

预应变处理对新型镍基高温合金高温拉伸性能的影响

单宣铭^{1,2}, 高钰璧^{1,2}, 王兴茂^{1,2}, 丁雨田^{1,2}

(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: 采用EBSD、SEM和TEM研究了预应变处理(10%~50%)对新型镍基高温合金微观组织和高温(600℃)拉伸性能的影响。结果表明, 预变形在合金中预制了大量的位错和层错亚结构, 并且合金在600℃的强度随预变形量的增加呈单调增加趋势, 而合金的延伸率随预变形量的增加呈现先降低后增加的趋势。同时, 当预变形量为50%时, 合金试样的屈服强度增加至1516 MPa, 极限抗拉强度为1677 MPa, 断后伸长率为2.47%。此外, 强度的提升主要归因于位错与 γ' 相、层错以及不同(111)面上的层错相交形成的L-C锁交互作用, 这为高性能镍基高温合金调控提供了一种新的强化方法。

关键词: 新型镍基高温合金; 预应变处理; 微观组织; 力学性能; 强化机制

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2025)06-1527-08

1 引言

镍基高温合金因其优异的高温强度、蠕变抗力、疲劳性能和抗氧化/腐蚀性能等被广泛应用于航空发动机和燃气轮机的热端转动部件^[1]。随着现代工业的发展, 对于热端部件用镍基高温合金的高温力学性能和承温能力提出了越来越高的要求^[2]。通常, 镍基高温合金的强化方式主要包括固溶强化、沉淀强化和晶界强化。合金元素的加入能够带来显著的固溶强化效应和形成 γ' 相产生沉淀强化效应^[3], 成为镍基高温合金的有效强化方式。然而, γ' 相体积分数过高(大于50%)或者固溶强化元素添加过多时, 又会导致元素偏析倾向增加、热加工窗口变窄, 导致合金的加工性能降低^[4-7]。因此, 在合金中引入新的强化机制替代部分的合金化, 并开发出兼具良好高温力学性能和加工性能的新型高温合金成为亟需解决的问题。

针对上述问题, 本课题组设计了一种具有低层错能(Co含量为20wt%)和适量 γ' 相体积分数的新型镍基高温合金, 命名为20Co合金, 并对新型镍基变形高温合金热变形与动态再结晶行为、形变热处理、微观组织调控和力学性能进行了相关研究^[8-12]。以期通过界面调控的方法在合金中引入高密度的低能界面(层错和纳米孪晶), 来达到提高合金高温力学性能的目的。目前的研究结果表明, 层错能的降低能够促进层错和纳米孪晶的形成, 从而提高合金的屈服强度和持久寿命^[13]。此外, 预应变处理

能够对镍基高温合金的微观组织、变形机制和力学性能产生重要影响。Yang等^[14]发现, 新型镍基高温合金经室温预应变处理后, 主要预制了位错、滑移带和孤立的层错。当变形量增加到6%时, 不同方向的层错相交, 在交叉处形成L-C锁。Zhu等^[15]研究了预应变处理对镍钴基变形高温合金力学性能的影响。结果表明, 预应变处理提高了合金在23和760℃时的屈服强度。Zhu等^[16]研究了预应变处理对IN718合金力学性能的影响, 合金的强度会随着预变形量的增加而增加。因此, 有必要研究预应变处理对新型镍基高温合金微观组织和高温力学性能的影响规律。

基于此, 本实验以低层错能新型镍基变形高温合金为研究对象, 通过室温轧制对合金进行不同变形量(10%~50%)的预应变处理, 预应变处理后的合金在600℃下进行了力学性能测试, 分析了预应变处理的作用以及强化机制对性能的影响。这些结果对优化镍基高温合金的性能具有一定的指导意义。

2 实验

本实验用新型镍基高温合金的化学成分见表1。采用真空感应熔炼(VIM)和电渣重熔(ESR)工艺制备了高温合金铸锭。铸锭经过均匀化后, 锻造成直径为55 mm的棒材, 预变形试样从锻棒径向切取。

通过线切割和机械抛光制备尺寸为50 mm×20 mm×4 mm的试样, 在室温下使用二辊轧机进行预应变处理。

收稿日期: 2024-06-20

基金项目: 国家重点研发计划(2017YFA0700703); 2023年兰州理工大学红柳优秀青年人才支持计划

作者简介: 单宣铭, 男, 1999年生, 硕士生, 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: leafcf@163.com

表1 新型镍基高温合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of novel Ni-based superalloy (wt%)

Co	Cr	W	Al	Ti	Nb	C	Ni
20.0	16.5	5.0	2.5	2.5	2.5	0.02	Bal.

