

强韧 GH4169 合金薄型锤锻件 累积形变再结晶和性能

安 大 锻 造 厂 钟天纺
北京航空材料研究所 张荣武

本文阐述了薄型锤锻件在热变形过程中动态再结晶的特点。以空位浓度及其扩散计算了不同温度下动态再结晶形核长大所需的原子扩散必要时间。对直接时效 DA 状态和经固溶+时效 NT 状态下的组织和持久缺口敏感性对应关系的研究表明, 获得均匀组织和细小颗粒状的 δ 相能显著地改善持久缺口敏感性。

Recrystallization and Performance of Accumulated Deformation of Toughened GH4169 Thin Forgings Hammered

Zhong Tianfang
(Anda Forging Plant)
Zhang Rongwu
(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

The paper has reported that the behaviours of kenetic recrystallization in thin forgings hammered. The necessary times of atoms diffusion for kenetic recrystallization nucleation and growth have been calculated on the bases of vacancy consistence and their diffusion. The investigation for the corresponding relationship of the microstructure and notch stress-rupture tendency under the conditions of direct age DA and solid solution plus age NT shows that the notch stress-rupture tendency can be improved significantly by obtaining the homogeneous microstructures and morphology of fine grain δ phase.

绪 言

材, 化学成分示于表 1。

强韧化 GH4169 合金直接时效状态 (DA) 制件具有高强度高韧的特点。650℃ 高温拉伸强度 σ_b 和屈服强度 $\sigma_{0.2}$ 分别达到 1230MPa 和 1090MPa, 相应为 GH33A 合金制件的 1.16 和 1.62 倍, 且其组织均匀细小、疲劳性能优良, 因而用于制造航空发动机热端高负荷零部件, 既可提高安全性, 又可减轻发动机重量, 从而提高推重比。国外在先进发动机设计制造中大量采用了薄型重量轻刚性好的压气机盘和涡轮盘等零部件。

为研制出薄型优质锻件, 采用了强韧化的技术途径, 所谓强韧化就是通过材料和工艺手段改善组织, 提高合金制件抗疲劳损伤、裂纹萌生及扩展的抗力, 以保证发动机的使用安全性和寿命。本研究的目的是探讨薄型锻件累积形变动态再结晶规律, 为制订强韧细化锻件的热变热处理工艺奠定基础。

一、试料及试验方法

试验用料为真空感应+真空自耗冶炼, 浇注成 $\phi 423\text{mm}$ 锭, 经均匀化开坯锻制成 $\phi 223\text{mm} \times 490\text{mm}$ 棒材料工程

表 1 试验用料的化学成分 (%)

元素	Mn	Cr	Ni	Cu	Ti	Al	Co
含量	<0.1	19.10	余量	<0.05	0.96	0.64	<0.002
元素	Fe	C	S	P	B	Pb	Bi
含量	16.30	0.034	0.003	0.003	<0.0030	<0.001	<0.0001
元素	Ag	Sn	Nb	Si	Mg	Mo	
含量	0.0005	0.0025	5.22	0.03	0.05	2.96	

采用 3t 自由锻锤进行棒材改锻, 在坯料上喷涂 FR35 润滑剂后用不锈钢板包套锻饼, 工艺过程示于表 2 和表 3。将圆饼试料进行直接时效 (DA) 或固溶时效 (NT) 热处理。即 DA: 锻后 $720^{\circ}\text{C} \times 8\text{h} \xrightarrow[50^{\circ}\text{C/h}]{\text{缓冷}} 620^{\circ}\text{C} \times 8\text{h}$, 空冷; NT: 锻后 $955^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$, 空冷固溶, 然后 $720^{\circ}\text{C} \times 8\text{h} \xrightarrow[50^{\circ}\text{C/h}]{\text{缓冷}} 620^{\circ}\text{C} \times 8\text{h}$, 空冷。

