

文章编号: 1004-0609(2010)04-0655-07

GH4199 合金的热变形行为与微观组织演变

熊 毅^{1,2}, 熊良银³, 张凌峰^{1,2}, 陈正阁⁴, 王顺兴^{1,2}, 蔡大勇³

- (1. 河南科技大学 材料科学与工程学院, 洛阳 471003;
2. 河南科技大学 河南省有色金属材料科学与加工技术重点实验室, 洛阳 471003;
3. 燕山大学 亚稳材料制备技术与科学国家重点实验室, 秦皇岛 066004;
4. 中国人民解放军 63883 部队, 洛阳 471000)

摘 要: 在变形温度为 1 050~1 180 °C、应变速率为 0.1~10 s⁻¹、最大真应变为 0.7 的条件下, 采用 Gleeble-3500 热模拟试验机研究 GH4199 合金的热压缩变形行为, 得到该合金的热变形激活能及热变形方程式, 建立合金的热加工图, 并通过组织观察对其热加工图进行解释。结果表明: 在实验条件下, GH4199 合金均表现出动态再结晶特征; 变形温度和应变速率对合金流变应力及相应峰值应变大小的影响显著, 流变应力及峰值应变均随着变形温度的降低和应变速率的增加而增大; 在真应变为 0.1~0.7 时合金的热加工图相似, 随着变形温度的升高及应变速率的降低, 能量消耗效率逐渐升高; 在应变速率为 0.01 s⁻¹ 时, 能量消耗效率达到峰值, 约为 41%。

关键词: GH4199 合金; 热变形激活能; 热变形方程; 热加工图

中图分类号: TG132.3

文献标志码: A

Hot deformation behavior and microstructure evolution of superalloy GH4199

XIONG Yi^{1,2}, XIONG Liang-yin³, ZHANG Ling-feng^{1,2}, CHEN Zheng-ge⁴, WANG Shun-xing^{1,2}, CAI Da-yong³

- (1. School of Materials Science and Engineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471003, China;
2. Henan Key Laboratory of Advanced Non-ferrous Metals, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471003, China;
3. State Key Laboratory of Metastable Materials Science and Technology, Yanshan University, Qinhuangdao 066004, China;
4. No.63883 Unit of PLA, Luoyang 471000, China)

Abstract: The hot compression deformation behavior of the superalloy GH4199 was investigated on Gleeble-3500 hot simulator at the temperature of 1 050–1 180 °C, strain rate of 0.1–10 s⁻¹ and maximum true strain value of 0.7. The hot deformation activation energy and hot deformation equation of superalloy GH4199 were obtained, its processing maps were established and explained on the basis of microstructure observation. The results show that under this experimental conditions the superalloy GH4199 shows dynamic recrystallization characteristics during the hot compression deformation. Both the deformation temperature and strain rate have obvious influences on the flow stress and its corresponding peak strain, which increase gradually with decreasing temperature and increasing strain rate. The maps obtained at the true strains of 0.1–0.7 are essentially similar. The efficiency of power dissipation of the superalloy GH4199 increases gradually with increasing temperature and decreasing strain rate. A peak efficiency of power dissipation of about 41% appears at about 0.01 s⁻¹.

Key words: superalloy GH4199; hot deformation activation energy; hot deformation equation; processing maps

GH4199 合金是一种新型时效硬化型镍基高温合金, 金属间化合物 γ' 相(Ni₃AlTi)为其主要强化相, 同

时辅以 W、Mo 和 Cr 的固溶强化以及微量 B 和 Mg 的晶界强化, 因此该合金具有较高的高温强度, 且抗氧

收稿日期：2009-04-27；修订日期：2009-09-15

通信作者：熊 毅，讲师，博士；电话：0379-64231269；E-mail: xy_hbdy@163.com

化性能良好,可焊性强,广泛应用于航空航天发动机燃烧室、涡轮导向叶片等重要零部件的制造^[1]。目前,对于该合金的研究多集中在电场处理工艺^[2]、应变速率^[3]、时效制度^[4]以及碳元素含量^[5]对合金微观组织和性能的影响方面。随着航空技术的飞速发展,高温合金的高力学性能、高使用温度、高抗氧化能力需要通过提高合金化程度来实现,但随着合金化程度的提高,合金的可变形温度区间缩小、热变形塑性下降、变形抗力增大,导致合金的热塑性成型和组织控制困难、成材率低,严重制约了高性能高温合金的生产应用^[6]。要想解决上述问题使高温合金获得理想的组织和性能,以满足不同零件使用的性能要求,控制并优化其热加工工艺参数成为最重要的控制手段之一。目前关于高温合金的热变形行为及其微观组织的演变已有不少研究报道^[6-9],但作为国内时效强化板材中使用温度最高的高温合金之一, GH4199 合金的热变形行为特征和微观组织演化规律尚缺乏系统深入的研究和全面的认识,这限制了 GH4199 合金的进一步发展,因此,相关的工作具有重要的理论意义和应用价值。

