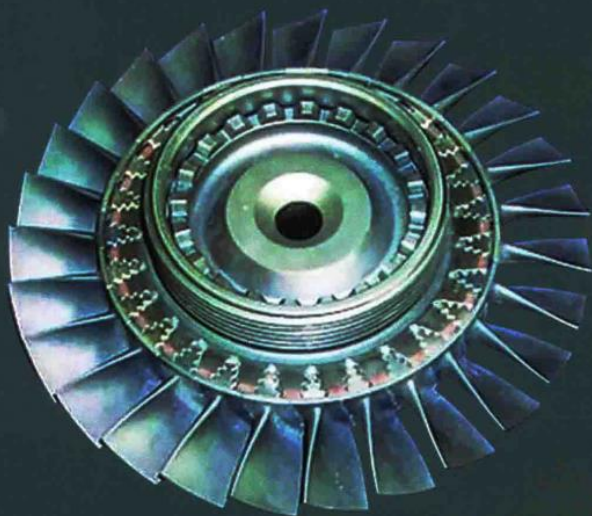


PLASTIC DEFORMATION PROCESS AND
CONTROL OF GH4169 SUPERALLOY

GH4169

高温合金塑性变形工艺与控制

骆俊廷 编著



 燕山大学出版社
YANSHAN UNIVERSITY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

GH4169 高温合金塑性变形工艺与控制/骆俊廷编著. —秦皇岛:燕山大学出版社,2021.11
ISBN 978-7-5761-0231-4

I. ①G… II. ①骆… III. ①耐热合金—塑性变形—研究 IV. ①TG132.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2021)第 211976 号

GH4169 高温合金塑性变形工艺与控制

骆俊廷 编著

总策划:陈玉

责任编辑:孙志强

封面设计:方志强

出版发行: 燕山大学出版社
YANSHAN UNIVERSITY PRESS

地 址:河北省秦皇岛市河北大街西段 438 号

邮政编码:066004

电 话:0335-8387555

印 刷:英格拉姆印刷(固安)有限公司

经 销:全国新华书店

开 本:700 mm×1000 mm 1/16 印 张:20 字 数:300 千字

版 次:2021 年 11 月第 1 版 印 次:2021 年 11 月第 1 次印刷

书 号:ISBN 978-7-5761-0231-4

定 价:69.00 元

版权所有 侵权必究

如发生印刷、装订质量问题,读者可与出版社联系调换

联系电话:0335-8387718

前言

GH4169 高温合金对应的美国牌号为 Inconel718,是 1959 年由美国研发的一种 Ni-Cr-Fe 基变形合金,是一种时效硬化 Ni-Cr-Fe 基变形合金,具有优异的抗氧化性、抗热腐蚀性和抗疲劳性能以及良好的断裂韧性和塑性等综合力学性能且组织性能稳定,特别适合于飞行器热端部件和固体火箭零部件的制造,在航空航天高温材料领域中应用广泛。GH4169 高温合金不适宜通过热处理方式来改善其性能,通过塑性变形工艺来提高锻件的组织性能和质量是重要手段,因此对其塑性变形过程中的组织进行控制是 GH4169 高温合金领域的重要研究课题。

轧制和锻造是常见的塑性变形工艺,轧制工艺主要用来制备板材,锻造工艺用来制备块体材料。高压扭转和多向锻造是典型的剧烈塑性变形(Severe Plastic Deformation,SPD)工艺,可以在变形过程中引入大的应变(传统的塑性变形很难实现应变大于 1 的真应变),从而有效细化(亚微米或纳米量级)材料,且获得完整大尺寸块体试样;通过在变形过程中微观组织的控制,可以同时获得具有高强度与大塑性的块体微纳米材料。

当 GH4169 高温合金在高温条件下进行塑性变形时,动态再结晶的发生受到多种因素共同作用,传统的方式通常是通过经验来预估再结晶程度。近年来,计算机技术和数值计算技术得到了迅速的发展,有限元法现已在金属成形领域得到了广泛的应用,借助有限元仿真的手段可以直观地看到 GH4169 高温合金在变形过程中的流动行为,不仅能实现温度、应力和应变等力学指标的宏观描述,还可以对再结晶、回复和晶粒长大等材料物理行为进行宏观描述。因此,使用有限元模拟手段来预测金属在成形过程中的宏观变形行为和微观组织的演变行为能够节约大量的资源。热变形过程中的数值计算主要依靠材料的数学模型,从宏观角度来讲,材料的本构模

