

# 一种新型镍基变形高温合金“孪晶+ $\gamma'$ 相”组织调控及高温力学性能研究

丁雨田<sup>1,2</sup>, 王涛<sup>1,2</sup>, 王兴茂<sup>1,2,3</sup>, 高钰璧<sup>1,2</sup>, 毕中南<sup>3</sup>, 杜金辉<sup>3</sup>, 甘斌<sup>3</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)

(3. 钢铁研究总院 高温合金新材料北京市重点实验室, 北京 100081)

**摘要:** 本研究采用形变热处理的方法在新型镍基变形高温合金中构筑了“孪晶+ $\gamma'$ 相”复合结构, 并结合 EBSD 和 SEM 表征技术探讨了孪晶与  $\gamma'$  相的演变规律。同时, 研究了合金在 760 °C 下的高温力学性能。结果表明, “孪晶+ $\gamma'$ 相”复合结构可以有效改善合金的高温力学性能, 且随着退火孪晶长度分数的增加, 孪晶片层厚度增加, 材料的高温强度呈降低的趋势; 当轧制态合金 ( $\epsilon=68\%$ ) 在 1120 °C 退火 15 min 并进行双级时效处理 (650 °C/24 h/AC 和 760 °C/16 h/AC) 后, “孪晶+ $\gamma'$ 相”复合结构中退火孪晶的长度分数为 25.38%,  $\gamma'$  相的平均尺寸为 32.21 nm, 此时, 合金的屈服强度从固溶态的 775 MPa 提高到了 1184 MPa, 断后伸长率从 3.18% 提高到了 18.96%。通过构筑“孪晶+ $\gamma'$ 相”复合结构可以有效提高高温合金的高温力学性能, 这为高温力学性能的提升提供了一种新策略。

**关键词:** 新型镍基变形高温合金; “孪晶+ $\gamma'$ 相”复合结构; 退火孪晶; 高温力学性能

中图分类号: TG132.3<sup>3</sup>

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)07-2549-10

镍基变形高温合金由于具有优异的高温力学性能、良好的抗氧化性和抗热腐蚀性能以及良好的组织稳定性, 被广泛应用于航空发动机涡轮盘和其他的热端部件<sup>[1-3]</sup>。然而, 随着航空航天工业的快速发展, 对相关的镍基高温合金提出了更高的要求。而传统的强化方式如固溶强化<sup>[4]</sup>、沉淀强化<sup>[5-6]</sup>和晶粒细化<sup>[7]</sup>在提高合金强度的同时会损失塑性, 进而使得合金面临强度-塑性失配的问题。随着材料素化理念的提出<sup>[8]</sup>, 发现通过调控界面和微结构可以有效改善镍基变形高温合金强度并获得良好塑性。

近年来发现, 孪晶强化作为一种新型强化方式能够达到显著提升材料的屈服强度而不严重牺牲其塑性的目的。这主要归因于塑性变形过程中孪晶界与位错之间特殊的交互作用。一方面, 孪晶界作为一种二维界面障碍能够起到与普通大角度晶界相同的作用, 阻碍位错运动, 从而提高屈服强度<sup>[9-10]</sup>; 另一方面, 由于孪晶界面两侧的原子呈镜面对称分布, 能够提供位错的形核点以及容纳位错在平行于孪晶界的方向上发生运动, 从而保证材料具有良好的加工硬化能力和塑性<sup>[11-13]</sup>。一般来说, 孪晶界的形成与层错能密切相关, 即材料的层错能越

低, 孪晶界的形成能力越强, 从而有利于在材料中构筑高密度的孪晶结构。目前, 在多种低层错能面心立方结构的合金中构筑孪晶结构均能够达到显著提高其屈服强度的同时仍然保持较高塑性的目的。Zhang 等人<sup>[14]</sup>在 Cu 中引入高密度的孪晶界显著提高了材料的强度和延展性。Yuan 等人<sup>[15-16]</sup>通过形变热处理的方式在一种新型镍基高温合金中引入大量的孪晶组织, 发现孪晶组织提高了合金的强度。Yan 等人<sup>[17]</sup>在 316L 不锈钢中引入高密度的孪晶界面, 同时提高了金属材料的强度和塑性。Wang 等<sup>[18]</sup>和 Gao 等<sup>[19]</sup>通过冷轧和热处理的方式在 Inconel 625 合金中引入高密度的孪晶结构, 发现合金中预先存在的退火孪晶结构, 不仅可以细化晶粒, 而且可以在提高合金强度的同时保持较好的塑性。

基于上述界面调控的设计理念, 本工作以低层错能同时具有适量  $\gamma'$  相体积分数的新型镍基变形高温合金为研究对象, 通过不同的形变热处理工艺在合金中调控“孪晶+ $\gamma'$ 相”结构, 并采用 SEM 和 EBSD 技术研究孪晶和  $\gamma'$  相的演变规律。本课题组 Wang 等<sup>[20]</sup>已在前期研究了室温下的力学性能, 在高温下的力学性能还有待研究。鉴于此, 研究“孪晶+ $\gamma'$ 相”结构与合金 760 °C 的高

收稿日期: 2022-06-30

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.com

温力学性能的相关性和作用机理,为实现高性能镍基变形高温合金高温强塑性匹配提供一种新的策略。

### 1 实验

该新型镍基高温合金采用真空感应熔炼+电渣重熔双联工艺铸造成锭,铸锭经均匀化处理后锻造成  $\Phi 150$  mm 的棒材,其化学成分(质量分数,%)为:50.98 Ni-16.5 Cr-20.0 Co-5.0 W-2.5 Al-2.5 Ti-2.5 Nb-0.02 C。从棒材上切取 100 mm×35 mm×20 mm 的板材试样,板材经 1080 °C 保温 4 h 的固溶处理后油冷至室温。在室温条件下通过双辊冷轧机进行变形量为 68% 的轧制处理(CR)。随后在 1120 °C 退火保温不同时间进行退火处理,并将退火态试样进行 650 °C/24 h/AC 和 760 °C/16 h/AC 的双级时效处理,以获得“孪晶+ $\gamma'$ 相”复合结构。表 1 显示了详细的热处理制度。

通过线切割在不同状态的试样上切取块状试样和相应的拉伸试样,将块状试样进行研磨和抛光后,在 80 mL CH<sub>3</sub>OH+20 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 的电解液中电解抛光 10 s(电压为 20 V),然后进行电子背散射衍射(EBSD)表征,并结合 Channel 5 软件分析计算平均晶粒尺寸、孪晶含量、取向角和应力分布。在 10vol% HClO<sub>4</sub>+90vol% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 的溶液用 10 V 的电压电解抛光 25 s 后,通过 TESCAN MIRA3 场发射扫描电子显微镜(SEM)表征  $\gamma'$  相,并用 Nano Measurer 1.2 软件统计  $\gamma'$  相尺寸。

表 1 对新型镍基变形高温合金获得“孪晶+ $\gamma'$ 相”复合结构的详细热处理制度

Table 1 Detailed heat treatment processes for a novel Ni-based wrought superalloy to obtain “twin+ $\gamma'$ ” composites microstructures

