

热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末 高温合金热加工行为

Hot working behavior of hot-extruded Ni-Co-Cr-based powder metallurgy superalloy

李慧中¹, 杨 雷¹, 王 岩², 谭 钢¹, 黄征钦², 刘敏学³

(1 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;

2 中南大学 航空航天学院, 长沙 410083;

3 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

LI Hui-zhong¹, YANG Lei¹, WANG Yan², TAN Gang¹,

HUANG Zheng-qin², LIU Min-xue³

(1 School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China; 2 School of Aeronautics and Astronautics, Central South University, Changsha 410083, China; 3 State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

摘要: 利用 Gleeble-3500D 型热模拟实验机进行等温压缩实验, 系统研究一种新型热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金在变形温度为 1020~1110 ℃、应变速率为 $10^{-3} \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 条件下的热压缩变形行为, 对获得的流变应力曲线进行摩擦修正, 利用摩擦修正后的数据分别建立合金的热压缩本构关系方程和考虑应变补偿的流变应力模型; 同时, 构建热加工图, 并结合显微组织分析, 优化合金的热变形工艺参数。结果表明: 合金在热压缩过程中发生了明显的动态再结晶现象, 流变应力随应变速率的降低或变形温度的升高而降低。利用所建立的考虑应变补偿的合金流变应力模型进行流变应力的预测, 其预测值与实验摩擦修正值吻合良好。根据构建的热加工图并结合微观组织分析, 提出了合金较合理的热加工参数: 变形温度约为 1076~1103 ℃、应变速率约为 $10^{-3} \sim 10^{-2.77} \text{ s}^{-1}$ 。

关键词: 镍基粉末高温合金; 热压缩变形; 本构方程; 应变补偿; 热加工图

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2019.000851

中图分类号: V256 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2020)09-0115-09

Abstract: Isothermal compression tests were carried out on a Gleeble-3500D thermal simulation machine. The hot compression deformation behavior of a new hot-extruded Ni-Co-Cr-based powder metallurgy(P/M) superalloy at the temperatures from 1020 ℃ to 1110 ℃ with the strain rates from 10^{-3} s^{-1} to 1 s^{-1} was systematically investigated. The flow stress curves were corrected by friction. Using the friction-corrected data, the constitutive equation for hot compression of the alloy and the flow stress model considering the strain compensation were established, respectively. At the same time, the hot processing map was built, and the hot deformation parameters of the alloy were optimized by combining with the analysis of the microstructure. The results show that apparently dynamic recrystallization occurs in the process of hot compression of the alloy, and the flow stress decreases with the decrease of strain rate or the increase of deformation temperature. The predicted values obtained from the developed flow stress model considering the strain compensation agree well with the experimentally friction-corrected data. According to the hot processing map and microstructural analysis, the reasonable hot working parameters of the alloy were suggested to be at the deformation temperatures of about 1076-1103 ℃ and the strain rates of about $10^{-3} \sim 10^{-2.77} \text{ s}^{-1}$.

Key words: nickel-based P/M superalloy; hot compression deformation; constitutive equation; strain compensation; hot processing map

粉末冶金高温合金(简称粉末高温合金)由于在高温和复杂环境下具有优异的屈服强度、蠕变持久强度、疲劳强度及抗裂纹扩展能力等综合力学性能,被广泛应用于航空发动机的核心关键热端部件^[1]。目前国外的粉末高温合金制备成型工艺主要是氩气雾化(argon atomization, AA)/等离子旋转电极雾化法(plasma rotating electrode process, PREP)制粉+热等静压(hot-isostatic pressing, HIP)+热挤压(hot extrusion, HEX)+等温锻造(isothermal forging, ITF)^[2-3]。我国在借鉴国外的制备工艺基础上,结合自身特点形成了两条主要的制备路线,即“AA/PREP+HIP+包套热锻造(canned forging, CF)+热处理”与“PREP+HIP”工艺。近些年来,镍基粉末高温合金已经成为国内外的一个研究热点^[4-9]。Tan 等^[4]研究了一种 HIP 态镍基粉末高温合金的热加工行为,对实验获得的应力-应变曲线进行了修正并构建了热加工图。Wu 等^[5]研究了加工参数对一种 HIP 态 Ni-Cr-Co 基粉末高温合金的热压缩变形行为的影响,发现合金的热变形激活能随着应变量的增加而减少,同时利用构建的热加工图优化了合金的热加工工艺。Nie 等^[6]研究了固溶和时效态 FGH96 高温合金的热变形行为,分别建立了本构方程、热加工图和 DRX 动力学模型。研究表明, Z 参数对合金的动态再结晶晶粒尺寸有显著的影响。刘建涛等^[7]研究了 HIP 态 FGH96 合金在热压缩变形过程中的动态再结晶行为。发现合金的 DRX 晶粒大小与应变速率密切相关,DRX 平均晶粒尺寸与 Z 参数之间存在一定的线性关系;同时还构建了以 Z 参数表达的动态再结晶状态图。目前,有关 HEX 态镍基粉末高温合金热压缩行为的研究报道较少。HEX 作为镍基粉末高温合金的重要备选成形工序之一,有望改善合金后续的等温锻造成形能力,提高合金的塑性从而获得高质量的锻坯。王超渊等^[8]研究了一种 HEX 态镍基粉末高温合金的热压缩变形行

为,建立了该合金峰值应力的双曲正弦模型,获得了变形激活能,并对该合金的组织特征进行了分析,确定了合理的热变形工艺窗口。杨川等^[9]研究了 HEX 态 FGH96 的热压缩变形行为,结合热加工图和显微组织观察分析了合金的开裂行为,并利用有限元方法模拟了合金的热压缩变形过程。

本工作选用一种新型 HEX 态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金作为研究对象,该合金与第二代镍基粉末高温合金 FGH96^[6]相比,增加了 Co,Al 的含量,同时降低了 Cr 的含量。结合热模拟实验方法,系统研究了该粉末高温合金在变形温度为 1020~1110 ℃、应变速率为 $10^{-3} \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 范围内的热压缩变形行为,利用摩擦修正后的应力数据分别建立了合金的本构关系方程;同时,构建了热加工图,并结合微观组织分析结果初步优化了合金的热加工工艺参数,以期 HEX 态合金变形工艺的有限元模拟及其复杂锻件的生产实践提供依据和指导。

