

一种 Ni-Mo 系高温合金的热变形行为及其组织演变

罗 锐^{1,4}, 盛冬华^{1,2}, 王资兴², 高 佩³, 陈乐利¹, 徐昊翔², 曹甫洋¹

(1. 江苏大学 材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212013)

(2. 江苏省产业技术研究院 先进金属材料及应用技术研究所, 江苏 常熟 215506)

(3. 江苏银环精密钢管有限公司, 江苏 宜兴 214203)

(4. 重庆大学 高端装备机械传动全国重点实验室, 重庆 400044)

摘 要:利用先进的 Gleeble 热模拟技术和电子背散射衍射 (EBSD) 等表征手段研究了一种 Ni-Mo 系高温合金 (Hastelloy B3 合金) 在变形温度 950~1250 °C、变形速率 0.01~5 s⁻¹ 条件下的热变形行为和微观组织演变。基于峰值应力构建了该合金的 Arrhenius 双曲-正弦本构模型。根据加工硬化率-应变曲线确定 Hastelloy B3 合金的动态再结晶 (DRX) 临界应变, 并基于 Avrami 方程建立其 DRX 体积分数模型。结果表明: DRX 行为倾向于高温和低速率的变形参数下发生。通过 EBSD 对该合金变形组织的晶界角度和位错密度进行分析可知, 位错易在原始晶粒边界处聚集形成小角度晶界进而演变为大角度晶界, 因而 Hastelloy B3 合金的主要 DRX 机制被确定为不连续动态再结晶 (discontinuous dynamic recrystallization, DDRX) 为主, 连续动态再结晶 (continuous dynamic recrystallization, CDRX) 为辅。

关键词: Hastelloy B3; 动态再结晶; 本构方程; 临界应变; 再结晶动力学

中图分类号: TG1132.3⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)11-3111-10

Hastelloy B3 合金是在 Hastelloy B2 合金的基础上改进的一种固溶强化型 Ni-Mo 系高温合金。由于 Mo 元素含量高达 29%, Hastelloy B3 合金对纯盐酸、氢溴酸和硫酸具有极高的耐腐蚀性, 因而被广泛用于化学加工工业, 尤其是用于制造纯还原酸的反应容器^[1]。但同时, 高 Mo 含量使得 Hastelloy B3 合金在锻造、热挤压、热轧等热变形过程中具有极高的变形抗力且变形特性不稳定^[2], 尤其是在实际 Hastelloy B3 无缝钢管热挤压成型过程中易出现壳体裂纹、表面缺陷、晶粒尺寸不均匀等失效现象, 使成品性能无法达到验收标准。因此, 探索该合金的热变形特性和组织演变规律具有重要的实际工程价值。

在微观方面, 材料的理想性能取决于合理的微观结构。对于奥氏体不锈钢等低层错能的金属及合金, 显微组织的控制主要是由热变形过程中的动态再结晶 (DRX) 行为来实现的, 合理利用 DRX 的作用能够细化晶粒, 提高材料的各项性能^[3]。在热变形过程中, 变形温度、应变、速率等因素直接影响 DRX 的进程, 而本构方程可精确测量和描述材料热变形周期中各阶段的 DRX 行为^[4-5]。Zhu 等^[6]建立 Cr-Ni-Mo-Nb 合金的 Arrhenius

本构方程, 并证实其对于材料在不同变形参数下的变形抗力具有良好的预测能力。陈由红等^[7]构建了 GH710 合金的本构方程并导入到 Deform-3D 软件中, 成功对该合金的热挤压过程进行了有限元模拟仿真, 同时也验证了本构方程的可靠性。然而, 仅靠本构方程对流变应力的预测来判断 DRX 状况具有一定局限性, 难以定量分析微观组织中 DRX 组织占比。目前, Avrami 动力学模型^[8-9]已广泛用于金属材料的 DRX 体积分数分析。Wang 等^[10]通过本构方程和构建 DRX 动力学模型的方法阐述了变形温度和应变速率对 Mg-Bi-Ca 合金 DRX 临界应变和 DRX 含量的影响, 为该合金的热变形提供了理论指导。Yan 等^[11]研究了 Ni-Cr-Mo 合金的 DRX 动力学随变形参数的变化规律, 并探索合金在热压缩过程中的亚结构的变化和相互作用, 深度分析了该合金 DRX 进程。Luo 等^[12]通过构建 Avrami 图像分析了变形参数对 Fe-Cr-Ni-Al-Nb 合金组织演变的影响, 揭示了该合金在高温变形过程中存在连续动态再结晶 (CDRX)、不连续动态再结晶 (DDRX) 等不同的 DRX 机制。如前所述, 构建本构模型、再结晶动力学模型的方法对于研究合金的热变形行为是切实可行的, 对于研究金属材料的

收稿日期: 2024-01-05

基金项目: 重庆大学高端装备机械传动全国重点实验室 (SKLMT-MSKFKT-202219); 江苏省自然科学基金 (BK20220548); 新金属材料国家重点实验室 (2022-Z21); 江苏省先进结构材料与应用技术重点实验室开放基金 (ASMA202203)

作者简介: 罗 锐, 男, 1988 年生, 博士, 副教授, 江苏大学材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212013, E-mail: luoruiwei@163.com

DRX 进程和组织演变意义重大。

本研究通过构建 Hastelloy B3 合金的高温本构方程和 DRX 动力学模型,并借助电子背散射衍射 (EBSD) 技术进行变形组织演变分析,揭示关键变形参数与 DRX 行为的内在关联,明确该合金在变形过程中的再结晶演变机制,为这类固溶强化型 Ni-Mo 系高温合金的加工成形提供科学理论指导。

1 实 验

本研究所用材料为江苏银环精密钢管公司提供的锻造态 Hastelloy B3 合金,原始组织由等轴晶和孪晶组成,平均晶粒尺寸约为 37.43 μm 。化学成分如表 1 所示,可知 Mo 含量占比 29.05%。该 Hastelloy B3 合金在实验前已进行 1150 $^{\circ}\text{C}\times 24\text{ h}$ 的均匀化退火,为简化试验,对试样进行 1150 $^{\circ}\text{C}\times 10\text{ min}$ 热处理后水淬发现此时合金的晶粒度较 1150 $^{\circ}\text{C}\times 10\text{ min}$ 热处理后无显著影响(图 1c),故单轴压缩试验直接加热至设定温度均热后进行等温压缩,进而模拟该合金实际的热挤压变形过程。

