

锻态 GH4742 合金的热变形行为及组织性能演变

秦鹤勇^{1,2}, 李振团^{1,2}, 赵光普^{1,2}, 张文云^{1,2}, 田强^{1,2}, 王冲³

(1. 钢铁研究总院 高温材料研究所, 北京 100081)

(2. 北京钢研高纳科技股份有限公司, 北京 100081)

(3. 东北大学 材料各向异性与织构教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

摘要: 利用单道次等温压缩实验获得了锻态 GH4742 合金在变形温度为 1020~1150 °C、应变速率为 0.001~1 s⁻¹、真应变为 0.65 时的真应力-应变曲线, 构建了 GH4742 合金的热变形本构方程和热加工图。同时, 采用 SEM、EBSD 等研究了热变形过程中微观亚结构以及 γ' 相的演变规律, 建立了变形工艺条件-组织形态差异-性能变化之间的关联性。结果表明: 合金的组织性能演化机制与 Z 参数密切相关。1080 °C 低温变形时, 应变速率由 0.001 s⁻¹ 增加至 1 s⁻¹ 后, $\ln Z$ 值由 74.6 增加至 81.6, 热效应增强, 基体动态再结晶比例增加, 导致小角度晶界比例降低, 但基体硬度由于动态再结晶组织发生细化而增加; 1110 °C 高温变形时, 随着应变速率增加, $\ln Z$ 值由 72.8 增加至 79.8, 位错滑移和晶界迁移减缓, 动态再结晶比例降低, 造成小角度晶界比例增加, 基体硬度由于加工硬化作用增加。GH4742 合金不发生动态再结晶晶粒粗化的临界 $\ln Z$ 值为 72。结合热加工图和变形组织分析得出锻态 GH4742 合金良好的加工区域为变形温度 1110~1150 °C、应变速率 0.01~0.1 s⁻¹。

关键词: GH4742 合金; 热变形行为; 动态再结晶; 组织; 硬度

中图分类号: TG132.3⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)11-4227-10

GH4742 合金广泛用于工业燃气轮机和航空发动机, 随着燃气轮机和发动机推力的增大, 造成其燃气入口温度不断提高, 导致涡轮盘的服役温度不断提升, 合金元素的含量也在不断增加^[1-3]。为了提高 GH4742 合金的高温强度, GH4742 合金进一步增加了 γ' 形成元素 Al、Ti、Nb 的含量, Al、Ti 含量达到了上限的 2.8%, 使得 γ' 相含量达到了约 39%, 同时大幅度降低了基体中 C 含量, 防止形成粗大的碳化物降低其疲劳性能^[4]。然而, 合金元素的增加使合金热加工温度范围进一步变窄, 热变形抗力、热变形敏感性急剧增大^[5,6]。同时, 过饱和度的增加导致变形时基体微观亚结构的演变、晶界迁移以及 γ' 相的析出与溶解的交互作用更加复杂^[7], 给 GH4742 合金的组织控制带来了极大困难。为了制定合理的热加工工艺参数, 国内外学者对原有 GH4742 合金的热变形行为开展了一系列的研究工作, 研究了 GH4742 合金热变形过程中的组织以及 γ' 相的演变规律^[8-10], 分析了其动态再结晶的形核方式^[11,12], 建立了热变形本构方程以及动态再结晶动力学方程^[12,13], 并构建了组织与性能控制的热加工图^[10,14], 为 GH4742 合金的开坯和最

终锻造成型工艺奠定了良好的基础。但合金元素增加导致 GH4742 合金在晶粒大小、 γ' 相的数量、尺寸、分布以及动态再结晶动力学等方面与原有 GH4742 合金存在显著差异, 因此开展更高合金含量的锻态 GH4742 合金的热变形行为及组织性能演变的研究对于构建合金特性和锻造工艺参数的关联, 最终为实现更高使用温度 GH4742 涡轮盘热成型性能的改善具有重要意义。目前, 关于更高合金含量的锻态 GH4742 合金的热变形行为以及动态再结晶过程中大小角度晶界等微观亚结构的演变研究较少, 特别是在锻造成型过程数值模拟中还未建立合金的本构关系和组织性能的演变模型。

采用 MTS 实验研究了锻态 GH4742 合金在热变形温度 1020~1150 °C、应变速率 0.001~1 s⁻¹、真应变为 0.65 条件下的热变形行为, 在热变形真应力-应变曲线的基础上, 构建了 GH4742 合金热变形的本构方程以及热加工图, 通过 EBSD 分析和硬度测试, 获得了不同变形工艺参数下 GH4742 合金在热变形过程中的动态再结晶比例、有效晶粒尺寸以及硬度分布云图, 并基于组织性能的演变规律的分析, 揭示了变形工艺-

收稿日期: 2022-02-23

基金项目: “两机”重大专项 (2017-VI-0018-0090)

作者简介: 秦鹤勇, 男, 1980 年生, 高级工程师, 钢铁研究总院高温材料研究所, 北京 100081, E-mail: qinheyong@126.com

组织-性能之间的关联性, 以期为该合金的最终锻造成型和数值模拟提供理论依据和数据支撑。

1 实验

实验材料为GH4742棒材, 合金的化学成分如表1所示。在MTS热模拟试验机上开展GH4742合金在不同温度与应变速率下的等温压缩变形。试样尺寸 $\Phi 8$ mm $\times$ 12 mm, 所有试样均匀加热至1150 $^{\circ}$ C, 保温 3 min, 然后以10 $^{\circ}$ C/s冷却至实验温度, 保温2 min后开始压缩变形。工艺参数温度分别为1020、1050、1080、1110、1130、1150 $^{\circ}$ C; 应变速率分别为1、0.1、0.01、0.001 s^{-1} ; 工程应变量为50%, 完成变形后迅速将试样水冷至室温以保留变形态组织。金相试样采用 0.5 g $CuCl_2$ +10 mL HCl +10 mL C_2H_5OH 溶液侵蚀, 在Olympus GX71光学显微镜下观察不同变形温度、应变速率下试样的组织形貌。采用150 mL H_3PO_4 +10 mL H_2SO_4 +15 g CrO_3 混合溶液电解侵蚀不同变形温度、应变速率试样, 电解电压10 V、电解时间 10 s, 利用JSM-7800F型扫描电镜 (SEM) 观察试样中析出的 γ' 相形貌。电解抛光的样品在10% (体积分数) 高氯酸乙醇溶液中电解抛光 (时间为10 s, 电压为18 V), 利用Oxford Nordlys电子背散射衍射 (EBSD) 对不同

变形温度、应变速率试样的大小角度晶界、孪晶界等进行表征, 扫描区域为500 $\mu m \times 500 \mu m$, 步长为1 μm ; 采用VH-5 型维氏硬度计对不同变形温度、应变速率的试样进行硬度测试, 载荷为5 kg, 加载时间为10 s。

