

# GH4145合金中 $\gamma'$ 相析出对晶界片状 $M_{23}C_6$ 相析出的影响

华培涛<sup>1</sup>, 陈斯博<sup>2</sup>, 张伟红<sup>1</sup>, 姚晓雨<sup>1</sup>, 孙文儒<sup>1</sup>

(1. 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016;  
2. 中国航发沈阳黎明航空发动机有限责任公司, 沈阳 110000)

**[摘要]** 片状 $M_{23}C_6$ 相是GH4145等高温合金中的典型有害组织, 尽管过去对其析出机制的研究较多, 但其析出条件一直没有明确。研究了不同固溶冷却条件下 $\gamma'$ 相的析出规律, 以及随后进行的730℃时效过程中晶界 $M_{23}C_6$ 相的析出规律。通过对比分析, 发现片状 $M_{23}C_6$ 相的析出与 $\gamma'$ 相析出之间存在直接的联系。当980℃固溶后的冷却速率低于4.5℃/h, GH4145合金的 $\gamma'$ 相会在冷却过程中析出; 冷却速率高于22℃/s时,  $\gamma'$ 相的析出会被完全抑制。当GH4145合金的基体中预先析出 $\gamma'$ 相时,  $M_{23}C_6$ 相的析出和长大受元素扩散控制, 最后将生长成嵌入两侧晶粒的块状。当基体中无 $\gamma'$ 相析出时, 有可能导致局部晶界发生 $\gamma'$ 相与 $M_{23}C_6$ 相的共析反应, 形成互相交迭的片状组织。

**关键词:** 镍基高温合金; GH4145合金;  $M_{23}C_6$ 相; 片状组织

## Effect of $\gamma'$ Precipitation on Lamellar $M_{23}C_6$ Carbide Precipitation in GH4145 Alloy

HUA Peitao<sup>1</sup>, CHEN Sibao<sup>2</sup>, ZHANG Weihong<sup>1</sup>, YAO Xiaoyu<sup>1</sup>, SUN Wenru<sup>1</sup>

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China;  
2. AECC Shenyang Liming Aero-Engine Co., Ltd., Shenyang 110000, China)

**[ABSTRACT]** The lamellar  $M_{23}C_6$  phase is a typical harmful microstructure formed in the superalloys including GH4145. The mechanism for the precipitation of the lamellar structure has been investigated extensively, the conditions for the precipitation of the lamellar structure of the  $M_{23}C_6$  carbide, however, remains unclear till now. By analyzing the precipitation of  $\gamma'$  and  $M_{23}C_6$  phases during the cooling after the 980℃ solution and the subsequent 730℃ aging, it was found that the lamellar  $M_{23}C_6$  precipitation was directly governed by the  $\gamma'$  precipitation. After the 980℃ solution, the  $\gamma'$  precipitation could be prohibited thoroughly when the cooling rate is higher than 22℃/s. During the subsequent 730℃ aging after the 980℃ solution, the  $M_{23}C_6$  carbide precipitated as isolated particles when the  $\gamma'$  phase pre-precipitated in the matrix, because the  $\gamma'$  phase would inhibit the directional growth of the carbide. While the  $M_{23}C_6$  carbide might grow into lamellar form with the  $\gamma'$  phase by the eutectoid reaction of ( $M_{23}C_6+\gamma'$ ) when there was no the  $\gamma'$  precipitates in the matrix before the aging. The co-precipitation of  $M_{23}C_6$  and  $\gamma'$  is the necessary conditions for the formation of the lamellar  $M_{23}C_6$  carbide.

