

冷轧对新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金组织与性能的影响

舒康豪¹, 熊毅^{1,2}, 厉勇³, 张鑫¹, 殷立涛⁴, 任凤章^{1,2}

(1. 河南科技大学 材料科学与工程学院, 河南 洛阳 471023)

(2. 有色金属新材料与先进加工技术省部共建协同创新中心, 河南 洛阳 471023)

(3. 钢铁研究总院 特殊钢研究所, 北京 100081)

(4. 中信重工机械股份有限公司, 河南 洛阳 471039)

摘 要: 在室温环境中对新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金进行冷轧变形, 借助金相显微镜、扫描电镜、透射电镜、X 射线衍射仪、背散射电子衍射、电子万能试验机及显微硬度计对新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金变形过程中的微观组织及力学性能演变规律进行表征。结果表明: 随着变形量的增加, 新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金等轴晶粒沿轧制方向不断被拉长, 同时产生大量的滑移带协调剧烈的塑性变形, 并最终形成纤维组织。变形量的增大导致位错密度急剧增加, 位错交互作用显著加强, 进而将晶粒尺寸细化至 25.5 nm。经过 90% 的严重塑性变形后, 抗拉强度提高到 1953 MPa; 屈服强度提升至 1806 MPa, 硬度 HV 增加至 5233.2 MPa, 伸长率则急剧下降至 9.1%。断口形貌则由韧性断裂向韧性-准解理混合型断裂转变。

关键词: 新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金; 冷轧; 微观组织; 力学性能; 断口形貌

中图法分类号: TG339; TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)11-3832-09

高密度合金通常指钨含量在 90%(质量分数)以上, 密度在 17 g/cm³ 以上的钨合金 (tungsten heavy alloy, WHA), 具有高密度、高刚度、高阻尼性、可加工性及耐腐蚀好等特点, 广泛应用于航空、军事和核领域^{[1][2]}。然而, W 价格昂贵且世界上钨矿储量仅为 370 万吨^[3], 限制了 WHA 的批量生产及应用。因此, Ye 等^[4]摒弃传统高密度合金高 W 的设计理念, 开发出中等 W 含量 (50%~75%) 的高密度合金 (medium heavy alloy, MHA), 并发现两者的力学性能差异较小, 可作为替代 WHA 的存在。但传统的高密度合金 (WHA, MHA) 均采用粉末冶金方法制造^[5-7], 由于粉末冶金制备的材料具有孔隙率较高、两相粘结较弱, 使用过程中易引起穿晶断裂和沿晶断裂等缺点, 导致该法制备的高密度合金综合力学性能较差, 难以适用于苛刻的服役环境需求。因此寻求综合力学性能优异的新型高密度合金 (MHA) 成为各国研究的热点。

为了克服了粉末冶金制备高密度合金的固有缺点, 本研究团队摒弃传统粉末冶金制备高密度合金的方式, 首次按照熔炼-浇铸-锻造全流程制备出新型

Ni-W-Co-Ta 高密度合金 ($\rho=11.41 \text{ g/cm}^3$)^[8]。新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金选定高密度钨元素作为固溶强化相, 可提高合金的密度和强度, 获得高的侵彻能力^[9]; 选定具有面心立方结构 (fcc) 镍元素作为固溶体基体, 一方面是钨在镍的溶解度可达到 32% (800 °C); 另一方镍元素是面心立方结构, 可增加合金内滑移系的数量, 在变形过程中可产生较多的滑移带和孪晶; 选用钴元素和钽元素作为合金的强化元素, 可起到固溶强化、增加晶格错配度和促进合金内析出相析出的作用, 从而改善合金的强度、塑性和抗热疲劳性能等。因此, 在镍、钨、钴和钽 4 种元素的共同作用下不仅可提高新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金内原子之间的结合力和增加其扩散激活能, 还可以保证新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金具有高密度、高强度、高韧性以及优良动态力学性能等特点^[10]。此外, 本团队前期研究工作表明, 固溶态新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金经过时效处理 (750 °C×5 h) 后抗拉强度和屈服强度分别提升至 1746 MPa 和 1571 MPa^[8], 远高于粉末冶金法制备的高密度合金的性能指标。但时效处

收稿日期: 2023-03-16

基金项目: 国家自然科学基金 (U1804146, 52111530068); 河南省重大科技专项 (221100230200)

作者简介: 舒康豪, 男, 1997 年生, 硕士生, 河南科技大学材料科学与工程学院, 河南 洛阳 471023, E-mail: shukanghao@163.com

理后新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的强度仍然较低, 难以满足苛刻的服役环境。因此进一步提升新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的强度成为研究重点。

冷轧作为提升金属强度常用的手段, 具有工艺简单、尺寸精度高、表面质量好等特点, 在工业生产上得到了广泛应用。例如: Liu 等^[11]将 SAE1078 珠光体钢冷轧变形至 90% 时, 抗拉强度由 1237 MPa 提升至 2238 MPa, 屈服强度由 842 MPa 提升至 2197 MPa。Sun 等^[12]指出高氮奥氏体钢在 70% 的变形量下, 抗拉强度由 1001 MPa 提升至 2236 MPa, 屈服强度由 598 MPa 提升至 1885 MPa。Panigrahi 等^[13]将 7050 铝合金冷轧至 90% 时, 其抗拉强度由 368 MPa 提升至 578 MPa, 屈服强度由 155 MPa 提升至 529 MPa。Liao 等^[14]发现 C70250 铜合金在 97.5% 的变形量下, 抗拉强度由 274 MPa 提升至 601 MPa, 屈服强度由 161 MPa 提升至 583 MPa, 合金表现出明显的加工硬化。Ozan 等^[15]研究表明 Ti-34Nb-25Zr 经 86% 的冷轧变形后抗拉强度由 839 MPa 提升至 1071 MPa, 相应的屈服强度则由 810 MPa 提升至 1030 MPa。Fu 等^[16]在室温条件下将 Mg-14Li-1Zn 冷轧至 90% 时, 其抗拉强度由 117 MPa 提升至 210 MPa, 屈服强度则由 98 MPa 提升至 196 MPa。Zharebtsov 等^[17]研究表明高熵合金 (HfZrTiTaNb) 冷轧至 80% 时, 抗拉强度提升至 1320 MPa, 屈服强度提升至 1220 MPa。从上述研究背景可以看出, 冷轧的确可以显著提高材料的强度, 几乎适用于所有金属材料。然而, 传统冷轧变形只是针对低密度合金开展了广泛的研究, 而对于高密度合金冷轧变形的研究鲜有报道, 严重限制了高密度合金的推广应用。因此, 本实验基于形变强化理论探究了冷轧对新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金组织与性能的影响, 为后续制备综合力学性能优异的超细晶新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金提供实验依据和技术支撑。

