 MC 碳化物构成,而在粉末成型前进行预热处理可以有效抑制原始颗粒边界组织的生成,提高合金综合性能。

**关键词** 粉末 GH4169,原始颗粒边界,预热处理

## Prior Particle Boundary Precipitation in Powder Metallurgy GH4169

Zhao Feng<sup>1</sup> Yao Caogen<sup>1</sup> Fan Kaichun<sup>2</sup> Huang Guoji<sup>1</sup>

(1 Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

(2 Designing Institute of China Sanjiang Space Group, Wuhan 430040)

**Abstract** The mechanism of prior particle boundary (PPB) and its effects on microstructures and mechanical properties in powder metallurgy GH4169 are discussed, meanwhile the measures on minimizing PPB precipitation has been analyzed. The result indicate that MC carbide is the major constituent of previous particle boundary, and the powder metallurgy GH4169 shows better property with powder pre-heat treatment.

**Key words** Powder metallurgy GH4169, Prior particle boundary, Pre-heat treatment

### 0 引言

GH4169 高温合金因其良好的综合性能和服役特性在航空航天领域得到了广泛的应用。随着工业技术发展对材料生产加工的工艺性、经济性要求的提高,传统锻铸生产方式中存在的问题正在成为生产高性能 GH4169 合金部件的瓶颈。而粉末冶金技术作为材料与构件成形一体化的新技术,具有材料利用率高、成本低、组织均匀细小、可实现净近成型等特点,可以解决高温合金铸锻件凝固偏析严重、热加工性能差、成形困难等问题,是发展高性能低成本的复杂结构高温合金构件的重要工艺方法之一<sup>[1-3]</sup>。

高温合金具有成分复杂、合金化程度高的特点,在制粉和粉末处理过程中粉末表层会存在一定的元

素偏析,并生成氧化物和碳化物质点<sup>[4]</sup>。这些部位在粉末成型工艺过程中会阻碍金属颗粒之间的扩散与连接,并成为第二相颗粒的优先析出区域,导致合金组织中保留有未变形的颗粒形貌,形成沿颗粒边界分布的缺陷组织,即原始颗粒边界(PPB)。本文针对粉末 GH4169 高温合金中的 PPB 问题,探讨了其形成机理、对合金性能的影响以及消除措施等。

### 1 实验

#### 1.1 原材料

GH4169 粉末通过等离子旋转电极法(PREP)制备,其主要化学组成见表 1。粉末颗粒粒径为 50 ~ 150 μm。粉末 GH4169 经装包套、真空高温除气、封焊后,采用热等静压(HIP)工艺成形。

表 1 GH4169 合金粉末化学成分

Tab.1 Chemical composition of GH4169 powder

wt%

C	Cr	Al	Ti	Nb	Mo	Fe	Ni	N	H	O
0.03	18.45	0.68	1.06	4.86	2.89	19.94	Bal.	0.0082	0.0010	0.0034

#### 1.2 测试分析方法

使用光学显微镜和扫描电子显微镜(SEM)对合金的微观组织进行观察和分析。同时,对合金的室

温、高温拉伸和持久性能进行测试和分析,并观察研究其断口形态。

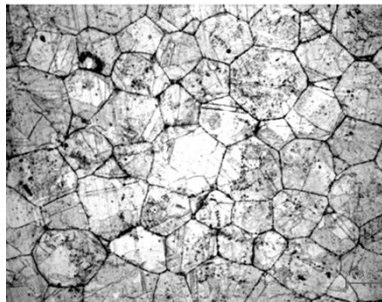
### 2 结果及分析

收稿日期:2011-11-21

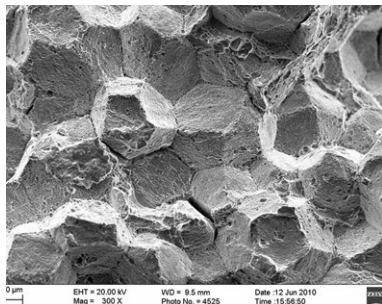
作者简介:赵丰,1985 年出生,硕士,主要从事粉末高温合金的研究。E-mail:fengzhao@live.com

## 2.1 原始颗粒边界

图1是具有典型原始颗粒边界组织特征的粉末GH4169合金微观组织,从图1(a)中可以看到,合金晶粒尺寸与原始粉末颗粒尺寸相近,且保留有尚未充分变形的粉末颗粒形貌,这表明了在成型过程中没有出现明显的再结晶现象。粉末在HIP成型过程中虽然受压变形,但由于粉末颗粒表面的组织阻碍了晶界的迁移,才形成了这种不充分变形的组织。从图1(b)可见断裂破坏主要沿颗粒边缘发生。这是由于PPB组织网络的塑性较差<sup>[5]</sup>,在受力变形时不能与金属基体的变形相协调,从而产生位错堆积和应力集中,最终在PPB析出物和基体界面处形成空洞,产生裂纹源,最终导致颗粒边界的结合力变弱,并成为断裂界面。对粉末GH4169合金的组织性能分析表明,合金中的PPB会严重影响材料塑性,导致沿PPB组织的脆性断裂。



