

超细晶挤压态 FGH4113A 高温合金等温锻造过程中的本构特性及组织演变

李 远¹, 何英杰¹, 马向东¹, 杨金龙^{1,2,3}, 肖 磊¹, 郭建政^{1,3}, 冯干江^{1,2}

(1. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000)

(2. 深圳市万泽航空科技有限责任公司, 广东 深圳 518000)

(3. 中南大学 粉末冶金研究院, 湖南 长沙 410083)

摘 要: 锻造是先进航空发动机粉末涡轮盘制备的关键成型工艺。合金的化学成分和挤压工艺很大程度上决定了挤压态合金的组织。新型镍基粉末高温合金 FGH4113A (WZ-A3) 热挤压之后晶粒度达到 13 级以上, 挤压态合金呈现 $\gamma+\gamma'$ 双相组织。细小均匀的双相组织为更为广阔的等温锻造工艺窗口提供可能。本研究采用超细晶挤压态合金 FGH4113A 进行温度分别为 1000、1040、1080 和 1120 °C, 应变速率为 0.001、0.01 和 0.1 s⁻¹ 的 Gleeble 热压缩试验, 压缩量为 60%。结果表明合金试样在所有压缩条件下均未发生开裂, 体现超细晶挤压态合金 FGH4113A 有广阔的等温锻造工艺窗口。合金的平均激活能仅为 515.375 kJ/mol。低应变速率下 (0.001 s⁻¹), 试样真应力-真应变曲线呈现出稳态流变特性; 高应变速率下 (0.1 s⁻¹), 试样的真应力-真应变曲线呈现出加工硬化到再结晶软化的变化。 γ' 相对变形温度敏感, 高的变形温度会引发 γ' 相的溶解而导致再结晶晶粒的长大。此外, 超细晶挤压态合金 FGH4113A 在等温锻造过程中主要再结晶方式为不连续动态再结晶。本研究为超细晶挤压态合金 FGH4113A 的锻造工艺制定提供了实验依据。

关键词: 超细晶; 热挤压; FGH4113A; 高温锻造; 组织演变

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)08-2275-10

镍基粉末高温合金具有高强度、卓越的抗蠕变和抗疲劳性能^[1], 其广泛应用于航空发动机涡轮盘的制备。粉末盘的成型工艺通常为热等静压或热等静压+热挤压+等温锻造^[2]。热等静压态合金通常存在原始粉末颗粒边界 (prior particle boundary, PPB)、非金属夹杂物和热诱导孔洞等组织缺陷, 使合金的力学性能下降^[3-7]。热挤压可以有效地破碎 PPB 和非金属夹杂物。此外, 合适的热挤压工艺会引发动态再结晶, 细化晶粒^[8]。为了防止晶粒粗化, 热挤压和等温锻造的温度一般选择在合金的 γ' 相固溶温度以下。在 γ' 相固溶温度以下进行热变形, 位于晶界的一次 γ' 相相对稳定, 可以有效阻碍再结晶晶粒的长大, 使挤压态组织呈现为细小均匀的 $\gamma+\gamma'$ 双相组织。挤压后的冷却速度影响 γ' 相溶质原子在基体中的过饱和程度, 在随后的锻造过程中造成 γ' 相的析出或回溶。最终盘件的组织是由合金化学成分、挤压工艺、锻造工艺和热处理工艺共同决定的。细小均匀的挤压态组织为等温锻造成型提供了良好的组织基础。和粗晶合金相

比, 细晶合金的高温变形抗力明显下降^[9], 降低了热变形过程中的开裂风险。并使细小晶粒组织遗传到锻件合金中, 为热处理过程的组织调控提供基础。随着高推重比航空发动机涡轮盘的发展, 对高强度和高损伤容限型的新一代镍基粉末高温合金的需求日趋迫切^[10], 本团队研发了新一代镍基粉末高温合金 FGH4113A (WZ-A3), 合金热挤压后的晶粒度达到 13 级以上。但目前对细晶挤压态合金的热变形研究比较缺乏, 因此, 本研究进行了超细晶挤压态 FGH4113A 高温合金等温锻造过程中本构特性及组织演变的详细探究。

1 实 验

新一代镍基粉末高温合金 FGH4113A 的名义化学成分如表 1 所示。合金 γ' 相的固溶温度为 1150 °C。合金粉末采用氩气雾化的方式进行制备。经烘烤、脱气等处理后的合金粉末在装包套后进行热等静压, 热等静压完成后取合金坯料进行热挤压。挤压态合金组织如图 1a 所

收稿日期: 2023-08-12

基金项目: 国家科技重大专项 (2017-VI-0009-0080); 深圳市工业和信息化局项目 (201806071114243770); 深圳市科技创新委员会项目 (20150128085205453); 广东省珠江人才计划 (607264877417)

作者简介: 李 远, 男, 1992 年生, 硕士, 深圳万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000, 电话: 0755-88604615, E-mail: 1097124159@qq.com

表 1 FGH4113A 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of FGH4113A alloy (ω/%)

| Co | Cr | Al | Ti | W | Mo | Ta | Nb | Hf | C | B | Zr | Ni |
|----|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-------|-------|------|------|
| 19 | 13 | 3.2 | 3.7 | 4.0 | 4.0 | 1.0 | 1.2 | 0.2 | 0.045 | 0.025 | 0.05 | Bal. |

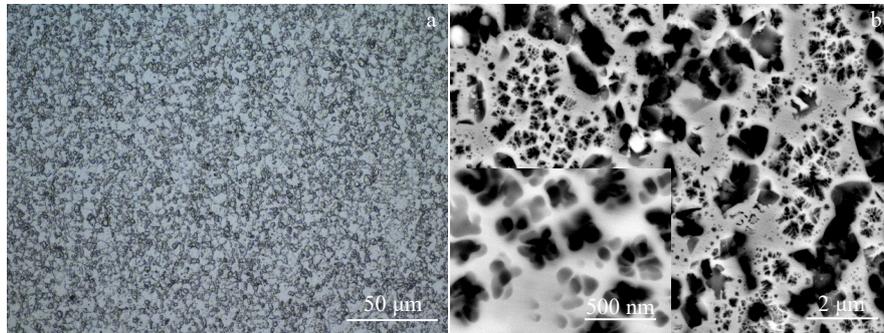


图 1 FGH4113A 合金挤压态显微组织

Fig.1 Microstructure of as-extruded FGH4113A superalloy: (a) metallography microstructure and (b) distribution of γ' phase

