

# 冷轧及热处理对核用 TiVTaNb 难熔高熵合金冲击性能的影响

殷雪<sup>1,\*</sup>, 豆艳坤<sup>1</sup>, 贺新福<sup>1</sup>, 靳柯<sup>2</sup>, 杨文<sup>1</sup>, 徐海涛<sup>1</sup>

(1. 中国原子能科学研究院, 北京 102413; 2. 北京理工大学, 北京 100081)

**摘要:** 难熔高熵合金是由多种难熔元素形成等原子比或近等原子比的多主元合金, 由于其具有优异的高温力学性能、耐腐蚀性能和抗辐照性能, 有望作为新型抗辐照结构材料应用于新一代先进核能反应堆系统。本文针对具有强塑性匹配的 TiVTaNb 高熵合金, 研究了冷轧及热处理对 TiVTaNb 难熔高熵合金冲击性能的影响。试验结果表明冷轧及热处理可显著提升合金的冲击性能, 均匀态 TiVTaNb 合金的冲击吸收能为 11.92 J, 为铸态 TiVTaNb 合金冲击吸收能 (5.15 J) 的 2.3 倍, 均匀态 TiVTaNb 合金的裂纹形成能及裂纹扩展能均提高, 分别为铸态 TiVTaNb 合金的 1.33、2.88 倍。均匀态合金的冲击断口上出现了明显的纤维区, 且剪切唇面积及弯曲程度均明显大于铸态。铸态合金冲击断口上的韧窝小且浅, 而均匀态合金断口上的韧窝相对大且深, 并且在大韧窝中还分布着许多小韧窝, 可更多的耗散冲击能量。铸态及均匀态合金的冲击变形均由位错和孪晶协同主导, 但是均匀化后的合金在冲击变形过程中位错密度明显升高, 变形孪晶数量增多, 为合金在冲击载荷作用下冲击性能改善和抗裂性能增强的主要原因。相关结果将为核反应堆先进结构材料的研发提供重要的理论参考和设计依据。

**关键词:** 难熔高熵合金; 冷轧及热处理; 冲击性能; 抗裂性; 变形机制

中图分类号: TL34; TG132.3

文献标志码: A

文章编号: 1000-6931(2025)02-0452-09

doi: 10.7538/yzk.2024.youxian.0485

## Effect of Cold Rolling and Heat Treatment on Impact Property of TiVTaNb Refractory High-entropy Alloy for Nuclear Reactor

YIN Xue<sup>1,\*</sup>, DOU Yankun<sup>1</sup>, HE Xinfu<sup>1</sup>, JIN Ke<sup>2</sup>, YANG Wen<sup>1</sup>, XU Haitao<sup>1</sup>

(1. China Institute of Atomic Energy, Beijing 102413, China; 2. Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

**Abstract:** The refractory high-entropy alloy (RHEA) usually forms a multi-principal element alloy with atomic ratio or near equal atomic ratio via adding a variety of high melting point elements. It is expected to be used as a new type of anti-irradiation structural material in the new generation of advanced nuclear reactor system due to the excellent mechanical properties at high temperatures, corrosion resistance and radiation resistance. In the present study, the effect of cold rolling and heat treatment on Charpy impact properties of TiVTaNb RHEA with high strength-ductility trade-off was systematically studied by using the instrumented Charpy impact testing machine. The experimental results show that after cold rolling and heat treatment, the segregation of elements in the as-cast alloy disappears, and the alloy

收稿日期: 2024-06-06; 修回日期: 2024-07-04

基金项目: 中核集团菁英人才项目; 国家自然科学基金(12405324); 中国原子能科学研究院院长基金(219256)

