

新型镍基粉末高温合金晶粒长大行为研究

张明, 田甜, 王艺星, 刘建涛

Study on grain growth behavior of new Ni-based powder metallurgy superalloys

ZHANG Ming, TIAN Tian, WANG Yixing, and LIU Jiantao

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2023060001>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

粉末高温合金Udimet720Li γ' 强化相析出行为

Precipitation behavior of γ' phase in P/M superalloy Udimet720Li

粉末冶金技术. 2021, 39(6): 499-504

时效处理对粉末高温合金惯性摩擦焊接头室温拉伸行为的影响

Effect of aging treatment on the behavior of room temperature tensile of P/M superalloys used for inertia friction welding joints

粉末冶金技术. 2021, 39(1): 41-48

长期时效对不同固溶处理喷射成形FGH100L合金组织中 γ' 相的影响

Effect of long term ageing on γ' phase in spray formed FGH100L superalloy settled by different solution treatment

粉末冶金技术. 2021, 39(6): 483-489

固溶处理对热等静压SAF3207的组织与性能影响

Effects of solution treatment on microstructure and mechanical properties of hot isostatic pressing SAF3207

粉末冶金技术. 2017, 35(5): 328-334

FGH91粉末高温合金与K418B铸造叶环热等静压扩散连接研究

Research on diffusion bonding of FGH91 powder metallurgy superalloy and K418B castedblade by hot isostatic pressing

粉末冶金技术. 2021, 39(4): 291-296

粉末冶金结合热轧制备高硼铝合金组织与性能研究

Study on microstructures and properties of high boron aluminum alloy prepared by powder metallurgy combined with hot rolling

粉末冶金技术. 2018, 36(4): 249-255



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

新型镍基粉末高温合金晶粒长大行为研究

张明[✉], 田甜, 王艺星, 刘建涛

北京钢研高纳科技股份有限公司, 北京 100081

[✉]通信作者, E-mail: aaabbr@126.com

摘要 对第四代粉末高温合金 FGH4108 晶粒长大行为进行研究。结果表明, γ' 相在完全溶解温度以下固溶处理时, 晶粒长大幅度较小, 与初始组织差别不大(锻态, 3~4 μm); 当达到 γ' 相完全溶解温度时, 晶粒发生明显长大; 超过 γ' 相完全溶解温度时, 晶粒尺寸大幅增加(30~40 μm), 过固溶的几个温度下晶粒尺寸差别不大; 保温初期晶粒尺寸显著增加, 一定保温时间后晶粒尺寸不再随时间明显变化。温度和时间对晶粒尺寸的影响都与 γ' 相对晶界迁移的阻碍作用有关, 根据温度和时间的影响, 对传统晶粒长大模型中界面迁移的表观激活能(Q)、时间指数(n)和广义迁移率常数(A_0)进行修正, 构建了新的模型, 模型预测值与实验值的决定系数(R^2)为 0.9997, 均方误差为 0.12 μm , 预测精度较高, 晶粒长大曲线各项特征能被准确预测出来。

关键词 粉末高温合金; 固溶处理; 晶粒长大; 预测模型

分类号 TF125; TG156.94; TG11; N945.12

Study on grain growth behavior of new Ni-based powder metallurgy superalloys

ZHANG Ming[✉], TIAN Tian, WANG Yixing, LIU Jiantao

GAONA Aero Material Co., Ltd., Beijing 100081, China

[✉]Corresponding author, E-mail: aaabbr@126.com

ABSTRACT The grain growth behavior of the fourth generation powder metallurgy (PM) superalloys was studied. The results indicate that the grain growth range is small when the heat treatment temperature is below the γ' solution temperature, which is similar to the initial microstructure (as-forged, 3~4 μm). However, the grain size greatly increases to 30~40 μm when the heat treatment temperature exceeds the γ' solution temperature, and there is little difference in grain size at the several temperatures over the γ' solution temperature. The grain size increases significantly at the initial stage of heat treatment, and no longer changes after a certain holding time. The influence of temperature and time on grain size is related to the pinning effect of γ' on grain boundary migration. A new model is established by modifying the parameters such as the activation energy for boundary migration (Q), the time exponent (n), and the generalized mobility constant (A_0) based on the traditional grain growth model. The determination coefficient (R^2) and the mean-square error (MSE) between the predicted and the experimental values are 0.9997 and 0.12 μm , respectively, showing the high prediction accuracy, and the various characteristics of the grain growth curves can also be predicted accurately.

KEY WORDS powder metallurgy superalloys; solution heat treatment; grain growth; prediction model

收稿日期: 2023-05-22

DOI: [10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2023060001](https://doi.org/10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2023060001); <http://pmt.ustb.edu.cn>

FGH4108是我国自主研发的第4代粉末高温合金^[1],用于制造航空发动机中服役条件最苛刻的涡轮盘等热端部件,具有优异的高温力学性能。晶粒度对拉伸、蠕变、低周疲劳和裂纹扩展速率等性能有重要影响^[2-4],固溶处理中对晶粒度的控制尤为重要。涡轮盘轮毂位置温度较低、应力较高,需要处理成细晶组织以提供良好的拉伸和低周疲劳性能;轮缘温度较高、中等应力水平,要求处理成粗晶组织以提供良好的蠕变和抗裂纹扩展性能。国外多家单位已各自开发独特的工艺来实现双性能热处理(DMHT)^[5-7],其核心是探清合金在 γ' 相完全溶解温度附近进行亚/过固溶处理的晶粒长大行为。

