

变形高温合金 GH4169

庄景云 杜金辉 邓 群 曲敬龙 吕旭东 著

北 京
冶 金 工 业 出 版 社
2006



歼击机



直升机

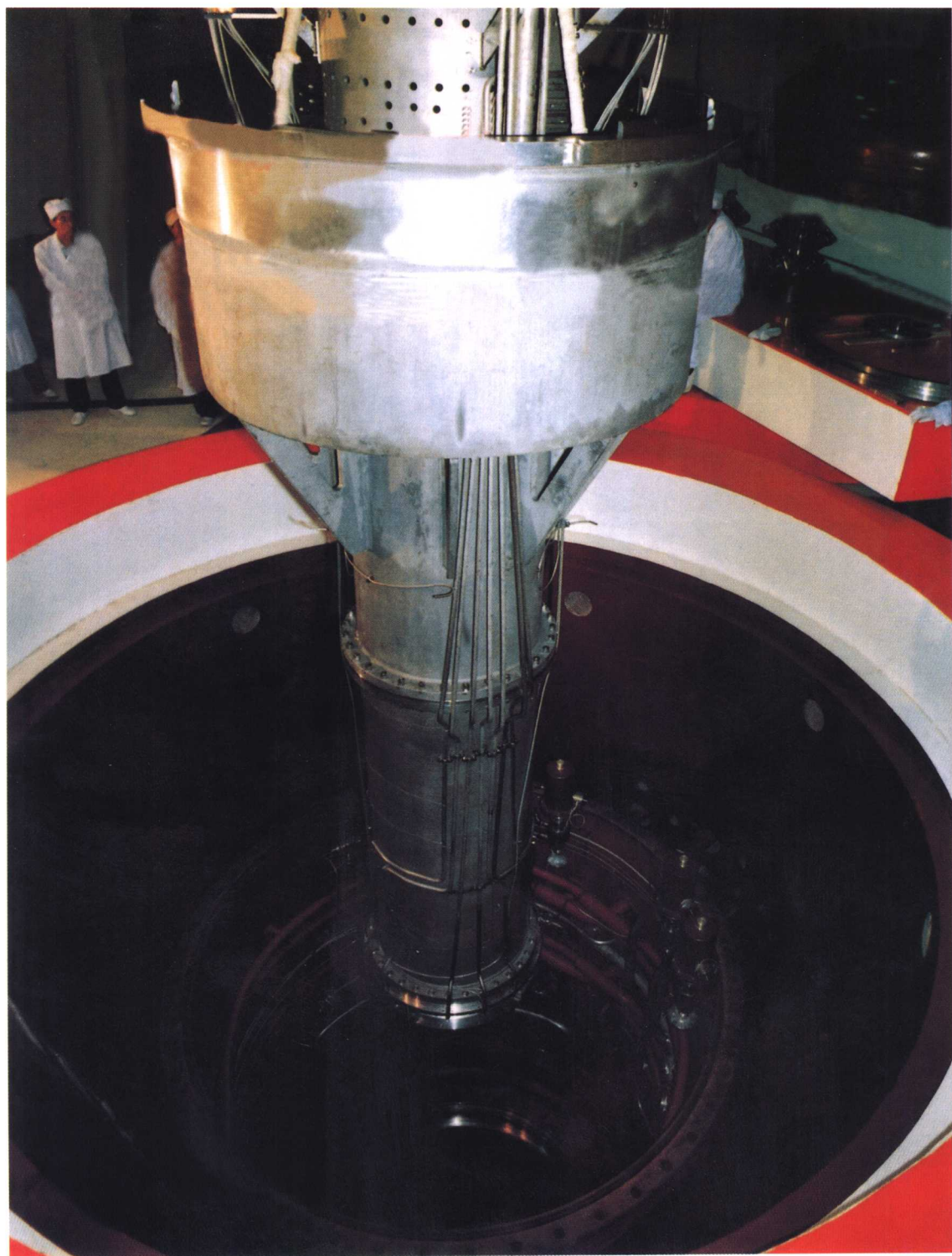
图1 应用 GH4169 合金零件的装备(一)



长征系列运载火箭



图2 应用 GH4169 合金零件的装备(二)



正在吊装中的 5MW 低温核反应堆

图 3 应用 GH4169 合金零件的装备(三)



图4 应用 GH4169 合金制造的零件

序

高温合金是航空、航天及其他工业所需的重要结构材料。在已经发展的100多个高温合金牌号中,GH4169合金是最重要的一个变形合金,在美国称它为Inconel 718合金。该合金自1959年成功推出以来,经过四十多年的不断改进和发展,目前已成为产量最大、使用面最宽的一个镍基变形合金。