No.	Treatment processes	Parameters
i	Solution treatment	1080 °C/4 h/OC
ii	Cold rolling+annealing at 1120 °C for 15 min+aging	CR-68%-AT-1120 °C/15 min/AC-aging
iii	Cold rolling+annealing at 1120 °C for 30 min+aging	CR-68%-AT-1120 °C/30 min/AC-aging
iv	Cold rolling+annealing at 1120 °C for 45 min+aging	CR-68%-AT-1120 °C/45 min/AC-aging
v	Cold rolling+annealing at 1120 °C for 60 min+aging	CR-68%-AT-1120 °C/60 min/AC-aging

根据 GB/T 228.2-2015《金属材料 拉伸试验 第 2 部分:高温试验方法》确定高温拉伸试样为标距 12.5 mm、宽度 3.2 mm、厚度 2.1 mm 的“骨头式”样品。并在 MTS E45.205 热模拟试验机上进行高温拉伸实验,对所有高温拉伸试样均以 5 °C/s 的升温速率加热至 760 °C 保温 30 min 后进行应变速率为  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  的高温拉伸实验。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 固溶态组织

图 1 为新型镍基变形高温合金进行固溶处理

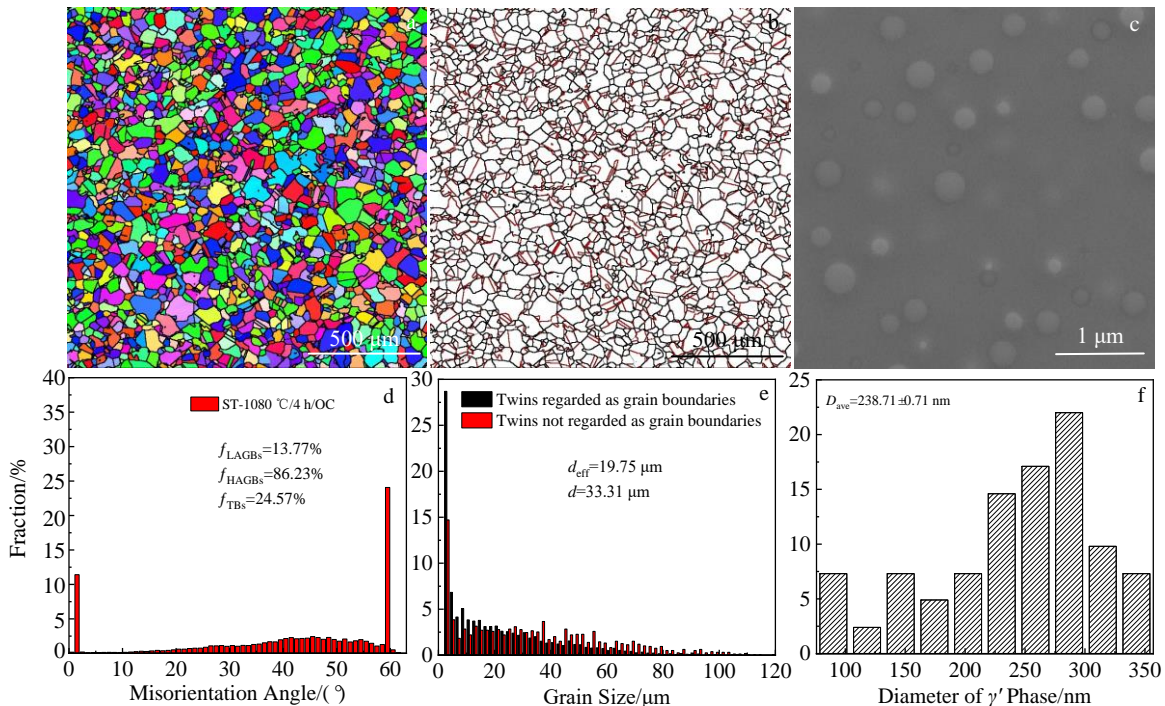


图 1 固溶态新型镍基变形高温合金的 EBSD 分析图、晶界类型分布、 $\gamma'$  相分布、晶界取向差角分布、晶粒尺寸分布和  $\gamma'$  相尺寸分布  
Fig.1 EBSD image (a), grain boundary types distribution (b),  $\gamma'$  phase (c), misorientation angle distribution (d), grain size distribution (e), and  $\gamma'$  phase size distribution (f) of a novel solid solution treated Ni-based wrought superalloy

(1080 °C/4 h/OC) 后的微观组织以及晶界类型分布、 $\gamma'$ 相分布、晶界取向差角分布、晶粒尺寸分布和  $\gamma'$ 相尺寸分布图。图中，灰色线表示小角度晶界 (LAGBs,  $2^\circ < \theta \leq 15^\circ$ )，黑色线表示大角度晶界 (HAGBs,  $\theta > 15^\circ$ )，红色线表示孪晶界 (TBs)。由图 1a 和 1b 可知，固溶态合金中晶粒取向均匀分布，其组织由细小均匀的等轴晶组织和大量的退火孪晶组织组成；同时，退火孪晶主要包括大量贯穿整个晶粒 (B 型)、一端终止于晶内 (C 型) 和晶界交角处 (A 型) 的退火孪晶，以及少量孤立晶粒内的“孤岛”型退火孪晶<sup>[21]</sup>。结合图 1d 可以明显看出，固溶态合金的晶界取向差角分布在  $60^\circ$  附近有一个占比 24.57% 的峰值，这主要是因为该镍基变形高温合金的层错能较低，锻造成锭后在固溶处理过程中新相形核产生大量层错，导致固溶合金的组织中形成退火孪晶<sup>[22]</sup>，而产生的退火孪晶与母体晶粒有着  $60^\circ \pm 5^\circ < 111 \rangle$  的取向差关系，这正好是  $\Sigma 3$  重位点阵关系<sup>[23]</sup>，这就导致了晶界取向差角分布在  $60^\circ$  位置出现峰值。此外，该新型镍基变形高温合金进行固溶处理时发生部分再结晶 (再结晶体积分数为 90.50%)，其晶界主要以 HAGBs 和退火 TBs 为主，分别占整个晶界的 86.23% 和 24.57%。图 1e 的晶粒尺寸分布图中，包含孪晶的晶粒尺寸分布用黑色柱状图表示，不包含孪晶的晶粒尺寸分布用红色柱状图表示；其中包含孪晶的平均晶粒尺寸用  $d_{\text{eff}}$  表示，不包含孪晶的平均晶粒尺寸用  $d$  表示，分析可知，固溶态合金的  $d_{\text{eff}}$  为 19.75  $\mu\text{m}$ ， $d$  为 33.31  $\mu\text{m}$ ，这表明退火 TBs 具有与普通大角度晶界类似的细化晶粒的效应，其细化晶粒的程度与 TBs 含量有关。同时，结合图 1c 和 1f 可知，固溶处理后有少量球状  $\gamma'$ 相分布在  $\gamma$  基体中， $\gamma'$ 相的平均尺寸  $D_{\text{ave}}$  为 238.71 nm。

## 2.2 形变热处理对微观结构演变的影响

固溶态合金进行室温轧制处理 ( $\varepsilon=68\%$ ) 后晶内组织也会发生变化 (如出现点阵畸变、空位数量增加、位错大量增殖)，产生亚结构和形变孪晶等形变组织，促