预变形量分别控制到10%、20%、30%、40%和50%。

将经过预应变处理后的试样制备成如图1所示的拉伸试样。使用 Instron 5582 双立柱电子万能试验机在600 °C下对5个拉伸试样进行拉伸试验,应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$,得到每个试样的应力-应变关系。

采用 JEOL JSM 7200F 扫描电子显微镜(SEM)对合金中的 γ' 相的形貌和尺寸分布进行分析和表征。使用电子背散射衍射(EBSD)以及 Channel 5 软件对合金的晶粒分布和位错密度进行分析。此外,采用 FEI Titan Cube 80-300 透射电子显微镜进行了 TEM 和 SAED 分析,其工作电压为200 kV。

3 结果与分析

3.1 预应变处理后合金的微观结构

图2为不同预变形量处理后合金试样的EBSD图和 γ' 相形貌、尺寸图。图2a₁~2a₅为合金试样的EBSD图。图2b₁~2b₅为合金试样的 Kernel 平均取向差(KAM)图和几何必须位错(GND)密度分布图。KAM是EBSD分析中每个像素与其周围像素之间的平均取向差,它可以表征局部取向差,并反映材料中GND密度^[17]。随着预变形量的增加,试样的晶粒内和晶界处的KAM值增加,表明随着预应变量的增加合金晶粒内部和晶界处出现应力集中现象。为了进一步研究不同预变形量下合金试样的位错密度变化,采用EBSD进行GND分析,表征了不同预变形量的合金试样中的位错密度分布。随着预变形量的增加,合金试样的GND密度由 $0.41 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 增加到 $2.12 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 。图2c₁~2c₅为不同预变形量下合金试样的 γ' 相形貌。 γ' 相的形貌是球形的,经过不同的预应变处理后均匀分布在 γ 基体上。 γ' 相的尺寸分布在62.7~63.2 nm的范围内,在预变形过程中 γ' 相的形貌和尺寸没有明显

变形,如图2d₁~2d₅所示。

3.2 预应变合金试样的高温拉伸性能

图3a为不同预应变合金试样在600 °C下的工程应力-应变曲线,相应的屈服强度、极限抗拉强度和断后伸长率如图3b所示。由图3a可知,不同预应变合金试样在600 °C变形过程中出现了锯齿流变现象,这可能与合金的微观结构有关。同时,随预变形量的增加,合金试样的屈服强度和极限抗拉强度均显著增加,呈单调增加趋势,但断后伸长率呈先降低后增加的趋势。当预变形量为50%时,合金试样在600 °C的屈服强度为1516 MPa,极限抗拉强度为1677 MPa,断后伸长率为2.47%。

3.3 高温拉伸后的不同预应变合金试样的 γ' 相形貌和尺寸分布

图4为10%和50%预变形量的合金试样在600 °C下进行拉伸实验后的 γ' 相的形貌和尺寸分布。可以看出, γ' 相的形貌是球形的,经过10%和50%两种不同的预变形量处理后仍均匀分布在 γ 基体上,如图4a₁、4a₂所示。 γ' 相的尺寸分布在65.8~66.3 nm的范围内,如图4b₁、4b₂所示。 γ' 相的形貌、分布和尺寸大小对新型镍基高温合金的力学性能具有相当显著的影响。如图2c₁~2c₅、2d₁~2d₅和图4a₁、4a₂、4b₁、4b₂所示,拉伸试验前后 γ' 相的形貌、分布和尺寸大小没有发生明显的变化。通常认为, γ' 相的粗化速率是由溶质扩散来决定的^[18]。这说明短时间热-力耦合条件无法实现 γ' 相形成元素的扩散,因此认为 γ' 相在本研究条件下展现出比较高的稳定性。

3.4 高温拉伸后的不同预应变合金试样的EBSD图像和位错密度分布

图5为10%和50%预变形量的试样在600 °C下进行拉伸实验后的EBSD图像和GND密度分布图。塑性变形过程中晶界的演变与位错运动、增殖以及其与晶界的相互作用有关。在10%预变形量的合金试样中,KAM分布相对均匀,说明没有显著的位错增长和应变增加,如图5b₁所示。在50%预变形量的试样中,可以在晶界和晶粒内部观察到高KAM,表明位错密度很高,如图5b₂所示。KAM的分布也表明了GND密度随预变形量的增加而增加。

图6为新型镍基高温合金在600 °C下进行拉伸试验前后,GND密度的比较。在10%预变形量的条件下,拉伸变形后的试样的GND密度约为 $0.98 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$,相较于预应变试样的 $0.41 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 而言,GND密度有所增加,这表明位错的增长率高于湮灭率,导致了GND密度的增加。在50%预变形量的条件下,拉伸变形后的试样的GND密度约为 $1.57 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$,预应变试样的GND密度约为 $2.12 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 。表明位错的增长率低于湮灭率,导致了GND密度的降低。在高温塑性变形过程中预制位错会进行回复,这会造成拉伸实验前后GND密度的差异逐