本文作者拟在 Gleeble-3500 热模拟试验机上对 GH4199 合金进行等温压缩,系统研究该合金的热变形行为,并对热变形过程中的组织演变规律进行分析,为优化该合金的热加工工艺提供理论参考和实验依据。

1 实验

实验所用材料为沈阳黎明航发集团提供的热轧态 GH4199 合金,其成分如表 1 所示。

表 1 GH4199 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4199 alloy (mass fraction, %)

C	Cr	W	Mo	Al	Ti	Fe
≤0.1	19-22	9-11	4-6	2.1-2.6	1.1-1.6	≤4.0
Mn	Mg	P	S	Si	B	Ni
≤0.5	≤0.05	≤0.015	≤0.015	≤0.60	≤0.008	Bal.

GH4199 合金的热变形实验在 Gleeble-3500 热模拟试验机上进行,变形温度分别为 1 050、1 100、1 140 和 1 180 °C,应变速率分别为 0.01、0.1、1 和 10 s⁻¹,热压缩试样的尺寸为 $d10\text{ mm}\times15\text{ mm}$ 。将试样以 10 °C/s 的速度加热到 1 200 °C,保温 5 min 以确保组织均匀化,然后再以 10 °C/s 的速度冷却至变形温度,保温

3 min 以消除试样内部的温度梯度,随即以 0.01~10 s⁻¹ 的应变速率变形,最大真应变为 0.7,变形结束后立即水冷至室温以保留热变形时的组织。在变形过程中采用氩气进行保护,为了保证试样温度均匀一致,采用不锈钢耐热合金楔形底座及圆柱形碳化钨压头,试样与压头之间垫上涂有 MoS₂ 的钽片以保证润滑及隔热,减小试验过程中由于试样端部的摩擦力而导致的试样鼓肚现象。

采用线切割方法将变形后的试样沿轴向中心剖开制备金相试样,利用 Neophot-21 型光学显微镜观察 GH4199 合金显微组织的演变规律,所用腐蚀剂为 50 mL HCl+50 mL C₂H₅OH 溶液,电解腐蚀电压为 4~6 V,时间为 8~15 s。

2 结果与分析

2.1 合金的真应力—真应变曲线

GH4199 合金在不同变形条件下的真应力—真应变曲线如图 1 所示。由图 1 可以看出,在实验条件下,合金的真应力—真应变曲线呈现出明显的动态再结晶特征,且变化趋势相似。即在应变值尚未达到峰值应变前,真应力随应变量的增加迅速提高,此时为加工硬化阶段,这是由于随着变形量的增大,位错不断增多,位错间的交互作用又增大了位错运动的阻力,从而呈现加工硬化现象。当应变值达到峰值应变(峰值应力所对应的应变)后,真应力开始下降,此时流变应力曲线呈现明显的动态再结晶特征,动态再结晶使得流变应力呈软化状态,随着动态再结晶的进行,软化速率大于硬化速率,应力逐渐下降;当发生完全动态再结晶后,流变应力不随变形量变化,即进入稳态阶段。在较低的变形温度及较高的应变速率下,真应力下降趋势更加明显(见图 1(d))。当变形温度及应变值均相同时,应变速率越高,所对应的应力值就越大,说明合金在该实验条件下具有正应变速率敏感性^[10];同时,随着应变速率的增加,真应力峰向应变增大的方向右移,相应的峰值应变也随之右移并增大;反之,当应变速率相同时,对应同一应变值,变形温度越高,所对应的真应力越低,并且随着变形温度的降低,真应力峰也向应变增大的方向右移,这说明 GH4199 合金对变形温度的敏感性较大^[11]。