GH4169合金有下述几个特点:一是生产量大(其产量约占变形高温合金产量的45%),使用面宽,无论是在航空、航天工业,还是在其他工业部门均得到广泛的应用;二是合金化有特色,含铌量很高,用 γ' 作为主要强化相,是温度在650℃以下强度最高的高温合金之一,且具有良好的综合性能;三是合金的热加工工艺和参数对材料的组织和性能有十分重要的影响;四是经过四十多年来的不断改进、改型和发展,材料的纯净度和性能不断提高,满足了不断提高的使用要求。

我国自20世纪80年代以来,对GH4169合金开展了大量的试验研究、试制、生产、应用研究和推广应用方面的工作,取得了一系列成果,获得了丰富的知识和经验,掌握了生产和技术方面的许多规律,特别是结合我国的国情和生产装备状况,进行了有特色、有创造性的研究,掌握了有关工序的工艺及其参数以及对合金组织和性能的影响,使我国生产的GH4169合金质量不断提高,组织和性能不断改进,合金的生产稳定性不断提高,满足了我国航空、航天等工业生产和发展对GH4169变形高温合金的需要。

根据该合金生产和应用的不断扩大与合金技术工作的不断发展,以及材料科技人员队伍更替的实际情况,由生产、使用和研究单位科技人员所组成的课题组对二十多年来在GH4169研制、生产和应用等方面所取得的成果进行全面、系统的归纳和总结是十分必要的。通过总结,可以对GH4169合金的生产和技术工作起到规范与指导作用。

我相信,本书的编写和出版,将对我国GH4169合金乃至我国高温合金生产技术的稳定、发展和提高起到积极的促进作用。

仲增卿

2006年4月

前 言

根据我国新型宇航发动机发展的需要,1984年6月30日成立了GH4169合金课题组,经过三代人20多年的艰苦奋斗,GH4169合金终于成为我国当前应用的重要高温材料。

感谢各级领导部门20多年来对课题组研究工作的重视和支持,是你们根据应用的需求和研制的进展连续立项,保证了材料研制工作的连续深入进行。

感谢各课题组成员单位的高度重视和支持,是你们委派精兵强将参与研制和生产,不断攻克一道又一道的技术难关,才奠定了能够进行大批量生产的基础。

感谢应用部门设计了各类高性能的新型发动机,为我们创造了研制与应用的良好机遇。

感谢应用部门的精心制造,并攻克了应用中的种种技术难关,使材料获得成功应用,并建立了批量生产的市场需求。

感谢进行发动机试飞应用和火箭发射应用的研究与工作人员,正是你们的飞行和发射应用了材料,考核了材料,你们勇于献身的精神始终是我们学习的榜样和工作的动力。

感谢杨锦炎、李文成、王海舟、陈名浩、柯瑞华、金钦乾、谢锡善、徐志超、胡尧和、倪克铨、田树森、耿庆全、金谨秀、鲁凤鸣、金鑫、周冀华、巴群汝、吴涛、丁宪儒、蒋次正、曾苏民、郑廷顺、刘福厚、李呈勋、吴煌良、钟诚道、王凤宝、林道孚、吴兰福、刘公安、聂腊梅、郭守仁、卢德忠、周镐、李晋年、杨世杰、李文民、张景春、陈俊粤、胡四新、陈桂梅、刘秋生、李保岐、何浩宇、张绍华、姚静梅、程怀瑞、夏仲卿、张博学、刘庆琼、罗广源、刁楚鹏、李介华、何梦波、梁槐安、张荣武、杨玉荣、王炳林、王春生、罗子健、钱宗德、陈欣茹、卓善强、魏兴元、严美振等专家在GH4169合金的研制工作中做出的重大贡献,你们的敬业精神是我们学习的榜样。

怀念 于万众、张舒声、苏肇乾、米世枢、徐秉铨、何从之、罗靖宇、王永平 专家与我们共同战斗的日日夜夜,愿今日的成果能够告慰你们的在天之灵!

