

DP 处理高铌 GH4169 合金的热变形行为

李宇力¹, 周 宣¹, 马腾飞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: 研究了经 δ 相时效处理(Delta Processing, DP)后的优质 GH4169 高温合金在不同变形温度 (980、1010、1040、1070 °C) 及应变速率(0.001、0.01、0.1、1 s⁻¹)进行热模拟压缩实验。结果表明: GH4169 镍基高温合金在该变形条件下的平均激活能 $Q=528.24$ kJ/mol, Nb 元素含量上调会显著增加合金的变形激活能(约 40 kJ/mol), 该材料的热变形过程可通过双曲正弦本构模型进行描述。通过表征相应热变形后的显微组织, 并结合 GH4169 高温合金的热加工图, 表明 GH4169 高温合金适宜在低温低应变速率和高温高应变速率下加工。

关键词: GH4169 高温合金; 热变形; 动态模型; 流变应力方程; 热加工图

中图法分类号: TG146.4⁺16

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)07-2470-06

GH4169 镍基高温合金(对应美国牌号: Inconel 718, 又称为 Superalloy 718)具有优异的综合力学性能, 是航空和航天发动机关键热端零部件用材^[1,2]。

GH4169 合金的 δ 相时效处理(delta processing, DP)工艺是利用 $\delta(\text{Ni}_3\text{Nb})$ 相可钉扎晶界, 抑制晶粒长大的特点而采取工艺, 采用该工艺可获得组织均匀、晶粒细小的高温合金构件^[3]。该工艺是将热处理与热加工相配合, 即变形前通过热处理在基体内大量析出 δ 相, 并控制后续热加工和热处理工艺参数。相比于常规的热加工工艺, DP 工艺制备的大型复杂锻件的晶粒尺寸更均匀细小, 力学性能更优^[4]。Wang 以及 Lalvani 等学者^[4-6]的研究结果表明: 通过 δ 相时效温度预析出的 δ 相, 再进行热变形时可降低 GH4169 的峰值应变, 并且应力达到峰值后 δ 相的存在可有效促使合金的软化行为。杨平等^[7]通过对预析出 δ 相研究 Inconel 718 合金热变形行为。已有研究发现, 含有 δ 相的 GH4169 高温合金的动态再结晶机制主要为 δ 相诱发动态再结晶形核和非连续动态再结晶形核^[8]。

为了进一步提高航空发动机的可靠性, 延长 IN718 合金的使用寿命, 近年来, 美国等发达国家将合金中的 Nb 含量上调^[9]。Nb 元素作为 GH4169 合金的重要组成元素, 无论是固溶在 γ 基体内, 还是以第二相的形式析出(如体心四方结构的 $\gamma''\text{-Ni}_3\text{Nb}$, 正交结构的 $\delta\text{-Ni}_3\text{Nb}$, MX 型的 NbC), 均会影响合金热加工

参数的选择, 特别是经过 DP 处理后的热变形参数选择。然而, 当前对于上调 Nb (5.4%)含量的优质 GH4169 合金经 DP 处理后的热变形行为的研究较少, 因此有必要对高铌 GH4169 合金经 DP 处理后的热变形行为进行研究。

本研究利用热模拟试验机对 DP 处理后的高铌 GH4169 合金进行热模拟试验, 构建可描述其流变应力的本构方程, 建立其热加工图, 结合相关变形条件下的微观组织, 优选变形工艺参数, 论述其热变形机理, 以期对高铌 GH4169 镍基高温合金的热变形提供理论支持。

1 实 验

本实验所用 GH4169 高温合金材料由西安聚能高温合金材料科技有限公司提供, 经由真空感应熔炼(vacuum induction melting, VIM)+电渣重熔(electro-slag remelting, ESR)+真空自耗重熔(vacuum arc remelting, VAR)三联工艺熔炼而成, 其化学成分见表 1。

表 1 GH4169 高温合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4169 alloy (wt%)

Ni	Cr	Mo	Nb	Al	Ti	C	P+B	Fe
52.66	18.92	3.13	5.4	0.58	1.02	0.03	0.01	Bal.

