

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2020.11.005

挤压参数对镍基粉末冶金高温合金微观组织影响研究

宋晓俊,王超渊,汪煜,周磊,邹金文

(中国航发北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室,北京 100095)

摘要:通过改变挤压工艺参数对镍基粉末冶金高温合金微观组织影响进行了研究。结果表明,挤压速度 20 mm/s 和挤压比 4:1 时,随挤压温度升高,动态再结晶程度提高,当超过 1 100 ℃,晶粒呈现长大趋势;在 1 100 ℃,挤压速度 50 mm/s,挤压比 3:1~8:1 时,挤压比超过 6:1,变形热对晶粒长大的影响较明显;在 1 100 ℃,挤压速度 20 mm/s 和挤压比 4:1 时,随挤压速度增加,再结晶晶粒更加细小;当挤压速度达到 80 mm/s,变形热导致再结晶晶粒长大。沿挤压方向,棒坯头部晶粒较粗,垂直挤压方向,棒坯边缘晶粒较细。

关键词:镍基粉末冶金合金;挤压温度;挤压速度;挤压比;再结晶

中图分类号: TG136+.2

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2020)11-1024-06

Effect of Extrusion Parameters on Microstructure of Ni-based P/M Superalloy

SONG Xiaojun, WANG Chaoyuan, WANG Yu, ZHOU Lei, ZOU Jinwen

(Key Laboratory of Advanced High Temperature Structural Materials, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: The influence of extrusion parameters on microstructure of nickel-based powder metallurgy (P/M) superalloy was studied. The results show that when the extrusion speed is 20 mm/s and the extrusion ratio is 4:1, the dynamic recrystallization degree increase with the increase of extrusion temperature. When the extrusion speed exceed 1 100 ℃, the grain size tend to grow. When the extrusion speed is 50 mm/s at 1 100 ℃ and the extrusion ratio is 3:1 ~ 8:1, the extrusion ratio is over 6:1, and the influence of deformation heat on grain growth is obvious. At 1 100 ℃, the recrystallization grains become finer with the increase of extrusion speed at 20 mm/s and extrusion ratio of 4:1. When the extrusion speed reaches 80 mm/s, the deformation heat causes the recrystallization grain to grow. Along the extrusion direction, the head grain of the bar billet is thicker, while in the vertical extrusion direction, the edge grain of the bar billet is finer.

Key words: Ni-based P/M superalloy; extrusion temperature; extrusion speed; extrusion ratio; recrystallization

涡轮盘是航空发动机中工作条件最为苛刻的、最为关键的热端转子部件之一,其工作能力直接影响发动机的使用性能、可靠性和耐久性,而涡轮盘所用材料及其成型技术也是发展高推重比发动机的关键技术之一^[1]。粉末冶金高温合金是推重比 8 以上高性能航空发动机涡轮盘的首选材料^[2],由于涡轮盘用粉末高温合金合金化程度高,材料热加工性能差,塑性低,变形温度高且范围窄,锻造变形对变形速度和变形温度都非常敏感,难以采用常规锻造变形工艺进行开坯和成形^[3]。在国外,制备粉末高温合金涡轮盘一般采用热挤压制坯+超塑性等温锻

造制备工艺路线。

国外在 20 世纪 60 年代开始采用热挤压技术制备粉末高温合金棒材,到 1965 年超过 23 000 kg 粉末热压实+热挤压棒材用于军用发动机涡轮盘制备;截止到 1998 年,采用热挤压工艺制备粉末高温合金棒材已超过 1 万 t/年。IN100 合金是最早采用热挤压技术进行挤压开坯的粉末冶金材料,在 1985 年和 1992 年 GE 也开始采用该工艺制造 Rene'95 合金和 Rene'88 合金棒材。在目前西方发达国家现役军、民机中,其推重比为 7~8 及其以上的发动机涡轮盘普遍采用了粉末冶金+热挤压+超塑性等温锻造的工艺制备,材料包括 Udimet720, Udimet700, N18, IM-1843 等合金,挤压棒材规格可以达到 $\phi 320$ mm^[4-8]。针对发动机推重比和功重比升级换代的发展趋势,国内在粉末高温合金涡轮盘等温锻造技术领域进行了大量研究,在涡轮盘材料细晶盘坯制备、超塑性变

