



高温均匀化对 GH4710 镍基合金组织及性能的影响

高首磊¹, 徐晓卫², 张宏¹, 王立¹

(1 大冶特殊钢有限公司, 黄石 435001; 2 上海新力动力设备研究所, 上海 201100)

摘要:对真空感应+真空自耗双联工艺冶炼的 GH4710 镍基合金铸锭进行两段式高温均匀化热处理, 采用金相显微镜观察了热处理前后铸锭的微观组织和晶粒尺寸, 利用扫描电镜、电子探针热处理前后铸锭中合金元素的分布及含量进行测定, 计算了铸锭不同部位各种元素的偏析指数。研究表明, 采取 $(1\ 150\pm 10)^{\circ}\text{C}\times 30\ \text{h}-(1\ 200\pm 10)^{\circ}\text{C}\times 50\ \text{h}$ 的二阶段热处理工艺, 有效消除了 GH4710 镍基合金铸锭组织中的共晶相, 降低了铸锭成分偏析, 显著提高锻造棒材的力学性能。在 $980\ ^{\circ}\text{C}$, $120\ \text{N}/\text{mm}^2$ 的试验条件下, 持久性能达到了 126、134 h, 较铸锭未均匀化生产的 53、74 h, 提高了一倍左右, 持久伸长率也提高了 50% 以上。

关键词:GH4710 镍基高温合金; 共晶相; 均匀化; 枝晶偏析

DOI:10. 20057/j. 1003-8620. 2022-00206 **中图分类号:**TG156

Effect of High Temperature Homogenization on Microstructure and Properties of GH4710 Nickel Base Alloy

Gao Shoulei¹, Xu Xiaowei², Zhang Hong¹, Wang Li¹

(1 Daye Special Steel Co., Ltd., Huangshi 435001, China; 2 Shanghai Xinli Power Equipment Research Institute, Shanghai 201100, China)

Abstract: GH4710 nickel base alloy ingots, melted by VIM plus VAR, were subjected to trails of two-stage high-temperature homogenizing heat treatments, the microstructure and grain size of the ingots before and after heat treatment were analyzed by metallographic microscope. the distribution and content of alloy element in the ingot before and after heat treatment were evaluated by scanning electron microscope and electron probe, as well as to calculate the segregation index for alloying elements in different positions of ingots. Test result verified that, the two-stage homogenizing heat treatment at $(1\ 150\pm 50)^{\circ}\text{C}\times 30\ \text{h}-(1\ 200\pm 10)^{\circ}\text{C}\times 50\ \text{h}$, it could significantly eliminate the eutectic phase in the structure of GH 4710 ingot and reduce the element segregation in the ingot, and the mechanical properties of the forged bar are improved significantly. Under the test conditions of $980\ ^{\circ}\text{C}$, $120\ \text{N}/\text{mm}^2$, the persistence performance reached 126 h and 134 h, which was about double improvement compared with 53 h and 74 h of un-homogenizing heat treatment production. The persistent elongation rate has also increased by more than 50%.

Key Words: GH4710 Nickel Base Superalloy; Eutectic Phase; Homogenizing Heat Treatment; Dendritic Segregation

GH4710 合金(Udimet710), 是一种高 Al、Ti 含量的难变形镍基高温合金, 主要强化元素 Al、Ti, 合计含量高达 7.5%, γ' 强化相含量达到 45%~50%, 具有良好的拉伸强度、高温持久和疲劳性能, 特别是在 $900\ ^{\circ}\text{C}$ 以上服役具有较高的强度、抗氧化性能和组织稳定性, 主要用于制造高负荷发动机涡轮盘、叶片, 也可制造整体燃气涡轮转子^[1-2]。由于 GH4710 合金化程度非常高, 熔炼过程中元素偏析严重, 极易产生元素偏聚形成脆性共晶相组织, 对铸锭的热加工性能和成品性能带来不良影响^[3-4]。国内学者针对其他牌号的高温合金偏析的研究有一些论述, 但针对 GH4710 合金铸锭偏析研究的很少, 并且也没有对偏析程度给出定量分析, 缺乏数

据支持, 通过对 GH4710 镍基合金铸锭采取高温均匀化热处理, 用定量的分析方法给出了改进效果, 对 GH4710 镍基合金及其他同类型的高温合金的铸锭偏析消除有很强的指导作用。

1 试验材料及方法

1.1 试验材料

试验用 $\phi 508\ \text{mm}$ 的 GH4710 镍基合金铸锭由真空感应熔炼(VIM)+真空自耗重熔(VAR)双联工艺冶炼, 主要元素化学成分见表 1。在铸锭的头部取观察纵向的低倍试片, 并在纵向低倍片心部、1/2 半径($R/2$)、边缘采用线切割方式切取多个 $10\ \text{mm}\times 10\ \text{mm}\times 15\ \text{mm}$ 的小试样块进行高温均匀化试验。

