

· 试验研究 ·

HGH3126 镍基合金热变形行为及组织演变

付建辉^{1,2}

(1 攀钢集团研究院有限公司, 成都 610303; 2 成都先进金属材料产业技术研究院有限公司, 成都 610303)

摘要 通过热压缩实验研究了 HGH3126 镍基合金 ($\% : \leq 0.005\text{C}, 17.20\text{Cr}, 4.21\text{W}, 16.25\text{Mo}, 5.49\text{Fe}, 0.46\text{Mn}, 0.20\text{V}$) 在变形温度为 950 ~ 1 200 °C、应变速率为 0.01 ~ 10 s⁻¹ 的热变形行为。基于 Arrhenius 方程和 Zener-Hollomon 参数模型, 建立了 HGH3126 合金高温热变形的流变应力本构方程。通过对高温热变形后的 HGH3126 合金显微组织进行观察, 分析了变形温度和应变速率对 HGH3126 合金动态再结晶行为的影响。结果表明, 变形温度越高, 合金动态再结晶越容易形核; 应变速率越小, 合金动态再结晶过程进行得越充分。当应变速率 0.1 s⁻¹, 变形温度 1 100 °C 时, 该合金基本发生完全动态再结晶。

关键词 HGH3126 热变形 本构方程 动态再结晶

Hot-Deformation Behaviors and Microstructure Evolution of HGH3126 Ni-based Alloy

Fu Jianhui^{1,2}

(1 Pangang Group Research Institute Co Ltd, Chengdu 617000;
2 Chengdu Advanced Metal Materials Industrial Technology Institute Co Ltd, Chengdu 610303)

Abstract The hot-deformation behaviours of HGH3126 Ni-based alloy ($\% : \leq 0.005\text{C}, 17.20\text{Cr}, 4.21\text{W}, 16.25\text{Mo}, 5.49\text{Fe}, 0.46\text{Mn}, 0.20\text{V}$) at deformation temperature 950 ~ 1 200 °C and strain rate 0.01 ~ 10 s⁻¹ are studied by hot compression test. Based on Arrhenius equation and Zener-Hollomon parameter model, the stress strain constitutive equation of HGH3126 alloy during hot deformation is established. By observing the microstructure of the HGH3126 alloy after high temperature compression, the effect of deformation temperature and strain rate on recrystallization behavior of the HGH3126 alloy is analyzed. The results show that the higher the deformation temperature, the easier the dynamic recrystallization nucleation, the smaller the strain rate, and the more sufficiently the dynamic recrystallization process. With strain rate 0.1 s⁻¹ at 1 100 °C the complete dynamic recrystallization of the alloy has occurred basically.

Material Index HGH3126, Hot Deformation, Constitutive Equation, Dynamic Recrystallization

近年来, 随着全球范围液化天然气 (liquefied natural gas-LNG) 消耗量持续增长, 建造新 LNG 船和储罐的需求也在不断增加。我国 2012 年发布的《船舶产业“十二五”发展中期规划》和 2016 年发布的《中国制造 2025-能源装备实施方案》都将大型 LNG 储运设备列为急需加强技术攻关的对象。目前, 国内外主要使用抗低温脆化的 9Ni (06Ni9DR) 钢作为大型 LNG 船和储罐的主要用钢, 采用低温韧性好、热膨胀系数与 9Ni 钢相近的镍基合金作为焊接材料^[1-2]。

国外 9Ni 钢配套的焊接材料研制与工业化生产已经成熟, 并且形成了 4 大种类焊接材料, 即含 Ni11% 的铁素体型; 含 Ni13% -Cr16% 的奥氏体型不锈钢; 含 Ni60% 以上的镍基型 (Ni-Cr-Mo 系合金) 和含 Ni40% 的 Fe-Ni 基型 (Ni-Cr-Fe 系合金)。这 4 种焊接材料在工程中都有应用, 其中镍基型焊材由于具有低温韧性好、抗冷裂纹性能好、不需要焊前预热

