

粉末粒度对一种新型镍基粉末高温合金 热变形行为的影响

杨金龙^{1,2,3}, 程俊义³, 李远³, 熊江英^{1,3}, 龙安平^{1,3}, 郭建政^{1,3}

(1. 中南大学粉末冶金研究院, 湖南长沙 410083)

(2. 深圳市万泽航空科技有限责任公司, 广东深圳 518000)

(3. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东深圳 518000)

摘要: 利用 EBSD、SEM、OM、热模拟试验机等对比研究了不同粉末粒度制备的一种新型镍基粉末高温合金 (WZ-A3) 在不同热压缩变形条件下的变形行为和组织差异性。结果表明: 相比细粉制备的 HIP-01 样品而言, 粗粉枝晶组织明显, 成分偏析严重, 其制备的 HIP-02 样品中残余粗大 γ' 较多。低温 (1050、1080 °C) 高应变速率 (1、0.1 s⁻¹) 时, HIP-01 样品峰值应力值高于 HIP-02。热压缩后 HIP-01 样品边缘开裂情况较 HIP-02 严重, HIP-01 样品保留了大部分原始热等静压组织, 裂纹优先在粉末原始颗粒边界 (prior particle boundary, PPB) 处产生, HIP-02 样品边缘出现了部分再结晶组织。在 1080 °C/0.001 s⁻¹ 时, HIP-02 样品峰值应力较 HIP-01 低约 30 MPa, HIP-02 样品热压缩过程再结晶现象明显, 再结晶晶粒均匀, HIP-01 样品出现项链晶组织, 再结晶不充分。粗大 γ' 有利于促进 1050 和 1080 °C 时 HIP-02 样品的再结晶。高温 (1150 °C)、低应变速率 (0.001、0.01 s⁻¹) 时, γ' 全部溶解进基体 γ 中, 两者热变形行为接近, 样品均未出现开裂, 组织全部发生完全再结晶, 在 1150 °C/0.001 s⁻¹ 均出现异常长大晶粒。

关键词: 镍基粉末高温合金; 粉末粒度; 热变形; 再结晶

中图分类号: TG146.1⁺5; TG132.3⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)09-3381-13

因良好的组织稳定性、高温下优异的服役强度、蠕变、疲劳性能和耐腐蚀性, 镍基粉末高温合金已被广泛应用于高推重比、高涡轮进口温度的先进航空发动机热端部件, 如高压涡轮盘、封严篦齿盘等^[1,2]。镍基粉末高温合金制备过程中, 热变形过程包括热等静压、热挤压和等温锻造等。其热变形过程实质为组织再结晶重构过程, 动态再结晶为细化晶粒组织的主要途径。热变形变形量、变形速率、变形温度等工艺参数对合金最终热变形组织产生影响^[3-5]。

为满足先进航空发动机的服役要求, 国内外已陆续开发出 RR1000、Rene104、LHSR、FGH98、FGH100 等镍基粉末高温合金, 并对其热变形过程中组织演变规律进行了较多研究^[6-11]。文献[6]中研究了 RR1000 合金在 1020~1100 °C 和 0.001~0.05 s⁻¹ 等 9 种变形制度下热压缩变形行为, 低温高应变速率时, 基于位错强化塑性变形导致最大应力值超过 110 MPa。热变形后亚固溶温度 1115 °C 退火限制了变形晶粒长大, 而 1145 °C 过固溶温度退火导致变形晶粒长大。文献[7]中, 热等静压态 FGH98 合金 1080~1140 °C 变形

时, 双相 $\gamma+\gamma'$ 显微组织可控制晶粒尺寸稳定在 1~6 μm , 晶粒尺寸是热变形历史的函数。FGH98 合金热等静压温度较低时, 保留了大量的粉末原始枝晶组织, 三火锻造后, 原始颗粒边界 (PPB) 消失, 得到晶粒细小 (5 μm)、 γ' 相分布均匀的理想变形组织^[8,9]。文献[10]中研究了喷射成形+热等静压 FGH100 合金 1050~1150 °C 和 0.001~1 s⁻¹ 制度下的流变应力曲线、热加工图和组织演变。LSHR 合金在 871~1177 °C 和 0.0005~10 s⁻¹ 制度下变形过程中, 低温变形时, 变形特征通常为应力软化和动态再结晶, 其中动态再结晶致使晶粒细化; 高温亚固溶温度和低应变速率变形时, 观察到稳态流变应力或硬化现象^[11]。

关于不同组织对高温合金热变形行为的影响, 文献[6,12]做了相关的研究工作。文献[12]中, 研究了 U720Li 合金粗晶粒、细晶粒和混合晶等状态的热变形行为, 在 γ' 溶解温度以上变形, 3 种状态合金再结晶均发生在原始晶粒边界 PPB。低于 γ' 溶解温度变形, 不同晶粒情况再结晶形核位置不

收稿日期: 2021-09-15

基金项目: 广东省重点领域研发计划项目 (2019B010935001); 国家科技重大专项 (2017-VI-0009-0080)

作者简介: 杨金龙, 男, 1988 年生, 博士生, 中南大学粉末冶金研究院, 湖南长沙 410083, E-mail: yangjinlong0419@csu.edu.cn

同。文献[6]通过退火获得不同的晶粒组织，经研究其热变形行为，获得晶粒尺寸比与流变应力的相互关系。

随着对粉末高温合金疲劳性能的要求提高，通过控制粉末粒径来限制非金属夹杂物尺寸和粉末粒度，同时对其它性能的影响也得到了研究^[13-15]。但关于不同粒度粉末制备粉末高温合金制件的微观组织区别及其热变形行为的研究较少。本研究针对一种新型镍基粉末高温合金 WZ-A3^[16,17]，通过不同粒度粉末制备热等静压制件，研究其热变形流变应力的差异及对组织演变的影响。

1 实验

试验材料 WZ-A3 的名义化学成分（质量分数，%）为：Cr 13.0，Mo 4.0，W 4.0，Ti 3.7，Co 19.0，Al 3.0，Nb 1.2，Ta 1.0，Hf、B、Zr、C 微量，Ni 余量。高纯净母合金经氩气雾化制粉、粉末筛分处理，得到 2 种不同粒度分布范围的粉末。粉末粒度测试结果如图 1 所示，HIP-01 粉末在 0~100 μm 之间，HIP-02 粉末在 50~150 μm 之间，其中，HIP-01 粉末中 0~40 μm 体积总占比 39.2%，HIP-02 粉末中 100~150 μm 体积总占比 11.2%。粉末经真空封装和热等静压（hot isostatic pressing, HIP）后获得试验坯料 HIP-01 和 HIP-02。HIP 工艺：温度（1150 \pm 10） $^{\circ}\text{C}$ ，压力 \geq 120 MPa，时间 \geq 2 h。

切取金相和 Gleeble 热压缩样品。热压缩样品采用电火花线切割切取，表面机械打磨抛光。热压缩试验在 Gleeble3180 热压缩试验机上进行。热压缩过程中，采用电阻加热，加热速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ，到温后保温 2 min。压头和样品间放置石墨润滑剂，通过焊接在样品上的热电偶实时记录温度。压缩完成后充氩气迅速冷却样品至室温。热压缩温度分别是：1050、1080、1110、

1150 $^{\circ}\text{C}$ 4 种温度，应变速率分别为 0.001、0.01、0.1、1 s^{-1} ，共计 16 种热压缩制度。

利用 LECO_OHN 836 氧氮分析仪测试氧含量。利用带能谱分析仪和电子背散射衍射（electron back-scatter diffraction, EBSD）仪、CARL_ZEISS_EVOMA25 扫描电子显微镜（scanning electron microscopy, SEM）、金相显微镜观察强化相 γ' 、晶粒度等组织信息。晶粒度统计按照 ASTM E112-13《金属平均晶粒度测定》执行。统计分析不同试验条件下不同粒度的 2 种粉末制备合金样品的热变形行为及其对不同位置组织演变的影响。

2 结果与讨论

2.1 显微组织分析

WZ-A3 不同粒度粉末金相显微组织如图 2 所示。图 2a、2b 分别为直径约 60 和 100 μm 粉末横截面组织。图 2a 粉末粒度较小，雾化过程中快速冷却，形成了胞状晶组织。图 2b 粉末粒度较大，冷却速率较慢，形成了明显的枝晶组织。

利用能谱分析仪对图 2 中 2 种不同粒度粉末进行面扫描分析，结果如图 3 所示。图 3a 和图 3e 对比，胞状晶和枝晶形貌差异明显。大粒径粉末金相组织中枝晶明显，析出物较多，枝晶组织较胞状晶组织偏析严重。这是由于冷却凝固过程中，先凝固的 γ 相中（枝晶轴，金相显微镜下发亮或白色区域）Nb、Ti、Mo 含量低，后凝固的 γ 相中（枝晶间，金相显微镜下发黑或暗色区域）Nb、Ti、Mo 含量高^[2,10]。Ti 和 Nb 元素约 90% 进入 γ' 相，Mo 元素约 25% 进入 γ' 相中^[2]。 γ' 在枝晶间析出较多，如图 3b~3d、3f~3h 所示。由图 3i 和 3j 对比发现，Ta 元素未见明显偏析。

