

# 大晶粒单相 Ni-50Al 金属间化合物高温塑性

胡 静<sup>1,2</sup>, 林栋樑<sup>2</sup>

(1. 江苏工业学院, 江苏 常州 213016)

(2. 上海交通大学, 上海 200030)

**摘 要:** 研究了原始晶粒尺寸为 220  $\mu\text{m}$  的正化学计量比单相 Ni-50Al 金属间化合物的高温变形行为及组织演变规律。结果表明, 该合金在温度 1000~1100  $^{\circ}\text{C}$ , 应变速率  $7.5\times 10^{-4}\sim 1\times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  范围内具有良好的高温塑性变形能力; 在 1075  $^{\circ}\text{C}$ , 应变速率为  $8.75\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  时, 最大延伸率可达 139%。金相显微分析表明, 原始大晶粒组织经高温塑性变形后显著细化; EBSD 与 TEM 分析表明, 变形过程中小角度晶界持续产生, 较小角度晶界向较大角度晶界不断演变, 最终导致晶粒显著细化。显微结构综合分析表明, 大晶粒 Ni-50Al 合金的高温塑性变形是由位错的交滑移与攀移等交互作用产生的连续动态回复和再结晶导致的。

**关键词:** 二元 NiAl; 金属间化合物; 大晶粒; 高温塑性; 连续动态回复与再结晶

**中图分类号:** TG111.7

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2009)12-2121-05

NiAl 金属间化合物具有高熔点、低密度、极高的结构稳定性, 良好的热传导性、出色的抗氧化性等一系列优异的性能, 被认为是潜在的高温结构材料。但是, 其严重的室温脆性, 及由此带来的难以变形加工成型阻碍了实用化进程<sup>[1]</sup>。

超塑性成型技术已成为加工难变形脆性材料的极具吸引力的方法之一, 与此相关的超塑性变形行为及机制已有大量报道, 但其中大多是针对细晶超塑性的研究。业已发现, FeAl 和 Fe<sub>3</sub>Al<sup>[2~5]</sup>、Ni<sub>3</sub>Al 基合金<sup>[6]</sup>、NiAl 和 Ni<sub>3</sub>Al 双相合金<sup>[7]</sup>、TiAl 基合金<sup>[8]</sup>中存在大晶粒超塑性现象。

对单相富 Ni 大晶粒 NiAl 合金已有的系列研究发现, Ni-40Al<sup>[9]</sup>、Ni-42Al<sup>[10]</sup>、Ni-45Al<sup>[11]</sup>和 Ni-48Al<sup>[12]</sup>均存在大晶粒超塑性现象。同时, 研究还发现, 不同化学配比的 NiAl 合金产生大晶粒超塑性的条件及超塑性变形能力不尽相同。随富 Ni 程度的不断增加, 超塑性变形能力不断增强。本系列研究旨在探寻化学配比对大晶粒单相 NiAl 合金高温塑性变形及组织演变的统计规律, 进一步完善大晶粒高温塑性变形理论。为此, 本实验以正化学计量比大晶粒 Ni-50Al 合金作为富 Ni 单相 NiAl 合金系列研究的极端情况, 研究富 Ni 程度为零的正化学计量比 Ni-50Al 二元单相合金的高温变形行为及组织演变。

## 1 实 验

铸态 NiAl 棒在 1100~1200  $^{\circ}\text{C}$  均匀化处理 3~7 h。在 1000~1200  $^{\circ}\text{C}$ , 压至 50%~80% 的变形量。300~800  $^{\circ}\text{C}$  保温 5 h, 冷却至室温。

板状拉伸试样经线切割制成, 标距段尺寸为 8 mm  $\times$  4 mm  $\times$  1.5 mm。高温拉伸试验在 Shimadzu Autograph-10A 型材料试验机上进行, 试验温度为 1000~1100  $^{\circ}\text{C}$ , 初始应变速率范围为  $1.25\times 10^{-4}\sim 2\times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ 。变形后试样用水淬火冷却。