2.2 热变形方程

影响热变形过程的因素主要有变形温度、应变速率和变形量,其中变形温度及应变速率的影响更为显

著。图2所示分别为峰值应力与变形温度及应变速率的关系。由图2可见, $\ln \sinh(\alpha \sigma_p)$ 与 $1/T$ 以及 $\ln \sinh(\alpha \sigma_p)$ 与 $\ln \dot{\epsilon}$ 呈线性关系, 其线性相关系数分别高达 0.997 和 0.992。随变形温度的降低及应变速率的增加, 热变形峰值应力逐渐增加。

SELLARS^[12]认为, $\dot{\epsilon}$ 、 T 与 σ_p 之间存在一个普遍

适用的双曲正弦关系式, 即

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\alpha \sigma_p)]^n \exp[-Q/(RT)] \quad (1)$$

式中: Q 为形变激活能; R 为摩尔气体常数; A 和 n 为试验常数; $\alpha=0.012$ 。将式(1)两边取对数, 整理得:

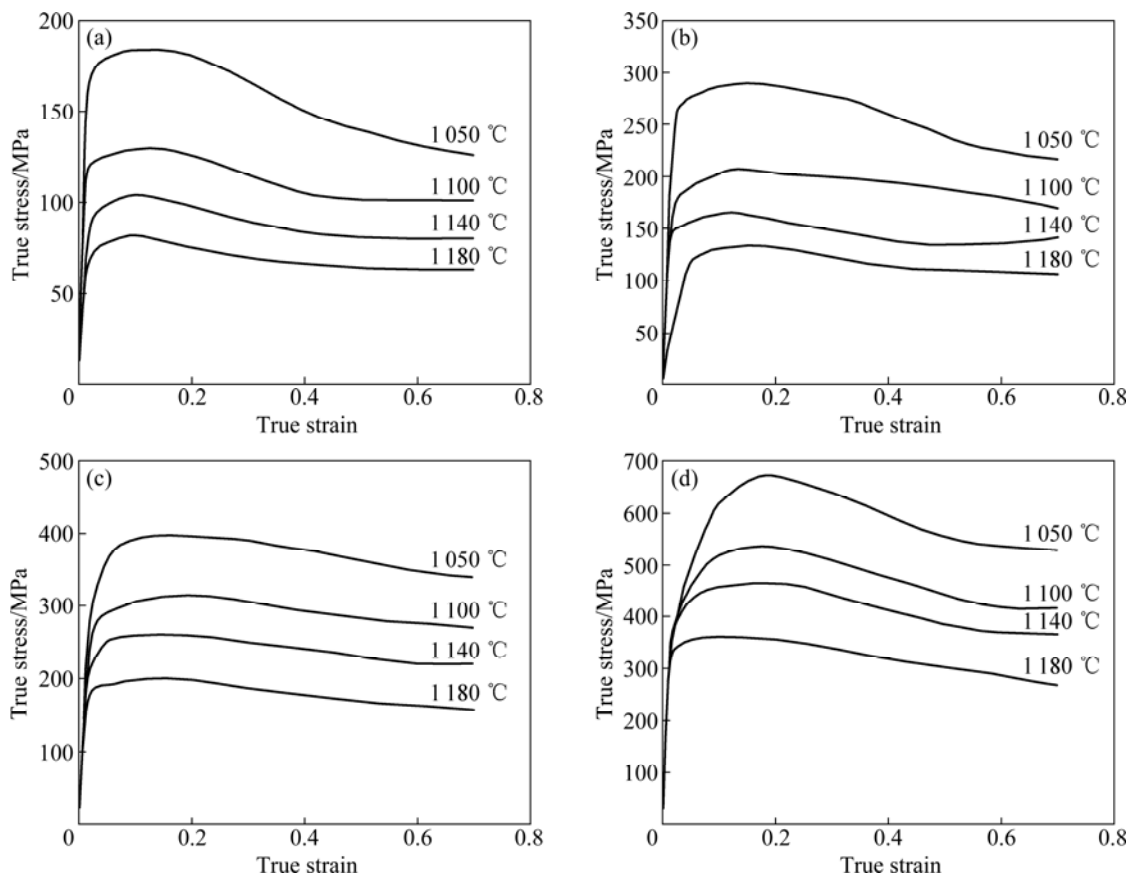


图1 不同条件下 GH4199 合金的真应力—真应变曲线

Fig.1 True stress—strain curves for GH4199 alloys under different conditions: (a) $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$; (b) $\dot{\epsilon}=0.1 \text{ s}^{-1}$; (c) $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$; (d) $\dot{\epsilon}=10 \text{ s}^{-1}$