使位错运动阻力增加<sup>[24]</sup>。图 2a~2d 依次为轧制态镍基变形高温合金在 1120 °C 分别退火 15, 30, 45 和 60 min 并进行双级时效后的晶界类型分布图。在 1120 °C 退火时轧制阶段储存的能量为再结晶晶粒的形核提供了驱动力，同时退火处理也会降低或消除组织中的加工硬化。当退火 15 min 并进行双级时效处理后，合金发生部分再结晶 (再结晶体积分数为 89.59%)，合金组织主要由细小的再结晶晶粒和退火孪晶组成，此时合金的平均晶粒尺寸  $d$  为 4.49  $\mu\text{m}$ 。当退火时间延长到 30, 45 和 60 min 并进行双级时效处理时，合金发生完全再结晶，再结晶体积分数依次为 95.33%, 95.64% 和 96.73%。经统计，平均晶粒尺寸  $d$  分别为 30.03, 38.27 和 24.25  $\mu\text{m}$  (图 3)。可以看出，当退火时间延长至 60 min 并进行双级时效处理后，合金组织的平均晶粒尺寸开始减小，这主要可归因于以下几个方面：(1) 随着退火时间的延长再结晶程度逐渐增大，在合金中出现更多细小的再结晶晶粒；(2) 随着退火时间的延长，孪晶界比例升高导致晶界的能量降低，使晶界迁移距离和迁移速率降低，甚至为零，因而晶界结构比较稳定<sup>[25]</sup>；(3) 合金组织中包含有退火孪晶界的三叉晶界对晶粒的长大具有阻碍作用<sup>[26]</sup>。此外，变形组织进行退火处理和时效处理后合金中出现大量的退火孪晶界。这是因为，热处理时新型镍基变形高温合金的组织发生了静态再结晶，新的晶粒取代了应变不均匀的晶粒，因此合金组织中产生了退火孪晶<sup>[27]</sup>。与固溶态合金相同，退火后时效处理的合金中退火孪晶依然由大量贯穿整个晶粒 (B 型)、一端终止于晶内 (C 型) 和晶界交角处 (A 型) 的退火孪晶，以及少量孤立晶粒内的“孤岛”型退火孪晶<sup>[21]</sup>组成。同时，退火孪晶界一部分以共格形式存在，还有一部分以非共格的形式存在<sup>[28]</sup>。而终止型孪晶的头部是非共格界面，这种非共格界面能量高、不稳定，在退火过程中它会降低自身的能量，向低能、稳定的共格孪晶转变<sup>[29]</sup>。随着退火时间的延长，终止型退火孪晶逐渐转变为贯穿晶粒的完整型退火孪晶，系统

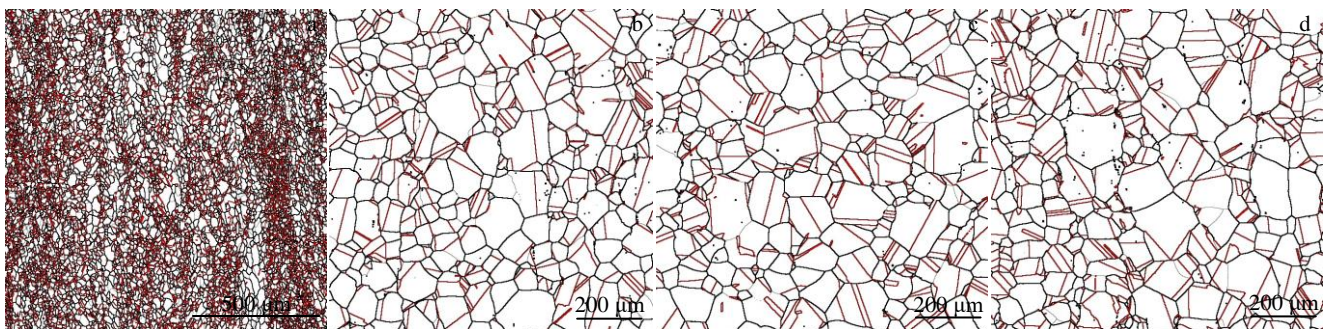


图2 轧制态新型镍基变形高温合金退火时效后的晶界类型分布图

Fig.2 Grain boundary type distribution diagrams of a novel rolled Ni-based superalloy after annealing at 1120 °C for different time and two-stage aging: (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min, and (d) 60 min



能量降低,同时“孤岛”型退火孪晶界的数量也在减少,如图 2a~2d 所示。因此,当退火时间达到 60 min 并进行时效处理后合金中能量最低,降低了晶界迁移距离和迁移速率,因而晶界结构较为稳定,进一步影响了晶粒尺寸的长大。

为了直观描述不同状态下新型镍基变形高温合金的晶界特征分布,通常采用取向差角分布来表征晶界特征分布。图 4 为不同状态下新型镍基变形高温合金的晶界取向差角分布演变。由图 4a~4d 可知,退火并进行时效处理后的合金组织中晶界主要以 HAGBs 和 TBs 为主;同时随着退火时间的延长,相应的时效态合金中 TBs 的比例不断增大,且晶界取向差角分布图呈双峰分布,1 个峰在 2° 附近,另 1 个峰在 60° 附近。而位于 2° 附近的峰对应于大量位错缠结所形成的位错边界<sup>[30]</sup>,位于 60° 附近的峰则对应于退火孪晶<sup>[31]</sup>。这主要是因为变形组织在 1120 °C 进行退火处理时,变形组织发生回复再结晶,晶粒通过晶界的迁移而长大,在晶界迁移时,由于原子密排面(111)面的堆垛顺序发生偶然错排,致使合金中出现一个共格的孪晶界,当孪晶界迁移时就形成了退火孪晶<sup>[32]</sup>。然而,退火过程中系统总是朝着自由能降低的方向进行,而孪晶界是低能稳定的界面,其界面能约为普通大角度晶界界面能的 1/10<sup>[33]</sup>,因此系统向有利于产生孪晶的方向进行。同时,由于轧制变形量( $\epsilon=68\%$ )比较大,而退火的温度又比较高,因而形变储存能对回复

和再结晶均有贡献,但再结晶过程依旧占主导地位<sup>[34]</sup>。退火时间为 15, 30 和 45 min 时对应的时效态合金中退火孪晶的比例依次达到 25.38%, 30.91% 和 36.95%。这是因为该阶段再结晶程度快速增大,晶界在热激活作用下快速地迁移,晶粒发生长大,而孪晶界是特殊的高角度晶界,因而也会发生迁移,从而导致孪晶界比例的迅速增加。随着退火时间增加到 60 min,再结晶程度继续增大,此时退火孪晶的比例达到最大值 38.74%。当退火孪晶界比例达到最大值时晶界的能量最低,使得晶界迁移距离和迁移速率降低,甚至为零,此时晶界结构比较稳定,最终导致晶粒尺寸有所减小。因此,退火加时效处理的合金主要以 HAGBs 和 TBs 为主。实验结果也表明,通过形变热处理的方式可以增加 TBs 的比例。同时,通过实验结果分析可知,退火孪晶的演化高度依赖于再结晶程度和退火时间。