1 实验

所用材料采用真空感应熔炼 (VIM)+真空自耗电弧熔炼 (VAR), 熔炼后的元素质量分数为 38.53% W, 5.09% Co, 0.97% Ta, 其余为 Ni。然后在 1200~1250 °C 温度区间内对铸锭进行不少于 24 h 均质化处理, 消除铸锭内的成分偏析、夹杂、疏松和晶粒不均匀等问题, 最终开坯锻造为 $\Phi 60$ mm 的圆棒, 空冷至室温。

对锻造后的试样进行 1000 °C 保温 1.5 h 的热处理, 以消除其锻造缺陷, 随后空冷至室温。将热处理后的新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金沿锻造方向切割成 100 mm×40 mm×10 mm 的板状试样用于冷轧。每道次压下量约为 2%, 累积总变形量分别为 30%、50%、70% 和 90%。

将冷轧变形后的试样垂直于变形方向制备金相试样, 逐级机械抛光后, 使用盐酸 100 mL+乙醇 100 mL+氯化铜 5 g 进行侵蚀, 使用 OLYMPUS PMG3 型光学显微镜和 JSM-7800F 场发射扫描电镜观察横截面的金相组织。同时将金相试样电解抛光, 借助 JSM-7800F 场发射扫描电镜进行电子背散射衍射 (EBSD) 分析, 扫描步长为 1.2 μm 。与此同时, 平行于变形方向截取 10 mm×10 mm×1 mm 的薄片, 机械研磨至 70 μm 厚后冲出 $\Phi 3$ mm 的圆片, 并在 Gatan 691 离子减薄仪上减薄, 使用 JEM-2010 型透射电镜对不同变形量下的微观组织进行观察。借助 D8 ADVANCE 型 X 射线衍射分析仪对不同变形量下的新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金进行物相分析, 采用 Cu-K α 射线, 波长 (λ) 为 0.154 06 nm, 加速电压 40 kV, 采用步进扫描模式, 步长 0.02°, 扫描范围 30°~100°。借助 HV-1000 型显微硬度计对不同变形量下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金进行硬度测试, 试验载荷 500 g, 保压时间 10 s, 每个试样测 5 个点, 取其平均值作为该状态下的硬度值。

在完成不同变形量后的板材 (厚度 0.8 mm) 上沿轧制变形方向截取如图 1 所示的板状拉伸试样, 借助 Instron 5587 型拉伸试验机进行力学性能测试, 拉伸速率 0.1 mm/min, 使用 JSM-IT200 型扫描电镜对拉伸断口形貌进行观察。

2 实验结果

2.1 微观组织形貌

图 2 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量的微观组织。未变形前新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金为等轴状晶粒, 晶粒尺寸约为 43 μm , 晶内有少量的退火孪晶出现, 在晶内与晶界处有少量的未溶颗粒 (图 2a), 对这些未溶颗粒进行能谱分析, 表明未溶颗粒为单质钨 (图 2b)。当变形量达到 30% 时, 晶粒沿着轧制变形方向被拉长, 并有少量的滑移带出现, 局部区域仍存在着少量未变形的晶粒, 如图 2c 所示。变形量增加到 50% 时, 晶粒变形程度加剧, 晶粒沿轧制方向进一步被拉长呈扁平状, 滑移带数量持续增多, 如图 2d 所示。当变形量达到 70% 时, 变形

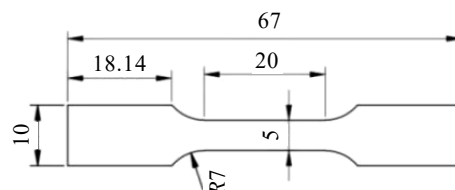


图 1 拉伸试样尺寸

Fig.1 Dimensions of the tensile sample (thickness: 0.8 mm)

晶粒由扁平状转变为条带状,如图 2c 所示;未溶的钨也沿着轧制方向被拉长(图 2f 矩形区域),并有部分钨颗粒发生扭转,呈现出纺锤形(图 2f 菱形区域)。当变形量达到 90%时,新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的组织形态由带状(变形量 70%)向纤维状转变,如图 2g 所示,并且在该条件下未溶的钨颗粒存在着 2 种典型的变形形态(图 2h):第 1 种是平行轧制变形方向的钨颗粒被显著拉长,如图 2h 平行四边形区域所示;第 2 种则是与轧制变形方向呈一定角度的钨颗粒,在剪切应力的作用下形成纺锤状,并出现脱落的趋势,如图 2h 六边形区域所示。从图中还可以观察到滑移带呈现出 3 种典型的变形形貌:即平行于轧制方向时滑移带间距逐渐减小,如图 2h 菱形区域所示、垂直于轧制方向时滑移带发生破碎,如图 2h 椭圆形区域所示、与轧制方向呈一定角度的滑移带则呈现出不规则弯曲形态,如图 2h 矩形区域

所示。滑移带形貌呈现出明显差异的原因归因于轧制过程中不同取向的滑移带所受应力状态不同^[18]。另外,在珠光体钢^[19-20]和低碳马氏体^[21]重度冷轧过程中同样观察到晶粒所受不同应力状态形成不同组织形貌的现象。

2.2 TEM 分析

图 3 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量下的 TEM 照片。未发生变形时,晶粒内部存在少量的位错线,如图 3a 所示。变形至 30%时,试样内部萌生出大量位错,位错之间交互作用开始形成位错缠结,如图 3b 所示。变形至 50%时,由于应变的累积增加导致位错密度增大的同时产生大量的形变带协调塑性变形,如图 3c 所示。图 3d 为 70%变形量下的 TEM 照片,随着应变量的持续增加,变形组织中出现大量的位错墙和位错缠结。图 3e、图 3f 为 90%变形量下明场像及其对应的暗场像,在此变形量下晶粒已经碎化完全,相应的选区