2 实验结果

2.1 应力-应变曲线

图1为真应变0.69时, 应变速率对经过温度和摩擦修正后的真应变-真应力曲线的影响, 从图中可以看出, 随着变形温度的升高和应变速率的降低, 峰值应力逐渐降低。变形温度为1050和1080 $^{\circ}$ C时, 提高应变速率, 由于热效应显著, 合金温度升高, 热塑性提高, 随着应变的增加流变应力显著降低, 如图1a和1b所示; 变形温度为1110和1150 $^{\circ}$ C时, 可以观察到在高应变速率1 s^{-1} 的应力-应变曲线出现屈服现象, 如图1c和1d所示。高应变速率下, γ' 形成元素 (如Al、Ti和Nb) 在接近或高于 γ 溶解温度下没有足够的时间扩散从而形成短程有序, 短程有序对位错具有钉扎作用, 导致屈服现象出现^[10]。

2.2 GH4742 Arrhenius 型本构方程及热加工图的建立

采用温度与摩擦修正的峰值应力构建GH4742合金热变形的双曲正弦Arrhenius本构方程, Arrhenius

表 1 GH4742 合金化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4742 superalloy ($\omega/\%$)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Co	Al	Ti	Nb	Ni
0.05	0.039	<0.005	<0.005	<0.004	13.97	4.88	10	2.71	2.80	2.60	Bal.

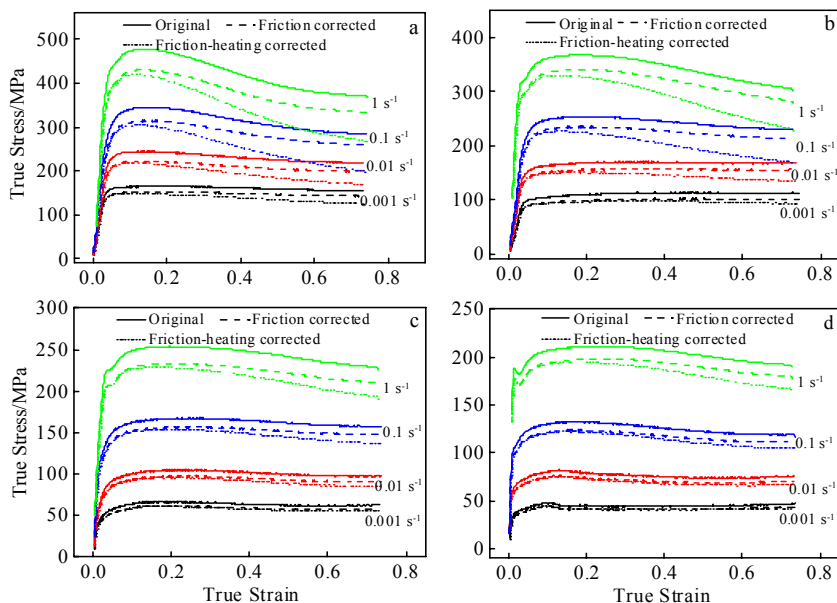


图 1 真应变0.69时, 应变速率对摩擦修正后的不同温度GH4742合金真应变-真应力曲线的影响

Fig.1 Effect of strain rate on the true stress-true strain curves of GH4742 superalloy at different temperatures after friction correction at true strain of 0.69: (a) 1050 $^{\circ}$ C, (b) 1080 $^{\circ}$ C, (c) 1110 $^{\circ}$ C, and (d) 1150 $^{\circ}$ C

本构方程能够较好地表征合金变形温度、应变速率和流变应力之间的关系, 结合不同变形工艺参数下的组织特征以及力学性能的变化规律, 可以更好地判断合金发生动态再结晶的热加工工艺条件, 实现 GH4742 合金组织的可控。GH4742 合金的双曲正弦 Arrhenius 本构方程可以表述为^[15,16]:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (\text{for all } \sigma) \quad (1)$$

式中: $\dot{\varepsilon}$ 代表应变速率(s^{-1}), Q 为热变形激活能($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$), R 为理想气体常数($8.314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$), T 为绝对温度; A 为结构因子(s^{-1}), α 为应力水平参数(MPa^{-1}), σ 为流变应力, n 为应力指数。

公式(1)对 $1/T$ 偏微分可得:

$$Q = R \left. \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right|_{\dot{\varepsilon}} \left. \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \right|_T \quad (2)$$

根据公式(1)和(2), 对实验测得的 $\ln \sigma$ 与 $\ln \dot{\varepsilon}$ 、 σ 与 $\ln \dot{\varepsilon}$ 、 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $\ln \dot{\varepsilon}$ 以及 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 T^{-1} 进行如图 2 所示的线性回归分析, 分别得出了 GH4742 合金的材料常数 n' , β , n , Q/Rn , 由图 2a 和 2b 的斜率可以计算 $\alpha = \beta/n' = 0.0061 \text{ mm}^2 \cdot \text{N}^{-1}$; 由图 2c 和 2d 的斜率可以计算出 $n = 3.9658$, $Q/Rn = 27.8113$, 可以得出 GH4742 合金的平均热变形激活能 $Q = 916.995 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 。激活能 Q 表征了合金热变形的难易程度, GH4742 合金 Al、Ti 提高后, 合金的变形激活能 Q 显著增大, 合金发生热变形的难度增加, 并且其热变形受温度的影响程度也将随之提高。

利用 $\dot{\varepsilon}$ 与 T 得出对应的 $\ln Z$, 并对 $\ln Z - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 进行如图 3 所示的线性回归分析可以得到 $\ln A = 76.5113$ 。将上述所求参数值代入式(1), 即可得到 GH4742 合金的高温变形流变应力本构方程:

$$\dot{\varepsilon} = 1.6922 \times 10^{33} [\sinh(0.0061\sigma)]^{3.9042} \exp\left(-\frac{916995}{RT}\right) \quad (3)$$

根据 Prasad 动态再结晶模型^[17], 利用功率耗散因子(η)和失稳因子(ξ)构建 GH4742 合金的热加工图。 η 与 ξ 的表达式为:

$$\eta = \frac{J}{J_{\max}} = \frac{2m}{m+1} \quad (4)$$

$$\xi(\dot{\varepsilon}) = \frac{\partial \ln [m/(m+1)]}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} + m \leq 0 \quad (5)$$

$$m = \left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \right)_T \quad (6)$$

