

粗晶 GH4720Li 合金热变形行为与动态再结晶特点

马腾飞¹, 李宇力¹, 周 宣¹, 张于胜^{1,2}, 张平祥¹

(1. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

(2. 西安稀有金属材料研究院有限公司, 陕西 西安 710016)

摘 要: 为了模拟难变形镍基高温合金 GH4720Li 开坯锻造过程, 采用 Gleeble-3800 热模拟试验机研究经均匀化处理的 GH4720Li 铸锭高温压缩变形时的力学流动行为, 分析高温变形过程中微观组织演化规律。结果表明, GH4720Li 合金在 1100 °C, 0.1 s⁻¹ 条件下应力水平达到 250 MPa, 且应力对热变形温度和应变速率敏感, 动态再结晶是主要的软化机制。粗晶组织提高了合金动态再结晶临界变形温度和应变速率, 如在变形量为 60%, 变形条件为 1140 °C, 0.001 s⁻¹ 和 1180 °C, 0.001 s⁻¹ 才能发生完全动态再结晶。计算的粗晶 GH4720Li 合金热变形激活能 $Q=1171$ kJ/mol, 较高的热变形激活能表明粗晶组织不利于热塑性变形和动态再结晶的发生。基于本研究, 铸态 GH4720Li 合金开坯温度应高于 1140 °C, 同时保证较低的应变速率, 以确保动态再结晶的充分发生, 实现枝晶组织破碎。

关键词: 镍基高温合金; 热变形; 热加工图; 动态再结晶

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)01-0201-08

Udimet720Li 合金(GH4720Li)是一种 γ' -Ni₃(Al,Ti) 沉淀强化型镍基变形高温合金, 具有良好的高温强度、优异的抗高温蠕变、疲劳、氧化和腐蚀等性能, 长期使用温度高达 650~730 °C, 是最先进的航空涡轮盘材料之一^[1-3]。晶粒细化和不均性是该合金锻件最突出的问题, 并且形成的粗晶和混晶组织在热处理过程中遗传下来, 严重的混晶组织大幅降低疲劳性能和使用寿命。镍基高温合金在热加工及热处理过程中因无相变发生, 其晶粒细化及控制只能通过控制热机械处理来实现。

与 IN718 和 Waspaloy 等传统涡轮盘用镍基高温合金相比, GH4720Li 合金中 Co、Cr、Al、Ti 等合金元素含量更高, 在同样温度下具有更高的强度水平^[4,5]。高合金化导致 GH4720Li 合金的热成形能力急剧恶化, 热加工窗口只有几十摄氏度, 增大了热加工成形的难度。Yu^[6]研究了细晶 GH4720Li 合金的热变形行为, 发现其在低于 1100 °C 能够发生完全的动态再结晶而获得细晶组织, 在高于 1130 °C 晶粒发生明显长大。而 Z. N. Bi 在研究双联工艺 (VIM+VAR) 熔炼 GH4720Li 合金材料的热变形行为过程中发现以 50% 变形量作为工程要求, 变形温度需要在 1130 °C 以上才能发生完全的动态再结晶。由此可以看出动态再结晶对初始组织形态十分敏感^[7]。同时 GH4720Li 合金

热变形组织对热变形温度与应变速率敏感性增大。特别是铸锭在开坯锻造过程中, 既要获得均匀细小的晶粒, 又要保证合金在变形过程中不发生开裂, 增加了实际生产难度。因此需要借助热模拟压缩试验研究铸锭均匀化处理后的热变形行为及微观组织演化规律, 结合热加工图给出合金开坯锻造工艺参数。

本实验采用 Gleeble 热模拟压缩试验研究粗晶组织 (大铸锭均匀化处理后组织) 高温压缩变形时的力学流动行为, 建立基于组织演变物理过程的高温合金热塑性变形本构关系, 并建立相应的热加工图谱。结合热变形过程中显微组织的演变规律, 揭示粗晶组织在热变形过程中的演化规律及动态再结晶特点。

1 实 验

试验用 GH4720Li 合金铸锭由真空感应熔炼 (VIM) + 电渣重熔 (ESR) + 真空自耗重熔 (VAR) 三联工艺熔炼而成, 铸锭直径为 $\Phi 530$ mm, 其化学成分见表 1。

采用金相淬火法研究 γ' 相溶解温度, 将试样在 1130, 1140, 1150, 1160 °C 保温 10 min, 随后进行水淬, 以保留高温组织。根据 γ' 相溶解温度制定了 GH4720Li 合金双级均匀化处理工艺。

采用 Gleeble-3800 热模拟试验机研究均匀化处理

收稿日期: 2019-01-22

基金项目: 中国博士后基金面上项目 (2017M623333XB); 陕西省博士后基金 (2018BSHQYXMZZ34); 西安市未央区科技计划 (201701)
作者简介: 马腾飞, 男, 1987 年生, 博士, 西北有色金属研究院先进材料研究所, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86221498, E-mail: matengfeihit@163.com

表 1 试验合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4720Li ingot (wt%)

Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	C	B	Zr	Ni
15.79	14.89	2.95	1.28	2.45	4.95	0.016	0.013	0.03	Bal.