不同状态下样品的晶粒形貌及 γ' 情况如图 4 所示。图 4a、4b 分别为 HIP-01 样品金相和 SEM 照片，样品中存在少量粗大 γ' ，尺寸 $< 2 \mu\text{m}$ ，晶界残余 γ' 主要是在 HIP 炉冷过程中析出粗化，如图 4b 中箭头所示。HIP-01 样品可观察部分 PPB 组织，如图 4a 箭头标识。晶粒度约为 ASTM8.3 级（20 μm ），测试氧含量为 168 $\mu\text{g}/\text{g}$ 。图 4d、4e 分别为 HIP-02 样品的金相和 SEM 照片。与图 4a、4b 相比，图 4d、4e 中存在较多的大量颗粒状 γ' ，尺寸较大的可达 2 μm ，由于粗大 γ' 消耗了 Al、Ti、Nb 等元素，HIP-02 样品晶内析出 γ' 较 HIP-01 少。

HIP 过程中，粉末颗粒经历了位置重排、塑性变形、蠕变扩散连接等过程^[18]。在高温蠕变扩散阶段，粉末颗粒内部组织在热力学作用下均匀化。在热力学作用下，均匀化过程中合金元素的偏析程度可通

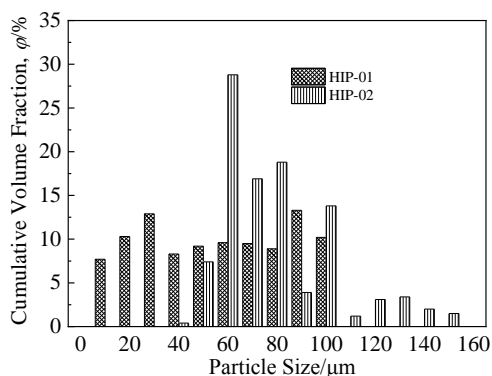


图 1 2 种粉末粒度对比

Fig.1 Particle sizes of two kinds of powders

过公式 (1) 表示：

$$\delta = \exp\left(-\frac{4\pi^2}{L^2}Dt\right) \quad (1)$$

式中, δ 是偏析系数, D 扩散系数, t 为退火时间, L 为枝晶间距. D 越大, t 越长, L 越小, 元素偏析程度就越低^[19,20].

D 与退火温度 T 相关, 表达式为:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

式中, Q 为扩散激活能, T 越高, Q 越小, D 越大.

2 种状态粉末分别装入 HIP-01 (0~100 μm 细粒径粉) 和 HIP-02 (50~150 μm 粗粒径粉) 2 个包套,

经历了同炉 HIP, 坯料尺寸和工艺过程一致. 粗粒径粉末原始组织成分偏析较细粉严重, 微区成分波动大, L 间距较大, 均匀化程度较细粉差, 枝晶组织明显, 偏析程度较高, 如图 3 所示. HIP 冷却为随炉缓慢冷却, 原本 Nb、Ti 元素偏析引起的成分波动易形成粗大 γ' , 如图 4b、4e 所示.

HIP-02 样品中 PPB 不明显, 晶粒度约为 ASTM8.5 级 (19 μm), 测试氧含量为 122 $\mu\text{g/g}$, 晶粒尺寸与 HIP-01 样品差别不大. HIP-01 和 HIP-02 样品中 PPB 的不同是由于细粉比表面积较大, 较易吸附 O、N 等气体元素, C、Al、Ti 等元素易富集在粉末表面, 在 HIP 过程中, 易形成较多的复杂碳氧

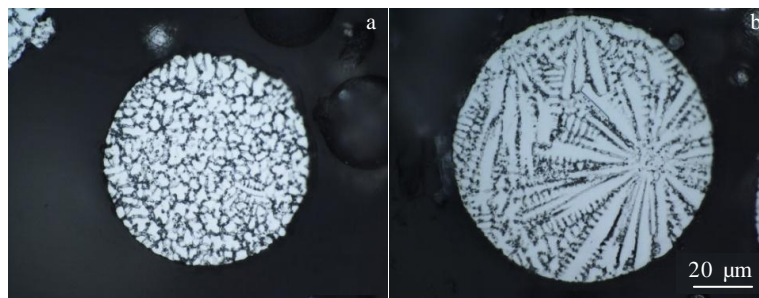


图 2 2 种粒度粉末显微组织

Fig.2 Microstructures of powders with particle size in 60 μm (a) and 100 μm (b)

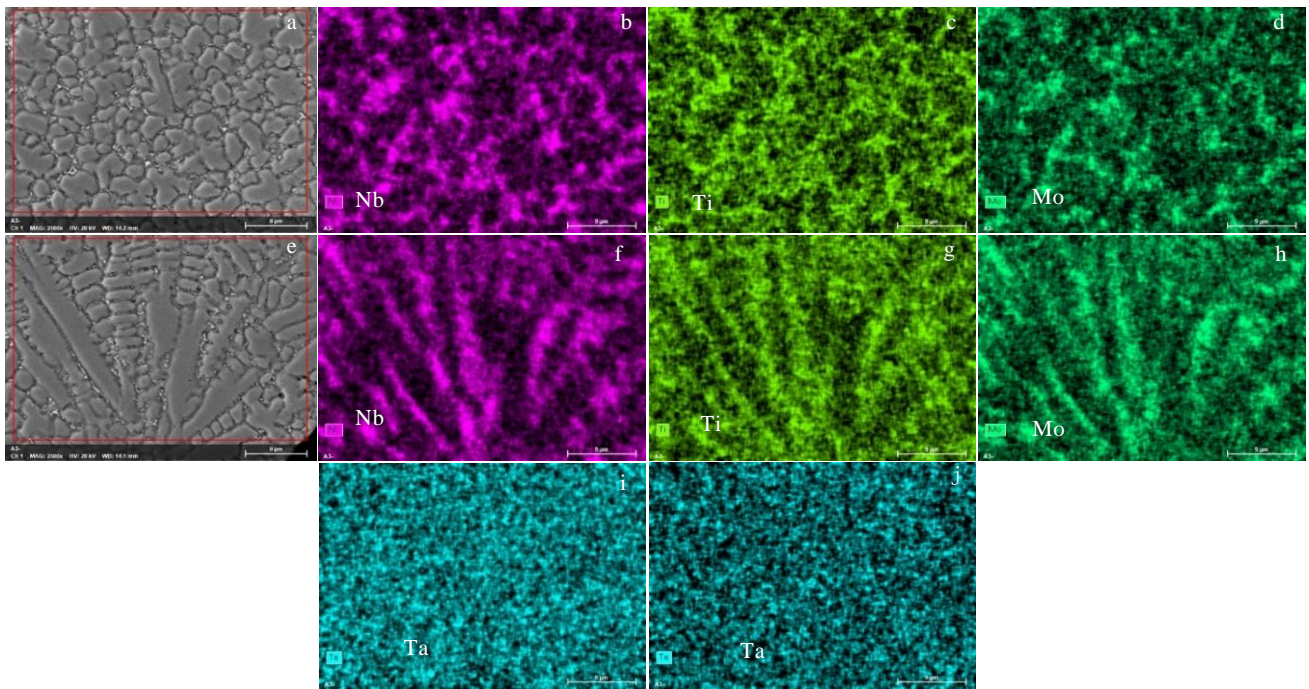


图 3 2 种粒度粉末的 SEM 照片及 EDS 元素面扫描

Fig.3 SEM images and EDS element mappings of the powders with particle size in 60 μm (a~d, i) and 100 μm (e~h, j)

