

中温形变热处理对新型镍基高温合金组织和力学行为的影响

甄 炳^{1,2}, 孔维俊^{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 和准静态室温单轴拉伸试验研究了不同中温形变热处理工艺与新型镍基高温合金微观组织和室温力学性能之间的关系。结果表明, 新型镍基高温合金经中温形变热处理后可明显提高退火孪晶的长度分数, 最高可达 40.6%。退火孪晶的形成主要以晶粒的“生长意外”机制为主。同时, 相比于固溶+双级时效处理试样的力学性能(屈服强度 $\sigma_y=1018$ MPa, 延伸率 $\epsilon_f=17.44\%$), 合金在 750 °C 轧制变形 30% 后在 1120 °C 退火 30 min 并经双级时效处理, 其 σ_y 可提高 499 MPa, 为 1517 MPa, 而其 ϵ_f 仅降低了 4.69%。在 750 °C 轧制变形 50% 后在 1120 °C 退火 30 min 并经双级时效处理, 其 σ_y 可提高 352 MPa, 为 1370 MPa, 而其 ϵ_f 基本保持不变。这种强度的升高主要归因于晶粒细化和退火孪晶的共同作用, 这为高性能镍基高温合金提供一种新的强化策略。

关键词: 新型镍基高温合金; 中温形变热处理; 力学性能; 退火孪晶

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)02-0563-09

镍基高温合金因其良好的高温强度、组织稳定性和抗腐蚀能力, 被广泛地应用于航空发动机的热端传动部件^[1-3]。近年来, 随着航空工业的不断发展, 涡轮进气口温度的不断提高, 为提高航空发动机的热效率和推重比, 对镍基高温合金提出了更高的要求^[4-5]。通常来说, 在镍基高温合金中 γ' 相作为其主要的强化相, 提高其含量能显著提高合金的强度, 但在镍基变形高温合金中其含量超过 50% 后会使合金的热加工能力变差^[4,6]。而传统的强化方式在提高合金强度的同时会以牺牲合金的塑性为代价^[7-9]。因此, 亟需在镍基高温合金中发展一种新的强化方式来实现合金强度和塑性的协同提升。

值得注意的是, 孪晶界作为一种特殊的低能态界面, 具有与大角度晶界类似的强化效果, 能有效阻碍位错的运动^[10-13]。而且, 它还可以提供丰富的位错储存空间, 保证材料有足够的加工硬化能力和稳定的塑性变形能力^[11]。在镍基高温合金中, Cui 等人^[14]在新型 Ni-Co 基高温合金中研究发现, 通过提高合金的固溶温度可引入大量的退火孪晶, 其在拉伸和蠕变过程中会阻碍位错和层错的运动, 提升合金的屈服强度和抗蠕变性能。刘杨等人^[15-16]对 GH4199 合金进行电场处理后研究发现, 合金中出现了退火孪晶, 退火孪晶的存在改变了合金变形

过程中裂纹的扩展方向, 增加了塑性变形功, 推迟了合金断裂的时间, 从而提高了合金的塑性。除此之外, 本课题组前期在新型镍基高温合金中通过冷轧和后续热处理研究发现, 在完全再结晶退火过程中形成的大量细晶结构和退火孪晶, 以及 γ' 相和拉伸过程中形成的层错是合金良好强塑性匹配的主要原因^[17]。本课题组 Wang^[18]等在前期研究了冷变形及热处理对组织和性能的影响, 中温形变热处理的影响规律还有待研究。

基于此, 本实验以一种低合金化、低层错能的新型镍基高温合金为研究对象, 通过不同的中温形变热处理工艺和 EBSD 技术研究合金中退火孪晶的形成机制和影响因素, 并探讨其与合金室温力学性能的关系, 旨在为高性能的镍基高温合金提供一种新的强化途径。

1 实验

通过真空感应熔炼和电渣重熔双联工艺制备了新型镍基高温合金的铸锭, 将铸锭均匀化处理后热锻成棒材, 具体的合金成分如表 1 所示。

将热锻的棒材通过电火花线切割取相应尺寸大小的试样。首先对试样进行固溶处理 (1080 °C, 2 h, AC), 后在 750 °C 条件下分别进行总变形量为 30%、50%和

收稿日期: 2023-08-29

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

作者简介: 甄 炳, 男, 1998 年生, 博士, 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: zhenbing_lut@163.com

表 1 试验用新型镍基高温合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of novel Ni-based superalloy used in the experiment ($\omega/\%$)

Co	Cr	W	Al	Ti	Nb	C	Ni
19.5	16.5	5.0	2.5	2.5	2.5	0.02	Bal.

80%的轧制处理。将轧制处理后的试样在 1120 °C 退火 30 min，空冷到室温。然后将试样进行双级时效处理（650 °C，24 h，AC+760 °C，16 h，AC）。对不同处理状态下的试样命名如表 2 所示。最后在热处理完成的试样上用火花线切割切取相应的拉伸试样，并在室温下用 WDW-100D 微机控制电子万能试验机进行应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的单轴拉伸试验，拉伸试样的尺寸如图 1 所示。

对不同处理状态下的试样进行机械研磨、抛光，将其在室温下，用直流电源在 10vol% HClO_4 +90vol% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 的混合溶液中进行电解腐蚀，电解电压为 10 V，腐蚀时间约为 25 s，后用 ZEISS Gemini 300 扫描电子

显微镜（SEM）进行表征分析合金中 γ' 相的尺寸和分布情况。同时借助电子背散射衍射（EBSD）并结合 Channel 5 软件分析不同处理状态下合金的晶粒尺寸、退火孪晶含量以及位错密度等。分析退火孪晶时，按照 Palumbo-Aust 标准^[19] ($\Delta\theta_{\text{max}}=15^\circ \Sigma^{-5/6}$) 确定 Σ 值，其比例的计算为晶界长度的百分比。

