

# 拉伸变形对 Hastelloy C-276 合金组织与力学性能的影响

冯 策, 李德富, 郭胜利, 张晓宇, 刘贤钙, 王 将

(北京有色金属研究总院, 北京 100088)

**摘 要:** 采用金相 (OM)、电子背散射衍射 (EBSD) 以及拉伸实验等技术手段研究了不同变形量条件下 Hastelloy C-276 合金薄板的组织演化特征和力学性能。结果表明: 变形量小于 14% 时, 位错优先在晶界附近塞积, 并产生局部应变集中; 变形量在 14%~30% 范围内, 孪晶界附近及晶粒内部产生大量位错, 位错滑移引起晶粒内部应变集中增强; 变形量由 0% 增加至 30%, 晶界应变集中程度因子先增大后减小, 变形量为 14% 时晶界应变集中程度因子最大。利用 Ludwigson 模型回归拟合了不同变形条件下的真应力-真应变曲线, 随变形量的增加, 材料的加工硬化程度提高, 加工硬化速率减小, 发生单滑移向多滑移转变的临界应变减小。

**关键词:** Hastelloy C-276 合金; 小角度晶界; 应变集中; Ludwigson 模型

**中图分类号:** TG146.1+5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2016)12-3128-07

Hastelloy C-276 (C-276) 合金是一种改进的超低碳型 Ni-Mo-Cr 系列镍基耐蚀合金, 对于各种强腐蚀介质和化学介质具有优良的抗腐蚀能力和抗应力腐蚀开裂能力<sup>[1, 2]</sup>, 并且其具有良好的铸造、冷成形和热变形等性能。因而, 该合金在苛刻的腐蚀环境中, 如航空航天、石油化工、烟气脱硫、纸浆和造纸、能源环保等工业领域得到广泛的应用<sup>[2, 3]</sup>。

目前, 国内外有关 C-276 合金的研究主要集中于耐蚀性、焊接工艺、热处理工艺及热变形行为等方面<sup>[3-5]</sup>, 如马广义等<sup>[4]</sup>研究了在不同参数条件下采用脉冲激光焊接超薄 C-276 合金材料焊缝的形成规律; Akhter 等<sup>[3]</sup>研究了 C-276 合金时效处理过程 Mo、W 元素的偏析对其硬度和冲击性能的影响; Lu Yanling 等<sup>[5]</sup>研究了 C-276 合金在变形温度 650~750 °C、变形速率  $8.75 \times 10^{-3} \sim 8.75 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  条件下的高温拉伸变形行为。然而, 对于该合金冷成形性能的研究却鲜有报道。由于退火状态的镍基合金具有良好的延展性, 几乎适用于所有冷成形方法<sup>[2]</sup>, 而镍基合金高温塑性成形温度区间很窄, 故伴随中间退火的冷成形成为镍基合金成形的重要方式<sup>[2, 6]</sup>。因此, 对 C-276 合金冷变形组织演化特征和力学性能进行系统的研究, 对该合金板材的冷变形工艺制定具有重要的理论意义。

本实验通过对退火态的 C-276 合金薄板施加不同的拉伸变形量, 研究拉伸变形量对 C-276 合金显微组

织与力学性能的影响, 采用金相 (OM) 及电子背散射衍射 (EBSD) 技术分析变形量对微观组织特征的影响, 利用 Ludwigson 模型<sup>[7, 8]</sup>对材料的真应力-真应变响应曲线特征进行相应的研究。

## 1 实 验

实验材料选用商用 C-276 合金退火态薄板, 板厚为 0.5 mm, 其主要的化学成分 (质量分数, %) 为: Cr 15.07, Mo 15.53, Fe 4.14, W 4.04, Co ≤ 2.5, Mn 0.62, P < 0.01, Si < 0.08, C 0.012, S 0.002, Ni 余量。按照 GB/T228.1-2010 标准加工拉伸试样, 试样标距为 50 mm。在室温条件下进行拉伸试验, 加载速率为  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , 实验过程中同步记录载荷-位移曲线。拉伸试样分为 2 组, 每组拉伸变形量分别为 0%, 2%, 6%, 14%, 22% 和 30%, 变形后取一组试样直接拉断。