型能够描述变形过程中的流变应力与温度、应变速率等参数之间的关系,从微观角度来讲,材料的再结晶模型能够描述变形过程中晶粒演变与变形条件间的关系,因此在材料塑性成形领域中具有重要作用。

本书针对塑性工艺与组织性能控制领域,重点介绍如下内容:GH4169 高温合金基本知识、高温合金板材轧制工艺及组织性能、高温合金锻造工艺及组织预报、高温合金多向锻造工艺及组织预报、高温合金高压扭转工艺以及高温合金超塑性和超塑性成形。

本书由燕山大学骆俊廷编著,本书的第2章~第5章和第6章的部分内容为作者多年来的研究成果的凝练,第6章的大部分内容源自作者的博士生导师哈尔滨工业大学张凯锋教授团队的科研成果,第1章较多地参考了天津大学刘永长教授发表的相关综述文章,在此表示感谢。本书在编写过程中也得到了先进锻压成形技术与科学教育部重点实验室和亚稳材料制备技术与科学国家重点实验室的大力支持,在此表示感谢。

GH4169 高温合金是一种重要的高温合金材料,作者仅仅在特定领域对其进行了一些研究,研究还不够全面深入。由于个人能力所限,一些相关内容和作者的研究成果会存在问题或错误,望读者批评指正。

作者

2020年12月

目 录

第 1 章 GH4169 高温合金基本知识	1
1.1 GH4169 高温合金	1
1.2 主要成分及相的构成	2
1.3 高温合金强化原理	4
1.3.1 固溶强化原理	4
1.3.2 第二相强化原理	4
1.3.3 晶界强化原理	4
1.3.4 工艺强化原理	5
1.4 高温合金细晶处理工艺研究概况	6
1.4.1 细化工艺概述	6
1.4.2 等温锻造细化工艺	8
1.4.3 轧制细化工艺	10
第 2 章 GH4169 高温合金板材轧制工艺及组织性能	11
2.1 引言	11
2.2 板材轧制工艺	11
2.2.1 试验材料与方案	11
2.2.2 合金板材超细晶工艺	13
2.2.3 高温金相研究	17
2.2.4 性能检测及晶粒细化原理	19
2.3 合金 δ 相析出规律及含量测定	22
2.3.1 δ 相形貌演变规律	22
2.3.2 冷轧对合金 δ 相析出含量的影响	25
2.4 合金相组成对力学性能的影响	35
2.4.1 热处理方案	35
2.4.2 第二相对 GH4169 合金塑性的影响	36
2.4.3 第二相对 GH4169 合金硬度的影响	40

第 3 章 GH4169 高温合金锻造工艺及组织预报	46
3.1 引言	46
3.2 GH4169 高温合金的高温变形行为研究现状	46
3.2.1 GH4169 高温合金的流变应力模型研究现状	47
3.2.2 GH4169 高温合金的微观组织演化模型研究	48
3.3 GH4169 高温合金热变形过程中的成形模拟	51
3.3.1 GH4169 高温合金热变形过程中的宏观模拟	51
3.3.2 GH4169 高温合金热变形过程中的微观模拟	52
3.4 GH4169 高温合金的热压缩变形试验	53
3.4.1 动态再结晶	53
3.4.2 亚动态再结晶	66
3.4.3 静态再结晶	75
3.4.4 晶粒长大	85
3.4.5 GH4169 高温合金的热加工图	87
3.5 GH4169 高温合金的微观组织演化模型	95
3.5.1 GH4169 高温合金动态再结晶模型的建立	95
3.5.2 GH4169 高温合金亚动态再结晶模型的建立	97
3.5.3 GH4169 高温合金静态再结晶模型的建立	100
3.5.4 GH416 高温合金晶粒长大模型的建立	104
3.6 GH4169 高温合金涡轮盘锻造工艺模拟	106
3.6.1 等效热参数的测定	106
3.6.2 高温合金涡轮盘锤锻模拟	109
3.6.3 模拟结果分析	109
3.6.4 模拟验证试验	119
第 4 章 GH4169 高温合金多向锻造工艺及组织预报	121
4.1 引言	121
4.2 多向锻造工艺	122
4.2.1 二维多向锻造工艺	123
4.2.2 三维多向锻造工艺	124
4.3 材料模型研究进展	125
4.3.1 材料本构模型研究进展	125
4.3.2 材料微观组织演变模型研究进展	129