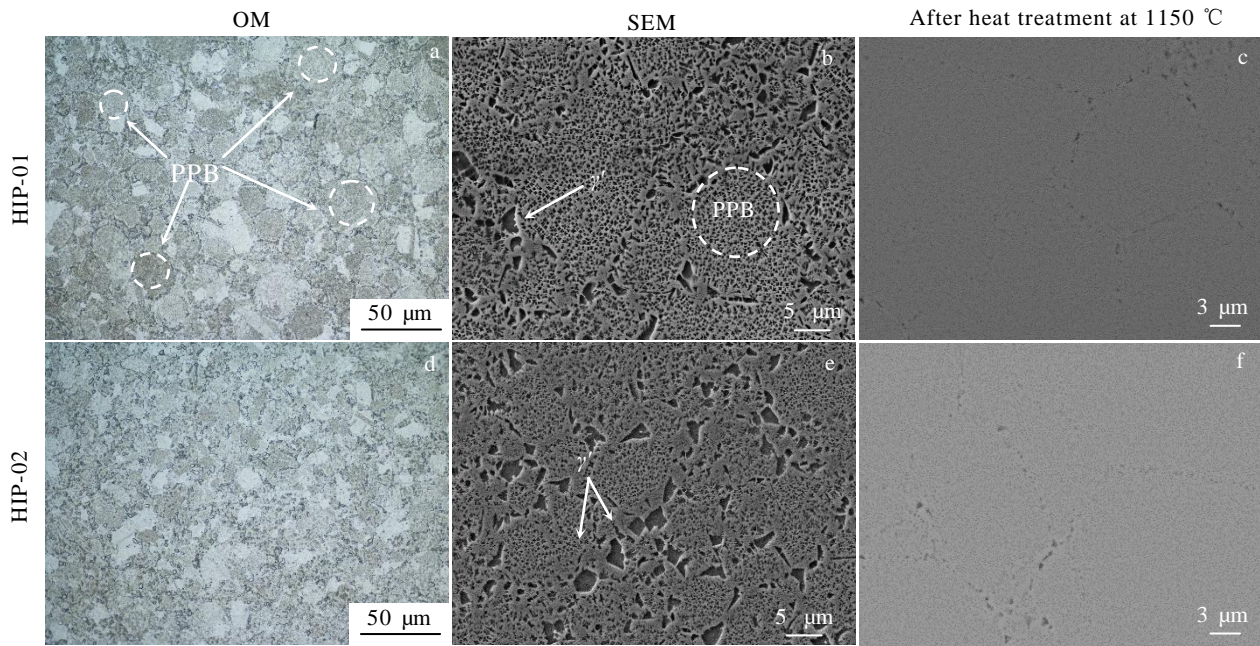


图 4 不同状态样品显微组织

Fig.4 Microstructures of the samples under different conditions

化合物和粗大 γ' ，如图 4b 所示，成为残余在粉末颗粒原始表面的 PPB。HIP-02 样品中粉末粒度较粗，氧含量较低，残余 PPB 较少， γ' 在晶内和晶界分布。JMatPro 软件计算 WZ-A3 合金 γ' 理论完全溶解温度为 1158 °C。1050 °C时， γ' 含量约为 27%^[21]。对 2 种状态样品经 1150 °C退火保温后，组织如图 4c、4f 所示，样品中 HIP 态粗大 γ' 溶解，可知 1150 °C超过了合金 γ' 的实际完全固溶温度。

2.2 热压缩实验

HIP-01 和 HIP-02 样品热压缩试验真应力-真应变曲线对比如图 5 所示。在图 5a 中，应变速率 0.001 s⁻¹下，2 种样品在 1050、1080、1110 °C均出现硬化-达到峰值应力-软化的现象。HIP-01 样品 1050 °C时真应力值最高，峰值应力高出 HIP-02 样品约 50%。相同应变下，1050、1080、1110 °C变形 HIP-01 样品真应力值高于 HIP-02 样品。1150 °C时，2 种状态样品迅速进入硬化-软化平衡状态，且出现不同程度的二次硬化。

镍基高温合金高温热压缩经历了位错增殖硬化和再结晶软化过程。流变应力 σ 与位错密度 ρ 相关^[22]：

$$\sigma = \alpha G b \rho^{1/2} \quad (3)$$

式中， G 为剪切模量， α 为材料常数， b 为柏氏矢量， σ 与 ρ 平方根成正比关系。合金在热变形初期，低于再结晶临界应变（峰值应力对应应变）时，随着应变增加，位错增殖，流变应力增加，硬化明显。位错密度积累达到临界值后，应变诱发再结晶软化，应力值下降。

图 5b 为 2 种样品应变速率 0.01 s⁻¹时变形真应力-应变曲线。1050 °C低应变 (<0.2) 时，HIP-01 应力值高于 HIP-02。应变 0.6 时，HIP-01 应力值减小明显，且低于 HIP-02。在温度 1080 °C时，HIP-01 应力值迅速达到峰值（应变小于 0.1），软化开始；HIP-02 在 0.2 应变时达到峰值。在温度 1110 °C时，HIP-02 较易进入稳态阶段。在温度 1150 °C时，2 种样品变形情况接近。

图 5c 为 0.1 s⁻¹时真应力-应变曲线对比图。低温（不超过 1110 °C）时，样品硬化-软化过程明显。高温（1150 °C）时，低于 0.1 应变时进入硬化-软化平衡状态，与 0.001、0.01 s⁻¹时相似。

图 5d 显示了应变速率 1 s⁻¹时真应力-应变曲线对比。1050 °C变形时，2 种样品峰值应力值和应变应力曲线变化基本相同。其余温度的相同应变下，HIP-01 样品应力值略高于 HIP-02 样品。

对比 2 种状态样品不同条件下的峰值应力，如图 6 所示。在图 6 中，随着温度的升高、应变速率减小，峰值应力值降低。低温（1050、1080 °C）和高应变（1、0.1 s⁻¹）时，HIP-01 峰值应力高于 HIP-02。高温（1150、1110 °C）低应变（0.001、0.01 s⁻¹）时，两者接近。

变形温度升高，提高了原子和空位运动活性，启动的位错运动滑移系增多，应力值减少，同时，应变速率的减小，为位错运动提供了充足时间^[21]。较高温度下， γ' 溶解入 γ 基体中，强化作用减弱，对位错运动的阻碍作用减小。叠加温度升高，降低了再结晶

临界应变变量, 再结晶软化较易发生。因此, 高温低应变速率时, 峰值应力值降低。

2.3 本构方程参数确定

热变形过程中应变应力和应变速率满足双曲正弦函数, 如公式(4)所示:

$$\dot{\varepsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4)$$

其中, $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率, T 为变形温度, σ 为流变应力, Q 为变形激活能, n 是应力硬化指数, A 、 α 和 β 为材料常数。

利用公式(5)、(6)、(7)分别计算 n_1 、 β 和 α 。在一定的温度和应变速率下, 如公式(8)计算 Q 。Zener-Hollomon 提出 Z 参数概念^[23], 如公式(9)。利用公式(10), Z 参数计算出 n 值。利用公式(11)可理论反向计算不同应变情况下的应力值^[10,24]。

$$n_1 = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln \sigma} \right]_T \quad (5)$$

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

$$\alpha = \frac{\beta}{n_1} \quad (7)$$

$$Q = R \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right]_T \left[\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial \ln\left(\frac{1}{T}\right)} \right]_{\dot{\varepsilon}} \quad (8)$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (9)$$

$$\ln Z = \ln \dot{\varepsilon} + \frac{Q}{RT} = \ln A + n \ln[\sinh(\alpha\sigma)] \quad (10)$$

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{A} \right)^{\frac{1}{n}} + \left[\left(\frac{Z}{A} \right)^{\frac{1}{n}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \quad (11)$$

利用公式(5)、(6)、(7)、(8)、(9)等计算获得不同应变情况下, 2种合金的本构方程参数, 如表1所示。根据表1计算值和图5所示, 当应变为0.7时, 应力出现突变, 可能与样品开裂有关。由表1和图5可知, HIP-01 激活能 Q 和硬化指数 n 在应变0.5以下, 均高于 HIP-02 样品, 其变形较 HIP-02 困难。利用五次多项式拟合 Q 、 α 、 β 、 n 和 $\ln A$ 时, 仅考虑到0.6应变, 拟合结果如图6和方程(12)~(21)所示。

$$\beta_{\text{HIP-01}} = 2.0794\varepsilon^5 - 3.0731\varepsilon^4 + 1.2594\varepsilon^3 + 0.057\varepsilon^2 - 0.0953\varepsilon + 0.0454 \quad (12)$$

$$\beta_{\text{HIP-02}} = -7.0553\varepsilon^5 + 13.606\varepsilon^4 - 10.052\varepsilon^3 + 3.5063\varepsilon^2 - 0.5278\varepsilon + 0.0641 \quad (13)$$

$$\alpha_{\text{HIP-01}} = 0.2558\varepsilon^5 - 0.3944\varepsilon^4 + 0.1927\varepsilon^3 - 0.0148\varepsilon^2 - 0.0041\varepsilon + 0.0075 \quad (14)$$

$$\alpha_{\text{HIP-02}} = -1.3445\varepsilon^5 + 2.4538\varepsilon^4 - 1.7255\varepsilon^3 + 0.584\varepsilon^2 - 0.0901\varepsilon + 0.0138 \quad (15)$$

$$Q_{\text{HIP-01}} = -153935\varepsilon^5 + 297213\varepsilon^4 - 215375\varepsilon^3 + 71172\varepsilon^2 - 11407\varepsilon + 1664.7 \quad (16)$$

$$Q_{\text{HIP-02}} = 264918\varepsilon^5 - 468066\varepsilon^4 + 310247\varepsilon^3 - 95579\varepsilon^2 + 12672\varepsilon + 349.54 \quad (17)$$

$$n_{\text{HIP-01}} = -0.885\varepsilon^5 + 25.18\varepsilon^4 - 54.817\varepsilon^3 + 37.667\varepsilon^2 - 10.53\varepsilon + 4.2925 \quad (18)$$

$$n_{\text{HIP-02}} = 847.54\varepsilon^5 - 1439\varepsilon^4 + 899.38\varepsilon^3 - 253.09\varepsilon^2 + 32.189\varepsilon + 1.1159 \quad (19)$$

$$\ln A_{\text{HIP-01}} = -13578\varepsilon^5 + 26175\varepsilon^4 - 18936\varepsilon^3 + 6246.2\varepsilon^2 - 998.24\varepsilon + 141.28 \quad (20)$$

$$\ln A_{\text{HIP-02}} = 23516\varepsilon^5 - 41564\varepsilon^4 + 27555\varepsilon^3 - 8485.1\varepsilon^2 + 1124.5\varepsilon + 25.525 \quad (21)$$