铸锭的热变形行为，试样尺寸为 $\Phi 8 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 。压缩样均取自均匀化铸锭等直径处以确保组织一致性。变形温度为 $1060 \sim 1180 \text{ }^\circ\text{C}$ ，应变速率为 $0.001 \sim 1 \text{ s}^{-1}$ ，应变量为 60%。加热到变形温度保温 3 min 后开始变形，变形结束后水冷以保留高温变形组织。采用 Leica MPS 30 金相显微镜和 ZEISS GeminiSEM 500 场发射扫描电镜对铸态组织、均匀化处理组织以及热变形组织进行表征。金相试样制备采用标准金相制样方法，化学腐蚀液为：5 g $\text{CuCl}_2 + 100 \text{ mL C}_2\text{H}_5\text{OH} + 100 \text{ mL HCl}$ ，腐蚀时间为 10 s。为了观察析出相形貌，进行电解腐蚀，电解腐蚀液为 150 mL $\text{H}_3\text{PO}_4 + 100 \text{ mL H}_2\text{SO}_4 + 15 \text{ g CrO}_3$ ，电压为：5 V，电解 3~5 s。将电解腐蚀后的试样直接进行 EBSD 观察，采集步长为 $1 \mu\text{m}$ ，并采用 Channel 5 软件对数据进一步处理。

2 结果与讨论

图 1 为 GH4720Li 合金铸态组织，由图可以看出铸态组织为粗大的枝晶组织，枝晶尺寸大约为 3 mm。在枝晶间处形成大量的葵花状 ($\gamma + \gamma'$) 共晶相，如图

1b 所示。在枝晶间和枝晶轴 γ' 相呈多尺度分布，在微米级 γ' 相周围还伴随大量纳米级 γ' 相析出。此外，颗粒状 MC 碳化物在枝晶间处有少量析出。

高温合金均匀化处理工艺以及热加工工艺的制定主要参考 γ' 相溶解温度，因此需要确定 γ' 相溶解温度。采用金相淬火法研究 γ' 相溶解温度，如图 2 所示，可以看出在低于 γ' 相溶解温度， γ' 相均匀分布，随着温度升高 γ' 相趋于球化，且 γ' 相逐渐回溶。当温度达到 γ' 相溶解温度， γ' 相发生回溶，剩余少量的 MC 碳化物，如图 2c 和 2d 所示。可以确定 γ' 相溶解温度为 $1140 \sim 1150 \text{ }^\circ\text{C}$ ，这与热力学计算结果相一致^[8]。

GH4720Li 合金化程度高，偏析严重，因此在热加工前通常先进行均匀化处理消除偏析，提高合金热加工塑性和降低热变形抗力，防止开裂。铸锭经过高温长时双级均匀化处理后，主要发生枝晶向等轴晶转变，葵花状 ($\gamma + \gamma'$) 共晶相消除，同时枝晶干和枝晶间偏析基本消除，形成等轴晶组织，平均晶粒尺寸为 1.2 mm，如图 3 所示。另外大尺寸一次 γ' 相消除，合金中 γ' 相析出相细小且均匀分布，而溶解温度较高的

