# GH4169 合金变应变速率热变形过程动态 再结晶动力学行为及建模

何道广<sup>a</sup>, 蔺永诚<sup>a</sup>, 陈明松<sup>b</sup>

(中南大学 a. 机电工程学院; b. 轻合金研究院, 长沙 410083)

摘要:目的 研究变应变速率高温变形过程中 GH4169 合金动态再结晶行为和晶粒组织的演变机理。方法 在 不同变应变速率工况下对 GH4169 合金进行高温压缩实验,分析了变形参数对动态再结晶行为与晶粒组织的 影响规律,建立变应变速率工艺下 GH4169 动态再结晶动力学和晶粒尺寸预测模型。结果 随着第一阶段真 应变的增加或第一阶段/第二阶段应变速率的升高,GH4169 合金动态再结晶程度降低,动态再结晶晶粒细化, 平均晶体尺寸减小;建立的动态再结晶动力学模型的实验值和预测值之间的平均绝对相对误差 (*E*<sub>AARE</sub>)和 相关系数 (*R*)分别为 5.12%和 0.988,建立的动态再结晶晶粒尺寸预测模型的预测值与实验值之间的 *E*<sub>AARE</sub> 和 *R* 分别为 5.79%和 0.992。结论 对 GH4169 合金变应变速率高温变形过程中动态再结晶机理的研究,可用 于指导 GH4169 合金时变工况下的高温塑性成形。

关键词:GH4169 合金;变应变速率;晶粒;动态再结晶

**DOI:** 10.3969/j.issn.1674-6457.2021.01.008

中图分类号: TG316.3 文献标识码: A 文章编号: 1674-6457(2021)01-0066-06

#### Kinetic Behaviors and Prediction Model of Dynamic Recrystallization in GH4169 Alloy during Hot Deformation at Variable Strain Rate

HE Dao-guang<sup>a</sup>, LIN Yong-cheng<sup>a</sup>, CHEN Ming-song<sup>b</sup>

(a. College of Mechanical and Electrical Engineering; b. Light Alloy Research Institute, Central South University, Changsha 410083, China)

**ABSTRACT:** The work aims to study the dynamic recrystallization behavior and evolution mechanism of grain structure in GH4169 alloy during hot deformation at variable strain rate. High temperature compression test was conducted on GH4169 alloy at variable strain rate. The influences of deformation parameters on the dynamic recrystallization behavior and grain structure were discussed. The dynamic recrystallization kinetics and gain size prediction model of GH4169 alloy at variable strain rate was established. It was found that the dynamic recrystallization (DRX) degree of GH4169 alloy decreased with the increase of true strain at stage I, as well as the strain rate at stage I or II. Meanwhile, the DRX grain became refined and the average crystal size decreased. The mean absolute relative error ( $E_{AARE}$ ) and correlation coefficient (R) between the predicted value and the experimental value of the dynamic recrystallization kinetics model established was 5.12% and 0.988, respectively. The mean absolute relative error ( $E_{AARE}$ ) and 0.992, respectively. The research on the dynamic recrystallization mechanism of GH4169 alloy in hot deformation at variable strain rate can be used to guide the high temperature plastic forming of GH4169 alloy under variable conditions.

收稿日期: 2020-08-31

**基金项目:**国家重点基础研究发展计划(973)(2013CB035801);国家自然科学基金(51775564,52005519);长沙市自然 科学基金(kq2007024)。

作者简介:何道广(1987-),男,博士,特聘副教授,主要研究方向为镍基合金塑性加工成形及工艺优化。

#### KEY WORDS: GH4169 alloy; variable strain rate; grain; dynamic recrystallization

GH4169 合金具有优异的高温力学性能、抗疲劳 性能和耐腐蚀性能,是航空发动机关键热端零部件的 重要用材<sup>[1-2]</sup>。GH4169 合金化程度较高,主要合金 元素为 Ni, Cr, Fe,其他微量元素有 Ti, Co, Nb, Mo 等<sup>[3]</sup>。高度合金化导致 GH4169 合金析出相较为 复杂,并显著影响 GH4169 合金的性能<sup>[4-10]</sup>。通常, GH4169 合金主要通过高温变形工艺进行成形<sup>[11]</sup>,例 如等温锻造<sup>[12]</sup>。

