

# “ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构对高温合金强度及塑性的影响

丁雨田<sup>1,2</sup>, 张霞<sup>1,2</sup>, 高钰璧<sup>1,2</sup>, 陈建军<sup>1,2</sup>, 张宝兵<sup>1,2</sup>, 马元俊<sup>1,2</sup>

(1. 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

(2. 兰州理工大学 材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050)

**摘要:** 本研究通过调控低合金化、低层错能的 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构, 分析了孪晶界对晶粒细化和强度提高的贡献以及复合结构对合金强塑性的影响。结果表明, 合金在 1090 °C 保温 1 h 的固溶处理后, 锻态组织中粗大块状  $\gamma'$  相基本溶解, 且此时组织中的孪晶含量高达 51.65%。固溶态合金延伸率 (43.9%) 相比于锻态 (26.8%) 提升了 63.81%, 屈服强度为 693 MPa, 其中孪晶强化  $S_{tb}=66.98$  MPa, 其贡献度基本和细晶强化的程度 ( $S_{gb}=77.4$  MPa) 持平。将固溶态合金经 700 °C/8 h/AC 处理后的时效态合金孪晶含量为 34.41%, 同时组织引入大量沉淀强化相  $\gamma'$  相, 构成“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构, 此时时效态合金硬度 (HV)、抗拉强度、屈服强度与延伸率 (3969.0 MPa, 1042 MPa, 864 MPa, 44.76%) 相较于固溶态 (3179.1 MPa, 879 MPa, 693 MPa, 43.9%) 均得到进一步提高, 其中  $S_{tb}=107.94$  MPa。低合金化、低层错能的高温合金中的“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构实现了一定的强塑性匹配。

**关键词:** 新型 Ni-Cr-Co 基变形高温合金; “ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构; 微观组织; 孪晶强化; 力学性能

中图分类号: TG146.1<sup>5</sup>

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)10-3732-11

镍基变形高温合金具有优异的高温强度, 耐腐蚀性以及良好的抗氧化性等综合性能, 是制备航空航天领域中涡轮盘的关键材料<sup>[1-3]</sup>。但随着航空航天业的发展, 其对热端部件的承温能力要求不断升高<sup>[1]</sup>。为突破涡轮盘等热端部件现有的承温能力, 传统镍基高温合金通过合金化、增加  $\gamma'$  相形成元素含量以提高其体积分数等方式达到强化合金的目的, 这使得实际应用中出现材料成本高, 变形抗力大, 热加工窗口小和易析出 TCP 相等问题<sup>[4,5]</sup>, 即合金“强化易, 变形难”的瓶颈。如涡轮盘材料 GH4175 中 Al+Ti+Nb 含量超过 10.5%,  $\gamma'$  相体积分数高达 58%, 合金在热加工时极易产生裂纹<sup>[6]</sup>。因此, 进一步采用合金化来提高镍基高温合金的性能面临着较大的挑战<sup>[7,8]</sup>。

研究表明, 材料素化是一种通过界面设计和微结构调控制备出高强高韧金属材料, 替代合金化实现提高材料的综合性能的方式, 这为突破“强化易、变形难”的瓶颈问题提供了新的理论与思路<sup>[7]</sup>, 即诱导“素化”fcc 合金在热处理过程中生成孪晶界, 优化合金强塑性<sup>[9,10]</sup>。同时沉淀强化型镍基变形高温合金的力学性能很大程度上依赖于  $\gamma'$  相的强化, 因此“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构的协同强化有望突破单一强化的局限性, 从而改善合金在热

处理过程中的强塑性“倒置关系”<sup>[11,12]</sup>。Xu 等<sup>[13]</sup>通过改变 Co 元素含量设计了不同层错能值的 Ni-Co 基高温合金, 分别在低、高温下进行低应变速率拉伸实验, 发现低层错能的合金在 650 和 725 °C 较高温度的拉伸过程中, 由于产生的“微孪晶+ $\gamma'$ 相”复合强化组织使其强塑性均提高。其中提高孪晶界比例可优化低层错能 fcc 合金综合力学性能<sup>[10,14,15]</sup>。因此, 本课题组基于“材料素化”原理<sup>[7]</sup>设计了一种 Ni-Cr-Co 基变形高温合金, 遵循保留适量  $\gamma'$  相, 少合金化并减少稀贵元素的添加以降低成本, 加入适量降低合金基体层错能的元素, 同时避免产生 TCP 相以及可优化合金综合性能的原则。利用 JMatPro 热力学软件设计合金成分如表 1 所示, 其  $\gamma'$  相体积分数为 22.7%, 基体层错能为 93.1 mJ/m<sup>2</sup>, 并且合金具有较大的热加工窗口 (299.69 °C)<sup>[16]</sup>。设计低合金化、低层错能的涡轮盘用镍基变形高温合金, 且调控出“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构, 使其力学性能达到甚至超过传统高温合金, 从而替代合金化的作用, 为解决镍基变形高温合金“强化易、变形难”的瓶颈问题提供思路。

为优化合金组织及性能, 调控“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构, 将原始锻态合金经不同热处理后, 研究合金组织及性能的演变规律, 并确定最佳调控方式。Zhong 等<sup>[17]</sup>将

收稿日期: 2021-10-03

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFA0700703)

作者简介: 丁雨田, 男, 1962 年生, 博士, 教授, 兰州理工大学省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050, E-mail: dingyt@lut.edu.cn

表 1 新型 Ni-Cr-Co 基变形高温合金元素化学成分

Table 1 Chemical composition of new Ni-Cr-Co based wrought superalloy ( $\omega/\%$ )

Cr	Co	Al	Ti	W	C	Ni
17.72	19.30	1.23	3.12	5.94	0.01	Bal.

TMW-4M3 的固溶温度从 1100 °C 提高到 1120 °C，观察一次  $\gamma'$  相体积分数及平均晶粒尺寸的演变，得出较高的固溶温度会使 TMW-4M3 具有优良的整体性能；Lu 等<sup>[18]</sup>通过脉冲电沉积技术制备的纳米孪晶 Cu，实验发现，样品的塑性和加工硬化能力与孪晶片层厚度呈负相关，且 15 nm 时出现极值强度。Yuan 等<sup>[19,20]</sup>提出一种新型镍基高温合金，通过形变热处理的方式使组织产生大量孪晶，研究发现孪晶组织没有降低合金的低周疲劳性能和热加工性能，并提高了抗变形能力和屈服强度。方旭东等<sup>[21]</sup>研究了固溶温度对 GH625 合金热挤压管材及力学性能的影响，表明热处理过程中的晶粒尺寸与强化相的演变是影响 GH625 合金室温性能的主要因素。孪晶界具有晶界能低、扩散率低和沿晶析出几率小的特点，因而具有良好的塑性<sup>[22]</sup>。因此，为了调控“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构并优化合金力学性能，对合金进行不同制度的热处理研究。重点研究合金组织中的沉淀强化相  $\gamma'$  相的溶解与析出规律，孪晶在晶界大量迁移过程中的形成及强化；并分析“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构的变化规律对合金性能的影响。

## 1 实验

实验用材料为本课题组设计的 Ni-Cr-Co 基变形高温合金，状态为锻态，其化学成分如表 1 所示。

利用 DK7732 线切割机在合金锻件的无缺陷处取

所需试样，通过打磨、清洗去除表面油污。对试样进行在不同温度（970、1030、1090、1150、1210 °C）下的固溶处理，保温 1 h，水冷。对锻态以及固溶处理后的块状试样采用机械研磨与抛光处理制得标准金相试样，为观察合金显微组织，采用腐蚀剂为 4 g 无水  $\text{CuSO}_4$ +15 mL 稀 HCl+30 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  的混合溶液腐蚀合金金相面，腐蚀时间 110 s；为观察  $\gamma'$  相形貌，用腐蚀剂为 10 mL  $\text{HClO}_4$ +90 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  的混合溶液腐蚀合金金相面，腐蚀时间 25 s。通过光学金相显微镜（OM）、场发射扫描电镜（SEM）、电子背散射衍射分析（EBSD）进行组织表征，EBSD 数据输出到 Channel5 软件进行处理分析计算平均晶粒尺寸、晶粒取向成像组织（OIM）和取向角。力学性能采用维氏硬度测试材料的硬度，拉伸试样经研磨后采用万能试验机进行室温拉伸实验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的组织与性能