对两种热处理制度的圆饼开展了拉伸和持久性能的试验研究; 采用光学金相法研究了合金锻件的低倍和高倍组织, 并进行了持久断口的分析。

表 2 棒材改锻工艺参数

火次	锻前规格 mm	加热温度 ℃	始锻温度 ℃	终锻温度 ℃	锻后规格 mm
1	φ223×235	1040	1020	900	160×160
2	160×160	1040	1010	900	138×138
3	138×138	1000	960	900	φ138
4	φ138	1000	980	900	φ130
	φ138	1000	970		φ133

表 3 微饼工艺参数

饼号	火次	加热温度 ℃	转移时间 s	锻造时间 s	锤击次数 n	终锻温度 ℃	微饼高度 mm	有效锤数 n ₀	单锤变形量 %	变形量 %	有效锻造时间 s	单锤间隔 s
I	1	1020	23	75	26	940	60	23	2.8	72	65	2.9
	2	980	35	60	32	920	44	16	0.8	27	30	1.9
II	1	1020	23		22	940	62	19	3.1	69		
	2	1000	25	120	47	920	32	29	1.0	48	75	2.6

二、试验结果

1. 低倍组织

圆饼的低倍组织示于图 1。除 I 号饼上表面中心部位显现粗晶区外,其余均为玻璃状组织,无肉眼可见粗晶。

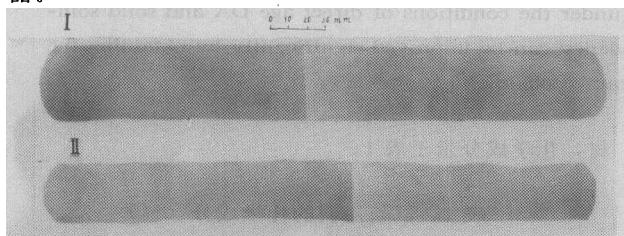


图 1 I 号和 II 号圆饼的低倍组织

2. 高倍组织

I 号和 II 号饼的晶粒度和 δ 相组织示于图 2 和图 3。DA 状态的晶粒度为 ASTM6~7.5 级,心部粗于圆饼边缘。在 DA 状态下, I 号饼较均匀,而 II 号饼呈现混晶组织。经固溶处理后,组织变化有两个明显的特点,其一是经固溶后两个圆饼的 δ 相数量增多,形态上也发生粗化;其二是 II 号饼的晶粒发生细化,达到 ASTM10~9 级。

3. 拉伸和持久性能

圆饼经 DA 和 NT 热处理后的拉伸和持久性能分别示于图 4 和表 4。由试验结果看出,直接时效 DA 状态的拉伸强度,尤其是屈服强度明显优于固溶处理 NT 状态的强度特性。DA 状态的室温拉伸塑性低于 NT 状态,而 650℃时 DA 状态的拉伸塑性稍好于 NT 状态。持久寿命和塑性,在 DA 状态达到 60h~90h 和 8%~18%。

表 4 圆饼的持久性能

饼号	热处理状态	光滑持久			缺口持久		
		σ MPa	t h	δ ₅ %	σ MPa	t h	δ ₅ %
I	NT	700	59h45min	10	700	60h10min	2
		700	89h25min	10.8	700	56h5min	2
	DA	700	66h50min	8.8	700	81h50min	5
		700	80h35min	18	700	105h40min	8
II	NT	700	64h40min	11.2	700	98h10min	7
		700	63h20min	14.8	700	65h15min	3
	DA	700	80h15min	10	700	59h30min	2
		700	81h25min	8.4	700	73h35min	4

注:加载次数:48h 后每隔 8h 增加应力 34MPa 的次数。

三、讨 论

示于图 2 和图 3 中的 I 号和 II 号饼的厚度分别为 44mm 和 32mm,在 DA 状态下,无论是在轮缘、1/2R 还是中心部位,均存在着许多沿金属变形方向拉长的晶粒,如图 2 中 a、b、c 和图 3 中 a、b、c 所示。而经过 960℃×1h,空冷固溶处理后,发生示于图 2 中 d、e、f 和图 3 中 d、e、f 的晶粒多边形化,通过再结晶,拉长晶粒变成等轴晶。

