

# 中温轧制对新型镍基高温合金微观组织和高温力学性能的影响

孔维俊<sup>1,2</sup>, 丁雨田<sup>1,2</sup>, 王兴茂<sup>1,2</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 10081)

**摘要:** 合金的微观组织与加工方法有关, 并进一步决定了合金的力学性能。基于此, 采用 EBSD、SEM、TEM 和准静态高温拉伸试验研究了不同中温轧制变形量与新型镍基高温合金微观组织和高温 (760 °C) 力学性能之间的内在联系。中温轧制变形量的增大会显著提高合金的高温力学性能: 相比于固溶+双级时效处理试样的高温力学性能 ( $\sigma_y=860$  MPa,  $\sigma_{UTS}=973$  MPa 和  $\epsilon_f=3.5\%$ ), 当中温轧制变形量为 10% 时, 合金的  $\sigma_y$  提高了 230 MPa,  $\sigma_{UTS}$  提高了 166 MPa,  $\epsilon_f$  变化不明显, 为 4.1%; 而当中温轧制变形量为 80% 时, 合金的  $\sigma_y$  提高了 190 MPa,  $\sigma_{UTS}$  提高了 165 MPa,  $\epsilon_f$  大幅度增加, 为 22.5%。微观组织分析表明, 随着中温轧制变形量的增加, 合金的主要变形机制由孤立层错剪切向微孪生转变, 微孪晶的形成既保证了合金的高温强度, 又有利于延伸率的提高, 是实现合金高温强塑性匹配的主要原因。本研究为获得良好高温强塑性匹配的镍基高温合金提供了一种新策略。

**关键词:** 镍基高温合金; 中温轧制; 高温力学性能; 层错; 微孪晶

中图分类号: TG146.1\*5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)08-2859-10

镍基高温合金因其优异的高温力学性能、蠕变强度和持久强度以及良好的抗疲劳性能被广泛应用于航空发动机的热端传动部件<sup>[1]</sup>。随着航空工业的发展, 航空发动机热效率和推重比的逐渐提高, 对镍基高温合金的力学性能提出了更高的要求<sup>[2-7]</sup>。通常不同维度的工程缺陷对位错运动的有效阻碍效应, 能够明显提高镍基高温合金的力学性能, 其范围从零维到三维, 如溶质原子、空位、晶界和析出相等<sup>[8-9]</sup>。然而, 以上方式在提高合金强度的同时会导致合金元素偏析、位错快速恢复和晶界氧化等问题导致合金塑性降低<sup>[9]</sup>。与此同时,  $\gamma'$ 相作为镍基高温合金主要的强化相, 使合金具有一定的高温强度和稳定性<sup>[10]</sup>。但当  $\gamma'$ 相的体积分数高于 50% 时, 又会导致合金的热加工能力变差<sup>[11]</sup>。考虑到以上传统强化方式的局限性, 亟需在镍基高温合金中引入新的强化机制来解决这一瓶颈问题。

近年来, 纳米孪晶结构的构筑和调控已广泛应用于各种金属材料的强韧化设计中, 如不锈钢<sup>[12]</sup>、Cu<sup>[13]</sup>、Ag<sup>[14]</sup>和 TWIP 钢<sup>[15]</sup>等。在高温合金中, Zhang<sup>[16]</sup>和 Wang<sup>[17]</sup>等已通过构筑“纳米孪晶+ $\gamma'$ 相”耦合结构, 使

合金在室温下具有优异的力学性能。但块体纳米孪晶材料的制备需要在较高的应变速率和/或更低温度下才能完成<sup>[18]</sup>。这种方式在极大提高合金强度的同时不可避免地会使合金塑性下降<sup>[8]</sup>。然而, 对于一些盘状高温合金在中温 (600~800 °C) 高应力的变形过程中可引入高密度的变形微孪晶<sup>[8,19-20]</sup>, 能显著提高合金的屈服强度和蠕变性能<sup>[7-8]</sup>。如, Yuan 等<sup>[21]</sup>通过研究 TMW-4M3 合金在 25、650 和 725 °C 拉伸后的微观组织, 发现在室温时以反向畴界 (APB) 切割  $\gamma'$ 相为主; 650 °C 时以层错切割  $\gamma'$ 相和  $\gamma$ 基体为主; 而在 725 °C 时以微孪晶切割  $\gamma'$ 相和  $\gamma$ 基体为主, 使其在 650~750 °C 的温度范围内  $\sigma_{0.2}$  比 U720Li 高, 同时服役温度高达 725 °C。Tian 等<sup>[22]</sup>在一种新型高温合金中发现, 通过调整 Co 含量, 降低层错能, 有助于在较高温度下微孪晶的形成, 微孪晶的存在提高了合金的强度和应变硬化能力。此外, 涡轮盘用高温合金的实际使用温度处于中温范围, 微孪晶也是其主要的变形机制之一<sup>[20]</sup>。因此, 有必要进一步探索通过中温形变的方式在低层错能高温合金中构筑微孪晶结构来提高合金的力学性能。

收稿日期: 2022-09-28

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFA0700703); 国家自然科学基金 (51661019); 甘肃省科技重大专项 (145RTSA004); 兰州理工大学红柳一流学科建设计划

作者简介: 孔维俊, 男, 1998 年生, 硕士生, 兰州理工大学材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050, E-mail: kongweijun\_lut@163.com

鉴于此,本研究以一种低层错能新型镍基高温合金为模型<sup>[23-24]</sup>,通过中温轧制和随后的时效处理,进而研究合金在 760 °C 时的力学性能,阐明中温轧制和后续时效处理对合金微观结构和力学性能演变的影响,以期通过该方式提高合金在服役温度下的力学性能,为涡轮盘用高温合金提供一种新的强化途径。

### 1 实验

采用真空感应熔炼和电渣重熔双联工艺制备了合金铸锭,铸锭经均匀化处理后锻造成棒材,其化学成分(质量分数,%)为:19.5 Co, 16.5 Cr, 5.0 W, 2.5 Al, 2.5 Ti, 2.5 Nb, 0.02 C, Ni 余量。

通过电火花线切割从棒材上切取块状试样,并将其在 1080 °C 下固溶处理 2 h 后空冷至室温。之后在 750 °C 条件下分别进行变形量为 10% 和 80% 的轧制处理(warm rolling, WR)。每道次轧制前将试样在炉温为 750 °C 的箱式炉中保温 10 min,使其受热均匀。轧制后,试样在 650 °C 保温 24 h 空冷到室温,后在 760 °C 保温 16 h 空冷到室温。对不同处理状态下的试样命名如表 1 所示。最后利用电火花线切割切取相应的拉伸试样,并在 760 °C,  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  的应变速率下进行单轴拉伸实验,拉伸轴与轧制方向平行。拉伸试样尺寸如图 1 所示。