一般地,传统晶粒长大模型如式(1)所示^[8]。

$$D^2 = D_0^2 + t^n A_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

式中: D 为长大后的平均晶粒尺寸, D_0 为初始平均晶粒尺寸, t 为时间, n 为时间指数, A_0 为广义迁移率常数, Q 为界面迁移的表观激活能, R 为摩尔气体常数, T 为温度。当初始晶粒尺寸足够小且可忽略不计时($D_0=0$),式(1)的形式与Beck经验方程一致,即 $D = Kt^{n'}$,其中, K 为与材料和温度有关的常数, $n'=n/2$,一般情况下小于0.5($n<1$),只有在纯金属接近熔点时, $n'=0.5$ ($n=1$)^[9-10]。粉末高温合金在 γ' 相完全溶解温度附近进行固溶处理时,晶粒长大过程中的晶界运动会受到 γ' 相的阻碍作用。Zener首先提出第二相颗粒对晶界的钉扎会对晶界迁移产生拖曳力,被称之为Zener钉扎^[11]。Song和Aindow^[12]研究了镍基高温合金中 γ' 相对 γ 相长大的Zener钉扎效应。Andersen等^[13]在传统晶粒长大模型的基础上加入 γ' 相对晶界迁移的阻力(Zener力),构建了描述镍基高温合金晶粒长大的新模型。Zener钉扎作用的大小(Zener力, p_z)与颗粒的体积分数(ϕ)和尺寸(r)有关,可描述为 $p_z = \Phi \cdot \gamma_B \cdot \phi \cdot r^{-1}$,其中 Φ 为1.5至2.0之间常数, γ_B 为单位面积的界面能^[14]。Collins等^[15]对Andersen的模型进行了改进,将软件模拟的 γ' 相尺寸分布数据用于晶粒长大模型的构建,模型建立过程复杂,且在低于 γ' 相固溶线温度的预测结果偏差较大。

考虑Zener力来构建粉末高温合金体系的晶粒长大模型看似合理,但其实是重复考虑。在未加入Zener力的模型中,已经通过 Q 值的上升和 n 值的下降考虑了各种因素对晶粒长大阻碍作用的综合影响。对于镍基高温合金,如René88DT、René104、RR1000和LSHR等,在热处理过程中,温度和时

间对合金中 γ' 相数量和尺寸影响明显。所以,Zener力公式中的 $\phi \cdot r^{-1}$ 项并不是独立变量,而是温度和时间函数。

与其他镍基粉末高温合金相比,新型粉末高温合金FGH4108在 γ' 相完全溶解温度附近, γ' 相数量随温度显著变化,这也导致对其晶粒尺寸的控制难度增加。本研究对传统晶粒长大模型进行改进,考虑了模型中各常数与固溶温度和时间的关系,即与 γ' 相的关系,构建了形式简单、物理意义明确的晶粒长大修正模型,旨在准确地预测 γ' 相强化镍基粉末高温合金在 γ' 相完全溶解温度附近的晶粒长大行为,可为合金在固溶处理的晶粒度调整进行更为精细地控制。

1 实验材料和方法

合金名义成分(质量分数)为C 0.03%~0.06%、Co 18.00%~22.00%、Cr 11.00%~13.00%、Ta 3.50%~5.00%、Al 2.50%~3.50%,余量为Ni。采用真空感应熔炼工艺制备母合金,氩气雾化工艺制粉,使用 $\leq 75 \mu\text{m}$ 粒度粉末,通过热等静压固结成形,后经热挤压比6.5:1.0挤压成直径310 mm棒材,在棒材上截取适当长度坯料,经1070~1120 °C近等温锻造造成盘坯形状。在盘坯变形条件相同位置下料进行后续热处理实验。

热处理样品尺寸为10 mm×10 mm×20 mm。热处理温度设置为1200、1190、1180、1160、1130和1100 °C,实验结果显示FGH4108合金 γ' 相完全溶解温度($T_{\gamma' \text{ Solvus}}$)约为1170 °C,前3个温度为过固溶温度,后3个温度对应的 γ' 相质量分数约为5%、10%和20%。保温时间设置为15、30、60 min。

将热处理后的样品线切割成2个10 mm×10 mm×10 mm尺寸试样,对其中1个试样切口打磨、抛光、化学腐蚀,使用光学显微镜(optical microscope, OM)观察其中心位置,测定平均晶粒尺寸,腐蚀液为5 g氯化铜+100 mL盐酸+100 mL无水乙醇,显微镜型号为ZEISS Axio Imager 2。对另1个试样切口打磨、电化学抛光、电化学腐蚀,使用扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)观察其中心位置,测定晶界 γ' 相尺寸和数量。由于在本研究实验条件下,晶内二、三次 γ' 相已完全溶解,对晶界迁移阻碍作用远低于晶界 γ' 相^[16],故只关注晶界 γ' 相。晶界 γ' 相采用等面积圆直径(equivalent-area diameter)法测量尺寸^[17]。