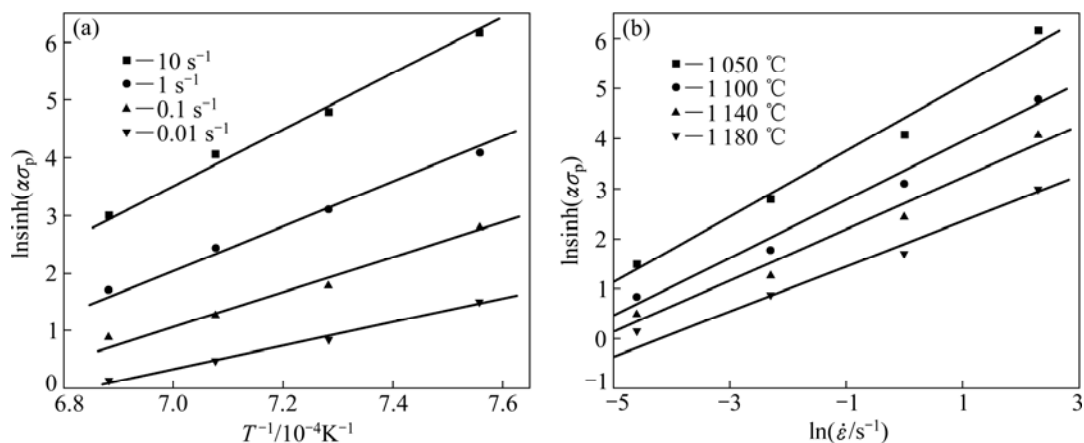


图2 峰值应力与应变速率和变形温度的关系

Fig.2 Relationships among peak stress, strain rate (a) and deformation temperature (b)

$$\ln \sinh(\alpha \sigma_p) = -\frac{1}{n} \ln A + \frac{1}{n} \ln \dot{\epsilon} + \frac{1}{n} \frac{Q}{RT} \quad (2)$$

根据式(2),对真应力的结果(见图2)进行回归分析,可得: $Q=496$ kJ/mol, $n=1.5565$, $A=1.4096 \times 10^{16}$ 。所以, GH4199合金的热变形方程可表示如下:

$$\dot{\epsilon} = 1.4096 \times 10^{16} [\sinh(\alpha \sigma_p)]^{1.5565} \exp[-496000/(RT)] \quad (3)$$

Z 参数被广泛用以表示变形温度及应变速率对变形过程的综合作用。通过已求得的变形激活能 Q , 可以得到试验用钢温变形过程 Z 参数($Z = \dot{\epsilon} \exp[Q/(RT)]$)的表达式。随着 Z 值的增加, 变形峰值应力(双曲正弦函数)相应增加, 其线性相关性系数为 0.994, 结果如图3所示。由式(3)还可以得到变形过程中峰值应力(σ_p)与变形参数的关系如下:

$$\sigma_p = 83.33 \ln \{ [Z / (1.4096 \times 10^{16})]^{1/1.5565} + \{ [Z / (1.4096 \times 10^{16})]^{2/1.5565} + 1 \}^{1/2} \} \quad (4)$$

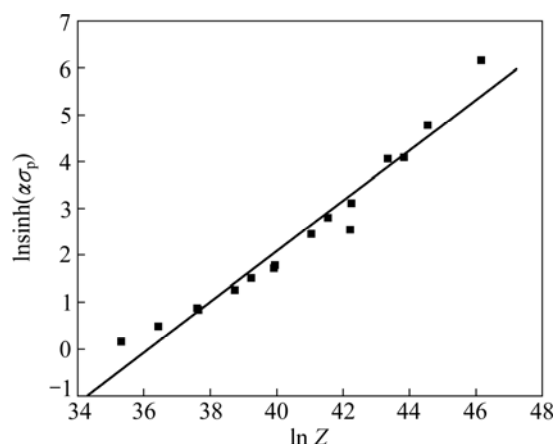


图3 峰值应力与 Z 参数的关系

Fig.3 Relationship between peak stress and Z parameter

2.3 热加工图

热加工图的建立主要基于动态材料模型(Dynamic materials model)^[13-15]。该模型认为, 材料热变形过程中的能量消耗行为取决于材料显微组织的变化, 在热变形过程中, 单位体积材料的瞬时消耗功率(P)为流变应力与应变速率的乘积($\sigma \dot{\epsilon}$), 可用表示为

$$P = \sigma \dot{\epsilon} = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma d\dot{\epsilon} + \int_0^{\sigma} \dot{\epsilon} d\sigma \quad (5)$$