OM 及 EBSD 观察样品均取自不同变形量下的拉伸试样标距段。样品经过研磨抛光后腐蚀, 腐蚀剂为: 10 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$ +100 mL HCl+10 g 无水  $\text{CuSO}_4$ , 采用 Axiovert200MAT 光学显微镜观察其显微组织。样品经过机械抛光后进行电解抛光, 抛光液成分为: 20vol%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ +80vol%  $\text{CH}_3\text{OH}$ , 抛光电压为直流 10 V, 时间约为 50 s。采用配备在场发射扫描电子显微镜上的 TSL-EBSD 系统对样品表面选定区域进行扫描。

收稿日期: 2015-12-15

基金项目: 国家自然科学基金 (50834008)

作者简介: 冯 策, 男, 1990 年生, 硕士, 北京有色金属研究总院有色金属加工事业部, 北京 100088, E-mail: fengce1989@126.com

## 2 结果与分析

### 2.1 形变后的显微组织

C-276 合金不同变形量下的显微组织形貌如图 1 所示。可以发现, C-276 合金原始组织由等轴状晶粒组成, 晶粒内部存在大量孪晶, 如图 1a 所示。当变形量小于 14% 时, 等轴晶粒拉长变形不明显; 当变形量为 14% 时, 等轴晶粒沿变形方向拉长, 晶粒内部开始出现滑移带, 孪晶界仍保持平直, 如图 1a~1d 所示。当变形量增大至 22% 时, 晶粒内部的滑移带密度增多, 其中滑移带有直线形和波浪形, 晶粒内部少量孪晶界开始发生弯曲, 如图 1e 所示。这表明, 该阶段单滑移与多滑移共同参与变形, 且多滑移处于初始阶段; 少量孪晶界受内应力的作用而发生弯曲变形, 这意味着孪晶界的完全共格关系开始遭到破坏, 表明孪晶界阻碍变形的进行, 材料的变形抗力增大。当变形量达到 30% 时, 晶粒内部出现铅笔形滑移带, 滑移带穿过部分孪晶, 致使孪晶界遭到破坏而变得模糊, 如图 1f 所示。以上分析表明, 该阶段滑移方式已经由单滑移转变为多滑移与交滑移<sup>[8, 9]</sup>, 部分孪晶界不足以抵抗其附近位错塞积引起的应力集中, 受到滑移带的切割, 导致孪晶界对位错的阻碍作用减弱。

### 2.2 显微组织的 EBSD 表征

#### 2.2.1 变形量对晶界类型的影响

通过 EBSD 扫描得到不同变形量下的晶界分布信息, 其中蓝线表示大角度晶界 ( $\theta > 15^\circ$ ), 红线表示小角度晶界 ( $2^\circ < \theta < 15^\circ$ ), 如图 2 所示。可以看出, 当变形量为 6% 时, 小角度晶界优先在晶界附近分布;

当变形量为 14% 时, 晶界附近小角度晶界增多, 孪晶界附近开始出现小角度晶界; 当变形量大于 22% 时, 晶界处及孪晶界附近小角度晶界大幅增多, 晶粒内部开始出现小角度晶界。统计晶界长度分数可知, 原始材料的晶界由 3.7% 的小角度晶界和 96.3% 的大角度晶界构成, 如图 3a 所示。当变形量由 0% 增加到 30% 时, 小角度晶界的长度分数由 3.7% 增加到 69.8%, 孪晶界的长度分数由 56.1% 减小为 7.5%。可见, 随变形量的增加, 小角度晶界的长度分数显著增大, 孪晶界的长度分数减小。

为了直观描述变形量对不同类型晶界长度的影响, 采用晶界密度 (晶界线长度/微区面积) 来表征晶界的变化特征<sup>[10]</sup>。计算不同变形量下 EBSD 扫描微区的晶界密度, 结果如图 3b 所示。当变形量小于 6% 时, 小角度晶界总长度随变形量增加略有增加, 孪晶界长度略有减小。变形量由 6% 增加到 30% 时, 小角度晶界面密度由 0.006 增加到 0.334, 孪晶界面密度由 0.085 减小为 0.036, 可见, 小角度晶界随变形量增加而显著增多, 孪晶界大幅减少。大角度晶界变化不明显。本研究中原始材料含有大量孪晶, 孪晶量达到了饱和, 材料的塑性变形主要以孪晶间的滑移方式进行, 故孪晶总量没有增加。当变形量在 14%~30% 范围内, 堆积在孪晶界附近的小角度晶界与孪晶界合并为随机晶界<sup>[11]</sup>, 因而孪晶界总量减小。由于孪晶界与随机晶界均属于大角度晶界, 变形过程中仅有少量孪晶界被滑移带切割破坏, 故大角度晶界总量基本保持不变。

