

挤压态镍基粉末高温合金FGH4113A热变形行为及组织演变规律

杨金龙^{1,3}, 尹超², 熊江英^{2,3}, 郭建政^{2,3}, 冯干江^{2,3}

(1. 深圳市万泽航空科技有限责任公司, 广东 深圳 518000)

(2. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000)

(3. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083)

摘要: 为探明挤压态新型镍基粉末高温合金FGH4113A热加工性能和调控变形组织, 利用Gleeble热模拟试验机、金相显微镜、扫描电子显微镜、背散射电子衍射仪等研究了合金在温度1050~1150 °C和应变速率0.001~0.1 s⁻¹范围内热变形行为和显微组织特征。结果表明: 挤压态合金热变形前保温, 1150 °C时晶粒尺寸明显粗化。变形温度和应变速率对合金的变形流变应力和再结晶组织有明显影响。推荐挤压态合金在 $\gamma+\gamma'$ 双相区热变形, 温度和应变速率区间为: 1080~1100 °C和0.001~0.01 s⁻¹。此区间内变形后, 合金再结晶充分, 晶粒内残余变形位错密度低, 取向差接近, 尺寸分布均匀, 平均尺寸控制在5 μm以内。可通过局部平均取向差、晶粒扩展取向差和反极图等多个维度分析再结晶晶粒和变形原始晶粒特征。

关键词: FGH4113A; 镍基高温合金; 挤压态; 热变形; 组织演变

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)04-1045-13

1 引言

镍基高温合金因其良好的组织均匀性、优异的力学性能和长时服役组织稳定性, 已成为航空发动机用涡轮盘、篦齿盘等高温核心转动部件的首选材料^[1-2]。优异的力学性能与其显微组织均匀、强化相 γ' 含量高有关, 但这些同时影响材料的热加工抗力和组织调控^[3-6]。尤其晶粒尺寸及其内部显微取向, 受到热变形温度、应变量、应变速率等因素的综合影响, 对材料热变形行为和性能影响明显。因此, 热变形行为研究关注热变形过程合金的再结晶晶粒尺寸、取向差角和晶粒扩展取向差角、强化相尺寸和含量等显微组织特性。

随着对航空发动机涡轮盘材料要求的持续提升, 国内外相继开发了René88DT(国内牌号FGH96)^[4,7-8]、U720Li^[5,9]、RR1000^[6]和René104^[10-11]等不同代镍基粉末高温合金, 并开展了相关热变形行为和组织演变研究。热变形过程中, γ' 相有多重作用: 钉扎晶界迁移、强化合金基体、促进再结晶形核等^[7-9,12]。Liu等^[8]发现FGH4096合金在变形温度1020~1140 °C和应变速率0.001~1 s⁻¹范围内均发生再结晶, 并对比了 γ 单相区和 $\gamma+\gamma'$ 双相区的变形特性。Chen等^[9]发现在U720Li合金中, γ' 相除钉扎限

制作用外, 其内部也发生变形, 促进了基体变形和孪晶形成。

多种分析技术和方法已用于镍基粉末高温合金变形组织演变研究。Tu等^[7]利用应变和取向差图(orientation imaging map, OIM), 发现René88DT热变形过程出现应力软化现象与其动态再结晶有关。低应变速率时René88DT合金出现超塑性, 但也生成了变形粗晶。Liu等^[5]利用晶粒扩展取向差(grain orientation spread, GOS)标识U720Li合金热变形再结晶晶粒, 并结合热加工图, 推荐了合金的变形工艺窗口。Detroit等^[6]从重位晶格(coincident site lattice, CSL)、反极图(inverse pole figure, IPF)和局部平均取向差(local average misorientation, LAM)等维度研究和确定了RR1000合金的热变形和退火组织特征。Chen等^[11]结合IPF图、晶界(grain boundary, GB)图和平均核心取向差(kernel average misorientation, KAM), 研究了René104不同变形区域的组织差异, 确定了其再结晶机制。

综合性能优异的新型镍基粉末高温合金FGH4113A, 长时服役温度可达815 °C, 已得到关注和研究^[3,13-18]。作者团队研究了其热等静压态(hot isostatic pressing, HIP)不同保温温度、变形条件下的组织演变规律, 为其挤压制

收稿日期: 2025-04-05

基金项目: 国家重大专项基础研究项目(J2019-VI-0023-0139); 深圳市科技重大专项(KJZD20230923113900001)

作者简介: 杨金龙, 男, 1988年生, 博士, 高级工程师, 深圳市万泽航空科技有限责任公司, 广东 深圳 518000, E-mail: yangjinlong0419@163.com

度选择提供了理论参考,并成功挤压获得了 $\gamma+\gamma'$ 双相均匀组织的棒料。

挤压后合金需经等温锻造获得理想组织和近尺寸锻件。为等温锻造工艺提供数据支撑,以期推进FGH4113A合金锻件的工程应用,开展挤压态FGH4113A合金热变形行为和组织演变规律研究。其中,热压缩温度和应变速率分别为1050~1150℃和0.001~0.1 s⁻¹。从IPF、GOS、KAM、GB等多种分析维度,观察研究挤压态FGH4113A合金不同变形参数时组织特征,推荐变形工艺窗口和获得组织演变规律。

2 实验

试验FGH4113A材料的名义化学成分(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,少量的Hf、C、B和Zr, Ni余量。制备工艺:真空感应熔炼获得高纯净母合金,氩气雾化法得到细粒径粉末,粉末经过270目筛分等处理后,经真空环境下灌入不锈钢包套、真空封焊、热等静压、热挤压获得棒料,制备过程如图1所示。HIP工艺:温度(1150±10)℃,压力≥120 MPa,时间≥3 h;热挤压工艺:(1100±10)℃,挤压比4.5,挤压速度20~35 mm/s,挤压后空冷。热等静压设备为AIP-96-30H,卧式挤压设备吨位为5000 t。挤压后棒料直径 Φ 100 mm,长度约1500 mm。

母合金、制粉、粉末处理和封焊、热等静压和挤压工序均由深圳市万泽中南研究院有限公司完成。

热压缩前,样品组织可能已发生变化,因此研究不同保温温度对样品组织的影响,以明晰准确的初始组织特点。保温试验温度与热压缩实验温度一致,分别为:1050、1080、1100、1130和1150℃。马弗炉炉温均匀性±5℃,到温后放入样品,保温时间为3 min,水冷至室温。保温试验样品尺寸为10 mm×10 mm×10 mm。

热压缩试验样品尺寸为直径 Φ 8 mm、长度12 mm。长度方向沿挤压方向。保温试验、热压缩试验样品均直接从挤压棒料心部切取。电火花切割取样后,对样品表面进行车加工-磨加工处理,达到表面粗糙度和平行度。

样品采用电阻加热,中间位置、两边位置点焊热电偶测温,校准温度在±2℃以内。热压缩从室温开始升温,升温速率为5℃/s,达到试验温度后,保温2 min,而后开始热压缩。热压缩速率分别为0.001、0.01、0.1 s⁻¹。热压缩压缩量为50%(对应真应变为0.69)。热压缩结束后,样品经氩气冷却至室温,以保持其变形组织。热压缩在Gleeble 3180设备上,过程中设备自动收集温度和真应力-应变数据。

保温试验样品从中间电火花切割,观察其心部组织。热压缩试验样品沿着压缩方向电火花切割为两半,观察其心部组织。组织观察分别在Nikon MM400金相显微镜和装配背散射电子衍射仪(electron back scattered diffractometer, EBSD)的Sigma300扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)上进行。

γ' 相观察时,经砂纸打磨抛光后腐蚀,腐蚀剂为HNO₃:H₂O:CH₃COOH:HF=3:3:3:1(体积比)。

EBSD样品经金相研磨、抛光处理后,进行机械振动抛光。EBSD分析根据晶粒尺寸,扫描设置步长为0.1~1 μm,样品台倾角为70°。1个晶粒的定义为团簇(超过10个像素点)取向差低于10°。每个样品观察至少3个视野。

3 实验结果

3.1 挤压态显微组织

如图2所示,挤压态FGH4113A合金显微组织为 $\gamma+\gamma'$ 双相组织。可观察到一次 γ' 相和二次 γ' 相(如图2b)。图2c和2e中,样品晶粒尺寸均匀,平均晶粒尺寸3.5 μm,标准差3 μm。图2d中,KAM值较小且值分布均匀,表明样品局部塑性变形量和位错密度低^[18-19]。图2f中,样品平均晶界取向差角为37.5°,角度小于15°的晶粒占比不超过15%。