图 1 为 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的原始态 EBSD 数据输出到 Channel5 软件进行处理后的组织。图 1a 为晶粒取向分布图，平均晶粒尺寸 383.88  $\mu\text{m}$ （孪晶不视为晶粒度），组织为晶粒分布不均匀的等轴晶。图 1b 是合金再结晶程度分布状态（蓝色为再结晶晶粒，红色为原始变形组织，黄色为亚结构），只有晶界处分布着细小的动态再结晶晶粒，整体组织仍为锻态变形组织。图 1c 是合金晶界特征分布，其中灰色线条表示小角度晶界（ $2^\circ < \theta < 15^\circ$ ），红色线条表示孪晶界（ $\theta=60^\circ$ ），主要分布于再结晶晶粒处。图 2 是锻态合金中沉淀相  $\gamma'$  相的分布状态，多为粗大块体分布。最后，确定了锻态合金硬度（HV）为 3978.8 MPa，屈服强度为 720 MPa，抗拉强度为 1074 MPa，延伸率为 26.8%。

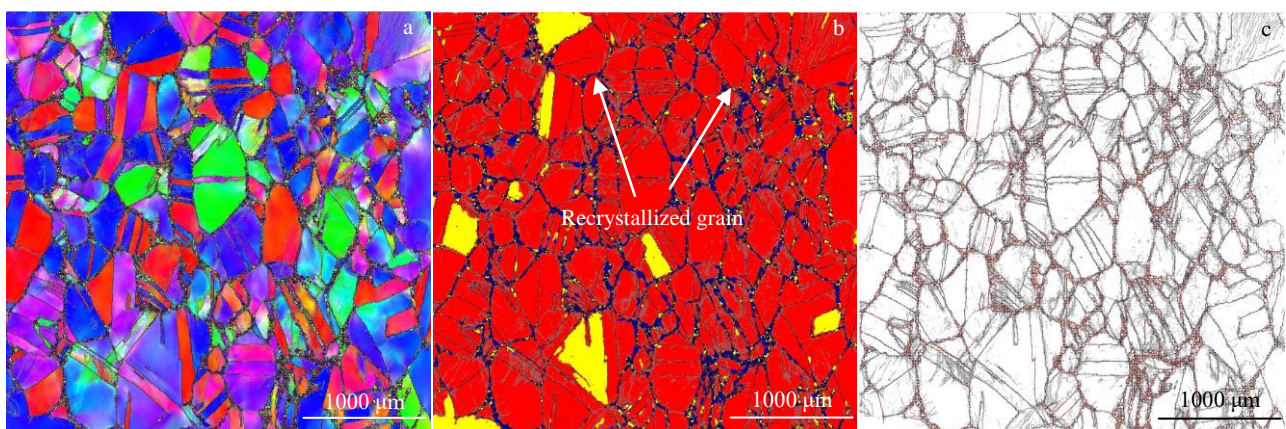


图 1 锻态 Ni-Cr-Co 基变形高温合金 EBSD 分析

Fig.1 EBSD analysis of forged Ni-Cr-Co based superalloy: (a) grain orientation diagram, (b) recrystallization diagram, and (c) grain boundary characteristic distribution

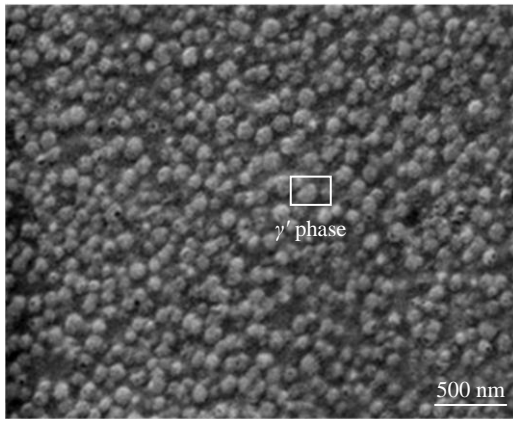


图 2 锻态 Ni-Cr-Co 基变形高温合金  $\gamma'$  相分布

Fig.2  $\gamma'$  phase distribution of forged Ni-Cr-Co based superalloy

## 2.2 固溶处理对 Ni-Cr-Co 基变形高温合金微观组织及力学性能的影响

图 3 是合金经不同温度 (970、1030、1090、1150、1210  $^{\circ}\text{C}$ ) 保温 1 h 水冷处理之后的金相组织以及平均晶粒尺寸变化。从图 3f 可以看出, 合金的晶粒尺寸随着固溶温度的升高而发生演变。经 970  $^{\circ}\text{C}$  固溶处理后, 新生的细小再结晶晶粒优先在畸变的原始晶粒的晶界位置形核长大, 并在 1090  $^{\circ}\text{C}$  以下随着温度的升高发生轻微长大, 如图 3a~3b 所示。固溶温度为 1090  $^{\circ}\text{C}$  时, 组织为基本完成再结晶的等轴晶组织, 包括已完成再结晶的细小晶粒与相对粗大的未再结晶晶粒组成, 相比于原始组织

出现明显的晶粒细化, 平均晶粒尺寸相比于锻态 (383.88  $\mu\text{m}$ ) 细化至 94  $\mu\text{m}$ , 如图 3c、3f 所示。固溶温度高于 1090  $^{\circ}\text{C}$  时, 已完成再结晶的晶粒在热激活的作用下发生长大<sup>[22]</sup>, 如图 3d~3e 所示。一方面, 锻态合金内部储存的变形量以及加热过程中的热激活作用提供了合金在固溶过程中发生静态再结晶的驱动力<sup>[23,24]</sup>; 另一方面, 如图 4c 所示, 锻态原始组织中的粗大块状  $\gamma'$  相在 1090  $^{\circ}\text{C}$  时基本溶解, 对晶界的抑制作用减弱, 组织发生广泛的静态再结晶行为。

原始组织中粗大块状  $\gamma'$  相基本溶解后, 组织中出现大量孪晶, 如图 3c~3e 中箭头所示。这主要是由于晶界迁移时, 晶界角处 (111) 面的原子堆垛顺序发生偶然错拍, 形成层错, 出现孪晶界<sup>[25]</sup>。且所设计合金是低合金化、低层错能 (JmatPro 软件测得: 93.1  $\text{mJ}/\text{m}^2$ ) 的 fcc 合金, 在前期锻压变形后, 组织中产生的位错不容易交滑移和攀移, 更易出现大量层错留在基体中, 并在热处理过程中, 随着静态再结晶过程中的晶界迁移不断长大并转变为退火孪晶的晶核, 继而随着保温时间的延长衍生出大量退火孪晶<sup>[26]</sup>。这与 Lu 等人<sup>[27]</sup>的研究理论一致, 低层错能的镍基高温合金退火后易在变形组织中诱导产生退火孪晶。而孪晶界可以有效地阻碍位错运动, 并可以吸纳位错, 同步提高材料的强度和塑性<sup>[9]</sup>。

图 4 是  $\gamma'$  相在不同固溶温度下的固溶情况。可以看出, 锻态粗大块状分布的  $\gamma'$  相经 970、1030  $^{\circ}\text{C}$  固溶处理之后, 转变为球体分布, 如图 4a, 4b 中方框所示。这主

