

一种新型 Ni-Cr-Co 基合金的热变形行为及其组织演变

王兴茂, 丁雨田, 高钰璧, 闫康, 马元俊, 陈建军

(兰州理工大学 材料科学与工程学院 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

摘要: 采用 Gleeble-3800 热压缩试验机研究了新型 Ni-Cr-Co 基合金在 1050~1250 °C、0.001~1 s⁻¹ 条件下的热变形行为, 并利用 EBSD 探讨了变形温度和应变速率对合金组织演变和动态再结晶形核机制的影响。结果表明, 流变应力随变形温度的升高而降低, 而随应变速率的增大而增加。基于流变应力曲线, 建立合金的 Arrhenius 本构方程和热加工图, 得到热变形激活能为 520.03 kJ/mol, 最佳热加工区间条件为 1175~1250 °C、0.006~1 s⁻¹, 该区域最大功率耗散效率为 45%。动态再结晶分数随变形温度的升高和应变速率的降低而增加, 且动态再结晶过程形成了均匀细小的等轴晶粒以及 Σ3 晶界。动态再结晶形核主要以晶界“弓出”为特征的不连续动态再结晶机制主导。低温高应变速率下, 持续亚晶转动诱导的连续动态再结晶作为辅助形核机制发挥作用。

关键词: 新型 Ni-Cr-Co 基合金; 热变形行为; 加工图; 动态再结晶

中图分类号: TG132.3²

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)01-0249-11

对于沉淀强化型镍基变形高温合金, 随着 γ' 相形成元素的增加, γ' 相的体积分数和全溶温度逐渐升高, 导致合金的变形抗力增大、热加工窗口变窄, 使其面临着“强化易、变形难”的瓶颈问题, 承温能力和力学性能难以进一步提高^[1-4]。解决这一问题需要设计不过度依赖于 γ' 相强化的新型变形高温合金。近年来, 大量研究结果表明纳米孪晶结构具有良好的热稳定性^[5-10]和机械稳定性^[5,11,12], 能够显著提高材料的强度和塑性^[13-15]、疲劳性能^[16-19]和抗腐蚀性能^[20]。材料的层错能越低, 孪晶界的形成能力越强, 有利于构筑高密度孪晶结构^[21-23]。多种沉淀强化型高温合金中引入高密度纳米孪晶结构之后, 孪晶界和 γ' 相同时发挥强化作用, 合金的力学性能和承温能力大大提高^[2,24,25]。因此, 本课题组基于界面调控的设计理念, 通过“孪晶+ γ' 相”的耦合强韧化设计了一种低合金化、低层错能和适量 γ' 相体积分数 (25%~30%) 的新型 Ni-Cr-Co 基高温合金, 突破其“强化易、变形难”的瓶颈。

变形高温合金的热变形 (包括锻造开坯和热模锻) 是破碎铸态组织、制备具有一定尺寸和良好微观组织部件的基本途径^[26]。热压缩模拟实验能够准确全面地描述变形参数 (变形温度、应变速率和变形量) 对变形高温合金的热变形行为以及复杂的组织演变的影响。

Wang^[27] 和李宇力^[28] 等研究表明, 不同合金在不同热变形条件下的流变应力曲线略有差异, 但流变应力变化规律基本一致。马腾飞等^[29] 根据 GH4720 Li 合金的热压缩真应力-真应变曲线的峰值应力值, 计算得到合金本构方程和热变形激活能。Sui 等^[30] 基于动态材料模型建立 Inconel 718 合金的加工图, 并确定加工安全区和流失失稳区。安全区组织主要由大量均匀细小的动态再结晶晶粒组成, 而在失稳区会形成绝热剪切带和微裂纹。Liu 等^[31] 研究表明, 变形温度、应变速率和变形量对 Haynes 230 合金的组织演变产生重要影响。变形高温合金在热变形过程中, 加工硬化、动态回复和动态再结晶协同作用, 从而发生复杂的组织演变过程^[32]。动态回复和动态再结晶是相互竞争的软化机制^[33]。一般来说, 变形高温合金层错能较低, 位错攀移和交滑移受到抑制, 阻碍了动态回复过程, 从而动态再结晶成为主导的软化机制^[32,34]。Wang 等^[35] 研究表明, GH738 合金在变形温度为 1050~1150 °C、应变速率为 0.01~1 s⁻¹ 的条件下发生完全动态再结晶。Pan 等^[36] 发现, 随着变形温度的升高和/或应变速率的减小, Rene'41 合金的动态再结晶程度逐渐增加, 晶粒尺寸逐渐趋于均匀分布。动态再结晶的形核包括非连续动态再结晶和连续动态再结晶 2 种机制^[37]。非连续

收稿日期: 2021-01-15

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFA0700703); 国家自然科学基金 (51661019); 甘肃省科技重大专项 (145RTSA004)

作者简介: 王兴茂, 男, 1994 年生, 博士生, 兰州理工大学材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050, E-mail: wangxingmao9818@163.com

动态再结晶晶粒是通过初始大角度晶界的“弓出”或在孪晶界处进行形核,随后以晶界迁移的方式长大,该过程能够有效消除变形晶粒内部的位错亚结构。而连续动态再结晶的发生依赖于持续亚晶转动机制。对于低层错能的变形高温合金,非连续动态再结晶机制占主导地位,而连续动态再结晶仅作为一种辅助机制产生作用^[38]。

基于此,本研究通过 Gleeble-3800 热模拟机对铸态新型 Ni-Cr-Co 基合金进行高温热压缩试验,分析了该合金在不同参数下的热变形行为和组织演变规律。根据真应力-真应变数据,通过数学分析和计算建立本构模型,比较流变应力计算值和实验值,验证本构模型的准确性。并建立能够准确表示功率耗散情况和流变失稳的加工图。通过电子背散射衍射 (EBSD) 技术,研究该合金在不同变形温度和应变速率下的组织演变和动态再结晶形核机制。为优化该合金的热加工参数,缩短生产周期和提高生产效率提供理论基础。

1 实验

采用真空感应熔炼+电渣重熔双联工艺,制备直径为 120 mm 的合金铸锭。合金主要化学成分(质量分数,%)为: C 0.01, Cr 17.72, Co 19.3, W 5.94, Al 1.23, Ti 3.12, Ni 余量。

通过电火花线切割从铸态棒材上切割 $\phi 8 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 的圆柱试样。随后在 Gleeble-3800 热模拟试验机上进行等温、恒应变速率的轴向压缩实验。为保证热压缩过程中变形均匀,压缩前在试样两端涂抹高温润滑剂以减少试样与压头之间的摩擦对应力状态的影响。以 $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 的加热速率将试样加热至热压缩温度,保温 120 s,以消除试样内部的温度梯度,然后进行压缩。压缩实验温度分别为 1050、1100、1150、1200 和 $1250 \text{ }^\circ\text{C}$,应变速率分别为 0.001、0.01、0.1 和 1 s^{-1} ,最大压缩应变量为 0.6。为保持变形组织,热压缩实验后立即水冷。将试样从中心沿压缩轴方向切开,然后机械研磨、抛光、腐蚀制成金相试样,并用 SEM 和 EBSD 技术表征试样心部的显微组织。