表1 GH4710镍基合金主要元素的化学成分(质量分数)
Table 1 Chemical composition of main elements in GH4710 nickel base alloy %

C	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	B	Zr	Ni
0.055	16.87	14.54	1.51	3.03	2.39	4.96	0.019	0.031	基

1.2 热处理及相关检测试验方案

对GH4710铸锭试样进行两段式高温均匀化热处理,阶段一:以20 °C/min的速率从1 000 °C缓慢升温至(1 150±10)°C保温30 h;阶段二:以80 °C/min的速率快速升温到(1 200±10)°C保温50 h。

用光学显微镜、扫描电镜对热处理前后试样的枝晶形貌、高倍组织进行观察,采用电子探针对各试样中不同合金元素的分布及含量进行测量及计算。

对高温均匀化和未均匀化的铸锭以相同的锻造工艺进行锻造后,在两种锻棒的头部切出100 mm长的锻棒,将锻棒加工成标准为25 mm的棒状拉伸试样以及光滑持久试样,测出两种锻棒的室温拉伸性能和在980 °C, 120 N/mm²应力下的高温持久性能。

2 试验结果与讨论

2.1 均匀化热处理的作用机理

2.1.1 均匀化扩散热力学原理

由于GH4710铸锭存在严重的凝固偏析,且大量微量元素的存在又加重了这种偏析,同时在最后凝固的枝晶间区域还存在低熔点有害相。均匀化热处理可以使枝晶间的低熔点相在高温下回溶,然后在化学位梯度的驱动力下扩散。从热力学考虑,扩散的根本驱动力在于合金中不同区域存在元素或低熔点相的化学位梯度,而化学位梯度就是一种

化学驱动力,使得原子或低熔点相质点在化学驱动力的作用下从化学位高的区域向化学位低的区域扩散^[5]。

下坡扩散^[5]即菲克第一定律描述的扩散现象表明,由于GH4710各个合金元素在基体相中的扩散系数不同,在凝固相转变过程中存在严重的凝固偏析,即合金元素在基体不同的区域存在浓度梯度,当合金重新高温加热后,高温条件下合金中的质点热运动加剧,从而从浓度高的区域向浓度低的区域扩散。因此,当合金成分一定的情况下,扩散激活能为定值,那么影响扩散系数的关键因素就是温度,温度越高,扩散系数越大,扩散均匀所需的时间就越短。

2.1.2 GH4710合金及其均匀化热处理时相的变化

采用Thermo-calc软件计算的GH4710合金平衡相图如图1所示(化学成分按中限计算)。

从图1(a)、(b)可以看出, GH4710合金平衡组织主要由 γ 相基体、 γ' 相、碳化物MC、 $M_{23}C_6$ 、硼化物 M_3B_2 、 MB_2 及 μ 相、 σ 相等组成,如图1(a)所示。合金中主要析出相的理论回溶温度可以从图1(b)中看出来, γ' 相的回溶温度为1 149 °C,碳化物MC的回溶温度为1 315 °C, $M_{23}C_6$ 的回溶温度为978 °C, M_3B_2 的回溶温度大约1 060 °C, MB_2 的回溶温度大约为1 260 °C。 μ 相、 σ 相回溶温度较低,约是600 °C和900 °C。合金的液相线约在1 260 °C附近。

在试验所选的热处理工艺下,通过第一段均匀化热处理,使GH4710合金中的 γ' 相、 μ 相、 σ 相, $M_{23}C_6$ 、 M_3B_2 相和 γ 与 γ' 共晶缓慢的回溶到 γ 相基体中,并减小一次碳化物尺寸,促使其产生球化,避免局部应力集中^[6-7]。通过第二阶段的高温长时扩散,