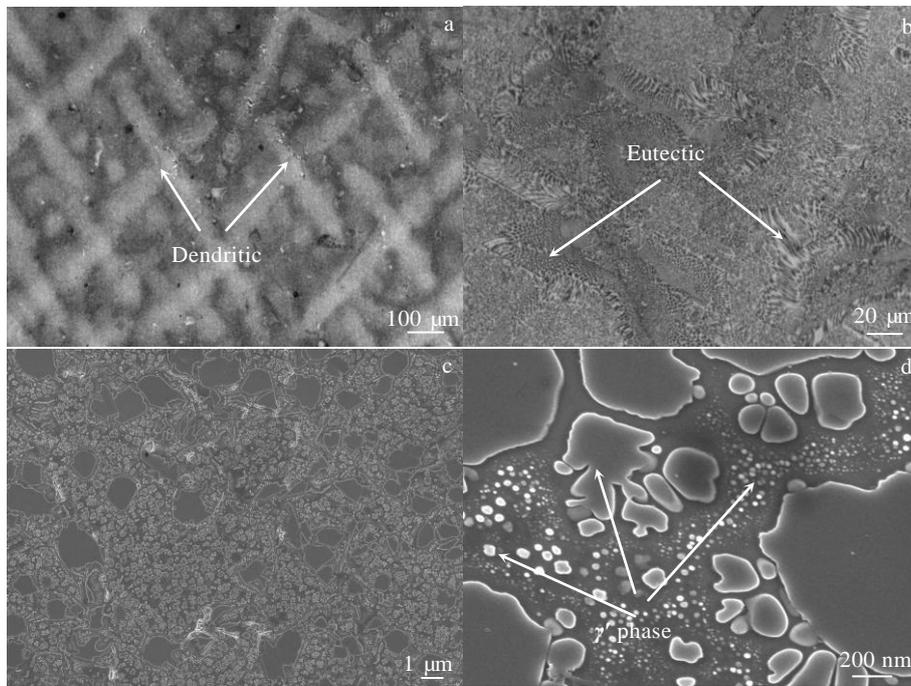


图 1 GH4720Li 合金铸态组织

Fig.1 OM (a, b) and SEM (c, d) images of GH4720Li alloy

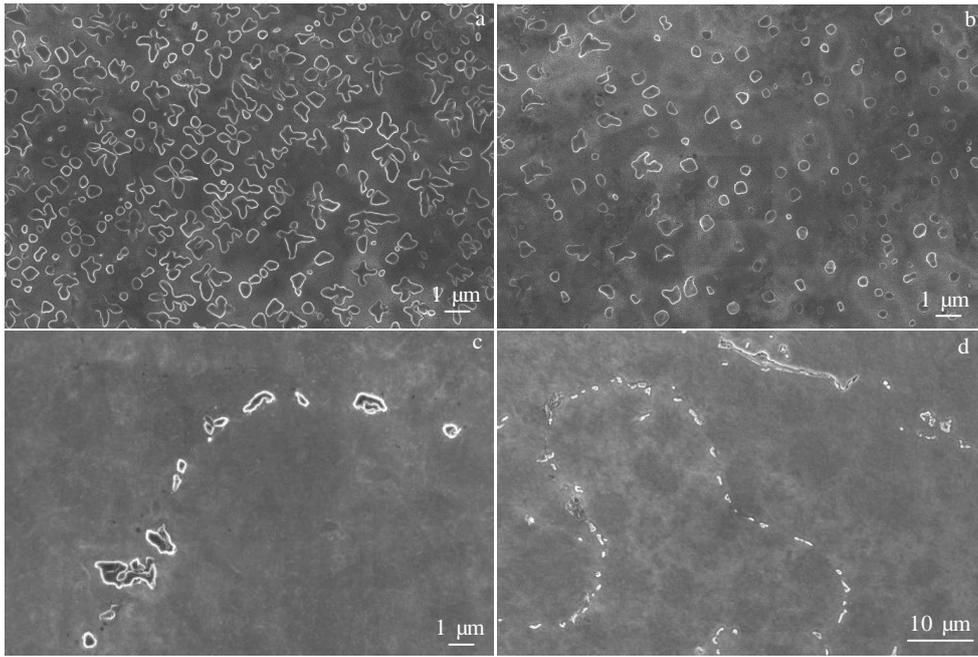


图 2 GH4720Li 合金不同温度淬火组织

Fig.2 Quenched microstructure of GH4720Li alloy at different temperature: (a) 1130 °C, (b) 1140 °C, (c) 1150 °C, and (d) 1160 °C

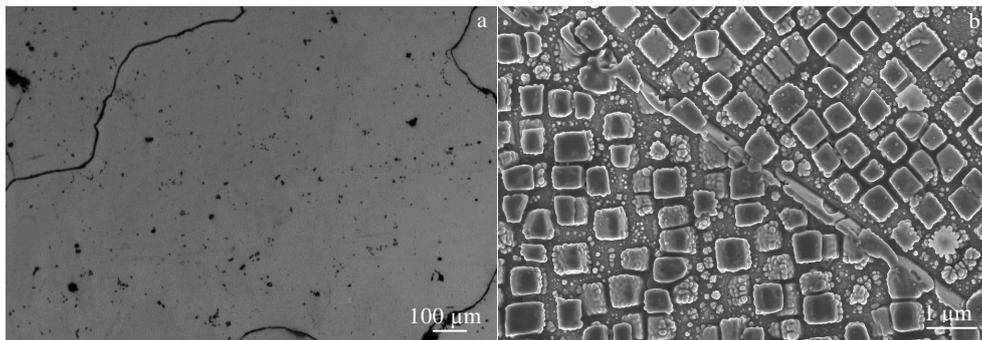


图 3 均匀化处理 GH4720Li 微观组织

Fig.3 Microstructures after homogenous heat treatment: (a) OM image and (b) SEM image

块状碳化物在晶内和晶界处保留下来。晶界处完整无熔化痕迹，说明 GH4720Li 双级均匀化处理工艺较为合理。

图 4 为均匀化处理 GH4720Li 合金在不同变形温度和应变速率下的真应力-应变曲线。可看出应力-应变曲线呈典型的动态再结晶软化特征，初始变形阶段应力随应变的增加而迅速提高，当达到峰值应力后，应力随应变的增大而逐渐减小，最终达到稳态流变状态^[9, 10]。与 IN718 和 Waspaloy 等传统涡轮盘用镍基高温合金相比，同样的变形条件下 GH4720Li 合金具有更高的应力水平，其热变形规律与其他高温合金类似，流变应力随温度升高和变形速率降低而降低，表明

GH4720Li 合金在高温变形过程中流变应力对热变形温度和应变速率敏感^[4, 6]。

大量的研究表明，金属材料如钢铁材料、铝合金、钛合金及镍基高温合金等的高温变形过程均是热激活过程^[11-13]。高温流变行为均是受变形温度和应变速率控制，且流变应力与变形温度和应变速率之间存在本构关系，即双曲线函数，如式 (1)：

$$\dot{\epsilon} = A\{\sinh(\alpha\sigma)\}^n \exp(-Q/RT) \tag{1}$$

其中： $\dot{\epsilon}$ 为应变速率； σ 为流变应力； A 、 α 为与变形温度无关的材料常数； n 为应力指数； Q 为变形激活能 (kJ mol^{-1})； R 为气体常数； T 为变形温度 (K)。其中 α 、 β 、 n_1 之间满足如下关系：