2 结果与讨论

2.1 铸态试样组织

图 1 为新型合金的铸态微观组织。可以看出,铸态组织主要由 γ 基体和 γ' 强化相组成。铸态奥氏体晶粒粗大,尺寸分布不均匀,平均晶粒尺寸约 $310 \text{ }\mu\text{m}$ 。此外,组织中存在大量 γ' 强化相,且均匀弥散分布在 γ 基体中。

2.2 真应力-真应变曲线

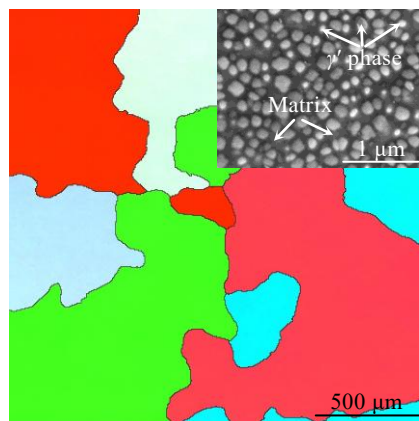


图 1 新型合金的铸态组织

Fig.1 Microstructure of as-cast new-type alloy

图 2 为新型合金在不同热变形条件下的真应力-真应变曲线。可以看出,合金的流变应力随着应变量的增加出现 3 个阶段,即加工硬化、流变软化和稳定流变^[39],表明热压缩变形过程是加工硬化和动态软化机制(动态回复和动态再结晶)相互竞争的过程。变形开始阶段,合金的流变应力随应变量的增加而呈线性增加,表现出加工硬化的特征。这是由于变形初期,位错增殖及其交互作用主导塑性变形,动态软化作用不明显,导致流变应力快速增加。当应变量增加到一定程度后,流变曲线上出现 1 个峰值应力。达到峰值应力后,流变应力随应变量的增加而逐渐降低。这是因为位错密度达到临界值之后,动态再结晶的驱动力增大,动态软化大于加工硬化,导致流变应力减小。随着应变量的进一步增加,合金出现稳定流变的特征,动态软化与加工硬化达到平衡状态。

由图 2 可知,合金的流变应力对变形温度和应变速率具有很强的依赖性。当应变速率一定时,随着变形温度的升高,流变应力逐渐减小。这是由于变形温度升高,原子的平均动能增加以及位错滑移临界剪切应力减小,位错运动的阻力降低,从而有利于动态再结晶的进行^[40]。当变形温度一定时,随着应变速率的减小,提供给动态再结晶的时间延长,动态软化抵消加工硬化的程度增加,使得流变应力降低^[41]。此外,当应变速率为 1 s^{-1} 时,出现波浪式锯齿流变现象。锯齿的类型、疏密程度及应力差值随应变速率和变形温度的改变而变化。

2.3 本构模型

本构模型在描述金属材料热变形过程中流变应力与变形温度和应变速率之间的关系中起着重要作用。考虑到高温变形过程中的热激活行为,可用数学式及

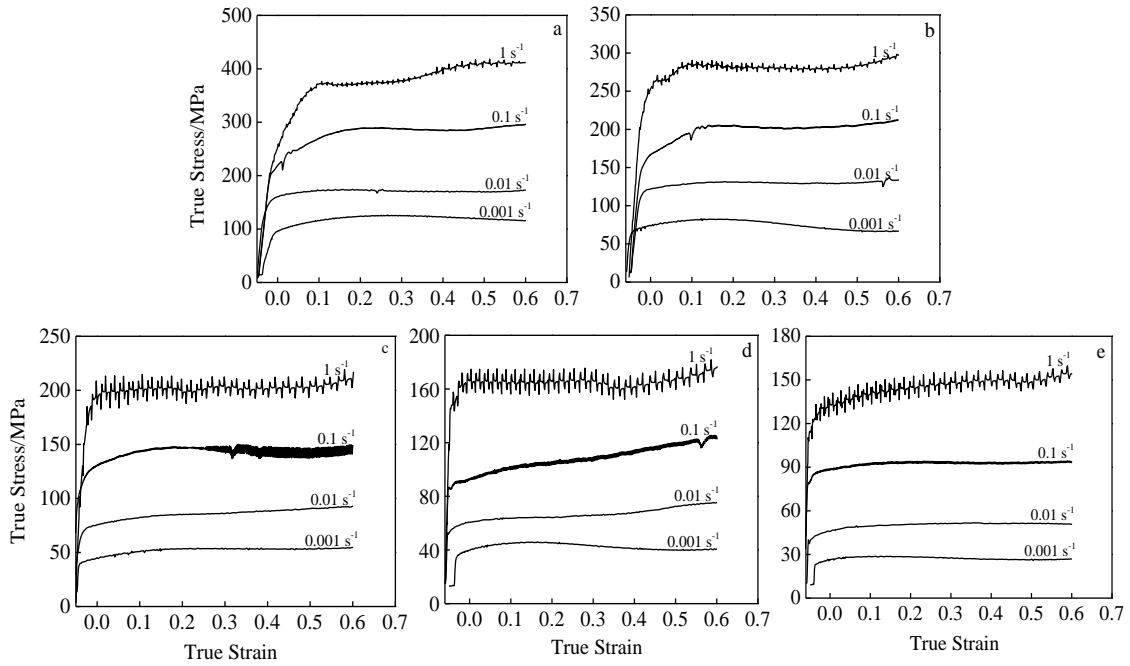


图 2 新型合金在不同变形条件下的流变应力曲线

Fig.2 Flow stress curves of new-type alloy at various strain rates and different temperatures: (a) 1050 °C, (b) 1100 °C, (c) 1150 °C, (d) 1200 °C, and (e) 1250 °C

Arrhenius 函数关系来表示^[42]:

较低应力水平时:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^{n_1} \tag{1}$$

较高应力水平时:

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp(\beta \sigma) \tag{2}$$

在所有应力水平下:

$$\dot{\epsilon} = A [\sinh(\alpha \sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{3}$$

研究结果表明, 式(3), 即双曲正弦形式的 Arrhenius 关系, 能够较好地描述流变应力的变化规律。另外, 通过温度补偿因子 Zener-Hollomon 参数 Z 来表示变形温度和应变速率的协同效应, Z 参数表示为^[43]:

$$\sigma = \sigma(Z, \dot{\epsilon}) \tag{4}$$

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \tag{5}$$

将式(5)代入式(3)得到:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A [\sinh(\alpha \sigma)]^n \tag{6}$$

式(1~6)中, $\dot{\epsilon}$ 为应变速率(s^{-1}); σ 为流变应力(MPa); Q 为反映材料变形难易程度的激活能(kJ/mol); T 为变形温度($^{\circ}C$); R 为气体常数($8.314 J mol^{-1} K^{-1}$); A 、 A_1 、 A_2 、 n 、 n_1 和 α 、 β 为与温度无关的材料常数。

将式(1)和式(2)两边取自然对数可得应变速率与其它参数之间的关系:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_1 + n_1 \ln \sigma \tag{7}$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_2 + \beta \sigma \tag{8}$$