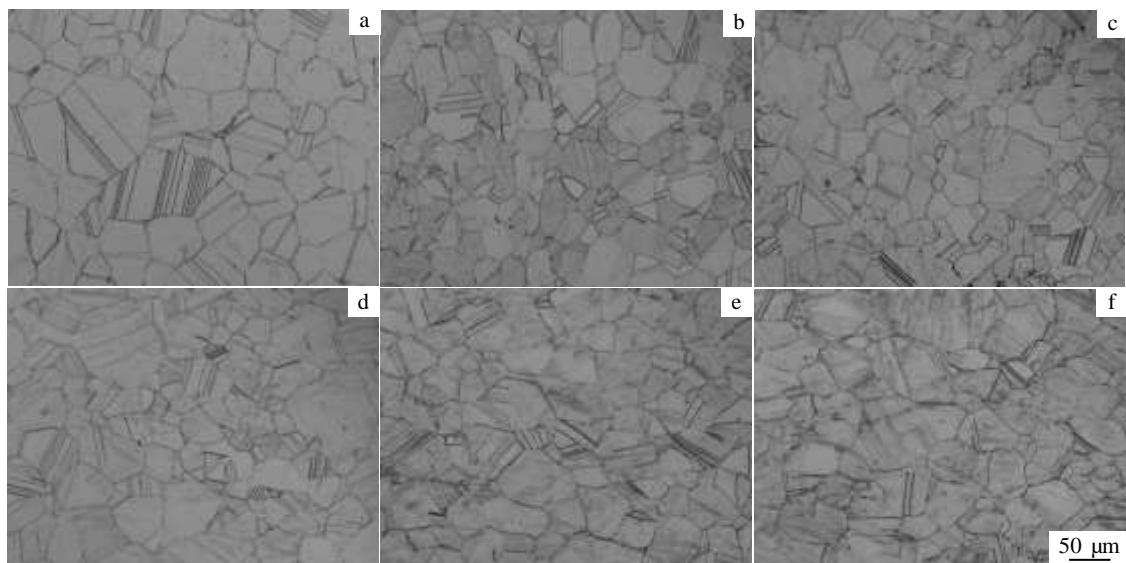


图 1 C-276 合金经不同变形量后的金相组织 (拉伸沿水平方向)

Fig.1 Microstructure of C-276 alloy after different deformations (the tensile direction is horizontal): (a) 0%, (b) 2%, (c) 6%, (d) 14%, (e) 22%, and (f) 30%

