

# Influence of Heat Treatment Technologies on Microstructure and Creep Properties of GH4169G Alloy

Chen Liu<sup>1</sup>, Sugui Tian<sup>1</sup>, Zheng Zeng<sup>1</sup>, Chao Zhang<sup>1</sup>, Wenru Sun<sup>2</sup>

<sup>1</sup>School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang

<sup>2</sup>Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang

Email: tiansugui2003@163.com

Received: Dec. 26th, 2011; revised: Jan. 17th, 2012; accepted: Jan. 23rd, 2012

**Abstract:** By means of heat treatment and microstructure observation, an investigation has been made into the influence of the heat treatment technologies on the microstructure of GH4169 alloy. Results show that, after the isothermal forged alloy is directly aged treated, microstructure of the alloy consists of the  $\gamma$  matrix,  $\gamma'$  and  $\gamma''$  phases, the size of the grains is about 10 - 15  $\mu\text{m}$ , thereinto, significant amount of the particle-like  $\delta$  precipitates are distributed within the grains, which is thought to be the main reason of the alloy possessing a better creep properties. Compared to the direct aged alloy, after standard heat treated, no change in the grains size and phases constituted is detected in the alloy, but the quantity of the twinning decreases, and some block-like and significant amount of needle-like  $\delta$  phase are precipitated along the boundaries, which is attributed to the effect of the elements Fe and Cr distributed in the boundaries region.

**Keywords:** GH4169G Superalloy; Direct Aging; Standard Heat Treatment; Microstructure

## 热处理工艺对 GH4169G 合金组织与性能的影响

刘 臣<sup>1</sup>, 田素贵<sup>1</sup>, 曾 征<sup>1</sup>, 张 超<sup>1</sup>, 孙文儒<sup>2</sup>

<sup>1</sup>沈阳工业大学, 材料科学与工程学院, 沈阳

<sup>2</sup>中国科学院金属研究所, 沈阳

Email: tiansugui2003@163.com

收稿日期: 2011 年 12 月 26 日; 修回日期: 2012 年 1 月 17 日; 录用日期: 2012 年 1 月 23 日

**摘 要:** 通过对等温锻造 GH4169G 进行不同工艺的热处理和组织形貌观察, 研究了热处理工艺对合金组织与蠕变性能的影响。结果表明, GH4169G 合金经直接时效处理后的组织结构由  $\gamma$  基体、 $\gamma'$ 、 $\gamma''$  及  $\delta$  相组成, 且晶粒尺寸约为 10  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ , 并存在较多孪晶组织, 其中, 粒状  $\delta$  相分布于晶内, 而大量细小  $\gamma'$  和  $\gamma''$  强化相在晶内弥散析出, 是使合金具有较好蠕变性能的主要原因。与直接时效处理合金相比, 经标准热处理后, 合金的晶粒尺寸无明显变化, 组织结构仍由  $\gamma$  基体、 $\gamma'$ 、 $\gamma''$  及  $\delta$  相组成, 但孪晶数量明显减少, 且有块状和针状  $\delta$  相沿晶界不连续析出, 其中, 元素 Fe、Cr 富集于近晶界区域, 是使其  $\delta$  相具有针状形态的主要原因。

**关键词:** GH4169G 合金; 直接时效; 标准热处理; 组织结构

### 1. 引言

GH4169G 合金是在 GH4169 合金的基础上, 适量添加微量元素 P、B 获得的改进型 Fe-Ni-Cr 型变形高温合金, 其相组成与 GH4169 合金相同, 由  $\gamma$  基体、

NbC、 $\gamma'$ 、 $\gamma''$  及  $\delta$  相组成, 其中  $\gamma''$  为主要强化相<sup>[1,2]</sup>,  $\gamma'$  相的数量与  $\gamma''$  相数量相当, 起到一定的强化作用, 其中, 在高温服役期间  $\gamma''$  相易于转变成为  $\delta$  相<sup>[3]</sup>。采用不同的热处理制度, 可使合金获得不同的组织结构与