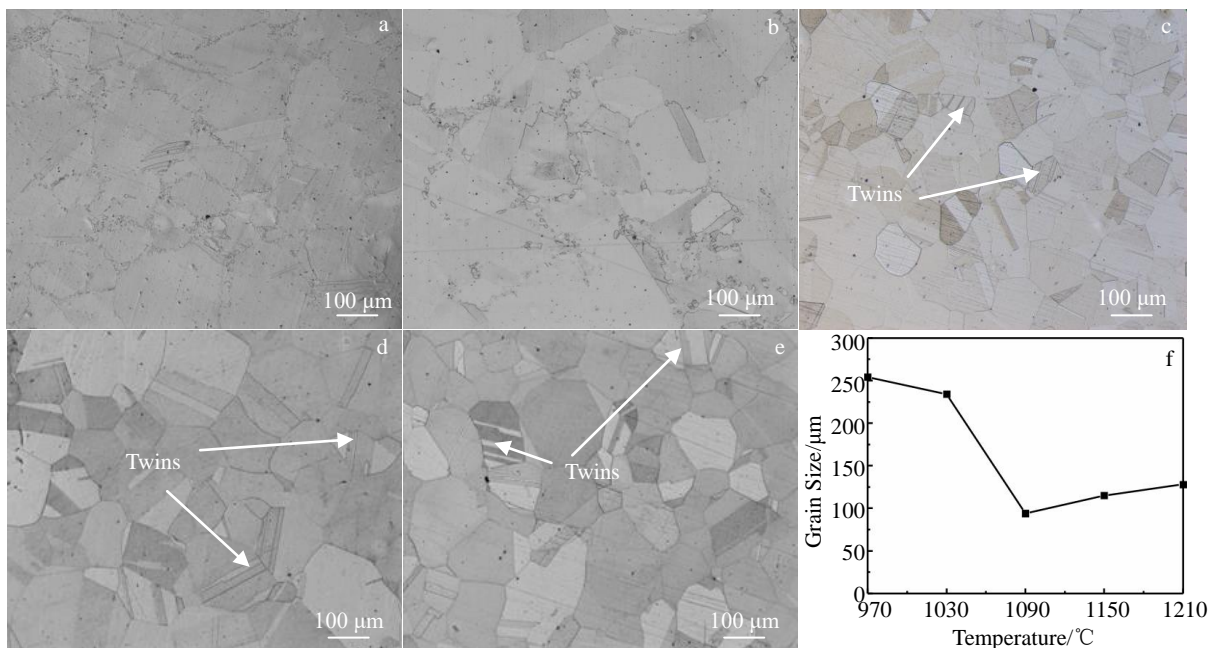


图 3 不同温度固溶处理下 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的微观组织和平均晶粒尺寸

Fig.3 Microstructures of Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment at 970  $^{\circ}\text{C}$  (a), 1030  $^{\circ}\text{C}$  (b), 1090  $^{\circ}\text{C}$  (c), 1150  $^{\circ}\text{C}$  (d), and 1210  $^{\circ}\text{C}$  (e) for 1 h; (f) average grain size



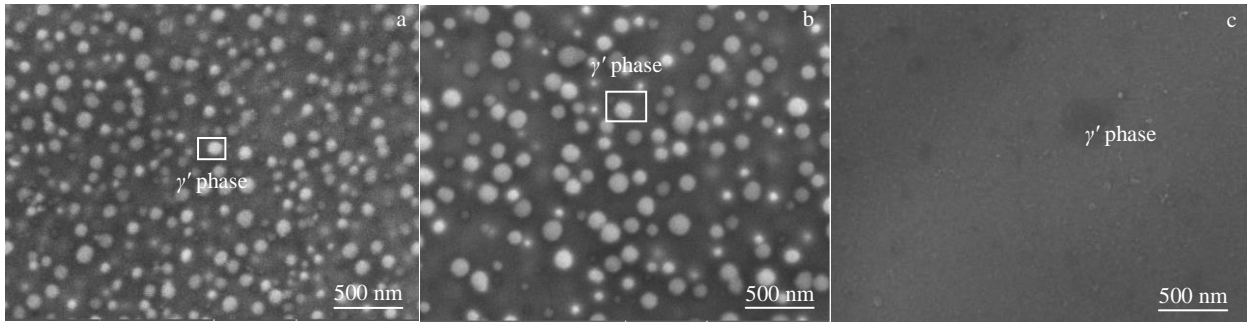


图 4 不同温度固溶处理下 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的  $\gamma'$ 相

Fig.4  $\gamma'$  phase of Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment at different temperatures: (a) 970 °C, (b) 1030 °C, and (c) 1090 °C

要是由于  $\gamma'$ 相为  $L1_2$ 型面心立方结构, Al、Ti 原子在热激活作用下发生扩散所致。这也有利于在后续的时效过程中析出球状分布的  $\gamma'$ 相, 增强沉淀强化效果。如图 4a, 4b 所示, 970~1030 °C 温度范围内是  $\gamma'$ 相存在的阶段, 随着温度的升高, 元素的扩散速度加快, 在基体中的溶解度升高, 其含量随着温度的升高而减少, 合金中的析出相也遵循 Ostwald 机制, 即部分  $\gamma'$ 相回溶并伴有部分  $\gamma'$ 相长大<sup>[28]</sup>。在过固溶温度 1090 °C 固溶处理下, 粗大的  $\gamma'$ 相基本溶解, 如图 4c 所示。

图 5 是经不同温度的固溶处理后合金的硬度与晶粒尺寸随固溶温度变化的规律。研究发现, 随着固溶温度升高, 在 970~1030 °C, 合金硬度呈降低趋势, 这是因为变形高温合金的强化方式主要是沉淀强化, 而  $\gamma'$ 相随温度上升逐渐溶解, 并且加工硬化程度在热处理过程中有所降低导致的硬度下降。合金硬度 (HV) 在固溶温度为 1090 °C 发生转折, 较 1030 °C, 硬度 (HV) 由 2978.9 MPa 增至 3179.1 MPa。然后随着固溶温度的升高, 合金硬度缓慢减小, 到 1210 °C 时, 降至 3011.5 MPa。这是因为合金在 1090 °C 固溶处理时, 组织发生广泛静态再结晶, 晶粒明

显细化, 由于细晶强化导致的合金硬度增加, 如图 5 所示。随固溶温度继续增加, 晶粒发生轻微长大, 合金硬度也随之出现下降<sup>[29]</sup>, 这符合 Hall-Petch 关系<sup>[30]</sup>。固溶温度为 1090 °C 时合金平均晶粒尺寸 94  $\mu\text{m}$ , 硬度值 3179.1 MPa。

图 6 是合金的室温拉伸性能随固溶温度变化的规律。研究发现, 固溶温度在 970~1030 °C 范围内, 合金的屈服强度与抗拉强度变化规律与硬度类似, 随固溶温度升高呈降低趋势, 而延伸率呈上升趋势。这也是由于合金中  $\gamma'$ 相随温度上升逐渐溶解 (见图 4), 从而提高材料的塑性变形能力, 而强度降低。固溶温度为 1090 °C 时, 在沉淀强化相含量明显降低的情况下, 合金的屈服强度、抗拉强度与延伸率 (693 MPa、879 MPa、43.9%) 仍较 1030 °C 处理的 (675 MPa、864 MPa、41.8%) 都有所提高, 延伸率比锻态合金 (26.8%) 提高了 63.81%, 屈服强度仅下降了 3.75%。除了细晶强化, 在晶界迁移过程中诱导生成了大量孪晶, 在低层错能面心立方金属材料中, 通过提高孪晶界的比例, 能够提高材料的综合力学性能<sup>[10]</sup>。因此合金综合力学性能的改善主要是细晶强化与孪晶的共同作用所致。