示, 呈细小均匀的 γ+γ' 双相组织, 合金的平均晶粒度为 13.05 级 (3.5 μm)。图 1b 显示晶界存在块状的大尺寸一次 γ' 相, 晶内为花瓣状和颗粒状小尺寸 γ' 相。从挤压棒 R/2 的位置沿挤压方向掏取 Gleeble 热压缩试样若干, 加工好的试样为表面光滑的 Φ8 mm×12 mm 的圆柱形试样。试样在 Gleeble3180 热模拟试验机上进行温度分别为 1000、1040、1080、1120 °C, 应变速率为 0.001、0.01、0.1 s⁻¹ 的热压缩试验, 试样的压缩变形量为 60% (对应的真应变为 0.916)。所有试样以 10 °C/s 的升温速率加热到实验温度, 并在实验温度保温 3 min 使试样温度均匀化。实验结束时, 试样在氩气气氛中快速冷却以保留试样在高温变形结束时的显微组织。

利用电火花线切割把压缩试样沿着平行于压缩轴的方向一分为二。切割后的试样磨制和抛光成标准金相试样, 试样经 Kalling 试剂 (5 g 氯化铜、100 mL 盐酸、100 mL 乙醇) 腐蚀后在 Nikon MM-400 型光学显微镜下进行金相组织观察, 试样心部区域的晶粒度统计遵循 GB/T6394-2017 《金属平均晶粒度测试方法》。此外, 试样经溶液 (硝酸:乙酸:盐酸:水=3:3:1:3, 体积比) 腐蚀后在 Zeiss Sigma 300 场发射扫描电镜下进行 γ' 相的形貌观察, 每个试样中心区域选取 5 个背散射模式下视场并使用 Image J 软件进行 γ' 相面积分数和尺寸的统计。

2 结果与分析

2.1 真应力-真应变曲线及其摩擦修正

图 2 为细晶挤压态 FGH4113A 合金不同热压缩条件下的真应力-真应变曲线, 其中虚线为实验测得的真应

力-真应变曲线, 实线为摩擦修正后的真应力-真应变曲线。在热压缩过程中, 石墨片的润滑可以减小试样和压头之间的摩擦, 但无法完全消除它们之间的摩擦。因此, Ebrahimi 等人^[11-13]提出了用于修正实验获得的不同压缩条件下流变应力的模型。该修正模型表述为:

$$\frac{\sigma}{\sigma_c} = 8b \frac{r}{h} \left\{ \left[\frac{1}{12} + \left(\frac{h}{rb} \right)^2 \right]^{\frac{3}{2}} - \left(\frac{h}{rb} \right)^3 - \frac{m}{24\sqrt{3}} \frac{e^{-\frac{b}{2}}}{e^{\frac{b}{2}} - 1} \right\} \quad (1)$$

其中, σ 是实验测得的应力即未修正的应力; σ_c 为摩擦修正后的应力; r 和 h 分别为变形试样的平均半径和高度, r = r₀√(h₀/h), r₀ 与 h₀ 分别为初始试样的半径和高度; b 是变形试样的鼓肚参数, b = (4r/h)[(r_m - r_i)/(h₀ - h)], r_i = √(3h₀r₀²/h - 2r_m²), r_m 与 r_i 分别为变形试样最大半径和端部半径; m 为恒定的摩擦系数, m = 3√3rb/[h(12 - 2b)]。

图 2 显示所有热压缩条件下, 摩擦修正后的流变应力均低于实验获得的流变应力, 且应变速率越大, 两者的差值越大。变形温度恒定时, 流变应力随着应变速率的减小而下降; 应变速率恒定时, 流变应力随变形温度的上升而下降。然而, 0.6 真应变后, 1120 °C/0.001 s⁻¹ 热压的流变应力高于 1080 °C/0.001 s⁻¹ 热压的流变应力, 这是由于高的变形温度使 γ' 相的溶解程度变大, 再结晶晶粒持续长大, 导致试样在高温低应变速率 (1120 °C/0.001 s⁻¹) 下的变形抗力持续上升。合金试样在高应变速率变形时 (0.1 s⁻¹), 不同变形温度下应力-应变曲线均呈现加工硬化和再结晶软化 2 个阶段。高应变速率会导致试样变形时大量位错的塞积, 造成高的峰值应力, 达到临界位错密度后会引发明显再结晶现象。在

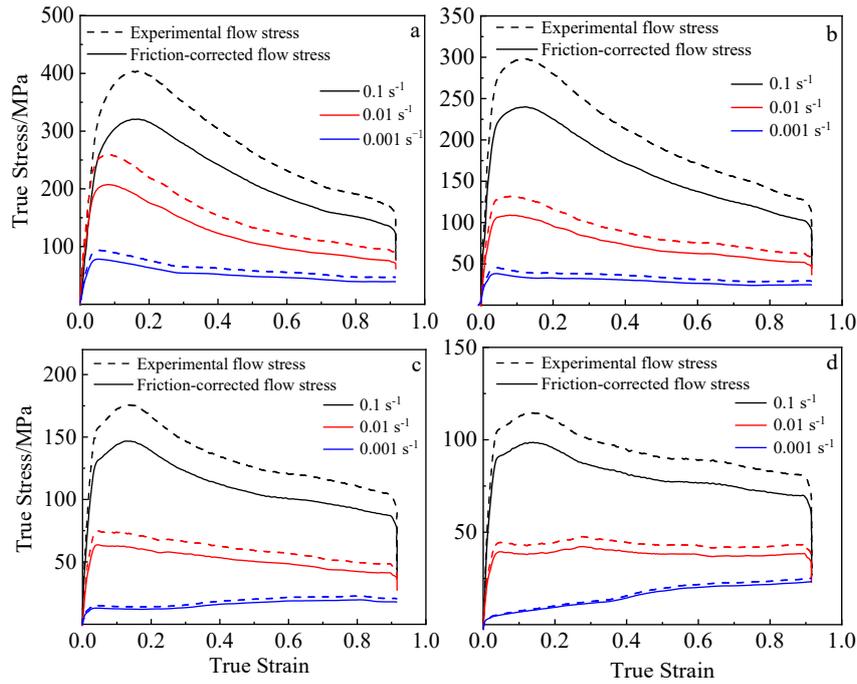


图 2 不同温度下挤压态 FGH4113A 合金摩擦修正前后的真应力-真应变曲线

Fig.2 True stress-true strain curves of as-extruded FGH4113A superalloy before and after friction correction under different temperatures: (a) 1000 °C, (b) 1040 °C, (c) 1080 °C, and (d) 1120 °C

1120 °C/0.01 s⁻¹ 变形时, 应力-应变曲线呈现稳态流变特性, 即合金在热变形过程中的位错密度维持在一个相对平衡的状态。当应变速率为 0.001 s⁻¹ 时, 试样在 1000 °C 变形时的真应力-真应变曲线显示 0.3 真应变后流变应力达到稳态, 而在 1040 °C 变形时流变应力始终维持在稳态, 1080 和 1120 °C 变形时流变应力呈缓慢上升的趋势, 但整体变形抗力很低。