为了保证 GH4169 合金质量的稳定、应用安全,要不断开发新技术,要不断完善生产与管理规程,要不断解决批量生产与应用中出现的新问题,任重而道远,愿青年技术工作者继续奋斗。

本书是根据 GH4169 合金联合课题组共同奋斗积累的研究成果编写的,也参考和引用了 IN718 合金国际会议文集中的相关信息。因作者水平有限,书中有不妥之处,敬请指导。

作者

2006 年 3 月

目 录

1 概述	1
2 GH4169 合金的化学成分	4
2.1 化学成分与相组成、应用温度间的对应关系	4
2.2 普通与优质 GH4169 合金间化学成分的差别	5
2.3 冶炼优质 GH4169 合金的技术措施	7
2.4 GH4169 合金成分控制及与 IN718 合金的比较	8
2.5 返回料的利用及注意事项	11
3 GH4169 合金冶炼工艺与冶金缺陷的分析	13
3.1 生产 GH4169 合金的冶炼工艺与锭型	13
3.2 GH4169 合金锭中形成元素偏析的原因	13
3.3 真空感应熔炼	16
3.4 电渣重熔与真空自耗重熔工艺	17
3.5 GH4169 合金重熔过程中出现的冶金缺陷	19
3.6 真空感应熔炼 + 电渣重熔 + 真空自耗重熔工艺的的优点	42
3.7 小结	43
4 GH4169 合金的均匀化处理	44
4.1 相的变化规律	44
4.2 钢锭均匀化处理的制度	46
4.3 中间坯二次均匀化工艺	52
4.4 小结	53
5 GH4169 合金中的 δ 相	54
5.1 δ 相的形成与析出、溶解规律	54
5.2 δ 相与 Nb 偏析间的相应关系	54
5.3 δ 相与热变形参数间的相应关系	56
5.4 δ 相对 GH4169 合金力学性能的影响	59
5.5 小结	61

6	GH4169 合金的晶粒形貌	62
6.1	GH4169 合金晶粒形貌的特点	62
6.2	形成 GH4169 合金晶粒形貌特殊性的原因	64
6.3	热变形工艺对 GH4169 合金材料与锻件晶粒组织的影响	67
6.4	评定 GH4169 合金冶金产品晶粒度的困难	67
6.5	小结	69
7	GH4169 合金棒、板、饼、盘材的生产与质量分析	70
7.1	生产工艺路线	70
7.2	冶金缺陷	71
7.3	热加工裂纹的形成	77
7.4	棒材组织与热加工间的对应关系	84
7.5	板材组织	93
7.6	小结	95
8	GH4169 合金的热处理	96
8.1	固溶热处理的作用	96
8.2	时效热处理的作用	97
8.3	进行热处理时的注意事项	97
9	GH4169 合金产品的检验与生产管理	98
9.1	化学成分	98
9.2	低倍组织检验	98
9.3	高倍组织检验	98
9.4	力学性能	99
9.5	无损探伤	99
9.6	表面腐蚀检验	100
9.7	荧光检验	100
9.8	管理	100
9.9	技术标准的制定与修订	101
10	GH4169 合金的特点与应用之间的关系	103
10.1	强度与使用温度之间的关系	103
10.2	组织与性能对热变形工艺参数敏感性的影响及其应用	105
10.3	强度与应力集中之间的关系	111
10.4	小结	116

1 概 述

GH4169 合金是一种铁-镍-铬基的变形高温合金,合金组织由 γ 基体、 δ 相、碳化物和作为强化相的 γ' (Ni_3Nb) 和 γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb})$) 组成,在 $-253\sim 650^\circ\text{C}$ 的温度范围内得到广泛应用,其瞬时应用温度(火箭发动机中)可达到 800°C 。

GH4169 合金具有强度高、抗氧化、抗辐照、热加工性能和焊接性能好的特点,又不含稀缺的资源 Co,因而成为航空、航天及核能、石油领域大量应用的关键材料。

该材料的最大优点是通过调整热变形工艺参数,可以获得具有不同晶粒尺寸和不同性能水平的各种冶金产品与锻件,随后制成满足发动机中不同应用要求的各类零件,这就使该材料的应用领域不断扩大,用量也日益增加。

美国在 1959 年发明了 Inconel718 合金,经过四十多年的连续研究、生产和应用,不断深化对合金的认识,同时不断开发新工艺和新技术,使该材料的应用领域相继扩大,目前的产量达到变形高温合金总产量的 45%。例如,在航天飞机的 SSME 发动机中,有 1500 种零件应用 IN718 合金制造;在航空发动机中的用量更大,变形 IN718 合金零件的总重量分别占 CF6 发动机重量的 34%;占 CY2000 发动机重量的 56%;占 PW4000 发动机重量的 57%(图 1-1)。