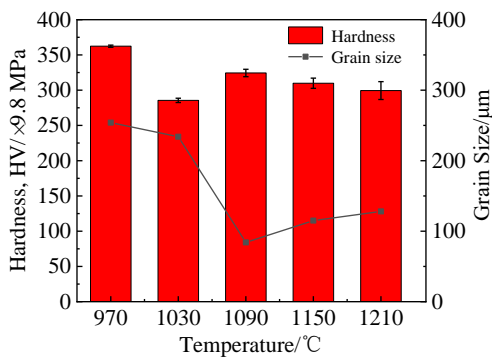


图 5 不同固溶温度处理下新型 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的晶粒尺寸与硬度

Fig.5 Grain size and hardness of new Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment at different temperatures

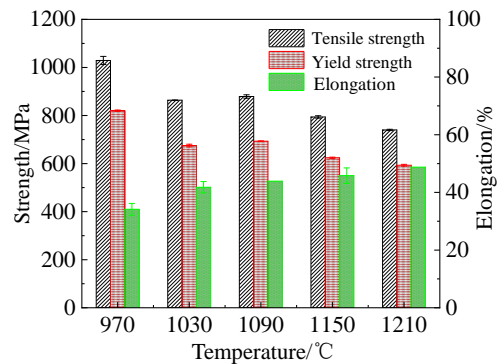


图 6 不同固溶温度下 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的室温拉伸性能

Fig.6 Room temperature tensile properties of Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment at different temperatures

图 7 是不同温度固溶处理后试样的室温拉伸断口形貌。图 7a 是合金的锻态原始断口，断口上有大量明显的解理台阶，为典型的脆性断口<sup>[31]</sup>。随固溶温度升高，970~1090 °C 内，断口组织中出现韧窝，且韧窝数量随固溶温度升高而增加，如图 7b, 7c。合金经 1090 °C 固溶处理的高倍断口为蜂窝状纤维韧窝状，如图 7d，为一典型的韧性断口<sup>[31]</sup>。表明固溶处理显著提高了合金的塑性，使合金由脆性断裂转变为韧性断裂。综合该低合金化 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的组织调控与力学性能，在保温 1 h 的不同温度固溶处理制度下，选取 1090 °C 为合金的固溶处理温度。

研究了原始锻态新型 Ni-Cr-Co 基变形高温合金在 1090 °C 下经 5 个不同的保温时间 (0.5、1、2、4、6 h) 的固溶处理，经水淬冷却至室温后研究合金的孪晶含量变化规律及其对力学性能的影响，以确定该合金最适宜的保温时间。图 8a~8e 是合金经不同保温时间 (0.5、1、2、4、6 h) 处理之后的晶粒取向图。可以看到，合金微观组织均为等轴晶。由 EBSD 分析得到的平均晶粒尺寸 (孪晶不视为晶粒度) 随保温时间的演变如图 8f 所示。

图 9 是合金在 1090 °C 固溶处理不同时间 (0.5、1、2、4、6 h) 处理之后的晶界特征分布图以及孪晶含量统计，其中黑色线条代表大角度晶界 ( $\theta > 15^\circ$ )，灰色线条代表小角度晶界 ( $2^\circ < \theta < 15^\circ$ )，红色线条代表孪晶

界 ( $\theta = 60^\circ$ )。可以看到，固溶态合金组织中均分布着大量的孪晶，如图 9 所示。其中由 EBSD 分析导出的组织中孪晶含量随着保温时间的变化如图 9f 所示，且保温 1 h 达到孪晶含量峰值，为 51.65%。

由 EBSD 分析所得的合金在不同状态下的平均晶粒尺寸分布如图 10 所示。在图 10 中， $d$  表示在计算晶粒尺寸时孪晶也被视为晶粒的平均晶粒尺寸，而  $d_0$  表示在计算晶粒尺寸时孪晶不被视为晶粒的平均晶粒尺寸。结果表明，孪晶具有明显的细化晶粒的作用。对比图 9f 与图 10 可以看出，合金的平均晶粒尺寸演变规律与组织中诱导产生的孪晶含量呈负相关。而合金组织中孪晶的含量变化的原因则是复杂的，合金在热处理过程中，随着保温时间的延长，由于静态再结晶过程中的晶界迁移，组织发生了  $\Sigma 3$  晶界及其衍生晶界的转变，导致了不同热处理保温时间下孪晶含量的不同，影响了组织中的平均晶粒尺寸。如王卫国等人<sup>[32]</sup>提出，退火过程中晶界发生一般大角度晶界的再结晶行为，此过程中非共格  $\Sigma 3$  晶界与共格  $\Sigma 3$  晶界会发生反应并衍生出现  $\Sigma 9$  与  $\Sigma 27$  晶界。以及 Randle 等人<sup>[33]</sup>提出的“ $\Sigma 3$  再激发模型”，指出在再结晶过程中 2 个共格  $\Sigma 3$  晶界相遇可转变为高可动晶界，并在迁移过程中形成其衍生晶界并组成三叉晶界。而  $\Sigma 3$  衍生晶界的生成会消耗  $\Sigma 3$  晶界，这也就导致了不同保温时间下的孪晶含量的变化。

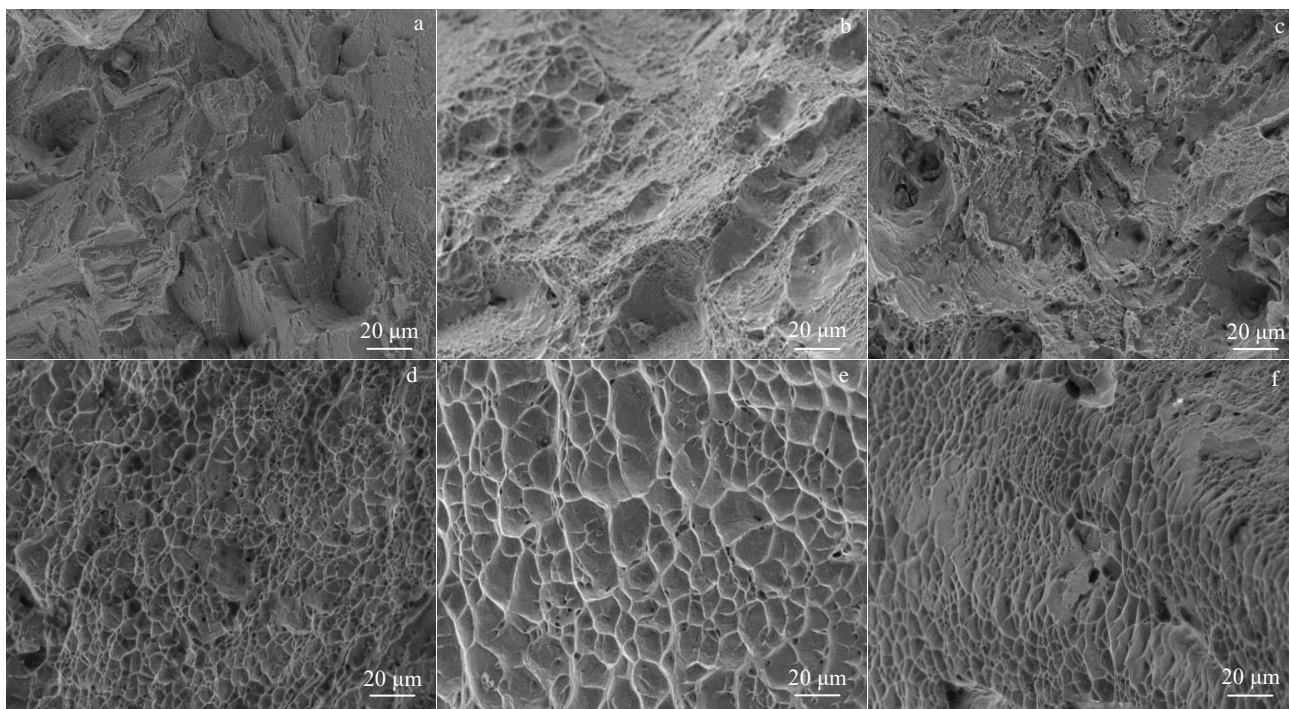


图 7 不同固溶温度处理后 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的断口形貌

Fig.7 Fracture morphologies of Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment at different temperatures: (a) forged state, (b) 970 °C, (c) 1030 °C, (d) 1090 °C, (e) 1150 °C, and (f) 1210 °C