统计图7中峰值应力对应应变值, 利用拟合本构方程和公式(11), 反算材料的变形峰值应力值, 得到计算值与实测值对比如图8所示, 计算误差如公式(22):

$$s = \left[\sum_{i=1}^n \left(\frac{\sigma_c - \sigma_T}{\sigma_T} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} / n \quad (22)$$

分别得到 HIP-01 和 HIP-02 峰值应力计算值和实际值误差是 1.4% 和 5.5%。图8中红线固定斜率值为1, 拟合 $R \approx 0.96$ 。

2.4 变形样品的开裂行为

观察2种状态合金样品热压缩后的试样表面裂纹情况, 如图9、图10所示。由图9可知, HIP-01 样品在温度 1050 °C 不同应变速率和 1080 °C/1 s⁻¹ 时试样表面均出现严重开裂。在温度 1080 °C 不同应变速率 0.001、0.01、0.1 s⁻¹ 时和在 1110 °C 应变速率 1、0.1 s⁻¹ 时试样表面出现微裂纹。其余状态样品表面完好。

由图10可知, HIP-02 样品在温度 1050 °C、应变速率 1、0.1 s⁻¹ 试验条件下出现严重裂纹, 在温度 1050 °C、应变速率 0.01、0.001 s⁻¹ 和在温度 1080 °C、应变速率 1、0.01、0.001 s⁻¹ 出现微裂纹。其余变形条件样品表面完好。同等变形条件下(1050 和 1080 °C), HIP-01 样品较 HIP-02 样品开裂严重, 样品表面较易出现裂纹。

对比不同状态下开裂样品横截面边部组织如图11所示。图11a中 HIP-01 样品严重开裂样品(1050 °C/1 s⁻¹) 裂纹长度达到 300 μm 以上, 样品保留了大部分原始组织。图11d中 HIP-02 样品严重开裂样品(1050 °C/1 s⁻¹) 开裂长度 100 μm, 样品中 PPB 引起开裂不明显, 出现部分变形组织。结合图5d中 1050 °C/0.7 s⁻¹ 时, 应力值出现明显下降, 与样品开裂有关。

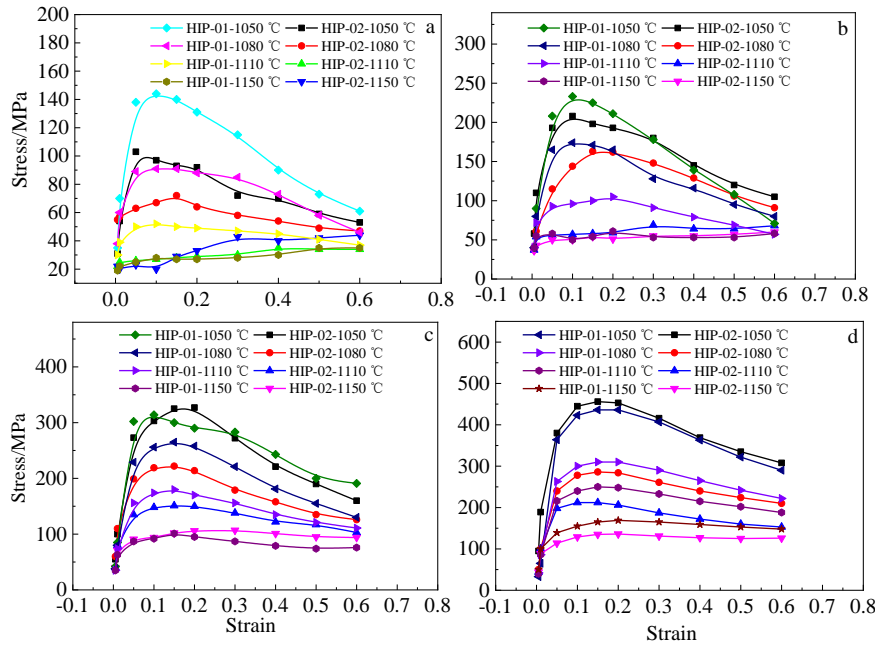


图 5 HIP-01 和 HIP-02 样品不同应变条件下真应力-应变曲线

Fig.5 True stress-strain curves of HIP-01 and HIP-02 samples under different conditions: (a) 0.001 s^{-1} , (b) 0.01 s^{-1} , (c) 0.1 s^{-1} , and (d) 1 s^{-1}

表 1 不同应变本构方程参数计算值

Table 1 Calculated parameters of the different strain constitutive equations

Strain, ϵ	β		α		$Q/\text{kJ mol}^{-1}$		n		$\ln A$	
	HIP-01	HIP-02	HIP-01	HIP-02	HIP-01	HIP-02	HIP-01	HIP-02	HIP-01	HIP-02
0.05	0.0421	0.0437	0.0077	0.0097	1092	944	3.70	2.83	91.20	78.26
0.1	0.0374	0.0376	0.0071	0.0091	1048	927	3.56	2.57	87.47	76.76
0.2	0.0344	0.0379	0.0071	0.0088	933	879	3.29	2.59	77.53	72.48
0.3	0.0361	0.0430	0.0076	0.0093	866	778	3.25	2.68	71.73	63.66
0.4	0.0396	0.0467	0.0084	0.0098	738	712	3.23	2.90	60.53	57.96
0.5	0.0423	0.0502	0.0092	0.0104	599	597	3.14	2.91	48.36	47.95
0.6	0.0441	0.0532	0.0101	0.0107	470	497	2.89	2.99	37.28	39.30
0.7	0.1538	0.1351	0.0172	0.0148	941	493	5.33	4.13	78.74	38.37

图 11b 中 HIP-01 微裂纹样品 ($1080\text{ °C}/0.001\text{ s}^{-1}$), 裂纹起源位置主要是 PPB, 原始组织仍存在, 部分晶界位置出现项链组织, 表明开始再结晶。图 11e 中, $1080\text{ °C}/0.001\text{ s}^{-1}$ 变形时, 样品边部未发现裂纹, 且已发生明显的再结晶, 原始组织消失。

图 11c 中 HIP-01 表面完好样品 ($1150\text{ °C}/0.1\text{ s}^{-1}$) 再结晶充分。HIP-02 表面完好样品图 11f 与图 11c 相同, 未见内部和边部裂纹。结合图 4 中组织, HIP-01 较 HIP-02 样品 PPB 明显, 但在高温 (1150 °C) 变形情况下, 未见 PPB 引起开裂, 2 种状态样品都发生了充分再结晶。由于变形温度 1150 °C 较高, γ' 充分溶解, 失去了对晶界的钉扎作用, 再结晶晶粒中出现部分异常

晶粒, 快速冷却后, 样品晶界相比于图 11e 清晰可辨。

2.5 心部再结晶组织

图 12 为不同变形条件下样品心部组织对比。图 12a 中 HIP-01 样品 $1050\text{ °C}/1\text{ s}^{-1}$ 时, 保留较多的原始组织, 晶界位置开始出现部分的再结晶组织。图 12e 中 HIP-02 样品 $1050\text{ °C}/1\text{ s}^{-1}$ 变形时, 相比于图 12a 原始组织残余少, 如图中箭头所示浅色组织, 再结晶晶粒较多。

图 12b 中 HIP-01 样品 $1080\text{ °C}/0.001\text{ s}^{-1}$ 变形心部再结晶组织明显, 再结晶晶粒在三角晶界和原始晶界处出现, 但仍存在部分原始粗大晶粒组织, 如图中箭头所示。图 12f 中 HIP-02 样品 $1080\text{ °C}/0.001\text{ s}^{-1}$