收稿日期: 2020-07-15

作者简介: 宋晓俊(1985-),河南信阳人,工程师,硕士。主要从事粉末高温合金热挤压及等温锻造工艺研究方面的工作。电话: 17813161721, E-mail: songxiaojun25@126.com

形、模具技术、工艺润滑等方面取得较大进展,采用热等静压+等温锻造的加工方法,实现了大气条件下粉末冶金高温合金涡轮盘超塑性等温模锻^[9,10]。但在粉末高温合金热挤压制坯领域技术基础薄弱。而热挤压大变形可消除合金中原始颗粒边界和破碎非金属夹杂物,细化合金晶粒组织,因此热挤压制坯是解决高合金化涡轮盘材料开坯困难的有效手段^[11-13]。本项工作从挤压温度、挤压比、挤压速度等关键工艺参数对镍基粉末高温合金微观组织的影响进行研究,制备出组织均匀的细晶棒材,为后续盘件超塑性等温锻造奠定组织基础。

1 实验材料及方法

实验材料为热等静压态镍基粉末冶金高温合金锭,其制备工艺流程:先采用氩气雾化法(AA)制备镍基高温合金粉末冶金,合金粉末经脱气、装套和热等静压(HIP)后,制成实验用热等静压态镍基粉末冶金高温合金锭坯,其微观组织如图1所示。研究挤压温度、挤压比和挤压速度等工艺参数对合金微观组织的影响,棒坯取样见图2所示。

热等静压态锭坯分别加热到1 050℃、1 080℃、1 100℃和1 150℃,采用4:1的挤压比和20 mm/s的挤压速度进行热挤压变形,研究挤压温度对合金微观组织的影响规律;在挤压温度1 100℃和挤压速度50 mm/s条件下,采用3:1~8:1的挤压比,

研究挤压比对合金微观组织的影响规律;在挤压温度1 100℃和挤压比4:1的条件下,采用20、50和80 mm/s的挤压速度,研究挤压速度对合金微观组织的影响规律及20 mm/s挤压速度下棒坯的组织均匀性,微观组织分析采用徕卡DMLM显微镜和ZEISS ULTRA 55扫描电镜进行。

2 结果与分析

2.1 挤压温度的影响

热等静压态镍基粉末冶金高温合金在1 050~1 150℃、挤压比4:1和挤压速度20 mm/s挤压变形后,均发生了明显的动态再结晶,在挤压过程中,锭坯加热温度对合金的再结晶程度和晶粒长大行为有很大影响,图3为不同挤压温度挤压棒坯的组织形貌。

当挤压温度为1 050℃时,合金的动态再结晶不完全,只有极少量的再结晶晶粒,晶粒平均尺寸在5 μm以下,如图3(a)所示。随挤压温度升高,合金的动态再结晶过程进行得更加充分,当挤压温度为1 080℃时,合金中仍有一些不连续的未再结晶区域存在,但细小的再结晶晶粒明显增多,如图3(b)所示。当挤压温度达到1 100℃时,合金动态再结晶进行得比较完全,可以获得一种均匀细小的等轴状再结晶晶粒,平均晶粒尺寸小于10 μm,如图3(c)所示。进一步提高挤压温度,晶粒尺寸呈现明显长大趋势,当挤压温度升到1 150℃时,平均晶粒尺寸达到