而在恒定温度下, 热变形过程中的流变应力可表示为 $\sigma = K \dot{\epsilon}^m$, 由此可得:

$$P = G + J = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma d\dot{\epsilon} + \int_0^{\sigma} \dot{\epsilon} d\sigma = \int_0^{\sigma} (\sigma/A)^{1/m} d\sigma + \int_0^{\dot{\epsilon}} A \dot{\epsilon}^m d\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon} \sigma m / (m+1) + \dot{\epsilon} \sigma / (m+1) \quad (6)$$

式中: $G = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma d\dot{\epsilon}$, $J = \int_0^{\sigma} \dot{\epsilon} d\sigma$ 。由式(5)和(6)可以

看出, 热变形过程中材料的能量消耗包括两部分, 即材料塑性变形而消耗的能量 G 以及材料组织动态变化所消耗的能量 J ; 应变速率敏感性指数 m 可认为是两部分能量之间的分配系数。对于理想的线性消耗过程, $J = J_{\max} = \frac{\sigma \dot{\epsilon}}{2}$, 而对于非线性消耗过程, 能量消耗效率(η)可表示为

$$\eta = \frac{J}{J_{\max}} = \frac{2m}{m+1} \quad (7)$$

式中: η 为无量纲参数, 描述材料热变形过程中因显微组织改变而消耗的能量与热变形过程中消耗总能量的比值。能量消耗效率(η)取决于热变形温度(T)及应变速率($\dot{\epsilon}$), $\eta-T-\dot{\epsilon}$ 的变化规律即为热加工图, 它可定量描述合金在热变形过程中组织变化特性。

在本试验条件下, GH4199合金的典型热加工图如图4所示。由图4可以看出, 变形温度及应变速率

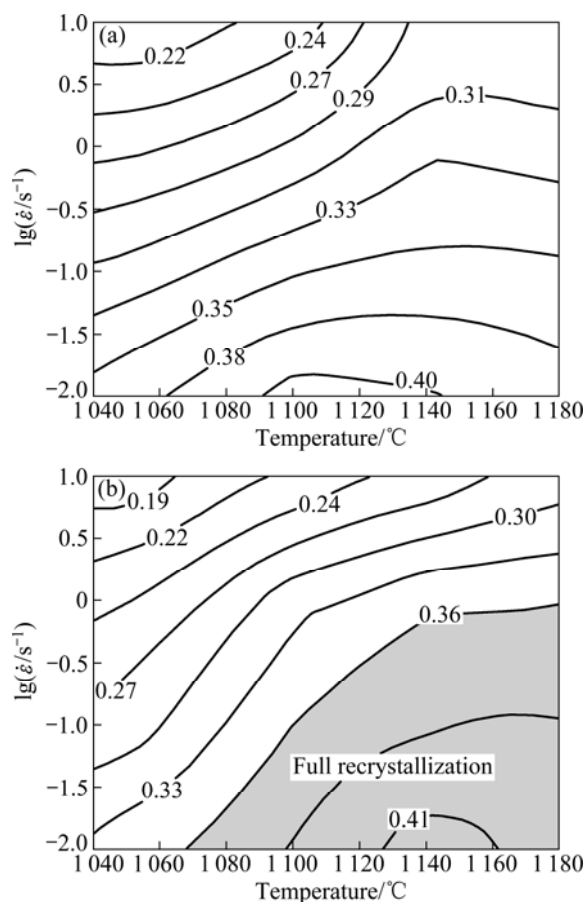


图4 GH4199合金的典型热加工图

Fig.4 Typical processing maps of GH4199 alloys (Numbers represent efficiency of power dissipation): (a) True strain of 0.3; (b) True strain of 0.7

不同, 合金的动态能量消耗行为明显不同。随着变形温度的升高及应变速率的降低, η 值逐渐增加, 即合金的动态能量消耗能力增强。应变量对其热加工图的形状影响不大, 不同应变量下的热加工图形状相似。在变形温度为 1 140 °C 左右、应变速率为 0.01 s^{-1} 时, 能量消耗效率达到峰值, 约为 41%。

