

大尺寸薄壁Inconel 718环件 粉末热等静压近净成形*

吴杰,徐磊,崔潇潇,崔玉友,孙文儒,杨锐

(中国科学院金属研究所钛合金研究部,沈阳 110016)

[摘要] 采用无坩埚感应熔炼超声气体雾化法(Electrode induction melting gas atomization, EIGA)制备了Inconel 718预合金粉末,并对预合金粉末进行了表征。通过预合金粉末热等静压工艺制备了Inconel 718粉末合金坯料并测试力学性能,力学性能接近锻件。采用有限元法进行了Inconel 718环件的热等静压数值模拟,并结合模具设计,实现了粉末高温合金复杂结构件的整体近净成形。

关键词: Inconel 718合金;粉末冶金;热等静压;近净成形;数值模拟

DOI:10.16080/j.issn1671-833x.2020.16.059



吴杰

助理研究员,博士,研究方向为钛合金及高温合金粉末冶金近净成形。发表论文近30篇,申请国家发明专利5项,发布和参与制定企业标准2项。

Inconel 718合金,是以体心四方 γ' (Ni₃Nb)为主要强化相和面心立方 γ' (Ni₃(Ti, Al))为次要强化相的沉淀强化镍基高温合金^[1-4]。Inconel 718合金在-253~650℃温度范围内具有良好的综合力学性能;在650℃时具有强度高、抗疲劳、抗辐射、抗氧化、耐腐蚀、热加工性能和焊接性能好的特点,在航空、航天、核能和石油工业中得到了极为广泛的应用。Inconel 718合金的另一特点是显微组织和综合力学性能对热响应敏感,通过掌握合金中相溶解和析出规律及组织与性能之间的关系,设计不同的成形工艺,满足不同服役环境对材料的综合性能需求^[5-9]。

大尺寸薄壁Inconel 718环件目前主要采用精密铸造或塑性成形+机加工的成形工艺,精密铸造存在合金成分偏析、缩孔、缩松和冷隔等铸造缺陷;锻件+机加工存在锻件各处显微组织不均匀、锻件各处性能不一致且存在性能散差、材料利用率低

等问题。粉末冶金近净成形又称“粉末铸造”,在欧美等发达国家被称为精密铸造的升级版,能够彻底解决精密铸造以及锻件+机加工的诸多难题^[10-14]。在粉末高温合金研究和生产领域,俄罗斯与美国同时开展研究工作。美国普遍采用氩气雾化(AA)制粉+热等静压+热变形工艺流程制备粉末高温合金复杂部件;俄罗斯普遍采用等离子旋转电极工艺(PREP)制粉+直接热等静压工艺流程制备粉末高温合金复杂部件^[15-18]。本文旨在采用氩气雾化制粉+直接热等静压近净成形工艺方法,成形出尺寸和表面质量满足加工要求、综合力学性能接近锻件水平的粉末制件,解决大尺寸薄壁Inconel 718环件毛坯成形问题。

试验及方法

采用无坩埚感应熔炼超声气体雾化法(Electrode induction melting gas atomization, EIGA)制备了

* 基金项目:中国科学院战略性先导科技专项(A类)(XDA22010102);辽宁省博士科研启动基金计划项目(2019-BS-252)。

Inconel 718 预合金粉末。Inconel 718 粉末合金的制备方法^[19-20]：在大气环境中将粉体尺寸在 $106\mu\text{m}$ 以下的 Inconel 718 预合金粉末填入圆柱形低碳钢包套内，经过振实、点焊、真空脱气、封焊和热等静压等过程得到热等静压坯料，采用的设备为安泰科技公司涿州新材料分公司的 RD(Z)-1-850 型热等静压炉，热等静压制度为：随炉升至 $1220\sim 1260\text{ }^\circ\text{C}$ ，压力大于 120MPa ，保温时间 $0.5\sim 2\text{h}$ ；然后随炉冷至 $1090\sim 1130\text{ }^\circ\text{C}$ ，压力大于 120MPa ，保温 $2\sim 6\text{h}$ ，炉冷。固溶热处理条件为 $(955 \pm 20)\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 $1\sim 4\text{h}$ ，氩气冷却，时效热处理条件为 $(720 \pm 10)\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 8h ，然后随炉冷到 $(620 \pm 10)\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 8h ，氩气冷却或炉冷，降到室温的时间不少于 1h 。在 Shimadzu 型拉伸试验机上进行室温拉伸及高温拉伸性能试验，拉伸试样标距长度为 25mm ，直径为 5mm 。在 SANS-GWT105 型高温蠕变持久试验机上进行高温持久性能测试，试验温度为 $650\text{ }^\circ\text{C}$ ，应力为 725MPa 。粉末合金拉伸及持久性能试样的形状及尺寸如图 1 所示。

