

# 一种高 Al+Ti 镍基高温合金在双相区和单相区的热塑性变形行为

赵广迪, 武金江

(辽宁科技大学, 辽宁 鞍山 114051)

**摘要:** 高 Al、Ti 含量镍基变形高温合金开坯塑性的严重恶化已经成为制约其广泛应用的瓶颈。这类合金的热塑性特征受  $\gamma'$  析出相的显著影响, 但以往关于  $\gamma'$  对其热变形行为影响的研究均未考虑晶界强化元素的干扰。本研究制备了一种不含 C、B、Zr 等晶界强化元素的高 Al+Ti 镍基变形高温合金铸锭并对其进行了充分的均匀化处理, 重点研究了该合金在 1060 °C ( $\gamma/\gamma'$  双相区) 和 1170 °C ( $\gamma$  单相区) 的塑性变形行为。结果表明,  $\gamma$  单相区的变形抗力远小于  $\gamma/\gamma'$  双相区, 且  $\gamma$  单相区的热塑性明显更好。有趣的是在  $\gamma$  单相区的流变曲线上出现了明显的屈服降现象, 而在  $\gamma/\gamma'$  双相区并未出现。这可能由于在  $\gamma$  单相区有更多 Al、Ti 被释放, 这些以溶质形式存在的 Al、Ti 能有效阻碍位错移动并最终将其锁定。在  $\gamma/\gamma'$  双相区和  $\gamma$  单相区开裂的模式均为沿晶开裂, 说明在热加工过程中这类合金的晶界是最薄弱环节。当对数应变达到 0.36 时在  $\gamma/\gamma'$  双相区和  $\gamma$  单相区均已发生不连续动态再结晶 (DRX), 且随着应变的增大 DRX 晶粒数量明显增多, 但晶粒尺寸无明显变化。由于一次  $\gamma'$  对晶界具有钉扎作用,  $\gamma$  单相区的 DRX 晶粒尺寸明显大于  $\gamma/\gamma'$  双相区, 但前者 DRX 晶粒的颗粒密度明显更小。总之,  $\gamma$  单相区变形抗力明显更低且热塑性更好的主要原因是, 其 DRX 晶粒的快速长大迅速降低原始晶界附近的位错密度。

**关键词:** 镍基高温合金; 热塑性变形; 动态再结晶;  $\gamma'$  相

**中图分类号:** TG146.1<sup>+</sup>5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2023)02-0630-09

镍基变形高温合金以其优异的抗高温蠕变、疲劳和耐腐蚀等性能广泛用作航空发动机涡轮盘材料<sup>[1-2]</sup>。近些年, 各国对发动机推重比和热效率的要求日益提升, 为了满足该要求涡轮前进气温度不断升高, 相应就需要涡轮盘用镍基变形高温合金具有更优异的承温能力<sup>[3]</sup>。如今承温能力达到 750~950 °C 的先进涡轮盘用镍基变形高温合金中主要强化相  $\gamma'$  的形成元素 Al、Ti 质量分数之和已高达 7.5%<sup>[1, 4]</sup>,  $\gamma'$  体积分数达到 40%~64%<sup>[5-6]</sup>。然而, 大量 Al、Ti 的添加导致合金凝固偏析严重, 枝晶间析出大量非平衡 ( $\gamma + \gamma'$ ) 共晶<sup>[7-9]</sup>。在热加工过程中严重的枝晶偏析使合金的变形和动态再结晶 (DRX) 极不均匀, 且裂纹很容易在 ( $\gamma + \gamma'$ ) 共晶与基体界面处萌生<sup>[10]</sup>。所以对这类高 Al+Ti 镍基变形高温合金铸锭锻造开坯前必须进行均匀化处理, 以消除 ( $\gamma + \gamma'$ ) 共晶, 降低元素偏析程度。但对于这类合金, 即使进行了均匀化处理, 在实际开坯过程中既要获得均匀细晶, 又不发生开裂是十分困难的<sup>[11-12]</sup>。众所周知, 均匀细晶主要是通过发生 DRX 破碎原始粗大晶粒而实现, 而合金的开裂特征在很大程度上取决

于 DRX 程度。已有较多研究指出镍基高温合金的 DRX 行为受  $\gamma'$  相体积分数和尺寸的显著影响,  $\gamma'$  颗粒的存在会钉扎晶界迁移, 且过多  $\gamma'$  会阻碍再结晶的形核和长大<sup>[5, 13-14]</sup>。也就是通过调控  $\gamma'$  的尺寸和数量能够显著影响 DRX 特征, 进而改变开坯过程铸锭的开裂行为和最终棒材的组织性能。C、B 和 Zr 是镍基高温合金中常见的晶界强化元素, 且其晶界强化效果与温度有很大关系<sup>[15-18]</sup>。然而, 目前关于  $\gamma'$  对高 Al、Ti 含量镍基变形高温合金热塑性特征影响的研究并未考虑这些晶界强化元素的干扰作用, 并且  $\gamma'$  的存在与否对这类合金热塑性的影响程度尚不明确。为此, 探索这类合金在  $\gamma/\gamma'$  双相区和  $\gamma$  单相区的高温变形行为、开裂机制和 DRX 特征对指导其开坯锻造具有十分重要的意义。

当然, 也有学者尝试通过改变制备工艺来解决高 Al、Ti 含量镍基变形高温合金开坯困难的问题。其中, 粉末冶金 (PM) 工艺具有几乎无元素偏析、晶粒和枝晶组织细小、工艺塑性优异等优点<sup>[19-20]</sup>。近些年已有一些高温合金生产商开始采用 PM 工艺来制备这类合金, 但与传统铸锻 (C&W) 工艺相比, PM 工艺的生产流程过

收稿日期: 2022-03-22

基金项目: 国家自然科学基金 (51904146)

作者简介: 赵广迪, 男, 1989 年生, 博士, 副教授, 辽宁科技大学材料与冶金学院, 辽宁 鞍山 114051, 电话: 0412-5929381, E-mail: gdzhao12s@alum.imr.ac.cn

于复杂,生产成本过高<sup>[21]</sup>。另外,金属3D打印(又称增材制造)可高效制造复杂几何结构并减少材料损耗,对于航空发动机用高温合金零部件的制造具有很大吸引力<sup>[22]</sup>。最近几年关于镍基高温合金的增材制造已有较多研究,并且钢铁研究总院高温材料研究所利用增材制造技术成功制备出了直径为150 mm的IN718合金燃气涡轮盘<sup>[6]</sup>。但已有较多研究表明现有 $\gamma'$ 体积分数较高(40%以上)的高Al、Ti含量镍基高温合金并不适合用增材制造来生产,因为这类合金容易出现凝固裂纹和热影响区液化裂纹<sup>[23-25]</sup>。目前,C&W工艺仍然是国内外生产这类高Al+Ti难变形镍基高温合金的首选。

