

变形参数对 FGH4113A 粉末高温合金 微观组织演化的影响

何英杰¹, 马向东¹, 李 远¹, 肖 磊¹, 杨金龙^{1,2,3}, 郭建政^{1,2}, 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. 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 FGH4113A (WZ-A3) 进行了一系列热压缩实验, 探究了变形温度、应变速率、应变变量对微观组织演化的影响规律, 并提出了获得细小均匀 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织的热变形参数。结果表明: 在温度 1100 °C、应变速率 0.1 s⁻¹、真应变 0.1~0.7 范围内, 应变增大有利于促进动态再结晶以及细化晶粒。随应变增加, γ' 相体积分数先减小后增大, 随后保持稳定, 并且在热变形过程中 γ' 相形貌逐渐趋于球形。在温度 1100 °C、变形量 50%、应变速率 0.01~1 s⁻¹ 范围内, 应变速率增大能够提高动态再结晶程度并细化晶粒。应变速率由 0.01~0.1 s⁻¹ 增大至 1 s⁻¹ 时, 由于绝热温升以及位错滑移加剧, γ' 相体积分数减小约 2%。在应变速率 0.1 s⁻¹、变形量 50%、温度 1070~1160 °C 范围内, 变形温度的提升有利于促进动态再结晶和晶粒长大。随着变形温度升高至 1130 °C, γ' 相已大量溶解, 钉扎晶界能力大幅减弱, 平均晶粒尺寸增大至 12.1 μm 。在变形温度 1100 °C、应变速率 1 s⁻¹、50% 变形量条件下可以获得均匀细小的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织, 晶粒度能够达到 12 级以上。

关键词: 粉末高温合金; 热变形; γ' 相; 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(2024)01-0223-11

FGH4113A (WZ-A3) 合金为本团队自主研发的一种新型镍基粉末高温合金, FGH4113A 合金具有优异的高温强度、蠕变强度、较低的缺口敏感性和裂纹扩展速率以及良好的组织稳定性和抗氧化性, 是制造高推重比航空发动机涡轮盘的优选材料^[1-2]。FGH4113A 粉末高温合金涡轮盘采用的技术路线为氩气雾化制粉 (argon atomization, AA) + 热等静压 (hot isostatic pressing, HIP) + 热挤压 (hot extrusion, HEX) + 等温锻造 (isothermal forging, ITF) + 双性能热处理 (dual microstructure heat treatment, DMHT)^[3-4]。通过挤压和锻造两道热变形工艺, 制备出组织均匀、晶粒度 12 级以上的涡轮盘坯, 再经过 DMHT 工艺获得盘心晶粒度 10~12 级、盘缘 6~8 级的双重性能晶粒组织, 最大限度发挥盘件性能^[5]。热挤压作为制备高性能粉末涡轮盘必不可少的工艺之一, 一方面能够消除热等静压过程中形成的原始颗粒边界 (prior particle boundaries, PPB) 并破碎非金属夹杂物, 以及愈合热

诱导孔洞, 降低甚至消除粉末合金特有缺陷对盘件性能的影响。另一方面, 通过挤压工艺参数优化能够获得均匀细小的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织^[6-7]。研究表明 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织能够显著降低合金变形抗力, 提高合金的热塑性, 为实现超塑性锻造提供了优良组织条件^[8-9]。

热模拟技术是目前研究金属材料热变形行为及微观组织演化的主要方法。张仁鹏^[10]等人基于热压缩试验建立了 FGH96 粉末高温合金的本构方程和热加工图, 为该合金的热加工工艺参数优化提供理论依据。Zhang 等人^[9]研究了 FGH98 粉末高温合金的热变形行为, 分析了变形过程中流变应力和晶粒尺寸的变化规律以及 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织的形成机理。霍万晨等人^[6]研究了某新型第 4 代粉末高温合金的热变形行为, 并阐明了变形温度和应变速率对动态再结晶体积分数和晶粒尺寸的影响规律。

本研究针对热等静压态 FGH4113A 粉末高温合金

收稿日期: 2023-01-14

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 (2019B010935001); 深圳市海外高层次人才资金 (KQTD2015032716463668); 深圳市科技计划 (JSGG20210802093205015)

作者简介: 何英杰, 男, 1994 年生, 硕士, 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东 深圳 518000, 电话: 0755-88601902, E-mail: hyj3586@163.com

进行了一系列热压缩实验,探究了变形参数(温度、应变速率、应变量)对微观组织演化的影响规律,提出了获得均匀细小 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织的调控方法,为热挤压工艺参数的制定与优化提供了理论基础和指导。

1 实 验

实验材料为热等静压态 FGH4113A 粉末高温合金。采用氩气雾化制备的-270 目粉末装入不锈钢包套中,经抽气、封焊以及热等静压制备出尺寸 $\Phi 240\text{ mm}\times 270\text{ mm}$ 的试验件。热等静压制度为 4 h 同步升温升压至 1150 $^{\circ}\text{C}$ 、150 MPa,保温保压 4 h,随炉冷却。FGH4113A 合金的 γ' 相含量约为 50%, γ' 相完全溶解温度为 1150 $^{\circ}\text{C}$,合金的名义化学成分如表 1 所示^[4]。

热压缩实验在 Gleeble-3180 热模拟设备上进行,试样尺寸为 $\Phi 8\text{ mm}\times 12\text{ mm}$,热压缩实验参数如表 2 所示。热压缩试样加热速率为 10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$,保温时间 3 min,热压缩结束后立即使用氩气快速冷却至室温,以保留热变形组织。将热变形后试样沿压缩方向从中心剖开,并将试样剖面磨抛光滑。金相观察采用 Nikon MM-400 型光学显微镜,金相腐蚀剂配比:5 g 氯化铜+100 mL 盐酸+100 mL 乙醇。采用 Sigma 300 型扫描电子显微镜对样品进行 γ' 相观察和 EBSD 拍摄, γ' 相腐蚀剂配比:30 mL 硝酸+30 mL 乙酸+10 mL 水+30 mL 氢氟酸。EBSD 试样先经手动抛光再进行振动抛光,EBSD 拍摄时加速电压设置为 20 kV,扫描步长为 0.3 μm 。

采用 Image J 软件统计 γ' 相体积分数,并采用 HKL Channel 5 软件对 EBSD 图片进行处理分析。计算平均晶粒尺寸时,由于 γ 基体和 γ' 相晶体结构相同,无法从取向图中区分两者,因此计算结果为 γ 基体和 γ' 相两者的平均晶粒尺寸。平均晶粒尺寸等效于与晶粒面积大小相同圆的直径。计算动态再结晶体积分数时,采用晶粒取向分布角(grain orientation spread, GOS)区分动态再结晶晶粒、变形晶粒以及亚晶粒。GOS 表示一

个晶粒内部所有点的取向与该晶粒平均取向角度差值的平均值。当晶粒的 GOS 大于某一临界角 θ_c 时,该晶粒为变形晶粒;而当 GOS 小于 θ_c 且晶粒内的亚晶界也小于 θ_c 时,此晶粒为再结晶晶粒;其余晶粒均为亚晶粒,本文中 θ_c 取 2^{d[11-12]}。在计算局部取向差时,仅统计取向差小于 5 $^{\circ}$ 的点,某一点的局部取向差等于该像素点与周围 8 个像素点取向差的平均值。