收稿日期: 2019-07-20

基金项目: 陕西省博士后科学基金 (2018BSHQYXMZZ38); 中国博士后科学基金 (2017M623333XB, 2018M643760); 陕西省自然科学基金基础研究计划 (2019JQ-169, 2019JQ-406)

作者简介: 李宇力, 男, 1987 年生, 博士, 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86221498, E-mail: 15503511186@163.com

将试样首先进行 δ 相时效处理(即 DP 处理),首先在 1040 °C 的条件下保温 40 min,充分固溶后水冷,然后在 900 °C 时效 24 h 后水冷,充分促进 δ 相的析出。经过处理的 GH4169 高温合金的显微组织如图 1 所示。由图可知,合金经 DP 处理后,析出大量的 δ 相,主要以针状的形式存在于 γ 基体内,同时可观察到 NbC 颗粒。

从经 δ 工艺处理的铸锭上线切割取直径为 8 mm、高度为 12 mm 的圆柱体。将其表面打磨光滑,并在圆柱面中间部位焊接热电偶。热压缩过程在 Gleeble1500 试验机上进行,圆柱体试样两端涂有高温润滑剂,并用粘有钼片。采用 4 种变形温度(980、1010、1040、1070 °C),4 种应变速率(0.001、0.01、0.1、1 s⁻¹),试样经加热 2 min,达到预定温度后保温 5 min,然后进行等温压缩实验,变形量为 70%,试验完成后立即取出试样进行水淬。实验过程中由仪器自动采集数据,之后用 Origin、Matlab 软件对热模拟采集到的数据进行处理。

金相试样经机械抛光后进行化学腐蚀,腐蚀液配比为: CuCl₂ (5 g) + C₂H₅OH (100 mL) + HCl (100 mL),腐蚀时间为 10~15 s,腐蚀完成后采用 50% HNO₃ + 50% C₂H₅OH 的腐蚀液轻拭合金表面,经烘干后,采用 Leica MPS 30 金相显微镜对相应的热变形组织进行表征。

2 结果与讨论

2.1 真应力应变曲线

图 2 为 GH4169 高温合金在不同变形条件下的真应力-真应变曲线。由图可知,温度和变形速率均对该合金的应力水平影响明显。值得注意的是,在温度为 1070 °C 时,在 4 种应变速率下,合金达到峰值应力流变应力维持在一定水平,即位错的产生与累积带来的硬化效果被合金内动态再结晶带来的软化效果相互抵消,达到动态平衡。在应变速率为 1 s⁻¹ 时,真应力

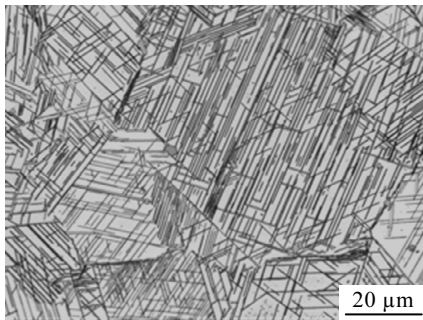


图 1 δ 时效处理 GH4169 合金的显微组织

Fig.1 Microstructure of GH4169 after δ aging treatment

-真应变曲线呈现小的波浪形态,这是由于动态再结晶与加工硬化互相起主导作用导致,温度攀升支持 GH4169 动态再结晶的形成,位错密度升高,亦起到促进动态再结晶的进行。

将图 2 中曲线中的峰值应力提取后,绘制其三维投影图,如图 3 所示,该材料是典型的正应变速率敏感性材料。本研究所得到的峰值应力相比杨平等^[7]采用的 5.0% Nb 的 In718 合金的峰值应力要略低,而且这种趋势随着应变速率的增加而变得明显,进一步