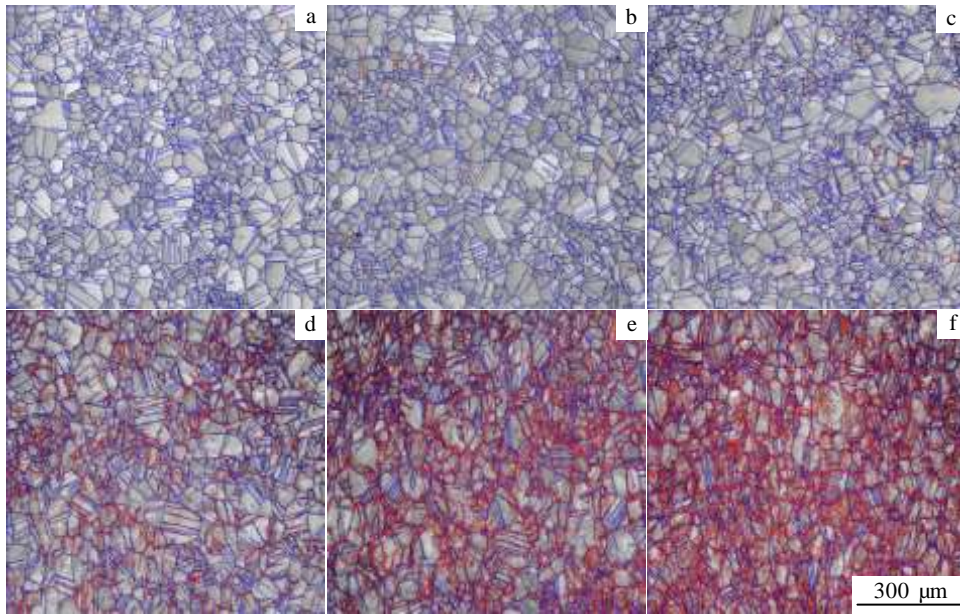


图 2 C-276 合金经不同变形量后的 EBSD 晶界图

Fig.2 EBSD grain boundary maps of C-276 alloy after different deformations: (a) 0%, (b) 2%, (c) 6%, (d) 14%, (e) 22%, and (f) 30%

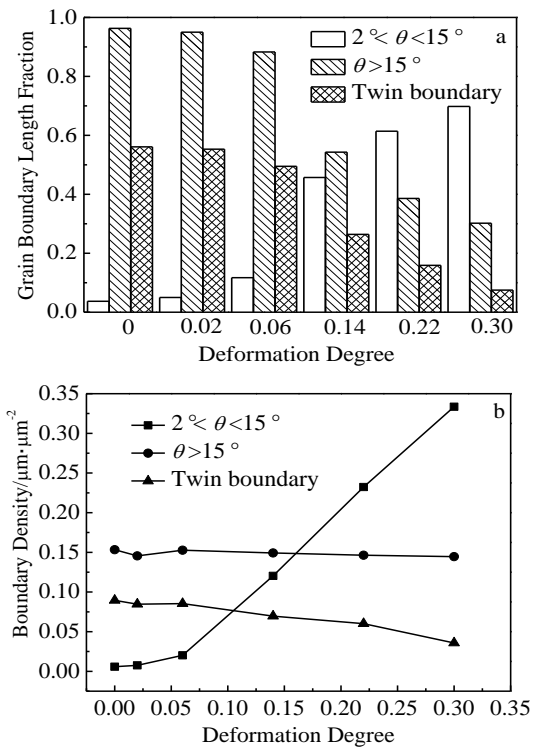


图 3 晶界长度分数及不同变形量后的晶界密度

Fig.3 Grain boundary length fraction (a) and grain boundary density maps after different deformations (b)

### 2.2.2 变形量对晶界处应变集中的影响

利用 EBSD 技术采集材料的 Kernel 平均取向差 (Kernel average misorientation, KAM), 如图 4 所示, 不同颜色代表不同的平均取向差。通过 EBSD 技术可以研究材料在冷变形过程中的显微组织变化特征<sup>[12-15]</sup>, 其中 KAM 可以用来定量评估材料的局部应变分布<sup>[12-14]</sup>, 因此可以通过研究 KAM 的分布来表征材料微观区域内的塑性变形特点。从图 4 可以看出, 当变形量为 6% 时, 应变集中首先在晶界附近出现; 当变形量大于 6% 时, 晶粒内部出现应变集中, 晶界处应变集中逐渐增强。

为了进一步分析晶界处的应变集中, 沿垂直于晶界两侧 15  $\mu\text{m}$  的距离内采集 KAM 数据, 如图 5a 所示。可以看出, 变形量在 0~30% 范围内, KAM 峰值均在晶界附近, 且晶界处应变集中随变形量增大而增强。为了研究材料微观区域内的变形均匀性, 定义图 5a 中不同变形量下 KAM 最大值与平均值的比值为晶界应变集中程度因子。图 5b 为变形量与晶界应变集中程度因子的关系。可以看出, 当变形量小于 14% 时, 晶界应变集中程度因子随变形量增加而增大; 变形量在 14%~30% 范围内, 晶界应变集中程度因子随变形量增大而减小。这是因为在变形量小于 14% 时, 晶粒内部

应变集中较弱, KAM 最大值与平均值的比值随变形量增加而增大; 变形量在 14%~30% 范围内, 随变形量增加, 应变集中在晶粒内部比晶界处增速更快, KAM 最