对拉伸试验前后不同状态的试样,将其进行机械

研磨、抛光,在室温下,用 10 vol%  $\text{HClO}_4$ +90 vol%  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  的混合溶液在 10 V 电压下进行电解抛光 25 s,并用 TESCAN MIRA3 场发射扫描电子显微镜(SEM)表征  $\gamma'$  相的尺寸及分布情况。同时采用电子背散射衍射(EBSD)并结合 Channel 5 软件分析不同状态下的晶粒尺寸、孪晶含量以及位错密度等。对于拉伸变形后的组织,在距离断口 3~6 mm 区域内取样,采用电解双喷法进行化学减薄完成制样,在 200 kV 下,用 FEI Talos F200X 透射电子显微镜(TEM)表征试样内部孪晶与位错以及孪晶与  $\gamma'$  相等的交互作用。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 微观组织演变

图 2 为不同状态下新型镍基高温合金的 OIM 图和再结晶分布图,相应的平均晶粒尺寸统计和再结晶体积分数统计如图 3 所示,其中  $d_{\text{eff}}$  为有效平均晶粒尺寸(计算时将孪晶视为晶粒), $d$  为平均晶粒尺寸(计算时将孪晶不视为晶粒)。结合图 2 和图 3 可知,ST 试样的微观组织是由均匀细小的再结晶晶粒和粗大的等轴晶粒以及层片状的退火孪晶组成(图 2a 和 2a<sub>1</sub>),其平均晶粒尺寸( $d$ )约为 80.60  $\mu\text{m}$ ,再结晶分数为 93.42%,这归因于锻态试样经固溶处理时发生静态再结晶和晶粒长大<sup>[25]</sup>。ST 试样经双级时效处理后

表 1 不同处理状态下新型镍基高温合金的命名

Table 1 Nomenclature of the novel Ni-based superalloy under different treatment states

Treatment name	Heat treatment process
ST	1080 °C/2 h/AC
ST+DA	1080 °C/2 h/AC+650 °C/24 h/AC+760 °C/16 h/AC
ST+WR10+DA	1080 °C/2 h/AC+750 °C/10%+650 °C/24 h/AC+760 °C/16 h/AC
ST+WR80+DA	1080 °C/2 h/AC+750 °C/80%+650 °C/24 h/AC+760 °C/16 h/AC

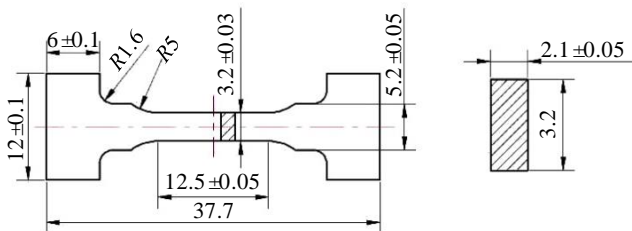


图 1 高温拉伸试样尺寸示意图

Fig.1 Size diagram of high temperature tensile specimen

(ST+DA),其微观组织特征与 ST 试样相似(图 2b 和 2b<sub>1</sub>),但其再结晶分数略微增加,为 94.53%;而其  $d$  略微减小,为 73.74  $\mu\text{m}$ 。这归因于 DA 处理过程中析出相  $\gamma'$  对晶界迁移的阻碍作用<sup>[26]</sup>。ST 试样在中温轧制变形 10% 并经双级时效处理后,合金的微观组织由变形的近等轴晶晶粒和残留的退火孪晶组成(图 2c 和 2c<sub>1</sub>),其中亚晶占 58.87%,变形晶粒占 35.64%,而再结晶晶粒仅占 5.49%,平均晶粒尺寸为 37.67  $\mu\text{m}$ 。当中温轧制变形量为 80% 时,合金的微观组织主要由平行

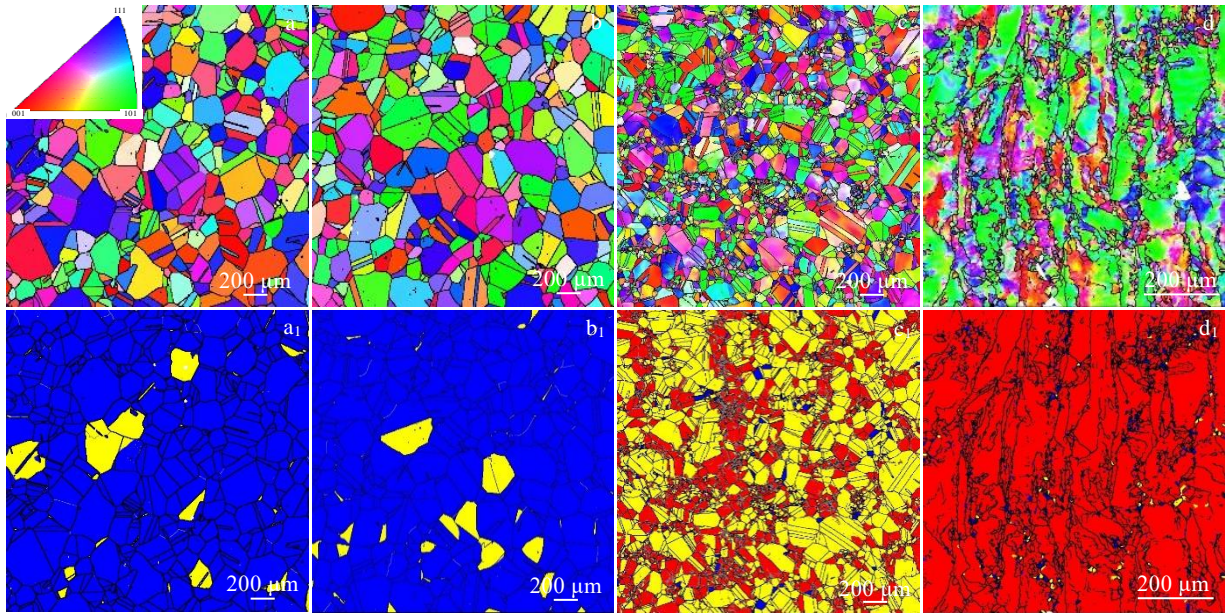


图 2 不同处理状态下新型镍基高温合金的 OIM 图和再结晶分布图

Fig.2 OIM images and recrystallization distribution of the novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a, a<sub>1</sub>) ST, (b, b<sub>1</sub>) ST+DA, (c, c<sub>1</sub>) ST+WR10+DA, and (d, d<sub>1</sub>) ST+WR80+DA

