低膨胀 GH2909 合金缺口敏感性问题分析

陈 琦^{1,2}

(1.攀钢集团研究院有限公司特钢技术研究所,四川成都 610303; 2.海洋装备用金属材料及其应用国家重点实验室,辽宁鞍山 114009)

摘 要: 针对攀长特所生产的 GH2909 合金棒材在高温持久性能测试中出现缺口敏感的问题 分别对进口和国产 GH2909 合金的化学成分、显微组织和力学性能进行了对比 并对国产 GH2909 合金的锻造及热处理全流程中的组织演变进行了分析 揭示了国产 GH2909 合金缺口敏感性产生原因。研究结果表明: 进口与国产 GH2909 合金成分基本无差异 但组织和性能差异明显; 国产 GH2909 合金棒材由于锻造工艺不合理 造成组织中 Laves 相在晶粒内部的杂乱分布是其产生缺口敏感的关键原因。基于研究结果提出了改进锻造工艺 通过提高终锻温度 控制合金发生再结晶并使 Laves 相沿晶界析出 成功制备出组织性能优异的 GH2909 合金棒材 解决了国产 GH2909 合金棒材缺口敏感的问题。

关键词: GH2909; Laves 相; 再结晶; 缺口敏感性

中图分类号: TG132.3 文献标志码: A 文章编号: 1004-7638(2020)06-0175-06

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2020.06.030 开放科学(资源服务) 标识码(OSID):



Analysis on Notch Sensitivity of Low Thermal Expansion Superalloys GH2909

Chen Qi^{1,2}

(1.Speial Steel Technology Research Institute of Panzhihua Iron and Steel Research Institute Chengdu 617000 Sichuan China; 2. State Key Laboratory of Marine Equipment Made of Metal Material and Application Anshan 114009 Liaoning China)

Abstract: Superalloy GH2909 bars produced by a Chinese supplier present high notch sensitivity during high temperature creep performance test. In order to understand the reason for this issue the imported and studied GH2909 alloy bars had been compared in terms of their chemical compositions microstructures and mechanical properties and the microstructure development of studied alloy during processes from forging to heat treatment had been investigated as well. Chemical composition analysis results showed there was no apparent difference between imported and studied alloys. However microstructure observation indicated two alloys present remarkable difference. For the studied alloy, the notch sensitivity is attributed to the random distribution of Laves phase inside the grain which is expected to be caused by the inappropriate forging process. Based on the research results an improved forging process was proposed. By increasing the final forging temperature controlling recrystallization of the alloy and precipitating Laves phase along the grain boundary a new GH2909 alloy bar with suitable microstructure and excellent properties was successfully prepared and the problem of notch sensitivity of domestic GH2909 alloy bar was solved.

Key words: GH2909 Laves phase recrystallization notch sensitivity

0 引言

GH2909 是仿制美国 Incoloy909 合金 在 650 ℃

以下使用的 Fe-Ni-Co 基时效硬化型第三代低膨胀高温合金。GH2909 合金具有高的强度和塑性、低的热膨胀系数、几乎恒定的弹性模量以及良好的冷热疲

收稿日期: 2019-09-11

劳等综合力学性能^[1] ,广泛应用于制造航空发动机 涡轮外环、机匣、封严环和隔热环等间隙控制零件 , 对提高发动机效率和推力 ,减少燃气损失 ,降低油耗 等都具有十分重要的作用^[2]。

目前,国外 Incoloy909 合金已广泛替代第二代低膨胀 Incoloy907 合金,国产 GH2909 合金已选用于制造我国多种军用和商用航空发动机的机匣等间隙控制构件。多年来,国产 GH2909 合金棒材在生产过程中存在组织和性能不稳定问题,尤其是持久性能缺口敏感性问题突出,制约了 GH2909 合金国产化进程。笔者对比分析了进口和国产 GH2909 合金成分、组织和性能情况,对 GH2909 合金锻造成形过程中组织演变规律进行了研究,揭示了 GH2909 合金缺口敏感性产生的原因,并通过工艺改进解决了缺口敏感性问题。