力学性能<sup>[4]</sup>,因而,可在不同服役条件下广泛应用。针对部件的服役条件,该合金经高温变形后,可采用如下的热处理工艺:标准(STD)和直接时效(DA)处理<sup>[5,6]</sup>,并使合金获得所需要的组织结构。

研究表明<sup>[7]</sup>, $\delta$ 相的析出数量可影响 $\gamma'$ 和 $\gamma''$ 两相的数量和分布,并对合金的力学及蠕变性能有重要影响,其中,当 $\delta$ 相析出量较大时,能够抑制 $\gamma'$ 和 $\gamma''$ 相的析出。经直接时效处理合金,具有较高体积分数的 $\gamma'$ 相和 $\gamma''$ 相,而 $\delta$ 相析出量较少<sup>[8,9]</sup>,由于沿晶界析出的 $\delta$ 相可使裂纹易于在晶界处萌生与扩展<sup>[10]</sup>,故可降低合金的力学及蠕变性能。但由于析出 $\delta$ 相可消耗合金中大量的 Nb 元素,致使近晶界区域 $\gamma'$ 和 $\gamma''$ 相贫化。此外,微量元素 P、B 在热处理期间可发生一定程度的偏聚<sup>[11,12]</sup>,其中,元素 P 在晶界区域的偏聚与固溶温度有关,随固溶温度提高,偏聚程度增加<sup>[13]</sup>,因此,合金经不同温度固溶处理具有不同的力学及蠕变性能。尽管热处理对 GH4169 合金组织结构与蠕变性能的影响已得到广泛研究<sup>[14,15]</sup>,但热处理对 GH4169G 合金组织结构与蠕变性能的影响研究较少,特别是热处理对合金中 $\delta$ 相析出形态及分布的影响并不清楚。

本文通过对 GH4169G 合金进行标准热处理(STD)和直接时效处理(DA),并进行组织形貌观察和蠕变性能测试,考察了热处理工艺对合金晶粒尺寸、 $\gamma'$ 、 $\gamma''$ 相和 $\delta$ 相析出数量、形态的影响,进而研究热处理工艺对合金组织结构与蠕变性能的影响,试图为合金的应用提供理论依据。

## 2. 实验材料和方法

将 GH4169 母合金在真空感应炉中熔炼,在熔炼过程中添加微量元素 P、B,之后浇铸成 GH4169G 合金锭,GH4169G 合金的化学成分如表 1。制备的合金锭经高温长时间均匀化处理,随后,经等温锻造造成圆形饼状坯料,合金的初锻温度为 1120℃,终锻温度控制在 950℃以上,再沿其饼料弦的方向切取坯料,将坯料分别进行直接时效热处理(DA)和标准热处理(STD),以研究热处理工艺对合金组织结构的影响。采用的热处理工艺如下:1) 720℃保温 8 h,以 50℃/h

冷却至 620℃,并保温 8 h,空冷,称为直接时效热处理(DA);2) 960℃保温 1 h,720℃保温 8 h,以 50℃/h 冷却至 620℃,并保温 8 h,空冷,称为标准热处理(STD)。

合金经不同工艺热处理后,分别将 ITF-DA-GH4169G 和 ITF-STD-GH4169G 合金用线切割加工成横断面为 4.5 mm × 2.5 mm、标距长度为 19 mm 的片状拉伸蠕变试样,将样品置入 GWT504 型高温持久/蠕变试验机中,在 680℃不同应力条件下,进行蠕变性能测试。采用 SEM 和 TEM 观察不同状态合金的组织结构及在蠕变期间的变形特征,进行蠕变机理分析。为进行组织形貌观察,采用的腐蚀液为:20 g 硫酸铜 + 100 ml 盐酸 + 80 ml 水 + 5 ml 硫酸。

