

一种新型镍基粉末高温合金 WZ-A3 挤压工艺研究

肖磊¹, 何英杰¹, 马向东¹, 邱传荣¹, 杨金龙^{2,3}, 郭建政^{1,2}

(1. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000)

(2. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083)

(3. 深圳市万泽航空科技有限责任公司, 广东 深圳 518000)

摘要: 针对一种新型粉末高温合金 WZ-A3 进行了一系列的热挤压工艺试验, 探究了挤压温度、挤压速度、挤压比对棒材显微组织的影响以及棒材的整体组织均匀性。结果表明: 在恒定挤压速度 35 mm/s、挤压比 4.7:1 条件下, 挤压温度为 1110 °C 时, 合金棒材已发生完全动态再结晶, 当挤压温度继续增加, 晶粒发生明显长大。在恒定挤压温度 1110 °C、挤压速度 35 mm/s 条件下, 挤压比为 2.1:1 时, 合金再结晶不完全且存在较多原始颗粒边界 (PPB); 当挤压比增加至 4:1~4.7:1 时, 再结晶程度完全充分, PPB 也完全消除。在恒定挤压温度 1130 °C、挤压比 4.7:1 条件下, 在 20~50 mm/s 范围内随着挤压速度的增加, 晶粒呈长大趋势。在挤压温度 1110 °C、挤压速度 35 mm/s、挤压比 4.7:1 条件下整个挤压棒材的组织较为均匀, 从棒材头部到尾部, 晶粒略微细化, 并且棒材边缘的组织较心部和 1/2R 更细小。

关键词: 粉末高温合金; 挤压; 显微组织; 动态再结晶; 晶粒尺寸

中图分类号: TG146.1*5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)06-2215-09

镍基粉末高温合金由于具有优异的高温强度、蠕变抗力、疲劳抗力以及良好的组织稳定性, 成为制造高推重比航空发动机涡轮盘的首选材料^[1-4]。目前我国研制的第 1 代高强型粉末高温合金以及第 2 代高损伤容限型粉末高温合金已经得到成功应用^[5]。而随着航空发动机的升级换代, 对涡轮盘的工作温度以及力学性能提出了更严苛的要求, 第 3 代高强度高损伤容限型粉末高温合金的研制已迫在眉睫。国际上第 3 代粉末高温合金涡轮盘主要采用的制造工艺路线为粉末制备+热等静压+热挤压+等温锻造+双性能热处理^[6]。为了便于等温锻造成型, 一般采用热挤压工艺获得细晶组织, 以实现超塑性锻造。热挤压过程为三向压应力状态, 合金在大塑性变形下能充分再结晶, 形成均匀的细晶组织, 同时能够消除热等静压中形成的粉末原始颗粒边界 (prior particle boundary, PPB) 并破碎非金属夹杂物, 为等温锻造提供优良的组织条件^[7-9]。但目前国内在镍基粉末高温合金热挤压方向的研究还不够充足, 尤其是热挤压后的组织、性能以及其热加工性能等方面。

本团队自主研发了一款兼具高蠕变强度和高裂纹扩展抗力的第 3 代镍基粉末高温合金 WZ-A3^[1,10,11]。与国外最具代表性的第 3 代粉末合金 LSHR 和 ME3 相比, 其主要特点是降低了 Ta 含量并提高了 Nb 含量,

以减小 TCP 相析出倾向, 提高材料的组织稳定性^[12,13]; 另外还对 Hf、B 等微量元素以及 Mo、W 含量进行了调整, 旨在平衡合金在高温下服役的综合性能。本研究针对该合金开展了不同挤压温度、挤压比、挤压速度的挤压试验研究, 重点分析了挤压关键参数对其微观组织的影响, 确定新一代粉末合金 WZ-A3 适合的热挤压工艺, 并制备出组织均匀、晶粒细小的挤压棒坯, 为等温锻造奠定良好基础。

1 实验

实验材料为热等静压态 WZ-A3 镍基粉末高温合金, 其制备工艺为真空感应熔炼+氩气雾化制粉+粉末筛分+粉末装套与脱气+热等静压固结成型。WZ-A3 粉末高温合金的主要化学成分如表 1 所示。采用热力学软件 JMatPro 计算了 WZ-A3 合金各平衡析出相与温度的关系, 如图 1 所示。WZ-A3 合金中 γ' 相完全溶解温度约为 1150 °C。

热等静压态 WZ-A3 合金的显微组织如图 2 所示。从图 2a 中可以看出, 热等静压态组织较为均匀, PPB 数量较少, 无残留枝晶, 平均晶粒度约为 ASTM 9。大尺寸的 γ' 相呈链状分布在晶界上, 晶粒内部主要为弥散分布的小尺寸 γ' 相 (见图 2b)。

收稿日期: 2021-06-15

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

作者简介: 肖磊, 男, 1986 年生, 博士, 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000, 电话: 0755-82731326, E-mail: xiaol@wedg.com.cn

表 1 WZ-A3粉末高温合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of WZ-A3 alloy (wt%)

Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Hf	Ni
18.5~19.5	12.5~13.5	3.7~4.2	3.75~4.25	2.8~3.2	3.5~3.9	1.1~1.3	0.9~1.1	0.17~0.23	Bal.