结合图 1e 可知,固溶态合金晶粒尺寸分布在 0~120  $\mu\text{m}$  的区域。由图 3a~3d 可以看出,在 1120 °C 退火并进行双级时效处理后合金的晶粒尺寸分布图在 2  $\mu\text{m}$  附近出现峰值,这是因为合金发生再结晶形成大量细小的再结晶晶粒;同时,也可以看出,晶粒尺寸分布与退火时间有关,在 1120 °C 退火 15 min 并进行双级时效处理后,晶粒尺寸分布在 0~20  $\mu\text{m}$  的区域,随着退火时间的延长,晶粒尺寸分布均匀性有所增加。随着退火时间的延长,合金中退火孪晶的含量呈增大的趋势。由于退火孪晶是一种特殊的高角度晶

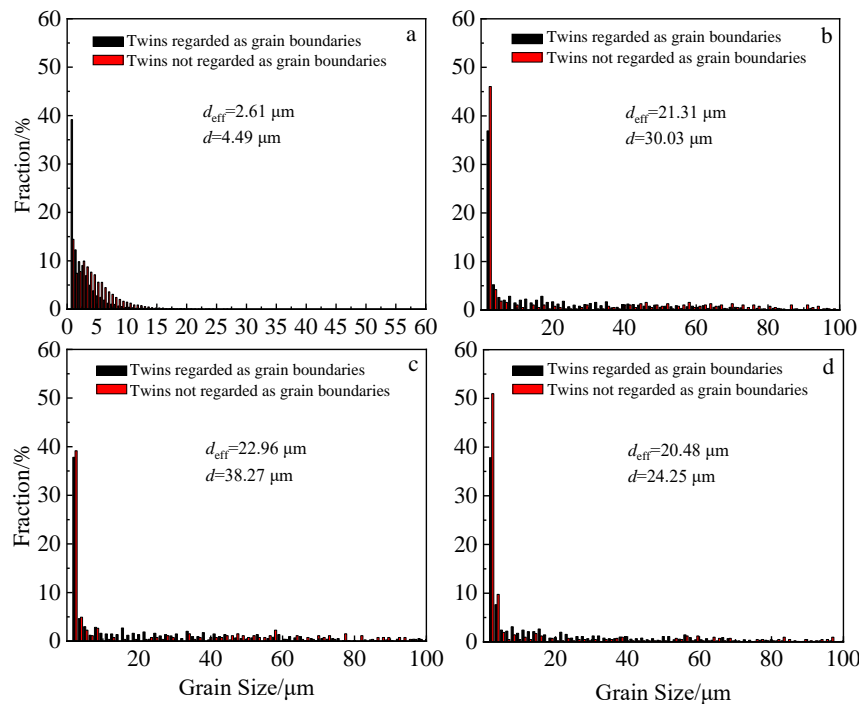


图 3 轧制态的新型镍基变形高温合金退火时效后晶粒尺寸分布图

Fig.3 Grain size distribution diagrams of a novel rolled Ni-based wrought superalloy after annealing at 1120 °C for different time and two-stage aging: (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min, and (d) 60 min

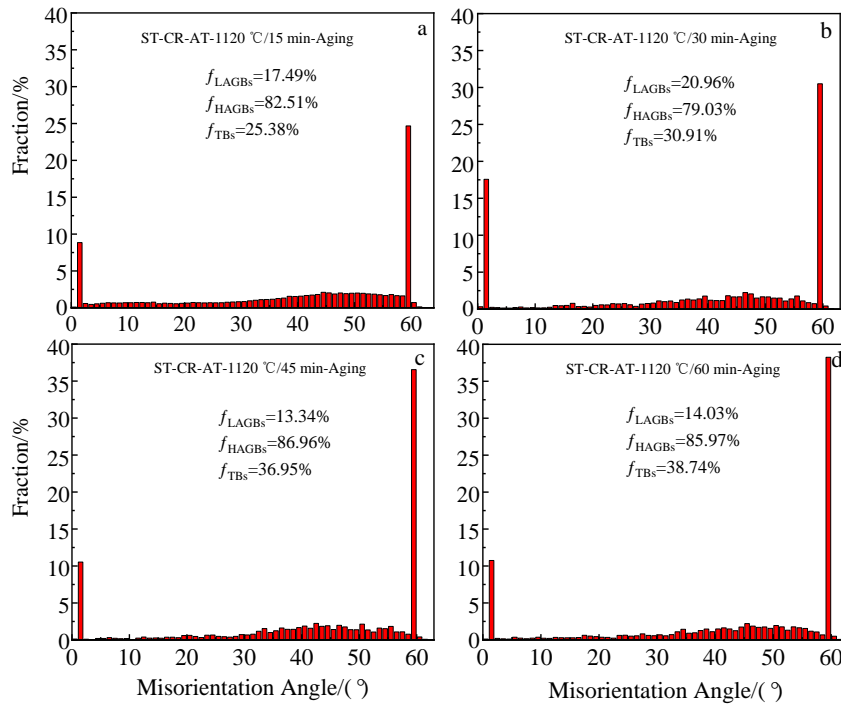


图 4 轧制态的新型镍基变形高温合金退火时效后晶界取向差角分布图

Fig.4 Boundary misorientation angle distribution diagrams of a novel rolled Ni-based wrought superalloy after annealing at 1120 °C for different time and ageing: (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 40 min, and (d) 60 min

界，具有分割细化晶粒的效果<sup>[10]</sup>，因此，包含有孪晶界的平均晶粒尺寸相比于不包含孪晶界的平均晶粒尺寸值较小。此外，由于孪晶界对晶粒的分割细化作用，其晶粒尺寸的范围相比不包含孪晶的晶粒尺寸分布范围较窄。由于孪晶界具有低能、稳定的特点，故而其迁移速率比较低，对晶粒的长大起到了阻碍作用，使得退火 60 min 并进行双级时效处理的合金晶粒尺寸减小。综上所述，该研究过程中的晶粒细化主要由再结晶细化晶粒和孪晶细化晶粒所引起。

通过对实验结果分析可知，固溶态和退火后时效处理的新颖镍基变形高温合金中均存在大量的退火孪晶界。为研究退火孪晶的厚度与材料力学性能之间的关系，在不同状态的新型镍基变形高温合金中测量 200 个退火孪晶的厚度，然后计算平均值<sup>[18]</sup>。图 5 显示了不同状态的新型镍基变形高温合金中退火孪晶厚度与孪晶长度分数的变化规律。可以看出，固溶态合金的退火孪晶厚度达到 9.18 μm，并且其孪晶厚度要显著高于时效态合金。在 1120 °C 退火并进行相同制度的双级时效处理后，退火孪晶的长度分数随着退火时间的增大而增加，即从 15 min 的 25.38% 持续增长到 60 min 时的 38.74%。此外，由图 5 可以看出，时效态合金中孪晶厚度随着孪晶长度分数的增大而增大，且在退火时间为 15 min 时孪晶厚度最小，为 2.29 μm。

图 6 为不同状态的新型镍基变形高温合金的平均取向

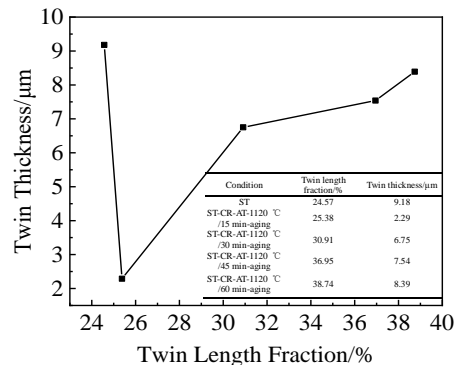


图 5 不同状态的新型镍基变形高温合金孪晶长度分数和孪晶厚度变化关系

Fig.5 Relationship between twin length fraction and twin thickness of a novel Ni-based wrought superalloy under different states