我国自 20 世纪 60 年代开始仿制 IN718 合金,命名牌号为 GH169,继而开始在航天领域应用,在科研院所和生产企业中也进行了一定的研究,但用量较小。直到 80 年代,随着航空和航天领域新型发动机的设计与应用需求,开始组织攻关课题组,对该材料进行系统和深入的研制。随着国内变形高温合金牌号管理的规范化,该材料改名为 GH4169。

由于我国冶金与锻造加工行业的生产设备与生产条件均与美国有相当的差距,美国对工艺和应用进行保密,航天领域的保密性更强,所以自 80 年代以来,国内的冶金(包括有色冶金)、机械、航空、航天、中科院等部门的科研院所、高校、设计与应用单位、生产企业在国防科工委、国家科技部和各产业部门军工办的正确领导与大力支持下,组成针对不同应用型号的联合课题组,团结协作,优势互补,攻克了大量技术难关,制定了生产不同产品的工艺路线,组建了冶金、加工、制造系统的生产队伍,使科研成果不断地向工业化生产转化,在我国新型的航天、航空发动机和核反应堆中获得成功应用(彩图 1~3)。研制的某些生产技术在其他变形高温合金的生产中得以推广,为促进我国变形高温合金质量的提高发挥了重要作用。自 2002 年后,GH4169 合金的产量逐年递增,已列入国防用材料体系中的优选材料。

美国 GE 公司研究 IN718 合金已有四十多年的历史,也积累了大量的生产经验,他们对该材料的认识是:生产 IN718 合金比生产任何一种 γ' 强化的合金要困难,其原因是 IN718 合金的组织、性能对热加工工艺极其敏感。如果能掌握和充分运用此特点,就能通过合理选择工艺参数达到扩大生产和应用范围的效果,如果掌握不当或生产中不能严格控制工艺参数,则会出现大量废品。所以我国能够在目前条件下批量生产 GH4169 合金材料与锻件,说明生产企业的生产能力和工艺水平已得到大幅度提高,但还必须继续利用当前技术改造的