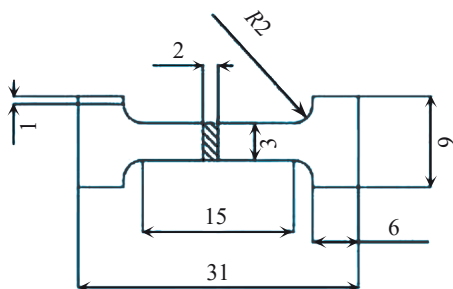


图1 高温拉伸试样尺寸示意图

Fig.1 Schematic diagram of high-temperature tensile specimen

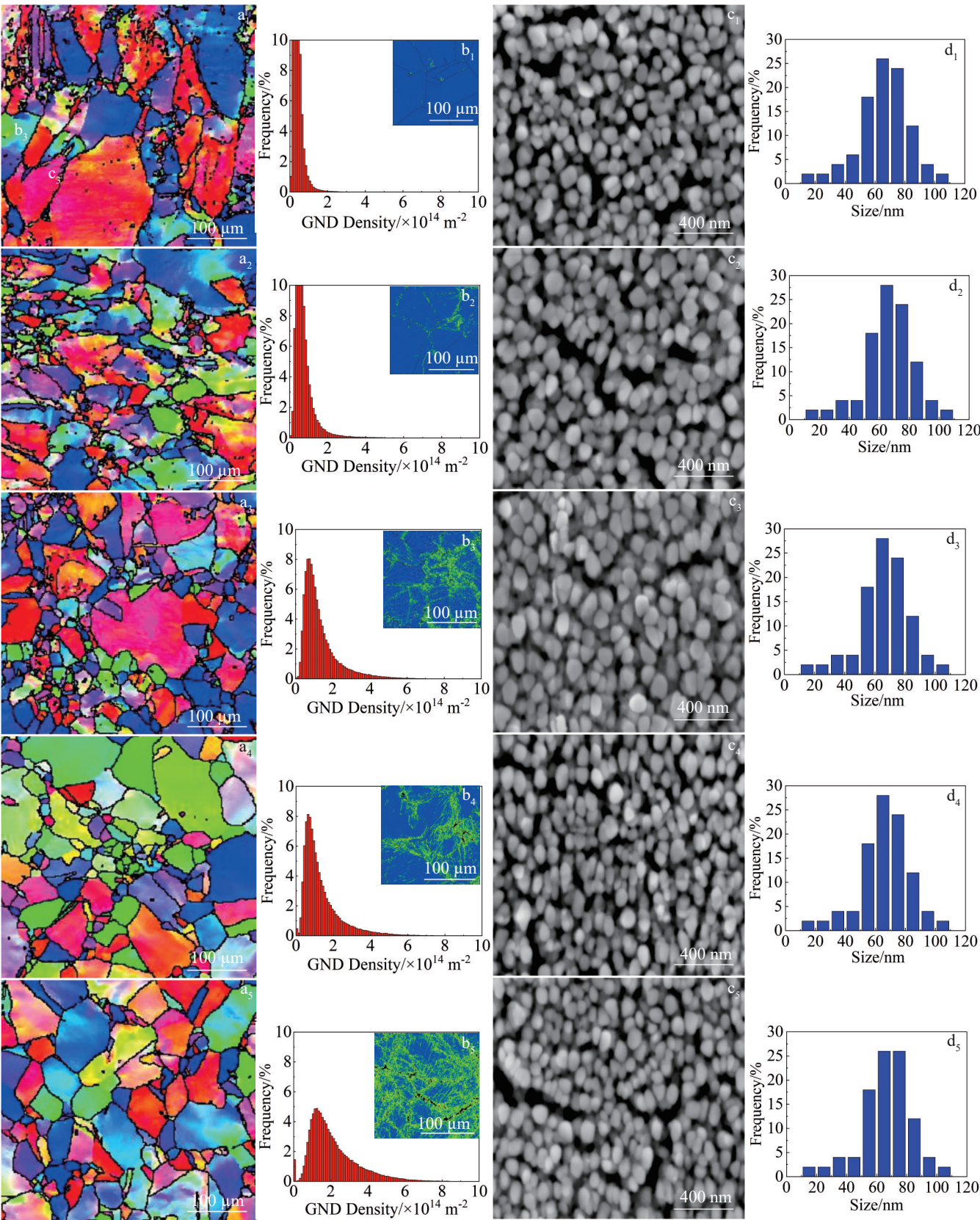


图2 预应变处理后新型镍基高温合金的初始微观结构

Fig.2 Initial microstructures of novel Ni-based superalloy after pre-strain treatment: (a₁–a₅) EBSD maps of specimens with 10%–50% pre-deformation, (b₁–b₅) KAM maps and GND density maps of specimens with 10%–50% pre-deformation, (c₁–c₅) morphologies of γ' particles of specimens with 10%–50% pre-deformation, and (d₁–d₅) size distribution of γ' particles of specimens with 10%–50% pre-deformation

