

激光立体成形 Inconel 718 镍基高温合金 δ 相析出规律

刘奋成^{1*}, 吕飞阅¹, 任航¹, 王晓光¹, 林鑫²

¹南昌航空大学轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室, 江西 南昌 330063;

²西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072

摘要 通过激光立体成形得到了 Inconel 718 合金沉积态和固溶态试样,研究了时效温度及时效时间对 δ 相尺寸、形貌和体积分数的影响。结果表明,沉积态试样 δ 时效处理时, δ 相首先在枝晶间的 Laves 相周围以短针状的形态析出,不形成长针状的穿晶 δ 相;固溶态试样 δ 时效处理时,在 890 °C 下长时间时效处理可形成穿晶的 δ 相,而 950 °C 下时效处理时 δ 相只在晶界处以短棒状析出。固溶态试样 δ 相析出的孕育期延长,且时效结束后形成的 δ 相体积分数较小。沉积态和固溶态试样中 δ 相的析出表观激活能分别为 1917 kJ·mol⁻¹ 和 1867 kJ·mol⁻¹。

关键词 激光技术; 激光立体成形; 镍基高温合金; δ 相; 析出规律

中图分类号 TG456.7

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201845.1202009

δ Phase Precipitation of Inconel 718 Ni-Based Superalloy Fabricated by Laser Solid Forming

Liu Fencheng^{1*}, Lü Feiyue¹, Ren Hang¹, Wang Xiaoguang¹, Lin Xin²

¹National Defence Key Disciplines Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang, Jiangxi 330063, China;

²State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an, Shaanxi 710072, China

Abstract The as-deposited and solution-treated Inconel 718 superalloy samples are fabricated by laser solid forming, and the influences of aging temperature and aging time on the size, morphology, and volume fraction of δ phases are investigated. The results show that as for the aging treatment of as-deposited samples, the δ phases precipitate around the interdendritic Laves phases with a short needle pattern, and there are no δ phases throughout grains with a long needle pattern. In contrast, as for a long time δ aging treatment of solution-treated samples, there occur δ phases throughout grains with a long needle pattern at 890 °C, while for the aging treatment at 950 °C, only the short-bar-like δ phases precipitate at grain boundaries. In addition, the incubation time of δ phase precipitation elongates, while the volume fraction of δ phases formed after aging treatment decreases. The apparent activation energies of δ phase precipitation for the as-deposited and solution-treated samples are 1917 kJ·mol⁻¹ and 1867 kJ·mol⁻¹, respectively.

Key words laser technique; laser solid forming; Ni-based superalloy; δ phase; precipitation law

OCIS codes 140.3390; 140.3380; 160.3900

1 引言

Inconel 718 合金具有强度高、耐腐蚀性能和抗

氧化性能良好等特性,被广泛应用于航空、航天、核电、石油等领域^[1-2]。同时,Inconel 718 合金具有良好的焊接性和可成形性,可广泛应用于以激光、电子

收稿日期: 2018-03-15; 修回日期: 2018-05-15; 录用日期: 2018-08-24

基金项目: 国家自然科学基金(51565041,51865036)、江西省自然科学基金(20171BAB206004)、江西省教育厅科研项目(GJJ170581)、江西省研究生创新专项资金项目(YC2018-S364)

* E-mail: fencheng999@163.com

束和电弧等作为热源的增材制造技术研究中。

激光立体成形 Inconel 718 合金的研究内容主要集中在成形工艺、显微组织和力学性能等方面,并且研究方向已经从单纯的工艺比较发展到通过后续处理对材料显微组织和力学性能进行调控。Zhao 等^[3]比较了气雾化法和等离子旋转电极法制备的两种 Inconel 718 合金粉末在激光立体成形中的成形性,发现采用气雾化法制备的 Inconel 718 合金粉末在成形过程中易形成气孔缺陷,成形件的拉伸强度和塑性小于等离子旋转电极法制备的粉末成形件。Sui 等^[4]研究了固溶处理对高速沉积激光增材制造 Inconel 718 合金显微组织和力学性能的影响,发现 1100 °C 分别保温 1 h 和 0.5 h 的固溶处理均可以对高速沉积激光增材制造 Inconel 718 合金实现沉积态组织中 Laves 相的完全固溶,实现 Nb 元素的均匀分布,且试样的力学性能得到改善。席明哲等^[5]对激光立体成形 Inconel 718 合金显微组织分析表明,热处理可以溶解激光立体成形 Inconel 718 合金的枝晶间 Laves 相,并消除了强化相 γ'' 和 γ' 相的析出和材料各向异性,使试样的力学性能显著提高。明宪良等^[6]发现激光立体成形 GH4169 高温合金 γ'' 相的高温粗化过程遵循 LiRshitz-Slyozov-Wagner (LSW) 理论,且其粗化激活能略大于锻件 Inconel 718 合金。从激光立体成形 Inconel 718 合金后续热处理目的来看,当前研究的热点主要集中在:1) 如何实现 Laves 相的消除,以实现合金元素的均匀化;2) 通过何种时效制度来实现强化相如 γ'' 相的合理析出,以发挥材料性能的最大优势。作为合金主要强化相—— γ'' 相的平衡相, δ 相在合金力学性能的调控中起了重要作用,而目前对激光立体成形 Inconel 718 合金中 δ 相的研究鲜有报道。