图 3 为合金试样在不同条件热压后的表面形貌。圆柱形试样压缩后呈鼓状并有凸出的“鼓肚”, “鼓肚”的出现是因为试样在热压缩过程中的不均匀变形, 试样各处的应变量不一样, 试样端部在压缩过程中由于变形量小而导致再结晶程度低, 试样心部由于变形量较大引发明显的再结晶现象。然而, 试样在高温低应变速率 (1120 °C/0.001 s⁻¹) 压缩无“鼓肚”现象, 表明此条件热压缩时试样变形更加均匀。此外, 所有热压缩条件下, FGH4113A 合金压缩试样均没有发生开裂, 表明超细晶挤压态 FGH4113A 合金具有宽广的热加工窗口。

2.2 本构模型及热加工图

本构模型的建立对于合金热加工性能的评估及其数值模拟提供了依据。粉末高温合金热加工时的流变应力主要受合金化学成分、晶粒度和热加工参数的影响^[9]。热加工参数主要是指温度和应变速率, Zener-Hollomon 参数描述了流变应力与温度、应变速率之间的关系。该

参数的表达式如下^[13-14]:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = F(\sigma_p) = \begin{cases} A_1 \sigma_p^{n_1} & \alpha \sigma_p < 0.8 \\ A_2 \exp(\beta \sigma_p) & \alpha \sigma_p > 1.2 \\ A [\sinh(\alpha \sigma_p)]^n & \text{all } \sigma_p \end{cases} \quad (2)$$

其中, Q 为表面激活能; R 为气体常数; T 为绝对温度; $\dot{\epsilon}$ 为应变速率; σ_p 为峰值应力; A 、 A_1 、 A_2 、 n_1 、 α 和 β 是材料常数; n 为应力指数。公式 (2) 表明了参数 Z 与峰值应力的关系, 在低应力与高应力水平分别采用幂函数与指数函数模型, 而双曲正弦函数模型适用于所有应力水平。材料常数 n_1 、 β 、 n 的表达式可以根据公式 (2) 中各等式两边求偏导数而得, 而材料常数 α 可以利用已知的材料常数 β 和 n_1 求得, 各材料常数的表达式如下^[13]:

$$n_1 = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma_p} \right]_T, \quad \beta = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma_p} \right]_T \quad (3)$$

$$n = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha \sigma_p)]} \right]_T, \quad \alpha = \frac{\beta}{n_1}$$

依据公式 (3) 中的各表达式进行相应线性拟合如图 4a-4c, 可得出超细晶挤压态 FGH4113A 合金的各材料常数。 $n_1=2.4115$; $\beta=0.0315$; $n=1.532$; $\alpha=0.0141$ 。激活能 Q 可表达为^[13-15]:

