

一种新型镍基粉末高温合金不同状态热变形行为

杨金龙^{1,2,3}, 马向东², 李远², 肖磊², 郭建政^{1,2}

(1. 中南大学粉末冶金国家重点实验室, 湖南长沙 410083)

(2. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东深圳 518000)

(3. 深圳市深汕特别合作区万泽精密科技有限公司, 广东深圳 518000)

摘要: 利用扫描电子显微镜、金相显微镜、热压缩试验机、电子背散射衍射仪等研究了一种新型镍基粉末高温合金(WZ-A3)在1150℃热等静压态、热等静压+1150℃热挤压态、热等静压+1130℃热挤压态3种不同状态下显微组织、热变形行为和织演变。结果表明:WZ-A3材料1150℃热等静压态样品存在部分粉末原始颗粒边界(previous particle boundary, PPB)和粗大 γ' 相,经1130和1150℃挤压后样品PPB碎化消失,为等轴晶状态。3种状态样品在热压缩过程中均表现出加工硬化-再结晶软化现象。峰值应力热变形激活能分别是861、858和489 kJ/mol。变形温度对样品变形组织影响明显,1150℃,0.001 s⁻¹条件下,热等静压态和热等静压+1130℃热挤压态样品均出现异常晶粒长大。对比3种状态,热等静压+1130℃热挤压态样品变形行为最优。

关键词: 镍基粉末高温合金; 组织; 热压缩

中图分类号: TG146.1*5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)02-0651-10

镍基粉末高温合金具有优异的组织均匀性、高强度和耐腐蚀性等综合特性,用来制备先进航空发动机涡轮盘等热端部件^[1,2]。新型镍基粉末高温合金制件制备工艺路线主要为: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(hot isothermal forging, HIF)+热处理^[2]。热挤压、等温锻造等热变形过程中合金晶粒组织发生变化,Ni、Au、Cu及其合金材料层错能较低,易在热变形过程中发生再结晶,最终组织和性能与再结晶和相关的热退火过程密切相关^[3,4]。再结晶临界变形应变随着温度升高、应变速率降低及晶粒尺寸减小而减小。变形温度高于0.5T_m时,应变引起的硬化被再结晶软化逐渐抵消,直到稳态^[4]。

关于RR1000、FGH98、U720Li等镍基高温合金的热变形行为,文献[5-10]利用Gleeble热压缩实验做了较为系统的研究。文献[5]中,HIP态FGH98合金变形量、形变温度对显微组织影响明显,真应力-真应变曲线呈现硬化-软化-稳态流变现象。文献[6]研究了RR1000合金变形温度1020~1100℃,速率0.001~0.05 s⁻¹下真应力-真应变曲线和组织演变规

律,结果表明:变形过程中稳态流变现象明显;1100℃,0.001 s⁻¹条件下,RR1000合金充分再结晶。文献[9]发现U720Li合金在0.01 s⁻¹应变速率,1110℃(γ' 完全溶解温度1080~1090℃)变形时,组织均匀,1010和1060℃变形时,再结晶不充分。文献[10]中,真空感应熔炼(vacuum induction melting, VIM)+电渣重熔合金(electro-slag remelting, ESR)AC2合金在1170~1210℃,应变0.01~0.1 s⁻¹变形时,再结晶明显;1130℃以下变形时,部分再结晶项链组织明显。

Gleeble试验被广泛应用于镍基粉末高温合金变形行为预测、激活能计算、Z参数(Zener-Hollomon)及本构方程确定,为模拟提供基础数据输入^[11-14]。其中,Arrhenius公式被广泛用于描述流变应力与真应变间的关系^[13],而应变速率及温度之间的关系则通过Z参数体现^[14]。

关于高温合金热变形行为的研究,现有研究多关注HIP态、铸造态、挤压态等组织的热变形行为。HIP坯料中易存在粉末原始颗粒边界(prior particle boundary, PPB),作为坯料,其PPB需通过挤压充分破碎。挤压坯料多为再结晶等轴晶,需经锻造获得

收稿日期: 2021-05-10

基金项目: 国家科技重大专项(2017-VI-0009-0080); 深圳市工业和信息化局项目(201806071403422960); 深圳市发展和改革委员会项目(SZDRC 20181000)

作者简介: 杨金龙,男,1988年生,博士生,中南大学粉末冶金研究院,湖南长沙410083,电话:0755-22091199-8020, E-mail: yangjinlong0419@csu.edu.cn

目标形状和组织。合金 HIP、HEX 等状态下组织存在差异性，关于同一合金不同状态下（HIP 态、HEX 态）热变形行为和组织演变差异的研究较少。

随着航空发动机推重比提高，对粉末涡轮盘服役温度和服役综合性能要求越来越高。镍基粉末高温合金热变形过程复杂，需在合金设计开发中充分考虑其热变形行为和组织调控。

本实验对服役温度可达 750 °C 以上， γ' 完全溶解温度、体积分数等与 RR1000、Rene104 合金相似的一新型镍基粉末高温合金 WZ-A3 进行研究，研究其在 HIP 态、不同 HEX 态下组织、热变形行为及热变形组织的差异性。

1 实验

试验材料 WZ-A3 的名义化学成分(质量分数, %) 为: Cr 13.0, Mo 4.0, W 4.0, Ti 3.7, Co 19.0, Al 3.0, Nb 1.2, Ta 1.0, Hf 0.2, C 0.03, Zr 0.05, B 0.005, Mg \leq 0.02, Ni 余量。

真空感应熔炼获得母合金，母合金经真空氩气雾化制粉，粉末经筛分、装包套、脱气封焊、热等静压等过程获得坯料。粉末粒度 \leq 100 μm ，氧含量控制在 120 $\mu\text{g/g}$ 以内。热等静压制度采用(1150 \pm 10) °C，压力(150 \pm 5) MPa，时间 \geq 4 h。HIP 后样品编号为 A3-HIP。切取热等静压后样品，分别经过 1130 °C（编号：A3-HEX-1130）和 1150 °C（编号：A3-HEX-1150）2 种不同温度挤压，2 种状态挤压比均为 4.5，挤压速率 40~50 mm/s。

切取 HIP 态、1130 °C 挤压、1150 °C 挤压 3 种不同状态的金相样品和 Gleeble 热压缩实验样品。Gleeble 热压缩样品采用线切割沿挤压方向切取材料，表面机械加工成尺寸 Φ 8 mm \times 12 mm 圆柱形。

热压缩实验在 Gleeble3180 热模拟试验机上进行。热压缩过程中，采用电阻加热，加热速率 5 °C/s，到温后保温 2 min。压头和样品间放置润滑剂和石墨垫，通过焊接在样品上的热电偶实时记录温度。压缩完成后充氩气迅速冷却样品至室温。