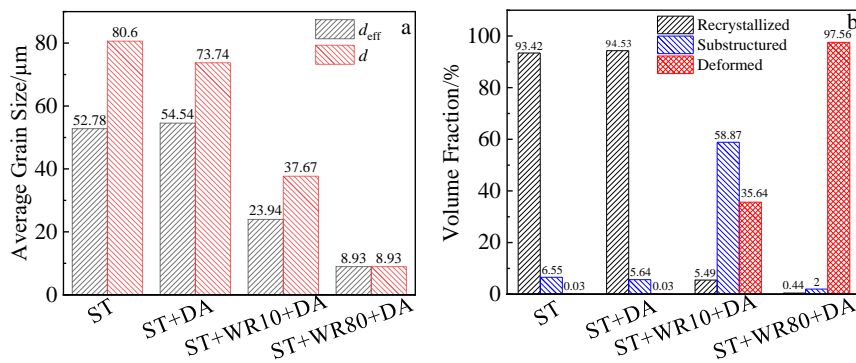


图 3 不同处理状态下新型镍基高温合金的平均晶粒尺寸统计和再结晶体积分数统计图

Fig.3 Statistics of average grain size (a) and recrystallization volume fraction (b) of the novel Ni-based superalloy under different treatment states

于轧制方向的细长变形晶粒和细小的变形晶粒组成(图 2d 和 2d<sub>1</sub>),其中变形晶粒占 97.56%,平均晶粒尺寸为 8.93 μm。此外,从图 3a 中可以看出退火孪晶具有细化晶粒的作用,其细化程度与退火孪晶的含量密切相关。

图 4 为不同状态下新型镍基高温合金的应力分布(KAM)图。图中,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。图 5a 为不同状态下新型镍基高温合金的几何必须位错密度(GNDs)分布直方图。GND 密度( $\rho^{GND}$ )的计算式为<sup>[27]</sup>:

$$\rho^{GND} = \frac{2KAM_{av}}{\mu b} \quad (1)$$

式中,  $KAM_{av}$  为所选区域的 KAM 值,  $\mu$  为该点的单位长度(100 nm),  $b$  为 Burger 矢量的大小(0.253 nm)。合金在不同状态下的平均  $\rho^{GND}$  如图 5b 所示。结合图 4 和图 5 可知, ST 和 ST+DA 试样中位错密度较低,  $\rho^{GND}$  呈单峰分布,主要集中在  $0.5 \sim 10 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  之间,平均  $\rho^{GND}$  为  $5.52 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ; 当中温轧制变形量为 10% 时,合金首先在晶界处发生变形,应变在晶界处集中,导致晶界处位错密度的增加,  $\rho^{GND}$  也呈单峰分布,主要集中在  $0.5 \sim 20 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  之间,合金的平均  $\rho^{GND}$  由  $5.52 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  增加至  $12.41 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ; 而当中温轧制变形量为 80% 时,晶粒内部出现应变集中,晶界处应变集中增强,  $\rho^{GND}$  呈双峰分布,主要集中在  $0.5 \sim 1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$

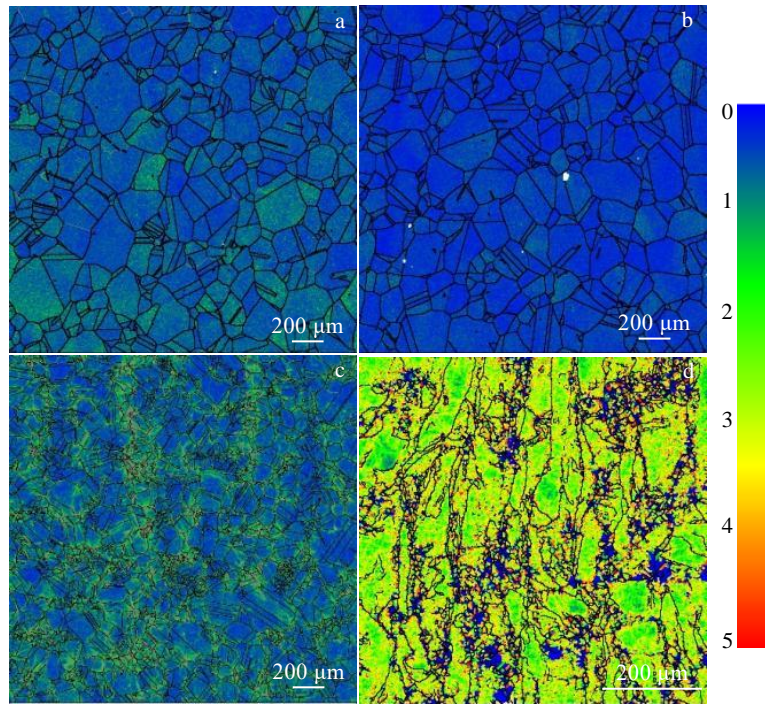


图 4 不同处理状态下新型镍基高温合金的 KAM 分布图

Fig.4 KAM distribution diagrams of the novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a) ST, (b) ST+DA, (c) ST+WR10+DA, and (d) ST+WR80+DA

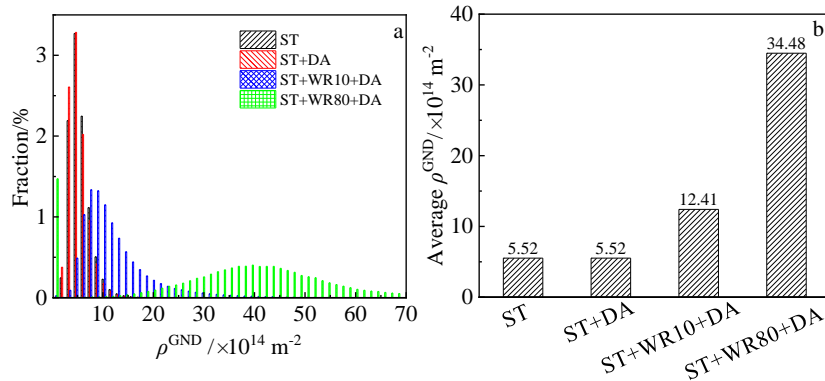


图 5 不同处理状态下新型镍基高温合金的 GND 密度分布和平均 GNDs 密度

Fig.5 GND density distribution (a) and average GNDs density  $\rho^{GND}$  (b) of the novel Ni-based superalloy under different treatment states