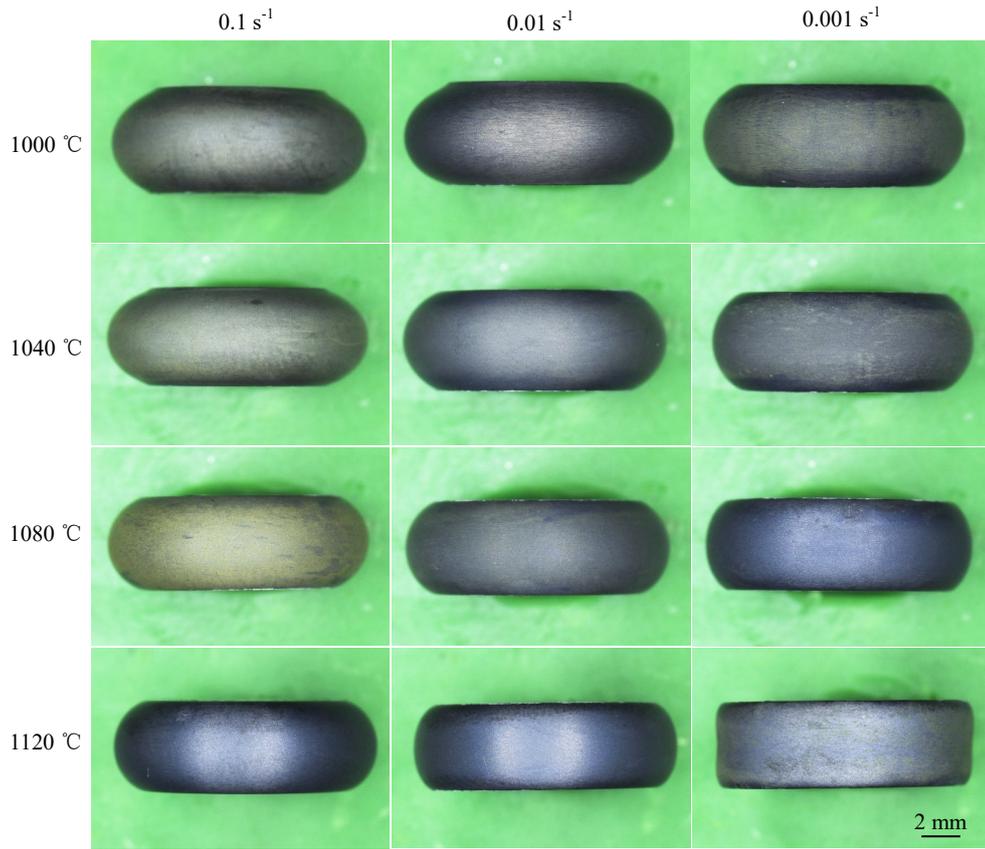


图 3 合金试样在不同条件热压后的表面形貌

Fig.3 Appearance of samples after hot compression under different conditions

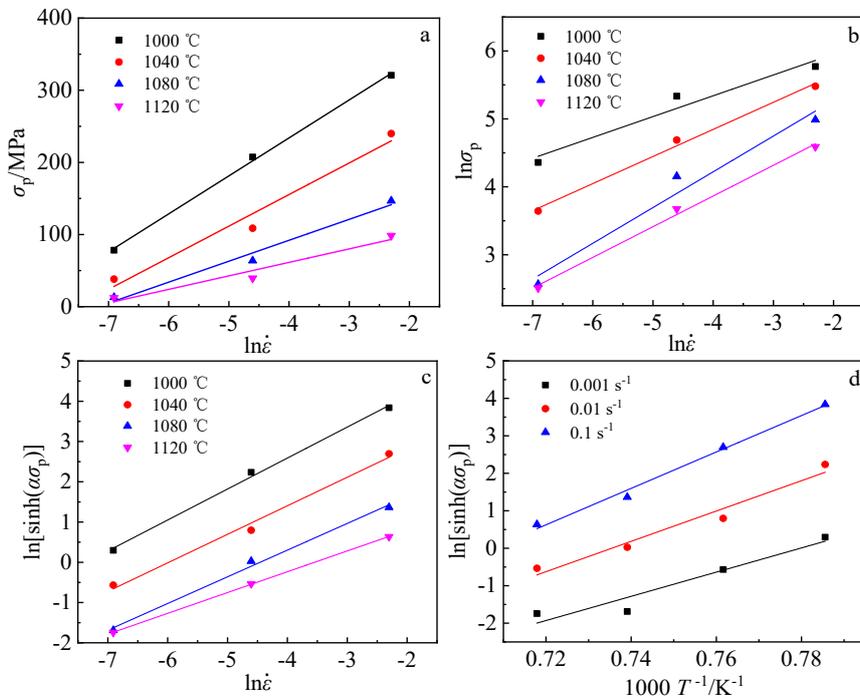


图 4 挤压态 FG4113A 合金的压缩峰值应力与应变速率或温度的线性拟合关系

Fig.4 Linear fitting relationship between compression peak stress and strain rate or temperature for as-extruded FG4113A alloy: (a) $\sigma_p - \ln \dot{\epsilon}$, (b) $\ln \sigma_p - \ln \dot{\epsilon}$, (c) $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \ln \dot{\epsilon}$, and (d) $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - 1000/T$

$$Q = Rn \left[\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]}{\partial (1/T)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (4)$$

$$= R \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]} \right]_T \left[\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]}{\partial (1/T)} \right]_{\dot{\epsilon}}$$

$\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]-1/T$ 在每个恒定应变速率下的线性拟合度较高,如图 4d 所示,综合前面的计算结果可得超细晶挤压态 FGH4113A 合金的激活能 Q 为 515.375 kJ/mol。Wang 等人^[15]曾计算挤压态晶粒尺寸为 17.8 μm 的 A3 合金的激活能 Q 为 867.203 kJ/mol,表明超细晶挤压态合金更容易等温锻造成型。

根据公式 (2) 的变形可知 $\ln Z$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ 满足线性函数关系,两者的线性关系可以用公式 (5) 来描述^[13-15],其斜率为 n ,截距为 $\ln A$ 。图 5 显示了具体的函数关系表达式及其线性拟合精度。

$$\ln Z = n \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] + \ln A \quad (5)$$

合金的通用本构方程公式为^[13-15]:

$\dot{\epsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma_p)]^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$, 依据公式 (3) 的计算结果可得 $\alpha=0.0141$; 依据公式 (4) 的计算结果可得 $Q=515.375$ kJ/mol; 依据公式 (5) 的计算结果可得 $A=6.69 \times 10^{17}$; $n=1.479$ 。综合以上计算结果可以确定超细晶挤压态 FGH4113A 合金的本构方程为:

$$\dot{\epsilon} = 6.69 \times 10^{17} [\sinh(0.0141\sigma_p)]^{1.479} \exp\left(\frac{-515357}{RT}\right) \quad (6)$$

热加工图是基于动态材料模型提出的^[16]。热加工图是由能量耗散因子图与失稳图叠加而成的。应变速率敏感因子 m 在恒定变形温度和应变的表达式如下^[17]:

$$m = \left. \frac{\partial(\ln\sigma)}{\partial(\ln\dot{\epsilon})} \right|_{\epsilon, T} \quad (7)$$

能量耗散因子 η 的数值大小代表合金热变形时发生显微组织演变所消耗的能量占总能耗比例的大小。能量

耗散因子 η 的表达式如下^[16-17]:

$$\eta = \frac{2m}{m+1} \quad (8)$$

失稳判据标准是依据热力学不可逆极值原则确定的,当失稳参数 $\xi(\dot{\epsilon})$ 为负值时对应着合金塑性流动的失稳区^[17]。

$$\xi(\dot{\epsilon}) = \frac{\partial \ln \frac{m}{m+1}}{\partial \ln \dot{\epsilon}} + m < 0 \quad (9)$$

图 6 为细晶挤压态 FGH4113A 合金在 1000~1120 $^{\circ}\text{C}$ 、0.001~0.1 s^{-1} 区间热压缩变形时不同应变 (0.2~0.8) 的热加工图。从不同应变对应的热加工图可以看出几乎没有 $\xi(\dot{\epsilon})$ 为负值的失稳区存在,这进一步表明此合金具有宽广的热加工窗口和良好的热加工性。但应变为 0.2 的热加工图 6a 显示在 1000~1005 $^{\circ}\text{C}$ 、0.066~0.1 s^{-1} 工艺参数区间变形时存在小的失稳区(灰色区域)。失稳区内对应的一组热压缩试验条件为 1000 $^{\circ}\text{C}$ 、0.1 s^{-1} ,其真应力-真应变曲线如图 2a 所示,在应变为 0.2 时的流变应力值接近峰值应力,在低温高应变速率下压缩会瞬时增加位错密度从而迅速引起合金试样应力集中,而此时再结晶引起的软化程度很低。此外,大应变速率会造成合金的不均匀塑性变形,从而引起合金试样压缩时的局部流变增大,因此 FGH4113A 合金在 1000~1005 $^{\circ}\text{C}$ 、0.066~0.1 s^{-1} 区间热压缩存在开裂的危险,尽管试样压缩完成后的宏观形貌(图 3)并没有发现裂纹。Wang 人^[15,18]也指出合金热变形过程中的失稳区倾向于发生在小变形区(应变=0.1~0.2)。有研究者^[13,19]指出镍基高温合金热加工时发生动态回复所对应的能量耗散因子 η 为 15%~25%,发生动态再结晶所对应的 η 为 30%~50%,发生超塑性流变时的 η 大于 60%。从图 6 可以看出,超细晶挤压态 FGH4113A 合金在 1000~1120 $^{\circ}\text{C}$ 、0.001~0.1 s^{-1} 区间热压缩时的耗散因子 η 均大于 30%,表明合金在热压缩过程中几乎没有发生动态回复。低层错能的镍基高温合金在热变形过程中容易发生动态再结晶^[20]。热加工图显示合金在 0.032~0.1 s^{-1} 变形时, η 在 31%~58%,不同温度下 0.1 s^{-1} 的真应力-真应变曲线有明显加工硬化和再结晶软化特性。在 0.0032~0.032 s^{-1} 变形时, η 在 40%~75%,在高温小应变 (0.2~0.4) 对应高的 η 值,而高温大应变 (0.5~0.8) 时的 η 值降低。随着应变的增加,高 η 覆盖的区域逐渐由高温区(1080~1120 $^{\circ}\text{C}$) 向中温区 (1040~1080 $^{\circ}\text{C}$) 迁移,表明变形后期适当降低变形温度可以促进合金的再结晶而抑制晶粒长大。在 0.001~0.0032 s^{-1} 变形时, η 在 37%~88%,高温区 (1080~1120 $^{\circ}\text{C}$) 的 η 值随着应变的增加逐渐降低,流变应力随着应变的增加而逐渐增加 (1120 $^{\circ}\text{C}$ ~0.001 s^{-1})。而中温区 (1040~1080 $^{\circ}\text{C}$) 的 η 值在变形过程中始终维