利用光学显微镜 (OM)、电子背散射衍射技术 (EBSD) 和透射电子显微镜 (TEM) 分析显微组织演化。金相腐蚀液为 CH<sub>3</sub>COOH:HNO<sub>3</sub>:HCl=8:4:1 (体积比), 电解液为 10% 的高氯酸乙醇溶液。EBSD 观察所用样品与金相样品来源相同。EBSD 分析在配备有牛津公司生产的 Opal 背散射电子探头及 Link ISIS 软件包的 JCSA-733 电子探针上进行。样品台相对于入射电子倾斜 70 $^{\circ}$ 。采用束扫描模式, 步长为 1  $\mu\text{m}$ , 扫描区域面积为 115 $\times$ 111~161 $\times$ 161  $\mu\text{m}^2$ 。

TEM 样品采用线切割将待分析试样切割成  $\phi$ 3 mm $\times$ 0.5 mm 的薄圆片, 用金相砂纸磨至厚约 70  $\mu\text{m}$ , 用双喷电解制成最终的电镜样品。双喷电解液为 5% 的高氯酸乙醇溶液, 温度保持在 -30~-40  $^{\circ}\text{C}$ , 电压为

收到初稿日期: 2008-11-23; 收到修改稿日期: 2009-09-11

基金项目: 国家自然科学基金 (59895150)

作者简介: 胡 静, 女, 1966 年生, 博士, 教授, 江苏工业学院材料科学与工程学院, 江苏 常州 213016, 电话: 0519-86630065, E-mail: jinghoo@126.com

30 V。TEM 观察在 JEM-200CX 透射电镜上进行，加速电压为 200 kV。

## 2 结果与分析

在所采用的试验温度和初始应变速率条件下，Ni-50Al 合金的断裂延伸率( $\epsilon_f$ )如表 1 所示。可见在所选择的试验条件下，该合金具有优良的高温塑性变形能力。其中温度为 1075℃，应变速率为  $8.75 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时延伸率达到最大。

图 1 为 Ni-50Al 合金原始拉伸试样及 1075℃，初始应变速率  $8.75 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  条件下拉伸断裂后的宏观照片。与已报道的富 Ni 大晶粒 NiAl 合金<sup>[9-12]</sup>相比，该断裂试样几乎没有明显缩颈，即一旦缩颈发生，试样内组织因不能相互协调变形而快速断裂。这一断裂特征可预测：衡量该合金抗缩颈能力的参量  $m$  值可能较小。

图 2a 和 2b 分别为测试温度和初始应变速率对流变行为的影响。由图可见，初始应变速率一定时，峰值流变应力随温度升高而降低；测试温度一定时，峰值流变应力随初始应变速率升高而升高。在形变初始阶段，流变应力随应变增大而增大，一定变形量后，流变应力趋于稳定；当达到峰值流变应力后，随应变增加而逐渐减小，当颈缩或断裂开始时急剧下降。曲线的形状彼此相似，在稳态流变阶段呈凸起形状，在高温、低应变速率时，这种凸起趋于平缓。

将 Ni-50Al 合金的真应力-应变曲线与已报道的富 Ni 大晶粒 Ni-Al 合金<sup>[9-12]</sup>相比较，发现 Ni-50Al 合金的真应力-应变曲线的稳态流变阶段明显缩短，大部分

表 1 温度和初始应变速率对 Ni-50Al 合金拉伸延伸率的影响  
Table 1 Effect of temperature and initial strain rate on elongation of Ni-50Al alloy (%)

Initial strain rate /s <sup>-1</sup>	Temperature /℃			
	1000	1050	1075	1100
$5 \times 10^{-4}$				94
$7.5 \times 10^{-4}$		96	120	118
$8.75 \times 10^{-4}$	116	125	139	130
$1 \times 10^{-3}$			115	116
$1.5 \times 10^{-3}$				83

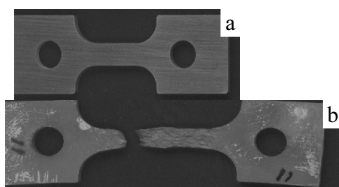


图 1 Ni-50Al 原始试样及变形断裂后试样的轮廓

Fig.1 Macrographs of Ni-50Al specimens of the original (a) and the fractured at 1075 °C,  $8.75 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (b)