2 结果与讨论

2.1 原始组织分析

热等静压态 FGH4113A 合金的光学显微组织(OM)、 γ' 相形貌、晶粒取向分布(IPF)、局部平均取向差(KAM)如图 1 所示。从图 1a 可观察到热等静压态组织较为均匀,只存在少量 PPB,经统计热等静压态晶粒度为 ASTM 10 级。从图 1b 可以发现,一次 γ' 相呈长条状沿晶界分布,晶粒内部则弥散分布着尺寸相对较小的二次 γ' 相,二次 γ' 相形貌主要为树枝状。图 1c 为取向成像图,可以看出热等静压态晶界较为弯曲,晶粒形状不规则,并且未发现组织存在择优取向。图 1d 局部平均取向差图表明,热等静压态大部分区域局部取向差在 2 $^{\circ}$ 左右,说明热等静压态合金仍存在较多残余应变能。

2.1 应变对微观组织的影响

图 2 为热等静压态 FGH4113A 合金在温度 1100 $^{\circ}\text{C}$ 、应变速率 0.1 s^{-1} 条件下的真应力-真应变曲线。由图可知,FGH4113A 合金在热变形过程中呈现明显的动态再结晶特征^[13]:随着应变的增加,起初由于位错快速增殖、塞积,导致流变应力急剧升高;当位错达到临界位错密度后,由于动态回复以及动态再结晶的发生,应力上升速度减缓,并达到应力峰值;随后动态软化起主导作用,流变应力开始缓慢下降。真应力-真应变曲线在一定程度上体现了合金热变形过程中的微观组织演变规律,为了阐明应变对热变形组

表 1 FGH4113A 粉末高温合金的名义化学成分

Table 1 Nominal chemical composition of FGH4113A PM superalloy ($\omega/\%$)									
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.

表 2 热压缩实验参数

Table 2 Parameters of hot compression experiments			
Parameter	Temperature/ $^{\circ}\text{C}$	Strain rate/ s^{-1}	Nominal strain
1	1070, 1100, 1130	0.01, 0.1, 1	50% (true strain 0.7)
2	1100	0.1	10%, 26%, 40% (true strain 0.1, 0.3, 0.5)
3	1160	0.1	50%

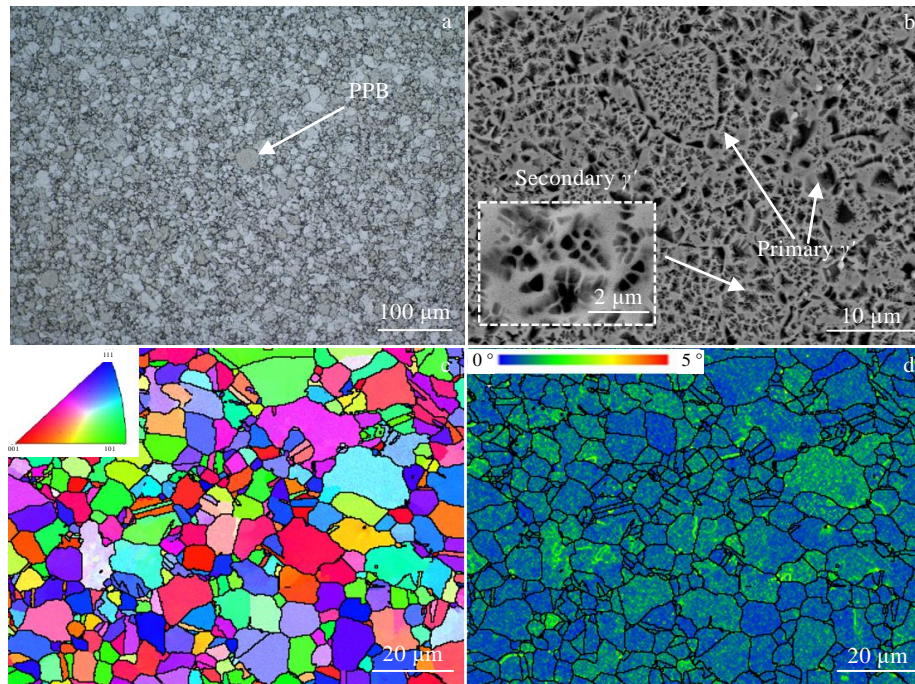
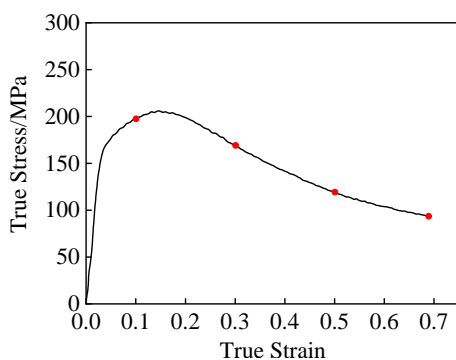


图1 热等静压态 FGH4113A 合金的微观组织

Fig.1 Microstructures of as-HIPed FGH4113A superalloy: (a) OM image, (b) morphology of γ' phase, (c) IPF, and (d) KAM图2 FGH4113A 合金在 1100 °C-0.1 s⁻¹ 条件下的真应力-真应变曲线Fig.2 True stress-true strain curve of FGH4113A superalloy under deformation condition of 1100 °C, 0.1 s⁻¹

织的影响规律,对 1100 °C-0.1 s⁻¹ 条件下 4 种应变(0.1、0.3、0.5、0.7) 的热变形组织进行了详细分析。

图 3 为 FGH4113A 合金在 1100 °C-0.1 s⁻¹ 条件不同应变下的 EBSD 组织分析结果(晶粒取向图、再结晶图以及局部取向差图)。当真应变为 0.1 时,从 IPF 图可以看出原始晶粒沿着压缩方向被拉长,并且在晶界上形成少量细小的动态再结晶晶粒。各应变下的平均晶粒尺寸及再结晶体积分数统计结果如图 4 所示。真应变为 0.1 时,动态再结晶体积分数为 10.7%,平均晶

粒尺寸为 7.8 μm。当真应变增大至 0.3 时,合金中动态再结晶晶粒数量急剧增多,动态再结晶体积分数达到 53.4%,平均晶粒尺寸为 5.5 μm。当真应变继续增大至 0.5 时,动态再结晶程度进一步增大,合金中仅残留少量原始变形晶粒,此时平均晶粒尺寸为 3.7 μm,动态再结晶体积分为 62.1%。随着应变进一步增加至 0.7,合金的动态再结晶程度比较完全,原始变形晶粒已完全消除,此时动态再结晶体积分数达到 74.3%,平均晶粒尺寸为 3.1 μm(晶粒度 13.4 级),比初始热等静压态晶粒尺寸细 6.9 μm。由上可知,应变量的增加有利于促进动态再结晶并细化晶粒。从 0.1~0.5 应变下的 IPF 图可以发现,热变形组织具有“项链状”特征:原始粗大变形晶粒周围包裹着细小的动态再结晶晶粒,因此可以判断 FGH4113A 合金主要的动态再结晶机制为不连续动态再结晶(discontinuous dynamic recrystallization, DDRX)。DDRX 机制存在明显的形核和再结晶晶粒长大 2 个过程,一般容易在中、低层错能的金属材料中出现,晶界弓出是 DDRX 机制主要的形核方式^[14-15]。

局部平均取向差可以体现材料的局部塑性变形情况,取向差变化是由于位错排布导致的,取向差大小反映了显微组织中位错密度的大小^[16]。从不同应变下的 KAM 图可以看出,局部取向差大的部位基本都处于原始晶粒上,尤其是原始晶粒的晶界附近,并且随