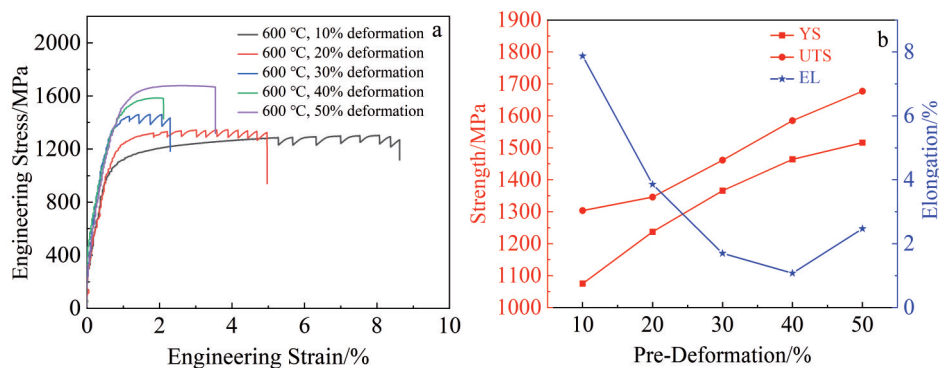


图3 预应变试样在 600 °C 下的拉伸性能

Fig.3 Tensile properties of pre-strain specimens at 600 °C: (a) engineering stress-engineering strain curves and (b) yield strength (YS), ultimate tensile strength (UTS), and elongation (EL) as a function of pre-deformation

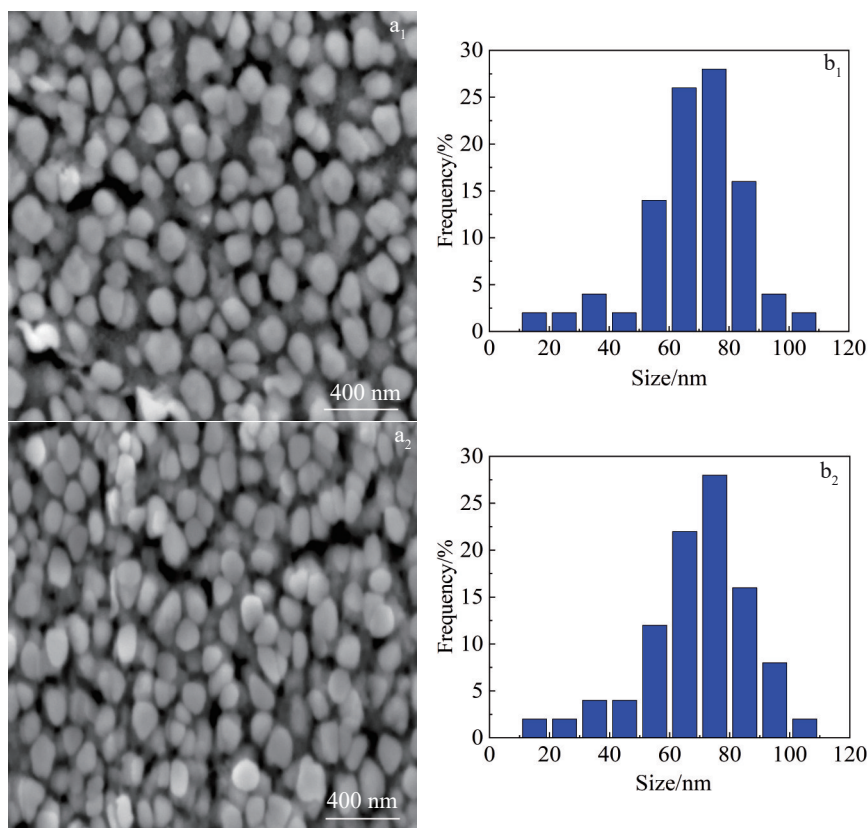


图4 不同预变形量的试样在 600 °C 下断裂区附近的 γ' 相形貌和尺寸分布

Fig.4 Morphologies (a₁-a₂) and size distribution (b₁-b₂) of γ' phase near fracture zone of specimens with different pre-deformation 600 °C