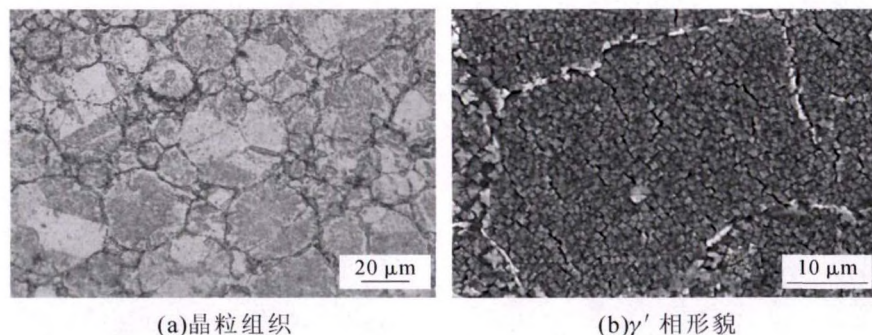


图1 镍基粉末冶金高温合金热等静压态微观组织
Fig.1 Microstructure of HIP Ni-based P/M superalloy

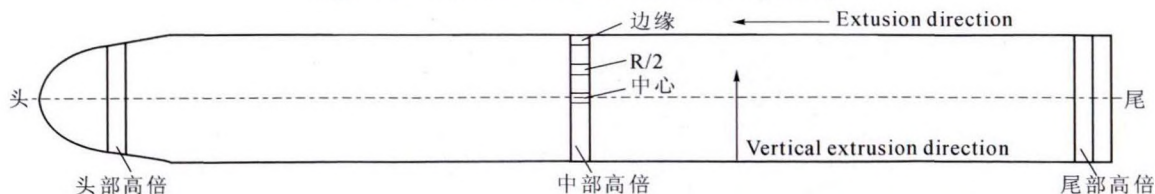


图2 挤压态镍基粉末高温合金棒坯高倍组织取样图
Fig.2 Schematic diagram of high magnification structure of extruded Ni-based P/M superalloy billet

表1 镍基粉末冶金高温合金主要化学成分 w(%)
Tab.1 Chemical composition of Ni-based P/M superalloy

Cr	Co	W	Mo	Nb	Al	Ti	Zr	O	N	C	S	Ni
15.5~16.5	12.5~13.5	3.8~4.2	3.8~4.2	0.6~1.0	2.0~2.4	3.5~3.9	0.025~0.05	≤0.007	≤0.005	0.02~0.05	0.015	余量

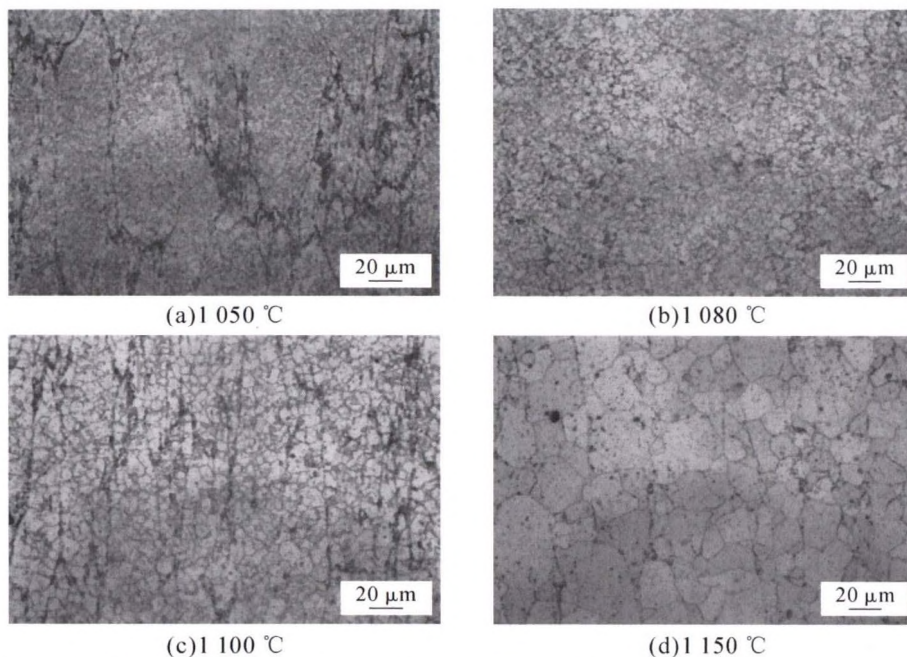


图3 不同挤压温度下镍基粉末冶金高温合金棒坯的微观组织(R/2处,垂直于挤压方向)
Fig.3 Microstructure of as-extruded Ni-based P/M superalloy bar with different temperatures