U720Li是一种典型的高Al、Ti含量镍基变形高温合金<sup>[26]</sup>。本实验参照该合金制备了一种不含C、B和Zr等晶界强化元素(防止这些元素在不同温度下产生的不同晶界强化效果对实验结果造成干扰)的高Al+Ti镍基变形高温合金铸锭并对其进行了均匀化处理,重点研究其在 $\gamma/\gamma'$ 两相区和 $\gamma$ 单相区的高温变形行为、开裂机制并分析DRX机理。研究结果将为优化这类合金均匀化态铸锭的开坯锻造工艺提供一定理论指导。

## 1 实验

参照U720Li合金标准化学成分,以纯金属Ni、Al、Ti、Cr、Co、Mo、W为原材料,在真空感应炉(VIM)中熔炼并浇铸成一个近似圆柱状的质量为5 kg的高Al、Ti含量镍基变形高温合金铸锭。精炼时间约为5 min,浇注温度约为1420 °C。用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)测定铸锭的化学成分,结果如表1所示。可见除了C、B和Zr元素外,该铸锭的化学成分符合U720Li合金的标准成分。然后,将铸锭放入高温箱式电阻炉中进行1200 °C×40 h的均匀化处理,随炉冷却至700 °C后取出空冷至室温。

利用线切割在均匀化态铸锭的1/2半径处切取尺寸为10 mm×10 mm×10 mm的试样。将其研磨抛光后进行电解腐蚀,腐蚀剂为13 mL H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>+42 mL HNO<sub>3</sub>+43 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,电压为2 V,时间为3~5 s。该腐蚀剂主要腐蚀 $\gamma$ 基体,使 $\gamma'$ 相凸显出来<sup>[27]</sup>。利用金相显微镜(OM)和Zeiss-IGMA HD型场发射扫描电镜(SEM)观察铸锭的均匀化态组织。用Nano Measurer 1.2软件测量均匀化态铸锭1/2半径处的晶粒和 $\gamma'$ 尺寸,用Image-Pro Plus 6.0软件测定一次 $\gamma'$ 的面积分数。

表1 实验合金的化学成分

Al	Ti	Cr	Co	Mo	W	Ni
2.48	4.99	15.99	15.02	2.98	1.17	Bal.

为了保证测量结果的准确性,统计了铸锭整个截面1/2半径处所有晶粒的尺寸并求平均值,同时选用5张不同位置的SEM照片统计 $\gamma'$ 的尺寸和面积分数并求平均值。

利用线切割在均匀化态铸锭的1/2半径处取样并加工成 $\Phi 8$  mm×12 mm的标准热压缩试样(试样的高度方向与铸锭的高度方向平行),在Thermecmator-Z热力模拟试验机中(抽真空)开展热压缩实验。具体工艺参数为,以10 °C s<sup>-1</sup>升温至1060或1170 °C后保温10 min(消除试样中的温度梯度),然后以0.5 s<sup>-1</sup>的应变速率分别压缩变形至对数应变为0.36、0.60和0.92,最后向真空室中注射氩气冻结变形组织。在变形过程中与热模拟试验机关联的计算机可自动获取其真应力-对数应变曲线。值得注意的是,开展热压缩实验前在试样两端各放置一片云母片以减小试样与压头之间的摩擦力,并将K型热电偶焊接在试样的圆柱面(一半高度处)以准确控制实验温度。由于U720Li合金中 $\gamma'$ 相的固溶温度约为1153 °C<sup>[5]</sup>,考虑到微量元素C、B和Zr不会对其造成明显影响,选择的变形温度1060和1170 °C分别对应本实验合金的 $\gamma/\gamma'$ 双相区和 $\gamma$ 单相区(已通过后续显微组织观察得到证实)。图1为热压缩实验的参数及示意图。

热压缩实验结束后,用线切割将试样沿压缩轴方向平均切成两半。将切面研磨抛光后用与均匀化态试样相同的工艺进行电解腐蚀。在OM和SEM下观察热压缩试样的显微组织和裂纹扩展情况。分别用Nano Measurer 1.2和Image-Pro Plus 6.0软件测量热压缩试样中 $\gamma'$ 相和DRX晶粒的尺寸和面积分数,同样为了保证测量结果的准确性分别选取5张不同位置的SEM和OM照片进行统计并计算平均值。

## 2 结果与讨论

### 2.1 均匀化态组织

众所周知在均匀化过程中由于元素偏析的减轻,铸锭的晶粒会发生明显长大<sup>[28]</sup>,但晶粒的形貌特征和

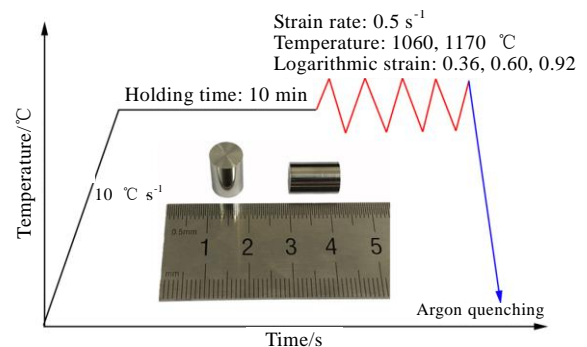


图1 热压缩实验参数及示意图

Fig.1 Schematic and parameters of the hot compression test

分布规律与原始晶粒保持相近。图 2 展示了实验合金铸锭的均匀化态组织。可见该均匀化态铸锭的最外层为细小的等轴晶，心部为粗大等轴晶，两者之间为粗大柱状晶（如图 2a）。同时还可以看出在该均匀化态铸锭相同半径处的晶粒形貌没有明显差别。鉴于本热压缩实验的取样位置为该铸锭的 1/2 半径处，重点测定了该区域柱状晶的平均宽度和长度分别为  $(2.08 \pm 1.48)$  mm 和  $(7.65 \pm 4.97)$  mm。由 OM 照片可以看出，经均匀化处理后凝固过程形成的树枝晶和非平衡析出相均完全被消除，显微组织变得十分均匀，只能观察到一些粗大晶粒和弯曲晶界（如图 2b）。由高分辨 SEM 照片可见，均匀化态铸锭的晶内均匀析出了尺寸为  $(0.75 \pm 0.34)$   $\mu\text{m}$  的粗大  $\gamma'$  颗粒，而在晶界处析出了更粗大的不规则形状  $\gamma'$ （如图 2c）。经测量这些粗大  $\gamma'$  的平均面积分数为  $54.56\% \pm 3.25\%$ 。在更高倍下还可以观察到在粗大  $\gamma'$  颗粒之间的基体中析出了不均匀分布的尺寸为  $25.54 \pm 14.62$  nm 的细小球状  $\gamma'$ （如图 2d）。根据前人研究结果<sup>[29]</sup>，该粗大  $\gamma'$  是在均匀化后冷却至较高温度区间形成的，称为一次  $\gamma'$ ；而该细小球状  $\gamma'$  是在均匀化后冷却至较低温度形成的，称为二次  $\gamma'$ 。Mao 等<sup>[30]</sup>已对这类高 Al+Ti 镍基高温合金中  $\gamma'$  的析出行为开展了较深入的研究。