2 结果与分析

如图 1 所示, 锻态合金显微组织为动态再结晶过程中形成的典型 $\gamma+\gamma'$ 双相晶粒组织^[18], 晶界上分布着尺寸较大的 γ' 相 (γ'_{GB}), 尺寸接近 γ 相 (图 1 (a) 箭头所示), 平均晶粒度为 $3.8 \mu\text{m}$ 。晶内存在着二次和三次 γ' 相 (γ'_S 和 γ'_T), 平均尺寸分别为 200 nm 和 30 nm 。因为锻件尺寸较大, 冷却较慢, 某些二次 γ' 形态失稳发生分裂。三次 γ' 相周围甚至存在着更为细小的四次 γ' 相, 如图 1 (b) 右上角小窗所示。晶界 γ' 相在锻造过程中一直存在, 在后续冷却过程中尺寸略有增加^[19]。其他多模尺寸分布的 γ' 相是在冷却过程中多阶段析出形成的^[20], 这些 γ' 相在接近完全固溶温度处理时已完全溶解, 对晶界迁移阻碍作用远低于晶界 γ' 相^[21]。

不同热处理温度下的平均晶粒尺寸 (D) 随时

间变化曲线如图 2 (a) 所示。由图可知, 亚固溶温度处理晶粒尺寸变化不明显, 过固溶处理晶粒尺寸大幅增加。当温度 (1100 和 $1130 \text{ }^\circ\text{C}$) 远低于 $T_{\gamma'_{\text{Solvus}}}$ 时, 晶粒长大幅度较小, D 均小于 $9 \mu\text{m}$, 晶粒组织如图 2 (f) 所示; 当温度 ($1160 \text{ }^\circ\text{C}$) 接近 $T_{\gamma'_{\text{Solvus}}}$ 时, 晶粒发生明显长大, D 达到 $19 \mu\text{m}$, 晶粒组织如图 2 (d) 所示; 当温度 (1180 、 1190 和 $1200 \text{ }^\circ\text{C}$) 高于 $T_{\gamma'_{\text{Solvus}}}$ 时, 晶粒大幅长大, D 均达到 $32 \mu\text{m}$ 以上, 晶粒组织如图 2 (b) 所示, 但是温度高于 $T_{\gamma'_{\text{Solvus}}}$ 各温度下的晶粒尺寸差别较小。

这种曲线特征主要与 γ' 相对晶界迁移的阻碍作用有关 (图 2 (c)、图 2 (e)、图 2 (g)), 亚固溶温度下, 组织中存在大量 γ' 相阻碍晶界迁移^[22], 随着温度升高, γ' 相数量逐渐减少直至完全溶解, 晶界迁移则不再受到 γ' 相影响^[23]。过固溶温度下, 晶粒长大速率放缓是由尺寸小和数量少的碳化物造

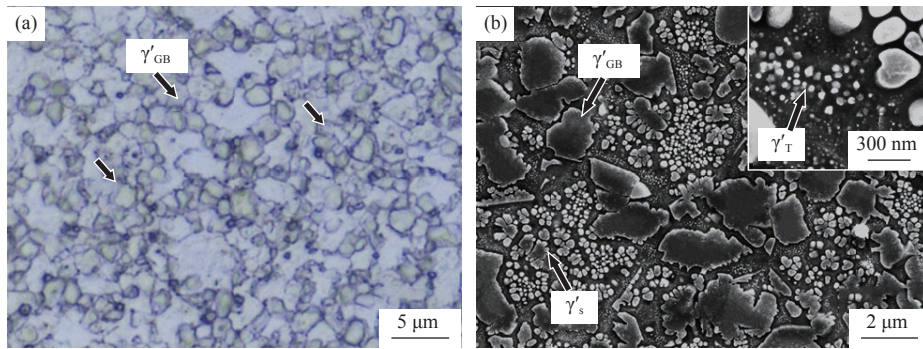


图 1 锻态合金显微组织: (a) 晶粒组织; (b) γ' 相

Fig.1 Microstructure of the forged alloys: (a) particles structure; (b) γ' phases