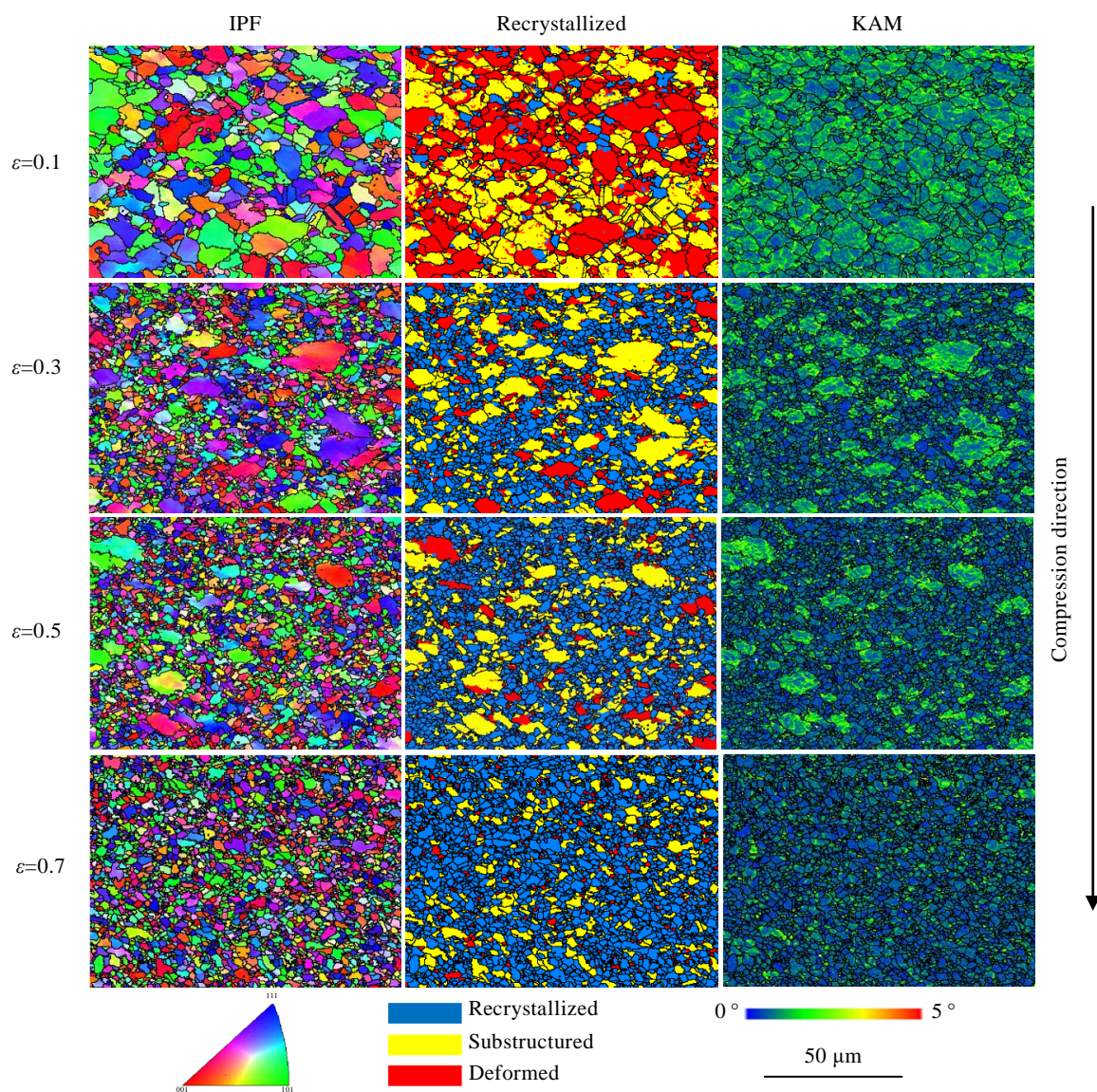


图 3 FGH4113A 合金在 1100 °C-0.1 s⁻¹ 条件不同应变下的 EBSD 组织分析结果

Fig.3 EBSD microstructure analysis results of FGH4113A alloy at different strains under temperature of 1100 °C and strain rate of 0.1 s⁻¹

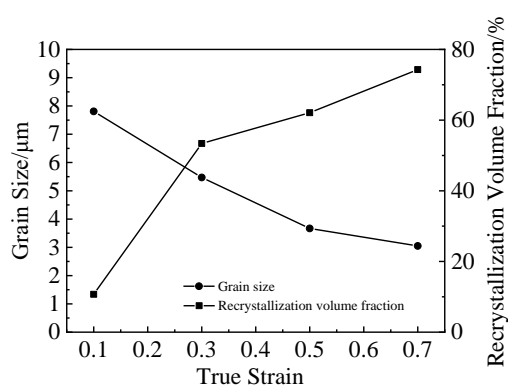
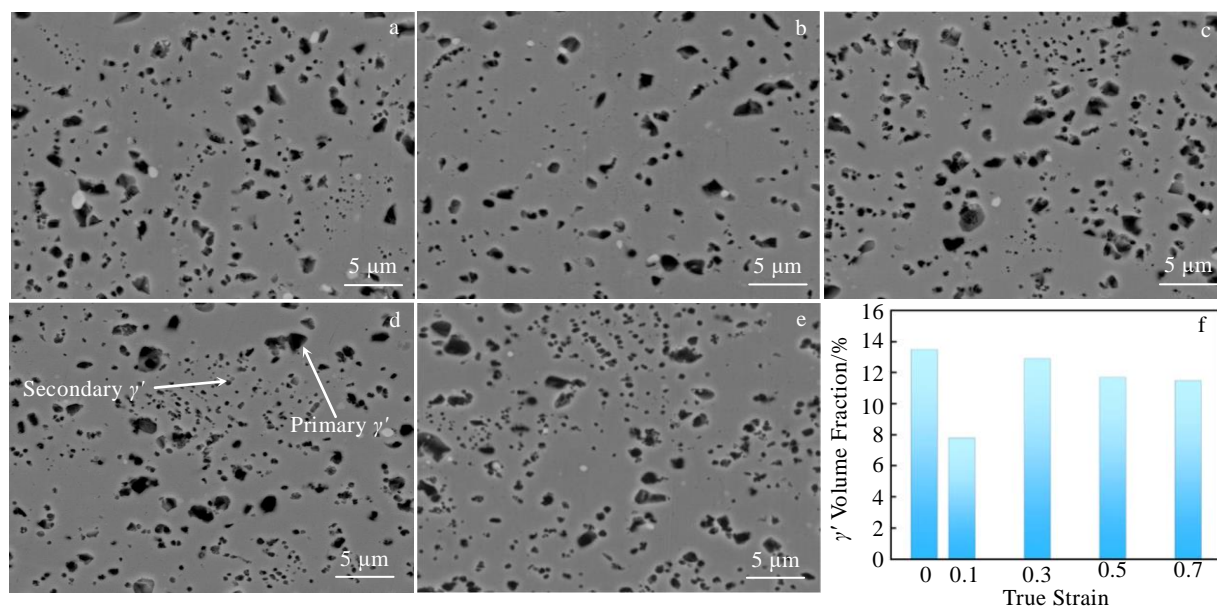
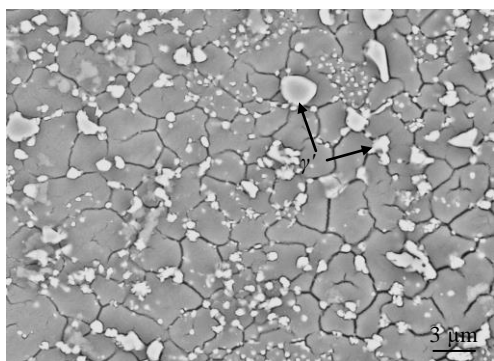