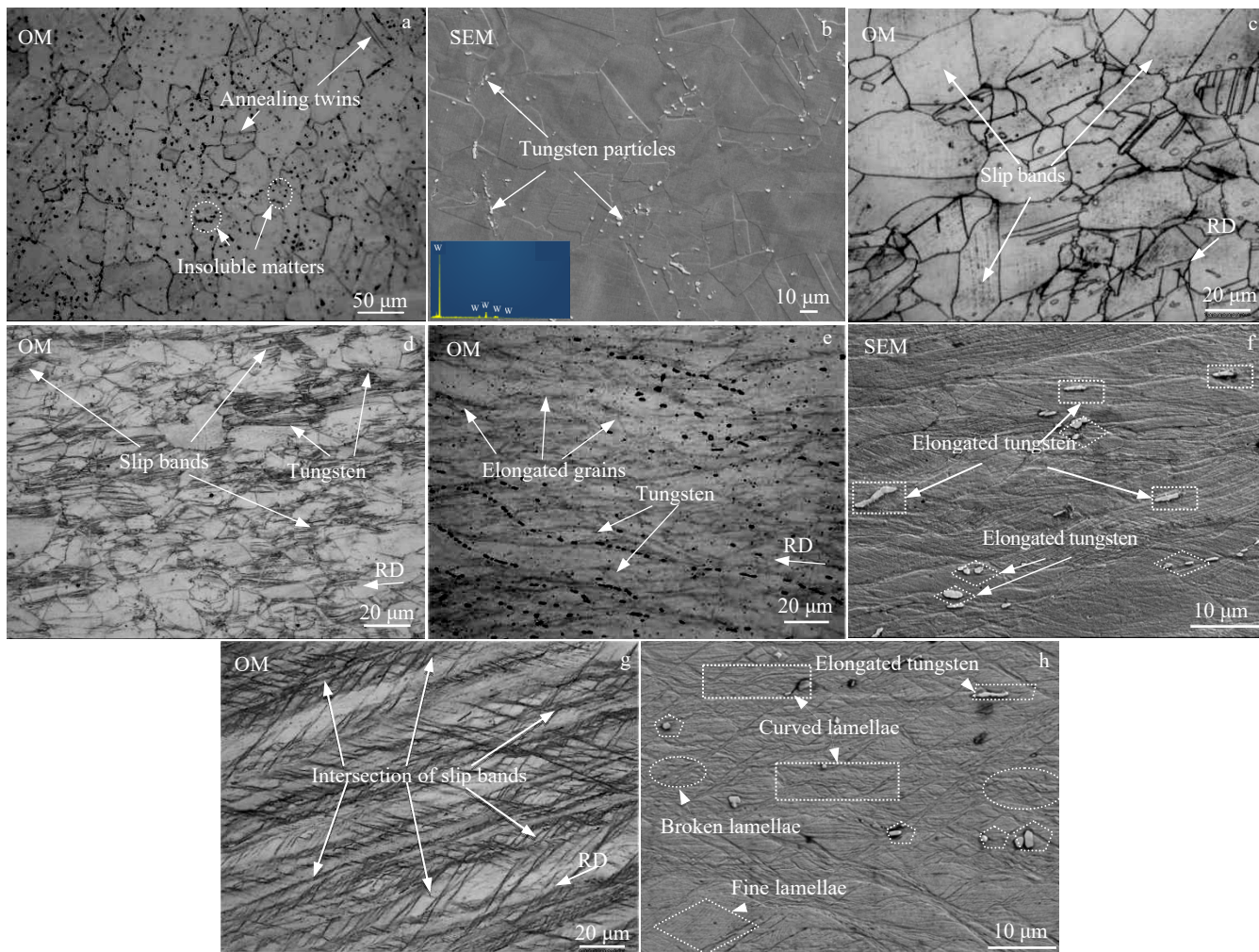


图 2 不同变形量下 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的微观组织

Fig.2 Microstructures of Ni-W-Co-Ta heavy alloy under different deformations and EDS spectrum of undissolved particle in Fig.2b: (a, b) undeformed, (c) 30%, (d) 50%, (e, f) 70%, and (g, h) 90%

电子衍射 (SAED) 花样呈现连续环状, 表明此时晶粒已经被显著细化至纳米量级。通过对多张暗场像的晶粒尺寸进行统计, 经过 90% 的冷轧制变形之后, 新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的晶粒尺寸约为 25.5 nm。

2.3 XRD 分析

图 4 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量下的 XRD 图谱, 表明新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金是一种以 Ni_{17}W_3 为基体的单相固溶体。随着变形量的增加, Ni_{17}W_3 所有晶面的衍射峰半高宽 (FWHM) 均出现不同程度的宽化现象, 以 (111) 晶面为例, 未发生变形时该晶面的衍射峰半高宽约为 0.305° , 变形量为 90% 时相应的衍射峰半高宽则迅速增至 1.18° 。与此同时, 从图 4b 局部放大图中还可看出, 经过冷变形之后所有晶面的衍射峰对应角度均随着变形量的增大逐渐向左偏移。类似的现象在奥氏体不锈钢^[22]、Al-4Mg-0.2Zr^[23] 冷变形的研究工作中同样被发现, 产生该现象的原因可归结为由微观应变累

积和晶粒细化所致。

使用 Williamson-Hall 方法^[24-25]对不同变形量下的累积微观应变进行计算, 计算结果如图 5 所示, 随着变形量的增大累积微观应变由 1.8×10^{-3} (未变形) 提升至 4.9×10^{-3} (90%), 且从图 3 微观组织的研究结果可知随着变形量的增大晶粒尺寸逐渐细化至纳米晶, 因此在该状态下, 衍射峰逐渐宽化及左移的现象也是由微观应变累积和晶粒细化共同导致。相应的位错密度数值则由平均晶粒尺寸和微观应变计算得出, 如式 (1)^[26]所示:

$$\rho = \frac{2\sqrt{3}(\varepsilon^2)^{\frac{1}{2}}}{Db}$$

(1)