2.4 合金的组织演变

镍基高温合金是典型的低层错能材料, 在热加工

温度和应变速率范围内动态回复过程受到抑制, 动态再结晶成为变形过程中最重要的组织演变形式和起主导作用的流变软化机制。温度和应变速率对高温合金热变形后的动态再结晶组织有很大的影响。

图 5 所示为 GH4199 合金在应变量为 0.7、变形温度和应变速率不同的条件下的典型的热变形组织形貌。从图 5 可以看出, 随着变形温度的升高和应变速率的降低, 合金动态再结晶程度逐渐增加, 随着金属原子热振动的振幅增大, 较多的滑移系得以启动, 合

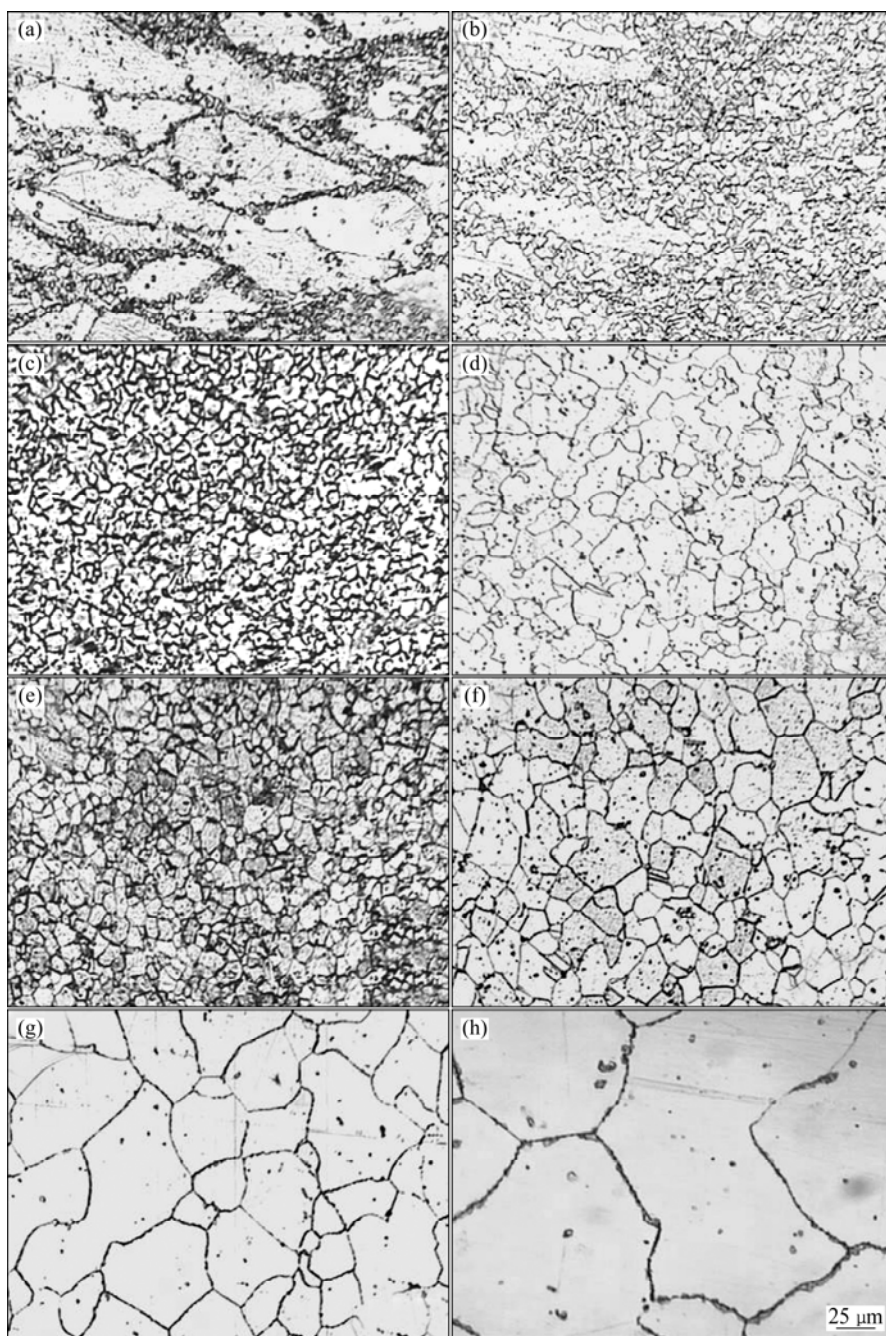


图 5 GH4199 合金的典型热变形组织

Fig.5 Typical microstructures of hot deformed GH4199 alloys under different conditions: (a) 1 050 °C, $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$; (b) 1 050 °C, $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$; (c) 1 100 °C, $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$; (d) 1 140 °C, $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$; (e) 1 180 °C, $\dot{\epsilon}=10 \text{ s}^{-1}$; (f) 1 180 °C, $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$; (g) 1 180 °C, $\dot{\epsilon}=0.1 \text{ s}^{-1}$; (h) 1 180 °C, $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$