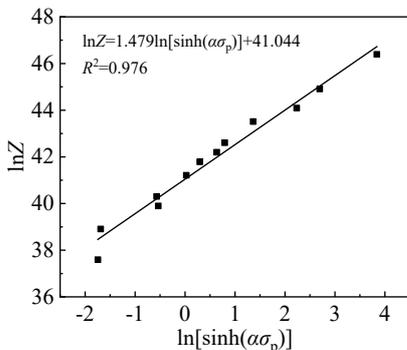


图 5 $\ln Z$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ 的线性拟合关系

Fig.5 Linear fitting relationship between $\ln Z$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$

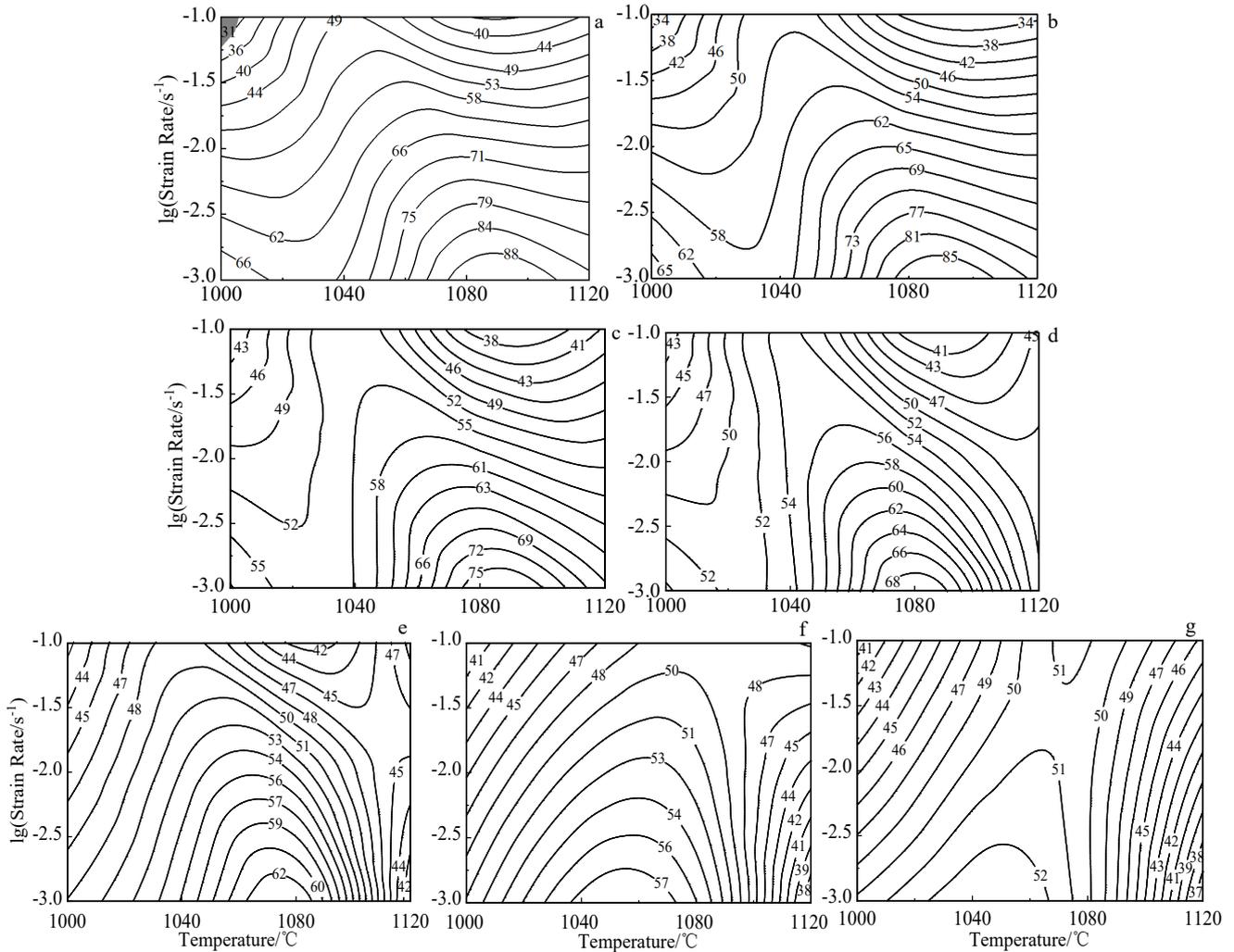


图 6 FGH4113A 合金在不同应变的加工图

Fig.6 Processing maps of FGH4113A superalloy at different strain: (a) $\varepsilon=0.2$, (b) $\varepsilon=0.3$, (c) $\varepsilon=0.4$, (d) $\varepsilon=0.5$, (e) $\varepsilon=0.6$, (f) $\varepsilon=0.7$, and (g) $\varepsilon=0.8$

持着较高值，整个变形过程呈现较低的稳态流变应力。

2.3 组织演变

图 7 为细晶挤压态 FGH4113A 合金在不同热压条件下的金相显微组织。较低温度 (1000~1040 °C) 压缩后，组织均匀细小，呈典型的 $\gamma+\gamma'$ 双相组织，密集的 γ' 相分布在 γ 基体的晶界和晶内。低温变形时合金的变形抗力较大，这与低温下合金中高的 γ' 体积分数引起的沉淀强化、有序强化以及低温变形引发再结晶需要高的再结晶临界位错密度和热激活能有关。合金压缩变形时， γ'/γ 相界附近储存了较大的应变能，相界可以作为形核点，通过粒子刺激形核机制促进 γ 晶粒的形核^[12]。同时 γ' 相会阻碍晶界的迁移而抑制再结晶晶粒的长大，这会导致合金在低温变形时形成细小的 $\gamma+\gamma'$ 双相组织。随着变形温度的升高， γ' 相的体积分数逐渐降低，引发再结晶需要的热激活能和临界位错密度也相应降低，此时再结晶晶粒更容易发生长大 (如 1120 °C 压缩)。图 8 为合

金试样在不同条件压缩后平均晶粒尺寸统计结果。当应变速率恒定时，随着变形温度的升高，压缩试样平均晶粒尺寸增大；当变形温度恒定时，随着应变速率的减小，压缩试样的平均晶粒尺寸呈增大的趋势。低温压缩时 (1000~1040 °C)，试样的平均晶粒尺寸在 4 μm 以下，和原始挤压态试样 (3.5 μm) 相比，试样压缩前后的平均晶粒尺寸变化幅度不大。

