

喷射成形 GH738 合金热变形特性及微观组织演变

王 悅, 许文勇, 刘 娜, 郑 亮, 袁 华, 李 周, 张国庆

(北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095)

摘要: 在温度 950~1200 °C、应变速率 0.13~6.5 s⁻¹ 及工程应变 50% 的条件下, 利用 Gleeble-3500TM 热模拟试验机对喷射成形 GH738 合金进行热压缩试验, 研究了合金的热流变行为并建立了流变本构关系, 结合显微组织分析及统计技术研究了合金的组织演变情况。结果表明, 流变应力随温度的升高和应变速率的减小而降低。合金热变形激活能为 580.81 kJ·mol⁻¹。随着形变温度的升高, 高位错密度处晶界弓出形核使晶界“锯齿”化并形成项链组织, 在 1100 °C 获得完全动态再结晶组织, 随温度继续升高及应变速率的降低组织明显长大。

关键词: GH738 高温合金; 喷射成形; 热变形本构方程; 动态再结晶

中图法分类号: TG146.1⁺⁵

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)03-0878-06

GH738 合金 (Waspaloy) 是一种 γ' 相沉淀硬化型镍基高温合金, 最高使用温度可达 700 °C。由于其具有良好的耐燃气腐蚀、抗氧化以及较高的屈服强度和抗疲劳蠕变等综合力学性能特点, 广泛应用于燃/烟气轮机涡轮盘、叶片、发动机转动部件及航空紧固件等^[1-3]。通常, 对于使用温度较高部件, 如涡轮叶片, 需要获得较为粗大的晶粒组织来满足高温蠕变性能。对于使用温度较低的部件例如涡轮盘, 则要求获得细晶组织来提高屈服强度、塑性及低周疲劳性能^[4]。因此, 为了满足不同使用要求, 获得理想终态晶粒组织, 需要对热加工工艺及热处理进行精确控制。

GH738 合金锭普遍采用镦拔工艺开坯, 所制备的棒坯在径向上存在一定的组织不均匀现象。一般来说, 棒材内部开坯变形量较大, 为再结晶后等轴晶组织。边缘处变形量较小, 发生部分再结晶, 表现为混晶组织。在后续热变形过程中, 这种棒坯一方面会造成局部流变失稳, 降低塑性; 另一方面, 混晶组织会在后续热处理过程中发生局部异常晶粒长大。因此, 很难通过调整工艺对组织进行精确控制并满足不同使用性能要求^[5]。

喷射成形是在快速凝固粉末冶金工艺基础上发展起来的一种先进一体化材料制备技术, 已在高温合金、高速钢、金属基复合材料及梯度性能材料等领域得到应用^[6-9]。喷射成形工艺制备的材料晶粒组织细小且均匀, 除降低变形抗力、提高热加工塑性外, 也为后续

热加工过程对组织的精确控制提供了较为理想的初始组织。因此, 研究喷射成形 GH738 合金热变形特性及微观组织演变, 对制定满足不同组织及性能要求的热加工工艺具有重要意义。

目前, 对于喷射成形高温合金热变形行为的研究报道较少, 主要涉及喷射成形高温合金热变形塑性研究及热加工图的建立^[10,11], 尚缺乏以精确控制合金形变组织为目的的喷射成形 GH738 合金的变形特性及形变过程再结晶机制对组织演变较为全面的研究。因此, 本研究利用喷射成形工艺制备了具有细小均匀组织特点的 GH738 合金沉积坯, 通过等温轴向热压缩试验研究合金在一定形变条件范围下的热变形特性。利用流变应力数据计算合金热变形激活能并建立流变本构关系。通过对不同工艺条件下的晶粒组织的观察及统计分析研究形变温度和应变速率对组织演变的影响规律。

1 实 验

实验用 GH738 合金化学成分为 (质量分数, %): Cr 19.67, Co 13.66, Mo 4.29, Ti 2.98, Al 1.45, C 0.063, Zr 0.044, B 0.0051, P 0.005, S 0.0008, Ni 余量。喷射成形 GH738 合金沉积坯在双扫描喷射成形装置上制取, 雾化气体为氮气。为消除局部显微疏松对实验的影响, 对沉积坯进行热等静压致密化处理, 温度 1150 °C, 压力 150 MPa, 保压时间 5 h。