### 2.2 流变行为

图 3 展示了在 1060 °C ( $\gamma/\gamma'$  双相区) 和 1170 °C

( $\gamma$  单相区) 压缩至不同应变的真应力-对数应变曲线及热压缩试样的表面形貌。可见实验合金在  $\gamma/\gamma'$  双相区和  $\gamma$  单相区的变形都不均匀，均出现了明显的鼓肚和侧翻现象。这主要是由于均匀化态铸锭的晶粒十分粗大且尺寸较不均匀，同时试样两端面与压头之间不可避免地存在摩擦力<sup>[31-32]</sup>。众所周知，热压缩试样心部的变形程度最大，称为大变形区；试样上下两端面附近的变形程度最小，称为死区；而鼓肚区域的变形程度介于这两者之间，称为自由变形区<sup>[33]</sup>。当对数应变变为 0.36 时，在  $\gamma/\gamma'$  双相区压缩的试样表面已经出现了细小的裂纹，而在  $\gamma$  单相区压缩的试样并未开裂（如图 3a）。当对数应变增加至 0.60 时，在  $\gamma/\gamma'$  双相区压缩的试样表面出现了明显裂纹，而在  $\gamma$  单相区压缩的试样仍然没有发生开裂（如图 3b）。当对数应变进一步增加至 0.92 时，在  $\gamma/\gamma'$  双相区压缩的试样发生了严重开裂，同时在  $\gamma$  单相区压缩的试样也出现了一些细小裂纹（如图 3c）。值得注意的是在  $\gamma/\gamma'$  双相区裂纹主要沿着试样对角线方向扩展，而在  $\gamma$  单相区裂纹主要从试样的上下端面向心部扩展。从流变曲线上可以看出，在  $\gamma/\gamma'$  双相区变形时，随着应变的增加流变应力先迅速增大，当对数应变达到 0.026 时开始出现拐点（该拐点是发生塑性变形的起始位置），随后流变应力缓慢增大到峰值应力。之后流变应力呈逐渐下降的趋势，这可能是由于试样发生了 DRX 或开裂而释放了应力

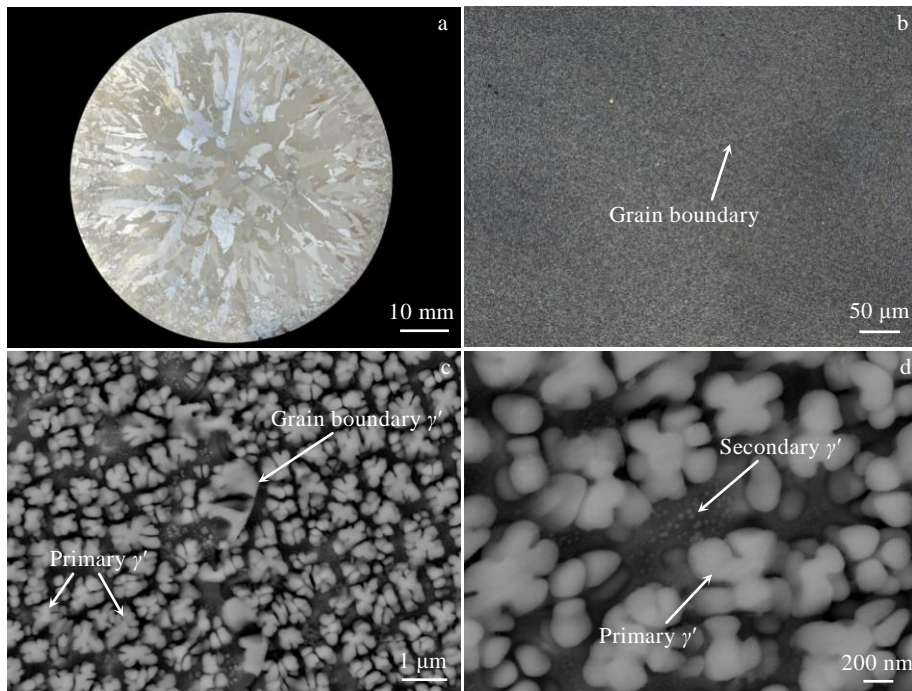


图 2 实验合金的均匀化态组织

Fig.2 As-homogenized microstructures of the experimental alloy: (a, b) OM images of original grains; (c, d) SEM images of  $\gamma'$  morphologies



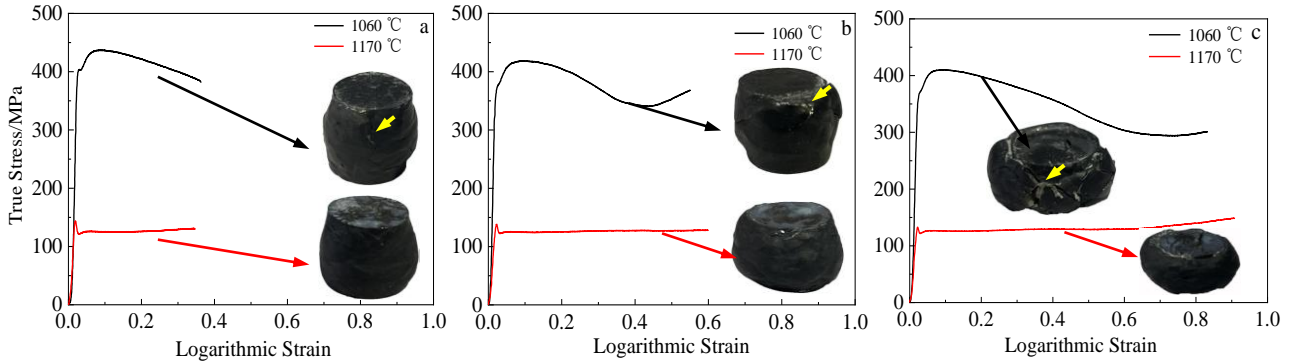


图3 变形温度为1060和1170 °C的真应力-对数应变曲线及热压缩试样形貌

Fig.3 True stress-logarithmic strain curves and sample appearances of the as-homogenized alloy deformed at 1060 and 1170 °C with a strain rate of  $0.5 \text{ s}^{-1}$  to logarithmic strains of 0.36 (a), 0.60 (b) and 0.92 (c)