渐缩小^[19-21]。随着预变形量的增加,在新型镍基高温合金中预制的位错密度就越高,在高温塑性变形过程中,位错的湮灭率就越高。

3.5 断口形貌

图7为不同预变形量下试样的拉伸断裂形态。可以观察到10%预变形量的试样的断裂方式为韧性断裂,大量的韧窝存在。随预变形量的增加,试样中的韧窝逐

渐减少,塑性下降。而在50%变形量下,试样中的韧窝相较40%变形量时增加了一些,试样的塑性也随之增加。

3.6 高温拉伸后合金试样的TEM图像

为了解预变形量对新型镍基高温合金变形机理的影响,采用TEM研究了试样在不同预变形量下的变形微观结构。图8为10%预变形量试样的拉伸断裂后的TEM

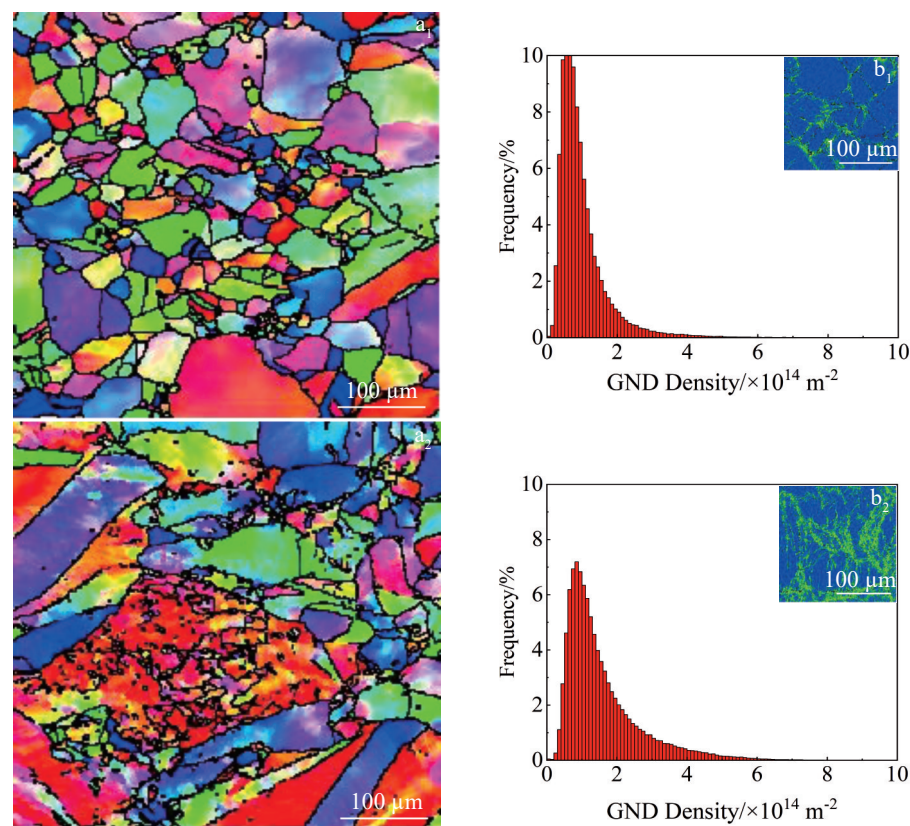


图 5 不同预变形量的试样在 600 °C 下断裂区附近的 EBSD 图像 KAM、GND 分布图

Fig.5 EBSD maps (a_1 – a_2), KAM maps and GND maps (b_1 – b_2) near fracture zone of specimens with different pre-deformation at 600 °C: (a_1 – b_1) 10%; (a_2 – b_2) 50%

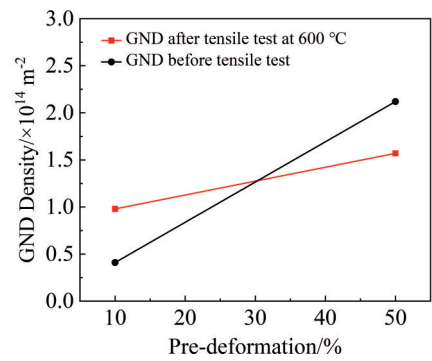


图 6 新型镍基高温合金在 600 °C 下进行拉伸试验前后 GND 密度比较

Fig.6 Comparison of GND density of novel Ni-based superalloy specimens before and after tensile test at 600 °C

图像。在试样中观察到大量相互平行的层错(SF),如图 8a 箭头所示,层错的平均长度约为 80.16 nm。在高分辨率透射电镜(HRTEM)图像中观察到平行且孤立的层错(见图 8c)^[22]。

图 9 为 50% 预变形量试样拉伸断裂后的 TEM 图像。在 50% 预变形量的试样中,层错的数量明显增加,并且

对位错运动的影响更加明显(见图 9a)。层错的平均长度约为 102.83 nm。此外,在高分辨率透射电镜(HRTEM)图像中,不同堆垛方向的层错在 70.5°相交,观察到相交的 SF 和 Lomer-Cottrell(L-C)锁,如图 9c 所示。这是因为位错累积引起的 γ/γ' 界面应力集中达到临界值,因此 $a/2\langle 110 \rangle$ 位错将解离成两个 $a/6\langle 112 \rangle$ Shockley 部分和一个层错。当两个滑移系统上的 Shockley 部分相遇并相互作用时,将形成 L-C 锁^[22]。可以看出随着预应变程度的增加,结构中的层错长度增加,密度增大。而且不同堆垛方向的层错在 70.5°相交并形成 L-C 锁^[23],有利于提高新型镍基高温合金的屈服强度和极限抗拉强度。