和焊后热处理, 许多大型超低温、常压的立式储罐为满足储罐低温韧性问题, 多数使用此类焊接材料^[3-4]。HGH3126 作为我国自行研制的镍基合金焊接材料, 打破了国外对镍基合金焊接材料的垄断, 其热加工工艺参数是直接控制该产品性能的关键。由于高温条件下影响金属材料流变行为的影响因素较多, 而本构方程表征了热变形工艺参数 (变形温度、应变速率和应变) 与流变应力间的对应关系。本构方程对于制定、优化热加工工艺参数 (如锻造、热轧等) 具有重要意义, 因此本构方程的研究对于提高材料加工数值模拟结果的准确性有着重要的现实意义^[5]。鉴于此, 本文以 HGH3126 高温合金为研究对象, 基于热模拟试验建立高温流动应力应变的本构方程, 并分析了该合金热变形过程中组织演变行为, 为该材料锻造、热轧等工业化生产做准备。

1 实验材料及方法

实验用 HGH3126 合金化学成分如表 1 所示, 通

过机加工成 $\Phi 8 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 的圆柱形压缩试样,在 GLEEBLE-3500 热模拟试验机上对试样进行恒温、恒应变速率条件下的高温压缩实验。试样采用电阻加热法,加热速度为 $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$,先加热到 $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 2 min ,再以 $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 的速度降到试验温度后,保温 1 min ,使试样内部温度组织均匀,然后开始压缩。其中试验变形温度分别为 $950、1000、1050、1100、1150、1200 \text{ }^\circ\text{C}$,变形速率分别为 $0.01、0.1、1、10 \text{ s}^{-1}$,变形量为 50% (真应变 ϵ 为 0.69)。

为了减小压头与试样摩擦产生的影响,实验过程在试样两端采用钼片涂上石墨润滑剂润滑。同时在试验操作箱内,反复抽真空,并最后通入氩气保护,防止试样氧化。

表 1 HGH3126 合金的化学成分 /%

Table 1 Composition of the HGH3126 alloy /%

C	Cr	W	Mo	Fe	Mn	V	Ni
≤ 0.005	17.20	4.21	16.25	5.49	0.455	0.205	余量

2 结果和讨论

2.1 合金的真应力真应变曲线

通过计算机采集数据,获得 HGH3126 合金热压缩变形时的变形温度、应变速率、真应变和流变应力等数据,绘制出不同条件下合金的热压缩变形真应力真应变曲线,如图 1 所示。

由图 1 可以看出,HGH3126 合金的流变应力在试验条件下存在两个阶段的变化:首先流变应力随

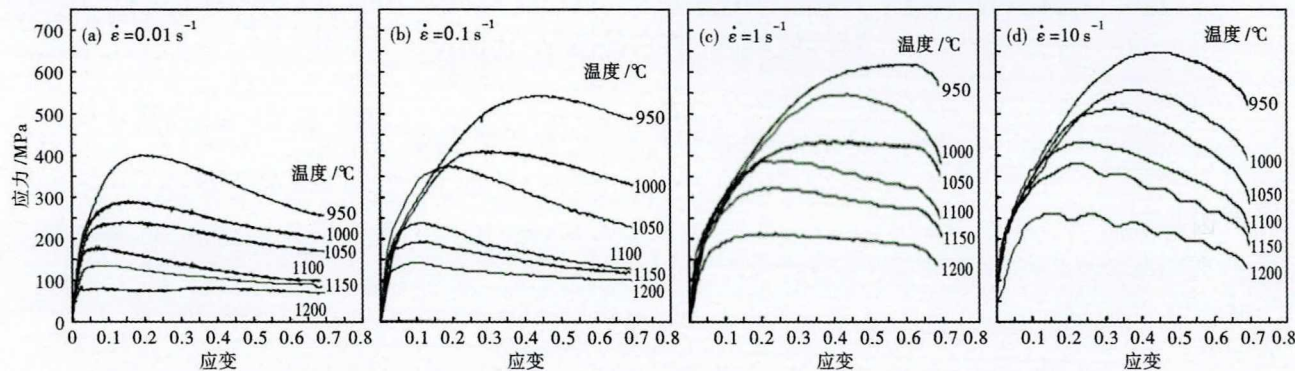


图 1 HGH3126 合金热压缩真应力-应变曲线, $\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$: (a) 0.01; (b) 0.1; (c) 1 和 (d) 10