收稿日期: 2017-03-20

基金项目: 国家重点基础研究发展计划 (“973” 计划) (2010CB631205); 国家自然科学基金 (51304177); 国家科技支撑计划资助 (2015BAE03B01)

作者简介: 王 悅, 男, 1986 年生, 硕士, 北京航空材料研究院先进高温结构材料重点实验室, 北京 100095, 电话: 010-62498273, E-mail: yue1.wang@biam.ac.cn

等温轴向热压缩实验在 Gleeble-3500TM 热模拟试验机上进行。试样尺寸为 $\Phi 10 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$, 表面磨光, 试样两端采用钽片并涂抹石墨润滑。试样表面 1/2 轴向处点焊 K型热电偶对变形温度进行控制。试样以 $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 加热升温, 为保证温度均匀, 到温保温 5 min 后加载。变形温度分别为 950、1000、1050、1100、1150、1200 $^{\circ}\text{C}$, 应变速率分别为 0.13 、 1.3 、 2.6 、 3.9 、 6.5 s^{-1} , 工程应变 50% 。为保留形变组织, 试样变形后即水淬。

变形后试样沿轴线剖开, 经预磨、抛光、腐蚀后在 Leica-DM4000 型光学显微镜及 CamScan3100 扫描电子显微镜下进行微观组织观察。利用 Image-Pro Plus 对晶粒尺寸进行测量及统计。

2 结果与分析

2.1 真应力-应变曲线

图 1 为不同热变形条件下喷射成形 GH738 合金真应力-应变曲线。从图 1 中可以看出, 不同变形条件下流变应力随应变的变化趋势基本相同。在变形初始阶段, 流变应力随应变的增加快速上升, 位错不断增多并产生交互作用使塑性变形变得困难, 表现出明显的加工硬化趋势。随着应力逐渐达到峰值, 其上升趋势减缓。应力达到峰值后缓慢下降, 最后逐渐达到稳定状态。由于 GH738 合金为低堆垛层错能合金, 回复能力较低, 形变初期积累的高位错密度驱动了动态再结晶。再结晶过程可以不断消除形变累积的位错, 减缓了流变应力随应变的增大而升高的趋势。当流变应力

基本不随着应变的变化而变化时, 合金形变进入稳态阶段。动态再结晶产生的软化作用动态平衡了形变累积的位错, 这种应力变化趋势与其它发生动态再结晶的合金相一致^[12,13]。

在热变形过程中, 喷射成形 GH738 合金流变应力对变形温度及应变速率比较敏感。当应变速率恒定时, 流变应力随温度的升高而降低。这主要是由于温度的升高增强了原子热激活作用, 减小了原子间临界切应力, 并增大了由于再结晶引起的软化作用, 最终导致流变应力降低。当温度恒定时, 流变应力随应变速率的减小而降低。应变速率越小延长了单位应变所需的时间, 位错具有充足的时间湮灭, 因此在宏观上表现为流变应力随应变速率的减小而显著降低。

2.2 热变形行为

通常, 高温合金热变形过程中的流变应力主要决定于变形温度和应变速率, 一般用蠕变方程来表示^[14-18]:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = f(\sigma) \quad (1)$$

式中, Z 为 Zener-Hollomon 参数, 即温度修正的应变速率; Q 为变形激活能, 反映合金变形的难易程度; R 为气体常数, T 为温度; $f(\sigma)$ 为应力函数, 通常有 3 种表达形式:

$$f(\sigma) = A\sigma^{n_1} \quad (\alpha\sigma < 0.8) \quad (2)$$

$$f(\sigma) = B \exp(\beta\sigma) \quad (\alpha\sigma > 1.2) \quad (3)$$

$$f(\sigma) = C[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (4)$$

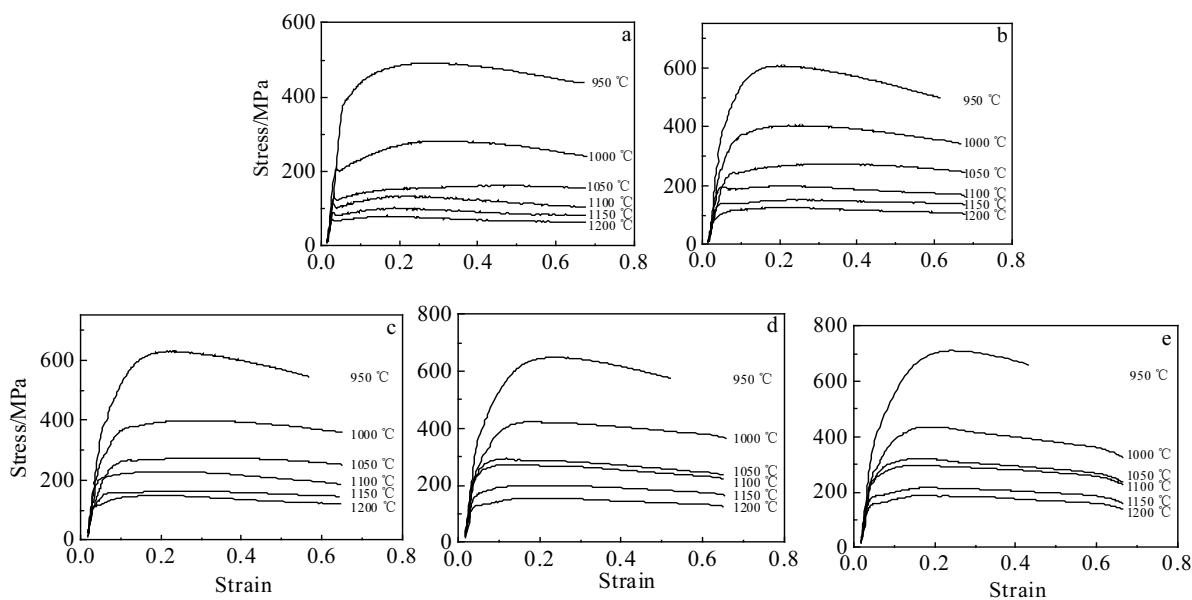


图 1 不同热变形条件下喷射成形 GH738 合金真应力-应变曲线

Fig.1 True stress-strain curves of spray formed GH738 alloy in a temperature range from 950 $^{\circ}\text{C}$ to 1200 $^{\circ}\text{C}$ and at strain rates of 0.13 s^{-1} (a), 1.3 s^{-1} (b), 2.6 s^{-1} (c), 3.9 s^{-1} (d), and 6.5 s^{-1} (e)

式中, $A, B, C, \alpha, \beta, n, n_1$ 为与合金相关的常数, 其中 $\alpha=\beta/n_1$ 。本研究采用适用流变应力范围较宽的双曲正弦模型式(4)表达应力。利用不同形变温度下的应变速率对数, 分别与峰值流变应力对数和峰值流变应力求偏导, 可以计算得到喷射成形 GH738 合金常数 $n_1=6.550$, $\beta=0.02579$, 线性回归曲线如图 2 所示。由 $\alpha=\beta/n_1$ 可得 $\alpha=0.003937$ 。

式(4) 经过适当变换可得变形激活能表达式:

$$Q=R\left.\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}\right|_T \cdot \left.\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial(1/T)}\right|_{\dot{\varepsilon}} = Rns \quad (5)$$

同样利用不同变形条件下计算 $\ln \dot{\varepsilon}$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 以及 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $1/T$ 的偏导可以分别获得 $n=4.473$ 和 $s=15618.3$, 线性回归曲线如图 3 所示。因此, 变形激活能 $Q=Rsn=8.314\times 4.473\times 15618.3=580.81 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 。

利用应力函数表达蠕变方程, 由式(1) 和式(4) 可得:

$$Z=\dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)=C[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (6)$$

两边做对数变换后得:

$$\ln Z=\ln \dot{\varepsilon}+\frac{Q}{RT}=\ln C+n \ln[\sinh(\alpha\sigma)] \quad (7)$$