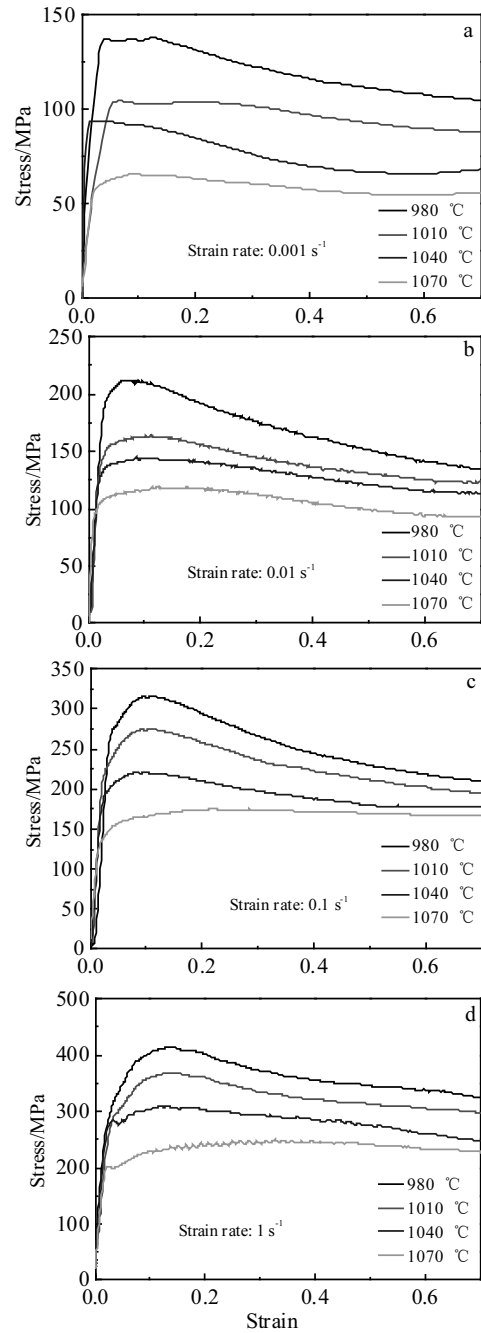


图 2 不同应变速率下 GH4169 高温合金的真应力-真应变曲线
Fig.2 True stress-strain curves of GH4169 at different strain rates: (a) 0.001 s⁻¹, (b) 0.01 s⁻¹, (c) 0.1 s⁻¹, and (d) 1 s⁻¹

说明了 δ 相的存在可降低合金材料的峰值应力。

2.2 本构方程

Sellars 等^[10,11]根据 Arrhenius 方程, 提出可用如下公式来表达金属的热变形行为:

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma)\exp[-Q/RT] \quad (1)$$

其中 $F(\sigma)$ 可用如下公式表达:

$$F(\sigma) = \sigma^n \quad \alpha\sigma < 0.8 \quad (2)$$

$$F(\sigma) = \exp(\beta\alpha) \quad \alpha\sigma < 1.2 \quad (3)$$

$$F(\sigma) = [\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad \text{for all } \sigma \quad (4)$$

式中, A 为结构因子, n 为合金的应力指数, α 为材料的应力水平参数, R 为摩尔气体常数, $\dot{\epsilon}$ 为相应的应变速率, σ 是变形条件下的流变应力, T 为热力学温度, Q 为热变形激活能。

关于 Zener-Hollomon(Z)参数的表达式如下:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp[-Q/RT] = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (5)$$

对方程(5)变换, 可用方程(6)表示:

$$Q = \left[R \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \right]_T \left[\frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (6)$$

$$\text{取 } n = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}, \quad m = \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)}$$

n 值及 m 值分别由图 4 和图 5 的最小二乘法线性回归拟合求得。拟合结果在 980、1010、1040 和 1070 °C 的变形条件下的 n 值分别为 4.37、4.05、4.68 和 4.58, 在 0.001、0.01、0.1、1 s⁻¹ 变形条件下的 m 值分别为 15.47、15.76、13.89、12.34, 将结果代入方程(6), 便可求得相应变形条件下的平均激活能 $Q=528.24$ kJ/mol。