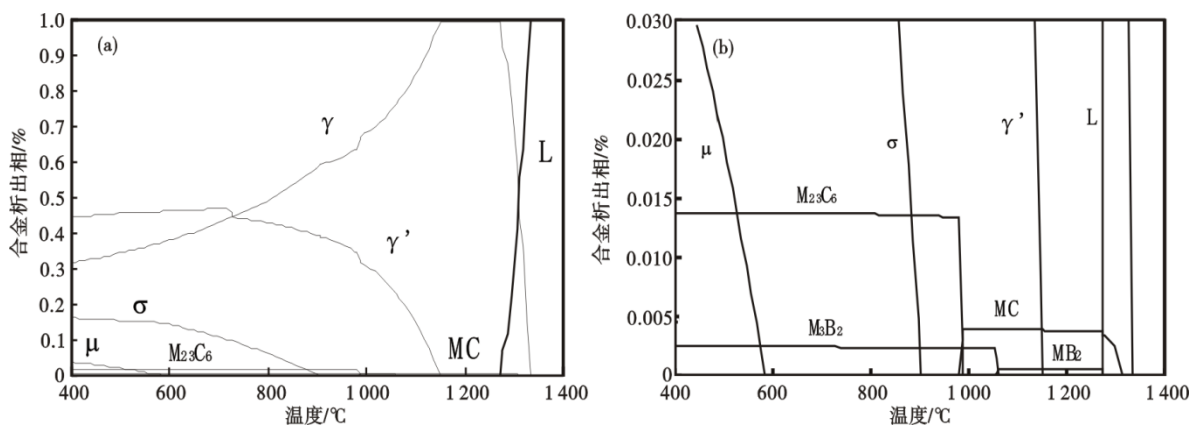


图1 GH4710合金平衡相图:(a)主要相,(b)微量相

Fig. 1 Equilibrium phase diagram of GH4710 alloy: (a) major phase, (b) trace phase

所有元素的原子在化学力作用下向周围扩散,逐渐趋于平衡,达到使各组元均匀分布的效果^[8]。

2.2 均匀化处理前后组织对比

铸锭三个部位(心部、1/2R、边缘)的原始高倍组织如图2(a、b、c)所示,铸锭从边缘到心部枝晶间距逐渐增大,越靠近钢锭心部枝晶越粗大,枝晶间存在大量的葵花状共晶相,并且铸锭心部的共晶也较边缘更多。

从GH4710镍基合金的二次冶炼(真空自耗重熔)的过程中分析,自耗电极为位于结晶器上部,在电弧作用下熔化滴落到下部结晶器中,液滴逐渐聚集,形成熔池,在结晶器底座水冷和结晶器外壁水冷作用下逐渐凝固成锭。由于热量传输方式是自内而外,因此靠近结晶器壁的位置首先凝固,心部最后凝固,由外而内凝固时间逐步加长,心部凝固时间最长,因此,铸锭心部枝晶最粗大,共晶相最多,共晶相组织就是典型的元素偏析形成的^[9]。

GH4710镍基合金试样采用上述均匀化热处理后,铸锭三个部位(心部、1/2R、边缘)试样的高倍组织如图2(d、e、f)所示。首先,铸态枝晶组织的枝晶干和枝晶间由于元素不均导致的色差已经消失,晶界明显,可以看到较完整的晶粒组织。其次,枝晶间的共晶相已经完全回溶到基体中,存在残留的孔洞,并且孔洞并未连接在一起,晶界上残留着一些高熔点的一次碳化物。最后,和前文分析结果一致,因铸锭心部枝晶更加粗大,经均匀化后,心部晶

粒较边缘更大。因此,从光学高倍组织上看,通过均匀化热处理,可以有效的消除GH4710合金中的共晶相组织,并且元素扩散效果良好。

2.3 均匀化处理前后铸锭各部位典型元素面分布情况

通过对均匀化处理前后的铸锭各部分典型元素的面分布进行对比分析,经过均匀化处理后铸锭内元素偏析有很大的改善,通过表2~表4可以看出,各种合金元素都有所改善,但以Ti、Co、W三种偏析最为严重的元素改善的最为明显。

2.3.1 均匀化处理前后Ti元素分布对比

铸锭心部、R/2、边缘三个部位Ti元素均匀化前后对比如图3(a)和(d)、(b)和(e)、(c)和(f)所示,从图3(a)和(d)对比可以明显看出,铸锭原始态组织如图3(a)中的Ti元素偏析非常严重,枝晶间、枝晶干元素分布差别明显,从图旁的Ti含量数字标示的结果看,枝晶间Ti元素含量达到7%左右,枝晶干仅有4%左右。均匀化后,枝晶干和枝晶间的差异明显缩小,枝晶状的色差已经完全消失,Ti元素含量大约在5%左右,仅有微量的晶界Ti偏高。

均匀化前铸锭R/2、边缘较心部Ti偏析略轻,以边缘最轻,经均匀化后偏析也完全消失,并且从图3(d)、(e)、(f)三个部位的对比可以发现,铸锭边缘部位的Ti元素较心部略高,因此,判断出GH4710镍基合金的Ti元素存在边缘聚集效应。