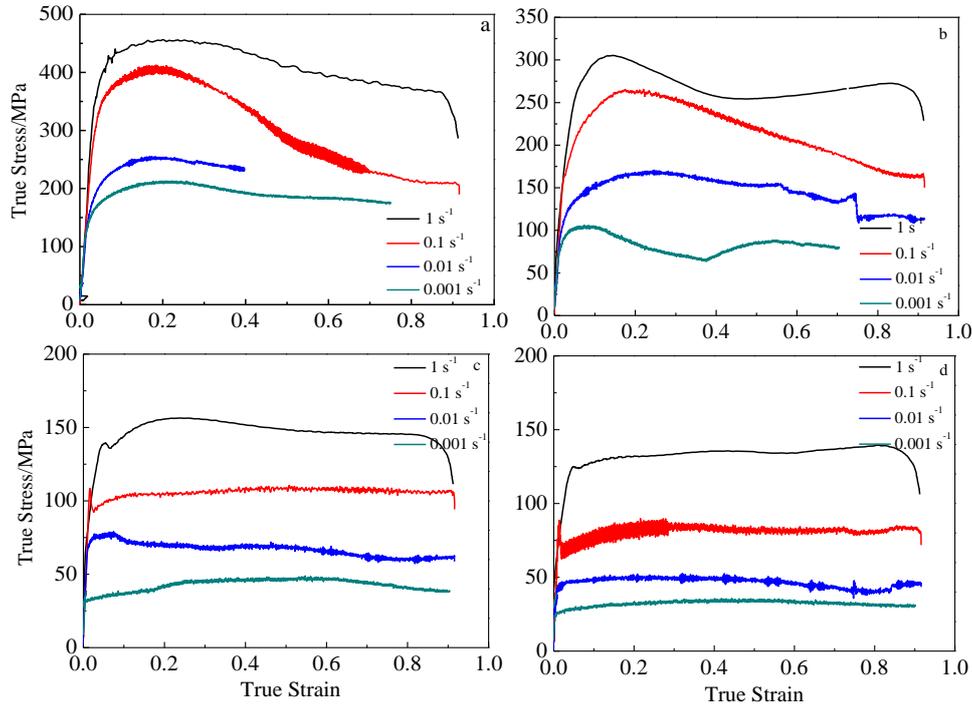


图 4 不同温度和应变速率下 GH4720Li 合金真应力-应变曲线

Fig.4 True stress-strain curves of GH4720Li alloy deformed at different temperatures and strain rates: (a) 1060 °C, (b) 1100 °C, (c) 1140 °C, and (d) 1180 °C

$$\alpha = \beta / n_1 \quad (2)$$

假设变形温度一定, 对式 (1) 取对数, 然后在 $\ln(\dot{\epsilon})$ 和 $\ln\sigma$ 之间求导数, 分别得到 β 和 n_1 的表达式:

$$\beta = \left. \frac{\partial(\ln \dot{\epsilon})}{\partial \sigma} \right|_T \quad (3)$$

$$n_1 = \left. \frac{\partial(\ln \dot{\epsilon})}{\partial(\ln \sigma)} \right|_{1/T} \quad (4)$$

假设变形激活能 Q 与变形温度 T 无关, 对式 (1) 取对数, 假设应变速率一定, 通过微分可以获得变形激活能 Q 的表达式:

$$Q = R \left\{ \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right\}_T \cdot \left\{ \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial(1/T)} \right\}_{\dot{\epsilon}} \quad (5)$$

根据图 5 曲线拟合结果, 可以获得 GH4720Li 合金的 β 和 n_1 , 并计算出 α 为 0.0077。

根据计算出的 α 值可以获得 $\partial \ln \dot{\epsilon} - \partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ 和 $\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \partial(1/T)$ 的关系曲线, 如图 6 所示。根据式 (5) 可以计算出粗晶 GH4720Li 合金在变形温度为 1060~1180 °C 和应变速率为 0.001~1 s⁻¹ 下变形激活能 $Q=1171.81$ kJ/mol。

Zener 和 Hollomon^[14]提出了 Z 参数概念, 其物理意义是“温度补偿的应变速率参数”。通常采用 $\ln Z$ 来描述变形温度和应变速率对高温流变行为的综合作用, 其 Arrhenius 表达式为:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \quad (6)$$

结合双曲线函数, Z 可表示为:

$$Z = A \{ \sinh(\beta\sigma) \}^n \quad (7)$$

对式 (7) 取对数可得:

$$\ln Z = \ln A + n \cdot \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] \quad (8)$$

将计算获得的 Q 、 T 和 $\dot{\epsilon}$ 值代入到式 (6) 中, 可计算 Z 值。然后根据式 (8) 获得 $\ln Z$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ 之间的关系, 如图 7 所示。同时获得了粗晶 GH4720Li 合金的本构方程如式 (9) 所示。

$$\dot{\epsilon} = 7.91 \times 10^{41} \exp(-1171000/RT) \cdot [\sinh(0.0077\sigma)]^{3.9} \quad (9)$$

