

Inconel 713 LC 超合金熱均壓製程參數及特性之研究

王世昌* 張世賢* 李世欽* 鄭榮瑞**

*國立成功大學材料科學及工程學系

**中山科學研究院材料暨光電研究所

摘要

熱均壓(Hot Isostatic Pressing, HIP)技術廣泛應用於鑄造工業以去除鑄造過程中所產生之內部孔隙,加以強化合金,而達到完全緻密的效果,熱均壓製程結合高溫及高壓方式以提升材料的性質,並改善鑄造材的強度、延展性與疲勞壽命。Inconel 713 LC為使用在航太工業上最多的超合金材料,同時具有優越的高溫抗腐蝕性、強度、潛變及疲勞等性質。Inconel 713 LC超合金是典型的 γ' ($\text{Ni}_3\text{Al}, \text{Ni}_3\text{Ti}$)在 γ 基地上析出,隨著 γ' 析出量的增加而提高強度。

本研究主要探討熱均壓製程對Inconel 713 LC鑄造超合金之影響,Inconel 713 LC超合金實驗中,使用三種不同之熱均壓溫度,包括1180、1195與1210 °C;二種不同之熱均壓壓力1500及1750 Bar;二種不同的熱均壓時間2及4hrs。同樣利用XRD、SEM與EPMA顯微結構分析,常溫及高溫拉伸試驗來評估熱均壓製程對鑄造超合金性質之影響。

由本研究結果,Inconel 713 LC 鑄造超合金的最佳熱均壓製程為 1180°C, 1750Bar, 2hours, 明顯地降低其孔隙率與增加拉伸強度與伸長率、改善偏析組織。

關鍵字: 熱均壓、Inconel 713 LC 超合金、 γ 、 γ' 、偏析、抗拉強度、伸長率

一、前言

由於傳統鑄造冶金(ingot metallurgy)的限制,合金鑄錠在緩慢的凝固後,會有成分的偏析、多孔性、及微結構不均勻等缺陷出現。雖然使用熱處理及熱加工可改善這些現象,但無法完全消除;而利用熱均壓(Hot Isostatic Pressing, HIP)技術則可以得到高密度、細緻的晶粒尺寸、均勻的微結構及均向性等優良的機械性質【1-4】。另一方面,由於鑄件材料內部常存有鑄造缺陷,包括縮孔、氣孔、夾雜物及合金偏析等,使材料本身的機械性質降低,藉由適當的鑄造技術來改善,雖可合理的控制鑄造缺陷,但若不借助外力,內部縮孔是不能完全消除的,而熱均壓技術正好可提供此種外力以除去材料內部之各種空孔及缺陷,同時可以增加高溫之拉伸強度與機械性質。因此自1970年熱均壓製程開始廣泛運用於各種合金鑄件材料上,用來改善傳統鑄造、及鍛造金屬鑄件在鑄造製程上所產生的偏析等缺陷,及高溫使用時產生的裂縫等主要問題【5-6】。目前熱均壓製程主要運用於精密零件、高強度合金、高單價零件的製作,此外也利用熱均壓來修復及消除零件內部因疲勞產生的孔洞【7】與核能反應裝置上的接合【8】。

由於 Inconel 713 LC 超合金具有優良的高溫強度、穩定度及中溫下之延展性,因此被應用為航空發動機零件材料,如渦輪葉片、船艙零件、核子反應爐,石化工業,航空零件等高溫腐蝕環境下使用之零件【9-12】。但在鑄造過程中易產生的縮孔與偏析的現象因而降低合金的機械性質【13】,故為提升鑄件之機械強度將使用熱均壓處理,探討其對顯微組織及機械性能的影響。

本研究主要目的,是探討熱均壓製程對 Inconel 713 LC 超合金機械性質的影響,並由實驗的分析與結果,探討熱均壓製程參數(包含溫度、壓力、時間)對 Inconel 713 LC 超合金鑄件內部之結構影響,同時尋找 Inconel 713 LC 超合金鑄件最佳的熱均壓製程參數,建

立完整的製程資料,作為往後 Inconel 713 LC 熱均壓製程之參考。

二、實驗方法

本研究以 Inconel 713 LC 超合金為實驗材料,其成分如表 1 所示。為了找出最佳熱均壓處理之參數,控制熱均壓制程中三個主要參數:壓力、溫度、時間,對合金之顯微組織與機械性質的影響,比較未經過熱均壓處理及經過熱均壓處理的試片,經過試驗之後,確定熱均壓對合金的影響。因熱均壓之溫度對材料的影響最為敏感,故首先找出最佳溫度參數,然後固定溫度增加壓力,探討壓力對材料的影響,最後以最佳溫度、壓力參數增加時間參數,探討時間對材料的影響。熱均壓參數之探討流程如圖 1 所示。

表 1. Chemical composition of Inconel 713 LC (wt%)