20 μm 以上,如图 3(d)所示。

挤压温度对合金中 γ' 强化相形貌和分布同样有着较大的影响,不同挤压温度的 γ' 强化相形貌分布如图 4 所示。当挤压温度为 1050 °C 时,在合金的微观组织中存在两种尺寸的 γ' 相,大尺寸的 γ' 相多分布在晶界处,呈链状分布,平均尺寸为 1~2 μm,小尺寸的 γ' 相多分布在晶粒内部,呈弥散状分布。随挤压温度升高,晶界处大尺寸 γ' 强化相的含量逐渐减少,1150 °C 时,晶界处大尺寸 γ' 相已经基本溶解, γ' 相主要呈弥散状分布在晶粒内部。在挤压棒坯

的微观组织中,晶界处大尺寸 γ' 相的存在,可以有效地阻止再结晶晶粒的长大,所以,当挤压温度超过 1100 °C 时,合金中晶界处大尺寸 γ' 相逐渐溶解,挤压棒坯的晶粒尺寸会快速长大,如图 4(c)所示。

2.2 挤压比的影响

在挤压温度 1100 °C 和挤压速度 50 mm/s 时,对热等静压态锭坯进行 3:1~8:1 不同挤压比的挤压变形,微观组织如图 5 所示。挤压变形后,合金均发生了较明显的动态再结晶,随着挤压比的增加,合金再结晶进行的越彻底,再结晶晶粒明显长大。合金

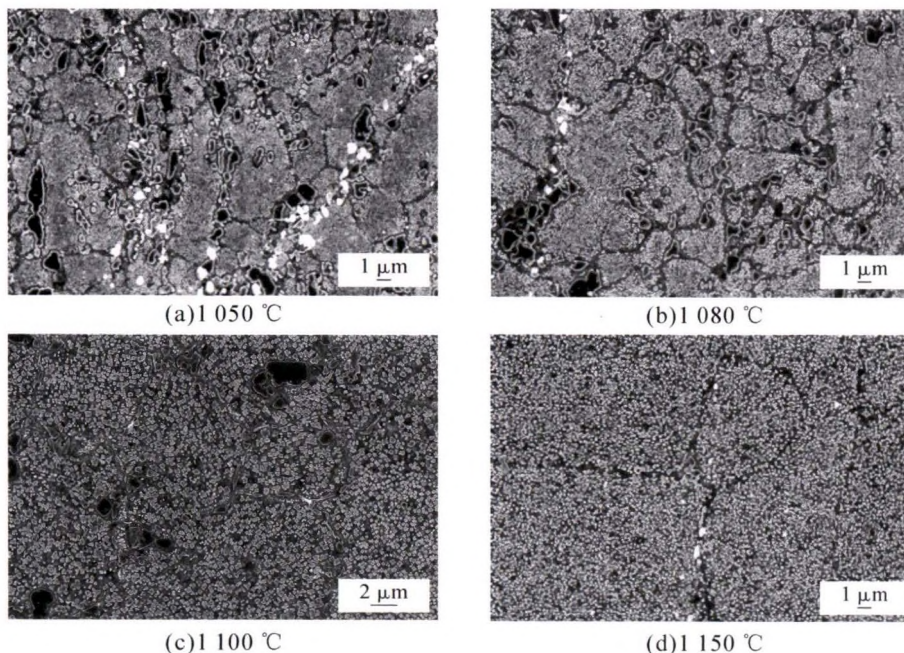


图4 不同挤压温度下的镍基粉末冶金高温合金棒坯的 γ' 强化相形态(R/2处,垂直于挤压方向)
Fig.4 γ' phase microstructure of as-extruded Ni-based P/M superalloy bar with different temperatures

