

加热工艺对难变形高温合金 U720Li 中 γ' 相溶解及晶粒长大行为的影响

武金江, 赵广迪, 姜昊源, 孙乙轩, 王 博

(辽宁科技大学 材料与冶金学院, 辽宁 鞍山 114051)

摘 要: 变形前的加热工艺对高温合金的热加工性能具有重要影响。本研究通过开展等温加热实验研究了难变形高温合金 U720Li 中 γ' 相特征及晶粒组织随加热温度及保温时间的演变行为, 进而为改善其热加工性能提供理论指导。为了更准确地描述 γ' 相和晶粒的特征, 本实验采用电解腐蚀与化学腐蚀试样相结合的方法开展研究。结果表明, 一次 γ' 的面积分数及尺寸随加热温度的升高及保温时间的延长逐渐减小。细小二次 γ' 比粗大一次 γ' 更易溶解, 前者在 1100 °C 保温 30 min 就可完全溶解, 而后者在 1180 °C 保温 30 min 才能完全溶解; 一次 γ' 的不断溶解减弱了其对晶界的钉扎作用, 导致合金的平均晶粒尺寸随加热温度升高及保温时间的延长逐渐增大, 且在 1180 °C (高于 γ' 溶解温度) 短时保温就发生了晶粒异常长大现象, 形成混晶组织。最后, 根据不同加热条件的晶粒长大行为, 建立了 U720Li 合金在 1050~1160 °C 的晶粒长大动力学模型。

关键词: U720Li 合金; 加热工艺; γ' 相; 晶粒长大

中图法分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)08-2205-12

航空发动机推重比和涡轮前燃气温度的不断提高, 对涡轮盘材料的高温性能提出了更高要求, 如何提高涡轮盘材料的热强性已成为近年来国内外的研究热点和难点^[1-2]。镍基高温合金 U720Li 是当前制造先进涡轮盘的关键材料, 具有优异的高温强度、抗蠕变、抗疲劳、抗氧化和抗腐蚀等性能, 长期服役温度可达 700 °C 以上^[3-5]。然而, 该合金的高 γ' 相含量 (体积分数高达 45%) 使其拥有优异热强性的同时也显著提高了其变形抗力并恶化了热加工塑性^[6-7]。

大量研究表明, γ' 相特征和晶粒度对镍基高温合金的力学性能及热变形行为具有决定性作用^[8], 而加热工艺对合金的晶粒度、 γ' 相含量和分布具有重要影响^[9-13]。例如, 程俊义等^[9]研究了加热温度 (1040~1130 °C)、保温时间 (1100 °C/4~12 h) 对锻态 FGH4113A 合金 γ' 相的影响, 发现随加热温度升高 γ' 的体积分数逐渐减少; 随保温时间的延长 γ' 体积分数无明显变化, 而晶界 γ' 尺寸逐渐增大。Shajari 等^[10]研究了 IN738LC 合金在不同加热条件下 (1090~1200 °C/30~120 min) 的 γ' 相演变规律, 发现随温度和保温时间的增加 γ' 的尺寸和体积分数均明显减小。可见合理调控加热温度和保温时间对优化镍基高温合金的组织性能至关重要。因此, 研究 U720Li 合

金在不同加热条件下的显微组织演变对调控其热加工性能具有重要意义。

目前, 关于加热条件对 U720Li 合金显微组织的影响已有一些研究。Wang 等^[14]研究了锻态 U720Li 合金在不同加热温度和保温时间下的晶粒长大行为, 认为当温度低于 1110 °C 时晶粒随保温时间延长无明显变化, 高于 1120 °C 时一次 γ' 相溶解, 晶粒明显长大。万志鹏^[15]研究了锻态 U720Li 合金在不同加热条件下 (1050~1160 °C/30~180 min) 的一次 γ' 相特征和晶粒组织演变规律, 发现在较低温度下 (1050~1100 °C) 随保温时间延长一次 γ' 和晶粒无明显变化, 而当温度升高至 1120 °C 以上时一次 γ' 的尺寸及体积分数逐渐降低, 晶粒尺寸逐渐增大。兰博等^[16]研究了锻态 U720Li 合金在加热条件为 1000~1180 °C/10~240 min 下的晶粒组织演变规律, 得出随加热温度升高与保温时间的延长平均晶粒尺寸逐渐增大, 且晶粒长大规律与 γ' 相的溶解密切相关。这些研究均表明, 锻态 U720Li 合金在加热过程中的主要变化是一次 γ' 相的溶解和晶粒长大。

在 U720Li 合金中除了存在粗大一次 γ' 以外还会析出细小的二次 γ' ^[17]。其中一次 γ' 比较粗大, 是在铸锭及铸锭均匀化退火过程中形成, 通常沿晶界分布, 起到钉

收稿日期: 2023-08-01

基金项目: 国家自然科学基金 (51904146)

作者简介: 武金江, 男, 1995 年生, 硕士, 辽宁科技大学, 辽宁 鞍山 114051, E-mail: w15234081030@163.com

扎晶界的作用，其大小及分布对合金的屈服强度、抗拉强度及疲劳性能等具有重要影响；而二次 γ' 十分细小，通常是在固溶处理后的冷却过程析出，二次 γ' 弥散分布于基体中，可提高合金的强度和抗蠕变等性能。现有相关研究均采用化学腐蚀方法制备金相试样，虽然方便观察晶粒长大行为，但却难以准确描述一次 γ' 及细小二次 γ' 的特征在不同加热条件下的变化。因此，本研究采用电解腐蚀与化学腐蚀试样相结合的方法深入研究了加热工艺对锻态 U720Li 合金中一次 γ' 和二次 γ' 相特征及晶粒长大行为的影响，建立了加热温度和保温时间分别与一次 γ' 尺寸、面积分数以及晶粒尺寸的定量关系。研究结果可为这类难变形高温合金锻造成形前的加热工艺制定提供理论指导。

1 实验

实验材料是经真空感应熔炼（VIM）+电渣重熔（ESR）+真空自耗重熔（VAR）三联工艺熔炼并锻造开坯的 U720Li 合金棒材。在该棒材的截面上均匀取屑并用电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-AES）测定其化学成分，结果如表 1 所示。

采用线切割在棒材的 1/2 半径处切取尺寸为 10 mm×10 mm×10 mm 的试样。为了分析初始锻态 U720Li 合金的物相结构，将试样研磨至 2000#砂纸后用 X 射线衍射仪（XRD）进行了分析（Cu，K α 辐射，管电压 40 kV）。

然后，将上述线切割的试样放入高温管式炉的均温区，分别在 1050~1180 °C 保温 5~120 min 后立即水淬冻结高温组织，具体实验参数如表 2 所示。由于该合金的热加工窗口较窄，变形温度通常为 1050~1180 °C^[18]，因此，本研究开展了该温度区间的等温加热实验。其中，在 1050~1130 °C 的实验温度间隔较大是由于在此温度范围内合金的显微组织变化较小，而在 1130~1180 °C 温度

范围内 γ' 相溶解较快，晶粒组织变化较大，故选取了较小的温度间隔。另外，U720Li 合金的实际锻造生产通常在空气中进行，且由于该合金具有优异的抗氧化性能，在热加工过程中氧等元素只在合金表面生成氧化膜，不影响合金内部组织。为了更贴近实际锻造过程本实验在空气环境中进行。

为了分析加热工艺对晶粒组织的影响，对原始试样和水淬后试样进行研磨抛光，并采用 10 g CuCl₂+100 mL HCl+100 mL C₂H₅OH 溶液进行化学腐蚀，腐蚀时间为 5~10 min。之后采用 Axio Vert A1 光学显微镜（OM）观察试样的显微组织。为了分析 γ' 特征变化，采用 43 mL H₂SO₄+42 mL HNO₃+13 mL H₃PO₄ 溶液对上述试样进行电解腐蚀，电压 2 V，时间 3~5 s。之后采用 Sigma 500 扫描电镜（SEM）观察 γ' 相的形貌特征。

为了建立加热条件与晶粒尺寸及 γ' 尺寸和面积分数的定量关系，采用 Nano Measurer 软件测量了原始试样和水淬试样的晶粒和一次 γ' 的平均尺寸，并用 Image-pro plus 6.0 软件统计了一次 γ' 的平均面积分数。为保证统计结果的可靠性和准确性，对每个化学腐蚀试样选用至少 5 张 500 倍的 OM 照片来统计平均晶粒尺寸，并对每个电解腐蚀试样选用至少 5 张 1000 倍的 SEM 照片来统计一次 γ' 的平均尺寸和面积分数。

2 结果与讨论

2.1 U720Li 合金的初始组织

图 1 展示了初始锻态 U720Li 合金的 XRD 结果。结合 XRD 分析和文献调研^[19]可知该合金的主要析出相为 γ' 相。图 2 为锻态 U720Li 合金的初始组织。由图 2a 可以看出该合金的初始晶粒均匀细小，粗大的一次 γ' 相（ γ'_I 相）呈近似球状沿晶界分布（化学腐蚀）。由图 2b 可以看出除了一次 γ' 颗粒外，在晶内还存在大量十分细小的二次 γ' 相（ γ'_{II} 相）（电解腐蚀）。定量测量表明初始晶粒的平均尺寸约为 23 μ m， γ'_I 的平均尺寸约为 4.11 μ m，平均面积分数约为 18.4%。

表 1 锻态 U720Li 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of as-forged U720Li alloy (wt%)									
B	C	Al	Ti	Cr	Co	W	Zr	Mo	Ni
0.014	0.021	2.41	5.11	15.78	14.5	1.20	0.043	2.92	Bal.