差 (Kernel average misorientation, KAM) 图。通常 KAM 图中，不同的颜色代表了不同的几何必须位错 (geometrically necessary dislocations, GND) 的分布状态。其中，蓝色表示位错密度最低的区域，绿色表示位错密度较高的区域，红色表示位错密度最高的区域。由图 6 可知，低位错密度区位错均匀分布于晶粒内部，而高位错密度区位错相对集中地分布于晶界附近，表明位错密度在整个微观组织中分布不均匀。由图 6a 可以明显看出，经过固

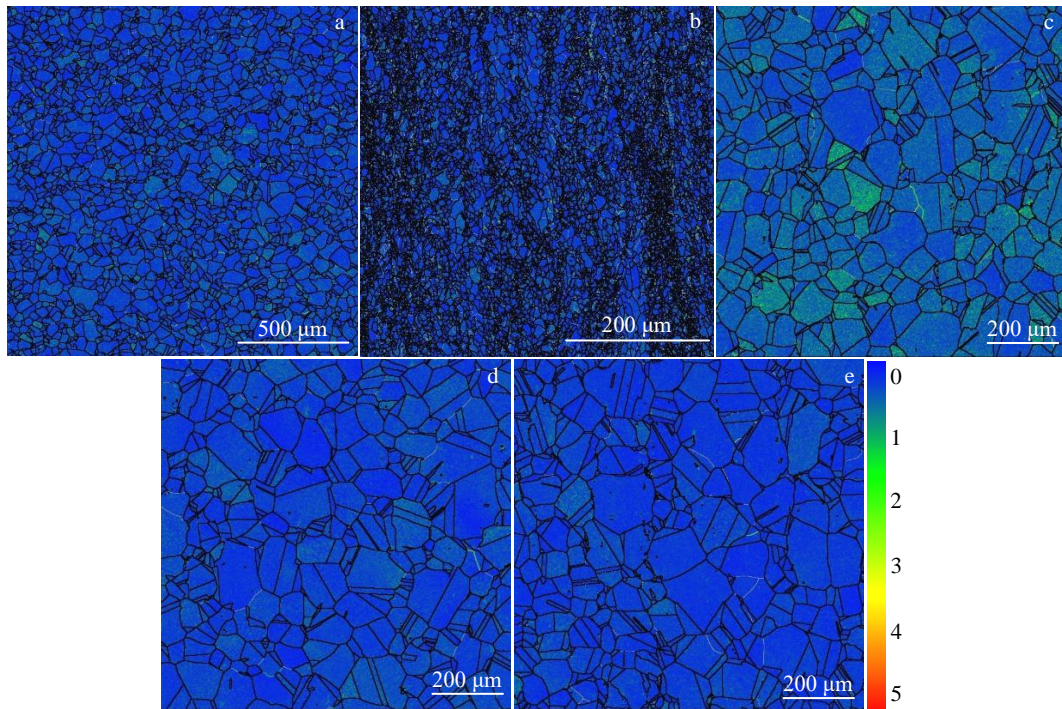


图 6 不同状态的新型镍基变形高温合金的 KAM 图

Fig.6 Kernel average misorientation (KAM) distribution diagrams of a novel Ni-based wrought superalloy after solid solution treatment (a) and after annealing at 1120 °C for different time and aging following solid solution and rolling (b-e): (b) 15 min, (c) 30 min, (d) 45 min, and (e) 60 min

溶处理后晶粒中包含少量的绿色区域，表明经固溶处理后几何必须位错几乎消除。但是在多晶体中，由于不同晶粒的取向不同，在一定外力作用时不同晶粒内部滑移系的分切应力相差大，因此，在轧制变形时，有利于滑移的晶粒将优先开始滑移，滑移时位错源不断地沿着滑移面发生运动，但是当位错滑移到晶界处时运动就会受阻，形成位错塞积群，而位错塞积群将造成很大的应力集中，这为后续再结晶晶粒的形核提供了驱动力。通过图 6b~6e 可以看出，1120 °C 退火 15 min 并进行时效处理后位错分布在较多的晶粒中；同时，随着退火时间的延长，相应的时效态合金中几何必须位错含量明显降低，这主要是因为退火阶段的回复和再结晶过程中发生位错的湮灭和消失<sup>[35]</sup>，导致晶粒内部位错减少。但由于轧制过程中应力分布不均匀，这就使退火过程中不同晶粒内再结晶晶粒形成的驱动力不同，最终导致了再结晶过程中晶粒尺寸的不同。

合金中的位错密度( $\rho_{\text{GND}}$ )可通过式(1)来计算<sup>[18,36]</sup>:

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{2\text{KAM}_{\text{av}}}{\mu b} \quad (1)$$

式中， $\text{KAM}_{\text{av}}$ 为所选区域的平均 KAM 值， $\mu$ 为该点的单位长度(100 nm)， $b$ 为 Burger 矢量的长度。经计算，固溶态及退火 15, 30, 45 和 60 min 后时效处理的高温合金  $\rho_{\text{GND}}$  依次为  $5.37 \times 10^{14}$ ,  $6.14 \times 10^{14}$ ,  $5.13 \times 10^{14}$ ,  $4.66 \times 10^{14}$

和  $4.79 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 。退火 15 min 并进行时效处理的试样  $\rho_{\text{GND}}$  大于其余状态的试样，这主要与再结晶过程中位错的运动和晶界迁移有关。

### 2.3 $\gamma'$ 相演变规律

图 7 显示了不同状态的新型镍基变形高温合金中  $\gamma'$  相的形貌及尺寸演化规律。图 1c 显示，在 1080 °C 保温 4 h 条件下固溶处理后  $\gamma'$  相数量较少且呈球状分布在  $\gamma$  基体上，其  $\gamma'$  相的平均尺寸  $D_{\text{ave}}$  为 238.71 nm。图 7a<sub>1</sub>~7d<sub>1</sub> 分别为轧制态 ( $\epsilon=68\%$ ) 新型镍基变形高温合金在 1120 °C 退火 15, 30, 45 和 60 min 并进行双级时效处理 (650 °C/24 h/AC 和 760 °C/16 h/AC) 后的  $\gamma'$  相的分布图。可以明显看出，图 7a<sub>1</sub>, 7b<sub>1</sub> 和 7c<sub>1</sub> 中  $\gamma'$  相均由少量粗大的  $\gamma'$  相和大量细小的  $\gamma'$  相组成，并且弥散分布在  $\gamma$  基体上，同时随着退火时间的延长，粗大  $\gamma'$  相的数量和尺寸逐渐减小。当退火时间延长至 60 min 时，相应的时效态合金中无粗大  $\gamma'$  相，只有细小的  $\gamma'$  相弥散分布在  $\gamma$  基体上，如图 7d<sub>1</sub> 所示。通过图 7a<sub>2</sub>, 7b<sub>2</sub>, 7c<sub>2</sub> 和 7d<sub>2</sub> 可知，随着退火时间的延长， $\gamma'$  相的平均尺寸减小。这主要是因为，本实验中新型镍基变形高温合金的固溶温度在  $\gamma'$  相的完全回溶温度以下，进行固溶处理时未能将  $\gamma'$  相全部回溶进  $\gamma$  基体中，在 1120 °C 退火处理时固溶处理后残留的粗大  $\gamma'$  相将发生回溶，随着退火时间的延长回溶的  $\gamma'$  相越多，未回溶的  $\gamma'$  相数量和尺寸逐渐减小。当退火时