1 试验材料及方法

试验材料分别采用进口和国产 GH2909 合金棒

材(Ø180 mm),利用等离子光谱分析仪、红外碳硫仪和氧氮分析仪等成分检测设备,对其进行了合金成分分析,结果如表 1 所示。国产 GH2909 合金棒材锻造成形主要流程包括:合金锭经快锻机进行开坯,然后进行固溶热处理,再经精锻成形制成最终棒材棒材产品性能检测前需经"固溶+双时效"热处理。为了分析锻造过程 GH2909 合金组织演变规律,在锻造过程每个阶段进行取样,经过机械研磨及抛光后,用配比为 20 mL 盐酸+20 mL 无水乙醇+1.5 g 五水硫酸铜的腐蚀液进行化学腐蚀,腐蚀后的试样在扫描电镜下进行显微组织观察。

在进口和国产 GH2909 合金棒材 1/2 半径处取样 进行 A 类标准热处理: (980 ± 10) $^{\circ}$ 保温 1 h ,空冷; 720 $^{\circ}$ 保温 8 h ,以每小时 55 $^{\circ}$ 降温至 620 $^{\circ}$ 保温 8 h ,空冷。然后进行高温持久性能测试 ,测试温度为 650 $^{\circ}$,应力为 510 MPa。高温拉伸试验结束后 利用扫描电镜对拉伸试样断口表面和内部组织进行分析。

表 1 国产与进口 GH2909 合金棒材化学成分对比
Table 1 Comparison of chemical compositions between domestic and imported alloys

	Table	compar	ison of chem	icai composi	tions between	i domestic a	na miportea	anoys	70
合金元素	С	Si	Ti	Cr	Fe	Со	Ni	Nb+Ta	Mn
标准	< 0.06	0.25~0.5	1.3~1.8	≤1	余量	12~16	35~40	4.3~5.2	≤1
进口	0.024	0.386	1.52	0.253	40.85	14.05	37.76	4.95	0.031
国产	0.021	0.443	1.43	0.042	41.26	13.35	38.17	4.82	0.015
合金元素	Мо	Al	Cu	P	S	Mg	В	0	N
标准	≤0.2	≤0.2	≤0.5	≤0.015	≤0.015				
进口	0.106	0.055	0.067	< 0.005	0.000 5	< 0.003	< 0.003	0.009 5	< 0.002
国产	0.018	0.065	0.026	< 0.005	0.001 2	< 0.003	< 0.003	0.007 7	< 0.002
合金元素	Н	As	Sb	Pb	Ce	Ta	Bi	Sn	Zr
标准									
进口	0.000 19	< 0.002	< 0.002	< 0.002	< 0.003	< 0.002	0.003 2	0.002 8	< 0.002
国产	0.000 21	< 0.002	< 0.002	< 0.002	< 0.002	< 0.002	0.005	0.002 6	< 0.002

2 试验对比分析

2.1 进口与国产 GH2909 合金化学成分、组织及性能对比

2.1.1 化学成分

从表 1 中进口及国产 GH2909 合金化学成分对比可见,进口和国产 GH2909 合金成分中主要元素 Si、Ti、Fe、Co、Ni 和 Nb+Ta 含量基本接近,进口合金 Si(0.386%) 含量接近中限水平,而国产合金 Si(0.443%) 含量靠近上限,进口合金 Ti(1.52%) 含量略高于国产合金 Ti 含量(1.43%)。进口和国产 GH2909 合金成分中 C、Al、Cu、Mn 含量水平相当,

进口合金 Cr、Mo 含量高于国产合金 ,而 S 含量低于国产合金。此外 ,P、O、N、H、Zr、B 及五害元素 Pb、Sn、As、Sb、Bi 等含量水平基本相同。总体而言 ,进口和国产 GH2909 合金成分无显著差异。

2.1.2 显微组织

进口和国产 GH2909 合金棒材经 A 类标准热处理后的显微组织如图 1 所示。从图 1 可以看出,进口和国产合金的晶粒均呈等轴晶组织,国产合金晶粒尺寸略小于进口合金; 基体中的白色组织为 Laves相^[3] 进口合金中 Laves 析出相主要沿晶界析出,少量 Laves 相在晶内析出;相比而言,国产合金 Laves相分布比较杂乱,且主要分布在晶粒内部。