由图2可知,1100℃挤压时,挤压温度低于 γ' 相溶解温度,样品组织多由再结晶晶粒组成,粗大一次 γ' 相和 γ 相非共格形式存在, $\gamma+\gamma'$ 双相组织有利于合金发挥其塑性变形能力^[19-23]。由图2c可观察到孪晶组织,占比约为15%(对应图2f中60°取向差角)。

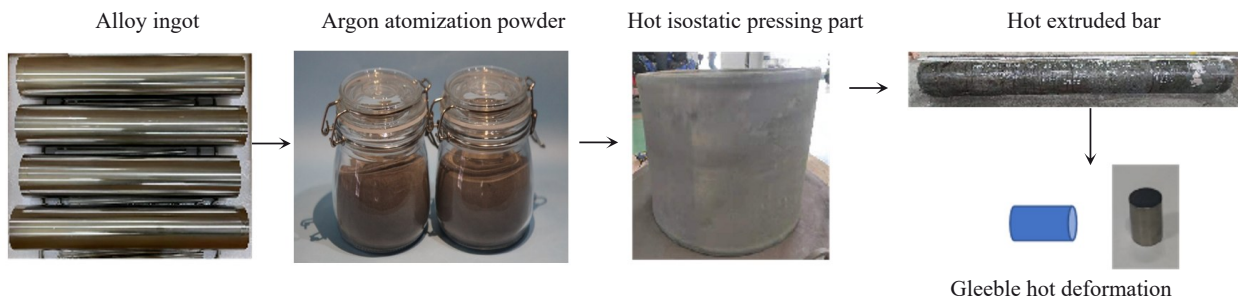


图1 样品制备流程

Fig.1 Preparation process of sample

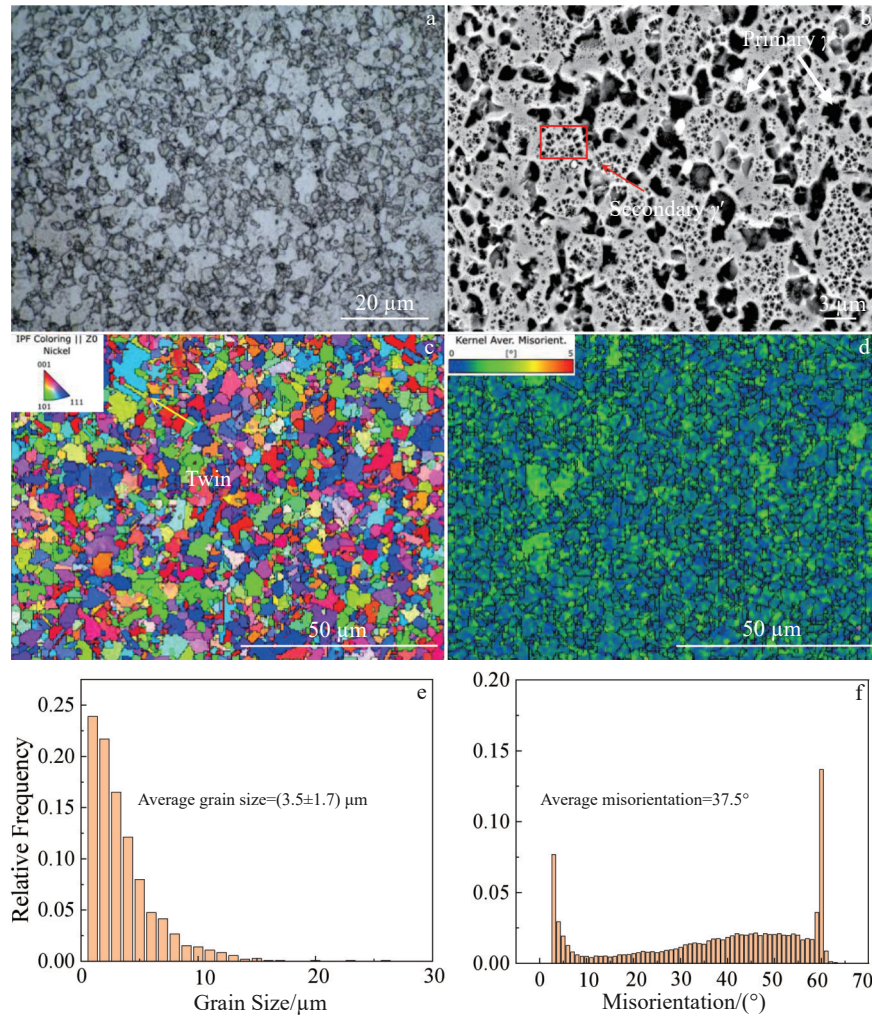


图2 挤压态样品显微组织, IPF照片、KAM照片、晶粒尺寸分布图及取向差分布图

Fig.2 OM image (a), SEM image (b), IPF (the inset image is color legend) (c), KAM map (the inset image is color legend) (d), grain size distribution (e), and misorientation angle distribution map (f) of the extruded sample

3.2 不同温度保温后显微组织

图3为不同温度保温后 γ' 相形貌。如图3所示,经挤压变形后,在温度和挤压力的作用下,一次 γ' 相形状不规则,且大量存在。大量二次 γ' 相(尺寸 ≤ 500 nm)在挤压后空冷过程中析出,如图3a箭头所示。保温过程中, γ' 相的含量和形貌与保温温度密切相关。1050 °C保温时,一次粗大 γ' 相仍为不规则块状,但较挤压态边界圆润,二次 γ' 相开始溶解进 γ 基体(图3b)。1080 °C保温时, γ' 相边缘明显圆润,数量开始减少(图3c)。1100 °C保温时,不规则块状 γ' 相局部分裂和溶解,转变为多个块状和球状,二次 γ' 相几乎全部溶解(图3d)。1130 °C保温时,一次 γ' 相多边形边界部分溶解,数量明显减少。二次 γ' 相在冷却过程中再次析出(图3e)。1150 °C保温时,大部分 γ' 相溶解到基体中。冷却过程中在晶界位置优先再次析出大尺寸 γ' 相,晶内析出二次细小 γ' 相(图3f)。1130和1150 °C保温后

二次 γ' 相的析出与基体过饱和固溶度随一次 γ' 相逐步溶解而提高有关。晶界位置缺陷集中,有利于形核有关,因此1150 °C时较大 γ' 相在晶界位置析出。

典型一次 γ' 相和二次 γ' 相在保温过程中形貌演变过程如图4所示。挤压态一次和二次 γ' 相形状不规则,与挤压变形和空冷过程中冷速较慢有关。随着保温温度的提高,二次 γ' 相逐步演变为蝴蝶状,进而润滑球化,直至消失。Xu和Ricks等^[24-25]研究表明析出相形貌的改变与热力学驱动力相关,体系弹性应变能(elastic strain energy, E_{str})和表面能(surface energy, E_{surf})综合作用总和趋于最低。挤压态不规则 γ' 相溶解主要为扩散机制,对保温温度敏感。 γ' 相形貌由块状组织,演变为盘状,而后球化,能量变化由应变能 E_{str} 控制转变为表面能 E_{surf} 控制^[25]。图4中一次和二次 γ' 相的分裂过程,弹性应变能 E_{str} 减少超过分裂引起的表面能 E_{surf} 增加^[26]。

Huang等^[27]研究发现 γ' 相溶解初期,溶解速率与温度

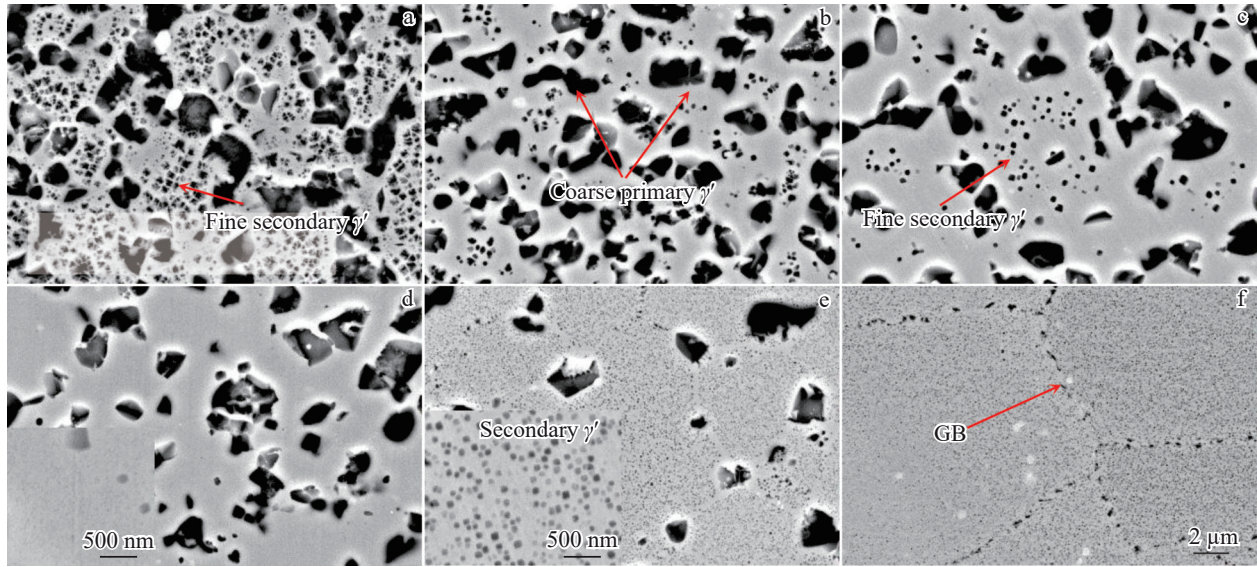


图3 不同温度保温3 min后FGH4113A合金中 γ' 相形貌

Fig.3 Morphologies of γ' phase of FGH4113A alloy after holding at different temperatures for 3 min: (a) extruded state, (b) 1050 °C, (c) 1080 °C, (d) 1100 °C, (e) 1130 °C, and (f) 1150 °C