结果与讨论

1 Inconel 718 预合金粉末的表征

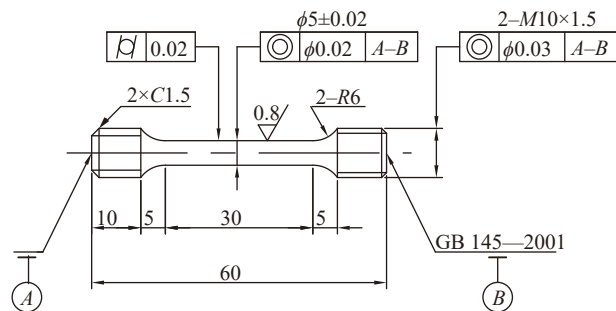
本文采用无坩埚感应熔炼超声气体雾化法^[4,12,18]制备 Inconel 718 预合金粉末。EIGA 法一般采用高压惰性气体(通常为氩气或者氮气)作为介质对高温合金熔滴进行破碎，因此在粉末制备过程中，部分金属熔滴可能包裹环境中的惰性气体，凝固后形成空心粉。另外金属熔滴在沉降的过程中，小熔滴和较大熔滴优先凝固，并可能会黏附于大熔滴表面，最终形成卫星球，如图 2 (a) 和 (b) 所示。相关研究结果表明^[18]，EIGA 法可以制备广粒度分布的预合金粉末，典型的粉末

粒度分布为 $5\sim 250\mu\text{m}$ 。由图 2 (b) 可知，EIGA 粉末表面均由胞晶和树枝晶组成，根据粉末凝固组织中枝晶间距和冷却速率的关系可以估算，EIGA 粉末的凝固速率快，约为 $10^3\sim 10^5\text{K/s}$ 。相关研究结果表明^[12,18]，EIGA 法制备的预合金粉末均属于快速凝固粉末，化学成分均匀，通常不存在成分偏析。

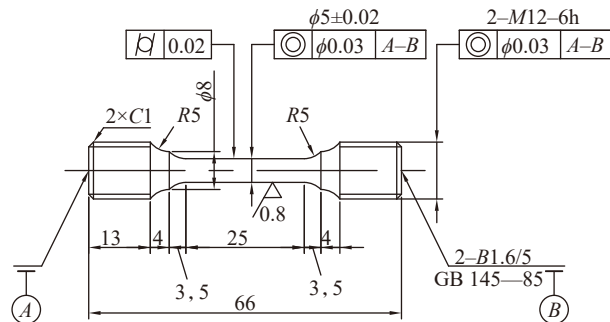
2 大尺寸薄壁 Inconel 718 环件热等静压工艺

2.1 大尺寸薄壁 Inconel 718 环件设计

图 3 为大尺寸薄壁 Inconel 718 环件设计图。环形件直径 630mm ，高度 140mm ，壁厚 2.5mm ，大面积薄壁区域使环件精确控制尺寸的难度增加。大尺寸薄壁 Inconel 718 环件