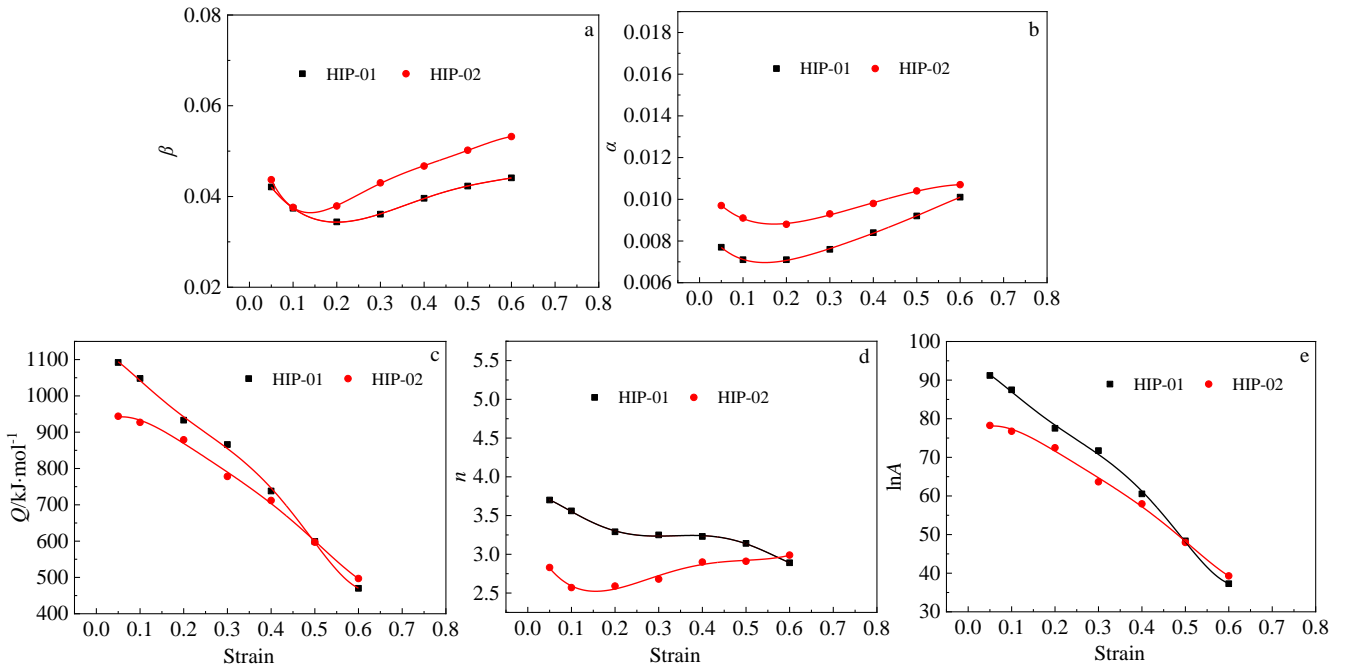


图 6 不同应变本构方程参数拟合

Fig.6 Different strain constitutive equation parameters of the samples: (a) β , (b) α , (c) Q , (d) n , (e) $\ln A$

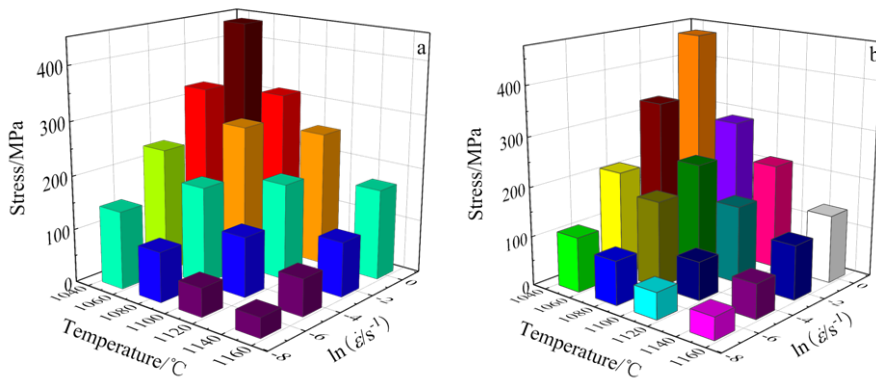


图 7 HIP-01 和 HIP-02 样品不同条件峰值应力统计图

Fig.7 Peak stress of HIP-01 (a) and HIP-02 (b) samples under different conditions

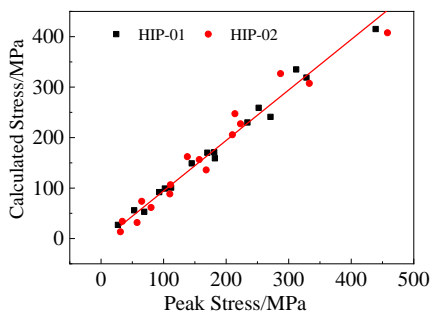


图 8 实测峰值应力和计算峰值应力对比

Fig.8 Comparison of measured peak stress and calculated peak stress

已全部为变形后再结晶晶粒，由于大量残余 γ' 的存在，再结晶晶粒长大受限，未出现异常长大晶粒。

图 12c 中 HIP-01 样品 1150 °C/1 s⁻¹ 发生完全再结晶，由于 γ' 的溶解，对变形后再结晶晶界的钉扎作用消失，再结晶晶粒长大明显且不规则，与图 12g 中 HIP-02 样品 1150 °C/1 s⁻¹ 相似。