为了研究 DRX 对热变形过程中流变应力演变规律,

本研究利用 Gleeble-3500 热模拟试验机进行单道次压缩试验,模拟了大型构件的热变形过程。将样品加工成 $\Phi 8\text{ mm}\times 12\text{ mm}$ 的圆柱体并将厚度为 0.05 mm 的钼片连接到样品的两端,以减少试验期间的摩擦并防止样品和砧座之间的粘附。基于 Hastelloy B3 合金在工业生产中 1000~1200 $^{\circ}\text{C}$ 的实际热挤压温度,选择 7 种不同温度 (950、1000、1050、1100、1150、1200 和 1250 $^{\circ}\text{C}$) 下的样品,在 4 种不同应变速率 (0.01、0.1、1 和 5 s^{-1}) 下进行单次压缩试验。单次压缩的真实应变为 0.8,并采用 K 型热电偶丝控制试样温度。在试验开始时,以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 的速度将样品加热至变形温度。达到目标温度后,将样品保持 30 s,然后进行恒定速率的热压缩。为保留组织,变形后试样快速水淬至室温。

沿压缩轴将淬火试样切成两半,以观察切面微观组织。观察前,使用 10%高氯酸+90%乙醇蚀刻剂通过电解抛光制备 EBSD 样品,抛光参数为电压 20 V,电流 1 A,抛光时间 20 s。使用 Gemini SEM-300 获得 EBSD 图像,步长为 0.5 μm ,并且待鉴定的相是 Ni 基质 (fcc) 相。扫描数据由 Channel-5 和 AZtecCrystal 软件处理。

2 结果与讨论

2.1 流变曲线

图 2 为 Gleeble 单轴压缩试验获得的 Hastelloy B3 合金真应力-真应变曲线,由于弱动态回复 (dilute dynamic recovery, DRV) 效应^[13]所有曲线都在变形初期表现出

表 1 Hastelloy B3 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of the Hastelloy B3 (wt%)

C	Mn	Nb	Cr	Mo	Al	Fe	Cu	Ni
0.007	0.46	0.03	1.7	29.05	0.34	1.44	0.01	Bal.

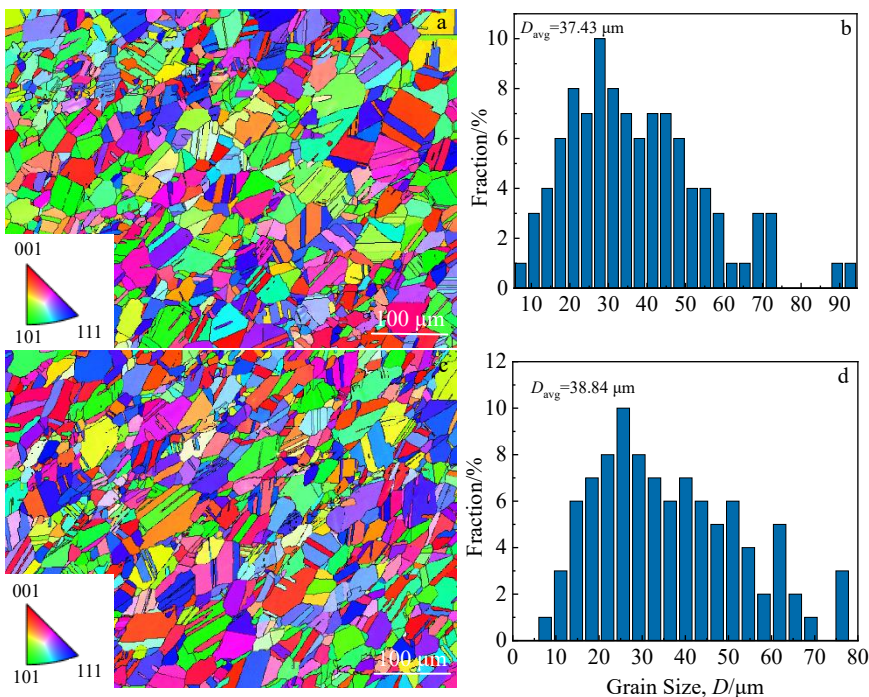


图 1 Hastelloy B3 合金 IPF 图和晶粒尺寸统计

Fig.1 IPF maps (a, c) and grain size statistics (b, d) of the Hastelloy B3: (a-b) before heat treatment and (c-d) after the heat treatment of 1150 $^{\circ}\text{C}\times 10\text{ min}$

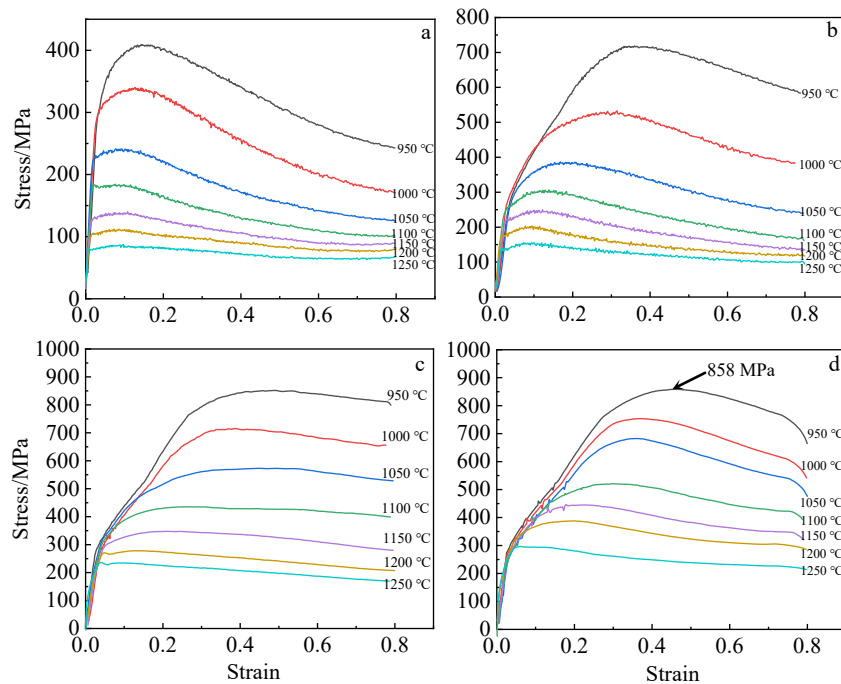


图 2 不同变形速率下 Hastelloy B3 合金的流变曲线

Fig.2 Flow curves of the Hastelloy B3 at different strain rates: (a) 0.01 s^{-1} , (b) 0.1 s^{-1} , (c) 1 s^{-1} , and (d) 5 s^{-1}

相似的加工硬化现象, 即流动应力随真应变的增加而增加, 位错密度逐渐增大。当位错积累的能量达到 DRX 的临界应变时, 流动应力逐渐达到峰值。此后, DRX 引起的软化作用大于加工硬化, 曲线表现出缓慢下降特征。由于高含量 Mo 元素的固溶强化作用, 材料表现出很大的抗变形能力, 在 $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 s^{-1} 变形参数下峰值应力为 858 MPa , 相同变形参数下 N08811 耐热耐蚀合金的峰值应力仅为 300 MPa ^[14], 变形抗力大造成 Hastelloy B3 合金相对较难加工。相同变形速率下, 应力随温度的升高而降低, 这是因为较高的温度有利于 DRX 的发生, 因此软化效应更为显著。在相同的变形温度下, 如图 2a、2b 所示, 变形速率越快, 应力越大, 峰值应力发生点的应变值从 0.01 s^{-1} 速率时的 0.14 增加到 0.1 s^{-1} 速率时的约 0.34 , 这是因为变形速率越高, 动态软化的时间越短, 导致加工硬化效果增强。