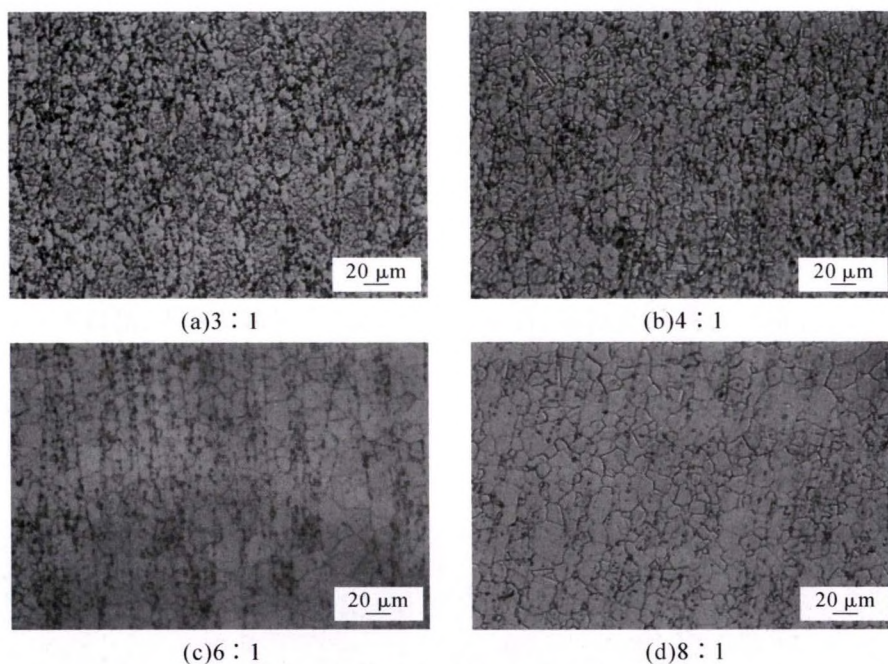


图5 不同挤压比下的镍基粉末冶金高温合金棒坯的微观组织(R/2处,垂直于挤压方向)
Fig.5 Microstructure of as-extruded Ni-based P/M superalloy bar with different extrusion ratio

γ' 相含量和形貌及再结晶晶粒组织受挤压变形等效应变量和变形热的双重影响,合金在进行剧烈挤压变形时,随着挤压比增大,合金内部等效应变增大,促进合金动态再结晶的发生,有利于晶粒细化。另外,合金在进行剧烈变形时,一部分畸变能会转变为热能,导致挤压棒坯内部出现明显温升,温升会导致合金中大尺寸 γ' 相溶解,减弱大尺寸 γ' 相对晶界的钉扎作用,促进再结晶晶粒的长大。

当挤压比为3:1时,由于挤压比过小,等效应变量和变形热均较小,动态再结晶过程进行得不太充分,晶界取向差不大,晶界不太连续,合金中仍有大量大尺寸 γ' 相存在。挤压比提高到4:1时,合金的再结晶过程进行得比较完全,有大量细小的再结晶晶粒析出,合金中存在大量大尺寸 γ' 相钉扎在新晶粒晶界上,晶粒组织均匀细小,平均晶粒尺寸约为10 μm 。当挤压比增至6:1时,变形热的影响大于等效应变量的影响,晶界大尺寸 γ' 相数量明显减少,再结晶晶粒开始长大,平均晶粒尺寸约为15 μm 。继

续增大挤压比至8:1时,变形热带来的温升更加明显,晶界大尺寸 γ' 相基本消失,再结晶晶粒迅速长大,合金中出现了个别较大的晶粒,尺寸达到30 μm 以上。

2.3 挤压速度的影响

图6为挤压比4:1、挤压温度1100 $^{\circ}\text{C}$ 时,不同挤压速度条件下合金的微观组织。

合金锭坯经20~80 mm/s不同挤压速度变形后,合金均发生了明显的动态再结晶,随着挤压速度的增加,合金内部畸变能逐渐提高,促进合金动态再结晶的发生,获得的再结晶平均晶粒尺寸更加细小。当挤压速度为20 mm/s时,由于挤压速度过慢,再结晶晶粒有较充分的时间长大,晶粒组织较为粗大。随着挤压速度的提高,当挤压速度为50 mm/s时,晶粒组织获得了更多的能量,促进了动态再结晶的发生,晶粒组织均匀细小,平均晶粒尺寸约为10 μm 。当挤压速度达到80 mm/s时,随着畸变储存能的提高合金再结晶晶粒更加细化,但较高的挤压