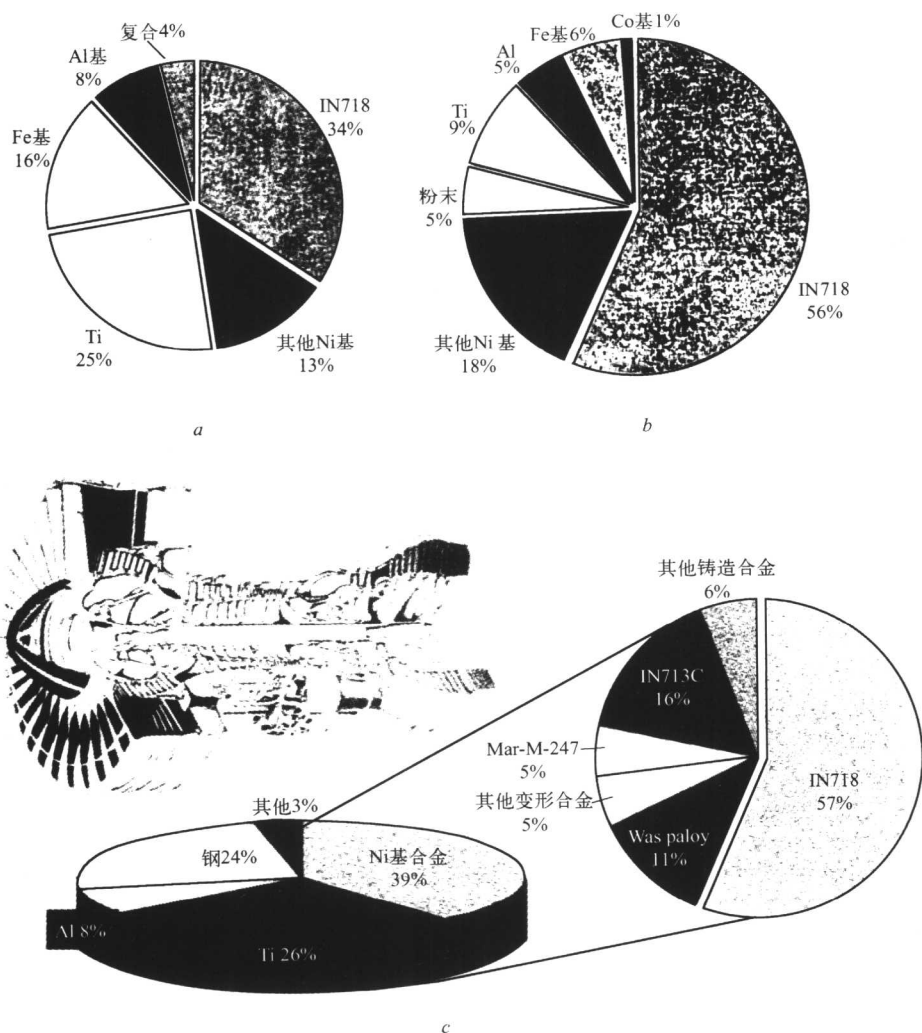


图 1-1 IN718 合金在美国航空发动机中的应用

a—CF6 发动机材料重量; b—CY2000 发动机锻材重量; c—PW4000 发动机材料重量

有利条件,加速实现全生产工艺流程由人工控制或部分人工控制向自动控制的转化,减少人为因素的影响,为稳定和提高产品质量及降低成本、增加效益创造条件。

GH4169 合金的冶金产品有不同规格的锻棒、热轧棒、冷拉棒、板、带、丝、管,制造的零件有各类盘、转子、环、机匣、轴、紧固件、弹性元件、阻尼元件(彩图 4)。该材料已成为我国一材多用的变形高温合金,成为我国新型宇航发动机中不可或缺的材料,在发动机中的用量已由几个、十几个零件号增加至二百多个,如某新型航空发动机中应用 GH4169 合金的零件号达 261 个,零件总重量占核心机重量的 60%,占发动机重量的 30% 以上,但在我国要真正实现研制—生产—制造—应用的良性循环,继续扩大军用和积极开发民用,仍需要国家的继续支持和课题组的持续努力,需要坚持材料与应用间的紧密合作,需要坚持科研与生产、制造间的团结协作,任重而道远。

GH4169 合金虽然是仿制材料,但我国的科技工作者并不是单纯地照搬、照抄,而是通

过消化、实践、研究、认识,不断掌握该材料的特点,借鉴美国有关的技术信息和先进经验,结合国内的实际生产条件,制定自己的生产技术和工艺路线,并有所发现和创新。本书内容是根据材料与应用课题组的研究成果,集中了我国三代研制、生产与应用人员积累的经验和教训,同时也吸收和引用中、外文献资料的相关信息编写的,供研究、生产、制造与应用工作者阅读,因作者水平所限,恳请指正。

2 GH4169 合金的化学成分

由于 GH4169 合金的应用广泛,各类零件所处的工作环境和应用要求均不相同,对材料纯度的要求也有差异,所以 GH4169 合金化学成分的控制标准也不相同,其差异表现在 C、Nb、S、N、O 和痕量元素的控制范围。当前 GH4169 合金的化学成分控制标准可分为普通和优质两大类,见表 2-1。

表 2-1 GH4169 合金的化学成分(质量分数) %

化学成分	C	Cr	Mo	Nb	Al	Ti	Ni	B
普 通	≤0.08	17.0~21.0	2.80~3.30	4.75~5.50	0.30~0.70	0.75~1.15	50.0~55.0	≤0.006
优 质	0.02~0.06	17.0~21.0	2.80~3.30	5.00~5.50	0.30~0.70	0.75~1.15	50.0~55.0	≤0.006
化学成分	S	P	Si	Mn	Mg	Ca	Cu	Co
普 通	≤0.015	≤0.015	≤0.35	≤0.35	—	—	≤0.30	≤1.0
优 质	≤0.002	≤0.015	≤0.35	≤0.35	≤0.005	≤0.005	≤0.30	≤1.0
化学成分	Pb	Sn	Ag	Bi	Se	Te	Tl	
普 通	—	—	—	—	—	—	—	
优 质	≤0.0005	≤0.005	≤0.0005	≤0.00003	≤0.0003	≤0.00005	≤0.0001	
化学成分	N	O	Fe					
普 通	—	—	余					
优 质	≤0.01	≤0.005	余					

我国目前长时高温条件下应用的高性能航空发动机中的关键转动零件,如盘、叶片、轴、环、紧固件等要求应用优质 GH4169 合金制造,板、带、丝应用普通 GH4169 合金制造,有些作为航空发动机中长时应用的盘、轴类转动件所用的材料在普通 GH4169 合金成分的基础上,只增加了 Pb、Ag、Bi、Sn、Mg 五项痕量元素的测试要求,成分限见表 2-2,与优质 GH4169 合金的标准有差异,所以在签订生产合同时必须明确材料的成分标准。