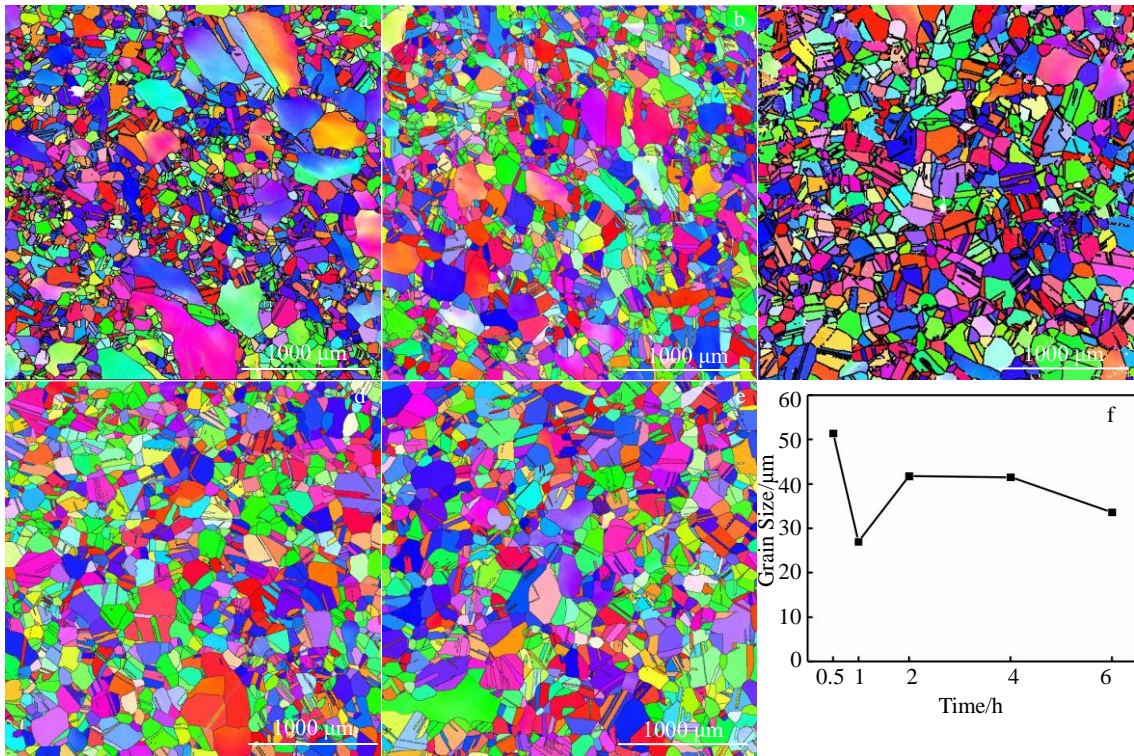


图 8 在 1090 °C 固溶处理不同时间下 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的晶粒取向图与平均晶粒尺寸分布

Fig.8 Grain orientation diagrams of Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment at 1090 °C for different holding time: (a) 0.5 h, (b) 1 h, (c) 2 h, (d) 4 h, and (e) 6 h; (f) average grain size

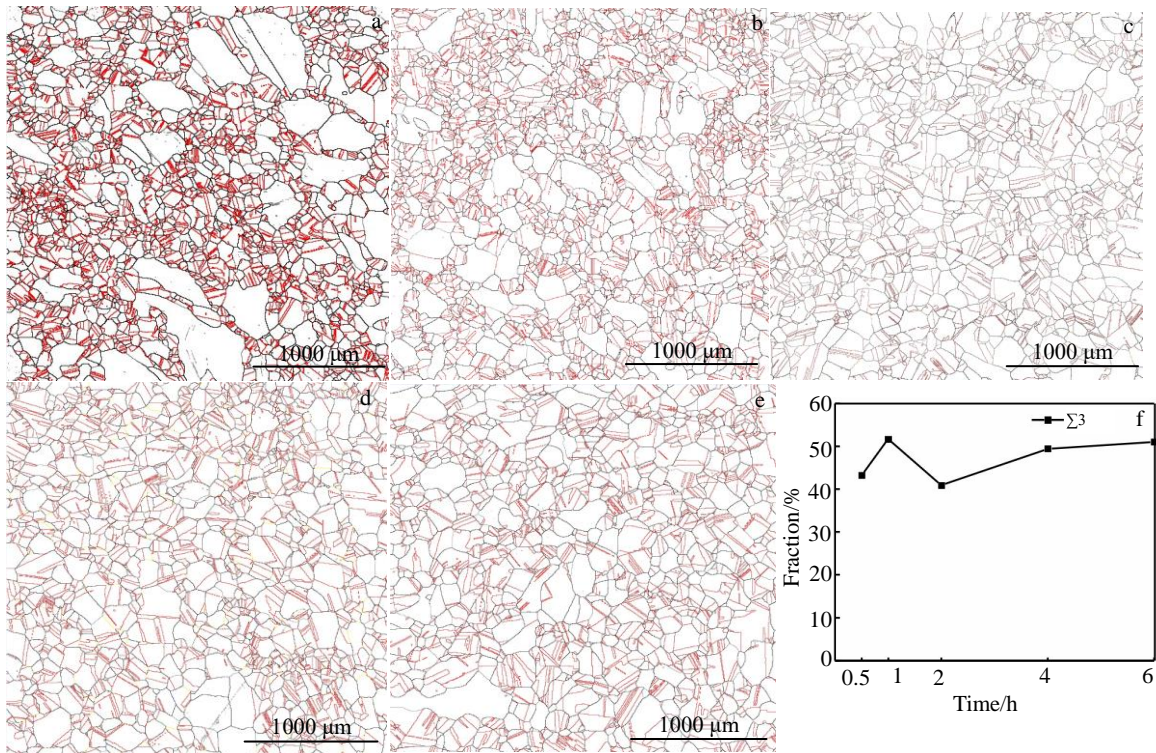


图 9 在 1090 °C 固溶处理不同时间下 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的晶界特征分布及孪晶含量分布

Fig.9 Grain boundary characteristic distribution of Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment at 1090 °C for different holding time: (a) 0.5 h, (b) 1 h, (c) 2 h, (d) 4 h, and (e) 6 h; (f) distribution of twin content



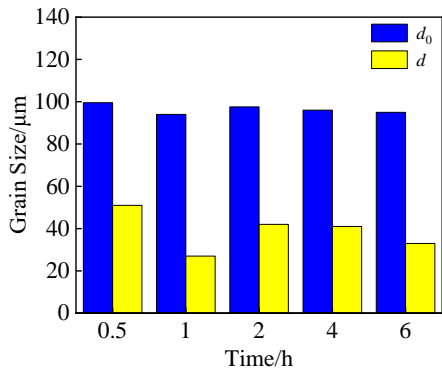


图 10 Ni-Cr-Co 基变形高温合金在不同状态下的平均晶粒尺寸  
Fig.10 Average grain sizes of Ni-Cr-Co based wrought superalloy under different conditions