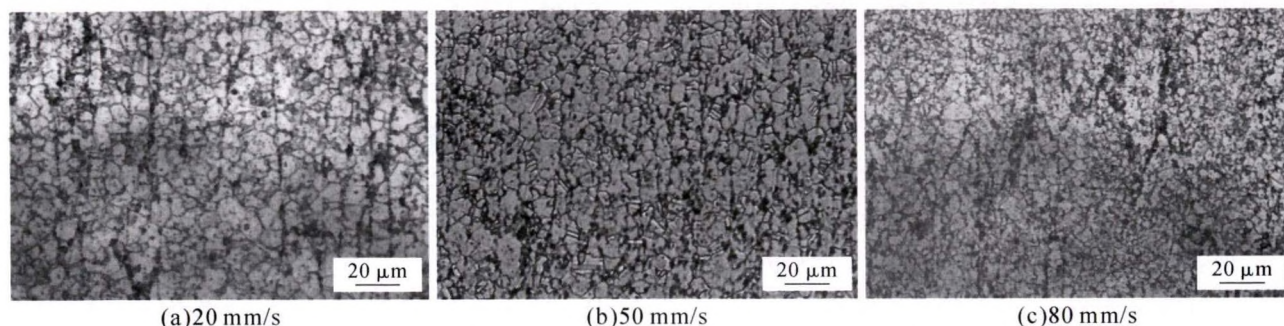


图6 不同挤压速度下的镍基粉末冶金高温合金棒坯的微观组织(R/2处,垂直于挤压方向)
Fig.6 Microstructure of as-extruded Ni-based P/M superalloy bar with different speed

速度促使变形热增多,导致部分再结晶晶粒开始长大,晶粒组织的均匀性下降。

2.4 组织均匀性分析

对挤压比 4:1、挤压速度 20 mm/s 和挤压温度 1 100 ℃的挤压棒坯沿挤压方向棒坯头部、中部和尾部三个位置的 R/2 处试样的晶粒组织进行了分析,如图 7 所示。

由图 7 可以看出,合金经过挤压变形后,原始颗粒边界得到不同程度的变形和破碎。挤压棒坯头部位置合金中晶粒尺寸较为粗大,且原始颗粒边界未被完全变形或破碎,而挤压棒坯中部、尾部晶粒尺寸大小基本一致。在挤压棒坯中部位置,垂直于

挤压方向分别在棒坯边缘、R/2、中心处取高倍试样,分析垂直于挤压方向合金组织变化规律,如图 8 所示。

由图 8 可以看出,挤压棒坯边缘部位晶粒尺寸较小,平均晶粒尺寸约 10~15 μm ,而 R/2 和中心部位平均晶粒尺寸约为 10~20 μm 。由此可知,经过挤压变形后,沿棒坯挤压方向,棒坯头部有一段过渡区,晶粒尺寸较为粗大,沿挤压方向棒坯晶粒逐渐细化,中部和尾部晶粒组织较为一致均匀,而在挤压棒坯的尾部,微观组织是比较均匀的,没有明显的过渡区。在垂直于挤压方向,棒坯晶粒尺寸稍有差别,棒坯边缘部位晶粒尺寸较 R/2 和中心部位细小。

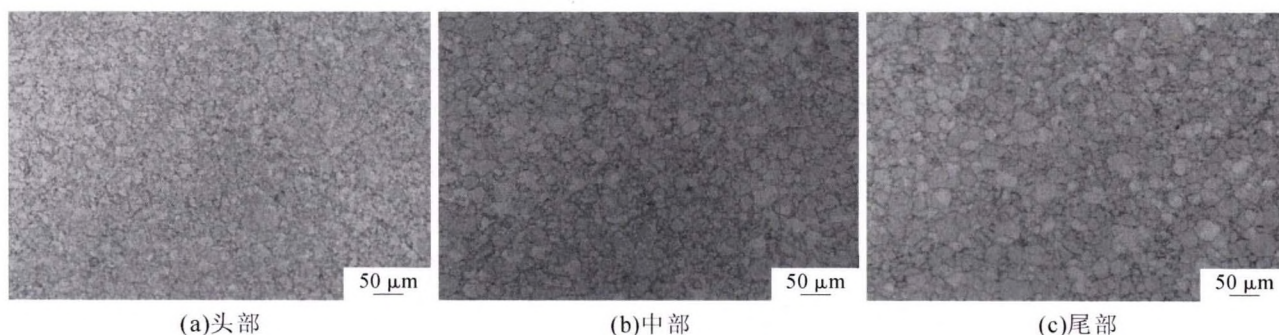


图 7 挤压棒坯沿挤压方向不同位置微观组织(R/2 处)