Fig. 1 True stress-true strain curves of HGH3126 alloy during hot deformation, $\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$: (a) 0.01; (b) 0.1; (c) 1 and (d) 10

着应变量的增加而迅速升高到某一峰值应力,这是因为在变形初期位错密度增加导致的硬化作用远远大于滑移和攀移所引起的软化作用,随应变量的增加真应力值不断升高;当达到流变应力峰值后,随着应变量的继续增加,发生了动态再结晶,材料软化,流变应力下降直到趋于稳定状态,这是由于材料塑性变形引起的加工硬化过程和由动态再结晶引起软化过程相互平衡的结果。

从图 1 还可看出,在相同应变速率下,变形温度越高,材料变形抵抗力越低,从而使峰值应力越低,材料也就越易发生动态再结晶;变形温度相同时,应变速率越小,由于变形时间变长,使位错增殖率降低,位错交割等运动程度减弱,从而削弱了材料变形抵抗力和加工硬化程度,因此能更早的发生动态再结晶。图 1(d) 中流变曲线在高温时出现波浪状的流变特征,这主要是由于动态再结晶以及高温下晶粒的迅速长大和已再结晶的晶粒又重新变形引起的硬化交替进行造成的。

2.2 HGH3126 合金应力应变本构模型的建立

针对 HGH3126 合金,本构方程是依据 Sellars 和 Tegart^[6] 在 1966 年提出的 Arrhenius 双曲函数模型来确定,通过试验测量一定应变速率、温度范围内的流变应力,根据所得数据建立相应本构方程,其表达式为^[7]:

在较低应力 ($\alpha\sigma < 0.8$) 水平下,流变应力与应变速率之间的指数关系为:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^{n_1} \exp[-Q/(RT)] \quad (1)$$

式中: A_1 - 与材料有关的常数; n_1 - 应力指数; Q - 热变形激活能,单位是 kJ/mol ,它反映了材料热变形的难易程度; R - 摩尔气体常数; T - 变形温度。

在高应力 ($\alpha\sigma > 1.2$) 水平下,流变应力与应变速率之间的幂指数关系为:

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma) \exp[-Q/(RT)] \quad (2)$$

式中: A_2 、 β - 与材料有关的常数。

在各种应力水平下,流变应力和应变速率之间的关系为:

$$\dot{\epsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp[-Q/(RT)] \quad (3)$$

式中: A - 结构因子, s^{-1} ; α - 应力水平参数, MPa^{-1} , 且 $\alpha = \beta/n_1$; n - 应力指数。

2.2.1 材料常数 α 的确定

将式(1)、式(2)分别取自然对数,得:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_1 + n_1 \ln \sigma - Q/(RT) \quad (4)$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_2 + \beta \sigma - Q/(RT) \quad (5)$$

根据式(4)、式(5),某恒定变形温度下 n_1 和 β 的偏微分形式为 $n_1 = [\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma]_T$, $\beta = [\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \sigma]_T$ 。将热变形工艺参数(应变速率、变形温度)及对应的峰值应力带入上述方程,即可通过回归的方法,获得各变形温度下的材料常数 n_1 和 β ,如图 2(a)、(b)所示。由图 2 可见,各变形温度下的回归直线近似平行,其平均相关系数 R_c 分别为 0.95 和 0.97。据此可计算平均 n_1 与 β 分别为 8.581、0.0256 MPa^{-1} ,因此 $\alpha = \beta/n_1 = 0.00298$ 。

2.2.2 材料常数 n 、 Q 、 A 的确定

对式(3)两边取自然对数,整理后得:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln [\sinh(\alpha\sigma)] - Q/(RT) \quad (6)$$

对于恒定温度,由式(6)可得:

$$n = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \right]_T \quad (7)$$

n 值可通过拟合 $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 数据点获得,带入峰值应力及相关变形工艺参数,最后求得 n 在各个变形温度下的平均值为 6.23811,回归曲线见图 3(a)所示,与此同时,可以获得各个直线的截距 $b_T = \ln A - Q/(RT)$ 。