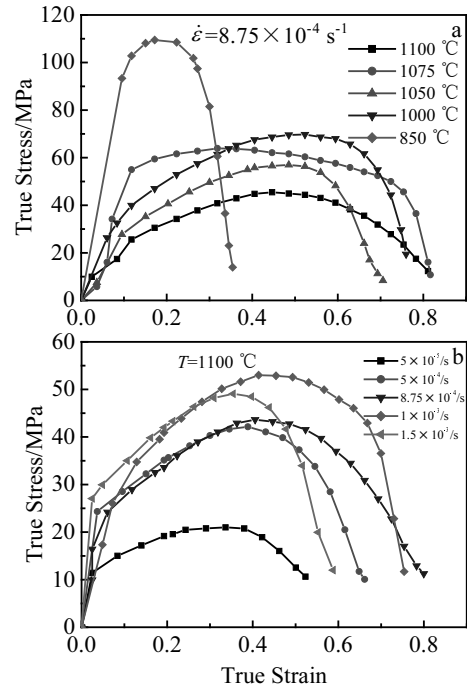


图 2 Ni-50Al 合金不同测试条件下的真应力-应变曲线

Fig.2 True stress vs true strain for Ni-50Al alloy: (a) effect of strain temperature on flow deformation behaviour and (b) effect of initial strain rate on flow deformation behaviour

情况下甚至没有平衡稳态流变，因而流变曲线凸起形状更显突出，从而导致 Ni-50Al 合金的断裂延伸率显著低于所报道的其它 NiAl 合金。联系 Ni-50Al 合金断裂试样的宏观外形，断口处无明显的缩颈，可能与收缩一经产生真应力快速下降有关。

图 3 为大晶粒 Ni-50Al 合金在 1075℃ 下初始应变速率为  $8.75 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时高温塑性拉伸前后合金均匀变形部分的显微组织。与已分析的其它大晶粒 NiAl 合金<sup>[9-12]</sup>一样，Ni-50Al 合金变形前亦为粗大的等轴晶，晶界较为平直，平均晶粒尺寸约 220 μm，远大于通常要求的小于 10 μm 的细晶超塑性的晶粒尺寸。同样地，变形后晶界也出现了“锯齿”化现象，说明原始晶界在变形过程中发生了迁移。同时亦发现，变形后晶粒尺寸明显减小，在拉伸至断裂的样品(变形量为 139%)中平均晶粒尺寸为 30 μm。在变形后的显微组织中未发现空洞。

虽然在 Ni-50Al 合金变形后试样的显微组织中，同样有腐蚀深浅程度不同的两种晶界存在(图中箭头 A, B 所示)，但与其它大晶粒 NiAl 合金<sup>[9-12]</sup>相比，腐蚀较深的晶界相对较为平直，腐蚀较浅的晶界更加模糊。拉伸至断裂的试样中几乎找不到腐蚀程度同原始

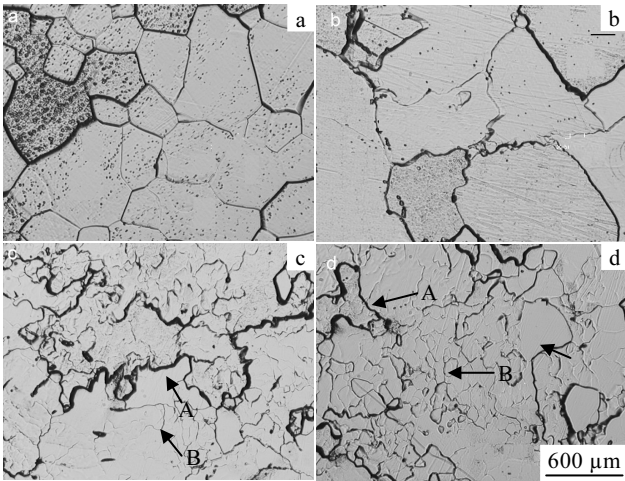


图 3 Ni-50Al 合金高温塑性变形前后的金相照片

Fig.3 Optical micrographs of large-grained Ni-50Al alloy before deformation (a), deformed to 30%, 70% and 139% (b~d), respectively ( $T=1075\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon}=8.75\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ )

晶界相当的小晶粒，结果表现为原始大晶粒被分割程度不及其它 NiAl 合金。

图 4 为用 EBSD 技术对大晶粒 Ni-50Al 合金高温塑性变形前后试样相邻晶粒取向差之统计分析结果。其中，图 4a 为未变形试样，图 4b, 4c, 4d 分别为变形 30%，70%和 139%的试样。图中衬度较浅的部分分