Fig.7 Microstructure of extruded Ni-based P/M superalloy billet at different positions in extrusion direction

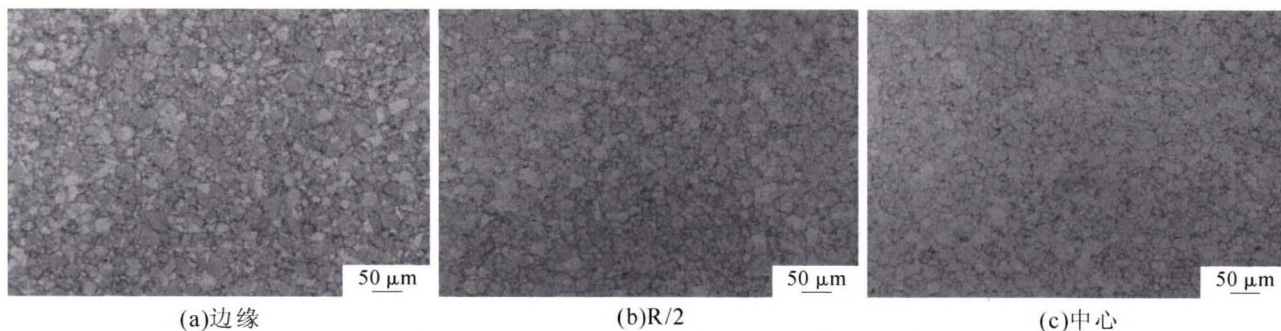


图 8 挤压棒坯中部垂直于挤压方向不同部位微观组织

Fig.8 Microstructure of extruded Ni-based P/M superalloy billet of the position vertical extrusion direction

3 结论

(1)镍基粉末高温合金在 1 050~1 150 ℃、挤压速度 20 mm/s 和挤压比 4:1 进行挤压变形时,随挤压温度升高,动态再结晶程度越高。当挤压温度超过 1 100 ℃时,随晶界处大尺寸 γ' 相溶解,晶粒尺寸呈现明显长大趋势。

(2)在 1 100 ℃和 50 mm/s 条件下,进行 3:1~8:1 不同挤压比变形,合金微观组织受等效应变量和变形热的双重影响,随挤压比的增加,等效应变量的影响使合金再结晶进行的越完善;变形热的影响导致大尺寸 γ' 相溶解,再结晶晶粒逐渐长大。

(3)在 1 100 ℃和 4:1 条件下,进行 20~80 mm/s 不同挤压速度变形,随挤压速度的增加,畸变能提高

使合金再结晶晶粒更加细化。但是,挤压速度达到 80 mm/s,变形热影响导致局部再结晶晶粒开始长大,晶粒组织均匀性下降。

(4)在 1 100 ℃、20 mm/s 和 4:1 的条件下,合金经过挤压变形后,沿棒坯挤压方向,棒坯头部有一段区域晶粒尺寸较粗大,沿挤压方向棒坯晶粒逐渐细化,中部和尾部晶粒组织较均匀。垂直于挤压方向,棒坯晶粒尺寸稍有差别,边缘部位晶粒尺寸较 R/2 和中心部位细小。

参考文献:

- [1] 邹金文,汪武祥.粉末高温合金研究进展与应用[J].航空材料学报,2006,26(3): 244-250.
- [2] 王淑云,张敏聪,东赞鹏,等.FGH96 合金热挤压棒材超塑性研