**Keywords:** Nickel-based superalloy; GH4145 alloy;  $M_{23}C_6$  carbide; Lamellar structure

DOI:10.16080/j.issn1671-833x.2020.03.092

GH4145是一种Cr含量较高的时效强化型镍基高温合金, 美国牌号为Inconel X-750<sup>[1-3]</sup>。GH4145合金的组织主要由 $\gamma$ 基体、与基体共格的 $\gamma'$ 相, 以及MC型和 $M_{23}C_6$ 型碳化物所构成。该合金具有优良的综合力学性能和抗氧化、抗热腐蚀性能, 以及良好的工艺性能, 在航空发动机中主要用于制造在800℃以下工作并要求较高强度的耐蚀环零件、结构件和螺栓等零件, 在540℃以下工作的具有中等或较低应力并要求耐松弛的平行弹簧和螺旋弹簧<sup>[4]</sup>。GH4145合金在其他领域也得到了广

泛的应用, 如燃气涡轮机的转子叶片、叶轮和其他结构件, 火箭发动机的推力室, 飞机的反推力装置, 大型高压容器, 模具和核反应堆等<sup>[3-8]</sup>。 $M_{23}C_6$ 碳化物是GH4145等高温合金的主要晶界强化相, 其析出比较复杂, 一般情况下以细小颗粒状在晶界弥散析出, 有时也以胞状(cellular)或片状(lamellar)在晶界析出<sup>[4]</sup>。片状是指单个 $M_{23}C_6$ 相的形态, 胞状是指互相平行的 $M_{23}C_6$ 片组合在一起的整体形状, 本文统称为片状 $M_{23}C_6$ 相。片状 $M_{23}C_6$ 相是高温合金中很早就被发现的一种典型组

织<sup>[9]</sup>,显著降低合金塑性<sup>[5]</sup>。尽管早期已开展了较多相关研究<sup>[1,4,10]</sup>,基本确定了片状 $M_{23}C_6$ 相的析出机理,但并未明确其析出条件,因此无法为实际生产中控制片状 $M_{23}C_6$ 相的析出提供直接有效的指导。近年来,对于GH4145合金的研究仍较广泛,但主要集中于热加工<sup>[11]</sup>以及核辐射<sup>[12]</sup>等条件下的组织性能变化的研究,对于片状 $M_{23}C_6$ 相的析出机制和条件的研究则很少见。因此,本文进一步研究了GH4145合金片状 $M_{23}C_6$ 相的析出规律和条件,以期控制其析出提供研究基础。

## 1 试验材料与方法

试验材料为采用“真空感应+真空自耗”工艺熔炼的商用GH4145合金,铸锭经均匀化处理,锻造成直径为45mm棒材,然后在室温下进行变形量为48%的冷轧变形。将冷轧态合金进行(980°C×30min)固溶处理后,采用氦气冷却的方式以不同冷速冷却至室温,同时还以炉冷(FC)、空冷(AC)、油冷(OC)和水冷(WC)的方式冷却至室温。测试以不同冷速冷却试样的室温拉伸性能,分析晶界和晶内强化相析出。将经过以上固溶处理后以不同速率冷却的试样,进一步进行730°C的时效处理,分析晶界相析出情况。

显微组织观察采用电解腐蚀,腐蚀剂为10g草酸+100mL水溶液,腐蚀条件为5~10V、30~90s。采用光学金相显微镜(OM, Axiovert 200 MAT)和JEOL 6340型扫描电子显微镜进行组织观察。利用透射电子显微镜(TEM, JEOL2010)对析出相形貌和晶体结构进行观察分析。透射样品在减薄后利用双喷技术制备,双喷液为10%高氯酸+90%酒精,双喷温度为-26°C,电流为46mA。

## 2 试验结果

### 2.1 晶粒组织和 $\gamma'$ 强化相

GH4145合金冷轧态组织如图1(a)所示,晶粒沿变形方向被明显压扁,呈典型的冷变形组织。经过(980°C×30min)固溶处理后,发生了完全再结晶,形成了均匀的等轴晶组织,平均晶粒度约为ASTM8级(图1(b))。

经980°C保温30min以不同速率冷却处理后, GH4145合金的室温拉伸性能如表1所示。冷却速率处

于0.5~4.5°C/s范围内时,随冷却速率提高,合金的室温拉伸屈服和断裂强度急剧降低。当冷却速率由4.5°C/s提高至22°C/s时,室温拉伸屈服和断裂强度降低的速率明显变缓。