图 9 为合金试样在不同条件热压后 γ' 相的分布。图 10 显示了合金试样在不同条件热压后 γ' 相及二次 γ' 相 (粒子直径 < 800 nm) 面积分数统计结果。结合图 9 和 10 可以看出，应变速率恒定时， γ' 相的面积分数随变形温度的升高而减少；变形温度恒定时， γ' 相的面积分数随应变速率变化不敏感。初始挤压态 FGH4113A 合金 γ' 相的面积分数约为 49%，其中晶内二次 γ' 相 (粒子直径 < 800 nm) 的占比约为 10% (图 1b)。当变形温度为 1000 °C 时， γ' 相的面积分数约为 43%，二次 γ' 相的占比约为 6%，

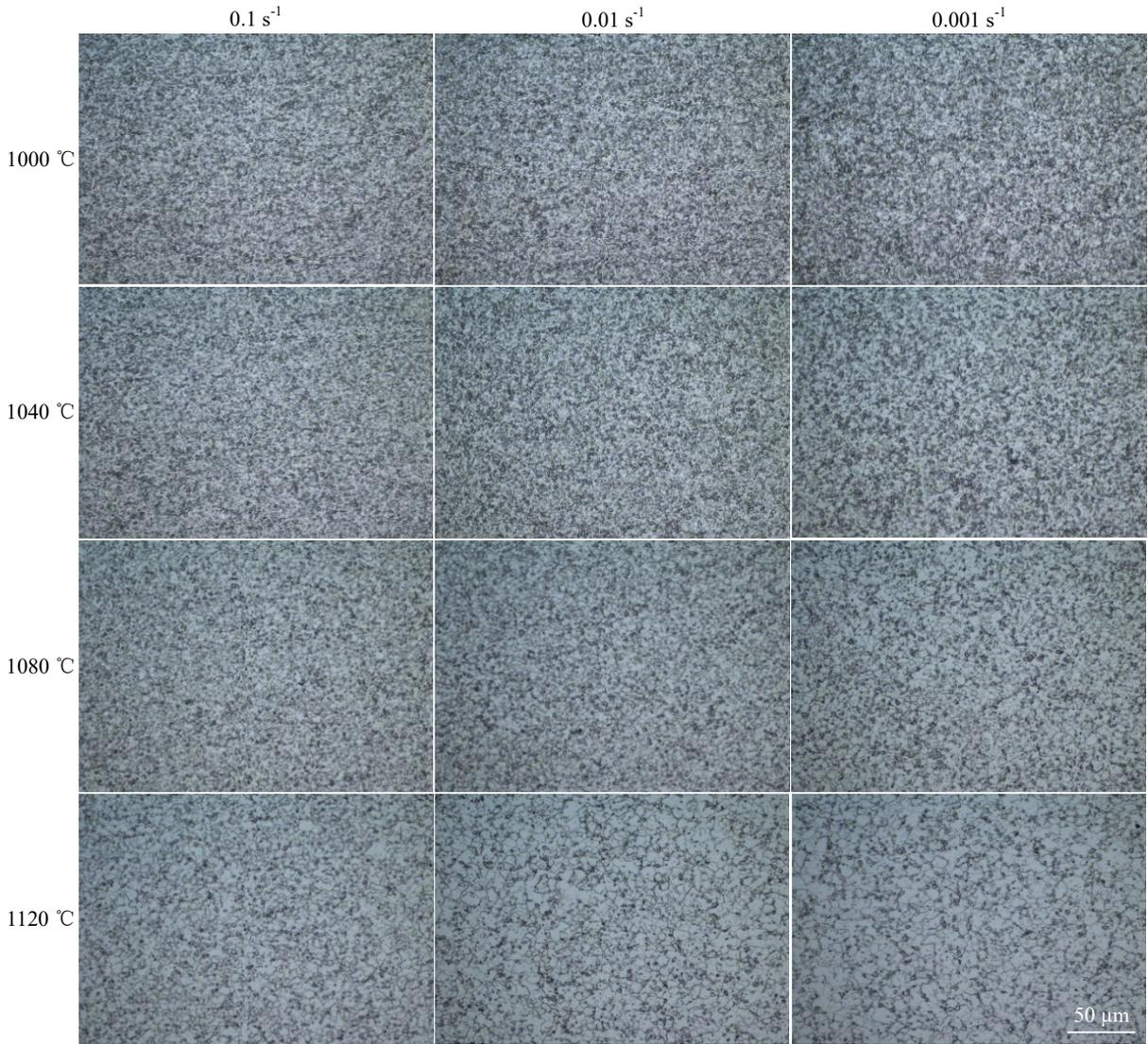


图 7 合金试样在不同条件热压后的金相显微组织

Fig.7 Metallography microstructures of samples after hot compression under different conditions

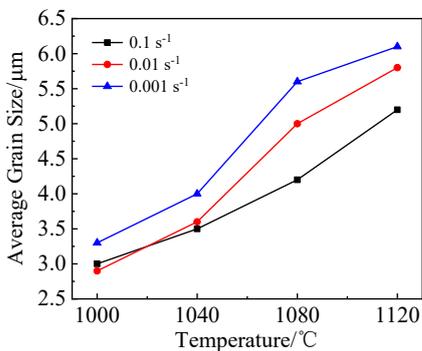


图 8 合金试样在不同条件热压后的平均晶粒尺寸统计结果

Fig.8 Statistics of average grain size for samples after hot compression under different conditions

表明挤压态试样在 1000 °C 热变形前的加热和保温阶段发生二次 γ' 相的回溶。变形温度为 1040 °C 时, γ' 相和二

次 γ' 相的面积分数分别约为 31% 和 4%, 表明一次和二次 γ' 相都发生了回溶。回溶过程中, 一次 γ' 相颗粒的体积逐渐缩小, γ' 相颗粒间距逐渐增大。在 1000 和 1040 °C 热变形时, 合金仍然保留了较多的一次 γ' 相, 这些分布在晶界的一次 γ' 相阻碍了晶界的迁移, 从而抑制了再结晶晶粒的长大。从图 7 也可以看出 1000 和 1040 °C 热压后的金相组织为细小均匀的 $\gamma+\gamma'$ 双相组织。1080 °C 热变形时, γ' 的面积分数约为 22%, 晶内二次 γ' 相基本完全回溶, 一次 γ' 相平均尺寸减少, 对晶界迁移的阻碍力下降, 再结晶晶粒有了一定程度长大, 但晶粒平均尺寸仍然较小。1120 °C 热变形时, γ' 的面积分数约为 12%, 对晶界迁移的阻碍力进一步下降, 晶粒长大明显。