大值与平均值的比值减小。因此, 变形量为 14% 时, 晶界应变集中程度因子最大。

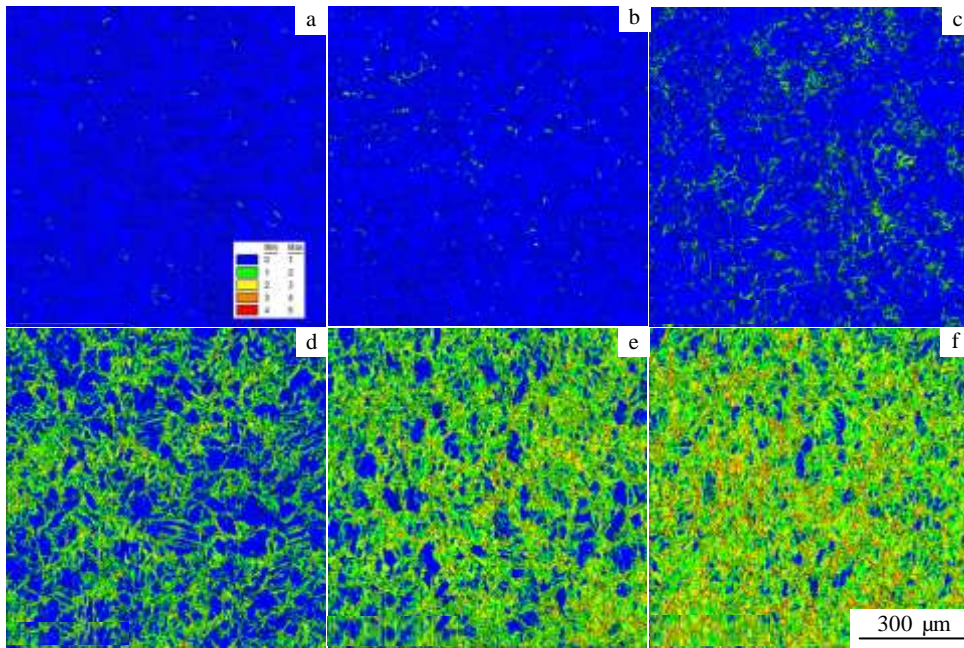


图 4 不同变形量后 C-276 合金的彩色 Kernel 平均取向差图

Fig.4 Colour-coded mapping of Kernel average misorientation in C-276 alloy with different deformations: (a) 0%, (b) 2%, (c) 6%, (d) 14%, (e) 22%, and (f) 30%

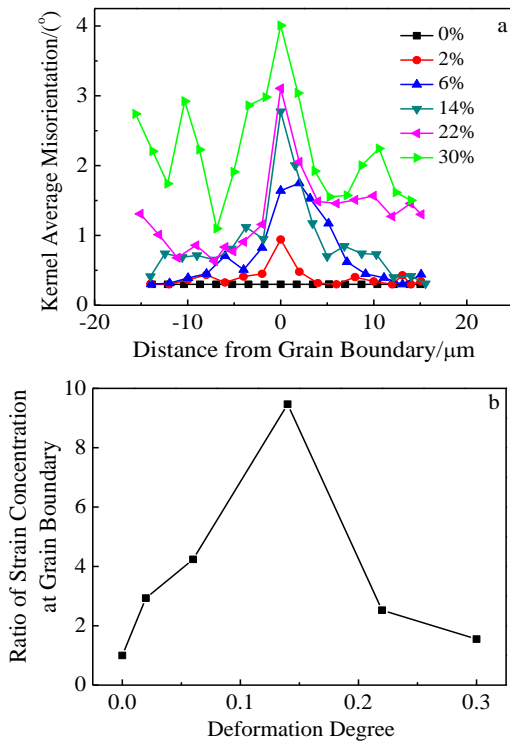


图 5 应变在晶界处的分布及晶界应变集中程度因子

Fig.5 Distribution in the vicinity of grain boundary (a) and the degree of strain concentration at grain boundary (b)