高温合金的热变形过程是一个热激活过程, 因此热变形行为与热变形激活能密切相关。与 IN718 和 Waspaloy 等镍基变形高温合金相比, GH4720Li 合金具有更高的热变形激活能, 表明 GH4720Li 合金变形难度更大^[12]。另外, 与细晶 GH4720Li 合金相比, 粗

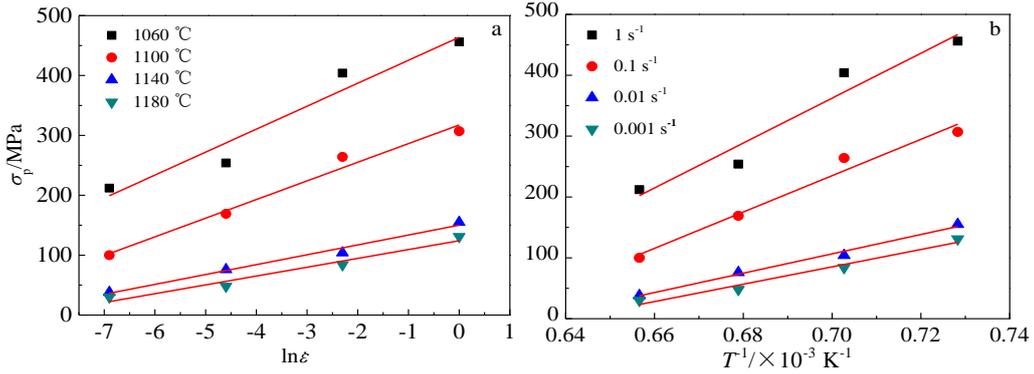


图 5 GH4720Li 合金峰值应力与应变速率和温度之间的关系
Fig.5 Relationships of σ_p versus $\ln \dot{\epsilon}$ (a) and σ_p versus $1000/T$ (b)

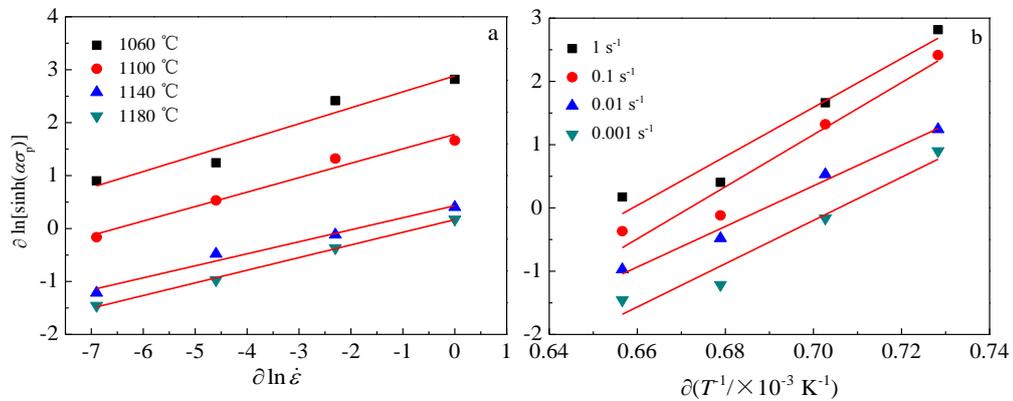


图 6 GH4720Li 合金 $\partial \ln \dot{\epsilon} - \partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ 和 $\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \partial(1/T)$ 关系曲线
Fig.6 Results of curve fitting: (a) $\partial \ln \dot{\epsilon} - \partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ and (b) $\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \partial(1/T)$

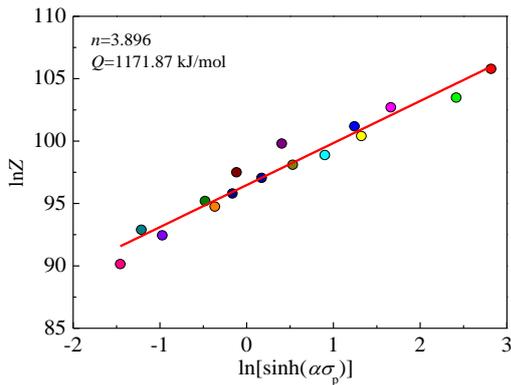


图 7 GH4720Li 合金 $\ln Z$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ 之间的关系
Fig.7 Relationship between $\ln Z$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)]$ of GH4720Li alloy

晶组织具有较高的热变形激活能，表明初始组织形态对热变形激活能有不可忽视的影响^[6]。这主要是因为，细晶组织在热变形过程中，有更多的晶界协调变形，

同时能够为动态再结晶的形核提供更多的形核位置。因此，较高的热变形激活能表明粗晶 GH4720Li 合金具有较差的热加工能力。

不同热变形温度和应变速率下热变形组织如图 8 所示。可以看出在较低变形温度下，晶界协调变形，同时在晶粒内部发生剪切变形，形成较高的应力集中，动态再结晶优先在这里形核并发生长大。随着温度的升高和应变速率的降低，动态再结晶程度逐渐提高，在高于 1140 °C 开始发生动态再结晶，在 1140 °C，0.001 s⁻¹ 条件下发生完全再结晶，且动态再结晶晶粒尺寸为 50 μm。在 1180 °C，较高应变速率下，主要是以不完全再结晶为主，形成典型的项链状混晶组织。在低应变速率（0.01 s⁻¹）发生了较为彻底的动态再结晶，但是晶粒尺寸不均匀分布，存在较为明显的晶粒异常长大现象。在 1180 °C，0.001 s⁻¹ 条件下，获得了完全再结晶组织，由于较高的变形温度，其晶粒尺寸达到 150 μm。从完全动态再结晶角度出发，该合金热变形区间只有 40 °C。