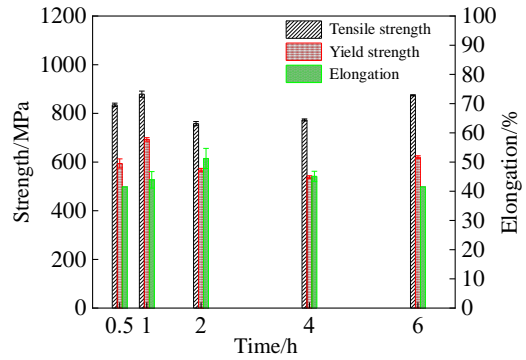


图 12 不同保温时间固溶处理下 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的力学性能分析  
Fig.12 Mechanical property analysis of Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment for different holding time

图 11 是合金的硬度与平均晶粒尺寸 ( $d_0$ ) 随保温时间的演变规律。图 12 是合金的室温力学性能随保温时间后的演变规律。研究发现, 保温 1 h 为合金力学性能峰值 (硬度 (HV) 值 3179.1 MPa、屈服强度 693 MPa、抗拉强度 879 MPa、延伸率 43.9%)。综合分析图 8~图 12, 合金在 1090 °C 保温不同时间的固溶处理后, 力学性能主要是决定于组织平均晶粒尺寸, 其硬度、强度与晶粒尺寸符合 Hall-Petch 关系<sup>[30]</sup>。而平均晶粒尺寸与孪晶含量呈负相关, 不同保温时间处理下的平均晶粒尺寸随孪晶含量的增加而减小, 从而合金的综合力学性能也越好。得出结论: 低合金化、低层错能 Ni-Cr-Co 基变形高温合金经保温 1 h 后具有峰值孪晶含量, 且合金综合力学性能最优。

### 2.3 时效处理对 Ni-Cr-Co 基变形高温合金微观组织及力学性能的影响

固溶态合金经 700 °C/8 h/AC 时效处理后的微观组织及  $\gamma'$  相分布如图 13 所示。图 13a 为 700 °C/8 h/AC 时

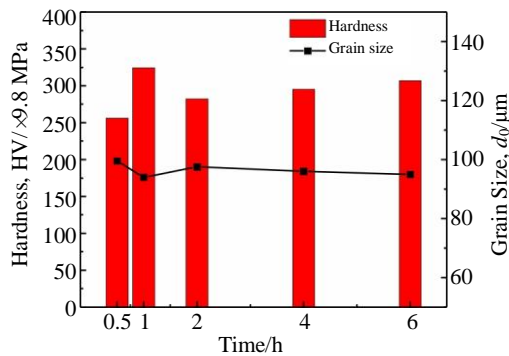


图 11 不同保温时间处理下新型 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的晶粒尺寸与硬度  
Fig.11 Grain size and hardness of new Ni-Cr-Co based wrought superalloy after solution treatment for different holding time

效处理后晶粒显微组织, 对比图 3c 可以看出, 1090 °C/1 h/WC 固溶态合金经时效处理后仍为等轴晶, 且组织更为均匀, 而平均晶粒尺寸 ( $d_0$ ) 基本无变化, 时效态为 89.78  $\mu\text{m}$  (固溶态为 94  $\mu\text{m}$ )。图 13b 为时效态合金组织中的  $\gamma'$  相分布状态, 与固溶态相比, 组织中重新析出了大量细小的球体沉淀强化相  $\gamma'$  相。由于固溶态合金已基本完成再结晶, 故时效过程中, 在界面自由能的驱动下, 晶界发生迁移引起不同晶粒之间的合并与消失<sup>[23]</sup>。与此同时, 随着时效过程的进行, 合金中的沉淀相  $\gamma'$  相在晶界处与晶内大量析出, 高温合金中的析出相会对晶界迁移形成明显的钉扎作用<sup>[34]</sup>。固溶态合金组织中已完成再结晶的细小晶粒与未完成再结晶的少量相对粗大的晶粒在界面迁移与沉淀相钉扎的双重作用下, 导致了如图 13a 所示的较固溶态合金组织均匀的晶粒分布。

对时效态合金进行维氏硬度测试以及室温力学拉伸实验, 得到时效态合金力学性能 (硬度 HV 值 3969.0 MPa、屈服强度 864 MPa、抗拉强度 1042 MPa、延伸率 44.76%), 较固溶态合金 (硬度值 3179.1 MPa、屈服强度 693 MPa、抗拉强度 879 MPa、延伸率 43.9%) 相比, 实现了合金强塑性的同步提高。其中硬度较固溶态提高了 24.85%, 屈服强度提高了 24.68%, 同时塑性也较固溶态提高了 1.96%。图 14 所示为 700 °C/8 h/AC 时效处理后合金的断口及应力-应变曲线, 可以看出, 时效态合金的断口组织类似于图 7d 的固溶态断口组织, 为蜂窝状纤维韧窝组织, 是一典型的韧性断口<sup>[22]</sup>。固溶态合金经时效处理之后, 合金组织为“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构, 合金在保持了塑性的同时, 仍提高了其硬度与强度。

### 2.4 孪晶对组织细化及性能优化分析

图 15 是固溶态合金与时效态合金的 EBSD 分析对

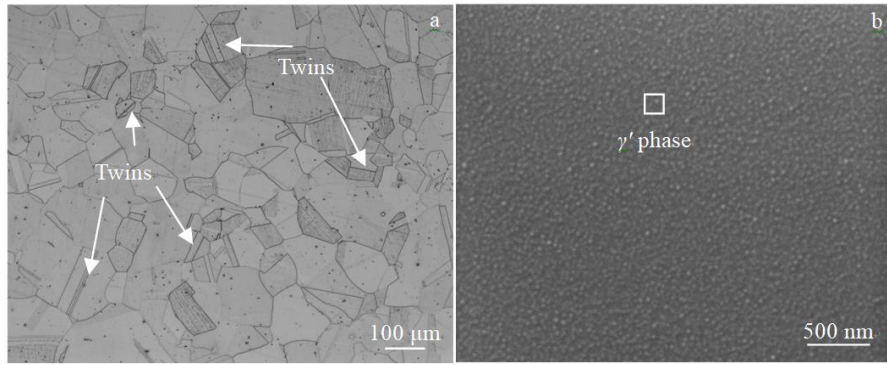


图 13 时效态 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的微观组织

Fig.13 Microstructures of aged Ni-Cr-Co based deformed superalloy: (a) equiaxed grain and (b)  $\gamma'$  phase

比。由图 15a、15d 可以看出组织均为等轴晶，且由于时效温度远低于高温合金的再结晶温度，因此合金在时效过程中基本不发生静态再结晶，如图 15b、15e 所示，合金再结晶程度分别为 73.37% 与 70.18%。合金组织中诱导大量孪晶生成，如图 15c、15f 红色线条所示，可有效细化晶粒尺寸，并优化合金综合性能<sup>[18,35]</sup>。合金原始态、固溶态及时效态的晶界取向角分布直方图如图 16 所示。从图 16a 可以看出，锻态原始试样的取向角分布呈单峰分布，晶界分布主要以小角度晶界为主，而孪晶界占比仅为 3.74%。而经过热处理后，观察图 16b，16c 发现，固溶态样品与时效态样品的取向角分布均呈双峰分布，峰值 1 个在 2° 左右，另 1 个峰值在 60° 左右。其中固溶态合金组织孪晶含量分别为 51.65%，时效态合金为 34.41%。这主要是由于热处理过程中，晶界迁移时，晶界角处 (111) 面的原子堆垛顺序发生偶然错拍，形成层错，出现孪晶界，且降低层错能与弱化析出相的钉扎作用都能促进孪晶含量的增加。且分析导出的不同状态的  $d$  与  $d_0$  对比如图 17 所示，其中固溶态合金将孪晶视为晶粒度后，平均晶粒尺寸由  $d_0=94 \mu\text{m}$  细化至  $d=27 \mu\text{m}$ ，时效态合金由  $d_0=89.78 \mu\text{m}$  细化至