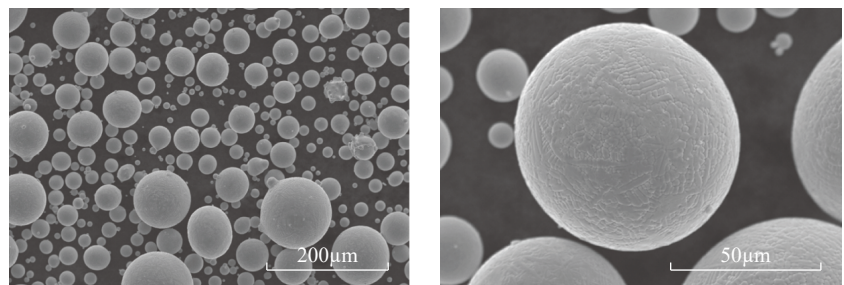
(a) 室温及高温拉伸性能试样形状及尺寸



(b) 持久性能试样形状及尺寸

图1 粉末合金拉伸及持久性能试样的形状及尺寸

Fig.1 Schematic of specimens of powder metallurgy alloys for tensile tests and rupture lifetime tests at $650\text{ }^\circ\text{C}/725\text{MPa}$



(a) 低倍形貌

(b) 高倍形貌

图2 Inconel 718预合金粉末的表征

Fig.2 Characterization of Inconel 718 pre-alloyed powder

尺寸精度控制难度大,可能的原因有:(1)高温合金粉末高温强度与模具材料不一致造成包套材料/粉体材料协调变形能力差,造成尺寸超差;(2)目标零件并非完全意义上的对称结构,热等静压过程中粉末构件各部位收缩不一致,造成尺寸超差;(3)目标零件存在着形状及尺寸不一致的凸台和空腔结构,这些机构均会造成粉末构件的不均匀致密化,造成尺寸超差。在研制的过程中可采用优化模具设计、有限元数值模拟与增加热等静压工装的办法,实现控形控性一体化控制,缩短试验周期,实现工程应用。

2.2 大尺寸薄壁Inconel 718环件

热等静压工艺流程

采用包套热等静压近净成形工艺制备高温合金及制件,得到的粉末坯料孔隙缺陷少、致密度高、显微组织均匀、力学性能一致性好。包套是粉末合金热等静压成形必备的容器,常用的包套材料有低碳钢、高温合金和陶瓷等,包套对粉体材料起容纳变形的作用,包套直接影响粉末热等静压制品的表面粗糙度、冶金质量和外形尺寸^[21-22]。在进行高温合金粉末热等静压致密化时,热等静压致密化参数(保温时间、保温温度、保压压力、升温速率、降温速率等)和包套特征尺寸等工艺参数的变化均会造成粉末高温合金致密化程度的差异^[23-25]。大尺寸薄壁 Inconel 718 环件制备工艺流程为:模具设计与制造→Inconel 718 洁净预合金粉末的



图3 大尺寸薄壁Inconel 718环件设计图

Fig.3 Large thin-wall cylindrical structure of Inconel 718 ring

制备→粉末填充→模具焊接→除气→封装→热等静压致密化→外包套/内部型芯去除→退火→粉末合金及制件,主要工艺路线如图4所示。

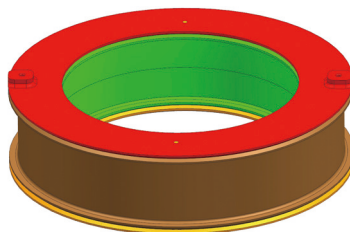
2.3 大尺寸薄壁Inconel 718环件

有限元模拟分析

基于连续介质模型的有限元方法进行热等静压的数值模拟,采用ABAQUS软件里自带的多孔金属模型,对Inconel 718粉末压坯的热等静压致密化过程进行模拟,该零件为轴对称回转体,为减少计算工作量,

提高计算效率,建二维轴对称网格模型,模型示意图如图5所示。采用CAX4RT单元,高温合金的网格大小1mm,网格数量为1130个,包套网格大小1~2mm,网格数量4201个。

在热等静压过程中,其不同时间段的相对密度变化情况如图6所示。热等静压0s时,相对密度为0.67,即为松装密度。热等静压6795s时,温度和压力均未达到设定的最大值,此时,局部密度已经开始发生变化,零件外形也随着包套发生了一定的