图 12d 和图 12h 中，1150 °C/0.001 s⁻¹ 时，2 种状态样品再结晶充分完成，晶粒长大粗化，出现异常形状晶粒，尺寸甚至超过 50 μm 。

EBSD 分析不同样品心部组织如图 13 所示。图 13a 中可见明显的项链组织，保留了部分原始晶粒。

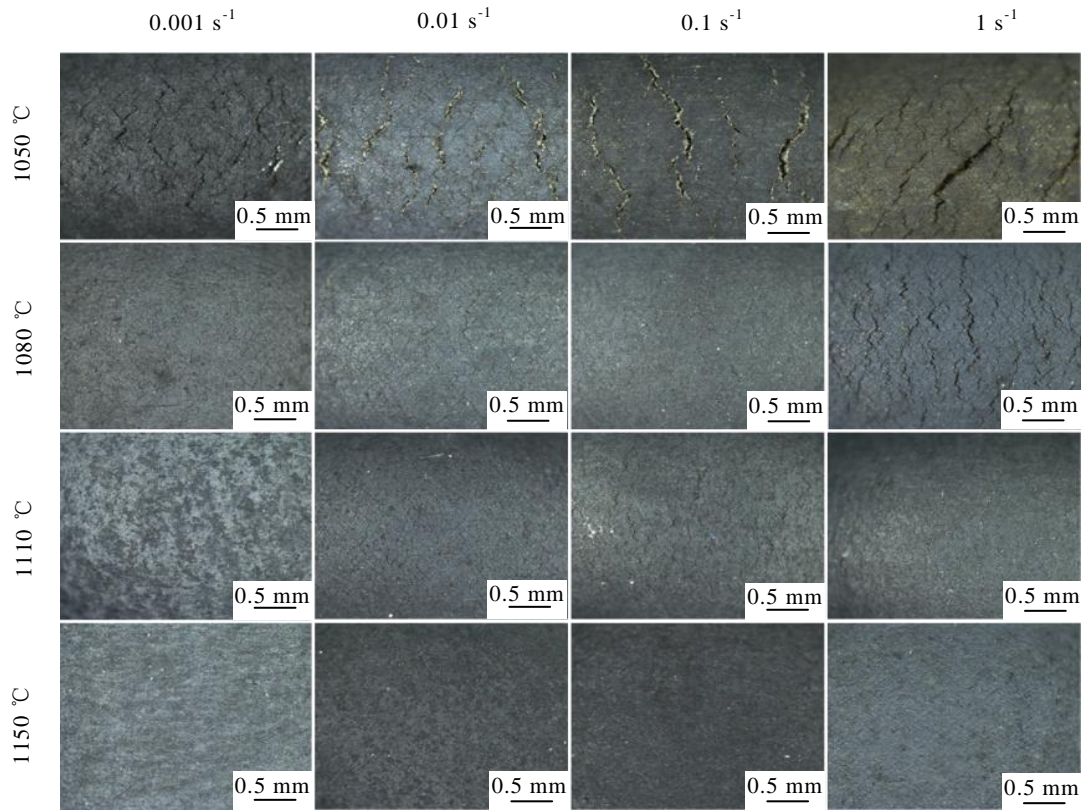


图 9 HIP-01 样品热压缩变形后的表面形貌

Fig.9 Surface morphologies of HIP-01 sample after hot compression deformation

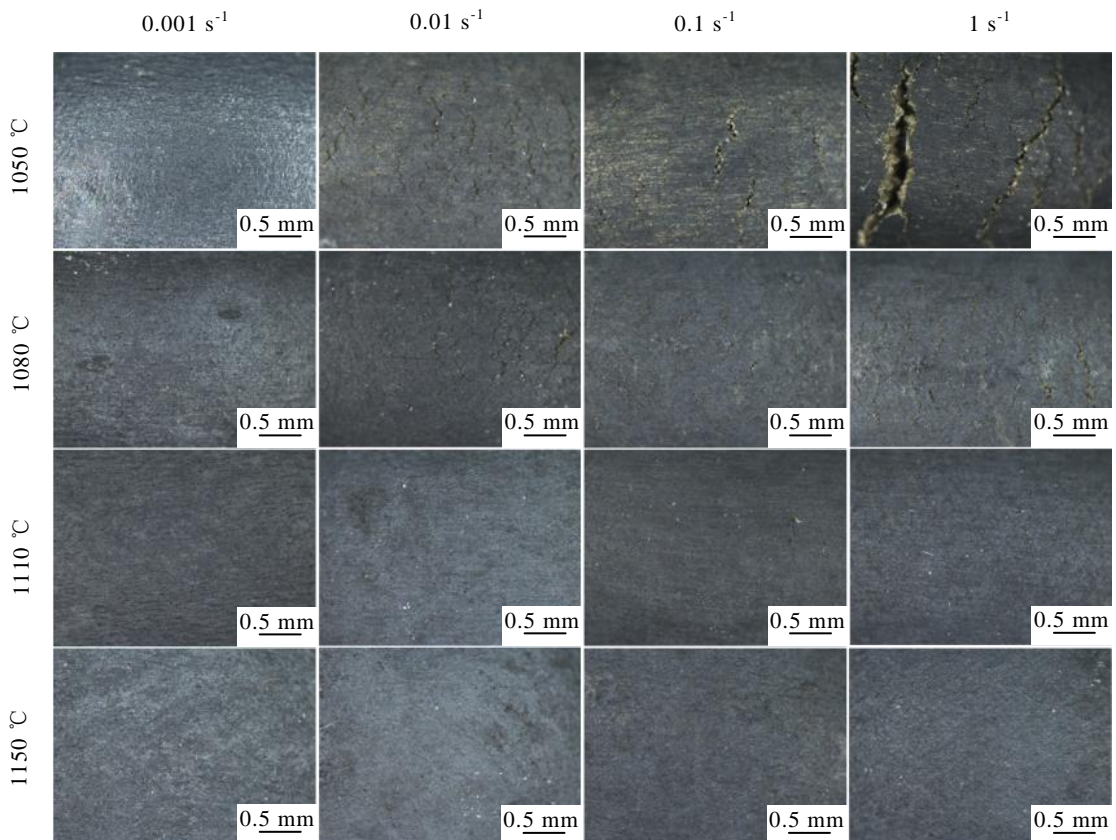


图 10 HIP-02 样品热压缩变形后的表面形貌

Fig.10 Surface morphologies of HIP-02 sample after hot compression deformation

图 13d 中出现较多的再结晶组织。图 13b 和 13e 对比可知, 在 1150 °C/1 s⁻¹ 条件下采用变形时 HIP-01 和 HIP-02 样品均已发生明显的完全再结晶, HIP-02 样品较 HIP-01 样品组织均匀, 晶粒长大。将图 13c 和 13f 对比发现, 2 种样品在 1150 °C/1 s⁻¹ 均完全再结晶, 且出现异常晶粒, 与图 12d 和 12h 结果一致。

对比不同状态样品晶粒 EBSD 晶粒内取向差结果如图 14 所示, 图中颜色较亮和变化明显的组织为变形组织, 均匀蓝底色组织为再结晶组织。由图 14a 和 14d 对比发现, 1080 °C/0.001 s⁻¹ 时 HIP-02 样品再结晶组织明显较 HIP-01 明显, HIP-01 保留了大部分的原始组织, 与图 13a 中项链组织明显和粗大原始晶粒观察结果一致。在 1150 °C/1 s⁻¹ 时, HIP-01 和 HIP-02 样品再结晶情况相似, 仅见个别原始晶粒, 90% 以上晶粒为再结晶组织, 如图 14b 和 14e 所示。图 14c 和 14f 2 种状态样品均可见二次硬化晶粒, 晶粒内部取向差较大, 颜色较深亮, 对比明显。

通过 SEM 观察 HIP-02 样品 1080 °C/0.001 s⁻¹ 组织如图 15 所示, 图中晶粒均为多边形, 再结晶充分, 粗大 γ' 分布于晶内和晶界位置。从图 15b 中可观察到晶界位置粗大 γ' 相对其运动起钉扎限制作用。HIP-02 和 HIP-01 2 种样品在相同应变条件下, 再结晶行为相差明显。图 11a、11b 中样品均观察到沿 PPB 断裂现象。图 11b 明显可见未再结晶的原始晶粒, 较图 11e 而言, 再结晶程度明显较低。

结合图 5 中真应力-应变曲线, 1050 °C/1 s⁻¹ 时, HIP-01 样品峰值应力较 HIP-02 高约 50 MPa。图 12a 和 12e 对比可知, HIP-02 样品再结晶程度较高, 变形过程中再结晶引起的软化作用明显。对比边部组织, 如图 12a、12d, HIP-01 样品明显保留了较多的原始组织, 变形过程中开裂严重。低温下高应变变形, 大量位错塞积在晶界、PPB 等薄弱位置, 导致裂纹优先产生^[12,25]。HIP-02 样品出现部分再结晶, 位错湮灭, 峰值应力较低。

在 1080 °C/0.001 s⁻¹ 时, HIP-02 样品边部已完全再结晶, 未出现裂纹, 而 HIP-01 样品仍存在原始组织, 裂纹明显, 如图 11b、11e 所示。心部组织中, HIP-02 样品完全再结晶, 而 HIP-01 样品出现部分再结晶, 其峰值应力较 HIP-02 高约 30 MPa, 如图 12b、12f、13a、13d、14a、14d 对比, 2 种状态样品的再结晶情况差别明显。

HIP-01 样品和 HIP-02 样品在低温再结晶行为的差异与晶界粒子形核机制(particle stimulated nucleation, PSN)和晶内 γ' 含量的差异有关^[26,27]。由图 2、图 3 可知, HIP-02 粗粉偏析严重, 微区成分波动较大。图 4d 和 4e 中, 偏析引起在 HIP 态 HIP-02 样品析出 γ' 较多, 粗大 γ' 引起晶内细小 γ' 含量较少。第二相粒子对再结晶的影响作用复杂, 其增加了变形过程中的位错密度, 位错塞积在第二相粒子位置, 引起周围的变形不均匀, 而晶内 γ' 含量较少, 位错滑移较容易至晶界处。局部区域的应变集中, 超过再结晶的临界应变变量

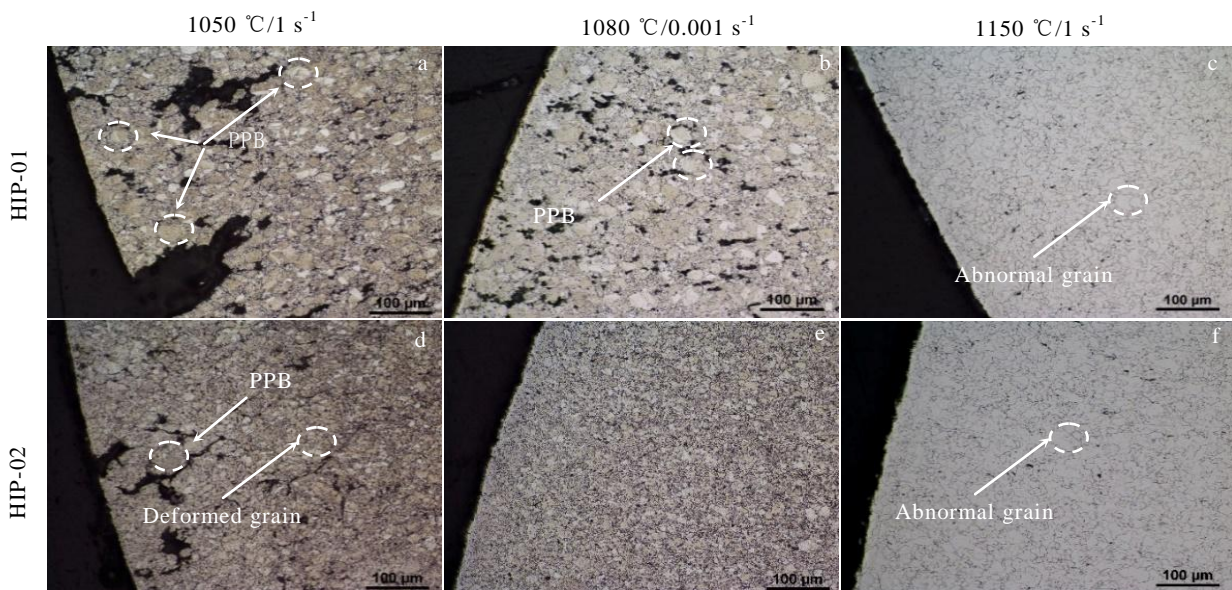


图 11 样品不同变形状态边部横截面组织

Fig.11 Cross-section microstructures of the side of samples under different deformation conditions