和  $30\sim 50 \times 10^{14} m^{-2}$  之间,合金的平均  $\rho^{GND}$  由  $5.52 \times 10^{14} m^{-2}$  增加至  $34.48 \times 10^{14} m^{-2}$ 。这说明随着轧制变形量的增加,合金试样中的位错密度随之增大。

### 2.2 晶界特征分布

图 6a~6d 为不同状态下新型镍基高温合金的晶界特征分布,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)。同时为了直观描述不同状态下合金试样的晶界特征分布,采用取向差角分布来表征晶界特征演变,如图 6a<sub>1</sub>~6d<sub>1</sub> 所示,其中亚晶界 (Sub-GBs) 是指相邻晶粒间取向差小于  $\theta \leq 2.0^\circ$

的晶界。由图可知,ST 和 ST+DA 试样晶粒内部出现大量的退火孪晶 (图 6a 和 6b),取向差角分布呈双峰分布,1 个峰在  $2.0^\circ$  附近,另 1 个峰在  $60^\circ$  附近 (图 6a<sub>1</sub> 和 6b<sub>1</sub>)。ST+WR10+DA 试样晶粒中也存在少量的退火孪晶,其取向差角分布也呈双峰分布,但相比于 ST 和 ST+DA 试样,其  $2.0^\circ$  附近的峰增强, $60^\circ$  附近的峰减弱 (图 6c<sub>1</sub>)。ST+WR80+DA 试样退火孪晶基本消除,取向差角分布呈单峰分布,其峰在  $2.5^\circ$  附近 (图 6d<sub>1</sub>)。低角度峰是由于大量位错缠结形成的几何必须位错界面。而  $60^\circ$  附近的峰对应于退火孪晶<sup>[27]</sup>。退火孪晶的产生是由于所研究试样取样在锻态合金上,存

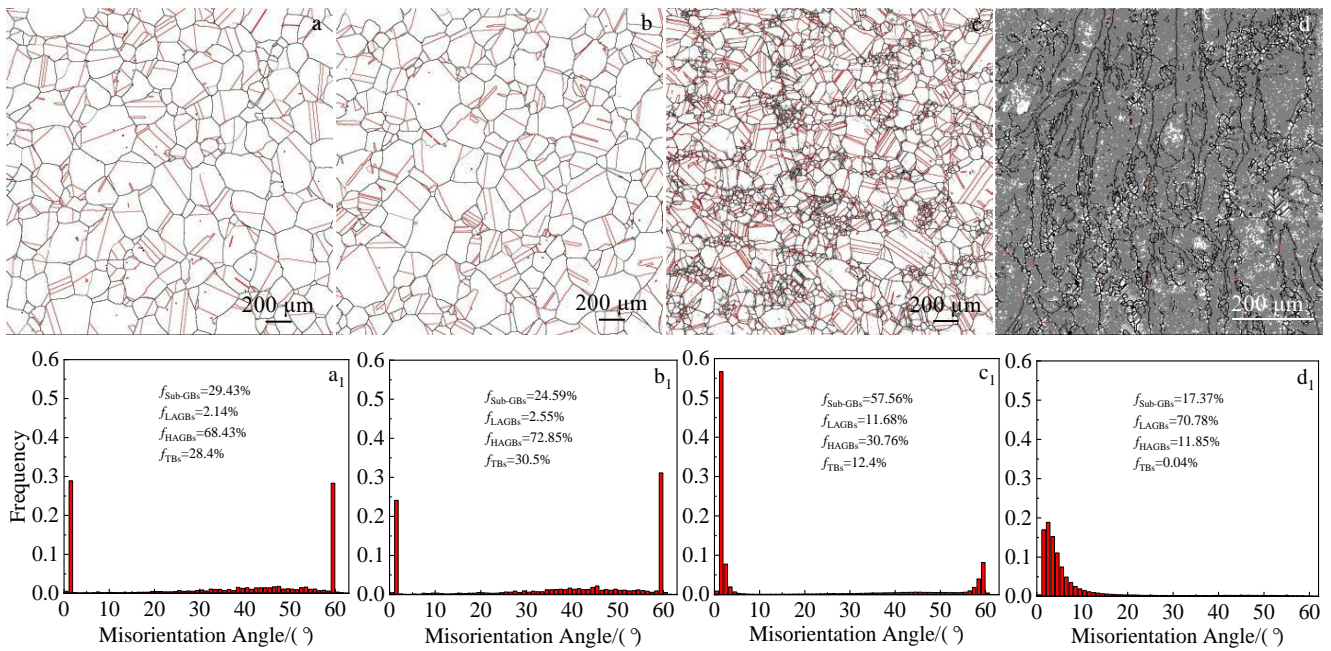


图 6 不同处理状态下新型镍基高温合金的晶界特征分布和取向差角分布演变

Fig.6 Evolution of grain boundary characteristic distribution and misorientation angle distribution of the novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a, a<sub>1</sub>) ST, (b, b<sub>1</sub>) ST+DA, (c, c<sub>1</sub>) ST+WR10+DA, and (d, d<sub>1</sub>) ST+WR80+DA

在加工硬化和内应力。在固溶处理过程中,较高的温度诱导晶界迁移,晶界处平行于{111}密排面上的原子堆垛顺序发生错排,形成层错,部分层错作为孪晶形核,随着大角度晶界的迁移,孪晶发生扩展和增厚<sup>[28]</sup>。ST+DA试样相对于ST试样,退火孪晶长度分数基本上无变化,由28.4%增加为30.5%(图6a<sub>1</sub>和6b<sub>1</sub>),这是由于在固溶处理过程中试样已基本完成再结晶,消除了加工硬化和内应力。与ST+DA试样相比,合金试样经中温轧制后退火孪晶分数显著降低,ST+WR10+DA试样退火孪晶长度分数为12.4%(图6c<sub>1</sub>),ST+WR80+DA试样退火孪晶长度分数降为0.04%(图6d<sub>1</sub>)。这是由于随着轧制变形量的增加,晶粒内部产生的大量位错在运动过程中与退火孪晶产生交互作用使得孪晶界与基体之间逐渐偏离60°<111>取向关系,从而导致退火孪晶的长度分数逐渐减少<sup>[29]</sup>。此外,通过统计晶界比例可知(图6a<sub>1</sub>~6d<sub>1</sub>),ST和ST+DA试样中HAGBs占主导地位,而ST+WR10+DA试样中Sub-GBs占主导地位,ST+WR80+DA试样中LAGBs占主导地位。这表明在中温轧制过程中,HAGBs通过Sub-GBs向LAGBs转变<sup>[27]</sup>。