4 讨论

本研究中新型镍基变形高温合金是以 γ' 相沉淀强化的,其强化机制主要有固溶强化、沉淀强化、晶界强化,以及预应变引入的位错和层错的额外强化。首先,合金中 Co、Cr、Mo、W 等元素固溶于 γ 基体中,同时引起点阵畸变,增加位错运动的阻力,从而获得强化效果^[3]。其次,合金中 Al、Ti、Nb 元素是 γ' 相的形成元素,这些元素会促进 γ' 相的析出,并使其均匀分布在 γ 基体中,如图 2c₁~2c₅

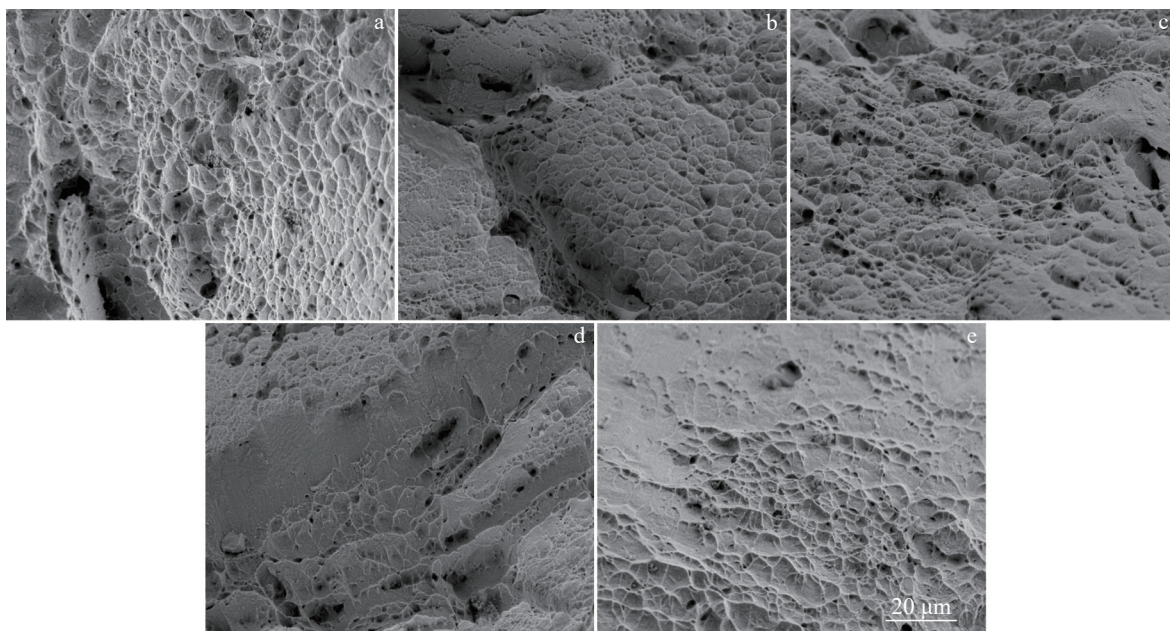


图7 不同预变形量试样的拉伸断裂形貌

Fig.7 Tensile fracture morphologies of specimens with different pre-deformation: (a) 10%, (b) 20%, (c) 30%, (d) 40%, and (e) 50%

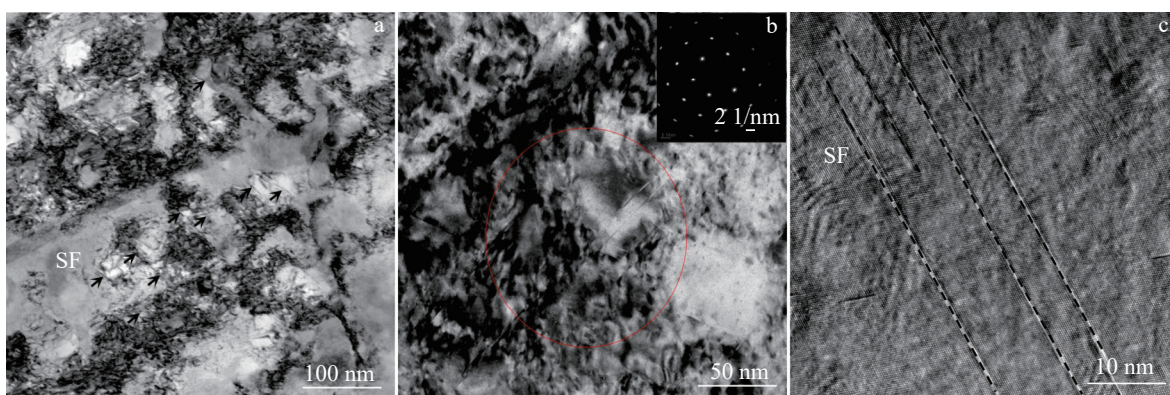


图8 10%预变形量的试样在 600 °C 拉伸断裂后的 TEM 图像

Fig.8 TEM images of 10% pre-deformed specimen after fracture at 600 °C: (a, b) SFs and (c) HRTEM map