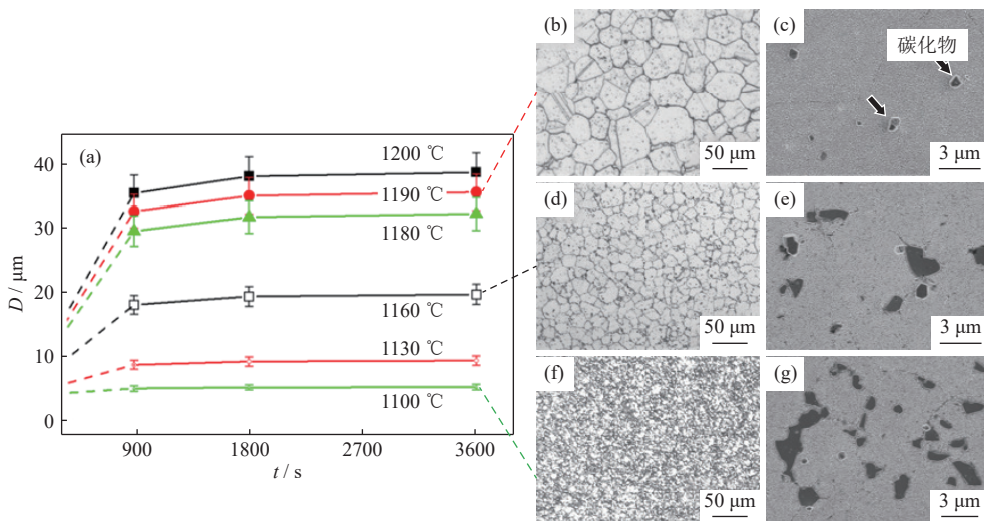


图 2 不同温度下平均晶粒尺寸随时间变化曲线和对应显微组织: (a) 晶粒尺寸随时间变化曲线; (b)、(c) $1190 \text{ }^\circ\text{C}$ 显微组织; (d)、(e) $1160 \text{ }^\circ\text{C}$ 显微组织; (f)、(g) $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ 显微组织

Fig.2 Grain growth curves at different temperatures and the corresponding microstructures: (a) grain growth curves at different temperatures; (b), (c) SEM images at $1190 \text{ }^\circ\text{C}$; (d), (e) SEM images at $1160 \text{ }^\circ\text{C}$; (f), (g) SEM images at $1100 \text{ }^\circ\text{C}$

成的^[24], 也正是因为碳化物尺寸小和数量少, 晶粒较细时的晶界迁移钉扎作用主要来自于晶界 γ' 相^[25], 各图中晶内 γ' 相为细小球形, 明显区别于锻态组织晶内 γ' 相, 是热处理后快速冷却时析出形成的^[26]。

3 讨论

利用不同温度、时间下的平均晶粒尺寸数据拟合得到式 (1) 中的各常数, 包括界面迁移的表观激活能 (Q)、时间指数 (n) 和广义迁移率常数 (A_0)。对式 (1) 两边取对数得到式 (2)。

$$\ln(D^2 - D_0^2) = n \cdot \ln t + \ln A_0 - \frac{Q}{R} \cdot \frac{1}{T} \quad (2)$$

对 $\ln(D^2 - D_0^2)$ 与 $-1/T$ 作图得到图 3 (a), 则直线斜率为 $Q/R=99.35$, 计算得到 $Q=826 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 。对 $\ln(D^2 - D_0^2)$ 与 $\ln t$ 作图得到图 3 (b), 则直线平均斜率为 $n=0.127$ 。将拟合得到的 $Q=826 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 和 $n=0.127$ 代入式 (2) 计算 $\ln A_0$, 结果如图 3 (c) 所示, 平均 $\ln A_0=74.02$ 。至此得到了传统模型中全部常数值, 将数据代入即可预报不同温度和时间条件下的晶粒尺寸 (D)。

预报结果与实验数据对比如图 4 所示, 其中决定系数 (R^2) 为 0.9553, 均方误差 (mean-square error, MSE) 为 $9.14 \mu\text{m}$, 说明该模型在近固溶温度附近的晶粒长大行为预测偏差较大。另外, 模型未将过固溶的几个温度下晶粒尺寸差别较小的特征预测出来, 而且模型预测晶粒尺寸随时间的延长还在明显增加, 这也与实际情况差别较大。

传统模型在近固溶温度附近的晶粒长大行为预测产生偏差的主要原因是未考虑 γ' 相的作用, γ' 相在固溶温度附近数量发生显著变化, 而且 γ' 相对晶界迁移有较大的阻碍作用。一般地, 高纯度金属晶界迁移的表观激活能 (Q) 大体和晶界扩散激活能相当^[27], 镍基合金扩散激活能在 $270 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 左右^[28-30], 但本文拟合得到的金属晶界迁移表观激活能为 $826 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, 存在显著差别。

图 3 (a) 中 $\ln(D^2 - D_0^2)$ 与 $-1/T$ 未呈现较好的线性关系, 分不同温度段拟合 Q 值, 发现温度升高、 Q 值降低, 如图 5 (a) 所示, 或者说 γ' 相数量减少、 Q 值降低。在亚固溶温度下, 组织中存在较多 γ' 相, Q 值达到 $915 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, 温度达到 γ' 相完全溶解温度