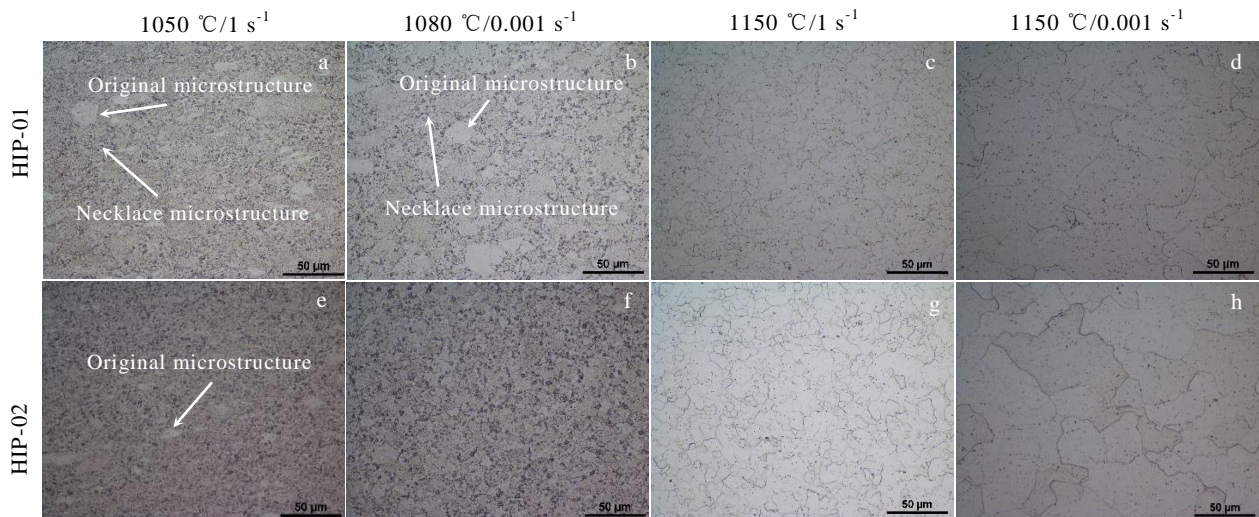


图 12 样品不同变形状态心部横截面组织

Fig.12 Cross-section microstructures of the core of samples under different deformation conditions

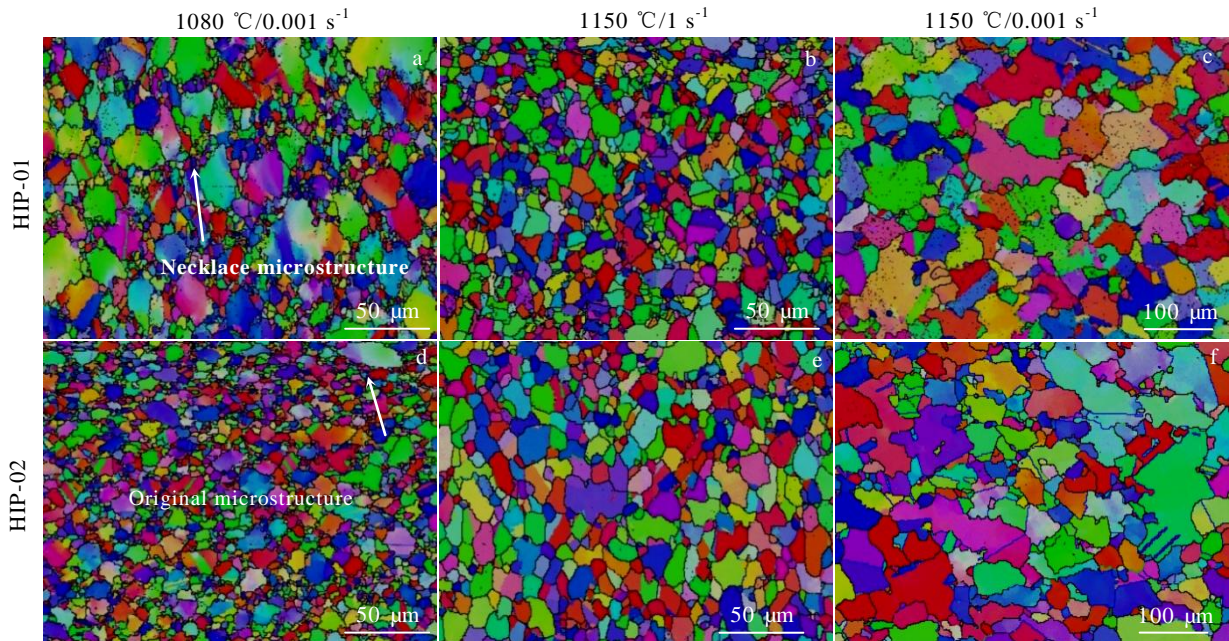


图 13 样品不同变形状态心部 EBSD 照片

Fig.13 EBSD images of the core of samples under different deformation conditions

后, 诱发 PSN 机制和晶界应变引起再结晶机制, 造成再结晶晶粒形核和长大, 促进 HIP-02 样品的再结晶^[23,24]。

结合图 5、图 6 应力对比结果, 图 11~图 14 中, 再结晶程度的差异造成峰值应力和本构方程的差异。其中, 变形激活能 Q 、应力硬化指数 n 对比可知, HIP-02 样品明显低于 HIP-01 样品, 与组织观察结果一致。

在 1150 °C/0.001 s⁻¹ 时, 2 种不同状态粉末制备样品 HIP-01 和 HIP-02 再结晶情况接近, 真应力-应变曲线相似。较高温度下, 原子热运动加剧, 且粗大 γ' 完全溶解, 如图 4c、4f 所示, 对再结晶晶界的限制作用消失。0.001 s⁻¹ 较慢的应变速率, 为 γ' 溶解、原子扩散和再结晶提供了充足的时间, 2 种不同状态粉末制备样品变形情况相似。相比 1080 °C/0.001 s⁻¹ 时, HIP-01 样品和 HIP-02 样品变形行为明显不同而

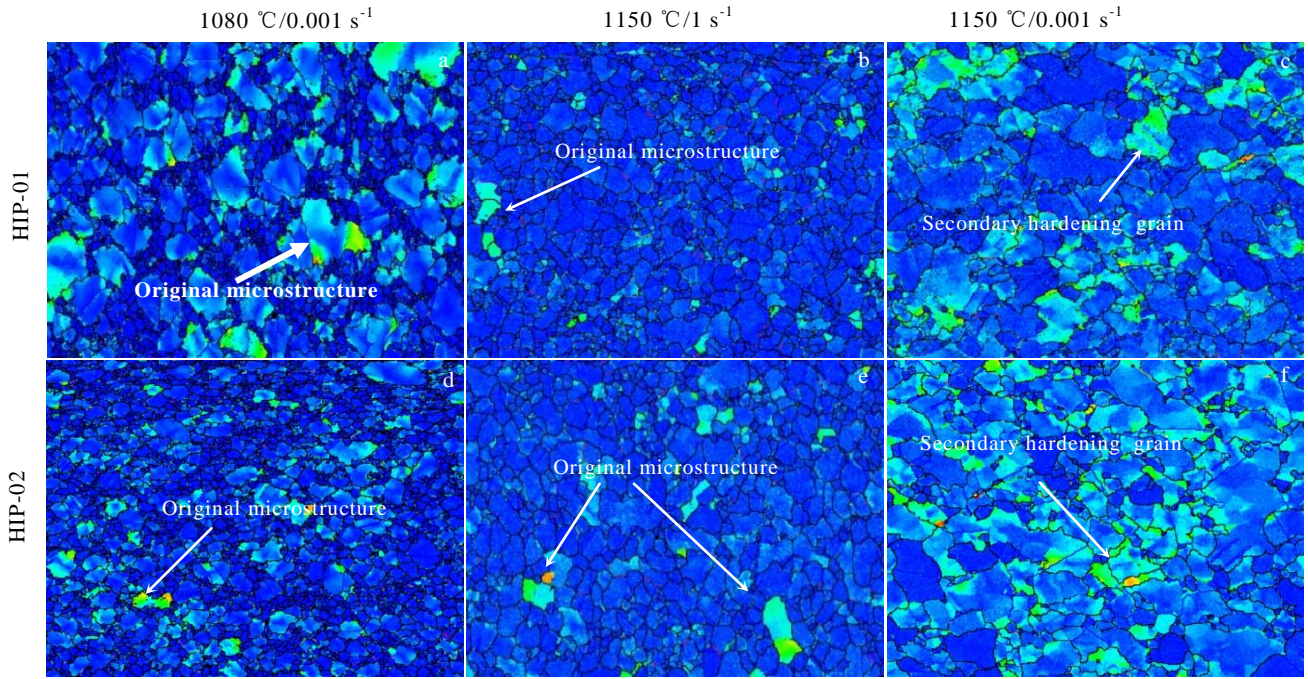


图 14 样品不同变形状态心部取向差

Fig.14 Misorientations of the core of samples under different deformation conditions

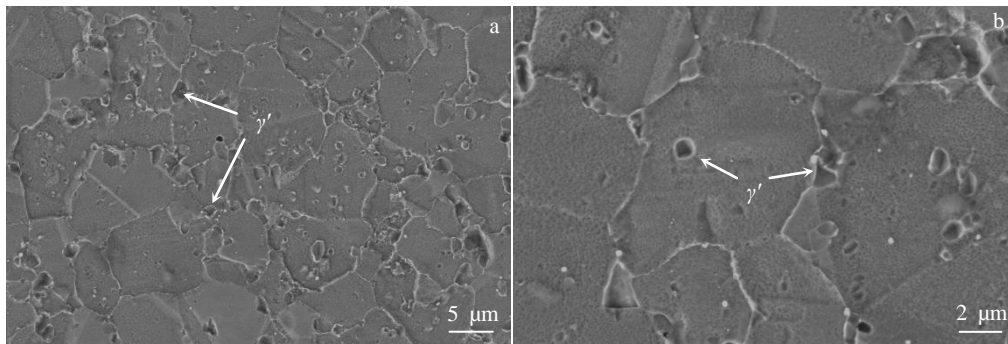


图 15 HIP-02 样品 1080 °C/0.001 s⁻¹ 变形条件心部 SEM 形貌

Fig.15 SEM morphologies of the core area of HIP-02 sample under the deformation condition of 1080 °C/0.001 s⁻¹