### 2.3 不同变形量材料的力学性能

屈服强度 ( $R_{p0.2}$ , MPa)、抗拉强度 ( $R_m$ , MPa) 及断后伸长率 ( $A$ , %) 与变形量的关系如图 6 所示。随变形量的增加, C-276 合金的屈服强度、抗拉强度升高, 断后伸长率降低, 材料产生了明显的加工硬化。当变形量小于 6% 时, 随变形量增大屈服强度快速升高, 断后伸长率缓慢减小; 变形量大于 6% 时, 随变形量增大屈服强度升高速率降低, 断后伸长率减小速率降低, 表明 C-276 合金加工硬化速率随变形量增大而减小, 如图 6 所示。变形量在 0%~30% 范围内, 抗拉强度随变形量增加稳步升高。变形量由 0% 增至 30% 时, 屈服强度和抗拉强度分别达到 1035 和 1115 MPa, 屈服强度较未变形时提高了 1.67 倍, 抗拉强度提高了 0.32 倍, 说明拉伸变形对屈服强度的提高较抗拉强度更显著。

## 3 讨论

### 3.1 变形量与显微组织的关系

多晶材料受力发生塑性变形时，在晶界处首先产生应力集中，应力超过点阵摩擦力后，就策动晶界发射位错，从而形成单个晶粒的屈服<sup>[16]</sup>。由此可见，变形过程中晶界作为位错源头产生位错，随变形量继续增大，位错数量增加且产生范围扩大，晶粒内部大量的堆积位错引起晶粒局部取向差逐渐增大，并进一步

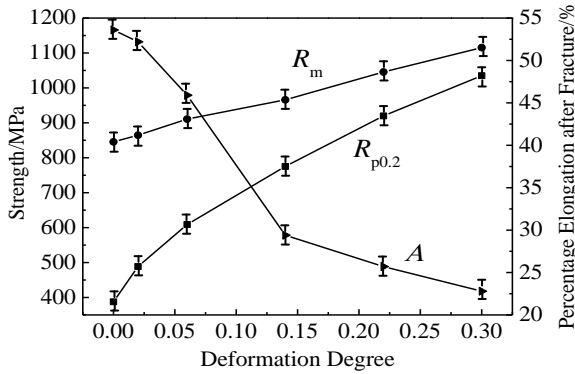


图 6 屈服强度( $R_{p0.2}$ )、抗拉强度( $R_m$ )及断后伸长率( $A$ )与变形量的关系 (误差棒为实验标准误差)

Fig.6 Dependences of yield strength ( $R_{p0.2}$ ), ultimate tensile strength ( $R_m$ ) and percentage elongation after fracture ( $A$ ) on deformation degree (the error bars are standard deviation of data)

发展为小角度晶界<sup>[17]</sup>。因此，小角度晶界的分布可以间接反映位错的分布。

变形量在 0%~30% 范围内，晶界处及晶粒内部的 Kernel 平均取向差与小角度晶界的分布规律相同，即晶粒局部应变集中与小角度晶界的分布规律相同。当变形量小于 6% 时，位错首先在晶界附近塞积，塞积位错引起局部取向差改变，从而产生小角度晶界，伴随位错滑移产生局部应变集中。变形量在 6%~14% 时，孪晶界附近及晶粒内部产生较多位错，引起晶粒内部小角度晶界增多，小角度晶界与孪晶界合并为随机晶界，伴随位错滑移晶粒内部开始产生应变集中。变形量在 14%~30% 范围内，晶粒内部产生大量位错，位错与孪晶界产生强烈交互作用，位错滑移引起晶粒内部的应变集中明显增强。因此，变形量在 0%~14% 范围内，晶粒变形主要集中在晶界附近；变形量在 14%~30% 范围内，晶界处及晶粒内部均参与变形，且变形程度较均匀。因此，随变形量由 0% 增加至 30%，晶界应变集中程度因子先增大后减小，变形量 14% 时晶界应变集中程度因子最大，晶粒由不均匀变形向均匀变形转变的临界应变为 14%。