2 结果与讨论

2.1 微观组织演变

图2为不同处理状态下新型镍基高温合金的IPF图和相应的晶粒尺寸分布，其中 d_{eff} 为有效平均晶粒尺

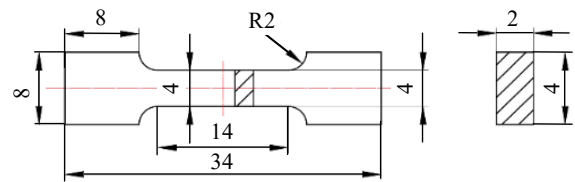


图 1 室温拉伸试样尺寸示意图

Fig.1 Schematic diagram of tensile specimen at room temperature

表 2 不同处理状态下新型镍基高温合金的命名

Table 2 Name of novel Ni-based superalloy under different treatment states

Treatment condition	Name
Solution treatment + double-stage aging	ST-DA
Solution treatment + medium-temperature rolling (750 °C, 30%) + annealing treatment + double-stage aging	ST-MR30-AT-DA
Solution treatment + medium-temperature rolling (750 °C, 50%) + annealing treatment + double-stage aging	ST-MR50-AT-DA
Solution treatment + medium-temperature rolling (750 °C, 80%) + annealing treatment + double-stage aging	ST-MR80-AT-DA

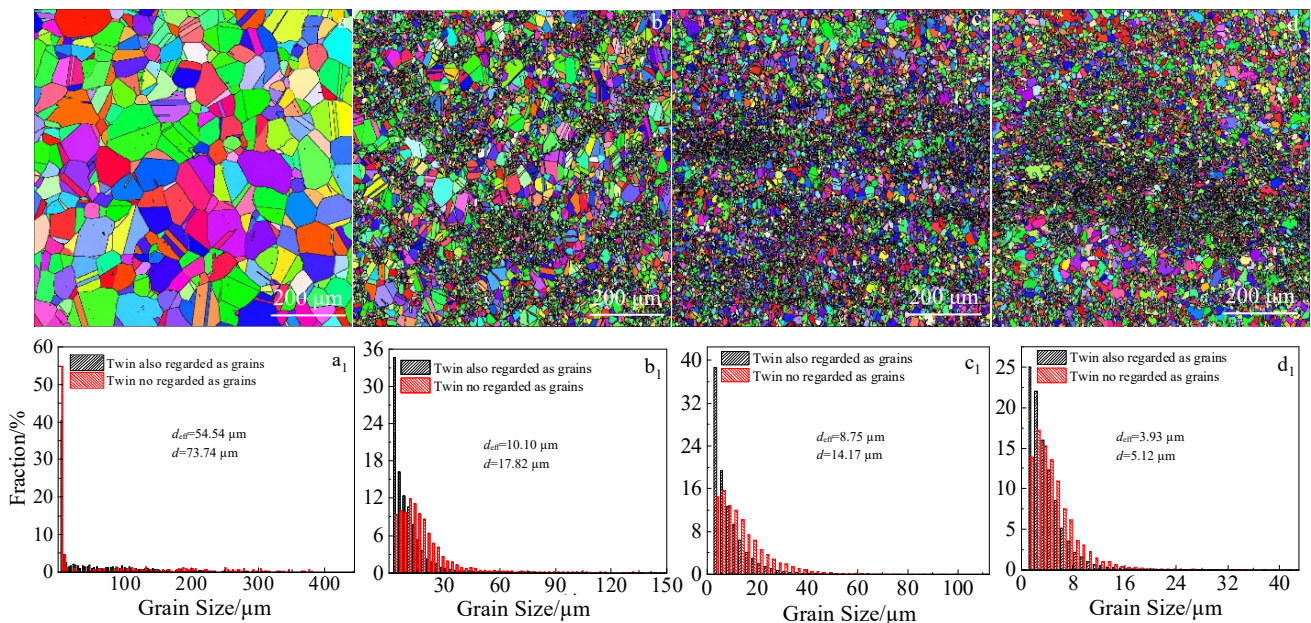


图 2 不同处理状态下新型镍基高温合金的 IPF 图和晶粒尺寸分布

Fig.2 IPF maps (a-d) and grain size distribution (a₁-d₁) of novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a, a₁) ST-DA, (b, b₁) ST-MR30-AT-DA, (c, c₁) ST-MR50-AT-DA, and (d, d₁) ST-MR80-AT-DA

寸, 计算时将孪晶视为晶粒。 d 为平均晶粒尺寸, 计算时孪晶不视为晶粒。由图 2 可知, 4 种不同处理状态下试样的微观组织均由大小不同的等轴晶粒和片层状的退火孪晶组成。ST-DA 试样的有效平均晶粒尺寸约为 $54.54 \mu\text{m}$, 而平均晶粒尺寸约为 $73.74 \mu\text{m}$ (图 2a, 2a₁)。当合金通过中温形变热处理后, 晶粒尺寸明显减小。ST-MR30-AT-DA 试样的有效平均晶粒尺寸约为 $10.10 \mu\text{m}$, 平均晶粒尺寸约为 $17.82 \mu\text{m}$ (图 2b, 2b₁)。随着中温轧制变形量的增加, 当变形量为 50% 时, ST-MR50-AT-DA 试样的有效平均晶粒尺寸约为 $8.75 \mu\text{m}$, 平均晶粒尺寸约为 $14.17 \mu\text{m}$ (图 2c, 2c₁)。当变形量继续增大至 80% 时, ST-MR80-AT-DA 试样的有效平均晶粒尺寸约为 $3.93 \mu\text{m}$, 平均晶粒尺寸约为 $5.12 \mu\text{m}$ (图 2d, 2d₁)。这是固溶态合金经中温形变热处理后, 随着中温轧制变形量的增大, 在变形过程中储存的能量也就增大, 导致合金在高温退火过程中的再结晶形核率和长大速率均增加, 当再结晶的形核率增加速率高于长大速率时, 合金的晶粒尺寸便会减小。因此, 合金经中温形变热处理后, 其晶粒尺寸随着变形量的增加逐步减小。此外, 通过对比不同处理状态下合金的有效平均晶粒尺寸和平均晶粒尺寸, 可发现退火孪晶的存在能够明显细化晶粒。