集中<sup>[14, 32]</sup>。值得注意的是, 当对数应变增大到一定程度后试样的不均匀变形导致其发生了侧翻变形, 增大了试样与压头之间的摩擦力, 从而导致流变应力反常升高(如图3b和3c)。在 $\gamma$ 单相区变形时, 随着应变的增加流变应力迅速增大, 当对数应变增大到0.02左右就达到峰值应力, 随后出现了明显的屈服降(yield drop)现象, 最后进入稳态流变阶段。有趣的是这种屈服降现象在 $\gamma/\gamma'$ 双相区的流变曲线上并未出现。

经文献调研发现, 在IN100<sup>[34]</sup>、IN718<sup>[35-36]</sup>、WASPALLOY<sup>[36]</sup>和U720Li<sup>[5, 14]</sup>等很多镍基变形高温合金的热变形过程中都发生过屈服降现象。Guimaraes等<sup>[36]</sup>提出对于WASPALLOY合金在其 $\gamma'$ 固溶温度以上出现屈服降现象是由于位错的短程有序锁定。Monajati等<sup>[5]</sup>发现对于U720Li合金在低于 $\gamma'$ 固溶温度变形时, 随着变形温度的升高屈服降程度逐渐变大。他们提出温度越高就有更多 $\gamma'$ 溶解, 进而有更多Al、Ti等 $\gamma'$ 形成元素被释放出来并以溶质形式存在于基体中, 更多的溶质原子强烈阻碍位错的移动并最终将其锁定。根据上述研究结果可以推断, 本研究中在 $\gamma$ 单相区出现屈服降的机理是位错的短程有序锁定, 而在 $\gamma/\gamma'$ 双相区未出现屈服降是由于在较低温度下 $\gamma'$ 的溶解程度较小, 释放少量的Al、Ti等溶质原子无法钉扎位错运动。

### 2.3 $\gamma/\gamma'$ 双相区变形组织

图4展示在1060 °C( $\gamma/\gamma'$ 双相区)压缩后试样大变形区在OM下的显微组织和裂纹形貌。可见经热压缩变形后晶粒形貌均沿着压缩方向被压扁, 且应变越大晶粒的变形就越明显(如图4a、4b和4c)。还可以看出当对数应变仅为0.36时, 在靠近试样表面处就发生了明显的沿晶开裂(如图4d), 且随着应变量的增大沿晶裂纹逐渐向试样心部扩展(如图4e和4f)。

值得注意的是, 在OM下未能观察到DRX晶粒。

为了确认在 $\gamma/\gamma'$ 双相区变形过程中是否发生DRX, 在SEM下进一步观察了对数应变为0.36和0.60的热压缩试样大变形区和裂纹附近的显微组织(对这2种应变热压缩试样进行分析即可说明问题), 结果如图5所示。可见当对数应变仅为0.36时就沿着裂纹和大变形区原始晶界形成了细小的链状DRX晶粒且出现了晶界弓弯现象(如图5a和5b)。随着应变的增大, 链状DRX晶粒的数量明显更多, 但其尺寸没有明显变化(如图5c和5d)。表2列出了不同对数应变下热压缩试样大变形区DRX晶粒的平均尺寸。值得注意的是, 由于这些DRX晶粒的尺寸过小且主要沿原始晶界很窄的区域形成, 其面积分数极小, 难以准确测量。而DRX晶粒数量随着应变的增大而明显增多且尺寸无明显变化的现象表明DRX晶粒的面积分数必然也随应变的增大而增加。沿着原始晶界形成链状DRX晶粒且出现晶界弓弯现象表明在该变形条件下的动态再结晶机制是不连续动态再结晶(DDR<sub>X</sub>)<sup>[13, 37]</sup>。而在裂纹附近发生DRX的主要原因是剧烈的局部剪切变形增大了形变储能<sup>[38]</sup>。由SEM照片还可以看出, 在DRX晶界上基本都分布着一次 $\gamma'$ 颗粒, 表明这些 $\gamma'$ 会钉扎晶界, 阻碍DRX晶粒长大<sup>[5]</sup>, 这是在 $\gamma/\gamma'$ 双相区变形后DRX晶粒的尺寸和面积分数都很小的主要原因。与原始均匀化态组织相比(如图2c), 对数应变为0.36的热压缩试样中一次 $\gamma'$ 的形貌转变为近似球状(如图5a和5b)。而当对数应变达到0.60时一次 $\gamma'$ 被明显拉长(如图5c和5d), 这说明在高温变形过程中一次 $\gamma'$ 会参与一定形变。作者前期研究发现在U720Li合金热变形过程中MC碳化物并不参与变形<sup>[32]</sup>。显然, 与MC相比一次 $\gamma'$ 在高温下会发生软化,