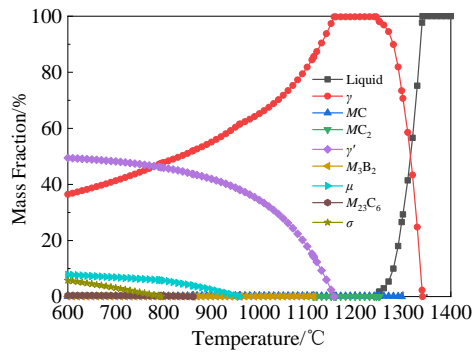


图 1 WZ-A3 合金各析出相质量分数与温度的关系

Fig.1 Relationship between the mass fraction of each precipitated phase and temperature in WZ-A3 alloy

为了探究挤压温度、挤压比和挤压速度等工艺参数对WZ-A3合金微观组织的影响，进行了一系列的包套热挤压试验，具体挤压工艺参数如表 2所示。热挤压试验完成后，在棒材的不同位置取10 mm厚样品进行组织观察，取样示意图如图 3所示。每个样品沿轴向对半切开，一半观察横截面组织（垂直于挤压方向），另一半观察纵截面组织（平行于挤压方向），并按照GB/T 6394-2017《金属平均晶粒度测定方法》统计各区域组织的平均晶粒度。金相腐蚀剂配比为5 g氯化铜+100 mL盐酸+100 mL乙醇，并采用Nikon MM-400型光学显微

镜和Sigma 300型扫描电子显微镜进行显微组织观察。

2 结果与分析

2.1 挤压温度对 WZ-A3 合金显微组织的影响

图 4为在挤压速度35 mm/s、挤压比4.7:1、挤压温度1110~1150 °C时WZ-A3合金棒材头部的OM显微组织。可以发现挤压温度对棒材显微组织的影响非常显著。当挤压温度为1110 °C时，合金已发生完全动态再结晶，晶粒细小均匀呈等轴状，平均晶粒尺寸为4.5 μm。同时能观察到大量大尺寸颗粒状的γ'相分布在晶界上，以及少量存在于晶粒内部。此种组织被称为“γ+γ'双相晶粒组织”。当挤压温度提升至1130 °C时，晶粒略微发生长大，大尺寸γ'相数量相应减少，此时平均晶粒尺寸为6.5 μm。当挤压温度达到1150 °C时，晶粒已发生明显长大，平均晶粒尺寸为10.0 μm，同时晶界上的大尺寸γ'相已完全溶解。动态再结晶形核以及晶粒长大均由原子扩散和晶界迁移来实现，温度的提升加快了原子扩散和晶界迁移，更有利于促进动态再结晶以及再结晶晶粒长大^[14-16]。但挤压温度过高时，合金在完全再结晶后晶粒容易快速长大。图 5为各挤压温度下棒材头部段心部的晶粒度统计结果。由图可知，挤压温度每升高20 °C，晶粒度降低约1级。当挤压温度升高至1150 °C时，平均晶粒度已低于ASTM10。因此为了获得细晶组织，1110 °C是WZ-A3粉末高温合金较为适合的挤压温度。

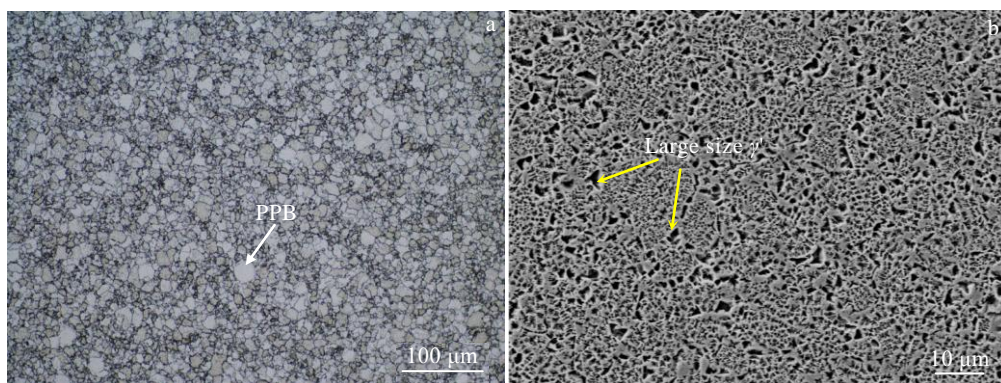


图 2 WZ-A3合金热等压态的OM和SEM显微组织

Fig.2 OM (a) and SEM (b) microstructures of as-HIPed WZ-A3 alloy

表 2 WZ-A3合金热挤压试验工艺参数

Table 2 Hot extrusion parameters of WZ-A3 alloy

Experimental purpose	Bar diameter, Φ /mm	Extrusion parameter		
		Extrusion temperature/ °C	Extrusion speed/mm s ⁻¹	Extrusion ratio
Effect of extrusion temperature on microstructure	30	1110, 1130, 1150	35	4.7:1
Effect of extrusion speed on microstructure	30	1130	20, 35, 50	4.7:1
Effect of extrusion ratio on microstructure	30	1110	35	2.1:1, 3.1:1, 4:1, 4.7:1
Verification of structural homogeneity	125	1110	35s	4.7:1