金能吸收更多的变形能,使得动态再结晶的驱动力增大;同时,又由于应变速率的降低,意味着在同一应变变量的条件下作用时间的延长,变形晶粒有充足的时间来进行动态再结晶过程,从而使合金由低温高应变速率条件下的部分动态再结晶发展为高温低应变速率条件下的完全再结晶,进而发生晶粒长大过程。图5(a)所示为典型的“项链”组织,即大晶粒周围被再结晶的小晶粒包围,这是因为晶界处能够同时具备大角度界面和高密度缺陷2个再结晶形核的基本条件,具有较高的变形能,是再结晶优先形核和长大的部位,因此,细小的动态再结晶晶粒优先在晶界处形成,此时对应于前面所述的部分动态再结晶过程;随着变形温度的升高,动态再结晶过程完成(见图5(f)),再结晶晶粒为细小、等轴再结晶组织。在同一应变速率($\dot{\epsilon}=0.01\text{ s}^{-1}$)条件下,随着变形温度的升高(由1050增至1180℃),合金动态再结晶体积增大,动态再结晶晶粒尺寸也逐渐变大(见图5(b)、(c)、(d)、(h));而在同一变形温度($t=1180\text{ }^{\circ}\text{C}$)条件下,随着应变速率的降低(由10 s^{-1} 降至0.01 s^{-1}),细小、等轴动态再结晶晶粒尺寸由10 μm 左右(10 s^{-1})逐渐变为15 μm (1 s^{-1})、25 μm (0.1 s^{-1})、100 μm (0.01 s^{-1})左右(见图5(e)~(h))。同时,根据对图5热变形组织的观察,能确定出图4(b)中的完全再结晶区域。

3 结论

1) 在变形温度为1050~1180℃,应变速率为0.1~10 s^{-1} 的条件下,GH4199合金热变形流变曲线呈典型的动态再结晶型曲线,存在稳定的流变应力,变形温度和应变速率对合金流变应力及相应峰值应变有显著影响。随着变形温度的升高和应变速率的降低,动态再结晶过程进行更完全、充分,相应的流变应力和峰值应变也随之减小。

2) GH4199合金的热变形激活能为496 kJ/mol,其热变形方程式如下:

$$\dot{\epsilon}=1.4096\times10^{16}[\sinh(\alpha\sigma_p)]^{1.5565}\exp[-496000/(RT)]$$

峰值应力与变形温度和应变速率之间的关系式如下:

$$\sigma_p=83.33\ln\{[Z/(1.4096\times10^{16})]^{1/1.5565}+\{[Z/(1.4096\times10^{16})]^{2/1.5565}+1\}^{1/2}\}$$