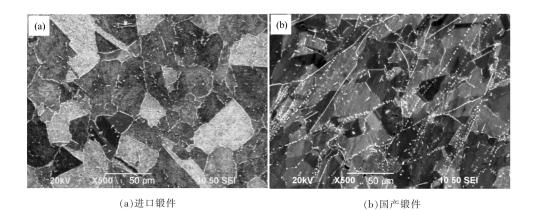


图 1 国产与进口 GH2909 合金锻件显微组织 Fig.1 Microstructure of domestic and imported alloys

2.1.3 性能测试

对国产和进口 GH2909 合金棒材热处理后试样进行高温力学性能测试 测试温度为 $650 \,^{\circ}$ 持久应力为 $510 \,^{\circ}$ MPa。测试结果表明 ,进口合金具有优异的高温持久性能 高温持久时间达到 $126.54 \,^{\circ}$ h ,远高

于标准要求的 23 h ,高温持久断裂位置在试样光滑处 ,断后伸长率达到 20.32%。国产合金持久时间仅为 4.32 h ,延伸率为 2.3% ,且断在试样缺口处。图 2 为进口和国产 GH2909 合金高温持久断裂后试样的实物照片和断口组织扫描电镜分析照片。

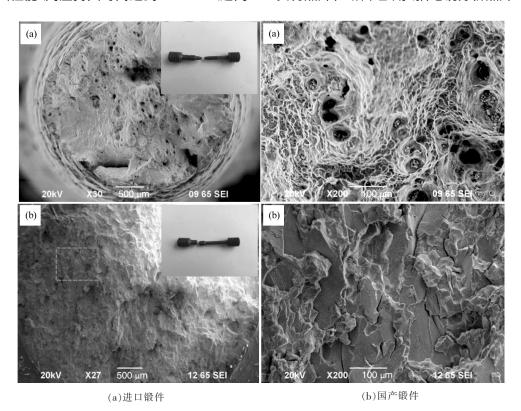


图 2 国产与进口 GH2909 合金锻件持久测试断口形貌对比 Fig.2 Fracture morphology of domestic and imported alloys bar after creep rupture test

由断口形貌对比可见,进口 GH2909 合金高温 持久断裂后断口表面形成大量韧窝,表明进口合金 韧塑性好。国产合金断口形貌表面,拉伸断裂机制为解理断裂,部分区域断裂沿晶界发生,部分区域断

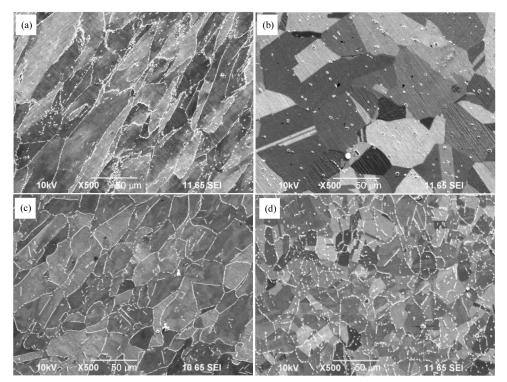
裂面穿过晶粒内部。从图 2 可以看到,国产合金断口上有大量裂纹,呈脆性断裂特征。从拉伸测试后试样实物照片可以看到,进口合金出现明显的颈缩,断裂位置在光滑处,而国产合金断口平齐,无明显的收缩变形,断裂发生在缺口处。由此可见,进口GH2909合金韧性较好且缺口不敏感,国产GH2909合金韧性差且存在缺口敏感问题。

2.2 试验结果分析

通过对比进口和国产 GH2909 合金的成分、组织与性能可知,进口与国产合金成分基本接近,但组织差异明显。进口与国产 GH2909 合金的显微组织的区别在于 Laves 相的数量及分布,进口 GH2909 合金组织中 Laves 相分布于晶界,而国产 GH2909 合金组织中 Laves 相在晶内杂乱分布。

GH2909 合金的 Laves 相为富 Nb 相,而 Nb 也是 其基体中 γ '相的主要形成元素。当 Laves 相在晶 界大量析出时,消耗了大量 Nb 元素,使晶界两侧形 成了贫 γ '区,贫 γ '区虽然降低了晶界的强度,但同 时起到微塑性区的作用,使塑性变形易于扩展,尤其 在缺口处应力峰得到缓解,应力重新分布并趋于平 缓,从而消除了合金的缺口敏感。反之,当晶界上 Laves 相很少时,因晶界两侧无微塑性区存在,而使塑性变形难于扩展,应力峰集中在缺口位置,使试样在缺口处断裂,表现出缺口敏感^[4]。因此要消除国产 GH2909 合金的缺口敏感性,就需要改善其 Laves 相的分布。