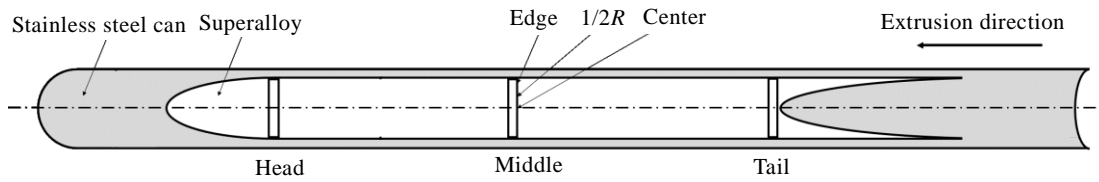


图 3 WZ-A3挤压棒材取样示意图

Fig.3 Sampling diagram of extruded WZ-A3 bar

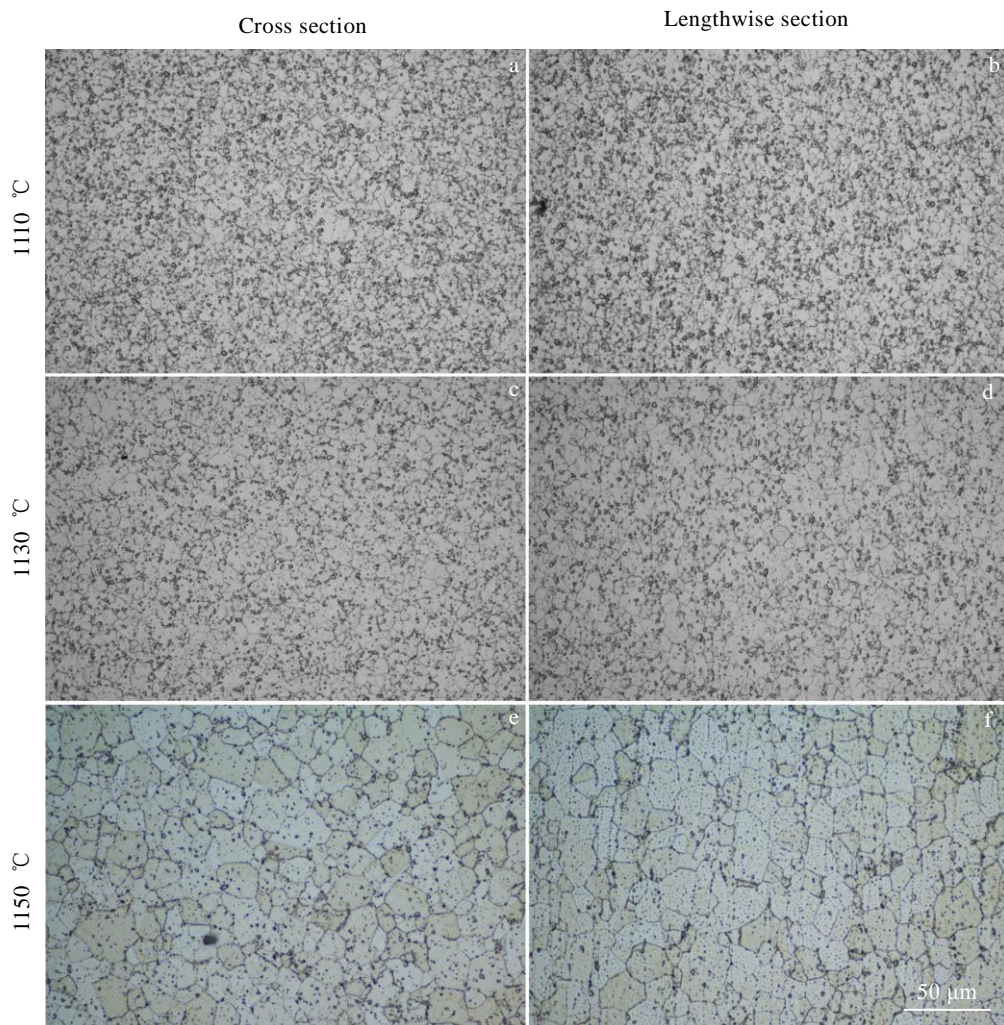


图 4 不同挤压温度下棒材头部段心部的显微组织

Fig.4 Microstructures of the center of the head portion of the extruded bar at different extrusion temperatures

不同挤压温度下合金中 γ' 相的SEM形貌如图 6所示。当挤压温度为1110~1150 °C时，合金组织中能观察到2种尺寸的 γ' 相，即凝固过程中析出并且在热变形过程中未完全溶解的一次 γ' 相和冷却过程析出的二次 γ' 相。一次 γ' 相尺寸较大，主要呈颗粒状分布于晶界上，少量存在于晶粒内部。而二次 γ' 相尺寸较小，呈块状弥散分布于晶粒内部。晶界上大尺寸 γ' 相可以起到钉扎晶界的作用，能有效阻碍再结晶晶粒的长大，便于获得晶粒细小的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织。研究表明 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织能有效降低流变应力，提高合金的热塑性^[17,18]。因此理想的挤压态组织为均匀细小的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织。从图中还可以发现，随挤压温度的升高，大尺寸 γ' 相逐渐溶解。 γ' 相数量减少及尺寸减小均降低了其对晶界的钉扎作用，非常不利于晶粒细化。

2.2 挤压比对WZ-A3合金显微组织的影响

在恒定挤压温度1110 °C、挤压速度35 mm/s条件下，对热等静压态WZ-A3合金进行了4个不同挤压比（2.1:1、3.1:1、4:1、4.7:1）的热挤压试验，图 7为各挤压比下棒材头部段心部的金相组织。增大挤压比一方面增加了合金的应变储能，有利于促进动态再结晶形核，起到细化晶粒的作用；另一方面提升了挤压棒各区域的等效变速率，应变速率以及应变的同时增加使得合金棒材产生显著的温升。合金棒材变形温度越高，晶界上一次 γ' 相溶解数量越多，再结晶晶粒更容易发生长大。