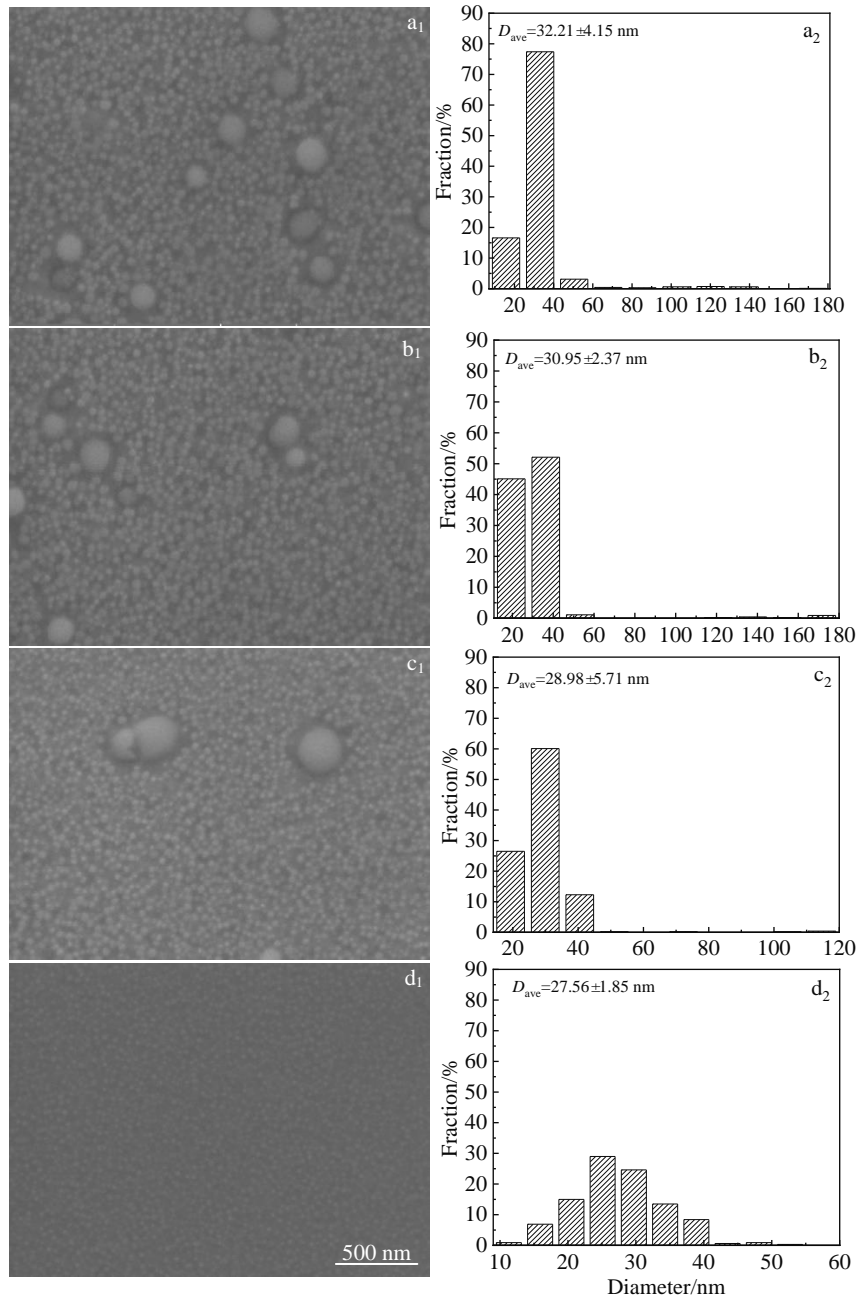


图 7 不同状态的新型镍基变形高温合金中的  $\gamma'$ 相形貌及尺寸演变

Fig.7  $\gamma'$  phase micromorphologies (a<sub>1</sub>-d<sub>1</sub>) and size distribution (a<sub>2</sub>-d<sub>2</sub>) diagrams of a novel rolled Ni-based wrought superalloy after annealing at 1120 °C for different time and aging: (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min, and (d) 60 min

间增大到 60 min 时，固溶处理后残留的粗大  $\gamma'$ 相全部回溶于  $\gamma$  基体中。将退火态合金进行双级时效处理，合金中又析出大量细小的  $\gamma'$ 相，其弥散分布在  $\gamma$  基体上，使得  $\gamma'$ 相的平均尺寸逐渐减小，依次为 32.21、30.95、28.98 和 27.56 nm。通过双级时效处理使晶内和晶界组织得到最佳配合，可以阻碍裂纹的形核和扩展<sup>[37]</sup>。此外，当变形组织在 1120 °C 退火 60 min 并进行时效处理后， $\gamma$  基体上析出细小密集的  $\gamma'$ 相会钉扎晶界，从而降低晶界的迁移速率，最终导致晶粒尺寸的减小，这也是退火 60 min

后相应的时效态合金晶粒尺寸较退火 30 和 45 min 时小的主要因素。同时，沉淀强化型高温合金的主要强化机制是  $\gamma'$ 相阻碍位错的运动，而时效态合金组织中弥散分布在  $\gamma$  基体上的  $\gamma'$ 相将影响后续的塑性变形。当位错在滑移面上滑移时，会被  $\gamma'$ 相钉扎或  $\gamma'$ 相边界阻碍，当大量的位错塞积到  $\gamma'$ 相周围时就会造成应力集中，使得合金的力学性能得到提高<sup>[38]</sup>。

### 2.4 高温力学性能

图 8 汇总了不同状态的新型镍基变形高温合金在

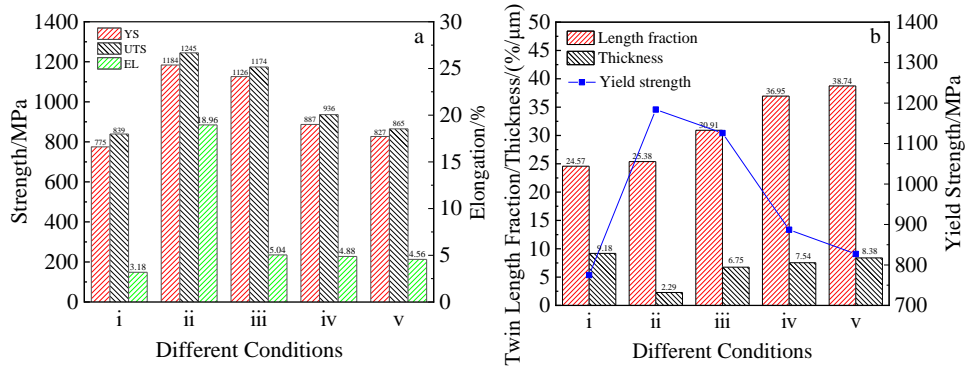


图 8 不同状态的新型镍基变形高温合金在 760 °C 的拉伸性能及其与孪晶长度分数和孪晶厚度的关系

Fig.8 Tensile properties at 760 °C of a novel Ni-based wrought superalloy under different conditions (a) and its relationship with twin length fraction and twin thickness (b)