图 4 不同应变下 FGH4113A 合金的平均晶粒尺寸及动态再结晶体积分数

Fig.4 Average grain size and volume fraction of dynamic recrystallization of FGH4113A alloy under different strains

着应变的增加, 合金的位错密度逐渐减小。在热变形过程中晶界附近会优先变形, 产生应力集中, 并且位错运动难以跨越晶界, 容易在晶界处塞积。当位错密度达到一定临界值时, 晶界弓出形核, 并通过消耗位错形成细小无畸变的再结晶晶粒, 随后再结晶晶粒发生长大。合金整体的局部平均取向差越小, 代表合金的动态再结晶程度越充分。

为了能够准确反映热变形过程中 γ' 相的演变规律, 对一个热压缩试样只进行 1100 °C 升温并保温 3 min, 并切开观察 γ' 相形貌。图 5 为试样在 1100 °C 保温 3 min 以及不同应变条件下 (0.1、0.3、0.5、0.7) 的 γ' 相形貌, 并且对不同条件的 γ' 相体积分数 (包括一次 γ' 相和二次 γ' 相) 进行了统计, 如图 6 所示。由于样品热压缩结束后快冷过程中析出的二次 γ' 相和三次 γ' 相尺

图5 不同应变下的 γ' 相形貌及其体积分数Fig.5 Morphologies of γ' phase under different strains: (a) soaking at 1100 °C for 3 min only, (b) 0.1, (c) 0.3, (d) 0.5, and (e) 0.7; (f) volume fraction of γ' phase图6 1100 °C-0.1 s⁻¹-0.7 真应变条件下的 SEM 照片Fig.6 SEM image under condition of 1100 °C, 0.1 s⁻¹ and true strain of 0.7

寸太小, 无法从照片中观察到, 此时统计的 γ' 相体积分数能够代表样品热变形结束时的 γ' 相体积分数。从图 5 可以发现, 在 1100 °C 保温 3 min 后, 热等静压态合金中的树枝状二次 γ' 相已大量溶解, 并且长条状的一次 γ' 相逐渐趋于球形, 此时 γ' 相体积分数为 13.5%。应变为 0.1 时, 晶内二次 γ' 相进一步溶解, 而一次 γ' 相形貌及数量并未发生明显变化, 此时整体 γ' 相体积分数下降至 7.8%。从图 2 中可以看出, 应变为 0.1 时处于位错密度快速增加阶段, 此时仅发生了少量动态再结晶。大量文献报道^[8,17], 在热变形过程中位错滑移会促进析出相的溶解。而在变形初期位错增殖速度最快, 最有利于促进 γ' 相溶解。当应变增大至 0.3 时, 由于合金发生了较大程度动态再结晶, 位错密度大幅

减小, 此时晶内的二次 γ' 相又部分析出, γ' 相体积分数增加至 12.9%。当应变继续增大至 0.5、0.7 时, γ' 相形貌、尺寸、数量基本保持稳定, γ' 相体积分数分别为 11.7%、11.5%。从 1100 °C 保温结束到应变为 0.7, 由于合金在高温停留时间的短暂增长以及变形过程中位错滑移, 仅使 γ' 相发生了少量溶解, γ' 相体积分数下降了约 2%, 并且能观察到在变形过程中一次 γ' 相和二次 γ' 相有球化的趋势。图 6 为 1100 °C-0.1 s⁻¹-0.7 真应变条件下试样经电解腐蚀后的 SEM 照片, 可以发现显微组织呈现明显的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织特征。晶界上粗大的一次 γ' 相个别尺寸达到 3 μm, 与 γ 基体晶粒尺寸大小基本一致。晶界上大尺寸 γ' 相能够有效钉扎晶界, 阻碍 γ 基体晶粒快速长大, 有利于形成细小的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织。

2.2 温度对微观组织的影响

图 7 为 FGH4113A 合金在应变速率 0.1 s⁻¹、变形量 50%、不同变形温度下的 EBSD 组织分析结果, 对不同温度下的晶粒尺寸及动态再结晶体积分数进行了统计, 如图 8 所示。从图 7 中可以看出, 当变形温度为 1070 °C 时, 合金已发生较大程度动态再结晶, 仅残留个别粗大原始变形晶粒, 动态再结晶体积分数为 69.2%, 此时由于变形温度低, 晶粒非常细小, 平均晶粒尺寸为 2.9 μm。当变形温度提高至 1100 °C 时, 合金的动态再结晶程度非常充分, 组织均匀细小, 动态再结晶体积分数达到 74.3%, 平均晶粒尺寸为 3.1 μm。当变形温度提高至 1130 °C, 晶粒已发生明显长大, 此