图 3 和图 4 分别为不同处理状态下新型镍基高温合金的再结晶分布和体积分数图。在图 3 中蓝色表示再结晶晶粒, 黄色表示亚晶, 红色表示变形晶粒。结合图 3 和 4 可知, ST-DA 试样在该状态下已接近完全再结晶, 再结晶体积分数高达 94.33%, 亚晶和变形晶粒的体积分数分别仅为 5.64% 和 0.03%。当合金经中温形变热处理后, ST-MR30-AT-DA 试样中再结晶体积分数为 93.14%, 亚晶和变形晶粒的体积分数分别为 6.54% 和 0.32%, 这与 ST-DA 试样的相当, 说明也接近完全再结晶。然而, 当中温轧制变形量增加为 50%

和 80% 时, 合金的再结晶体积分数较低, 分别为 88.77% 和 84.83%, 但二者的亚晶和变形晶粒体积分数增高。这是由于合金在轧制变形过程中一部分机械能会转化成热能, 还有一部分会以缺陷的形式储存在合金内, 使合金的储存能升高。从热力学角度上来看, 这些缺陷是不稳定, 在合金加热过程中会促使其向低能态转变^[20]。在此过程中, 合金原子具有较好的运动能力, 导致大量错乱的位错开始运动, 使其相互重排或者抵消, 而位错间的相互重排可形成亚晶粒。随着加热时间的延长, 合金开始发生再结晶, 某些亚晶界成为再结晶形核的核心, 逐渐长大形成大角度晶界, 随后大角度晶界向畸变区域移动生长, 宣告再结晶过程的开始。然而, 固体金属中的原子发生扩散需要足够的驱动力、温度和时间, 当保温时间一定, 中温轧制变形量越大时, 合金的畸变程度越高, 原子发生扩散也需要更长的时间, 导致合金中的变形晶粒和亚晶粒来不及被新的等轴晶粒所取代, 因此二者的体积分数增高。

采用核平均取向差 (kernel average misorientation, KAM) 可定量计算出合金中几何必须位错 (geometrically necessary dislocations, GNDs) 密度, 进而反映合金塑性变形的均匀化程度^[21]。定义 KAM 值小于 1° 为再结晶晶粒, KAM 值大于 1° 为变形晶粒^[22]。图 5 为不同处理状态下新型镍基高温合金的 KAM 演变。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。由图可以看出, ST-DA、ST-MR30-AT-DA 和 ST-MR50-AT-DA 试样的 KAM 图主要以蓝色区域为主, 说明这 3 种试样的位错密度相对比较低 (图 5a~5c), 而 ST-MR80-AT-DA 试样的部分区域以绿色为主, 如图 5d 中白色圆圈所示, 说明该合金在部分区域位错密度较高。

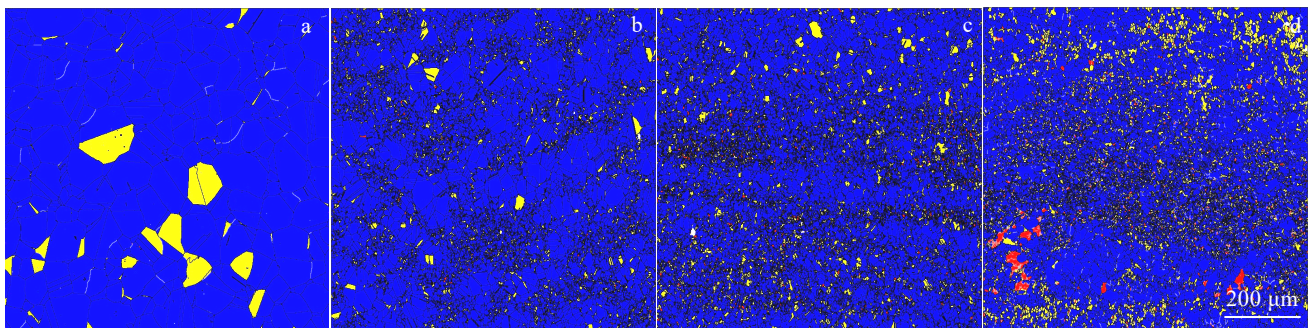


图 3 不同处理状态下新型镍基高温合金的再结晶分布

Fig.3 Recrystallization distributions of novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a) ST-DA, (b) ST-MR30-AT-DA, (c) ST-MR50-AT-DA, and (d) ST-MR80-AT-DA

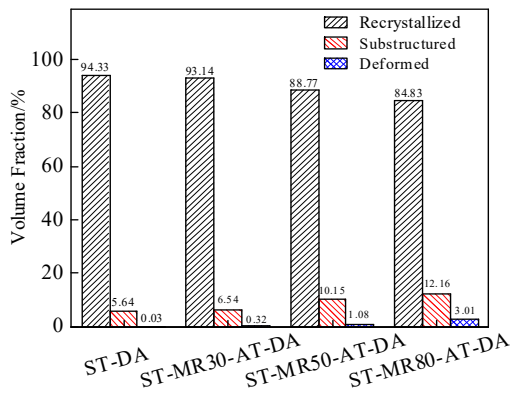


图 4 不同处理状态下新型镍基高温合金的再结晶体积分数
Fig.4 Recrystallization volume fraction of novel Ni-based superalloy under different treatment states