Ni	Cr	Al	Mo	Nb	Ti	C	Fe	Mn	V	Cu
Bal.	11.89	5.37	4.63	1.98	0.78	0.051	0.03	0.02	0.01	0.01

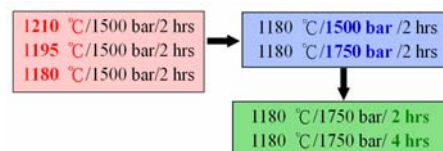


圖 1. 熱均壓參數之探討流程圖

熱均壓製程之後,再進行1175°C/2hr持溫進行固溶熱處理,再以16°C/min冷卻至室溫,接著進行時效處理,時效處理條件為650°C/16hr,空冷至室溫,完成試片製作,最後經由抗拉測試,找出最佳的製程參數,並且分析合金的機械性質以及顯微結構作為依據。

三、結果與討論

3-1 X-RAY 分析

圖2為Inconel 713 LC超合金鑄件、鑄件經固溶時

效處理與不同熱均壓製程處理後之XRD繞射圖，其均顯示 γ 基地與 γ' 相的峰，因 γ' (主要為Ni₃Al-Ti)與Ni基地的晶格差異很小 $a_{\gamma}=3.535$ ， $a_{\gamma'}=3.567$ ，造成X-Ray繞射角度重疊在一起，而其他如邊界上之碳化物因其分佈範圍幾乎只侷限在邊界上，所以X-Ray光束打到碳化物的數目相較於鎳基地與 γ' 的比例少得甚多，故無明顯碳化物的波峰，結果顯示不同熱處理後並無新的組成產生，且熱均壓4小時發現x-ray之半高寬明顯變窄，顯示晶粒有明顯成長。

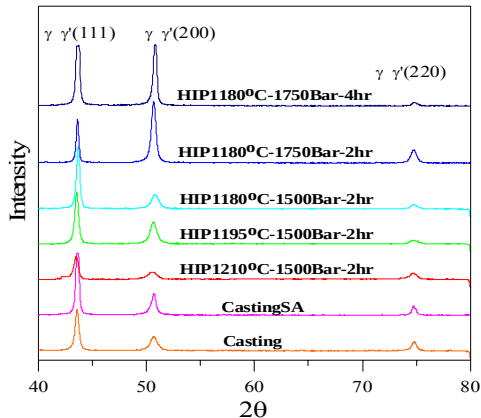


圖 2. Inconel 713 LC 鑄件經不同熱均壓參數之 X-ray 圖

3-2 顯微結構分析

圖 3 為 Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 相析出之 SEM 圖，圖中顯示在晶界周圍與晶粒內其 γ' 相分佈型態相同，有兩種大小不等形狀相同的 γ' 相，均勻分佈在整顆晶粒，顯示 γ' 相之溶質原子均勻分佈在整顆晶粒中。圖 4 為 Inconel 713 LC 鑄件經 1195°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 相析出之 SEM 圖，發現部分區域 γ' 開始有方向性的聚集，部分形成有規則的長條狀分佈，圖 5 為 Inconel 713 LC 鑄件經 1210°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 相析出之 SEM 圖， γ' 明顯有方向性的聚集、粗化，顯示 γ' 有傾向於某方向的成長，形成有規則的長條狀分佈。

圖 6 為 Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1750bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 相析出之 SEM 圖，與熱均壓 1180°C/1500bar/2hrs 比較，當提高熱均壓之壓力發現大顆的 γ' 相消失，取而代之的 γ' 相全為密集小顆粒的方型狀，大小一致且分佈平均，圖 7 為 Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1750bar/4hrs 熱均壓處理後 γ' 相析出之 SEM 圖，其 γ' 相又較熱均壓參數為 1180°C/1750bar/2hrs 之試片更為細小方形。

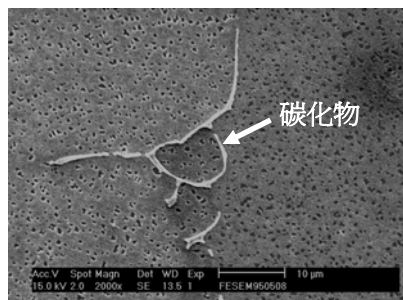


圖 3. Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 析出型態之 SEM 圖

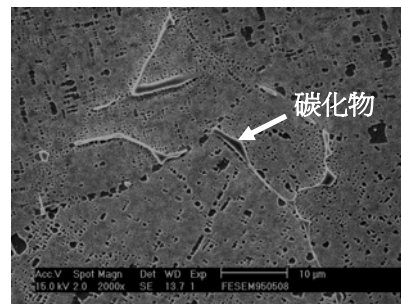


圖 4. Inconel 713 LC 鑄件經 1195°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 析出型態之 SEM 圖