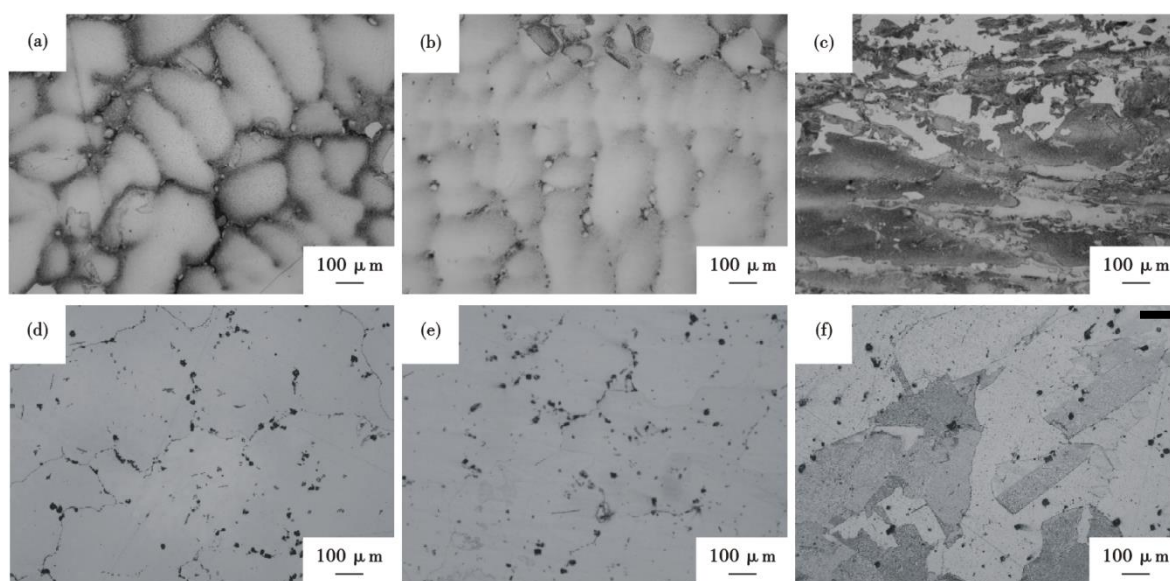


图2 GH4710镍基合金铸锭高倍组织:均匀化前(a)心部,(b)1/2R,(c)边缘,均匀化后(d)心部,(e)1/2R,(f)边缘

Fig. 2 Macrostructure of GH4710 nickel base alloy ingot : before homogenization (a) core , (b)1/2R , (c) edge , after homogenization (d) core , (e)1/2R , (f) edge

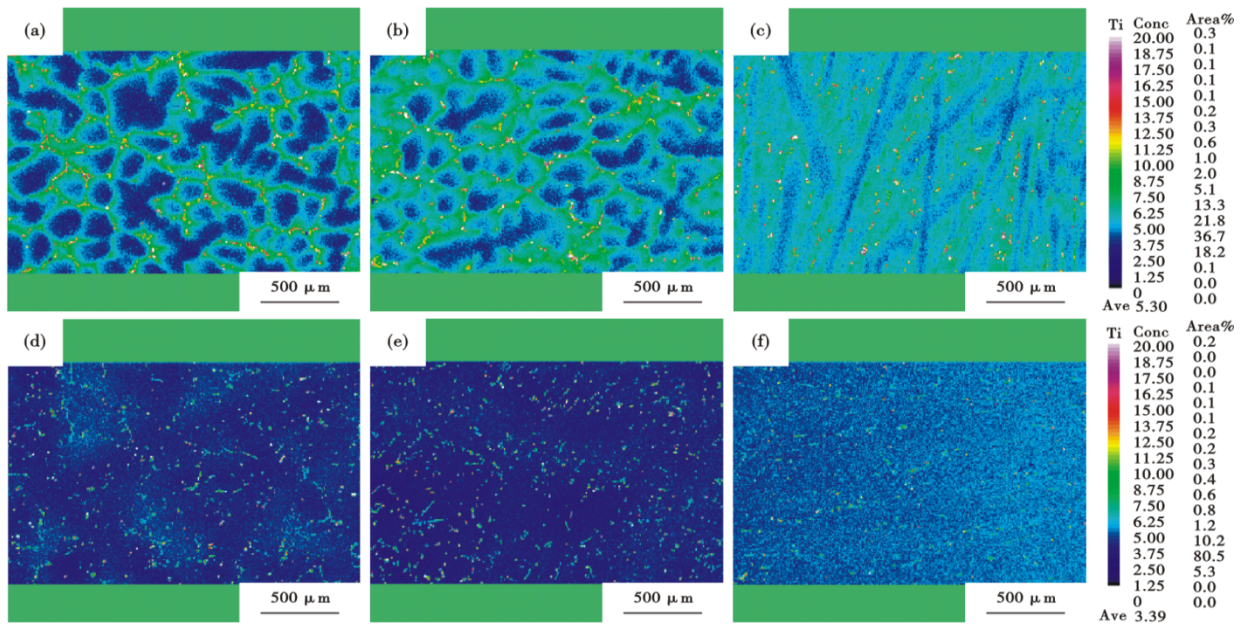


图3 GH4710镍基合金铸锭各部位均匀化前后Ti元素分布情况:均匀化前(a)心部,(b)1/2R,(c)边缘,均匀化后(d)心部,(e)1/2R,(f)边缘

Fig. 3 Distribution of Ti element before and after homogenization in all parts of GH4710 nickel base alloy ingot: before homogenization (a) core, (b)1/2R, (c) edge, after homogenization(d) core, (e)1/2R, (f) edge