2.2 构建本构模型

为了预测各变形参数下的流变应力, Sellars 和 McTegart^[15]提出一种 Arrhenius 型双曲-正弦本构模型, 其不同应力水平有不同的表达式:

$$\dot{\varepsilon} = A_1 \sigma^n \exp\left[-\frac{Q}{RT}\right] \quad (\alpha\sigma < 0.8) \quad (1)$$

$$\dot{\varepsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma) \exp\left[-\frac{Q}{RT}\right] \quad (\alpha\sigma > 1.2) \quad (2)$$

$$\dot{\varepsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left[-\frac{Q}{RT}\right] \quad (\text{all conditions}) \quad (3)$$

式中, A 、 A_1 、 A_2 、 n_1 、 β 、 α 为材料常数; $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率, s^{-1} ; T 为变形温度, K ; σ 为变形抗力, MPa ; n 为应力指数; Q 为材料热变形激活能, kJ/mol ; R 为理想气体常数, $\text{J/(mol}\cdot\text{K)}$ 。

分别对式 (1) 和式 (2) 两边取对数, 整理可得式 (4) 和式 (5):

$$\ln \sigma = \frac{1}{n_1} \ln \dot{\varepsilon} + \frac{1}{n_1} \left(\frac{Q}{RT} - \ln A_1 \right) \quad (4)$$

$$\sigma = \frac{1}{\beta} \ln \dot{\varepsilon} + \frac{1}{\beta} \left(\frac{Q}{RT} - \ln A_2 \right) \quad (5)$$

将式 (4) 中 $\ln \dot{\varepsilon}$ 与 $\ln \sigma$ 拟合得 $n_1=6.2387$ (图 3a), 将式 (5) 中 $\ln \dot{\varepsilon}$ 与 σ 拟合得 $\beta=0.0192$ (图 3b), 由 $\alpha=\beta/n_1$ 得出 $\alpha=0.00308$ 。

对式 (3) 两边求对数, 整理可得式 (6):

$$\ln [\sinh(\alpha\sigma)] = \frac{1}{n} (\ln \dot{\varepsilon}) + \frac{Q}{nRT} - \frac{\ln A}{n} \quad (6)$$

由式 (6) 可知, 在 T 为定值时, $\ln \dot{\varepsilon}$ 和 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$, 呈线性关系, 取线性拟合线的平均斜率 (图 3c), 确定峰值应力处的 n 值为 4.3381 。同理, 式 (6) 在 $\dot{\varepsilon}$ 为定值时, $1000/T$ 与 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 呈线性关系, 将二者进行线性拟合并取平均值 (图 3d), 得到 Hastelloy B3 合金的变形激活能 $Q=453.3778 \text{ kJ/mol}$, 对比 Ouyang 等^[16]所研究的 Co-Ni 系合金, 热激活能 Q 值仅为 370 kJ/mol 。这表明此类固溶强化型 Ni-Mo 系镍基高温合金的热变形难度

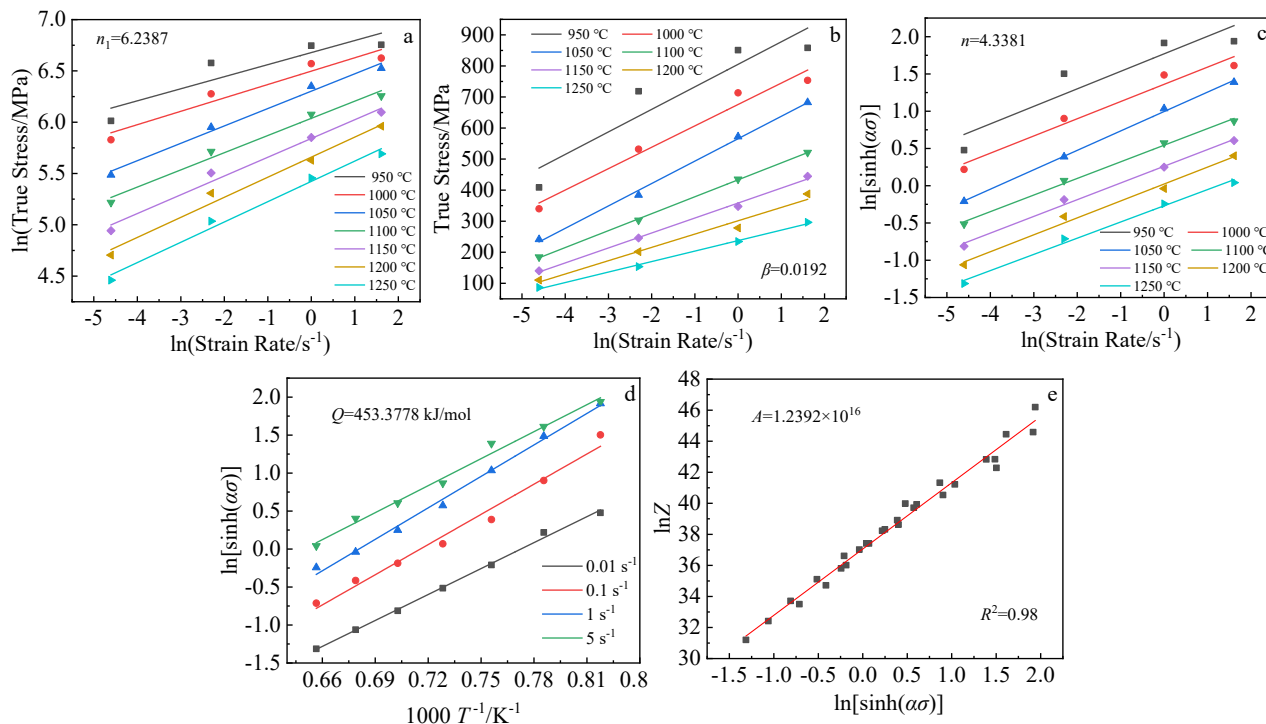


图 3 Hastelloy B3 合金本构模型拟合结果

Fig.3 Constitutive model fitting results of the Hastelloy B3

较大。根据 Zener 和 Hollomon 的研究,金属和合金高温塑性变形的应变速率受热活化过程控制,流变应力、应变速率和变形温度之间存在如下关系^[17]:

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (7)$$

式中, Z 为 Zener-Hollomon 参数, 将 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $\ln Z$ 线性拟合(图 3e), 求得 $A=1.2392 \times 10^{16}$ 。从而合金的高温本构方程为:

$$\dot{\varepsilon} = 1.2392 \times 10^{16} [\sinh(0.00308\sigma)]^{4.3381} \exp\left(-\frac{54531.85}{T}\right) \quad (8)$$