根据热压缩实验所得不同条件下峰值应力数据, 绘制 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 和 $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 关系图, 如图 3a, 3b 所示。采用最小二乘法对数据进行线性回归得到各条线的斜率, 取斜率平均值可得 $n_1 = 5.026$, $\beta = 0.04 MPa^{-1}$ 。根据 $\alpha = \beta / n_1$, 计算可得 $\alpha = 0.007977 MPa^{-1}$ 。

对式(3)两边取自然对数, 得到式(9):

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln [\sinh(\alpha \sigma)] - \frac{Q}{RT} \tag{9}$$

进一步计算, 得到:

$$Q = R \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha \sigma)]} \right|_T \left. \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha \sigma)]}{\partial \ln (1/T)} \right|_{\dot{\epsilon}} \tag{10}$$

分别绘制 $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha \sigma)]$ 、 $\ln [\sinh(\alpha \sigma)] - 1/T$ 和 $\ln Z - \ln [\sinh(\alpha \sigma)]$ 的关系曲线, 再用最小二乘法进行线性回归, 如图 3c~3e 所示。通过上述计算可得, $n = 3.559$, 热变形激活能 $Q = Rnb = 520.03 kJ/mol$, $A = 1.915 \times 10^{22}$ 。

将计算得到的各项数值代入双曲修正形式的 Arrhenius 函数关系, 可获得新型合金的热变形本构模型和 Z 参数分别为:

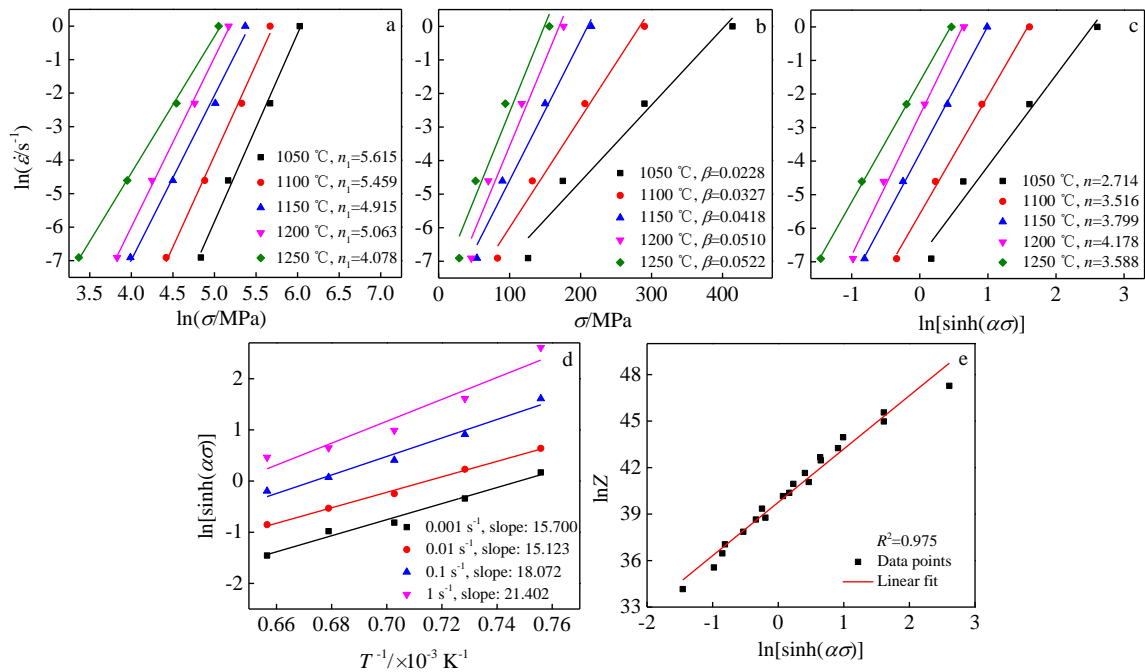


图 3 新型合金热变形过程中相关参数之间的关系

Fig.3 Relationship among related parameters of new-type alloy during the hot deformation: (a) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$, (b) $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$, (c) $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$, (d) $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - T^{-1}$, and (e) $\ln Z - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$

$$\dot{\epsilon} = 1.195 \times 10^{22} [\sinh(0.07977\sigma)]^{3.559} \cdot \exp[520034.2/(RT)] \quad (11)$$

$$Z = \dot{\epsilon} \exp[520034.2/(RT)] \quad (12)$$

热变形激活能是表征材料热变形能力的重要参数，其数值越小，说明材料的热变形能力越好。已有研究表明，挤压态 GH4975 合金和锻态 Udimet 720 合金的热变形激活能分别为 665 和 1552 kJ/mol^[44,45]。本研究测定的合金热变形激活能为 520.03 kJ/mol，明显低于上述 2 种合金的激活能。从合金成分角度来说，这主要是由于新型合金中 γ' 相形成元素 Al、Ti 元素的含量较低以及 Co 元素含量较高，因此比 GH4975 和 Udimet 720 合金具有更优的高温变形能力，易于锻造成形。

图 4 表示新型合金峰值应力实测值与采用 Arrhenius 模型计算得到的预测值之间的关系。实测值与预测值拟合曲线的斜率越接近 1，则双曲修正形式的 Arrhenius 本构模型的准确性越高。可以看出，实测值与预测值的线性相关系数 R^2 高达 0.978，基本符合线性关系，而且斜率为 1.01，表明本研究计算得到的合金热变形本构模型具有较高的可靠性，说明本构模型能够较好地描述新型合金的热压缩变形规律。

2.4 加工图

加工图是分析材料热变形行为与热变形参数之间关系

的有效工具，能够比较直观地反映材料在不同变形条件下的组织演变规律，为制定材料锻造工艺和避免热加工缺陷提供了一种合适的方法^[46]。目前，基于动态材料模型建立的加工图在镍基高温合金中得到广泛应用^[47-49]。

材料在热变形过程中单位体积吸收的总功率 (P) 由塑性应变耗散的功率 (G) 和微观结构演变耗散的功率 (J) 组成，可以表示为：

$$P = G + J = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma d\dot{\epsilon} + \int_0^{\sigma} \dot{\epsilon} d\sigma \quad (13)$$

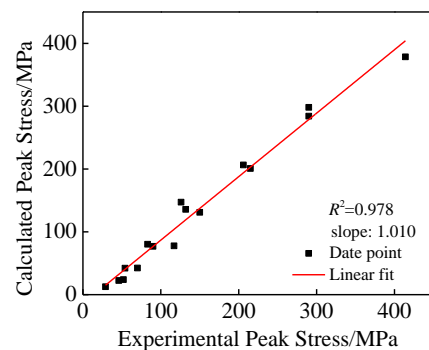


图 4 新型合金峰值应力实测值与 Arrhenius 模型预测值的关系
Fig.4 Relationship between the experimental values and the predicted values by the Arrhenius model

应变率敏感因子 m 决定了 P 在 G 和 J 之间的分配，定义为：

$$m = \left(\frac{\partial J}{\partial G} \right)_{\epsilon, T} = \left[\frac{\partial(\ln \alpha)}{\partial(\ln \dot{\epsilon})} \right]_{\epsilon, T} \quad (14)$$