其中: ε 表示微观应变; D 表示平均晶粒尺寸; b 表示柏氏矢量 (面心立方金属, 为晶格常数)。计算结果如图 5 所示。在变形量为 30% 时, 位错密度达到 $2.3 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, 而变形量增至 90% 时, 位错密度达到 $1.46 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 。随着

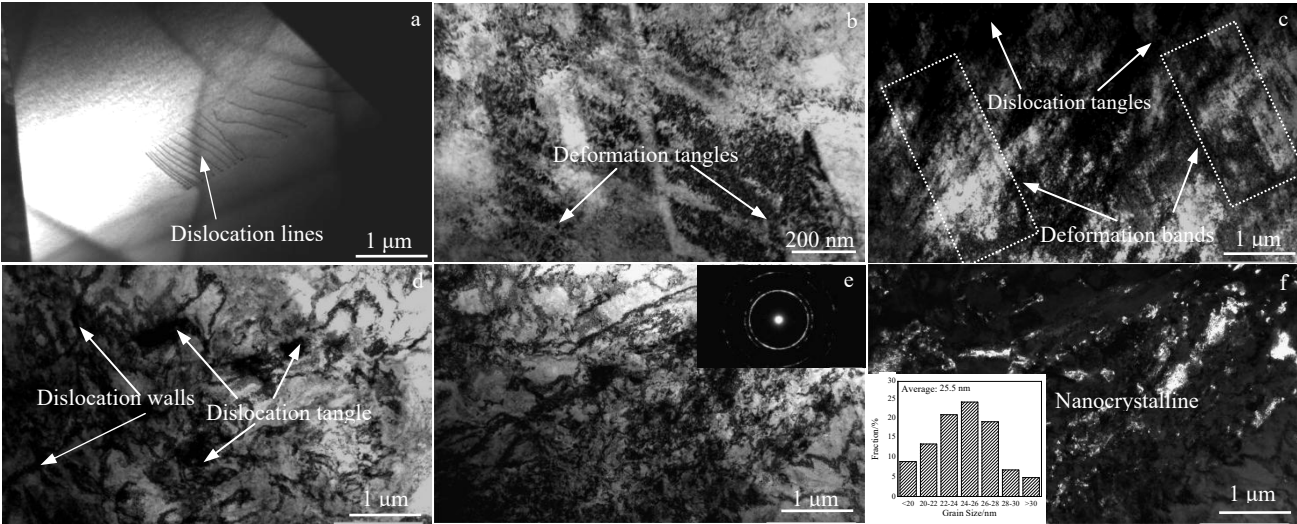


图 3 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量的 TEM 分析

Fig.3 TEM analysis of Ni-W-Co-Ta heavy alloys under different deformations: (a) undeformed, (b) 30%, (c) 50%, (d) 70% , (e) 90%, BF+SAED pattern, and (f) 90%, DF + nanocrystalline distributions

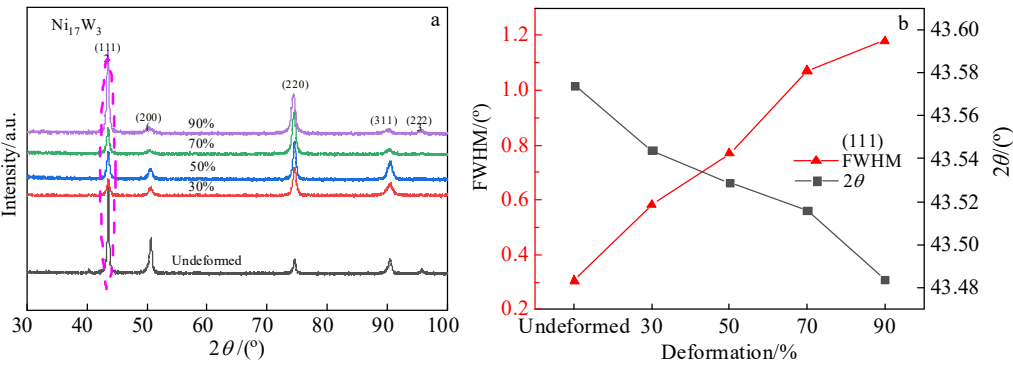


图 4 不同变形量下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的 XRD 图谱

Fig.4 XRD patterns (a) and the peak positions and FWHM of the representative (111) peak (b) for Ni-W-Co-Ta heavy alloys under different deformations

变形量的增大, 位错密度逐渐增加, 这与图 3 微观组织观察结果相一致。

2.4 EBSD 分析

图 6 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量下 EBSD 图。其中, 图 6a, 6d, 6g 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量下 IPF 图; 图 6b, 6e, 6h 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量下大小晶界角度分布图, 图中用绿色线表示小角度晶界 (取向差小于 15°), 黑色线表示大角度晶界 (取向差大于 15°); 图 6c, 6f, 6i 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量下局域取向错配图 (KAM)。KAM 图中不同颜色代表塑性变形程度的差异, 蓝色代表最小变形量。未发生变形时, 合金内部存在不同取向的等轴状晶粒, 晶粒内部存在少量的退火孪晶, 晶粒尺寸约为 $41\ \mu\text{m}$, 方差值为 15.8, 如图 6a 所示, 这与图 2a 中的金相组织形貌相一致。同时, 局域取向错配图(kernel average misorientation, KAM)呈蓝色, 新型 Ni-W-Co-Ta 高密合金的局域取向差主要在分布在局

域定向误差平均角度较小的区域, 如图 6c 所示。变形量达到 30% 时, 晶粒沿着轧制变形方向被拉长, 并出现大量的小角度晶界, 如图 6d 和 6e 所示。小角度晶界