本试验所用的 GH4169 高温合金的热变形激活能比 Ni 的自扩散激活能(278 kJ/mol)高了将近 1 倍^[12],

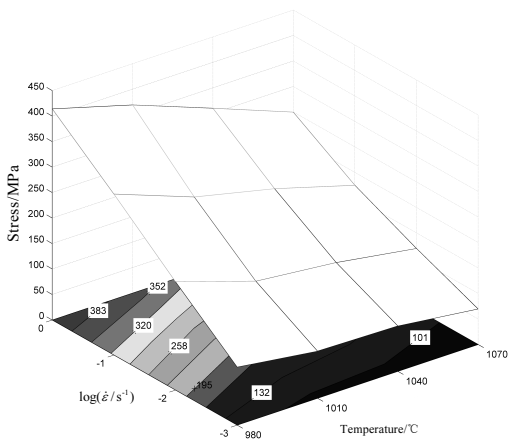


图 3 GH4169 合金在不同热变形温度和应变速率下的峰值流变应力

Fig.3 Peak flow stress of GH4169 alloy under different hot deformation conditions

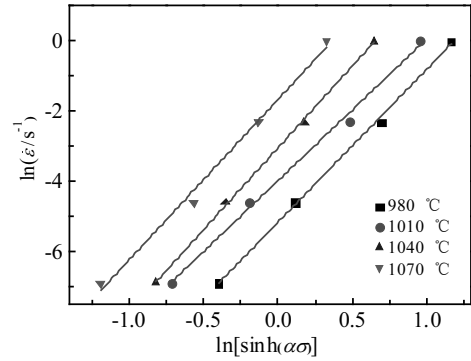


图 4 GH4169 高温合金在不同变形温度下 $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系

Fig.4 Relationships between $\ln \dot{\epsilon}$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ for GH4169 alloy at different temperatures

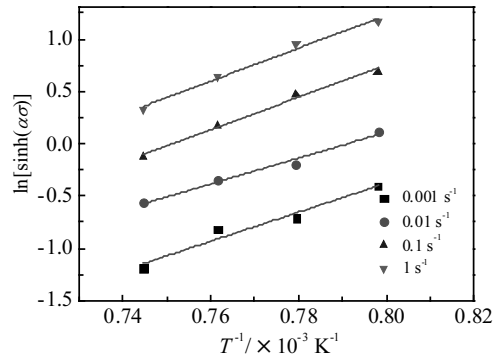


图 5 GH4169 高温合金不同应变速率条件下 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - T^{-1}$ 的关系

Fig.5 Relationships between $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ and T^{-1} for GH4169 at different strain rates

因此可推断 GH4169 在本实验条件下的主要软化机制是动态再结晶^[13]。此外, 高温合金 γ 基体内的 Cr、Fe 等合金元素溶入起到固溶强化效果, 进一步增加了热变形激活能。本研究求得的 GH4169 的热变形激活能大于杨等^[7]得出的 Incone1718 合金的激活能(490 kJ/mol), 提高了约 40 kJ/mol, 可推测是由于 Nb 含量的上调导致变形激活能增加。

对式(5)两边取对数得:

$$\ln Z = \ln A + n \ln [\sinh(\alpha\sigma)] \quad (7)$$

采用最小二乘法线性回归绘制 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - \ln Z$ 的关系曲线如图 6 所示, 相对误差约为 5%, 精度较高。表明所得到的模型可以用来描述 GH4169 高温合金的高温变形行为。

将所有参数的值代入公式(1)、(3), 求得的真应变-真应力关系方程可用如下函数表示:

$$\sigma = \frac{1}{0.004553951} \left\{ \left(\frac{Z}{5.60985 \times 10^{19}} \right)^{\frac{1}{4.422715}} + \left[\left(\frac{Z}{5.60985 \times 10^{19}} \right)^{\frac{2}{4.422715}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \quad (8)$$

为验证所得本构方程的精度，将不同温度和应变速率代入式(8)，便可计算出不同变形条件下的峰值应力，并与试验值进行比较，结果如图 7 所示。由图 7 可知，计算值与试验值平均误差不超过 5%，说明双曲正弦本构方程可以用来描述 GH4169 热变形过程中的变形行为，可为后续的热成形工艺制定提供指导。