表 2-2 在普通 GH4169 合金成分基础上增加的检测要求

元 素	Mg	Ag	Pb	Bi	Sn
质量分数/%	≤0.01	≤0.0005	≤0.0010	≤0.0001	≤0.005

制造核能装备用的 GH4169 合金零件,生产时应根据应用要求,将 B 含量降低至下限或不加 B。

2.1 化学成分与相组成、应用温度间的对应关系

GH4169 合金的化学成分决定了合金中存在的析出相。铸锭凝固过程中首先形成 MC,

是 Nb(C,N) 和 Ti(C,N), 经过铸锭开坯和随后一系列热加工变形后, 该类碳化物会被破碎而细化、分散, 在 650℃ 应用过程中不发生变化。

由于合金中 Nb 含量很高, 铸锭凝固时, 在枝晶间形成白色的 Laves 相和针状的 δ 相, 通常与 MC 集聚在一起(图 2-1), 经过钢锭均匀化处理, Laves 相溶入基体, 材料成品中不允许此相的存在; δ 相在均匀化处理过程中也溶入基体, 随后在材料的热变形和固溶热处理过程中重新析出, 此相的数量、形貌、分布对材料的组织和性能有重要影响。

γ'' (Ni_3Nb) 和 γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) 是合金的沉淀强化相(图 2-2), 它们的尺寸、数量决定了零件的综合性能水平, 而其尺寸、数量又取决于制造零件的化学成分、热加工变形过程的控制与采用的热处理规范。由于 γ'' 相在 650℃ 长期应用期间会集聚、粗化, 并向 δ 相转变, 使材料强度随之降低, 所以 GH4169 合金的长期使用温度不得超过 650℃。

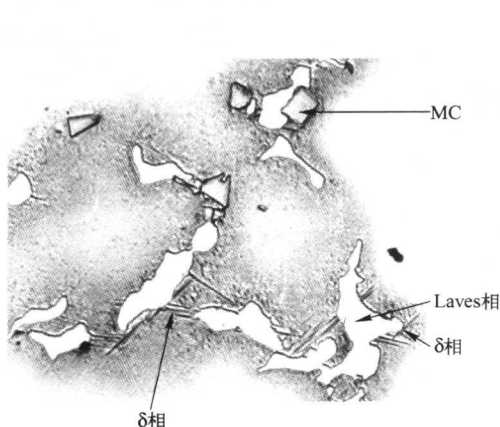


图 2-1 GH4169 合金的铸态组织

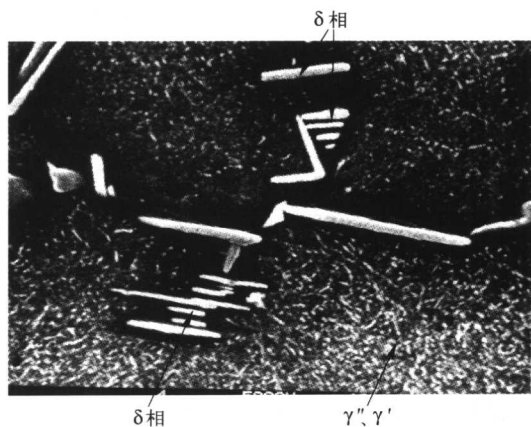


图 2-2 GH4169 合金机匣中的 γ'' 相、 γ' 相与 δ 相

δ 相与 γ'' 相均属 (Ni_3Nb) 相, 但它们的晶体结构不同。

δ 相是一种正交晶系的稳定相, 其分子式是 $\text{Ni}_3(\text{Nb}_{0.8}\text{Ti}_{0.2})$ 。该相的形貌与数量取决于热加工参数, 900℃ 是该相的析出峰, 980℃ 大量溶解, 1020℃ 能全溶。

γ'' 相是体心四方晶系的亚稳定相, 呈圆盘状, 是 GH4169 合金的主要强化相。在 870℃ 保温期间析出的尺寸较大, 720℃ 析出的尺寸相应减小, 所以该合金的时效温度设置在 720℃。

γ' 相是面心立方晶系的稳定相, 在 GH4169 合金中, 因 Al、Ti 含量较低, 所以该相的数量较少, 在 620℃ 时效期间析出细小的颗粒, 产生强化作用。

2.2 普通与优质 GH4169 合金间化学成分的差别

通过控制 C、Nb、气体元素与痕量元素的含量, 将普通 GH4169 合金材料的纯度和综合性能进一步提高, 得到制造高性能关键零件所需的优质 GH4169 合金, 所以设计和应用部门在选材和订货时必须标明材料化学成分的技术要求。