表 2 U720Li 合金的等温加热实验参数

Table 2 Parameters of the isothermal heating experiments for U720Li alloy	
Process parameter	Value
Temperature/°C	1050, 1100, 1130, 1160, 1180
Holding time/min	5, 10, 30, 60, 120
Cooling manner	Water quenching

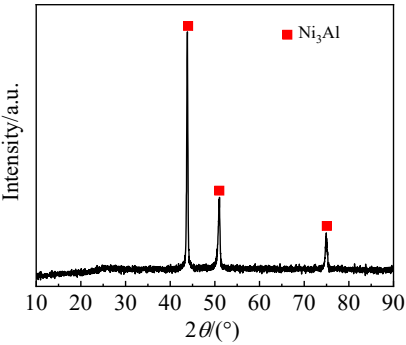


图 1 锻态 U720Li 合金的 XRD 图谱

Fig.1 XRD pattern of as-forged U720Li alloy

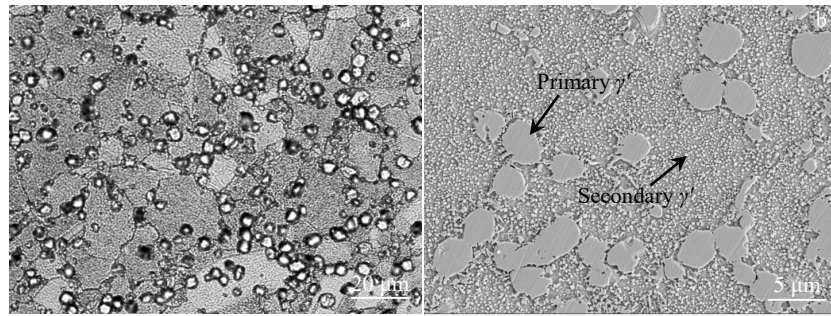


图 2 锻态 U720Li 合金的初始组织

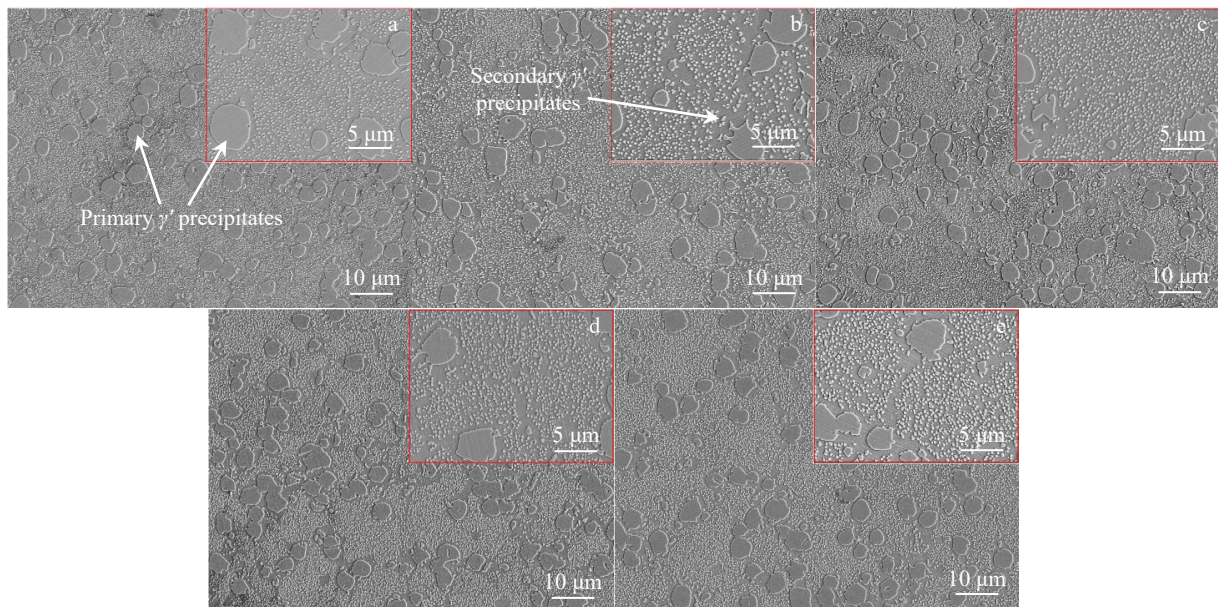
Fig.2 Initial microstructures of as-forged U720Li alloy: (a) grain structure and (b) γ' morphology

2.2 γ' 的溶解规律

图 3 为锻态 U720Li 合金在 1050 °C 保温 5~120 min 的 SEM 组织。可见, 保温 5 min 时, γ' 并未发生明显溶解, 基体内存在大量粗大 γ'_I 颗粒及细小球状的 γ'_{II} (如图 3a), 且定量统计表明此时 γ'_I 的平均面积分数约为 17%, 平均尺寸为 4.14 μm ; 保温 10 min 时, γ'_I 的平均面积分数及尺寸均略有下降, 分别为 15.5% 和 4.09 μm ; 保温 30 min 时 (图 3c), γ'_I 面积分数下降为 14.1%, 平均尺寸下降为 3.98 μm , γ'_{II} 特征无明显变化; 当保温时间达到 120 min 时 (图 3e), 仍存在大量 γ'_I 及 γ'_{II} , 且 γ'_I 的面积分数为 13.78%, 平均尺寸为 3.92 μm 。显然, U720Li 合金在 1050 °C 保温过程中 γ'_I 含量及尺寸随保温时间的增加略有减少, 而 γ'_{II} 的特征未见明显变化。

图 4 为 U720Li 合金在 1100 °C 保温 5~120 min 的 SEM 组织。保温 5 min 时, 合金中残留大量 γ'_I 及 γ'_{II} ,

其 γ'_I 中的平均面积分数为 16.98%, 平均尺寸为 4.11 μm , 而 γ'_{II} 含量较 1050 °C 保温 5 min 时发生明显减少 (如图 4a); 当保温 10 min 时, γ'_I 发生了明显溶解且部分较小的 γ'_I 已完全回溶, 此时 γ'_I 相的面积分数为 15.3%, 平均尺寸为 4.01 μm , 同时 γ'_{II} 也发生明显溶解, 含量大幅减少 (如图 4b); 当保温 30 min 时, γ'_{II} 完全回溶, 基体中只剩 γ'_I 且 γ'_I 发生了进一步溶解 (如图 4c), 其平均面积分数和尺寸分别减小至 13.5% 和 3.71 μm ; 当保温 60 min 时, 仍存在大量 γ'_I , 但其尺寸明显减小, 平均面积分数和尺寸分别降为 12.58% 和 3.67 μm ; 当保温时间延长至 120 min 时, γ'_I 进一步溶解, 其平均面积分数减少至 12.1%, 平均尺寸减小至 3.59 μm (如图 4e)。由此可见, U720Li 合金在 1100 °C 保温过程中, 随保温时间的延长, γ'_I 逐渐溶解, 其面积分数及尺寸均小幅减小; 而 γ'_{II} 的溶解速度较 γ'_I 明显更快, 保温 5 min 就发生了明

图 3 U720Li 合金在 1050 °C 保温不同时间后的 γ' 相特征Fig.3 Characteristics of γ' in U720Li alloy after holding at 1050 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