2.3 热加工图

基于 Prasad 等^[14-17]提出的 DDM 模型，功率耗散系数 η 可用公式 (9) 表示：

$$\eta = J/J_{\max} = m/(m+1) \quad (9)$$

其中， m 为应变速率敏感指数，可用式 (10) 表示：

$$m = \frac{\partial(\lg \partial)}{\partial(\lg \dot{\epsilon})} = b + 2c \lg \dot{\epsilon} + 3d(\lg \dot{\epsilon})^2 \quad (10)$$

失稳图是根据不可逆热力学极值原理^[18]，用 $\zeta(\dot{\epsilon})$ 来表示连续失稳判据，由公式 (11) 表示：

$$\zeta(\dot{\epsilon}) = \frac{2c + 6d(\lg \dot{\epsilon})}{m/(m+1)/\ln 10} + m > 0 \quad (11)$$

采用 Matlab 对 GH4169 合金的真应变为 0.7 的数据进行处理^[19]，绘制出该材料的功率耗散图、流变失稳图，并将两者合并叠加成热加工图，结果如图 8 所示。图 8a 为 GH4169 高温合金在相应变形条件下的功率耗散三维图，底部为投影形成的二维图形，图中的等高线代表能量耗散效率(η , %)。图 8b 为该材料的流变失稳三维图，其中用蓝色标出 $\zeta(\dot{\epsilon})$ 小于零的区域，将图 8 a 与图 8 b 相叠加，便可合成所研究材料的热加工图，如图 8c 所示。

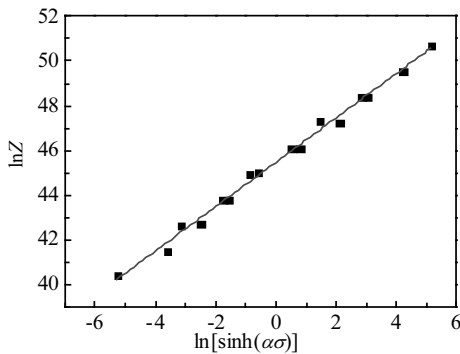


图 6 lnZ-ln[sinh(alpha*sigma)]的关系曲线

Fig.6 Relationship between lnZ and ln[sinh(alpha*sigma)]

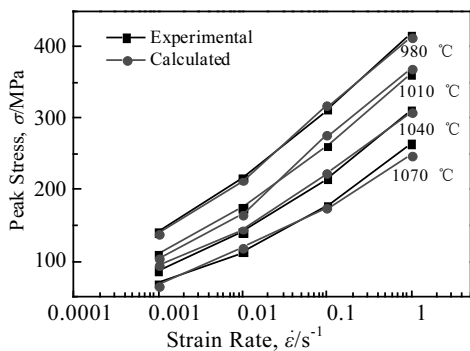


图 7 不同温度与应变速率下的峰值应力实验值与计算值
Fig.7 Comparison of experimental and calculated values of constitutive model

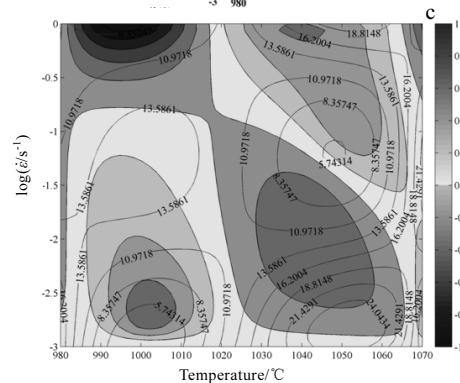
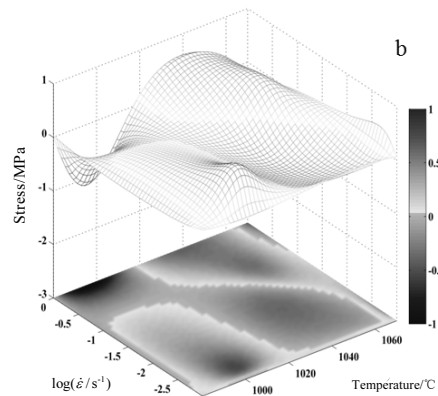
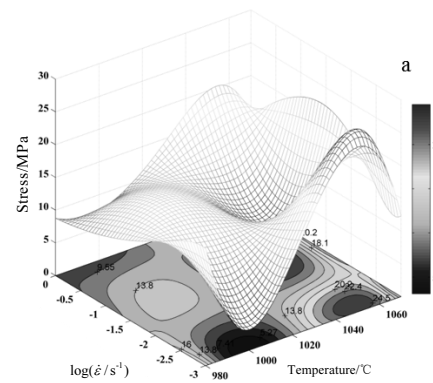