1 实验

实验所用材料为新型热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金,其化学成分见表 1。图 1 为实验用 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金的显微组织。由图 1(a)金相组织可见,晶粒大多呈现等轴晶形貌,定量统计结果显示其平均晶粒尺寸约为 10.9 μm 。合金中的大部分粉末原始颗粒边界(prior particle boundary, PPB)已基本被破碎和消除,但在少部分晶界处仍存在残留的 PPB。

表 1 实验用 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金的化学成分(质量分数/%)

Table 1 Nominal compositions of the experimentally Ni-Co-Cr-based P/M superalloy(mass fraction/%)

Co	Cr	Ti	W	Mo	Al	Nb	Hf	C	B	Zr	Ni
26	13	3.7	4	4	3.2	0.95	0.2	0.05	0.025	0.05	Bal

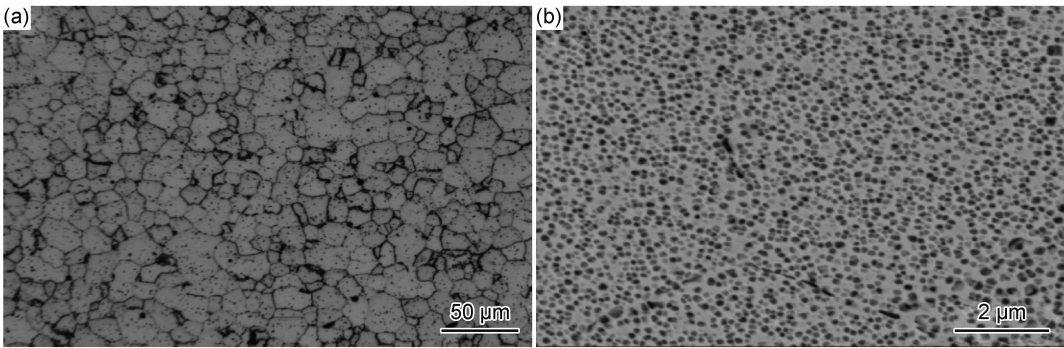


图 1 实验用 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金的显微组织 (a)金相组织;(b) γ' 相 SEM 图

Fig. 1 Microstructures of the experimentally Ni-Co-Cr-based P/M superalloy

(a)optical microstructure;(b)SEM image of γ' phase

图 1(b)为热挤压态合金中 γ' 相的分布情况。可见, γ' 相分布均匀, 形态基本为近球形。利用 Photoshop 软件将 γ' 相逐个区分开, 将分开的图导入 Image Pro Plus 软件, 即获得 γ' 相的尺寸与体积分数。每种状态试样至少选择 5 张不同位置的照片, 取其平均值。经定量分析, 平均尺寸约为 176.96 nm, 体积分数约为 50.75%。

材料经机加工制成 $\phi 8\text{ mm}\times 12\text{ mm}$ 的圆柱体试样, 在 Gleeble-3500D 型热模拟实验机上进行等温压缩实验, 在试样两端粘贴石墨片并使用润滑剂, 以减少摩擦对实验应力状态的影响。热压缩实验温度为 1020~1110 $^{\circ}\text{C}$, 应变速率分别为 0.001~1 s^{-1} , 最大真应变为 0.7, 升温速率为 10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$, 保温 2 min。

采用线切割方法将压缩前后的试样沿轴向剖开, 经不同目数的砂纸打磨、机械抛光后, 分别利用 REICHERTMe F3A 型光学显微镜和 FEI Quanta650

型扫描电镜 (SEM) 对试样进行显微组织分析, 并通过 Image-Pro Plus 软件分别对晶粒尺寸和 γ' 相定量统计。

2 结果与分析

2.1 真应力-真应变曲线及其摩擦修正

图 2 为热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金摩擦修正前后的真应力-真应变曲线。可见, 合金试样在变形初期受到加工硬化的影响, 其真应力值迅速增加到最大值, 称为峰值应力。之后由于动态再结晶的发生, 动态软化作用有所增强, 真应力-真应变曲线逐渐趋于平稳。还可以看出, 在相同的变形温度下, 随着应变速率的升高, 合金的真应力有所增加; 而在相同的应变速率下, 随着温度的升高, 合金的真应力有所减小。以上规律与文献[4-6, 10]报道的镍基高温合金的热压缩变形流变应力变化规律一致。