为了能够直观的观察 GH4720Li 合金在不同变形温度和应变速率下的动态再结晶行为，绘制了动态再结晶图，如图 9 所示。可以看出热变形温度直接决定了动态再结晶区间，随着变形温度的升高，动态再结晶更容易形核，同时，在高温下动态再结晶晶界迁移速率大幅提高，为动态再结晶长大提供了动力学条件。因此，GH4720Li 合金开坯温度应高于 1140 °C，并且应慢速压下，确保较低的应变速率。

γ' 相对于 GH4720Li 合金晶粒控制具有重要影

响，不同热变形温度下 γ' 相演变规律如图 10 所示。在低于 γ' 相溶解温度以下变形， γ' 相均匀分布在基体内，随着温度的升高发生部分溶解，主要表现为 γ' 相尺寸减小以及体积分数降低，当温度高于 γ' 相溶解温度（如 1180 °C）， γ' 相发生彻底的回溶。 γ' 相能够抑制晶界的迁移进而抑制晶粒的长大，获得细晶组织，如 1140 °C, 0.001 s⁻¹ 再结晶组织。因此 GH4720Li 合金最后火次变形一般在 $\gamma+\gamma'$ 两相区内变形，以获得细小的晶粒组织。

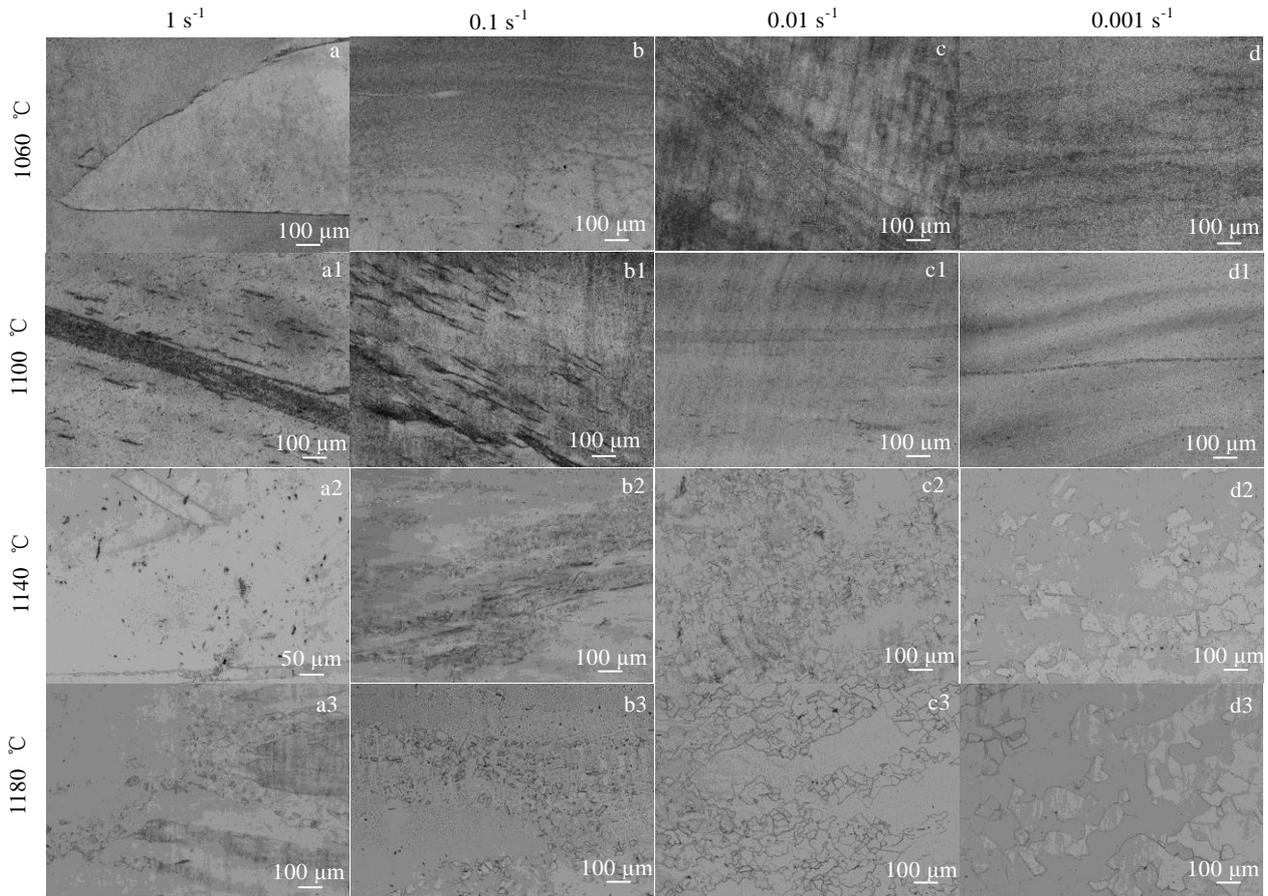


图 8 GH4720Li 合金在不同热变形温度和应变速率下热变形组织

Fig.8 Deformation microstructures of GH4720Li alloy at different temperatures and strain rates