不同冷速下 $\gamma'$ 相的析出情况如图2所示。冷却速率为1.5°C/s时,合金基体中析出密集分布的 $\gamma'$ 相(图2(a)),因此合金的强度较高;冷却速率为4.5°C/s时,扫描电镜下未观察到明显的 $\gamma'$ 相析出(图2(b)),因此室温拉伸强度显著降低。冷速提高至22°C/s时,屈服强度进一步明显降低,说明冷速为4.5°C/s时仍有 $\gamma'$ 相析出,只是此时析出数量较少,尺寸很小,所以扫描电镜下没有观察到析出。显然,冷速主要通过影响 $\gamma'$ 相析出来影响合金强度。如表1所示,22°C/s冷却时的室温拉伸强度与油冷(OC)和水冷(WC)时相同,说明此时 $\gamma'$ 相析出已经被完全抑制。但空冷时的强度略高于22°C/s冷速条件下的强度,说明空冷条件下的冷却速率略低于22°C/s。同理,炉冷的冷却速率略低于0.5°C/s。

### 2.2 晶界强化相析出

将试样进行(980°C×30min)固溶处理后分别进行炉冷和水冷,再进行(730°C×20h)处理,晶界析出情况

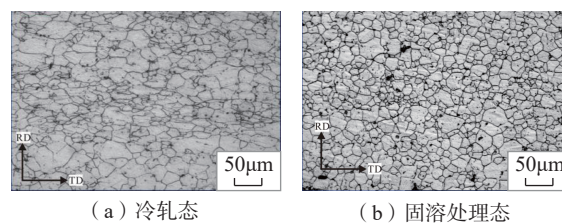


图1 冷轧态和固溶处理态GH4145合金的组织

Fig.1 Microstructure of GH4145 alloy as cold rolled and solution treated

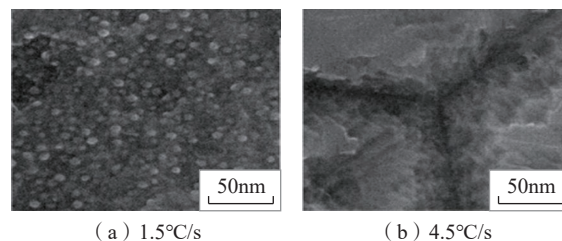


图2 980°C固溶后的冷速对GH4145合金 $\gamma'$ 相析出的影响

Fig.2 Effect of cooling rate on the precipitation of  $\gamma'$  phase in GH4145 alloy after the solution at 980°C for 30min

表1 (980°C×30min)固溶处理后的冷却速率对GH4145合金室温拉伸强度的影响

Table 1 Effect of cooling rate on room temperature tensile strength of GH4145 under solution at 980°C for 30min

Cooling rate	0.5°C/s	1.5°C/s	4.5°C/s	22°C/s	AC	FC	OC	WC
UTS/MPa	1230	1150	860	765	775	1240	780	750
YS/MPa	670	650	375	275	285	720	289	260

如图3所示。炉冷后再进行730℃时效的试样,晶界上析出均匀分布的细小颗粒状相(图3(a));水冷后再进行730℃时效处理的试样,晶界上除析出细小颗粒状相之外,局部出现宽化的情况,如图3(b)中箭头所示。高倍下观察可见,宽化的晶界是由与晶界垂直的细丝状析出相所构成(图3(c))。不同冷速处理的晶界析出情况如表2所示,冷却速率低于4.5℃/s时的晶界析出与炉冷条件下的析出类似(图3(a)),都为细小颗粒状析出;冷却速率为22℃/s,空冷、油冷与水冷条件下的析出类似(图3(b)和3(c)),都为细小颗粒状加局部细丝状析出。

图4为经980℃固溶30min水冷处理后,再经730℃时效不同时间的晶界丝状相析出变化规律。经730℃时效5min后,丝状相便已经明显析出,随时效时间延长晶界丝状相有所长大。