当挤压比为2.1:1时，由于合金棒材的变形量以及温升均较小，合金的动态再结晶程度并不充分，组织中仍存在较多的原始变形晶粒以及大量的一次 γ' 相。

另外由于应变量较小，棒材心部的PPB并未完全消除，如图 8所示。当挤压比为3.1:1时，动态再结晶过程仍然进行得不太充分，组织中仍存在少量原始变形晶粒。但由于应变量的增大，PPB已基本破碎消除，整个棒材截面未发现明显的PPB。当挤压比提高到4:1和4.7:1时，合金已发生完全动态再结晶，晶粒组织均匀细小，平均晶粒尺寸均小于5.0 μm ，组织中仍存在较大尺寸 γ' 相。图 9为不同挤压比下棒材头部段心部的晶粒尺寸，可以发现随着挤压比的增加，晶粒尺寸呈增大的趋势。因此，挤压比过低或过高均不利。挤压比过低时，合金再结晶不完全而且PPB无法完全消除；挤压比过高时，再结晶晶粒容易发生长大，不利于获得细晶组织。因此WZ-A3粉末高温合金比较适合的挤压比为4:1~4.7:1。

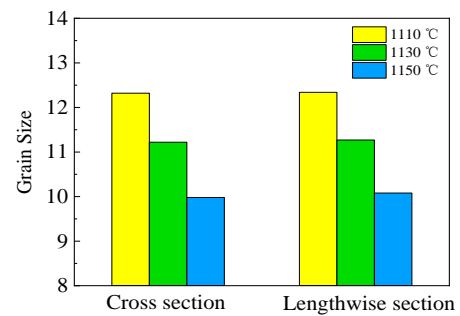


图 5 各挤压温度下棒材头部段心部的晶粒度

Fig.5 Grain sizes of the center of the head position of the extruded bar at different extrusion temperatures

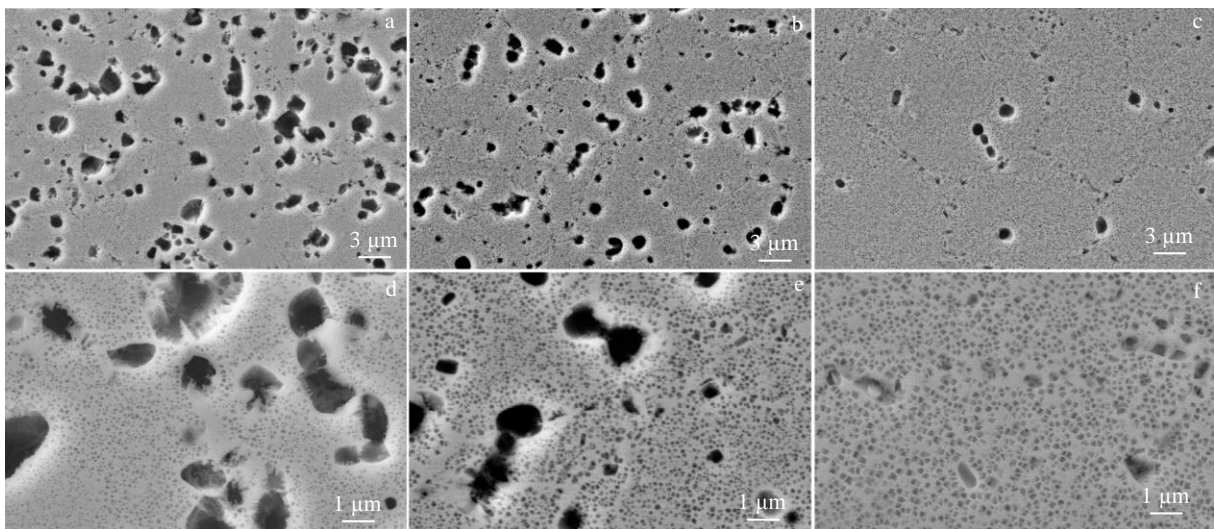


图 6 不同挤压温度下WZ-A3合金的 γ' 强化相形态

Fig.6 γ' phase morphologies of WZ-A3 alloy at different extrusion temperatures: (a, d) 1110 °C, (b, e) 1130 °C, and (c, f) 1150 °C