4.4	神经网络及在锻造组织中的预测应用	131
4.4.1	神经网络	131
4.4.2	神经网络在锻造组织预测中的研究进展	132
4.5	GH4169 合金本构方程和 Deform 软件二次开发	132
4.5.1	试验材料和试验方法	132
4.5.2	试验结果分析	134
4.5.3	本构方程的构建	136
4.5.4	动态再结晶模型	141
4.5.5	Deform 软件二次开发	148
4.5.6	再结晶过程子程序的编制	149
4.6	多向锻造微观组织演化模拟	151
4.6.1	有限元模型的建立	152
4.6.2	单开式多向锻造数值模拟结果与分析	153
4.6.3	不同工艺对比分析	180
4.6.4	锻件在不同条件下微观组织变化情况	184
4.6.5	锻件的不均匀性	187
4.7	微观组织演化的神经网络预测	191
4.7.1	网络结构设计	191
4.7.2	神经网络训练结果与分析	193
4.8	微观组织演化预测的试验验证	200
4.8.1	试验材料及方法	200
4.8.2	锻造工艺	201
4.8.3	试验结果分析	201
4.8.4	与神经网络预测结果的对比分析	213
第 5 章	GH4169 高温合金高压扭转工艺	215
5.1	概念及分类	215
5.2	HPT 工艺的研究现状	216
5.3	HPT 应变的定义及计算	217
5.4	HPT 工艺的影响因素	218
5.4.1	摩擦系数	218
5.4.2	高径比	218
5.4.3	压力	218
5.4.4	下模扭转角度	218

5.5	高压扭转对材料组织性能的影响	218
5.6	GH4169 高温合金的高压扭转工艺	219
5.6.1	高压扭转工艺流程	219
5.6.2	试验设备	220
5.6.3	VF-1600 高真空高温热处理炉	220
5.7	试验结果分析	221
5.7.1	成形零件的尺寸变化	221
5.7.2	金相组织分析	222
5.7.3	试样硬度分析	227
5.7.4	GH4169 高温金相研究	228
5.8	晶粒细化机制分析	231
5.9	高压扭转工艺有限元模拟	233
5.9.1	几何模型的建立	233
5.9.2	高压扭转工艺	234
5.9.3	高压扭转变形过程分析	234
5.9.4	扭转角度对 HPT 工艺的影响	242
5.9.5	压力对 HPT 工艺的影响	243
5.10	高径比对高压扭转工艺的影响	243
5.10.1	工艺参数	243
5.10.2	高径比对高压扭转应力应变分布的影响	244
第 6 章 GH4169 高温合金超塑性和超塑性成形		252
6.1	超塑性研究现状及发展方向	252
6.1.1	超塑性研究的现状	252
6.1.2	超塑性变形的力学特性、组织变化及主要变形机理	254
6.2	Inconel 718 合金超塑组织、超塑性能及机理研究概况	258
6.2.1	适合超塑成形的 Inconel 718 合金材料及其超塑性特性	258
6.2.2	Inconel 718 合金超塑成形过程中孔洞的产生及控制	263
6.2.3	Inconel 718 合金超塑成形机理研究概况	265
6.3	Inconel 718 合金超塑成形及应用研究进展	265
6.3.1	超塑自由胀形试验情况	265
6.3.2	Inconel 718 合金件的超塑成形	266
6.3.3	超塑成形后的热处理	267
6.3.4	Inconel 718 合金超塑成形在航天飞机上的应用探讨	268

6.4 细晶 GH4169 合金板材的超塑性性能	269
6.4.1 细晶合金组织条件分析	269
6.4.2 冷变形+再结晶退火工艺所得细晶 GH4169 合金的超塑性	273
6.4.3 冷变形+ δ 相析出+冷变形+再结晶退火工艺所得超细晶 GH4169 合金板材的超塑性	275
6.4.4 超细晶 GH4169 合金与普通 GH4169 合金的性能比较	279
6.4.5 超塑变形组织及变形机理	281
6.4.6 细晶合金拉伸曲线分析	297
6.5 集合器超塑性成形工艺研究	303
6.5.1 试验材料	303
6.5.2 制造方案确定	303
6.5.3 成形结果	305
参考文献	307