将 J 与理想线性耗散因子 J_{\max} 进行标准化后得到功率耗散系数 η ，表示为：

$$\eta = \frac{J}{J_{\max}} = \frac{2m}{m+1} \quad (15)$$

功率耗散系数由变形温度、应变率和应变量决定。当应变量一定时， η 值与变形温度和应变率之间的关系可以由功率耗散效率图表示。 η 值越大，说明热变形过程中组织演变（如动态回复和动态再结晶）消耗的能量越多，合金的加工性能越好。然而，热变形缺陷（如应力集中、绝热剪切带和裂纹等）会导致流变失稳。而且，失稳区的 η 值也可能较高，所以有必要判断合金的流变失稳区。

动态材料模型中，流变失稳判据可以表示为：

$$\xi(\dot{\epsilon}) = \frac{\partial \ln[m/(m+1)]}{\partial \ln \dot{\epsilon}} + m < 0 \quad (16)$$

式(16)中， $\xi(\dot{\epsilon})$ 为应变率和变形温度的函数，流变失稳与应变率敏感因子 m 有关。当应变量一定时，在变形温度和应变率所构成的平面上绘制流变失稳判据的等值轮廓曲线，就得到材料的流变失稳图。 $\xi(\dot{\epsilon}) < 0$ 的区域出现流变失稳。

将流变失稳图叠加到功率耗散效率图上即可得到材料的加工图。图 5 为新型合金在应变量为 0.6 时的加工图。图中阴影部分为流变失稳区，等值线上的数值表示功率耗散效率。可以看出，加工图中存在一个流变失稳区和一个高功率耗散效率区。流变失稳区对应的温度范围为 1050~1100 °C、应变率为 0.01~1 s⁻¹ 之间。当应变率为 0.01 s⁻¹ 时，变形温度收敛在 1050 °C。合金热加工时应该避开该区域。此外，流变失稳区包含了部分高功率耗散效率区，说明并不是功率耗散效率越高，合金的热变形能力越好，失稳区的功率耗散效率也可能较高。高功率耗散效率区处在变形温度为 1175~1250 °C、应变率在 0.006~1 s⁻¹ 范围内，该区域最大功率耗散效率为 45%，如图 5 中 $\Delta \dot{\epsilon}$ 和 ΔT 所示。一般来说， η 值越大，材料越容易发生动态再结晶。动态再结晶区被认为是加工安全区，合金在该区域内具有良好的可加工性^[50]。对于镍基高温合金，动态再结晶所需的功率耗散效率为 30%~50%^[51]。因此，新型合金在高功率耗散效率区会发生动态再结晶，从而成为最佳热加工区间。

2.5 组织演变

2.5.1 高功率耗散效率区

高功率耗散效率区的温度范围为 1175~1250 °C、应变率范围为 0.006~1 s⁻¹，最大 η 值达到 45%。图 6 为新型合金在变形温度为 1250 °C、应变率为 1 s⁻¹ 时的微观组织。图 6a 中不同的颜色代表不同的晶体取向。图 6b 中蓝色、红色和黄色区域分别代表动态再结晶晶粒、变形晶粒和亚晶粒。其中，EBSD 区分动态再结晶组织时选用的取向差角度阈值为：亚晶粒 < 1°、变形晶粒 1°~7.5° 和动态再结晶晶粒 > 7.5°。由图 6a, 6b 可以看出，沿着初始晶粒的边界处形成大量细小的等轴晶粒，而只有少量动态再结晶晶粒在初始晶粒内部形成。此外，组织中仍存在少量亚晶和变形晶粒，这是由于粗大的初始晶粒中可供动态再结晶形核的位置较少，抑制了动态再结晶。图 6c 中黑色、灰色和红色线条分别表示大角度晶界 ($\theta > 15^\circ$)、小角度晶界 ($\theta = 2^\circ \sim 15^\circ$) 和 $\Sigma 3$ 孪晶界（晶界与基体之间存在 $60^\circ \langle 111 \rangle$ 转轴关系）。由图 6c, 6d 可以看出，动态再结晶晶粒主要是大角度晶界，且晶粒取向自由分布，表明动态再结晶组织中不存在明显的织构。动态再结晶晶粒中形成大量 $\Sigma 3$ 孪晶界，使得取向差角呈“双峰”分布。这是由于 $\Sigma 3$ 孪晶界的形成与动态再结晶有关，大角度晶界的迁移促进孪晶形核，同时孪晶界能够增加大角度晶界的可动性，从而加快动态再结晶^[52]。

2.5.2 流变失稳区

流变失稳区的变形温度在 1050~1100 °C 之间、应变率在 0.01~1 s⁻¹ 之间。当应变率为 0.01 s⁻¹ 时，变形温度收敛在 1050 °C。图 7 为新型合金在变形温度为 1050 °C、应变率为 0.1 s⁻¹ 时的微观组织。可以看出，合金在流变失稳区动态再结晶不充分，大量被拉长的原始晶粒被细小的再结晶晶粒包围，晶粒尺寸分布很不均匀（图 7a, 7b），这是导致流变失稳的主要原因。同时，变形晶粒内部存在大量小角度晶界，促进位错亚结构的形成，进一步说明合金在流变失稳区动态再结晶不能充分发展（图 7c, 7d）。

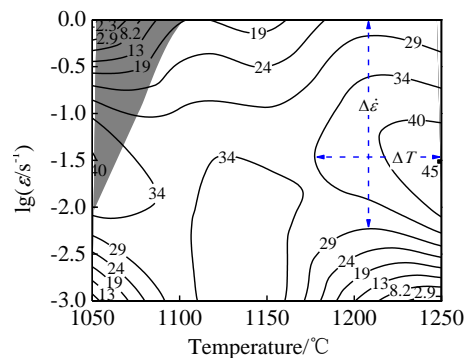


图 5 新型合金在应变量为 0.6 时的加工图

Fig.5 Processing map of new-type alloy at the strain of 0.6

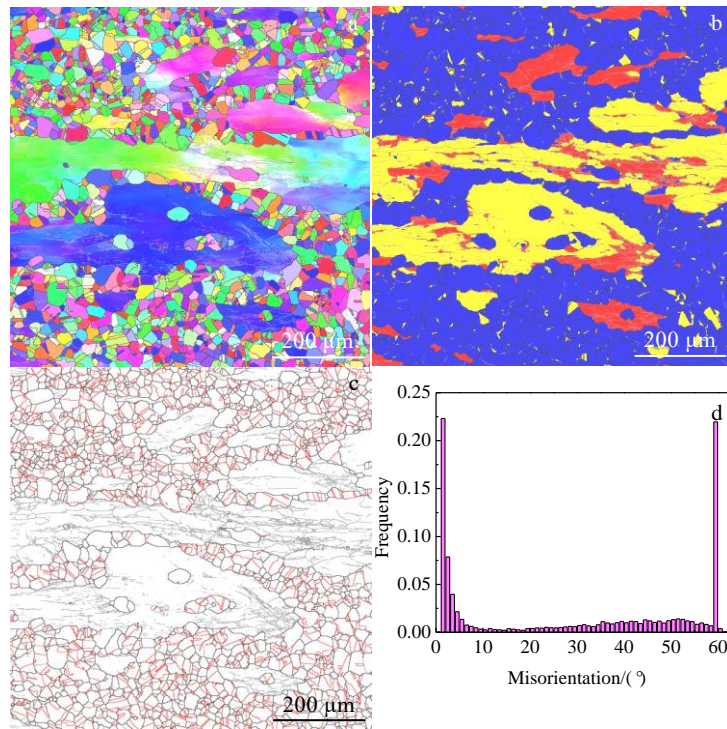


图 6 新型合金在变形温度为 1250 °C、应变速率为 1 s⁻¹ 时的微观组织

Fig.6 Microstructures of new-type alloy at the deformation temperature of 1250 °C and the strain rate of 1 s⁻¹: (a) orientation distribution; (b) recrystallized fraction; (c) grain boundary; (d) misorientation distribution

