

# 大晶粒 Ni-45Al 合金的超塑性\*

蒋冬梅 林栋梁

(上海交通大学材料科学与工程学院教育部高温材料及高温测试开放实验室, 上海 200030)

**摘要** 研究了原始晶粒尺寸为 270  $\mu\text{m}$  的 Ni-45Al 单相合金的高温变形行为. 结果表明, 该合金在 1000—1100  $^{\circ}\text{C}$  温区,  $1 \times 10^{-4}$ — $2.5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  的应变速率范围内呈现超塑性变形; 在 1075  $^{\circ}\text{C}$  应变速率为  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时, 最大延伸率可达 245%, 相应的应变速率敏感指数为 0.3, 表观激活能为 320 kJ/mol. 在超塑性变形过程中发生连续回复和再结晶, 导致原始大晶粒组织经超塑性变形后的显著细化.

**关键词** Ni-45Al 合金, 大晶粒, 超塑性, 回复与再结晶

**中图分类号** TG111.7, TG146

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2003)01-047-04

## SUPERPLASTICITY OF LARGE-GRAINED Ni-45Al

JIANG Dongmei, LIN Dongliang

Open Laboratory of Education Ministry of China for High Temperature Materials and Tests, School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030

Correspondent: LIN Dongliang, professor, Tel: (021)62820892, E-mail: dlin@mail.sjtu.cdu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.59895150)

Manuscript received 2002-04-08, in revised form 2002-07-02

**ABSTRACT** High temperature deformation behaviors of single phase Ni-45Al alloy with initial grain size of 270  $\mu\text{m}$  were examined. It was found that the alloy exhibits superplastic behavior under an initial strain rate of  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  to  $2.5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  at 1000  $^{\circ}\text{C}$  to 1100  $^{\circ}\text{C}$ . A maximum elongation of 245% was obtained at 1075  $^{\circ}\text{C}$  with the strain rate sensitivity of 0.3. The activation energy was determined to be about 320 kJ/mol. The initial large grain microstructure became much finer after superplastic deformation. The large grained superplastic phenomenon could be explained by continuous recovery and recrystallization.

**KEY WORDS** Ni-45Al alloy, large-grained, superplasticity, recovery and recrystallization

NiAl 金属间化合物具有高熔点、低密度、极高的结构稳定性、良好的热传导性、出色的抗氧化性等一系列优异的性能, 是具有应用前景的新一代高温结构材料, 但阻碍其实用化的一个重要原因是材料难以加工.

超塑性成形技术已成为加工难变形材料极具吸引力的方法之一, 与此相关的超塑性变形行为及机理已有大量报道, 但其中大多是针对细晶超塑性的研究. 近来, 人们相继在 FeAl 和  $\text{Fe}_3\text{Al}^{[1-5]}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Al}$  基合金<sup>[6]</sup>, NiAl 和  $\text{Ni}_3\text{Al}$  双相合金<sup>[7]</sup>, TiAl 基合金<sup>[8]</sup> 及化学计量比的 NiAl<sup>[9]</sup> 中发现均存在大晶粒超塑性现象. 作者在研究不同组分的二元 NiAl 单相合金的高温变形行为时发现 Ni-40Al<sup>[10]</sup>, Ni-45Al, Ni-50Al (原子分数, %) 也存在大晶粒超塑性现象. 本文报道了温度及变形速率对 Ni-45Al

超塑性变形行为的影响, 以及在变形过程中组织结构的变化.

### 1 实验方法

实验所用合金是用 Ni (纯度 99.9%), Al (纯度 99.99%) 原料按原子百分比 Ni:Al=55:45 以真空感应熔炼法直接制备直径为 20 mm 的圆棒, 铸态 Ni-45Al 合金棒在 1100—1200  $^{\circ}\text{C}$  均匀化处理 3—7 h, 再嵌入不锈钢包敷外套中, 加热至 1000—1200  $^{\circ}\text{C}$ , 压制至约 50% 的变形量. 在 300—800  $^{\circ}\text{C}$  保温 5 h, 然后冷却至室温.