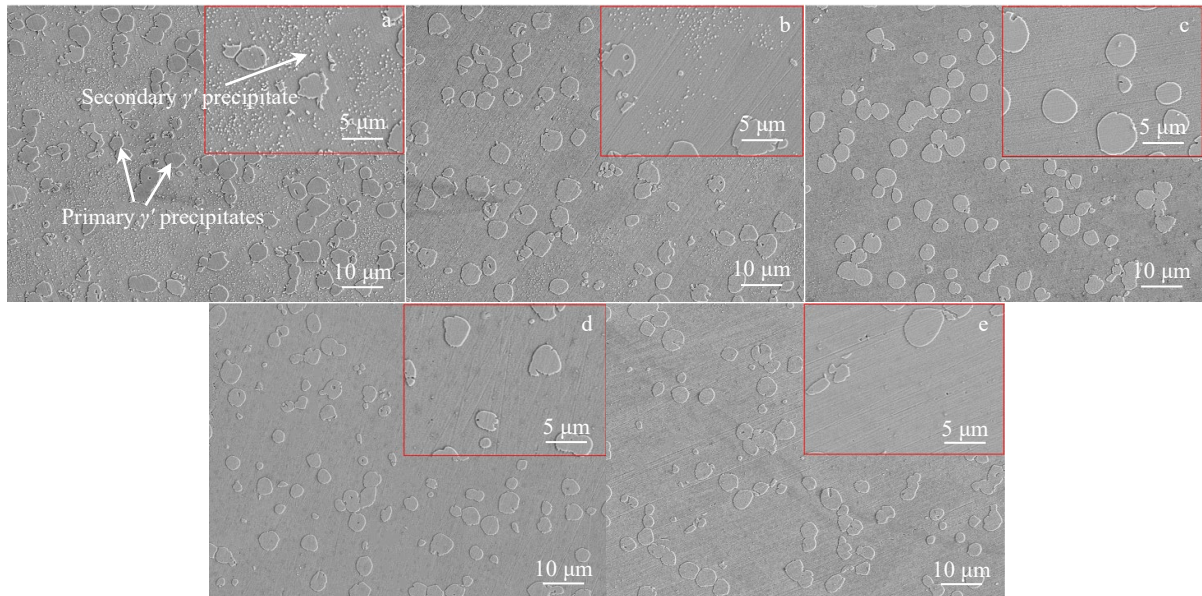


图 4 U720Li 合金在 1100 °C 保温不同时间后的 γ' 相特征

Fig.4 Characteristics of γ' in U720Li alloy after holding at 1100 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

显回溶，且保温 30 min 以内即可完全回溶。

图 5 为 U720Li 合金在 1130 °C 保温 5~120 min 的 SEM 组织。从图中可以看出在该温度下保温 5 min 后， γ'' 就完全溶解，只剩下 γ'_I 颗粒。由图 5a 可见，当保温时间为 5 min 时，合金中 γ'_I 相的尺寸较 1100 °C 保温 5 min 的更小，其平均面积分数与尺寸分别为 15.29% 和 3.86 μm ；当保温时间达到 10 min（图 5b）， γ'_I 的形貌

未发生明显变化，但其平均面积分数下降至 11.9%，平均尺寸降至 3.71 μm ；当保温时间达到 30 min 时（图 5c）， γ'_I 发生明显回溶，其平均面积分数降为 9.8%，平均尺寸减小为 3.47 μm ；当保温 60 min 时， γ'_I 进一步回溶，平均面积分数下降为 6.5%，尺寸减小为 3.31 μm ；当保温时间延长至 120 min， γ'_I 的平均面积分数进一步下降至 5.4%，平均尺寸降至 3.18 μm 。由此可见，在 1130 °C 保

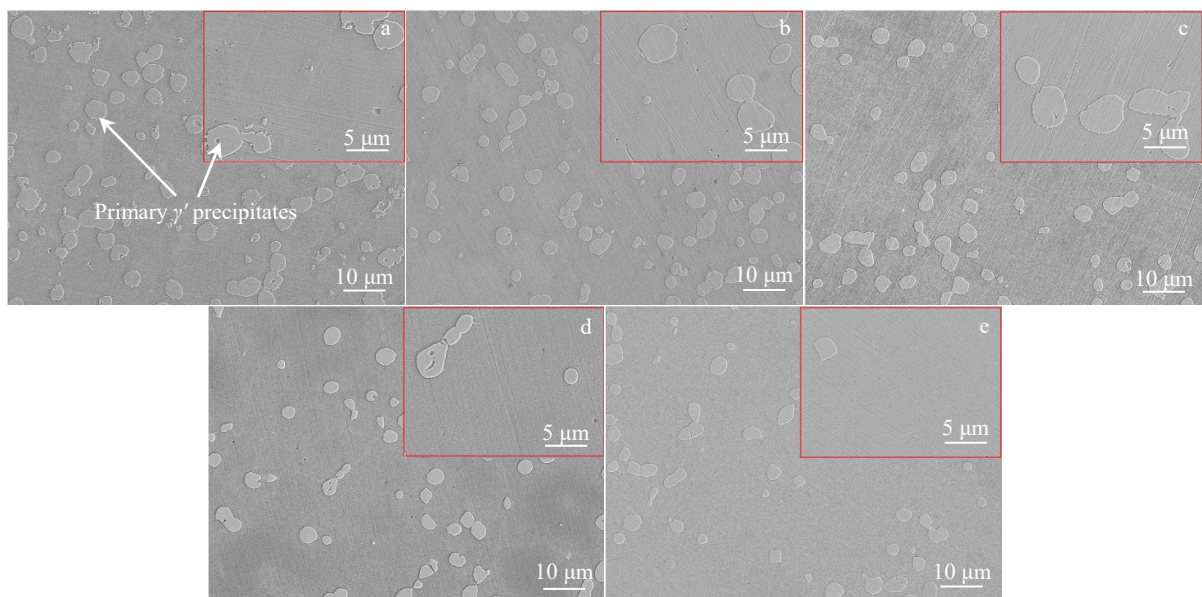


图 5 U720Li 合金在 1130 °C 保温不同时间后的 γ' 相特征

Fig.5 Characteristics of γ' in U720Li alloy after holding at 1130 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

温过程 γ'' 迅速完全溶解, 且 γ'_1 也发生了更明显溶解。

图 6 为 U720Li 合金在 1160 °C 保温 5~120 min 的 SEM 组织。此加热温度已超过 γ' 固溶温度, γ'' 更迅速溶解, 且与加热温度为 1050~1130 °C 相比 γ'_1 的溶解速度明显更快 (图 6a)。定量统计表明, 保温 5 min 时 γ'_1 的平均面积分数为 11.7%, 平均尺寸为 3.85 μm ; 保温 10 min 时, γ'_1 进一步溶解, 平均面积分数降至 7.1%, 平均尺寸减小至 3.6 μm (图 6b); 当保温时间达到 30 min 时, γ'_1 大幅溶解, 其平均面积分数为 2.93%, 平均尺寸为 3.16 μm (图 6c); 当保温 60 min 时, 只残留少量相 γ'_1 , 其面积分数只有 1%, 平均尺寸仅为 2.48 μm (图 6d); 当保温达到 120 min 时, γ'_1 相几乎完全溶解, 只能偶尔找到几个较小 γ'_1 颗粒。

图 7 为 U720Li 合金在 1180 °C 保温 5~120 min 的 SEM 组织。此加热温度远超 γ' 固溶温度, γ'' 和 γ'_1 均发生了迅速溶解。当保温 5 min 时, γ'_1 的平均面积分数降至 9.13%, 平均尺寸减小为 3.75 μm (如图 7a); 当保温 10 min 时, γ'_1 平均面积分数和平均尺寸分别下降至 3.32% 和 2.91 μm (如图 7b); 当保温 30 min 及以上时, γ'_1 就已完全溶解 (如图 7c~7e)。显然, U720Li 合金在 1180 °C 保温过程中 γ'_1 发生了迅速回溶。

图 8 展示了 γ'_1 平均面积分数和平均尺寸与加热温度及保温时间的定量关系。可见, 当加热温度为 1050~1100 °C, 随保温时间的延长, γ'_1 缓慢溶解, 其面积分数和尺寸均小幅减小; 当加热温度达到 1130 °C, γ'_1 的面积分数和尺寸开始快速减小; 当加热温度达到 1160 °C 以上