当应变速率恒定时,由式(6)可得:

$$Q = nR \cdot \left[\frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (8)$$

其中 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $1/T$ 呈线性关系回归曲线见图 3(b)所

示,由此求得变形激活能 $Q = 498598.4 J/mol$ 。把 Q 值代入 $b_T = \ln A - Q/(RT)$,求得 A 在不同变形温度下的平均值为 1.72374×10^{18} 。

2.2.3 基于峰值应力的 Arrhenius 型本构方程

根据 Zener 和 Hollomon^[8] 的研究,变形温度 T 、应变速率 $\dot{\epsilon}$ 二者间的关系可用式(9)表示^[9-10]:

$$\sigma = \sigma(Z, \dot{\epsilon}) \quad (9)$$

$$Z = \dot{\epsilon} \exp[Q/(RT)] \quad (10)$$

式中: σ - 高温流变应力; $\dot{\epsilon}$ - 应变速率; Z - Zener-Hollomon 参数,它的物理意义是温度补偿的变形速率因子。式(3)代入式(10)中,即可得出 Z 参数与 σ 之间的关系:

$$Z = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (11)$$

式中: A - 结构因子; α - 应力水平参数; n - 应力指数。由式(10)、(11)可得 α 与 Z 之间的关系式:

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{A} \right)^{1/n} + \left[\left(\frac{Z}{A} \right)^{2/n} + 1 \right]^{1/2} \right\} \quad (12)$$

可根据式(12)计算出流变应力,这对 HGH3126 合金热轧过程的模拟及其热轧工艺的制定具有指导

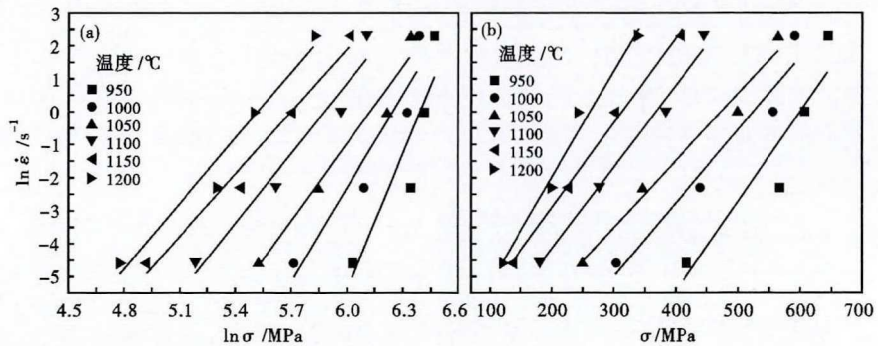


图 2 应变速率与峰值应力之间的关系: (a) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$; (b) $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$
Fig. 2 Relationship between peak stress and strain rate: (a) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$; (b) $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$

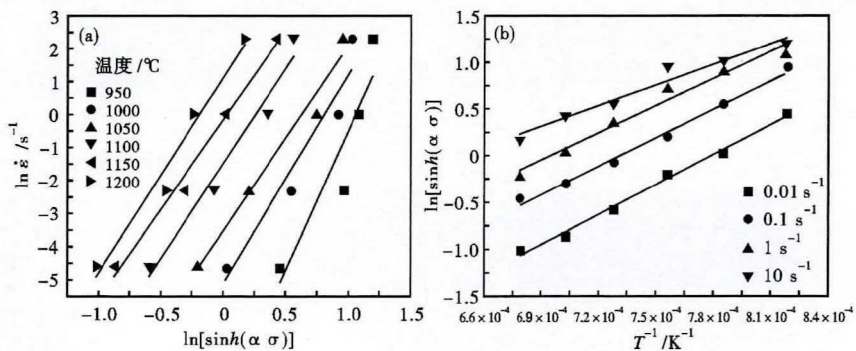


图 3 $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ (a) 和 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ (b) 的关系曲线
Fig. 3 Relation curves of $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ (a) and $\ln [\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ (b)

表 2 HGH3126 合金高温本构方程参数值

Table 2 Parameter values of high temperature constitutive equation of alloy HGH3126