为了揭示 GH2909 合金锻造过程组织演变规 律,在开坯、固溶处理、精锻和固溶+双时效热处理 四个环节进行取样(在棒材 1/2 半径处取样) 和组 织分析,结果如图 3 所示。可以看到,GH2909 合 金经开坯后合金晶粒为变形拉长晶,晶界析出较 多的 Laves 相 ,如图 3(a) 所示。开坯后的试样经 固溶处理,晶粒发生静态再结晶[5],全部转变为等 轴晶组织 ,而 Laves 相基本完全回溶 ,如图 3(b) 所 示。经过固溶处理的开坯棒材,经过精锻工序后, 合金晶粒发生一定的变形,而晶界又析出大量的 Laves 相 ,如图 3(c) 所示。精锻后合金棒材取样经 固溶+双时效处理后,合金发生静态再结晶,晶粒 进一步细化 固溶热处理后 Laves 相大部分转变为 颗粒状,但 Laves 相仍沿精锻后变形晶粒的原始晶 界分布、导致 Laves 相分布于再结晶晶粒的内部, 如图 3(d) 所示。



(a) 镦拔开坯;(b) 固溶热处理;(c)精锻;(d) 固溶+双时效热处理

图 3 国产 GH2909 合金锻造全流程显微组织的变化 Fig.3 Microstructure development of domestic GH2909 alloy during processing

由以上对国产 GH2909 合金棒材锻造过程中的组织演变的分析可见 在国产 GH2909 合金的整个锻造过程中,Laves 相经过了析出一溶解一二次析出的过程 但开坯过程中析出的 Laves 相在随后的固溶热处理过程中回溶 所以决定最终锻件组织中 Laves 相分布的是最后的精锻和热处理过程,由于精锻过程中的终锻温度偏低,GH2909 合金精锻热变形的温度区间与合金的 Laves 相析出温度区间重合 在精锻过程中合金未发生动态再结晶,而呈拉长变形晶粒的形状,同时大量 Laves 相在精锻过程中析出,且分布在变形晶粒的晶界上。经固溶热处理后,合金发生静态再结晶,再结晶使晶界位置发生了迁移,但是精锻过程中析出的 Laves 相位置没有发生变化,仍按再结晶前的变形晶晶界分布,造成 Laves 相分布不理想的结

果 最终导致合金出现缺口敏感性问题。

3 锻造工艺改进及效果

基于以上关于 GH2909 合金缺口敏感性的原因分析 提出了在精锻过程中提高锻造温度的改进工艺措施,促使 GH2909 合金在精锻过程中发生完全再结晶,同时控制 Laves 相沿晶界析出,获得理想的Laves 相分布,从而消除 GH2909 合金棒材的高温持久性能缺口敏感问题。

图 4 是改进工艺前后获得精锻组织对比结果。可以看到 原工艺精锻获得变形拉长晶组织 ,晶界析出较多的 Laves 相 ,且晶内也存在较多的 Laves 相;改进工艺后晶粒为等轴晶组织 ,Laves 相主要沿等轴晶的晶界析出 ,分布较理想。

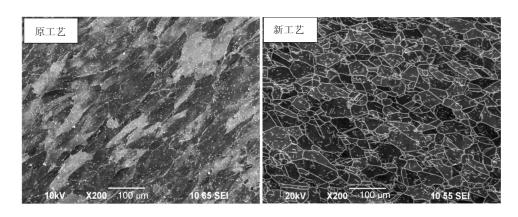


图 4 GH2909 合金改进工艺前后精锻组织对比(1/2 半径处取样)

Fig.4 Microstructure of forged domestic GH2909 alloy without/with improved processing

对改进锻造工艺后的棒材进行了高温联合持久力学性能检测 结果如表 2 所示。测试结果表明 所有试样均断在光滑处 没有缺口敏感 且高温持久伸长率和组合持久时间均满足标准要求 高温持久性能优异。

表 2 改进锻造工艺后 GH2909 合金性能检测结果 Table 2 The mechanical properties of GH2909 alloys obtained at improved forging technology

项目		高温持久伸 长率 A /%	光滑缺口组 合时间 <i>t</i> /h		
标准		≥4.0	≥23.0		
T19R2-415	1	8.8	44.00		
1191(2-413	2	9.4	118.58		
T19R2-416	1	5.9	121.47		
1191(2-410	2	13.0	101.60		
T19R3-180	1	12.0	57.00		