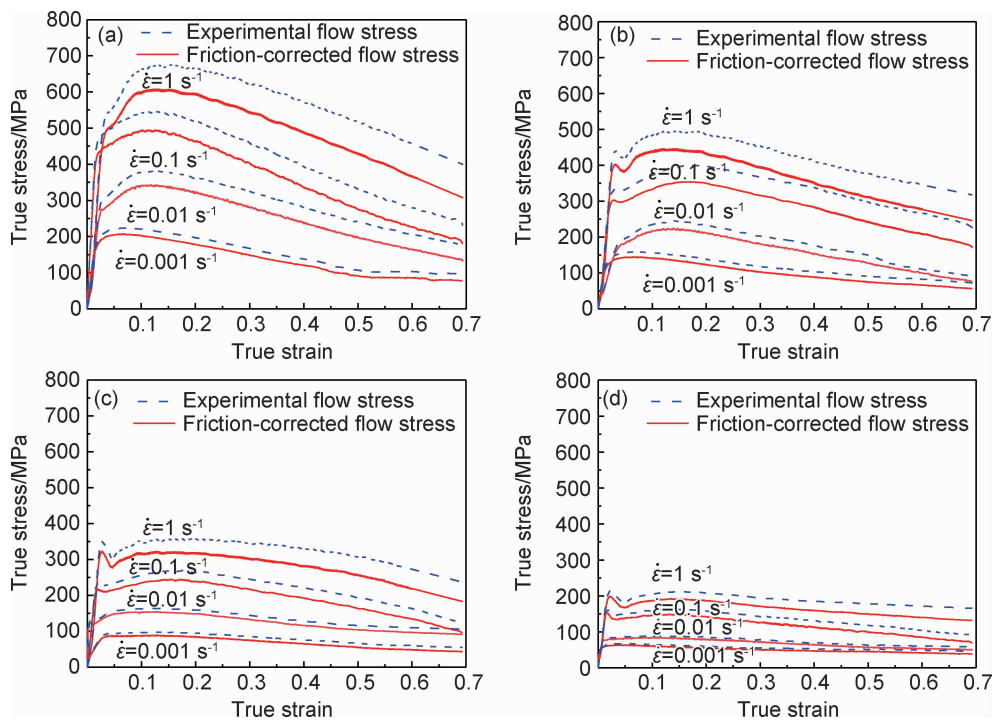


图 2 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金摩擦修正前后的真应力-真应变曲线
(a)1020 $^{\circ}\text{C}$; (b)1050 $^{\circ}\text{C}$; (c)1080 $^{\circ}\text{C}$; (d)1110 $^{\circ}\text{C}$
Fig. 2 True stress-strain curves of the hot-extruded Ni-Co-Cr-based P/M superalloy before and after friction correction
(a)1020 $^{\circ}\text{C}$; (b)1050 $^{\circ}\text{C}$; (c)1080 $^{\circ}\text{C}$; (d)1110 $^{\circ}\text{C}$

尽管使用润滑剂和石墨片可以减小在热压缩变形过程中试样与压头之间的摩擦, 但是随着温度的升高和变形量的增加摩擦无法避免, 本工作利用 Ebrahimi 等^[11]提出的修正模型, 对热挤压态合金的真应力-真应变曲线进行了摩擦修正, 其修正公式如式(1)所示。

$$\frac{\sigma_{ave}}{\sigma_0} = 8b \frac{R}{H} \left\{ \left[\frac{1}{12} + \left(\frac{H}{R} \right)^2 \frac{1}{b^2} \right]^{\frac{3}{2}} - \left(\frac{H}{R} \right)^3 \frac{1}{b^3} - \frac{m}{24\sqrt{3}} \frac{e^{-\frac{b}{2}}}{e^{-\frac{b}{2}} - 1} \right\} \quad (1)$$

式中: σ_{ave} 为实验所测应力值(未修正的真应力); σ_0 为修正后的真应力值; R 为瞬时半径; H 为瞬时高度, 其

中 $R = R_0 \sqrt{H_0/H}$, R_0 和 H_0 分别为试样的原始半径和原始高度; b 为圆度系数, $b = 4 \frac{(R_M - R_T)H}{R \Delta(H_0 - H)}$, 其中 R_M 为最大鼓度半径, R_T 为变形后试样顶部半径, $R_T = \sqrt{\frac{3H_0 R_0^2}{H} - 2R_M^2}$; m 为摩擦因子, $m = \frac{(R/H)b}{(4/\sqrt{3}) - (2b/3\sqrt{3})}$ 。

摩擦修正基本未改变合金变形曲线的形状以及峰值应变的位置,且修正后的曲线基本位于实测曲线的下方,这是由于摩擦力限制了接触面合金的径向流动,改变了试样单向应力状态,从而使得变形抗力增大,这与文献[4,10,12]报道的应力-应变曲线摩擦修正规律一致。

2.2 本构关系方程的建立

材料高温塑性变形过程是热激活控制的过程,此过程可以采用 Ebrahimi 等^[11]提出的本构方程来描述:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = F(\sigma) \tag{2}$$

式中: Z 是 Zener-Hollomon 参数; R 为摩尔气体常数,其值为 $8.314 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$; $\dot{\epsilon}$ 为应变速率; T 为变形温度, K ; Q 为热变形激活能; $F(\sigma)$ 为流变应力的函

数,按应力水平的不同可以分别用以下函数来表达^[13]:

低应力水平时 ($\alpha\sigma < 0.8$):
$$F(\sigma) = A_1 \sigma^n \tag{3}$$

高应力水平时 ($\alpha\sigma > 1.2$):
$$F(\sigma) = A_2 \exp(\beta\sigma) \tag{4}$$

所用应力水平时:
$$F(\sigma) = A[\sin(\alpha\sigma)]^n \tag{5}$$

式中: $A_1, A_2, A, n, \alpha, \beta$ 均为与温度无关的常数,其中 α, β 和 n 之间满足 $\alpha = \beta/n$; σ 为稳态或峰值应力。

假定一定温度下,热变形激活能 Q 为常数,联立式(2)和式(3),(4),(5),并分别取自然对数,可得^[12]:

$$\ln\sigma = \frac{\ln\dot{\epsilon}}{n_1} + \frac{Q}{RTn_1} - \frac{\ln A_1}{n_1} \tag{6}$$

$$\sigma = \frac{1}{\beta} \ln\dot{\epsilon} + \frac{Q}{RT\beta} - \frac{\ln A_2}{\beta} \tag{7}$$

$$\ln Z = \ln\dot{\epsilon} + \frac{Q}{RT} = \ln A + n \ln[\sinh(\alpha\sigma)] \tag{8}$$

对式(8)求偏微分,可得:

$$Q = R \left(\frac{\partial \ln\dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right)_T \left(\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right)_\epsilon \tag{9}$$

当温度一定时,将摩擦修正后的峰值应力数据分别代入式(6)和式(7),并进行线性回归分析,即可得到 $\sigma_p - \ln\dot{\epsilon}$ 和 $\ln\sigma_p - \ln\dot{\epsilon}$ 关系曲线(图3(a),(b)),进而得出