760 °C、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  条件下的高温拉伸性能 (图 8a) 及其与孪晶长度分数和孪晶厚度的关系 (图 8b)。由图 8a 可知, 固溶态合金在 760 °C 拉伸时的屈服强度(YS)为 775 MPa, 极限抗拉强度 (UTS) 为 839 MPa, 断后伸长率 (EL) 为 3.18%。当变形组织在 1120 °C 进行不同时间的退火处理和双级时效处理 (650 °C/24 h/AC+760 °C/16 h/AC) 后, 合金的屈服强度和抗拉强度明显提高, 其塑性也有所提高。可以看到, 在 1120 °C 退火 15 min 并进行双级时效处理后力学性能具有最大值, 其 YS 达到 1184 MPa, UTS 达到 1245 MPa, EL 达到 18.96%, 此时该新型镍基变形高温合金实现 760 °C 高温下强度-塑性的匹配。同时, 也可以看出, 随着在 1120 °C 退火时间的延长相应的时效态合金力学性能有所下降。在 1120 °C 退火 60 min 并进行双级时效处理后, 合金强度和塑性均明显降低, YS 为 827 MPa, UTS 为 865 MPa, EL 为 4.56%。

图 8b 汇总了不同状态下的新型镍基变形高温合金屈服强度与退火孪晶长度分数和厚度之间的关系。可以看出, 随着退火孪晶长度分数的增加, 合金的屈服强度逐渐降低。相反, 随着孪晶厚度的减小, 合金的屈服强度增加, 且当孪晶厚度达到最小的 2.29 μm 时, 退火孪晶长度分数最低, 为 25.38%, 此时合金强度和塑性达到最大值并实现强度-塑性的协同。这主要归因于以下 3 个方面: (1) 由于再结晶晶粒具有小尺寸, 这些晶粒可以通过增加晶界长度来有效防止位错移动, 从而提高合金的强度; 同时, 保持有一定的塑性<sup>[39]</sup>。(2) 时效态合金中大量的  $\gamma'$  相可以有效钉扎位错以阻碍位错的运动; 同时,  $\gamma'$  相的边界也可以有效地作为位错运动的屏障, 从而增强强度<sup>[39-40]</sup>。(3) 由于该新型镍基高温合金具有低的层错能, 在形变热处理过程中产生的大量退火孪晶也可以有效阻碍位错的运动来提高合金的屈服强度<sup>[41]</sup>, 另外退火孪晶还能够吸收、存储位错以保持合金较好的延展

性<sup>[11-13]</sup>。在纳米孪晶 Cu 中发现材料的屈服应力  $\sigma$  与孪晶片层厚度同样也遵循 Hall-Petch 关系, 即  $\sigma = \sigma_0 + k_{\text{TB}} \lambda^{-1/2}$  (其中  $\sigma_0$  是晶格摩擦应力,  $k_{\text{TB}}$  是孪晶晶界强化的 Hall-Petch 系数,  $\lambda$  是平均孪晶片层厚度)<sup>[42]</sup>。孪晶片层厚度越小意味着孪晶界的密度越高, 高密度的孪晶界在合金变形过程中起着重要作用, 因为孪晶引入的新界面减少了位错平均自由程<sup>[43]</sup>, 进而孪晶界和位错的相互作用将更加频繁<sup>[9]</sup>。此外, 当孪晶片层厚度减小时, 孪晶界将成为 Shockley 不全位错的来源<sup>[44]</sup>, 孪晶内部储存的位错将会减少, 位错穿过孪晶界时将需要额外的外加应力, 而孪晶界作为阻碍位错运动的有效屏障, 当位错运动的平均自由程减小时会导致加工硬化率和抗拉强度的升高<sup>[9,45]</sup>。因此, 减小孪晶厚度会对位错造成更大的阻碍, 从而实现强化合金的目的<sup>[11]</sup>。同时, 退火孪晶对合金拉伸延展性的贡献归因于退火孪晶在拉伸变形过程中为位错的形核和容纳提供了更多的局部位置<sup>[46]</sup>。综上所述, 合金屈服强度的提升主要源于  $\gamma'$  相对位错的钉扎及其相界对位错的阻碍, 以及孪晶界对位错的阻碍作用, 而对塑性的提升主要源于孪晶界对位错的吸收和存储。

该新型镍基变形高温合金轧制后在 1120 °C 退火 15 min 并进行双级时效处理 (650 °C/24 h/AC 和 760 °C/16 h/AC) 形成 “孪晶+ $\gamma'$ 相” 复合结构, 退火孪晶长度分数为 25.38%, 孪晶厚度具有最小值 2.29 μm。此时, 孪晶界的密度具有最大值, 孪晶界和位错的相互作用更加频繁, 使得强度最大。相比固溶态合金, 屈服强度从 775 提高到了 1184 MPa, 塑性从 3.18% 提高到了 18.96%, 实现了强度-塑性的协同。优异的力学性能与合金微观组织密不可分, 已有研究证明在合金中诱发高密度的孪晶结构和大量的析出相可使合金在室温下获得优异的力学性能<sup>[47-48]</sup>, 而本工作也通过构筑 “孪晶+ $\gamma'$ 相” 复合结构, 获得了高温环境 (760 °C) 下力学性能优异



的高温合金,这为进一步提高沉淀强化材料的高温强度提供了参考。

### 3 结 论

1) 轧制态合金( $\epsilon=68\%$ )在热处理过程中形成大量退火孪晶,主要以A型、B型、C型以及少量孤立 in 晶粒内的“孤岛”型的形态存在;同时,在变形量和退火温度一定时,随着退火时间的延长,退火孪晶的含量增加,片层厚度增大,且“孤岛”型的退火孪晶数量减少。

2) 固溶处理后残留的 $\gamma'$ 相在高温退火时逐渐回溶于 $\gamma$ 基体,且随着退火时间的延长,回溶的 $\gamma'$ 相越多。后续进行时效处理时又析出大量细小的 $\gamma'$ 相弥散分布在 $\gamma$ 基体上。

3) 轧制态合金( $\epsilon=68\%$ )在1120℃退火15 min并进行双级时效处理后,其高温(760℃)屈服强度达到1184 MPa,断后伸长率达到18.96%,相比固溶态合金屈服强度(775 MPa)提高了409 MPa,断后伸长率(3.18%)提高了15.78%。其强度归因于孪晶阻碍位错的运动和 $\gamma'$ 相钉扎位错,塑性归因于退火孪晶在拉伸变形过程对位错的吸收和存储。

4) 通过轧制和热处理工艺在低层错能的沉淀强化型镍基变形高温合金中引入了高密度的退火孪晶结构和大量的 $\gamma'$ 相,从而实现“孪晶+ $\gamma'$ 相”复合强化。