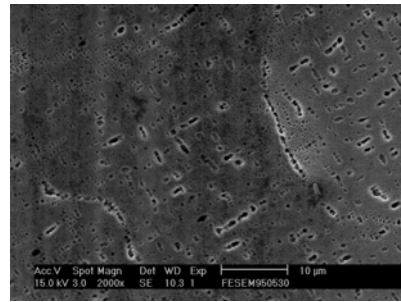


圖 5. Inconel 713 LC 鑄件經 1210°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 析出型態之 SEM 圖

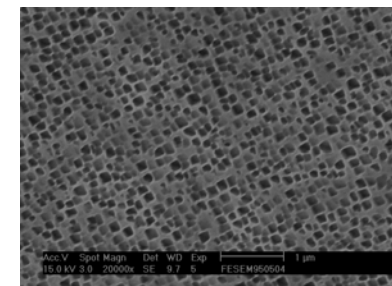


圖 6. Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1750bar/2hrs 熱均壓處理後 γ' 析出型態之 SEM 圖

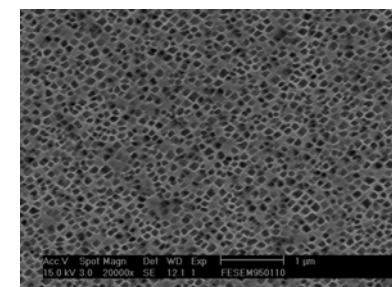


圖 7. Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1750bar/4hrs 熱均壓處理後 γ' 析出型態之 SEM 圖

3-3 TEM 分析

鑑定基地中析出相的成分與結構，將鑄件經 1180°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理後其暗視野之 TEM 圖如圖 8 所示，圖中顯示 γ 基地與大小不同的 γ' 析出相 (γ' -L、 γ' -S)，表 2 為 γ 基地相、 γ' -L、 γ' -S 之成分分析， γ' -L、 γ' -S 較 γ 基地相的鋁、鈦含量高，且 γ' -L、 γ' -S 的成分幾乎一致，其 γ 基地、 γ' -L、 γ' -S 的繞射圖形 (diffraction pattern) 如圖 9 所示，繞射圖型皆為 FCC 相，可知 γ 與 γ' 的界面屬於整合性邊界，且在主要晶格點的中間有較弱的倒置晶格點，顯示 Inconel 713 LC 超合金具有長程有序的超晶格 (superlattice) 結構。

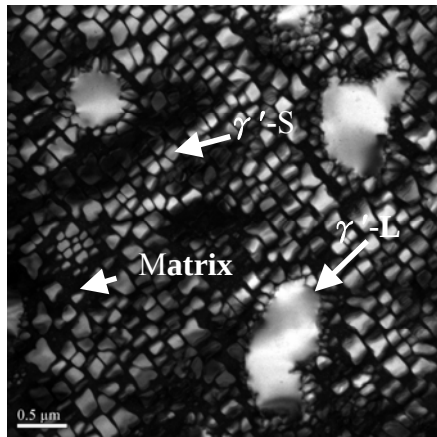


圖 8. Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理，其暗視野之 TEM 圖

表 2. Chemical composition of matrix、 γ' -L、 γ' -S (wt%)

	Al	Ti	Cr	Ni	Nb	Mo
Matrix	3.785	0.678	18.746	67.648	1.464	7.676
γ' -L	8.284	1.924	4.441	79.432	3.566	2.350
γ' -S	8.295	1.262	4.372	79.109	3.892	3.067

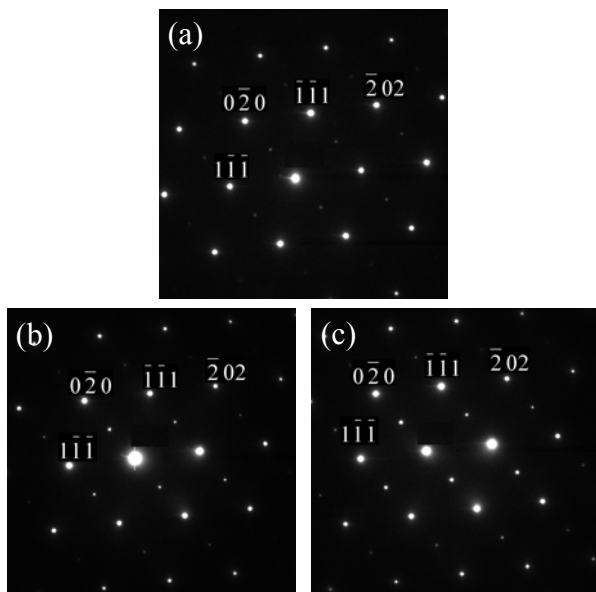


圖 9. Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1500bar/2hrs 熱均壓處理之繞射圖(a)matrix(110)、(b) γ' -L(110)、(c) γ' -S(110)