目前,动态再结晶是 GH4169 合金重要的细晶方 式,国内外学者开展了广泛研究,例如动态再结晶形 核机制<sup>[13-15]</sup>,动态再结晶与δ相的交互作用机理<sup>[16]</sup> 以及动态再结晶晶粒的演变机制<sup>[17]</sup>等。已有的研究工 作,大部分仅关注恒温恒应变速率工况下,GH4169 合金的动态再结晶行为和晶粒组织的演变规律。在 GH4169 合金零部件的实际生产过程中,零部件各个 部分的应变速率并非恒定,存在着时变特征,因此, 深入研究变应变速率高温成形过程动态再结晶演变 规律,对实现 GH4169 合金零部件高品质制备具有重 要的意义。

文中研究 GH4169 合金变应变速率高温变形过程 中动态再结晶的演变机理,分析变形参数对动态再结 晶行为和晶粒特征的影响规律,并建立对应的动态再 结晶动力学模型。

#### 1 实验材料及方法

研究材料为国产商用 GH4169 合金,其化学成分 (质量分数):C为0.03%,Al为0.59%,Ti为1.00%, Mo为3.01%,Nb为5.23%,Cr为18.96%,Ni为 52.82%,余量为Fe。热压缩实验试样尺寸为Φ8 mm× 12 mm。GH4169 合金变应变速率热压缩实验方案如 图1所示,其中,热变形分为两个阶段(Stage I 和 Stage),Stage I 与 Stage 的应变速率不同,热





变形温度为 920~1010 ℃, Stage I 的真应变取值为 0.22~0.51 样品总的变形程度为 70%。在热压缩之前, GH4169 合金经热处理,其具体工艺为: 1040 ℃/ 0.75 h+900 ℃/12 h,其微观组织的金相如图 2 所示。 显然,GH4169 合金热变形之前的初始微观组织主要 为等轴晶粒组织与  $\delta$  相。热变形过程中微观组织采用 金相和 EBSD 观察,金相腐蚀剂为 100 mL HCl+ 100 mL CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH+5 g CuCl<sub>2</sub>。EBSD 制样采用双喷 电解离子减薄法制备,电解溶液为 10% HClO<sub>4</sub>+ 90% CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH;分析设备为 FEI Helios Nanolab 600i 型 扫描电子显微镜,工作电压为 20 kV。通过 Image-Pro Plus 软件,基于金相像素法,统计分析各个工况下试 样的平均晶粒尺寸。



图 2 GH4169 合金热变形之前微观组织的金相 Fig.2 Metallographic diagram of GH4169 superalloy before hot deformation

#### 2 结果与分析

## 2.1 变应变速率工艺下 GH4169 合金热变 形行为

典型的 GH4169 合金单道次变应变速率热变形工 艺示意图见图 3a。变应变速率热变形过程主要分为 两个阶段(Stage I 和 ),其中,第一阶段热变形与 第二阶段热变形都为恒温恒应变速率热变形过程。相 应地,在单道次变应变速率条件下,典型的 GH4169 合金高温变形规律见图 3b,可以发现,当 GH4169 合金在第一阶段变形结束时( $\varepsilon_I=0.36$ ),应变速率由 较低值(0.1 s<sup>-1</sup>)突变为较高值(1 s<sup>-1</sup>)时,真应力 显著增加。这是因为在 GH4169 合金热变形过程中, 存在着加工硬化、动态回复以及动态再结晶等冶金学 机制,导致微观组织演变极为复杂;当第一阶段 (Stage I)真应变和应变速率一定时,在第二阶段热 变形过程,较大的应变速率导致高密度位错在晶界、  $\delta$ 相等区域塞积形成位错胞/网状结构,抑制位错迁移 和亚结构长大,并抑制动态再结晶的形核/长大,导