GH4169高温合金基本知识

1.1 GH4169 高温合金

GH4169 高温合金对应的美国牌号为 Inconel718, 是 1959 年由美国研发的一种 Ni-Cr-Fe 基变形合金, 1962 年, 美国国际镍公司对其申请了专利保护。其由于具有良好的高温组织稳定性、抗氧化腐蚀性能和焊接性能, 优异的抗疲劳和抗蠕变性能, 已成为当前应用最为广泛的高温合金之一(占世界高温合金总产量的 40%~50%)。GH4169 高温合金在 -253~700 °C 温度范围内都具有很好的综合性能, 其屈服强度在 650 °C 以下居变形高温合金之首, 不但具有良好的抗疲劳、抗氧化、抗辐射和耐腐蚀性能, 还具有良好的焊接性能、加工性能以及长期组织稳定性, 从而能够制造出各种形状复杂的零部件, 适合于飞行器热端部件和固体火箭零部件的制造, 被广泛应用于汽轮机工业、航天工业、化学工业和核工业等一些国防建设和国民经济生产活动。特别是在航空发动机上的应用, 其用量占到材料总量的 40%~60%, 可以说没有高温合金就没有航空工业。GH4169 合金虽然有很多优异的性能, 但是由于其在锻造过程中的变形抗力大、导热性差和可锻温度范围窄等特点, 使得 GH4169 合金锻件的晶粒细化和组织均匀不能通过热处理的方式获得, 而只能通过改进变形或者成形工艺来控制。随着我国制造业的日益发展, 对形状复杂、机械性能良好、精度高以及更好的耐高温材料的需求日益突出, 同时对合金的质量也有更高的要求。

强度与塑性作为 GH4169 合金的研究热点已被重点关注。在室温下, 其变形抗力为 800 MPa, 抗拉强度为 1 100 MPa, 在高温条件下如 600 °C 时其变形抗力接近 400 MPa, 即使是在 800 °C 下, GH4169 高温合金的变形抗力也高达 270 MPa。传统的机加工过程中高温合金需要经过多道次热变形处理, 在此过程合金必定会发生动态再结晶造成内部晶粒不规则持续长大, 因此很难通过常规方法获得组织均匀细小的产品。

GH4169 高温合金通过固溶与时效处理后, 其内部会存在奥氏体基体(γ 相)、强化相 γ' 相和 γ'' 相、在晶内或晶界上析出 δ 相, 同时会夹杂少量 NbC、TiN 相。 δ 相的形貌、含量和分布对 GH4169 高温合金在热加工过程及正常工作中的机械性能有重要影响, 通过控制热锻、冷轧过程中 δ 相的含量可以有效阻止该合金在后续热处理过程中晶粒长大的问题, 达到细晶的效果。通过变形和热处理等处理方法

来控制 δ 相的含量、形貌和分布,以达到板材细晶的目的,从而获得均匀细小的晶粒结构并优化合金的机械性能,对促进其发展与应用具有重要意义。

1.2 主要成分及相的构成

GH4169 高温合金其主要化学成分(质量分数,%)为: Ni 50.00~55.00, Cr 17.00~21.00, Nb 4.40~5.40, C<0.08, Mn<0.35, Si<0.35, Mo 2.80~3.30, Cu<0.30, Co<1.00, Al 0.20~1.15, Ti 0.65~1.15, B<0.01, S<0.01, P<0.01, Fe 余量。

GH4169 高温合金的基体相为 γ 相,主要强化相为 γ'' 相,辅助强化相为 γ' 相,组织中还包括少量的 δ 相-Ni₃Nb(γ'' 相的平衡相)和 MX 型碳氮化物,此外,在铸锭或焊缝组织中常常存在有害的 Laves 相。表 1-1 列出了上述组成相的分子式、晶体结构及点阵常数。

表 1-1 GH4169 高温合金主要相的晶体结构及组成

相	分子式	晶体结构	点阵常数/nm
γ	—	fcc(A1)	$a=0.3616$
γ'	Ni ₃ (Al, Ti)	fcc(L1 ₂)	$a=0.3589$
γ''	Ni ₃ Nb	bct(DO ₂₂)	$c=0.7406(c/a=2.04)$
δ	Ni ₃ Nb	Orthogonal(DO ₃)	$a=0.5141, b=0.4231, c=0.4534$
MX	(Nb, Ti)(C, N)	fcc(B ₁)	$a=0.443\sim 0.444$
Leaves	(Ni, Cr, Fe) ₂ (Nb, Mo, Ti)	Hexagonal	—