3-4 EPMA 分析

為瞭解 Inconel 713 LC 超合金鑄件與熱均壓後的各元素之分佈狀況，針對合金成分 Cr、Mo、Nb、Ti 各原子之分佈作 EPMA 分析，圖 10 Inconel 713 LC 為鑄件經固溶時效處理 Cr、Mo、Nb、Ti 之元素分佈圖，其碳化物主要成分為 Nb 和 Ti 以蝴蝶狀分佈在晶界周圍，且發現原子序較大的原子，如 Mo 與 Nb、Ti 在晶界周圍的濃度較晶粒內的濃度高，造成成分不均勻的現象，顯示鑄件雖經固溶時效處理仍不足以完全消除。圖 11 為熱均壓處理 1180°C/1500bar/2hrs 之試片，其碳化物以點線狀在晶界上分佈，而非以蝴蝶狀型態呈現，Nb、Ti 原子主要集中在晶界但在晶粒內無分佈

不均之現象，而 Mo 主要效果為固溶強化，圖中顯示 Mo 的濃度分佈較鑄件均勻。圖 12 為熱均壓 1180°C/1750bar/4hrs 之試片，其晶界上碳化物明顯減少很多，並可觀察到 Nb、Ti 原子有固溶於基地的現象，且明顯與 Cr 原子抗爭，當 Nb、Ti 原子多時則 Cr 原子少，反之當 Nb、Ti 原子少時則 Cr 原子多，而 Mo 原子的分佈情形無明顯差異，顯示 Mo 原子平均分佈在基地。結果顯示，由於鑄件凝固時冷卻速率緩慢，造成原子濃度分佈不均，並且在晶界出現蝴蝶狀分佈的碳化物與較多的 Mo 原子，而經熱均壓處理後，能消除蝴蝶狀的碳化物將之以點線的型態分佈在晶界上，使得蝴蝶狀的碳化物獲得改善，均勻析出在晶界上，使碳化物具散佈強化效果，抑制晶界滑移，同時仍能維持相當高的伸長率；而當提高熱均壓的壓力與時間，碳化物有固溶於基地的趨勢。