为了定量反映合金中几何必须位错密度的大小，图 6a 和 6b 分别为不同处理状态下新型镍基高温合金的几何必须位错密度分布和平均几何必须位错密度。几何必须位错密度的计算公式如下^[23]：

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

式中， KAM_{av} 为所选区域的 KAM 值； μ 为该点的单位长度，取 100 nm； b 为 Burger 矢量的大小，取 0.253 nm。由图 6a 可知，4 种不同处理状态下试样的几何必须位错密度均呈单峰分布，主要集中在 $0.5 \times 10^{14} \sim 10 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 之间。ST-DA 试样的平均几何必须位错密度为 $5.52 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ，合金经中温形变热处理后，其平均几何必须位错密度随着中温轧制变形量的增大分别为 5.19×10^{14} 、 6.44×10^{14} 和 $7.54 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ （图 6b），这与合金在退火过程中回复阶段位错的相互重排和抵消以及大角度晶界的迁移有关。

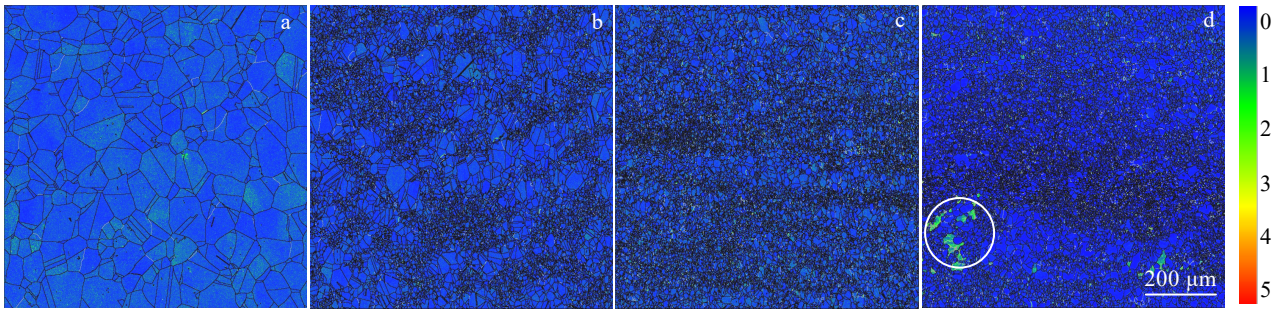


图 5 不同处理状态下新型镍基高温合金的 KAM 图

Fig.5 KAM diagrams of novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a) ST-DA, (b) ST-MR30-AT-DA, (c) ST-MR50-AT-DA, and (d) ST-MR80-AT-DA

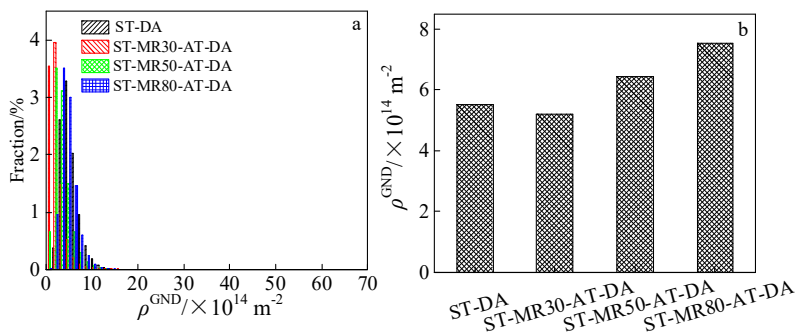


图 6 不同处理状态下新型镍基高温合金的 GND 密度分布和平均 GNDs 密度

Fig.6 GND density distribution (a) and average GNDs density (b) of novel Ni-based superalloy under different treatment states

2.2 晶界特征分布

图 7a 和 7b 分别为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。在图 7a 中，灰色线表示小角度晶界（low angle grain boundaries, LAGBs, $2^\circ < \theta \leq 15^\circ$ ），黑色线表示大角

度晶界（high angle grain boundaries, HAGBs, $\theta > 15^\circ$ ），红色线表示孪晶界(twin boundaries, TBs)，相邻晶粒取向差具有 $60^\circ \pm 5^\circ / \langle 111 \rangle$ 关系^[23]。由图可知，ST-DA、ST-MR30-AT-DA、ST-MR50-AT-DA 和 ST-MR80- AT-DA 试样中形成了大量的退火孪晶，其

形态主要可以分为 4 种：存在于晶界交角处的退火孪晶、贯穿晶粒的完整退火孪晶、一端终止于晶内的不完整退火孪晶以及少量孤立存在于晶粒内的“孤岛”型退火孪晶^[25]。对于退火孪晶的形成，目前有“生长意外”机制、晶粒碰撞机制和层错形核机制，它们分别对应完整的层状退火孪晶、台阶状的退火孪晶和孤立存在于晶内的退火孪晶^[26-27]。通过对比图 7a~7d 可发现，合金中完整的层状退火孪晶居多，因此，在中温轧制变形后经热处理形成的退火孪晶主要以“生长意外”机制为主。此外，合金中以平直形式存在的退火孪晶是共格的，而以弯曲形式存在的退火孪晶是非共格的。而且，一端终止于晶内的不完整退火孪晶其也是非共格的^[28]。观察图 7a~7d 可知，在 ST-DA 试样中以共格形式存在的退火孪晶居多。合金经中温形变热处理后，随着中温轧制变形量的增大，ST-MR30-AT-DA 试样中以非共格形式存在的退火孪晶较少，ST-MR80-AT-DA 试样中以非共格形式存在的退火孪晶较多。这是由于非共格界面能量较高，不稳定，在退火过程中会向更稳定、能量更低的共格界面转变，以降低自身的能量^[29]。ST-MR30-AT-DA 试样的再结晶过程相比于 ST-MR80-AT-DA 试样较完全，少量的非共格退火孪晶已经向着共格退火孪晶完成了转变，使 ST-MR30-AT-DA 试样中的非共格孪晶界面较少。此外，合金中还存在少量包含退火孪晶在内的三叉晶界，这些三叉晶界打断了随机晶界的连通性，对晶