式中: $J_{\max}$ 为理想线性耗散因子, J 为组织变化所消耗的功率, m 为应变速率敏感性指数。

图 4 为不同真应变条件下 GH4742 合金的热加工图。从图中可以看出, 应变量为 0.1 时, 存在 2 个低

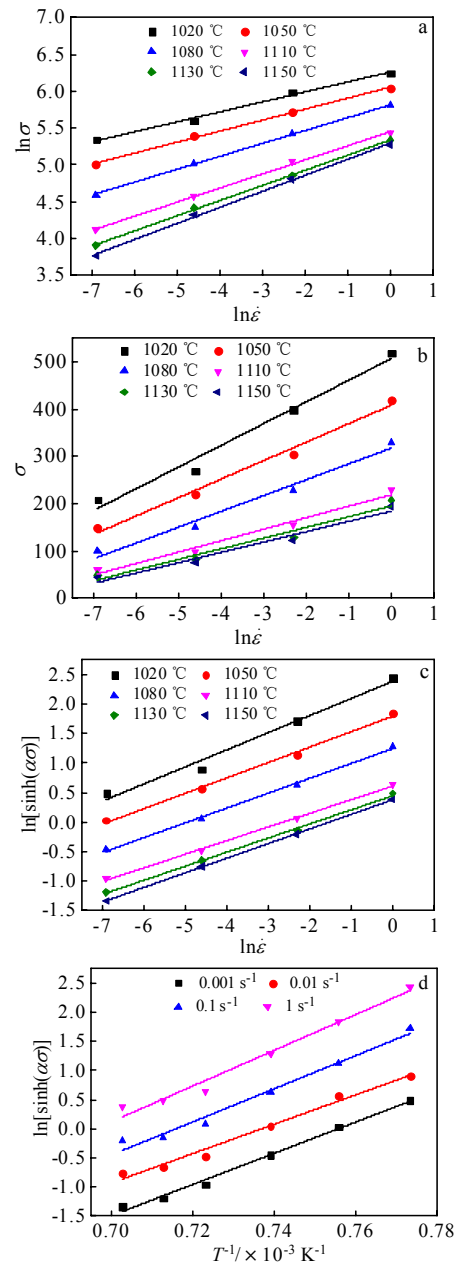


图 2 峰值应力、变形温度和应变速率之间的关系

Fig.2 Relationship between peak stress, deformation temperature, and strain rate (true strain of 0.69): (a) $\ln \sigma - \ln \dot{\varepsilon}$, (b) $\sigma - \ln \dot{\varepsilon}$, (c) $\ln [\sinh(\alpha\sigma)] - \ln \dot{\varepsilon}$, and (d) $\ln [\sinh(\alpha\sigma)] - T^{-1}$

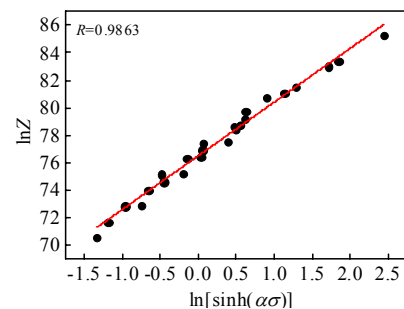


图 3 GH4742 合金 $\ln Z$ 与 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系

Fig.3 Relationship between $\ln Z$ and $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$

功率耗散率区和 1 个高功率耗散率区, 低功率耗散率 I 区主要位于 $1020\sim 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 1 s^{-1} , 属于低温高应变速率区。II 区位于 $1020\sim 1040\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 $0.001\sim 0.01\text{ s}^{-1}$, 属于低温低应变速率区。

高功率耗散率区位于 $1110\sim 1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间、应变速率为 $0.001\sim 0.1\text{ s}^{-1}$, 最大功率耗散率值为 40%, 属于高温低应变速率区, 如图 4a 所示。随着应变量的增大, 低功率耗散率区和高功率耗散率区的位置基本不变, 但低功率耗散率 I 区和高功率耗散率区范围逐渐增大, 并且最高功率耗散率区的最大值降低, 如图 4b~4d 所示。不同应变变量下热加工图中主要存在 2 个失稳区, 失稳 I 区对应变形温度在 $1020\sim 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间、应变速率为 $0.1\sim 1\text{ s}^{-1}$, 即低温高应变速率区, 与低功率耗散率 I 区重合; 失稳 II 区对应变形温度在 $1090\sim 1120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间、应变速率为 1 s^{-1} 。随着应变量的增大, 热加工图中失稳区域面积逐渐增大。

2.3 组织形貌

图 5 为不同变形温度、不同应变速率对 GH4742 合金组织的影响, 变形温度为 $1020\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 0.001 s^{-1} 时, 组织为畸变的晶粒, 未发生动态再结晶, 如图 5a 所示; 变形速率为 1 s^{-1} 时, 变形组织中观察到了明显的剪切带, 如图 5b 所示。变形温度为 $1080\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、变形速率为 0.001 s^{-1} 时, 组织主要为畸变的未动态结晶晶粒, 如图 5c 所示; 随着变形速率的增大, 晶界处发生再结晶的比例显著增加, 如图 5d 所示。变形温度为 $1110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、变形速率为 0.001 s^{-1} 时, 基体发生动态再结晶后形成细小的晶粒, 但随着变形速率的增加, 基体中出现大量严重变形未动态再结晶的晶粒, 动态再结晶的比例降低, 形成大小不均匀的混合晶粒, 如图 5f 所示。变形温度为 $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、变形速率为 0.001 s^{-1} 时, 基体为粗大的动态再结晶晶粒, 如图 5g 所示; 随着变形速率的增加, 动态再结晶晶粒发生细化, 如图 5h 所示。

图 6 为应变变量 0.65 时, 不同变形参数对试样 EBSD 晶界的影响, 黑色为大角度晶界 ($>15^{\circ}$), 红色为小角度晶界 ($2^{\circ}\sim 15^{\circ}$), 绿色为 $\Sigma 3$ 晶界。变形温度 $1080\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 0.001 s^{-1} 时, 基体组织主要为严重变形的晶粒, 基体内以及晶界分布着极高的小角度晶界, 小角度晶界比例为 75.6%, 如图 6a 所示。应变速率增大为 1 s^{-1} 时, 基体发生了明显的动态再结晶, 晶界处形成细小的动态再结晶晶粒, 同时基体小角度晶界比例降低, 孪晶比例明显增加, 如图 6b 所示; 变形温度为 $1110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 0.001 s^{-1} 时, 基体已明显发生动态再结晶, 基体内主要为大角度晶界, 并且基体内存在大量孪晶, 孪晶比例为 38.4%, 如图 6c 所

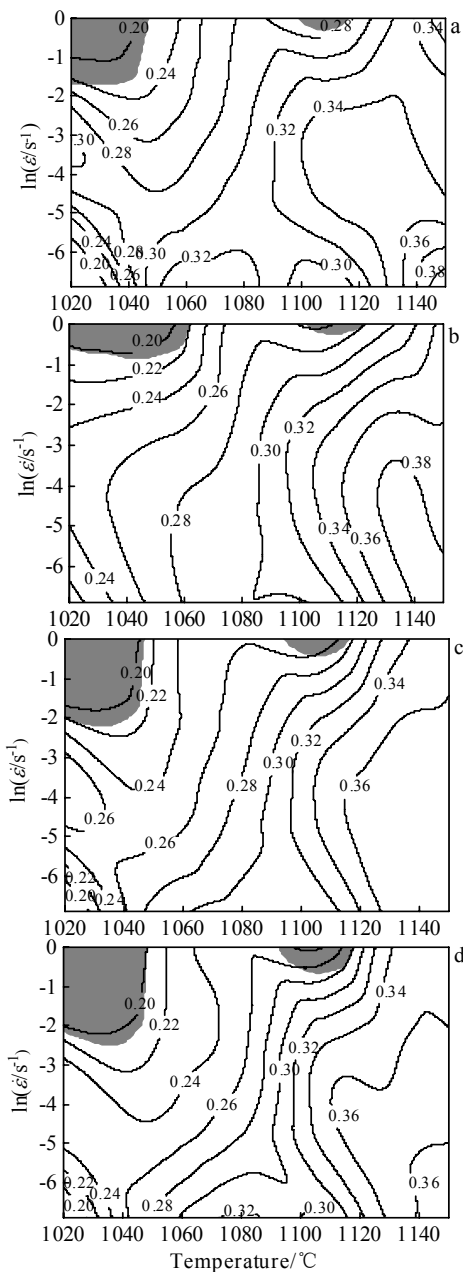


图 4 不同真应变下 GH4742 合金的热加工图

Fig.4 Processing maps of the GH4742 superalloy at different true strains: (a) $\varepsilon=0.1$, (b) $\varepsilon=0.3$, (c) $\varepsilon=0.4$, and (d) $\varepsilon=0.5$