2.3 动态再结晶的临界条件

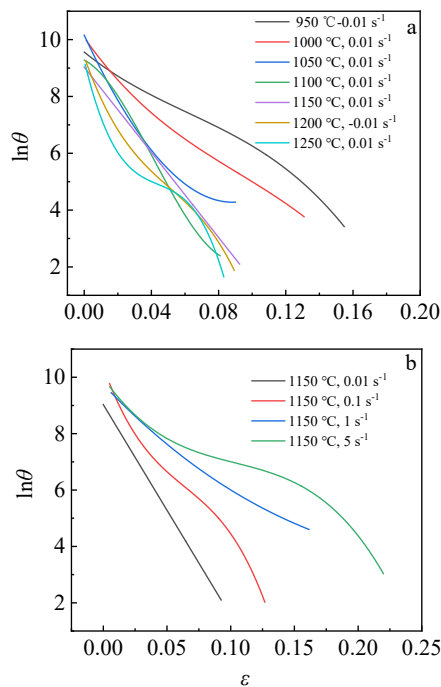
随着热压缩变形量的增大, 位错密度逐渐增大, 当位错密度达到临界值时, DRX 开始。因此, 临界应变点的确定对预测这类 Ni-Mo 系高温合金 DRX 行为的发生极为重要。根据 Poliak 和 Jonas^[18]的理论, 临界应变点对应为真应变(ε)与加工硬化率(θ , $\theta=d\sigma/d\varepsilon$)三次多项式拟合曲线的拐点, 表达式如下所示:

$$\theta = A\varepsilon^3 + B\varepsilon^2 + C\varepsilon + D \quad (9)$$

式中, A 、 B 、 C 、 D 为曲线系数。

绘制 Hastelloy B3 合金在 0.01 s^{-1} 速率下不同温度变形参数下的 $\ln\theta$ - ε 曲线, 如图 4 所示。在变形初期, 由于动态回复的影响, 加工硬化率陡然下降; 随着应变量的增加, 曲线在某个应变量出现了拐点, 这个拐点切线斜率

的绝对值最小, 即为临界应变点。之后加工硬化率在 DRX 的作用下迅速下降。

图 4 Hastelloy B3 合金的 $\ln\theta$ - ε 三次多项式拟合曲线Fig.4 $\ln\theta$ - ε cubic polynomial fit curves for the Hastelloy B3:

(a) different temperatures and (b) different strain rates

为使临界变形条件的标定更为准确, 绘制 Hastelloy B3 合金在不同变形条件下的 $(-\ln\theta/d\varepsilon)-\varepsilon$ 三次多项式拟合曲线, 相较于 $\ln\theta-\varepsilon$ 三次多项式拟合曲线临界点的位置更为清晰。如图 5 所示, 曲线的最低点的横坐标即为 Hastelloy B3 合金在此变形条件下的临界应变。不难看出, 随着变形温度的提高和速率的降低, 临界变形量越来越小, 材料 DRX 过程的发生提前。

本研究引入 Sellars 临界应变模型来表征临界应变与峰值应变的线性关系^[19], 其表达式为:

$$\varepsilon_c = k\varepsilon_p \quad (10)$$

$$\varepsilon_c = aZ^b \quad (11)$$

式中 ε_c 为临界应变; ε_p 为峰值应变; k 、 a 、 b 为常数。

Z 为 Zener-Hollomon 参数, 根据上文的运算结果得 $Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp(-54531.85/T)$ 。

图 6a 为 Hastelloy B3 合金的 $\varepsilon_c-\varepsilon_p$ 线性拟合, 求出常数 k 值为 0.551, 代入到式 (10) 得到峰值应变和临界应变的关系式:

$$\varepsilon_c = 0.551\varepsilon_p \quad (12)$$

对式 (11) 两侧取对数可得:

$$\ln\varepsilon_c = \ln a + b\ln Z \quad (13)$$

可以看出 $\ln\varepsilon_c$ 和 $\ln Z$ 呈线性关系, 且 $\ln a$ 是截距、 b 为斜率。绘制 $\ln\varepsilon_c-\ln Z$ 线性拟合图, 如图 6b 所示得出

$\ln a = -7.76$, 即 $a = 4.26 \times 10^{-4}$, $b = 0.14$, 则临界应变与 Z 参数的关系为:

$$\varepsilon_c = 4.26 \times 10^{-4} Z^{0.14} \quad (14)$$

2.4 再结晶动力学

DRX 是高温合金塑性变形中尤为关键的动态软化行为, 合理控制变形温度和变形速率等参数有助于获得细晶结构从而改善材料的力学性能^[20]。构建 DRX 体积分数模型可以模拟出不同变形参数下 DRX 晶粒的比例, 是研究 DRX 的有效方法^[21]。一般来说, 高温合金在热变形过程中的 DRX 行为遵循 Avrami 定律^[12]:

$$X_{\text{DRX}} = 1 - \exp \left[-k \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p} \right)^m \right] \quad (15)$$

式中, X_{DRX} 为 DRX 体积分数; k 、 m 为 Avrami 参数, 由材料成分及变形参数决定; ε 为真应变。

因为 Hastelloy B3 合金的主要动态软化机制是 DRX, 所以再结晶体积分数可用以下公式来计算:

$$X_{\text{DRX}} = \frac{\sigma_p - \sigma}{\sigma_p - \sigma_{ss}} \quad (16)$$

式中, σ 为瞬时应力, MPa; σ_p 为峰值应力, MPa; σ_{ss} 为稳态应力, MPa。

将式 (16) 代入式 (15), 并对所得方程的两侧取

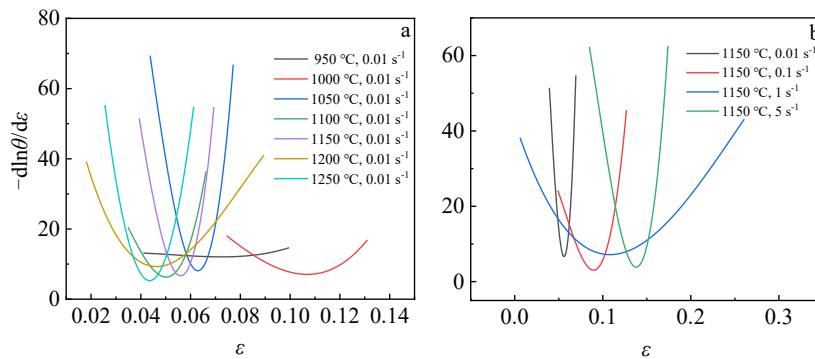


图 5 Hastelloy B3 合金的 $(-\ln\theta/d\varepsilon)-\varepsilon$ 三次多项式拟合曲线

Fig.5 $(-\ln\theta/d\varepsilon)-\varepsilon$ cubic polynomial fit curves for the Hastelloy B3: (a) different temperatures and (b) different strain rates