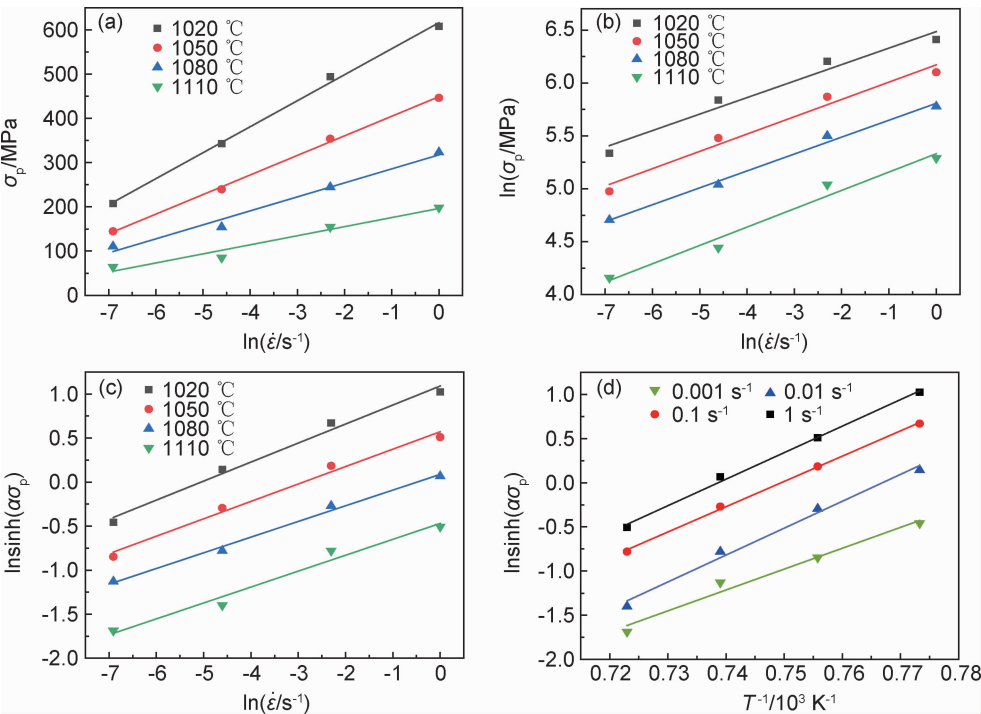


图 3 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金热压缩峰值应力与应变速率和变形温度的关系

(a) $\sigma_p - \ln\dot{\epsilon}$; (b) $\ln\sigma_p - \ln\dot{\epsilon}$; (c) $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \ln\dot{\epsilon}$; (d) $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - (1/T)$

Fig. 3 Relationship between peak stress and strain rate or deformation temperature for hot compression of the hot-extruded Ni-Co-Cr-based P/M superalloy

(a) $\sigma_p - \ln\dot{\epsilon}$; (b) $\ln\sigma_p - \ln\dot{\epsilon}$; (c) $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \ln\dot{\epsilon}$; (d) $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - (1/T)$

n_1, β 和 α 值。进一步绘制 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \ln\dot{\epsilon}$ 和 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - 1/T$ 关系曲线(图 3(c),(d)), 并进行线性回归。利用式(9)及回归分析结果, 通过计算机反复迭代, 即可获得热挤压态合金热压缩变形本构关系

$$\left\{ \begin{aligned} \sigma &= \frac{1}{0.0030824} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{9.8454 \times 10^{44}} \right)^{1/4.8709} + \left[\left(\frac{Z}{9.8454 \times 10^{44}} \right)^{1/4.8709} + 1 \right]^{1/2} \right\} \\ Z &= \dot{\epsilon} \exp(1175100/RT) \end{aligned} \right. \quad (10)$$

将变形参数和激活能 Q 值代入式(10), 求出 Z 值, 并绘制 $\ln[\sinh(\alpha\sigma_p)] - \ln Z$ 关系图, 如图 4 所示。可见, 两者之间存在明显的线性关系, 其线性相关系数为 0.989。这验证了所建立的双曲正弦型本构方程的准确性。

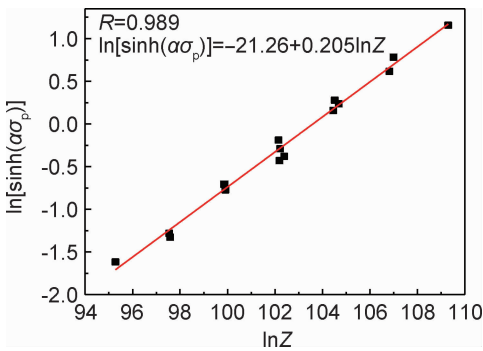


图 4 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金热压缩 Z 参数与峰值应力的关系

Fig. 4 Relationship between Z parameter and peak stress for hot compression of the hot-extruded Ni-Co-Cr-based P/M superalloy

方程中的材料常数: $\alpha = 0.0030824, n = 4.8709, A = 9.8454 \times 10^{44}, Q = 1175.1 \text{ kJ/mol}$ 。

将计算所得的材料常数代入式(8), 即可获得热挤压态合金热压缩流变应力本构方程:

本文得出的热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金热变形激活能为 1175.1 kJ/mol, 高于 Tan 等^[4]和 Nie 等^[6]报道的镍基粉末高温合金的热压缩变形激活能。主要原因与合金存在的缺陷和化学成分变化有关。王博等^[14]的研究表明, 粉末高温合金的 PPB 内部存在较多微观孔洞, 在热变形中易产生优先形核的条件。由于本实验合金为热挤压态合金, 大部分 PPB 在热挤压过程中被消除, 从而使动态再结晶晶粒形核和长大过程需要克服的势垒有所升高, 故会导致合金的热变形激活能有所升高。同时, Bi 等^[15]的研究结果表明, 随着合金元素含量的增加, 热激活能呈指数上升趋势。本实验所用热挤压态合金的 Co, Cr 等元素含量较 FGH96 等合金有大幅度提高, 也会导致其热变形激活能有一定程度的提高。

不同应变率下合金的高温压缩本构方程材料常数, 如图 5 所示。可知, 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金热压缩本构方程及其材料常数可以用以应变率为自变量的五次多项式来描述。