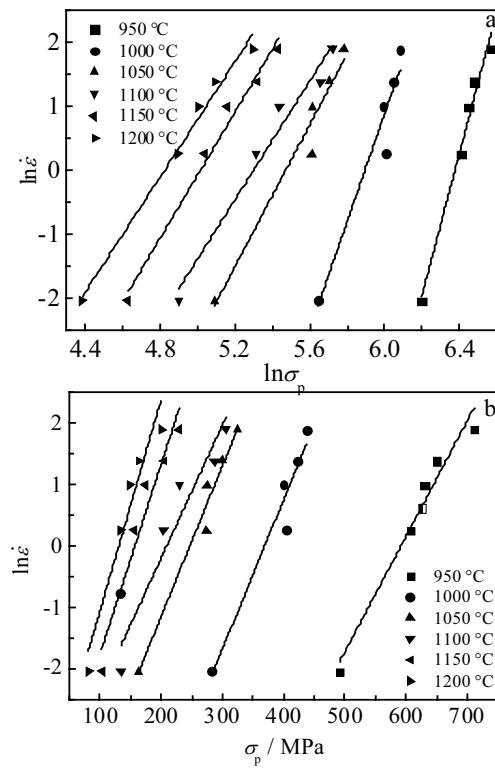


图 2 喷射成形 GH738 合金 n_1 值与 β 值线性回归曲线

Fig.2 Plots of spray formed GH738 alloy: (a) $\ln \dot{\varepsilon}$ - $\ln \sigma_p$ and (b) $\ln \dot{\varepsilon}$ - σ_p

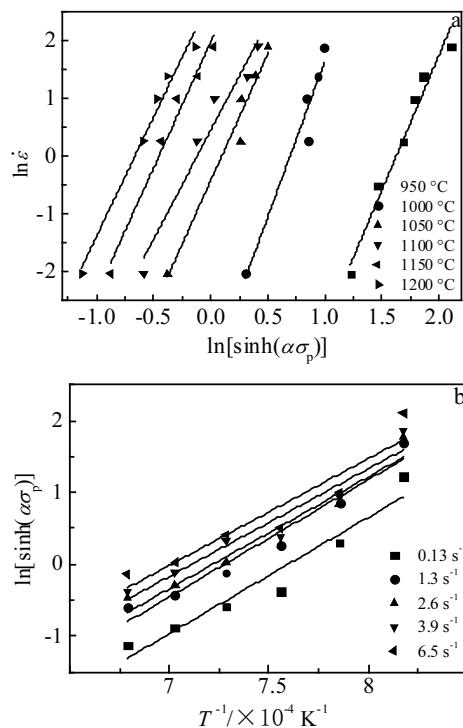


图 3 喷射成形 GH738 合金 n 值和 s 值线性回归曲线

Fig.3 Plots of spray formed GH738 alloy: (a) $\ln \dot{\varepsilon}$ - $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ and (b) $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]-1/T$

通过线性回归计算获得 $C=1.775\times 10^{22}$, $n=4.2$, 回归曲线如图 4 所示。在该变形条件范围内喷射成形 GH738 合金本构方程为:

$$\dot{\varepsilon}=1.775\times 10^{22}[\sinh(0.003937\sigma_p)]^{4.2} \exp(-69859.9/T) \quad (8)$$

2.3 微观组织演变

图 5 为不同热变形条件下喷射成形 GH738 合金形变组织, 纸平面竖向为压缩方向。当形变温度为 950 °C 时, 原始等轴晶粒组织沿垂直热压缩方向被拉长。在应变速率为 6.5 s^{-1} 时观察到绝热剪切带, 宏观上表

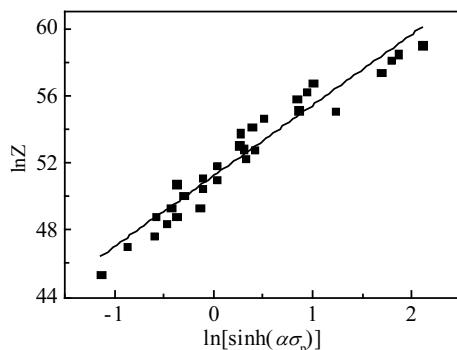


图 4 $\ln Z$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ 关系

Fig.4 Relation between $\ln Z$ - $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$

现出一定流变失稳特征, 这与该形变条件下真应力随应变的增大达到峰值后显著下降相符。文献[19]中报道具有粗晶组织特征(平均晶粒尺寸 $\sim 115 \mu\text{m}$)的GH738合金在950 °C、应变速率0.01~10 s⁻¹形变条件下试样表面出现明显沿轴向45°裂纹, 裂纹附近显微组织中观察到较为明显的晶间及三叉晶界处开裂。本研究中, 喷射成形制备的GH738合金组织均匀细小, 如图6a所示, 在950 °C变形后并未发现晶间开裂等缺陷, 展现了较好的热塑性。