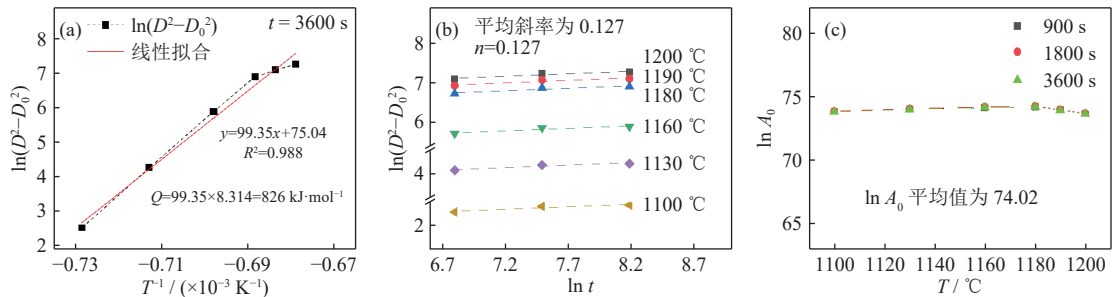


图 3 传统模型拟合: (a) 拟合界面迁移表观激活能 Q ; (b) 拟合指数 n ; (c) 计算广义迁移率常数自然对数 $\ln A_0$

Fig.3 Traditional model fitting: (a) fit Q ; (b) fit n ; (c) calculate $\ln A_0$

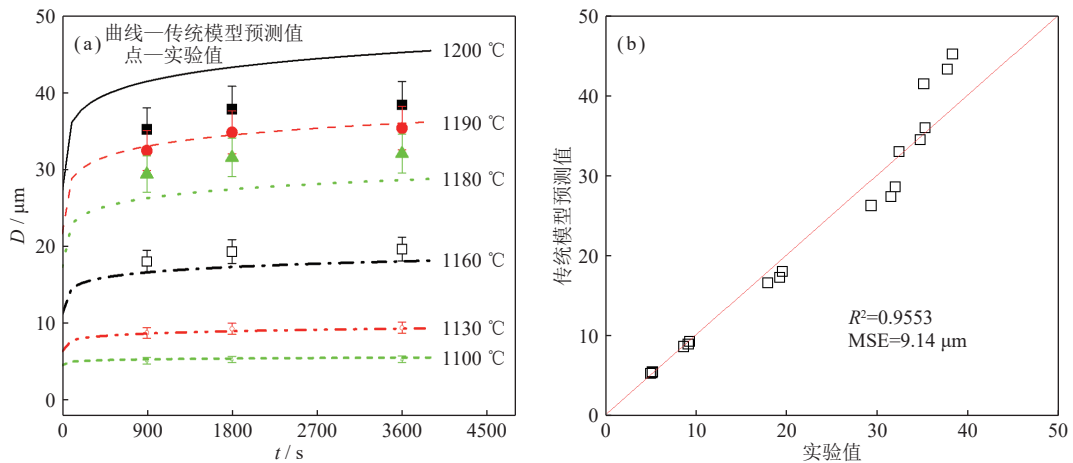


图 4 传统模型预测结果 (a) 和预测结果与实验数据的决定系数和均方误差 (b)

Fig.4 Predicted results of the traditional model (a) and R^2 and MSE between predicted and experimental results (b)

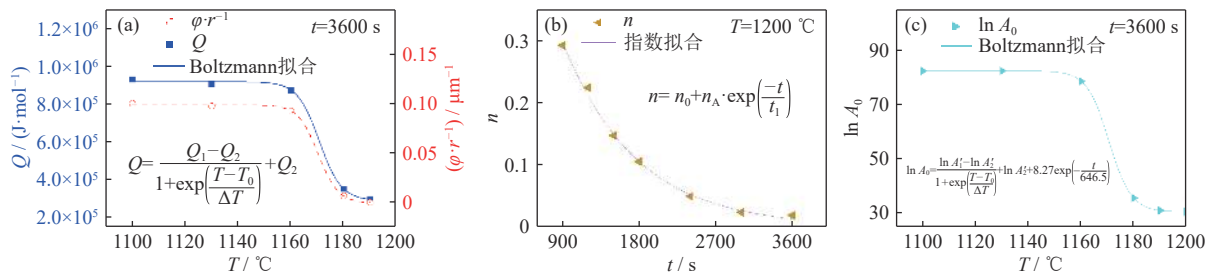


图 5 传统模型参数修正: (a) 温度对 Q 的影响; (b) n 与时间的关系; (c) 温度对 $\ln A_0$ 的影响

Fig.5 Modified traditional model parameters: (a) effect of T on Q ; (b) relationship between n and t ; (c) effect of T on $\ln A_0$

后, Q 值迅速下降并最终逐渐趋近于 $291.96 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, 与文献报道接近^[31]。这种形式的曲线可以用 Boltzmann 模型进行描述, 如式 (3) 所示。

$$Q = \frac{Q_1 - Q_2}{1 + \exp\left(\frac{T - T_0}{\Delta T}\right)} + Q_2 \quad (3)$$

式中: Q_1 为有大量 γ' 相存在时的晶界迁移表观激活能; Q_2 为不受 γ' 相影响的晶界迁移表观激活能; ΔT 为温度对 Q 影响的难易程度, 在 γ' 相完全溶解温度附近, ΔT 越小, Q 随温度变化剧烈, 晶粒尺寸亦是在此时发生大幅增长; T_0 为拐点温度, 即此时晶界迁移受 γ' 相影响较小, 该温度比热力学计算 γ' 相完全溶解温度要高, 热力学计算结果为达到平衡状态时的温度, 实际部分 γ' 相未溶解。若要晶粒不受 γ' 相影响进行长大, 一定要在拐点温度之上进行固溶处理。通过实验数据拟合得到 4 个参数的值, 结果如表 1 所示, 拟合结果如图 5 (a) 实线所示。如上所述, γ' 相对晶界迁移的阻碍作用 (Zener 力) 可用公式 $p_z = \Phi \cdot \gamma_B \cdot \varphi \cdot r^{-1}$ 来描述, 其中 φ 为 γ' 相的体积分数, r 为 γ' 相的尺寸, Φ 为 1.5 至 2.0 之间常数, γ_B 为界面能^[13-14]。各温度下的 γ' 相体积分数和尺寸数据如表 2 所示, 其比值 ($\varphi \cdot r^{-1}$) 可用于表征 γ' 相对晶界迁移阻力的大小, 与不同温度下界面迁移的表观激活能 Q 进行对比, 结果见图 5 (a)。