GH4169 高温合金基体 γ 相与亚稳 γ'' 相晶格错配度较大, γ'' 相通常以共格对应关系在 γ' 相基体中呈圆盘状弥散析出,为主要强化相。亚稳 γ'' 相高温长期服役时将粗化长大并逐渐失去与基体 γ 相的共格对应关系,最终发生向 δ 相的转变,其析出温度区间为 595~870 °C,溶解温度区间为 870~930 °C。一般在基体中弥散析出的辅助强化 γ' 相其晶格常数与基体 γ 相十分相近,较低的 γ' 相/ γ 相界面能有利于改善 γ' 相的组织稳定性, γ' 相的析出温度区间为 593~816 °C,溶解温度区间为 843~871 °C。在加工、时效和热处理过程通常会析出具有 Cu₃Ti 型正交有序结构的 δ 相(亚稳 γ'' 相的高温稳定相),其析出温度为 780~980 °C。关于其析出最快的温度区间尚存在争议,一般认为在 890~900 °C,也有报道指出应在 930~950 °C,其起始溶解温度为 980 °C,完全溶解温度区间为 1020~1038 °C。一般认为, δ 相在低于 900 °C 时效时,在 γ' 相和 γ'' 相析出后呈针状析出;高于 900 °C 时效

时,直接从基体中呈短棒状析出。

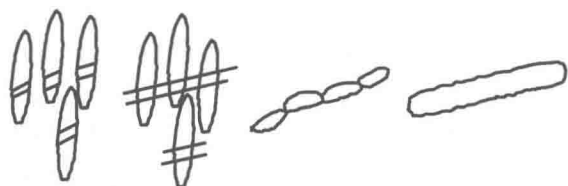
GH4169 高温合金铸锭或者焊缝凝固过程中将析出 MX 相和 Laves 相。少量 MX 型碳氮化物在晶界和晶内呈块状分布,可以起到抑制晶粒长大的作用;Laves 相在凝固和熔焊时均会以块状或岛状在枝晶间析出。MX 型碳氮化物的原子排列致密,热稳定性强,高温服役时因变形难以协调将导致碳氮化物及其与基体界面结合处破碎,从而成为疲劳裂纹源。Laves 相的析出将消耗大量 Nb 原子,恶化合金性能。

γ 相是面心立方结构,其主要元素为 Ni,是合金元素在 Ni 中的固溶体,该相对 Co、Cr、Mo 和 W 等元素都有较大的溶解度, γ 相强度的提高就是因为此类元素的固溶强化。在不同温度下,各种元素在 γ 相内的溶解度随着合金成分的不同而发生改变。GH4169 高温合金在时效过程中,将从基体 γ 相中析出 γ' 、 γ'' 、 δ 三种沉淀相。

γ' 相是由 $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb})$ 组成的金属间化合物,为面心立方结构,其形状为球形,为 GH4169 合金的次要强化相。GH4169 高温合金通常利用 γ' 相均匀沉淀来增加合金的强度。 γ 相与 γ' 相点阵常数十分接近,差距通常小于 0.5%,两者为共格关系,而 γ'' 相与基体之间的界面能比较低,所以 γ' 相的稳定性要强于 γ'' 相。 γ' 相中除 Ni 和 Al、Ti、Nb 以外,还有 Co、Ta、Hf 和 W 等元素。通过掺杂上述元素能够有效阻止 γ' 相在热处理过程中的快速时效,从而使 γ' 相的稳定性和固溶温度得到提高。

当 Ni_3Nb 开始从基体中析出时,根据其结构的不同可以分为体心四方的 Ni_3Nb - γ'' 和正交晶系的 Ni_3Nb - δ , γ'' 相是 GH4169 高温合金的主要强化相,呈圆盘状,具有较高的屈服强度。由于 γ'' 相是亚稳过渡相,在高温下长期工作时, γ'' 相往往会聚集长大转变成 δ 相- Ni_3Nb 。 δ 相是一种均匀弥散分布且稳定的金属间析出相, δ 相大多以针片状或者短棒状的形式析出,其含量、形貌和分布会对合金的力学性能和冷热变形行为产生重要影响。可以通过热处理的方式来增加 δ 相的含量,以便在后续加工过程中控制合金的晶粒尺寸。

J. P. Collier 提出 γ'' 相和基体相 γ 相的共格畸变是造成 δ 相的根本原因, δ 相的析出方式分为晶界析出与晶内析出两种,其形核位置随析出温度不同而发生改变。超过 900 °C 进行时效 δ 相从过饱和的固溶体基体中直接析出,其形状为短棒状;低于 900 °C 进行时效, γ'' 相先于 δ 相析出, δ 相则由 γ'' 相转变生成,优先在晶界和孪晶界上析出,随后在晶内析出,其析出形貌为针状。 γ'' 相在析出过程中会产生畸变,进一步生成层错。J. X. Dong 提出了 $\gamma'' \rightarrow \delta$ 转变模型如图 1-1 所示, δ 相在 γ'' 相层错上与 γ'' 相相交生长,有助于 γ'' 相向 δ 相的转变。

