# 粉末镍基高温合金 FGH4586 组织和性能的研究

### 常 健 吕宏军 姚草根

(航天材料及工艺研究所,北京 100076)



摘要:对粉末镍基高温合金FGH4586采用不同热等静压工艺成形后的力学性能进行测试, 并对其显微组织进行分析。结果表明,对于 FGH4586 粉末冶金镍基高温合金,采用 1200℃、 140MPa 保温 3h 的热等静压成形,合金完全致密,密度达到 8.38g/cm<sup>3</sup>,能够使碳化物在合 金晶内和晶界均匀析出,获得均匀的组织和较佳综合力学性能的合金。 关键词:粉末高温合金 FGH4586;热等静压;显微组织;性能

## Research on Microstructure and Properties of P/M Superalloy FGH4586

Chang Jian Lv Hongjun Yao Caogen

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

**Abstract:** The microstructure and properties of the P/M superalloy FGH4586 by different HIPed are studied. The results show that the alloy can be completely dense as 8.38g/cm<sup>3</sup> after 1200°C/140MPax3h HIPed and achieve the better mechanical property with evenly distributed microstructure.

Key words: P/M Superalloy FGH4586; hot isostatic pressing; microstructure; properties

#### 1 引言

航天发动机用高温合金的粉末冶金热等静压成 形技术的研究已经开展了四十多年<sup>[1]</sup>。粉末冶金技术 作为实现低成本、近净成形、材料与结构成形一体化 的新技术,具有材料利用率高,组织细小均匀等特点, 还能降低检测和维修成本,延长疲劳寿命。该种成形 方式尤其适用于受传统加工工艺和环境兼容性限制 的高温合金和生产效率较低,性能、寿命和可靠性要 求较高的液体燃料火箭发动机用材料,粉末高温合金 热等静压成形更为可重复使用运载火箭技术和空间 运输系统提供了可靠的技术保障,是目前国内外镍基 高温合金材料制备与成形的研究热点<sup>[2,3]</sup>。俄罗斯的 粉末冶金技术开发早、技术成熟,在火箭发动机中大 量采用,欧美的新一代液体火箭发动机也普遍采用了 粉末冶金工艺制造涡轮泵关键零件。相比之下,我国 的粉末冶金制造工艺虽然作了很多的基础研究工作, 但无论是航空还是航天领域都还没有真正的实际应用,距离可重复使用液体火箭发动机的工程应用还有相当的距离。本文主要对目前我国航天发动机常用的 镍基高温合金 GH4586 采用粉末冶金热等静压成形后 组织和性能进行研究。

#### 2 试验材料和试验方法

#### 2.1 实验材料

表1 等离子旋转电极法制备 GH4586 合金粉末

化学成分(质量分数%)

元素	Cr	Ti	Al	W	Mo	Mg	Co	Fe	Mn
成分	19.46	3.47	1.79	3.58	7.98	0.003	12.41	0.16	0.01
元素	S	Si	В	Р	С	Ν	Н	0	
成分	0.002	0.10	0.010	0.009	0.06	0.0021	0.0006	0.0035	

作者简介:常健(1982-),工程师,材料学专业;研究方向:粉末高温合金。 收稿日期:2014-01-16

采用粉末等离子旋转电极法(PREP)制备的镍 基高温合金 GH4586 球形合金粉末,其化学成分见表 1。对 100 目以下的 GH4586 合金粉末使用 MASTERSIZER2000 粒度分析仪进行粒度分析, 粒度 分布结果如图1所示。



图1 GH4586 合金粉末粒度分布曲线



图 2 镍基高温合金 GH4586 粉末扫描形貌



图 3 镍基高温合金 GH4586 粉末金相组织

图 2 所示为镍基高温合金 GH4586 粉末扫描电镜 图像,图 3 所示为镍基高温合金 GH4586 粉末金相显 微镜图像。从图 2 中可以看出通过旋转电极法制得的 镍基高温合金 GH4586 粉末颗粒尺寸均匀,但也存在 一小部分椭球形及不规则形状的粉末颗粒。从图3可 以发现颗粒中以树枝晶为主,部分颗粒之间存在粘 连,并且粘连处也是树枝晶形貌。

## 2.2 实验方法

采用扫描电镜和金相显微镜对 GH4586 合金粉末 颗粒形貌和组织进行观察。试验采用旋转电极法制备 的 50~150µm 的 FGH4586 合金粉末,并对其进行预 处理后,在 1100℃、1180℃、1200℃和 1240℃四个 温度进行热等静压成形,压制压力 140MPa,压制时 间 3h。对不同热等静压工艺的 FGH4586 合金的密度、 力学性能进行测定,并使用金相显微镜、扫描电镜和 透射电镜对合金组织进行观察研究。

## 3 试验结果及分析

### 3.1 热等静压工艺对 FGH4586 合金密度的影响

对热等静压后的试样使用浮力法进行了密度测试(测试天平精度 1/10000),结果如表 2 所示。

表 2 不同热等静压温度的 FGH4586 合金密度

编号	1# (1100°C/3h/140MPa)	2# (1180°C/3h/140MPa)	3# (1200°C/3h/140MPa)	4# (1240℃ /3h /140MPa)	理论密度
密度/g·cm <sup>-3</sup>	8.36	8.38	8.38	8.37	8.36~8.38

从表 2 的测试结果看出, 在温度 1100℃、1180℃、 1200℃和 1240℃, 压力 140MPa 下热等静压 3h 的 FGH4586 合金密度几乎相同, 合金均能达到完全致密 状态, 合金平均密度达到 8.38g/cm<sup>3</sup>。