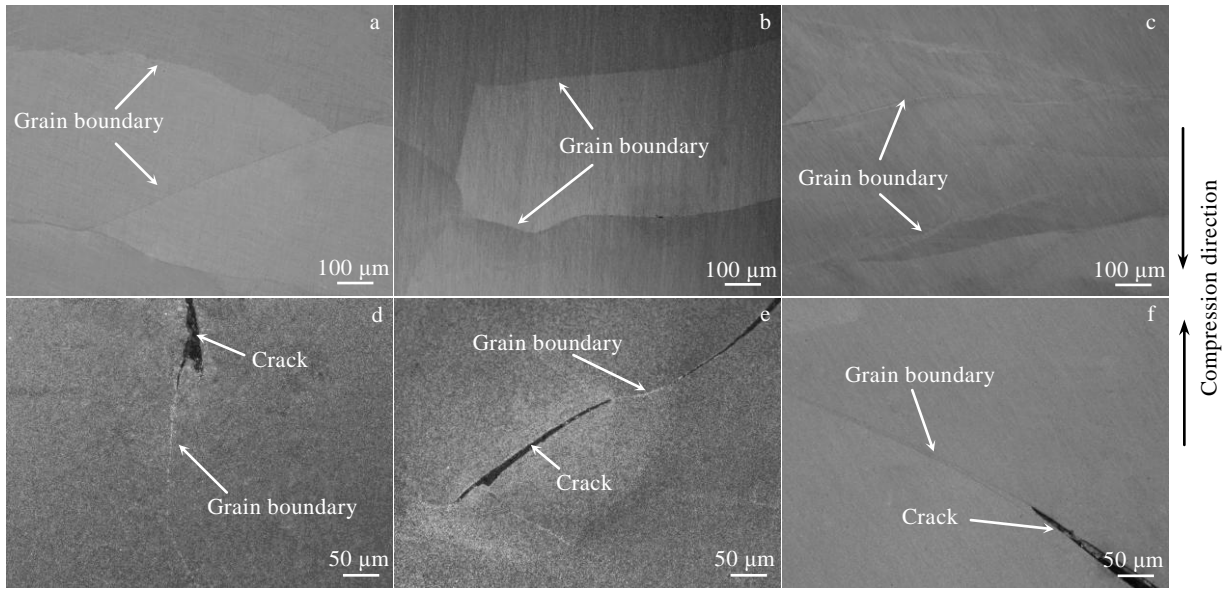


图 4 实验合金在 1060 °C 变形后大变形区的显微组织和开裂特征

Fig.4 Microstructures in large deformation zones (a-c) and cracking characteristics (d-f) of the as-homogenized alloy deformed at 1060 °C to logarithmic strains of 0.36 (a, d), 0.60 (b, e) and 0.92 (c, f)

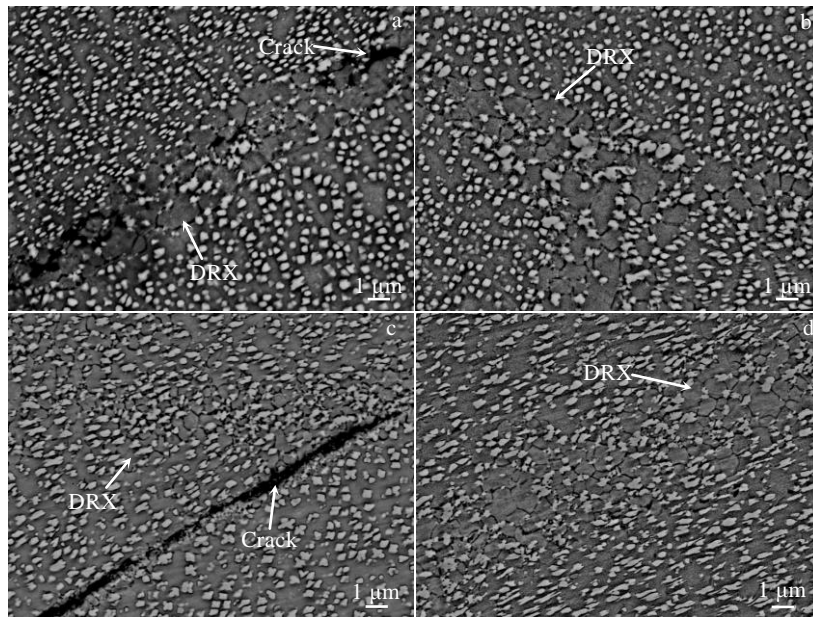


图 5 实验合金在 1060 °C 变形后裂纹附近及大变形区原始晶界处的动态再结晶形貌

Fig.5 Dynamic recrystallization occurred near the cracks (a, c) and along the original grain boundaries (b, d) of the as-homogenized alloy deformed at 1060 °C to logarithmic strains of 0.36 (a, b) and 0.60 (c, d)

表 2 实验合金在 1060 和 1170 °C 变形后大变形区内 DRX 晶粒和一次  $\gamma'$  的平均尺寸和面积分数

Table 2 Average sizes ( $d$ ) and area fractions ( $A_f$ ) of the DRX grains and primary  $\gamma'$  in large deformation zones of the as-homogenized alloy deformed at 1060 and 1170 °C to different logarithmic strains

Temperature/°C	Logarithmic strain	DRX grains		Primary $\gamma'$	
		$d/\mu\text{m}$	$A_f/\%$	$d/\mu\text{m}$	$A_f/\%$
1060	0.36	$1.20 \pm 0.65$	-	$0.38 \pm 0.17$	$28.10 \pm 2.16$
	0.60	$1.10 \pm 0.48$	-	$0.48 \pm 0.25$	$29.33 \pm 3.08$
1170	0.36	$20.22 \pm 7.84$	$2.23 \pm 0.36$	-	-
	0.60	$21.25 \pm 10.39$	$13.87 \pm 2.42$	-	-
	0.92	$21.18 \pm 9.92$	$21.33 \pm 3.95$	-	-

发生一定的形变,对位错的钉扎作用明显更弱。表2还展示了不同应变下一次 $\gamma'$ 的平均尺寸和面积分数。可见热压缩试样中一次 $\gamma'$ 的尺寸和面积分数较原始均匀化态组织的显著减小,这说明在实验过程中一次 $\gamma'$ 发生了明显溶解。由于变形程度越大一次 $\gamma'$ 被拉长的就越严重,这导致对数应变较大的试样中一次 $\gamma'$ 尺寸更大。然而,不同应变下一次 $\gamma'$ 的面积分数基本一致。所以在热压缩实验的热循环过程中一次 $\gamma'$ 的溶解主要发生在变形前的保温过程中,而塑性变形对 $\gamma'$ 的溶解程度无明显影响。为了进一步分析在 $\gamma/\gamma'$ 双相区热压缩试样中是否存在细小纳米级 $\gamma'$ 相,作者在更高倍数下观察了其大变形区显微组织(如图6)。显然,在热压缩试样中已不存在原始均匀化态组织中的二次 $\gamma'$ ,这与作者前期的研究结果类似<sup>[32]</sup>。结合上述分析,二次 $\gamma'$ 比一次 $\gamma'$ 溶解更快,在变形前的保温过程中即可完全溶解。因此,原始组织中的二次 $\gamma'$ 不会对变形行为造成明显影响。值得注意的是,在热压缩试样中隐约能看出在一次 $\gamma'$ 之间的基体中存在大量密集分布的比原始二次 $\gamma'$ 更加细小的纳米级 $\gamma'$ 相。已有研究表明,对于Al、Ti含量较高的镍基高温合金,只有当冷却速度