### 2.3 $\gamma'$ 相形貌

图7为不同状态下新型镍基高温合金中 $\gamma'$ 相的形貌。由图可知,ST试样中 $\gamma'$ 相呈球形,平均尺寸约为39.92 nm。这是由于所采取的为亚固溶制度, $\gamma'$ 相并没有完全溶解,留有一定的 $\gamma'$ 相,在冷却过程中采取

的是空冷处理,由于冷却速度较慢,会析出一小部分细小的二次 $\gamma'$ 相(图7a)。对于ST+DA试样, $\gamma'$ 相呈球形均匀弥散分布在 $\gamma$ 基体上,平均尺寸约为30.23 nm(图7b)。图7c和7d分别为ST+WR10+DA和ST+WR80+DA试样中 $\gamma'$ 相的分布。当中温轧制变形量为10%时,相对于ST+DA试样来说, $\gamma'$ 相的数量减少,平均尺寸增大,约为58.91 nm(图7c)。当变形量为80%时,主要由一些不规则且尺寸较大的 $\gamma'$ 相和细小的球形 $\gamma'$ 相组成(图7d),从白色方框的放大图可以看出,这些细小球形 $\gamma'$ 相的平均尺寸约为35.66 nm。由此可知, $\gamma'$ 相在完全再结晶的试样中均匀析出,而在轧制处理的试样中存在部分 $\gamma'$ 相的快速粗化。这是由于,一方面应变过程中产生的晶界可提供沉淀更多的形核位置<sup>[30]</sup>。另一方面,高密度的位错也可以充当析出相的优先形核位置,从而加速析出相的形成<sup>[31]</sup>。而在这些界面附近的区域,常出现错配位错,形成应变场,从而增加Al、Ti、Nb等元素扩散的驱动力;其次, $\gamma'$ 相的总能量受弹性应变能和表面能的影响,当弹性应变能成主要因素时,为了使体系总的能量趋于最小化, $\gamma'$ 相倾向于粗化,形成不规则形状<sup>[24,31]</sup>。

### 2.4 力学性能

#### 2.4.1 室温硬度

图8为不同状态下新型镍基高温合金的维氏硬度HV。ST试样的硬度为4253.59 MPa,而ST+DA试样

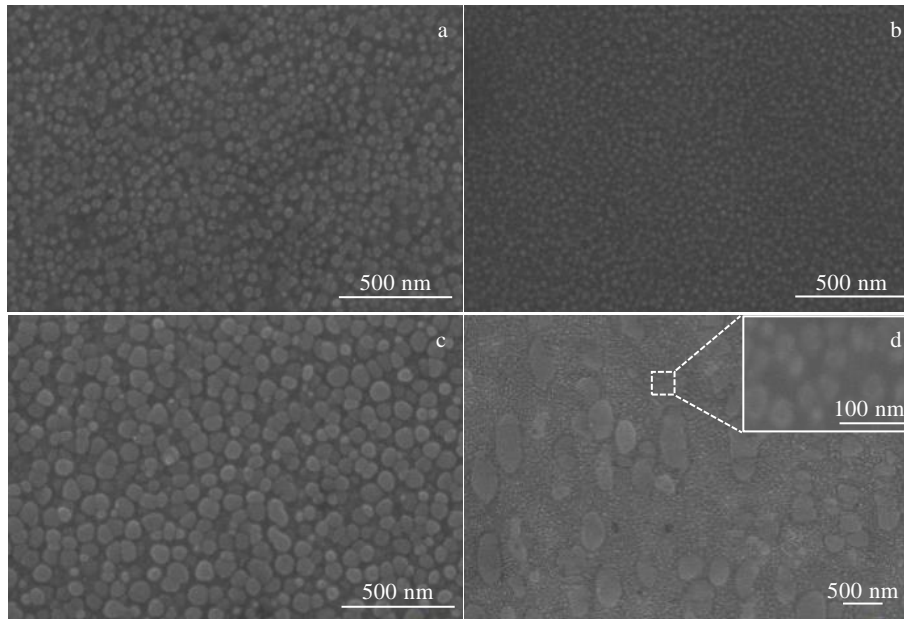


图 7 不同处理状态下新型镍基高温合金的  $\gamma'$  相形貌

Fig.7 Morphologies of  $\gamma'$  phase of the novel Ni-based superalloy under treatment different states: (a) ST, (b) ST+DA, (c) ST+WR10+DA, and (d) ST+WR80+DA

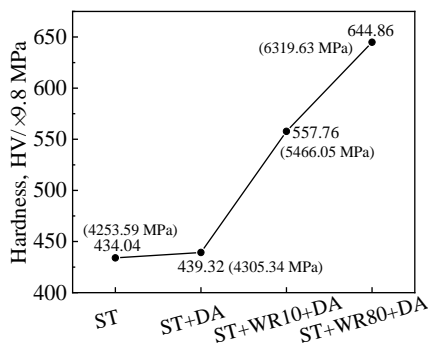


图 8 不同处理状态下新型镍基高温合金的维氏硬度

Fig.8 Vickers hardness of the novel Ni-based superalloy under different treatment states

的硬度为 4305.34 MPa。经中温轧制及时效处理后，试样的硬度值有大幅度的提高，ST+WR10+DA 试样硬度为 5466.05 MPa，ST+WR80+DA 试样的硬度提高到 6319.63 MPa。ST 试样和 ST+DA 试样中由于位错密度较低，硬度值变化不大，相对较低，但随着中温轧制变形量的增加，试样中位错密度大幅度升高，导致晶粒内大量位错缠结，后续的时效过程中由于温度较低，并不能明显消除高密度位错所带来的加工硬化行为，故试样硬度明显提高。

#### 2.4.2 高温拉伸性能

图 9a 为在 760 °C 不同处理状态下新型镍基高温合

金的工程应力-应变曲线，其中合金的屈服强度 ( $\sigma_y$ )、极限抗拉强度 ( $\sigma_{uts}$ ) 和延伸率 ( $\epsilon_f$ ) 如图 9b 所示。ST 试样的  $\sigma_y$  为 720 MPa,  $\sigma_{uts}$  为 779 MPa,  $\epsilon_f$  仅为 1.85%。ST+DA 试样的  $\sigma_y$  为 860 MPa,  $\sigma_{uts}$  为 973 MPa,  $\epsilon_f$  为 3.5%。而 ST+WR10+DA 试样的  $\sigma_y$  提高到 1090 MPa,  $\sigma_{uts}$  提高到 1139 MPa,  $\epsilon_f$  为 4.1%，相比于 ST+DA 试样,  $\sigma_y$  提高了 230 MPa,  $\epsilon_f$  没有太大变化。ST+WR80+DA 试样的  $\sigma_y$  为 1050 MPa,  $\sigma_{uts}$  为 1138 MPa,  $\epsilon_f$  为 22.5%，相比于变形量为 10% 的试样, 其  $\sigma_y$  和  $\sigma_{uts}$  没有明显变化, 而  $\epsilon_f$  提高了 18.4%。值得注意的是, ST+WR80+DA 试样的  $\sigma_y$  相对于 ST+DA 试样提高了 190 MPa,  $\epsilon_f$  提高了 19%，即在具有高强度的同时又保持了良好的塑性。