(a) 晶粒组织



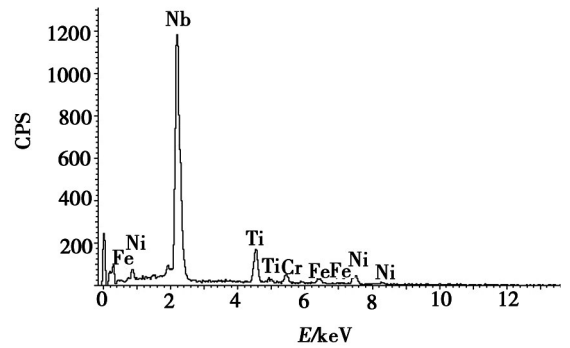
(b) 室温拉伸断口,伸长率 $\delta=3.2\%$

图1 粉末GH4169合金中的PPB组织

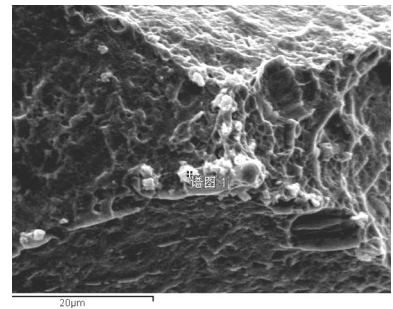
Fig.1 Prior particle boundary precipitation in PM GH4169

根据文献[6-7],粉末高温合金中的PPB组织主要由碳化物、大尺寸 $\gamma'$ 相和少量氧化物或碳氧化物组成,各相具体含量与合金成分和粉末的制备工艺有关。该GH4169合金粉末采用PREP工艺制备,可以有效控制粉末中的气体含量,从表1可以看到粉末中氧含量仅为0.0034%,因此可以基本排除产生PPB组织的原因中氧的影响。图2和表2是对拉伸断口表面的质点的观察及XRD分析结果。能谱分析结果可知导致脆性断裂的PPB组织富含Nb、Ti元素,显微形貌的SEM观察也显示界面析出物基本为块状或颗粒状,因此可以判断PPB组织基本为MC型碳化物。MC碳化物在晶界的偏析会大量消耗 $\gamma'$ 和 $\gamma''$ 强

化相形成元素Ti、Nb,减少晶内强化相的析出,从而降低合金强化效果。所以GH4169合金内PPB组织对性能的影响不仅体现在塑性,也会导致合金整体强度和持久性能的不稳定。



(a) 能谱分析



(b) 微观形貌

图2 原始颗粒边界显微组织及EDS分析

Fig.2 Microstructure and composition analysis of prior particle boundary

表2 原始颗粒边界附近的化学成分

Tab.2 Chemical composition of PPB precipitation

wt%				
Ti	Cr	Fe	Ni	Nb
10.1	3.5	2.5	6.4	余量

## 2.2 粉末预热处理对合金组织性能的影响

PPB组织中MC相有两种来源:(1)在PREP制粉过程中快速凝固从而在颗粒表面大量析出的一次MC碳化物;(2)在后续的HIP成型和热处理工艺过程中由基体析出或由其它相转变而来的二次MC碳化物,并且第2种MC碳化物会在存在元素偏析和碳氧化物界面的粉末颗粒表面优先形核析出<sup>[8]</sup>,因此抑制PPB组织形成的方法在于消除一次MC碳化物。

图3是通过热力学计算软件得到该成分GH4169合金平衡相图,可见1040℃以上,合金组织只包含奥氏体基体和MC相,而MC相的完全固溶温度达到了1296℃,通过固溶完全消除MC相的可能性不大。考虑到快速凝固的粉末内部存在大量空位,其表面元素有向内扩散的趋势。可通过HIP前对粉末进行预热处理,减少MC形成元素在表面的偏析,从而在成型过程中使粉末表面和内部形成MC相的均匀平衡

分布<sup>[9]</sup>。高温热处理同时还可减少粉末颗粒边界的碳化物和氧化物物质点数量,使其不能成为形核区域,抑制或消除 PPB 组织的生成。从而使晶界可以在后续的 HIP 过程中发生迁移作用,改变原始的颗粒分界面形貌,更加利于形成同变形合金类似的等轴晶。