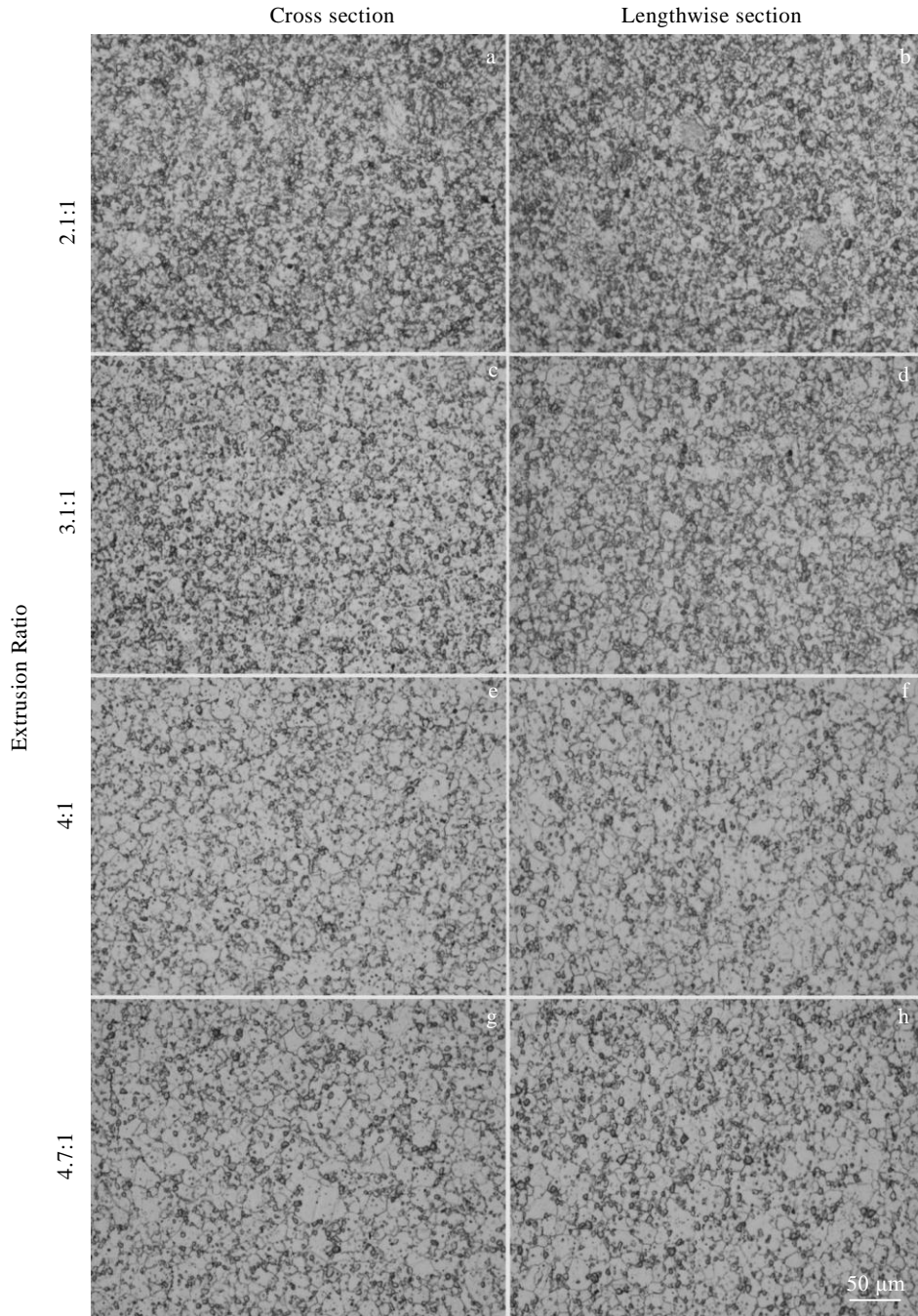


图 7 不同挤压比下棒材头部段心部的显微组织

Fig.7 Microstructures of the center of the head portion of the extruded bar with different extrusion ratios

2.3 挤压速度对WZ-A3合金显微组织的影响

在恒定挤压温度1130 ℃，挤压比4.7:1条件下，进行了3个不同挤压速度（20、35、50 mm/s）的热挤压试验，图10为不同挤压速度下棒材头部段心部的显微组织。从图中可以观察到，速度为20和35 mm/s下棒材晶粒均较为细小，而速度50 mm/s下棒材晶粒相对较为粗大。不同挤压速度下棒材的晶粒尺寸统计结果如图11所示。可以发现，挤压速度在20~50 mm/s范围内随

挤压速度增大，棒材晶粒尺寸整体呈增大趋势，但变化趋势相对于坯料温度的影响较小。

挤压速度的增加一方面提升了挤压坯料的应变速率，导致棒材产生明显的升温。另一方面缩短了挤压坯料的变形时间，在一定程度上降低了坯料与模具之间的热交换，变相地提升了变形温度^[19]。当挤压速度从20 mm/s增加至35 mm/s时，挤压棒材组织并没有明显的改变，平均晶粒尺寸由6.4 μm增加至6.5 μm。

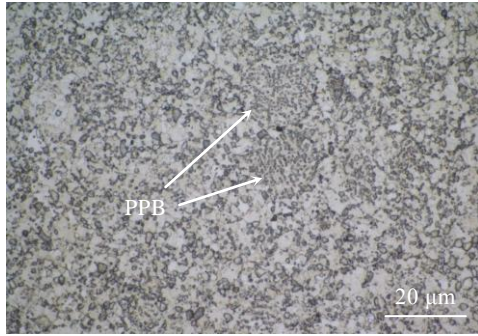


图 8 挤压比 2.1:1 下棒材中的 PPB

Fig.8 PPB of the extruded bar with extrusion ratio of 2.1:1

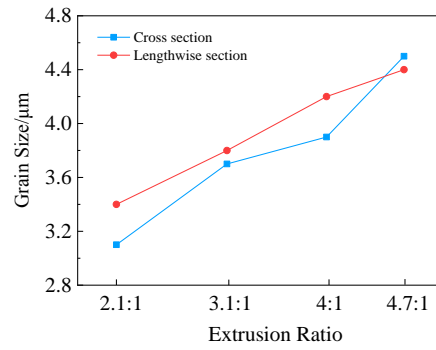


图 9 各挤压比下棒材头部段心部的晶粒尺寸

Fig.9 Grain sizes of the center of the head portion of the extruded bars with different extrusion ratios