图 8 GH4169 高温合金在真应变为 0.7 的功率耗散三维图、流变失稳三维图及热加工合成图
Fig.8 Efficiency map (a), instability map (b), and processing map (c) for GH4169 alloy obtained at true strain of 0.7

从图8可知,GH4169 高温合金的安全加工区域较窄,在高应变速率下($\dot{\epsilon} \geq 0.1 \text{ s}^{-1}$),以及温度在 980~1030 °C 范围内较容易发生流变失稳,这是由于在高应变速率下,变形时间短,变形程度不协调,基体内部没有足够的时间来抵消位错增殖带来的硬化效果,从而引发流变失稳。此外在温度大于 1040 °C,也会发生流变失稳,即在低应变速率下($\dot{\epsilon} \leq 0.1 \text{ s}^{-1}$),温度较高,变形时间相对较长,导致合金内部的晶粒经再结晶后有长大的趋势,同时随着 δ 的溶解,Nb 元素固溶到基体合金中,起到的固溶强化效果,所以本研究所用 GH4169 合金适宜在低温低应变速率和高温高应变速率进行加工。

图 9 为 GH4169 高温合金在热压缩变形后的金相组织。图 9a 为 1010 °C/0.001 s^{-1} 条件下 GH4169 合金基体内的动态再结晶晶粒形貌,晶粒大小约 20 μm ,该变形条件已基本观察不到针状的 δ 相,说明在热变形过程中 δ 相已基本溶解。图 9b 为 980 °C/1 s^{-1} 条件下的显微组织,在该变形条件下,原本规则排列的针状 δ 相的被打乱,呈现变形组织,并可观察到大量断裂的针状 δ 相。该条件下不适宜 GH4169 合金的变形,主要是由于较低的温度、较短的时间使得基体内不容易发生动态再结晶,针状 δ 相的存在不利于位错的攀移、交滑移。

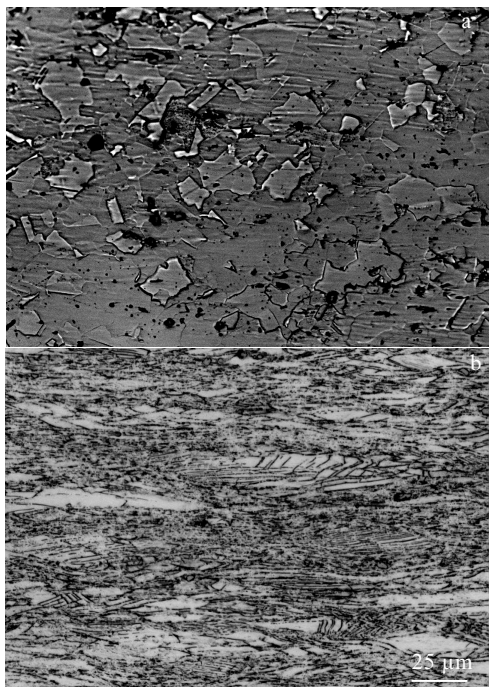


图 9 GH4169 高温合金在相应变形条件下的显微组织

Fig.9 Microstructures of GH4169 after hot deformation: (a) DRXed grain at 1010 °C/0.001 s^{-1} and (b) deformed microstructure at 980 °C/1 s^{-1}

3 结 论

1) GH4169 高温合金为正应变速率敏感材料,Nb 的上调基本不会影响材料的峰值应力,但是会增加材料的热变形激活能。

2) 采用双曲正弦本构方程可以用来描述优质 GH4169 热变形过程中的变形行为,其平均热激活能为 $Q = 528.24 \text{ kJ/mol}$ 。用该的变形本构方程预测的峰值应力与实验结果接近,平均误差小于 5%。