粒的生长具有拖曳作用，阻碍晶粒的长大^[30]。

为了直观描述不同处理状态下新型镍基高温合金的晶界特征分布，采取晶界取向差角分布来表征晶界特征的演变，如图 7a₁~7d₁ 所示，其中亚晶界（Sub-GBs）是指相邻晶粒间取向差 $\theta \leq 2^\circ$ 。由图可知，在 4 种不同处理状态下，试样的晶界取向差角在 60° 附近达到峰值，其对应的是退火孪晶。此外，在 ST-DA 试样中 Sub-GBs 的比例较高，其对应的晶界取向差在 2° 附近，是由于大量位错相互缠结而形成的几何必须位错界面^[31]。而试样经中温形变热处理后，试样中 HAGBs ($f_{\text{HAGBs}} > 90\%$) 占主导地位，LAGBs 和 HAGBs 的比例变化不是特别明显。在 ST-DA 试样中，退火孪晶的长度分数为 30.5%，合金经中温形变热处理后，ST-MR30-AT-DA 试样中退火孪晶的长度分数到达 40.6%，随着中温轧制变形量的增加，ST-MR50-AT-DA 和 ST-MR80-AT-DA 试样中退火孪晶的长度分数分别为 33.2% 和 18.6%，导致这一现象的原因与合金再结晶过程有关，孪晶的形核和扩展与晶界的迁移密切相关，当晶界来不及迁移时，其长度分数就下降。

2.3 γ' 相形貌

图 8 为不同处理状态下新型镍基高温合金中 γ' 相的分布，ST-DA 试样中 γ' 相呈球形，且均匀弥散分布在 γ 基体上，平均尺寸约为 30.23 nm（图 8a）。合金经中温形变热处理和相同制度的时效处理后，ST-MR30-AT-DA 试样中 γ' 相也均匀弥散分布在 γ 基体上，其形状为球形，平均尺寸约为 30.06 nm。当中温轧制变形量增大至 50% 时， γ' 相分布和形貌也没有

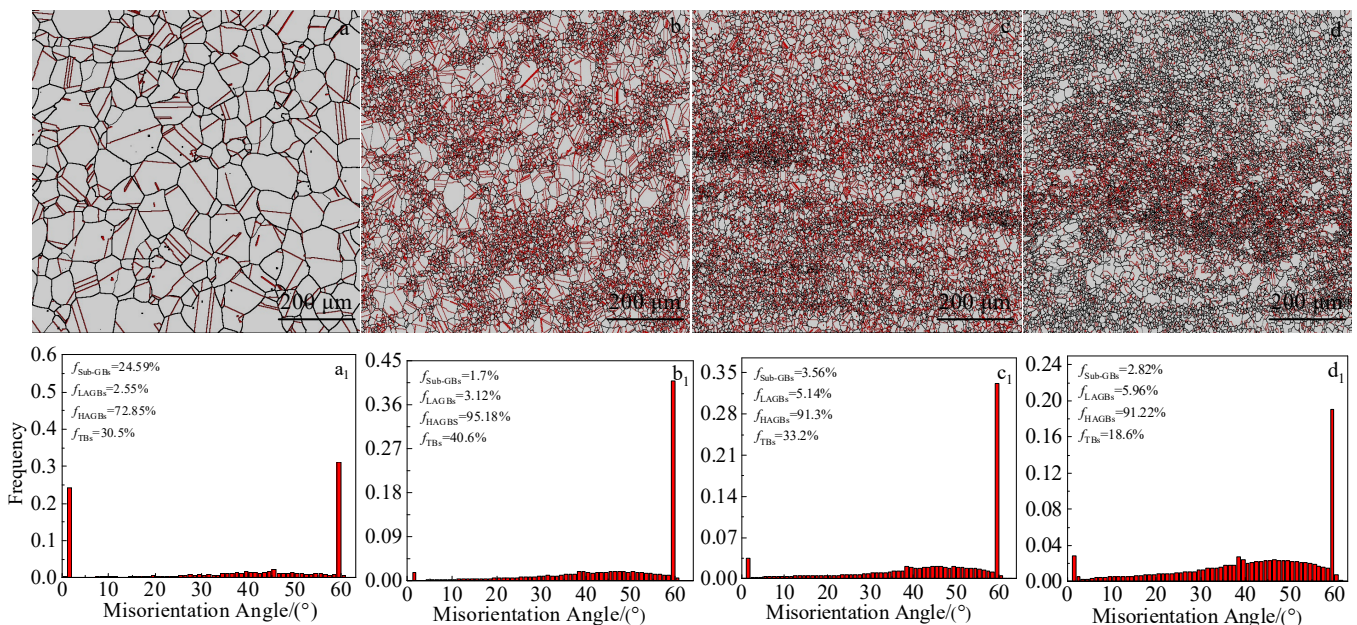


图 7 不同处理状态下新型镍基高温合金的晶界特征分布和取向差角分布演变

Fig.7 Evolutions of grain boundary characteristic distribution (a-d) and misorientation angle distribution (a₁-d₁) of novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a, a₁) ST-DA, (b, b₁) ST-MR30-AT-DA, (c, c₁) ST-MR50-AT-DA, and (d, d₁) ST-MR80-AT-DA