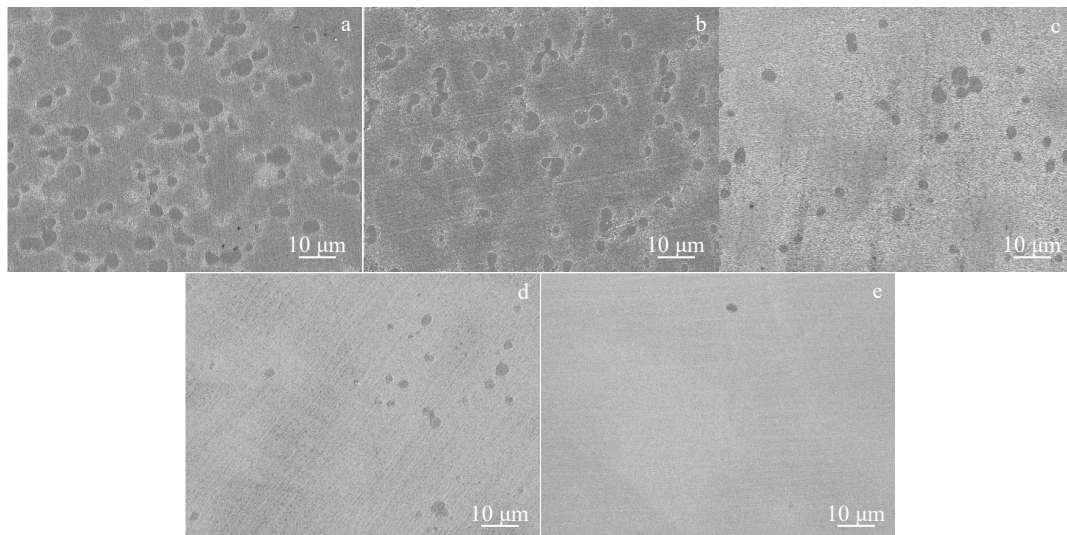


图 6 U720Li 合金在 1160 °C 保温不同时间后的 γ' 相特征

Fig.6 Characteristics of γ' in U720Li alloy after holding at 1160 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

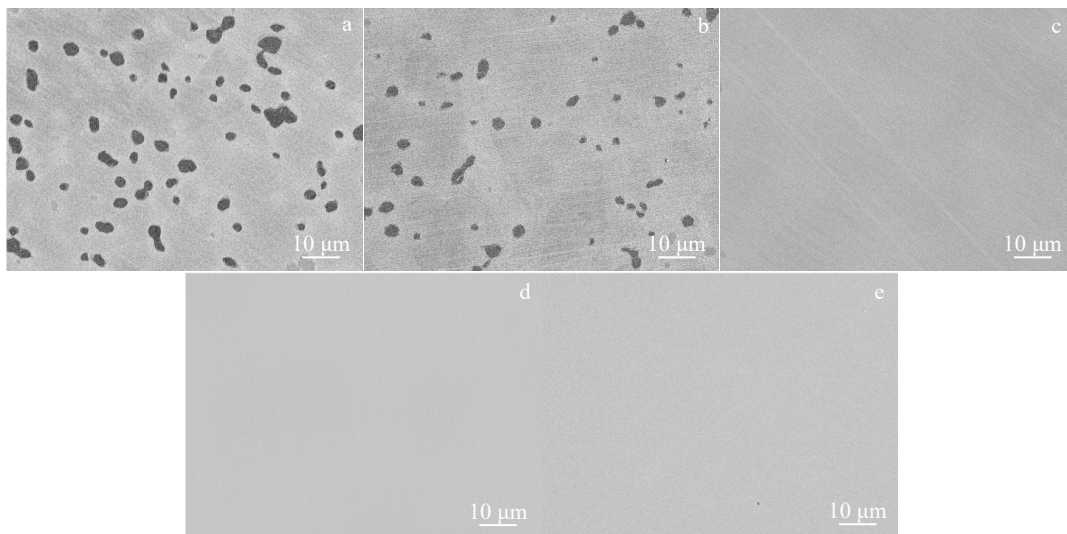


图 7 U720Li 合金在 1180 °C 保温不同时间后的 γ' 相特征

Fig.7 Characteristics of γ' in U720Li alloy after holding at 1180 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

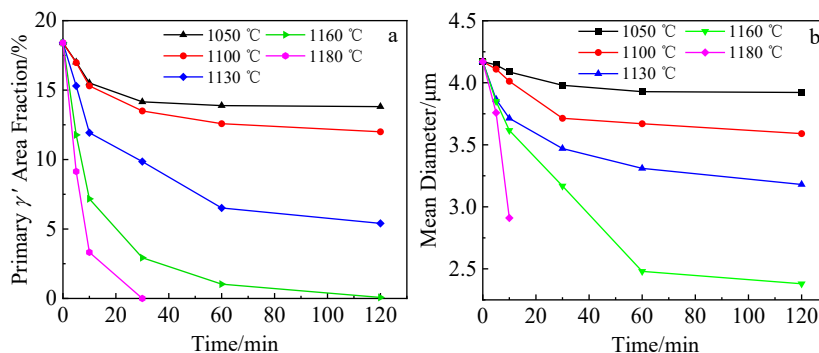


图 8 不同温度下 U720Li 合金中一次 γ' 平均面积分数和尺寸与加热时间的关系曲线

Fig.8 Relationship curves of average area fraction (a) and mean size (b) of the primary γ' with the heating time at different temperatures

(超过 γ' 固溶温度), γ'_I 的溶解速度显著加快, 且在 1180 °C 保温 30 min 后 γ'_I 就已完全溶解。此外, 在所有温度下均是前 30 min 内 γ'_I 溶解速度更快, 随后溶解减缓并逐渐趋于稳定。

众所周知, γ' 的溶解过程是受扩散控制的。式 (1) 为扩散系数与加热温度的关系^[20]:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

其中, D 为扩散系数; D_0 为常数, 由材料、相变类型决定; Q 为扩散激活能 (kJ/mol); R 为气体常数 ($8.314 \text{ J} \cdot (\text{mol} \cdot \text{K})^{-1}$); T 为加热温度 (K)。

由式 (1) 可知, 扩散系数与温度的倒数成负指数关系, 随温度的升高扩散系数迅速增大。

对于 γ'_I 相, 当加热温度低于 1100 °C 时, Al、Ti 等元素扩散速率较低, γ'_I 溶解较慢; 当温度超过 1130 °C

后, γ'_I 中的 Al、Ti 向 γ 基体中的扩散速率显著提升, 使得 γ'_I 的溶解速度明显加快^[21]。此外, 在保温初始阶段 γ'_I 与 γ 基体之间的 Al、Ti 浓度差较大, 扩散驱动力更大, 而随着保温时间的延长 γ'_I 与 γ 基体之间的元素浓度差不断减小, 导致 γ'_I 的溶解速度呈先快后慢的趋势^[22]。这是 γ'_I 在保温前 30 min 内快速溶解, 之后缓慢溶解并趋于稳定的主要原因。对于 γ'_{II} , 由于其尺寸十分细小, 在 1050 °C 保温过程中发生的小幅溶解难以分辨, 而当温度升高至 1100 °C 及以上时, 其形成元素的扩散速率显著提升, 导致其快速完全溶解。这与于秋颖等^[23]研究结果一致。

2.3 晶粒长大行为分析

难变形镍基高温合金在加热过程中晶界会逐渐迁移, 即发生晶粒长大或粗化现象, 且晶粒粗化会严重影响合金的热加工塑性^[24-26]。因此, 分析 U720Li 合金在加热过程中的晶粒长大行为十分必要。图 9 和图 10 分别

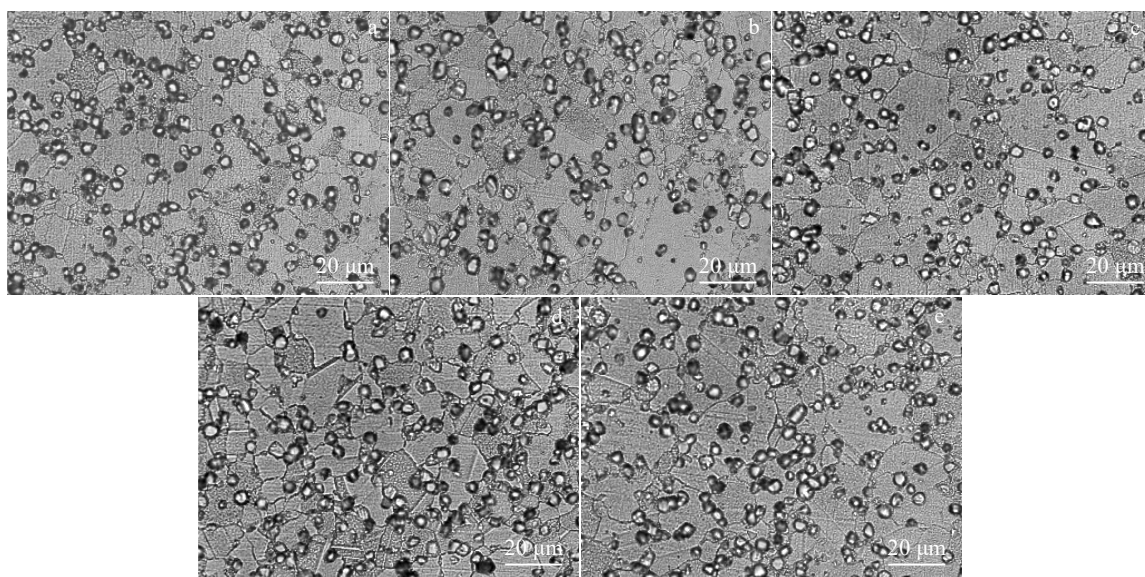


图 9 U720Li 合金在 1050 °C 保温不同时间的晶粒组织

Fig.9 Grain structures of U720Li alloy after holding at 1050 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