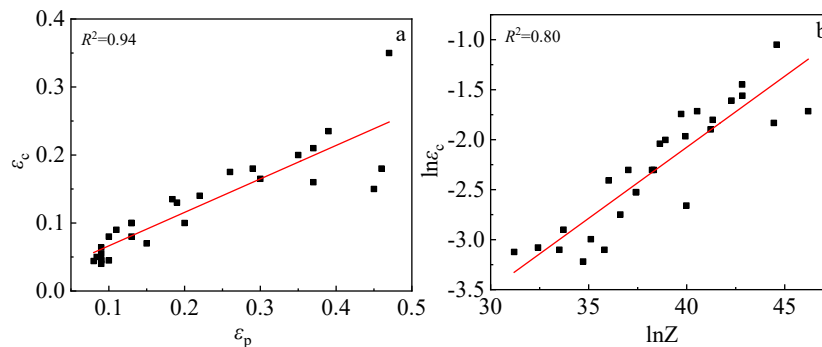


图 6 Hastelloy B3 合金的临界再结晶模型

Fig.6 Critical recrystallisation model for the Hastelloy B3: (a) $\varepsilon_c-\varepsilon_p$ and (b) $\ln\varepsilon_c-\ln Z$

自然对数可得:

$$\ln[-\ln(1-X_{\text{DRX}})] = \ln k + m \ln\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p}\right) \quad (17)$$

绘制 $\ln[-\ln(1-X_{\text{DRX}})]$ 与 $\ln[(\varepsilon - \varepsilon_c)/\varepsilon_p]$ 的线性拟合直线, 如图 7 所示, 其斜率即为 m 值, 截距即为 $\ln k$ 值进而得到 k 值。将不同变形条件下的 k 和 m 分别求平均, 则 k 和 m 的平均值分别为 0.07、4.76, 则 Hastelloy B3 合金的 Avrami 方程为:

$$X_{\text{DRX}} = 1 - \exp\left[-0.07\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p}\right)^{4.76}\right] \quad (18)$$

基于式 (18), 计算出 Hastelloy B3 合金在不同变形

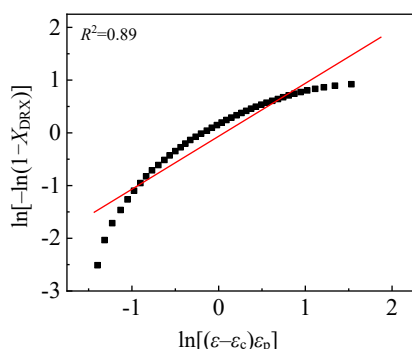


图 7 950 °C, 0.01 s⁻¹ 参数下 $\ln[-\ln(1-X_{\text{DRX}})]$ 与 $\ln[(\varepsilon - \varepsilon_c)/\varepsilon_p]$ 的线性拟合结果

Fig.7 Results of linear fit of $\ln[-\ln(1-X_{\text{DRX}})]$ - $\ln[(\varepsilon - \varepsilon_c)/\varepsilon_p]$ at 950 °C, 0.01 s⁻¹

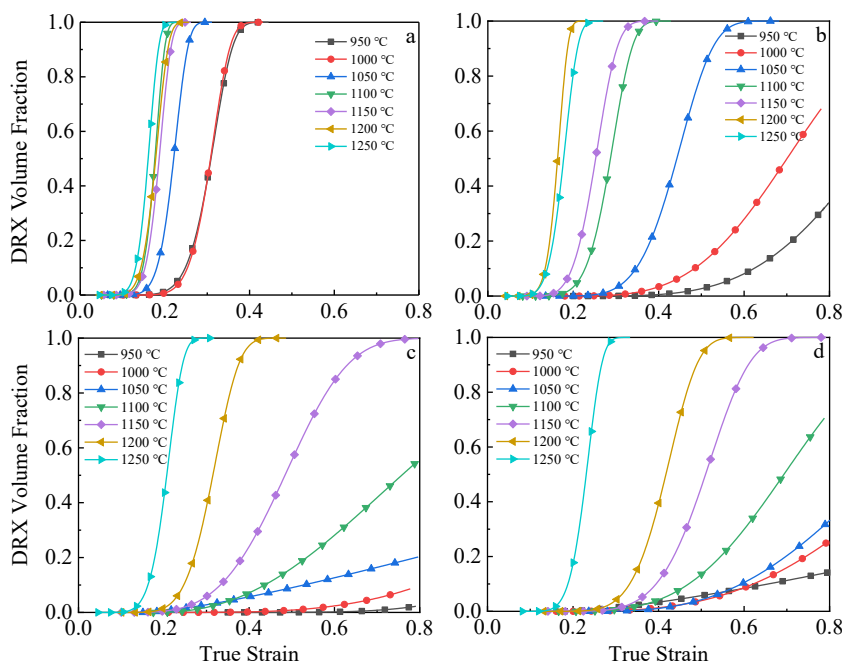


图 8 不同应变速率下 Hastelloy B3 合金的 Avrami 曲线

Fig.8 Avrami curves of the Hastelloy B3 at different strain rates: (a) 0.01 s⁻¹, (b) 0.1 s⁻¹, (c) 1 s⁻¹, and (d) 5 s⁻¹

条件下的 DRX 体积分数, 构建 Avrami 曲线如图 8 所示。可知其 DRX 体积分数随着应变量的增加而不断提高, 曲线逐渐呈现出“S”状。在同样应变下, 温度越高速率越慢, DRX 程度越高, 并在温度和速率达到一定阈值时 DRX 体积分数为 100%。这表明 Hastelloy B3 合金 DRX 的形核与晶粒长大更倾向于高温低速率的变形参数。

2.5 热变形参数与组织演变

2.5.1 变形温度对组织的影响

图 9 为 Hastelloy B3 合金在 0.8 真应变, 0.1 s⁻¹ 速率下不同温度变形的显微组织。从图中可以看出, 1000 °C 变形温度下, 合金的再结晶程度不高, 呈现出大量细小再结晶晶粒包围着初始晶粒的状态。初始晶粒由于受力拉长, 晶界锯齿状, 出现明显的“胀形”, 这被认为是 DRX 的形核前奏^[22]。温度升高到 1100 °C, 合金几乎完全再结晶, 初始晶粒被 DRX 晶粒吞没, 形成平均晶粒尺寸仅为 3.78 μm 的等轴 DRX 细晶。这是由于温度升高增加了新相和母相之间的自由能差, 促进了晶界的迁移, 再结晶形核率增大, 再结晶程度提高。温度升高同时还增加了晶粒生长的驱动力, 合金在 1200 °C 时已完全再结晶且晶粒发生粗化, 平均晶粒尺寸达到了 10.05 μm, 已有研究表明^[23], 过大的再结晶晶粒对材料的拉伸性能等产生不利影响。同时, 在此变形参数下, 新生再结晶晶粒内部出现大量孪晶, 发生孪生变形。有研究表明, 镍基合金易在高温低速率的情况发生孪生变形^[24]。