大于 $10^4\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$ 才可能抑制 $\gamma'$ 相的析出<sup>[30]</sup>。而本研究中热压缩试样的冷却方式为氩气冷却,无法达到如此高的冷速,因此在变形后的冷却过程中会析出这些极其细小的 $\gamma'$ 。

### 2.4 $\gamma$ 单相区变形组织

图7展示了在 $1170\text{ }^\circ\text{C}$ ( $\gamma$ 单相区)压缩后试样大变形区在OM下的组织形貌。与在 $\gamma/\gamma'$ 双相区压缩后的试样类似,原始晶粒沿压缩方向被压扁且应变越大原始晶粒变形程度越大。不同之处是,在OM下就很容易看出试样发生了DRX。当对数应变为0.36时,在原始晶界处就形成了链状DRX晶粒且出现了弓弯晶界,也就说明在该变形条件下发生了DDRX。随着应变的增大,DRX晶粒数量明显增多,但应变对DRX晶粒尺寸没有明显影响(如表2),这与在 $\gamma/\gamma'$ 双相区变形的组织特征一致。实际上该现象也符合DDRX的组织特征,即在变形过程中晶粒基本不发生长大,晶粒尺寸保持一致,晶粒数量逐渐增多<sup>[13]</sup>。DRX晶粒数量增加自然提高了DRX晶粒的面积分数(如表2),这说明随着应变的增大DRX程度显著提高。此外,在 $\gamma$ 单相区压缩的试样中DRX晶粒的尺寸比在 $\gamma/\gamma'$ 双相区压缩试样中的大约20倍,这是导致前者试样中DRX晶粒面积分数明显更大的主要原因。然而,在 $\gamma$ 单相区压缩的试样中DRX晶粒的颗粒密度远小于在 $\gamma/\gamma'$ 双相区的。

在 $\gamma$ 单相区进行压缩变形过程中,当对数应变增加到0.92时才发生沿晶开裂(如图8a),且在某些裂纹附近也发生了DRX(如图8b),这与在 $\gamma/\gamma'$ 双相区压缩的试样组织特征类似。另外,结合对大变形区组织观察和上文分析可以推断,在 $\gamma$ 单相区变形前原始组织中的 $\gamma'$ 相已完全溶解(如图8c)。在 $\gamma$ 单相区变形时,没有 $\gamma'$ 相的钉扎作用,DRX晶粒更容易快速长大。同时,在 $\gamma$ 单相区变形温度更高,晶界迁移速度更快<sup>[13]</sup>。所以,在 $\gamma$ 单相区变形后DRX晶粒的尺寸和面积分数均较在 $\gamma/\gamma'$ 双相区的明显更大。众所周知,DDRX的形核机制是

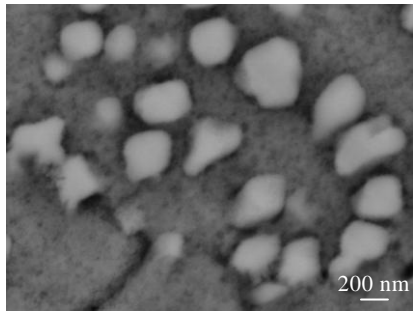


图6 实验合金在 $1060\text{ }^\circ\text{C}$ 变形至对数应变为0.36时的显微组织

Fig.6 Microstructure of the as-homogenized alloy deformed at  $1060\text{ }^\circ\text{C}$  to a logarithmic strain of 0.36

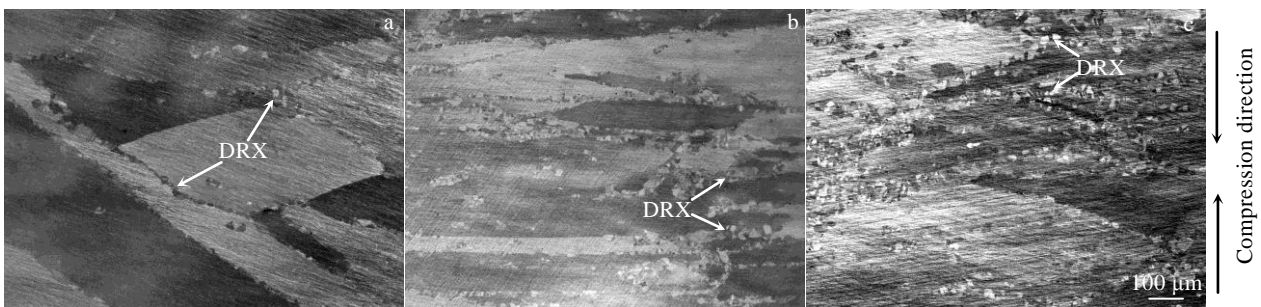


图7 实验合金在 $1170\text{ }^\circ\text{C}$ 变形后大变形区的显微组织

Fig.7 Microstructures in large deformation zones of the as-homogenized alloy deformed at  $1170\text{ }^\circ\text{C}$  to logarithmic strain of 0.36 (a), 0.60 (b) and 0.92 (c)



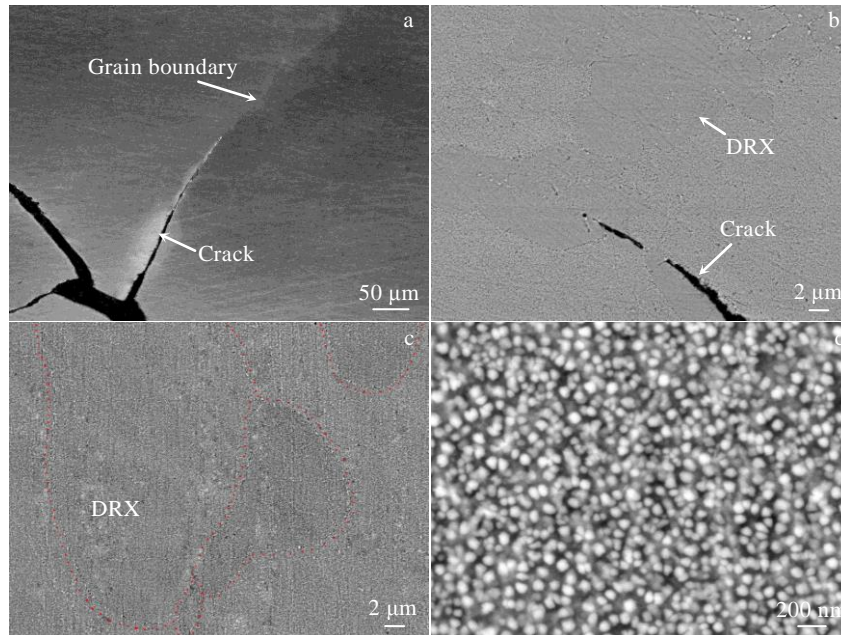


图 8 实验合金在 1170 °C 变形至对数应变为 0.92 时的开裂特征及显微组织

Fig.8 Microstructures and cracking characteristics of the as-homogenized alloy deformed at 1170 °C to a logarithmic strain of 0.92: (a) OM image of cracks, (b) SEM image of DRX grains near the crack, (c) SEM image of DRX grains in the large deformation zone, and (d) nano reprecipitated  $\gamma'$  at a higher magnification