Rong 等^[7]研究表明 Inconel 718 合金中的 δ -Ni₃Nb 相是 γ'' 相的平衡相,具有正交 DO₁₉ 结构,其与基体 γ 相具有 (010)_δ//{100}_γ、[110]_δ//⟨110⟩_γ 的晶体取向关系。 δ 相的析出可以调节晶粒的成长进度^[8],且 δ 相的体积分数、形貌和分布对 Inconel 718 合金的力学性能有重要影响。过多的 δ 相会消耗大量的 Nb、Mo 等固溶强化元素,减弱基体强度,并为裂纹的产生和扩展提供通道,但 δ 相过少容易增强合金缺口的敏感性^[9]。目前,国内外学者对 Inconel 718 合金锻造过程中 δ 相的作用进行了较为详细的研究,而结合激光立体成形 Inconel 718 合金组织和合金元素分布特点对热处理过程中 δ 相析出规律的研究鲜有报道。宋衍等^[10]研究发现激光

立体成形 Inconel 718 合金热处理后 δ 相的尺寸大于传统锻件, δ 相可以通过钉扎和拖曳作用阻碍位错运动,从而增大材料的硬度及强度。

本文针对激光立体成形 Inconel 718 合金沉积态试样的组织特点,分析了其 δ 相的析出机理,并研究了沉积态和固溶态试样经过时效处理后 δ 相的析出规律,比较了时效温度和时效时间对 δ 相尺寸、形貌和体积分数的影响规律,为激光立体成形 Inconel 718 合金的组织 and 性能调控的研究提供实验依据。

2 实验方法

选用尺寸为 140 mm×60 mm×10 mm 的 316L 奥氏体不锈钢作为实验基材,在基材的 140 mm×60 mm 平面上激光立体成形 Inconel 718 合金试块。基材在使用前经过机械打磨、砂纸打磨、酸洗和碱洗,并在成形前用丙酮溶液擦洗表面并吹干。沉积材料为等离子旋转电极法 (PREP) 制备的 Inconel 718 合金粉末,粉末粒度为 100 目 (约 150 μm),颗粒直径约为 175 μm,其化学成分见表 1。

表 1 Inconel 718 合金粉末的化学成分

Table 1 Chemical compositions of Inconel 718 alloy power

Element	Mass fraction /%	Element	Mass fraction /%
Ni	51.75	Al	0.63
Cr	19.68	Si	0.23
Fe	18.501	Mn	0.11
Nb	4.91	C	0.034
Mo	3.18	S	0.001
Ti	0.97	P	0.004

采用 LSF-I 型激光立体成形系统进行 Inconel 718 合金的激光立体成形制备,该系统包括德国罗芬激光技术有限责任公司的 RS-850 型 5 kW CO₂ 连续激光器、湖州机床厂有限公司的 LMP-408 四轴三联动数控工作台、德国 GTV 公司的 GTV PF2/2 型高精度双路可调送粉器、侧向送粉喷嘴以及惰性气氛保护箱。Inconel 718 合金激光立体成形工艺参数见表 2。送粉气体、约束气体和手套箱中的稀有气体均使用 Ar 气,成形的 Inconel 718 合金试块的尺寸为 100 mm×45 mm×45 mm。

将激光立体成形 Inconel 718 合金试块线切割成尺寸为 10 mm×10 mm×5 mm 的试样若干个,并放入可控硅程序控温箱式电阻炉内进行热处理,电阻炉的控温精度为 ±1 °C。为比较时效处理对 δ 相析出规律的影响,一部分试样进行固溶处理 (简称“固溶态试样”),固溶温度为 1100 °C,时间为 1.5 h,水冷后再进行 δ 时效处理;另一部分试样直接以沉

表 2 Inconel 718 合金激光立体成形工艺参数

Table 2 Process parameters for laser solid forming of Inconel 718 superalloy

Parameter	Value	Parameter	Value
Laser power /W	200-2200	Spot diameter /mm	3
Scanning velocity /($\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$)	6-8	Overlap ratio /%	25-40
Powder feeding rate /($\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$)	8-12	Increment of Z-axis	0.3
Shielding gas flow /($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$)	6	single layer stroke /mm	

积态(简称“沉积态试样”)进行 δ 时效处理。当时效温度大于 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, δ 相既在晶内析出, 也在晶界处析出; 但当时效温度小于 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, δ 相主要在晶界处析出^[11]。因此, 实验选择 $890\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 两个温度分别对沉积态和固溶态试样进行 δ 时效处理, 分别研究两个温度下的 δ 相析出和长大规律。 δ 时效的处理时间分别为 5、10、15、30、60、240、480、1200 min。

沉积态和固溶态试样经时效处理后, 将其机械研磨及抛光后进行化学腐蚀, 腐蚀剂为 50 mL HCl、10 mL HNO_3 、2 mL HF 和 38 mL H_2O 组成的混合溶液, 并利用捷克泰思肯贸易有限公司的 Tescan VEGA II-LMH 型扫描电子显微镜对沉积态和固溶态试样时效处理后的试样进行 δ 相形貌和分布的分析; 利用 Image-Pro Plus 图像分析软件对试样中的 δ