示; 随着应变速率的增大, 基体内小角度晶界比例增加, 孪晶比例降低, 如图 6d 所示。变形温度为 $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 0.001 s^{-1} 时, 基体为粗大的动态再结晶晶粒, 晶内分布着大量粗大的孪晶, 如图 6e 所示。随着应变速率的增大, 动态再结晶晶粒发生明显细化, 孪晶比例和小角度晶界略微增加, 如图 6f 所示。

图 7 为应变变量 0.65 时, 不同变形参数下样品的 GOS (grain orientation spread) 图, 利用 GOS 图可以测定基体发生再动态再结晶的比例^[18], 蓝色、绿色、红色、灰色区域分别表示晶粒内所有点的取向与晶粒

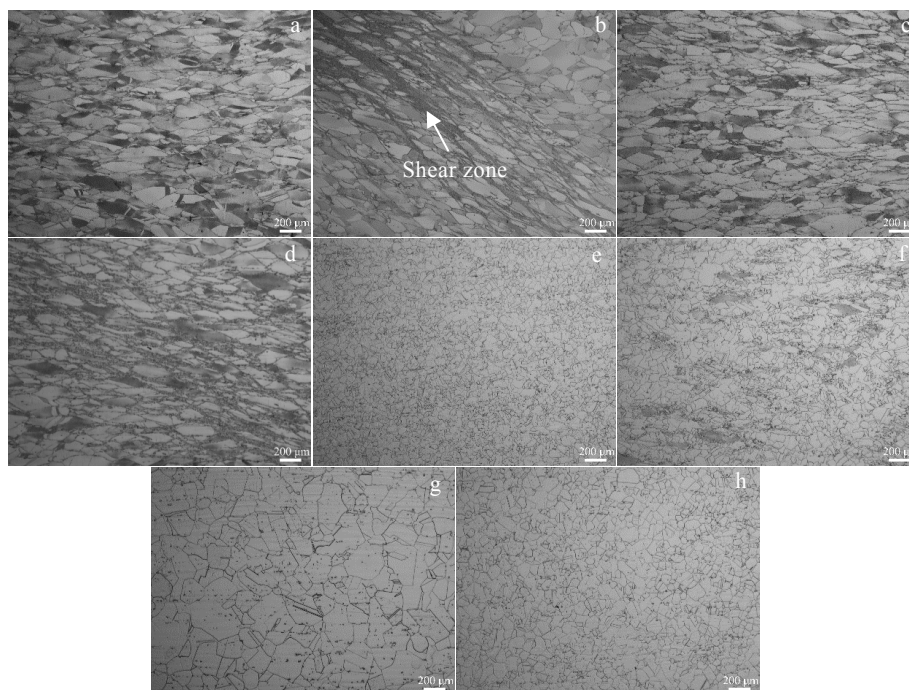


图 5 变形参数对 GH4742 合金组织的影响

Fig.5 Effect of deformation parameters on the microstructures of GH4742 superalloy: (a) 0.001 s^{-1} , $1020 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) 1 s^{-1} , $1020 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (c) 0.001 s^{-1} , $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (d) 1 s^{-1} , $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (e) 0.001 s^{-1} , $1100 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (f) 1 s^{-1} , $1100 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (g) 0.001 s^{-1} , $1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (h) 1 s^{-1} , $1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$

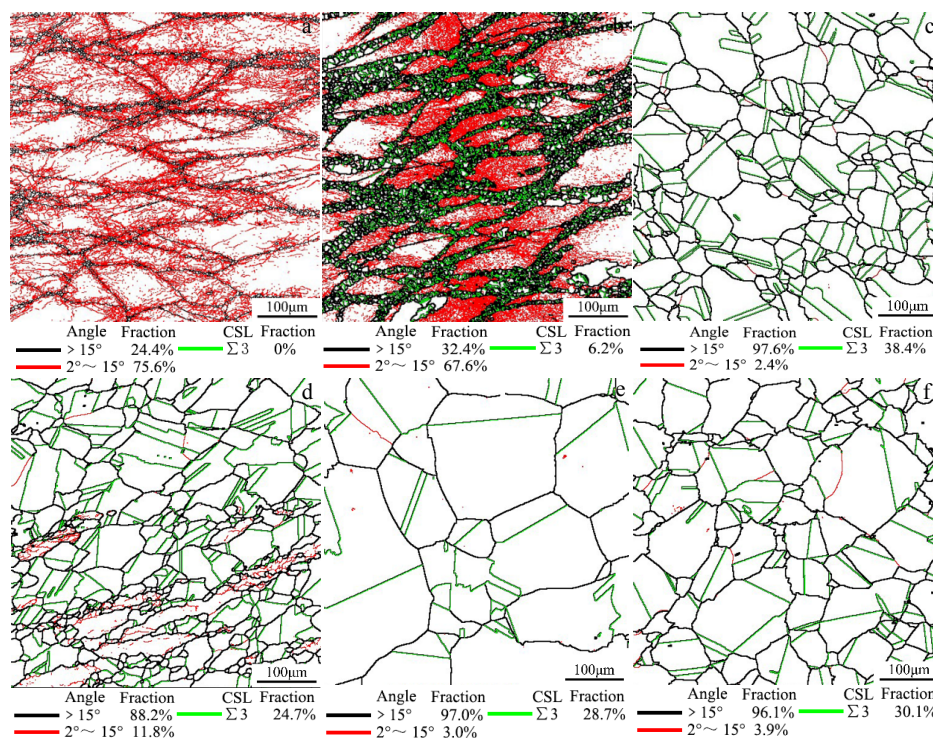


图 6 应变 0.65 时不同变形参数样品的 EBSD 晶界分布图

Fig.6 EBSD grain boundary distribution maps of the samples under different deformation parameters at strain of 0.65: (a) 0.001 s^{-1} , $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) 1 s^{-1} , $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (c) 0.001 s^{-1} , $1110 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (d) 1 s^{-1} , $1110 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (e) 0.001 s^{-1} , $1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (f) 1 s^{-1} , $1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$

平均取向之间取向角度差的平均值为 $0^{\circ}\sim 1.2^{\circ}$ 、 $1.2^{\circ}\sim 2.4^{\circ}$ 、 $2.4^{\circ}\sim 3.6^{\circ}$ 、 $3.6^{\circ}\sim 15^{\circ}$ ，通过对比不同热变形