\* 通信作者: 殷雪

microstructure is equiaxed grains with uniform composition. No element segregation or second phase precipitation is observed inside the grains and at the grain boundaries of the homogenized alloy under SEM. Cold rolling and heat treatment can significantly improve the impact absorbed energy of the alloy. The impact absorbed energy of homogenized TiVTaNb alloy is 11.92 J, which is 2.3 times that of as-cast TiVTaNb alloy (5.15 J). The fracture mode of as-cast TiVTaNb alloy under impact load is a ductile-brittle mixed fracture mode dominated by ductile fracture. However, the fracture mode of homogenized TiVTaNb alloy is ductile fracture, with obvious fiber regions in the lower part of the V-shaped notch, larger bending degree and area of shear lips, deeper and larger dimples with small dimples distributed in it for both the crack initiation region and the crack propagation region, which all effectively dissipate more impact energy. The crack initiation energy and propagation energy of homogenized TiVTaNb alloy are both higher than those of the as-cast TiVTaNb alloy, especially the increase of crack propagation energy is larger, which is 2.88 times that of as-cast TiVTaNb alloy. This indicates that the cold-rolled and heat-treated TiVTaNb alloy has higher resistance to crack initiation and crack propagation, and its crack propagation rate is slower. The cold rolling and heat treatment processes do not change the impact deformation mechanism of the alloy. The deformation mechanism is synergized by dislocation activities and deformation twinning for both as-cast and homogenized alloys. However, the dislocation density and the number of deformation twins increase significantly during the impact deformation process of homogenized TiVTaNb alloy, which is the main contribution for the improved impact properties and the stronger crack resistance under impact loading.

**Key words:** refractory high-entropy alloy; cold rolling and heat treatment; impact property; crack resistance; deformation mechanism

高熵合金作为一种具有颠覆性设计理念的新型合金,由多种合金元素随机组成<sup>[1-2]</sup>,突破了传统合金以一种元素为主的合金设计理念。高熵合金多主元效应使其具有优异的力学、热学和物理等性能,如高强度、高硬度、耐高温、耐腐蚀和耐辐照等<sup>[3-5]</sup>,已经成为国际上的研究热点之一。目前研究结果表明由难熔元素(Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、W)为主要组成元素的难熔高熵合金体系在宽温域下具有较优异的综合性能<sup>[6-7]</sup>,在新型核反应堆更高服役温度、更强腐蚀介质以及更大辐照剂量的环境下应用潜力巨大。

众所周知,在铸造方面出现非等轴晶、缩孔疏松等类型的组织缺陷在所难免,这些缺陷在一定程度上会演变成裂纹的首选形核位置,进而导致材料的过早失效,通过塑性变形或者热处理的方式可以降低这些缺陷的存在率,有望改善合金的综合机械性能。近年来,针对变形和热处理工艺对高熵合金力学性能的影响已开展相关的研究。例如在中等变形的热轧+冷轧工艺下,(FeNi)<sub>67</sub>Cr<sub>15</sub>Mn<sub>10</sub>Al<sub>5</sub>Ti<sub>3</sub>高熵合金形成FCC+BCC双相固溶体,屈服强度

上升到460.0 MPa,在中等变形的冷轧工艺下,该合金通过形成细小的金属间化合物强化,屈服强度明显提高,达到722.0 MPa,均匀伸长率为25.7%<sup>[8]</sup>。Fe<sub>49.5</sub>Mn<sub>30</sub>Co<sub>10</sub>Cr<sub>10</sub>C<sub>0.5</sub>合金经锻造、压下量50%的热轧(900 ℃)和1 200 ℃、2 h均匀化退火后,获得了基体成分均匀分布的双相高熵合金,相组成主要为FCC奥氏体和HCP马氏体,其屈服强度、抗拉强度和延伸率明显提高,但经均匀化退火后合金的屈服强度、抗拉强度和延伸率有所降低,合金经冷轧后,其显微维氏硬度从233 HV<sub>0.2</sub>增加到414 HV<sub>0.2</sub>,屈服强度从267 MPa增加到1 448 MPa,抗拉强度从671 MPa增加到1 460 MPa,而延伸率从38.2%降低到4.0%<sup>[9]</sup>。冷轧Al<sub>0.5</sub>CoCr<sub>0.8</sub>FeNi<sub>2.5</sub>V<sub>0.2</sub>合金退火后由于晶粒细化和L12相沉淀强化导致合金力学性能得到改善,冷轧试样经过750 ℃、1 h退火后合金的抗拉强度达到(1 434±5) MPa且塑性保持在(15.6±0.5)%,显著提高材料屈服强度的同时又具有良好的塑性和稳定的加工硬化能力<sup>[10]</sup>。TiZrNbVAl合金经过冷轧变形后强度得到较大提升,热处理后合金的塑性提升较大,为未热处理试