言，温度对变形影响明显。温度 1150 °C 高于 γ' 溶解温度时，2 种状态样品变形行为相似。与较低温度时 2 种状态样品变形行为的不同，主要原因与 1150 °C 时 γ' 充分溶解和温度较高再结晶充分有关，如图 11c、11f 和图 12d、12h 所示，样品边部和心部均完成了完全再结晶，且未观察到如图 12f 所示的粗大 γ' 残余。

变形金属的再结晶是在变形畸变能的驱动下，出现新的无应变畸变能晶粒和晶界迁移，消耗原变形晶粒的过程。对于 Ni、Al 等多晶合金而言，再结晶过程是形成新晶粒尺寸、等轴形状，获得理想晶粒组织的唯一途径^[4]。

再结晶临界能量势垒 ΔG^* 为：

$$\Delta G^* = (\alpha\gamma^3/G_v^2)f(\cos\theta) \quad (23)$$

式中， α 是新区域形状变化指数， γ 为如球状核心时

为 $16\pi/3$ 。作用因子 $f(\cos\theta)$ 在 0.1~0.5 之间，与缺陷几何形状有关^[4]。基体中， N_v 表示单位体积原子数，临界晶核密度 n_v^* 可以表示为：

$$n_v^* = N_v \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (24)$$

形成新晶粒速率 I_v 表示为：

$$I_v = \beta n_v^* \quad (25)$$

式中， β 为动力参数， β 的变化与进入晶核原子速率和 n_v^* 平衡值减少有关。

由公式(23)~(25)可知，随着温度的升高，临界晶核密度值增大，形成新晶粒的速率增加，再结晶容易。此外，温度升高，细小 γ' 充分溶解，位错的滑移较容易，滑移位错堆积在晶界处，易造成晶界位置产

生再结晶形核, 再结晶未完成时, 项链组织明显如图 12b、13a 所示。

3 结 论

1) 粗粉热等静压件 HIP-02 较细粉热等静压件 HIP-01 中的粗大 γ' 含量多, 与粗粉原始粉末中偏析较细粉严重有关。

2) 随着温度的升高、应变速率减小, 不同条件热变形过程中样品峰值应力值降低。其中, 低温 (1050、1080 $^{\circ}\text{C}$) 和高应变 (1、0.1 s^{-1}) 时, HIP-01 峰值应力高于 HIP-02。高温 (1150、1110 $^{\circ}\text{C}$) 低应变 (0.001、0.01 s^{-1}) 时, 两者接近。HIP-01 样品激活能 Q 和硬化指数 n 在应变 0.5 以下, 均高于 HIP-02 样品, 其变形较 HIP-02 样品困难。

3) 低温 1050 和 1080 $^{\circ}\text{C}$ 时, HIP-01 样品边缘较 HIP-02 样品开裂严重, 与残余 PPB 和再结晶不充分有关。HIP-02 再结晶程度优于 HIP-01, 与样品中较多的粗大 γ' 有关。1110 和 1150 $^{\circ}\text{C}$ 时, 2 种样品均未开裂, 再结晶情况相似, 与 γ' 溶解相关。

参考文献 References

- [1] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications* [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008: 231
- [2] Guo Jianting(郭建亭). *Superalloy Materials Science (part I): Application of Basic Theory*(高温合金材料学(上): 应用基础理论)[M]. Beijing: Science Press, 2008: 4
- [3] Huang K, Logé R E. *Materials & Design*[J], 2016, 111: 548
- [4] Doherty R D, Hughes D A, Humphreys F J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 1997, 238(2): 219
- [5] Sakai T, Belyakov A, Kaibyshev R *et al. Progress in Materials Science* [J], 2014, 60: 130
- [6] Detrois M, Rotella J, Goetz R L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 627: 95
- [7] Zhang Ming(张明), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(11): 1469
- [8] Liu Yang(刘洋), Tao Yu(陶宇), Jia Jian(贾建). *Powder Metallurgy Industry* (粉末冶金工业)[J], 2011, 21(2): 14
- [9] Zhang M, Liu G Q, Wang H *et al. Computational Materials Science*[J], 2019, 156: 241
- [10] Wu H X, Ge C C, Yan Q Z *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 699: 156
- [11] Semiati S, McClary K, Rollett A *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2013, 44(6): 2778
- [12] Liu F F, Chen J Y, Dong J X *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 651: 102
- [13] Zhang Ying(张莹), Zhang Yiwen(张义文), Zhang Fengyi(张凤戈) *et al. Ordnance Material Science and Engineering* (兵器材料科学与工程)[J], 2002, 25(6): 34
- [14] Yang Jinlong(杨金龙), Zhu Xiaomin(朱晓闽), Xiong Jiangying(熊江英) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(5): 1614
- [15] Gao Zhengjiang(高正江), Zhang Guoqing(张国庆), Li Zhou(李周) *et al. Rare Metal*(稀有金属)[J], 2012, 36(21): 665
- [16] Wang Y L, Li Y, Zhang H *et al. Philosophical Magazine*[J], 2020, 101(2): 1
- [17] Wang Y L, Li Y, Zhang H *et al. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part L Journal of Materials Design and Applications*[J], 2020, 235(4): 743
- [18] Atkinson H V, Davies S. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2000, 31(12): 2981
- [19] Semiati S L, Kramb R C, Turner R E *et al. Scripta Materialia*[J], 2004, 51(6): 491
- [20] Li X, Jia C, Zhang Y *et al. Vacuum*[J], 2020, 177: 109379
- [21] Yang Jinlong(杨金龙), Long Anping(龙安平), Zhang Gaoxiang(张高翔) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(3): 1031
- [22] Klepaczko J R. *Nuclear Engineering and Design*[J], 1991, 127(1): 103
- [23] Weertman J. *Journal Applied Physics*[J], 1986, 60(6): 1877
- [24] Tan Y B, Ma Y H, Zhao F. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 741: 85
- [25] Tan L, Li Y, He G *et al. Materials Characterization*[J], 2019, 147: 340
- [26] Huang K, Marthinsen K, Zhao Q *et al. Progress in Materials Science*[J], 2018, 92: 284
- [27] Ning Yongquan(宁永权), Yao Zekun(姚泽坤). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2018, 48(8): 1005

Effect of the Powder Size Distribution on the Hot Deformation Behavior of a Novel Nickel-based Powder Metallurgy Superalloy

Yang Jinlong^{1,2,3}, Cheng Junyi³, Li Yuan³, Xiong Jiangying^{1,3}, Long Anping^{1,3}, Guo Jianzheng^{1,3}

(1. Research Institute of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

(2. Shenzhen Wedge Aviation Technology Co., Ltd, Shenzhen 518000, China)

(3. Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd, Shenzhen 518000, China)

Abstract: The effects of the powder size distribution on the hot deformation behavior and the microstructural differences of a novel nickel-based powder metallurgy superalloy (WZ-A3) were studied by SEM, EDS, EBSD, OM, and the thermal simulation testing machine. The results show that compared with HIP-01 sample made from fine powder, the dendrite structure of coarse powder is obvious and the composition segregation is serious. The residual primary γ' of the HIP-02 sample made from the coarse powder is more than that of the HIP-01 sample. At the low temperature (1050, 1080 °C) and high strain rates (1, 0.1 s⁻¹), the peak stress of HIP-01 sample is higher than that of HIP-02 sample. After hot compression, the crack situation at the edge of HIP-01 sample is more severe than that of HIP-02 sample. Most of the original microstructure of HIP-01 sample are retained, and the crack is generated at the prior particle boundary (PPB), while some recrystallized structure appears at the edge of HIP-02 sample. At 1080 °C/0.001 s⁻¹, the peak stress of HIP-02 sample is about 30 MPa lower than that of HIP-01 sample. The recrystallization phenomenon of HIP-02 sample during hot compression is obvious and the recrystallized grains are uniform. The HIP-01 has necklace crystal structure, and the recrystallization is not sufficient. The coarse γ' can promote the recrystallization of HIP-02 sample at 1050 and 1080 °C. At high temperature (1150 °C) and low strain rates (0.001, 0.01 s⁻¹), the γ' dissolve into γ matrix, and the thermal deformation behavior of the two samples is similar. No cracks occur in the samples, and the microstructure is fully recrystallized. The abnormal grown grains are found in the both samples at 1150 °C/0.001 s⁻¹.

Key words: nickel-based P/M superalloy; particle size; hot deformation; recrystallization

Corresponding author: Guo Jianzheng, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, P. R. China, E-mail: guo_jianzheng@qq.com