工艺参数下的组织，确定锻态 GH4742 合金再结晶的 GOS 临界阈值为 1.2° 。从图中可以看出，变形温度为

1080 °C 时, 应变速率为 0.001、1 s⁻¹ 时, 基体发生再结晶的比例分别为 4%、37%, 如图 7a 和 7b 所示; 随着应变速率的增大, 基体发生再结晶的比例增加。变形温度为 1110 °C 时, 应变速率为 0.001、1 s⁻¹ 时, 基体发生再结晶的比例分别为 98%、83%, 如图 7c 和 7d 所示。变形温度为 1150 °C 时, 应变速率为 0.001、1 s⁻¹ 时, 基体发生再结晶的比例分别为 100%、93%, 如图 7e 和 7f 所示。1110~1150 °C 热变形时, 应变速率为 0.001 s⁻¹ 时, 基体已基本完成动态再结晶, 随着应变速率的增大, 基体动态再结晶的比例不断降低。

2.4 γ' 相形貌

图 8 为应变量 0.65 时, 不同变形参数对 GH4742 中 γ' 相的影响, 从图中可以看出, 变形温度为 1080 °C, 基体内分布着大量的 γ' 相, 如图 8a 所示; 随着应变速率的增加, γ' 相的数量密度、尺寸明显减小, 如图 8b 所示。其中 A 区域、B 区域的能谱分析如图 8c 所示, 从图中可以看出, A 区域 γ' 相形成元素 Ni、Al、Ti 以及 Nb 的含量明显高于基体中 B 区域各元素的含量, 并且 A 区域 γ' 相中 Ni:(Al+Ti+Nb) 的原子比为 3.06。变形温度为 1110 °C 时, 基体中 γ' 相已发生溶解, 数量密度、尺寸显著减小, 如图 8d 所示; 随着应变速率的增加, γ' 相的数量密度、尺寸进一步减小, 如图 8e 所示。

变形温度为 1130 °C, γ' 相已全部固溶于基体中, 如图 8f 所示。变形温度愈低析出的 γ' 相数量愈多且尺寸较大; 随着应变速率的增加, γ' 相的数量密度减少且尺寸明显减小。

3 分析与讨论

3.1 变形参数对动态再结晶过程中微观亚结构的影响

1080 °C 低温变形, 当应变速率为 0.001 s⁻¹ 时, 基体中的小角度晶界比例达到 75.6% (图 6a), 基体中存在大量的位错亚结构和亚晶界, 此时合金的动态再结晶程度最小, 只有晶界附近发生少量的动态再结晶 (图 6a)。当应变速率提高到 1 s⁻¹ 时, 由于应变速率快, 产生很大变形热, 致使合金温度升高^[19], 动态再结晶比例显著增加 (图 6b), 基体内小角度晶界比例降低, 并且在发生动态再结晶过程中诱发了孪晶的产生, 孪晶比例为 6.2% (图 6b), 细小的动态再结晶晶粒通过形成孪晶界来降低其晶界能^[20]。1110 °C 中温变形, 应变速率为 0.001 s⁻¹ 时, 由于应变速率较小, 合金有充分的时间进行动态再结晶的形核和长大, 基体基本完成动态再结晶 (图 6c); 此时, 基体中小角度晶界比例小于 2.4% (图 6c), 小角度晶界通过吸收位错转变成大角度晶界, 并且变形过程中伴随动态再

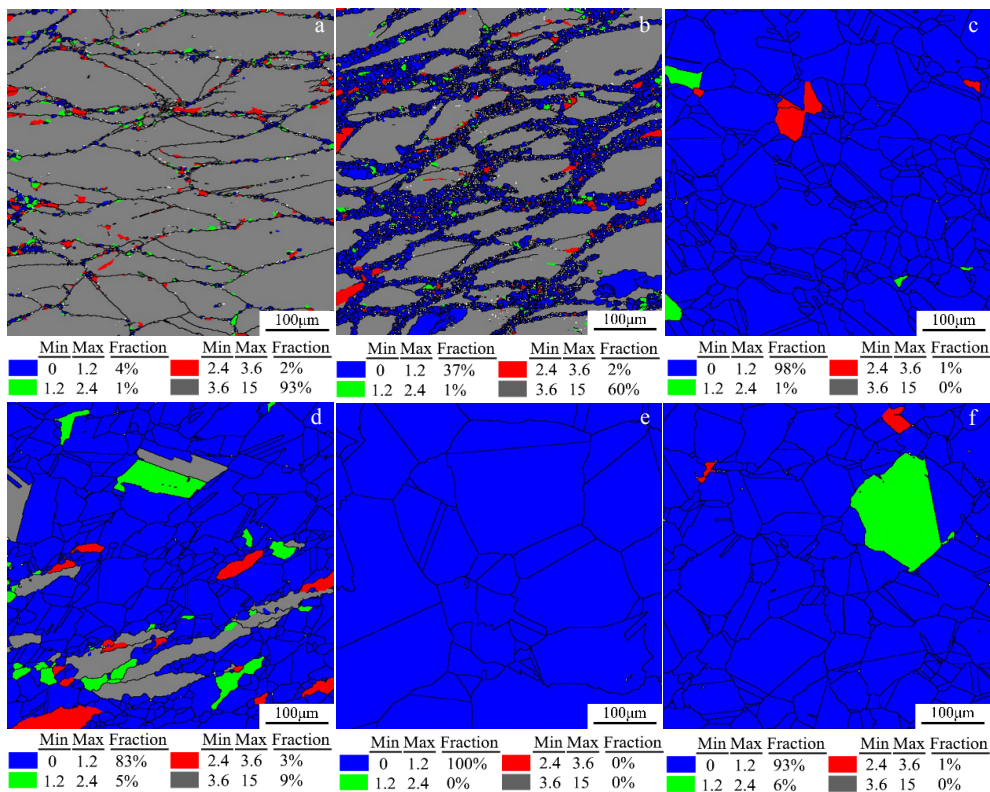


图 7 应变量 0.65 时不同变形条件下试样的 GOS 图

Fig.7 GOS maps of the samples under different deformation parameters at strain of 0.65: (a) 0.001 s⁻¹, 1080 °C; (b) 1 s⁻¹, 1080 °C; (c) 0.001 s⁻¹, 1110 °C; (d) 1 s⁻¹, 1110 °C; (e) 0.001 s⁻¹, 1150 °C; (f) 1 s⁻¹, 1150 °C