利用装有电子背散射衍射探头(electron backscattered diffraction, EBSD)的扫描电子显微镜(scanning electron microscopy, SEM)(型号 CARL_ZEISS_EVO-MA25)、金相显微镜观察 HIP 态、1130 °C 挤压态、1150 °C 挤压态、热压缩后样品强化相 γ' 、晶粒度等组织信息。按照 GB/T 6394-2002 《金属平均晶粒度测定法》，采用截线法测定晶粒度。结合热压缩实验和组织分析结果，探索分析不同状态对样品热压缩变形和组织变化的影响规律。

2 结果与分析

2.1 原始显微组织

观察 WZ-A3 材料 3 种不同状态的显微组织，如图 1 所示。图 1a、1d 中为 WZ-A3 材料 HIP 态显微组织，图中存在部分 PPB 和粗大 γ' ，粗大 γ' 尺寸在 2 μm 以内，分布于晶内和晶界。图 1b、1c 为温度 1150 °C（A3-HEX-1150）和 1130 °C（A3-HEX-1130）挤压后样品金相组织。图 1b 中 1150 °C 挤压后样品晶粒尺寸

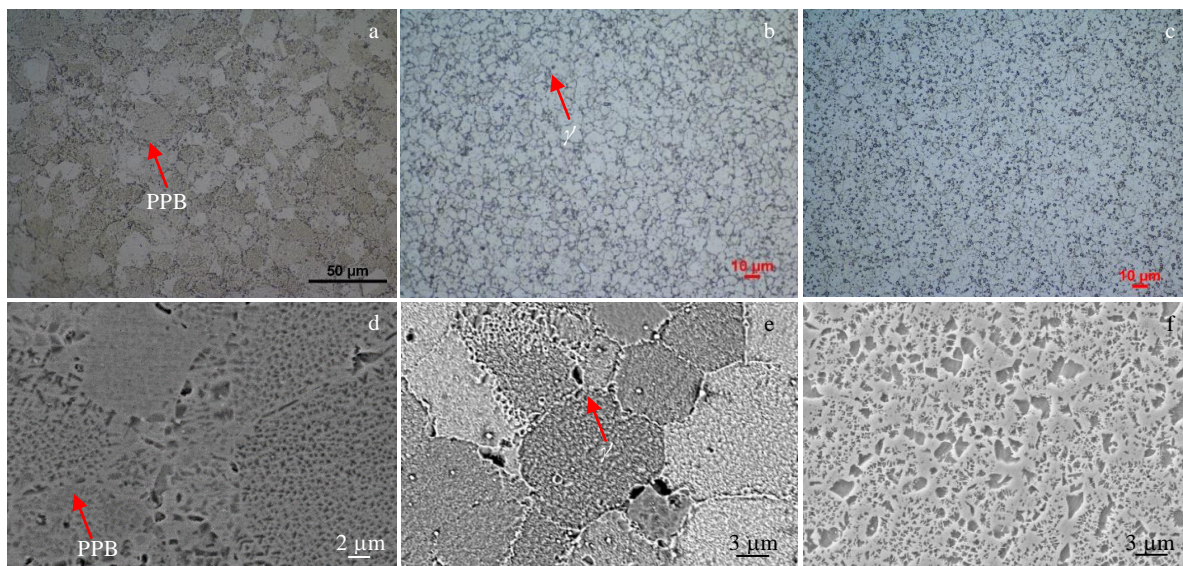


图 1 不同状态 WZ-A3 组织: A3-HIP、A3-HEX-1150、A3-HEX-1130

Fig.1 Microstructures of WZ-A3 under different conditions: (a, d) A3-HIP, (b, e) A3-HEX-1150, and (c, f) A3-HEX-1130

较图 1c 中 1130 °C 挤压后粗大。图 1e 中样品晶内 γ' 和晶界 γ' 较少。图 1c 中, 1130 °C 挤压后, 存在较多粗大 γ' , 尺寸在 2 μm 以内, γ' 形貌如图 1f 所示, 晶内存在细小和部分粗大 γ' 。

A3-HEX-1130 和 A3-HEX-1150 样品中均未发现 PPB, 挤压过程中发生了充分再结晶, 晶粒均为等轴晶状态。A3-HEX-1150 样品中存在部分粗大晶粒, 尺寸超过 20 μm 。统计 A3-HIP、A3-HEX-1150、A3-HEX-1130 3 种状态平均晶粒度和尺寸, 分别是: ASTM 8.3 级 (约 18 μm)、ASTM 10 级 (约 9 μm) 和 ASTM 11.2 级 (约 6 μm)。

2.2 热压缩实验

A3-HIP 原始组织中存在较多 PPB。考虑实际变形过程中, 挤压温度、温升效应和挤压模具承温, 挤压速度一般为 30~60 mm/s (应变速率约 0.3 s^{-1}), 热压缩实验制度采用 4 种温度 1050、1080、1110、1150 °C 和 4 种应变速率 0.001、0.01、0.1、1 s^{-1} 共计 16 种变形制度, 变形真应变最大到 0.7。

不同温度、应变速率试验条件下, 真应力-真应变曲线如图 2 所示。相同温度相同真应变时, 真应力随着应变速率从 0.001 s^{-1} 增大到 1 s^{-1} 而增大。其中, 1050 °C 时, 最大真应力从 145 MPa 增大到 439 MPa, 1110 °C 时, 最大真应力从 53 MPa 增大到 252 MPa。相同应变速率和真应变时, 真应力随着温度升高而减小。温度 1110 °C 以下, 真应力值随着应变增大到峰值

后逐渐降低。温度为 1150 和 1110 °C 时, 0.01、0.1 和 1 s^{-1} 应变速率条件下, 真应力值变化规律相同。温度为 1110 和 1150 °C, 0.001 s^{-1} 变形时, 真应力增大, 真应力基本保持不变, 甚至到 0.5 后略微增大。

热变形过程中, 应力值增加与变形过程中位错堆积导致加工硬化有关, 应力值下降与变形过程中动态再结晶, 形成无畸变新晶粒, 导致软化有关^[3,4,7]。而随着应变进行, 应力不再增加表明加工硬化-软化作用相互抵消, 进入流变应力稳态; 应力值的下降表明软化作用大于硬化作用。真应力-真应变曲线中, 各个温度和应变速率下, 均出现稳态现象。高温低应变速率状态下, 变形样品较易进入稳态。热变形过程中, 高温下畸变晶粒再结晶临界应变降低, 低应变速率又为再结晶提供了充分时间, 因此较易进入稳态。