合金线切割成标距段为 8 mm  $\times$  4 mm  $\times$  1.4 mm 的板状拉伸试样, 高温拉伸实验在 Shimadzu Autograph-10A 型材料试验机上进行, 实验温度为 1000—1100  $^{\circ}\text{C}$ , 应变速率范围为  $1 \times 10^{-4}$ — $2.5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , 变形后试样快速冷却, 用光学显微镜观察其显微组织变化. 电解液为 10% 的高氯酸乙醇溶液, 金相腐蚀液中  $\text{CH}_3\text{COOH}:\text{HNO}_3:\text{HCl} = 8:4:1$  (体积比). TEM 薄片以线切割从变形后试样的标距段取得, 双喷电解液为 5%

\* 国家自然科学基金 59895150 资助项目

收到初稿日期: 2002-04-08, 收到修改稿日期: 2002-07-02

作者简介: 蒋冬梅, 女, 1969 年生, 博士生

的高氯酸乙醇溶液, 温度为 -30 ℃, TEM 观察在 JEM-200CX 透射电镜上进行.

### 2 实验结果

#### 2.1 力学性能

应变速率  $\dot{\epsilon} = 2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时, Ni - 45Al 在不同温度下的断裂延伸率  $\epsilon_f$  分别为: 1000 ℃时 208%; 1025 ℃时 189%; 1050 ℃时 180%; 1075 ℃时 245%; 1100 ℃时 220%. 在此应变速率下该合金显示了明显的超塑性变形能力, 1075 ℃时延伸率达到最大. 1075 ℃下应变速率对断裂延伸性的影响分别为:  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时为 230%,  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时为 245%,  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时为 244%,  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  时为 231%,  $2.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  时为 196%,  $2.5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  时为 157%. 断裂延伸率在应变速率为  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时达到最大, 超过此范围, 延伸率均下降. 对试样在变形过程中的观察表明, 试样标距段在大部分变形过程中是均匀变化的, 仅在快断裂时才出现缩颈现象.

图 1 为试样拉伸变化的宏观照片. 由图可见, 试样标距段在 100% 变形后仍然保持均匀, 没有明显的缩颈现象, 说明 Ni-45Al 具有良好的超塑性变形能力. 材料的应变速率敏感指数  $m$  采用 Backofen 的拉伸速率突变法求得, 由于

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m \tag{1}$$

$m$  值可以表示为:

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \tag{2}$$

图 2 给出了应变范围为  $2.5 \times 10^{-5} \text{—} 5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  时的  $\sigma\text{--}\dot{\epsilon}$  关系曲线, 图中曲线的斜率即为相应的  $m$  值.  $m$  值随温度和拉伸速率的不同在 0.3—0.175 范围内变化, 应变速率较低时,  $m$  值较大, 应变速率较高时,  $m$  值较小. 最大  $m$  值 0.3 出现在温度为 1075 ℃、应变速率为  $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  时, 与最大延伸率 (对应的  $m$  值为 0.26) 并不同时发生. 温度不变的条件下,  $m$  值随应变速率的增

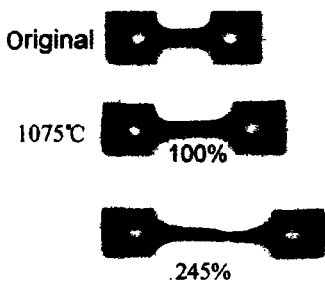


图 1 原始及不同变形量试样的轮廓

Fig.1 Macrographs of original specimen and specimens deformed at 1075 ℃

加而减小.

图 3a, b 分别给出了初始应变速率和测试温度对流变行为的影响. 由图可见, 测试温度一定时, 峰值流变应力随初始应变速率升高而升高; 初始应变速率一定时, 峰值流变应力随温度升高而降低. 在形变初始阶段, 流变应力随应变增大而增大, 当达到峰值应力后, 随应变增加而逐渐减小, 当颈缩或断裂开始时急剧下降. 曲线的形状彼此相似, 在稳态变形阶段呈凸起形状, 在高温、低应变速率时, 这种凸起趋于平缓. 测试温度为 1075 ℃, 应变速率为  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时, 在 200% 的真应变内真应力基本保持稳定.