样的近8倍<sup>[11]</sup>。HfNbTiZr高熵合金冷轧77.8%并在1000℃退火后合金的强度和塑性得到改善,表现出优异的综合力学性能<sup>[12]</sup>。有研究表明,等比TiVTaNb体系是少数具有优异高温强度-塑性匹配的合金之一<sup>[13-14]</sup>,铸态TiVTaNb高熵合金热处理后,合金的微观组织由柱状晶变为等轴晶,均匀化后的TiVTaNb难熔高熵合金室温下压缩屈服强度比铸态提高了37MPa<sup>[14]</sup>。由此可知,经过轧制变形及热处理后,合金的组织及力学性能会发生相应的变化。

冲击韧性是应用于反应堆工程领域结构部件的一项重要力学性能指标。近些年来,随着核工业的快速发展,高冲击韧性已成为核反应堆候选材料的重要指标要求之一。目前几乎所有高熵合金的力学性能研究都是在室温准静态变形下进行<sup>[15]</sup>,在冲击载荷等突发破坏下的断裂机制则很少报道,而这与它们作为结构部件在极端环境中的应用密切相关。鉴于此,本文利用仪器化夏比冲击试验机,系统地研究铸态TiVTaNb以及冷轧热处理后获得的均匀态TiVTaNb两种状态合金的冲击性能。通过分析冲击载荷-位移曲线得到两种状态TiVTaNb合金对应的裂纹形成能和裂纹扩展能。此外,采用扫描电子显微镜(SEM)和电子背散射衍射(EBSD)对冲击试验后的试样进行详细的变形特征分析,探索冷轧及热处理对冲击试样变形机制的影响。

## 1 试验材料及方法

### 1.1 材料

合金由纯度>99.9%的纯金属为原料,采用悬浮熔炼法制备而成,获得的高熵合金名义成分为 $Ti_{25}V_{25}Ta_{25}Nb_{25}$ (简称TiVTaNb)。熔炼时首先抽真空至 $2.5 \times 10^{-3}$  Pa,然后填充高纯氩气至 $6 \times 10^{-2}$  Pa。合金制备过程中,为了提高化学成分均匀性,铸锭被翻转和重熔3次,熔炼完成后铸锭呈梯形,上端面直径为52 mm,下底面直径为42 mm,高度为40 mm。之后在铸锭上切出合适尺寸的板材,在室温下对合金进行变形量为70%的冷轧处理,最后在氩气保护气氛下对冷轧后的试样包Zr箔,进行高温长时间退火处理后获得成分均匀的TiVTaNb合金,退火温度为1250℃,退火时间为72 h。合金制备过程如图1所示。

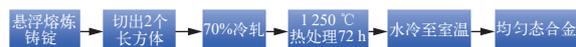


图1 合金制备过程

Fig. 1 Process of alloy preparation

### 1.2 冲击性能测试

夏比冲击试验在环境温度下进行,冲击试验使用KLST(德国Kleinstprobe)试样类型,试样尺寸为27 mm×4 mm×3 mm,V形缺口深度为1 mm,冲击试样如图2所示,V形缺口轴线垂直于轧制方向。夏比冲击机能力(势能)为15 J,冲击速度为3.8 m/s,其配备的夏比冲击系统详细记录了合金的载荷-位移曲线以及冲击吸收能。为保证数据的准确性和代表性,对每种合金的冲击试验进行2~3次重复试验。