相进行定量统计, 对各状态下试样 δ 相析出进行动力学和热力学计算。

3 结果与分析

3.1 沉积态试样 δ 时效处理中的 δ 相析出

当时效处理温度为 $890\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 沉积态试样经过不同时间的时效处理后的形貌如图 1 所示。从图 1 (b)~(d)可以看出, 当保温时间小于 15 min 时, 合金的显微组织基本无变化, 没有 δ 相析出, 沉积态试样的组织特征相似。从图 1(e)可以看出, 当保温时间为 30 min 时, 合金组织中的 δ 相以短棒状在 Laves 相周围析出。从图 1(f)~(i)可以看出, 当继续延长保温时间时, 合金组织中的 δ 相数量增加, 且体积分数逐渐增大。比较图 1(e)和(f)发现, 在 δ 相析出的初期主要发生的是数量的增加和长度的增

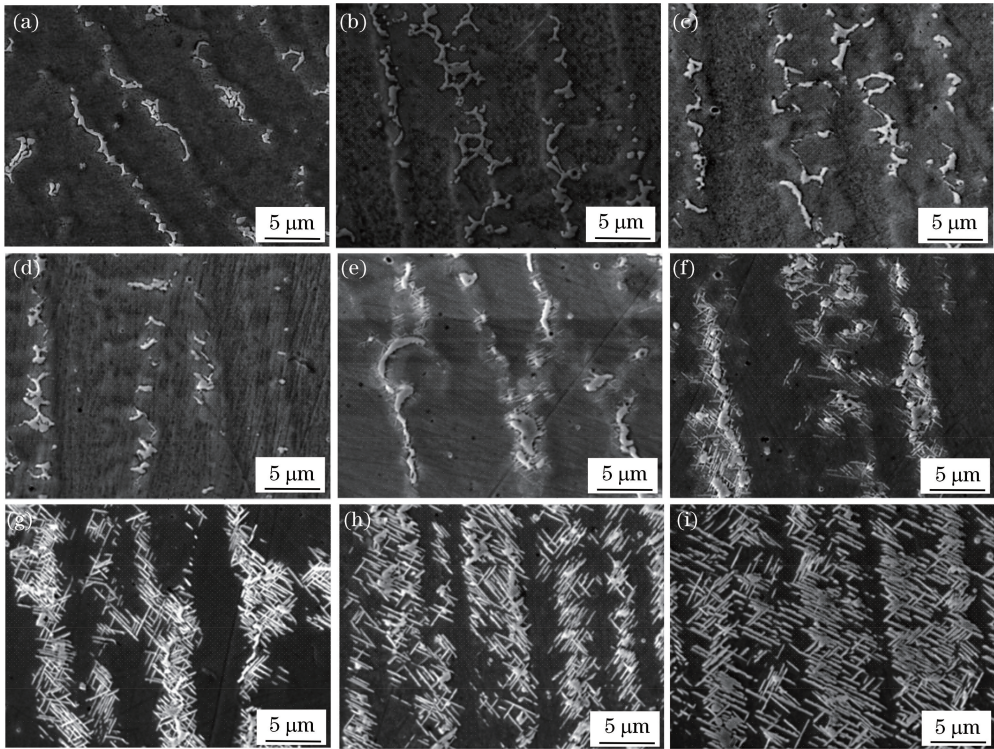


图 1 $890\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下沉积态试样经过不同时间 δ 时效处理后的形貌。

(a) 0 min; (b) 5 min; (c) 10 min; (d) 15 min; (e) 30 min; (f) 60 min; (g) 240 min; (h) 480 min; (i) 1200 min

Fig. 1 Morphologies of as-deposited samples under different δ aging treatment time at $890\text{ }^{\circ}\text{C}$.

(a) 0 min; (b) 5 min; (c) 10 min; (d) 15 min; (e) 30 min; (f) 60 min; (g) 240 min; (h) 480 min; (i) 1200 min

大,其形貌上逐渐由短棒状变为针状,且随着时间的延长, δ 相的取向由单一方向变为具有一定夹角关系的双向生长。当时效时间达到 240 min 时, δ 相所占的体积分数较大,且其占据的是所有枝晶间共晶 γ 相区域,并扩展到枝晶干区域,如图 1(g)所示;此时 δ 相的宽度有所增大,即 δ 相已经完成了沿长度方向的生长,在宽度上也得到发展。继续延长保温时间, δ 相的数量和长度方向的尺寸无明显变化,但是宽度方向的尺寸略有增大。因此,沉积态试样在进行直接 δ 时效处理时, δ 相的析出主要集中在枝晶间未溶解的共晶 Laves 相周围,并向两侧枝晶干区域生长,直至保温时间达到 1200 min 后, δ 相仍以针状形式大量存在,未形成贯穿整个晶粒的长针状 δ 相。

从图 1(b)~(d)中可看出,沉积态试样在 890 °C 保温 15 min 之内均未观察到 δ 相的析出,这是因为 δ 相的形核需要一段孕育时间,同时也说明在保温 15 min 内沉积态试样仍处在 δ 相的形核孕育时间范围内。由于 δ 相的形核首先需要合适的位置和足够的形成元素,而 Laves 相与共晶 γ 相的界面以及此处充足的 Nb 等合金元素满足其形核条件,因此 δ 相的形核优先发生在枝晶间 Laves 相周围,形核后的 δ 相与基体 γ 相呈 $(010)_{\delta} // \{100\}_{\gamma}$ 、 $[110]_{\delta} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma}$ 的晶体学取向关系生长^[7]。 δ 相的长大需要从周围补充 Nb 元素,而 Nb 元素的补充除了可从 δ 相尖端附近共晶 γ 相获得外,还可从邻近的 Laves 相中吸取,此过程同时伴随着 Laves 相的溶解,如图 1(b)~(i)所示,Laves 相数量呈逐渐减少趋势,最终 Laves 相基本被 δ 相取代。 δ 相在生长到靠近枝晶干区域时停止生长,未能长成贯穿晶粒的长针状,如图 1(h)所示。沉积态试样时效处理中的 δ 相侧向生长如图 2 所示。可以看出, δ 相的侧向呈锯齿状结构,这说明此时 δ 相侧向生长的驱动力大于沿长度方向向枝晶干中继续生长的驱动力,这与 δ 相尖端前侧枝晶干区域的 Nb 元素质量分数小于侧向区域有关。