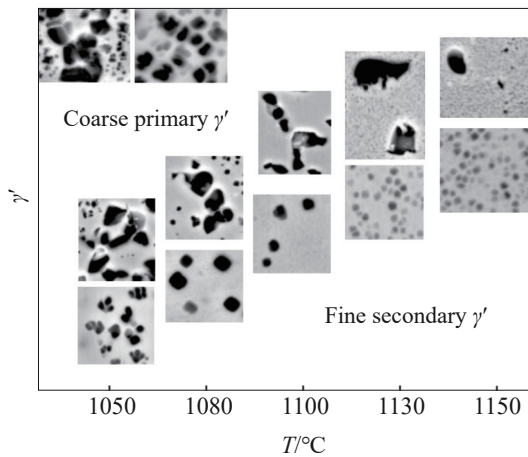


图4 不同保温温度后FGH4113A合金 γ' 相貌演变

Fig.4 Evolution of γ' morphology of FGH4113A alloy after holding at different temperatures (the upper left images are γ' in the extruded sample)

直接相关,溶解过程主要由扩散主导。溶解速率 v 可以表示为:

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

式中, A 为常数, Q 为溶解激活能, R 为气体常数, T 为绝对温度。 γ' 相在相同保温时间,不同保温温度的面积分数可以表示为:

$$f_i = f_0 + A t \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

式中, f_i 为 γ' 相残余面积分数, f_0 为挤压态 γ' 相面积分数, t 为保温时间。

随着保温温度的提高, γ' 相尺寸和面积变化统计如

图5所示。1130 °C以下,多数一次 γ' 相尺寸大于2 μm (图5a)。1100 °C时,二次 γ' 相尺寸均小于1 μm (图5b),可能存在部分二次 γ' 相溶解前Ostwald熟化长大。随着温度升高,挤压态一次和二次 γ' 相残余面积分数减少,如图5c和5d所示。线性拟合获得图5e和5f,得到一次和二次 γ' 相残余面积 f_i 计算公式:

$$f_i = f_0 - 1.529 \times 10^{16} \exp\left(-\frac{401654.3}{RT}\right) \quad (3)$$

$$f_i = f_0 - 1.081 \times 10^6 \exp\left(-\frac{138137.9}{RT}\right) \quad (4)$$

一次 γ' 相的溶解速率大于二次 γ' 相,表现为图5e曲线斜率大于图5f。挤压态一次 γ' 相溶解较快,与其含量较多、尺寸较大有关。二次 γ' 相尺寸较小,溶解过程中出现球化,但在较低温度全部溶解入 γ 基体。

不同温度保温后IPF图如图6所示。随着保温温度的提高,晶粒尺寸在1080 °C以下基本保持不变,1100 °C以上开始粗化,1150 °C粗化明显,平均晶粒尺寸由3.7 μm 增大为4.5 μm ,直至1150 °C增大到10.2 μm 。1150 °C粗化出现异常长大晶粒,与一次 γ' 相完全溶解,失去对晶界钉扎作用有关(图6f和6g)。由图6h可知,晶粒尺寸粗化随温度变化可以拟合为二项式函数:

$$D_i^2 = D_0^2 + 3.461 \times 10^{42} \exp\left(-\frac{111330.2}{RT}\right) \quad (5)$$

式中, D_i 为绝对温度 T 时晶粒尺寸, D_0 为挤压态初始晶粒尺寸, Q 为晶粒长大激活能(111.33 kJ/mol), R 为气体常数。

3.3 热压缩行为

图7为变形温度1050~1150 °C和应变速率0.001~

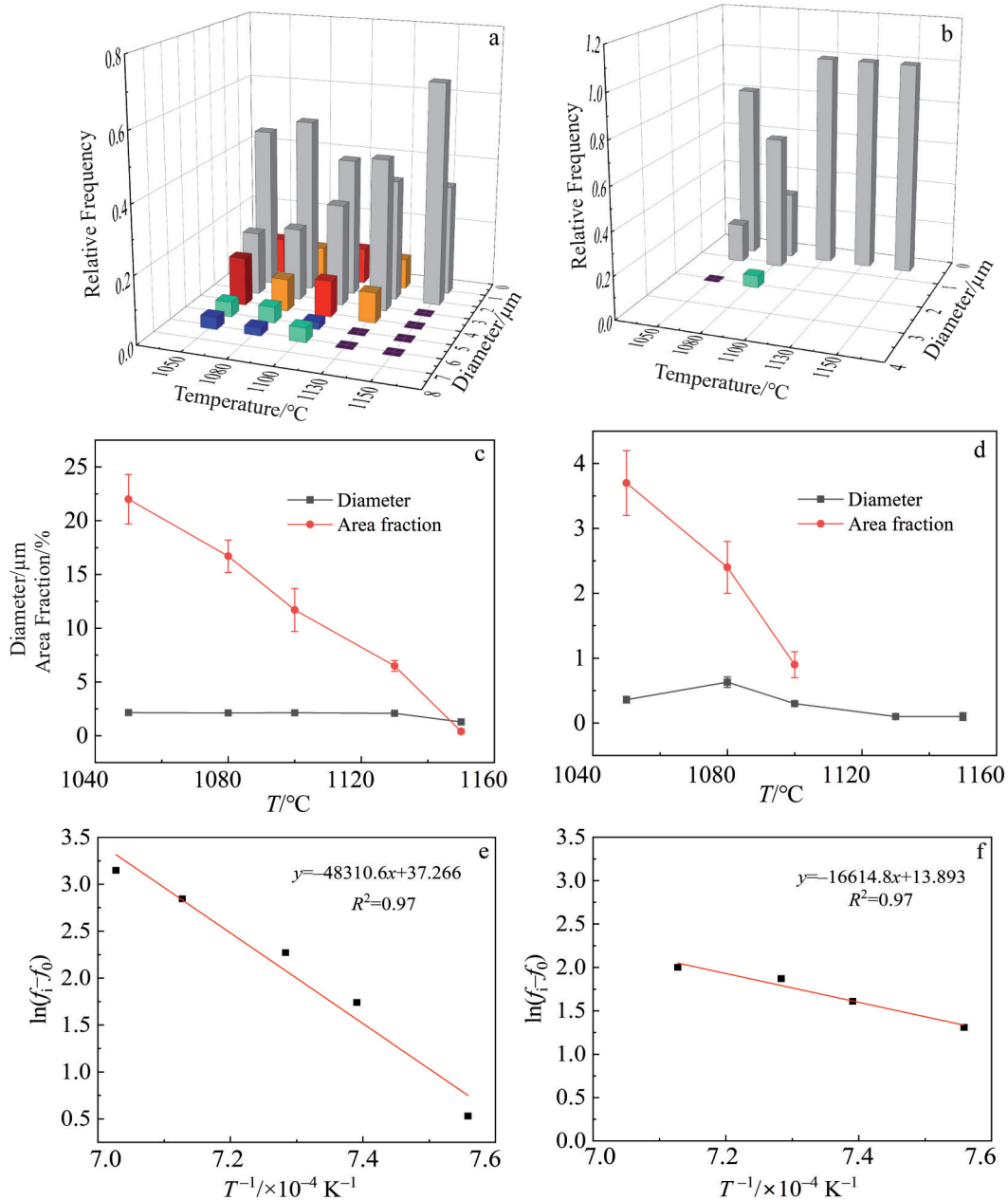


图5 不同保温温度后 γ' 尺寸和面积分数

Fig.5 Size distributions of the primary γ' (a) and the secondary γ' (b); area fraction and diameter of primary γ' (c) and secondary γ' (d); $\ln(f_1-f_0)$ vs. T^{-1} fitting results of the primary γ' (e) and secondary γ' (f)