α	n	$Q/(kJ \cdot mol^{-1})$	A
0.002 98	6.238 11	498.598	$1.723\ 74 \times 10^{18}$

意义。由此通过热模拟实验得到的 HGH3126 合金本构方程的各项参数如表 2 所示。

将上述参数代入式(3)、(10)、(12)中,可得:

流动应力-应变速率之间的关系:

$$\dot{\epsilon} = 1.72 \times 10^{18} [\sinh(0.002\ 98\sigma)]^{6.238\ 11} \exp[-498\ 598/(RT)] \quad (13)$$

Z 参数与应变速率之间的关系的表达方程如下:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp[498\ 598/(RT)] = 1.72 \times 10^{18} [\sinh(0.002\ 98\sigma)]^{6.238\ 11} \quad (14)$$

流变应力本构方程:

$$\sigma = \frac{1}{0.002\ 98} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{1.72 \times 10^{18}} \right)^{1/6.238\ 11} + \left[\left(\frac{Z}{1.72 \times 10^{18}} \right)^{2/6.238\ 11} + 1 \right]^{1/2} \right\} \quad (15)$$

根据式(14),由该本构方程所决定的 Z 值与实验测得的 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系如图 4 所示,拟合直线的线性相关系数为 0.980 72,说明此方程能够很好的描述 HGH3126 合金热变形过程中峰值应力与变形温度及应变速率的关系。

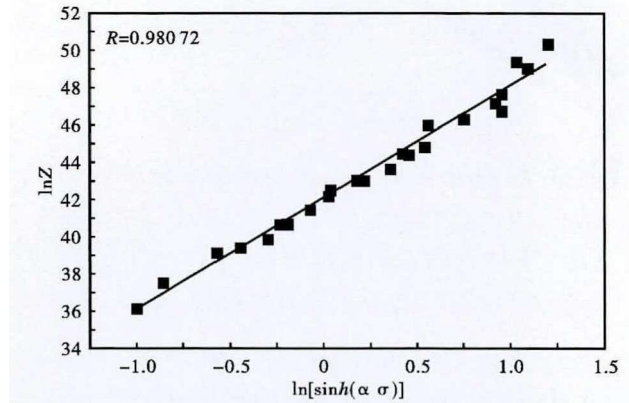


图 4 HGH3126 合金峰值应力与 Z 参数的关系

Fig. 4 Relationship between peak stress and Z for alloy HGH3126

2.3 微观组织结构

2.3.1 温度对 HGH3126 合金高温变形组织的影响

HGH3126 合金在 $\dot{\epsilon} = 0.1\ s^{-1}$, $\epsilon = 0.7$ 时的变形组织如图 5 所示。由图 5 可以看出,在变形温度为 950 °C 时,原始组织中的大晶粒沿变形方向被严重拉长,1 000 °C 时在部分大晶粒晶界周围有细小的再结晶晶粒出现,表明此时动态再结晶开始形核;在 1 050 °C 时,合金中原来的大晶粒逐渐被细小晶粒取代,少量被拉长的变形大晶粒夹杂在细小的等轴再结晶晶粒中,呈现混晶组织;在 1 150 °C 时,动态再结晶已经完成,呈现完全的动态再结晶组织,此时平均晶粒尺寸约为 18.21 μm ;在 1 200 °C 时,再结晶平均晶粒尺寸约为 38.5 μm ,再结晶晶粒呈明显粗化趋