### 3 讨论

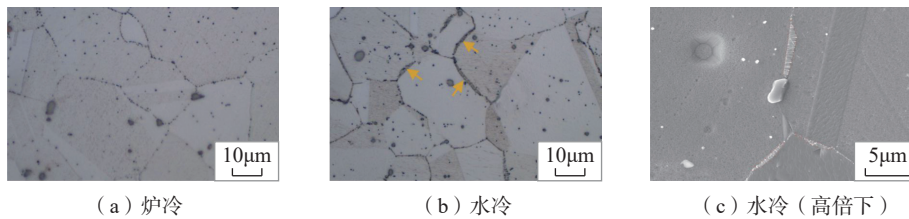
图5(a)为丝状相沿<111>晶向的暗场像,其选区衍射花样如图5(b)所示,该相为M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>相。如图3(c)和图5(a)所示,一般情况下,M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>丝状相的一侧比较平直,另一侧呈曲线状。其中平直的一侧应为原始晶界OB(original boundary),弯曲的一侧应为丝状M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>相的生长前沿RF(reaction front),丝状M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>相在晶粒A和晶粒B间的晶界处萌生,生长进入A晶粒内部。由图5(b)可以看到,M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>相与基体间存在晶体学取向关系:<111><sub>M<sub>23</sub>C<sub>6</sub></sub>//<111><sub>γ</sub>和<220><sub>M<sub>23</sub>C<sub>6</sub></sub>//<220><sub>γ</sub>。这种晶体学取向关系可能是造成丝状M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>相向A晶粒内部平行生长的主要原因,即沿晶体学取向关系生长进入A晶粒内部。

图6(a)为M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>相的<220>晶向暗场像,图6(b)为γ'相的<100>晶向暗场像,对应的选区衍射花样如

表2 980℃固溶冷却速率对随后730℃时效20h过程中M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>析出的影响

Table 2 Effect of cooling rate succeeding the 980℃ solution on the M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> precipitation during aging at 730℃ for 20h

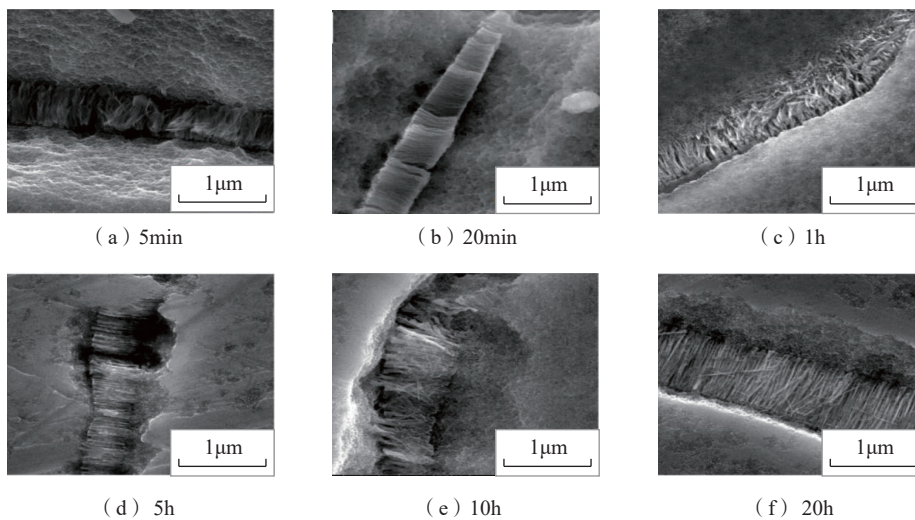
Cooling rate	FC	0.5℃/s	4.5℃/s	22℃/s	AC	OC	WC
Carbide Morphology	Particle	Particle	Particle	Particle/Silk like	Particle/Silk like	Particle/Silk like	Particle/Silk like



(a) 炉冷 (b) 水冷 (c) 水冷(高倍下)

图3 930℃×30min固溶后的冷速对随后730℃×20h时效过程中晶界析出的影响

Fig.3 Effect of cooling rate succeeding the solution at 980℃ on the grain boundary precipitation during aging at 730℃ for 20h



(a) 5min (b) 20min (c) 1h (d) 5h (e) 10h (f) 20h

图4 GH4145合金经980℃×30min水冷处理后,晶界丝状相析出随730℃时效时间的变化

Fig.4 Evolution of the silk-like phase precipitated at the grain boundary of GH4145 alloy during the aging at 730℃ after the solution at 980℃ for 30min followed by water quenching