挤压态 FGH4113A 高温合金的组织为细小均匀的 $\gamma+\gamma'$ 双相组织, 细小均匀的双相组织有利于合金的高温塑性成形, 拓宽了合金的热加工窗口。合金存在一个等

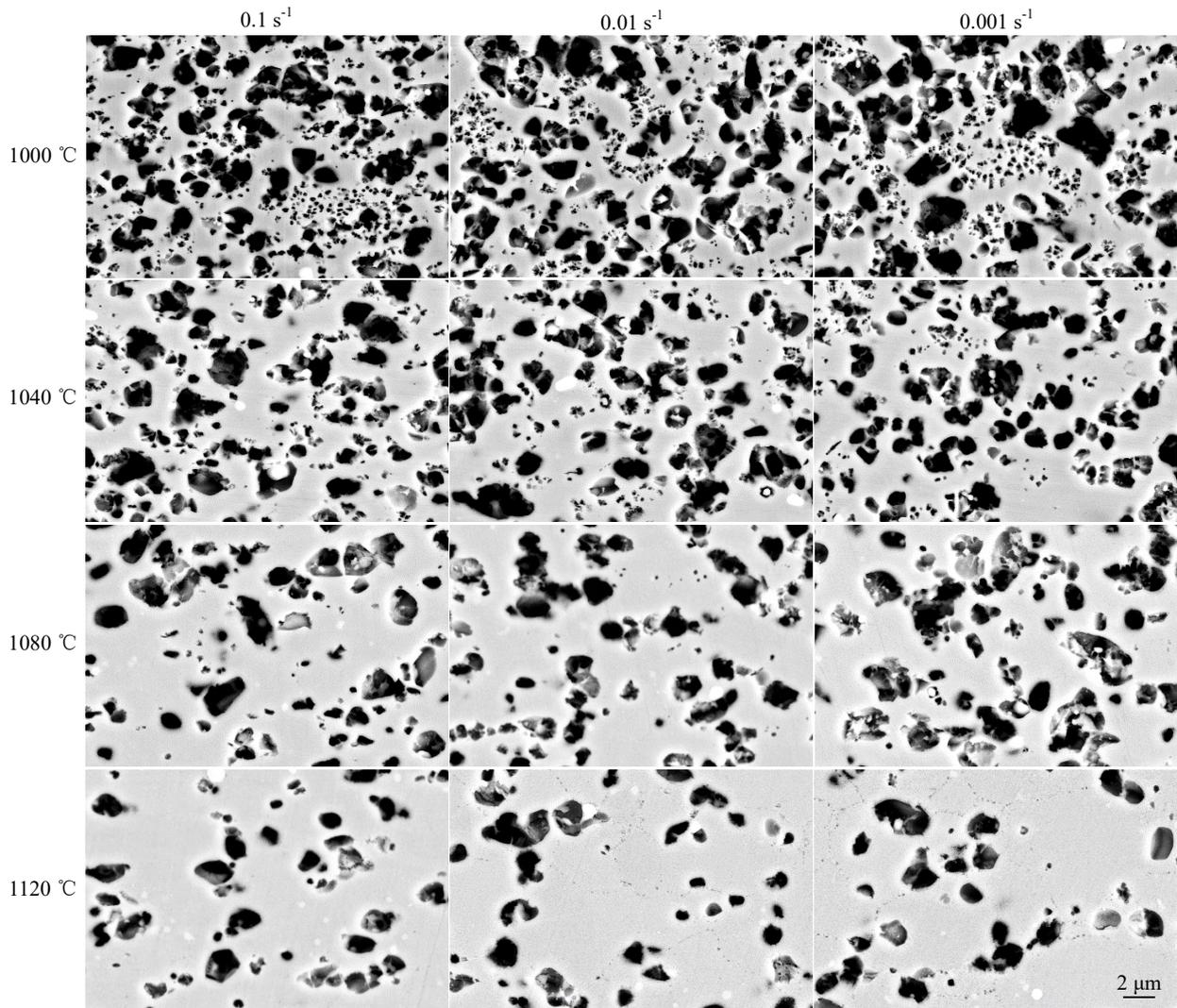


图 9 合金试样在不同条件热压后 γ' 相的分布

Fig.9 Distribution of γ' for samples after hot compression under different conditions

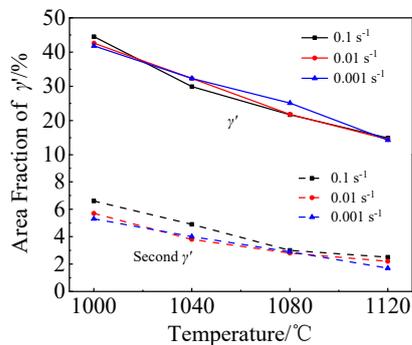


图 10 合金试样在不同条件热压后 γ' 相及二次 γ' 相 (粒子直径 $< 800 \text{ nm}$) 面积分数统计结果

Fig.10 Statistics of area fraction of γ' and second γ' (particle diameter $< 800 \text{ nm}$) for samples after hot compression under different conditions

强温度，等强温度下合金晶粒的晶内强度和晶界强度相等。而镍基高温合金热加工温度区间一般远高于其等强温度，此时晶粒的晶内强度高于晶界强度，热变形时晶界附近位置的位错在外加剪应力作用下更易滑移。由于晶界 γ' 对位错运动的阻碍，位错会发生塞积，因此晶界附近的位错密度增加，当达到再结晶临界位错密度时，晶界附近会发生再结晶形核。有研究者也表明镍基高温合金在热变形时的再结晶方式以晶界凸起形核的不连续再结晶为主^[20]。高温变形时，较低的晶界强度消除了室温及低温变形时的晶界强化效应，细晶合金的变形抗力明显低于粗晶合金的变形抗力^[9]。对细晶挤压态 FGH4113A 合金来说，在慢应变速率 (0.001 s^{-1}) 变形时，不同变形温度下的应力-应变曲线呈稳态流变特性，稳态流变应力随着变形温度的上升而下降，1120 °C 变形时流变应力的上升是因为再结晶晶粒的快速长大造成的；当

应变速率增大到 0.01 s^{-1} , 变形温度到 $1080 \text{ }^\circ\text{C}$ 才出现稳态流变现象 (图 2)。稳态流变现象是由于多晶体的晶粒取向不同, 变形过程中, 少数处于有利取向的晶粒会优先发生塑性变形, 这些晶粒塞积的位错达到再结晶临界位错密度后引发再结晶。随着变形过程的推进, 晶粒会发生转动, 一些新的处于有利取向的晶粒会发生塑性变形并不断塞积位错。这样, 一些区域的晶粒处于变形过程中加工硬化阶段引起变形抗力的增加; 同时另一些区域的晶粒发生再结晶引起变形抗力的下降, 整个变形过程中的抗力处于一个稳态应力水平。