图 1-1 γ' 相 $\rightarrow\delta$ 相转变示意图

1.3 高温合金强化原理

GH4169 高温合金由多种合金元素组成,将多种合金元素掺入基体元素(Fe、Ni 或 Co)中,促使基体相产生强化效应,这就称作合金强化。目前通常用到的强化效应包括以下几种:晶界强化、固溶强化、第二相强化(弥散相强化和沉淀析出强化)以及工艺强化等。

1.3.1 固溶强化原理

通过在基体中掺杂合金元素来提高原子间结合力,将使晶格内产生畸变,堆垛层错能降低,同时使原子产生偏聚,从而提高合金的再结晶温度,并降低合金元素在基体中的扩散能力。

在高温合金中由于元素种类不同,溶剂原子与溶质原子的尺寸不尽相同,同时这两种原子所含的电子数量也不同,最终造成其化学影响因素差别巨大,上述因素也正好决定了溶质原子在溶剂中的溶解度。

尺寸效应大、溶解度适当和熔点高的元素能够产生较强固溶强化作用,W、Mo、Cr 是固溶强化元素,如 GH4037 加入 W、Mo 等元素强化固溶体,其他元素强化作用较弱,若干不同溶质在单一溶剂中所产生的多元固溶强化作用大于单独加入一个溶质的作用,即所谓复合强化作用。

1.3.2 第二相强化原理

GH4169 是由面心立方的奥氏体基体和多种第二相组成的 Ni 基高温合金。Ni 基高温合金可以通过 γ' 相、 γ'' 相或共格的 $\text{Ni}_3(\text{AlTi})$ 相而得到强化,成为当代必不可少的高温合金,已经取得高速发展。在多元 Ni 基固溶体合金中,随温度的改变 γ' 相的溶解度较大,其在高温时溶解,低温则会时效析出,同时可以参与变形,并且不会由于 γ' 相大量析出而引起合金发生脆性改变,所以 γ' 相起到强化作用。 γ' 相强化的特征之一便是共格强化,相对而言其错配度小,此时合金更加稳定。 γ' 相阻碍位错运动有两种方式,当晶粒尺寸小于临界尺寸时,切割机制起主要作用,Orrowan 绕过机制在晶粒尺寸大于临界尺寸时起主要作用。

1.3.3 晶界强化原理

晶界强化的原理主要是通过控制晶界形态、析出相的形态及净化晶界内部杂

质而使合金得到强化。在合金发生高温形变时其晶界处是薄弱环节,在应力与高温的共同作用下会呈现沿晶破裂的特征,在晶界处产生裂纹,晶界区的原子原有的排列顺序被破坏,产生各种晶体缺陷,所以晶界强化具有重要意义。当合金发生低温形变时,合金内部会产生大量位错,成为晶界扩展的阻碍,产生强化作用。

高温合金中往往存在微量的金属元素或一些杂质元素,将会导致典型的晶界偏析现象。尽管这些元素的平均含量极小,但偏析作用促使其在晶界区浓度比较高,将会对晶界产生强化或者弱化的作用。同时,高温合金内部一般都含有低熔点有害杂质元素,会与合金中的基体元素形成低熔点化合物或共晶体,在高温形变时容易产生缺陷,造成制品损坏。因此,提高合金的纯净度已经成为当前改善高温合金性能的重要措施。

GH4169 合金是由多晶体晶粒组成的高温合金,在塑性变形时其位错滑移过程需要克服晶格间的阻力,滑移面上所含的微量元素或杂质原子对位错的阻力,还需要克服晶界间的阻力。高温合金的晶粒越细小,晶界相对越多,从而对位错的阻力越大,从而提高高温合金的屈服强度。根据位错理论可以得到屈服强度与晶粒尺寸的关系,称为 Hall-Petch 公式:

$$\sigma_s = \sigma_i + K_1 D^{-1/2} \quad (1-1)$$

式中:

- σ_s —— 单晶体时的屈服强度;
- σ_i —— 单晶体时的屈服强度常数;
- K_1 —— 晶界对强度的影响程度常数;
- D —— 晶粒的平均晶粒尺寸。

1.3.4 工艺强化原理

1.3.4.1 形变热处理强化

通过形变与热处理相结合的方式,达到优化合金的组织结构、细化晶粒、提高合金的强度及其他机械性能的目的,称为形变热处理强化。高温合金在低于其再结晶温度下进行加工变形,之后再进行时效处理、回复去应力处理,这称为中温形变热处理工艺。此工艺通过促进合金内部的细小晶粒、碳化物等第二相物质在位错等缺陷处的析出,同时减小横向晶界的作用,即将原有的晶粒拉长,从而提高合金强度。