$d=16.07 \mu\text{m}$ ，即低合金化、低层错能低的变形高温合金经热处理后，组织中孪晶界的比例提高，能够有效提高材料的综合性能<sup>[36,37]</sup>。研究表明<sup>[38,39]</sup>，对于沉淀强化的高温合金，屈服强度可类似地用各种强化机制的简单相加来表示。其中晶界强化 ( $S_{gb}$ ) 的效果可以用 Hall-Petch 公式计算，如式 (1) 所示：

$$S_{gb} = k_y d_0^{-\frac{1}{2}} \quad (1)$$

其中， $k_y$  ( $750 \text{ MPa} \mu\text{m}^{1/2}$ ，取于纯 Ni 以及一系列高温合金<sup>[2]</sup>) 为 Hall-Petch 系数，经过计算可得固溶态合金中 ( $d_0=94 \mu\text{m}$ ) 晶界强化  $S_{gb}=77.4 \text{ MPa}$ ，时效态合金中 ( $d_0=89.78 \mu\text{m}$ ) 晶界强化  $S_{gb}=79.15 \text{ MPa}$ 。类似地，由孪晶界贡献的孪晶强化可用式 (2) 评估：

$$S_{tb} = k_y (d^{-\frac{1}{2}} - d_0^{-\frac{1}{2}}) \quad (2)$$

经过式 (2) 计算可得固溶态合金中 ( $d=27 \mu\text{m}$ ) 孪晶界强化  $S_{tb}=66.98 \text{ MPa}$ ，时效态合金中 ( $d=16.07 \mu\text{m}$ ) 孪晶界强化  $S_{tb}=107.94 \text{ MPa}$ 。结果表明，锻态合金经热处理后，组织中诱导生成的孪晶界可有效强化合金。

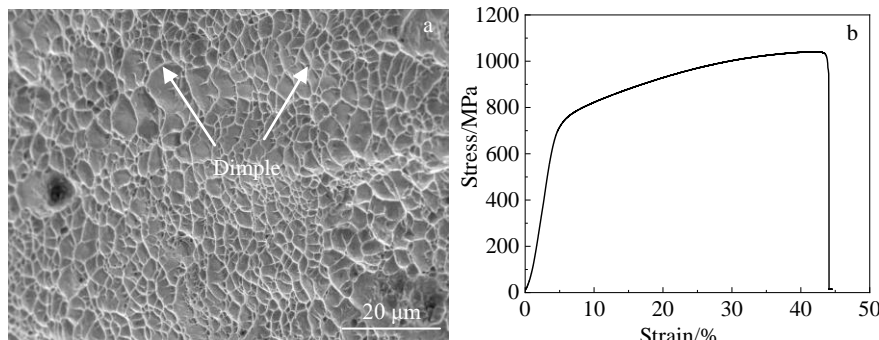


图 14 时效态 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的断口及应力-应变曲线

Fig.14 Fracture morphology (a) and stress-strain curve (b) of aged Ni-Cr-Co based deformed superalloy



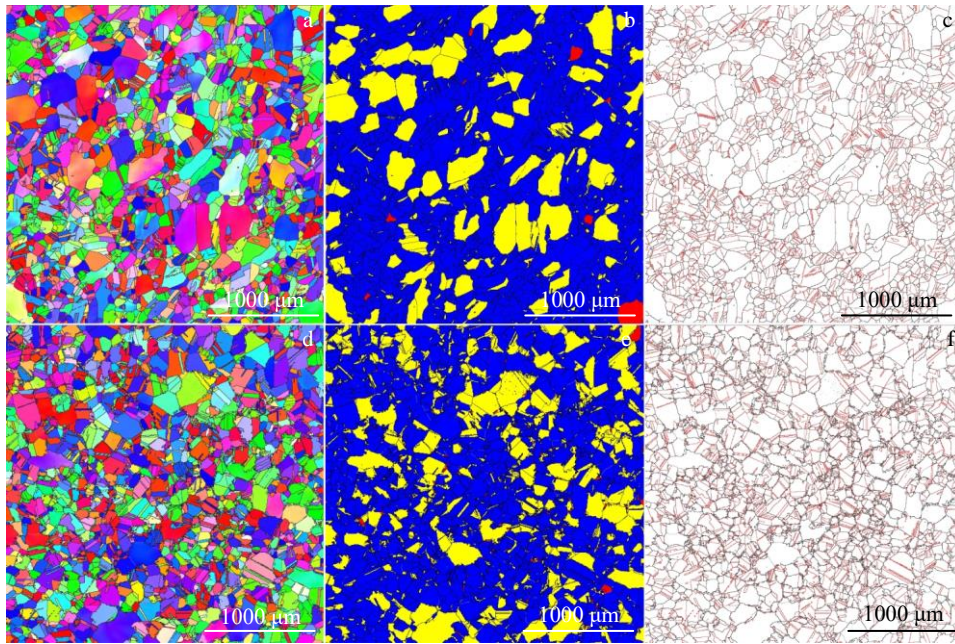


图 15 固溶态与时效态 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的 EBSD 分析

Fig.15 EBSD analysis of solid-solution (a~c) and aged (d~f) Ni-Cr-Co based deformed superalloys: (a, d) grain orientation diagrams, (b, e) recrystallization diagrams, and (c, f) grain boundary characteristic distribution

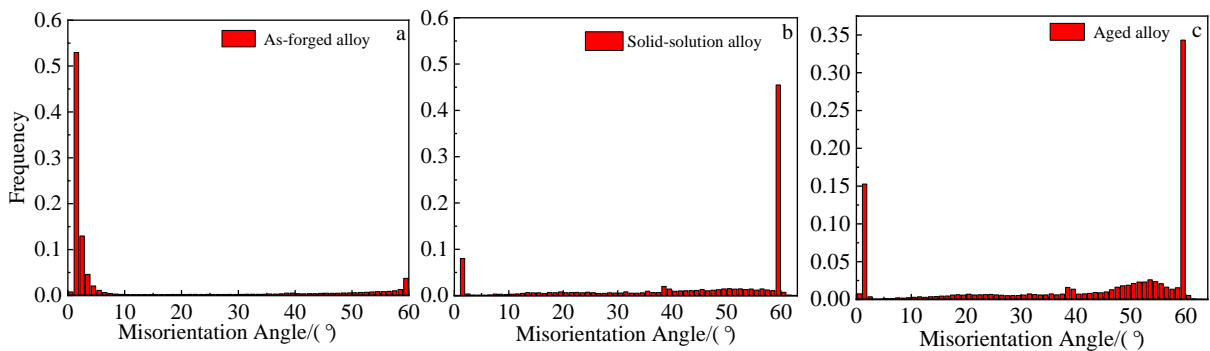


图 16 不同状态 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的取向角对比

Fig.16 Comparison of orientation angles of Ni-Cr-Co based deformed superalloys in different states: (a) as-forged alloy, (b) solid-solution alloy, and (c) aged alloy

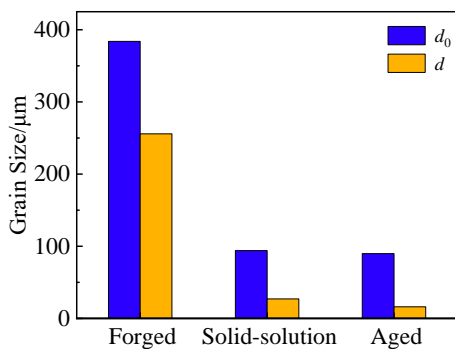


图 17 不同状态 Ni-Cr-Co 基变形高温合金的平均晶粒尺寸

Fig.17 Average grain sizes of Ni-Cr-Co based deformed superalloys in different states

### 3 结 论

1) 固溶态合金中孪晶强度贡献达到 66.98 MPa，保持合金强度的同时，合金延伸率由原始锻态（26.8%）增加到固溶态（43.9%），提升了 63.81%，断口由脆性断口转变为韧性断口，有效提升了合金塑性。