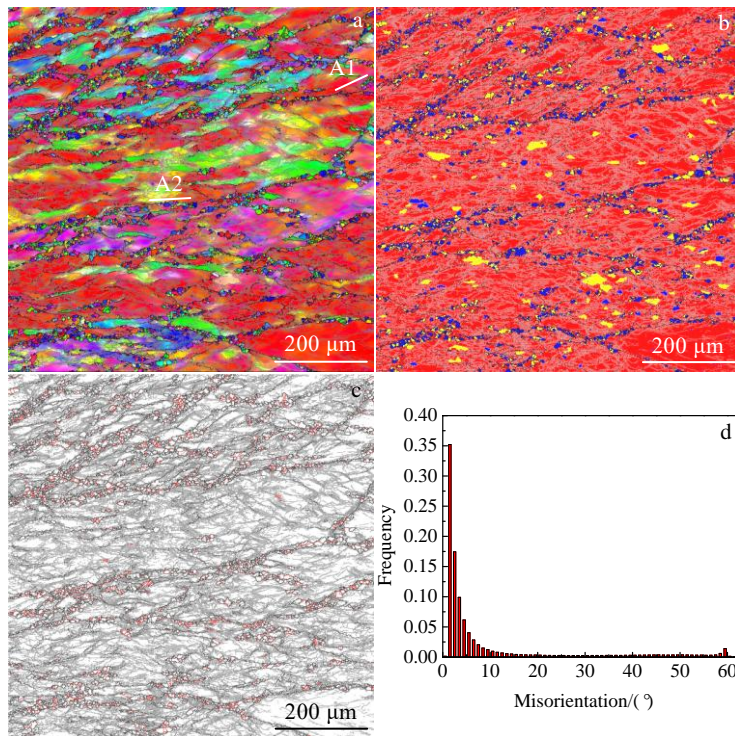


图 7 新型合金在变形温度为 1050 °C、应变速率为 0.1 s⁻¹ 时的微观组织

Fig.7 Microstructures of new-type alloy at the deformation temperature of 1050 °C and the strain rate of 0.1 s⁻¹: (a) orientation distribution; (b) recrystallized fraction; (c) grain boundary; (d) misorientation distribution

图 8 为取向差沿图 7a 中直线 A1 和 A2 的分布图。由图可以看出，随着与起始点的距离增加，变形晶粒内部的累积取向差很快超过 10°，形成较强的取向梯度，说明合金的晶粒内部发生持续亚晶转动。距离起始点 40~50 μm 处取向差跳跃式增加到约 6°，表明合金在低温变形时，晶粒内部形成高密度位错，产生较大的应力集中，晶粒内部容易形成剪切变形带，从而导致流变失稳^[53]。

2.5.3 变形温度对组织演变的影响

图 9 表示新型合金在应变速率为 0.1 s⁻¹、不同温度下的组织演变。可以看出，低温变形时（1100 °C），合金发生了不完全动态再结晶，初始晶粒沿着垂直压缩方向被拉长，仅有少量变形晶粒转变为尺寸细小均匀的动态再结晶晶粒（图 9a, 9b）。随着变形温度的升高（1200 °C），合金的动态再结晶体积分数增加，大量变形晶粒被动态再结晶晶粒替代（图 9e, 9f）。这是由于动态再结晶是一种热激活过程，变形温度越高，位错运动和晶界迁移的驱动力越大，动态再结晶驱动力越大^[54]。此外，变形温度较低时（1100 °C），组织中含有大量小角度晶界（55.3%），平均取向差为 21.8°（图 9c, 9d）。随着变形温度的升高（1200 °C），小角度晶界比例快速降低到 31.9%，平均取向差增加到 34.3°（图 9g, 9h）。高温合金热变形过程中动态再结晶晶粒的形成包括形核和长大 2 个阶段。变形温度越高，

动态再结晶晶粒的形核能力越强、晶粒长大的驱动力越充足^[54]。因此，随着变形温度的升高，合金的动态

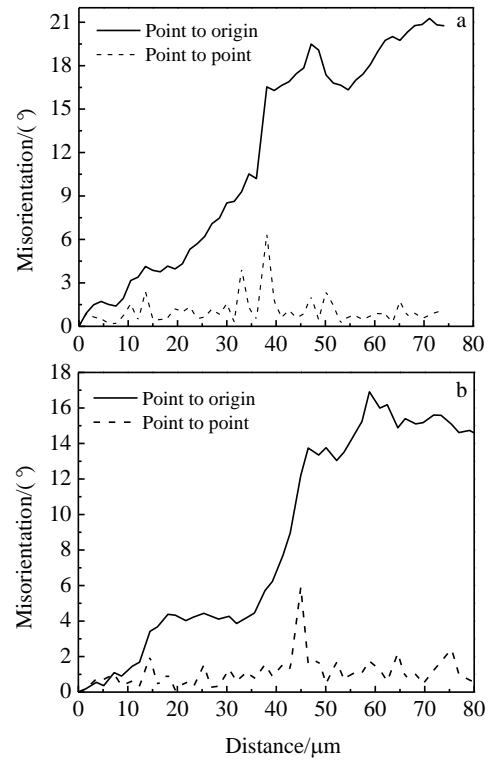


图 8 取向差沿图 7a 中直线 A1 和 A2 的分布
Fig.8 Misorientations measured along the lines A1 (a) and A2 (b) marked in Fig.7a