3 结 论

1) 变形温度恒定时, 流变应力随着应变速率的减小而下降; 应变速率恒定时, 流变应力随着变形温度的上升而下降。在所有热压缩条件下, 经摩擦修正后的流变应力都低于实验获得的流变应力, 且应变速率越快, 两者的差值越大。

2) 在所有热压缩条件下试样均没有发生开裂。不同应变 (0.2~0.8) 对应的热加工图显示几乎没有失稳值 ζ 为负值的失稳区存在, 表明超细晶挤压态 FGH4113A 合金具有宽广的热加工窗口和良好的热加工性。

3) 与粗晶合金相比, 细晶合金在相同变形条件下具有更低的形变抗力和形变激活能。超细晶挤压态 FGH4113A 合金的形变激活能 Q 为 515.375 kJ/mol , 其在 $1000\sim 1120 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $0.001\sim 0.1 \text{ s}^{-1}$ 工艺参数区间热压时不同应变的耗散因子 η 均大于 30%, 随着应变的增加, 高 η 覆盖的区域逐渐由高温区 ($1080\sim 1120 \text{ }^\circ\text{C}$) 向中温区 ($1040\sim 1080 \text{ }^\circ\text{C}$) 迁移, 其本构方程:

$$\dot{\epsilon} = 6.69 \times 10^{17} \left[\sinh(0.0141\sigma_p) \right]^{1.479} \exp\left(\frac{-515357}{RT}\right), \text{ 其为}$$

挤压态 FGH4113A 合金锻造过程仿真模拟提供依据。

4) 应变速率恒定时, 随着变形温度的升高, 压缩试样平均晶粒尺寸增大, γ' 相的面积分数逐渐降低; 当变形温度恒定时, 随着应变速率的减小, 压缩试样的平均晶粒尺寸呈增大的趋势, 而 γ' 相的面积分数随应变速率的变化不敏感。

5) 合金热变形 (等强温度以上) 过程中会使晶界附近区域优先塑性变形而引发晶界凸起形核的不连续动态再结晶。具有细小均匀双相组织的 FGH4113A 合金在低应变速率下维持低的稳态应力, 是因为变形过程中的加工硬化和动态再结晶软化处于动态平衡状态。

参考文献 References

[1] Wang Y L, Li Y, Zhang H et al. *Philosophical Magazine*[J], 2021,

101(2): 193

[2] Si J Y, Liu S H, Chen L. *Solid State Phenomena*[J], 2019, 298: 43

[3] Ma Wenbin(马文斌), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙) et al. *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy* (粉末冶金材料科学与工程)[J], 2013, 18(1): 1

[4] Hou J, Dong J X, Yao Z H et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 74: 17

[5] Ma Wenbin(马文斌), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2013, 49(10): 1248

[6] Zhou Jingyi(周静怡), Liu Changkui(刘昌奎), Zhao Youxia(赵文侠) et al. *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2017, 37(5): 1

[7] Zhang Ying(张莹), Liu Mingdong(刘明东), Sun Zhikun(孙志坤) et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(4): 1

[8] Wen H N, Tang X F, Jin J Z et al. *Materials Science and Engineering A* [J], 2022, 847: 143356

[9] Li Y, He Y J, Cui J Y et al. *Journal of Materials Science*[J], 2022, 57(17): 8329

[10] Xiao Lei(肖磊), He Yingjie(何英杰), Ma Xiangdong(马向东) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(6): 2215

[11] Ebrahimi R, Najafzadeh A. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2004, 152: 136

[12] Li H Z, Yang L, Wang Y et al. *Materials Characterization*[J], 2020, 163: 110285

[13] Feng X Y, Hu L X, Sun Y. *Journal of Materials Science*[J], 2021, 56: 15441

[14] Liu Y H, Ning Y Q, Yao Z K et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 675: 73

[15] 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], 2021, 235(4): 743

[16] Cai D Y, Xiong L Y, Liu W C et al. *Materials and Design*[J], 2009, 30(3): 921

[17] He G A, Liu F, Si J Y et al. *Materials and Design*[J], 2015, 87: 256

[18] Tan L M, Li Y P, He G A et al. *Materials Characterization*[J], 2019, 147: 340

[19] Wang M J, Wang W R, Liu Z L et al. *Materials Today Communications*[J], 2018, 14: 188

[20] Guo Q M, Li D F, Guo S L et al. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2011, 414(3): 440

Constitutive Characterization and Microstructure Evolution of As-extruded FGH4113A Superalloy with Ultrafine Grain During Isothermal Forging

Li Yuan¹, He Yingjie¹, Ma Xiangdong¹, Yang Jinlong^{1,2,3}, Xiao Lei¹, Guo Jianzheng^{1,3}, Feng Ganjiang^{1,2}

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

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

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

Abstract: Forging is the key forming process for producing advanced aero-engine powder turbine disks. The microstructure of as-extruded alloy mostly depends on the chemical composition of alloy and extrusion processing parameters. The average grain size number is greater than 13 for the novel powder nickel-based superalloy FGH4113A after hot extrusion, and the as-extruded alloy has dual-phase microstructure of $\gamma+\gamma'$. The fine and homogeneous dual-phase microstructure makes it possible to broaden isothermal forging processing window. In this study, Gleeble hot compression experiments for as-extruded FGH4113A alloy with ultrafine grains were carried out at temperatures of 1000, 1040, 1080, 1120 °C and strain rates of 0.001, 0.01, 0.1 s⁻¹. Height reduction was 60% for samples under all experiment conditions. The results show that no crack is found on the surface of alloy samples under all experiment conditions, suggesting that the as-extruded FGH4113A alloy with ultrafine grains has a wide isothermal forging process window. The average activation energy for the alloy is 515.375 kJ/mol. True stress-true strain curves show a steady flow characteristic for samples under low strain rate (0.001 s⁻¹) and the change from work hardening to recrystallization softening for the samples under high strain rate (0.1 s⁻¹). γ' is sensitive to temperature, and recrystallization grains grow obviously at high deformation temperature due to the dissolution of a large amount of γ' . Furthermore, the main recrystallization way is discontinuous dynamic recrystallization for as-extruded FGH4113A alloy with ultrafine grains. This study offers experiment evidence for forging processing design of the as-extruded FGH4113A alloy with ultrafine grains.

Key words: ultrafine grain; hot extrusion; FGH4113A; isothermal forging; microstructure evolution

Corresponding author: Guo Jianzheng, Ph. D., Professor, Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd, Shenzhen 518000, P. R. China, E-mail: guo_jianzheng@qq.com