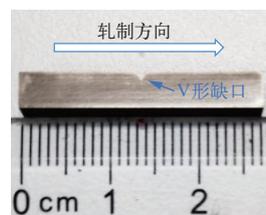


图2 冲击试样

Fig. 2 Impact sample

### 1.3 微观表征

晶体结构通过X射线衍射仪(D8 Advance, Bruker)进行测试,X射线波长为1.54 Å(即Cu-K<sub>α1</sub>),2θ范围为20°~100°。使用Zeiss SUPRATM 55型SEM及其配备的背散射电子(BSE)和能谱仪(EDS)对合金的组织、成分以及冲击断口形貌进行分析。使用Leica DMC4500光学显微镜对断口侧面宏观形貌进行观测。利用EBSD观测试样原始态以及冲击后变形区的微观组织。用于SEM的试样机械打磨至7000#砂纸后,用SiO<sub>2</sub>抛光液抛光1.5~2 h,再用OPS抛光液抛光2~4 h。用于EBSD的试样机械打磨至2000#砂纸后,在0℃高氯酸酒精溶液中电解抛光,其中电解抛光电压为22 V,电流为250 mA,抛光时间为40 s,高氯酸和酒精溶液体积比为1:19。

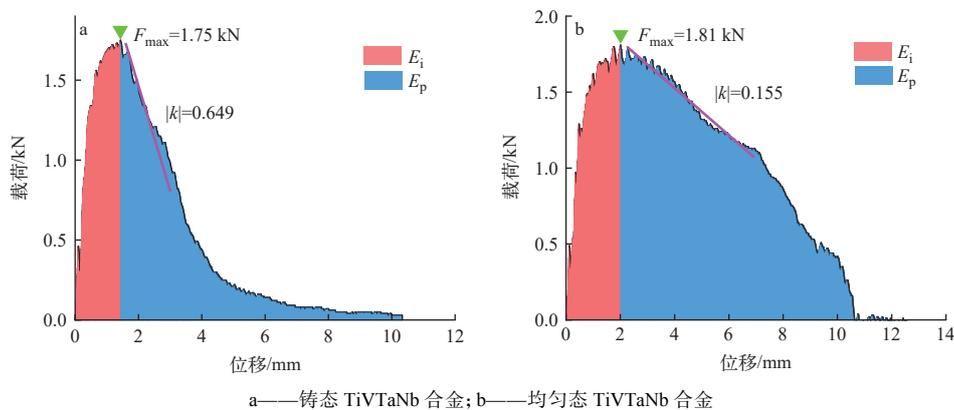
## 2 试验结果

### 2.1 夏比冲击性能

通过夏比冲击试验,获得了铸态及均匀态TiVTaNb合金的夏比冲击性能,图3所示为铸态及均匀态TiVTaNb合金的载荷-位移曲线,其中

$|k|$ 为曲线斜率。由图3可知,两种状态合金的曲线特征表现出明显差异,冷轧及热处理工艺对合金的夏比冲击响应具有显著影响。在载荷-位移曲线上将最大载荷 $F_{\max}$ 定义为区分裂纹形成阶段(红色)和裂纹扩展阶段(蓝色)的临界点<sup>[16]</sup>,当载荷从最大载荷下降时,冲击裂纹形成并开始扩展。对铸态及均匀态TiVTaNb合金冲击载荷-位移曲线下的面积进行积分后可得到合金的冲击吸收能( $E_i$ 为裂纹形成过程吸收的能量, $E_p$ 为裂纹扩

展过程吸收的能量),均匀态TiVTaNb合金的冲击吸收能为11.92 J,为铸态TiVTaNb合金冲击吸收能(5.15 J)的2.3倍。TiVTaNb合金冲击吸收能的改善表明冷轧及热处理工艺会显著提升合金的冲击性能。文献[17]研究表明M50轴承钢试样分别经过40%冷轧变形、1 090 °C保温30 min、60 °C油冷、3次高温回火(530 °C保温2 h)后,试样的冲击吸收功提高了23.2%,说明试样经冷轧变形后进行热处理能够提高组织的冲击韧性。