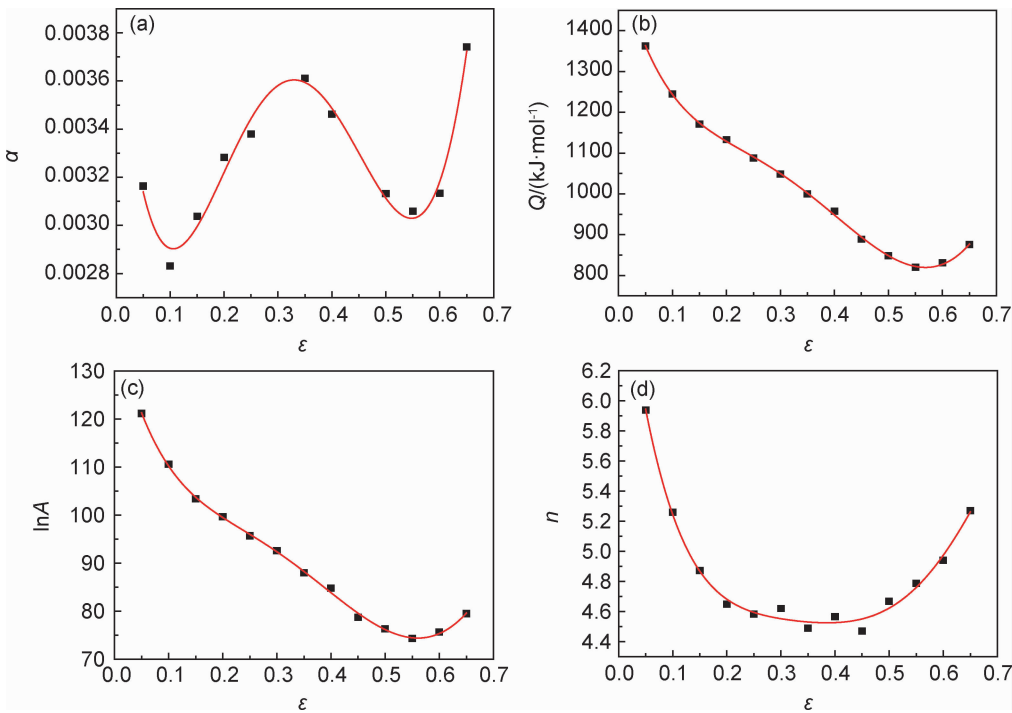


图 5 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金热压缩本构方程材料常数与真应变的关系 (a) α ; (b) Q ; (c) $\ln A$; (d) n

Fig. 5 Relationship between material constants of the constitutive equation and true strain for hot compression of the hot-extruded Ni-Co-Cr-based P/M superalloy (a) α ; (b) Q ; (c) $\ln A$; (d) n

$$\begin{cases} \sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{A} \right)^{1/n} + \left[\left(\frac{Z}{A} \right)^{2/n} + 1 \right]^{1/2} \right\} \\ Z = \dot{\epsilon} \exp[Q/(RT)] \\ \alpha = 0.000824 + 0.0426\epsilon - 0.2782\epsilon^2 + 0.9254\epsilon^3 - 1.4312\epsilon^4 + 0.8205\epsilon^5 \\ n = 6.7548 - 27.909\epsilon + 127.5369\epsilon^2 - 297.7248\epsilon^3 + 335.6941\epsilon^4 - 138.4736\epsilon^5 \\ \ln A = 135.2276 - 429.2759\epsilon + 1987.5488\epsilon^2 - 4998.4585\epsilon^3 + 5348.9769\epsilon^4 - 1761.65\epsilon^5 \\ Q/1000 = 1532.563 - 4872.413\epsilon + 23392.456\epsilon^2 - 60020.23\epsilon^3 + 65169.025\epsilon^4 - 22016.893\epsilon^5 \end{cases} \quad (11)$$

利用式(11)的函数模型,预测实验变形条件下的流变应力值,将预测结果与实验结果进行比较,如图 6 所示。通过标准统计参数的相关性系数和平均相对误

差绝对值进一步验证本构方程的精确度,如图 7 所示。由图 6,7 可知,流变应力修正值与预测值的相关性较好,在测试应变范围内,相关性系数为 0.99,平均相

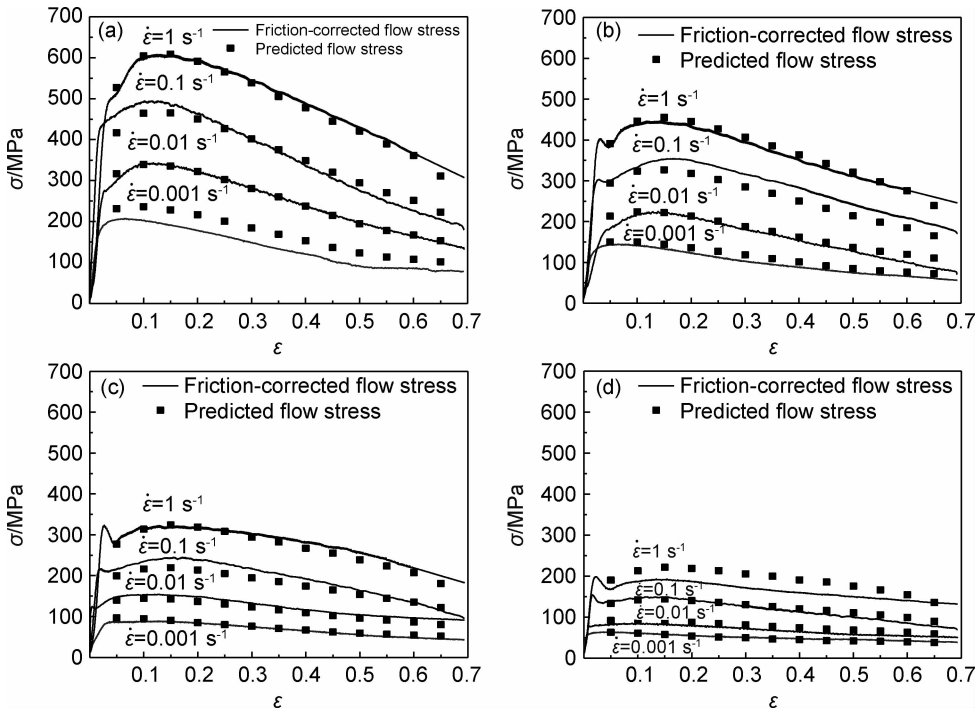


图 6 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金热压缩真应力-真应变摩擦修正曲线与预测曲线对比