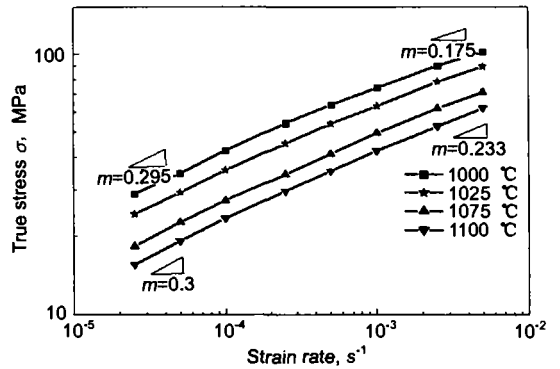


图 2 m 值的测定

Fig.2 Stress-strain rate relationship for Ni-45Al

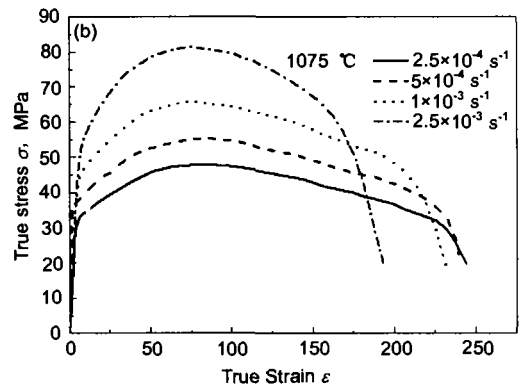
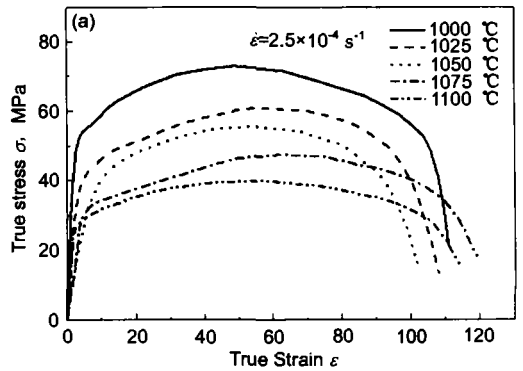


图 3 温度和初始应变速率对 Ni-45Al 合金流变行为的影响

Fig.3 Effect of test temperature (a) and initial strain rate (b) on flow behavior of the Ni-45Al

### 2.2 激活能

由热激活机制控制的超塑性变形，流变应力和应变速率存在以下关系：

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp[-Q/(RT)]$$

式中  $A$  为常数； $n = 1/m$  为应力指数； $Q$  为激活能

$$Q = nR \frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \quad (3)$$

图 4 给出了应变速率为  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时，在 1000—1100 °C 温度范围内  $\ln \sigma$  和  $T^{-1}$  的关系，图中  $\sigma$  为各温度下  $\epsilon=0.1$  时的真应力。将图中曲线的斜率代入式 3，计算得出该合金的激活能为 320 kJ/mol。

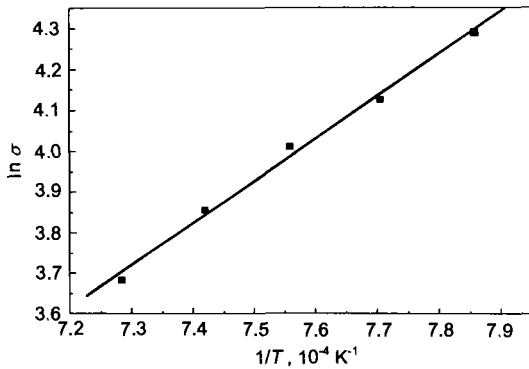


图 4 Ni-45Al 的  $\ln \sigma - 1/T$  曲线  
Fig.4  $\ln \sigma$  versus  $1/T$  for Ni-45Al