2.5.2 变形速率对组织的影响

图 10 为 Hastelloy B3 合金在 0.8 真应变, 1100 °C 温

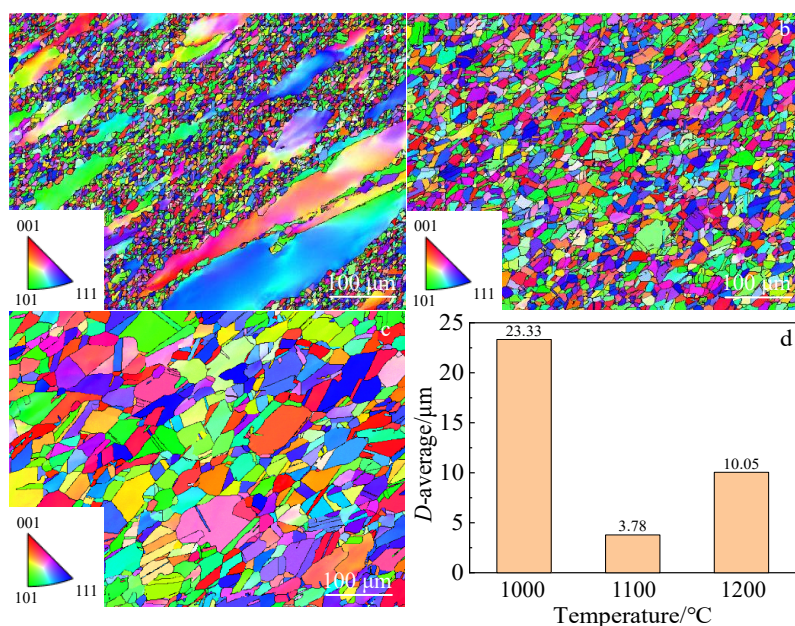


图 9 不同变形温度对组织的影响

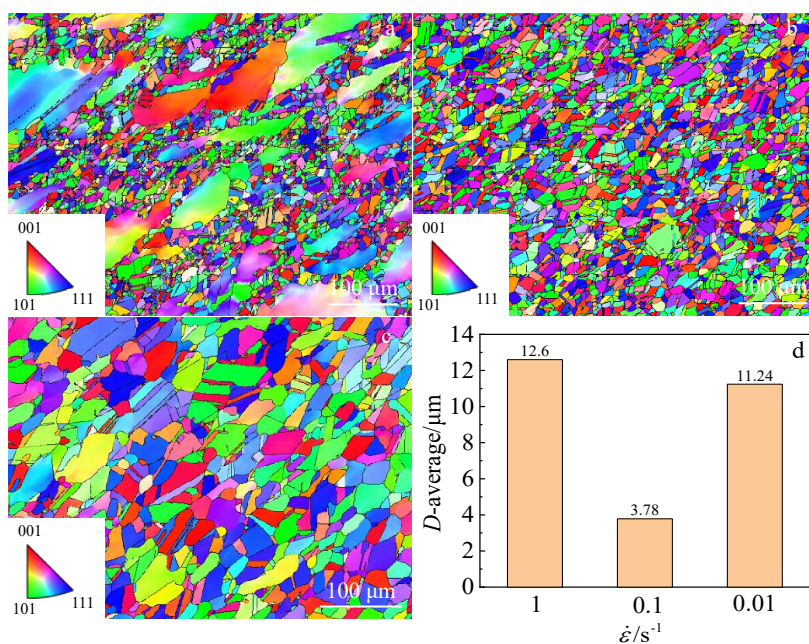
Fig.9 Influence of deformation temperatures on microstructure at 0.1 s⁻¹: (a) 1000 °C, (b) 1100 °C, (c) 1200 °C; (d) average grain size

图 10 不同变形速率对组织的影响

Fig.10 Influence of deformation rates on microstructure at 1100 °C: (a) 1 s⁻¹, (b) 0.1 s⁻¹, (c) 0.01 s⁻¹; (d) average grain size

度下不同变形速率的显微组织。如图 10b 所示, 在此温度下, 合金在 0.1 s⁻¹ 速率下已经发生了完全再结晶, 这和图 8 所给出 Avami 曲线的结果一致。在更慢速率 0.01 s⁻¹ 下, 再结晶晶粒的形核和长大有充足的时间, 使得不仅发生完全再结晶且再结晶晶粒发生了一定程度的长大, 平均晶粒度为 11.24 μm。而在 1 s⁻¹ 的高应变速率下, 位错在晶界处塞积和钉扎, 短时间内的应变量大, 导致无

法全部释放储存的能量, 使得再结晶比例少。同时, 较高应变速率也使晶界迁移的时间不足, 仍然有较多的变形晶界和拉长晶粒。此外, 在 DRX 晶粒中还观察到孪晶的存在, 在较高的应变速率下, 孪晶的畸变和亚晶能够为 DRX 提供额外的形核位点, 弥补了较高应变速率下 DRX 形核时间有限的不利影响。因此, 孪晶在一定程度上促进了 DRX 成核过程。

2.6 再结晶形核机制

通常认为,对于中低层错能的镍基合金来说再结晶机制主要为连续动态再结晶(CDRX)与不连续动态再结晶(DDRX)^[25]。材料在压缩时,位错易在晶界处以及孪晶界处产生与聚集,使得原始晶界发生应变诱导迁移,晶界不再平直,当应变或位错密度达到临界值后,晶界处产生新的再结晶晶粒^[26]。这些在晶界处产生的再结

晶晶粒被称为 DDRX 晶粒。CDRX 是由于亚晶粒的持续旋转而引发的再结晶现象^[27]。在发生塑性变形的过程中,位错在晶粒内部聚集形成亚晶粒并不断吸收周边位错,由此在晶粒内部形成一个独立的 CDRX 晶粒。

为了进一步研究 Hastelloy B3 合金的 DRX 组织演化 and 机制,图 11 给出了 1100 °C, 0.1 s⁻¹ 条件不同真应变量的热变形 Hastelloy B3 合金的 IPF 图、GB 图和 GND