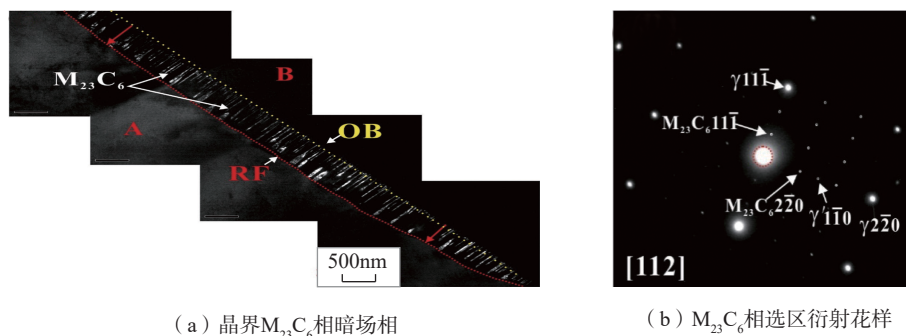


图5 GH4145合金经980℃保温30min水冷后再经730℃时效20h的丝状相析出形貌

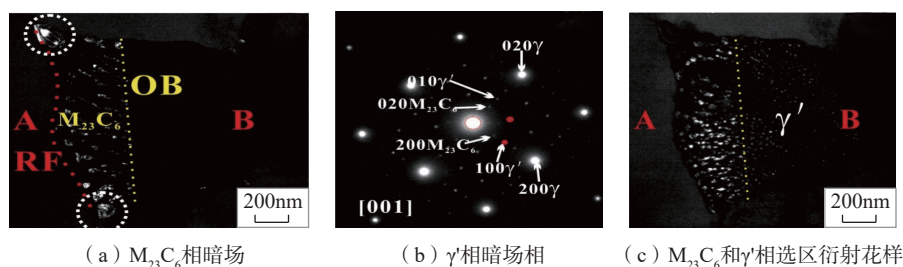
Fig.5 Typical morphology of  $M_{23}C_6$  carbide precipitated in GH4145 alloy after solution at 980℃ followed by water quenching and aging at 730℃ for 20h

图6 局部晶界析出的片状M23C6相和γ'相

Fig.6 Precipitation of the lamellar  $M_{23}C_6$  and  $\gamma'$  phases at the local grain boundaries

图6(c)所示。图6(a)中晶界 $M_{23}C_6$ 相多呈细棒状,与图5中形貌相近,靠近原始晶界处尺寸较小,靠近反应前沿处尺寸明显增大。图6(b)中的 $\gamma'$ 相分成两种形态,位于原始晶界OB左侧的晶粒A中的丝状 $M_{23}C_6$ 相析出区, $\gamma'$ 相也呈类似的丝状;位于原始晶界OB右侧晶粒B中无 $M_{23}C_6$ 相析出, $\gamma'$ 相呈正常的球状。显然,丝状相析出区是由 $M_{23}C_6$ 相丝和 $\gamma'$ 相丝共同组成的,并且两种丝是交替排列的。

如图7所示,块状 $M_{23}C_6$ 相均匀分布在晶界上,并且嵌入两侧的晶粒内部。同向单侧晶粒内部生长的片状 $M_{23}C_6$ 相相比,显然这种向两侧晶粒内部生长的块状 $M_{23}C_6$ 相具有更强的晶界强化作用。对图7中块状 $M_{23}C_6$ 相的能谱分析表明,其成分为75.50%Cr、20.51%Ni、2.69%Fe和1.29%Ti。众所周知, $\gamma'$ 相的成分为 $Ni_3(Al,Ti)$ 。显然 $M_{23}C_6$ 和 $\gamma'$ 相的成分存在互补性,当 $\gamma'$ 相析出时可以排出 $M_{23}C_6$ 相析出所需要的Cr,而当 $M_{23}C_6$ 相析出时,可以排出 $\gamma'$ 相析出所需要的Ni、Al和Ti元素,因此二者具备共同析出的条件。在本文中,当冷却速率低于4.5℃/s时,合金在冷却过程中预先析出了 $\gamma'$ 相。当合金进一步进行730℃时效时, $M_{23}C_6$ 相在晶界处萌生后,预先析出的 $\gamma'$ 相颗粒将阻止其长成丝状,此时其生长依赖于其周围C和Cr元素的供给,两侧晶粒都可以向其提供C和Cr元素,所以它可以生长成