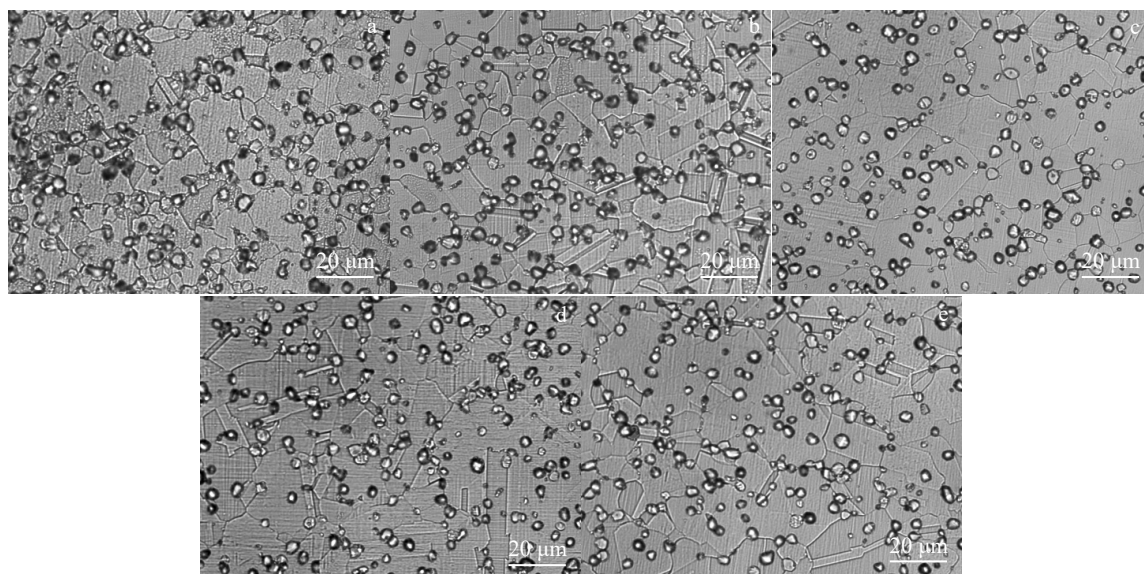


图 10 U720Li 合金在 1100 °C 保温不同时间的晶粒组织

Fig.10 Grain structures of U720Li alloy after holding at 1100 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

展示了 U720Li 合金在 1050 和 1100 °C 保温不同时间的晶粒组织。可以看出在 1050 和 1100 °C 保温过程中, 晶粒尺寸随保温时间的延长并未明显增大。定量统计表明, 在 1050 °C 保温 60 min 时平均晶粒尺寸为 26.49 μm , 当保温达到 120 min 时, 平均晶粒尺寸也只增加到 29.9 μm 。在 1100 °C 保温过程中, 平均晶粒尺寸的增大速度较 1050 °C 更快一些, 保温 10 min 时平均晶粒尺寸增加到 27.5 μm , 保温 30 min 时增加到 33.34 μm ; 当保温时间延长至 60 和 120 min 时, 平均晶粒尺寸分别增加到 35.8

和 37.7 μm 。可见当加热温度为 1100 °C 时, 晶粒的长大速度呈先快后慢的趋势, 但整体看晶粒长大程度并不明显 (如图 10a~10c)。上述分析表明, 在 1050~1100 °C 加热过程, 随保温时间的延长晶粒并没有发生明显长大, 这主要是由于在较低温度下, 晶界处存在大量 γ'_1 , 抑制了晶界迁移^[27-29]。

图 11 为 U720Li 合金在 1130 °C 保温 5~120 min 的晶粒组织。可见, 在该温度下保温时间对晶粒长大有明显影响。当保温 5 min 时, 平均晶粒尺寸增长为 33.3 μm ,

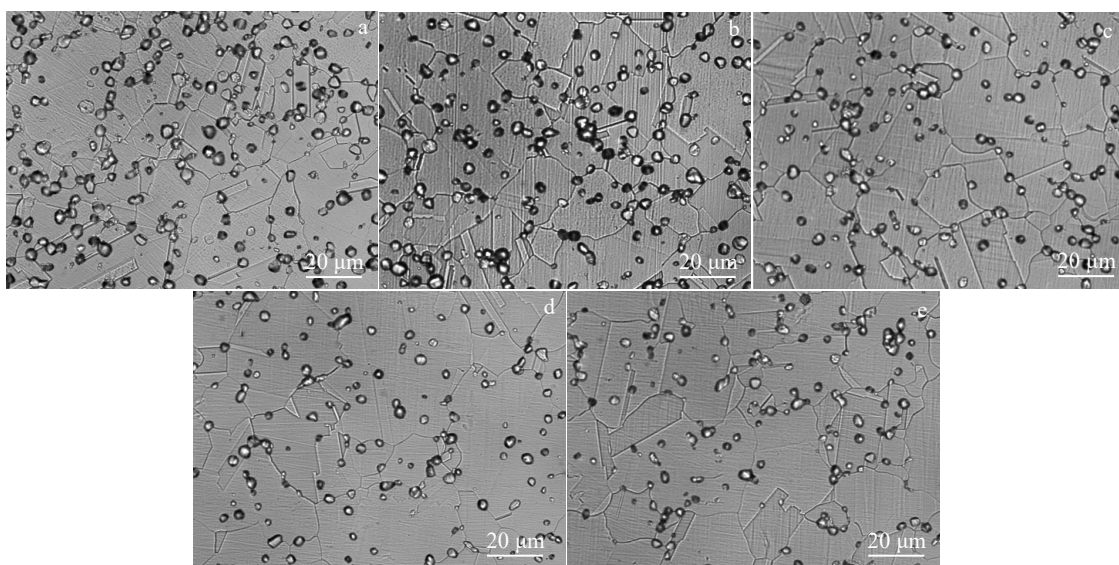


图 11 U720Li 合金在 1130 °C 保温不同时间的晶粒组织

Fig.11 Grain structures of U720Li alloy after holding at 1130 °C for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

较初始晶粒尺寸发生了较明显的长大; 当保温 30 min 时, 平均晶粒尺寸增加到 48.67 μm ; 当保温时间进一步延长至 120 min 时, 平均晶粒尺寸显著增大到 57.01 μm 。上文已经提到, 在 1130 $^{\circ}\text{C}$ 保温 30 min 时 γ'_1 相的面积分数和尺寸明显下降 (如图 8), 其中面积分数由初始的 18.4% 降低至 9.85%, 尺寸由 4.11 μm 减小至 3.65 μm 。显然, 在 1130 $^{\circ}\text{C}$ 保温过程中, γ'_1 相的快速溶解显著弱化了晶界钉扎作用, 导致晶界迁移加快, 晶粒尺寸较

快速地增大。

图 12 和图 13 分别为 U720Li 合金在 1160 和 1180 $^{\circ}\text{C}$ 保温不同时间后的晶粒组织。可见在这两个温度下 (高于 γ' 固溶温度), 随着保温时间的延长, 晶粒发生了更显著的长大。为了观察到 1160 $^{\circ}\text{C}$ 保温 60 min 以上及 1180 $^{\circ}\text{C}$ 保温 30 min 以上的完整晶粒组织, 在 OM 低倍下进行了补充观察 (如图 14)。定量统计表明, 在 1160 $^{\circ}\text{C}$ 保温 10 min 后平均晶粒尺寸就增大至 47.47 μm ; 保温