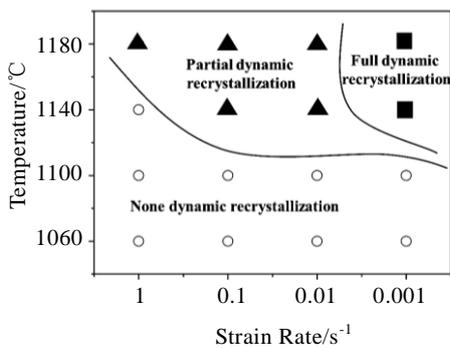


图 9 GH4720Li 合金动态再结晶图

Fig.9 Dynamic recrystallization map of GH4720Li alloy

采用 EBSD 研究 GH4720Li 合金在 1140 °C 不同应变速率下的组织演化规律，如图 11 所示。可看出在 1140 °C 较高应变速率条件下变形，动态再结晶进行的不充分，主要在晶界处以及晶粒内部发生局部动态再结晶，如图 11a 所示。晶界是动态再结晶有利的形核位置，然而由于晶粒尺寸较大，晶界协调变形能力较差，因此晶粒内部发生剪切变形，存储较高能量，这也成为了动态再结晶形核的优先地方。随着应变速率的降低，动态再结晶程度逐渐提高，初始粗大晶粒开始发生破碎，动态再结晶逐渐消耗变形晶粒，直至最

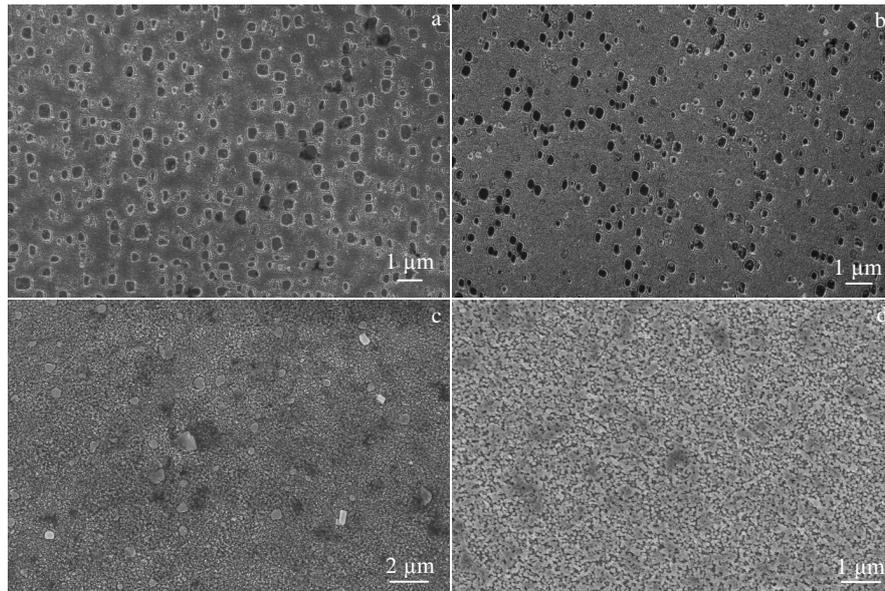


图 10 不同热变形温度 0.1 s^{-1} 应变速率下 GH4720Li 合金 γ' 析出相演变

Fig.10 γ' phase evolution of GH4720Li alloy deformed at different temperatures and strain rate of 0.1 s^{-1} : (a) $1060 \text{ }^\circ\text{C}$, (b) $1100 \text{ }^\circ\text{C}$, (c) $1140 \text{ }^\circ\text{C}$, and (d) $1180 \text{ }^\circ\text{C}$