## 3. 实验结果与分析

### 3.1. 热处理工艺对合金组织形貌的影响

ITF-GH4169G 合金经不同工艺热处理后的低倍组织形貌示于图 1,可以看出,合金经两种工艺热处理后的晶粒尺寸相近,且较均匀,约为 10 μm~15 μm,但晶界形态及析出相分布有明显差别。其中,ITF-GH4169G 合金经直接时效处理后的组织形貌,如图 1(a)所示,合金中晶粒尺寸细小,晶界平直,且在晶界处无析出相,而在晶内有较多孪晶,如图中白色箭头标注所示。但仍有粒状相在晶内弥散析出,或呈链状分布,其中,呈链状分布的粒状析出相包围的区域具有晶粒的形状。可以认为,链状析出相包围的区域为等温锻造前的原始晶粒,而经等温锻造后合金发生静态、动态再结晶后,形成的细小晶粒边界无析出相。

ITF-GH4169G 合金经标准热处理后的低倍组织形貌如图 1(b)所示,与直接时效处理合金相比,晶粒尺寸相近,约为 10 μm~15 μm,晶内孪晶数量明显减少,而析出相数量明显增多,并有明显的沿晶界分布特征。经不同工艺热处理合金的高倍形貌示于图 2,其中,经直接时效处理合金的组织形貌,如图 2(a)所示,可以清楚看到,较多细小孪晶清晰可见(如图中

Table 1. Chemical composition of GH4169G alloy (mass fraction, %)   
 表 1. 试验用 GH4169G 合金的化学成分(质量分数%)

Ni	Cr	Ti	C	Al	Nb	Mo	Mn	Si	P	B	Fe
52.30	18.78	0.93	0.031	1.24	5.16	3.01	-	-	0.022	0.0096	Bal

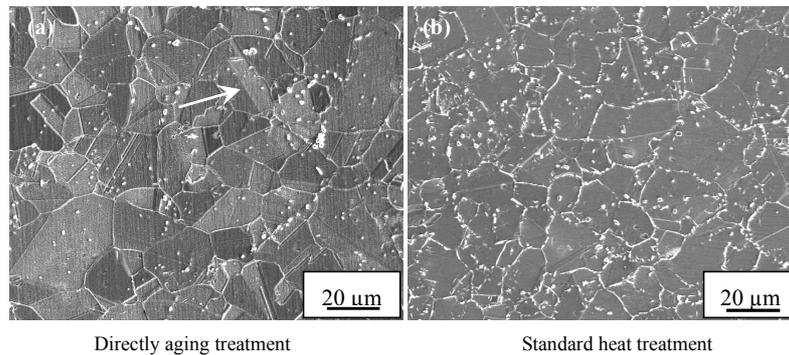


Figure 1. Microstructure of GH4169G treated by different regimes  
图 1. GH4169G 合金经不同制度热处理后的组织形貌

细箭头标注所示), 并有尺寸约为  $1\ \mu\text{m}$  的粒状相在晶内弥散析出。经 SEM/EDS 对合金中粒状相(如图中白色粗箭头标注所示)进行微区成分分析, 表明, 该粒状相中富含元素 Ni、Nb 及少量 P、B, 可确定出该相为含有 P、B、且具有  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  结构的  $\delta$  相。

ITF-GH4169G 合金经标准热处理后的高倍形貌如图 2(b)所示, 可以看出, 有针状相在晶内及沿晶界不连续析出, 如图中短箭头标注所示, 并有较多块状相分布于晶界, 如图中长箭头标注所示。

ITF-GH4169G 合金经直接时效处理后的高倍微观组织相貌, 如图 3(a)所示, 可以看出, 有大量的  $\gamma'$  和  $\gamma''$  相弥散分布于晶内, 其中, 粒状为  $\gamma'$  相, 如图中长箭头标注所示, 圆盘状为  $\gamma''$  相, 如图中短箭头标注所示, 且  $\gamma'$  和  $\gamma''$  相体积分数相当, 均匀分布于合金的晶内及晶界区域, 是合金的主要强化相。与直接时效处理合金相比, 标准热处理合金中的  $\delta$  相析出体积分数较大, 使得周围元素 Nb 含量降低,  $\gamma'$  和  $\gamma''$  相的体积分数减少, 如图 3(b)所示, 其中, 合金中的  $\gamma'$  相具有粒状形貌,  $\gamma''$  相为圆盘状形态, 如图中箭头标注所示。