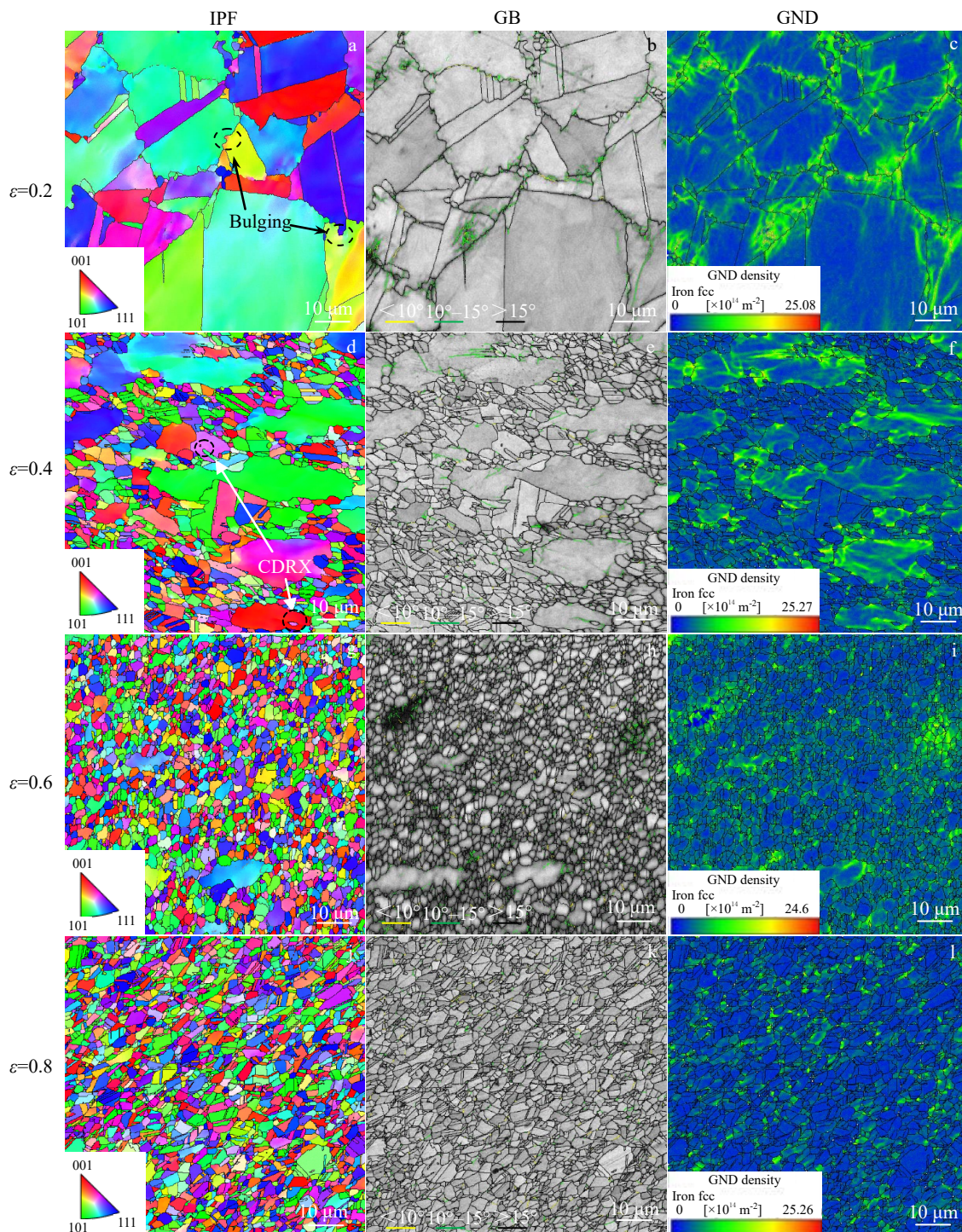


图 11 1100 °C, 0.1 s⁻¹ 条件下不同应变量热变形 Hastelloy B3 合金的 IPF 图、GB 图和 GND 图

Fig.11 IPF, GB and GND diagrams of the Hastelloy B3 thermally deformed at 1100 °C, 0.1 s⁻¹ with different strain parameters

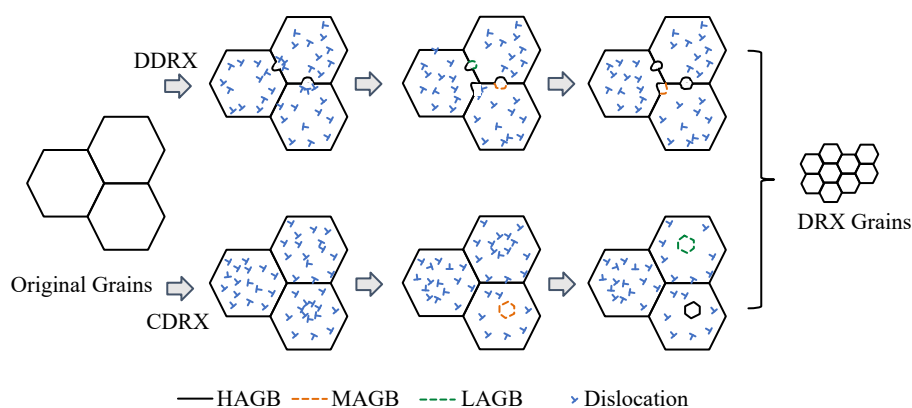


图 12 Hastelloy B3 合金动态再结晶机制示意图

Fig.12 Schematic diagram of the dynamic recrystallisation mechanism of the Hastelloy B3

图。当应变量仅为 0.2 时,晶粒仍然近似于等轴晶形态,部分晶界弓出,为 DRX 提供形核位点。如图 11c,位错在晶界处大量聚集缠结,有研究指出,位错在晶界处缠结形成位错墙,随应变量的增加逐渐演化为亚晶界,与原始晶界的弓出部分相连从而形成细小的 DDRX 晶粒^[28]。值得注意的是,部分原始大角度晶界转化为中等角度晶界,更易与位错墙缠连形成亚晶。当真应变量增加到 0.4 时,可以看出原始晶粒被大量拉长,晶界处产生大量新生等轴 DRX 晶粒。另外,在此应变量下也观察到少量 CDRX 晶粒的存在,而原始晶粒内部亚结构不明显,说明 CDRX 在 Hastelloy B3 合金热变形中所占比重较少,对 DRX 起到次要作用。CDRX 的产生是由于应力诱导位错增殖与重排,在原始晶粒内部形成位错壁垒逐渐演化为具有小角度晶界特征的亚晶粒,亚晶界在变形过程中吸收周边位错并持续旋转成大角度晶界,最终形成取向不同于原始晶粒的 CDRX 晶粒。在 GND 图发现,原始晶粒内部和边界处的蓄能高,而新生再结晶晶粒都处在低能状态,表明 DRX 即为高能状态下的拉长晶粒转化为低能再结晶等轴晶粒的过程。

真应变量达到 0.6,此时合金再结晶程度很高,视场内大多为等轴晶粒,仅有少量尺寸较小的拉长晶粒,位错发生滑移重排。在 0.8 真应变下,合金在此变形条件下已经完全再结晶,组织均为晶界平直的等轴晶粒。基于上述研究,作出该合金 DRX 机制图(图 12),Hastelloy B3 合金的主要 DRX 机制被确定为 DDRX 为主,CDRX 为辅。

3 结 论

1) Hastelloy B3 合金在 950~1250 °C 变形速率为 0.01~5 s⁻¹ 的变形条件下,变形抗力随着温度的升高和速率的降低显著减小,整体呈现出 DRX 的特征。