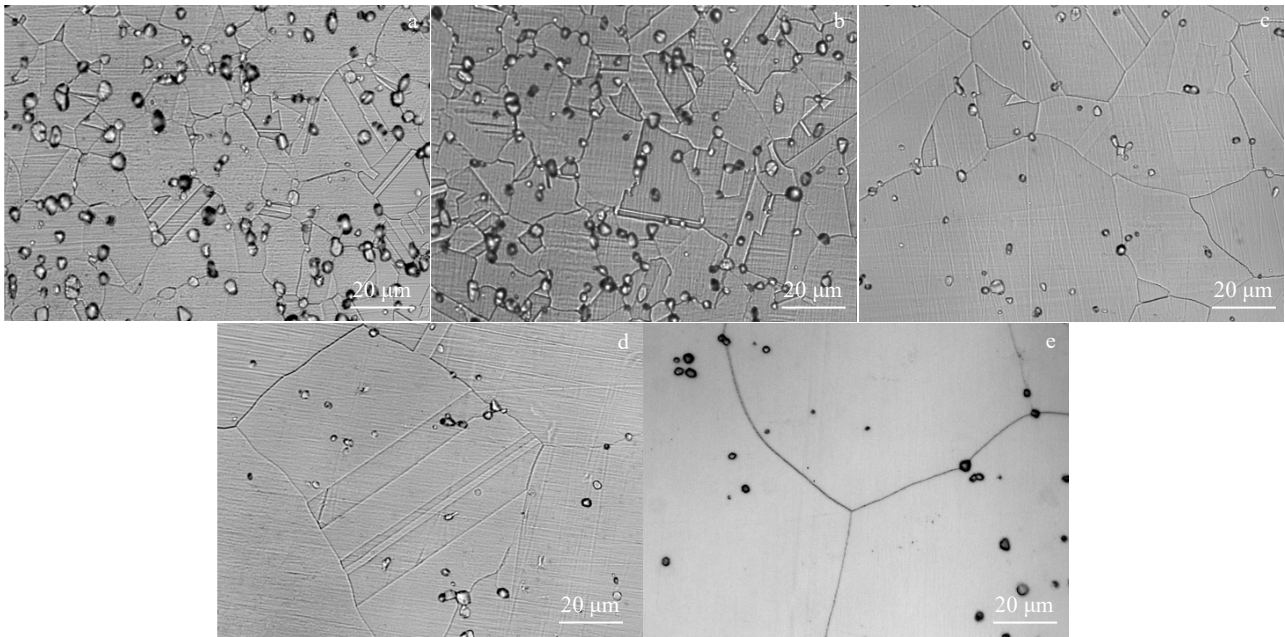


图 12 U720Li 合金在 1160 $^{\circ}\text{C}$ 保温不同时间的晶粒组织

Fig.12 Grain structures of U720Li alloy after holding at 1160 $^{\circ}\text{C}$ for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

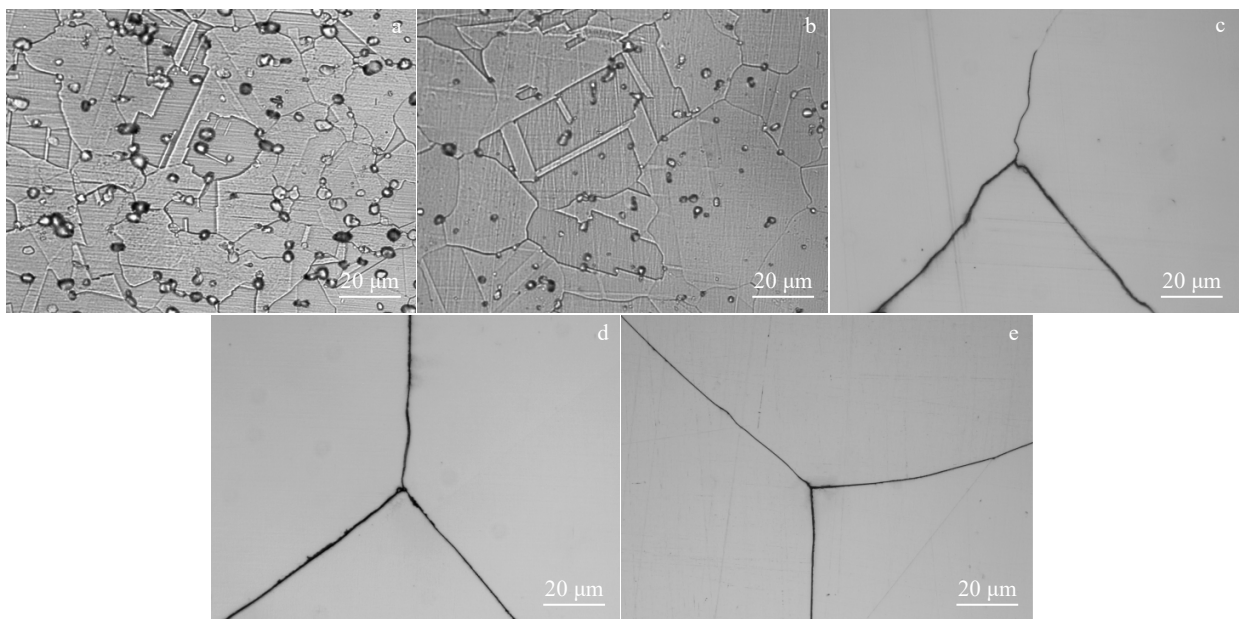


图 13 U720Li 合金在 1180 $^{\circ}\text{C}$ 保温不同时间的晶粒组织

Fig.13 Grain structures of U720Li alloy after holding at 1180 $^{\circ}\text{C}$ for different time: (a) 5 min, (b) 10 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

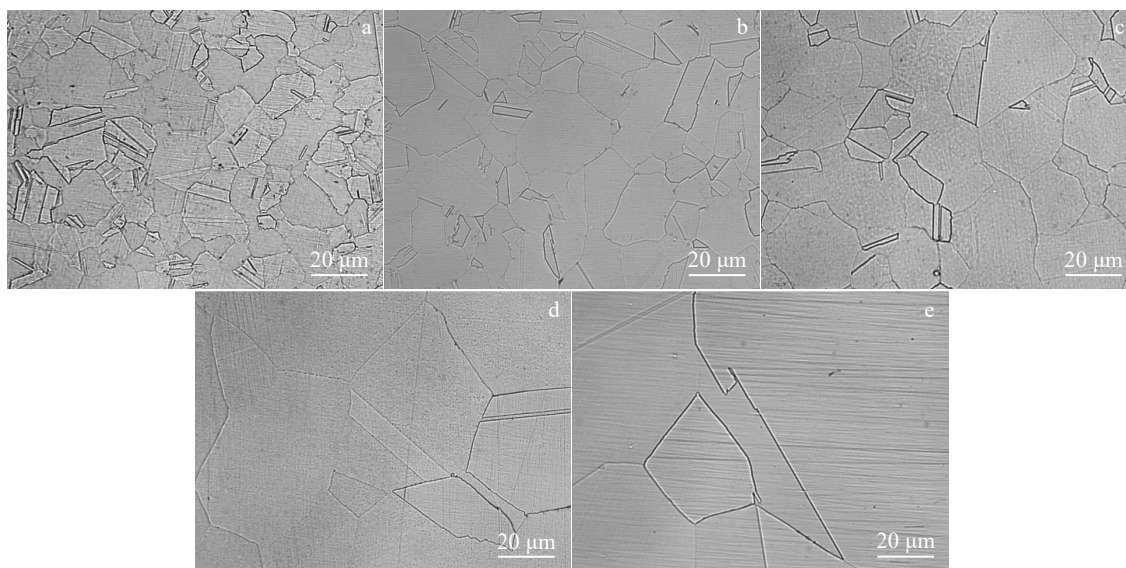


图 14 U720Li 合金在 1160 和 1180 °C 保温不同时间的晶粒组织

Fig.14 Grain structures of U720Li alloy after holding at 1160 °C (a-b) and 1180 °C (c-e) for different time: (a) 60 min, (b) 120 min, (c) 30 min, (d) 60 min, and (e) 120 min