1.3.4.2 复相组织强化

复相组织强化工艺是指尺寸大概相同的两个相形成复相组织,也可以称作多相组织、混相组织等,通过不同相间的非共格关系达到强化目的。一般来讲,复相组织中一个是基体相(软的固溶体相),另一个则是起增强作用的硬相,称为强化相;对一些脆性材料可以是脆的基体相(如金属间化合物)与一个塑性好的强化相

进行复合,从而达到增加合金韧性的目的。

1.3.4.3 单晶体位向强化

在某些金属材料中单晶体的位向对其强度也会有重大影响。进一步研究证明, γ' 相的颗粒大小、取向及蠕变温度之间有重要的相互作用, γ' 相的强度与取向的影响也极为明显。对 GH4169 高温合金在 980~1 050 °C 进行蠕变性能研究时发现此时的 γ' 相大小及取向的影响减弱,但仍会表现出[001]方向较强的特性。对于某些多晶体板材,其内部晶粒会沿着某些特定方向排列,在这些方向上取向概率大大增加,这种现象叫作择优取向,结果便是出现织构组织。在冷变形过程中,如冲压、冷轧,合金中容易出现织构,也会影响合金的综合力学性能。

1.3.4.4 快速凝固工艺

快速凝固技术是将合金熔体快速冷却,冷却速率 $\geq 10^4 \sim 10^6 \text{ Ks}^{-1}$,在这一过程中非均匀性形核被遏制,液相到固相的相变速率非常快,获得的制品具有优越的相结构和非平衡态组织。

通过快速凝固工艺得到的高温合金,会表现出比较高的塑性与强度,这是由于在快速凝固条件下高温合金会产生组织细化,减少固溶体基体中的缺陷,同时偏析降低,从而大幅度改善合金的组织结构、提高合金的力学性能和加工性能。

1.4 高温合金细晶处理工艺研究概况

1.4.1 细化工艺概述

对于 GH4169 高温合金来说,由于经常用来制造飞行器热端部件和固体火箭零部件,需要通过多种手段对其进行细晶处理,使其具有均匀细小的晶粒组织,同时避免晶界处的薄膜沉淀,以提高其综合性能。常见的细化晶粒尺寸的方法主要有以下两种:

1. 传统细晶法

依据不同合金的相溶解和析出规律,采取相应的锻造温度与形变量,能够获得较为均匀、细小的合金锻件。晶粒的细化程度主要由锻造温度来决定,在采取较低的终端温度的同时,利用析出相或者第二相阻止晶粒的长大,锻造过程中形变量则需要大于 5%~10%才能够获得均匀、细小的合金组织。在锻造过程中采取多次重新加热或者形变量不够的情况下,会造成晶粒尺寸极其不均匀同时造成合金力学性能的破坏。

2. 细化晶粒法

将热压加工方法同热处理工艺相结合的处理方法称为细化晶粒法。通常都需要先进行热处理,选取合适的温度进行加热,析出阻止晶粒长大的第二相组织;然后再进行最终热变形,需要注意的是热变形温度需满足相溶解温度 $>$ 终变形温度

>再结晶温度这一条件。研究发现,当最终热变形量大于 30%~40%时,此时的合金全部为未再结晶组织,第二相均匀分布在合金组织中。最后需要对合金进行再结晶热处理,需要注意的是再结晶温度需要小于上述提到的第二相的溶解温度,依据上述工艺得到的晶粒尺寸大约为析出相的间距距离,同时要控制好再结晶保温时间以免晶粒完全再结晶后继续长大。

晶粒细化的方法已有八九十年的历史,对于很多合金已有成熟技术。20 世纪 50 年代前期,晶粒细化方法被成功地应用在有色合金铸件上。随着晶粒细化方法的快速发展,这一方法广泛应用到铸铁、不锈钢和高温合金等材料上。几种晶粒细化方法的特点如表 1-2 所示。

表 1-2 晶粒细化方法

序号	晶粒细化方法	优点	缺点
1	形核添加剂	最大程度的晶粒细化,有效、简单、实用	较大的枝晶间距,较粗的组织,液体减少,塑性降低
2	阻止晶粒长大	晶粒细化理论基础	晶粒细化效果不明显,增加了偏析,易形成低熔点共晶
3	熔体搅动	细化良好,降低显微疏松,去核氧化物,组织和性能均匀,充模较好	设备复杂,使组织粗化,需要金属模
4	快速冷却	降低枝晶间距,细化组织,使偏析降低至最小,增加固体溶度	大尺寸截面铸件难以实现,易产生内应力,并难以控制
5	去核作用	和快速冷却一样	难以控制,工业生产难以实现