### 3.2. 合金的相分析及成分分布

ITF-GH4169G 合金经直接时效处理后的高倍组织形貌及 SEM/EDS 成分分析, 如图 4 所示, 合金在晶内析出的粒状相如图 4(a)中箭头所示, 该粒状相的 SEM/EDS 成分分析如图 4(b)所示, 表明, 该粒状相富含元素 Ni、Nb, 并含有少量的元素 P, 可确定出该相为具有  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  结构的  $\delta$  相<sup>[2,11,12]</sup> ITF-GH4169G 合金经标准热处理后, 沿晶界分布有针状和块状析出相, 对析出相进行 SEM/EDS 微区成分分析, 测定出该块状相

的化学成分(wt%)为: B 9.97, C 0.110, Al 1.10, P 0.22, Nb 16.94, Ti 2.66, Cr 7.88, Fe 7.52, 余量为 Ni, 表明, 块状相中富含 Ni、Nb、Cr、Fe 及少量 P、B, 其中元素 Ni、Nb 的质量分数比约为 3:1, 由此, 可鉴定该相为含有 P、B 的  $\delta$  相。

测定出针状相的化学成分(wt%)为: B 14.97, C 0.18, Al 1.22, P 0.21, Nb 15.85, Ti 1.66, Cr 7.18, Fe 7.52, 余量为 Ni, 表明, 针状  $\delta$  相中仍富含 Ni、Nb、Cr、Fe 及少量 P、B, 可以鉴定出该相仍为含有 P、B 的  $\delta$  相。可以看出, 合金经不同工艺热处理具有不同的组织形貌, 并在不同形貌析出相中具有不同的元素分布。表明, 元素的分布对合金中析出相的形态有重要影响, 当析出相富含元素 Cr、Fe 时, 析出相具有针状形态, 而针状相长大后, 可形成块状相。

### 3.3. 热处理工艺对蠕变性能的影响

ITF-GH4169G 合金经不同工艺热处理具有不同的组织结构, 如图 1 和图 2 所示, 其不同工艺热处理合金在不同条件测定的蠕变曲线, 如图 5 所示。

经不同工艺热处理合金在  $680^\circ\text{C}/650\ \text{MPa}$  条件下测定的蠕变曲线, 如图 5(a)所示, 其中, 经标准热处理合金的蠕变曲线, 如图中曲线 1 所示。表明, 该合金在稳态蠕变期间具有较高的应变速率和较短的蠕变寿命, 而经直接时效处理合金在稳态蠕变期间具有较低的应变速率和较长的蠕变寿命, 如曲线 2 所示。分别测定出, 直接时效和标准热处理合金在稳态期间的应变速率为:  $0.029\%/h$  和  $0.042\%/h$ , 分别测定出各自合金的蠕变寿命为: 120 小时和 52.4 小时。

ITF-GH4169G 合金经直接时效和标准热处理后, 在  $680^\circ\text{C}/700\ \text{MPa}$  测定的蠕变曲线, 示于图 5(b),

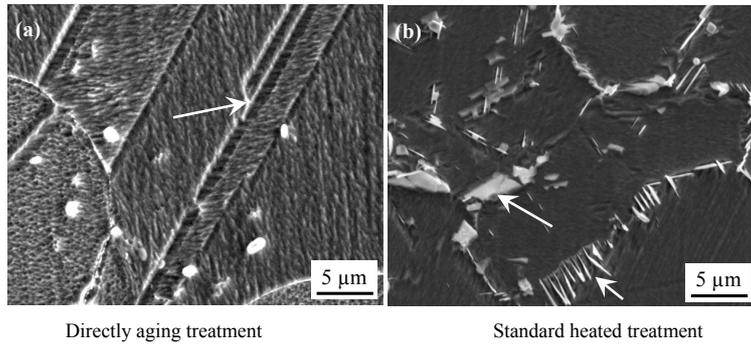


Figure 2. SEM Magnified morphology of the alloy treated by different regimes  
图 2. GH4169G 合金经不同制度热处理后的 SEM 高倍形貌