别表示取向差为 2.5~5°、6~15°的小角度晶界；衬度较深的部分分别表示取向差为 16~30°、31~45°及衬度最浅的部分表示取向差为 45°以上的大角度晶界。由图 4 可看出，在原始未变形样品中，晶粒比较大，且 15°以上的大角度晶界占主导地位。较多 5°以下小角度晶界的存在可能是由于 Ni-50Al 合金样品再结晶退火难以完全所致。变形初期 (变形 30%的样品)，由大角度晶界构成的晶粒尺寸增大，这部分晶界是金相分析所能显示的，从而导致大角度晶界数量减少。但变形产生了大量小角度晶界，这部分小角度晶界是金相分析所不能显示的。变形中期 (变形 70%的样品)，仍有数量较多的小于 15°的小角度晶界。但与 30%变形样品相比，大于 15°的大角度显著增多。拉伸至断裂的样品 (变形 139%) 中，仍有相当数量的低于 15°的小角度晶界。但与 70%变形量的样品相比，大角度晶界显著增多，导致晶粒显著细化。说明变形中后期，既有新的较小角度的晶界持续形成，又有变形初中期产生的较小角度晶界逐渐演变为较大角度晶界。

变形过程中小角度晶界持续产生，同时较小角度晶界向较大角度晶界不断演变的结果使大角度晶界数量不断增加，最终导致晶粒显著细化。

变形前后试样显微结构的 TEM 观察结果见图 5。样品变形前退火态的 TEM 照片表明原始大晶粒内部位错很少，原始晶界为平直的大角度晶界，见图 5a。

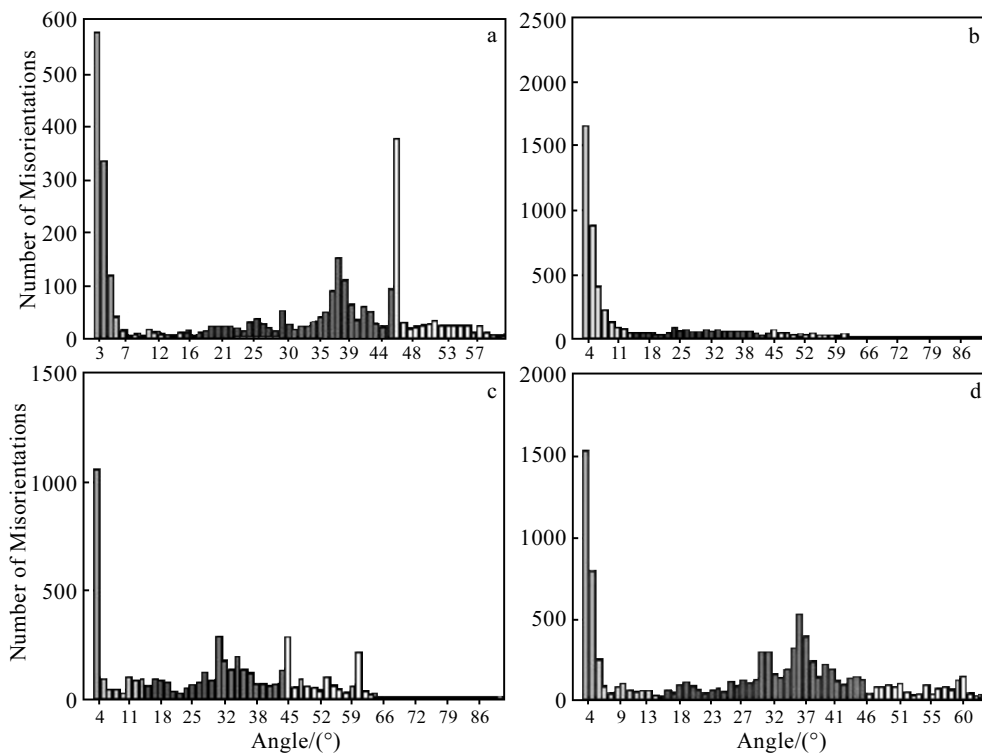


图 4 Ni-50Al 合金高温塑性变形前后试样相邻晶粒取向差之统计分析

Fig.4 Distribution of misorientation for Ni-50Al alloy: (a) before deformation, (b~d) deformed to 30%, 70%, 139%, respectively