### 2.3 显微组织

图 5 为 1075 °C 下初始应变速率  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时超塑性拉伸前后合金均匀变形部分的显微组织。由图可见，变形前晶粒比较粗大，晶粒平均尺寸约为 270 μm，远大于通常的小于 10 μm 的细晶超塑性的晶粒尺寸；变形后晶粒尺寸明显大幅度减小，变形量为 245% 时的平均晶粒尺寸为 25 μm。变形后的显微组织在 400 倍光学显微镜下未发现空洞。

在变形后的合金中有两种晶界出现，一种被腐蚀较深，如图 5b—d 中箭头 A 所示，晶界显示较明显；另一种腐蚀较浅，如图中箭头 B 所示，这可能与这两种晶界的取向差不同以及杂质在这两种晶界上的偏聚不同有关。

变形后试样亚结构的 TEM 观察结果见图 6。当样品经过  $\epsilon=0.3$  的变形时，位错主要呈杂乱分布，同时可观察到由位错列构成的亚晶界，图 6a 为一正在形成的亚晶界。当变形量增加至  $\epsilon=1$  时，出现更多的亚晶界，可观察到由亚晶界组成的亚晶粒，见图 6b。在经超塑性变形至断裂 ( $\epsilon=2.45$ ) 的样品中 (图 6c)，可以发现原始的大晶粒分成了许多亚晶粒，这些小晶粒的平均尺寸在 5—10 μm。利用选区电子衍射及 Kikuchi 线确定各小晶粒之间的取向差可以发现，取向差大多分布在 1°—5° 之间。在 TEM