2. 3. 2 均匀化处理前后Co元素分布对比

铸锭心部、R/2、边缘三个部位,Co元素经均匀化前后对比,如图4(a)和(d)、(b)和(e)、(c)和(f)所示,可以明显看出,均匀化前心部及R/2处的Co元素

在枝晶干含量为15%~16%,而枝晶间含量为11%~12%,偏析严重,铸锭边缘部位较内部好的多。均匀化后,心部还存在轻微的偏析,但较原始铸锭已经有明显的好转,R/2处与边缘处偏析已经完全消除。

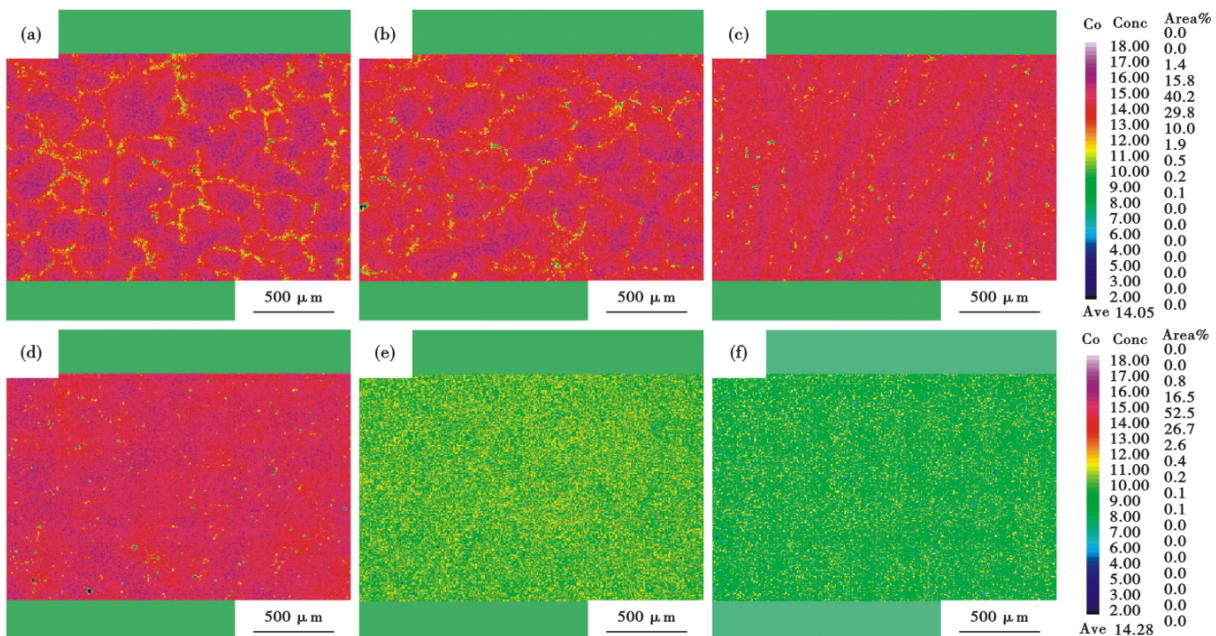


图4 GH4710镍基合金铸锭各部位均匀化前后Co元素分布情况:均匀化前(a)心部,(b)1/2R,(c)边缘,均匀化后(d)心部,(e)1/2R,(f)边缘

Fig. 4 Distribution of Co element before and after homogenization in all parts of GH4710 nickel base alloy ingot: before homogenization (a) core, (b)1/2R, (c) edge, after homogenization (d) core, (e)1/2R, (f) edge

2.3.3 均匀化处理前后 W 元素分布对比

铸锭心部、 $R/2$ 、边缘三个部位, W 元素经均匀化前后对比如图 5(a)和(d)、(b)和(e)、(c)和(f)所示,从图 5(a)可以明显看出,均匀化前心部及 $R/2$ 处的 $w[W]$ 在枝晶干含量为 1.3%~1.5%,而枝晶间含量为 0.6%~0.8%,成分含量差异将近一倍,同样是越靠近铸锭边缘偏析程度越低。均匀化后,心部还存在轻微的偏析,但较原始铸锭已经有很大的改善, $R/2$ 与边缘处偏析已经完全消除。