图 3 示出 II 号饼经 960℃×1h 静态加热后发生再结晶形核及晶粒细化的现象,结果示于图 5。I 号饼 DA 状态的晶粒细于 NT 状态,而与 II 号饼相反,形成这样结果是由锤锻薄型锻件的实际工艺过程决定的,即 II 号饼较 I 号饼薄,厚度仅为 I 号饼的 72%,其锻造变形时间为 I 号饼的 2 倍,加之散热快,虽经 48%的大变形在金属

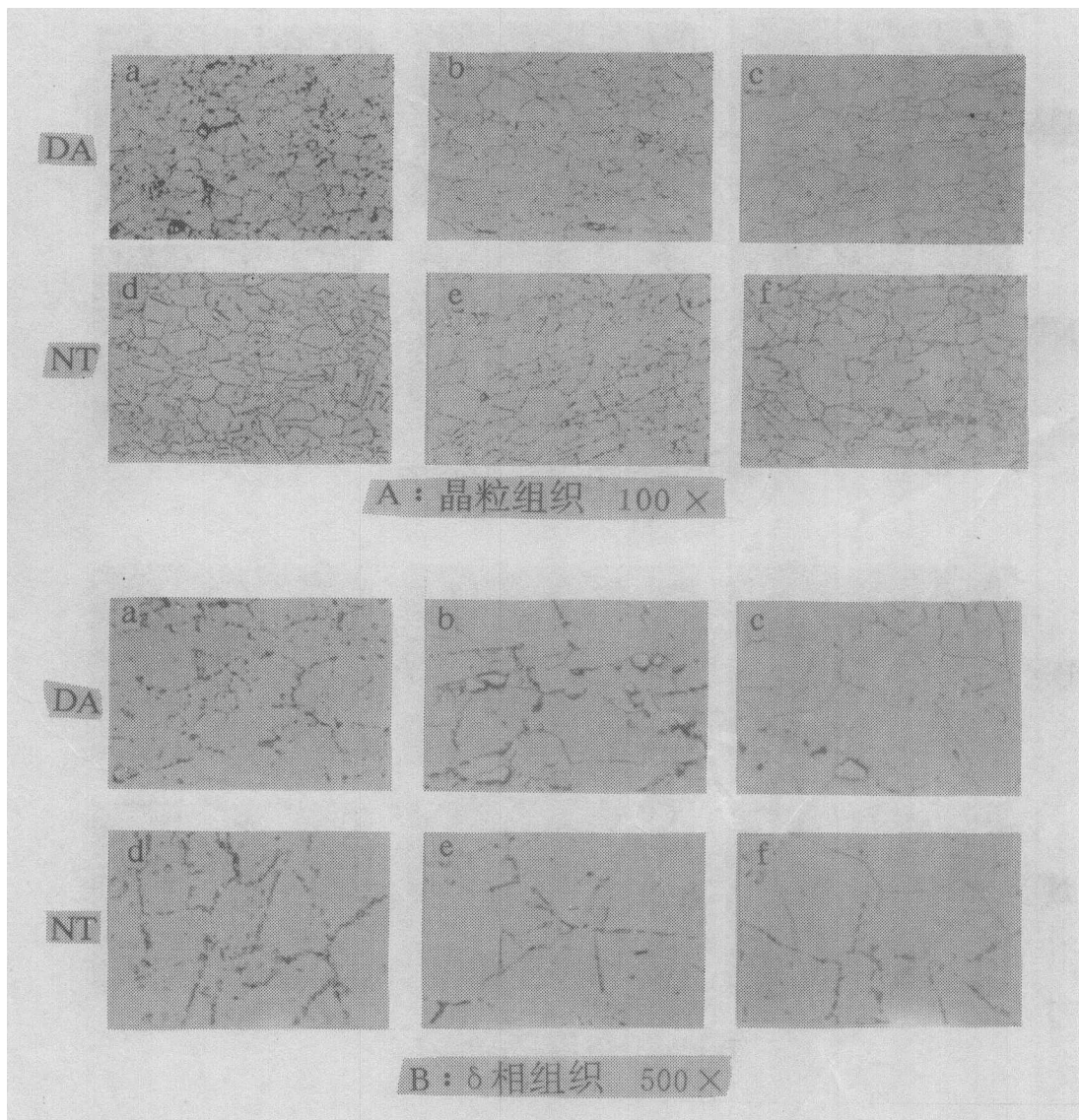


图2 1号饼的晶粒度和 δ 相组织

内储存大量的应变能,但由于再结晶时间不充分,形成处于较大应变能状态的拉长未完全再结晶的混晶组织,而在960℃下经1小时充分进行静态再结晶后,形成大量再结晶核心,在饼缘和1/2R处晶粒分别细化至ASTM9.5和ASTM8级。同时也清楚地表明第二火次锻造以每锤0.8%~1.0%的小变形将形变量和应变能累积起来,在适宜温度下发生再结晶,这是锤锻变形和再结晶的基本规律^[1]。

为了获得DA状态下均匀细小的晶粒组织,除必须累积形变应变能外,还要控制再结晶温度下的再结晶时间。动态再结晶是形核长大的过程,而在50s⁻¹高速变形条件下进行再结晶主要是依靠原子的扩散。本研究认为,主要扩散形式是空位扩散运动,因为只有空位的扩散阻力小、速度快,才有可能完成高速变形条件下的动态再结晶。空位浓度由公式

$$C_v = \exp\left(\frac{-\Delta E_v + \Delta S_v}{RT}\right) \quad (1)^{[2]}$$

决定,其中T是绝对温度,K为气体常数,由于高温下累积形变能量不断增加,为空位形成能 ΔE_v 提供能源,同时原子振动熵值 ΔS_v 也明显增大,因而空位浓度 C_v 值增大。由空位机制导出扩散系数公式

$$D = D_0 e^{(-\Delta E_v + \Delta E)/RT} = D_0 e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (2)^{[2]}$$

其中 ΔE_v 和 ΔE 分别为空位形成能和原子跃迁激活能, D_0 为常数,取 $D_0 = 4.4 \times 10^{-5} \text{m}^2/\text{s}$,Q为扩散激活能,取 $Q = 283 \times 10^3 \text{J/mol}$,由菲克第二定律

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial t} \right) \text{ 微分方程的解为:}$$

$$C = \frac{C_1 + C_2}{2} - \frac{C_2 - C_1}{2} \operatorname{erf} \left(\frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (3)^{[2]}$$

其中 $\operatorname{erf} \left(\frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right)$ 为高斯误差积分,D为扩散系数,X为