a——铸态 TiVTaNb 合金; b——均匀态 TiVTaNb 合金

图3 冲击试验 TiVTaNb 合金载荷-位移曲线

Fig. 3 Load-displacement curve of TiVTaNb alloy during impact testing

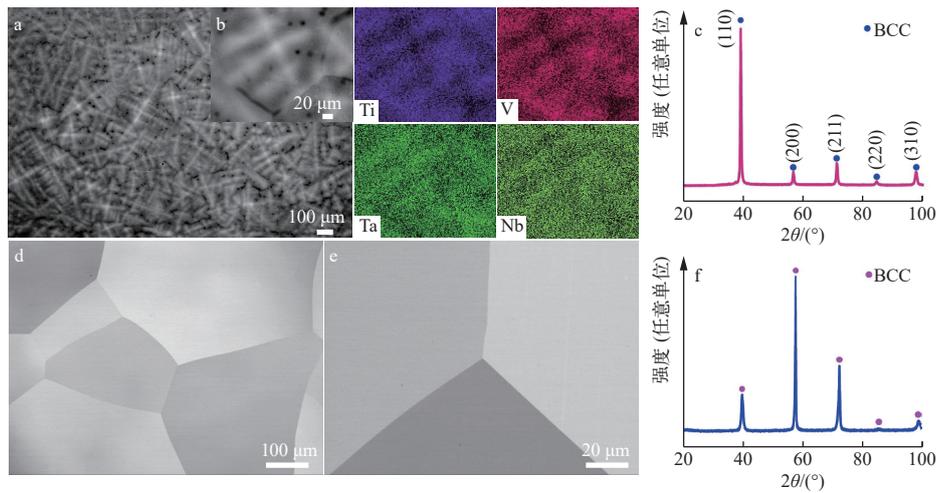
## 2.2 微观组织

### 2.2.1 冷轧及热处理对合金微观组织的影响

铸态TiVTaNb合金的微观组织如图4a所示,合金存在明显的枝晶结构,这与其他文献中同类合金的研究结果一致<sup>[18]</sup>。枝晶和枝晶间不同的衬度对比表明在非平衡凝固过程中存在元素偏析,元素偏析主要是由不同元素的熔点不同导致。通过EDS面扫描检测的枝晶和枝晶间元素分布如图4b所示,由图4b可知,枝晶主要是富含高熔点的Ta和Nb元素(Ta为3 014 °C, Nb为2 467 °C),而枝晶间主要是富含相对低熔点的Ti和V元素(Ti为1 670 °C, V为1 926 °C)<sup>[19]</sup>。经过冷轧及热处理后的均匀态TiVTaNb合金微观组织如图4d所示,图4e为其局部放大图,由图4d、e可知,均匀态TiVTaNb合金为等轴晶结构,晶粒内部及晶界处均未观测到元素偏析或者第二相析出现象。图4c、f分别为铸态及均匀态TiVTaNb合金的室温XRD谱图,可以看出所有的衍射峰均为BCC结构,没有第二相对应的峰。

### 2.2.2 夏比冲击前后合金EBSD测试分析

利用EBSD获得铸态及均匀态TiVTaNb合金试样夏比冲击前后微观组织的变化情况,如图5所示,冲击前初始试样均为等轴晶组织(图5a、c),根据晶粒尺寸分布结果得到铸态及均匀态TiVTaNb合金的平均晶粒尺寸分别为206.0 μm和136.5 μm。晶粒尺寸影响冲击裂纹的形成和扩展,对晶界较少的大尺寸晶粒来说,冲击裂纹在扩展过程中倾向于形成较大的凹坑,吸收更多的冲击能量,因此大尺寸晶粒对冲击性能有利<sup>[20-22]</sup>。根据晶粒尺寸的比较可知,均匀态TiVTaNb合金的平均晶粒尺寸比铸态小33.7%,但是其冲击性能却优于铸态,因此在本文研究条件下,除晶粒尺寸外还存在其他因素影响了冲击性能。冲击后的微观组织观测面为断口以下垂直于V形缺口的截面,主要聚焦于试样裂纹尖端附近区域的横截面,铸态及均匀态TiVTaNb合金IPF图分别如图5b、d所示。由图5b、d可知,冲击载荷作用后,两种状态合金靠近裂纹尖端的区域晶粒内均出现了变形孪晶,且在单个晶粒中均出现多次变形孪晶。值得注意的是,均