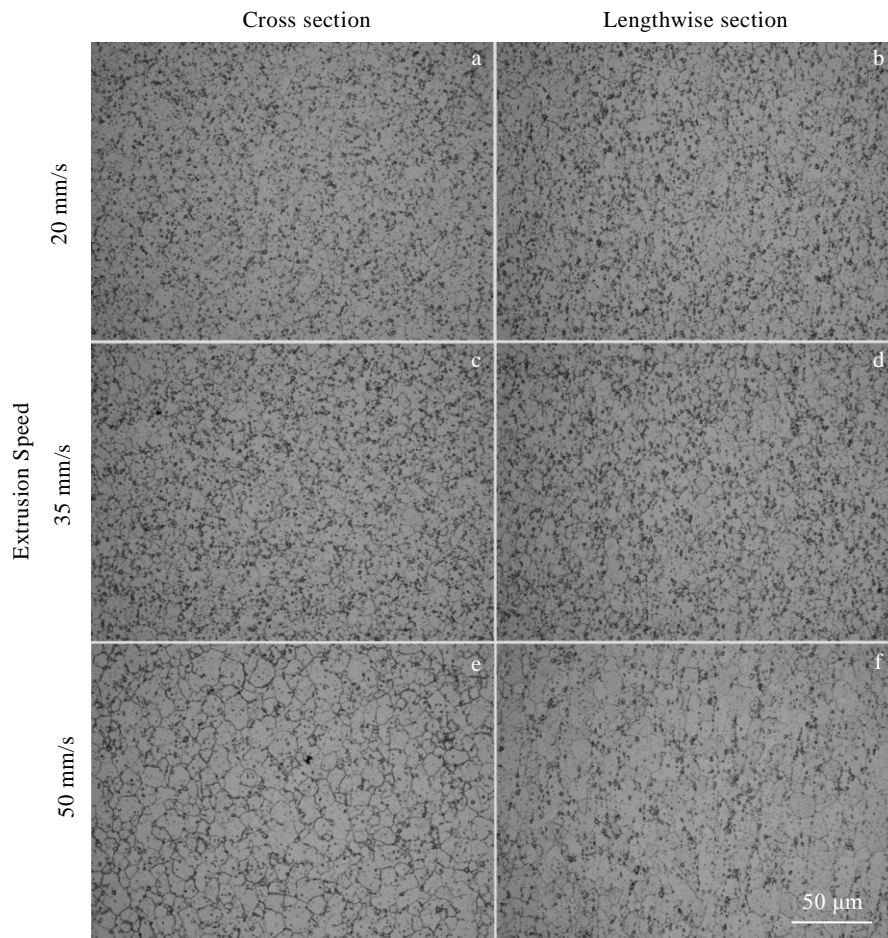


图 10 不同挤压速度下棒材头部段心部的金相组织

Fig.10 Microstructures of the center of the head section of the extruded bar at different extrusion speeds

这是因为当挤压速度增大至 35 mm/s 时，温升对晶粒长大的促进作用与挤压变形时间缩短对晶粒长大的抑制作用达到了平衡。但随着挤压速度继续增加至 50 mm/s 时，由于温升的显著增加，晶界上的大尺寸 γ' 相大量溶解，导致棒材的晶粒尺寸明显增大，平均晶粒尺寸为 7.2 μm 。因此 WZ-A3 粉末高温合金适合的

挤压速度为 20~35 mm/s。

2.4 WZ-A3合金挤压棒材组织均匀性分析

为了验证 WZ-A3 合金挤压棒材的组织均匀性，在挤压温度 1110 $^{\circ}\text{C}$ 、挤压比 4.7:1、挤压速度 35 mm/s 条件下制备的 $\Phi 125$ mm 挤压棒材上，沿挤压方向取头部、中部和尾部 3 个位置的样品进行了组织分析，如

图 12 所示。从图中可以看出, WZ-A3 合金经过挤压变形后, 各部位均已发生完全动态再结晶, 晶粒组织均匀细小, 而且 PPB 在挤压变形下已完全破碎消除。经过统计, 棒材头部位置心部的晶粒稍显粗大, 平均晶粒尺寸为 6.5 μm 。从挤压棒的头部到中部再到尾部, 晶粒尺寸逐渐减小, 中部和尾部的平均晶粒尺寸分别为 5.8、5.0 μm 。这是因为挤压坯料与模具之间存在热传递, 越靠近尾部损失的热量越多, 变形温度越低, 晶粒越不容易长大。

图 13 是该挤压棒材中部段不同位置的显微组织。可以看出, 挤压棒材中部段心部和 1/2R 位置的显微组织非常相近, 平均晶粒尺寸约为 5.5 μm 。而边缘位置的组织较为细小, 平均晶粒尺寸约为 4.0 μm 。相比于心部和 1/2R 位置, 挤压棒材边缘位置的应变是最大的, 而且挤压棒与模具之间存在热交换, 导致边缘的温度大幅降低, 有利于抑制晶粒长大。整体而言, 在挤压温度 1110 $^{\circ}\text{C}$ 、挤压比 4.7:1、挤压速度 35 mm/s

条件下挤压棒材的显微组织是较为均匀的, 各区域的平均晶粒尺寸约为 5.0 μm 。

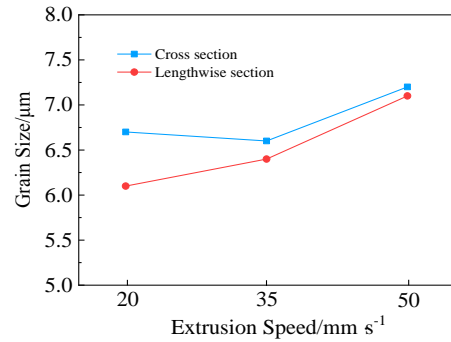


图 11 各挤压速度下棒材头部段心部的晶粒尺寸
Fig.11 Grain sizes of the center of the head portion of the extruded bars at different extrusion speeds