(a) 模具设计与制造



(b) 粉末填充



(c) 真空脱气



(d) 模具封焊



(e) 热等静压致密化



(f) 环件毛坯

图4 大尺寸薄壁Inconel 718环件工艺流程图

Fig.4 Near net shape flowchart of large thin-wall cylindrical structure of Inconel 718 ring

形变,侧壁相对密度略微高于上下端面,这是由于上下端面模具壁厚较厚,对热等静压压力屏蔽作用更为显著。热等静压 7992s 时,已达到热等静压保温保压状态,此时零件大多位置的相对密度达到了 0.95 以上,零件不同位置相对密度仍然存在差异。热等静压 10007s 时,零件各处相对密度趋于一致,零件整体相对密度基本达到 0.98 以上,在那些局部不易致密的位置几乎能获得全致密,说明该包套结构经 3h 热等静压处理后完全能获得几乎全致密零件,保证零件具有良好的力学性能。

3 Inconel 718 粉末合金力学性能

表 1 给出了 Inconel 718 粉末合金固溶时效态的室温拉伸性能及 650℃ 拉伸性能。从表 1 可以看出,粉末合金无论是室温拉伸性能还是 650℃ 拉伸均全面超越铸造合金接近锻造合金水平,粉末合金 650℃ /725MPa 持久性能接近锻造合金水平。

4 无损检测

制备的大尺寸薄壁 Inconel 718 环件如图 7 (a) 所示。环件内部质量采用 X 射线检验,按 GJB1187A—2001B 级进行,不存在孔洞、夹杂和裂纹等缺陷, X 射线检验结果如图 7 (b) 所示。此外,粉末制件的表面质量采用荧光检验,荧光渗透检验按 GJB 2367A—2005 进行,不存在裂纹、未充满、穿透性缺陷等。粉末