晶界弓弯机制, 原始晶界弓出的部分作为再结晶晶核<sup>[13]</sup>。在  $\gamma$  单相区 DRX 颗粒密度较  $\gamma/\gamma'$  双相区的明显更低的主要原因是, 在  $\gamma/\gamma'$  双相区分布于原始晶界的  $\gamma'$  颗粒对晶界迁移的阻碍作用会显著减小晶界弓弯曲率半径并增加晶界弓出频率, 进而增大 DRX 的形核率。另外, 与  $\gamma/\gamma'$  双相区相比,  $\gamma$  单相区 DRX 晶界更趋近圆弧状 (如图 8c)。这是因为再结晶晶粒长大的驱动力是界面能的降低<sup>[39-41]</sup>, 在  $\gamma$  单相区不存在  $\gamma'$  的钉扎, DRX 晶粒能够更充分长大, 使驱动力得到最大限度的释放。值得注意的是, 在更高倍数下可清晰看出在  $\gamma$  单相区变形后的试样中存在大量均匀分布的纳米级球状  $\gamma'$  (如图 8d), 且这些  $\gamma'$  的形貌与原始均匀化态组织中的二次  $\gamma'$  完全不同。显然, 与  $\gamma/\gamma'$  双相区变形组织类似, 这些纳米级  $\gamma'$  也是在变形后的冷却过程中析出的。但在  $\gamma$  单相区变形后冷却析出的  $\gamma'$  尺寸要明显大于  $\gamma/\gamma'$  双相区的。其主要原因是, 一方面从  $\gamma$  单相区冷却下来的温度更高; 另一方面, 在  $\gamma$  单相区变形前一次  $\gamma'$  发生了完全溶解, 使基体中 Al、Ti 溶质含量更高, 进而获得更大的过饱和度。这两方面因素均有利于连续冷却过程中  $\gamma'$  相的长大, 所以在  $\gamma$  单相区变形后的冷却过程中析出了更粗大的  $\gamma'$ , 且这些  $\gamma'$  在 SEM 下即可清晰观察到。

众所周知, 在金属材料的压缩变形过程中大致沿试样对角线方向的斜截面剪切应力最大, 且沿该方向

发生强烈的局部剪切变形。所以在镍基高温合金的热压缩变形过程中, 容易沿着试样的对角线方向发生开裂<sup>[5]</sup>。但在本研究中只有在  $\gamma/\gamma'$  双相区压缩时裂纹沿着试样对角线方向扩展, 而在  $\gamma$  单相区裂纹主要从试样的上下端面向心部扩展。这主要是因为  $\gamma$  单相区的热塑性更好, 当对数应变达到 0.92 时局部剪切变形仍不能使试样发生开裂, 而此时严重的不均匀变形对试样端部的死区造成了强烈的拉应力, 从而导致试样端部的晶界被撕裂且裂纹沿着晶界逐渐向内部扩展。

总之, 通过上述对变形组织和开裂特征分析可以推断, 在  $\gamma$  单相区的变形抗力明显更低且热塑性明显更好的主要原因是, 在  $\gamma$  单相区 DRX 明显更加充分, DRX 晶粒的快速长大会迅速消耗晶界附近的畸变能并显著降低位错密度<sup>[38]</sup>, 减缓晶界处的应力集中。根据本研究结果, 在高 Al、Ti 含量镍基变形高温合金的实际开坯锻造过程中, 为了获得细晶棒材并且不发生开裂, 应尽量在  $\gamma$  单相区或准  $\gamma$  单相区变形, 且单道次变形量不宜过大 ( $\leq 45\%$ )。同时, 锻造温度不宜超过  $\gamma'$  相固溶温度过多, 以防止 DRX 晶粒过度粗化。

### 3 结 论

1) 在  $\gamma$  单相区的流变应力远小于  $\gamma/\gamma'$  双相区 (前者峰值应力约为后者的 1/3), 且单相区的热塑性明显

更好(单相区的临界开裂变形量比双相区的大15%以上)。另外,在 $\gamma$ 单相区出现了明显的屈服降现象,而在 $\gamma/\gamma'$ 双相区并未出现。

2) 在 $\gamma$ 单相区和 $\gamma/\gamma'$ 双相区的开裂模式均为沿晶开裂,这说明在这类高Al+Ti镍基变形高温合金均匀化态铸锭的热加工过程中晶界是最薄弱的环节。

3) 无论在 $\gamma$ 单相区还是 $\gamma/\gamma'$ 双相区,当对数应变达到0.36时就发生了不连续动态再结晶(DDRX),且随着应变的增大DRX晶粒数量明显增多,但晶粒尺寸无明显变化。

4)  $\gamma$ 单相区的DRX晶粒尺寸明显大于 $\gamma/\gamma'$ 双相区,而前者DRX晶粒的颗粒密度明显更小,这主要与一次 $\gamma'$ 颗粒对晶界的钉扎作用有关。