3) 采用 DP 工艺对 GH4169 高温合金的进行变形时,适宜在低温低应变速率,和高温高应变速率进行加工。在此条件下再结晶的程度较高,组织均匀。

参考文献 References

- [1] Du Jinhui(杜金辉), Lv Xudong(吕旭东), Deng Qun(邓群). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(8): 1830
- [2] Zhang Haiyan(张海燕), Zhang Shihong(张士宏), Cheng Ming(程明) *et al. Transaction of Materials and Heat Treatment* (材料热处理学报)[J], 2017(3): 70
- [3] Si Jiayong(司家勇), Song Siyuan(宋思远), Liao Xiaohang(廖晓航) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2016, 26(6): 1204
- [4] Connolley T, Reed P A S, Starink M J. *Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 340(1-2): 139
- [5] Wang Y, Shao W Z, Zhen L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528: 3218
- [6] Lalvani H M, Rist M A, Brooks J W. *Advanced Materials Research*[J], 2010, 89-91: 313
- [7] Yang Ping(杨平), Zhao Yutao(赵玉涛), Wang Andong(王安东) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2012, 22(1): 72
- [8] Wang Yan(王岩), Shao Wenzhu(邵文柱), Zhen Liang(甄良). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报), 2011, 21(2): 341
- [9] Tang Cheng(唐程), Du Jinhui(杜金辉), Liu Junhe(刘军和) *et al. Journal of Iron and Steel Research* (钢铁研究学报)[J], 2013, 25(9): 38
- [10] Sellars C M. *Materials Science & Technology*[J], 1990, 6(11): 1072
- [11] Bruni C, Forcellese A, Gabrielli F. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2002, 125(1): 242
- [12] Wang K, Li M Q, Luo J *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2011, 528(13-14): 4723
- [13] Kashyap B P, Chaturvedi M C. *Scripta Materialia*[J], 2000,

- 43(5): 429
- [14] Prasad Y V R K, Gegel H L, Doraivelu S M *et al.* *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 1984, 15(10): 1883
- [15] Prasad Y V R K, Rao K P. *Materials Science & Engineering A*[J], 2005, 391(1-2): 141
- [16] Sivakesavam O, Prasad Y V R K. *Materials Science & Engineering A*[J], 2003, 362(1-2): 118
- [17] Prasad Y V R K, Seshacharyulu T. *Materials Science & Engineering A* [J], 1998, 243(1-2): 82
- [18] Prasad Y V R K, Seshacharyulu T. *International Materials Reviews*[J], 1998, 43(6): 243
- [19] Li Yuli(李宇力). *Thesis for Doctorate* (博士论文)[D]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2017

Hot Deformation Behavior of δ Processed GH4169 Alloy with High Nb Content

Li Yuli¹, Zhou Xuan¹, Ma Tengfei¹, 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: The high-quality GH4169 nickel-base superalloy has higher Nb content, and its microstructure is more sensitive to the process parameters, especially after δ phase aging (Delta Processing, DP) treatment; thus it is necessary to study its hot deformation behavior. In this paper, the hot deformation behavior of GH4169 alloy was studied by isothermal compression tests at the temperatures of 980~1070 °C and strain rates of 0.001~1 s⁻¹. The results show that the deformation temperature and the strain rate have obvious effects on the flow characteristic. A constitutive model was established based on sine-hyperbolic Arrhenius kinetic rate equation, the value of average activation energy (528.24 kJ/mol) of GH4169 alloy is obtained, and increasing of Nb content will increase the modified activation energy significantly. Hot workability is interpreted by processing maps. The optimum hot working conditions for GH4169 ally is low temperature with low strain rate and high temperature with high strain rate area.

Key words: GH4169 alloy; hot deformation; dynamic material modeling; constitutive model; processing maps

Corresponding author: Zhou Xuan, Ph. D., Advanced Materials Research Center, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86221498, E-mail: ninzhoux @163.com