0.1 s⁻¹时真应力-真应变曲线。图中曲线可分为4个区域：应变硬化区(I)、软化区(II)、硬化-软化平衡区(III)、二次应变硬化区(IV)，如图7f所示。这些阶段的变化与加工硬化、热激活软化和再结晶软化综合作用有关，由储存缺陷和释放应变能2种机制竞争决定^[8, 12, 28]。上述综合作用主要受到应变温度、应变速率和应变量的影响。温度1050、1080、1100℃，应变速率0.1 s⁻¹时，曲线主要有应变硬化区和软化区，应力值达到峰值后，持续下降(如图7a~7c所示)。温度1100、1130、1150℃，应变速率0.001 s⁻¹时，曲线包括了4个区域(如图7c~7e所示)。二

次应变硬化区(IV)与位错增殖引起硬化效果大于再结晶和位错湮灭软化作用有关。

相同应变速率下，真应力随变形温度升高而降低。1050℃时峰值应力值最高，1150℃时最低。温度升高，原子热运动加剧，促进位错滑移和再结晶过程。相同温度，真应力随着应变速率的增大而增大。较快的应变速率，提高了位错增殖速率和交互作用可能性。变形温度1080~1100℃，应变速率0.001~0.01 s⁻¹，变形峰值应力值低于80 MPa。0.01 s⁻¹时，观察到变形温度范围内，应力稳定在50 MPa。1100℃、0.001~0.01 s⁻¹时，流变应力水

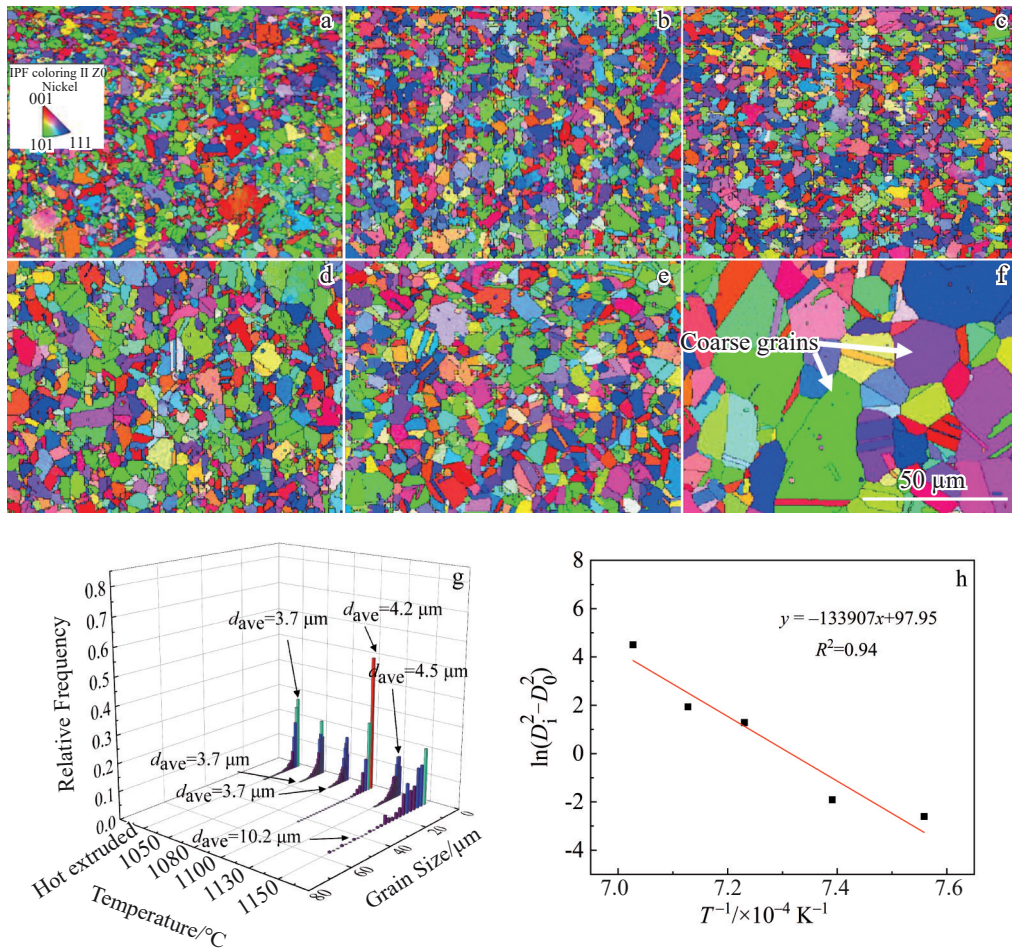


图 6 不同温度保温 3 h 后 FGH4113A 合金 IPF 图, 晶粒尺寸统计图及 $\ln(D_i^2 - D_0^2) - T^{-1}$ 关系图

Fig.6 IPFs maps of FGH4113A alloy after holding at different temperatures for 3 h: (a) extruded state (the inset image is color legend), (b) hot extruded+1050 °C, (c) hot extruded+1080 °C, (d) hot extruded+1100 °C, (e) hot extruded+1130 °C, and (f) hot extruded+1150 °C; grain size distribution (g); relationship between $\ln(D_i^2 - D_0^2)$ and T^{-1} (h)

平与 RR1000^[6]接近, 低于热等静压态的 FGH96 合金^[8]和 FGH4113A 合金^[13], 可见挤压态合金具备良好的热变形能力。

3.4 热变形显微组织

图 8 为不同变形条件样品显微组织 IPF 图。从图 8 中可观察到晶粒尺寸随应变速率降低、温度升高而增大。1050、1080、1100 °C 不同应变速率时, 晶粒尺寸均匀细小。结合图 3 可知, 晶粒尺寸受控及其均匀性与一次 γ' 相的钉扎限制作用有关。变形温度 1130 °C、应变速率 0.01 和 0.001 s^{-1} 时, 再结晶粗化长大, 晶粒尺寸达到 50 μm 。1150 °C/0.001 s^{-1} 时, 甚至达到 100 μm , 尺寸明显失控。

图 9 为晶粒尺寸分布、平均尺寸和标准差图。1050、1080、1100 °C, 平均晶粒尺寸接近, 大部分晶粒尺寸在 5 μm 以内, 尺寸达到 10 μm 的晶粒不超过 5%。1080 °C 晶粒较 1100 °C 大是由于 1080 °C 保留了更多的原始变形粗晶组织。随着应变速率降低, 晶粒尺寸略有增加, 但仍

在 5 μm 以内。1130 °C 时, 晶粒尺寸明显增大, 10% 以上的晶粒尺寸达到 10 μm 。1150 °C/0.001 s^{-1} 时, 平均晶粒尺寸达到 20.5 μm , 但标准差 22.6 μm , 尺寸失控。上述晶粒尺寸变化均与粗大一次 γ' 溶解相关。

3.5 KAM 分析

图 10 为合金不同变形条件下 KAM 分布图, 显示 0°~5° 范围内。KAM 分布图可体现晶粒内部位错密度, 颜色较深 (绿色) 表示位错密度值较高。1050 °C/0.01 s^{-1} 、1050 °C/0.1 s^{-1} 和 1080 °C/0.1 s^{-1} 3 种条件样品中发现个别 KAM 颜色较深的晶粒, 为变形的挤压态原始晶粒 (如图 10 标识)。温度 1130 °C、应变速率 0.01 和 0.001 s^{-1} 时, KAM 值颜色较深, 值较大区域主要在晶界和部分晶粒内, 表明变形位错集中在这些位置。晶粒内部取向差值减少, 表明变形位错密度减低, 晶粒为再结晶晶粒 (如 8 和图 10 标识)。温度 1150 °C 不同应变速率时, KAM 分布不均匀, 部分晶粒内 KAM 值较大, 这些晶粒为再结晶晶粒继续变形。温度 1080~1100 °C, 应变速率 0.01~