A3-HEX-1150 样品挤压温度较高 (1150 °C) 时, HIP 初始粗大 γ' 充分回溶, 挤压后组织中粗大 γ' 较少。等温锻造温度一般控制在 γ' 溶解温度以下 (如 1100 °C), 应变速率较低 (0.01~0.001 s^{-1})。分析研究温度为 1000、1050、1100 °C 和应变为 0.001、0.01、0.1 s^{-1} 共计 9 种热压缩变形制度下样品流变行为, 变形真应变最大到 0.7。

不同热压缩条件下, A3-HEX-1150 样品真应力-真应变关系如图 3 所示。变形过程中, 真应力随真应变的增大先增大后减小, 1050 °C, 0.001 s^{-1} 和 1100 °C, 0.001 s^{-1} 条件下出现明显的稳态。相同变形温度下,

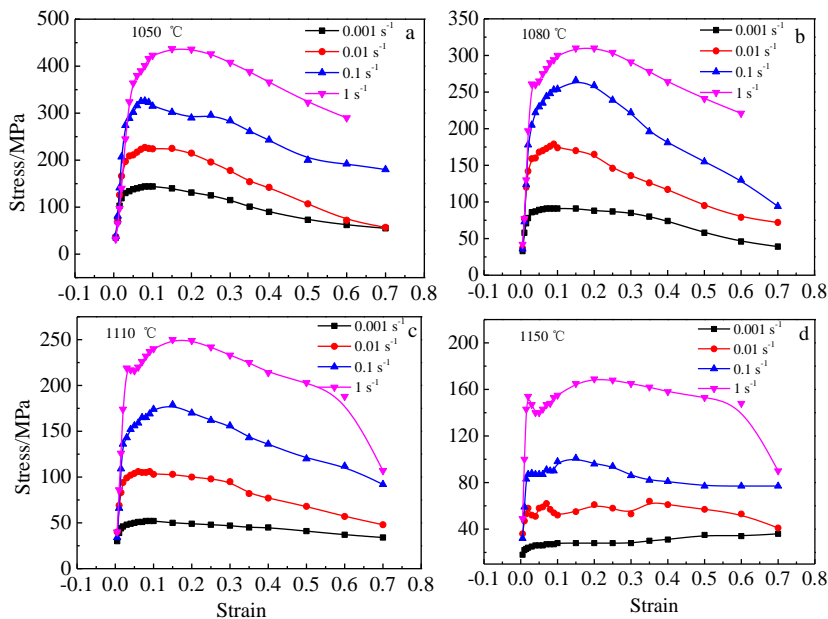


图2 A3-HIP 试样在不同温度情况下真应力-真应变曲线

Fig.2 True stress-strain curves of A3-HIP samples obtained at different strain rates and deformation temperature of 1050 °C (a), 1080 °C (b), 1110 °C (c), and 1150 °C (d)

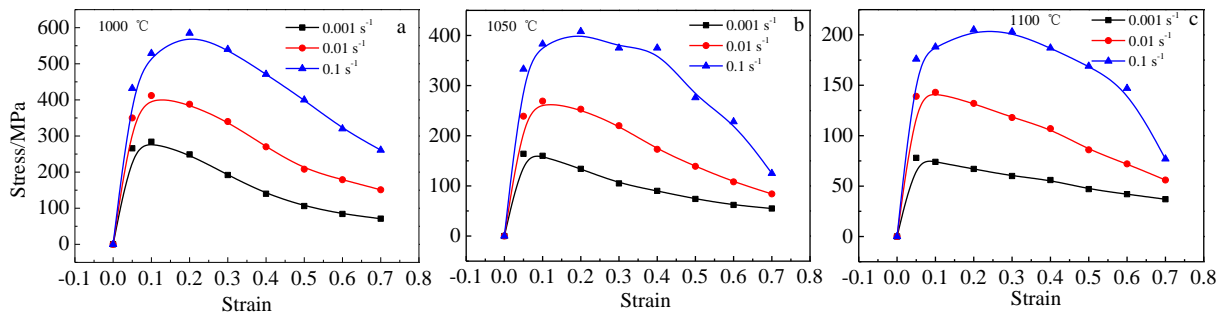


图 3 A3-HEX-1150 试样在不同温度下真应力-真应变曲线

Fig.3 True stress-strain curves of A3-HEX-1150 samples obtained at different strain rates and deformation temperature of 1000 °C (a), 1050 °C (b), and 1100 °C (c)

峰值应力随应变速率降低而减小。1100 °C 时，峰值应力值由 212 MPa 降至 81 MPa。对比图 3a、3b、3c，相同应变速率下，相同真应变的真应力值随着温度升高而降低。

A3-HEX-1130 挤压温度较低（1130 °C）时，HIP 初始粗大 γ' 未充分溶解，挤压后组织中粗大 γ' 较多。热压缩实验增加了高于 γ' 完全溶解温度条件（1150 °C），应变速率范围（0.01~0.001 s⁻¹）。实验在条件为温度 1000、1050、1100、1150 °C 和应变速率 0.001、0.0025、0.005、0.01 s⁻¹ 共计 16 种制度进行。

A3-HEX-1130 不同变形条件下真应力-真应变关系如图 4 所示。图 4a、4c 中分别对应温度 1000 和 1100 °C，真应力随应变速率降低而减小，出现明显稳态变形。当温度为 1050 °C，应变速率为 0.005 s⁻¹ 时，应力值随应变增加迅速增大，而后迅速下降。其它应变速率规律与图 3 相似。1150 °C 变形时，不同应变速率下，真应力迅速随应变增加而增大，而后进入稳态，随后逐渐缓慢增加。

由图 2~4 可知，除 A3-HEX-1130 试样在 1150 °C 变形外，3 种状态热压缩试样在变形初始阶段均表现出加工硬化。A3-HIP 和 A3-HEX-1150 试样，在温度 1100 °C 以下，应变速率大于 0.01 s⁻¹ 时，真应力值达到峰值后逐渐下降。0.001 s⁻¹ 时出现稳态流变应力阶段。A3-HIP 样品 1150 °C 变形时，各种变形速率均出现稳态流变应力阶段，而 A3-HEX-1130 样品 1150 °C 变形时出现二次硬化阶段。图 4 中，A3-HEX-1130 试样在 0.001 s⁻¹ 应变速率下，温度 1000、1050 和 1100 °C 均出现稳态流变应力阶段，且在 1100 °C 各个应变速率均出现稳态流变阶段。

对比不同状态样品在相近热压缩条件下的真应力-真应变曲线如图 5 所示。图 5a 中，1050 °C，0.001 s⁻¹ 变形条件下，A3-HEX-1150 峰值真应力最大，真应变