观察中，位错列及其构成的亚晶界在任一变形量的样品中均可见到。

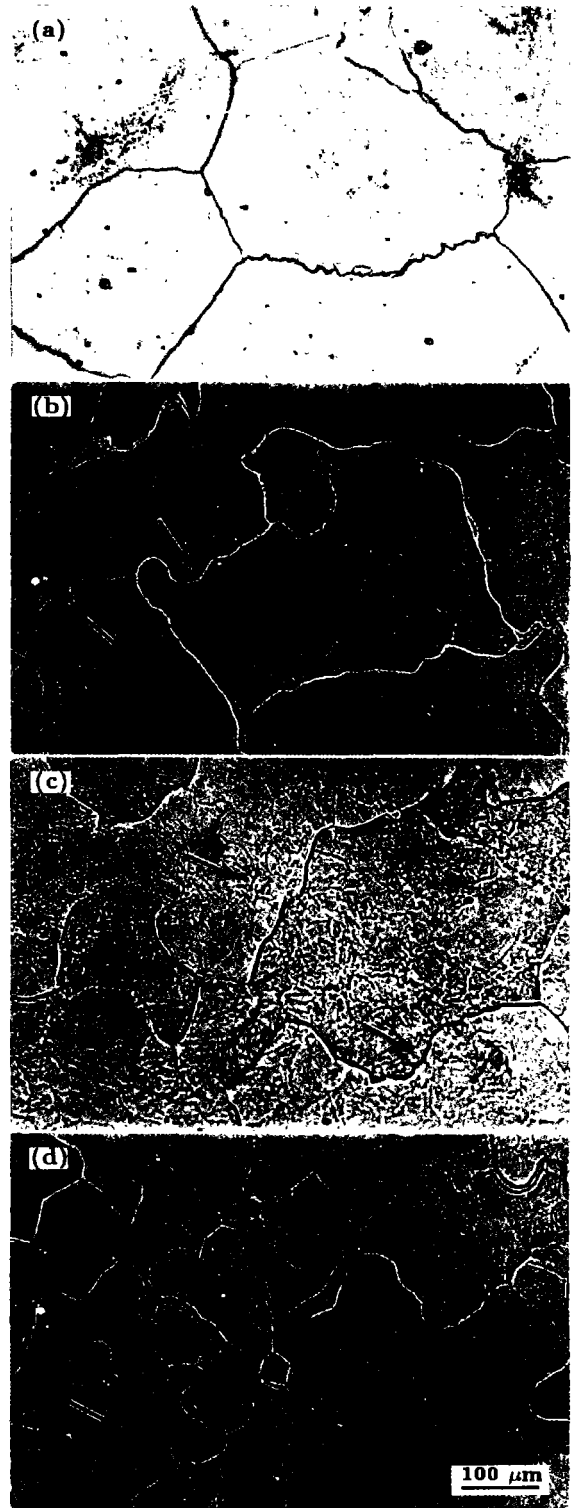


图 5 Ni-45Al 合金超塑性变形前后的金相组织

Fig.5 Metallographs of Ni-45Al before and after superplastic deformation  
(a) undeformation (b)  $\epsilon=30\%$   
(c)  $\epsilon=100\%$  (d)  $\epsilon=245\%$

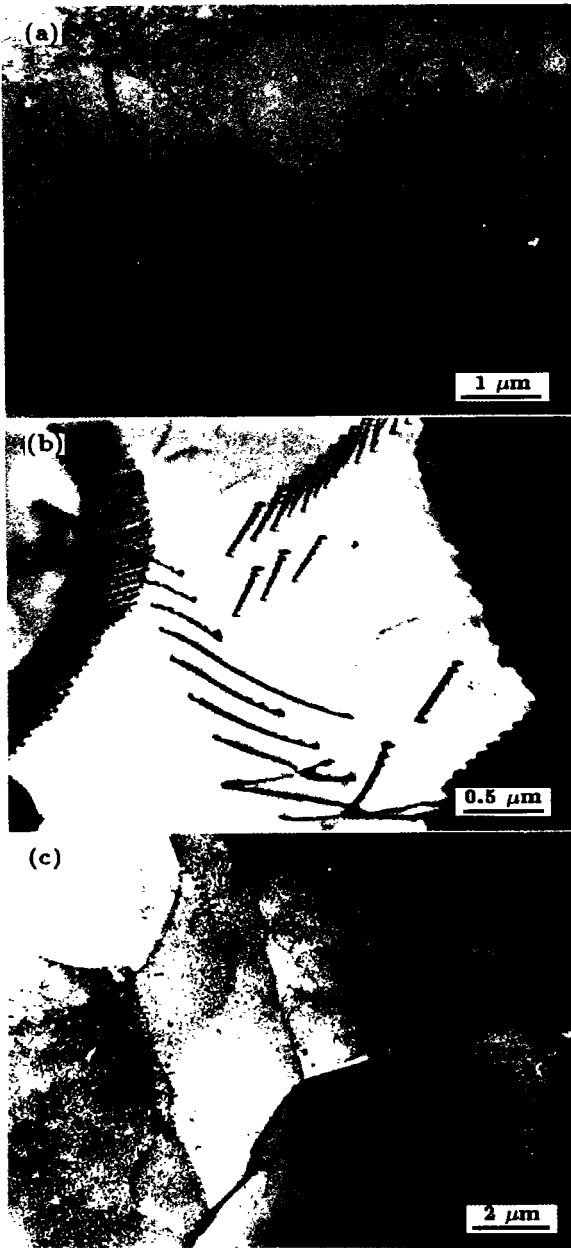


图6 Ni-45Al不同超塑性变形后的TEM像

Fig.6 Typical TEM images of Ni-45Al during deformation  
(a)  $\epsilon=30\%$  (b)  $\epsilon=100\%$  (c)  $\epsilon=245\%$

### 3 讨论

晶粒尺寸为  $270\ \mu\text{m}$  的 Ni-45Al 与细晶超塑性相比, 在流变行为上较为相似, 但在机理及组织变化上极为不同. 细晶超塑性的原始晶粒尺寸一般不超过  $10\ \mu\text{m}$ , 且在超塑性变形过程中, 晶粒大小基本不变或略有增大, 而大晶粒 Ni-45Al 的原始晶粒尺寸大至  $270\ \mu\text{m}$ , 且在超塑性变形过程中晶粒度大幅度减小, 说明两者机理不一样.