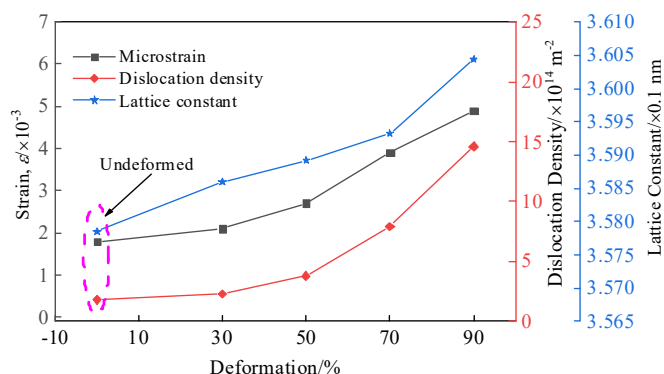


图 5 不同变形量下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的微观应变、位错密度与晶格常数

Fig.5 Microstrain, dislocation density, and lattice constant of Ni-W-Co-Ta heavy alloys under different deformations

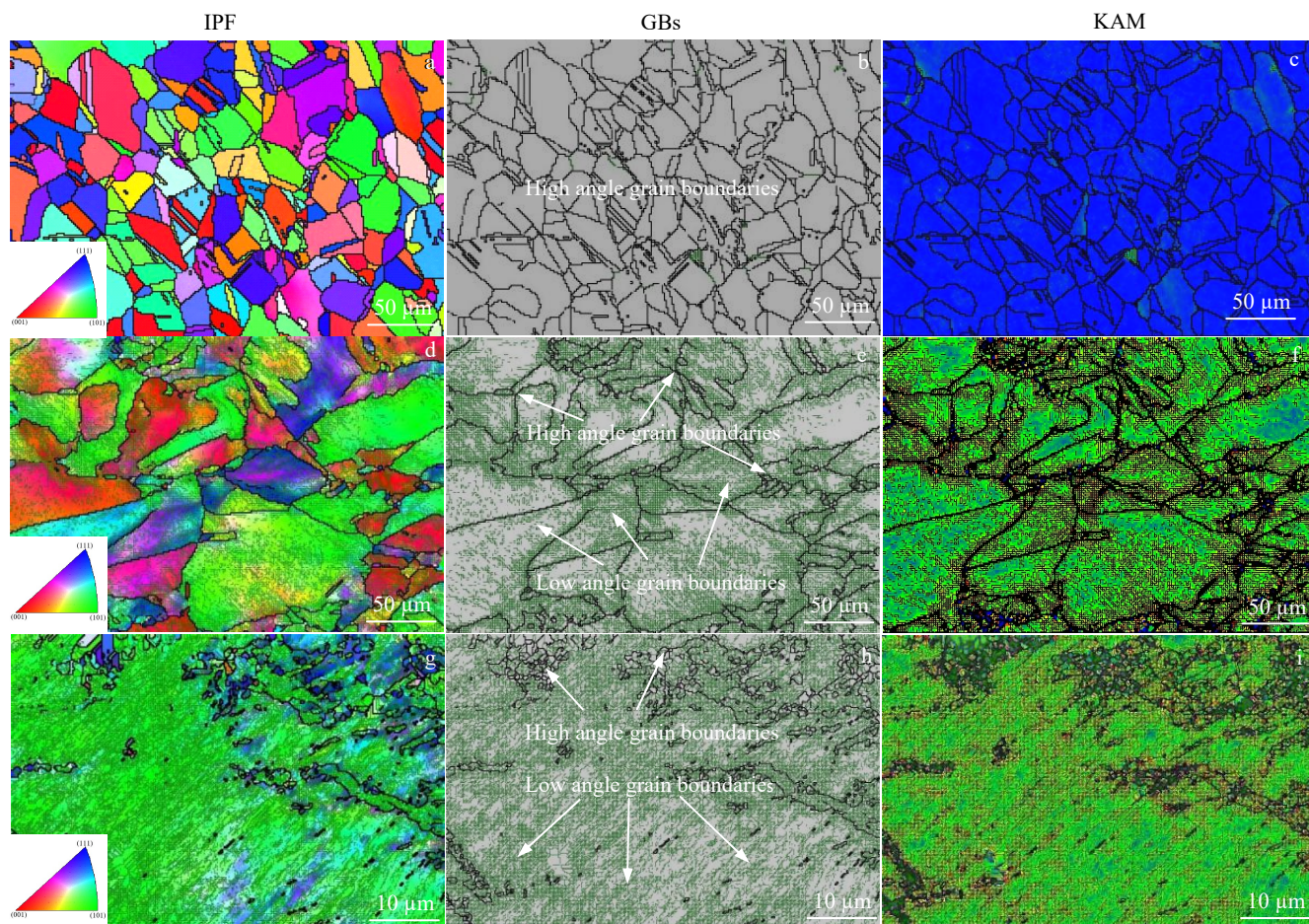


图 6 不同变形量下 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的 EBSD 图

Fig.6 EBSD maps (including IPF, GBs, and KAM) of Ni-W-Co-Ta heavy alloy undeformed (a-c), and under deformation of 30% (d-f) and 90% (g-i)

的产生其原因可归结为冷轧变形过程中产生大量位错，位错增殖形成高密度位错的同时发生位错重排，导致大量位错胞和位错壁的产生，这些位错结构即发展为小角度晶界^[27]。同时，在该变形量下局域取向错配图颜色呈绿色，这表明在该变形条件下试样的局域定向误差平均角度增加^[27]，如图 6f 所示。随着变形量增至 90%以后，晶粒得到完全的细化，晶粒取向逐渐趋于一致，如图 6g 所示。同时在变形量下小角度晶界明显增多，如图 6h 所示。从图 7 新型 Ni-W-Co-Ta 高密合金不同变形量下大小角度晶界分布直方图中可以看出在 90%的变形量下，小角度晶界的相对比例则增加至 91.2%。同时，在此变形条件下，局域取向错配图颜色加深呈现深绿色和少量的棕色，即表明新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金内的局域取向差分布的局域定向误差平均角度也随之增加，间接表明随着变形量的增大新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金内的位错密度逐渐增加（图 6i）。