表 1 式 (3) 参数拟合结果

$Q_1 / (\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1})$	$Q_2 / (\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1})$	$T_0 / ^\circ\text{C}$	$\Delta T / ^\circ\text{C}$
914	293	1170	4.2

与 Q 拟合结果不同, n 受温度影响不大, 而是随着时间增加逐渐减小。晶粒长大发生在很短的时间内, 比如在 $1190 \text{ }^\circ\text{C}$ 下, 仅 900 s 平均晶粒尺寸就从 $3.8 \text{ }\mu\text{m}$ 增加至近 $40.0 \text{ }\mu\text{m}$, 接下来随着时间的延长, 晶粒尺寸增加幅度不大, n 值随着时间延长

表 2 各温度下的 γ' 相体积分数和尺寸数据

Table 2 γ' phase volume fraction and size at various temperatures

$T / ^\circ\text{C}$	$r / \mu\text{m}$	φ	$(\varphi \cdot r^{-1}) / \mu\text{m}^{-1}$
1200	0	0	—
1190	0	0	—
1180	0.15142	0.00101	0.00667
1160	0.55211	0.05112	0.09259
1130	1.01630	0.09915	0.09756
1100	1.91278	0.20154	0.10013

逐渐降低, 这可能与 γ' 相的溶解过程有关。这种形式的曲线可以用指数模型进行描述, 如式 (4) 所示。

$$n = n_0 + n_A \cdot \exp\left(\frac{-t}{t_1}\right) \quad (4)$$

式中: n_0 为时间趋近于无穷大时的时间指数; n_A 为时间趋近于 0 的时间指数; $t_1 = \tau \ln 2$, τ 为 n 减小至一半所用时间, 用来表示 n 减小的快慢程度。通过实验数据拟合得到 3 个参数的值, 结果如表 3 所示, 拟合结果如图 5 (b) 实线所示。

表 3 式 (4) 参数拟合结果

n_0	n_A	t_1 / s
7×10^{-4}	0.838	875

利用式 (3) 和式 (4) 计算不同温度和时间下的 Q 和 n 的值, 代入式 (2) 即可得到不同条件下的 $\ln A_0$ 的值, 如图 5 (c) 所示, 其随温度变化规律与 Q 相同, 时间对 $\ln A_0$ 影响较小。同样采用 Boltzmann 模型对曲线进行描述, 另外加入一项时间的影响, 如式 (5) 所示。

$$\ln A_0 = \frac{\ln A'_1 - \ln A'_2}{1 + \exp\left(\frac{T - T_0}{\Delta T}\right)} + \ln A'_2 + 8.27 \exp\left(-\frac{t}{646.5}\right) \quad (5)$$

式中：有大量 γ' 相存在时， $\ln A_0 = \ln A_1'$ ，晶界迁移受 γ' 相影响较小时， $\ln A_0 = \ln A_2'$ ； T_0 为拐点温度； ΔT 为温度影响的难易程度， T_0 和 ΔT 与式 (3) 中相应的参数相同。各参数值如表 4 所示，拟合结果如图 5 (c) 实线所示。

表 4 式 (5) 参数拟合结果

Table 4 Fitting results of parameters in Eq.(5)

$\ln A_1'$	$\ln A_2'$	$T_0 / ^\circ\text{C}$	$\Delta T / ^\circ\text{C}$
83	31	1170	4.2

至此，获得了改进后的晶粒长大模型 (式 (2) ~ 式 (5))，用于描述 γ' 相溶解温度附近的晶粒长大行为，模型中各参数值如表 1、表 3 和表 4 所示。

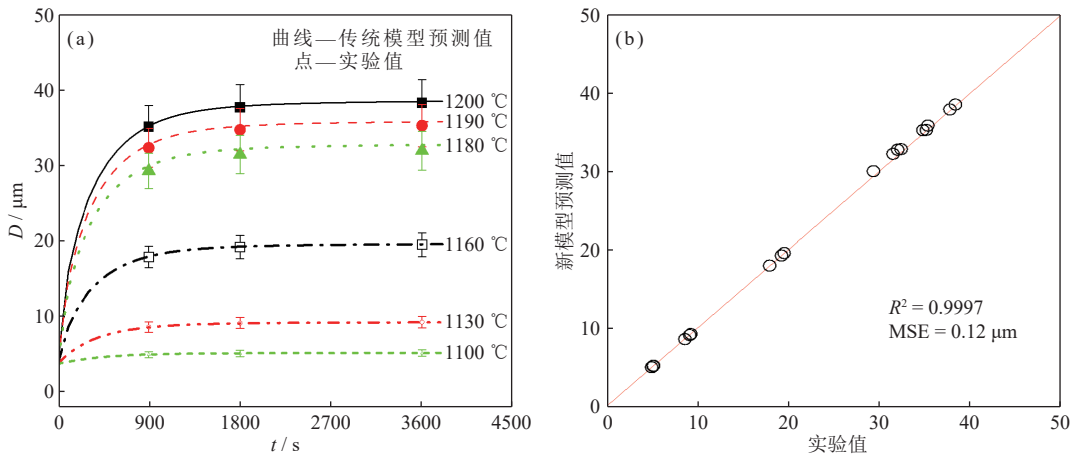


图 6 改进模型的预测结果 (a) 和预测结果与实验数据的决定系数 R^2 和均方误差 (b)