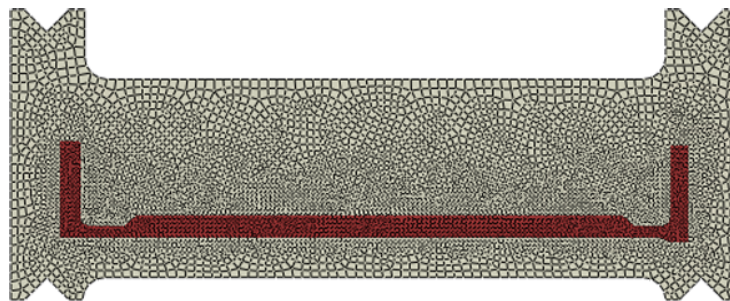


图5 二维轴对称网格模型
Fig.5 Finite element meshing of powder blanks

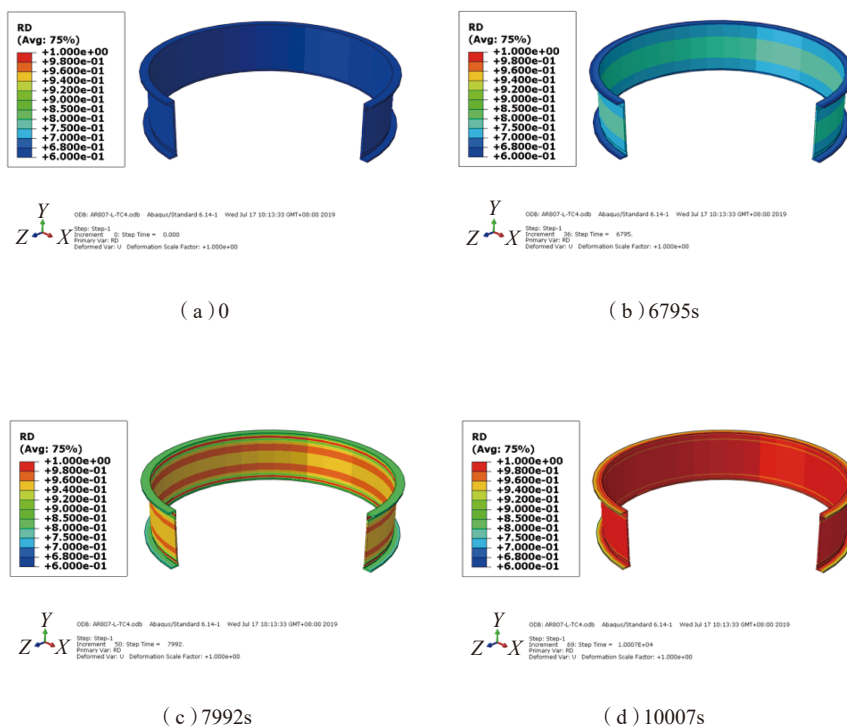


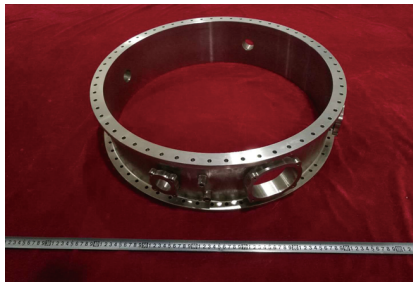
图6 粉末体热等静压过程不同时刻相对密度分布云图

Fig.6 Relative density distribution cloud map of powder body during HIP at different time

表1 Inconel 718粉末合金拉伸性能及持久性能

Table 1 Tensile and rupture properties at room and elevated temperature of PM Inconel 718 alloys

成形工艺	试验温度 /℃	拉伸性能				持久性能 τ /h
		R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%	Z /%	
Cast ^[26]	室温	982	809	9	11	41
PM	室温	1300	1059	20	27	
Wrought ^[27]	室温	1345	1100	12	15	37
Cast ^[26]	650	733	656	7	12	45
PM	650	1080	901	17	20	
Wrought ^[27]	650	1080	930	12	15	47



(a) 部件照片



(b) X 射线照片

图7 大尺寸薄壁Inconel 718环件

Fig.7 Large thin-wall cylindrical structure of Inconel 718 ring

制件经目视检查,不存在显著缺陷、飞边、毛刺、模具残留等。

结论

(1) EIGA 法制备的预合金粉末表面 EIGA 粉末表面均由胞晶和树枝晶组成,呈快速凝固特征。

(2) 采用 EIGA 粉末 + 热等静压成形可制备显微组织均匀、力学性能一致性好的 Inconel 718 粉末合金,合金综合力学性能全面超越目前铸造合金水平接近锻造合金水平。

(3) 采用热等静压成形工艺制备出大尺寸薄壁 Inconel 718 环件,构件表面光滑,成形精度高。Inconel 718 环件经 X 射线及荧光检测,不存在孔洞、夹杂和裂纹等缺陷。

参考文献

[1] 张义文, 刘建涛, 贾建, 等. 热等静压冷却速度对粉末冶金高温合金组织及性能的影响 [J]. 粉末冶金工业, 2010(6): 11-17.

ZHANG Yiwen, LIU Jiantao, JIA Jian, et al. Effect of cooling rates of hot isostatic pressing process on P/M superalloy[J]. Powder Metallurgy Industry, 2010(6): 11-17.

[2] 胡本美, 刘国权, 贾成厂, 等. 新型高性能粉末高温合金的研究与发展 [J]. 材料工程, 2007, 35(2): 49-53, 57.

HU Benfu, LIU Guoquan, JIA Chengchang, et al. Development in new type high-performance P/M superalloys[J]. Journal of Materials Engineering, 2007, 35(2): 49-53, 57.

[3] CHANG L T, SUN W R, CUI Y Y, et al. Influences of hot-isostatic-pressing temperature on microstructure, tensile properties and tensile fracture mode of Inconel 718 powder compact[J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 599: 186-195.

[4] 常立涛. 洁净高温合金粉末的制备及其热等静压工艺研究 [D]. 北京: 中国科学院大学, 2014.

CHANG Litao. Preparation and hot isostatic press compaction of superalloy powder with less ceramic inclusions[D]. Beijing: University of Chinese Academy of Sciences, 2014.

[5] 孔永华, 胡华斌, 李龙, 等. GH4169 合金不同锻造工艺的组织与性能 [J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(S2): 225-228.