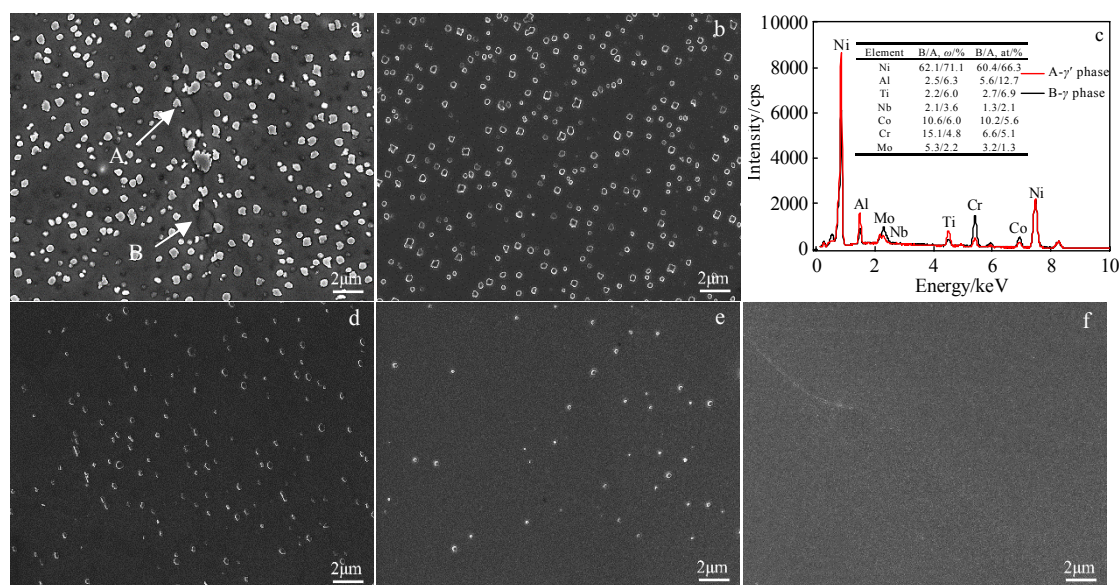


图 8 应变 0.65 时变形参数对 GH4742 合金 γ' 相的影响

Fig.8 Effect of deformation parameters on γ' phase in GH4742 superalloy at strain of 0.65: (a) 0.001 s^{-1} , $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) 1 s^{-1} , $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (d) 0.001 s^{-1} , $1110 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (e) 1 s^{-1} , $1110 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (f) 0.001 s^{-1} , $1130 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (c) EDS analysis results of zones A and B in Fig. 8a

结晶以及晶界的迁移形成了大量的孪晶, 孪晶界的比例达到 38.4%, 孪晶的形成降低系统晶界能。随着应变速率的增加, 小角度晶界比例明显增加, 应变速率增加造成小角度晶界没有充足的时间通过吸收位错转变成大角度晶界, 使得合金中位错快速增殖达到临界形核密度, 提高了再结晶晶粒的形核率^[21], 最终形成细小的动态再结晶晶粒 (图 6c)。但应变速率增加导致基体发生动态再结晶的比例降低 (图 6d), 孪晶界比例下降, 可以观察到未发生动态再结晶的变形晶粒内不存在孪晶, 发生动态再结晶的晶粒内产生大量孪晶 (图 6d), 表明孪晶主要在动态再结晶过程中形成并且伴随再结晶晶粒长大而增加。1150 °C 高温变形, 应变速率为 0.001 s^{-1} 时, 基体已完成动态再结晶 (图 6e 和 6f), 同时动态再晶粒发生了粗化, 基体内存在大量粗大的孪晶 (图 6e)。随着应变速率的增加, 晶粒发生明显细化, 小角度晶界比例和孪晶比例略微增加 (图 6f)。

3.2 γ' 相对动态再结晶的影响

1080 °C 低温变形时, 晶内大量未溶解的 γ' 相能够有效地促进位错增殖, 从而在晶内 γ' 相周围形成高密度位错亚结构和亚晶界, 这种高密度位错亚结构和亚晶界在随后的大变形过程中逐渐转化成为大角度晶界而发生动态再结晶, 这种再结晶行为可称为强化相诱发连续动态再结晶 PI-CDRX (particle-induced continuous dynamic recrystallization)^[22], 如图 8a 箭头所示; 随

着应变速率增加, γ' 相的数量密度、尺寸明显减小, 但应变速率增加使原始晶界迁移过程受到抑制, 基体内较高的位错亚结构和亚晶界通过转化成为大角度晶界而发生动态再结晶, 合金的主要动态再结晶机制为 CDRX, 发生动态再结晶的比例相对较低。因此, 1080 °C 低温变形时, 基体主要动态再结晶机制为 PI-CDRX 和 CDRX。变形温度为 1110 °C 时, γ' 相发生溶解, γ' 相对晶界的钉扎作用减弱, 同时较高的变形温度为位错运动和晶界的迁移提供了更大的驱动力, 再结晶晶粒主要以晶界弓弯的方式形核, 合金主要动态再结晶机制为 DDRX (discontinuous dynamic recrystallization), 同时动态再结晶的比例也显著提高, 但动态再结晶完成后, 由于 γ' 相对晶界的钉扎作用显著减弱, 动态再结晶晶粒尺寸明显增大 (图 6e)。因此, 为了控制锻态 GH4742 合金的晶粒度提高锻件的综合力学性能, 变形温度不应高于 1150 °C, 并且为了提高锻态 GH4742 合金 γ' 相的回溶比例减小变形抗力, 变形温度应高于 1080 °C。

3.3 变形参数对组织性能及 Z 参数的影响

图 9a 为变形参数对 GH4742 合金动态再结晶比例的影响, 从图中可以看出, 随着变形温度的升高, 动态再结晶比例增加。应变速率对动态再结晶的影响与变形温度密切相关。变形温度小于 1080 °C 时, 基体发生动态再结晶比例较低 (<15%), 随着应变速率增加, 形变热效应提高, 产生的热效应使局部的温度升高, 造成基体发

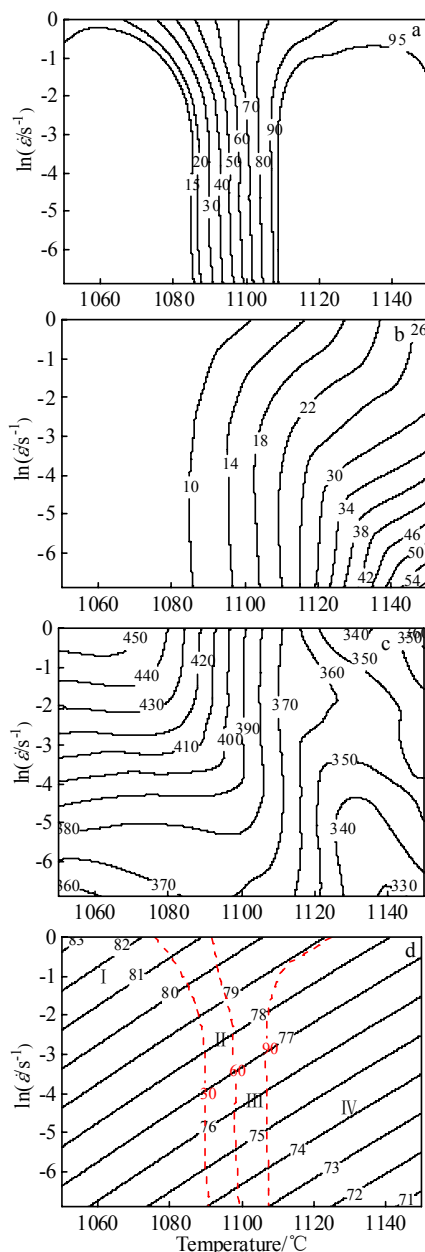


图 9 变形参数对 GH4742 合金组织性能及 Z 参数的影响

Fig.9 Effect of deformation parameters on microstructure-mechanical properties and Z parameters of GH4742 superalloy: (a) dynamic recrystallization proportion, (b) average effective grain size, (c) hardness, and (d) Z parameter