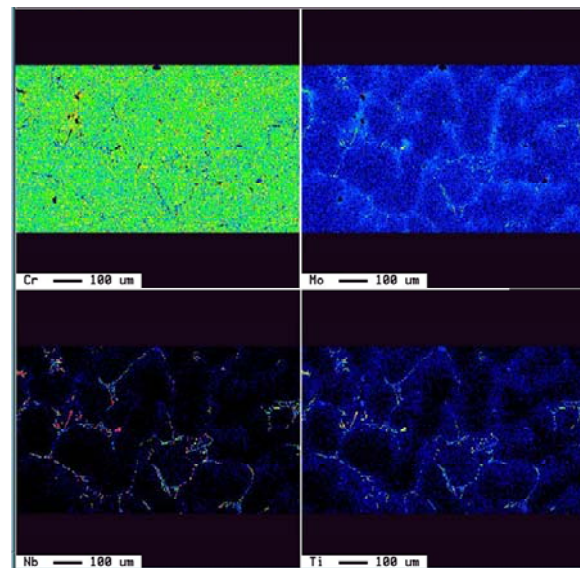


圖 10. Inconel 713 LC 鑄件經固溶時效處理 Cr、Mo、Nb、Ti 之元素分佈圖

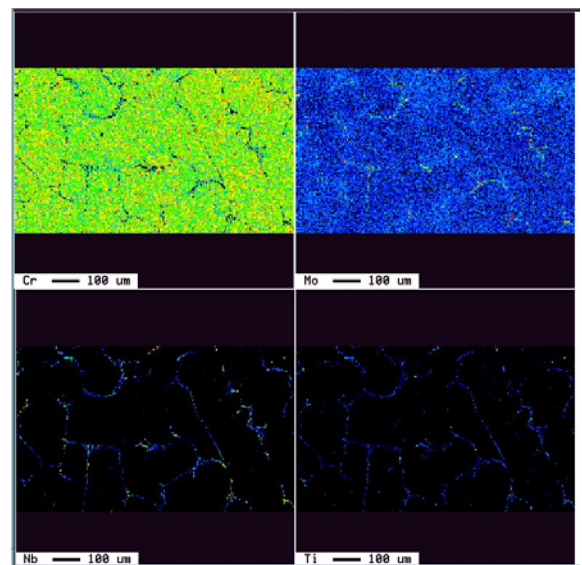


圖 11. Inconel 713 LC 經 1180°C、1500bar、2hrs 熱均壓處理 Cr、Mo、Nb、Ti 之元素分佈圖

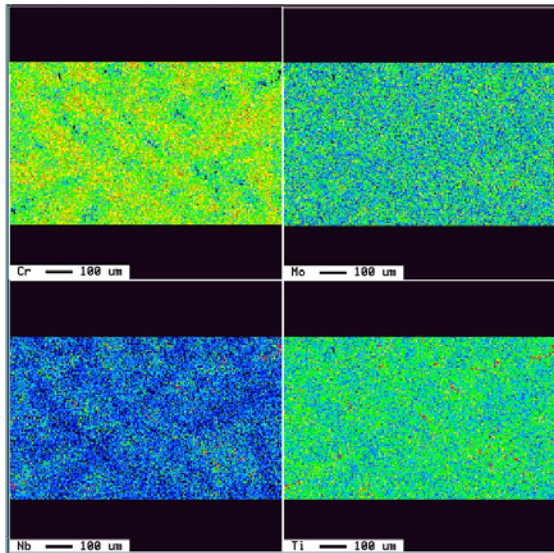


圖 12. Inconel 713 LC 經 1180°C、1750bar、4hrs 熱均壓處理 Cr、Mo、Nb、Ti 之元素分佈圖

3-5 硬度試驗

圖 13 為鑄件經不同熱均壓參數處理對硬度之曲線圖，熱均壓對硬度的提高並不會很明顯，仍在誤差範圍內，而以熱均壓處理之參數為 1180°C/1750bar/2hrs 具有最佳的硬度值，增加熱均壓之壓力可以促進合金元素固溶及析出之效益，有助於增加材料的硬度，但在相同壓力下，熱均壓溫度對硬度的提升卻不明顯。

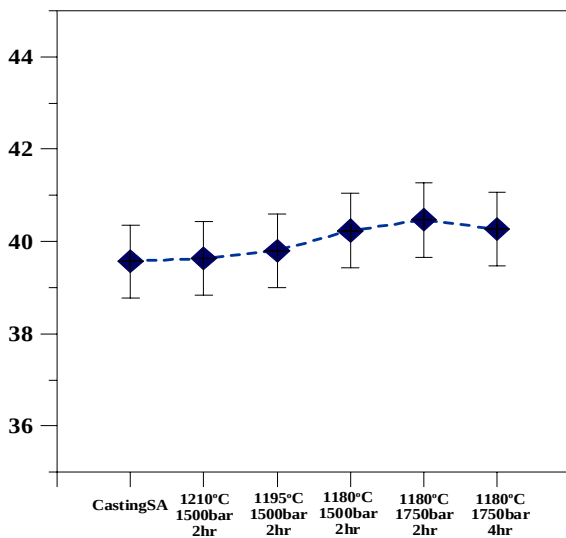


圖 13. 鑄件經不同熱均壓參數處理之硬度曲線圖

3-6 抗拉強度

熱均壓對抗拉強度之影響如圖 14 所示。經不同熱均壓溫度處理後之 Inconel 713 LC 鑄件，其抗拉強度(tensile strength)隨著熱均壓溫度的增加而降低，以熱均壓之溫度 1180°C 有最佳的抗拉強度，而隨著熱均壓溫度的增加而增大，但當溫度超過 1180°C 時，其抗拉強度反而比未熱均壓處理的鑄件來得低，顯示熱均壓溫度對 Inconel 713 LC 鑄件有相當大的影響。圖 15 為固定熱均壓之壓力在 1500Bar，時間 2hours，經不同熱均壓溫度處理後之伸長率比較圖，溫度為 1210°C

及 1195°C 時，其常溫與高溫之拉伸率均較鑄件經固溶時效處理後低，由圖 13 所示，硬度比較可知，不同熱均壓處理其硬度值相差不大，故硬度非影響抗拉強度的因素。而觀察微結構比較 γ' 相在不同熱均壓之溫度的型態，發現當溫度超過 1180°C 時 γ' 相會出現有規則性的長條狀排列，其可能造成拉伸強度急遽下降之原因。圖 16 及圖 17 分別為 Inconel 713 LC 鑄件在固定溫度 1180°C/時間 2hrs，改變熱均壓壓力之抗拉強度與伸長率之比較，結果顯示增加熱均壓處理之壓力，對抗拉強度與伸長率均上升，表示在適當的溫度熱均壓之壓力有助於孔隙率的降低，並且增加熱均壓之壓力促進合金元素固溶及析出之效益；圖 18 及圖 19 為 Inconel 713 LC 鑄件固定溫度 1180°C/壓力 1750bar，改變熱均壓時間之抗拉強度與伸長率之比較，顯示當增加熱均壓之時間抗拉強度與伸長率反而下降，由圖 6 及圖 7 所示，增加熱均壓之時間其 γ' 相更為細小，可能造成差排能以剪切的方式穿過 γ' 相，且長時間在高溫處理下容易造成晶粒的粗化，因此造成材料之機械性質的下降。