#### 2.5 强化机制

图 10a 为 ST+WR10+DA 试样断裂后的微观形貌，图 10b 为图 10a 中白色圆圈部分的 SAED 花样。由图可以看出，在  $\gamma$  基体与  $\gamma'$  相的界面处存在大量的位错塞积和缠结，同时在部分晶粒中存在只切割  $\gamma'$  相的层错，这种层错一般称为孤立层错 (Isolated faults, IFs)。图 10c 和 10e 为 ST+WR80+DA 试样断裂后不同区域的微观形貌，图 10d 和 10f 分别为图 10c 和 10e 中白色圆圈部分的 SAED 花样。由图可以看出，试样中出现大量贯穿  $\gamma$  基体和  $\gamma'$  相的层错和变形微孪晶 (孪晶厚度约为 20 nm)，且在  $\gamma'$  相附近伴有大量的位错塞积和缠结。对于仅在  $\gamma'$  相中存在层错的这种机制，Viswanathan 等人<sup>[32]</sup>认为它的出现建立于微孪晶机制

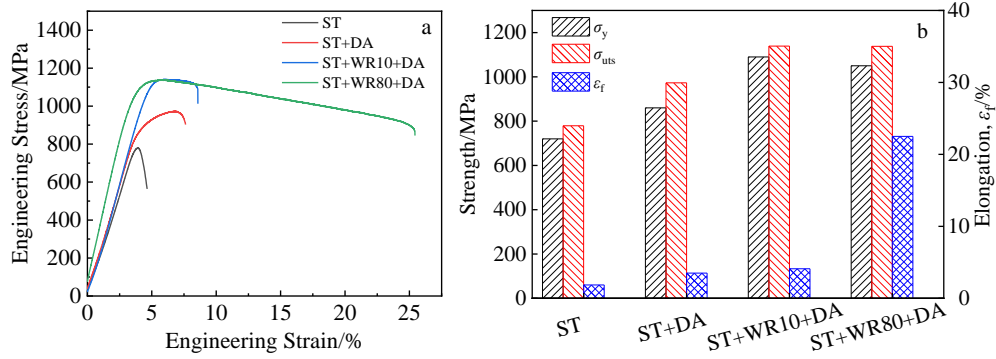


图 9 不同处理状态下新型镍基高温合金在 760 °C 工程应力-应变曲线及拉伸性能

Fig.9 Engineering stress-strain curves (a) and yield strength  $\sigma_y$ , ultimate tensile strength  $\sigma_{uts}$ , elongation  $\epsilon_f$  (b) of the novel Ni-based superalloy under different treatment states at 760 °C

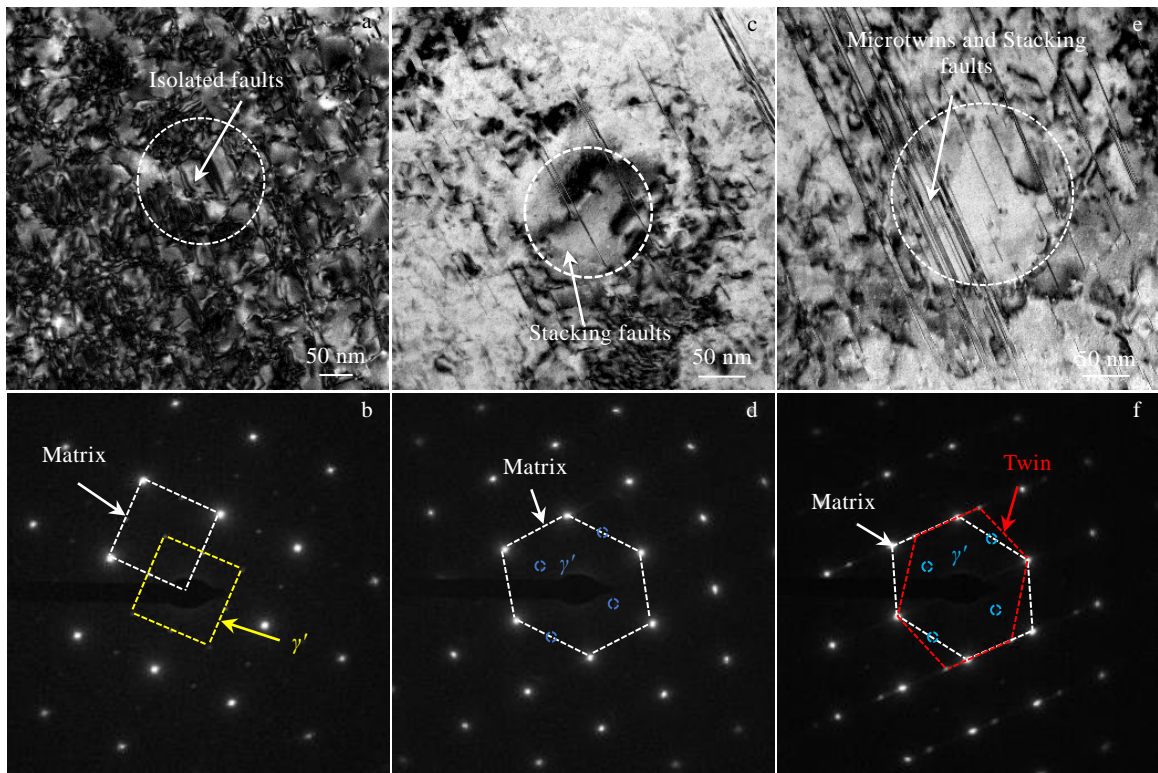


图 10 不同处理状态下新型镍基高温合金在 760 °C 拉伸断裂后的 TEM 像和 SAED 花样

Fig.10 TEM images and SAED patterns of the novel Ni-based superalloy after tensile fracture at 760 °C under different treatment states: (a) microstructure of ST+WR10+DA sample after fracture, (b) SAED pattern of the white circle part in Fig.10a; (c, e) microstructures in different regions after fracture of ST+WR80+DA sample, (d) SAED pattern of the white circle part in Fig.10c, and (f) SAED pattern of the white circle part in Fig.10e