到 0.15 后，真应力与 A3-HIP 试样接近；A3-HEX-1130 真应力最小，且出现明显稳态。图 5b 中，A3-HEX-1150 真应力值最高，变化规律与 A3-HIP 一致；A3-HEX-1130 真应力最小，且稳态现象明显。图 5c、5d 中，相近变形条件下 A3-HEX-1150 真应力最高，A3-HEX-1130 最小。图 5e 中，1150 °C，0.001 s⁻¹ 变形条件下，A3-HEX-1130 和 A3-HIP 试样在低应变时，应力值接近，硬化程度相似。真应变大于 0.1 后，A3-HEX-1130 真应力值高于 A3-HIP。图 5f 中，1150 °C，0.01 s⁻¹ 变形条件下，A3-HEX-1130 和 A3-HIP 样品在低应变（<0.05）时，应力值接近；当真应变 < 0.1 时，A3-HIP 样品硬化后已开始明显软化，而 A3-HEX-1130 样品软化不明显；当真应变 > 0.1 时，A3-HEX-1130 样品逐渐进入稳态，而后在真应变为 0.6 后再次明显硬化，进入软化-硬化循环。

对比可知，低温（1050、1100 °C）低应变速率（0.01、0.001 s⁻¹）变形条件下，A3-HEX-1130 样品变形流变应力最低，且易进入稳态变形。高温（1150 °C）变形下，A3-HIP 和 A3-HEX-1130 变形规律接近，A3-HEX-1130 在大应变时进入二次硬化阶段。

公式（1）为修正后双曲正弦函数形式的 Arrhenius 关系式，公式（2）为 Z 参数计算公式，公式（3）为根据 Arrhenius 公式和 Z 参数推导后的应变激活能 Q 计算公式。

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \quad (2)$$

$$Q = R \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right]_{T, \dot{\epsilon}} \left[\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial \ln\left(\frac{1}{T}\right)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (3)$$

其中，R 是气体常数，A、 α 和 n 是材料常数， $\alpha = \beta/n$ ，

T 为变形温度, K。根据 3 种状态不同变形条件下应变速率、峰值应力, 利用最小二乘法拟合 $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 、 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 、 $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 、 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - \ln(1000/T)$ 得到材料数据如表 1 所示。

由表 1 可知, A3-HIP 与 A3-HEX-1150 2 种状态激

活能接近, A3-HEX-1130 激活能明显低于前 2 种状态。HIP 态 FGH4096 合金峰值应力计算热变形激活能为 930 kJ/mol^[15]。HIP 态 FGH98 合金, 存在部分 PPB, 晶粒度 ASTM 7-8 级 (等效晶粒尺寸 34 μm), 初始组织状态下, 峰值应力计算激活能为 790 kJ/mol^[16]。铸

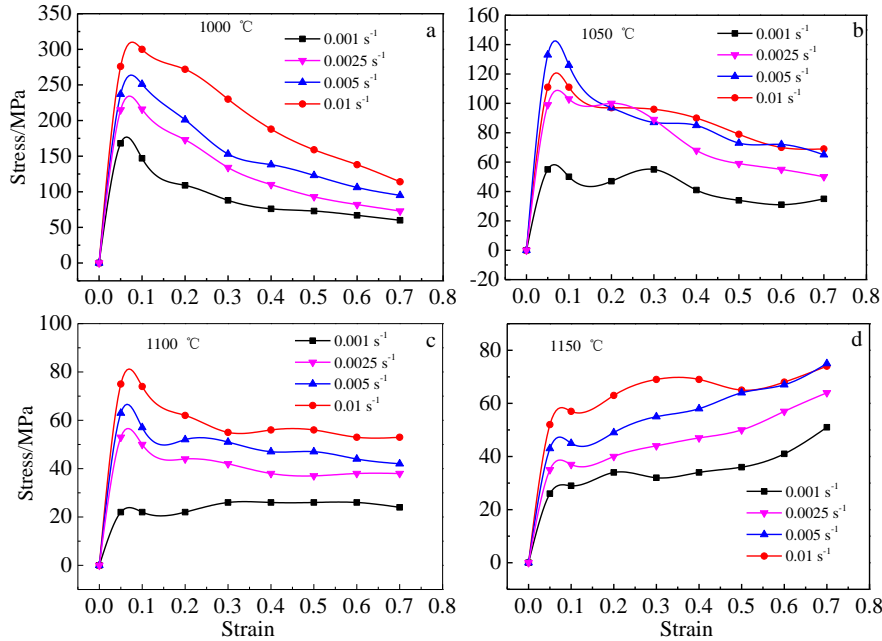


图 4 A3-HEX-1130 试样在不同温度下真应力-真应变曲线

Fig.4 True stress-strain curves of A3-HEX-1130 samples obtained at different strain rates and deformation temperature of 1000 °C (a), 1050 °C (b), 1100 °C (c), and 1150 °C (d)