2.4 均匀化前后铸锭各部位元素点分布情况

对铸锭心部、 $R/2$ 、边缘三个部位的枝晶干与枝晶间,用电子探针定量检测其均匀化前后的主要合金元素(每个元素在同一试样的枝晶干/枝晶间随机各选取 4 点测量数值进行平均),铸锭心部均匀化前后的各主要元素的含量见表 2(偏析系数=枝晶间的元素含量/枝晶干的元素含量)。铸锭 $R/2$ 处均匀化前后的各主要元素的含量见表 3,铸锭边缘均匀化前后的各主要元素的含量见表 4,通过数据可以看出,合金心部原始态的枝晶偏析非常严重,各个元素含量在枝晶干与枝晶间都有很大差别,以 Ti、W 元素最为严重,心部 Ti 偏析系数达到 1.6,边缘各元素偏析程度较心部要低很多,也以 Ti、W 元素最严重, Ti 偏析系数为 1.35。经均匀化后,所有的元素枝

晶偏析都有大幅降低, $w[Ti]$ 偏析系数降低到了 1.12,降低了 30% 左右。 $w[W]$ 偏析程度也降低了 30% 以上。

表 2 均匀化前后心部各元素(质量分数)点分布及偏析系数

Table 2 Segregation coefficient of elements in the heart before and after homogenized

状态	项目	Al	Ti	Co	Cr	Mo	W
原始态	枝晶干元素/%	1.065	4.213	15.240	17.390	2.348	1.296
	枝晶间元素/%	0.875	6.849	12.250	13.240	2.995	0.783
	偏析系数	0.822	1.626	0.804	0.761	1.276	0.604
均匀化态	枝晶干元素/%	0.806	4.872	14.940	15.300	2.091	1.143
	枝晶间元素/%	0.692	5.463	13.720	13.890	2.126	0.915
	偏析系数	0.858	1.121	0.918	0.908	1.107	0.801

2.5 铸锭均匀化前后锻制棒材组织及性能对比

2.5.1 晶粒组织

GH4710 镍基合金未经均匀化处理的铸锭在 45MN 快锻机锻造成棒材,心部、 $R/2$ 、边缘三个部位的高倍组织如图 6(a、b、c)所示。铸锭经均匀化后的锻制棒材心部、 $R/2$ 、边缘三个部位的高倍组织如图 6(d、e、f)所示。

铸锭均匀化后生产的棒材,晶粒均匀细小,晶粒度达到 5~6 级,晶粒间没有共晶相残留,未经均

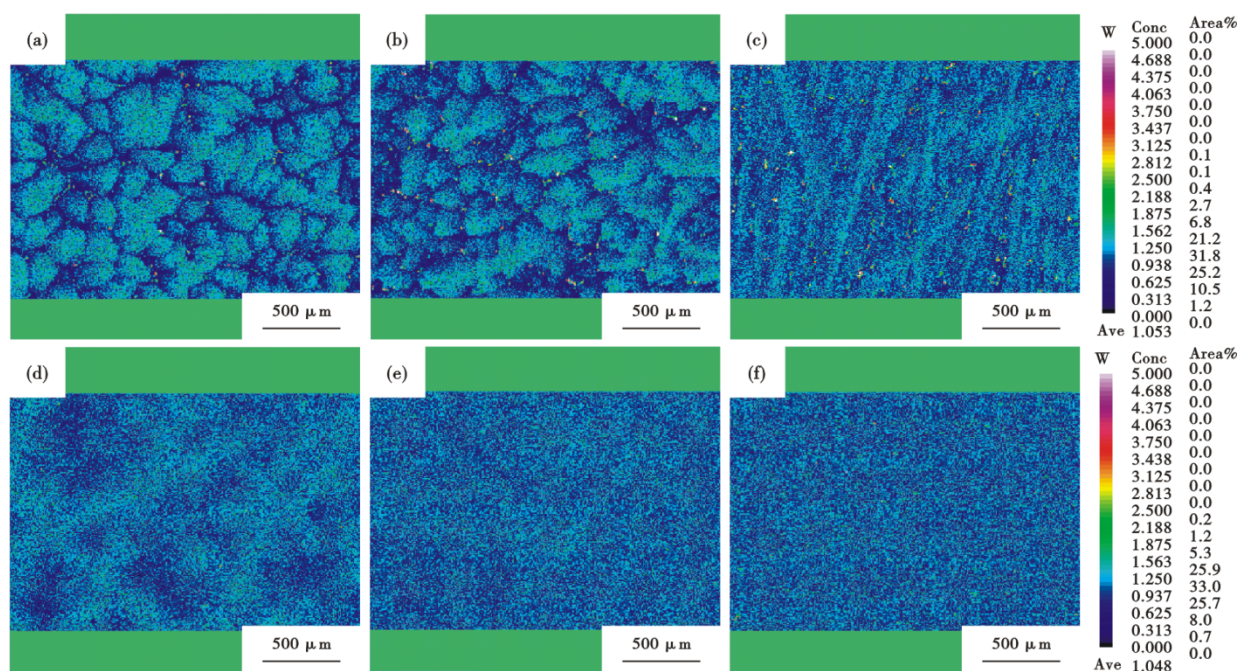


图 5 GH4710 镍基合金铸锭各部位均匀化前后 $w[W]$ 分布情况:均匀化前(a)心部,(b)1/2R,(c)边缘,均匀化后(d)心部,(e)1/2R,(f)边缘