当时效处理温度为 950 °C 时,沉积态试样经过不同时间时效处理后的形貌如图 3 所示。可以看出,在 950 °C 下 δ 相的形核孕育时间明显小于 890 °C。在 950 °C 保温 5 min 时合金组织中还没有 δ 相析出[图 3(a)],但保温 10 min 时就已经有少量明显的细针状 δ 相在 Laves 相周围析出[图 3(b)]。当时效时间增加至 15 min 时,合金组织中出现了交叉生长的 δ 相[图 3(c)],而在保温 30 min 时 δ 相的

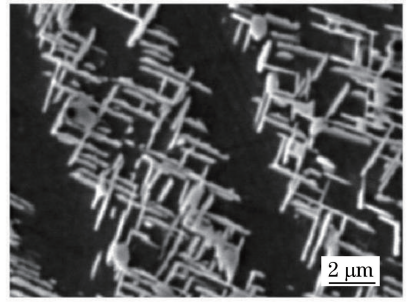


图 2 沉积态试样时效处理中的 δ 相侧向生长
Fig. 2 Side-growth of δ phases during aging treatment of as-deposited samples

数量显著增加,但其形貌和分布无明显变化,如图 3(d)所示。继续延长保温时间,发现 δ 相的数量增加、宽度增大,如图 3(e)和(f)所示。当保温时间超过 480 min 后, δ 相基本占据枝晶间共晶 γ 相区域,且尖端已经进入枝晶干区域;而当保温时间达到 1200 min 后, δ 相数量基本保持不变,但发生了横向生长,宽度明显增大。

当时效温度为 890 °C 和 950 °C 时,沉积态试样中的 δ 相都是在晶粒内部的枝晶间区域析出,且首先析出位置位于枝晶间 Laves 相两侧,并保持短针状或短棒状的形式,未形成穿越整个晶粒的长针状 δ 相。

3.2 固溶态试样 δ 时效处理中的 δ 相析出

890 °C 下固溶态试样经过不同时间时效处理的形貌如图 4 所示。经过高温固溶处理后(1100 °C、1.5 h、空冷),固溶态试样中合金元素的枝晶间微观偏析得到消除,除少数残留的颗粒状 Laves 相及 MC 碳化物外,合金组织已转变为单相的过饱和奥氏体 γ 相,且在 890 °C 短时间的时效保温情况下,晶内、晶界均无 δ 相析出,如图 4(a)、(b)所示。同时,在固溶处理过程中合金内发生了再结晶,晶粒结构由原来的粗大柱状晶转变为等轴晶,再结晶的发生导致合金内部产生了大量的大角度晶界和孪晶界,这些大角度晶界及孪晶界在后续时效保温过程中作为 δ 相的优先形核位置以促进 δ 相的形核。从图 4(c)可以看出,保温 15 min 后,首先在晶界和孪晶界上析出了细小的颗粒状 δ 相。继续延长保温时间至 30 min 时, δ 相首先沿与两侧基体 γ 相呈一定取向关系的晶界生长,此时晶内无 δ 相析出,如图 4(d)所示。如图 4(e)所示,保温 60 min 后晶界 δ 相有所长大,且晶粒内部有颗粒状 δ 相形成;当继续延长保温时间,可观察到晶界和晶内 δ 相的尺寸明显增大,但是数量有所减少,说明 δ 相发生了聚集长

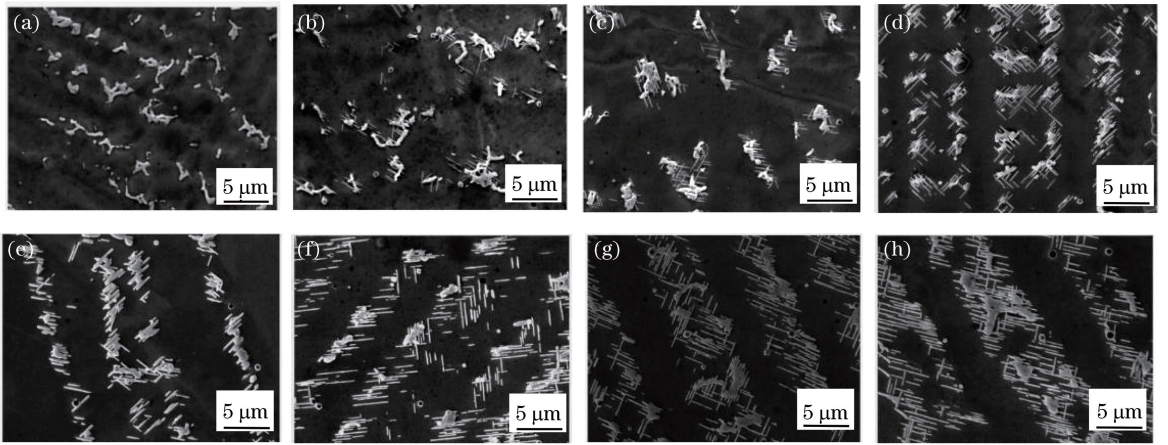


图 3 950 °C 时沉积态试样经过不同时间时效处理后的形貌。

(a) 5 min; (b) 10 min; (c) 15 min; (d) 30 min; (e) 60 min; (f) 240 min; (g) 480 min; (h) 1200 min

Fig. 3 Morphologies of as-deposited samples under different δ aging treatment time at 950 °C.