生再结晶的比例增加(37%)。变形温度高于 1110 °C 时,变形温度升高为位错运动和晶界的迁移提供了强大的驱动力,基体发生动态再结晶比例超过 80%,随着应变速率的增加,形变时间缩短,晶界和原子的迁移受到抑制,动态再结晶来不及充分发展,基体发生动态再结晶比例降低。动态再结晶比例发生剧烈变化的区域主要集中在 1080~1110 °C,该区域对应 γ' 相发生溶解的区域,形变时

γ' 相与过饱和固溶体中的微观亚结构的演变、晶界迁移的交互作用较为显著,因而动态再结晶比例发生剧烈变化。图 9b 为变形参数对 GH4742 合金有效晶粒尺寸的影响,随着变形温度的升高和应变速率的降低,基体有效晶粒尺寸增加。变形温度升高造成 γ' 相发生溶解(图 8f), γ' 相对晶粒的钉扎作用减弱,动态再结晶晶粒发生长大。应变速率提高增加了形核率,晶粒得到细化(图 6d、6f)。

图 9c 为变形参数对 GH4742 硬度的影响,随着变形温度的升高和应变速率的降低,基体硬度降低,基体的硬度主要由变形后的组织与 γ' 相共同决定。变形温度较低时,基体中形成大量高储存能的形变带,加工硬化程度高,并且基体中存在大量一次 γ' 相粒子,因此基体硬度较高;高温变形后,原子扩散和晶界迁移驱动力增大,且基体中的一次 γ' 相发生回溶,易于发生动态再结晶,热变形过程中的加工硬化被减轻或消除,因此基体硬度降低。不同温度下,应变速率对基体硬度的影响比较复杂。1080 °C 低温变形时,随着应变速率的增大,基体加工硬化程度增加,硬度逐渐增大。1110 °C 中温变形时,随着应变速率的增大,硬度先增大后逐渐趋于不变。应变速率 0.001 s⁻¹ 时,基体动态再结晶充分而发生软化,并且此时动态再结晶晶粒较为粗大,因此硬度 HV 最低为 350.1×9.8 MPa。随着应变速率的增大,一方面形核率增加,晶粒发生细化;另一方面基体中保留着大量未发生动态再结晶的变形晶粒,最终形成细小的再结晶晶粒以及加工硬化较高的变形晶粒的不均匀组织,2 种组织决定了其硬度先升高后趋于不变。1150 °C 高温变形时,基体内 γ' 相已发生全部溶解,此时影响性能最大的因素是晶粒尺寸,而随着应变速率的增大,晶粒发生细化,因此硬度逐渐增加。

图 9d 为变形参数对 $\ln Z$ 值的影响,从图中可以看出, $\ln Z$ 值随应变速率降低或变形温度升高而减小, $\ln Z$ 值变化范围为 70~84。I 区为未再结晶区,组织主要为畸变的原始晶粒+晶界处少量动态再结晶晶粒(图 6a), $\ln Z$ 值范围为 74~84; II 区和 III 区为部分再结晶区,显微组织分别为畸变的原始晶粒组成+动态再结晶晶粒(图 6b)、大量动态再结晶晶粒+少量畸变的原始晶粒组成(图 6d), $\ln Z$ 值范围为 74~82; IV 区为再结晶区,组织为等轴的再结晶晶粒, $\ln Z$ 值范围为 71~79(图 6c)。合金的组织性能演变与 Z 参数密切相关,应变速率为 0.001 s⁻¹ 时,变形温度由 1050 °C 升高至 1150 °C, $\ln Z$ 值由 76.5 减小至 70.6,小角度晶界比例明显降低(图 6a、6c、6e),合金由少量动态再结晶转变为全部动态再结晶,基体硬度显著降低;1080 °C 低温变形时,随着应变速率增加, $\ln Z$ 值由 74.6 增加至 81.6,低温、高应变速率下 Z 值增加

热效应增强, 小角度晶界比例降低 (图 6a 和 6b), 动态再结晶比例增加, 组织发生细化, 基体硬度增加; 变形温度为 1110 °C 时, 随着应变速率增加, $\ln Z$ 值由 72.8 增加至 79.8, 高温、低应变速率下 Z 值增加位错滑移和晶界迁移减缓^[23,24], 小角度晶界比例增加 (图 6c 和 6d), 动态再结晶比例降低, 加工硬化程度增加, 基体硬度增加, 而在低 $\ln Z$ 值条件下 (<72), 显微组织为粗大的完全动态再结晶晶粒 (图 6e), 基体硬度明显降低, 为了有效控制 GH4742 合金的晶粒度, 合金应在 $\ln Z$ 值大于 72 的条件下热加工。

3.4 热加工图分析

η 值越大的区域为加工安全区^[25], 在图 4 中存在一个加工安全区, 即高功率耗散率区 (1110~1150 °C 之间、应变速率为 0.01~0.1 s⁻¹), 此安全区域内的组织为基本发生完全动态再结晶, 晶粒尺寸相对细小呈等轴状 (图 6c)。在峰值区的流变应力曲线呈现明显的稳态流变软化特征, 即在变形初期, 流变应力随着应变量的增加迅速上升, 当应变量达到峰值后, 随着应变量的增加流变应力开始下降并趋于稳定 (图 1c 和 1d)。 η 值剧烈降低的区域为加工危险区^[25], 从图 4 中可以看出包含 2 个危险区: 危险 I 区主要位于 1020~1060 °C、应变速率为 0.1~1 s⁻¹, 属于低温高应变速率区; 危险 II 区位于 1090~1120 °C 之间、应变速率为 1 s⁻¹, 属于高温高应变速率区。导致危险 I 区功率急剧降低的原因是发生动态再结晶的比例较低, 组织为加工硬化程度较高的原始奥氏体 (图 6a)。从流变应力曲线也可以看出, 峰值应力很大, 动态软化效果较弱 (图 1a 和 1b)。危险 II 区功率急剧降低的原因是未完全再结晶, 再结晶组织中残留着被拉长的原始奥氏体, 细小的动态再结晶晶粒和残留拉长的原始奥氏体晶粒交界处易产生应力集中而形成裂纹 (图 6d)。图 4 中存在 2 个失稳区, 失稳 I 区和危险 I 区重叠, 导致失稳 I 区的主要原因是材料在低温高应变速率条件下变形时, 基体中形成了大量的剪切带 (图 5b), 导致失稳区出现。失稳 II 区和危险 II 区重叠, 失稳 II 区的组织都是部分再结晶组织, 大量被拉长的原始晶粒周围被细小的再结晶晶粒包围, 呈现明显的“项链”状组织特征, 晶粒尺寸相差非常大, 组织很不均匀 (图 5d), 这是导致加工失稳最主要的原因。综上所述, GH4742 合金良好的加工区域为变形温度 1110~1150 °C、应变速率 0.01~0.1 s⁻¹。