Fig. 5 Distribution of $w[W]$ before and after homogenization in all parts of GH4710 nickel base alloy ingot: before homogenization (a) core, (b)1/2R, (c) edge, after homogenization (d) core, (e)1/2R, (f) edge

表 3 均匀化前后 R/2 各元素 (质量分数) 点分布及偏析系数

Table 3 Segregation coefficient of elements in R/2 before and after homogenized

状态	项目	Al	Ti	Co	Cr	Mo	W
原始态	枝晶干元素/%	1.097	3.758	15.290	17.820	2.249	1.372
	枝晶间元素/%	1.060	6.142	13.010	14.600	2.475	0.878
	偏析系数	0.967	1.634	0.851	0.819	1.100	0.640
均匀化态	枝晶干元素/%	0.731	4.986	10.350	14.190	2.078	1.142
	枝晶间元素/%	0.685	5.532	9.827	13.010	2.186	1.087
	偏析系数	0.937	1.109	0.949	0.917	1.052	0.952

表 4 均匀化前后边缘各元素点分布及偏析系数

Table 4 Segregation coefficient of elements on the edge before and after homogenized

状态	项目	Al	Ti	Co	Cr	Mo	W
原始态	枝晶干元素/%	1.125	4.553	14.430	16.990	2.268	1.043
	枝晶间元素/%	1.090	6.169	13.830	14.720	2.310	0.782
	偏析系数	0.969	1.355	0.958	0.866	1.019	0.750
均匀化态	枝晶干元素/%	0.862	4.210	14.227	1.102	2.071	1.036
	枝晶间元素/%	0.813	5.543	14.074	1.206	2.187	1.102
	偏析系数	0.943	1.079	0.989	0.931	1.056	1.064

均匀化处理的铸锭锻制生产的 GH4710 镍基合金棒材,晶粒度 2~3 级。主要原因是未经均匀化的铸锭塑性极差,导致锻造过程中一直采用小变形量生产。并且由于偏析的存在,心部、R/2 和边缘均有块状的共晶相残留。

2.5.2 拉伸性能

铸锭的锻造生产成棒材的室温拉伸性能见表 5,从表 5 可以看出,采取均匀化热处理后拉伸强度和屈服强度都有一定的提高,伸长率也提高了 50% 左右。

表 5 棒材室温拉伸性能
Table 5 Tensile properties of bar

状态	抗拉强度 (R_m) / MPa	屈服 ($R_{p0.2}$) / MPa	伸长率 / %
未均匀化	1 080	921	4.0
	1 061	914	4.0
均匀化后	1 139	930	6.5
	1 141	937	6.0
标准 HB5423—89	≥980	≥814	≥4

根据金属塑性成形理论,金属塑性开裂是塑性损伤累积而成的,塑性损伤过程是一个空洞形核、拓展和聚合的过程,其中微孔的形核主要是外载作用下金属基体中非金属夹杂物和第二相粒子等杂质剥落和脱离引起的。在 GH4710 镍基合金的热塑性变形过程中,大尺寸的 MC 碳化物及未回溶的共晶相均可成为塑性损伤的微空洞,大尺寸的 MC 碳化物与未回溶的共晶相共存,热变形塑性均较差^[6]。