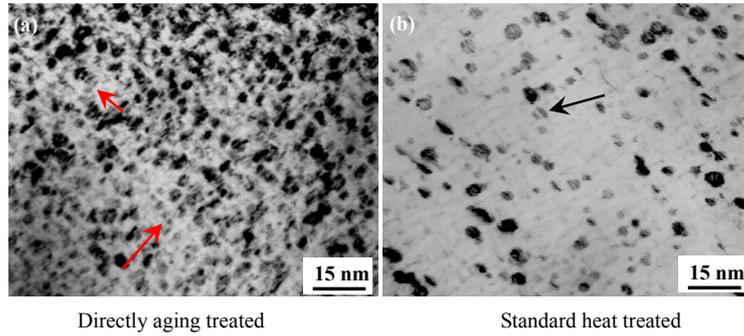


Figure 3. TEM morphology of the alloy treated by different regimes  
图 3. GH4169G 合金经不同工艺热处理后的 TEM 高倍形貌

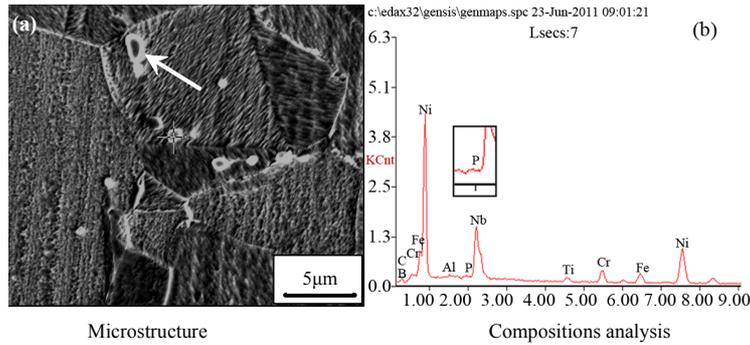


Figure 4. Configuration and composition analysis of the particle-like phase precipitated in the alloy after direct aging treated  
图 4. 直接时效态合金中的析出相及成分分析

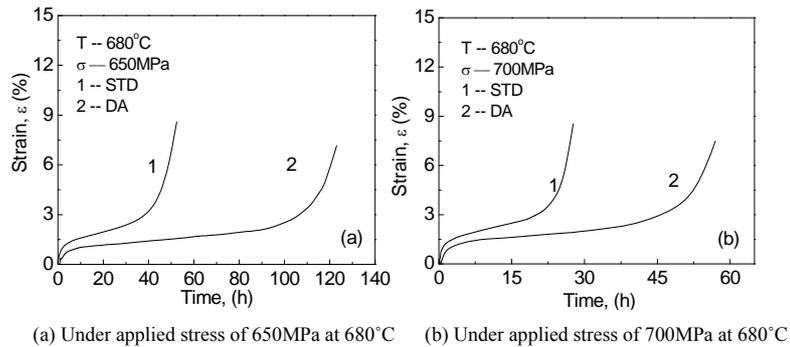


Figure 5. Creep curves of ITF-GH4169G superalloy treated by different techniques at different conditions  
图 5. 不同工艺热处理合金在 680°C 施加不同应力测定的蠕变曲线

分别测定出直接时效和标准热处理合金在稳态期间的应变速率为: 0.035%/h 和 0.089%/h, 分别测定出各自合金的蠕变寿命为: 56 小时和 27.6 小时。表明, 合金经直接时效处理后, 具有较好的蠕变抗力和较长的蠕变寿命。分析认为, 标准热处理合金中沿晶界析出的针状相可削弱晶界的结合强度, 在蠕变期间, 易于在针状相处产生应力集中, 并促使裂纹在针状相处萌生与扩展, 是使其具有较低蠕变抗力的主要原因。

#### 4. 结论

1) 等温锻造 GH4169G 合金经直接时效处理后的组织结构由  $\gamma$  基体、 $\gamma'$ 、 $\gamma''$  及  $\delta$  相组成, 且晶粒尺寸约为  $10\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ , 并存在较多孪晶组织, 其中, 粒状  $\delta$  相分布于晶内, 而大量细小  $\gamma'$  和  $\gamma''$  强化相在晶内弥散分布, 可提高合金的蠕变抗力。