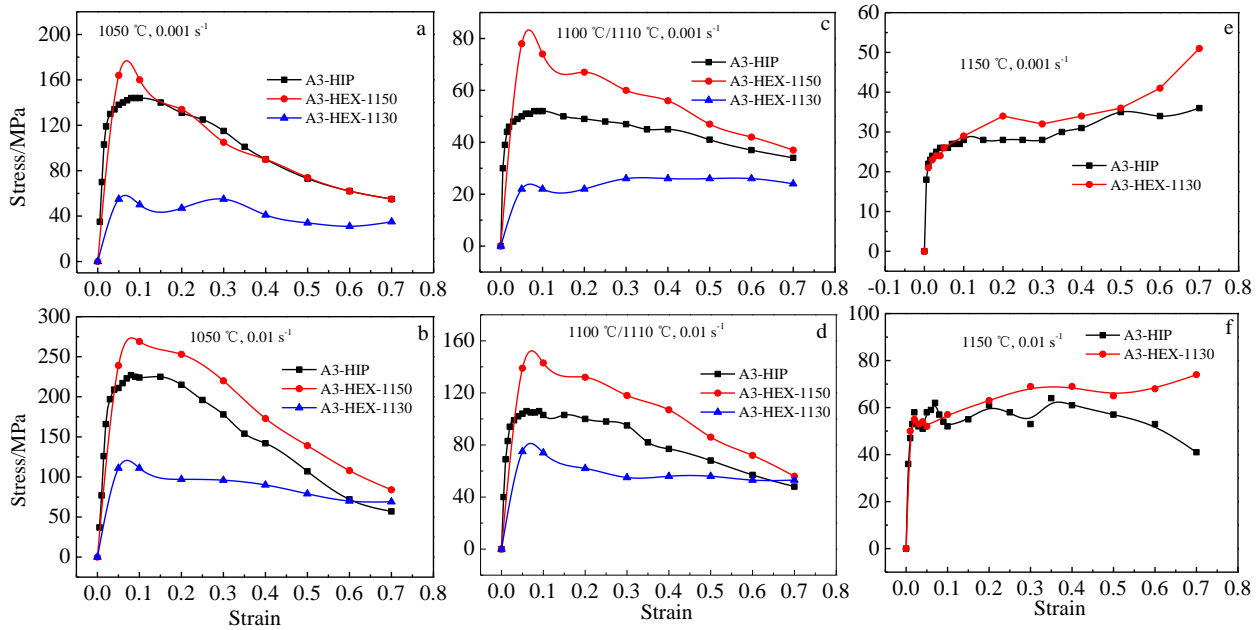


图 5 3 种不同试样在不同变形情况下真应力-真应变曲线

Fig.5 True stress-strain curves of the three samples obtained under different deformation conditions of 1050 °C, 0.001 s⁻¹ (a); 1050 °C, 0.01 s⁻¹ (b); 1100 °C/1110 °C, 0.001 s⁻¹ (c); 1100 °C/1110 °C, 0.01 s⁻¹ (d); 1150 °C, 0.001 s⁻¹ (e); 1150 °C, 0.01 s⁻¹ (f)

表 1 不同状态下峰值应力本构方程参数

Table 1 Parameters of peak stress constitutive equation under different conditions

Condition	α	n	A	$Q/\text{kJ mol}^{-1}$
A3-HIP	0.0067	3.40	6.78×10^{30}	861
A3-HEX-1150	0.0042	2.75	5.37×10^{30}	858
A3-HEX-1130	0.0127	1.59	1.10×10^{16}	489

态 U720Li 合金峰值应力计算激活能为 $690 \text{ kJ/mol}^{[17]}$ 。A3-HIP 合金激活能为 861 kJ/mol 高于 FGH98 合金，低于 FGH4096 合金。A3-HEX-1150 和 A3-HEX-1130 样品热激活能分别为 858 和 489 kJ/mol 。

结合前述，A3-HEX-1130 合金峰值应力较小，易再结晶软化。如图 1 所示，3 种状态最明显的区别是晶粒尺寸。文献[15]中，在给定变形温度、应变速率时，临界再结晶应变和峰值应力随初始晶粒尺寸的减小而减小。初始晶粒尺寸减小，再结晶前硬化速率较快，峰值应力更容易达到。

2.3 热压缩后组织

A3-HIP 热变形后样品心部组织如图 6 所示。1050 °C 不同应变速率下，样品仍存在原始组织，1050 °C, 0.001 s^{-1} 情况下，观察到部分 PPB 组织。高应变速率下，热变形组织未发生完全动态再结晶，晶粒呈现扁平状，与压缩方向垂直。1080 °C 变形时，在低应变速率下 (0.01 和 0.001 s^{-1})，出现部分再结晶，但依然存在部分原始组织。1110 °C 高应变速率 (1 s^{-1}) 变形时大部分原始晶粒已发生再结晶。1110 °C, 0.001 s^{-1} 变形组织再结晶充分。1150 °C 不同应变速率变形时，发生了完全再结晶。低应变速率下 (0.001 s^{-1}) 出现异常晶粒长大。

随着 1050 °C 低温变形进行，A3-HIP 试样中位错大量堆积在晶界或者 PPB 处，形成大量的亚晶和位错缠绕胞状组织变形，达到临界应变变形后，晶界形状变化引起再结晶形核，原始晶界位置形成细小再结晶不充分的项链组织，原始晶界边界不清晰，如图 6。再结晶形核新晶粒在应变能驱动下，晶界向畸变能高的方向迁移，凸起部分消耗周围变形区域，尺寸长大。通常，再结晶动力随温度升高和速率减小而升高，再结晶临界应变与变形温度和材料的原始状态有关。再结晶晶粒长大与形变位错储能、晶粒尺寸变化引起的表面张力、固溶原子和析出相的钉扎力等相关^[3,4]。1050 °C、1080 °C, 1 s^{-1} 、 0.1 s^{-1} 变形时，A3-HIP 再结晶晶粒长大驱动力不足，如图 6 和图 2，应变应力曲线表现为达到硬化峰值后，应力值逐下降，但再结晶软化效果不明显，应变从 0.1 到 0.3，应力值保持较高

水平。

随着变形温度升高，原子热扩散能力增强，再结晶晶界迁移能力提高，相同应变速率下，再结晶晶粒长大明显。1150 °C 时，强化相 γ' 溶解进基体的比例含量提高，合金硬化强度值下降，峰值和整体应力水平较其余温度降低。1150 °C, 0.001 s^{-1} 时，限制晶粒长大的 γ' 部分溶解，晶粒长大，甚至出现异常长大晶粒。结合图 2d 中，峰值应力值较低 (约 30 MPa)，随应变达到 0.7 时出现小幅增加，与充分再结晶晶粒继续变形，出现二次硬化有关。

A3-HEX-1150 试样热变形后样品心部组织如图 7 所示。与图 1b 相比，图 7 中，1000 和 1050 °C 温度变形， 0.01 和 0.1 s^{-1} 应变速率下，存在原变形组织，相比于图 1b 中，晶粒变形为扁平状，变形组织在晶界附近出现细小再结晶区域，晶界不明显。 0.001 s^{-1} 时，晶界逐步明显，但周围仍存在大量细小再结晶区域，再结晶逐渐充分。1100 °C 各变形速率下，均出现再结晶组织， 0.1 s^{-1} 时再结晶晶粒明显可见。1100 °C 低于 γ' 完全溶解温度，大量 γ' 的存在会阻碍再结晶晶粒长大，再结晶晶粒尺寸细小。 0.001 s^{-1} 应变条件下，再结晶较为充分，仅可见少部分原始晶粒。 0.001 s^{-1} 变形速率较慢，在相同变形储能情况下，再结晶过程进行的较为充分。结合图 3a、3b 中，1000 和 1050 °C 各变形状态下，流变应力随应变增加仍在减小，再结晶软化明显。1100 °C, 0.001 s^{-1} 时，再结晶软化和形变硬化相互抵消平衡，稳态流变现象明显。

A3-HEX-1130 试样热变形后样品在 1100 °C、1150 °C 和 0.01 s^{-1} 、 0.001 s^{-1} 应变速率条件下组织如图 8 所示。图 8a、8b 中，1100 °C 变形保留大量粗大 γ' ，再结晶现象明显，晶粒尺寸细小，未见原始晶粒。晶内和晶界处强化相 γ' 较为均匀分布 (如图 1f)，1100 °C 时，热变形过程相对均匀，原始晶界处优先出现再结晶晶粒，其晶界迁移过程中，受到大量的未完全溶解 γ' 钉扎，运动受阻，尺寸细小，如图 8a、8b。结合图 4c，合金软化硬化在应变 0.1~0.7 范围内持续平衡，与各部分组织均匀和细小相关。