所示,在高温拉伸变形过程中与位错交互作用,如位错切割 γ' 相形成的反相畴界导致的反相畴有序强化以及当应力达到位错分解的临界应力时, γ 基体中的 $a/2\langle 110 \rangle$ 位错将分解为 γ/γ' 界面的 $a/6\langle 112 \rangle$ Shockley位错,切割 γ' 相并形成孤立的层错^[22,24]。再次,合金中大量的晶界阻碍位错运动,从而获得晶界强化效果。晶界强化对合金屈服应力的贡献可以用传统 Hall-Petch 公式表示^[25]:

$$\sigma_{GB} = kd^{-1/2} \quad (1)$$

式中, k 表示Hall-Petch系数, d 表示为晶界时的平均晶粒尺寸(μm)。最后,预变形过程在合金中预制了高密度的位错。这些预制的位错大量堆积,并且在晶粒中形成了较高的位错密度,这是因为在预拉伸处理之前,大量的 γ' 相分散在合金的微观结构中,阻碍位错运动,导致它们堆

积在 γ' 相的周围^[26]。且位错密度随变形量的增加而增加,如图2b₁~2b₅和图10所示。所以在拉伸变形的过程中,未回复的预制位错可以阻碍位错的运动,提高合金的屈服强度。此外,在预应变处理后在合金中预制了大量的层错,这些层错在拉伸变形过程中阻碍位错的运动,从而提高合金的强度。因此,在600 °C的拉伸变形过程中,其屈服强度的贡献主要有固溶强化、 γ' 相沉淀强化、晶界强化以及预制的位错和层错强化的共同作用。

5 结 论

1) 新型镍基高温合金在经过预应变处理后,在合金中预制了大量的位错和层错亚结构。当预变形量增加到50%时,不同堆垛方向的层错在70.5°相交,形成了L-C

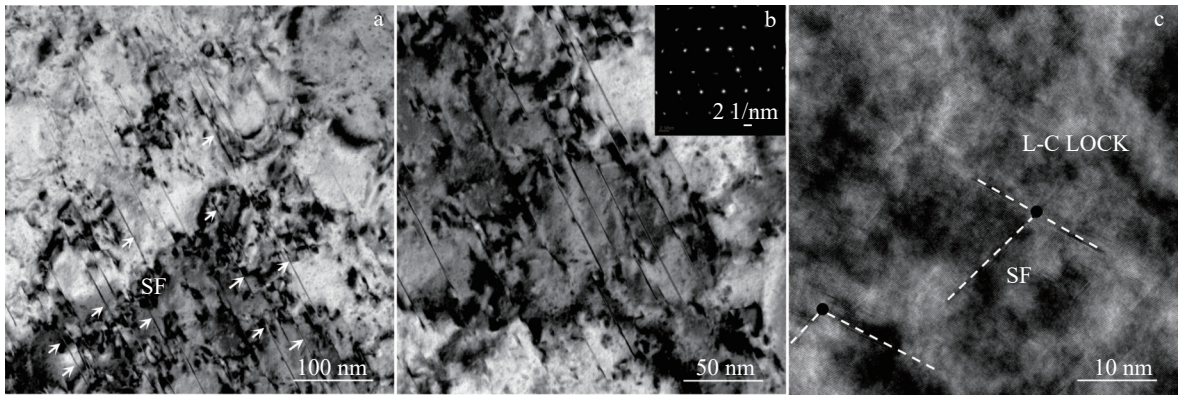


图9 50%预变形量的试样在600℃拉伸断裂后TEM照片
Fig.9 TEM images of 50% pre-deformed specimen after fracture at 600 °C: (a, b) SFs and (c) HRTEM map