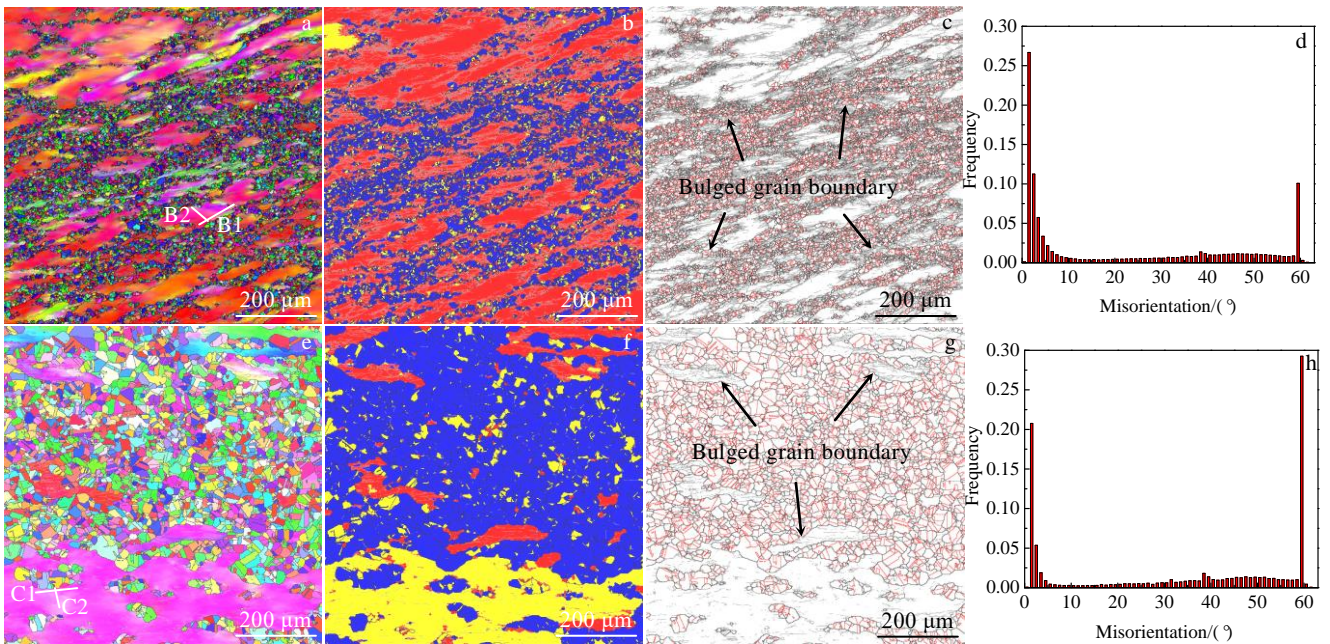


图 9 新型合金在应变速率为 0.1 s⁻¹、不同变形温度下的组织演变

Fig.9 Microstructure evolution of new-type alloy deformed at the strain rate of 0.1 s⁻¹ and temperature of 1100 °C (a~d) and 1200 °C (e~h): (a, e) orientation distribution; (b, f) recrystallized fraction; (c, g) grain boundary; (d, h) misorientation distribution

再结晶程度逐渐增加。

高温合金在热变形过程中的动态再结晶的形核机制包括非连续动态再结晶和连续动态再结晶 2 种机制^[55]。如图 9c 和 9g 中箭头所示，不同变形温度下，合金组织中均存在大量“弓出”晶界，表明动态再结晶形核以非连续动态再结晶机制为主导。晶界“弓出”形核机制与大角度晶界迁移有关，合金的变形温度越高，大角度晶界的迁移能力越强，晶界“弓出”形核能力越强^[56]。

图 10 为取向差沿图 9a 和 9e 中直线的分布图。低温变形时 (1100 °C)，晶内和晶界处的局部取向差小于 3°，然而累积取向差均可超过 10° (图 10a, 10b)，

表明变形晶粒中出现持续亚晶转动，说明新型合金在这一变形条件下发生连续动态再结晶。对于低层错能变形高温合金，非连续动态再结晶形核机制占主导，而连续动态再结晶通常只作为一种辅助再结晶形核机制发挥作用^[38]。随着变形温度的升高 (1200 °C)，晶内和晶界处的取向梯度均减小 (图 10c, 10d)。这是由于变形温度较高时，持续亚晶转动效应减弱，使得小角度晶界以亚晶转动形式转变为大角度晶界的能力降低。

2.5.4 应变速率对组织演变的影响

图 11 为新型合金在变形温度为 1150 °C、不同应变速率条件下的组织演变。可以看出，低应变速率条

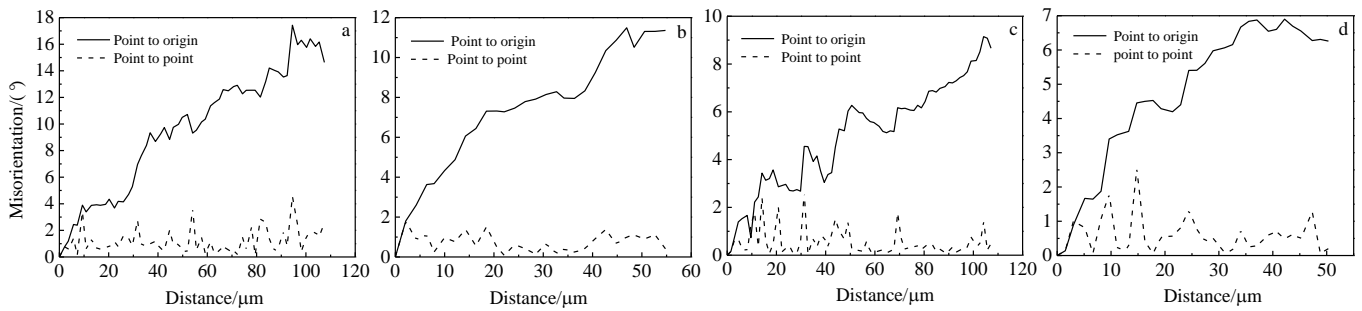


图 10 取向差沿图 9a 中直线 B1、B2 和图 9e 中直线 C1、C2 的分布

Fig.10 Misorientations measured along the lines B1 (a) and B2 (b) marked in Fig.9a; C1 (c) and C2 (d) marked in Fig.9e