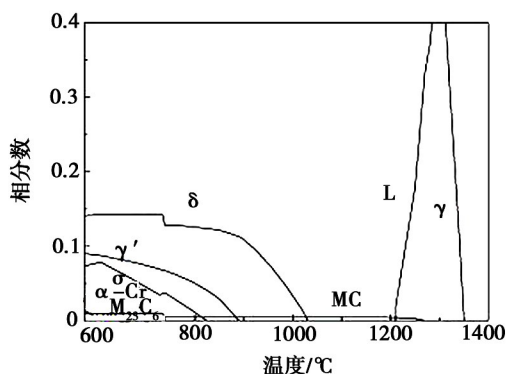
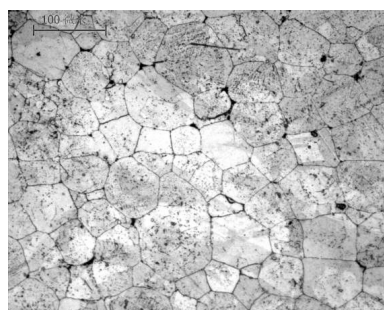
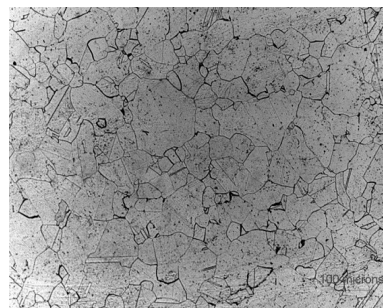


图3 GH4169 合金热力学平衡相图  
Fig.3 Thermodynamic equilibrium phase diagram of GH4169

图4 是直接 HIP 成型和预热处理+HIP 两种工艺制备的合金的晶粒组织。



(a) 直接 HIP



(b) 预热处理+HIP

图4 不同工艺成型的粉末 GH4169 合金组织  
Fig.4 Microstructure of PM GH4169 prepared by different processes

从图4 可见在预热处理后合金组织中的 PPB 基本消失,晶粒在 HIP 成型中得到了充分的变形,并产生了再结晶组织。表3 对比了这两种合金的主要力学性能,在无预热处理时,由于合金内存在大量 PPB 组织,其塑性较差,而预热处理明显改善了合金塑性,基本消除了 PPB 对合金主要性能的影响。其中室温和高温拉伸中合金塑性的变化是值得注意的,在 PPB 影响占主导地位时,合金高温塑性较室温塑性高,这是由于在高温下合金基体强度变低,其产生的变形一定程度上松弛了 PPB 附近的应力集中,从而延缓了裂纹源的扩展,增大了断裂前的塑性变形。而在 PPB 被抑制时,高温下的塑性却比室温塑性低,这则是由高温下晶界组织的强度弱化,使断裂优先发生在晶界附近,所产生的变形量小导致的。但仍不能完全排除 PPB 组织在高温下合金沿晶界断裂中的影响,对于这些现象还需要进一步的研究。

表3 不同工艺成型的粉末 GH4169 合金拉伸性能

Tab.3 Comparison of PM GH4169 tensile properties between different processes

制备方式	室温				800°C			
	$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\delta$ /%	$\psi$ /%	$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\delta$ /%	$\psi$ /%
直接 HIP	1260	1120	3.5	2.0	700	630	6.5	9.0
预热处理+HIP	1245	998	30.0	36.5	708	660	19.0	22.5

### 3 结论

(1) 在粉末氧含量较低时(小于 0.0080%),粉末 GH4169 合金中的原始颗粒边界组织主要由 MC 碳化物构成。PPB 的存在会导致合金受力时出现脆性断裂,影响塑性和拉伸性能。

(2) 采用粉末预热处理工艺可减少碳化物在粉末表面的聚集,抑制 PPB 组织的产生,提高合金性能。

#### 参考文献

[1] Raisson G. Evolution of PM nickel base superalloy processes and products[J]. Powder Metallurgy, 2008, 50(1):10-13  
 [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] 胡本芙,刘国权,贾成厂,等. 新型高性能粉末高温合金的研究与发展[J]. 材料工程, 2007(2):49-53  
 [4] Chen H M, Hu B F, Li H Y. Surface characteristics of rap-

idly solidified nickel-based superalloy powders prepared by PREP [J]. Rare Metals, 2003, 22(4):309-314

[5] Rao G, Kumar M, Srinivas M, et al. Effect of standard heat treatment on the microstructure and properties of hot isostatically pressed superalloy Inconel 718[J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 355:114-125

[6] 刘明东,张莹,刘培英,等. FGH95 粉末高温合金原始颗粒边界及其对性能的影响[J]. 粉末冶金工业, 2006, 16(3):4-8

[7] 赵军普,陶宇,袁守谦,等. 粉末冶金高温合金中的原始颗粒边界(PPB)问题[J]. 粉末冶金工业, 2010, 20(4):43-49

[8] 胡本芙,陈焕铭,宋铎,等. 镍基高温合金快速凝固粉末颗粒中 MC 型碳化物相的研究[J]. 金属学报, 2005, 41(10):1042-1046

[9] 毛健,俞克兰,周瑞发. 粉末预热处理对 HIP René 95 粉末高温合金组织的影响[J]. 粉末冶金技术, 1989, 7(4):213-219

(编辑 任涛)