铸件的晶粒细化方法主要有三种,分别是热控法、化学法和振动法。其中,形核添加剂、阻止晶粒长大去核作用属于化学法,是工业上常用的铸件晶粒细化方法之一。尤其需要注意的是,高温合金对夹杂非常敏感,所以化学法应用于铸件晶粒细化的关键是保证使用添加剂后不带入杂质,不影响组织的性能,但是这种理想状态很难做到。

N. EI-Bagoury 等人采用热控法研究了高温合金的晶粒细化工艺,系统研究了过热温度、凝固速率等浇铸参数对 IN738LC 合金晶粒细化的影响。研究结果表明,金属过热温度越高,晶粒尺寸越大;凝固速率越大,晶粒尺寸越细小。

在 20 世纪 80 年代,铸造公司 Airesearch 提出一种晶粒细化的铸造工艺,简称 FGP 方法。采用较低的模式预热温度(约 1 093 ℃)加上低的过热温度($T_m + 260$ ℃)和浇注温度($T_m + 4.4$ ℃),并在此工艺中使其局部激冷或加发热帽口和热包敷,最终可得到级别为 ASTM 1~2 的晶粒组织。

20 世纪末期,美国先后研制出第二代 Microcast-X 细晶铸造法和 Spraycast 细晶铸造法,使用新的铸造法可以让晶粒非常细小,达到 ASTM 6~8 级,并且组织均匀。自 90 年代以来,欧洲的一些国家也开始关注并研究高温合金的组织细化,如比利时和法国与工业界合作成立的项目 Cost504,所选材料为 IN718 和 IN713 等,研制了高温合金的细晶方法,结果表明晶粒尺寸可达到 ASTM 3 级。表 1-3 为美国与欧洲所研制的高温合金晶粒细化方法的对比。

表 1-3 美国和欧洲高温合金晶粒细化方法对比

推出年代	研制公司	方法注册名称	推测方法	采用合金	晶粒度级别
1983	Howmet	Grainex	振动法	IN706	ASMT M 9~13
1984	Airesearch	FGP	热控法	IN713LC	ASMT 1~2
1984	Howmet	Microcast-X	热控法	IN713	ASMT 3~5
1990	Airesearch	无	不详	IN738	ASMT 3.5
1992	Howmet	Spraycast-X	喷雾成型	IN100	ASMT 6~8

铸造的方法制作,得到了较细的晶粒组织,但此方法所制零件有强度低、重量大和不易焊接组装等缺点,同时易产生缩孔和疏松等缺陷。

2003 年吕红军等人针对 GH4169 合金的特点,采用析出 δ 相来控制再结晶后晶粒尺寸,对 GH4169 高温合金板材进行了冷轧+再结晶退火、热轧及热轧+冷轧+再结晶退火、冷轧+ δ 相析出处理+冷轧+再结晶退火等多种超细晶成形工艺技术的研究,得出了 GH4169 超细晶处理的最佳工艺:1 050 °C×0.5 h 固溶处理+50%冷轧(第一次冷轧)+890 °C×10 h 的 δ 相析出处理+30%冷轧(第二次冷轧)+950 °C×3 h 的再结晶退火处理,得到了 ASTM 12~14 级的超细晶粒组织。

剧烈塑性变形方法(Sever Plastic Deformation, SPD)是现阶段应用较多的细晶处理方法,此方法直接对金属块体材料进行剧烈塑性变形加工,使得金属晶粒细化,可获得晶粒尺寸小于 1 μm 的超细晶组织,这是一般塑性变形加工对金属晶粒细化所达不到的。随着细晶材料及制备细晶材料技术的发展,大多高温合金在超细晶状态下具有优越的性能,如力学性能、疲劳性能、导电性能等,因此高温合金的应用更加广泛和普遍。

1.4.2 等温锻造细化工艺

等温锻造是指在锻造过程中让锻件始终在同一温度下完成形变的一种新兴锻造方法,具有改善锻件力学性能和优化组织结构的特点。等温锻造时,一般使用闭式模锻的方法,锻件在模具内部受到三向压应力的作用,这能够提高最终锻件的塑性性能;在等温变形的过程中,坯料具有良好的流动性能够充分填满模具,同时坯料各部位温度与模具温度一致,大大降低了坯料本身的变形抗力。等温锻造这