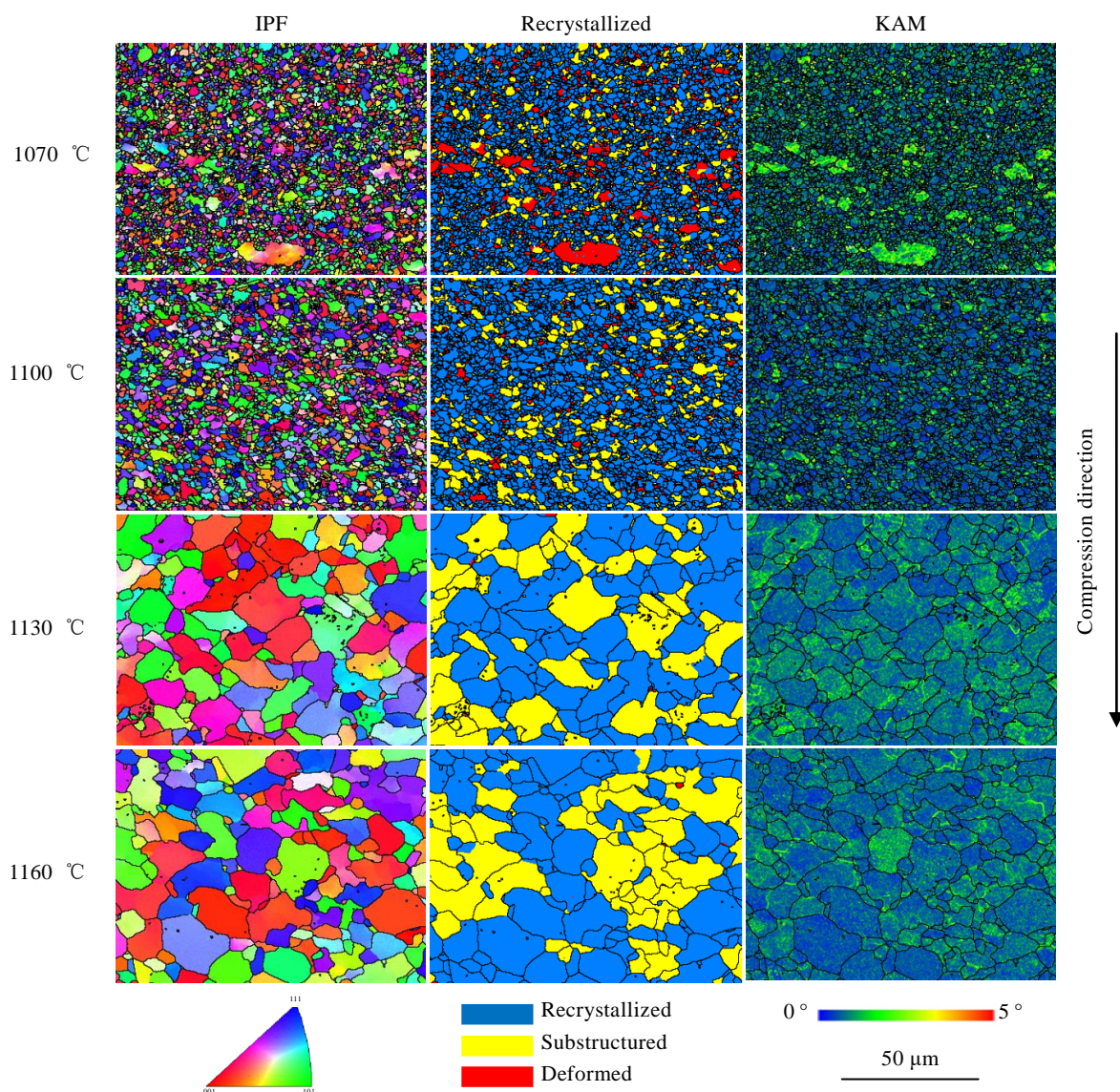


图 7 FGH4113A 合金在应变速率 0.1 s^{-1} 、变形量 50% 条件下不同温度下的 EBSD 组织分析结果

Fig.7 EBSD microstructure analysis results of FGH4113A alloy at different temperatures under strain rate of 0.1 s^{-1} and deformation of 50%

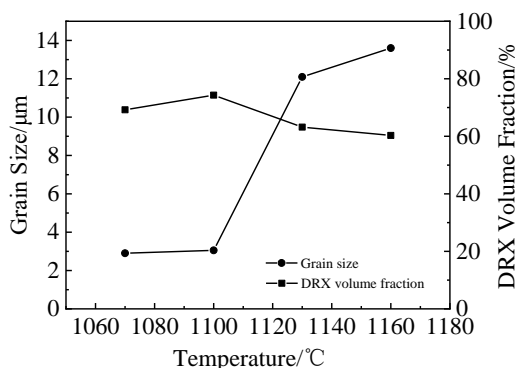


图 8 不同变形温度下 FGH4113A 合金的平均晶粒尺寸及动态再结晶体积分数

Fig.8 Average grain size and volume fraction of dynamic recrystallization of FGH4113A alloy at different temperatures

时平均晶粒尺寸为 $12.1 \mu\text{m}$ ，晶粒度已低于 10 级。由于变形温度较高，动态再结晶非常充分，部分长大的动态再结晶晶粒又进一步发生了变形，此时测量的动态再结晶体积分数仅为 63.2%。当变形温度继续提高至 γ' 相完全溶解温度以上 $1160 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，晶粒进一步长大，此时平均晶粒尺寸为 $13.6 \mu\text{m}$ ，动态再结晶体积分数为 60.3%。可见，变形温度的提升有利于促进动态再结晶以及晶粒长大。一方面，温度的提高加快了原子扩散以及晶界迁移速率，使得依靠晶界迁移完成的再结晶形核及晶粒长大更加容易。另一方面，温度的提升促进了 γ' 相溶解，导致强化相钉扎晶界能力减弱，从而有利于促进晶粒长大^[18-19]。

从不同变形温度下的 KAM 图可以看出，当变形温度从 $1070 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 提高至 $1100 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，由于动态再结晶体积分

数的增加, 合金整体的局部取向差明显减小。当温度提升至 1130、1160 °C 时, 部分已发生长大的动态再结晶晶粒进一步发生了变形, 晶粒内部再次积累了大量位错。

图 9 为 FGH4113A 合金在各变形温度下的 γ' 相形貌及 γ' 相体积分数的统计图。可以看出, 在 1070 °C 下, 晶内树枝状的二次 γ' 相部分发生溶解并趋于球形, 一次 γ' 相由条状也逐渐向球形发展, 由于变形温度较低, 此时 γ' 相体积分率仍有 14.7%。在 1100 °C 时, 由于变形温度升高, 晶内二次 γ' 相进一步发生溶解, 一次 γ' 相数量并未发生明显变化, 此时 γ' 相体积分率为 11.5%。当变形温度提高至 1130 °C 时, 可以发现, 晶内二次 γ' 相已全部溶解, 仅残留少量球形的一次 γ' 相, 此时 γ' 相体积分率仅为 0.2%。当变形温度为 1160 °C, 超过 γ' 相完全溶解温度时, γ' 相完全溶解, 体积分率为 0%。变形温度的提升促进了 γ' 相溶解, 不利于抑制晶粒长大。因此为了获得均匀的细晶组织, 在保证能发生完全动态再结晶的前提下, 尽可能在低温下进行热变形。

γ' 相在热变形过程中对合金的动态再结晶行为具有重要的影响, 其影响主要取决于 γ' 相粒子的尺寸、间距以及体积分率等^[20]。对于镍基高温合金, 在 γ' 相完全溶解温度以下进行热变形, 组织中主要存在 2 种尺寸的 γ' 相, 即晶界上大尺寸一次 γ' 相, 一般尺寸大于 1 μm , 以及晶内尺寸较小的二次 γ' 相, 一般尺寸小于 500 nm。大量研究表明, 大尺寸 γ' 相对动态再结晶具有一定促进作用, 即粒子促进形核机制^[21]。在热变

形过程中, 大尺寸 γ' 相有利于在其周围形成大量的位错墙, 并随后逐步演化为亚晶界和大角度晶界, 最终形成细小的再结晶晶粒^[22]。但是 γ' 相粒子尺寸较小时, 位错难以在 γ' 相周围累积, 反而 γ' 相对晶界有钉扎作用, 抑制了通过晶界弓出形核的 DDRX 的发生。变形温度对 γ' 相的尺寸、形貌、分布有显著影响, 因此在不同变形温度下 FGH4113A 合金的动态再结晶机制会存在明显差异。

2.3 应变速率对微观组织的影响

图 10 为 FGH4113A 合金在温度 1100 °C、变形量 50% 条件不同应变速率下的 EBSD 组织分析结果。由图可知, 在应变速率为 0.01 s^{-1} 时, 合金的动态再结晶程度比较完全, 仅能观察到个别残余的原始变形晶粒。图 11 为各应变速率下的平均晶粒尺寸及再结晶体积分率统计图。应变速率为 0.01 s^{-1} 时, 再结晶体积分率为 72.5%, 平均晶粒尺寸为 4.0 μm 。当应变速率提高至 0.1 s^{-1} 时, 动态再结晶程度更加充分, 组织中无残留粗大原始变形晶粒, 再结晶体积分率达到了 74.3%。同时晶粒尺寸也明显更细, 平均晶粒尺寸为 3.1 μm 。当应变速率继续提高至 1 s^{-1} 时, 显微组织更加均匀, 并且晶粒更加细小, 平均晶粒尺寸为 2.5 μm 。由于应变速率较大, 位错增殖速度快, 新形成的再结晶晶粒积累了大量位错, 以致通过 GOS 方法测量, 再结晶体积分率仅为 65.3%。由上可知, 应变速率的提高有利于促进动态再结晶以及细化晶粒。应变速率的提高一方面促进了位错快速增殖, 位错密度的增加使动态再结晶