KONG Yonghua, HU Huabin, LI Long, et al. Study on the microstructures and properties of GH4169 alloy by different forging technology [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(S2): 225-228.

[6] 成雅薇. GH4169 合金粉末选区激光熔化成形数值模拟及试验研究 [D]. 太原: 中北大学, 2016.

CHENG Yahui. Numerical simulation and experimental research of selective laser melting on nickel based alloy powder GH4169[D]. Taiyuan: North University of China, 2016.

[7] 姚草根, 孟烁, 李秀林, 等. 粉末氧含量对热等静压 FGH4169 合金力学性能与组织的影响 [J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2017, 22(1): 33-40.

YAO Caogen, MENG Shuo, LI Xiulin, et al. Effects of powder oxygen content on mechanical properties and microstructure of FGH4169 alloy[J]. Materials Science and

Engineering of Powder Metallurgy, 2017, 22(1): 33-40.

[8] 杜胶义. GH4169 镍基合金粉末选区激光熔化基础工艺研究 [D]. 太原: 中北大学, 2014.

DU Jiaoyi. Research on process experiment of selective laser melting with GH4169 nickel-based alloy powder[D]. Taiyuan: North University of China, 2014.

[9] 王博. 粉末冶金 FGH4169 高温合金的制备、组织、力学性能及热加工性能研究 [D]. 长沙: 中南大学, 2014.

WANG Bo. Research on the preparation, microstructure, mechanical properties and hot deformation behavior of FGH4169 superalloy [D]. Changsha: Central South University, 2014.

[10] 刘明东, 张莹, 刘培英, 等. FGH95 粉末高温合金原始颗粒边界及其对性能的影响 [J]. 粉末冶金工业, 2006(3): 1-5.

LIU Mingdong, ZHANG Ying, LIU Peiying, et al. Study on the PPB defect of P/M superalloy FGH95[J]. Powder Metallurgy Industry, 2006(3): 1-5.

[11] 赵军普, 陶宇, 袁守谦, 等. 粉末冶金高温合金中的原始颗粒边界 (PPB) 问题 [J]. 粉末冶金工业, 2010(4): 43-49.

ZHAO Junpu, TAO Yu, YUAN Shouqian, et al. The problem of prior particle boundary precipitation in P/M superalloys[J]. Powder Metallurgy Industry, 2010(4): 43-49.

[12] 徐磊, 郭瑞鹏, 吴杰, 等. 钛合金粉末热等静压近净成形研究进展 [J]. 金属学报, 2018, 54(11): 1537-1552.

XU Lei, GUO Ruipeng, WU Jie, et al. Progress in hot isostatic pressing technology of titanium alloy powder[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2018, 54(11): 1537-1552.

[13] 张义文, 刘建涛. 粉末高温合金研究进展 [J]. 中国材料进展, 2013, 32(1): 1-11, 38.

ZHANG Yiwen, LIU Jiantao. Development in powder metallurgy superalloy[J]. Rare Metals Letters, 2013, 32(1): 1-11, 38.

[14] 白秉哲, 杨鲁义, 赵耀峰. GH4169 合金“等温锻造 + 直接时效”工艺探讨 [J]. 稀有金属, 2002, 26(1): 7-11.

BAI Bingzhe, YANG Luyi, ZHAO Yaofeng. Exploration of process “isothermal Forging+Direct aging” for GH4169 alloy[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2002, 26(1):

7-11.

[15] 邹金文, 汪武祥. 粉末高温合金研究进展与应用[J]. 航空材料学报, 2006, 26(3): 244-250.

ZOU Jinwen, WANG Wuxiang. Development and application of P/M superalloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2006, 26(3): 244-250.

[16] 杜博睿, 张学军, 郭绍庆, 等. 激光快速成形 GH4169 合金显微组织与力学性能[J]. 材料工程, 2017, 45(1): 27-32.

DU Borui, ZHANG Xuejun, GUO Shaoqing, et al. Microstructure and mechanical properties of laser melting deposited GH4169 superalloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2017, 45(1): 27-32.

[17] CHANG L T, SUN W R, CUI Y Y, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of the hot-isostatic-pressed Inconel 718 powder compact[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 590: 227-232.