图 8c、8d 中，1150 °C 变形样品中大部分 γ' 已溶解，粗大 γ' 失去对再结晶晶界和晶内位错运动的钉扎作用，位错较易堆积至晶界，再结晶晶粒长大明显。结合图 4d，峰值应力较低，软化硬化平衡后，进入再次部分硬化阶段。图 8d 中， 0.001 s^{-1} 变形条件下，晶粒粗化，出现不规则晶粒长大。

变形温度对变形过程中再结晶晶粒尺寸影响明显。为控制再结晶晶粒尺寸，A3-HIP 和 A3-HEX-1130 样品均应控制变形温度在 1150 °C 以内。

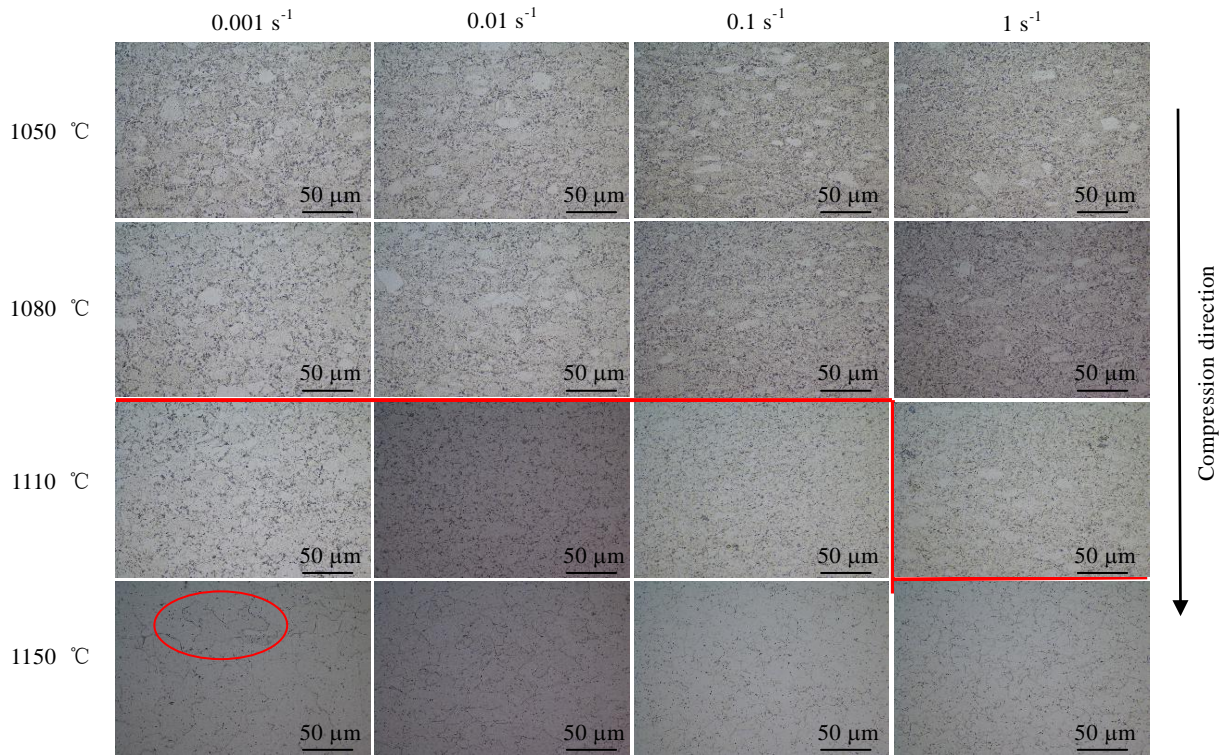


图 6 A3-HIP 试样不同变形状态下微观组织

Fig.6 Microstructures of A3-HIP samples under different deformation conditions

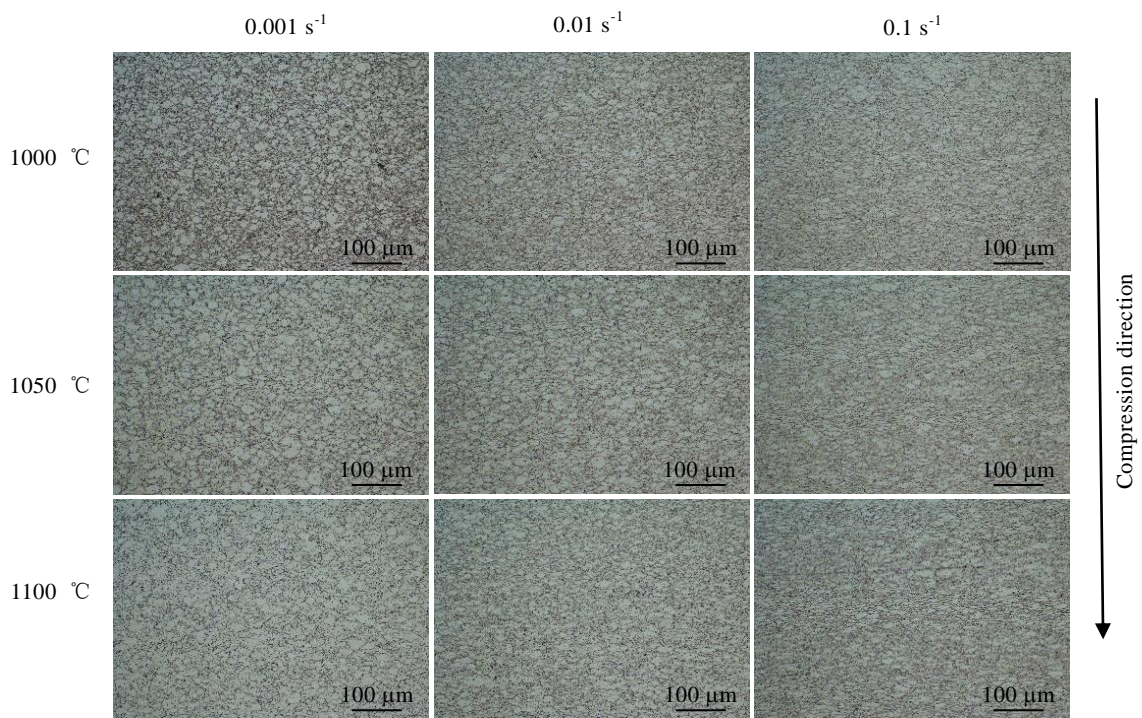


图 7 A3-HEX-1150 试样不同变形条件下微观组织

Fig.7 Microstructures of A3-HEX-1150 samples under different deformation conditions