2.5.3 高温持久性能

铸锭的试样锻造生产成棒材的高温持久性能

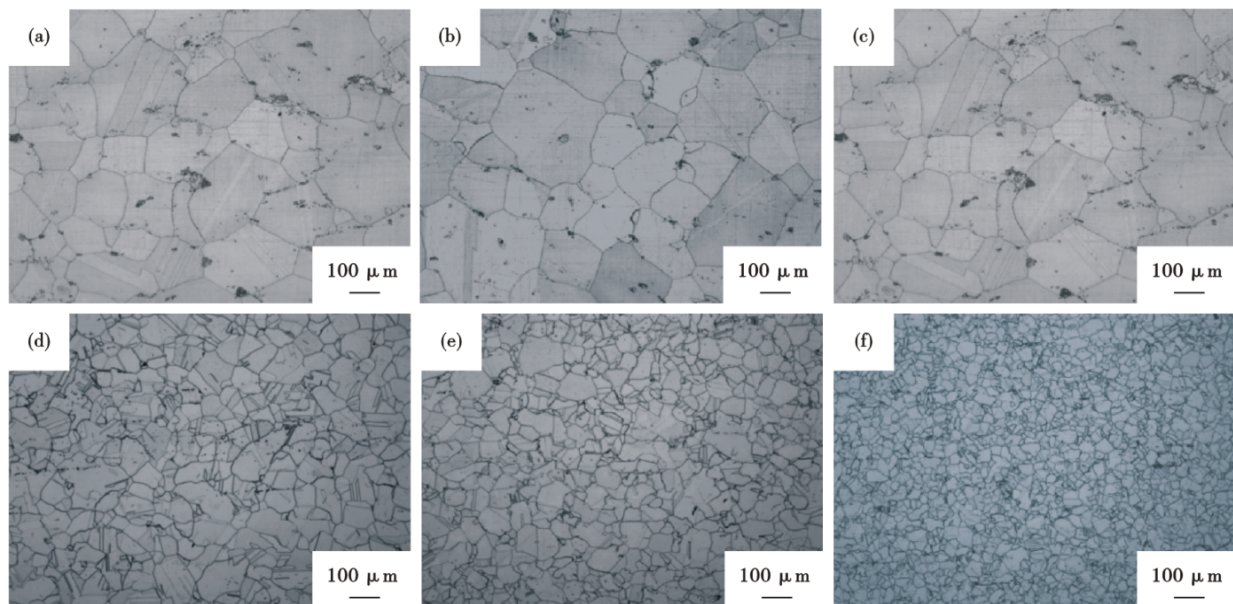


图 6 GH4710 镍基合金棒材高倍组织:均匀化前(a)心部,(b)1/2R,(c)边缘,均匀化后(d)心部,(e)1/2R,(f)边缘

Fig. 6 Microstructure of GH4710 nickel base alloy bar; before homogenization (a) core, (b) 1/2R, (c) edge, after homogenization (d) core, (e) 1/2R, (f) edge

表 6 棒材光滑持久性能
Table 6 Stress rupture property of bar

状态	抗拉应力/(N·mm ⁻²)	试验温度/°C	断裂时间/h	伸长率/%
未均匀化	120	980	74.22	9.5
	120	980	53.01	10.0
均匀化后	120	980	126.34	14.5
	120	980	134.48	18.0
标准 HB5423—89	120	980	≥30	≥5

见表 6,从表 6 可以看出,采取了均匀化热处理后在 980 °C, 120 N/mm² 的试验条件下,持久性能达到了 126 h 和 134 h,较铸锭未均匀化生产的 53 h 和 74 h,提高了一倍左右。持久伸长率也提高 50% 以上。

3 结论

(1) $\phi 508$ mm 的 GH4710 镍基合金铸锭存在严重的枝晶偏析,偏析程度从铸锭边缘到心部逐渐加重,并以 Ti、W 元素的偏析最为严重。

(2) 通过均匀化热处理能完全消除枝晶间的共晶相,大幅减轻局部的元素偏析,但铸锭中心与边缘的整体差异性仍然存在,须在冶炼环节进行改进。

(3) 铸锭经均匀化后,热加工性能显著提高,经锻造生产的棒材晶粒度均匀细小,达到 5~6 级,没有共晶相残余,力学性能有很大的提高。在 980 °C, 120 N/mm² 的试验条件下,持久性能达到了 126、134 h,较铸锭未均匀化生产的 53、74 h,提高了 1 倍左右。持久伸长率也提高 50% 以上。

参考文献

- [1] 郭建亭. 高温合金材料学(上册)[M]. 北京:科学出版社,2008.
- [2] 王淑云,李惠曲,杨洪涛,等. 等温锻造 GH4710 合金的组织与性能[J]. 锻压技术,2007(4):29-32.
- [3] 詹洪飞,黄 凯,宋伟伟,等. 均匀化处理工艺对 GH4710 合金热加工性的影响[J]. 热加工工艺,2020,49(6):146-149.
- [4] 崔 毅,张云飞,吕 达,等. 高温扩散热处理对 Ni-24Fe-14Cr-8Mo 镍基合金显微组织的影响[J]. 特殊钢,2020,41(6):72-76.
- [5] 郭建亭. 高温合金材料学(中册)[M]. 北京:科学出版社,2008.
- [6] 王志刚. GH907 合金铸锭均匀化热处理[J]. 中国冶金,2018,28(9):33-36+53.
- [7] 张麦仓,李 强,莹建新,等. GH4710 合金的相析出特征及其热加工塑性损伤的关联性[J]. 北京科技大学学报. 2014,36(9):1207-1214.
- [8] 王志刚,文嘉利,杨贵新,等. GH2907 合金 VIM+VAR 3 t 钢锭 1190 °C 均质化过程中 Nb 和 Si 的扩散行为[J]. 特殊钢,2021,42(4):17-19.
- [9] 董建新,李林翰,李浩宇,等. 高温合金铸锭均匀化程度对开坯热变形的再结晶影响[J]. 金属学报,2015,51(10):1207-1218.