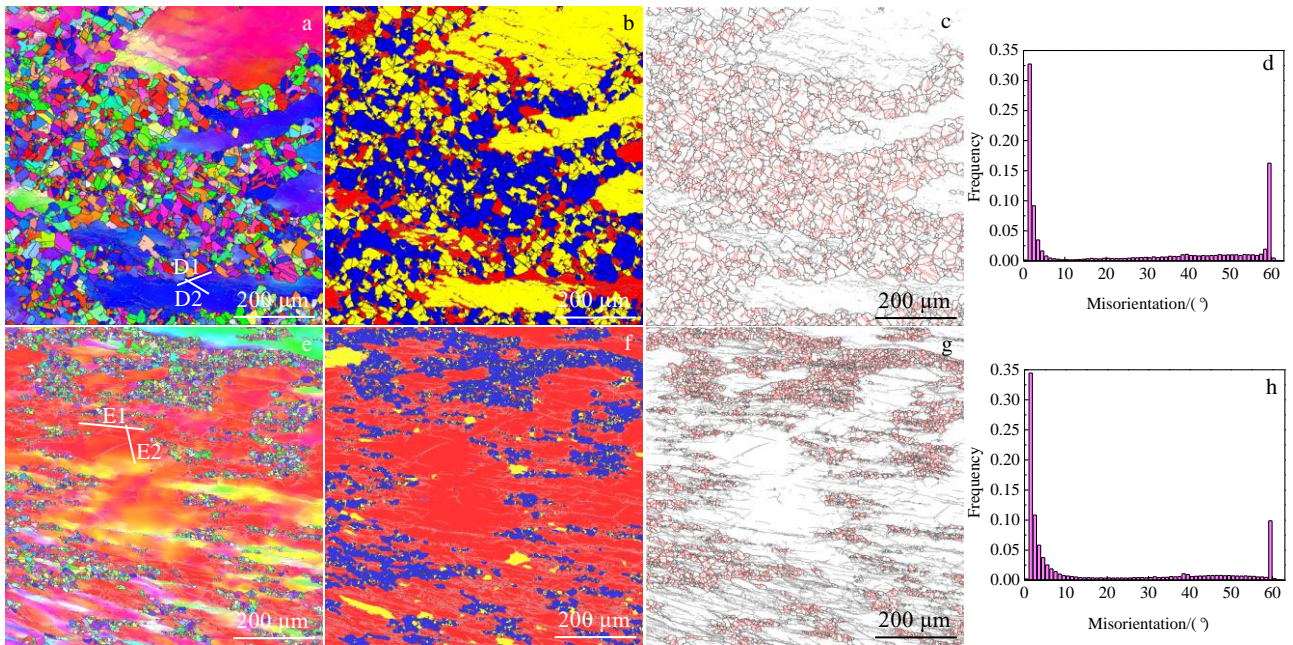


图 11 新型合金在变形温度为 1150 °C、不同应变速率下的组织演变

Fig.11 Microstructure evolution of new-type alloy deformed at temperature of 1150 °C and strain rate of 0.1 s⁻¹ (a~d) and 1 s⁻¹ (e~h): (a, e) orientation distribution; (b, f) recrystallized fraction; (c, g) grain boundary; (d, h) misorientation distribution

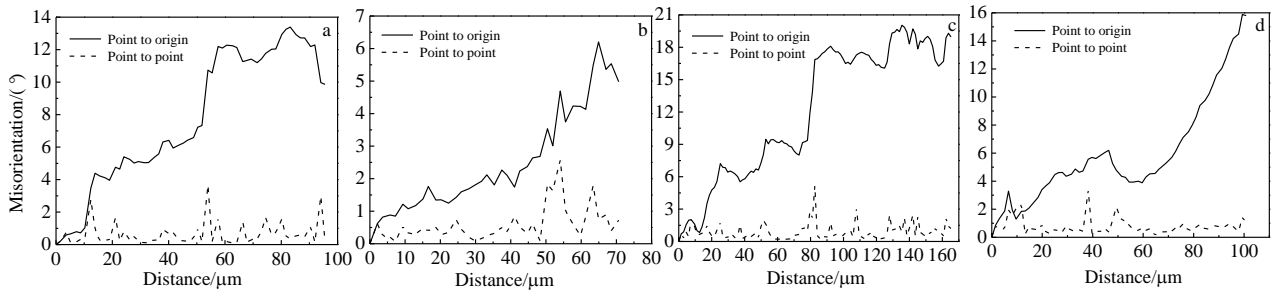


图 12 取向差沿图 11a 中直线 D1、D2 和图 11e 中直线 E1、E2 的分布

Fig.12 Misorientations measured along the lines D1 (a) and D2 (b) marked in Fig.11a; E1 (c) and E2 (d) marked in Fig.11e

件下 (0.1 s^{-1}), 合金发生明显动态再结晶, 大量变形晶粒被再结晶晶粒替代, 晶粒尺寸明显细化 (图 11a, 11b)。应变速率增大时 (1 s^{-1}), 动态再结晶晶粒体积分数显著降低, 组织中仍存在大量变形晶粒 (图 11e, 11f)。此外, 应变速率较低时 (0.1 s^{-1}), 组织中大量小角度晶界比例为 50.4%, 平均取向差为 24.9° (图 11c, 11d)。应变速率增大时 (1 s^{-1}), 小角度晶界比例增加到 65.2%, 平均取向差减小到 17.8° (图 11g, 11h)。这一结果表明, 随着应变速率的增加, 小角度晶界向大角度晶界的转变受到抑制, 动态再结晶程度降低。这是由于高应变速率条件下, 尽管热变形过程中能够产生高密度位错, 促进动态再结晶晶粒形核, 但是提供给再结晶晶粒长大的时间较短, 导致动态再结晶晶粒来不及充分长大^[57,58]。因此, 高应变速率条件下, 合金的动态再结晶程度较低且尺寸分布不均匀。

图 12 为取向差沿图 11a 和 11e 中直线的分布图。可以看出, 低应变速率条件下 (0.1 s^{-1}), 沿晶和晶内的局部取向差均不超过 3° , 且沿晶累积取向差大于晶内累积取向差 (图 12a, 12b), 这表明应变速率较低时, 合金的变形晶粒中取向梯度是稳定的, 且晶界处更容易出现持续亚晶转动。随着应变速率的增加 (1 s^{-1}), 累积取向梯度逐渐增大, 持续亚晶转动效应增强 (图 12c, 12d)。因此, 合金在热变形过程中, 应变速率的增加能促进连续动态再结晶行为。GH4720Li 和 GH690 合金热变形时也观察到相同的现象^[59,60]。

3 结论

1) 新型 Ni-Cr-Co 基合金的流变应力随变形温度的升高和应变速率的降低而减小。基于真应力-真应变数据, 计算得到该合金的热变形激活能为 520.03 kJ/mol , 本构模型和 Z 参数分别为:

$$\dot{\varepsilon} = 1.195 \times 10^{22} [\sinh(0.07977\sigma)]^{3.559} \exp[520034.2/(RT)]$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp[520034.2/(RT)]$$

2) 基于加工图可知, 新型 Ni-Cr-Co 基合金的最佳热加工区间为变形温度在 $1175 \sim 1250^\circ\text{C}$ 、应变速率在 $0.006 \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 之间。在该区域, 合金的变形晶粒被均匀细小的动态再结晶晶粒替代, 组织中不存在明显的织构, 且形成大量 $\Sigma 3$ 孪晶界。

3) 流变失稳区对应的变形温度为 $1050 \sim 1100^\circ\text{C}$, 应变速率为 $0.01 \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 。当应变速率为 0.01 s^{-1} 时, 对应的温度收敛在 1050°C 。该区域动态再结晶不充分, 变形晶粒内部形成剪切变形带。

4) 在高功率耗散区, 动态再结晶主要以初始晶界的“弓出”机制形核, 即不连续动态再结晶机制占主导。而在低温高应变速率条件下, 持续亚晶转动诱导的连续动态再结晶作为辅助形核机制发挥作用。

参考文献 References

- [1] Yuan Y, Gu Y F, Cui C Y *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2010, 13(4): 296
- [2] Alexandre D, Eric G, Philippe H. *Advanced Materials Research*[J], 2011, 278: 405
- [3] Gu Yuefeng(谷月峰), Cui Chuanyong(崔传勇), Yuan Yong(袁勇) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2015, 51(10): 1193
- [4] Du Jinhui(杜金辉), Lv Xudong(吕旭东), Dong Jianxin(董建新) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(9): 1118
- [5] Lu K. *Nature Reviews Materials*[J], 2016, 1(5): 16 019
- [6] Zhang X, Misra A. *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(11): 860
- [7] Zhou X, Li X Y, Lu K. *Science*[J], 2018, 360(6388): 526
- [8] Li X Y, Zhou X, Lu K. *Science Advances*[J], 2020, 6(17): 8003
- [9] Zhou X, Li X Y, Lu K. *Scripta Materialia*[J], 2020, 187: 345
- [10] Niu R M, Ke H, Su Y F *et al.* *Scientific Reports*[J], 2016, 6(1): 422
- [11] Hodge A M, Furnish T A, Shute C J *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(11): 872