4 结论

1) 锻态 GH4742 合金在热变形过程中发生动态再结晶, 峰值应力随变形温度的降低或应变速率的升高而

增加, 该合金对温度和应变速率敏感。该合金的热激活能 $Q=916.995 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, 本构方程为

$$\dot{\varepsilon} = 1.6922 \times 10^{33} [\sinh(0.0061\sigma)]^{3.9042} \exp\left(-\frac{916995}{RT}\right)$$

2) 随着应变量的增大, 锻态 GH4742 合金热加工图中低功率耗散效率区、高功率耗散率区、失稳区逐渐增大, 但最高功率耗散率区的最大值降低。锻态 GH4742 合金良好的加工区域为变形温度 1110~1150 °C、应变速率 0.01~0.1 s⁻¹。

3) 锻态 GH4742 合金的组织性能演变与 Z 参数密切相关, 低温、高应变速率下 Z 值增加热效应增强, 小角度晶界比例降低, 动态再结晶比例增加, 组织发生细化, 基体硬度增加; 高温、低应变速率下 Z 值增加位错滑移和晶界迁移减缓, 小角度晶界比例增加, 动态再结晶比例降低, 加工硬化程度增加, 基体硬度增加, 为了有效控制晶粒度 GH4742 合金应在 $\ln Z$ 值大于 72 的条件下热加工。

参考文献 References

- [1] Jing He(江河), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) et al. *Aeronautical Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2021, 64(1-2): 62
- [2] Zhang Yong(张勇), Li Xinxu(李鑫旭), Wei Kang(韦康) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2020, 56(10): 1401
- [3] Hu Dianyin(胡殿印), Ma Qihang(马琦航), Gao Ye(高晔) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(7): 2185
- [4] Zhang Beijing(张北江), Huang Shuo(黄烁), Zhang Wenyun(张文云) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1095
- [5] Artyushov V, Kudrin A, Kirpichnikov M et al. *Metallurgist*[J], 2011, 55(7): 591
- [6] Long Zhengdong(龙正东), Zhuang Jingyun(庄景云), Deng Bo(邓波) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1999, 35(11): 1211
- [7] Zhang Beijing(张北江), Zhao Guangpu(赵光谱), Xu Guohua(胥国华) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2005, 41(11): 1207
- [8] Sahithya K, Balasundar I, Pant P et al. *Mater Sci Eng A*[J], 2019, 754: 521
- [9] Lu X D, Du J H, Deng Q et al. *Advanced Materials Research*[J], 2012, 476-478: 98
- [10] Sahithya K, Balasundar I, Pant P et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 821: 153 455

- [11] Zhang Yun(张云), Cao Furong(曹富荣), Lin Kaizhen(林开珍) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(11): 3091
- [12] Zhou Ge(周舸), Li Jianlin(李鉴霖), Men Yue(门月) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(4): 1318
- [13] Zhong Yiping(钟益平). *Metallurgy and Materials*(冶金与材料)[J], 2020, 40(4): 1
- [14] Zhou G, Ding H, Cao F *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2014, 30(3): 217
- [15] Sellars C M, McTegart W. *Acta Metall*[J], 1966, 14(9): 1136
- [16] Zener C, Hollomon J H. *J Appl Phys*[J], 1944, 15(1): 22
- [17] Prasad Y, Gegel H, Doraivelu S *et al.* *Metallurgical Transactions A*[J], 1984, 15(10): 1883
- [18] Hadadzadeh A, Mokdad F, Wells M A *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 2018, 709: 285
- [19] Pradhan S K, Mandal S, Athreya C N *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 2017, 700: 49
- [20] Jia D, Sun W, Xu D *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 787: 196
- [21] Andrade U, Meyers M, Vecchio K *et al.* *Acta Metallurgica et Materialia*[J], 1994, 42(9): 3183
- [22] Wan Z, Hu L, Sun Y *et al.* *Vacuum*[J], 2018, 155: 585
- [23] Huang Shuo(黄烁), Wang Lei(王磊), Zhang Beijing(张北江) *et al.* *Journal of Materials Engineering*(材料工程), 2015, 43(2): 41
- [24] Satheesh Kumar S S, Raghu T, Bhattacharjee P P *et al.* *Journal of Materials Science*[J], 2015, 50(19): 6444
- [25] Dong Jianxin(董建新). *Extrusion and Microstructure Control of Nickel-Based Alloy Tube*(镍基合金管材挤压及组织控制)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2014

Hot Deformation Behavior and Microstructure and Mechanical Properties Evolution of Forged GH4742 Superalloy

Qin Heyong^{1,2}, Li Zhentuan^{1,2}, Zhao Guangpu^{1,2}, Zhang Wenyun^{1,2}, Tian Qiang^{1,2}, Wang Chong³

(1. High-Temperature Materials Institute, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

(2. CISRI-GAONA Co., Ltd, Beijing 100081, China)

(3. Key Lab for Anisotropy and Texture of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

Abstract: The stress-strain curves of forged GH4742 superalloy at deformation temperature of 1020~1150 °C and the strain rate of 0.001~1 s⁻¹ under the true strain of 0.65 were obtained by single-pass isothermal compression experiments, and the constitutive equation of hot deformation and hot working diagram of GH4742 superalloy were constructed. Meanwhile, the evolution of the micro-substructure and γ' phase during the thermal deformation process were studied by SEM and EBSD, and eventually the correlation of the deformation process conditions-the microstructure differences-the mechanical property varieties was established. The results show that the microstructure and mechanical properties evolution mechanism of the superalloy is closely related to the Z parameter. When the lnZ value increases from 74.6 to 81.6 within a strain rate range of 0.001~1 s⁻¹ at low temperature deformation of 1080 °C, the proportion of dynamic recrystallization increases because of the thermal effect enhancement, which decreases the proportion of low-angle grain boundaries, and the hardness of the matrix increases evidently by the microstructure refinement of dynamic recrystallization. However, the proportion of dynamic recrystallization decreases due to suppressing the dislocation slip and grain boundaries migration when the lnZ value increases from 72.8 to 79.8 at high temperature deformation of 1110 °C, which results in the proportion increment of the low-angle grain boundaries, and the hardness of the matrix increases on account of work hardening effect. The critical lnZ value of GH4742 superalloy of completely dynamic recrystallization without grain coarsening is 72. The optimum hot working parameters for forged GH4742 superalloy is 1110~1150 °C and 0.01~0.1 s⁻¹ by the analysis of thermal processing map and the hot deformation microstructure.

Key words: GH4742 superalloy; hot deformation behavior; dynamic recrystallization; microstructure; hardness

Corresponding author: Li Zhentuan, Ph.D., High-Temperature Materials Institute, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, P. R. China, E-mail: lizhentuan@cisri-gaona.com.cn