a——铸态 TiVTaNb 合金微观组织; b——铸态 TiVTaNb 合金 EDS; c——铸态 TiVTaNb 合金 XRD; d——均匀态 TiVTaNb 合金微观组织; e——均匀态 TiVTaNb 合金微观组织局部放大; f——均匀态 TiVTaNb 合金 XRD

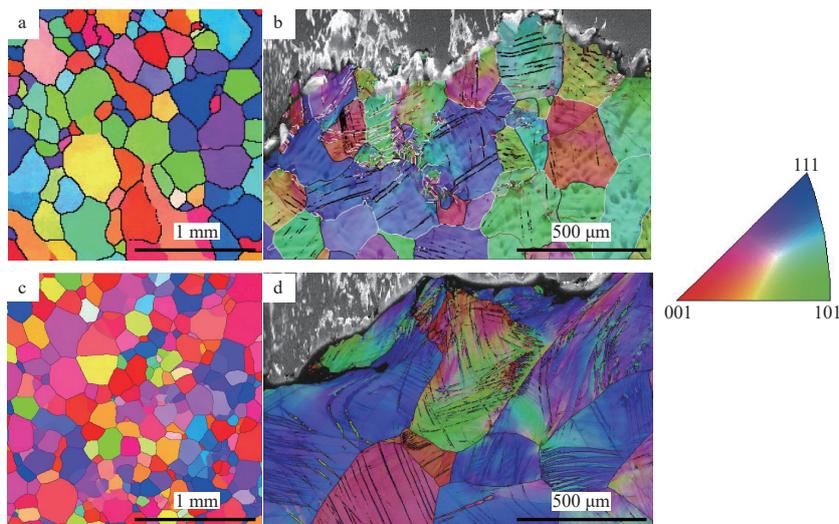
图 4 TiVTaNb 合金微观组织

Fig. 4 Microstructure of TiVTaNb alloy

匀态 TiVTaNb 合金中变形孪晶的密度明显增大, 与合金的冲击性能密切相关。

此外, 可利用 KAM (kernel average misorientation) 图测量局部晶粒的取向偏差, 反映晶粒的综合取向变化。KAM 图在严重变形的试样中非常有用, 在这些试样中存在明显的微观组织非均匀性。此外, KAM 图还可以显示非常小的取向变化, 例如可显示晶界图中不清楚的低角度晶界, 也可显示试样中的变形或应变区域。图 6 所示为根据 EBSD 数据绘制的铸态及均匀态

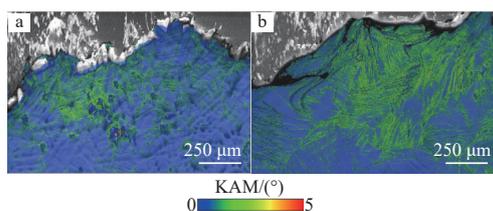
TiVTaNb 合金的 KAM 图, 用以评价裂纹尖端附近区域晶粒的取向旋转, KAM 图绘制的核尺寸为  $5 \times 5$ , 最大角度为  $5^\circ$ 。由图 6 可知, KAM 在不同状态合金的晶界、孪晶界和晶粒内部均有分布, 说明在晶界和晶粒内部均存在塑性变形。相比之下, 均匀态 TiVTaNb 合金的 KAM 值明显高于铸态, 表明均匀化后的合金具有更高的塑性变形, 对应其更高的冲击吸收能。关于冲击性能和变形微观结构之间关系的更多讨论将在下面几节中进行。



a——冲击前铸态 TiVTaNb 合金; b——冲击后铸态 TiVTaNb 合金; c——冲击前均匀态 TiVTaNb 合金; d——冲击后均匀态 TiVTaNb 合金