优质 GH4169 合金与普通 GH4169 合金化学成分的差别, 主要有以下几个方面:

(1) 降 C。GH4169 合金中的主要碳化物是 Nb(C,N) 和 Ti(C,N), 由于 C 与 Nb、Ti 的亲合力很强, 所以提高 C、Nb 含量会增加 Nb(C,N)、Ti(C,N) 的数量和密度, 这类碳化物硬而脆, 在长期应用过程中与高温形变不易协调, 容易发生 Nb(C,N)、Ti(C,N) 与基体界面间

的开裂和 MC 本身的碎裂,成为疲劳裂纹源,同时碳化物数量的增加会消耗 Nb,从而减少 γ' 的数量,减弱强化效果,影响性能。因此降碳能够提高 GH4169 合金的强度和抗疲劳性能。美国 GE 公司于 1993 年颁布的三次熔炼优质 IN718 合金锻件的化学成分中,将碳含量的成分限降至 0.015%~0.04%,我国用于某型号的最新材料标准中也将碳含量的下限值由 0.02%降至 0.015%,冶炼生产中,应尽量将碳含量控制在 0.02%~0.04%之间。

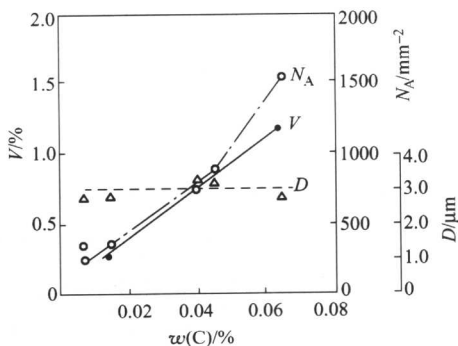


图 2-3 碳含量对 MC 体积分数(V)与密度 N_A 的影响

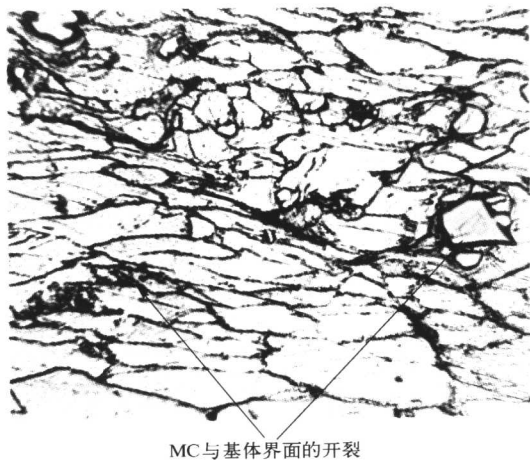


图 2-4 GH4169 合金持久试样中 MC 与基体界面的开裂现象

(2) 降 S。研究认为 S 含量的高低对材料的塑性和长时性能有影响(图 2-5 和图 2-6), 优质 GH4169 合金中的 S 含量由普通标准的不高于 0.015% 降至不高于 0.002% 后, 对提高合金的持久性能和塑性非常有效, 对于提高零件使用的安全可靠性的也是非常重要的。

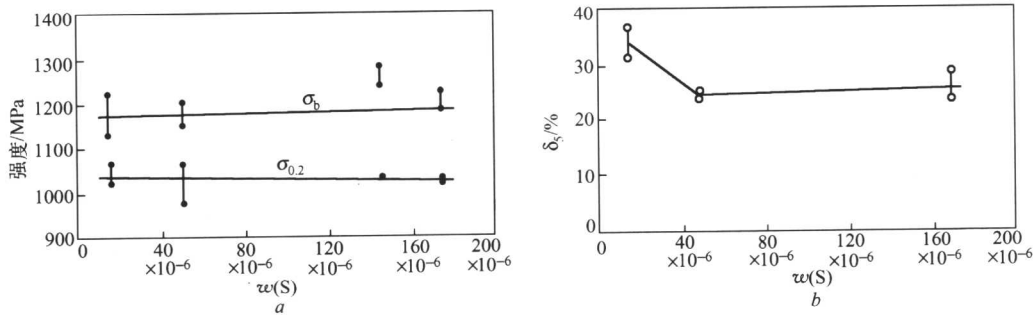


图 2-5 S 含量对 650°C 抗拉强度(a)和塑性(b)的影响

(3) 降低痕量元素的允许上限, 增加检测痕量元素的含量。普通 GH4169 合金中无痕量元素的控制要求, 优质合金中增加了 Mg、Ca、Pb、Sn、Ag、Bi、Se、Te、Tl 元素的检测标准。我国高温合金标准中规定 Bi 的含量(质量分数)不高于 1×10^{-6} , 无 Te、Tl 元素的检测要求, 而优质 GH4169 合金中要求 Bi 的含量(质量分数)不高于 0.3×10^{-6} , Te 的含量(质量分数)不高于 0.5×10^{-6} , Tl 的含量(质量分数)不高于 1×10^{-6} , 这些均是为提高材料纯净度, 延长材料和零件的使用寿命及提高发动机的安全可靠性的所需要的。