2) Hastelloy B3 合金在 950~1250 °C、0.01~5 s⁻¹ 的

变形范围内,热变形激活能 Q 为 453.3778 kJ/mol,峰值应力本构方程为:

$$\dot{\varepsilon} = 1.2392 \times 10^{16} [\sinh(0.00308\sigma)]^{4.3381} \exp\left(-\frac{54531.85}{T}\right)$$

3) 根据 Avrami 方程建立 Hastelloy B3 合金的 DRX 体积分数模型,其表达式为:

$$X_{\text{DRX}} = 1 - \exp\left[-0.07 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p}\right)^{4.76}\right]$$

4) 在 Hastelloy B3 合金热变形的过程中,DRX 的进程随变形温度的升高和变形速率的降低而加快,DRX 机制以 DDRX 为主,表现为原始晶界的弓出形核而形成新生 DRX 晶粒,而以亚晶持续旋转而形成的 CDRX 则为辅助形核机制。

参考文献 References

- [1] Wang Cheng(王 成), Ju Shaohua(巨少华), Xun Shuling(荀淑玲) et al. *Materials Reports(材料导报)*[J], 2009, 23(3): 71
- [2] Haußmann L, Rehman U H, Matschkal D et al. *Metals*[J], 2021, 11(12): 1909
- [3] Azizi A, Zangeneh S, Mojtahedi M et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2023, 940: 168934
- [4] Zhang Chi, Zhang Liwen, Shen Wenfei et al. *Materials & Design*[J], 2016, 90: 804
- [5] Shi Zhaoxia, Yan Xiaofeng, Duan Chunhua et al. *Journal of Iron and Steel Research, International*[J], 2017, 24(6): 625
- [6] Zhu Shili, Cao Huazhen, Ye Jiansong et al. *Journal of Iron and Steel Research, International*[J], 2015, 22(3): 264
- [7] Chen Youhong(陈由红), Lan Bo(兰 博), Li Jindong(李金栋) et al. *Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 2023, 47(7): 986
- [8] Fan Zhibin, Lin Xiaoping, Dong Yu et al. *Journal of Rare*

- Earths*[J], 2017, 35(9): 920
- [9] Fu Zhixiang(付至祥), Yang Gengwei(杨庚蔚), Xu Yaowen(徐耀文) *et al. Journal of Iron and Steel Research*(钢铁研究学报)[J], 2022, 34(6): 596
- [10] Wang Qinghang, Wang Li, Zhai Haowei *et al. Materials*[J], 2022, 15(22): 7986
- [11] Yan Xintao, Xia Yuchi, He Daoguang *et al. Materials*[J], 2022, 15(9): 3161
- [12] Luo Rui, Chen Leli, Zhang Yuanxiang *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 865: 158601
- [13] Abdelghany A W, Jaskari M, Hamada A S *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 928: 167028
- [14] Jin Shujing(靳淑静), Gu Li(顾 丽), Dang Jun(党 军) *et al. Journal of Plasticity Engineering*(塑性工程学报)[J], 2023, 30(2): 135
- [15] Sellars C M, McTegart W J. *Acta Metallurgica*[J], 1966, 14(9): 1136
- [16] Ouyang Lingxiao, Luo Rui, Gui Yunwei *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2020, 788: 139638
- [17] Zener C, Hollomon H J. *Journal of Applied Physics*[J], 1944, 15(1): 22
- [18] Poliak E I, Jonas J J. *Acta Materialia*[J], 1996, 44(1): 127
- [19] Wang Jian(王 健), Li Quanan(李全安), Chen Xiaoya(陈晓亚) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2023, 44(4): 177
- [20] Wang Linghao, Yang Bin, Li Zhiyong *et al. Transactions of the Indian Institute of Metals*[J], 2021, 74(11): 1
- [21] Jonas J J, Poliak E I. *Materials Science Forum*[J], 2003, 469(426–432): 57
- [22] Li Changmin, Huang Liang, Zhao Mingjie *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2020, 797: 139925
- [23] Deng Shuaishuai(邓帅帅), Yin Wei(尹 巍), Zhang Wei(张 威). *Special Steel*(特殊钢)[J], 2022, 43(3): 95
- [24] Yu Sen(于 森), Chen Leli(陈乐利), Luo Rui(罗 锐) *et al. Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2023, 37(3): 211
- [25] Tian Yuxing(田宇兴), Liu Cheng(刘 成), Cao Hailong(曹海龙) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(11): 3764
- [26] Qu Jinglong, Xie Xingfei, Bi Zhongnan *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 785: 918
- [27] Liu Yanhui, Ning Yongquan, Yao Zekun *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 675: 73
- [28] Li Yinglong(李应隆), Zen Mengting(曾梦婷), Tan Yuanbiao(谭元标) *et al. Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2023, 47(6): 807

Hot Deformation Behaviour and Microstructural Evolution of Ni-Mo Superalloy

Luo Rui^{1,4}, Sheng Donghua^{1,2}, Wang Zixing², Gao Pei³, Chen Leli¹, Xu Haoxiang², Cao Fuyang¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

(2. Institute of Novel Metals and Applied Technologies, Jiangsu Industrial Technology Research Institute, Changshu 215506, China)

(3. Jiangsu Yinhuan Precision Steel Pipe Co., Ltd, Yixing 214203, China)

(4. State Key Laboratory of Mechanical Transmission for Advanced Equipment, Chongqing University, Chongqing 400044, China)

Abstract: The hot deformation behaviour and microstructural evolution of a kind of Ni-Mo alloy (Hastelloy B3) were investigated by Gleeble-3500 thermal simulation tester in the temperature range of 950–1250 °C, and in the strain rate range of 0.01–5 s⁻¹. Electron backscatter diffraction (EBSD) was used to analyze the microstructure evolution. Arrhenius constitutive model of this alloy was developed on the basis of peak stresses. The microstructural evolution of Hastelloy B3 alloy during deformation was observed via an optical microscope. The critical strain of dynamic recrystallization (DRX) of Hastelloy B3 was identified based on the work hardening rate versus flow stress curves. The DRX kinetics for Hastelloy B3 alloy can be represented in the form of Avrami equation. The results show that DRX behaviour tends to occur at high temperatures and low strain rates of deformation parameters. According to the EBSD analysis of the grain boundary angle and dislocation density of the deformed organisation of the alloy, dislocations tend to accumulate at the original grain boundaries to form low-angle grain boundaries and then evolve into high-angle grain boundaries. Thus, the main DRX mechanism for Hastelloy B3 alloy is identified to be discontinuous dynamic recrystallisation (DDRX) with continuous dynamic recrystallisation (CDRX) as a supplement.

Key words: Hastelloy B3; dynamic recrystallization; constitutive model; critical strain; recrystallisation kinetics

Corresponding author: Luo Rui, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, P. R. China, E-mail: luoruiwei@163.com