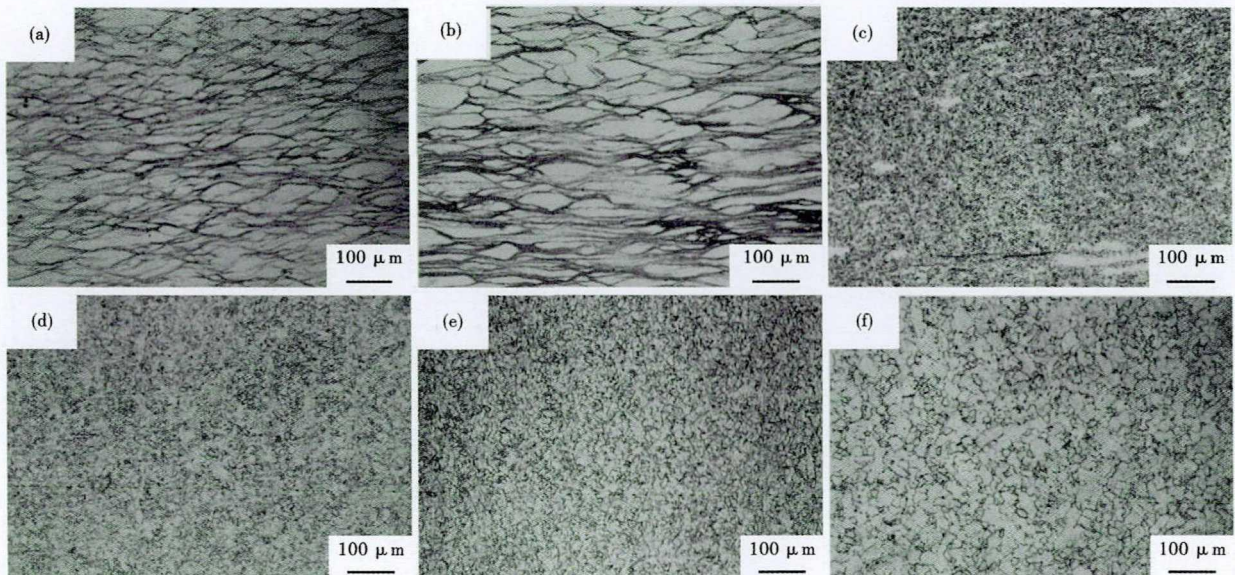


图 5 在 $\dot{\epsilon} = 0.1\ s^{-1}$, $\epsilon = 0.7$, (a)950 °C; (b)1 000 °C; (c)1 050 °C; (d)1 100 °C; (e)1 150 °C; (f)1 200 °C 时 HGH3126 合金的变形组织

Fig. 5 Deformed microstructures of alloy HGH3126 at $\dot{\epsilon} = 0.1\ s^{-1}$ and $\epsilon = 0.7$, (a)950 °C; (b)1 000 °C; (c)1 050 °C; (d)1 100 °C; (e)1 150 °C; (f)1 200 °C

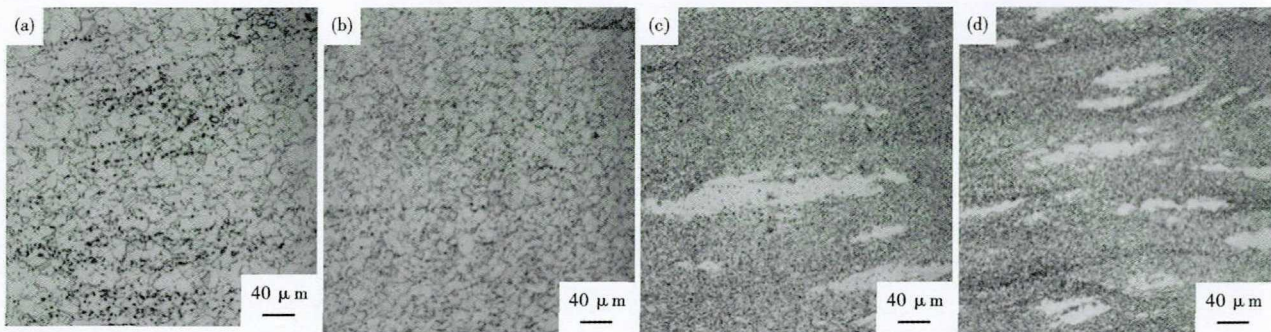


图6 在1050 °C, $\varepsilon = 0.7$, (a) $\dot{\varepsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$; (b) $\dot{\varepsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$; (c) $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$; (d) $\dot{\varepsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ 时 HGH3126 合金的变形组织

Fig. 6 Deformed microstructures of HGH3126 alloys at 1050 °C and $\varepsilon = 0.7$, (a) $\dot{\varepsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$; (b) $\dot{\varepsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$; (c) $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$; (d) $\dot{\varepsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$