### 3.2 材料的加工硬化行为

为得到 C-276 合金更详细的加工硬化信息，分别对不同变形量合金的真应力-真应变曲线的稳态流变段进行回归分析。Ludwigson 模型用来描述奥氏体钢等面心立方金属及合金的真应力-真应变曲线<sup>[7,8]</sup>：

$$\sigma = K_1 \varepsilon^{n_1} + \exp(K_2 + n_2 \varepsilon) \quad (1)$$

式中  $K_1$  为强度因子， $n_1$  为加工硬化指数， $\exp(K_2)$  是宏观塑性应变开始时  $\sigma$  与  $k_1 \varepsilon^{n_1}$  的差， $n_2$  为与材料层错能和位错平面滑移有密切关系的常数。采用 Ludwigson 模型对图 7 中的曲线稳态流变段进行回归分析，结果如表 1 所示，相关系数的绝对值均高于 0.998，表明 Ludwigson 模型可以对 C-276 合金不同变形量后的真应力-真应变曲线进行较为准确的描述。Ludwigson 模型中还定义了临界应变  $\varepsilon_L$ ，通过  $K_1$ 、 $n_1$ 、 $K_2$  和  $n_2$  可以计算获得<sup>[7]</sup>。参数  $\varepsilon_L$  可以作为材料的变形机制从单滑移向多滑移过渡的度量。表 1 中未变形材料发生多滑移的临界应变  $\varepsilon_L$  为 0.2549，这与图 1e 中变形量为 22% 时出现多滑移的现象基本一致。

Ludwigson 模型中定义参数  $n_2$  与材料层错能和位错平面滑移有关，其绝对值越小，材料层错能越低，扩展位错越难束集，导致交滑移越不容易进行<sup>[7]</sup>。层错能的高低反映了材料交滑移的难易程度，所以根据  $n_2$  绝对值的变化可以分析材料的变形机制。表 1 中  $n_2$  的绝对值随变形量增加而增大，说明拉伸变形使材料

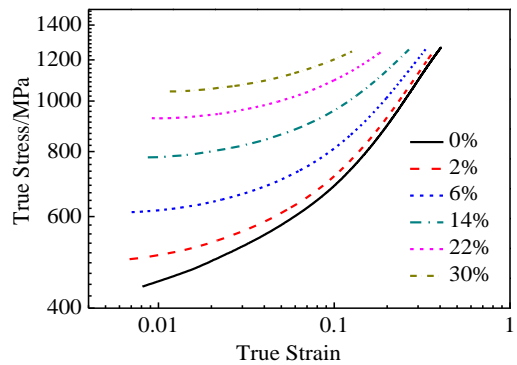


图 7 C-276 合金经不同变形量后的真应力-真应变对数坐标曲线

Fig.7 Lg-lg scaled true stress-strain curves of C-276 alloy with different deformations

表 1 不同变形量的 C-276 合金的 Ludwigson 模型回归分析结果

Table 1 Ludwigson regression results of C-276 alloy with different deformations

Deformation/%	$K_1$	$n_1$	$K_2$	$n_2$	$\varepsilon_L$
0	1908.8	0.4606	5.6399	-22.1223	0.2549

2	1933.0	0.4465	5.8203	-24.7085	0.2356
6	1932.2	0.3927	5.9453	-25.1652	0.2363
14	1832.9	0.2889	5.9741	-29.9849	0.1992
22	1840.4	0.2304	5.9359	-31.8158	0.1886
30	1828.6	0.1841	5.8440	-35.5568	0.1644

的层错能提高, 材料发生交滑移越容易。故临界应变  $\varepsilon_L$  随变形量增大而减小。从表 1 明显看出, 随着变形量增加, 加工硬化指数  $n_1$  减小。这是因为当变形量小于 22% 时, 变形过程中晶界处堆积大量位错, 其变形机制为单滑移, 导致加工硬化速率高; 变形量在 22%~30% 范围内, 其变形机制为多滑移和交滑移, 晶粒内部少量孪晶界被破坏使其对位错的阻碍作用降低, 同时孪晶界与小角度晶界合并为随机晶界消耗了一定的位错, 产生一种软化效应, 故材料的加工硬化速率减小, 表现为加工硬化指数  $n_1$  降低。因此, 随变形量的增加, 材料的加工硬化程度增强, 加工硬化速率减小, 在后续的变形中单滑移更容易转变为多滑移。

## 4 结 论

1) 变形量在 0%~30% 范围内, 晶界处及晶粒内部应变集中与小角度晶界的分布规律相同。当变形量小于 6% 时, 晶界附近开始产生小角度晶界, 并伴随位错滑移产生局部应变集中。变形量在 6%~14% 范围内, 晶粒内部小角度晶界逐渐增多, 小角度晶界与孪晶界合并为随机晶界, 晶粒内部开始产生应变集中。变形量在 14%~30% 范围内, 晶粒内部小角度晶界显著增多, 应变集中明显增强。