3.2 热等静压工艺对 FGH4586 合金力学性能的影响 对合金采用不同热等静压制度成形后,进行统一

制度的热处理,并测试其力学性能,结果如表3所示。

## 表3 不同热等静压温度的FGH4586合金的力学性能

试样 编号	HIP/°C	RP0.2/GPa	Rm/GPa	A/%	Z/%
1#	1100	1.08	1.35	7.5	13.1
2#	1180	1.15	1.42	9	13
3#	1200	1.13	1.44	12.9	17
4#	1240	1.04	1.13	2.5	5.9

由表3可知,随着热等静压温度从1100℃升高到 1200℃,合金的强度和塑性也逐渐升高,并在 3#出现 强度与塑性的最大值,但随着热等静压温度的继续升

> 2#试样 1#试样 b а

c 3#试样 d 4#试样 图 4 不同热等静压温度的 FGH4586 合金拉伸断口

图4所示为不同热等静压制度成形的镍基高温合 金 FGH4586 室温拉伸断口形貌。由图可知,经过 1100℃热等静压的 1#试样为穿晶断裂和沿 PPB 断裂 的混合断口,在 PPB 断裂的颗粒表面发现部分枝晶组 织仍然存在。与 1#相比, 经过 1180℃热等静压的 2# 沿 PPB 断裂数量降低,穿晶断口处的韧窝组织数量增 加,这与表 3 中 2#试样塑性稍好于 1#试样的结论一



a 1#试样

致。3#试样的宏观断口较平整无起伏,颗粒几乎全部 表现为穿晶断裂, 韧窝组织明显、均匀, 说明 1200℃ 热等静压能够较好的成形合金并获得均匀的组织, 使 该热等静压温度下的合金具有较佳的力学性能。4#试 样宏观断口具有一定起伏,主要表现为沿 PPB 断裂, 断口处的颗粒变形不明显。



高,4#的强度和塑性却明显降低。

3.3 热等静压工艺对 FGH4586 合金微观组织的影响

b 2#试样



c 3#试样



d 4#试样 图 5 不同热等静压温度的合金金相

图 5 所示为不同热等静压制度成形的镍基高温合 金 FGH4586 金相组织照片。由图中可以看出,合金 宏观上组织均匀,无宏观偏析存在。1100℃热等静压 的 1#试样晶内存在较多的残余枝晶组织形成的碳化 物。相比 1100℃热等静压的合金,1180℃热等静压的 2#试样的残余枝晶组织大量减少,晶界上分布着链状 连续的小尺寸碳化物。经过 1200℃热等静压的 3#试 样,残余枝晶组织形成的碳化物完全消失,晶内和晶 界处的碳化物尺寸接近且分布均匀。与其他制度相 比,1240℃热等静压的 4#试样由于热等静压温度较 高,合金中的碳化物回溶,在随炉冷却过程中大量碳 化物优先在能量较低、空位数较多的位置析出,最终 导致碳化物主要集中分布在 PPB 和晶界上。



图 6 直接热等静压的合金析出相形貌及其能谱图 (TEM)

图 6 为经过 1200℃热等静压的 3#试样的碳化物 形貌及能谱图。对图中原始颗粒边界处薄片状析出相 进行能谱分析,确定该析出相为 TiC,在能谱图中还 发现元素氧的存在,推断原始颗粒边界是钛的氧碳化 合物,与 DAHLEN 推断其为 Ti(C, N, O)一致<sup>[4]</sup>。

分析认为,热等静压后的 FGH4586 合金表面就 是以碳氧化合物 TiC<sub>1-x</sub>O<sub>x</sub> 为核心形成大量薄片状 TiC,这些连续分布的碳化物形成颗粒边界薄膜,弱 化了粉末颗粒之间的结合力。虽然有部分大块的 MC 在固溶或时效过程中发生了生成 M<sub>6</sub>C 或 M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>的反 应,但仍有大量的 MC 在晶界或原始颗粒边界上存在, 导致碳化物在合金晶内和晶界上的分布不同对合金 力学性能产生影响。因此,对于粉末镍基高温合金 FGH4586,过高和过低的热等静压温度都将影响合金 的力学性能,而经过 1200℃、140MPa 保温 3h 的热 等静压成形,能够获得均匀分布的碳化物,有效强化 合金基体和晶界,从而获得较佳的综合力学性能。

#### 4 结束语

a. 粉末镍基高温合金 FGH4586 使用等离子旋转 电极法(PREP)制备的球形合金粉末,有较好的球 形度,表面光滑完整。 b. 对于 FGH4586 粉末冶金镍基高温合金,采用 1200℃、140MPa 保温 3h 的热等静压成形,合金完全 致密,密度达到 8.38g/cm<sup>3</sup>,能够使碳化物在合金晶内 和晶界均匀析出,获得均匀的组织和较佳综合力学性 能的合金。

c. 热等静压后的 FGH4586 合金原始颗粒边界处 以碳氧化合物 TiC<sub>1-X</sub>O<sub>X</sub> 为核心形成大量薄片状 TiC, 弱化了粉末颗粒之间的结合力,降低合金力学性能。

#### 参考文献

- Bampton C, Goodin W, Dam T V, et al. Net-Shape HIP powder metallurgy components for rocket engines. Rocketdyne Propulsion & Power, The Boeing Company
- 2 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. 材料工程,2007(2):49~53
- 3 Seliverstov D, Samarov V, Kratt E, et al. Development and manufacturing of "Net Shape" critical rotating parts for rocket propulsion systems from Ni-Base superalloy. 35th AIAA/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference and Exhibit 20-24 June 1999
- 4 Ingesten N G, Warren R, Winberg L. The nature and origin of previous particle boundary precipitates in P/M superalloy. High Temperature Alloy for Gas Tubine 1982. R Brunetandm, D Coutsouradis, T B Gibbons, et al. London: D Reidel Publishing Company