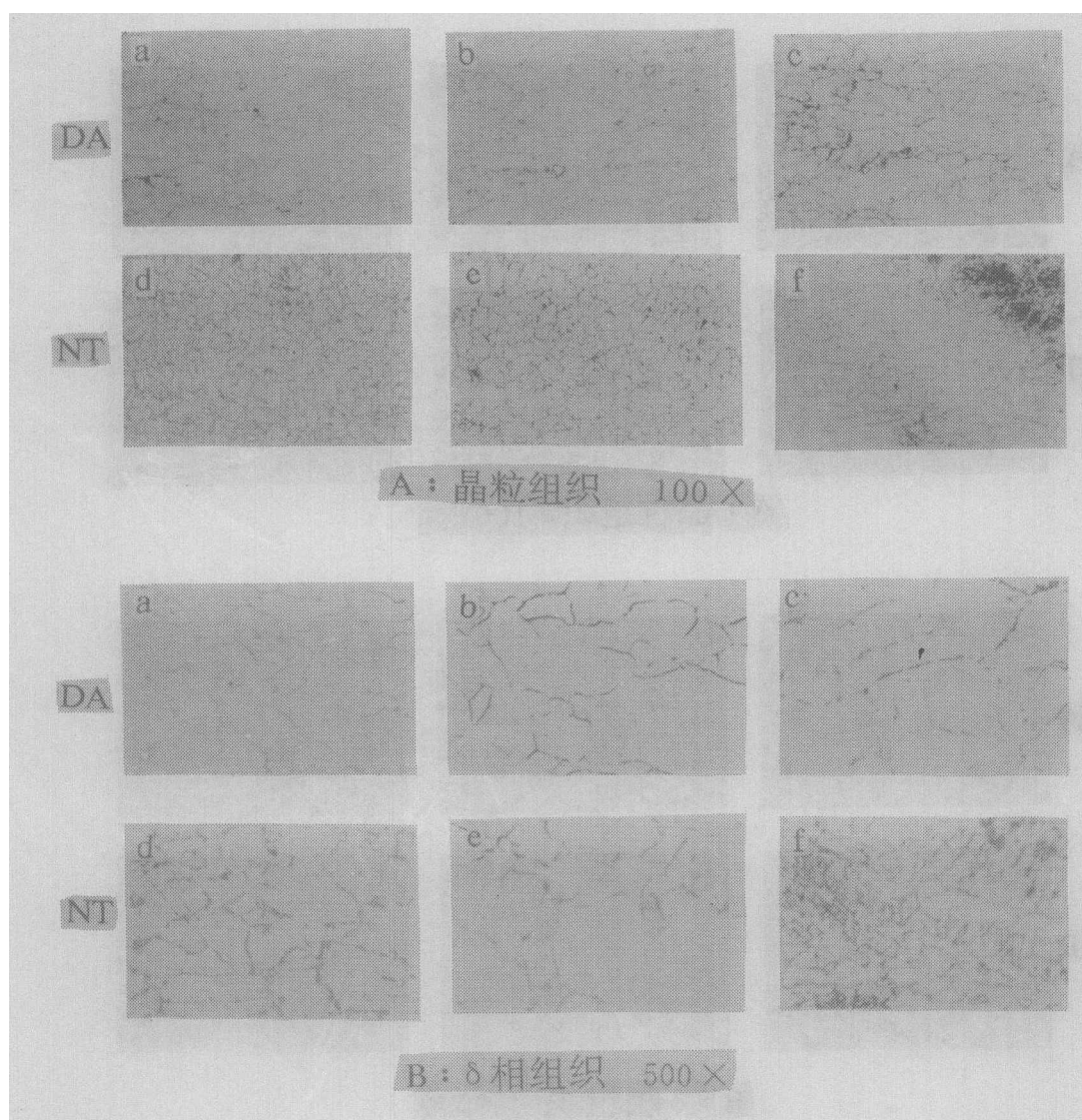


图3 I号饼的晶粒度和 δ 相组织

扩散距离, X 值设为一晶粒直径范围, C_1 和 C_2 为一晶粒内不同部位的扩散溶质原子的浓度。

由于溶质原子的扩散相当于空位的移动, 因而在本研究中以空位浓度 C_v 代替公式(3)中的溶质浓度 C ; 由于再结晶核心和晶粒是金属原子重新有规律的周期性的排列成尺寸为一晶粒大小的金属晶体, 因此可假定, 形成再结晶核心及其晶粒时, 其中的空位浓度趋近零, 当然在热动态平衡下空位浓度 C_v 绝对值不等于零, 而是一数值很小的动态平衡值。

锤锻热变形过程中不断形成空位浓度 C_v , 如图6所示, $X_1 X_2$ 相当于晶粒直径, 设 $X=0$ 处为再结晶核心位置, 且 $C_v \cong 0$, 即 $\lim_{X \rightarrow 0} C_v = 0$, 由公式(3)导出:

$$C_v = \frac{C_{v1} + C_{v2}}{2} + \frac{C_{v2} - C_{v1}}{2} \operatorname{erf} \left(\frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (4)$$