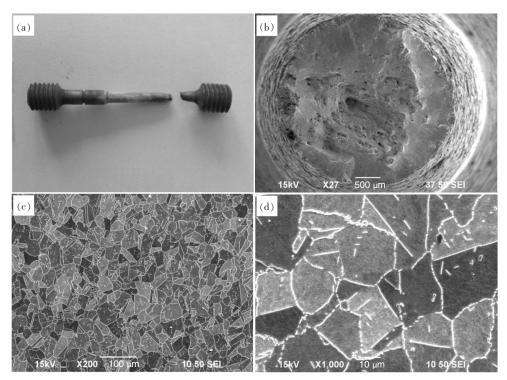
图 5 是改进工艺后联合持久拉伸试样实物照片、断口组织及内部低倍和高倍组织。可以看到 改

进工艺后合金呈韧性断裂 断裂过程出现明显颈缩 , 拉伸样组织中 Laves 相主要沿晶界析出。由此表 明 改进工艺后获得 GH2909 合金棒材组织、性能优 异 达到进口棒材水平 消除了缺口敏感性问题。

4 结论

对比了进口与国产 GH2909 合金的成分、组织和性能,并研究了 GH2909 合金锻造成形过程组织演变规律,揭示了国产 GH2909 合金缺口敏感性问题产生原因,并通过工艺改进获得了优异的组织和性能,消除了 GH2909 合金缺口敏感性问题。

1) 进口与国产 GH2909 合金成分没有明显差异,但组织差异明显: 进口合金 Laves 相沿晶界分布,国产 GH2909 合金 Laves 相分布弥散,分布于晶粒内部。



(a)拉伸样外观;(b)拉伸样断面;(c)低倍组织;(d)高倍组织

图 5 GH2909 合金改进工艺后的拉伸样实物照片、断口组织及内部高低倍组织 Fig.5 GH2909 bar after forging with improved process (a) Ruptured tensile test specimen, (b) Fracture morphology of ruptured specimen,(c) and(d) microstucture

- 2) 进口 GH2909 合金高温持久性能优异 ,无缺口敏感性 ,而国产合金塑性差 缺口敏感性严重 ,产生原因主要是国产合金组织中 Laves 相分布不理想。
- 3) 国产 GH2909 合金缺口敏感性问题产生原因: 精锻温度偏低 ,合金未发生再结晶且 Laves 相沿变形晶界析出 精锻合金经固溶热处理后合金发生

静态再结晶而 Laves 相仍沿原始变形晶界分布,最终导致 Laves 相分布不理想,导致合金出现缺口敏感性。

4) 通过提高精锻温度 ,可以改善组织中 Laves 相的分布 提高合金的缺口持久寿命 消除缺口敏感性问题。

参考文献

- [1] Chen Qiong ,Tian Shipan ,Zhang Shaowei. As-cast microstructure and homogenization treatment of Low-expansion superalloys GH907 and GH909 [J]. Journal of Aeronautical Materials 2015(1):13-21.

 (陈琼 田世藩 张绍维.低膨胀高温合金 GH907 和 GH909 的铸态组织及其均匀化处理[J]. 航空材料学报 2015(1):13-21.)
- [2] Wang Xincai. Effect of forging process on microstructure and properties of Large size GH2909 alloy bar [J]. Special Steel Technology 2014(4): 24-29.

(王信才.锻造工艺对 GH2909 合金大规格棒材组织与性能的影响 [J].特钢技术 2014(4):24-29.)

- [3] Liu Ying Deng Bo Chen Fusheng et al. Effects of silicon on microstructure and durability of low-expansion superalloys [J]. Journal of Iron and Steel Research 1997(9):48-51.)
 (刘瑛 邓波 陈滏生 等.硅对低膨胀高温合金组织和持久性能的影响[J].钢铁研究学报 1997(9):48-51.)
- [4] Yu Lirong Xu Xiao ,Wang Chunsheng.Study on notch senstivity of GH4169 alloy [J]. Aerospace Materials & Technology ,1998 (3):19-21.
- [5] Gao Yukui Zhao Yuxin ,Yin Yuanfa.Study on recrystallization of low expansion superalloy GH909 [J]. Heat Treatment of Metals , 2005(30):77-79.
 - (高玉魁 赵宇新 殷源发.低膨胀高温合金 GH909 再结晶研究[J] 金属热处理 2005(30):77-79.)