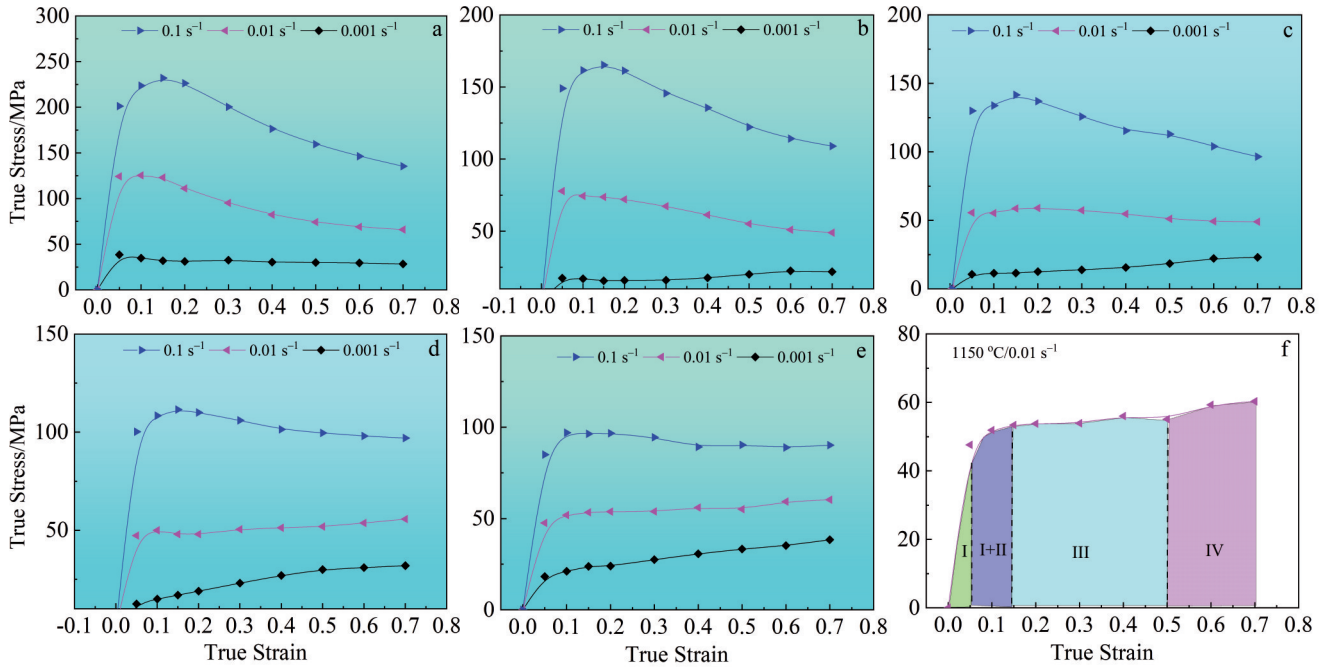


图7 不同变形状态下FGH4113A合金的真应力-真应变曲线

Fig.7 True stress-true strain curves of FGH4113A alloy under different deformation conditions: (a) 1050 °C, (b) 1080 °C, (c) 1110 °C, (d) 1130 °C, and (e) 1150 °C; the typical curve of true stress-true strain relationship (f)

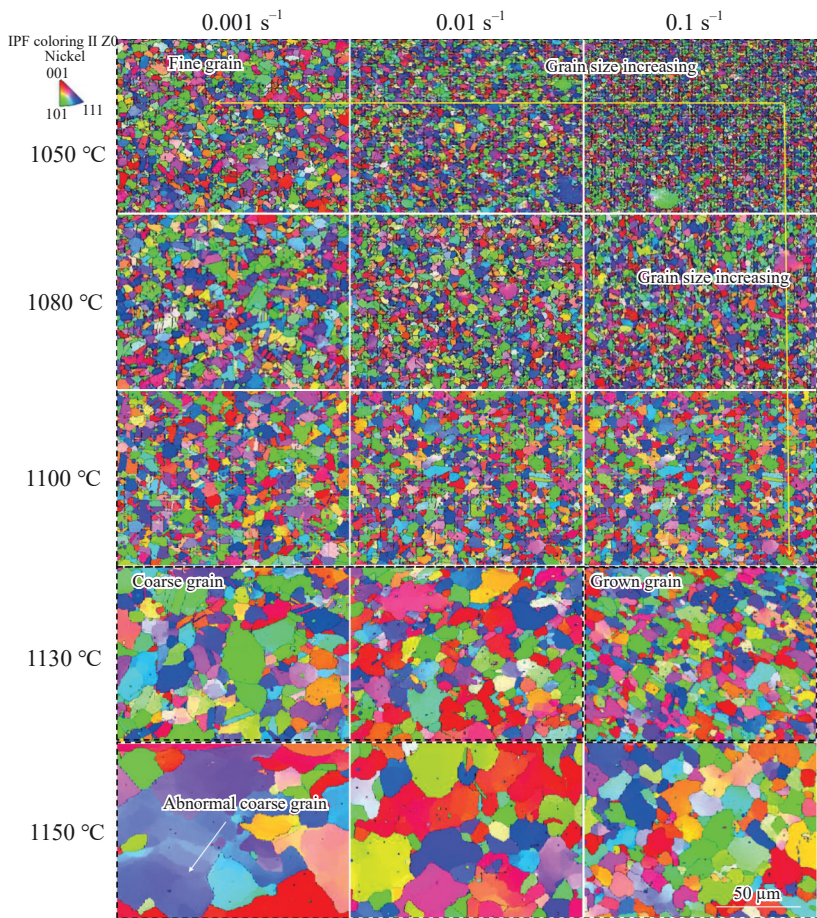


图8 不同变形条件下FGH4113A合金的IPF图(左上角插入为取向色卡)

Fig.8 IPFs of FGH4113A alloy obtained under different deformation conditions (the legend is inserted at the top left corner)

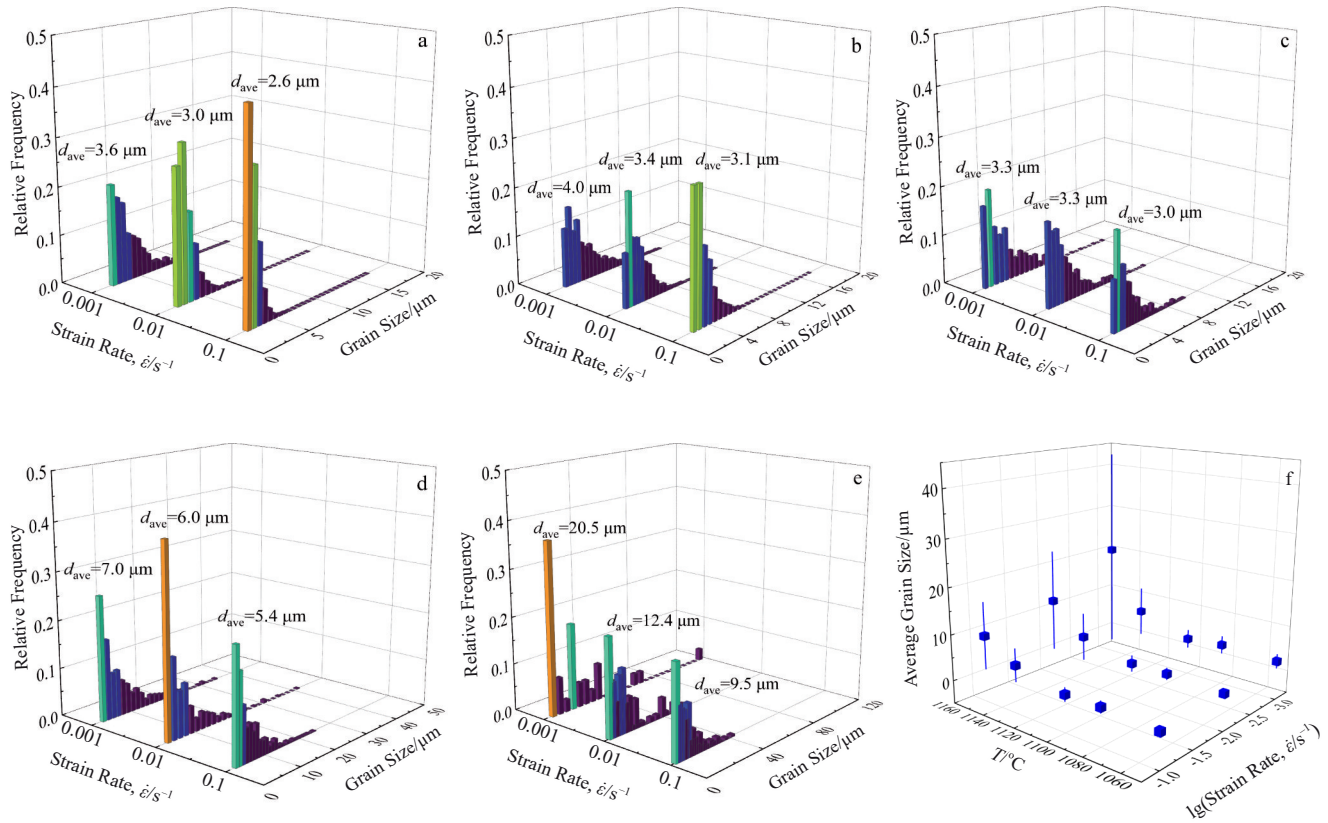


图9 不同变形条件下FGH4113A合金的晶粒尺寸分布和平均值

Fig.9 Grain size distributions and average grain sizes of FGH4113A alloy under different conditions: (a) 1050 °C, (b) 1080 °C, (c) 1100 °C, (d) 1130 °C, and (e) 1150 °C; average grain size and standard deviation of different samples (f)