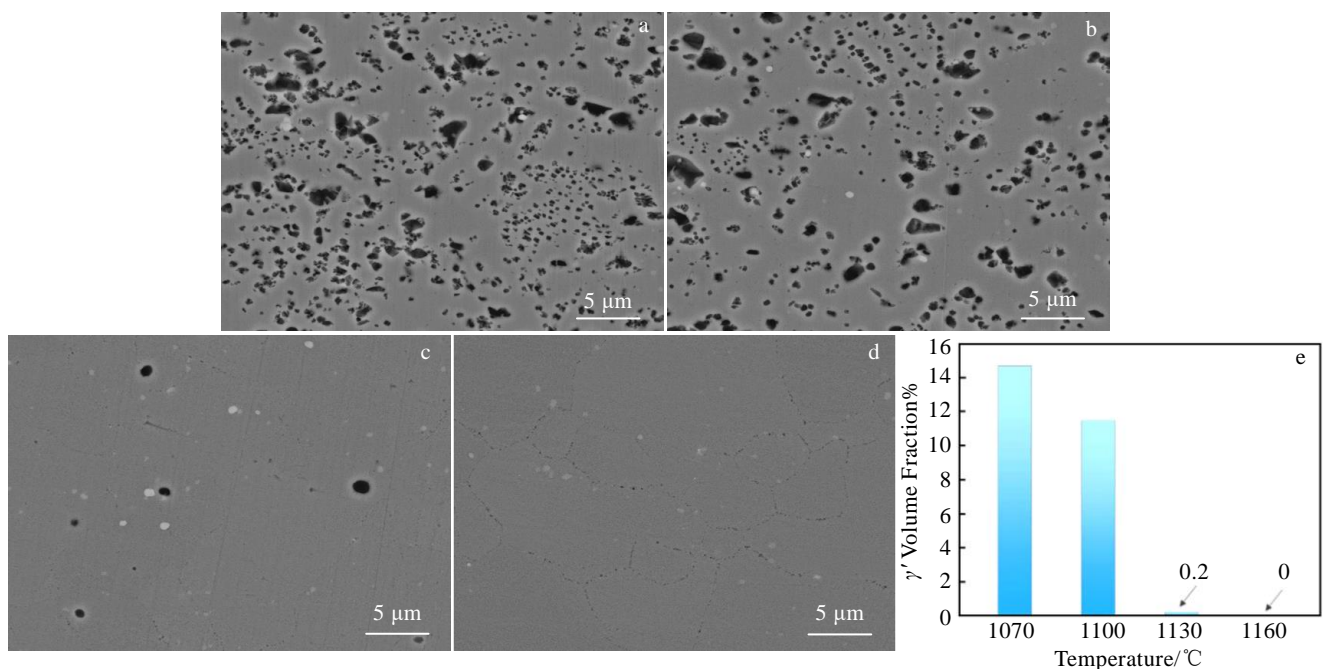


图 9 不同温度下的 γ' 相形貌及其体积分数

Fig.9 Morphologies of γ' phase at different temperatures: (a) 1070 °C, (b) 1100 °C, (c) 1130 °C, and (d) 1160 °C; (e) volume fraction of γ' phase

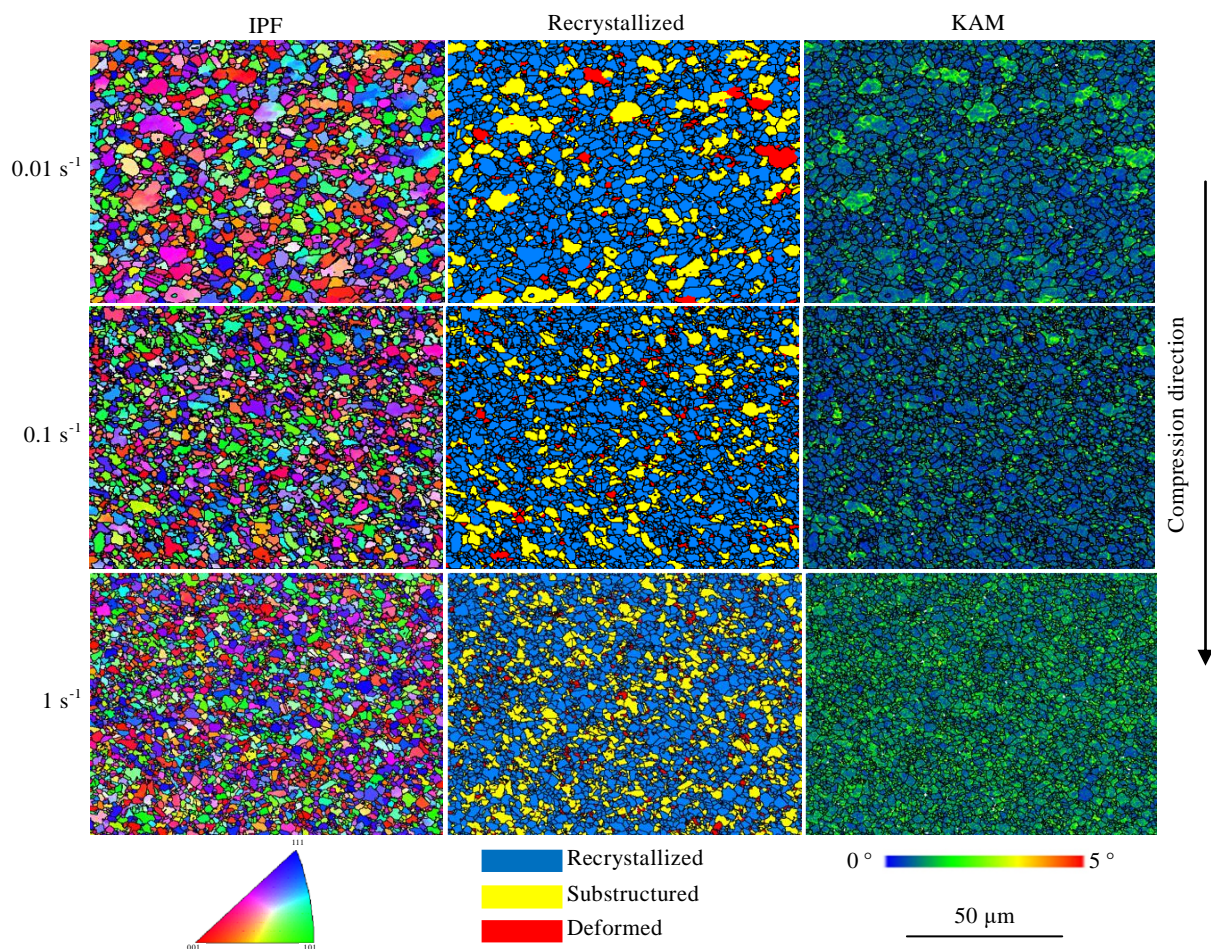


图 10 FGH4113A 合金在变形温度 1100 °C、变形量 50% 条件不同应变速率下的 EBSD 组织分析结果

Fig.10 EBSD microstructure analysis results of FGH4113A alloy at different strain rates under temperature of 1100 °C and deformation of 50%