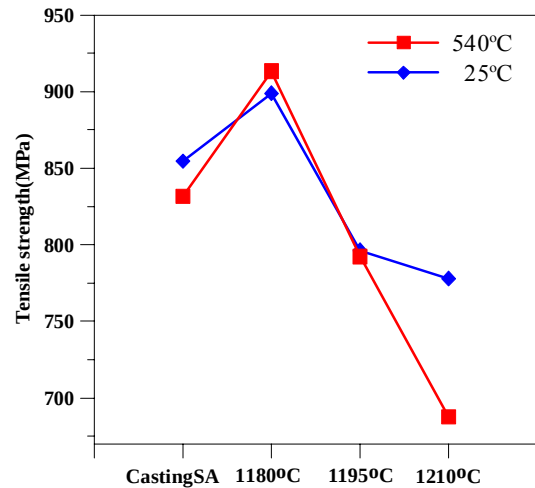


圖 14. Inconel 713 LC 鑄件固定壓力 1500bar/時間 2hrs，改變熱均壓溫度之抗拉強度比較

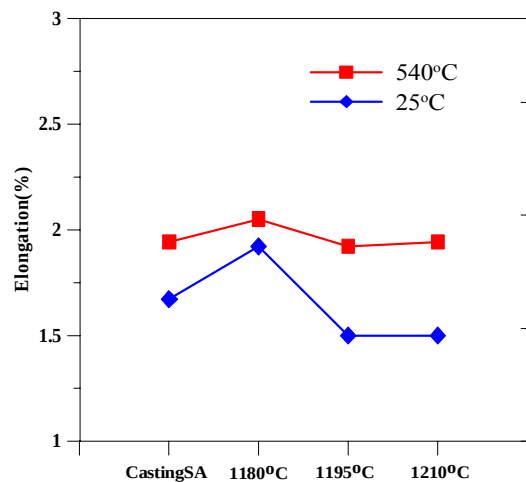


圖 15. Inconel 713 LC 鑄件固定壓力 1500bar/時間 2hrs，改變熱均壓溫度之伸長率比較

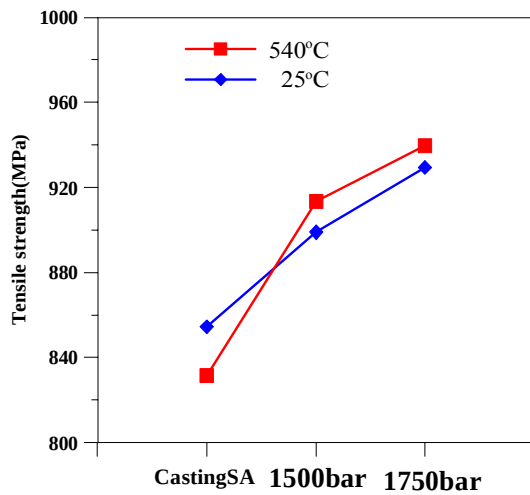


圖 16. Inconel 713 LC 鑄件固定溫度 1180°C/時間 2hrs，改變熱均壓壓力之抗拉強度比較

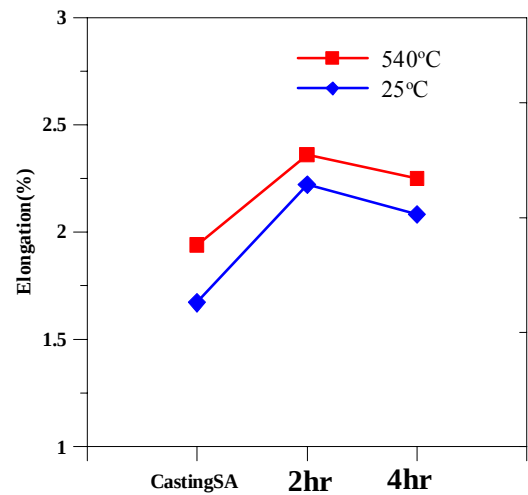


圖 19. Inconel 713 LC 鑄件固定溫度 1180°C/壓力 1750 bar，改變熱均壓時間之伸長率比較

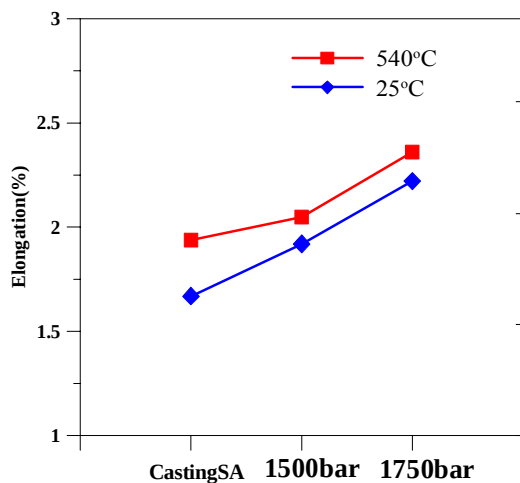


圖 17. Inconel 713 LC 鑄件固定溫度 1180°C/時間 2hrs，改變熱均壓壓力之伸長率比較

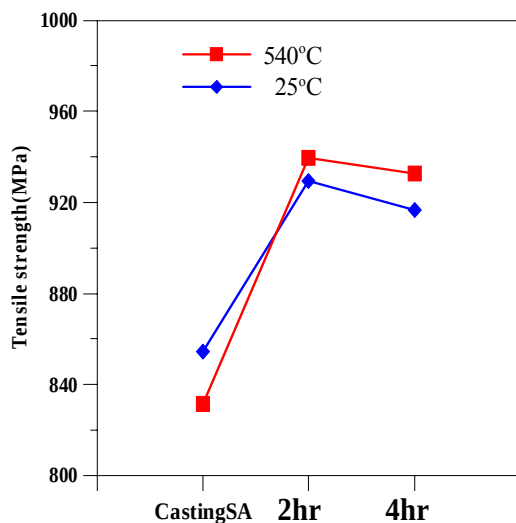
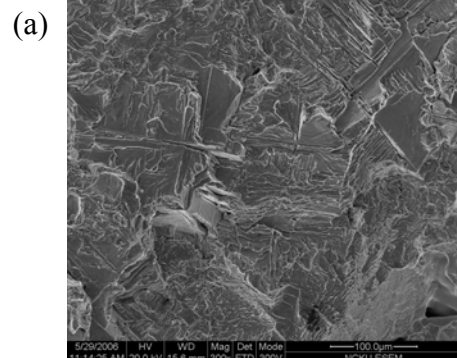


圖 18. Inconel 713 LC 鑄件固定溫度 1180°C/壓力 1750 bar，改變熱均壓時間之抗拉強度比較

3-7 破斷面觀察