代入 $C_{v1} = 0$, 则

$$\frac{2C_v (X \cdot t)}{C_{v2}} = 1 - \operatorname{erf} \left(\frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (5)$$

随热变形量增大, C_v 和 $\frac{\partial C_v}{\partial t}$ 值随之增大, 当 C_{v1} 趋近于零, C_v/C_{v2} 趋近于定值时就形成再结晶核心和再结晶晶粒, 这是动态再结晶形核长大的物理冶金过程。此时, 形成直径为 X 的再结晶晶粒所需的必要扩散时间为

$$t = K \frac{X^2}{D} \quad (6)$$

由本试验结果求出比例常数 $K = 1.399 \times 10^5$ 。定义锻件在 $1020^\circ\text{C} \sim 950^\circ\text{C}$ 形变所经历的时间为有效再结晶时间, 根据试验结果计算出的完成动态再结晶所需要的时间列于表5。它表明在 $980^\circ\text{C} \sim 950^\circ\text{C}$ 下变形的有效再结晶时间, 即扩散时间不得少于约30秒。在表6中列出了I号和II号饼的热变形成动态再结晶形成不同晶粒度级别所需的扩散时间。由表6可以看出, 组织越细化, 扩散距离和扩散时间越短。

I号饼第二火变形量小, 只有27%, 而且饼较厚散热慢, 累积形变能小, 因而获得DA状态下较均匀的6.5~7级的具有沿金属流动方向拉长倾向的晶粒组织。而

经 NT 固溶处理后, 晶粒度无变化, 拉长倾向未改善, 这表明累积变形量过小所形成的拉长晶粒组织经锻后热处理是无法校正的。

对于薄型散热冷却较快的 II 号饼来说, 在 $960^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$ 温度间隔中的平均变形时间仅为 15s, 远小于 28s 的有效再结晶时间, 而且处于再结晶温度范围以下的 $950^{\circ}\text{C} \sim 920^{\circ}\text{C}$ 间的平均变形量为 18%, 这部分变形量是无法进行再结晶的。因此 DA 状态存在着大部分未完全再结晶的拉长大晶粒和已再结晶的细小晶粒的混晶组织。值得指出的是, II 号饼较大的累积形变在随后的静态 960°C 下保温 1h 后, 由拉长大晶粒明显的混晶组织变为均匀 10 级的晶粒组织, 这清楚地说明, 再结晶时间不足是造成混晶的主要原因。