0.001 s⁻¹ 变形样品 KAM 晶内分布均匀, 原始晶粒组织消失, 均为完全再结晶晶粒。

3.6 晶界角度演变

统计不同变形条件下, 晶界取向差角(θ)和晶界平均取向差角(θ_{ave})分布图如图 11 所示。热变形过程再结晶时, 小角度晶界 (low-angle grain boundary, LAGB, 2°~15°) 逐渐演变为大角度晶界 (high-angle grain boundary, HAGB, >15°)。温度 1050、1080 °C 时, 应变速率 0.001 s⁻¹ 样品 θ_{ave} 值大于其它应变速率, 可见其再结晶程度较高。1100 °C 不同应变速率时, θ_{ave} 值较为接近 (40.0°~40.3°)。绘制其分布图, 如图 11f 所示, 1080~1100 °C 范围内, θ_{ave} 值较为接近, 0.01~0.001 s⁻¹ 范围内 θ_{ave} 值在 38.8°~40.5°。1130 和 1150 °C 变形时, θ_{ave} 值明显下降。统计其 LAGB 含量, 如图 11g 所示, 1080~1100 °C 范围内, LAGB 含量低于 14%, 而到 1130~1150 °C、应变速率 0.01~0.001 s⁻¹ 时, 含量大于 29%。

结合 KAM 图, 对局部区域取向差进行分析, 如图 12 所示, 变形亚晶多为小角度晶界, 其内部位错较多 (图 12c 中 1150 °C/0.001 s⁻¹ 所标识)。大角度晶界则多为再结晶晶粒晶界 (图 12b 中 1100 °C/0.001 s⁻¹ 所标识), 对应内部取向差角小。

综合应力应变曲线、IPF 分布图、KAM 分布图和晶界角度结果可知, 挤压态 FGH4113A 合金推荐的变形窗口为: 变形温度 1080~1100 °C, 应变速率 0.01~0.001 s⁻¹, 此范围内变形晶粒为细小均匀再结晶晶粒, 尺寸可控制在 5 μm 以内, 流变应力较为稳定, 最大值不超过 80 MPa。后续热处理可灵活选择亚固溶或过固溶处理, 获得细晶、粗晶等理想晶粒和强化相组织。

4 讨论

如图 7 所示, 1050 °C/0.01 s⁻¹ 变形时, 曲线分为硬化区和软化区 2 个区域。综合分析样品组织 KAM、GOS 和晶粒内部局部微取向差, 如图 13 所示。GOS 图可用于区分再结晶和变形晶粒, 其计算公式为^[29-31]:

$$GOS(i) = \frac{1}{J(i)} \sum_j \omega_{ij} \quad (6)$$

式中, $J(i)$ 表示晶内像素点数, ω_{ij} 表示像素点 j 和平均取向 i 间的取向差角度。GOS 值较高, 表明点阵畸变严重, 晶粒内部变形。图 13 中, 挤压态原始晶粒 GOS 值 >2° (图 13b), 对应 KAM 值也达到 2° 以上 (图 13d), 取其晶粒内局部微取向差达到 2.5° (图 13c 和图 13e)。GOS 分布图中, 存在较多的 GOS 大于 2° 晶粒, 对应应变曲线逐步

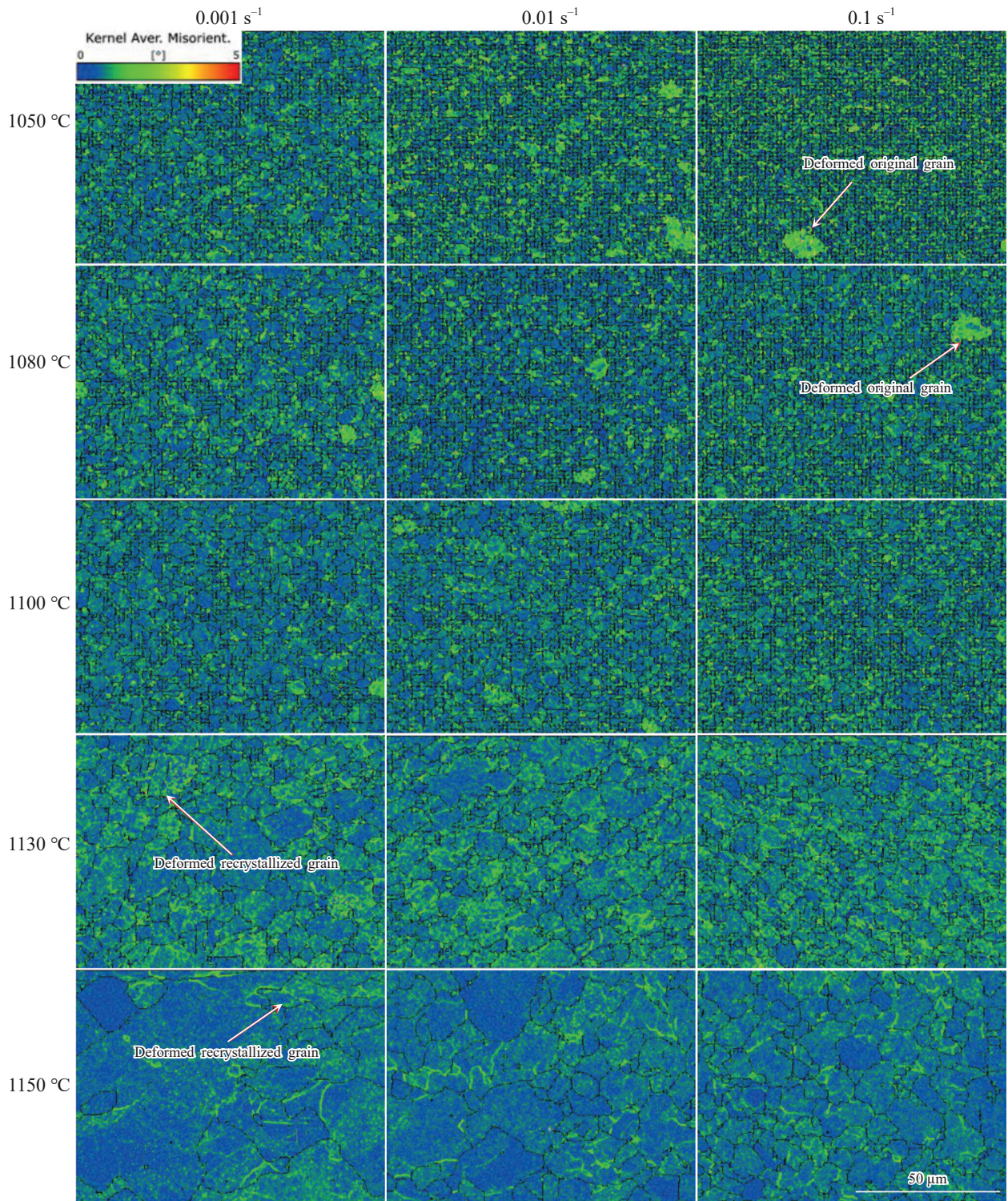


图10 不同变形状态下FGH4113A合金的KAM分布图

Fig.10 KAM maps of FGH4113A alloy under different deformation conditions (the inset image is color legend)

软化,可见变形晶粒再结晶软化占据主导。综合利用GOS、KAM和局部取向差可区分再结晶晶粒和变形晶粒。

图7中,1150 °C/0.01 s⁻¹真应力-真应变曲线出现二次硬化。综合真应力-真应变曲线、KAM、GOS和

SEM照片如图14所示。图14a、图8和图9表明,变形后晶粒尺寸不均匀。分析粗大晶粒,KAM值显示其内部存在残余塑性变形(图14b)。由GOS图可知,其粗大再结晶晶粒内部存在细小组织(图14c和图14d)。图14e显示粗大γ'相已溶解,排除了细小组