5)  $\gamma'$ 相的溶解主要发生在变形前的保温过程,而塑性变形对其溶解无明显贡献。另外,在热变形过程中 $\gamma'$ 会软化并参与形变。

#### 参考文献 References

- [1] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications* [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008: 217
- [2] Thomas Sims Chester, Stoloff Norman S, Hagel William C. *Superalloys II*[M]. New York: Wiley, 1987: 97
- [3] Zhang Shiqin(张诗吟). *Science and Technology Innovation Herald(科技创新导报)*[J], 2020, 17(21): 4
- [4] 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): 12
- [5] Monajati H, Taheri A, Jahazi M et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2005, 36(4): 895
- [6] Du Jinhui(杜金辉), Lv Xudong(吕旭东), Dong Jianxin(董建新) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(9): 18
- [7] Chang L, Jin H, Sun W. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 653: 266
- [8] Bi Zhongnan(毕中南), Qu Jinglong(曲敬龙), Du Jinhui(杜金辉) et al. *Journal of Iron and Steel Research(钢铁研究学报)*[J], 2011, 23(S2): 263
- [9] Zhao Guangdi, Yu Lianxu, Qi Feng et al. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2016, 29(6): 518
- [10] Zhao Guangdi, Liu Fang, Zang Ximin et al. *Rare Metals*[J], 2020, 40(5): 10
- [11] Fahrman M, Suzuki A. *Superalloys 2008*[C]. Warrendale: TMS, 2008: 311
- [12] Bi Zhongnan, Qu Jinglong, Du Jinhui et al. *Procedia Engineering*[J], 2012, 27: 923
- [13] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*[M]. Oxford: Elsevier, 2012: 113
- [14] Liu F, Chen J, Dong J et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 651(10): 102
- [15] Huang X, Chaturvedi M, Richards N et al. *Acta Materialia*[J], 1997, 45(8): 3095
- [16] Garosshen T, Tillman T, McCarthy G. *Metallurgical Transactions A*[J], 1987, 18(1): 69
- [17] Kontis P, Pedrazzini S, Gong Y et al. *Scripta Materialia*[J], 2017, 127: 156
- [18] Kontis P, Yusof H M, Pedrazzini S et al. *Acta Materialia*[J], 2016, 103: 688
- [19] Zhao Guangdi(赵广迪). *Thesis for Doctorate(博士论文)*[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2017
- [20] Zhang Yiwen(张义文), Shangguan Yongheng(上官永恒). *Powder Metallurgy Industry(粉末冶金工业)*[J], 2004, 14(6): 30
- [21] Couturier R, Burlet H, Terzi S et al. *Superalloys 2004*[C]. Warrendale: TMS, 2004: 351
- [22] Panwisawas C, Tang Y T, Reed R C. *Nature Communications* [J], 2020, 11(1): 2327
- [23] Sreeramagiri P, Bhagavatam A, Ramakrishnan A et al. *Journal of Materials Science and Technology*[J], 2020, 47: 20
- [24] Chauvet E, Kontis P, Gault B et al. *Acta Materialia*[J], 2017, 142: 82
- [25] Ramakrishnan A, Dinda G P. *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 740-741: 1
- [26] Helm D, Roder O. *Superalloys 2000*[C]. Warrendale: TMS, 2000: 487
- [27] Zhao Guangdi(赵广迪), Zang Ximin(臧喜民). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2021, 50(8): 2867
- [28] Dong Jianxin(董建新), Li Linhan(李林翰), Li Haoyu(李浩宇) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2015, 51(10): 1207
- [29] Furrer D U, Fecht H J. *Scripta Materialia*[J], 1999, 40(11): 1215
- [30] Mao J, Chang K M, Yang W et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2001, 32(10): 2441
- [31] Qu Jinglong(曲敬龙), Bi Zhongnan(毕中南), Du Jinhui(杜金辉) et al. *Journal of Iron and Steel Research(钢铁研究学报)*[J], 2011(S2): 243
- [32] Zhao Guangdi, Zang Ximin, Jing Yuan et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 815: 141 293



- [33] Walter M, Tatzschl A. *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005*[C]. Warrendale: TMS, 2005: 111
- [34] Somani M C, Muraleedharan K, Prasad Y *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 1998, 245(1): 88
- [35] Medeiros S C, Prasad Y V R K, Frazier W G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 293(1): 198
- [36] Guimaraes A A, Jonas J. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 1981, 12: 1655
- [37] Wan Z, Hu L, Sun Y *et al. Vacuum*[J], 2018, 155: 585
- [38] Zhu S Q, Yan H G, Chen J H *et al. Scripta Materialia*[J], 2010, 63(10): 985
- [39] Yu Wanhua(余万华), Feng Guanghong(冯光宏), Zhan Helin(詹合林) *et al. Special Steel Technology(特钢技术)*[J], 2010(3): 1
- [40] Xie Xingyuhua(谢兴华), Yao Zekun(姚泽坤), Ning Yongquan(宁永权) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2012, 41(1): 82
- [41] Ma Tengfei(马腾飞), Li Yuli(李宇力), Zhou Xuan(周宣) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2020, 49(1): 8

## Hot Deformation Behavior of a Nickel-Base Superalloy with High Al and Ti Contents in Dual-Phase and Single-Phase Ranges

Zhao Guangdi, Wu Jinjiang

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

**Abstract:** The severe deterioration of thermal plasticity for nickel-base wrought superalloys with high Al and Ti contents during cogging has become the bottleneck for their wide application, and their thermal plasticity can be significantly affected by the  $\gamma'$  precipitation. However, previous studies about the role of  $\gamma'$  in hot deformation behaviors of such alloys did not consider the interference of grain boundary strengthening elements. In this research, a high Al+Ti nickel-base superalloy ingot without adding grain boundary strengthening elements C, B and Zr was prepared and fully homogenized. Afterwards, the hot deformation behaviors of this as-homogenized ingot at 1060 °C ( $\gamma/\gamma'$  dual-phase range) and 1170 °C ( $\gamma$  single-phase range) were investigated. The results show that, the deformation resistance in  $\gamma$  single-phase range is much lower than that in  $\gamma/\gamma'$  dual-phase range, and the plasticity of  $\gamma$  single-phase range is much better. Interestingly, in  $\gamma$  single-phase range a typical yield drop phenomenon appears, while no such phenomenon appears in  $\gamma/\gamma'$  dual-phase range. This may be because the release of more Al and Ti solutes in  $\gamma$  single-phase range hinders the movement of dynamic dislocations and finally locks them. Both the  $\gamma$  single-phase and  $\gamma/\gamma'$  dual-phase ranges show intergranular cracking, which indicates that initial grain boundaries are the weakest link in hot working process of such alloys. When the logarithmic strain reaches 0.36, discontinuous dynamic recrystallization (DDRX) has occurred in both the  $\gamma$  single-phase and  $\gamma/\gamma'$  dual-phase ranges, and with the increase of strain the number of DRX grains increases significantly, but the DRX grain size has no obvious change. Owing to the pinning effect of  $\gamma'$  to grain boundaries, the DRX grain size in  $\gamma$  single-phase range is much greater than that in the  $\gamma/\gamma'$  dual phase range, but the number density of DRX grains in the  $\gamma$  single-phase range is much smaller. The main reason for the lower deformation resistance and better thermal plasticity in the  $\gamma$  single-phase range is that the rapid growth of DRX grains can reduce the dislocation density near the initial grain boundary rapidly.

**Key words:** nickel-base superalloy; hot deformation; dynamic recrystallization;  $\gamma'$  phase

---

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