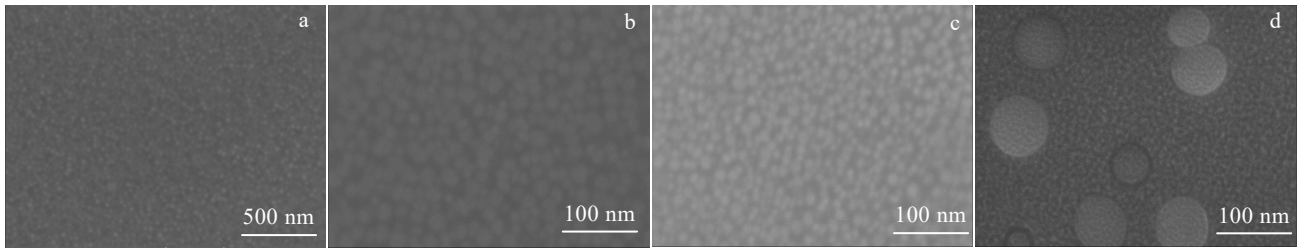


图 8 不同处理状态下新型镍基高温合金中 γ' 相的分布

Fig.8 Distributions of the γ' phase in the novel Ni-based superalloy under different treatment states: (a) ST-DA, (b) ST-MR30-AT-DA, (c) ST-MR50-AT-DA, and (d) ST-MR80-AT-DA

太大的变化，均匀弥散的分布在 γ 基体上，呈球形，但其平均尺寸稍有增大，约为 36.09 nm。当中温轧制变形量继续增大到 80% 时，合金中 γ' 相的形状仍为球形，但其大小变得不均匀，在 γ 基体上呈两种不同的尺寸，大的 γ' 相平均尺寸约为 223.6 nm，小的 γ' 相平均尺寸约为 22.91 nm。一方面主要是由于随着合金中温轧制变形量的增大，其积累的应力集中也就越大，在相同的再结晶退火制度和双级时效处理下，较大变形量的合金中应力集中未被完全释放，位错密度较高，高密度的位错可以充当其形核位置，进而促进了它的形核和长大^[32]。另一方面是 γ' 相的形貌受弹性应变能和表面能的影响，当合金中 γ' 相与 γ 基体的错配度较小时，表面能成为其主导因素， γ' 相形貌向表面能最低的状态转变，呈现球形。当合金中的 γ' 相与 γ 基体的错配度较大时，弹性应变能成为其主要的控制因素，为了使合金体系总的能量趋于最小化， γ' 相倾向于粗化，形成不规则形状^[17,32]。

2.4 力学性能

2.4.1 拉伸性能

图 9 为不同处理状态下新型镍基高温合金的室温力学性能。ST-DA 试样屈服强度 (σ_y) 为 1018 MPa，极限抗拉强度 (σ_{uts}) 为 1326 MPa，延伸率 (ϵ_f) 为 17.44%。固溶态合金经中温形变热处理和双级时效处理后，试样的晶粒尺寸细化，形成了大量的退火孪晶，力学性能有了显著的提高。相比于 ST-DA 试样，ST-MR30-AT-DA 试样的屈服强度提高了 499 MPa，为 1517 MPa，极限抗拉强度提高了 511 MPa，为 1837 MPa，延伸率略有下降，为 12.75%。而 ST-MR50-AT-DA 和 ST-MR80-AT-DA 试样的屈服强度、极限拉伸强度和延伸率相比于 ST+DA 试样均有所提高，ST-MR50-AT-DA 试样的屈服强度为 1370 MPa，提高了 352 MPa，极限抗拉强度为 1678 MPa，延伸率为 17.77%；ST-MR80-AT-DA 试样的屈服强度为 1215

MPa，极限抗拉强度为 1580 MPa，延伸率为 18.24%。值得注意的是，合金经中温形变热处理和双级时效处理后其室温强度有了大幅度提高，而且塑性也有一定幅度的升高，达到了室温下合金强塑性的协同提升的目的。

2.4.2 断口形貌

图 10 为不同处理状态下新型镍基高温合金在室温下的断口形貌。由图可以看出，ST-DA、ST-MR30-AT-DA 和 ST-MR50-AT-DA 试样在室温拉伸过程中均为脆性断裂，沿着晶界存在明显的裂缝，且在部分 γ' 相处形成空洞。这是由于合金在拉伸过程中晶界处容易产生应力集中，促进微裂纹的形成。同时， γ' 相作为合金中的强化相，大量位错在 γ' 相处塞积，当外加的应力足够大时，塞积的位错又会重新开始运动，以致在 γ' 相处所积累的弹性应变能够克服 γ' 相与基体之间的界面结合力形成新的表面时，就会形成微空洞。此外，在晶粒内部形成了大量的滑移带，部分晶粒内还有交滑移的形成^[33]。这主要是由于在室温下，晶界的强度明显高于晶内的强度，当作用在滑移系上的剪应力大于临界分剪切应力时，晶体开始滑移。对于

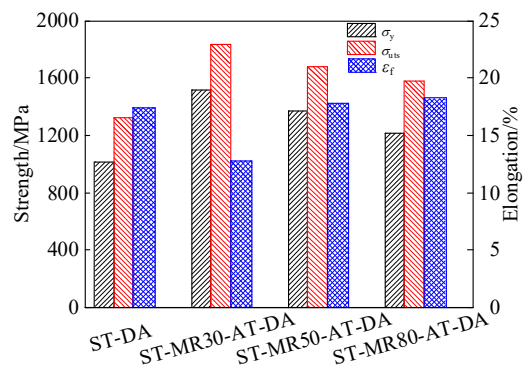


图 9 不同处理状态下新型镍基高温合金的室温拉伸性能
Fig.9 Tensile properties of novel Ni-based superalloys under different treatment states at room temperature