2) 经标准热处理后, 合金的晶粒尺寸无明显变化, 组织结构仍由  $\gamma$  基体、 $\gamma'$ 、 $\gamma''$  及  $\delta$  相组成, 但孪晶数量明显减少, 且有块状和针状  $\delta$  相沿晶界不连续析出, 其中, 标准热处理期间元素 Fe、Cr 富集于近晶界区域, 是使其  $\delta$  相具有针状形态的主要原因。

3) 与标准热处理合金相比, 直接时效态合金具有较好的蠕变抗力, 其中, 标准热处理合金中沿晶界析出的针状  $\delta$  相可削弱晶界的结合强度, 在蠕变期间易于在针状相处产生应力集中, 并促使裂纹在针状  $\delta$  相处萌生与扩展, 是使其具有较低蠕变抗力的主要原因。

#### 参考文献 (References)

[1] W. D. Cao, R. L. Kennedy. Phosphorus-boron interaction in nickel base superalloy. In: R. D. Kissinger, *et al.*, Ed., Superalloys

718, 625, 706 and various derivatives. TMS, 1994: 463-477.  
 [2] 胡壮麒, 孙文儒, 郭守仁, 卢德忠. 微量元素磷在铁镍基变形高温合金中的作用[J]. 中国有色金属学报, 2001, 11(6): 947-959.  
 [3] 李荣斌, 姚枚, 刘文昌, 张伟红, 何贤昶. 直接时效工艺对 INCONEL718 合金的组织影响[J]. 金属学热处理, 2002, 27(2): 21-22.  
 [4] 孙永华, 李龙, 陈国胜等. 不同热处理工艺对 GH4169 合金组织与性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2010, 39(增刊 1): 472-475.  
 [5] R. G. Appa, M. Srinivas and D. D. Sarma. Influence of modified processing on structure and properties of hot isostatically pressed superalloy Inconel 718. *Materials Science and Engineering A*, 2006, 418(1-2): 282-291.  
 [6] S. G. Tian, Z. G. Zhao, Y. Liu, X. Y. Bao, L. Q. Chen and X. H. Liu. Creep behaviors of DA casting and rolling GH4169 superalloy. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2009, Suppl. 3: 20-23.  
 [7] W. Chen and M. C. Chaturvedi. Dependence of creep fracture of Inconel 718 on grain boundary precipitates. *Acta Materials*, 1997, 45(7): 2735-2746.  
 [8] 黄历锋. DA718 合金中磷、硼的作用及机理研究[D]. 中国科学院金属研究所, 2007.  
 [9] 李娜, 郭守仁, 卢德忠, 孙文儒, 孟晓娜, 胡壮麒. 微量元素磷、硼对直接时效 IN718 合金持久蠕变性能的影响[J]. 金属学报, 2003, 39(12): 1255-1258.  
 [10] W. Chen, M. C. Chaturvedi. Effect of grain boundary precipitates on the creep behavior of Inconel 718. *Materials Science and Engineering*, 1994, 183(1-2): 81-89.  
 [11] 宋洪伟, 郭守仁, 卢德忠, 徐岩, 王玉兰, 胡壮麒. 磷对 IN718 合金蠕变性能的影响[J]. 材料研究学报, 1999, 13(5): 523-526.  
 [12] 宋洪伟, 郭守仁, 胡壮麒. 磷对 IN718 合金  $\delta$  相影响[J]. 金属学报, 1999, 35(10): 1024-1027.  
 [13] 郑磊, 徐庭栋, 邓群, 司红, 董建新. 高温合金 GH4169 (IN718) 中磷晶界偏聚特性的实验研究[J]. 金属学报, 2007, 43(8): 893-896.  
 [14] 刘奋成, 林鑫, 赵卫卫等. 固溶温度对激光立体成形 GH4169 高温合金组织和性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2010, 39(9): 1519-1524.  
 [15] 李振荣, 田素贵, 赵忠刚等. 热连轧 GH4169 合金组织结构与蠕变变形及断裂机制[J]. 沈阳工业大学学报, 2011, 33(6): 649-654.