30 min 时, 晶粒尺寸增大至 84.76 μm ; 保温 120 min 时, 晶粒增大至 332.69 μm 。与 1160 °C 相比, 在 1180 °C 保温过程中晶粒长大更加迅速。结合加热工艺对 γ' 特征的影响不难推断, 在 1160 °C 及以上晶粒迅速长大的主要原因是 γ' 的快速溶解显著弱化了其对晶界的钉扎作用, 使晶界迁移速率加快。有趣的是在 1160 °C 保温 30 min 及以上和在 1180 °C 保温 10 min 及以上晶粒发生了异常长大, 形成了明显的混晶组织。这主要是因为 γ' 的尺寸并不均一, 在 1160 °C 以上保温一定时间后有些 γ' 颗粒已完全溶解, 其余的并未完全溶解, 即发生了 γ' 的不均匀回溶。在 γ' 完全溶解的区域, 晶界快速迁移, 而在其他区域晶界迁移受阻^[30]。从金相组织中也可以看出在较细小晶粒的晶界上分布更多 γ' 颗粒 (如图 12c 和 13b)。值得注意的是, 在 1180 °C 的加热过程, 晶粒在短时间内

就发生了异常长大, 形成了明显混晶组织, 这将恶化热加工性能, 因此不宜在 1180 °C 及以上进行热加工。

图 15 展示了 U720Li 合金的晶粒尺寸与加热条件的关系。总体来看, 晶粒尺寸随着加热温度的升高及保温时间的延长不断增大。由图 15a 可以看出, 1130 °C 为晶粒尺寸快速增大的转折点; 当加热温度低于 1130 °C 时, 晶粒长大速度十分缓慢, 而超过 1130 °C 后晶粒开始快速长大。同时由图 15b 可以看出, 在不同保温时间下晶粒尺寸的变化也不相同。当加热温度低于 1130 °C 时, 晶粒尺寸受保温时间的影响较小, 超过 1130 °C 后保温时间对晶粒长大的作用逐渐增强。这主要是由于在 1130 °C 以下晶界处存在大量 γ' , 起到显著的钉扎作用, 强烈抑制晶粒长大。

通过上述分析可知, 随加热温度和保温时间的增加

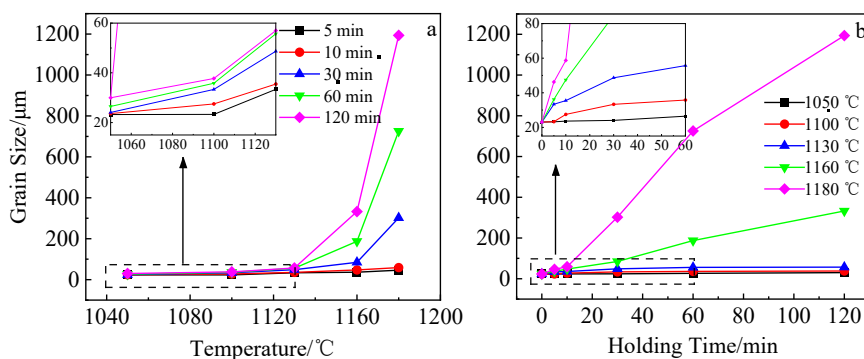


图 15 U720Li 合金晶粒尺寸随加热温度和保温时间的变化曲线

Fig.15 Relationships of grain size with the heating temperatures (a) and holding time (b)

晶粒逐渐增大,并且在 1180 °C 短时保温就会发生晶粒异常长大现象,形成混晶组织(如图 13 和 14)。为准确预测 U720Li 合金在不同加热条件下的晶粒长大行为,本研究构建了加热温度区间为 1050~1160 °C 的晶粒长大动力学模型(不含 1180 °C,不宜在该温度进行热加工)。

Sellars 和 Anelli 模型被广泛用于描述奥氏体晶粒的长大行为^[31-32]。Sellars 模型(式(2))主要考虑了初始晶粒度的影响,但没有引入时间参数,而 Anelli 模型(式(3))却正好相反。为了更准确地描述晶粒长大行为,已有学者将时间参数 m 引入 Sellars 模型中得到综合模型,如式(4)所示^[16,33]。

$$d_t^n = d_0^n + A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

$$d = B t^m \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3)$$

$$d_t^n = d_0^n + A t^m \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4)$$

式中, d_t 是保温时间为 t 时的平均晶粒尺寸(μm); d_0 为初始晶粒尺寸(μm); n 为晶粒长大指数; A 、 B 为材料常数; t 为保温时间(min); Q 为晶粒长大激活能(kJ/mol); R 为气体常数($8.314 \text{ J} \cdot (\text{mol} \cdot \text{K})^{-1}$); T 为绝对温度(K)。

对式(4)两边取对数可得:

$$\ln(d_t^n - d_0^n) = \ln A + m \ln t - \frac{Q}{RT} \quad (5)$$

式(5)中存在 n 、 A 、 m 、 Q 4 个未知量,由于 n 值未知且不能通过线性回归方法求得,故采用 Levenberg-Marquardt 算法进行计算^[15]。通过假定 $n=0.1$ 、 0.2 、 0.3 、 0.4 、 0.5 、 1.0 、 1.5 、 2.0 、 2.5 、 3.0 、 3.5 、 4.0 等一系列值进行预算,在此基础上通过实验数据拟合可求得不同 n 值下的 m 、 Q 、 A 值。

当加热温度 T 为一定值时,对 $\ln t$ 求偏导,得:

$$m = \left. \frac{\partial \ln(d_t^n - d_0^n)}{\partial \ln t} \right|_{T=\text{constant}} \quad (6)$$

当保温时间为一定值时,对 $1/T$ 求偏导,得:

$$Q = -R \left. \frac{\partial \ln(d_t^n - d_0^n)}{\partial (1/T)} \right|_{t=\text{constant}} \quad (7)$$

将所求的 m 和 Q 值代入式(5)中,可求得相应的 A 值。图 16 为 $n=0.5$ 时, $\ln(d_t^n - d_0^n) - \ln t$ 和 $\ln(d_t^n - d_0^n) - 1/T$ 的线性拟合结果。由图可得当 $n=0.5$ 时, $m=0.763$, $Q=517.579 \text{ kJ/mol}$, $A=2.797 \times 10^{18}$ 。以此类推,依次计算出不同 n 值下的 m 、 Q 、 A 值并建立相应的晶粒长大动力学模型。

为确定实际晶粒长大指数 n ,对利用不同 n 值建立的模型进行精度预测分析。将模型计算的平均晶粒尺寸与实际平均晶粒尺寸进行比较,并采用式(8)计算模型预测相对误差^[15]:

$$AARE(\%) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{M_i - P_i}{M_i} \right| \quad (8)$$

式中, N 为不同温度与保温时间下的实验值个数; M_i 为实验值, P_i 为预测值。

图 17 展示了不同 n 值下晶粒长大模型预测结果与实际结果的相对误差。通过多项式拟合可得当 $n=0.607$ 时,预测的晶粒尺寸与实际晶粒尺寸偏差最小,表明此时的晶粒长大模型具有较高预测精度。最后,将 $n=0.607$ 代入式(4)中,求得相应的 m 、 Q 、 A 值,可得 U720Li 合金在 1050~1160 °C 温度范围内的晶粒长大动力学模型为:

$$d_t^{0.607} - d_0^{0.607} = 1.25 \times 10^{19} t^{0.783} \exp\left(-\frac{528989}{RT}\right) \quad (9)$$

总之,主要研究了热变形前的加热工艺对 U720Li 合金组织演变行为的影响,为选取最优加热温度及保温时间提供了一定理论指导和数据支持。在后续的工作中,将在此基础上开展热压缩实验,研究 U720Li 合金

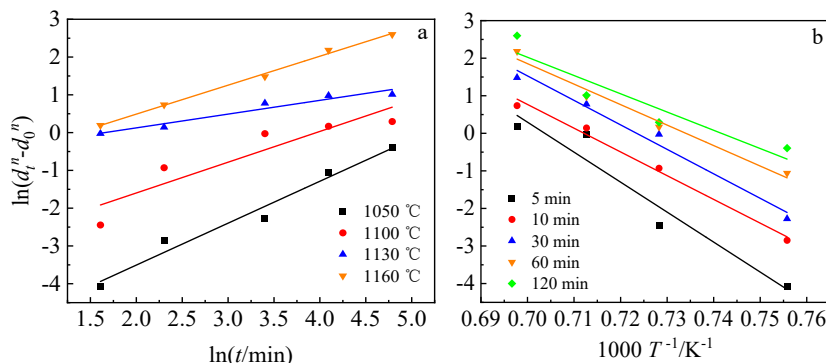


图 16 晶粒长大指数 n 为 0.5 时 $\ln(d_t^n - d_0^n) - \ln t$ 和 $\ln(d_t^n - d_0^n) - 1/T$ 关系