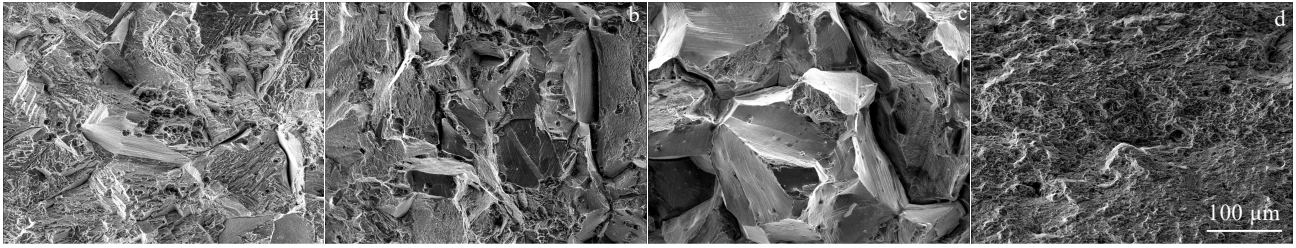


图 10 不同处理状态下新型镍基高温合金室温拉伸断口形貌

Fig.10 Tensile fracture morphologies of novel Ni-based superalloy under different treatment states at room temperature: (a) ST-DA, (b) ST-MR30-AT-DA, (c) ST-MR50-AT-DA, and (d) ST-MR80-AT-DA

ST-MR80-AT-DA 试样来说，其断裂方式为韧性断裂，有大量的韧窝存在。说明随着中温轧制变形量的增大，合金经相同的退火制度和双级时效处理制度后，其室温拉伸断裂方式从脆性断裂向韧性断裂转变，使合金具有良好的塑性。

2.4.3 强化机制分析

对于本研究的新颖镍基高温合金来说，其屈服强度的贡献主要来源于晶格固有强度、固溶强化、晶界强化、位错强化、沉淀强化和孪晶强化。在合金中，Co、Cr 和 W 等元素作为主要的固溶强化元素，其大量溶于 γ 基体，提高了原子间的结合力，形成了一定的晶格畸变，增加了位错运动的阻力，进而提高合金的强度。Al、Ti 和 Nb 元素作为 γ' 相的形成元素，促进了 γ' 相的析出，其与 γ 基体具有良好的共格性，在拉伸变形过程中能与位错相互作用，起到沉淀强化的效应^[34-35]。此外，合金经中温形变热处理后，晶粒得到细化，根据 Hall-Petch 强化效应，这些细小的晶粒可增加晶界的长度来阻碍位错的运动，进而提高合金的强度^[36]。另外，在再结晶退火过程中形成的退火孪晶界可减少位错的平均自由程，阻碍位错的运动，提升合金的强度^[37]。

图 11 总结了不同处理状态下新型镍基高温合金强-塑分布与微观组织的关系。由图可以看出，相比于 ST-DA 试样，合金经中温形变热处理后屈服强度均增加，ST-MR30-AT-DA 试样的屈服强度提高了 499 MPa，延伸率降低了 4.69%；ST-MR50-AT-DA 试样的屈服强度提高了 352 MPa，ST-MR80-AT-DA 试样的屈服强度提高了 197 MPa，但二者的延伸率基本保持不变。对比其微观组织可以看出，合金经中温形变热处理后其晶粒尺寸均得到细化。细小的晶粒提供了更多的晶界，使得位错更容易形成和滞留。晶界位错源的形成成为位错提供了新的运动路径，使塑性变形能够以不同的方式发生，从而提高合金塑性^[38]。

ST-MR30-AT-DA 试样中退火孪晶的长度分数相

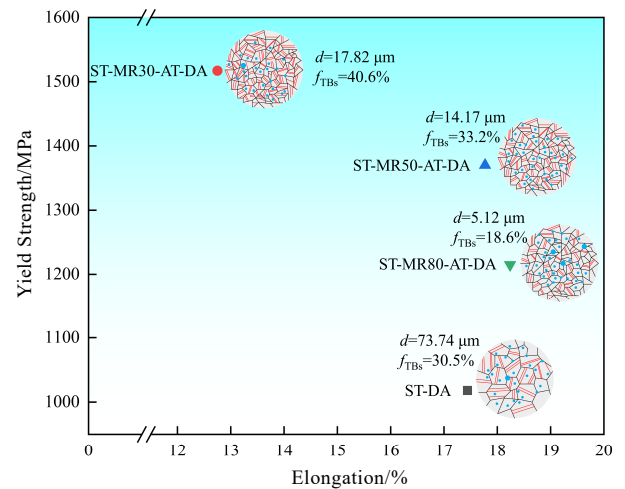


图 11 不同处理状态下新型镍基高温合金室温强-塑分布与微观组织的关系

Fig.11 Relationship between strength-plasticity distribution and microstructure of novel Ni-based superalloys under different treatment states at room temperature

比于 ST-DA 试样提高了 10.1%，退火孪晶和晶粒细化的共同作用下使其强度大幅度提高的同时确保了一定的塑性。ST-MR50-AT-DA 试样中退火孪晶的长度分数与 ST-DA 试样中的相当，但其屈服强度升高，这归因于晶粒尺寸细化的作用。ST-MR80-AT-DA 试样中退火孪晶的长度分数相比于 ST-DA 试样有所降低，同时其屈服强度升高不明显，这是由于一方面晶粒的细化提高了晶界强化的效果，但退火孪晶长度分数的下降导致孪晶强化的效果下降，使屈服强度增幅不太明显。

3 结 论

1) 新型镍基高温合金经中温形变热处理后晶粒得到明显的细化，合金中形成了大量的退火孪晶，其长度分数可达 40.6%。退火孪晶的形态主要有 4 种，它的形成主要以晶粒的“生长意外”机制为主。

2) 新型镍基高温合金经中温形变热处理和双级时效处理后, 合金的室温屈服强度大幅度升高。相比于 ST-DA 试样, ST-MR30-AT-DA 试样的屈服强度提高了 499 MPa, 塑性降低了 4.69%; ST-MR50-AT-DA 试样的屈服强度提高了 352 MPa, 塑性基本保持不变。