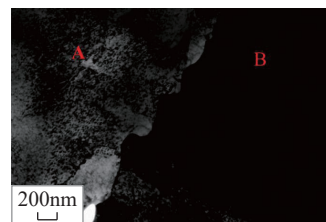


图7 块状的晶界析出形貌

Fig.7 Precipitation of phases as isolated particles at the grain boundaries

嵌入两侧晶粒的块状。当冷却速率高于22℃/s时, $\gamma'$ 相的析出被完全抑制。当合金进一步进行730℃时效时,且局部晶界的碳含量较高时, $M_{23}C_6$ 相与 $\gamma'$ 相的形核速率几乎相同,由于二者成分的互补性,先形核的一相总是可以引起另一相在旁边析出,二者如此反复按共析反应机制析出。导致 $M_{23}C_6$ 相向单侧晶粒内部生长的另一因素是其与晶体的取向关系,即其存在一个有利生长方向,可以沿该方向优先生长成平直的片状。而 $M_{23}C_6$ 相的片状生长也必然诱导其旁边的 $\gamma'$ 相长成片状。从形核的角度考虑,这种共析反应的发源地在晶界某处,并沿晶界面向四周扩展,沿晶界的快速扩散可以保证共析反应的持续进行,直至其周围C等关键元素被严重消

(下转第102页)

graph building method for open source project[J]. Journal of Frontiers of Computer Science & Technology, 2017, 11(6): 852-861.

[14] 葛斌, 谭真, 张翀, 等. 军事知识图谱构建技术[J]. 指挥与控制学报, 2016, 2(4): 302-308.

GE Bin, TAN Zhen, ZHANG Chong, et al. Military knowledge graph construction technology[J]. Journal of Command and Control, 2016, 2(4): 302-308.

[15] 俞思伟, 范昊, 王菲, 等. 基于知识图谱的智能医疗研究[J]. 医疗卫生装备, 2017, 38(3): 109-111.

YU Siwei, FAN Hao, WANG Fei, et al. Intelligent medical research based on knowledge map[J]. Chinese Medical Equipment Journal, 2017, 38(3): 109-111.

[16] 吴运兵, 阴爱英, 林开标, 等. 基于多数据源的知识图谱构建方法研究[J]. 福州大学学报(自然科学版), 2017(3): 329-335.

WU Yunbing, YIN Aiyong, LIN Kaibiao, et al. Research on knowledge mapping construction method based on multiple data sources[J]. Journal of Fuzhou University (Natural Science Edition), 2017(3): 329-335.

[17] 项灵辉. 基于图数据库的海量 RDF 数据分布式存储[D]. 武汉: 武汉科技大学, 2013.

XIANG Linghui. Distributed storage for massive RDF data based on graph database[D]. Wuhan: Wuhan University of Science and Technology, 2013.

[18] 周书锋, 许卓明. 基于 R2RML 的关系数据库向资源描述框架映射算法[EB/OL]. [2013-02-04]. <http://www.paper.edu.cn/releasepaper/content/201302-35>.

ZHOU Shufeng, XU Zhuoming. R2RML-based relational database to resource description framework mapping algorithm[EB/OL]. [2013-02-04]. <http://www.paper.edu.cn/releasepaper/content/201302-35>.