当形变温度为1000 °C时, 形变组织中可以明显观察到呈项链状沿晶界分布的细小等轴的再结晶晶粒。形变初期, 随着应变量的增大, 大部分位错在晶

界处缠结。当应变达到临界应变后, 高位错密度区晶界弓出并形成再结晶核心, 再结晶机制为不连续动态再结晶。随着应变的继续增大, 不断弓出形核的晶界呈现出锯齿形特征, 如图6b所示。由于变形温度相对较低, 晶内基体中未溶解的 γ' 相阻碍了再结晶的进一步发生。因此, 在该温度下, 形变组织呈现出再结晶“项链组织”与原始拉长晶粒共存的不完全再结晶两相组织特征。

随着变形温度的升高, 基体中 γ' 相进一步溶解, 再结晶体积分数逐渐增大, 在1100 °C下获得完全再结晶组织。当温度升高到1150~1200 °C, 再结晶晶界平滑, 呈现出明显的晶界迁移晶粒长大特征, 如图6c所示。

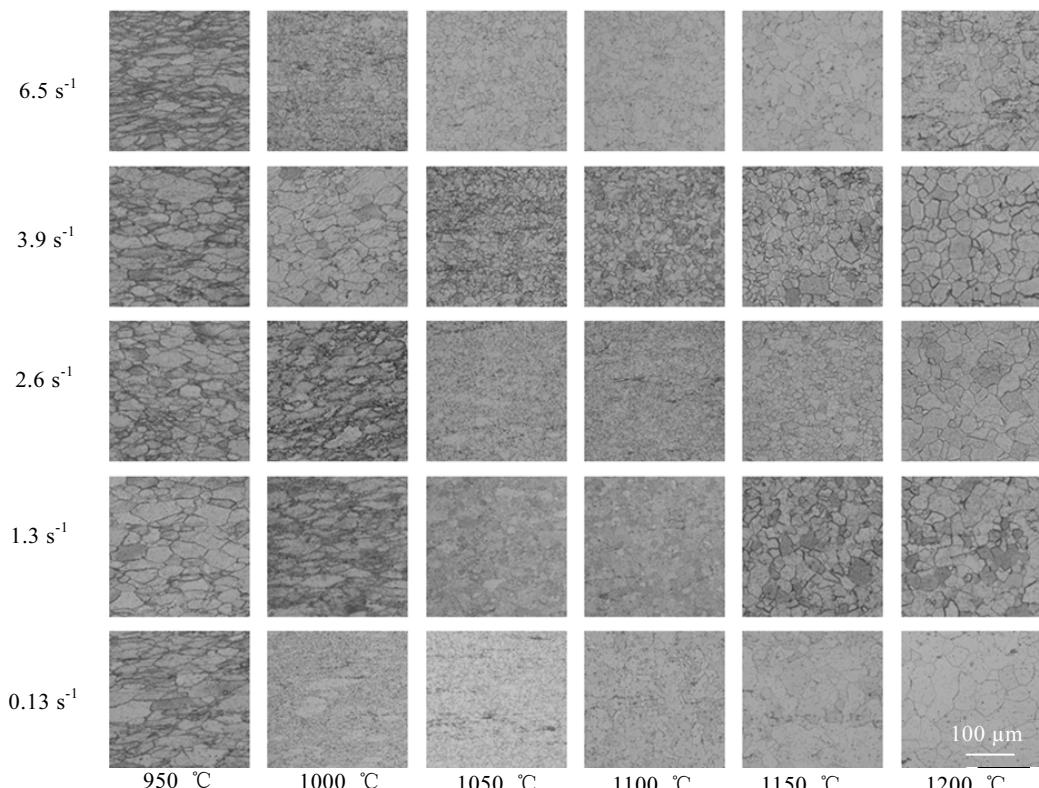


图5 不同热变形条件下喷射成形 GH738 合金形变组织

Fig.5 Deformed microstructures of spray formed GH738 alloy obtained at different temperatures and strain rates