[18] 张国庆, 张义文, 郑亮, 等. 航空发动机用粉末高温合金及制备技术研究进展[J]. 金属学报, 2019, 55(9): 1133-1144.

ZHANG Guoqing, ZHANG Yiwen, ZHENG Liang, et al. Research progress in powder metallurgy superalloys and manufacturing technologies for aero-engine application[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2019, 55(9): 1133-1144.

[19] WU J, XU L, LU Z G, et al.

Microstructure design and heat response of powder metallurgy Ti₂AlNb alloys[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2015, 31(12): 1251-1257.

[20] 刘巧沐, 吴杰, 陈玉龙, 等. 热等静压温度和粉末粒度对 Ti₂AlNb 合金组织与性能的影响[J]. 材料研究学报, 2019, 33(3): 161-169.

LIU Qiaomu, WU Jie, CHEN Yulong, et al. Effect of temperature and powder particle size on mechanical properties and microstructure of PM Ti₂AlNb alloy prepared via hot isostatic pressing[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2019, 33(3): 161-169.

[21] 鄂军. Ti-5Al-2.5SnELI 预合金粉末热等静压致密化行为研究[D]. 北京: 中国科学院, 2011.

WU Jun. Densification behavior of Ti-5Al-2.5Sn ELI pre-alloyed powders under hot isostatic pressing[D]. Beijing: University of Chinese Academy of Sciences, 2011.

[22] LU Z G, WU J, GUO R P, et al. Hot deformation mechanism and ring rolling behavior of powder metallurgy Ti₂AlNb intermetallics[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2017, 30(7): 621-629.

[23] CHANG L T, SUN W R, CUI Y Y, et al. Preparation of hot-isostatic-pressed powder metallurgy superalloy Inconel 718 free of prior particle boundaries[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 682: 341-344.

[24] XU L, GUO R P, BAI C G, et al. Effect of hot isostatic pressing conditions and cooling rate on microstructure and properties of Ti-6Al-4V alloy from atomized powder[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2014, 30(12): 1289-1295.

[25] 徐磊, 郭瑞鹏, 陈志勇, 等. Ti55 粉末合金的拉伸性能和薄壁筒体结构的成型[J]. 材料研究学报, 2016, 30(1): 23-30.

XU Lei, GUO Ruipeng, CHEN Zhiyong, et al. Mechanical property of powder compact and forming of large thin-wall cylindrical structure of Ti55 alloys[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2016, 30(1): 23-30.

[26] 王恺, 王俊, 康茂东, 等. 热等静压对 K4169 高温合金组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(5): 1224-1231.

WANG Kai, WANG Jun, KANG Maodong, et al. Effect of hot isostatic pressing on microstructures and properties of superalloy K4169[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24(5): 1224-1231.

[27] 庄景云, 杜金辉, 邓群. 变形高温合金 GH4169[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006.

ZHUANG Jingyun, DU Jinhui, DENG Qun. Deformed superalloy GH4169[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006.

通讯作者: 徐磊, 研究员, 博士, 研究方向为钛合金粉末冶金近净成形, E-mail: lxx@imr.ac.cn.

Hot Isostatic Pressing of Large Thin-Wall Cylindrical Structure of Inconel 718 Ring

WU Jie, XU Lei, CUI Xiaoxiao, CUI Yuyou, SUN Wenru, YANG Rui

(Titanium Alloys Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

[ABSTRACT] Pre-alloyed Inconel 718 powder was prepared by electrode induction melting gas atomization (EIGA) and then characterized. Powder metallurgy (PM) Inconel 718 alloys was prepared through a typical hot isostatic pressing (HIPing) route and its mechanical properties were tested. The mechanical properties were close to that of forgings. The numerical simulation of hot isostatic pressing of Inconel 718 ring was carried out by using the finite element method. Combined with the capsule design, the whole near net shape of PM Inconel 718 complex structure parts was realized.

Keywords: Inconel 718 alloys; Powder metallurgy; Hot isostatic pressing; Near net shape forming; Numerical Simulation (责编 阳光)