通过对拉伸试样的 TEM 观察表明, 与通常的细晶超塑性不同, 位错在大晶粒 Ni-45Al 超塑性变形过程中起

着重要作用. 在变形的初始阶段, 超塑性由位错的滑移提供, 由于位错的运动速度有限, 大晶粒内部位错相互交割和反应, 由攀移和交滑移而排列成位错列和位错网, 随着变形的进行, 位错列和位错网不断地吸收点阵位错从而构成了网状的亚晶界, 位错运动在亚晶粒内部进行, 亚晶界发生滑移和转动, 对变形起着协调作用, 使变形得以均匀进行; 晶界吸引并吸收滑动位错后取向差逐渐增大转变成小角晶界进而最终转变成大角晶界, 亚晶转变成再结晶晶粒. 整个超塑性变形过程是这种位错和亚晶交互作用及亚晶连续演化的结果. 超塑性变形主要由位错的运动产生, 亚晶的形成和转动对超塑性变形也有一定的贡献.

Ni-45Al 的断裂延伸率在  $1075\ \text{C}$ , 应变速率为  $2.5 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$  时达到最大, 这可能是因为在在此条件下, 回复和再结晶的速度和位错运动的速度能很好地匹配, 从而达到很高的塑性. 类似的大晶粒超塑性现象在 FeAl<sup>[2]</sup>, Fe<sub>3</sub>Al<sup>[3]</sup>, TiAl<sup>[5]</sup> 和 Fe<sub>3</sub>Si<sup>[10]</sup> 中也曾观测到, 并具有与本文相似的亚结构演化特征, 因此, 可以推论, 它们具有相同的超塑性变形机制, 即大晶粒超塑性是由在高温变形过程中发生连续回复和再结晶导致.

### 4 结论

Ni-45Al 单相合金在  $1000\text{--}1100\ \text{C}$  温度范围内, 应变速率范围为  $1 \times 10^{-4}\text{--}2.5 \times 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$  时呈现超塑性变形, 在  $1075\ \text{C}$  应变速率为  $2.5 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$  时, 最大延伸可达 245%, 相应的应变速率敏感指数为 0.3, 表观激活能为  $320\ \text{kJ/mol}$ . 在超塑性变形过程中发生连续回复和再结晶, 导致原始大晶粒组织经超塑性变形后的显著细化.

### 参考文献

- [1] Lin D L, Shan A D, Li D Q. *Scr Metall Mater*, 1994; 31: 1455
- [2] Li D Q, Shan A D, Liu Y, Li D L. *Scr Metall Mater*, 1995; 33: 681
- [3] Lin D L, Shan A D, Chen M W. *Intermetallics*, 1996; 4: 489
- [4] Liu Y, Li D Q, Lin D L. *Scr Metall Mater*, 1996; 34: 1095
- [5] Lin D L, Liu Y. *Mater Sci Eng*, 1999; A268: 83
- [6] Gu Y F, Lin D L, Shan A D, Liu Y, Liu Z Y. *Acta Metall Sin*, 1997; 33: 325  
(谷月峰, 林栋梁, 单爱党, 刘毅, 刘震云. 金属学报, 1997; 33: 325)
- [7] Liu Z Y, Lin D L, Gu Y F, Cao P, Lie C M, Huang B Y. *Acta Metall Sin*, 1996; 32: 1139  
(刘震云, 林栋梁, 谷月峰, 曹鹏, 雷长明, 黄伯云. 金属学报, 1996; 33: 1139)
- [8] Sun F, Lin D L. *Scr Mater*, 2001; 44: 665
- [9] Du X H, Guo J T, Zhou B D. *Scr Mater*, 2001; 45: 69
- [10] Jiang D M, Lin D L. *Mater Sci Lett*, in press
- [11] Kim W Y, Hanada S, Sakai T. *Mater Sci Eng*, 1998; A248: 78