(4) 降低气体的允许含量。降低 N、O 气体含量可减少材料中的夹杂数量, 有利于提高

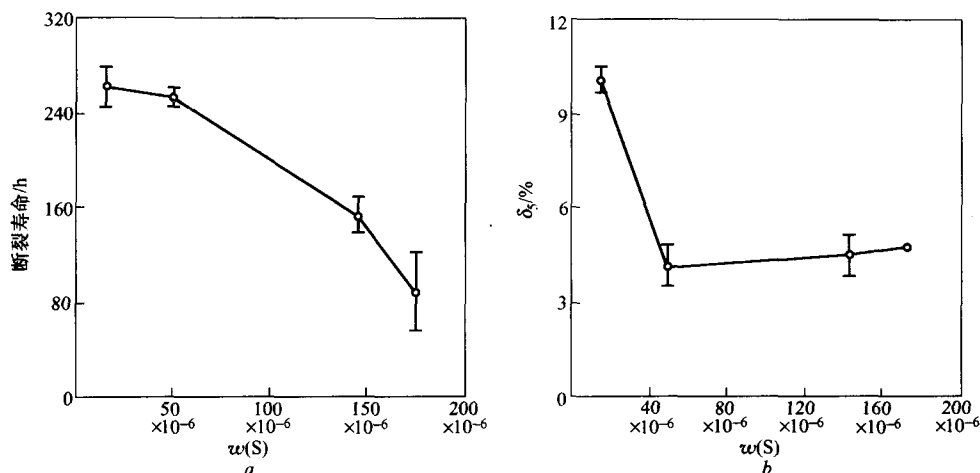


图 2-6 S 含量对 650℃, 686 MPa 持久性能的影响

材料的塑性和韧性。对于含 Nb 量如此高的 GH4169 合金,降低 N 含量是首要关键,因为在熔化期间,N 很容易与 Nb 生成 Nb(C,N),在后期精炼和重熔过程中无法去除这部分 N 含量,Nb(C,N)数量的增多增加了疲劳源形成的可能性,同时会减少形成强化相 γ'' 所需的 Nb 元素含量,所以优质材料中必须控制 N、O 的含量。

(5) 增 Nb 含量。 γ'' 相的数量是决定 GH4169 合金强度的根本因素,提高合金中的 Nb 含量,能够增加材料中 γ'' 相的数量,使零件的强度也随之提高,尤其是高强度盘锻件中的 Nb 含量应控制在 5.30%~5.40% 之间。

2.3 冶炼优质 GH4169 合金的技术措施

2.3.1 提高原材料的纯度

在熔炼过程中去除痕量元素是较困难的,主要的技术措施是控制其在原材料中的含量,冶金厂制定了针对各种合金所采用的原材料控制规范,这是根据多年生产实践的经验制定的,所以生产时必须按规范执行。

GH4169 合金是变形高温合金中 Nb 含量最高的材料,N 与 Nb 的亲合力极强,原材料熔化过程中,N 一旦与 Nb 形成 Nb(C,N),随后就无法去除,而 N 的主要来源是金属 Cr 和纯铁,所以需要选择含 N 低的金属 Cr 和纯铁。

精炼纯铁是冶炼 GH4169 合金的一项重要技术措施,通过精炼达到成分均匀、降低 C、S 和气体含量,为熔炼优质合金奠定重要基础。

2.3.2 采用先进的真空感应熔炼设备和合理的重熔工艺

GH4169 合金中的 Al、Ti 含量并不高,但因对材料的纯度要求高,所以均采用双联或三联冶炼工艺,我国现用的冶炼工艺有三种:真空感应熔炼+真空自耗重熔;真空感应熔炼+电渣重熔;真空感应熔炼+真空自耗重熔+全程氩气保护下的电渣重熔工艺。

为继续降低 S 含量,提高合金纯度,防止冶金缺陷的形成,正在进行真空感应熔炼+电渣重熔+真空自耗重熔的三联冶炼工艺的研究。