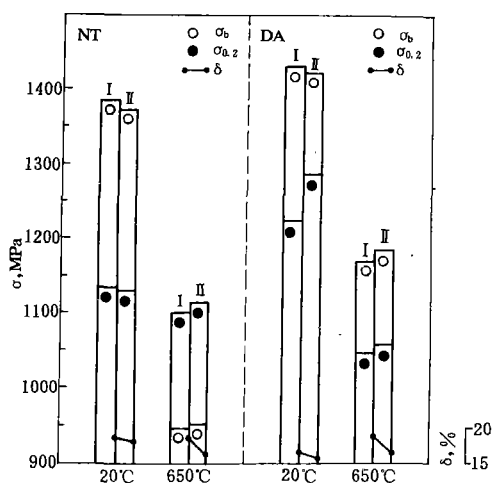


图 4 圆饼的拉伸性能

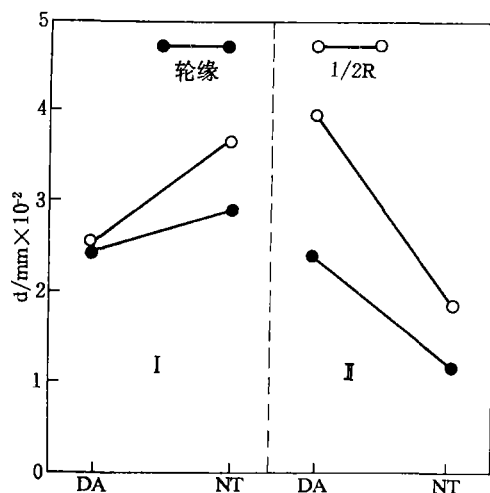


图 5 I 号和 II 号饼经 DA 和 NT 热处理后晶粒尺寸的变化

综合上述, 不难看出, 累积变形能、温度和在再结晶温度范围内的原子扩散 (空位运动) 时间是完成动态再结晶的三要素。累积变形能和温度是再结晶热力学条件, 有效扩散时间是动态再结晶的动力学条件。满足上述热力学和动力学条件才能获得均匀细小的组织, 而必要的原子扩散时间对锤锻形变再结晶来说是更值得注意的工艺条件。

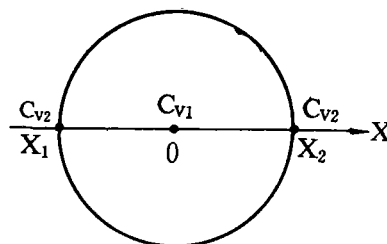


图 6 热变形过程中一晶粒范围内空位浓度示意图

对强韧均匀细晶形变强化合金制件来说, 在热变形冶金上可分为两个过程: 第一是累积变形能用于组织的均匀细晶化; 第二是在等于或低于动态再结晶温度范围的下限温度区间内, 如 $950^{\circ}\text{C} \sim 920^{\circ}\text{C}$ 的区晶内, 累积变形能用于形变强化。

由图 4 和表 4 可看出, 由于形变强化作用, DA 状态的室温高温拉伸强度、尤其是屈服强度明显地高于 NT 状态, 平均提高约 10%, 而室温塑性比 NT 状态低 15% ~ 20%, 高温塑性较 NT 状态高 4.7% ~ 7.5%。令人感兴趣的是, I 号和 II 号饼组织的差异与缺口持久敏感性的对应关系。由于 I 号饼 DA 状态的组织均匀, δ 相呈颗粒状, 缺口持久试样断裂时间大于光滑持久试样; 而经 NT 处理后, δ 相呈粗大链状, 出现缺口敏感性, 其组织如图 2 NT 状态 e、d、f 所示。

表 5 有效再结晶时间

饼号	有效再结晶温度 °C	扩散时间 s
I	980	29.3
	970	30.0
	960	30.7
	950	31.4
	均值 965	30.0
II	1000	26.5
	990	27.1
	980	27.7
	970	28.3
	960	29.0
	950	29.6
	均值 975	28.0

Ⅱ号饼在DA状态下呈图3所示的粗细晶混晶组织,由于第二火锻造加热温度较高, δ 相数量较少,与其相对应出现缺口持久敏感性,而在高温固溶处理的NT状态,呈图3 NT状态a和b所示的均匀细小再结晶组织,颗粒状 δ 相沿晶分布,未出现缺口持久敏感性。

由上述可看出,组织的均匀性和 δ 相沿晶良好的分布是影响缺口持久敏感性的重要因素。

另外应指出的是,提高合金成分的均匀性是十分重要的,如图2f所示的组织是原始试验棒料心部Nb偏析造成的 δ 相偏析组织,这样的组织会严重地影响合金制件的力学性能。因此,在保证合金料质量的条件下,为获得性能优良的薄型锤锻件,除保证大变形量外,应使合金在适宜温度下,如 $1010^{\circ}\text{C}\sim 960^{\circ}\text{C}$,保证动态再结晶

完成所必要的原子扩散时间以及锻后缓冷是必要的。

四、结 论

1. 薄型锤锻件组织的均匀细晶强韧化要素如下:

①形变温度控制在 $960^{\circ}\text{C}\sim 1010^{\circ}\text{C}$ 再结晶温度范围内;

②累积多量的形变能保证动态再结晶大量形核所需的功;