3) 随着变形温度的升高及应变速率的降低,能量消耗效率(η)逐渐升高,在应变速率为0.01 s^{-1} 时,能量消耗效率达到峰值,约为41%。

REFERENCES

- [1] 乔雪瓊,王延庆,蒙肇斌.燃烧室用新高温合金—GH4199[J].钢铁研究学报,2004,16(3):1-5.
QIAO Xue-ying, WANG Yan-qing, MENG Zhao-bin. New superalloy applied for combustion chamber of gas-turbine engine-GH4199[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2004, 16(3): 1-5.
- [2] 刘杨,王磊,丁扬,崔彤,王延庆.电场处理对GH4199合金组织与变形行为的影响[J].中国有色金属学报,2006,16(10):1749-1755.
LIU Yang, WANG Lei, DING Yang, CUI Tong, WANG Yan-qing. Effects of electric field treatment on microstructure and deformation behavior of GH4199 superalloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(10): 1749-1755.
- [3] 刘杨,王磊,乔雪瓊,王延庆.应变速率对电场处理GH4199合金拉伸变形行为的影响[J].稀有金属材料与工程,2008,37(1):66-71.
LIU Yang, WANG Lei, QIAO Xue-ying, WANG Yan-qing. Effects of strain rate on tensile deformation behavior of GH4199 superalloy after electric field treatment[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2008, 37(1): 66-71.
- [4] 蒙肇斌,王延庆,乔雪瓊,张玉锁,吕俊英,杨洪才.长期时效对GH4199合金组织和性能的影响[J].钢铁研究学报,2007,19(10):53-58.
MENG Zhao-bin, WANG Yan-qing, QIAO Xue-ying, ZHANG Yu-suo, LÜ Jun-ying, YANG Hong-cai. Effect of prolonged aging on microstructure and mechanical properties of superalloy GH4199[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2007, 19(10): 53-58.
- [5] 张玉锁,吕俊英,杨洪才,蒙肇斌,王延庆.碳对GH4199合金组织及拉伸性能的影响[J].材料与冶金学报,2002,1(3):209-211.
ZHANG Yu-suo, LÜ Jun-ying, YANG Hong-cai, MENG Zhao-bin, WANG Yan-qing. Effects of carbon content on microstructures and room-temperature tensile properties of superalloy GH4199[J]. Journal of Materials and Metallurgy, 2002, 1(3): 209-211.
- [6] 张北江,赵光普,胥国华,冯涤. GH742合金热变形行为与微观组织演化[J].金属学报,2005,41(11):1207-1214.
ZHANG Bei-jiang, ZHAO Guang-pu, XU Guo-hua, FENG Di. Hot deformation behavior and microstructure evolution of superalloy GH742[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2005, 41(11): 1207-1214.
- [7] 蔡大勇,熊良银,孙贵东,刘文昌,姚枚. GH708高温合金热变形行为[J].稀有金属材料与工程,2006,35(S2):144-147.
CAI Da-yong, XIONG Liang-yin, SUN Gui-dong, LIU Wen-chang, YAO Mei. Study on the hot deformation behaviour of superalloy GH708[J]. Rare Metal Materials and Engineering,

- 2006, 35(S2): 144-147.
- [8] 康福伟, 孙剑飞, 张国庆, 李 周, 沈 军. 喷射成形镍基高温合金热变形特性及微观组织变化[J]. 金属学报, 2007, 43(10): 1053-1058.
- KANG Fu-wei, SUN Jian-fei, ZHANG Guo-qing, LI Zhou, SHEN Jun. Characteristics of hot compression deformation and microstructure evolution of spray formed nickel base superalloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2007, 43(10): 1053-1058.
- [9] 李佃国, 尹法杰, 李长荣. GH674 高温合金的热变形行为[J]. 金属热处理, 2005, 30(8): 5-7.
- LI Dian-guo, YIN Fa-jie, LI Chang-rong. Hot compressive deformation behavior of superalloy GH674[J]. Heat Treatment of Metals, 2005, 30(8): 5-7.
- [10] 李慧中, 张新明, 陈明安, 周卓平. 2519 铝合金热变形流变行为[J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(4): 621-625.
- LI Hui-zhong, ZHANG Xin-ming, CHEN Ming-an, ZHOU Zhuo-ping. Hot deformation behavior of 2519 aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2005, 15(4): 621-625.
- [11] 罗 皎, 李淼泉, 李 宏, 于卫新. TC4 钛合金高温变形行为及其流动应力模型[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(8): 1395-1401.
- LUO Jiao, LI Miao-quan, LI Hong, YU Wei-xin. High temperature deformation behavior of TC4 titanium alloy and its flows stress model[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2008, 18(8): 1395-1401.
- [12] SELLARS C M. Modelling microstructural development during hot rolling[J]. Mater Sci Technol, 1990, 16(11): 1072-1078.
- [13] SRINIVASAN N, PRASAD Y V R K. Hot working characteristics of nimonic 75, 80A and 90 superalloys: A comparison using processing maps[J]. Journal of Materials Processing Technology, 1995, 51: 171-192.
- [14] GRONOSTAJSKI Z. The deformation processing map for control of microstructure in CuAl9.2Fe3 aluminium bronze[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2002, 125/126(9): 119-124.
- [15] PARK N K, KIM I S, NA Y S. Hot Forging of a nickel-base superalloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2001, 111: 98-102.

(编辑 龙怀中)