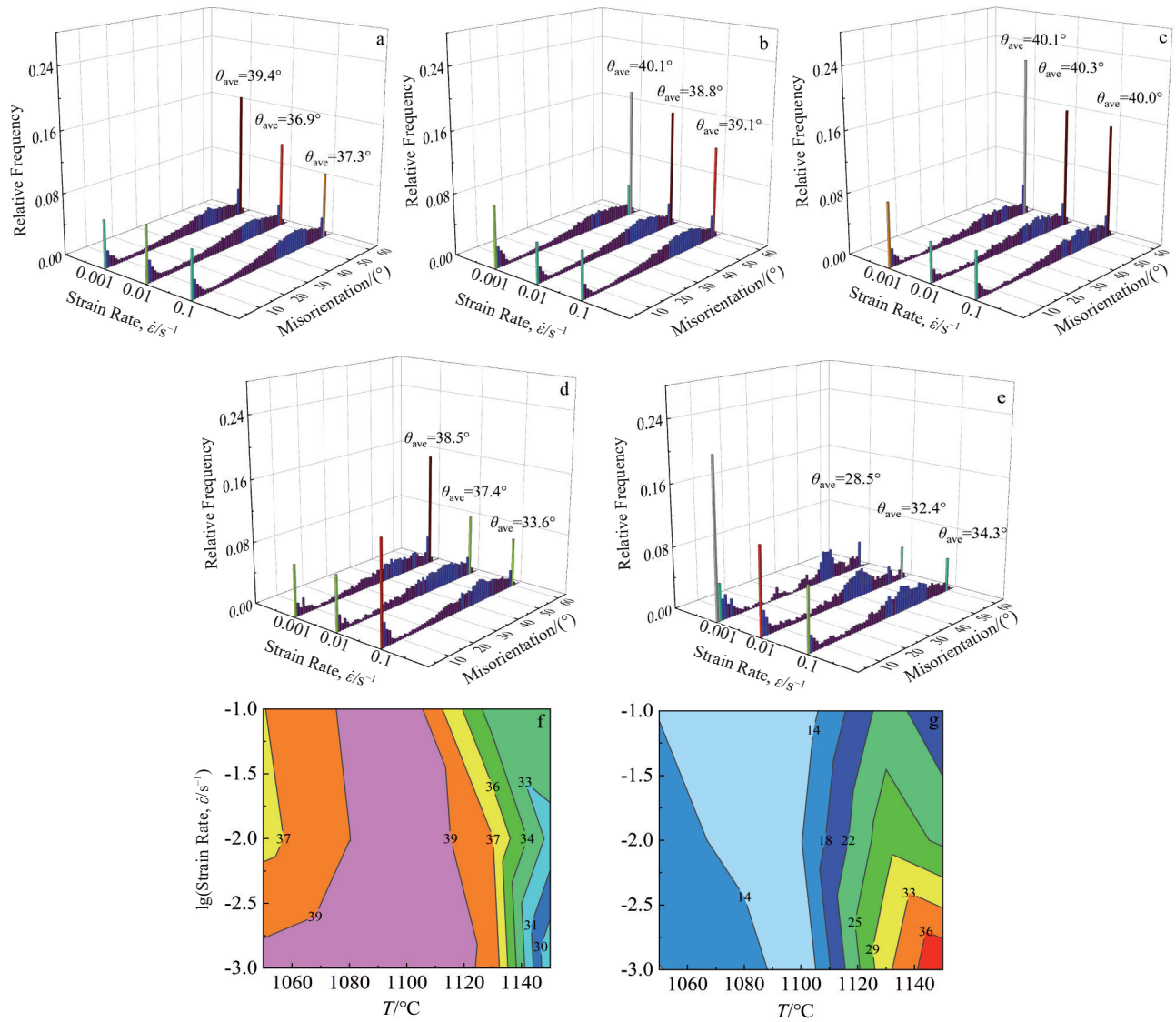


图 11 不同变形条件 FG4113A 合金晶界取向差角度统计

Fig.11 GB misorientations of FG4113A alloy under different deformation conditions: (a) 1050 °C, (b) 1080 °C, (c) 1100 °C, (d) 1130 °C, and (e) 1150 °C; distribution of θ_{ave} (f); distribution of LAGB content (g)

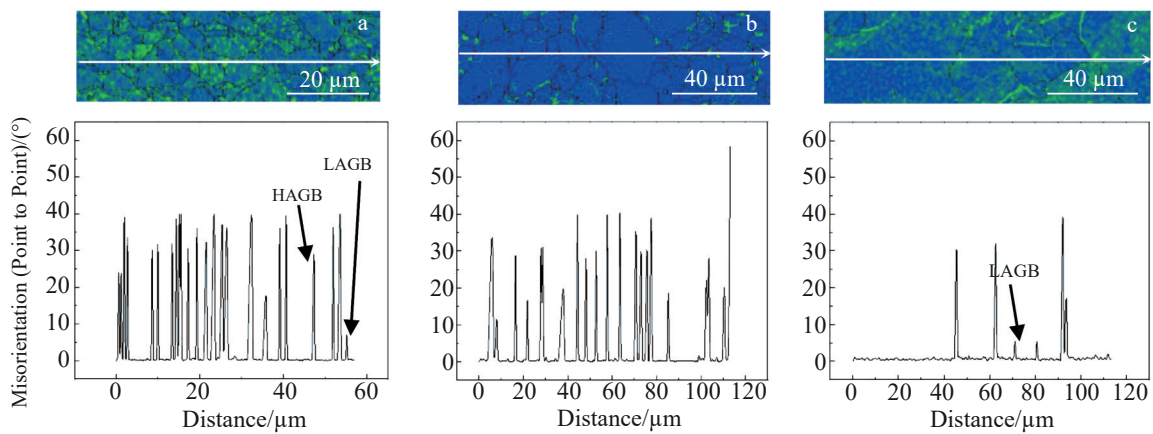


图 12 FG4113A 合金不同变形条件的取向差角

Fig.12 Misorientation results of FG4113A alloy under different deformation conditions: (a) 1100 °C/0.001 s⁻¹; (b) 1130 °C/0.001 s⁻¹; (c) 1150 °C/0.001 s⁻¹

织为 γ' 相。

分析粗化晶粒晶界和内部细小组织,如图15所示。GOS图中,细小组织与原粗大晶粒存在取向差角大于

15°,而粗大晶粒内部取向差角小于2°。综合图3、图8和图12可知细小组织为二次再结晶晶粒,尺寸约5 μm ,形核位置在粗大晶粒边界和内部。1150 $^{\circ}\text{C}/0.01\text{ s}^{-1}$ 变形后

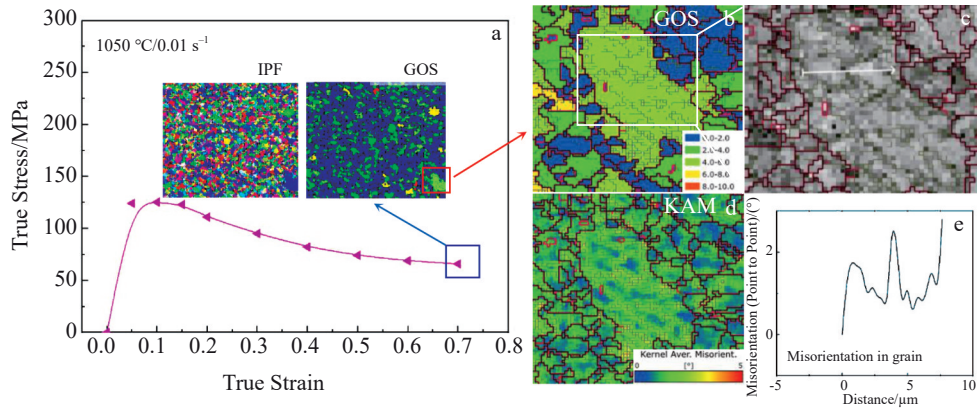


图13 1050 $^{\circ}\text{C}/0.01\text{ s}^{-1}$ FGH4113A合金真应力-真应变曲线组织分析

Fig.13 Microstructure analysis of FGH4113A alloy after hot compression deformation at 1050 $^{\circ}\text{C}$ with the strain rate of 0.01 s^{-1} : (a) true stress-true strain curve; (b-c) GOS maps of large-size deformed original grain; (d) KAM of large-size deformed original grain; (e) misorientation in grain

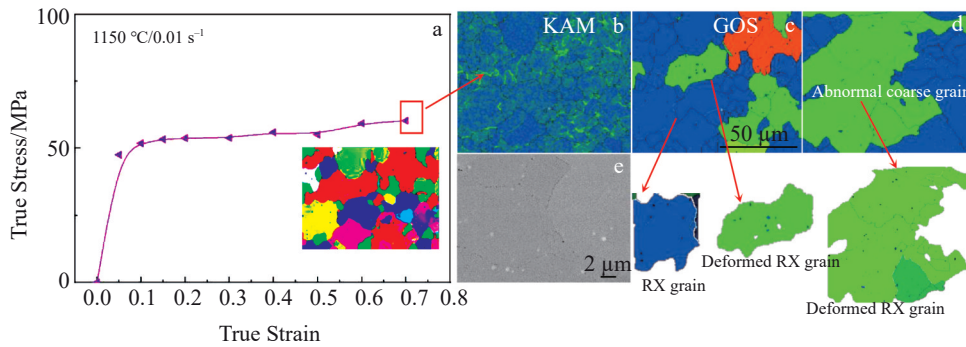


图14 1150 $^{\circ}\text{C}/0.01\text{ s}^{-1}$ FGH4113A合金真应力-真应变曲线组织分析

Fig.14 Large-size recrystallized (RX) grain of FGH4113A alloy after hot compression deformation at 1150 $^{\circ}\text{C}$ with the strain rate of 0.01 s^{-1} : (a) true stress-true strain curve; (b) KAM map; (c-d) GOS map; (e) SEM image