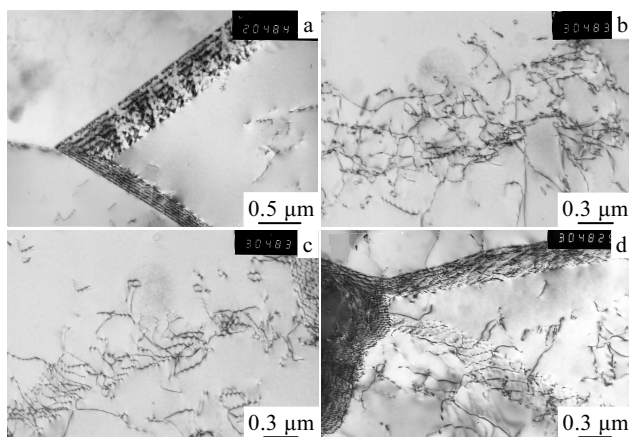


图 5 Ni-50Al 合金高温塑性变形前后的 TEM 照片

Fig.5 TEM images of Ni-50Al alloy: (a) before deformation, (b) deformed to 30%, (c) deformed to 70%, and (d) deformed to 139% (fracture)

经过  $\varepsilon=30\%$  的变形后, 可观察到数量不多的已由位错列构成的亚晶界, 同时可观察到正在由位错排列形成的亚晶界, 见图 5b。当变形量增加至  $\varepsilon=70\%$  时, 出现更多的亚晶界, 可观察到由亚晶界组成的亚晶粒; 同时可观察到亚晶界在不断吸收晶内可动位错, 见图 5c。在经高温塑性变形至断裂 ( $\varepsilon_f=139\%$ ) 的样品中, 可以发现原始的大晶粒分成了许多亚晶粒, 这些亚晶粒的平均尺寸在  $3\sim 8\ \mu\text{m}$ , 见图 5d。在变形样品的 TEM 观察中, 位错列及其构成的亚晶界普遍存在。

### 3 讨论

晶粒尺寸约  $220\ \mu\text{m}$  的大晶粒 Ni-50Al 合金高温塑性行为与通常要求晶粒尺寸不超过  $10\ \mu\text{m}$  的细晶超塑性相比, 在流变行为上较为相似, 但在组织演变及变形机制上极为不同。在高温塑性变形过程中, 通常细晶超塑性的晶粒大小基本保持不变, 或略有增大; 而大晶粒 Ni-50Al 合金的平均晶粒度大幅度减小。这说明它们产生高温塑性的机制不一样。

通过对拉伸试样的 EBSD 和 TEM 观察表明, 与通常的细晶超塑性不同, 位错在大晶粒 Ni-50Al 合金高温塑性变形过程中起着重要作用。在变形的初始阶段, 由变形产生的大量位错导致的强化效果占主导作用, 在应力-应变曲线上表现为应变硬化; 随变形的不断进行, 由于金属间化合物中位错所具有的特殊动力学条件, 使大晶粒内部位错相互交割和反应, 通过攀移和交滑移使晶内位错排列成位错列和位错网络, 构成角度很小的亚晶界; 随变形的进一步进行, 位错列和位错网不断地吸收点阵位错从而构成了网络状的角

度较大的亚晶界; 亚晶界吸引并吸收滑动位错后取向差逐渐增大转变成小角晶界并最终转变成大角晶界, 其结果使位错网络构成的亚晶转变成再结晶晶粒。同时位错的运动导致亚晶界发生迁移和转动, 亦对变形起着协调作用。简言之, 大晶粒 Ni-50Al 合金在高温变形过程中发生了连续动态回复和再结晶。正是上述变形过程中发生的连续动态回复和再结晶所产生的软化效果与变形过程中不断产生大量位错所导致的硬化效果之协同作用, 使高温塑性变形得以持续进行。该过程在应力-应变曲线上表现为稳态流变。

Ni-50Al 合金的断裂延伸率在  $1075\ ^\circ\text{C}$ , 应变速率为  $8.75\times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$  时达到最大, 这是因为在此条件下, 位错具有适宜的运动速度, 使由此产生的动态连续回复和再结晶的速度和变形产生的位错硬化速度能很好地匹配, 从而达到较好的高温塑性。