鑄件經固溶時效處理後，其常溫與高溫拉伸之破斷面分別如圖 20(a)、(b)所示，其顯示鑄件未經熱均壓處理者，其破斷面多處均有放射型態的破裂，與鑄造過程中之晶粒大小相同，約為 100μm，破裂型態具延性與脆性雙重性質。破裂因素極可能由於偏析現象造成 γ' 在一顆晶粒內分佈不均勻，而另一主要因素為固溶原子 Mo、Ti、Nb 等成分集中在晶界附近，以單顆晶粒來看其對差排滑動的阻礙力有相當大的差異，在晶界周圍 γ' 相較大，且 Mo、Ti、Nb 等固溶原子多，能累積大量的差排，當達差排滑移時，因晶粒內對差排的阻礙力下降，造成差排移動在瞬間加快，使得在晶粒的中心部分其劈裂面積較大。

鑄件經 1180°C/1750bar/2hrs 熱均壓參數處理之破斷面，其破裂面型態如圖 21(a)、(b)所示，較未經熱均壓處理者，其破壞表面更為粗糙，屬於韌性破裂。其中熱均壓參數為 1210°C/1500bar/2hours 在 540°C 高溫拉伸其破裂面型態如圖 22 所示，破裂面明顯與拉伸軸成 45° 角的剪切應力導致的破斷，為拉伸過程中小孔穴 (cavity) 或微小空孔 (microvoid) 成長然後合併成橢圓形的裂縫，裂縫在縮頸外圍迅速傳播，約與拉伸軸成 45° 角；在拉伸過程中所造成的小孔穴極可能因大量的差排累積在長條狀 γ' 析出相，成為破裂成長點而形成小孔穴並且成長然後合併傳遞。由研究顯示未經熱均壓處理之鑄件，其晶界聚集大量的縮孔仍是強度最弱之地方，屬於延性及脆性之混合破裂，經熱均壓處理後為延性破裂。



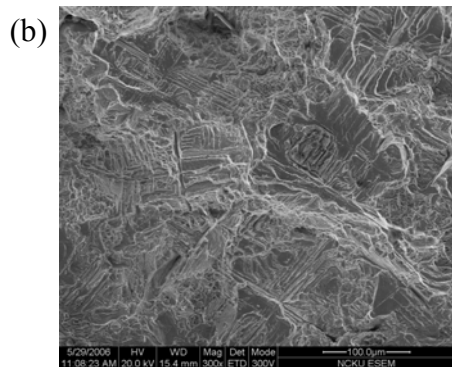


圖 20. Inconel 713 LC 鑄件經固溶時效處理其常溫與高溫拉伸之放射型態破斷面 (a) 25°C 常溫拉伸 (b) 540°C 高溫拉伸

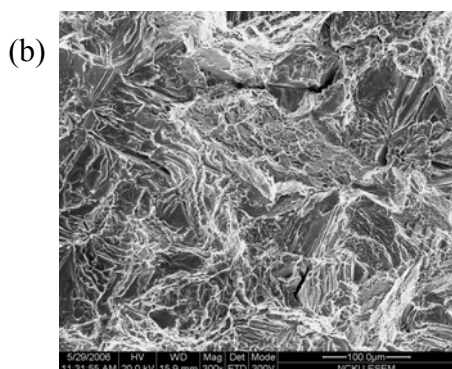
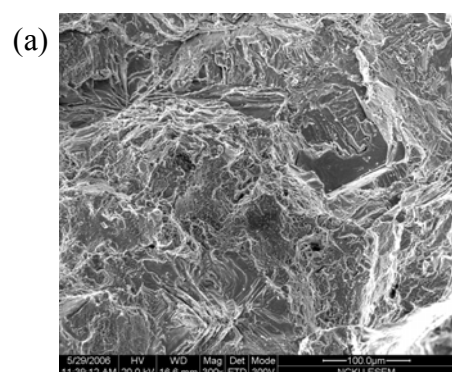