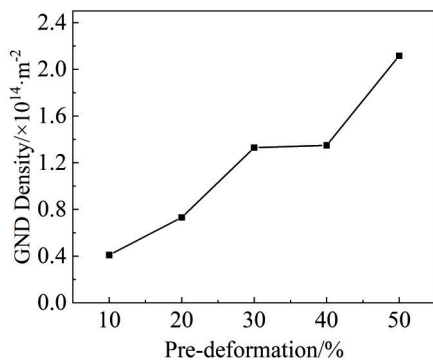


图10 不同预变形量试样位错密度
Fig.10 GND density of specimens with different pre-deformation

锁,进一步提高了新型镍基高温合金的屈服强度和极限抗拉强度。

2)新型镍基高温合金在600℃的拉伸变形过程中的强度随预变形量的增加而增加。在50%预应变处理后的综合力学性能最好。试样的屈服强度为1516 MPa,极限抗拉强度为1677 MPa,断后伸长率为2.47%。

3)新型镍基高温合金在600℃时的拉伸强度的提升主要归因于位错与 γ' 相、层错以及不同(111)面上的层错相交形成的L-C锁交互作用。

参考文献 References

[1] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys*(高温合金材料学)[M]. Beijing: Science Press, 2008
[2] Dong Jianxin(董建新). *Ordnance Material Science and Engineering* (兵器材料科学与工程)[J], 1996, 19(2): 46
[3] Tang Zengwu(唐增武), Li Jinshan(李金山), Hu Rui(胡锐) *et al. Materials Reports*(材料导报)[J], 2012, 26(16): 1
[4] Jiang He(江河), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) *et al. Aeronautical Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2021, 64(Z1): 62

[5] Jennifer L W C, Michael W K, Michael D U *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 605: 127
[6] Li Xiuyan, Lu K. *Nature Materials*[J], 2017, 16(7): 700
[7] 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
[8] Wang Xingmao, Ding Yutian, Bi Zhongnan *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2023, 52(2): 517
[9] Ding Yutian(丁雨田), Wang Tao(王涛), Wang Xingmao(王兴茂) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(7): 2549
[10] Wang Tao, Ding Yutian, Wang Xingmao *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2023, 52(5): 1555
[11] Kong Weijun(孔维俊), Ding Yutian(丁雨田), Wang Xingmao(王兴茂) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(8): 2859
[12] Zhen Bing(甄炳), Kong Weijun(孔维俊), Gao Yubi(高钰璧) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(2): 563
[13] Tian Chenggang, Tao Xipeng, Xu Ling *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2021, 50(10): 3532
[14] Yang Cheng, Hu Rui, Wang Xingmao *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2023, 874: 145063
[15] Zhu C Z, Zhang R, Cui C Y *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 905: 164167
[16] Zhu Jiajia, Yuan Wuhua. *Metals*[J], 2021, 11(4): 614
[17] Ruggles T J, Fullwood D T, Kysar J W. *International Journal of Plasticity*[J], 2016, 76: 231
[18] Safari J, Nategh S, Mclean M. *Materials Science and Technology*[J], 2006, 22(8): 888
[19] Young C T, Headley T J, Lytton J L. *Materials Science and Engineering A*[J], 1986, 81: 391
[20] Causey A R. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1976, 61(1): 71
[21] Xie Guang, Zhang Jian, Lou Langhong. *Progress in Natural Science: Materials International*[J], 2011, 21(6): 491
[22] Fan Lei, Yang Tao, Zhao Yilu *et al. Nature Communications*[J],

- 2020, 11(1): 1
[23] Qi Dongqing, Fu Baidong, Du Kui *et al. Scripta Materialia*[J], 2016, 125: 24
[24] Kelly A, Nicholson R S. *International Materials Reviews*[J], 1971, 17(1): 147
[25] Thompson A W. *Acta Metallurgica*[J], 1977, 25(1): 83
[26] Wang Xingmao, Ding Yutian, Yu Hongyao *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 847: 143319

Effect of Pre-Strain Treatment on High Temperature Tensile Properties of A Novel Ni-Based Superalloy

Shan Xuanming^{1,2}, Gao Yubi^{1,2}, Wang Xingmao^{1,2}, Ding Yutian^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Advanced and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

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

Abstract: The effects of pre-strain treatment (10%–50%) on microstructure and tensile properties of a novel Ni-based superalloy at high temperature (600 °C) were studied by EBSD, SEM and TEM. The results show that a large number of dislocation and stratification substructures are prefabricated in the alloy, and the strength of the alloy at 600 °C increases monotonically with the increase in the pre-deformation amount, while the elongation of the alloy decreases first and then increases. At the same time, when the pre-deformation amount is 50%, the yield strength of the alloy sample increases to 1516 MPa, the ultimate tensile strength is 1677 MPa, and the elongation after fracture is 2.47%. In addition, the strength improvement is mainly attributed to the L-C lock interaction formed by the intersection of the dislocation with the γ' phase, the stacking fault, and the lamination fault on different (111) planes, which provides a new strengthening method for the regulation of high performance Ni-based superalloys.

Key words: novel Ni-based superalloy; pre-strain treatment; microstructure; mechanical properties; reinforcement mechanism

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