Fig.6 Predicted results of new model (a) and R^2 and MSE between predicted and experimental results (b)

4 结论

(1) 对一种新型镍基粉末高温合金晶粒长大行为进行研究，亚固溶温度处理晶粒尺寸变化不明显，过固溶处理晶粒尺寸大幅增加，这主要受 γ' 相对晶界迁移阻碍作用的控制。

(2) 构建传统模型描述新型合金 γ' 相溶解温度附近的晶粒长大行为，模型预测值与实验值的决定系数 (R^2) 为 0.9553，均方误差为 9.14 μm ，预测偏差较大，且过固溶的几个温度下晶粒尺寸差别较小的特征和一定保温时间后晶粒尺寸随时间延长不再明显增加的特征未被预测出来。

(3) 考虑 γ' 相在晶粒长大过程中的作用，对传统模型中的参数 Q 、 n 和 A_0 进行修正， Q 和 A_0 随温度变化用 Boltzmann 模型进行描述， n 随时间变化用单指数衰减模型进行描述。得到的新模型预

模型预测不同温度和时间下的晶粒尺寸如图 6 所示，与实验数据对比可知，决定系数 (R^2) 为 0.9997，均方误差为 0.12 μm ，模型预测准确性大幅提升。另外，过固溶的几个温度下晶粒尺寸差别较小的特征可以被模型预测出来，晶粒尺寸随时间延长不再明显增加的特征也被预测出来。因为考虑了 γ' 相在晶粒长大过程中的作用，模型有着更为准确预测能力。当温度大于 T_0 时 (此时 γ' 相已完全溶解)，晶粒长大行为变为传统模型式 (2)；当温度小于 T_0 时，受 γ' 相对晶界的阻碍作用，晶界迁移表观激活能 (Q) 和广义迁移率常数 (A_0) 都大幅提升，晶粒尺寸涨幅较小。时间指数 (n) 呈现单指数减小形式，与 γ' 相溶解晶粒快速长大有关， n_0 趋近于 0，当时间为 τ 时， n 减小至 n_A 的一半。

测值与实验值的决定系数 (R^2) 为 0.9997，均方误差为 0.12 μm ，预测精度较高，且晶粒长大曲线各项特征被准确预测出。

参考文献

- [1] Li X Y, Zhang H P, Bai J M, et al. The evolution of γ' precipitates and hardness response of a novel PM Ni-based superalloy during thermal exposure. *J Alloys Compd*, 2023, 942: 168757
- [2] Gabb T P, Kantzos P T, Telesman J, et al. Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk. *Int J Fatigue*, 2011, 33(3): 414
- [3] Thébaud L, Villechaise P, Crozet C, et al. Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys? *Mater Sci Eng A*, 2018, 716: 274
- [4] Zhang X Y, Chen Y, Cao L Y, et al. Microstructures and tensile properties of a grain-size gradient nickel-based superalloy. *J Alloys Compd*, 2023, 960: 170344
- [5] Mourer D P, Williams J L. Dual heat treat process development for advanced disk applications // *Superalloys 2004: Proceedings of the*