(a) 5 min; (b) 10 min; (c) 15 min; (d) 30 min; (e) 60 min; (f) 240 min; (g) 480 min; (h) 1200 min

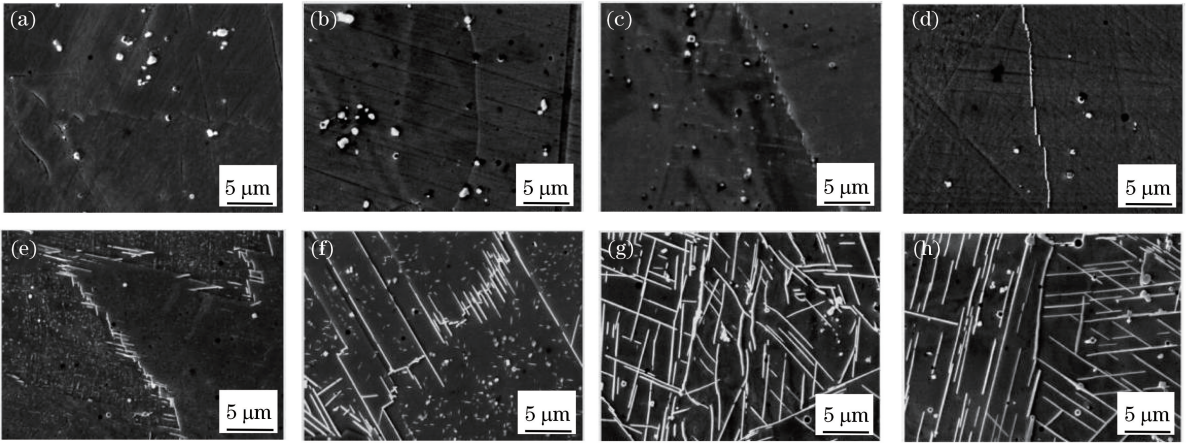


图 4 890 °C 下固溶态试样经过不同时间时效处理的形貌。(a) 5 min; (b) 10 min;

(c) 15 min; (d) 30 min; (e) 60 min; (f) 240 min; (g) 480 min; (h) 1200 min

Fig. 4 Morphologies of solution-treated samples under different δ aging treatment time at 890 °C.

(a) 5 min; (b) 10 min; (c) 15 min; (d) 30 min; (e) 60 min; (f) 240 min; (g) 480 min; (h) 1200 min

大。从图 4(f) 可以看出,保温 240 min 后部分 δ 相长大,而另一部分 δ 相发生溶解,溶解后的合金元素可补充其他 δ 相的长大。由图 4(g)、(h) 可以看出,当保温时间超过 480 min 后, δ 相迅速长大,形成了贯穿整个晶粒的长针状 δ 相,在保温 1200 min 后未发生 δ 相的横向长大。

950 °C 下固溶态试样经过不同时间时效处理的形貌如图 5 所示。从图 5(a)、(b) 可以看出,950 °C 保温 10 min 内的固溶态试样在晶内和晶界均无 δ 相析出。但保温 15 min 后发现, δ 相首先在晶界上以颗粒状析出,并随着时间延长析出的颗粒状 δ 相有所长大。固溶态试样在 950 °C 时 δ 相晶界形核的数量少于 890 °C,并在后续保温过程中始终以颗粒状形式存在,体积分数较小,如图 5(e) 所示。同时,

当保温时间超过 240 min 后,在晶粒内部也有颗粒状 δ 相析出,并随着保温时间的延长,颗粒状 δ 相的形貌未发生变化,尺寸有所增大。

3.3 δ 相析出的定量分析

沉积态和固溶态试样时效处理中 δ 相定量分析的长和宽由高倍扫描电镜二次电子照片中直接测量,并按照体视学互换公式 $V_V = A_A = L_L = P_P$ (其中 V_V 为待测物相的体积分数, A_A 为待测物相的面积分数, L_L 为待测物相的线分数, P_P 为待测物相的点分数)^[12] 计算获得 δ 相的体积分数。 δ 相析出的定量分析结果如图 6 所示。其中,数字表示相应的 δ 时效温度,数字前的“S”表示固溶态试样,数字前未标记“S”的表示沉积态试样。