2.5 力学性能

2.5.1 强度和伸长率

图 8 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金冷轧后的强度和伸长率。未发生变形时，材料的屈服强度和抗拉强度分别为 505 和 978 MPa，伸长率为 52.9%。变形量达到 90%时，屈服强度和抗拉强度迅速提高至 1806 和 1953 MPa，增幅分别高达 257.6%和 99.7%，而伸长率则降低至 9.1%。其原因可归结为随着变形量的增加，位错的增殖导致位错密度增加迅速，位错交互作用增强进而产生位错割阶、位错塞积等阻碍位错运动；晶粒尺寸细化的同时晶界显著增多，晶界处位错不断堆积形成更多的位错缠结，产生明显的应力集中现象。当局部应力集中程度足够大时，会激发相邻晶粒内产生新的位错以缓解晶界处的应力集中程度。所以随着晶粒的逐渐细化，材料中含有大量晶界对位错运动的阻碍作用增强^[30]。因此，在上述因素的

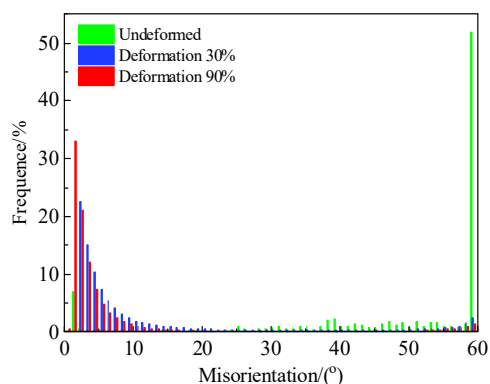


图 7 Ni-W-Co-Ta 高密合金不同变形量下大小角度晶界分布直方图
Fig.7 Distributions of high and low angle grain boundaries of Ni-W-Co-Ta heavy alloy under different deformations

共同作用下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金产生显著的加工硬化现象。

2.5.2 显微硬度

图 9 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金在不同变形量下的显微硬度值。在未发生变形前的硬度 HV 值为 2861.6 MPa，变形量增至 90%后的硬度 HV 值为 5233.2 MPa，与未变形前提高了 82.9%。在先前的研究中 Ren^[31]指出影响硬度的因素主要有晶粒尺寸、位错密度和位错的可滑动性。新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金在 90%的变形量下位错密度达到 $1.46 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ，位错之间交互作用显著增强，位错运动受到阻碍；与此同时，经过 90%的重度变形之后高密度合金的晶粒细化至 25.5 nm，晶界显著增多，晶界处位错不断堆积形成更多的位错缠结，位错的运动进一步被阻碍。因此，在上述因素的共同作用下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的硬度随着变形量的增加而逐渐增大。

2.6 断口形貌

图 10 为新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金不同变形量下的断口形貌。图 10a 表明未变形试样断口中存在着大量的韧窝，断口形貌呈现出典型的韧性断裂特征。当变形量达到 30%时（图 10b），尺寸较大的韧窝数量减少的同时出现了少量的解理面，还可以观察到部分未溶的钨脱落后形成数量众多的微小孔洞。变形量达到 50%时（图 10c），解理面面积增多，钨脱落现象加剧，伸长率持续下降。变形量达到 70%时（图 10d），解理面所占比例增多，钨脱落后形成较多的孔洞。变形量达到 90%时（图 10e），解理面所占面积进一步增多，断口形貌则由韧性断裂向韧性-准解理混合型断裂转变。对比图 2 和图 10 中发现，断口形貌中微孔洞的变化趋势与未溶钨颗粒的形态变化趋势相近，这也间接说明了微小孔洞的产生是由未溶钨单质颗粒脱落造成的。

3 分析与讨论

本研究表明新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金在冷轧变形时，具有以下微观组织变化规律：在变形程度较低时，微观结构主要由高密度位错及位错缠结构成，随着变形量的增加，高密度位错之间的交互作用加剧形成位错墙、位错胞，累积应变的持续增加促使亚晶的形成，最终导致晶粒细化至纳米量级。因此新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的塑性变形机制可总结为：在室温冷轧时塑性变形以位错滑移为主。位错密度的增加和晶粒细化将对新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的力学性能产生显著的影响。

研究表明固溶强化(σ_{ss})、位错强化(σ_D)、晶界强化(σ_{GB})和二次相强化(σ_{sp})是提高金属材料强度(σ)的主要方法^[32]。通常它们之间满足式（2）：

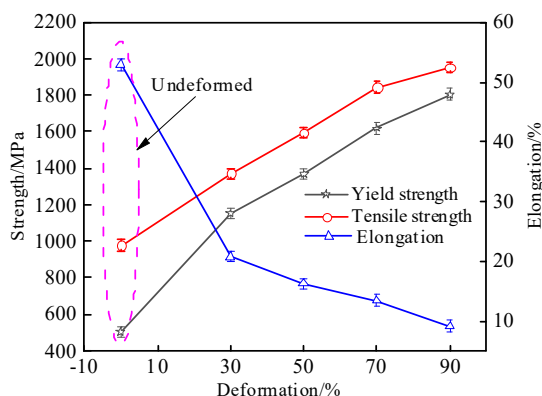


图 8 不同变形量下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的强度和伸长率

Fig.8 Strength and elongation of Ni-W-Co-Ta heavy alloys under different deformations