启动的基础上,是由基体中的全位错  $a/2\langle 110 \rangle$  在  $\gamma/\gamma'$  界面处发生分解,形成 2 个肖克莱不全位错;而随着领头的肖克莱不全位错切入  $\gamma'$  相,会形成一个复杂层错;而在这个复杂层错相邻的  $\{111\}$  面上也会形核产生另一个相同的复杂层错,在这一过程中会使原先的肖克莱不全位错消除;2 个肖克莱不全位错一起切割  $\gamma'$

相并在  $\gamma'$  相中留下一个超晶格层错。而变形微孪晶的形成机制 Kolbe<sup>[33]</sup>认为是全位错  $a/2\langle 110 \rangle$  在  $\gamma/\gamma'$  界面处发生分解,形成 2 个不全位错 ( $a/6\langle 112 \rangle$  和  $a/3\langle 211 \rangle$ ),其中  $a/6\langle 112 \rangle$  位错切入  $\gamma'$  相会形成伪孪晶,而伪孪晶经原子重排后会转变为微孪晶。

对于本研究的新镍基高温合金,ST+DA 试样的

屈服强度除其基本强度（固溶强化）和晶界强化外，一方面是由于  $\gamma'$  相的析出，起到了沉淀强化的作用，其能够阻碍位错的运动<sup>[34]</sup>；另一方面在变形过程中退火孪晶的存在也可以阻碍位错的运动，从而提高合金的强度<sup>[35-37]</sup>。合金经中温轧制和时效处理后，ST+WR10+DA 试样强度高于 ST+DA 试样归因于，一方面在合金轧制过程中引入高密度的位错起到了位错强化的作用，同时在轧制过程中晶粒得到细化，从而使得晶界强化效应增强；另一方面，尽管  $\gamma'$  相中的孤立层错不能够直接阻碍位错运动，但是从能量角度分析，与层错形成相关的位错反应是不能够自发进行的，需要一定的外加应力促进位错分解过程的发生，从而起到强化作用<sup>[32]</sup>。而在 ST+WR80+DA 试样中，除了上述的强化方式外，基体中的层错和变形微孪晶能够有效阻碍位错的运动，从而提高合金的强度<sup>[8]</sup>。另外，相比于 ST+WR10+DA 试样，ST+WR80+DA 试样的延伸率明显提高，造成这一现象的主要原因可能与变形微孪晶的形成有关。

图 11 总结了不同状态下新型镍基高温合金微观变形机制与高温力学性能的关系。相对于 ST+DA 试样，ST+WR10+DA 试样中仅在  $\gamma'$  相中存在的孤立层错为主要变形机制，而 ST+WR80+DA 试样中以变形微孪晶为主要变形机制，由于变形机制的不同，使得合金的高温力学性能有了显著的差别。在以  $\gamma'$  相中的孤立层错为主要变形机制时，其可以抑制位错滑移，提高合金的强度，但其仅含两层或三层原子面，对位错的储存能力有限，不能承担太多的塑性变形，所以合金的延伸率较低<sup>[8]</sup>。同时仅在  $\gamma'$  相中存在的层错不能

与基体中的位错发生交互作用<sup>[38]</sup>。相比之下，以变形微孪晶为主要变形机制时，每个晶粒内形成的高密度变形微孪晶可作为位错运动的屏障，增加位错交滑移的阻力，并通过将它们分离成更小的区域有助于阻碍的恢复，同时也可提供位错成核的位置，促进了强度的提高<sup>[39]</sup>，同时大量的变形孪晶可协调  $\gamma'$  相和基体之间的变形，降低应力集中，提高合金的强度和韧性<sup>[40]</sup>。而孪晶片层会因其纳米级厚度而表现出更明显的强化效果。孪晶间距越小，纳米孪晶金属的强度越高，应变率敏感性越高，孪晶界处的移动位错密度越高<sup>[8,36]</sup>。且在位错密度较高的晶粒中，位错相互缠结并钉扎在孪晶界处，不利于进一步的位错反应来介导位错穿透孪晶，使位错在此处累积，提高局部应变能，局部应变能又能通过孪晶另一侧的不全位错发射激活次级孪晶而释放<sup>[41]</sup>。Xu 等人<sup>[9]</sup>也在新型镍钴基高温合金中发现增加微孪晶的密度可以使合金的强度和塑性同步提高。与此同时，位错的运动高度依赖于温度，温度升高，合金中位错的交滑移和动态回复变得更容易，降低了与位错密度相关强化方式的贡献<sup>[36]</sup>。而面心立方晶体中孪晶应力具有非常低的温度敏感性，孪晶有助于提高和维持高温下的强化效果，能使合金在高温下工作良好<sup>[36]</sup>。

### 3 结 论

1) 新型镍基高温合金经中温轧制后，采取相同的时效处理制度，会促进  $\gamma'$  相的形核和长大，变形量为 10% 时仍保持球形且弥散分布，当变形量为 80% 时，尺寸变大，形状变得不规则。同时，随着变形量的增加，变形晶粒增多，位错密度增加，晶界由 HAGBs 逐渐向 LAGBs 转变，并伴随着退火孪晶界的减少。

2) 在新型镍基高温合金中通过固溶处理、中温轧制和时效处理的方式可提高合金在 760 °C 下的强度和延伸率。相比于 ST+DA 试样 ( $\sigma_y=860$  MPa,  $\sigma_{uts}=973$  MPa 和  $\epsilon_f=3.5\%$ )，ST+WR80+DA 试样的  $\sigma_y$  提高至 1050 MPa，提高了 190 MPa， $\sigma_{uts}$  提高至 1138 MPa，提高了 165 MPa， $\epsilon_f$  提高至 22.5%，提高了 19%。

3) 新型镍基高温合金在 760 °C 下强度和延伸率的提高是由于合金拉伸变形机制的改变，在变形量为 10% 的试样中以只切割  $\gamma'$  相的孤立层错为主要变形机制，当变形量为 80% 时，微孪晶和层错切割为主要变形机制，微孪晶的形成既保证了合金的高温强度同时又有利于延伸率的提高。

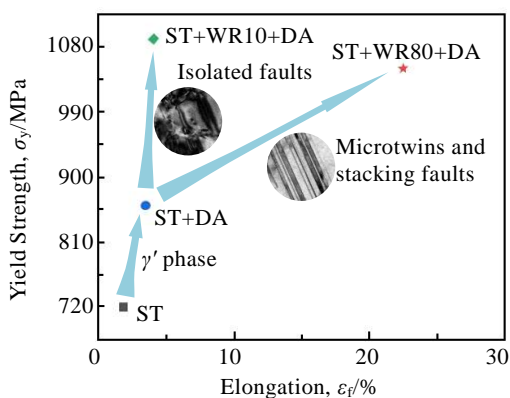


图 11 不同处理状态下新型镍基高温合金微观变形机制与高温力学性能关系示意图

Fig.11 Relationship between microstructure deformation mechanisms and mechanical properties at high temperature of the novel Ni-based superalloy under different treatment states