- 10th International Symposium on Superalloys. Champion, 2004: 401
- [6] Hyzak J M, Macintyre C A, Sundberg D V. Dual structure turbine disks via partial immersion heat treatment // *Superalloys 1988: Proceedings of the Tenth International Symposium on Superalloys*. Champion, 1988: 121
- [7] Mitchell R J, Lemsky J A, Ramanathan R, et al. Process development and microstructure and mechanical property evaluation of a dual microstructure heat treated advanced nickel disc alloy // *Superalloys 2008: Proceedings of the 11th International Symposium on Superalloys*. Champion, 2008: 347
- [8] Hu H, Rath B B. On the time exponent in isothermal grain growth. *Metall Mater Trans B*, 1970, 1(11): 3181
- [9] Beck P A, Holzworth M L, Hu H. Instantaneous rates of grain growth. *Phys Rev*, 1948, 73(5): 526
- [10] Holmes E L, Winegard W C. Grain growth in zone-refined tin. *Acta Metall*, 1959, 7(6): 411
- [11] Song X Y, Liu G Q, Gu N J. Computer simulation of the influence of the second-phase particle size on grain growth. *Acta Metall Sin*, 1999, 35(6): 565
(宋晓艳, 刘国权, 谷南驹. 第二相粒子尺寸对基体晶粒长大影响的仿真研究. *金属学报*, 1999, 35(6): 565)
- [12] Song K, Aindow M. Grain growth and particle pinning in a model Ni-based superalloy. *Mater Sci Eng A*, 2008, 479: 365
- [13] Andersen I, Grong Ø, Ryum N. Analytical modelling of grain growth in metals and alloys in the presence of growing and dissolving precipitates-II. *Abnormal grain growth. Acta Metall Mater*, 1995, 43(7): 2689
- [14] Fu L M, Shan A D, Wang W. Effect of Nb solute drag and NbC precipitate pinning on the recrystallization grain growth in low carbon Nb-microalloyed steel. *Acta Metall Sin*, 2010, 46(7): 832
(付立铭, 单爱党, 王巍. 低碳 Nb 微合金钢中 Nb 溶质拖曳和析出相 NbC 钉扎对再结晶晶粒长大的影响. *金属学报*, 2010, 46(7): 832)
- [15] Collins D M, Conduit B D, Stone H J, et al. Grain growth behaviour during near- γ' solvus thermal exposures in a polycrystalline nickel-base superalloy. *Acta Mater*, 2013, 61(9): 3378
- [16] Collins D M, Stone H J. A modelling approach to yield strength optimisation in a nickel-base superalloy. *Int J Plast*, 2014, 54: 96
- [17] Exner H E. Analysis of grain-and particle-size distributions in metallic materials. *Int Metall Rev*, 1972, 17(1): 25
- [18] Zhang B J, Zhao G P, Zhang W Y, et al. Deformation mechanisms and microstructural evolution of $\gamma+\gamma'$ duplex aggregates generated during thermomechanical processing of nickel-base superalloys // *Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys*. Champion, 2016: 487
- [19] Zhang M, Liu G Q, Hu B F, et al. Finite element simulation and experimental verification on hot extrusion of a novel nickel-base P/M superalloy. *Powder Metall Technol*, 2018, 36(3): 223
(张明, 刘国权, 胡本芙, 等. 新型镍基粉末高温合金热挤压工艺有限元模拟与实验验证. *粉末冶金技术*, 2018, 36(3): 223)
- [20] Zhang M, Liu G Q, Hu B F. Effect of microstructure instability on hot plasticity during thermomechanical processing in PM nickel-based superalloy. *Acta Metall Sin*, 2017, 53(11): 1469
(张明, 刘国权, 胡本芙. 镍基粉末高温合金热加工变形过程中显微组织不稳定性对热塑性的影响. *金属学报*, 2017, 53(11): 1469)
- [21] Zhang M, Liu G Q, Wang H, et al. Study on the kinetics and reverse coarsening effect of multi generations precipitation during continuous cooling in high performance Ni-base PM superalloy. *Rare Met Mater Eng*, 2019, 48(10): 3258
(张明, 刘国权, 王浩, 等. 高性能镍基粉末高温合金固溶连续冷却 γ' 相多阶段析出行为和尺寸粗化动力学研究. *稀有金属材料与工程*, 2019, 48(10): 3258)
- [22] Li C, Chen L L, Qu Z H, et al. Measurement of complete dissolution temperature of γ' phase in nickel-based P/M superalloy FGH4096. *Heat Treat Met*, 2021, 46(11): 174
(李昌, 陈蕾蕾, 瞿宗宏, 等. 镍基粉末高温合金 FGH4096 中 γ' 相完全溶解温度的测定. *金属热处理*, 2021, 46(11): 174)
- [23] Alvarado K, Janeiro I, Florez S, et al. Dissolution of the primary γ' precipitates and grain growth during solution treatment of three nickel base superalloys. *Metals*, 2021, 11(12): 1921
- [24] Qiao S C, Wang Y, Lv L X, et al. Normal and abnormal grain growth in a FGH96 superalloy during thermomechanical treatment. *J Mater Res Technol*, 2021, 15: 7033
- [25] Xu S, Dickson J I, Koul A K. Grain growth and carbide precipitation in superalloy, UDIMET 520. *Metall Mater Trans A*, 1998, 29: 2687
- [26] Zhang Y Y, Li J K, Wu Y, et al. Microstructure evolution of a nickel-based powder metallurgy superalloy under different solution treatment temperatures. *Adv Eng Mater*, 2022, 24(9): 2200004
- [27] Semiatin S L, McClary K E, Rollett A D, et al. Plastic flow and microstructure evolution during thermomechanical processing of a PM nickel-base superalloy. *Metall Mater Trans A*, 2013, 44: 2778
- [28] Zhou D Q, Liu X J, Wu Y, et al. Recrystallization behavior and its influences on mechanical properties of an alumina-forming austenitic stainless steels. *Acta Metall Sin*, 2014, 50(10): 1217
(周德强, 刘雄军, 吴渊, 等. 新型奥氏体耐热不锈钢再结晶行为及其对力学性能的影响. *金属学报*, 2014, 50(10): 1217)
- [29] Guo S W, Zhang Y S, Tong K F, et al. Kinetic study on the growth of precipitated γ' phase during long time aging in GH4199 superalloy. *J Northeastern Univ Nat Sci*, 2003, 24(6): 576
(郭士文, 张玉锁, 童开峰, 等. 镍基高温合金长期时效后 γ' 相长大动力学. *东北大学学报 (自然科学版)*, 2003, 24(6): 576)
- [30] Burachynsky V, Cahoon J R. A theory for solute impurity diffusion, which considers engel-brewer valences, balancing the Fermi energy levels of solvent and solute, and differences in zero point energy. *Metall Mater Trans A*, 1997, 28(3): 563
- [31] Tian G F, Jia C C, Liu J T, et al. Experimental and simulation on the grain growth of P/M nickel-base superalloy during the heat treatment process. *Mater Des*, 2009, 30(3): 433