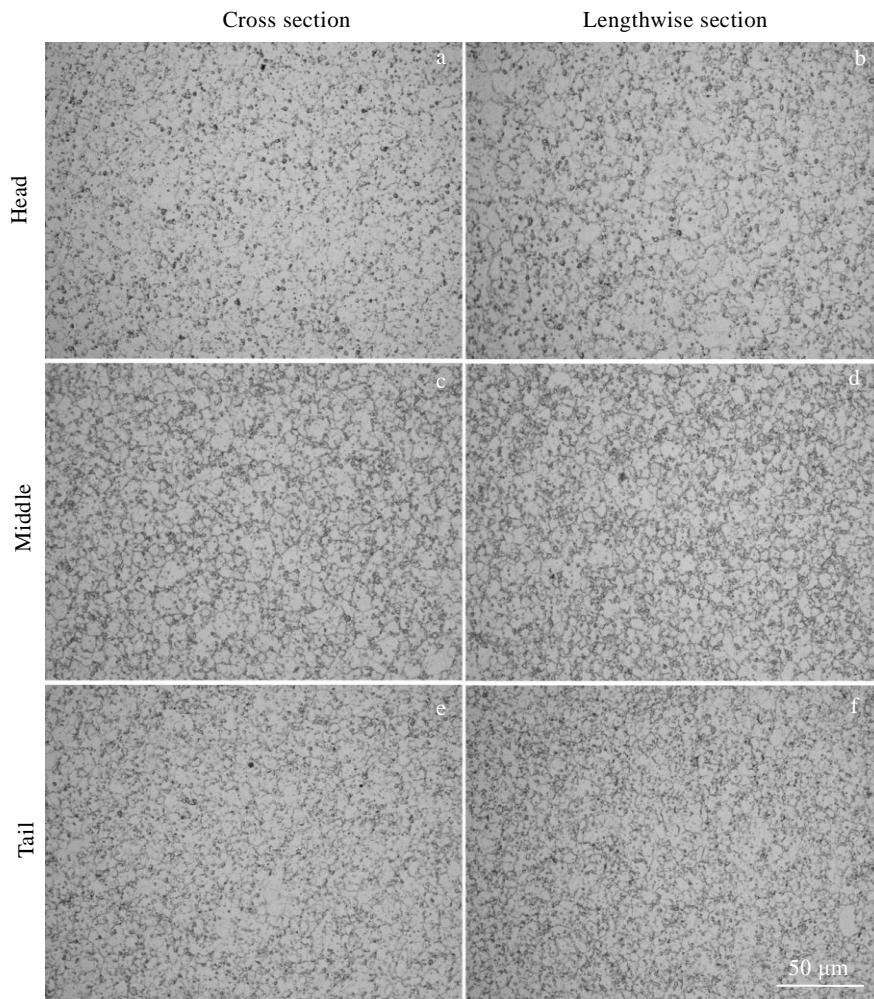


图 12 挤压棒材不同位置心部的组织

Fig.12 Microstructures of the center of the extruded bar at different positions

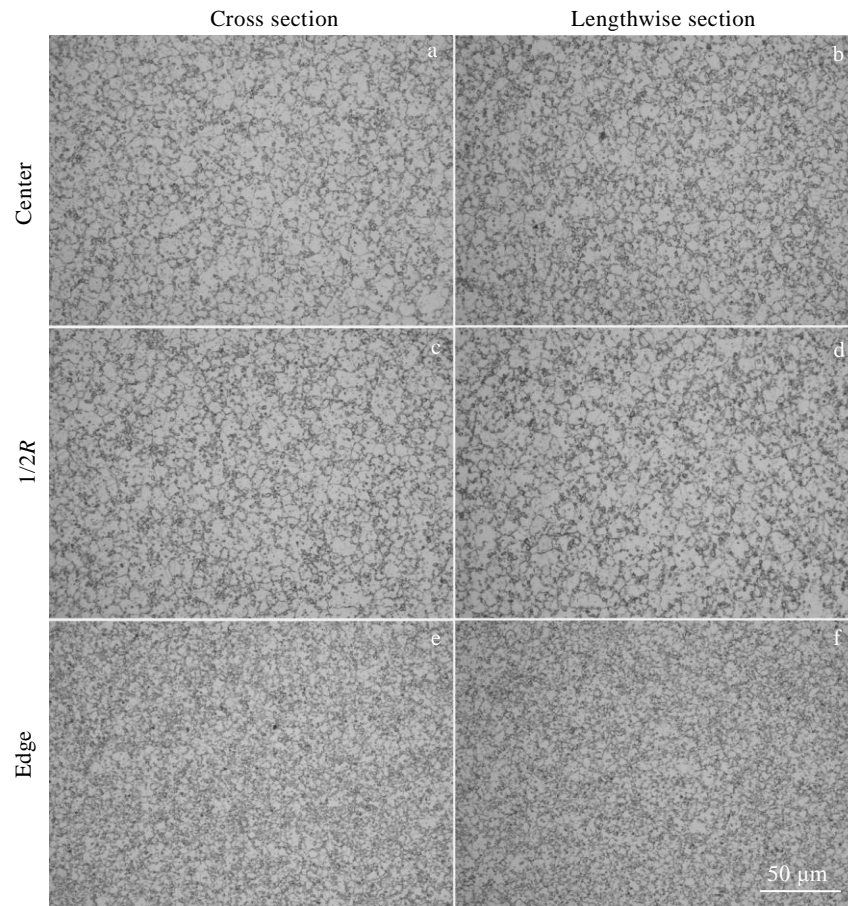


图 13 挤压棒中部段不同位置的显微组织

Fig.13 Microstructures of different positions in the middle section of the extruded bar

3 结 论

1) 新型镍基粉末高温合金WZ-A3在挤压速度35 mm/s和挤压比4.7:1条件下,当挤压温度为1110 °C时,合金棒材已发生完全动态再结晶,晶粒细小均匀。随挤压温度升高至1130~1150 °C时,晶界上大尺寸 γ' 相已大量溶解,晶粒尺寸呈现明显长大趋势。