(a)1020 °C;(b)1050 °C;(c)1080 °C;(d)1110 °C

Fig. 6 Comparison between the true stress-true strain curves after friction correction and the predicted curves for hot compression of the hot-extruded Ni-Co-Cr-based P/M superalloy

(a)1020 °C;(b)1050 °C;(c)1080 °C;(d)1110 °C

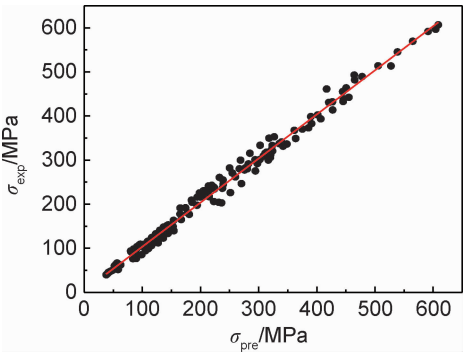


图 7 流变应力实验值与预测值统计误差

Fig. 7 Statistical errors between experimental and predicted values of flow stress

对误差绝对值为 6.05%。

2.3 热加工图及其微观组织分析

基于 Prasad 等^[16]提出的动态材料模型(dynamic materials model,DMM)构建的热加工图,不仅能反映材料在不同变形条件下其内部微观组织的变形机制,还能直观地区分材料在变形过程中的失稳变形区域,优化合金的变形工艺参数。

材料在一定应力下的应变速率敏感指数 m 可表示为^[16]:

$$m = \frac{dJ}{dG} = \frac{\dot{\epsilon} d\sigma}{\sigma d\dot{\epsilon}} = \left| \frac{\partial(\lg \sigma)}{\partial(\lg \dot{\epsilon})} \right|_{\epsilon, T} \quad (12)$$

对非线性能量耗散体,用 η 来表示显微组织演变

引起的能量耗散效率,其表达式:

$$\eta = \frac{2m}{m+1}$$

(13)

根据 DMM 原理,热加工的失稳判据中失稳参数 $\xi(\dot{\epsilon})$ 可表示为:

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

(14)

式(14)中 $\xi(\dot{\epsilon}) < 0$ 的区域为热变形流变失稳区。

基于上述基本理论方法,结合实验获得的热压缩应力数据,即可得到热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金的热加工图,如图 8 所示,其中等值线上的数字代表 η 值,阴影部分为失稳区。可知,不同应变量

下能量耗散因子等值线图的特征基本相似,耗散效率的变化以及局部区域存在的耗散因子极大值均与合金不同的高温变形机理密切相关,其中 η 值为 30%~55% 的区域通常为典型的动态再结晶区域^[17]。由图 8(d) 给出的应变量为 0.7 时的热加工图可知,实验合金典型的动态再结晶基本发生在中到低应变速率区域,具体在应变速率为 $10^{-3} \sim 10^{-2.69} \text{ s}^{-1}$ 、变形温度为 $1020 \sim 1025 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 $10^{-2.31} \sim 10^{-1.54} \text{ s}^{-1}$ 、变形温度为 $1036 \sim 1072 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 、应变速率为 $10^{-3} \sim 10^{-2.75} \text{ s}^{-1}$ 、变形温度为 $1079 \sim 1107 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 的 3 个区域,这与此前研究的相似成分合金的热加工图变化规律相符^[4,6]。

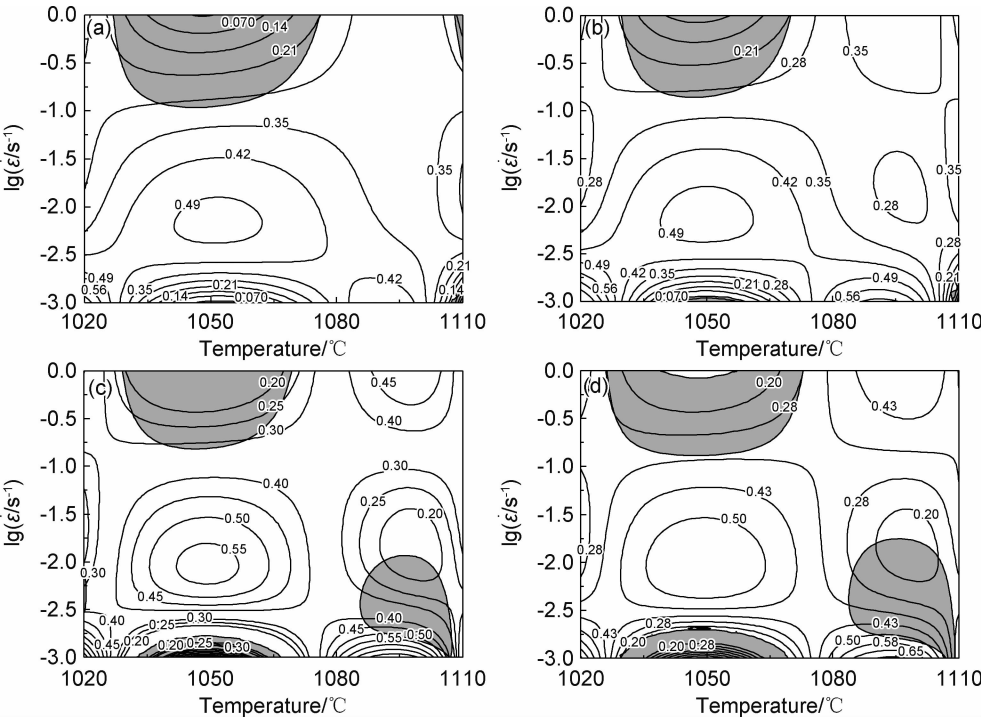


图 8 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金在不同应变量下的热加工图

(a) $\epsilon=0.4$; (b) $\epsilon=0.5$; (c) $\epsilon=0.6$; (d) $\epsilon=0.7$

Fig. 8 Hot processing maps of the hot-extruded Ni-Co-Cr-based P/M superalloy deformed at different strains