- [12] Zhao Y F, Zhang J Y, Wang Y Q *et al.* *Nanoscale*[J], 2019, 11: 11 340
- [13] Lu L, Shen Y F, Chen X H *et al.* *Science*[J], 2004, 304(5669): 422
- [14] Lu L, Chen X, Huang X *et al.* *Science*[J], 2009, 323: 607
- [15] Lu K, Lu L, Suresh S. *Science*[J], 2009, 324(5925): 349
- [16] Singh A, Tang L, Dao M *et al.* *Acta Materialia*[J], 2011, 59(6): 2437
- [17] Zhang P, Zhang Z J, Li L L *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(11): 854
- [18] Pan Q S, Lu Q H, Lu L. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(4): 1383
- [19] Li Q, Yan F K, Tao N R. *Scripta Materialia*[J], 2017, 136: 59
- [20] Zhao Y, Cheng I C, Kassner M E *et al.* *Acta Materialia*[J], 2014, 67: 181
- [21] Shang S L, Zacherl C L, Fang H Z *et al.* *Journal of Physics Condensed Matter*[J], 2012, 24(50): 505 403
- [22] Beyerlein I J, Zhang X H, Misra A. *Annual Review of Materials Research*[J], 2014, 44(1): 331
- [23] Wei Y J, Li Y Q, Zhu L C *et al.* *Nature Communications*[J], 2014, 5: 3580
- [24] Zhang B B, Yan F K, Zhao M J *et al.* *Acta Materialia*[J], 2018, 151: 310
- [25] Yuan Y, Gu Y F, Osada T *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(11): 884
- [26] Zhang Bei Jiang(张北江), Huang Shuo(黄烁), Zhang Wenyun(张文云) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1100
- [27] Wang L, Liu F, Cheng J J *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 623: 69
- [28] Li Yuli(李宇力), Zhou Xuan(周宣), Ma Tengfei(马腾飞) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(7): 2470
- [29] Ma Tengfei(马腾飞), Li Yuli(李宇力), Zhou Xuan(周宣) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(1): 201
- [30] Sui F L, Xu L X, Chen L Q *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2011, 211(3): 433
- [31] Liu Y, Hu R, Li J S *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 497: 283
- [32] Wen D X, Lin Y C, Chen J *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 618: 373
- [33] Zhang H B, Qin S X, Li H P *et al.* *Journal of Materials Research*[J], 2019, 34(2): 321
- [34] Liu Y, Hu R, Li J S *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2009, 209(8): 4020
- [35] Wang L, Yang G, Lei T *et al.* *Journal of Iron and Steel Research, International*[J], 2015, 22(11): 1043
- [36] Pan Q L, Li B, Wang Y *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 585: 371
- [37] Zhang H B, Zhang K F, Jiang S S *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 623: 374
- [38] Li D F, Guo Q M, Guo S L *et al.* *Materials & Design*[J], 2011, 32(2): 696
- [39] Zhou Y H, Liu Y C, Zhou X S *et al.* *Journal of Materials Science and Technology*[J], 2017, 33(12): 1448
- [40] Zhang P, Hu C, Ding C G *et al.* *Materials & Design*[J], 2015, 65: 575
- [41] Zhang C, Zhang L W, Shen W F *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 728: 1269
- [42] Sellars C M, McTegart W J. *Acta Metallurgica*[J], 1966, 14(9): 1136
- [43] Zener C, Hollomon J H. *Journal of Applied Physics*[J], 1944, 15(1): 22
- [44] Zhang Yong(张勇), Li Xinxu(李鑫旭), Wei Kang(韦康) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2020, 56(10): 1401
- [45] Monajati H, Taheri A K, Jahazi M *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2005, 36(4): 895
- [46] Ma Xiong, Zeng Weidong, Sun Yu *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2010, 39(5): 756
- [47] Chen X M, Lin Y C, Wen D X *et al.* *Materials & Design*[J], 2014, 57(5): 568
- [48] Aghaie-Khafri M, Golarzi N. *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 486: 641
- [49] Wen D X, Lin Y C, Li H B *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 591(2): 183
- [50] Wang Y, Zhen L, Shao W Z *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 474(1): 341
- [51] Amiri A, Bruschi S, Sadeghi M H *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 562(2): 82
- [52] Jiang H, Dong J X, Zhang M C *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 649: 369
- [53] Kong Y H, Chang P P, Li Q *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 622: 738
- [54] Lin Y C, Wu Xianyang, Chen Xiaomin *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 640: 101
- [55] Saleh A A, Mannan P, Tomé C N *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 748: 620
- [56] Shimizu I. *Journal of Structural Geology*[J], 2008, 30(7): 899

- [57] Liu Y H, Ning Y Q, Yao Z K *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 612: 56
- [58] Amiri A, Sadeghi M H, Ebrahimi G R. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2013, 22(12): 3940
- [59] Wan Zhipeng(万志鹏), Wang Tao(王涛), Sun Yu(孙宇)
- et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(2): 213
- [60] Shi Z X, Yan X F, Duan C H *et al.* *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2017, 27(3): 538

Hot Deformation Behavior and Microstructure Evolution of New-Type Ni-Cr-Co Based Alloy

Wang Xingmao, Ding Yutian, Gao Yubi, Yan Kang, Ma Yuanjun, Chen Jianjun

(State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, School of Material Science and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

Abstract: Hot deformation behavior of a new-type Ni-Cr-Co based alloy was investigated by thermal compression tests under the deformation temperature range of 1050~1250 °C and strain rate range of 0.001~1 s⁻¹. The electron backscatter diffraction (EBSD) technique was employed to investigate the effects of deformation temperature and strain rate on the microstructure evolution of the alloy and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization. The result shows that the flow stress decreases with the increasing of the deformation temperature and the decreasing of strain rate. The Arrhenius constitutive equation and hot processing map of the alloy were established based on the hot deformation data, and the hot deformation activation energy was calculated as 520.03 kJ/mol. The optimum hot processing interval is at the temperature scope of 1175~1250 °C and the strain rate range of 0.006~1 s⁻¹ with the peak power dissipation efficiency of 45%. The fraction of dynamic recrystallization increases with the increasing of deformation temperature and the decreasing of strain rate. And during dynamic recrystallization, a large number of deformed grains are replaced by fine equiaxial grains and a high frequency of $\Sigma 3$ twin boundaries generates. The dominant dynamic recrystallization nucleation mechanism is grain boundary bulging, which is a typical feature of discontinuous dynamic recrystallization. In the low temperature and high strain rate region, continuous dynamic recrystallization characterized by the rotation of subgrains is detected. However, continuous dynamic recrystallization is just an assistant nucleation mechanism for the alloy.

Key words: new-type Ni-Cr-Co based alloy; hot deformation behavior; processing map; dynamic recrystallization

Corresponding author: Ding Yutian, Ph. D., Professor, School of Material Science and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, E-mail: dingyt@lut.edu.cn