致真应力增加。当应变速率由较高值(0.1 s<sup>-1</sup>)突变 为较低值(0.001 s<sup>-1</sup>)即 Case B 时,真应力显著减小。 在第一阶段热变形过程中,高应变速率促进亚晶和动



a 0.1 s<sup>-1</sup>- $\varepsilon_1(0.22)$ -0.001 s<sup>-1</sup>



c 0.01 s<sup>-1</sup>- $\varepsilon_1$  (0.36)-0.001 s<sup>-1</sup>

态再结晶大量形核;在第二阶段热变形过程中,较低 的应变速率有利于亚晶的旋转与长大,并促进动态再 结晶形核/长大,动态软化行为增强,真应力降低。

#### 2.2 变应变速率工艺参数对动态再结晶行 为及晶粒组织的影响规律

恒温变应变速率高温变形过程中,工艺参数对 GH4169 合金动态再结晶的影响规律见图 4。由图 4a—b 可见,随着 ε<sub>1</sub>由 0.22 增加到 0.36, 经第二阶段 变形完成后,GH4169 合金动态再结晶程度降低,动 态再结晶分数由 94.7% 减少到 91.2%。第一阶段真应 变一定时,随着第一阶段或第二阶段应变速率的升 高,动态再结晶程度呈现减小的趋势,即当第一阶段 应变速率由 0.1 s<sup>-1</sup> 降低为 0.01 s<sup>-1</sup> 时,动态再结晶分 数由 91.2% 增加到 99%;当第一阶段应变速率由 0.1 s<sup>-1</sup> 增加到 1 s<sup>-1</sup> 时,动态再结晶分数由 91.2% 减小 到 70.9%, 如图 4b-d 所示。一般地, 在 GH4169 合 金高温变形过程中 ,动态再结晶晶粒组织的演变显著 受到位错、亚晶以及 $\delta$ 相的影响;当第一阶段(Stage I)真应变和应变速率一定时,在第二阶段热变形过 程,随着应变速率的减小,强化了亚晶的形核/旋转 与 $\delta$ 相的动态溶解,促进了动态再结晶的形核与长 大,动态再结晶程度增大。

变应变速率高温变形过程中,GH4169 合金微观 组织演变规律的 EBSD 图见图 5。基于 Channel 5 软 件统计分析可知,当  $\varepsilon_1$ 由 0.22 增加到 0.36 时,平均



b 0.1 s<sup>-1</sup>- $\varepsilon_1(0.36)$ -0.001 s<sup>-1</sup>







晶粒尺寸由 15.8 μm 减小到 12.8 μm。这是因为当应 变速率由较高值(0.1 s<sup>-1</sup>)突变为较低值(0.001 s<sup>-1</sup>) 时,当总应变量一定时(ε<sub>&=</sub>=1.2),增加第一阶段真应 变,第二阶段真应变相对减小;较大的第一道次真应 变,显著增大了第一阶段热变形过程中动态再结晶的 形核率,导致细小的动态再结晶晶核数量增多;而第 二阶段真应变的减小,抑制了第一阶段形成的动态再 结晶晶核的长大,并进一步减弱了第二阶段动态再结 晶的形核与长大。当第一阶段应变速率由 0.1 s<sup>-1</sup>减小 为 0.01 s<sup>-1</sup>时(见图 5a—c),平均晶粒尺寸由 12.8 μm 减小到 16.3 μm。这是因为在恒定的总应变条件下, 高的第一阶段/第二阶段应变速率将减少热变形过程 中亚晶的长大/旋转的孕育时间,抑制了动态再结晶 晶粒长大。



 
 、図 5 夏辺夏途平上2 下間温夏が見往千,5014109 日並並
 、 微组织的 EBSD 图(取向微观图见笔者前期发表论文<sup>[17]</sup>)

 Fig.5 EBSD maps of GH4169 superalloy during hot deformation at variable strain rate (see papers published by the Author for orientation micrograph)