(a) $\epsilon=0.4$; (b) $\epsilon=0.5$; (c) $\epsilon=0.6$; (d) $\epsilon=0.7$

图 8 中的阴影部分为合金热变形的流变失稳区。可知,合金的流变失稳区随着应变量的增大而逐渐扩大;在应变量为 0.7 时,失稳主要发生在 $1026 \sim 1072 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $10^{-0.85} \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 及 $10^{-3} \sim 10^{-2.6} \text{ s}^{-1}$ 和 $1084 \sim 1107 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $10^{-2.7} \sim 10^{-2.6} \text{ s}^{-1}$ 变形条件范围内。分析可知,其原因主要和合金的局部变形和绝热剪切带的形成^[4]、合金中残留的由碳化物和氧化物等有害脆性相形成的原始颗粒边界和热诱导孔洞以及楔形开裂有关^[14]。

进一步对不同变形条件下的试样进行金相组织观

察,以验证热加工图的准确性并优化工艺参数。图 9 为 η 峰值区域所对应的变形条件下的微观组织。由图 9(a) 可以看出,合金经 $1020 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 10^{-3} s^{-1} 热压缩变形后,仅发生了部分动态再结晶,组织为典型的不完全再结晶“项链组织”。由图 9(b) 可知,合金在 $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 10^{-2} s^{-1} 变形条件下,虽然变形温度的升高可促进原子的热运动和晶界的迁移,有利于动态再结晶形核速率及晶粒长大速度的增加,但由于应变速率相对较大,故再结晶体积分数没有明显的增加,仍然只发生了部分动态再结晶。由图 9(c) 可知,合金经 $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 10^{-3} s^{-1}

热压缩后,已基本发生了完全动态再结晶,晶粒尺寸细小且分布均匀,平均晶粒尺寸约为 $9.12\ \mu\text{m}$;变形温度提高至 $1110\ ^\circ\text{C}$ 后,合金中的动态再结晶晶粒发生明显粗化(图 9(d)),平均晶粒尺寸达到 $26.89\ \mu\text{m}$ 。以上组织分析结果与热加工图所反映出的动态再结晶区域

相吻合。综合热加工图和显微组织观察结果,对热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金建议的热加工参数为:变形温度约为 $1076\sim 1103\ ^\circ\text{C}$ 、应变速率约为 $10^{-3}\sim 10^{-2.77}\ \text{s}^{-1}$,在该变形条件范围内进行热加工,既具有较高的耗散效率,又可获得较为细小均匀的晶粒组织。

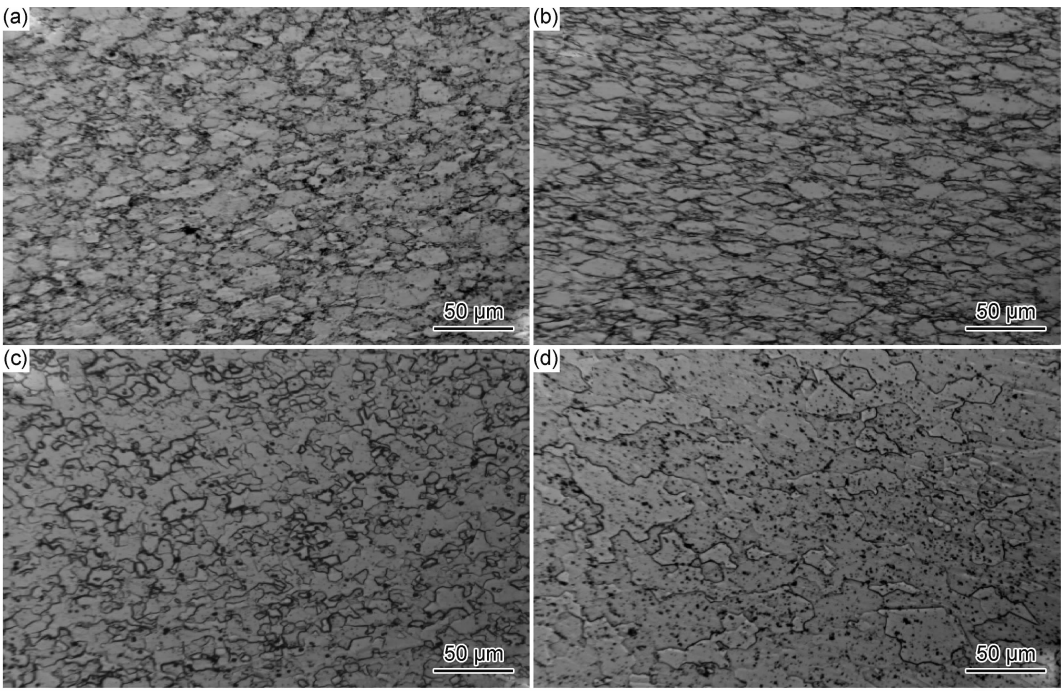


图 9 热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金在不同热压缩变形条件下的金相组织($\epsilon=0.7$)

(a) $1020\ ^\circ\text{C}, 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$; (b) $1050\ ^\circ\text{C}, 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$; (c) $1080\ ^\circ\text{C}, 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$; (d) $1110\ ^\circ\text{C}, 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$

Fig. 9 Optical microstructures of the hot-extruded Ni-Co-Cr-based P/M superalloy deformed at different conditions($\epsilon=0.7$)

(a) $1020\ ^\circ\text{C}, 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$; (b) $1050\ ^\circ\text{C}, 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$; (c) $1080\ ^\circ\text{C}, 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$; (d) $1110\ ^\circ\text{C}, 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$

3 结论

(1)在变形温度为 $1020\sim 1110\ ^\circ\text{C}$ 、应变速率为 $10^{-3}\sim 1\ \text{s}^{-1}$ 、真应变为 0.7 的条件下,热挤压态 Ni-Co-Cr基粉末高温合金呈现出典型的动态再结晶特征,其流变应力随应变速率的降低或变形温度的升高

而降低;经摩擦修正后,合金流变应力值有所降低,摩擦修正曲线基本处于实验曲线下。

(2)利用摩擦修正后的峰值应力数据,获得了热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金的热压缩变形激活能,以 Z 参数描述的合金热压缩流变应力本构关系方程为:

$$\left\{ \begin{aligned} \sigma &= \frac{1}{0.0030824} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{9.8454 \times 10^{44}} \right)^{1/4.8709} + \left[\left(\frac{Z}{9.8454 \times 10^{44}} \right)^{1/4.8709} + 1 \right]^{1/2} \right\} \\ Z &= \dot{\epsilon} \exp(1175100/RT) \end{aligned} \right.$$