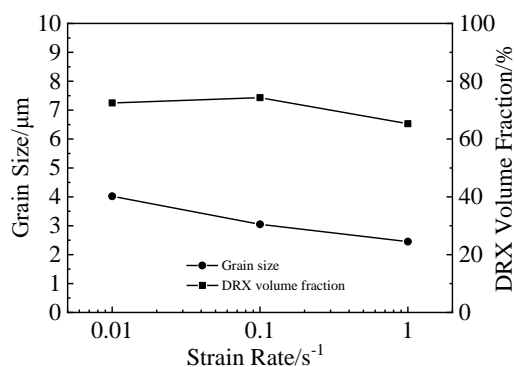


图 11 不同应变速率下 FGH4113A 合金的平均晶粒尺寸及动态再结晶体积分数

Fig.11 Average grain size and volume fraction of dynamic recrystallization of FGH4113A alloy at different strain rates

更容易发生，另一方面高应变速率会带来更大的绝热温升，有利于促进动态再结晶^[23]。此外，高应变速率下变形时间缩短，晶粒来不及发生长大，有利于维持细晶组织。从 KAM 图看，应变速率从 0.01 s⁻¹ 增大至

0.1 s⁻¹，由于动态再结晶程度的提高，合金整体的局部取向差减小了。但应变速率为 1 s⁻¹ 时，细小的再结晶晶粒再次积累了大量位错，当位错密度达到一定临界值时，能够发生新一轮动态再结晶。

图 12 为 FGH4113A 合金在温度 1100 °C、变形量 50% 条件各应变速率下的 γ' 相形貌及 γ' 相体积分数统计图。应变速率为 0.01 和 0.1 s⁻¹， γ' 相形貌和数量并未有明显变化， γ' 相体积分数分别为 11.4%、11.5%。但应变速率为 1 s⁻¹ 时，二次 γ' 相数量明显减少，此时 γ' 相体积分数下降到 9.7%。主要原因一方面是高应变速率下，试样绝热温升更加显著，温度的提高促进了 γ' 相溶解；另一方面，高应变速率下，位错密度增殖速度更快，位错滑移促进了部分 γ' 相溶解。

综上，为了获得细小均匀的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织，首先必须得选择在 γ' 相完全溶解温度以下（低于 1150 °C）进行热变形，其次尽量选择较高的应变速率和应变量，保证合金具有充足的应变能并且在较短的变形时间内使晶粒来不及发生长大。图 13 为热等静压

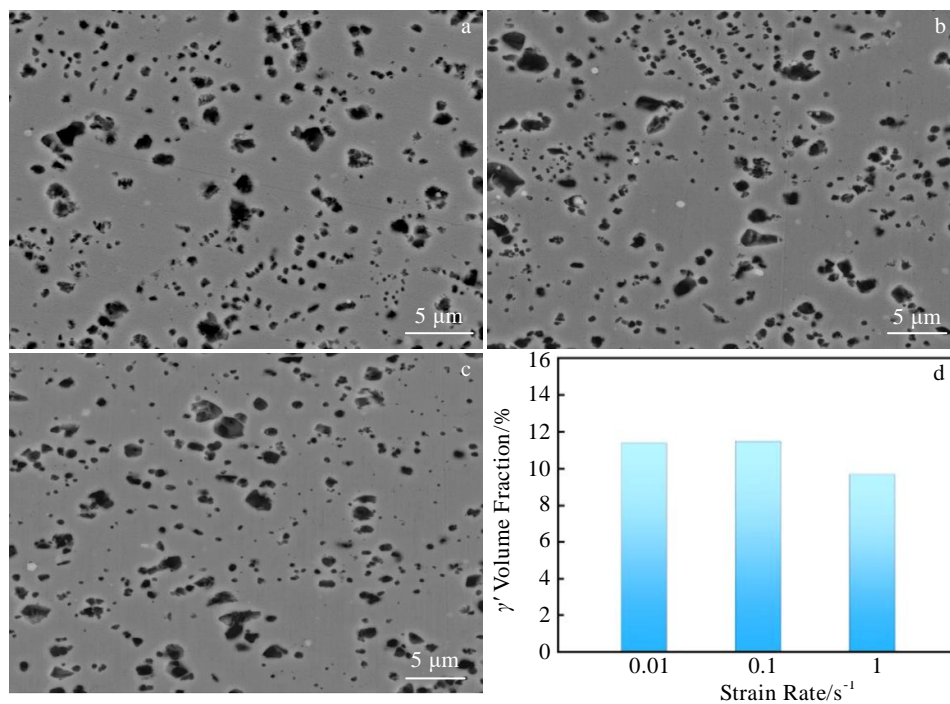
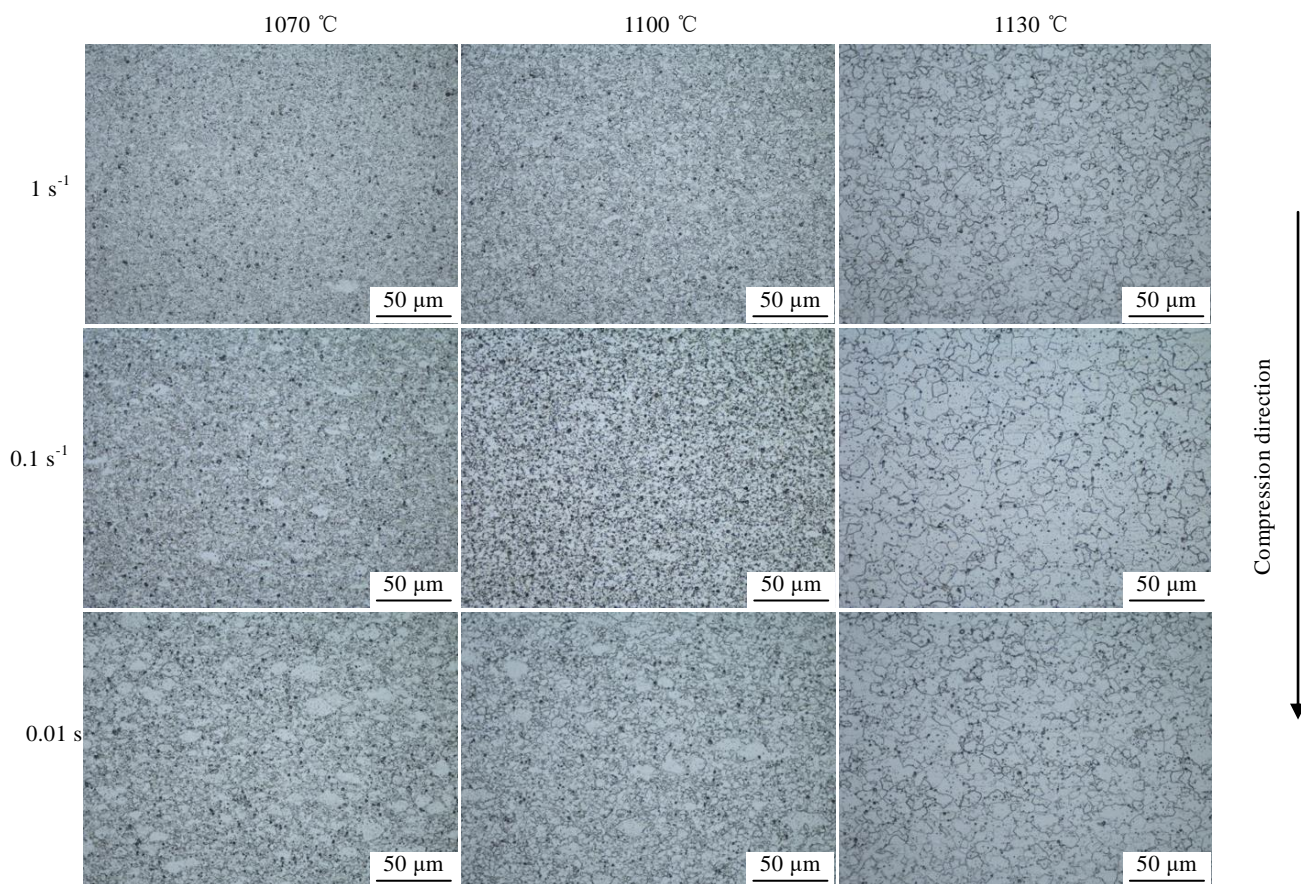
图 12 不同应变速率下的 γ' 相形貌及其体积分数Fig.12 Morphologies of γ' phase at different strain rates: (a) 0.01 s^{-1} , (b) 0.1 s^{-1} , and (c) 1 s^{-1} ; (d) volume fraction of γ' phase