# 2.3 变应变速率工况下时效态 GH4169 合 金动态再结晶动力学模型

一般地,恒应变速率热变形过程中材料的动态再 结晶动力学可表示为<sup>[16]</sup>:

$$X_{\rm drx} = 1 - \exp\left[-0.693 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_{\rm c}}{\varepsilon_{\rm c} - \varepsilon_{0.5}}\right)^n\right] \quad (\varepsilon \ge \varepsilon_{\rm c}) \tag{1}$$

式中:X<sub>drx</sub>为动态再结晶分数; n 为材料常数。

式(1)难以预测材料在变应变速率条件下的动 态再结晶行为,因此,由式(1)对真应变的偏导为:

$$\nu_{\rm drx}(\varepsilon) = \frac{\mathrm{d}X_{\rm drx}}{\mathrm{d}\varepsilon} = \frac{\partial X_{\rm drx}}{\partial\varepsilon} + \frac{\partial X_{\rm drx}}{\partial T} \frac{\mathrm{d}T}{\mathrm{d}\varepsilon} + \frac{\partial X_{\rm drx}}{\partial\dot{\varepsilon}} \frac{\mathrm{d}\dot{\varepsilon}}{\mathrm{d}\varepsilon}$$
(2)

当真应变一定时,变应变速率热变形条件下,动 态再结晶分数为:

$$X_{\rm drx} = \int_0^\varepsilon v_{\rm drx}(\varepsilon) d\varepsilon \tag{3}$$

由图 3a 发现,变应变速率热变形过程主要包含两 个阶段(Stage I 和 Stage ),每个热变形阶段变形温 度和应变速率都分别为恒定值,因此,dT/dc以及 dċ/dc对 v<sub>drx</sub>的影响可忽略不计。基于实验数据, GH4169合金变应变速率条件下的动态再结晶分数为:

$$\begin{cases} X_{drx} = \int_{0}^{\varepsilon} v_{drx}(\varepsilon) d\varepsilon \\ v_{drx} \Big|_{T, \dot{\varepsilon}, \varepsilon} = \frac{dX_{drx}}{d\varepsilon} = \frac{1.10}{\varepsilon'} (1 - X_{drx}) \cdot \\ \left[ -\frac{1}{0.693} \ln(1 - X_{drx}) \right]^{0.375} \\ \varepsilon' = (\varepsilon_{0.5} - \varepsilon_{c}) \Big|_{T, \dot{\varepsilon}} \\ \varepsilon_{c} = 0.0002 \dot{\varepsilon}^{0.178} \exp\left(\frac{67\ 820.56}{RT}\right) \\ \varepsilon_{0.5} = 2.61 \times 10^{-7} \dot{\varepsilon}^{0.149} \exp\left(\frac{158\ 520.41}{RT}\right) \end{cases}$$
(4)

图 6 为变应变速率工艺下 GH4169 合金动态再结 晶动力学模型预测值和实验值对比。显然,实验统计 值和预测值之间的平均绝对误差(*E*<sub>AARE</sub>)和相关系



图 6 变应变速率热变形工艺下,GH4169 合金动态 再结晶分数预测值和实验值对比

Fig.6 Comparison of DRX fraction predicted values and measured results of GH4169 superalloy during hot deformation at variable strain rate

数(R)分别为 5.12%和 0.988, 这表明该模型可以准 确地预测 GH4169 合金在变应变速率工艺下的动态再 结晶动力学行为。

### 2.4 变应变速率工况下 GH4169 合金动态 再结晶晶粒尺寸预测模型

一般地,恒应变速率热变形过程中材料的动态再 结晶晶粒特征可表示为:

$$d_{\rm drx} = A_{\rm d} \dot{\varepsilon}^{n_{\rm d}} X_{\rm drex}^{m_{\rm d}} \exp\left(\frac{Q_{\rm d}}{RT}\right)$$
(5)