### 4 结论

1) 正化学计量比单相 Ni-50Al 合金在  $1000\sim 1100\ ^\circ\text{C}$  温度范围内, 应变速率范围为  $7.5\times 10^{-4}\sim 1\times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$  时呈现高温塑性变形。

2) 高温塑性变形后原始大晶粒显著细化。大晶粒高温塑性变形过程中通过位错的交滑移与攀移等交互作用, 持续有取向差很小的小角度晶界产生。随变形量的增大, 新形成的小角度晶界取向差增加, 转变为取向差较大的小角度晶界, 进而转变为大角度晶界。小角度晶界的产生速度与小角度晶界转变为较大角度晶界的速度趋向一动态平衡, 即发生连续动态回复和再结晶。大晶粒高温塑性变形过程中的稳态流变是通过高温变形过程中连续动态回复和再结晶实现的。

3) 正化学计量比 Ni-50Al 合金的最大拉伸断裂延伸率比所有已研究的富 Ni 单相 NiAl 合金小。

#### 参考文献 References

- [1] Li Hutian(李虎田), Guo Jianting(郭建亭), Ye Hengqiang(叶恒强). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(7): 1162
- [2] Lin Dongliang, Shan Aidang, Li Dingqiang. *Scripta Metall Mater*[J], 1994, 31(11): 1455
- [3] Lin Dongliang, Shan Aidang, Chen Mingwei. *Intermetallics*[J], 1996, 4(6): 489
- [4] Lin Dongliang, Li Dingqiang, Liu Yi. *Intermetallics*[J], 1998, 6(4): 243
- [5] Lin Dongliang, Liu Yi. *Materials Science and Engineering*[J], 1999, A268: 83
- [6] Gu Yuefeng, Lin Dongliang, Shan Aidang et al. *Acta Metall*

- Sinica*[J], 1996, 32(11): 1144
- [7] Liu Zhengyun, Lin Dongliang, Gu Yuefeng *et al. Acta Metall. Sinica*[J], 1996, 32(11): 1139
- [8] Sun Feng, Lin Dongliang. *Scripta Mater*[J], 2001, 44: 665
- [9] Jiang Dongmei, Lin Dongliang. *Materials Science Letters*[J], 2002, 21: 505
- [10] Hu jing, Lin Dongliang. *Materials Science and Engineering* [J], 2006, A441: 142
- [11] Jiang Dongmei, Lin Dongliang. *Materials Letters*[J], 2002, 57: 747
- [12] Hu Jing, Lin Dongliang. *Mater Lett*[J], 2004, 58: 1297

## Plasticity in Large-Grained Single-Phase Ni-50Al Intermetallics at High Temperature

Hu Jing<sup>1,2</sup>, Lin Dongliang<sup>2</sup>

(1. Jiangsu Polytechnic University, Chang Zhou 213016, China)

(2. Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, China)

**Abstract:** High temperature deformation behavior and microstructure evolution of stoichiometry single phase Ni-50Al intermetallics with an initial grain size of 220  $\mu\text{m}$  was investigated. Results show that the alloy exhibits good plastic behavior under initial strain rate from  $7.5 \times 10^{-4}$  to  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  in the temperature range of 1000-1100  $^{\circ}\text{C}$ . A maximum elongation of 139% was obtained under initial strain rate of  $8.75 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  at 1075  $^{\circ}\text{C}$ . Optical metallography (OM) shows that the grains were refined during plastic deformation from initial 220  $\mu\text{m}$  to less than 30  $\mu\text{m}$ . Electron back-scattered diffraction (EBSD) and transmission electron microscopy (TEM) observations show that small-angle boundaries formed continuously during deformation, and changed to large-angle boundaries, resulting in finer grains finally. Microstructure analyses reveal that high-temperature plastic deformation could be attributed to continuously dynamic recovery and recrystallization (CDRR), which was caused by the interaction among gliding and climbing of dislocation.

**Key words:** binary NiAl; intermetallics; large grain; high-temperature plasticity; continuously dynamic recovery and recrystallization (CDRR)

---

Biography: Hu Jing, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213016, P. R. China, Tel: 0086-519-86630065, E-mail: jinghoo@126.com