从图 6(a) 可以看出,沉积态和固溶态试样在

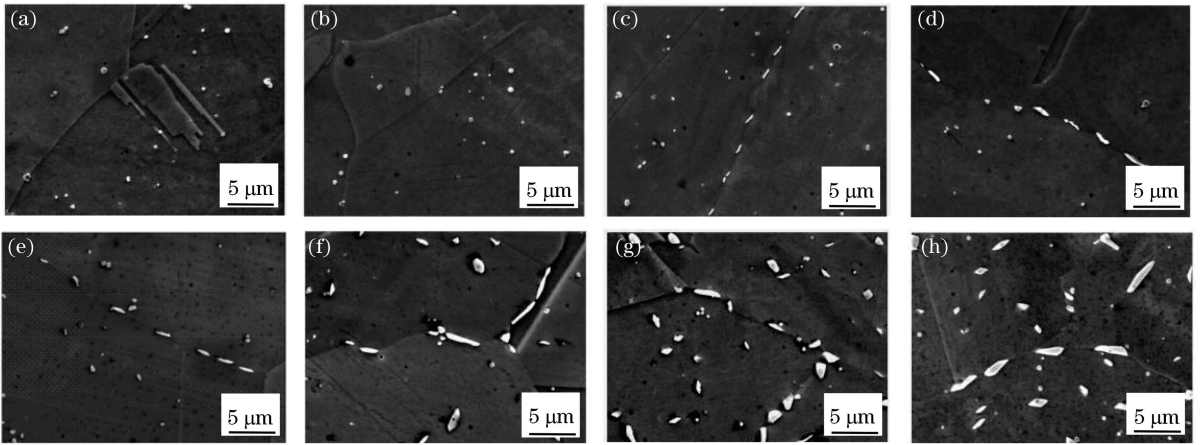


图 5 950 °C 下固溶态试样经过不同时效处理后的形貌。(a) 5 min;(b) 10 min;
(c) 15 min;(d) 30 min;(e) 60 min;(f) 240 min;(g) 480 min;(h) 1200 min

Fig. 5 Morphologies of solution-treated samples under different δ aging treatment time at 950 °C .

(a) 5 min; (b) 10 min; (c) 15 min; (d) 30 min; (e) 60 min; (f) 240 min; (g) 480 min; (h) 1200 min

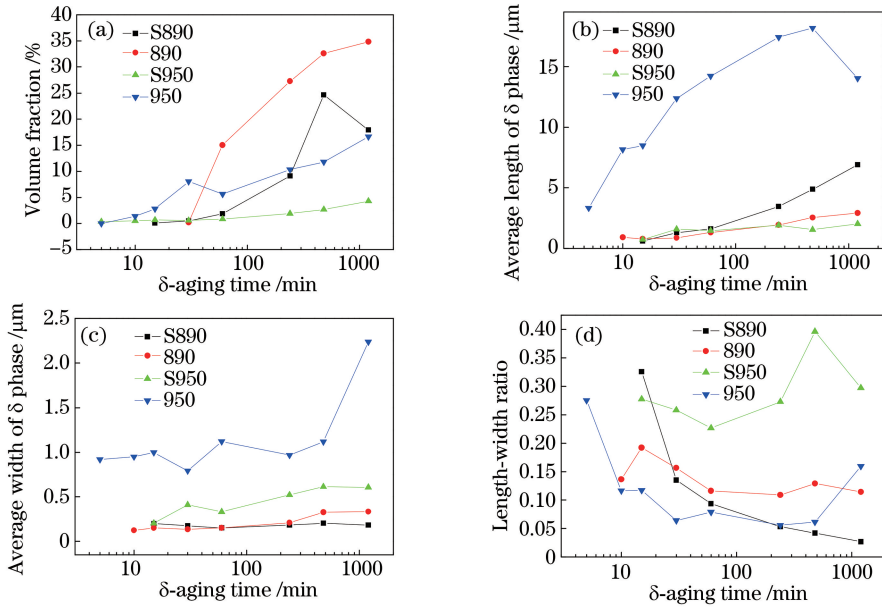


图 6 δ 相析出的定量分析结果。(a) 体积分数; (b) 平均长度; (c) 平均宽度; (d) 长宽比

Fig. 6 Quantitative analysis results of δ phase precipitation. (a) Volume fraction; (b) average length;

(c) average width; (d) length-width ratio

890 °C 和 950 °C 时效处理的过程中, δ 相体积分数都随着时效时间的增加而增大。沉积态试样在 890 °C 保温 1200 min 后的 δ 相体积分数达到最大值, 为 34.8%; 而在 950 °C 时效处理过程中, δ 相体积分数最大值仅为 16.6%。从 δ 相形核所需的孕育时间来看, 950 °C 时效较 890 °C 时效所需的孕育时间短。从元素扩散的角度来看, 时效温度越高, 则元素扩散速率越大, 这将有利于析出相的形核和长大, 即 950 °C 时效时 δ 相的长大速率应大于 890 °C 时效。但从图 6(a) 来看, 950 °C 时效时 δ 相的长大速度明显小于 890 °C 时效。这可能是由于较低温度时效处

理时, 合金所受到的回复作用较小, 合金组织内部仍存在大量位错等缺陷, 而这些缺陷可以起到合金元素快速扩散通道的作用。

从图 6(a) 还可以看出, 与沉积态试样相比, 固溶态试样进行时效处理时 δ 相析出的孕育期延长, 时效结束后形成的 δ 相体积分数也减小。固溶态试样在 890 °C 时效处理 1200 min 后 δ 相体积分数为 17.9%, 950 °C 时效处理 1200 min 后 δ 相体积分数仅为 4.3%, 均明显低于沉积态试样经相同温度和相同时间时效处理后所得到的 δ 相体积分数 (34.8%, 16.6%)。同时, 从体积分数随时效时间变化曲线的

变化规律来看,固溶态试样中 δ 相在形核后的生长速度也同样小于相同温度时效处理时的沉积态试样,这可能是由于固溶处理后合金元素枝晶间的微观偏析及材料内部存在的位错等扩散通道的消除。