2) 固溶态合金经时效后，组织中引入沉淀强化相  $\gamma'$  相，且热处理状态下孪晶具有较好的稳定性，时效态合金组织中仍保持了孪晶结构。时效态合金中调控出“ $\gamma'$ 相+孪晶”复合结构，孪晶强度贡献达到 107.94 MPa，其硬度较固溶态提高了 24.85%，屈服强度提高了 24.68%，同时塑性也较固溶态提高了 1.96%。

## 参考文献 References

- [1] Gasson P C. *The Aeronautical Journal*[J], 2008, 112(1131): 291
- [2] Chen Guoliang(陈国良). *Superalloys*(高温合金学)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1988: 195
- [3] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys*(高温合金材料学)[M]. Beijing: Science Press, 2010: 4
- [4] Yang Guoliang(杨国良), Li Xiaoqiao(李晓桥). *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2011, 40(14): 170
- [5] Xia W S, Zhao X B, Yue L *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2020, 44(9): 76
- [6] Zhang W Y, Huang S, Tian Q *et al.* *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*[J], 2018, 452(2): 22 123
- [7] Yang Le(杨乐), Li Xiuyan(李秀艳), Lu Ke(卢柯). *Acta Metallurgical Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(11): 1413
- [8] Reck B K, Graedel T E *et al.* *Science*[J], 2012, 337(6095): 690
- [9] Cheng Z, Zhou H F, Lu Q H *et al.* *Science*[J], 2018, 362(6414): 559
- [10] Ma Cong(马聪), Liu Feng(刘峰), Lian Jingbao(连景宝) *et al.* *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2015, 40(10): 49
- [11] Meyer M A, Mishra A, Benson J *et al.* *Progress in Materials Science*[J], 2006, 51(4): 427
- [12] Huang H W, Wang Z B, Lu J *et al.* *Acta Materialia*[J], 2015, 87: 150
- [13] Xu H, Zhang Z J, Zhang P *et al.* *Scientific Reports*[J], 2017, 7(1): 8046
- [14] Fang Xiaoying(方晓英), Wang Weiguo(王卫国), Zhou Bangxin(周邦新). *Rare Metal Materials Science and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(8): 1500
- [15] Zhao Man(赵漫), Chai Linjiang(柴林江), Yuan Shanshan(袁珊珊) *et al.* *Journal of Chongqing University of Technology, Natural Science*(重庆理工大学学报, 自然科学版)[J], 2018, 32(1): 135
- [16] Yan Kang(闫康). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2019
- [17] Zhong Z H, Gu Y F, Yuan Y *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions*[J], 2012, 43(3): 1017
- [18] Lu L, Chen X, Huang X *et al.* *Science*[J], 2009, 323(5941): 607
- [19] Yuan Y, Gu Y F, Cui C Y *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2011, 13(4): 296
- [20] Yuan Y, Gu Y F, Osada T *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(11): 884
- [21] Fang Xudong(方旭东), Han Depei(韩德培), Li Yang(李阳) *et al.* *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2013, 42(8): 204
- [22] Valerie R. *Scripta Materialia*[J], 2005, 54(6): 1011
- [23] Mao Weiming(毛卫民). *Recrystallization and Grain Growth of Metals*(金属的再结晶与晶粒长大)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994: 61
- [24] Yang Gang(杨钢), Wang Chang(王昌), Zhang Lingyi(张凌义) *et al.* *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2010, 31(12): 51
- [25] Xia S, Li H, Zhou B X *et al.* *Chinese Journal of Nature*[J], 2010, 32(2): 94
- [26] Yang Gang(杨钢), Sun Lijun(孙利军), Zhang Lina(张丽娜) *et al.* *Journal of Iron and Steel Research*(钢铁研究学报)[J], 2009, 21(2): 39
- [27] Lu K, Lu L, Suresh S *et al.* *Science*[J], 2009, 324(5925): 349
- [28] Xiong Yi(熊毅), Zhang Lingfeng(张凌峰), Chen Zhengge(陈正阁) *et al.* *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2010, 31(2): 35
- [29] Feng Han(丰涵), Song Zhigang(宋志刚), Zhen Wenjie(郑文杰) *et al.* *Journal of Iron and Steel Research*(钢铁研究学报)[J], 2009, 21(3): 46
- [30] Yang Dezhuang(杨德庄). *Dislocation and Strengthening Mechanism of Metal*(位错与金属强化机制)[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1991: 25
- [31] Cui Yuexian(崔约贤), Wang Changli(王长利). *Analysis of Metal Fracture Surface*(金属断口分析)[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1998: 53
- [32] Liu Zhiqiang(刘智强), Wang Weiguo(王卫国). *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*(电子显微学报)[J], 2018, 37(3): 232
- [33] Randle V, Davies H, Cross I. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*[J], 2001, 5(1): 3
- [34] Ding Yutian(丁雨田), Gao Yubi(高钰璧), Dou Zhengyi(豆正义) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(6): 695
- [35] Randle V. *Acta Materialia*[J], 1999, 47(15): 4187
- [36] An X H, Han W Z, Huang C X *et al.* *Applied Physics Letters*[J], 2008(20): 85
- [37] Berrenberg F, Haase C, Barrales-Mora L A *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 618: 56
- [38] Murashkin M Y, Sabirov I, Medvedev A E *et al.* *Materials & Design*[J], 2016, 90: 433
- [39] Lu K. *Nature Reviews Materials*[J], 2016, 1(5): 1



## Effect of “ $\gamma'$ phase and Twin” Composite Structure on Strength and Plasticity of Superalloy

Ding Yutian<sup>1,2</sup>, Zhang Xia<sup>1,2</sup>, Gao Yubi<sup>1,2</sup>, Chen Jianjun<sup>1,2</sup>, Zhang Baobing<sup>1,2</sup>, Ma Yuanjun<sup>1,2</sup>

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology,

Lanzhou 730050, China)

(2. School of Material Science and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

**Abstract:** In this study, different treatments were used to adjust the “ $\gamma'$  phase+twin” structure of a new Ni-Cr-Co based wrought superalloy, with low alloying and low stacking fault energy. The contribution of twin boundary to grain refinement, strength improvement and the effect of the “ $\gamma'$  phase+twin” structure on the mechanical properties of the alloy were analyzed. The results show that after solution treatment at 1090 °C for 1 h, the  $\gamma'$  precipitates in the microstructure of the forged alloy are basically dissolved, and the content of twins in the structure is as high as 51.65%. The elongation (43.9%) of the solid solution alloy is 63.81% higher than that of the forged alloy (26.8%), and the yield strength is 693 MPa. Twin strengthening  $S_{tb}$ =66.98 MPa, and its contribution is basically the same as that of fine grain strengthening ( $S_{gb}$ =77.4 MPa). The content of twins of the aged alloy treated by 700 °C/8 h/AC is 34.41%. At the same time, a large amount of  $\gamma'$  phase, which is precipitation strengthening phase, is introduced into the structure to form the “ $\gamma'$  phase+twin” composite structure. The hardness (HV), tensile strength, yield strength and elongation of the aged alloy (3969.0 MPa, 1042 MPa, 864 MPa, 44.76%) are further improved compared with those in the solid solution state (3179.1 MPa, 879 MPa, 693 MPa, 43.9%), and  $S_{tb}$ =107.94 MPa. The “ $\gamma'$  phase+twin” composite structure in superalloys with low alloying and low stacking fault energy achieves a certain strength-plastic matching.

**Key words:** new Ni-Cr-Co based wrought superalloy; “ $\gamma'$  phase+twin” structure; microstructure; twin strengthening; mechanical property

---

Corresponding author: Ding Yutian, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, E-mail: dingyt@lut.edu.cn