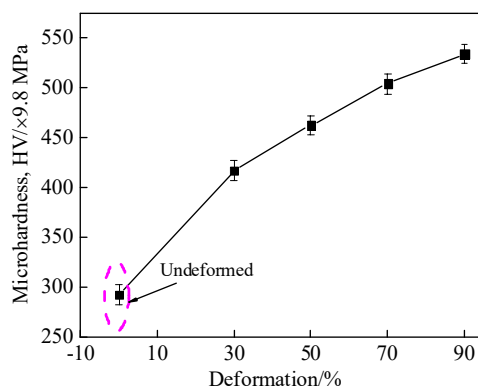


图 9 不同变形量下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的显微硬度

Fig.9 Microhardness of Ni-W-Co-Ta heavy alloys under different deformations

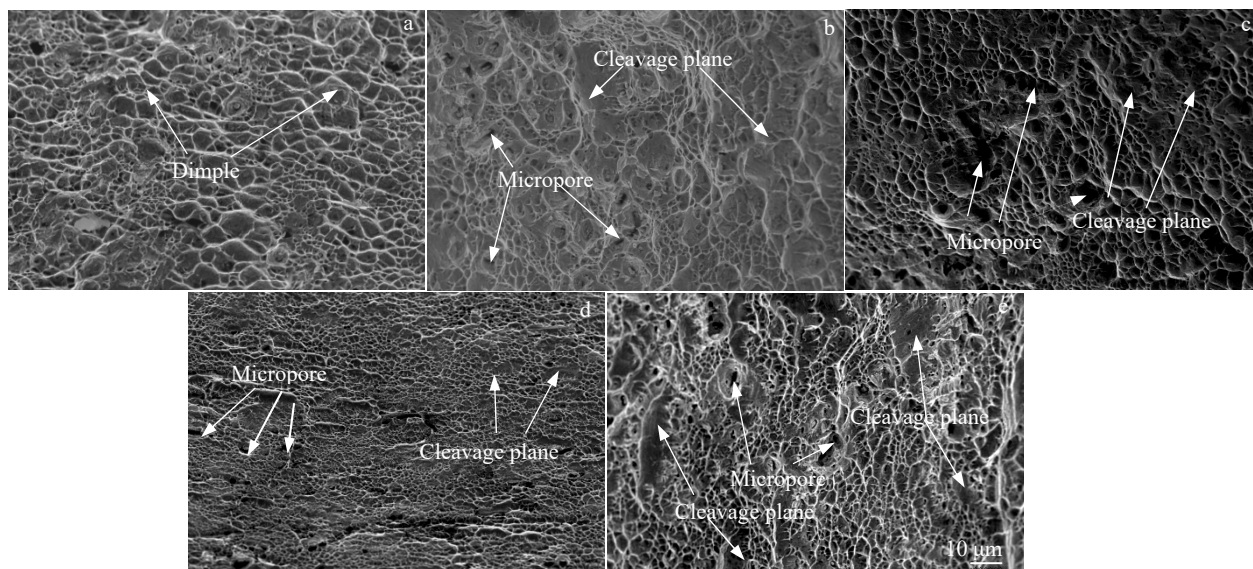


图 10 不同变形量下新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的断口形貌

Fig.10 Fracture morphologies of Ni-W-Co-Ta heavy alloys undeformed (a), and under deformation of 30% (b), 50% (c), 70% (d), and 90% (e)

$$\sigma = \sigma_{ss} + \sigma_D + \sigma_{GB} + \sigma_{SP} \quad (2)$$

针对本研究所用新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金,冷轧后观察到明显的应变硬化现象,其原因归结为冷轧时引入的高密度位错阻碍了位错的滑移,导致强度的增加。理论上位错强化效应可以根据泰勒硬化方程^[33]评估:

$$\sigma_D = M \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (3)$$

式中, M 表示泰勒因子, a 表示经验强度系数, ρ 是位错密度, G 表示剪切模量。

从式 (3) 可以看出,位错密度的增加将提高材料的强度,即表明随着应变的增加,位错强化在提高强度方面发挥了重要作用。本研究中以金属镍估算新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的位错强化效应,因此 M 、 a 和 G 分别取 0.3、0.24 和 80 GPa^{[34][35]}。通过式 (3) 计算可

知新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金在变形量达到 90% 时,位错强化效应约为 611 MPa。

此外,晶界强化对提升材料的强度也至关重要。通常,晶界强化效应主要与孪晶密度和孪晶厚度,晶粒/亚晶粒尺寸有关^[36]。根据 TEM 微观组织形貌 (图 3) 分析,新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金塑性变形后形变孪晶密度较低,这种低密度形变孪晶在阻碍位错运动上作用较低。因此,在新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金中晶界强化效应主要归结于晶粒细化,而孪晶界的晶界强化效应可忽略^[37]。理论上,晶界强化效应可通过 Hall-Petch 关系^[38]评估:

$$\sigma_{GB} = \sigma_0 + k_y d^{1/2} \quad (4)$$

式中, σ_0 为材料固有强度, k_y 为材料常数, d 表示晶粒尺寸。同样以金属镍估算新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金的晶界强

化效应, 因此 σ_0 和 k_y 分别取 22 MPa 和 $0.16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{-1/2}$ 。通过式 (4) 计算可知新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金在变形量达到 90% 时, 晶界强化效应约为 1038 MPa。综上所述, 新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金经 90% 冷轧变形后理论屈服强度为 1649 MPa, 与本实验数值相差 157 MPa, 其原因可归为以下两点: (1) Ni-W-Co-Ta 高密度合金作为一种新型金属材料, 目前相关基础研究数据极为匮乏, 因此仅计算位错强化和细晶强化对新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金力学性能的影响, 导致屈服强度理论数值较低, 而钨、钴、钽合金元素对其固溶强化的作用仍需后续研究进一步深入; (2) 本研究以金属镍相关数据代替新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金进行理论计算, G 、 σ_0 、 k_y 取值偏小, 导致理论屈服强度偏低。

4 结 论

1) 新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金经冷轧变形后滑移带呈现出 3 种典型的变形形貌: 平行于轧制方向时滑移带间距逐渐减小、垂直于轧制方向时滑移带发生破碎、与轧制方向呈一定角度的滑移带则呈现出不规则弯曲形态。类似的组织形态在未溶的钨单质中同样存在: 沿着轧制方向被显著拉长; 形成纺锤状, 并出呈现脱落的趋势。

2) 新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金塑性变形机制以位错滑移为主导, 位错交互作用加剧将 Ni-W-Co-Ta 高密度晶粒尺寸细化至纳米量级, 变形量为 90% 时晶粒尺寸约为 25.5 nm。

3) 晶粒细化和位错密度的增加导致新型 Ni-W-Co-Ta 高密度合金经过 90% 的冷轧之后, 硬度 HV 由未变形的 2861.6 MPa 提高到 5233.2 MPa, 增幅为 82.9%; 抗拉强度由 978 MPa 提高到 1953 MPa, 增幅为 99.7%; 屈服强度由 505 MPa 提高到 1806 MPa, 增幅为 257.6%。

4) 经过冷轧之后, 断口形貌由典型的韧性断裂 (未变形) 向韧性-准解理混合型断裂 (90% 变形) 发生转变。

参考文献 References

[1] Sharma V, Namburu S A S, Lalwani P *et al.* *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*[J], 2018, 76: 168