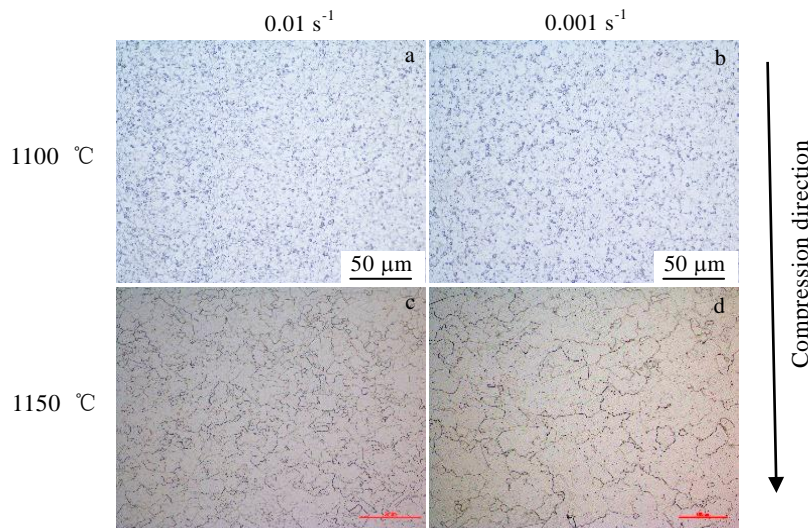


图 8 A3-HEX-1130 试样不同变形条件下微观组织

Fig.8 Microstructures of A3-HEX-1130 samples under different deformation conditions

2.4 热压缩后组织 EBSD 分析

为进一步研究变形情况，采用 EBSD 观察样品晶粒形貌、晶粒内部取向差，分析样品变形时的加工硬化状态和再结晶情况、平均取向差大小和晶粒尺寸。EBSD 错配图可识别应变较大的晶粒和局部应变变化^[18-20]。

图 9a 中，A3-HIP 样品在 1110 °C，1 s⁻¹ 变形条件下，晶粒充分再结晶细化，未观察到项链组织和原始晶粒。图 9b 中，在 1150 °C，1 s⁻¹ 情况下，细化晶粒明显长大。图 10a、10b 为 A3-HIP 样品晶粒局部取向

差图，大部分晶粒内部颜色较深，取向差较小，表明已充分再结晶，个别晶粒内部取向差颜色较浅，与内部大量位错塞积有关，为变形晶粒。结合图 6、9a、9b、10a、10b，A3-HIP 样品 1110 °C 各个变形速率下，已发生充分再结晶。1150 °C 条件下，再结晶晶粒开始长大，低应变条件下晶粒明显粗化。

如图 9c、10c 所示，A3-HEX-1150 试样 1100 °C，0.01 s⁻¹ 变形条件下，存在部分原始粗大晶粒，组织为混合晶状态，部分尺寸较大晶粒内部取向差较大，晶粒内部变形位错明显。随着变形量增大，位错增殖，

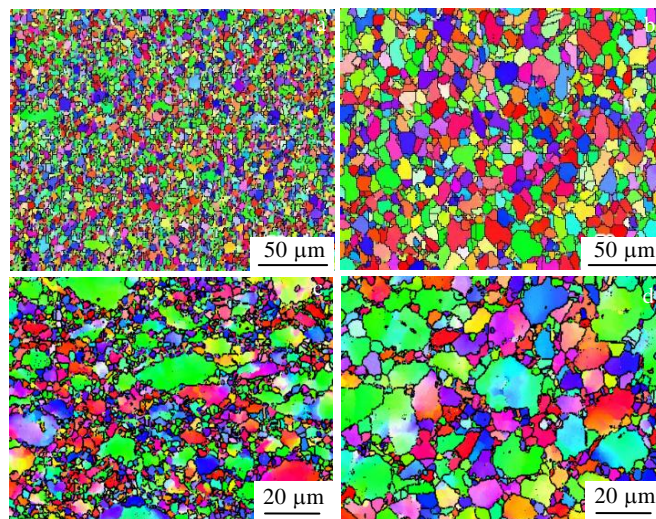


图 9 在不同变形条件下的试样晶粒 EBSD 反极图

Fig.9 EBSD IPF images of the grain structures of samples deformed under different conditions: (a) A3-HIP, 1110 °C, 1 s⁻¹; (b) A3-HIP, 1150 °C, 1 s⁻¹; (c) A3-HEX-1150, 1100 °C, 0.01 s⁻¹; (d) A3-HEX-1150, 1100 °C, 0.001 s⁻¹

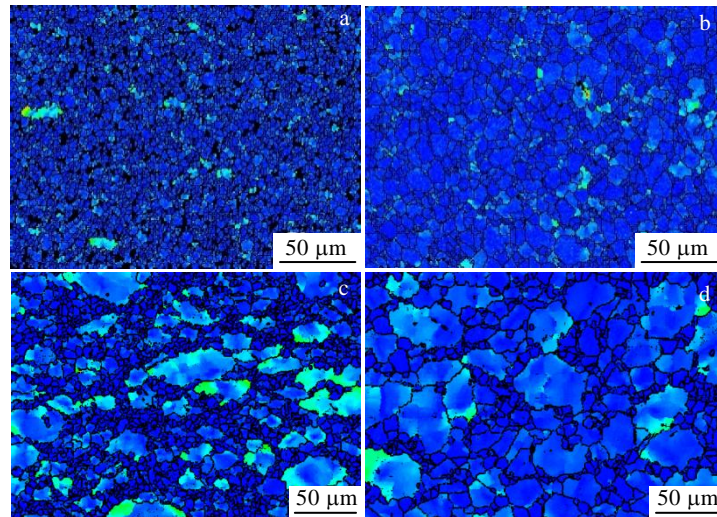


图 10 在不同变形条件下的试样晶粒 EBSD 局部取向差

Fig.10 EBSD images of the local misorientation of samples deformed under different conditions: (a) A3-HIP, 1110 °C, 1 s⁻¹; (b) A3-HIP, 1150 °C, 1 s⁻¹; (c) A3-HEX-1150, 1100 °C, 0.01 s⁻¹; (d) A3-HEX-1150, 1100 °C, 0.001 s⁻¹

滑移至晶界, 密度增大形成位错胞, 位错胞继续吸收位错, 晶粒内部取向差增大, 如图中浅颜色区域。变形继续, 位错胞转变为亚晶, 进而优先在晶界位置形成了项链状小尺寸再结晶组织, 如图 9c, 再结晶组织为无畸变组织, 内部取向差小, 颜色较深^[19,21]。