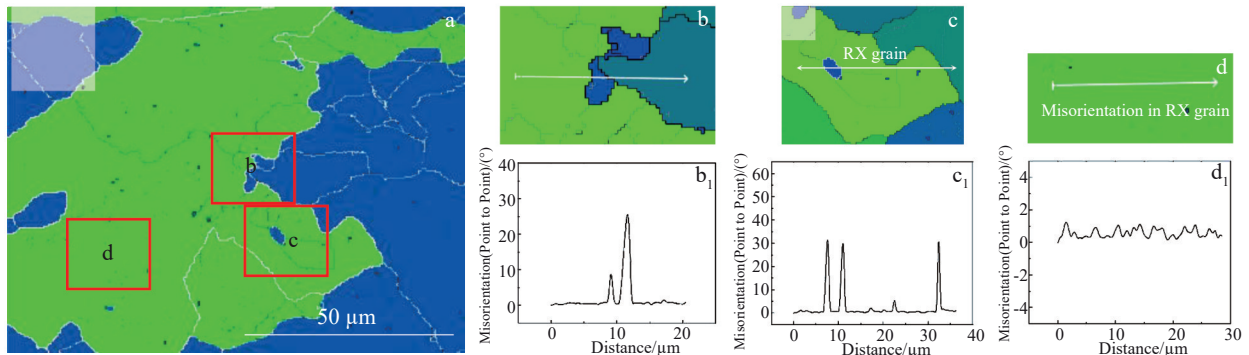


图15 1150 $^{\circ}\text{C}/0.01\text{ s}^{-1}$ FGH4113A合金变形后大尺寸再结晶晶粒和二次再结晶晶粒及取向差

Fig.15 Large-size RX grain and secondary RX grain of FGH4113A alloy after hot compression deformation at 1150 $^{\circ}\text{C}$ with the strain rate of 0.01 s^{-1} : (a) GOS map; (b) RX at GB; (b₁) misorientation result corresponding to Fig.15b; (c) RX in grain; (c₁) misorientation result corresponding to Fig.15c; (d) RX grain; (d₁) misorientation result corresponding to Fig.15d

显微组织有二次变形再结晶晶粒和二次再结晶晶粒,对于曲线变形为硬化-软化平衡后二次硬化。

5 结论

1) 挤压态 FGH4113A 合金为 $\gamma+\gamma'$ 双相组织, 晶粒尺寸均匀。随着保温温度的升高, 平均晶粒尺寸由 $3.7\ \mu\text{m}$ 增大为 $4.5\ \mu\text{m}$, 直至 $1150\ \text{°C}$ 的 $10.2\ \mu\text{m}$ 。获得晶粒尺寸随温度变化的关系:

$$D_i^2 = D_0^2 + 3.461 \times 10^{42} \exp\left(-\frac{111330.2}{RT}\right)$$

2) 不同变形曲线可分为 4 个区域: 硬化区、软化区、硬化-软化平衡区以及二次硬化区, 与应变温度和速率相关。推荐较优的变形工艺窗口: 温度 $1080\sim 1100\ \text{°C}$, 应变速率 $0.01\sim 0.001\ \text{s}^{-1}$, 此范围内变形晶粒为细小均匀再结晶晶粒, 尺寸可控制在 $5\ \mu\text{m}$ 。

3) 综合利用 KAM、IPF 和 GOS 等维度可区分再结晶晶粒和变形晶粒, $1050\ \text{°C}/0.01\ \text{s}^{-1}$ 组织中存在部分原始变形晶粒, 而 $1150\ \text{°C}/0.01\ \text{s}^{-1}$ 出现二次硬化和二次再结晶组织。

参考文献 References

- [1] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008
- [2] Behera A. *Superalloys*[M]. Cham, Switzerland: Springer, 2022
- [3] Teng Q, Xie Y, Sun S *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 909: 164668
- [4] Qiao S C, Wang Y, Lv L X *et al. Journal of Material Research and Technology*[J], 2021, 15: 7033
- [5] Liu P, Zhang R, Yuan Y *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 831: 54618
- [6] Detrois M, Rotella J, Goetz R L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 627: 95
- [7] Tu W, Pollock T M. *Superalloy 2008*[C]. Warrendale: TMS, 2008: 395
- [8] Liu Y H, Ning Y Q, Yang X M *et al. Materials & Design*[J], 2016, 95: 669
- [9] Chen J, Dong J, Zhang M *et al. Materials & Science and Engineering A*[J], 2016, 673: 122
- [10] Gabb T, Oconnor P K. *High Temperature, Slow Strain Rate Forging of Advanced Disk Alloy ME3*[R]. Washington: TMS, 2001
- [11] Chen L, Zhang B, Yang Y *et al. Journal of Materials Research Technology*[J], 2023, 24: 7638
- [12] Zhang H K, Li Y, Ma H C *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 846: 143257
- [13] Yang Y L, Cui J Y, Cheng J Y *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2023, 27(1): 7347
- [14] 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
- [15] Yang Jinlong(杨金龙), Ma Xiangdong(马向东), Li Yuan(李远) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(2): 651
- [16] 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
- [17] He Yingjie(何英杰), Ma Xiangdong(马向东), Li Yuan(李远) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(1): 223
- [18] Yang Q M, Lin Y C, Guo J Z *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 910: 164909
- [19] Serrano-Munoz I, Fernández R, Saliwan-Neumann R *et al. Materials Letters*[J], 2023, 337: 133978
- [20] Immarrigeon J P A, Drunen G V, Wallace W. *Superalloy 1976*[C]. Warrendale: TMS, 1976: 395
- [21] Rashad A, Zhang R, Cui C Y *et al. Materials Characterization*[J], 2023, 203: 113112
- [22] Kumar S S, Raghu T, Pinaki P *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 146(11): 217
- [23] Zhang Ming(张明), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(11): 1469
- [24] Xu J C, Zhao X B, Li W Q *et al. Journal of Materials Science and Technology*[J], 2023, 147(1): 176
- [25] Ricks R A, Porter A J, Ecob R C. *Acta Metallurgica*[J], 1983, 31(1): 43
- [26] Doi M, Miyazaki T, Wakatsuki T. *Material Science and Engineering A*[J], 1984, 67(2): 247
- [27] Huang H L, Liu G, Wang H *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2020, 51(3):1075
- [28] Wu K, Liu G Q, Hu B F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(13): 4620
- [29] Hadadzadeh A, Mokdad F, Wells M A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 709: 285
- [30] Cao Y, Di H S, Zhang J Q *et al. Materials Science Engineering A*[J], 2013, 585(11): 71
- [31] Zhu Y, Cao Y, He Q *et al. Materials Characterization*[J], 2022, 191: 112108

Hot Deformation Behavior and Microstructure Evolution of a Novel Hot Extruded Nickel-Based Superalloy FGH4113A

Yang Jinlong^{1,3}, Yin Chao², Xiong Jiangying^{2,3}, Guo Jianzheng^{2,3}, Feng Ganjiang^{2,3}

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

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

(3. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: To investigate hot working properties and to control microstructure of the extruded novel nickel-based superalloy FGH4113A, the thermal deformation behavior and microstructure characteristics were studied using Gleeble thermal compressing machine, OM, SEM, and EBSD. Hot deformation experiments were conducted within the temperature of 1050–1150 °C and strain rate of 0.001–0.1 s⁻¹. The results indicate that the grain size of extruded FGH4113A superalloy increases after holding at 1150 °C. Deformation temperature and strain rate have a significant impact on the deformation flow stress and microstructure evolution. It is recommended for the extruded superalloy to undergo thermal deformation at temperature of 1080–1100 °C and strain rate of 0.001–0.01 s⁻¹ within the $\gamma+\gamma'$ microduplex region. After deformation under these conditions, grains are fully recrystallized and size distribution is uniform, with average size controlled within 5 μm . The residual dislocation density within the grain is small, and the misorientation differences are not significant. Recrystallized grain and deformed original grain can be distinguished from multiple dimensions such as LAM, GOS, and IPF.

Key words: FGH4113A; nickel-based superalloy; extruded state; thermal deformation; microstructure evolution

Corresponding author: Guo Jianzheng, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, P. R. China, Tel: 0086-755-82799717, E-mail: guo_jianzheng@qq.com