[2] Chuvildeeva V N, Nokhrina A V, Boldina M S *et al.* *Doklady Physics*[J], 2017, 62(9): 420

[3] Zuo Geng(左 更), Cui Nannan(崔楠楠), Li Xiaojie(李晓杰) *et al.* *Natural Resource Economics of China(中国国土资源经济)*[J], 2022, 35(10): 11

[4] Ye Lei, Han Yong, Fan Jinglian *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 846: 156 237

[5] Kiran U R, Venkat S, Rishikesh B *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 528: 389

[6] Prabhu G, Kumar N A, Sankaranarayana M *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 607: 63

[7] Senthilnathan N, Annamalai A R, Venkatachlam G. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 710: 66

[8] Li Y, Liu G Q, Hu X B *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2019, 162: 311

[9] Tian Sugui(田素贵), Du Hongqing(杜洪强), Wang Chuntao(王春涛) *et al.* *Journal of Aeronautical Materials(航空材料学报)*[J], 2006, 26(3): 16

[10] Zhang Sheng(张 胜), Wang Chunxu(王春旭), Jiang Qingwei(姜庆伟) *et al.* *Journal of Plasticity Engineering(塑性工程学报)*[J], 2019, 26(6): 213

[11] Liu Y, Yang C D, Liu M *et al.* *Materials Science and Engineering A* [J], 2017, 709: 115

[12] Sun S C, Mu J M, Jiang Z H *et al.* *Materials Science and Technology*[J], 2014, 30(2): 146

[13] Panigrahi S K, Jayaganthan R. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509(40): 9609

[14] Liao Wangning, Liao Xuefeng, Yang Yaohua *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 763: 138 068

[15] Ozan S, Lin J X, Zhang Y M *et al.* *Journal of Materials Research and Technology*[J], 2020, 9(2): 2308

[16] Fu Kunming, Wang Jiahao, Qiu Min *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2019, 21(5): 1 801 344

[17] Zharebtsov S, Yurchenko N, Shaysultanov D *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2020, 22(10): 2 000 105

[18] Zhou Tian, Xiong Yi, Yue Yun *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 766: 138 352

[19] Zheng Han, Fu Liming, Shan A D *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 824: 141 860

[20] Toribio J, Ovejero E. *Scripta Materialia*[J], 1998, 39(3): 3465

[21] Uejia R, Tsuji N, Minamino Y *et al.* *Acta Mater*[J], 2002, 50(16): 4177

[22] Xiong Y, He T T, Wang J B *et al.* *Mater Design*[J], 2015, 88(25): 398

[23] Selvan C C, Narayanan C S, Vigneshwaran S *et al.* *Materials Research Express*[J], 2019, 6(10): 106 505

[24] Shi Y F, Guo C J, Chen J S *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2021 826: 142 025

[25] Ma Y F, Xiong Y, Chen Z G *et al.* *Steel Research International*[J], 2021, 93(2): 2 100 434

[26] Cheng H, Wang H Y, Xie Y C *et al.* *Materials Science and Engineering*[J], 2017, 33(17): 2032

[27] Lim A T, Srolovitz D J, Haataja M. *Acta Materialia*[J], 2009, 57(17): 5013

- [28] Meng Yang(孟 杨), Ren Qun(任 群), Jun Xinhua(鞠新华). *Transactions of Metal Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2016, 35(11): 122
- [29] Konkova T, Mironov S, Korznikov A *et al. Acta Materialia*[J], 2010, 58(16): 5262
- [30] Chen Mingwei, Ma En, Hemker K J *et al. Science*[J], 2003 300(5623): 1275
- [31] Ren Fengzhang, Zhao Shiyang, Li Wuhui *et al. Materials Letters*[J], 2011, 65(1): 119
- [32] Han Zheng, Fu Liming, Ji Xinbo *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 824: 141 860
- [33] He B B, Hu B, Yen H W *et al. Science*[J], 2017, 357(6355): 1029
- [34] Cheng H, Wang H Y, Xie Y C *et al. Materials Science and Engineering*[J], 2017, 33(17): 2032
- [35] Li Lili, Han Ming. *Applied Physics A-Materials Science & Processing*[J], 2015, 119(3): 1101
- [36] Xie Mingwang, Huang Wei, Chen Huiming *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 851: 156 893
- [37] Wu X X, San X Y, Liang X G *et al. Mater Design*[J], 2013, 47: 372
- [38] Liu Shuo, Zhang Fuchen, Yang Zhinan *et al. Mater Design*[J], 2016, 93: 73

Effect of Cold Rolling on Microstructure and Properties of a Novel Ni-W-Co-Ta Heavy Alloy

Shu Kanghao¹, Xiong Yi^{1,2}, Li Yong³, Zhang Xin¹, Yin Litao⁴, Ren Fengzhang^{1,2}

(1. School of Materials Science and Engineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471023, China)

(2. Collaborative Innovation Center of New Nonferrous Metal Materials and Advanced Processing Technology Jointly Established by the Ministry of Science and Technology, Luoyang 471023, China)

(3. Special Steel Institute, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

(4. CITIC Heavy Industries Co., Ltd, Luoyang 471039, China)

Abstract: Novel Ni-W-Co-Ta heavy alloys were cold rolled at room temperatures to characterize the microstructural evolution and mechanical properties by optical microscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, X-ray diffractometry, electron back scattered diffraction, tensile testing and microhardness testing. The results show that equiaxial grains are elongated along the rolling direction and a fibrous texture can be observed with an increase in deformation, in which a large number of slip bands are generated to coordinate the intensive plastic deformation. The sharp increase in dislocation density significantly promotes the dislocation interaction, which, in turn, refines the grain size down to 25.2 nm. After 90% severe plastic deformation, the tensile strength is increased to 1953 MPa, the yield strength to 1806 MPa, the hardness HV to 5233.2 MPa and the elongation is sharply decreased to 9.1%. The fracture morphology changes from a typical ductile fracture to quasi-cleavage and ductile mixed fracture.

Key words: Ni-W-Co-Ta heavy alloys; cold rolling; microstructure; mechanical properties; fracture morphology

Corresponding author: Xiong Yi, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471023, P. R. China, Tel: 0086-379-64231269, E-mail: xiongyi@haust.edu.cn