③保证动态再结晶形核和长大的原子扩散的必要时间,对应于GB10级晶粒度的单锤变形间隔的扩散必要时间约为6s。

2. 提高组织均匀性并使 δ 相呈颗粒状分布于晶界和晶内有利于改善缺口持久敏感性。

表6 形成不同尺寸再结晶晶粒的必要扩散时间

温度 ℃	扩散系数 D $\times 10^{-6}\text{m}^2/\text{s}$	扩散距离 X $\times 10^{-3}\text{m}$	再结晶 扩散时 间 s	再结晶 晶粒度 GB6394 No	温度 ℃	扩散系数 D $\times 10^{-6}\text{m}^2/\text{s}$	扩散距离 X $\times 10^{-3}\text{m}$	再结晶 扩散时 间 s	再结晶 晶粒度 GB6394 No	温度 ℃	扩散系数 D $\times 10^{-6}\text{m}^2/\text{s}$	扩散距离 X $\times 10^{-3}\text{m}$	再结晶 扩散 时间 s	再结晶 晶粒度 GB6394 No
1030	3.228	0.0247	26.4	7.5~8	1000	3.036	0.0247	28.1	7.5~8	970	2.846	0.0247	30.0	7.5~8
		0.0240	25.0	8			0.0240	26.5	8			0.0240	28.3	8
		0.0118	6.0	10			0.0118	6.4	10			0.0118	6.8	10
		0.0089	3.4	11			0.0089	3.7	11			0.0089	3.9	11
		0.0063	1.7	12			0.0063	1.8	12			0.0063	2.0	12
1020	3.164	0.0247	27.0	7.5~8	990	2.972	0.0247	28.7	7.5~8	960	2.783	0.0247	30.7	7.5~8
		0.0240	25.5	8			0.0240	27.1	8			0.0240	29.0	8
		0.0118	6.2	10			0.0118	6.6	10			0.0118	7.0	10
		0.0089	3.5	11			0.0089	3.7	11			0.0089	4.0	11
		0.0063	1.8	12			0.0063	1.9	12			0.0063	2.0	12
1010	3.100	0.0247	27.5	7.5~8	980	2.909	0.0247	29.3	7.5~8	950	2.721	0.0247	31.4	7.5~8
		0.0240	26.0	8			0.0240	27.7	8			0.0240	29.6	8
		0.0118	6.3	10			0.0118	6.7	10			0.0118	7.2	10
		0.0089	3.6	11			0.0089	3.8	11			0.0089	4.1	11
		0.0063	1.8	12			0.0063	1.9	12			0.0063	2.1	12

参考文献

1. 张荣武、张恒毕、张淑兰等,《材料工程》,1991.5
2. 上海交通大学,金属学原理,P191~200

全国胶粘剂标准化技术委员会成立 暨标准审查会议在穗举行

全国胶粘剂标准化技术委员会于1991年12月下旬在广州召开,参加会议的有32个单位45名代表,其中委员及委员代表22人。

会上国家技术监督局裘庆军宣读了关于批复成立《全国胶粘剂标准化技术委员会》的函件,并向有关人员颁发了聘书。化工部科技司吴锦容、郑文国讲了话,主

任委员杨善德作了第二届全国胶粘剂标准化技术审查委员会工作报告,郭秀添代表化工部胶粘剂标准化技术归口单位,汇报了全国胶粘剂标准化技术委员会组建情况,代表编制小组介绍了《胶粘剂标准体系表》编制情况。

会议期间,标准起草小组分别介绍了《胶粘剂pH值测定方法》、《绝缘胶粘带耐电压试验方法》等七项标准草案送审稿的编制情况。

会议通过了《全国胶粘剂标准化技术委员会章程》,通过了上述七项中的六项标准草案送审稿和胶粘剂专业标准体系表。

与会代表就第二届全国胶粘剂标准化技术审查委员会的工作报告进行了讨论。

(赵正平)