从图 6(b)、(c) 可以看出,在给定的时效温度下, δ 相长度和宽度都随着时效时间的增加而增大;在给定的时效时间下, δ 相长度和宽度则随着时效温度的升高而增大。由此可见,在 δ 相的长度变化中,当时效温度为 950 °C 时,沉积态试样中 δ 相的长度大于固溶态试样,而当时效温度为 890 °C 时,沉积态试样中 δ 相的长度小于固溶态试样。然而,在两个时效温度条件下,沉积态试样中 δ 相宽度均大于固溶态试样。

从图 6(d) 可以看出,在 890 °C 时效处理时,沉积态和固溶态试样中 δ 相的长宽比都随着时效时间的增加而逐渐减小,这说明在此温度下 δ 相长度方向生长的速度大于侧向宽化的速度。在 950 °C 时效处理时,沉积态和固溶态试样中 δ 相的长宽比都随着时效时间的增加呈先减小后增大的变化趋势; δ 相长宽比的减小是由于在保温过程中 δ 相首先由颗粒状从晶内析出,但继续保温后这些颗粒状的 δ 相有继续向短棒状变化的趋势,从而造成了 δ 相的长宽比的增大。

3.4 δ 相析出热力学与动力学性能

δ 相的体积分数 V_δ 与时效时间 t 的关系可以用 Avrami 方程^[13-15]来描述

$$V_\delta = V_s [1 - \exp(-a \cdot t^n)], \quad (1)$$

式中: V_s 为 δ 相析出的饱和体积分数; n 为时间指数; a 为 δ 相的析出速率。由(1)式可知,随着时效时间不断增加, δ 相析出的体积分数不断增大。由图 6(a) 绘制 $\ln[-\ln(1-V_\delta/V_s)]$ 与 $\ln t$ 的关系曲线如图 7 所示。通过回归分析,获得 δ 相的析出动力学参数结果见表 3。可见,随着时效温度的升高,

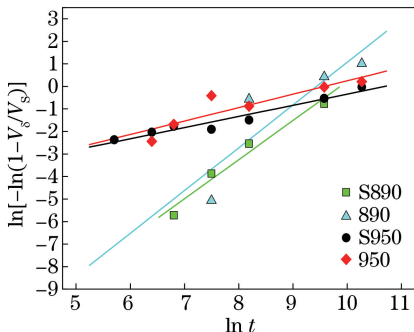


图 7 $\ln[-\ln(1-V_\delta/V_s)]$ 与 $\ln t$ 的关系曲线

Fig. 7 $\ln[-\ln(1-V_\delta/V_s)]$ versus $\ln t$

析出速率增大很快,即 δ 相的析出速率受时效温度的影响很大。在两个时效温度下,890 °C 时效处理时的 n 值大于 950 °C 时效处理时的 n 值,并且在相同时效温度下,沉积态试样的 n 值均大于固溶态试样。

同时,根据 Arrhenius 方程, δ 相的析出速率可表示为

$$a = a_0 \exp(-E_A/RT), \quad (2)$$

式中: a_0 为频率因子; E_A 为表观激活能; R 为气体常数; T 为绝对温度。拟合后沉积态和固溶态试样中 δ 相的析出表观激活能分别为 1917 kJ·mol⁻¹ 和 1867 kJ·mol⁻¹。

表 3 δ 相析出动力学参数

Table 3 Kinetic parameters of δ phase precipitation

Condition	T / °C	a	n
As-deposited	890	1.68435×10^{-8}	1.89685
	950	3.33198×10^{-3}	0.59511
Solution-treated	890	3.56178×10^{-8}	1.73737
	950	5.03828×10^{-3}	0.49456

从表 3 可以看出,随着时效温度的升高, δ 相的析出速率大幅度增大,而时间指数却随着温度的升高而减小。这是因为时效温度升高后 Nb 元素的扩散速率增大,而 Nb 是 δ 相的重要组成元素,温度越高则 Nb 元素的扩散系数越大,这说明温度越高越有利于 δ 相的形核及长大。另外,较高温度下 Nb 元素的扩散速率增大, δ 相形核长大的孕育时间减小,即时间指数下降。同时,不同时效温度下固溶态试样的析出速率大于沉积态试样,不同时效温度下固溶态试样的时间指数却略小于沉积态试样。这是因为试样经过固溶处理后合金元素在枝晶间的显微偏析得到消除,枝晶干区域 Nb 元素增多, δ 相的可能形核位置增多。但是,此时较小的时间指数说明 δ 相的长大较慢,且从实验结果来看,温度越高, δ 相的生长越困难。

δ 相析出的影响因素除了需要足够的形核位置外,Nb 元素的质量分数也需要达到一定的数值,并且其质量分数越大越有利于 δ 相的析出。在激光立体成形 Inconel 718 合金中,由于合金成形过程中的凝固速度较快,合金元素在晶内的过饱和浓度大,且形成的柱状晶晶粒尺寸大,所形成的原始晶粒晶界不存在明显的元素偏析,即此时的晶界 Nb 元素的质量分数较小,因此,沉积态试样在 δ 时效处理时 δ 相并没有在晶界析出。而在热处理结束后,再结晶的发生使晶粒尺寸得到细化,晶界的数量有所增大,