式中:X<sub>drex</sub>为动态再结晶分数。

式(5)所示的为经典动态再结晶晶粒尺寸模型, 不能预测材料在变应变速率条件下的晶粒尺寸,因此,将式(5)对真应变进行偏导为:

$$\frac{\mathrm{d}(d_{\mathrm{drx}})}{\mathrm{d}\varepsilon} = \frac{\partial d_{\mathrm{drx}}}{\partial\varepsilon} + \frac{\partial d_{\mathrm{drx}}}{\partial T} \frac{\mathrm{d}T}{\mathrm{d}\varepsilon} + \frac{\partial d_{\mathrm{drx}}}{\partial\dot{\varepsilon}} \frac{\mathrm{d}\dot{\varepsilon}}{\mathrm{d}\varepsilon}$$
(6)

当真应变一定时,变应变速率热变形工艺下,动 态再结晶晶粒尺寸为:

$$d_{\rm drx} = \int_0^\varepsilon \frac{\partial d_{\rm drx}}{\partial \varepsilon} (\varepsilon) \,\mathrm{d}\,\varepsilon \tag{7}$$

变应变速率热变形过程主要包含两个阶段 (Stage I和 Stage Ⅱ),且第I和Ⅱ阶段热变形过程中, 变形温度和应变速率都分别为恒定值,因此,dT/dε 以及 dɛ/dε 对 v<sub>drex</sub>的影响可忽略不计,GH4169 合金 变应变速率条件下的动态再结晶晶粒尺寸随真应变 的变化率为:

$$\begin{cases}
\frac{d_{\mathrm{drx},N}}{\partial \varepsilon} = \sum_{i=1}^{N-1} \frac{\partial d_{\mathrm{drx}}}{\partial \varepsilon} \Big|_{i} (\varepsilon_{i} - \varepsilon_{i-1}) \\
\frac{\partial d_{\mathrm{drx}}}{\partial \varepsilon} \Big|_{T,\dot{\varepsilon}} = 654\,974.7\,A_{\mathrm{d}}\dot{\varepsilon}^{-0.138} (X_{\mathrm{drx}})^{-0.7349} \\
\exp\left(\frac{-136\,756.11}{RT}\right) \frac{\partial X_{\mathrm{drx}}}{\partial \varepsilon}
\end{cases}$$
(8)

变应变速率条件下,GH4169 合金动态再结晶晶 粒尺寸模型预测值和实验值对比见图 7。显然,实验



图 7 变应变速率条件下, GH4169 合金动态再结晶 晶粒尺寸预测值和实验值对比



统计值和预测值之间的平均绝对误差(*E*<sub>AARE</sub>)和相 关系数(*R*)分别为 5.79%和 0.992,这表明该模型可 以准确地预测 GH4169 合金在变应变速率工艺下的动 态再结晶晶粒的演变规律。

#### 3 结论

1)随着第一阶段真应变的增加或者第一阶段/第 二阶段的应变速率的提高,GH4169合金动态再结晶 程度降低。

2)高的第一阶段或第二阶段的应变速率,或者 较大的第一阶段真应变,导致 GH4169 合金动态再结 晶晶粒明显细化,晶界取向差角相对减小。

3)建立了变应变速率工艺下,GH4169动态再结 晶动力学预测模型。动态再结晶分数实验统计值和预 测值之间的平均绝对误差(*E*<sub>AARE</sub>)和相关系数(*R*) 分别为 5.12%和 0.988。

4)构建了变应变速率工艺下,GH4169动态再结 晶晶粒尺寸预测模型。动态再结晶分数实验统计值和 预测值之间的平均绝对误差(*E*<sub>AARE</sub>)和相关系数(*R*) 分别为 5.79%和 0.992。

参考文献:

- 罗恒军,谢静,廖佳,等. GH4169G 合金高强涡轮盘 锻件的试制[J]. 大型铸锻件, 2013, 31(3): 47—48.
   LUO Heng-jun, XIE Jing, LIAO Jia, et al. Trial Manufacturing of High Strength GH4169G Alloy Turbine Disc Forging[J]. Heavy Casting and Forging, 2013, 31(3): 47—48.
- [2] 宁永权,姚泽坤,岳太文,等. IN718 合金近等温锻造研究[J]. 锻压技术, 2009, 34(2): 18—20.
  NING Yong-quan, YAO Ze-kun, YUE Tai-wen, et al. Near-isothermal Forging of IN718 Alloys[J]. Forging & Stamping Technology, 2009, 34(2): 18—20.
- [3] HE D G, LIN Y C, JIANG X Y, et al. Dissolution Mechanisms and Kinetics of  $\delta$  Phase in an Aged Ni-based Superalloy in Hot Deformation Process[J]. Materials and Design, 2018, 156: 262–271.
- [4] YE N Y, CHENG M, ZHANG S H, et al. Effect of  $\delta$ Phase on Mechanical Properties of GH4169 Alloy at Room Temperature[J]. Journal of Iron and Steel Research, International, 2015, 22(8): 752–756.
- [5] LIN Y C, YIN L X, LUO S C, et al. Effects of Initial  $\delta$ Phase on Creep Behaviors and Fracture Characteristics of a Nickel-based Superalloy[J]. Advanced Engineering Materials, 2017, 20(4): 1700820.
- [6] ZHANG H J, LI C, LIU Y C, et al. Effect of Hot Deformation on γ" and δ Phase Precipitation of Inconel 718
   Alloy during Deformation & Isothermal Treatment[J].
   Journal of Alloys and Compounds, 2017, 716: 65–72.
- [7] LIN Y C, DENG J, JIANG Y Q, et al. Effects of Initial  $\delta$

Phase on Hot Tensile Deformation Behaviors and Fracture Characteristics of a Typical Nickel-based Superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 598: 251—262.

- [8] XU J H, HUANG Z W, JIANG L. Effect of Heat Treatment on Low Cycle Fatigue of IN718 Superalloy at the Elevated Temperatures[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 690: 137—145.
- [9] LIN Y C, YANG H, HE D G, et al. A Physically-based Model Considering Dislocation Solute Atom Dynamic Interactions for a Nickel-based Superalloy at Intermediate Temperatures[J]. Materials and Design, 2019, 183: 108122.
- [10] THESKA F, STANOJEVIC A, OBERWINKLER B, et al. On Conventional Versus Direct Ageing of Alloy 718[J]. Acta Materialia, 2018, 156: 116–124.
- [11] WEN D X, LIN Y C, CHEN J, et al. Work-hardening Behaviors of Typical Solution-treated and Aged Ni-based Superalloys during Hot Deformation[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 618: 372—379.
- [12] LEE H T, HOU W H. Development of Fine-grained Structure and the Mechanical Properties of Nickel-based Superalloy 718[J]. Materials Science & Engineering A: 2012, 555(15): 13—20.
- [13] CHEN X M, ZOU Z H, LIN Y C, et al. Hot Deformation

Behaviors of a Solution-treated Ni-based Superalloy under Constant and Changed Strain Rates[J]. Vacuum, 2018, 155: 531-538.

- [14] LIN Y C, WU X Y, CHEN X M, et al. EBSD Study of a Hot Deformed Nickel-based Superalloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 688: 285–293.
- [15] AZARBARMAS M, AGHAIE-KHAFRI M, CABRERA J M. Dynamic Recrystallization Mechanisms and Twining Evolution during Hot Deformation of Inconel 718[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 678: 137–152.
- [16] ZOUARI M, BOZZOLO N, LOGE R E. Mean Field Modelling of Dynamic and Post-dynamic Recrystallization during Hot Deformation of Inconel 718 in the Absence of  $\delta$  Phase Particles[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 655: 408–424.
- [17] HE D G, LIN Y C, CHEN J, et al. Microstructural Evolution and Support Vector Regression Model for an Aged Ni-based Superalloy during Two-stage Hot Forming with Stepped Strain Rates[J]. Materials and Design, 2018, 154: 51-62.
- [18] WEAVER D S, SEMIATIN S L. Recrystallization and Grain-growth Behavior of a Nickel-base Superalloy during Multi-hit Deformation[J]. Scripta Materialia, 2007, 57(11): 1044—1047.