圖 21. Inconel 713 LC 鑄件經 1180°C/1750bar/2hrs 熱均壓處理其常溫與高溫拉伸之破斷面 (a) 25°C 常溫拉伸 (b) 540°C 高溫拉伸

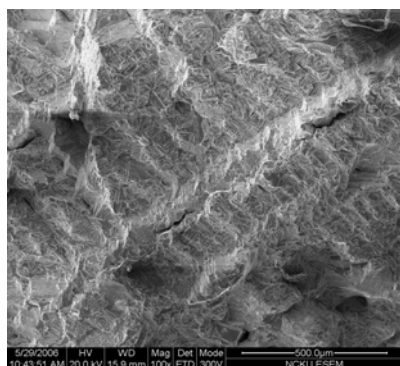


圖 22. Inconel 713 LC 鑄件經 1210°C/1500bar/2hours 熱均壓參數為在 540°C 高溫拉伸其破裂面型態

四、結論

1. 鑄件進行過固溶與時效處理，其碳化物以蝴蝶狀分佈在晶界周圍，經 1180°C/1500bar/2hrs 熱均壓

處理後，能消除蝴蝶狀的碳化物，然後以點線的型態分佈在晶界上。當提高熱均壓的壓力與時間，發現碳化物會固溶於基體中。

2. 熱均壓處理之壓力、時間固定在 1500Bar/2hrs，當溫度為 1195°C 及 1210°C 時(超過 1180°C)，在部分區域 γ' 以有規則的長條狀析出分佈；熱均壓處理之溫度、時間固定在 1180°C/2hrs，壓力提高為 1750Bar，大顆的 γ' 相消失取而代之的 γ' 析出相為大小均一、密集的小顆粒方型狀；熱均壓處理之溫度、壓力固定在 1180°C/1750Bar，增長熱均壓之時間，發現 γ' 有分解成更小 γ' 的趨勢。
3. 熱均壓處理之壓力、時間固定在 1500Bar/2hrs，以熱均壓之溫度 1180°C 有最佳的抗拉強度，但隨著熱均壓溫度的增加，超過 1180°C 時，其抗拉強度反而比未熱均壓處理的鑄件低，因 γ' 相以規則長條狀排列，其可能造成拉伸強度急遽下降的原因。
4. Inconel 713 LC 鑄件之熱均壓處理參數為 1180°C，1750 bar，2hrs 在常溫與高溫拉伸為本實驗中具最佳之機械性質。

致謝

感謝中山科學研究院經費補助，計畫編號 BV94D04P，使本研究得以順利完成。

參考文獻

1. Tore Garvare, "Proceedings of the International Conference on Hot Isostatic Pressing", The Swedish Institute of Production Engineering Research-Lulea, (1987), pp.15-17.
2. Koizumi and Mitsue, "Hot Isostatic Pressing Theory and Applications" International Conference on Hot Isostatic Pressing/Elsevier Applied Science, (1992).
3. 林天財, "熱均壓"金屬工業 33 卷 5 期, (1999), pp.94-95。
4. 林江財, "耐高溫金屬的粉末冶金與應用", 金工第 17 卷第 4 期, (1983), pp.60-65。
5. 梁誠、張世賢, "熱均壓強化之完全緻密型粉末冶金零件"粉末冶金會刊第 27 卷第 4 期, (2002), pp.261-270。
6. 李世欽、張世賢、何信弘, "熱均壓技術之應用"鑄造科技第 177 期, (2004), pp.3-9。
7. 黃忠良, "等方加壓技術實務", 復漢出版, (1999), pp.78-141。
8. J. Nakano and Y. Miwa, "Characterization of 316L(N)-IG SS joint produced by hot isostatic pressing technique", Journal of Nuclear Materials, 307-311(2002), pp.158-1572.
9. G. A. Osinkolu, "Fatigue Crack Growth in Polycrystalline IN 718 Superalloy", Materials Science and Engineering, (2003), pp.425-433.
10. C.P. Sullivan, "Some Effects of Microstructure on the Mechanical Properties of Nickel Base Superalloys", Source Book on Materials for Elevated-Temperature Applications ASM, (1979), pp.250-259.
11. R.F. Decker, "Strengthening Mechanisms in Nickel Base Superalloys", Materials for Elevated Temperature Applications, (1979), pp.147-170.
12. R. Cozar, "Morphology of γ' and γ'' Precipitates and Thermal Stability of Inconel 718 Type Alloys", Met. Trans, 4(1973), pp.47-59.
13. 周介誠, "超合金 IN-713 LC 鑄件組織機械性質研究", 中山大學碩士論文, (1984), pp.37-39。