通讯作者: 赵倩, 硕士, 助理工程师, 研究方向为知识管理、知识图谱、故障诊断等, E-mail: zhaopian0912@126.com。

(责编 大漠)

(上接第95页)

耗为止。在碳含量较低的晶界处, 730°C 时效时  $\gamma'$  相在两侧晶粒基体中的析出将先于  $M_{23}C_6$  相在晶界的析出, 当  $M_{23}C_6$  相在晶界形成稳定核心后, 两侧晶粒中预先析出的  $\gamma'$  相将阻止  $M_{23}C_6$  相沿有利的晶向生长, 此时其生长受元素扩散控制。尽管沿晶界的元素扩散速率较快, 但晶界上的多个  $M_{23}C_6$  相核心的生长必然快速导致 C 和 Cr 元素的贫化, 因此其生长必然依赖于两侧晶粒不断提供 C 和 Cr 元素, 最终使  $M_{23}C_6$  相生长成嵌入两侧晶粒的块状。

综上所述,  $M_{23}C_6$  相的析出形态受  $\gamma'$  相的析出控制。当  $\gamma'$  相预先在基体中析出时,  $M_{23}C_6$  相只能生长成块状; 当  $\gamma'$  相与  $M_{23}C_6$  同时析出时, 有可能以共析方式生长成互相交迭的片状。

## 4 结论

(1) 当 980°C 固溶冷却速率低于 4.5°C/h, GH4145

合金的  $\gamma'$  相会在冷却过程中析出; 高于 22°C/s 时,  $\gamma'$  相的析出会被完全抑制。

(2) 当 GH4145 合金的基体中预先析出  $\gamma'$  相时,  $M_{23}C_6$  相的析出和长大受元素扩散控制, 最后将生长成嵌入两侧晶粒的块状。当基体中无  $\gamma'$  相析出时, 有可能导致局部晶界发生  $\gamma'$  相与  $M_{23}C_6$  相的共析反应, 形成互相交迭的片状组织。

## 参考文献

[1] BARLOW C Y, RALPH B. Observations of cellular transformation products in nickel-base superalloys[J]. Journal of Materials Science, 1979, 14(10): 2500-2508.

[2] FLOREEN S, NELSON J. The effects of heat treatment and composition on the stress corrosion cracking resistance of Inconel alloy X-750[J]. Metallurgical Transactions A, 1983, 14(1): 133-139.

[3] HATTORI K, TSUBOTA M, OKADA T. Effect of chloride on the stress corrosion cracking susceptibility of Inconel X-750 in high-temperature water[J]. Corrosion, 1986, 42(9): 531-532.

[4] KEKKONEN T, HÄNNINEN H. The effect of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of Inconel X-750 alloy[J]. Corrosion Science, 1985, 25(8-9): 889-803.

[5] KOTVAL P, HATWELL H. Discontinuous precipitation of  $M_{23}C_6$  carbide in a nickel base superalloy[J]. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 1969, 245(8): 1821-1823.

[6] MILLS W. Fracture surface micromorphology of Inconel X-750 at room temperature and elevated temperatures[R]. Richland: Hanford Engineering Development Lab, 1977.

[7] MILLS W, MASTEL B. Room temperature and elevated temperature deformation characteristics of Inconel X-750[R]. Richland: Hanford Engineering Development Lab, 1979.

[8] MISHRA B, MOORE J. Effect of single aging on stress corrosion cracking susceptibility of INCONEL X-750 under PWR conditions[J]. Metallurgical Transactions A, 1988, 19(5): 1295-1304.

[9] SIMS C T, STOLOFF N S, HAGEL W C. Superalloys II [M]. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1987.

[10] VOICE W, FAULKNER R. The discontinuous precipitation of  $M_{23}C_6$  in Nimonic 80A[J]. Journal of Materials Science, 1987, 22(12): 4221-4232.

[11] WANG Y, PAN Q, SONG Y, et al. Hot deformation and processing maps of X-750 nickel-based superalloy[J]. Materials & Design, 2013, 51: 154-160.

[12] ZHANG H K, YAO Z, MORIN G, et al. TEM characterization of in-reactor neutron irradiated CANDU spacer material Inconel X-750[J]. Journal of Nuclear Materials, 2014, 451(1-3): 88-96.

通讯作者: 张伟红, 副研究员, 博士, 研究方向为高温合金及其加工技术, E-mail: whzhang@imr.ac.cn。

(责编 大漠)