同时 Nb 等合金元素在晶粒内部得到均匀分布。晶界的存在虽然给 δ 相的析出提供了有利的形核位置,而形核后的长大则需要从晶粒内部通过 Nb 元素的扩散不断补充 Nb 元素。因此,实验获得的激光立体成形 Inconel 718 合金中 δ 相析出的表观激活能,除了 δ 相析出本身所需的激活能外,还包括一个驱动 Nb 元素扩散的能量,也就是通过热处理供给的能量来促进 δ 相的析出。

4 结 论

通过激光立体成形得到了 Inconel 718 合金沉积态和固溶态试样,研究了时效温度及时效时间对 δ 相尺寸、形貌和体积分数的影响,得到以下结论。

1) 在沉积态试样时效处理中, δ 相首先在枝晶间的 Laves 相周围析出,且随着时效时间的延长向两侧枝晶干生长,呈短棒状,与基体 γ 相呈一定取向。

2) 固溶态试样经时效处理后, δ 相优先在晶界处形核析出,而其形核后的长大速率明显小于沉积态试样。

3) 沉积态和固溶态试样中 δ 相的析出表观激活能分别为 $1917 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 和 $1867 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 。 δ 相析出的表观激活能除了 δ 相析出本身所需的激活能外,还包括 Nb 元素扩散的能量。

参 考 文 献

- [1] Xie X S, Dong J X, Chen W, *et al.* Investigation on modified nickel-base superalloys with combined precipitation of γ'' and γ' [J]. Transactions of Metal Heat Treatment, 1997, 18(3): 37-46.
谢锡善,董建新,陈卫,等. γ'' 和 γ' 复合析出强化新型镍基高温合金的研究[J]. 金属热处理学报, 1997, 18(3): 37-46.
- [2] Zhuang J Y, Du J H, Deng Q, *et al.* Wrought high temperature alloy GH4169 [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006: 4-11.
庄景云,杜金辉,邓群,等. 变形高温合金 GH4169 [M]. 北京:冶金工业出版社,2006: 4-11.
- [3] Zhao X M, Chen J, Lin X, *et al.* Study on microstructure and mechanical properties of laser rapid forming Inconel 718[J]. Materials Science and Engineering, 2008, 478(1/2): 119-124.
- [4] Sui S, Zhong C L, Chen J, *et al.* Influence of solution heat treatment on microstructure and tensile properties of Inconel 718 formed by high-deposition-rate laser metal deposition[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 740: 389-399.

- [5] Xi M Z, Gao S Y. Research on tensile properties of Inconel 718 superalloy fabricated by laser rapid forming process [J]. Chinese Journal of Lasers, 2012, 39(3): 0303004.
席明哲,高士友. 激光快速成形 Inconel 718 超合金拉伸力学性能研究[J]. 中国激光, 2012, 39(3): 0303004.
- [6] Ming X L, Chen J, Tan H, *et al.* Coarsening behavior of γ'' precipitates in GH4169 superalloy fabricated by laser solid forming [J]. Journal of Materials Engineering, 2014(8): 8-14.
明宪良,陈静,谭华,等. 激光立体成形 GH4169 高温合金 γ'' 相的高温粗化行为[J]. 材料工程, 2014(8): 8-14.
- [7] Rong Y H, Chen S P, Hu G X, *et al.* Prediction and characterization of variant electron diffraction patterns for γ'' and δ precipitates in an INCONEL 718 alloy [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1999, 30(9): 2297-2303.
- [8] Wang Y, Lin L, Shao W Z, *et al.* Effect of solid-solution treatment on microstructure and performance of GH4169 superalloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2007, 28(S1): 176-179.
王岩,林琳,邵文柱,等. 固溶处理对 GH4169 合金组织与性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2007, 28(S1): 176-179.
- [9] Yang Y R, Liang X F, Cai B C, *et al.* Effect of δ phase on stress-rupture properties of GH4169 alloy [J]. Journal of Aeronautical Materials, 1996, 16(2): 39-43.
杨玉荣,梁学锋,蔡伯成,等. δ 相对 GH4169 合金高温持久性能的影响[J]. 航空材料学报, 1996, 16(2): 39-43.
- [10] Song K, Yu K, Lin X, *et al.* Microstructure and mechanical properties of heat treatment laser solid forming superalloy Inconel 718[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(8): 935-942.
宋衍,喻凯,林鑫,等. 热处理态激光立体成形 Inconel 718 高温合金的组织及力学性能[J]. 金属学报, 2015, 51(8): 935-942.
- [11] Chen W, Li C C, Li H, *et al.* Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of modified Inconel 718C alloy [J]. Heat Treatment of Metals, 2007, 32(6): 81-87.
陈伟,李长春,李辉,等. 热处理工艺对 Inconel 718C 改型合金组织和性能的影响[J]. 金属热处理学报, 2007, 32(6): 81-87.
- [12] Standardization Administration of the People's Republic of China. GB/T 15749—2008 measuring method in quantitative metallography [S]. Beijing: Standards Press of China, 2008: 1-10.

- 中国国家标准化管理委员会. GB/T 15749—2008 定量金相测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008: 1-10.
- [13] Avrami M. Kinetics of phase change. I general theory[J]. The Journal of Chemical Physics, 1939, 7(12): 1103-1112.
- [14] Avrami M. Kinetics of phase change. II transformation-time relations for random distribution of nuclei[J]. The Journal of Chemical Physics, 1940, 8(2): 212-224.
- [15] Avrami M. Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. III[J]. The Journal of Chemical Physics, 1941, 9(2): 177-184.