- 究[J]. 材料工程, 2012, (7): 24-28.
- [3] 刘趁意, 王淑云, 东云鹏, 等. FGH96 合金挤压过程的数值模拟与试验研究[J]. 锻压装备与制造技术, 2010, 45(2): 103-107.
- [4] 江和甫. 对涡轮盘材料的需求及展望[J]. 燃气涡轮试验与研究, 2002, 15(4): 1-6.
- [5] Banik A, Green K A. The mechanical property response of turbine disks produced using advanced PM processing techniques [A]. 9th International Symposium on Superalloys [C]. Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society, 2000, 69-74.
- [6] Banik A, Lindsley B, Mourer D P, et al. Alternative processing for the production of powder metal superalloy billet [A]. Advanced Materials and Processes for Gas Turbines [C]. Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society, 2003, 227-236.
- [7] Moore J B, Athey R L. Fabrication method for the high temperature alloys[P]. US Patent: 3519503, 1970-07-07.
- [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): 155-161.
- [9] Banik A. P/M extruded billet for the forging industry[A]. 1999 Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials [C]. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 2000, 93-102.
- [10] 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.
- [11] 刘趁意, 王淑云, 李付国. 粉末高温合金挤压变形组织及变形机理研究[J]. 锻压装备与制造技术, 2009, 44(1): 84-87.
- [12] 朱兴林, 刘东, 杨艳慧, 等. FGH96 合金包覆挤压过程数值模拟[J]. 航空材料研究学报, 2013, 33(1): 21-27.
- [13] 刘趁意, 王淑云, 李付国. 粉末高温合金挤压变形组织及变形机理研究[J]. 锻压装备与制造技术, 2009, 44(1): 84-87.

(上接第 1014 页)

- [J]. Acta Materialia, 2017, 129(Complete): 183-193.
- [6] Xiao Y K, Bian Z Y, Wu Y, et al. Effect of nano-TiB₂ particles on the anisotropy in an AlSi10Mg alloy processed by selective laser melting [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 798: 644-655.
- [7] 廉清, 吴一, 王浩伟, 等. TiB₂ 增强 Al-Si 复合材料激光增材制造工艺及性能研究[J]. 热加工工艺, 2017, 46(22): 113-117.
- [8] Han G, Zhang W, Zhang G, et al. High-temperature mechanical properties and fracture mechanisms of Al-Si piston alloy reinforced with in situ TiB₂ particles [J]. Materials Science and Engineering A, 2015, 633(may 1): 161-168.
- [9] Ram S C, Chattopadhyay K, Chakrabarty I. Microstructures and high temperature mechanical properties of A356-Mg₂Si functionally graded composites in as-cast and artificially aged (T6) conditions[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 805.
- [10] Alghamdi F, Song X, Hadadzadeh A, et al. Post heat treatment of additive manufactured AlSi10Mg: On silicon morphology, texture and small-scale properties [J]. Materials Science and Engineering A, 2020: 139296.

(上接第 1023 页)

- 导线性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2015(8): 112-115.
- [10] Sakai Y, H J Schneider-Muntau. Ultra-high strength, high conductivity Cu-Ag alloy wires [J]. Acta Materialia, 1997, 45 (3): 1017-1023.
- [11] Sakai Y, Inoue K, Maeda H. New high-strength, high-conductivity Cu-Ag alloy sheets [J]. Acta Metallurgica Et Materialia, 1995, 43 (4): 1517-1522.
- [12] 刘嘉斌, 张雷, 孟亮. Ag 含量对纤维相强化 Cu-Ag 合金组织及性能的影响[J]. 金属学报, 2006(9): 937-941.
- [13] 张雷. 纤维相增强 Cu-Ag 合金的显微组织及力学和电学性能[D]. 杭州: 浙江大学, 2005.
- [14] 曹军, 吕长春, 王福荣, 等. 一种竖引式真空熔炼惰性气体保护连续加料连铸机: CN201410530215.4[P]. 2014-10-10.

技术资料邮购

《铸件均衡凝固技术及应用实例》

本书由西安理工大学魏兵教授编著。共8章: 1、铸铁件均衡凝固与有限补缩; 2、铸铁件冒口补缩设计及应用; 3、压边浇冒口系统; 4、浇注系统大孔出流理论与设计; 5、铸件均衡凝固工艺; 6、铸钢、白口铸铁、铝、铜合金铸件的均衡凝固工艺; 7、浇注系统当冒口补缩设计方法; 8、铸件填充与补缩工艺定量设计实例。全书320页。

特快专递邮购价: 280元。

邮购咨询: 李巧凤 电话/传真: 029-83222071 技术咨询: 13609155628