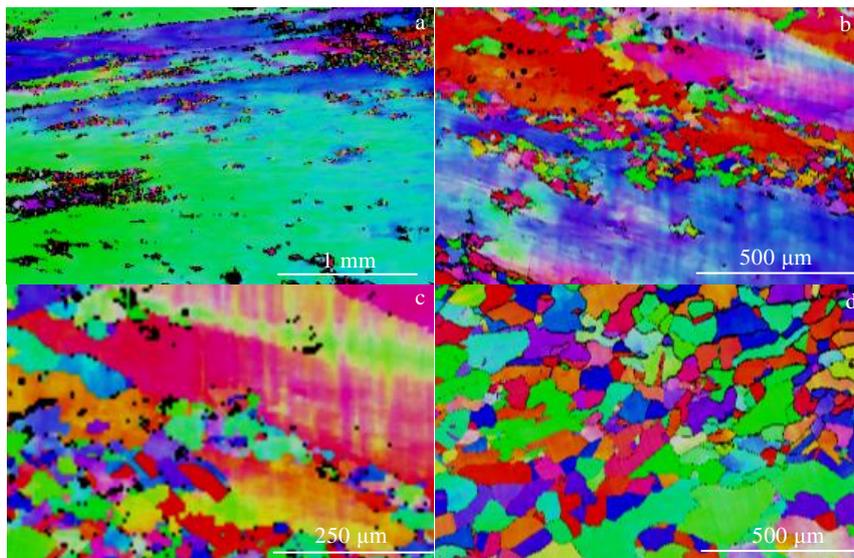


图 11 GH4720Li 合金在 $1140 \text{ }^\circ\text{C}$ 不同应变速率下的 EBSD 图

Fig.11 EBSD maps of GH4720Li alloy deformed at $1140 \text{ }^\circ\text{C}$ with different strain rates: (a) 1 s^{-1} , (b) 0.1 s^{-1} , (c) 0.01 s^{-1} , and (d) 0.001 s^{-1}

后形成完全的无畸变动态再结晶晶粒，晶粒尺寸大约为 $50 \text{ }\mu\text{m}$ ，如图 11d 所示。晶界主要由大角度晶界构成，且再结晶晶粒取向随机分布，有助于合金力学性能的各向异性。

3 结 论

1) 粗晶 GH4720Li 合金热变形组织对热变形温度和应变速率敏感，动态再结晶是主要的软化机制，动态再结晶优先在晶界和晶内形核。

2) 粗晶组织提高了 GH4720Li 合金动态再结晶临界变形温度和应变速率，在 $1140\sim 1180 \text{ }^\circ\text{C}$ ， 0.001 s^{-1} 条件下获得完全再结晶组织。

3) 粗晶 GH4720Li 合金具有更高的热变形激活能 (1171 kJ/mol), 表明粗晶组织热塑性变形能力较差, 因此铸态 GH4720Li 合金开坯温度不低于 1140 °C, 且要保证较低应变速率。

参考文献 References

- [1] Furrer D, Fecht H. *Superalloys 2000*[C]. Pennsylvania: TMS, 2000: 415
- [2] Jackson M P, Reed R C. *Materials Science and Engineering A*[J], 1999, 259(1): 85
- [3] Du Jinhui(杜金辉), Zhao Guangpu(赵光普), Deng Qun(邓群) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2016, 36(3): 27
- [4] Medeiros S C, Prasad Y V R K, Frazier W G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 293(1-2): 198
- [5] Yao Z H, Zhang M C, Dong J X. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2013, 44A(7): 3084
- [6] Yu Q Y, Yao Z H, Dong J X. *International Journal of Minerals Metallurgy and Materials*[J], 2016, 23(1): 83
- [7] Bi Z N, Qu J H, Du J H *et al. Procedia Engineering*[J], 2012, 27: 923
- [8] Yu Qiuying(于秋颖), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(5): 357
- [9] He G A, Liu F, Huang L *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 701: 909
- [10] Pu E X, Zheng W J, Song Z G *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 694: 617
- [11] Mataya M C, Carr M J, Krauss G. *Metallurgical Transactions A* [J], 1984, 15A(2): 347
- [12] Azarbarmas M, Aghaie-Khafri M, Cabrera J M *et al. Materials & Design*[J], 2016, 94: 28
- [13] Ma Tengfei(马腾飞). *Doctoral Dissertation*(博士论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2017: 77
- [14] Semiatin S L, Seetharaman V, Weiss I. *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 243(1-2): 1

Deformation Behavior and Dynamic Recrystallization Characteristic of Coarse GH4720Li Alloy

Ma Tengfei¹, Li Yuli¹, Zhou Xuan¹, Zhang Yusheng^{1,2}, Zhang Pingxiang¹

(1. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

(2. Xi'an Rare Metal Materials Institute Co., Ltd, Xi'an 710016, China)

Abstract: To study the fogging of GH4720Li nickel-based superalloy sufficiently, the hot deformation of the homogenization heat treated GH4720Li was carried out on Gleeble-3800 hot simulation experiment machine, and the microstructure evolution during high temperature deformation was also analyzed. Results show that the flow stress of GH4720Li at 1100 °C/0.1 s⁻¹ is about 250 MPa and it is sensitive to the deformation temperature and strain rate. Dynamic recrystallization is the main softening mechanism. Coarse grain improves the critical deformation temperature and strain rate for dynamic recrystallization, and complete dynamic recrystallization is obtained at 1140~1180 °C under strain rate of 0.001 s⁻¹. The thermal deformation activation energy is calculated as $Q=1171$ kJ/mol, and the higher thermal deformation activation indicates that the coarse grain is detrimental to hot workability and dynamic recrystallization for GH4720Li alloy. It is revealed that forging temperature for coarse GH4720Li alloy is determined above 1140 °C, and low strain rate is necessary to ensure the occurrence of dynamic recrystallization and dendrite broken.

Key words: nickel base alloy; hot deformation; processing map; dynamic recrystallization

Corresponding author: Zhou Xuan, Ph. D., Advanced Materials Research Centre, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86221497, E-mail: zhouxuanjs001@163.com