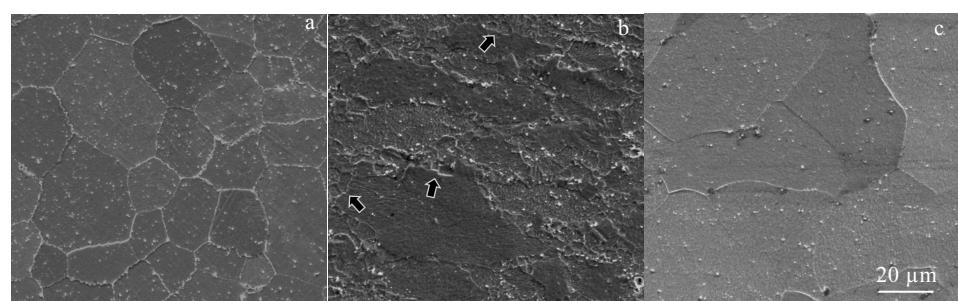


图6 不同热变形条件下喷射成形 GH738 合金形变组织 SEM 照片

Fig.6 SEM images of spray formed GH738 alloy: (a) without compression; (b) compressed at 1000 °C and strain rate of 2.6 s⁻¹; (c) compressed at 1200 °C and strain rate of 0.13 s⁻¹

为定量分析不同形变条件对再结晶组织及晶粒长大的影响, 对形变组织进行统计分析, 晶粒尺寸频率累计分布曲线如图 7 所示。从图中可以看出, 在 950 °C / 1.3 s⁻¹ 变形条件下, 10 μm 以下晶粒仅有 5.32%, 且晶粒尺寸分布范围较窄, 为相对均匀的初始态未再结晶组织。当形变温度升高到 1000 °C, 晶粒组织分布范围较广, 其中有近 50% 的晶粒尺寸在 10 μm 以下, 为细小的再结晶晶粒。尺寸大于 40 μm 的晶粒在 20% 左右, 与 950 °C / 1.3 s⁻¹ 变形条件分布相同, 为未再结晶组织。因此, 1000 °C 形变组织呈现出两相组织特征。随着形变温度的升高, 再结晶体积分数逐渐增大。在 1100 °C / 1.3 s⁻¹ 条件下晶粒尺寸分布变窄, 组织均匀, 10 μm 以下晶粒仅占 14.28%, 小于 1000 °C / 1.3 s⁻¹ 的 50%。另外, 最大晶粒尺寸为 27.66 μm, 小于 950 °C / 1.3 s⁻¹ 的最大晶粒尺寸 (~100 μm), 说明 1100 °C 下组织已为完全再结晶组织。

与 1100 °C / 1.3 s⁻¹ 相比, 1200 °C / 1.3 s⁻¹ 累计分布曲线沿晶粒尺寸增大方向发生“平移”, 不同尺寸晶粒均发生长大。一方面, 温度的升高增大了原子的热激活作用, 合金形变激活能的升高增大了晶粒长大的驱动力; 另一方面, 该变形温度高于 GH738 合金 γ' 相溶解温度 (~1040 °C), γ' 相在变形过程中基本全部溶于基体, γ' 相对晶粒长大的阻碍作用消失, 再结晶晶粒发生显著长大。

对于应变速率来说, 低应变速率为晶粒长大提供了更为充足的热扩散时间。在 1200 °C / 0.13 s⁻¹ 形变条件下最大晶粒尺寸达到 158 μm。提高应变速率至 1.3 和 2.6 s⁻¹ 时晶粒尺寸明显减小。进一步提高应变速率至 6.5 s⁻¹, 形变组织较 2.6 s⁻¹ 变化不大。因此, 在较高温度下变形, 高应变速率抑制了再结晶晶粒的长大。

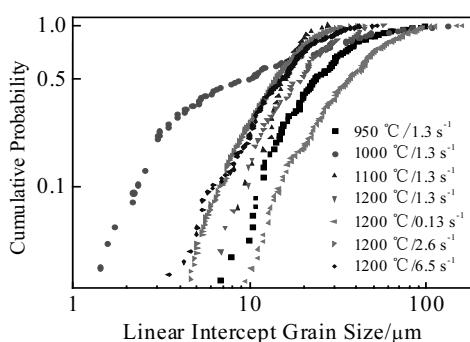


图 7 喷射成形 GH738 合金形变晶粒频率累计分布图

Fig.7 Linear intercept grain size versus cumulative probability of spray formed GH738 alloy in varied compression conditions

3 结 论

1) 喷射成形 GH738 合金在温度范围 950~1200 °C, 应变速率 0.13~6.5 s⁻¹, 工程应变 50% 的变形条件下, 合金流变应力对形变温度及应变速率比较敏感, 流变应力随温度的升高和应变速率的减小而明显降低。