图 13 FGH4113A 合金在不同变形条件下的金相组织

Fig.13 Optical microstructures of FGH4113A alloy under different deformation conditions

态 FGH4113A 合金在不同变形温度 (1070~1130 °C)、不同应变速率 (0.01~1 s⁻¹)、50% 变形量条件下热压缩样品心部的金相组织。可以发现, 在变形温度 1100 °C、应变速率 1 s⁻¹ 条件下可以获得细小均匀的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织, 晶粒度能够达到 12 级以上。

3 结 论

1) 变形参数对热等静压态 FGH4113A 粉末高温合金的微观组织影响显著。在 1100 °C-0.1 s⁻¹、真应变 0.1~0.7 范围内, 应变增加有利于促进动态再结晶以及细化晶粒。随应变增加, γ' 相体积分数先减小后增大, 随后保持稳定, 并且在热变形过程中 γ' 相形态逐渐趋于球形。

2) 在 0.1 s⁻¹、变形量 50%、1070~1160 °C 范围内, 变形温度的提升有利于促进动态再结晶和晶粒长大。在 1100 °C 时, 晶粒细小均匀, 平均晶粒尺寸为 3.1 μm ; 当温度提高至 1130 °C, 一次 γ' 相大量溶解, 钉扎晶界能力减弱, 平均晶粒尺寸增大至 12.1 μm , 晶粒度已低于 10 级。

3) 在 1100 °C、变形量 50%、0.01~1 s⁻¹ 范围内, 应变速率的提高有利于促进动态再结晶及细化晶粒。应变速率为 0.01~0.1 s⁻¹ 时, γ' 相体积分数基本一致; 当应变速率增大至 1 s⁻¹, 由于绝热温升以及位错滑移加剧, γ' 相体积分数减小了约 2%。

4) 在变形温度 1100 °C、应变速率 1 s⁻¹、50% 变形量条件下可以获得细小均匀的 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织, 晶粒度能够达到 12 级以上, 为进一步的超塑性锻造提供基础。

参考文献 References

- [1] Chen Junyi(程俊义), Zhu Lihua(朱立华), Xiao Lei(肖磊) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(4): 1478
- [2] Yang Jinlong(杨金龙), Long Anping(龙安平), Xiong Jiangying(熊江英) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(3): 1031
- [3] 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
- [4] 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
- [5] Ma Xiangdong(马向东), He Yingjie(何英杰), Li Yuan(李远) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(9): 3307
- [6] 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
- [7] 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
- [8] 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
- [9] Zhang B J, Zhao G P, Zhang W Y *et al. Superalloys 2016*[C]. Warrendale, PA: TMS, 2016: 487
- [10] Zhang Renpeng(张仁鹏), Li Fuguo(李付国), Wang Xiaona(王晓娜). *Journal of Northwestern Polytechnical University*(西北工业大学学报)[J], 2007, 25(5): 652
- [11] Xiang Q Y, Chan H P, Yan F L *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 693: 426
- [12] Kapoor R, Reddy G B, Sarkar A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 718: 104
- [13] Wang Y, Shao W Z, Zhen L *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2008, 497(1-2): 479
- [14] Yamagata H, Ohuchida Y, Saito N *et al. Scripta Materialia*[J], 2001, 45(9): 1055
- [15] Bernard P, Bag S, Huang K *et al. Materials Science & Engineering*[J], 2011, 528(24): 7357
- [16] Meng Yan(孟杨), Ren Qun(任群), Ju Xinhua(鞠新华). *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2014, 35(11): 122
- [17] Kumar S, Raghu T, Bhattacharjee P P *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 146: 217
- [18] Jiang He, Yang Liang, Dong Jianxin *et al. Materials & Design*[J], 2016, 104(15): 162
- [19] Hou Qiong(侯琼), Tao Yu(陶宇), Dong Zhiguo(董志国) *et al. Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2022, 32(1): 117
- [20] Chen J, Dong J, Zhang M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 673: 122
- [21] Humphreys F J. *Scripta Materialia*[J], 2000, 43: 591
- [22] Li F, Rui F, Yin F *et al. Journal of Alloys & Compounds*[J], 2017, 693: 1076
- [23] Huo Wanchen(霍万晨), Liu Jiantao(刘建涛), Zhang Ming(张明). *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金工业)[J], 2021, 31(6): 104

Effect of Deformation Parameters on Microstructure Evolution of FGH4113A Powder Metallurgy Superalloy

He Yingjie¹, Ma Xiangdong¹, Li Yuan¹, Xiao Lei¹, Yang Jinlong^{1,2,3}, Guo Jianzheng^{1,2}, Feng Ganjiang^{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: Through a series of hot compression tests on a novel powder metallurgy superalloy FGH4113A (WZ-A3), the effects of deformation temperature, strain rate and strain on the microstructure evolution were investigated. The results demonstrate that when the temperature is 1100 °C, the strain rate is 0.1 s⁻¹ and the true strain is between 0.1 and 0.7, the increase in strain is beneficial to promoting dynamic recrystallization and grain refinement. With the increase in strain, the volume fraction of γ' phase first decreases, then increases, and eventually remains stable. The morphology of γ' phase gradually becomes spherical during the thermal deformation process. Under the conditions of temperature 1100 °C, deformation 50% and strain rate of 0.01–1 s⁻¹, the increase in strain rate can improve the degree of dynamic recrystallization and refine the grains. With the increase in strain rate from 0.01–0.1 s⁻¹ to 1 s⁻¹, the adiabatic temperature rises and dislocation slip intensifies, reducing the volume fraction of γ' phase by about 2%. When the strain rate is 0.1 s⁻¹ and the deformation is 50%, the increase in deformation temperature can promote dynamic recrystallization and grain growth in the temperature range of 1070–1160 °C. With the deformation temperature rising to 1130 °C, a large quantity of γ' phase has dissolved, the ability to pin the grain boundary has been significantly weakened, and the average grain size has increased to 12.1 μm . At the deformation temperature of 1100 °C, strain rate of 1 s⁻¹ and deformation of 50%, fine and uniform $\gamma+\gamma'$ dual-phase structure with the grain size above ASTM 12 can be obtained.

Key words: powder metallurgy superalloy; hot deformation; γ' phase; 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