势,这是由于随变形温度的升高,晶界迁移能力增强,动态再结晶形核率和长大速率增加,易于动态再结晶的发生和长大。由此可见,变形温度对合金的变形组织有很大影响,在 0.1 s^{-1} , 1100 °C 以上温度时发生了完全动态再结晶,通过合理控制热变形温度可以得到均匀、细小的等轴再结晶晶粒组织,使变形后的内部组织得到改善。

2.3.2 变形速率对 HGH3126 合金高温变形组织的影响

HGH3126 合金在变形温度为1050 °C,真应变为0.7,应变速率为 $0.01 \sim 10 \text{ s}^{-1}$ 时的变形组织如图6所示,可以观察到,较低的应变速率促进了动态再结晶现象,而在较高的应变速率下,试样未发生完全再结晶。这是因为应变速率较低时合金有充分的时间进行动态再结晶的形核与长大,当应变速率较高时,由于应变速率较快,合金的再结晶来不及发展,此时的显微组织中出现“项链晶”混晶组织。

3 结论

(1) 热模拟试验研究表明,变形温度强烈地影

响着 HGH3126 合金高温塑性变形的流变应力。流变应力随变形温度的升高而下降;试验还表明该合金高温塑性变形的流变应力随着应变速率的降低而降低,说明 HGH3126 合金是正应变速率敏感材料。

(2) HGH3126 合金的变形抗力相当大,采用 Zener-Hollomon 参数的双曲正弦函数描述 HGH3126 合金高温流变应力行为,利用峰值应力计算得到 HGH3126 合金的高温材料常数: $Q = 498.598 \text{ kJ/mol}$, $\alpha = 0.00298$, $n = 6.23811$, $A = 1.72374 \times 10^{18}$,建立了 HGH3126 合金高温条件下流变应力应变本构方程,该模型能够准确地反应 HGH3126 合金的高温变形力学行为。

(3) 热变形温度对 HGH3126 合金的变形组织有很大的影响,变形温度越高,越容易发生动态再结晶,但是晶粒粗化趋势也愈加明显。当在应变速率为 0.1 s^{-1} , 变形温度为1100 °C 时,合金基本发生了完全动态再结晶;动态再结晶程度随应变速率的升高而降低。

参考文献

- [1] 黄帆. 我国液化天然气现状及发展前景分析[J]. 天然气技术, 2007, 1(1): 68-71+92.
- [2] 赵明华, 赵凤铭, 钱成文, 等. 国外 LNG 接收终端及其发展趋势[J]. 油气储运, 2006, 25(1): 10-14.
- [3] 周振丰. 焊接冶金学: 金属焊接性[M]. 北京: 机械工业出版社, 1995.
- [4] 严春妍. LNG 储罐用 9Ni 钢的焊接性及其模拟研究[D]. 天津: 天津大学, 2018.
- [5] 高志玉. 特厚板用 HSLA 钢的热变形行为与组织演变研究[D]. 北京: 北京科技大学, 2016.
- [6] Sellars C M, Tegart W J. Physical Metallurgy of Thermo-Mechanical Processing of Steels and Other Metals[J]. Science Review Methods. 1966, 63: 731-735.
- [7] 董建新. 镍基合金管材挤压及组织控制[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2014: 33-35.
- [8] Zener C, Hollomon J H. Effect of Strain Rate Upon Plastic Flow of Steel[J]. Journal of Applied Physics, 1944, 1(1): 22-32.
- [9] Prasad Y V R K, Ravichandran N. Effect of Stacking Fault Energy on the Dynamic Recrystallization during Hot Working of FCC Metals: A Study Using Processing Maps[J]. Bulletin of Materials Science, 1991, 14(5): 1241-1248.
- [10] Sakthivel T, Laha K, Nandagopal M, et al. Effect of Temperature and Strain Rate on Serrated Flow Behaviour of Hastelloy X[J]. Materials Science & Engineering A, 2012, 534(3): 580-587.

付建辉(1986-), 男, 副研究员, 2008 年重庆科技学院(本科)毕业, 高温合金材料研究. E-mail: 435368139@qq.com

收稿日期: 2019-10-17