图 9d、10d 中, 1100 °C, 0.001 s⁻¹ 变形条件再结晶更充分。热变形不均匀, 部分晶粒优先变形, 变形位错增殖, 畸变能引起再结晶, 细化后的无畸变再结晶晶粒相比图 9c、10c 开始长大, 但仍存在少量晶粒变形不充分, 畸变能不足以引起再结晶, 变形组织保留, 如图中浅颜色晶粒。

结合图 3c、7、9c、10c、9d、10d 可知, A3-HEX-1150 试样在 1100 °C 不同变形条件, 变形组织为未完全再结晶组织, 变形软化继续进行。对比图 8a、8b 可知, A3-HEX-1130 样品已发生较为充分的再结晶, 晶粒尺寸细小。

HIP 样品中存在的 PPB, 可能对变形再结晶产生影响, 如图 6、图 9a、图 10a 所示, 1110 °C, 1 s⁻¹ 样品中存在部分未变形组织, PPB 主要为粗大 γ' 和碳氧化物组成, 易造成裂纹开裂^[22], 需控制变形过程。1110 °C, 0.001 s⁻¹ 和 1150 °C, 1 s⁻¹ 时已基本再结晶完成, 未见 PPB 有明显影响。

由图 6~10 组织照片和图 5 变形真应力-真应变曲线可知, A3-HEX-1130 变形行为优于 A3-HIP 样品, A3-HIP 优于 A3-HEX-1150 样品。

3 结 论

1) 1150 °C 热等静压 WZ-A3 合金存在部分 PPB 和粗大 γ' 。1130 和 1150 °C 挤压态样品组织为再结晶等轴晶, PPB 完全破碎。1130 °C 较 1150 °C 挤压样品粗大 γ' 含量多。HIP、1150 °C 挤压和 1130 °C 挤压样品平均晶粒尺寸分别为 18、9 和 6 μm 。

2) 3 种不同状态样品热压缩变形均表现出加工硬化-再结晶软化现象。0.01 和 0.001 s⁻¹ 应变速率, 温度 1050 和 1100 °C 变形时, A3-HEX-1130 样品流变应力最低; 温度 1150 °C 时, A3-HIP 与 A3-HEX-1130 样品变形规律接近。A3-HIP、A3-HEX-1150 和 A3-HEX-1130 样品峰值应力热激活能分别是 861、858 和 489 kJ/mol。

3) 变形温度对 3 种状态样品变形组织影响明显。1150 °C, 0.001 s⁻¹ 条件下, A3-HIP 和 A3-HEX-1130 样品均出现异常晶粒长大。A3-HEX-1130 样品变形行为优于 A3-HIP 和 A3-HEX-1150 样品。

参考文献 References

- [1] Locq D, Caron P. *Aerospace Lab*[J], 2011(3): 1
- [2] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications* [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008
- [3] Huang K, Loge R E. *Materials & Design*[J], 2016, 111: 548
- [4] Sakai T, Belyakov A, Kaibyshev R *et al. Progress in Materials Science*[J], 2014, 60: 130
- [5] 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

- [6] Martin Detroisa, Rlgchst J R. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 627(11): 95
- [7] Biroasca S. *Proceedings of the IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* [C]. UK: Universities and Research Institutions in United Kingdom, 2015
- [8] Tan L, Huang Z, Liu F *et al. Materials & Design*[J], 2017, 131(5): 60
- [9] Yu Q Y, Yao Z H, Dong J X. *Materials Characterization*[J], 2015, 107: 398
- [10] Detrois M, Antonov S, Tin S *et al. Materials Characterization*[J], 2019, 157(109): 915
- [11] Ning Y, Yao Z, Guo H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(26): 6794
- [12] Liu Y, Yao Z, Ning Y *et al. Journal of Alloys and Compounds* [J], 2017, 691: 554
- [13] Laidler Keith J. *Journal of Chemical Education*[J], 1984, 61(6): 494
- [14] Weertman J. *Journal of Applied Physics*[J], 1986, 60(6): 1877
- [15] Liu Y, Ning Y, Yao Z *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 675: 73
- [16] Wu K, Liu G, Hu B *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(13-14): 4620
- [17] Roberts W, Boden H, Ahlblom B. *Metal Science*[J], 1979, 13(3-4): 195
- [18] Allain-Binasso N, Wagner F, Berbenni S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 548: 56
- [19] Chen Shaokai(陈绍楷), Li Qingyu(李晴宇), Miao Zhuang(苗壮) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(3): 500
- [20] Humphreys F J. *Journal of Materials Science*[J], 2001, 36(16): 3833
- [21] Hao Z, Tian T, Li X *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 804: 140 775
- [22] Hou J, Dong J X, Yao Z H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 724: 17

Thermal Deformation Behavior of Novel Ni-Based PM Superalloy Under Different Initial Conditions

Yang Jinlong^{1,2,3}, Ma Xiangdong², Li Yuan², Xiao Lei², Guo Jianzheng^{1,2}

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

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

(3. Shenzhen-Shantou Special Cooperation Zone Wedge Precision Technology Co., Ltd, Shenzhen 518000, China)

Abstract: The microstructure, thermal deformation behavior and microstructure evolution during the thermal deformation of novel Ni-based powder metallurgy (PM) superalloy under different initial conditions (1150 °C hot isostatic pressing, 1150 °C hot isostatic pressing + 1150 °C hot extrusion, 1150 °C hot isostatic pressing + 1130 °C hot extrusion) were investigated by scanning electron microscope (SEM), optical microscope (OM), Gleeble thermal compression testing machine, and electron backscatter diffractive (EBSD). The results show that the previous particle boundaries (PPBs) and coarse γ' still remain in the HIP samples and the PPBs disappear in the 1130 and 1150 °C hot extrusion samples, which are equiaxed grains. During the thermal deformation process, the work hardening-recrystallization softening phenomenon is observed in these three samples under different conditions. The thermal deformation activation energies of peak stress are 861, 858 and 489 kJ/mol, respectively. The deformation temperature has an obvious effect on the deformation microstructure of the samples. The abnormal grain growth appears in both the hot isostatic pressing and hot isostatic pressing + 1130 °C hot extruded samples under the condition of 1150 °C, 0.001 s⁻¹. Compared with the other two conditions, the sample of 1150 °C hot isostatic pressing + 1130 °C hot extrusion shows the best deformation behavior.

Key words: Ni-Based PM superalloy; microstructure; thermal deformation behavior

Corresponding author: Guo Jianzheng, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, P. R. China, Tel: 0086-755-22091199-8020, E-mail: guo_jianzheng@qq.com