Fig.16 $\ln(d_t^n - d_0^n) - \ln t$ (a) and $\ln(d_t^n - d_0^n) - 1/T$ (b) curves when the grain growth index n is 0.5

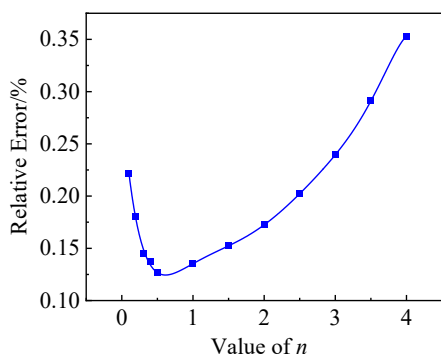


图 17 1050~1160 °C 温度区间内模型预测误差与晶粒长大指数 n 的关系

Fig.17 Relationship between model prediction error and grain growth index n in the temperature range of 1050-1160 °C

经不同加热工艺处理后的热变形行为, 构建相应的热加工图并优化热加工工艺。

3 结 论

1) 一次 γ' 的平均面积分数及尺寸随加热温度升高及保温时间的延长逐渐减小。当加热温度低于 1130 °C 时, 一次 γ' 溶解缓慢; 而超过 1130 °C 时, 其溶解速率明显提高, 且在 1180 °C 保温 30 min 一次 γ' 完全溶解。细小二次 γ' 比粗大一次 γ' 更易溶解, 在 1100 °C 保温 30 min 二次 γ' 就已完全溶解。

2) U720Li 合金的晶粒尺寸随加热温度升高及保温时间延长逐渐增大。当加热温度低于 1130 °C 时, 晶粒长大缓慢; 而高于 1130 °C 时, 一次 γ' 的快速溶解弱化了晶界钉扎作用, 使晶粒长大速度加快; 当加热温度达到 1180 °C 时, 在短时间内就发生了一次 γ' 的不均匀回溶, 导致晶粒异常长大, 形成混晶组织。

3) 采用 Sellars 和 Anelli 的综合模型建立了 U720Li 合金在 1050~1160 °C 温度范围内的晶粒长大动力学模型:

$$d_t^{0.607} - d_0^{0.607} = 1.25 \times 10^{19} t^{0.783} \exp\left(-\frac{528989}{RT}\right)$$

参考文献 References

- [1] Darolia R. *International Materials Reviews*[J], 2019, 64(6): 355
- [2] Zhang Beiji Jiang(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
- [3] Monajati H, Taheri A K, Jahazi M *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2005, 36: 895
- [4] Yamaguchi Y, Hisazawa H, Terada Y. *Materials Transactions*[J],

2019, 60(4): 593

- [5] Zhao Guangdi, Liu Fang, Zang Ximin *et al. Rare Metals*[J], 2021, 40(5): 1145
- [6] Chen Jiayu, Dong Jianxin, Zhang Maicang *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 673: 122
- [7] Jiang 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
- [8] Sun Yaru(孙雅茹), Sun Wenru(孙文儒), Guo Shouren(郭守仁) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2013, 34(3): 50
- [9] Cheng Junyi(程俊义), Xiong Jiangying(熊江英), Liu Chao-feng(刘朝峰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(2): 699
- [10] Shajari Y, Razavi S H, Seyedraoufi Z S *et al. Metallography, Microstructure, and Analysis*[J], 2021, 10(4): 441
- [11] Huang Shuo(黄 烁). *Microstructure Control and Mechanical Properties Optimization of GH4706 Wrought Superalloy*(变形高温合金 GH4706 组织控制与力学性能优化)[D]. Shenyang: Northeastern University, 2015
- [12] Wan Zhipeng, Hu Lianxi, Sun Yu *et al. Vacuum*[J], 2018, 156: 248
- [13] Jia C L, Ge C C, Yan Q Z. *Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 659: 287
- [14] Wang T, Fu S H, Li Z *et al. Advanced Materials Research*[J], 2013, 709: 161
- [15] Wan Zhipeng(万志鹏), Wang Tao(王 涛), Li Zhao(李 钊) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2020, 41(8): 173
- [16] Lan Bo(兰 博), Yu Qiuying(于秋颖), Zhang Mincong(张敏聪) *et al. Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2017, 46(8): 107
- [17] Qu Jinglong(曲敬龙), Yi Chushan(易出山), Chen Jingwei(陈竞炜) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2020, 48(8): 73
- [18] Du Jinhui(杜金辉), Zhao Guangpu(赵光普), Deng Qun(邓 群) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2016, 36(3): 27
- [19] Wang Mingqing(王民庆), Qu Jinglong(曲敬龙), Yin Tiezhi(殷铁志) *et al. Journal of Iron and Steel Research*(钢铁研究学报)[J], 2010, 22(9): 28
- [20] Zhao Guangdi(赵广迪). *Effect of B and C on Solidification Segregation and Hot Ductility of U720Li Alloy*(B 和 C 对 U720Li 合金凝固偏析和热加工塑性的影响)[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2017

- [21] Su Xing(苏 醒), Shi Songyi(史松宜), Lv Xudong(吕旭东). *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2022, 46(10): 48
- [22] Liu Guangxu(刘光旭), Wang Xiaofeng(王晓峰), Yang Jie(杨杰) et al. *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2022, 40(3): 218
- [23] Yu Qiuying(于秋颖), Zhang Maicang(张麦仓), Dong Jianxin(董建新) et al. *Chinese Journal of Engineering*(工程科学学报)[J], 2013, 35(6): 763
- [24] Ruan J J, Ueshima N, Oikawa K. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 737: 83
- [25] Li Xinxu, Jia Chonglin, Zhang Yong et al. *Vacuum*[J], 2020, 177: 109379
- [26] Gong Bao(龚 豹), Li Yang(李 洋), Cheng Muhua(成慕华). *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2018, 43(6): 148
- [27] Tang Chao(唐 超), Zhang Xiaomeng(张筱萌), Luo Junpeng(罗俊鹏) et al. *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2022, 46(6): 177
- [28] Monajati H, Jahazi M, Bahrami R et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 373(1-2): 286
- [29] Guo Haokun(郭浩坤), Luo Jiao(罗 皎), Zhang Zhigang(张志刚). *Journal of Netshape Forming Engineering*(精密成形工程)[J], 2022, 14(4): 28
- [30] Wang Chaoyuan(王超渊), Dong Yunpeng(东贇鹏), Song Xiaojun(宋晓俊) et al. *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2016, 36(5): 14
- [31] Liu Min, Zheng Wenjie, Xiang Jinzhong et al. *Journal of Iron and Steel Research International*[J], 2016, 23(10): 1111
- [32] Zhang Wenwen(张文文), Feng Yang(冯 阳), Wang Shuaijie(王帅杰) et al. *Journal of Plasticity Engineering*(塑性工程学报)[J], 2022, 29(10): 117
- [33] Lv Shaomin(吕少敏). *Research on Hot Deformation Behavior and Microstructure-properties Control of GH4151 Alloy*(GH4151 合金高温变形行为及组织与性能控制研究)[D]. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2021

Effect of Heating Process on γ' Dissolution and Grain Growth Behavior of Hard-Deformed Superalloy U720Li

Wu Jinjiang, Zhao Guangdi, Jiang Haoyuan, Sun Yixuan, Wang Bo

(School of Materials and Metallurgy, University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, China)

Abstract: The heating process before deformation has a significant influence on the hot workability of superalloys. The evolution behavior of γ' characteristic and grain structure with the heating temperature and holding time in hard-deformed superalloy U720Li were studied by isothermal heating experiments. The results show that the area fraction and size of primary γ' decrease with the increase in heating temperature and holding time. The dissolution of fine secondary γ' is easier than that of the coarse primary γ' . The former can be completely dissolved after holding at 1100 °C for 30 min, while the latter can be completely dissolved after holding at 1180 °C for 30 min. The continuous dissolution of primary γ' weakens its pinning effect on grain boundaries, causing the average grain size to gradually increase with the increase in heating temperature and holding time. Moreover, as the temperature increases to 1180 °C (higher than γ' dissolution temperature), the grains undergo abnormal growth in a short space of time, forming a mixed grain structure. Finally, according to the grain growth behavior under different heating conditions, a grain growth kinetic model for U720Li alloy is established.

Key words: U720Li alloy; heating process; γ' precipitate; grain growth

Corresponding author: Zhao Guangdi, Ph. D., Associate Professor, School of Materials and Metallurgy, University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, P. R. China, Tel: 0086-412-5929381, E-mail: gdzhao12s@alum.imr.ac.cn