#### 参考文献 References

- [1] Gu Yuefeng(谷月峰), Cui Chuanyong(崔传勇), Yuan Yong(袁勇) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2015, 51(10): 1191
- [2] Zhang Beijiang(张北江), Huang Shuo(黄烁), Zhang Wenyun(张文云) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(9): 1095
- [3] Du Jinhui(杜金辉), Lv Xudong(吕旭东), Dong Jianxin(董建新) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(9): 1115
- [4] Heckl A, Neumeier S, Goken M et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(9): 3435
- [5] Zhu C Z, Zhang R, Cui C Y et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 802: 140 646
- [6] Li W G, Ma J Z, Kou H B et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 116: 143
- [7] Takizawa Y, Otsuka K, Masuda T et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 648: 178
- [8] Yang Le(杨乐), Li Xiuyan(李秀艳), Lu Ke(卢柯). *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2017, 53(11): 1413
- [9] Han Jihong(韩基鸿), Zhang Yang(张洋), Ma Yaxi(马亚玺) et al. *Materials Reports(材料导报)*[J], 2022, 36(24): 201 501 08
- [10] Mccarley J, Tin S. *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 740: 427
- [11] Lu K, Lu L, Suresh S. *Science*[J], 2009, 324(5925): 349
- [12] Wang J, Zhang X H. *MRS Bulletin*[J], 2016, 41(4): 274
- [13] Li N, Wang J, Misra A et al. *Acta Materialia*[J], 2011, 59(15): 5989
- [14] Zhang Y, Li Y S, Tao N R et al. *Applied Physics Letters*[J], 2007, 91(21): 211 901
- [15] Yuan Y, Gu Y F, Cui C Y et al. *Advanced Engineering Materials*[J], 2011, 13(4): 296
- [16] Yuan Y, Gu Y F, Osada T et al. *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(11): 884
- [17] Yan F K, Liu G Z, Tao N R et al. *Acta Materialia*[J], 2012, 60(3): 1059
- [18] Wang X M, Ding Y T, Gao Y B et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 823(7): 141 739
- [19] Gao Y B, Ding Y T, Ma Y J et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 831(13): 142 188
- [20] Wang X M, Ding Y T, Yu H Y et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 847: 143 293
- [21] Gao Yubi(高钰璧), Ding Yutian(丁雨田), Chen Jianjun(陈建军) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2019, 29(1): 44
- [22] Wang Pengshu(王蓬书), Li Qinmin(李琴敏), Wei Xianyi(韦贤毅) et al. *Hot Working Technology(热加工工艺)*[J], 2018, 47(4): 245
- [23] Giannuzzi L A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 282(1-2): 270
- [24] Ding Yutian(丁雨田), Wang Xingmao(王兴茂), Meng Bin(孟斌) et al. *Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 2019, 43(3): 274
- [25] Zhou Ziqiang(周自强), Yue Xuelan(岳雪兰), Huo Dengping(霍登平) et al. *Ordnance Material Science and Engineering(兵器材料科学与工程)*[J], 1998, 21(3): 3
- [26] Shih K K, Li J C M. *Journal of Materials Science*[J], 1976, 11: 1571
- [27] Chen Jianjun(陈建军), Ding Yutian(丁雨田), Wang Kun(王琨) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2021, 50(4): 1311
- [28] Lehockey E M, Brennenstuhl A M, Thompson I. *Corrosion Science*[J], 2004, 46(10): 2383
- [29] 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
- [30] Li B L, Godfrey A, Meng Q C et al. *Acta Materialia*[J], 2004,

- 52(4): 1069
- [31] Randle V. *Scripta Materialia*[J], 2006, 54(6): 1011
- [32] Xia Shuang(夏爽), Li Hui(李慧), Zhou Bangxin(周邦新) *et al. Chinese Journal of Nature*(自然杂志)[J], 2010, 32(2): 94
- [33] Pan Qingsong(潘庆松), Cui Fang(崔方), Tao Nairong(陶乃镭) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2022, 58(1): 45
- [34] Wang Weiguo(王卫国), Zhou Bangxin(周邦新), Feng Liu(冯柳) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2006, 42(7): 715
- [35] Hu J L, Zhao Z H, Bo H *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2022, 51(4): 1183
- [36] Kubin L P, Mortensen A. *Scripta Materialia*[J], 2003, 48(2): 119
- [37] Guo Runjiang(郭润江). *The Effect of Severe Cold Rolling and Post-Deformation Annealing on the Microstructure and Mechanical Property of GH80A Ni-based Superalloy*(大变形轧制和轧制后退火对镍基高温合金 GH80A 的组织与力学性能的影响)[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2016
- [38] Ding Yutian(丁雨田), Zhang Baobing(张宝兵), Gao Yubi(高钰璧) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(7): 2490
- [39] Liu X H, Zhang M D, Ma Y M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 776: 139 028
- [40] Jiao Z B, Luan J H, Zhang Z W *et al. Scripta Materialia*[J], 2014, 87: 45
- [41] Laplanche G, Kostka A, Reinhart C *et al. Scripta Materialia*[J], 2017, 128: 292
- [42] Zhu Linli(朱林利). *Acta Mechanica Solida Sinica*(固体力学学报)[J], 2019, 40(1): 1
- [43] Beladi H, Timokhina I B, Estrin Y *et al. Acta Materialia*[J], 2011, 59(20): 7787
- [44] Ren J Q, Yang D, Wang Q *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2022, 51(7): 2436
- [45] Wang S J, Jozaghi T, Karaman I *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 694: 121
- [46] Xue P, Xiao B L, Ma Z Y. *Scripta Materialia*[J], 2013, 68(9): 751
- [47] Slone C E, Miao J, Mills M J. *Scripta Materialia*[J], 2018, 155: 94
- [48] Zhang B B, Yan F K, Zhao M J *et al. Acta Materialia*[J], 2018, 151: 310

## “Twin+ $\gamma'$ phase” Microstructure Regulation for a Novel Ni-based Wrought Superalloy and High Temperature Mechanical Properties

Ding Yutian<sup>1,2</sup>, Wang Tao<sup>1,2</sup>, Wang Xingmao<sup>1,2,3</sup>, Gao Yubi<sup>1,2</sup>, Bi Zhongnan<sup>3</sup>, Du Jinhui<sup>3</sup>, Gan Bin<sup>3</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)

(3. Beijing Key Laboratory of Advanced High Temperature Materials, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

**Abstract:** The “twin+ $\gamma'$  phase” composite structure was constructed in a novel Ni-based wrought superalloy by thermomechanical treatment, and the evolution of twin and  $\gamma'$  phases was investigated by EBSD and SEM. Meanwhile, the high temperature mechanical properties of the alloy at 760 °C were studied. The results show that the “twin+ $\gamma'$  phase” composite structure can effectively improve the high temperature mechanical properties of the alloy, and with the increase in the length fraction of the annealing twin, the thickness of the twin lamellar increases, and the high temperature strength of the material decreases. When the rolled alloy ( $\epsilon=68\%$ ) is annealed at 1120 °C for 15 min and subjected to two-stage aging treatment (650 °C/24 h/AC and 760 °C/16 h/AC), the length fraction of twins in the “twin+ $\gamma'$  phase” composite structure is 25.38% and the average size of  $\gamma'$  phase is 32.21 nm, the yield strength of the alloy increases from 775 MPa (solid solution state) to 1184 MPa, and the elongation after fracture increases from 3.18% to 18.96%. “Twin+ $\gamma'$  phase” composite structure can effectively improve the high-temperature mechanical properties of the superalloy, which provides a novel strategy for improving the high-temperature mechanical properties of superalloys.

**Key words:** novel Ni-based wrought superalloy; “twin+ $\gamma'$  phase” composite structure; annealing twin; high temperature mechanical properties

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