(3)构建了考虑应变补偿的合金流变应力五次多项式组模型,用该模型预测的流变应力数据与实验摩擦修正数据吻合较好。

(4)热挤压态 Ni-Co-Cr 基粉末高温合金发生典型动态再结晶的变形条件范围基本发生在中到低应变速率区域;合金的流变失稳主要发生在低温高应变速率区域和高温低应变速率。结合热加工图和微观组织分析结果,建议合金在变形温度约为 $1076\sim 1103\ ^\circ\text{C}$ 、应变速率约为 $10^{-3}\sim 10^{-2.77}\ \text{s}^{-1}$ 的区域内进行加工。

参考文献

[1] 国为民,冯涤,吴剑涛,等. 镍基粉末高温合金冶金工艺的研究与发展[J]. 材料工程,2002(3):44-48.
GUO W M, FENG D, WU J T, et al. Research and development of P/M superalloy metallurgic techniques[J]. Journal of Materials Engineering, 2002(3):44-48.
[2] WANG Y, SHAO W Z, ZHEN L, et al. Hot deformation behavior of delta-processed superalloy 718[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(7/8):3218-3227.
[3] 齐欢. INCONEL 718(GH4169)高温合金的发展与工艺[J]. 材料

- 工程,2012(8):92-100.
- QI H. Review of INCONEL 718 alloy: its history, properties, processing and developing substitutes[J]. Journal of Materials Engineering, 2012(8):92-100.
- [4] TAN L M, LI Y P, HE G A, et al. Optimized hot workability of a powder metallurgy nickel-base superalloy[J]. Materials Characterization, 2019, 147:340-352.
- [5] WU K, LIU G Q, HU B F, et al. Effect of processing parameters on hot compressive deformation behavior of a new Ni-Cr-Co based P/M superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(13/14):4620-4629.
- [6] NIE L, ZHANG L W, ZHU Z, et al. Constitutive modeling of dynamic recrystallization kinetics and processing maps of solution and aging FGH96 superalloy[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2013, 22(12):3728-3734.
- [7] 刘建涛, 张义文, 陶宇, 等. FGH96 合金动态再结晶行为的研究[J]. 材料热处理学报, 2006, 27(5):46-50.
- LIU J T, ZHANG Y W, TAO Y, et al. Investigation on dynamic recrystallization of FGH96 powder metallurgy superalloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2006, 27(5):46-50.
- [8] 王超渊, 东赞鹏, 王淑云, 等. 挤压态镍基粉末高温合金热变形行为与组织研究[J]. 锻压技术, 2014, 39(4):126-132.
- WANG C Y, DONG Y P, WANG S Y, et al. Study on hot deformation behavior and microstructure characteristics of extruded Ni-base powder metallurgy superalloy[J]. Forging and Stamping Technology, 2014, 39(4):126-132.
- [9] 杨川, 刘小涛, 司家勇, 等. 粉末冶金高温合金 FGH96 的热加工图及热压缩变形过程的开裂行为[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(10):2707-2719.
- YANG C, LIU X T, SI J Y, et al. Processing map and cracking behavior of powder metallurgy superalloy FGH96 during hot compression[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(10):2707-2719.
- [10] 侯琼, 陶宇, 贾建. 第四代粉末高温合金热变形后的“项链”组织[J]. 材料工程, 2019, 47(3):94-100.
- HOU Q, TAO Y, JIA J. "Necklace" structure of the 4th generation powder metallurgy superalloy after hot deformation[J]. Journal of Materials Engineering, 2019, 47(3):94-100.
- [11] EBRAHIMI R, NAJAFIZADEH A. A new method for evaluation of friction in bulk metal forming[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2004, 152(2):136-143.
- [12] 王岩, 徐芳泓, 曾莉, 等. 700 ℃ (A-USC) 锅炉材料 617B 镍基高温合金热变形及持久行为[J]. 材料工程, 2018, 46(7):100-105.
- WANG Y, XU F H, ZENG L, et al. Hot deformation and creep rupture behaviors of 617B nickel-base superalloy for 700 ℃ (A-USC) boilers[J]. Journal of Materials Engineering, 2018, 46(7):100-105.
- [13] ZENER C, HOLLOMON J H. Effect of strain rate upon the plastic flow of steel[J]. Applied Physics, 1944, 15(1):22-27.
- [14] 王博, 易丹青, 丁学锋, 等. FGH4169 合金的高温变形行为[J]. 中南大学学报(自然科学版), 2013, 44(11):4408-4415.
- WANG B, YI D Q, DING X F, et al. Hot deformation behavior of FGH4169 superalloy[J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2013, 44(11):4408-4415.
- [15] BI Z N, ZHANG M C, DONG J X, et al. A new prediction model of steady state stress based on the influence of the chemical composition for nickel-base superalloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527(16/17):4373-4382.
- [16] PRASAD Y V R K, GEGEL H L, DORAIVELU S M, et al. Modeling of dynamic material behavior in hot deformation forging of Ti-6242[J]. Metall Mater Trans A, 1984, 15(10):1883-1892.
- [17] 朱怀沈, 聂义宏, 赵帅, 等. 镍基 617 合金动态再结晶微观组织演变与预测[J]. 材料工程, 2018, 46(6):80-87.
- ZHU H S, NIE Y H, ZHAO S, et al. Microstructure evolution and prediction of alloy 617 during hot deformation based on dynamic recrystallization[J]. Journal of Materials Engineering, 2018, 46(6):80-87.

基金项目:国家重点研发计划资助项目(2016YFB0700300);国家自然科学基金资助项目(51774335)

收稿日期:2019-09-17;修订日期:2020-04-13

通讯作者:王岩(1973—),女,教授,博士,从事航空航天材料的制备工艺优化、微观结构分析及性能评价等研究工作,联系地址:湖南省长沙市中南大学航空航天学院(410083),E-mail:wangyan@csu.edu.cn

(本文责编:王 晶)