2) 随变形量由 0% 增加至 30%, 晶界应变集中程度因子先增大后减小, 变形量 14% 时晶界应变集中程度因子最大。

3) 变形量在 0%~14% 范围内, 晶粒变形主要集中在晶界附近; 变形量在 14%~30% 范围内, 晶界处及晶粒内部均参与塑性变形, 且变形程度较均匀。表明晶粒由不均匀变形向均匀变形转变的临界应变为 14%。

4) 采用 Ludwigson 模型可以对 C-276 合金不同变形量的真应力-真应变曲线进行较为准确的描述。随变形量的增加, 材料的层错能提高, 加工硬化指数  $n_1$  降低, 发生单滑移向多滑移转变的临界应变  $\varepsilon_L$  逐渐减小。

## 参考文献 References

[1] Mao Xueping(毛雪平), Guo Qi(郭琦), Hu Suyang(胡苏阳)

- et al. Proceedings of the CSEE* (中国电机工程学报)[J], 2012, 32(11): 100
- [2] Davis J R. *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys*[M]. Ohio: ASM International, 2000: 45
- [3] Akhter J I, Shaikh M A, Ahmad M *et al. Journal of Materials Science Letters*[J], 2001, 20(4): 333
- [4] Ma Guangyi(马广义), Wu Dongjiang(吴东江), Wang Zhanhong(王占宏) *et al. Chinese Journal of Lasers* (中国激光) [J], 2011, 38(6): 161
- [5] Lu Yanling, Liu Jinxi, Li Xiaoke *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2012, 22: s84
- [6] Radavich J F. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*[J], 1988, 40(7): 35
- [7] Ludwigson D C. *Metallurgical Transactions*[J], 1971, 2(10): 2825
- [8] Wang Songtao(王松涛), Yang Ke(杨柯), Shan Yiyin(单以银) *et al. Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2007, 43(7): 713
- [9] Suzuki H(铃木秀次). *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 1981, 17(4): 374
- [10] Wheeler J, Jiang Z, Prior D J *et al. Tectonophysics*[J], 2003, 376(1): 19
- [11] Hou J, Wang J Q, Ke W *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 518(1): 19
- [12] Hou J, Peng Q J, Lu Z P *et al. Corrosion Science*[J], 2011, 53(3): 1137
- [13] Chen Shaokai(陈绍楷), Li Qingyu(李晴宇), Miao Zhuang(苗壮) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(3): 500
- [14] Wright S I, Nowell M M, Field D P. *Microscopy and Microanalysis*[J], 2011, 17(3): 316
- [15] Cui Wenfang(崔文芳), Jin Lei(金磊), Ma Yan(马艳) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2013, 42(10): 2034
- [16] Zhou Bangxin(周邦新). *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 1983, 19(1): 31
- [17] Hou J, Wang J Q, Ke W *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 518(1): 19

## Hastelloy C-276 Alloy

Feng Ce, Li Defu, Guo Shengli, Zhang Xiaoyu, Liu Xiangai, Wang Jiang

(General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China)

**Abstract:** The microstructural evolution and mechanical properties of Hastelloy C-276 alloy sheet with different deformations were investigated using the optical microscope (OM), electron back-scattered diffraction (EBSD), and tensile test. The results show that dislocation pile-ups and local strain concentration preferentially appear at grain boundaries under the deformation less than 14%. When the deformation is in the range of 14%~30%, a great quantity of dislocation is produced which locate at twin boundaries and within grains, and the dislocation slip leads to high strain concentration within grains. When deformation degree increases from 0% to 30%, the strain concentration degree of grain boundaries increases at first and then decreases, and reaches the maximum at 14%. The Ludwigson model can describe the true stress-true strain curves by the regression fitting. With the deformation degree increasing, the degree of work-hardening improves while the work-hardening rate decreases, and the critical strain of single slip transforming to multiple slip decreases.

**Key words:** Hastelloy C-276 alloy; low angle boundary; strain concentration; Ludwigson model

---

Corresponding author: Feng Ce, Master, Processing Division of Nonferrous Metals, General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, P. R. China, E-mail: fengce1989@126.com