2) 在挤压温度1110 °C、挤压速度35 mm/s条件下,当挤压比为2.1:1时,合金中仍存在较多PPB,而且再结晶并不完全。随挤压比增加至3.1:1时,PPB已完全消除,再结晶程度仍不完全;当挤压比继续增加至4:1、4.7:1时,再结晶完全充分,晶粒组织均匀细小。

3) 在挤压温度1130 °C、挤压比4.7:1条件下,挤压速度为20与35 mm/s时,2种挤压棒材组织差别不大。当挤压速度提升至50 mm/s时,合金中大尺寸 γ' 相大量溶解,晶粒尺寸发生明显长大。

4) 在挤压温度1110 °C、挤压速度35 mm/s、挤压比4.7:1条件下进行了规格 $\Phi 125$ mm的挤压试验。挤压

棒材心部与1/2R处的组织基本一致,而边缘组织要比心部和1/2R处更细小。挤压棒材从头部到尾部,晶粒尺寸略微减小。WZ-A3合金棒材整体的组织较为均匀,各区域平均晶粒尺寸约为5.0 μm 。

5) 新型镍基粉末高温合金WZ-A3适合的挤压工艺参数:挤压温度1110 °C、挤压速度20~35 mm/s、挤压比4:1~4.7:1。

参考文献 References

- [1] Chen Q, Yang J, Feng G. *Powder Metallurgy*[J], 2020, 63(5): 349
- [2] Huang H L, Liu G Q, Wang H *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 805: 1254
- [3] Chen J Y, Dong J X, Zhang M C *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 673: 122
- [4] Zhang Ming(张明), Liu Guoquan(刘国权), Wang Hao(王浩) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(10):182

- [5] Zhang Guoqing(张国庆), Zhang Yiwen(张义文), Zheng Liang(郑亮) *et al.* *Acta Metallurgical Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1133
- [6] Liu Yingying(刘莹莹), Yao Zekun(姚泽坤), Guo Hongzhen(郭鸿镇). *Materials Review*(材料导报)[J], 2007, 21(12): 95
- [7] Huo Wanchen(霍万晨), Liu Jiantao(刘建涛), Zhang Ming(张明) *et al.* *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2021, 42(2): 152
- [8] Zhang Ming(张明), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙) *et al.* *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2018, 36(3): 223
- [9] Yang Yanhui(杨艳慧), Zhao Xingdong(赵兴东), Zhu Xinglin(朱兴林) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(10): 2710
- [10] Wang Y L, Li Y, Zhang H *et al.* *Pimech Eng L-J Mat*[J], 2020, 235(4): 743
- [11] Wang Y L, Li Y, Zhang H *et al.* *Philos Mag*[J], 2021, 101(2): 193
- [12] University of Central South, Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd (中南大学 深圳市万泽中南研究院有限公司). *Chinese Patent*(中国专利), 106282667[P], 2018
- [13] Xing Pengyu(邢鹏宇), Zhang Yiwen(张义文), Jia Jian(贾建). *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2019, 29(2): 33
- [14] Hu Shaomei(胡少梅), Song Zhigang(宋志刚), Zheng Wenjie(郑文杰) *et al.* *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2017, 42(12): 20
- [15] Kai Wang(王凯), Miao Jinwu(苗金武), Chen Ke(陈科) *et al.* *Journal of Plasticity Engineering*(塑性工程学报)[J], 2020, 27(7): 72
- [16] Luo Kunjie(罗坤杰), Zhang Maicang(张麦仓), Wang Baoshun(王宝顺) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(4): 605
- [17] Zhang Ming(张明), Liu Guoquan(刘国权), Hu Benfu(胡本芙). *Acta Metallurgical Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(11): 1469
- [18] Zhang B J, Zhao G P, Zhang W Y *et al.* *Superalloys 2016*[C]. Warrendale, PA: TMS, 2016: 487
- [19] Jiang He(江河), Dong Jianxing(董建新), Zhang Maican(张麦仓). *Chinese Journal of Engineering*(工程科学学报)[J], 2019, 41(4): 479

Extrusion Study on a Novel Nickel-Based Powder Metallurgy Superalloy WZ-A3

Xiao Lei¹, He Yingjie¹, Ma Xiangdong¹, Qiu Chuanrong¹, Yang Jinlong^{2,3}, Guo Jianzheng^{1,2}

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

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

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

Abstract: A series of hot extrusion tests were carried out for a novel powder metallurgy superalloy WZ-A3. The effects of extrusion temperature, extrusion speed, and extrusion ratio on the microstructure and the microstructure uniformity of the extruded bar were investigated. The results show that under the conditions of a constant extrusion speed of 35 mm/s, an extrusion ratio of 4.7:1, and an extrusion temperature of 1110 °C, completely dynamic recrystallization of the extruded bar occurs. With the increase of the extrusion temperature, the grain coarsens. Under the conditions of a constant extrusion temperature of 1110 °C, an extrusion speed of 35 mm/s, and an extrusion ratio of 2.1:1, the recrystallization is incomplete and there are more PPB left. When the extrusion ratio increases to 4:1~4.7:1, complete recrystallization is achieved, PPB can also be completely eliminated. At an extrusion temperature of 1130 °C and an extrusion ratio of 4.7:1, in the extrusion speed range of 20~50 mm/s, the grains tend to grow much larger. At an extrusion temperature of 1110 °C, an extrusion speed of 35 mm/s, and an extrusion ratio of 4.7:1, the microstructure of the entire extruded bar is rather uniform. From the head of the bar to the tail, the grains are slightly refined. The grains at the edge of the extruded bar are smaller than those of the core and 1/2R.

Key words: powder metallurgy superalloy; extrusion; microstructure; dynamic recrystallization; grain size

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