3) 在新型镍基高温合金中通过中温形变热处理的方式可提高合金强度的同时也能保持一定的塑性。这主要归因于晶粒细化和退火孪晶的共同作用。

参考文献 References

- [1] Wang Huiyang(王会阳), An Yunqi(安云岐), Li Chengyu(李承宇) *et al. Materials Reports(材料导报)*[J], 2011, 25(S2): 482
- [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] Huang Zilin(黄子琳), Xie Xingfei(谢兴飞), Gu Yu(谷雨) *et al. Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 2021, 45(10): 1269
- [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(S1): 62
- [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] Jennifer L W C, Michael W K, Michael D U *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 605: 127
- [7] Chiba A, Li X G, Kim M S. *Philosophical Magazine A*[J], 1999, 79(7): 1533
- [8] Ping D H, Gu Y F, Cui C Y. *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 456(1): 99
- [9] Ernst F, Michael K M, Ernst A *et al. Acta Materialia*[J], 2015, 87: 350
- [10] Lu Lei(卢磊), Lu Ke(卢柯). *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2010, 46(11): 1422
- [11] Lu Lei(卢磊), You Zesheng(尤泽升). *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2014, 50(2): 129
- [12] 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): 117
- [13] Wen Bin(温斌), Tian Yongjun(田永君). *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2021, 57(11): 1380
- [14] Cui C Y, Gu Y F, Yuan Y *et al. Materials Science and Engineering A* [J], 2011, 528(16): 5465
- [15] Liu Yang(刘杨), Wang Lei(王磊), Ding Yang(丁扬) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2006, 16(10): 1749
- [16] Liu Yang(刘杨), Wang Lei(王磊), Qiao Xueying(乔雪瓊) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2008, 37(1): 66
- [17] Wang X M, Ding Y T, Yu H Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 847: 143 293
- [18] Wang Tao, Ding Yutian, Wang Xingmao *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2023, 52(5): 1555
- [19] Palumbo G, Aust K T, Lehockey E M *et al. Scripta Materialia*[J], 1998, 38(11): 1685
- [20] Zhu C Z, Yuan Y, Bai J M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 740-741: 71
- [21] Lan Liangyun(兰亮云), Zhang Yiting(张一婷), Fu Yifeng(付艺枫) *et al. Journal of Mechanical Engineering(机械工程学报)*[J], 2022, 58(20): 260
- [22] Satheesh K S S, Raghu T, Bhattacharjee P P *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 709: 394
- [23] Kubin L P, Mortensen A. *Scripta Materialia*[J], 2003, 48(2): 119
- [24] Gao Yubi(高钰璧), Ding Yutian(丁雨田), Chen Jianjun(陈建军) *et al. Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 2020, 44(7): 673
- [25] Gao Yubi(高钰璧), Ding Yutian(丁雨田), Li Haifeng(李海峰) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2022, 58(5): 695
- [26] Zhu Chuazhi(朱传志). *Study on Mechanical Properties of Ni-Co Base Superalloy by Tailoring Composition and Structure(成分和组织调控Ni-Co基变形高温合金力学性能的研究)*[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2022
- [27] Shi Yu(师瑀), Zhang Yingying(张莹莹), Liu Feng(刘峰) *et al. Hot Working Technology(热加工工艺)*[J], 2020, 49(16): 32
- [28] Randle V, Hu Y. *Journal of Materials Science*[J], 2005, 40(12): 3243
- [29] Yang Gang(杨钢), Zhang 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] Yin W H, Wang W G, Fang X Y *et al. Materials Characterization*[J], 2015, 107: 134
- [31] Li B L, Godfrey A, Meng Q C *et al. Acta Materialia*[J], 2003, 52(4): 1069
- [32] Yi H L, Wei D X, Xie R Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 819: 141390
- [33] 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
- [34] Hou K L, Wang M, Zhao P *et al. Journal of Alloys and Compounds* [J], 2022, 905: 164187
- [35] Ding Yutian(丁雨田), Zhang Xia(张霞), Gao Yubi(高钰璧) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(10): 3732
- [36] Wang Y D, Chen J, Xu J T *et al. Infrared Physics and Technology*[J], 2018, 89: 41
- [37] Liu X S, Zhang M D, Ma Y M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 776(C): 139028
- [38] Meyers M A, Mishra A, Benson D J. *Progress in Materials Science*[J], 2006, 51(4): 427

Effect of Medium Temperature Deformation Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Behaviour of a Novel Ni-based Superalloy

Zhen Bing^{1,2}, Kong Weijun^{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 relationship between different medium-temperature deformation heat treatment processes and the microstructure and room-temperature mechanical properties of a novel Ni-based superalloy was investigated using EBSD, SEM and quasi-static room-temperature uniaxial tensile tests. Results show that the length fraction of annealed twins of the novel Ni-based superalloy can be significantly increased up to 40.6% after the medium temperature deformation heat treatment. The formation of annealed twins is mainly based on the “growth accident” mechanism of the grains. At the same time, compared with the mechanical properties of the specimens with solid solution + double-stage aging ($\sigma_y=1018$ MPa, $\epsilon_f=17.44\%$), the alloy annealed at 1120 °C for 30 min after 30% roll deformation at 750 °C and double-aging, the σ_y increased by 499 MPa to 1517 MPa, while its ϵ_f is decreased by only 4.69%. After rolling at 750 °C for 50% deformation followed by annealing at 1120 °C for 30 min with double-stage aging, the σ_y increases by 352 MPa to 1370 MPa, while the ϵ_f remains essentially unchanged. This increase in strength is mainly attributed to the combined effect of grain refinement and annealing twinning, which provides a new strengthening strategy for high performance Ni-based superalloys.

Key words: novel Ni-based superalloy; medium-temperature deformation heat treatment; mechanical properties; annealed twins

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