### 参考文献 References

[1] Liu Hao(刘 浩), Wang Xinmei(王心美), Liu Dashun(刘大顺)



- et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(10): 2473
- [2] 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
- [3] 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
- [4] Zhang Rui(张瑞), Liu Peng(刘鹏), Cui Chuanyong(崔传勇) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2021, 57(10): 1215
- [5] 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
- [6] Zhang Peng(张鹏), Zhu Qiang(朱强), Qin Heyong(秦鹤勇) *et al. Materials Reports*(材料导报)[J], 2014, 28(11): 27
- [7] Song Zhikun(宋志坤), Liu Yuanfu(刘元富), Chen Deqiang(陈德强) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(7): 2654
- [8] Zhu C Z, Zhang R, Cui C Y *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 905: 164 167
- [9] Xu H, Zhang Z J, Zhang P *et al. Scientific Reports*[J], 2017, 7(1): 8046
- [10] Yan Minggao(颜鸣皋), Chen Xueyin(陈学印). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1964, 7(3): 307
- [11] Jiang He(江河), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) *et al. Aviation Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2021, 64(Z1): 62
- [12] Pan Qingsong(潘庆松), Cui Fang(崔方), Tao Nairong(陶乃镞) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2022, 58(1): 45
- [13] Li Sujie, Zhu Qingsheng, Zheng Boda *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 758: 1
- [14] Bufford Daniel, Wang Haiyan, Zhang Xinghang. *Journal of Materials Research*[J], 2013, 28(13): 1729
- [15] Abbas Mohammadi, Kaveh Edalati Diego Davi Coimbra *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 783: 139 273
- [16] Zhang B B, Yan F K, Zhao M J *et al. Acta Materialia*[J], 2018, 151: 310
- [17] Wang Miao, Huang Xingwei, Xue Peng *et al. Journal of Materials Science and Technology*[J], 2022, 106: 162
- [18] Lu Lei(卢磊), Lu Ke(卢柯). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(11): 1422
- [19] Tian Chenggang(田成刚), Tao Xipeng(陶稀鹏), Xu Ling(徐玲) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(10): 3532
- [20] Qu Pengfei(屈鹏飞), Yang Wenchao(杨文超), Yue Quanzhao(岳全召) *et al. Materials Reports*(材料导报)[J], 2019, 33(23): 3971
- [21] Yuan Y, Gu Y F, Osada T *et al. Scripta Materialia*[J], 2012, 67(2): 137
- [22] Tian Chenggang, Han Guoming, Cui Chuanyong *et al. Materials & Design*[J], 2015, 88: 123
- [23] Chen Jianjun, Ding Yutian, Zhang Xia *et al. Vacuum*[J], 2022, 203: 111 322
- [24] Wang Xingmao, Ding Yutian, Yu Hongyao *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 847: 143 293
- [25] Zhang Wenzhu(张文竹), Xu Zhoufeng(许周烽), Jiang Li(蒋力). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(6): 1583
- [26] 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
- [27] Gao Yubi, Ding Yutian, Chen Jianjun *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 767: 138 361
- [28] Chen Jianjun(陈建军), Ding Yutian(丁雨田), Wang Kun(王琨) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2021, 57(5): 641
- [29] Gao Yubi, Ding Yutian, Ma Yuanjun *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 831: 142 188
- [30] Wojciech Polkowski, Adelajda Polkowska, Sebastian Lech. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 860: 158 418
- [31] Yi Hailong, Wei Daixiu, Xie Renyi *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 819: 141 390
- [32] Viswanathan G B, Sarosi P M, Henry M F *et al. Acta Materialia*[J], 2005, 53(10): 3041
- [33] Kolbe M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 319: 383
- [34] 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
- [35] Cui C Y, Gu Y F, Yuan Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(16): 5465
- [36] Yuan Yong, Gu Yuefeng, Cui Chuanyong *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2011, 13(4): 296
- [37] Jin Dan(金丹), Long Haoyue(龙浩跃), Han Gaofeng(韩高枫) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(4): 1311
- [38] D'écamps B, Raujol S, Coujou A *et al. Philosophical*

- Magazine*[J], 2004, 84(1): 91
- [39] Lu Lei(卢磊), You Zesheng(尤泽升). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2014, 50(2): 129
- [40] Huang Hailiang(黄海亮), Liu Guoquan(刘国权), Wang Hao(王浩) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(4): 1142
- [41] Ni S, Wang Y B, Liao X Z *et al. Acta Materialia*[J], 2012, 60(6-7): 3181

## Effect of Warm Rolling on Microstructure Evolution and High Temperature Mechanical Properties of a Novel Ni-based Superalloy

Kong Weijun<sup>1,2</sup>, Ding Yutian<sup>1,2</sup>, Wang Xingmao<sup>1,2</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:** Based on the theory that the microstructure depends on the processing method and further determines the mechanical properties of the alloy, the intrinsic relationship of different warm rolling deformation degrees with the microstructure evolution and high temperature (760 °C) mechanical properties of a novel Ni-based superalloy were investigated by EBSD, SEM, TEM and quasi-static high temperature tensile tests. The results show that the increase in the reduction of warm rolling significantly improves the high temperature mechanical properties. The yield strength, ultimate tensile strength and elongation of Ni-based superalloy processed by the warm rolling with the deformation reduction of 10%, are increased by 230 MPa, 166 MPa, and 4.1%, respectively, compared with that of samples processed by solution and aging treatments. Further rolling deformation processing (80%) causes the evident increase (22.5%) in elongation. The microstructural analysis shows that with the increase in warm rolling deformation degree, the main deformation mechanism transforms from isolated stacking fault to microtwinning. The formation of microtwins not only ensures the high-temperature strength, but also is beneficial to improve the elongation which is the main reason to achieve the high temperature tensile strength-ductility matching. The present study provides a new strategy to obtain the satisfactory high temperature tensile strength-ductility matching of Ni-based superalloy.

**Key words:** Ni-based superalloy; warm rolling; high-temperature mechanical properties; stacking faults; microtwins

---

Corresponding author: Ding Yutian, Ph. D., Professor, School of Material Science and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, E-mail: dingyt@lut.edu.cn