2) 喷射成形 GH738 合金热变形激活能为 580.81 kJ·mol⁻¹, 利用线性回归得到该合金热变形本构方程为:

$$\dot{\varepsilon} = 1.775 \times 10^{22} [\sinh(0.003937\sigma_p)]^{4.2} \exp(-69859.9/T)$$

3) 具有等轴细晶组织的喷射成形 GH738 合金在较低温度下具有较好的热变形塑性。随着形变温度的升高, 形变组织由原始拉长晶粒、部分再结晶转变为完全再结晶组织。当温度高于 1150 °C, 低应变速率形变条件下, 再结晶晶粒有明显长大趋势。

参 考 文 献 References

- [1] Yao Zhihao(姚志浩), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2011, 47(12): 1581
- [2] Yang Dongye, Cao Fuyang, Xu Wenyong et al. *Journal of Materials Engineering*[J], 2014(7): 55
- [3] Wang Y, Xu W, Li Z et al. *Materials Research Innovations*[J], 2014, 18(S4): 347
- [4] Dong Jianxin(董建新). *Superalloy GH4738 and Applications* (高温合金 GH4738 及应用)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2014: 16
- [5] Yang Jie, Zou Jinwen, Wang Xiaofeng et al. *Journal of Materials Engineering*[J], 2014(8): 1
- [6] Zhang Guoqing(张国庆), Li Zhou(李周), Tian Shifan(田世藩) et al. *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2006, 26(3): 258
- [7] Yuan Hua(袁华), Li Zhou(李周), Xu Wenyong(许文勇) et al. *Tool Engineering*(工具技术)[J], 2012, 46(9): 34
- [8] Lee T L, Mi J, Zhao S L et al. *Scripia Materialia*[J], 2015, 100: 82
- [9] Zhang K, Qin G Y, Xu S Y et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2015, 46(2): 880
- [10] Kang F, Zhang G, Li Z et al. *Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2008, 18: 531
- [11] Kang F, Zhang G, Sun J et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2008, 204: 147
- [12] Yuan Xiaoyun(袁晓云), Chen Liqing(陈礼清). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2015, 51(6): 651
- [13] Ding Zongye(丁宗业), Jia Shuguo(贾淑果), Guo Wangwang(郭望望) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有

- 金属材料与工程)[J], 2014, 43(2): 408
- [14] Liu Jinhao(刘金豪), Liu Jiansheng(刘建生), Xiong Yunsen(熊运森) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(8): 1674
- [15] Xiong Yi(熊毅), Xiong Liangyin(熊良银), Zhang Lingfeng(张凌峰) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(4): 655
- [16] Li Sha(李莎), Zeng Li(曾莉), Miao Huajun(苗华军) et al. *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2013, 34(9): 51
- [17] Bruni C, Forcellese A, Gabrielli F et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2002, 125-126: 242
- [18] Zhao Xiaodong(赵晓东), Han Lianhua(韩连华), Chen Huiqin(陈慧琴) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(4): 982
- [19] Amiri A, Bruschi S, Sadeghi M H et al. *Mat Sci & Eng A*[J], 2013, 562: 77

Deformation Characteristic and Microstructure Evolution of Spray Formed GH738 Alloy

Wang Yue, Xu Wenyong, Liu Na, Zheng Liang, Yuan Hua, Li Zhou, Zhang Guoqing

(Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory,

Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: The hot flow behaviors and deformation model of the spray formed superalloy GH738 were investigated using Gleeble-3500TM simulator in a temperature range of 950~1200 °C and a strain rate range of 0.13~6.5 s⁻¹ with reduction of 50%. The evolution of microstructure was studied by microscope and image analysis system. The results show that the flow stress decreases with increasing the deformation temperature or decreasing the strain rate. The hot deformation activation energy Q is 580.81 kJ·mol⁻¹. As the temperature increases, the necklace structures are obtained along the boundaries which are protuberated by the newly recrystallized grains in the high dislocation-density serrated grain boundary zones. The structures exhibit fully dynamic recrystallization characteristic at 1100 °C while the high temperature and the low strain rate make the structure grow.

Key words: GH738 superalloy; spray forming; constitutive model; dynamic recrystallization (DRX)

Corresponding author: Wang Yue, Master, Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, P. R. China, Tel: 0086-10-62498273, E-mail: yuel.wang@biam.ac.cn