图 5 冲击前后试样 IPF 图

Fig. 5 IPF map of impact sample before and after impact testing



a——铸态 TiVTaNb 合金; b——均匀态 TiVTaNb 合金

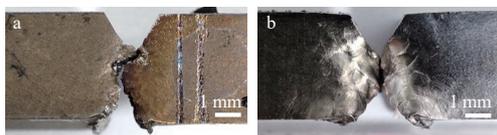
图 6 裂纹扩展区域的 KAM 图

Fig. 6 KAM map of crack propagation region

### 3 分析讨论

#### 3.1 冷轧及热处理对断裂行为的影响

夏比冲击试验结果表明, 冷轧及热处理工艺对 TiVTaNb 合金的断裂行为有显著影响。图 7 所示为经过夏比冲击后, 铸态及均匀态 TiVTaNb 合金断口侧面的宏观形貌, 其形状和尺寸可以表征材料抗冲击断裂性能, 两种合金均发生了塑性变形。但是, 均匀态 TiVTaNb 合金的塑性变形区域面积更大, 其裂纹扩展路径弯曲程度大, 具有相当高的延性。铸态 TiVTaNb 合金裂纹路径弯曲程度相对较小, 在裂纹尖端附近塑性变形区较小。综上, 冷轧及热处理后获得的均匀态 TiVTaNb 合金变形区裂纹扩展路径更曲折且变形区域面积更



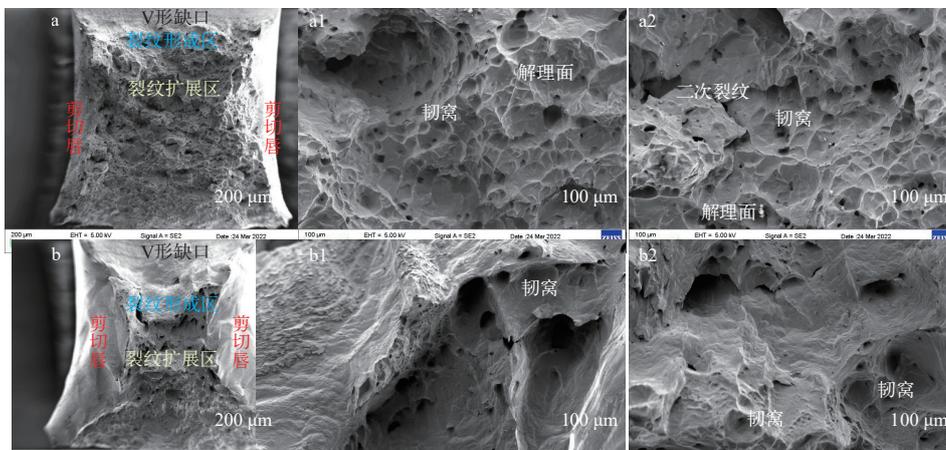
a——铸态 TiVTaNb 合金; b——均匀态 TiVTaNb 合金

图 7 断口侧面的宏观形貌

Fig. 7 Macroscopic morphology of fracture surface

大, 对应其更优异的冲击性能。

为了进一步揭示铸态及均匀态合金断裂行为的差异, 使用 SEM 观测了合金的冲击断口形貌, 如图 8 所示。由图 8a 可知, 铸态 TiVTaNb 合金冲击试验后的断口形貌可分为裂纹形成区、裂纹扩展区以及两侧剪切唇区。而在均匀态 TiVTaNb 合金中, 除了上述 3 个区域外, 还观测到 V 形缺口下部出现了明显的纤维区(图 8b)。此外, 通过对比图 8a、b 可知, 均匀态 TiVTaNb 合金剪切唇弯曲程度及面积明显大于铸态 TiVTaNb 合金, 表明经过变形和热处理工艺可以使得 TiVTaNb 合金在冲击载荷下具有更大的塑性变形<sup>[23]</sup>, 从而改善其冲击性能。图 8 中 a1、a2 分别为铸态 TiVTaNb 合金断口上裂纹形成区和裂纹扩展区的放大图, b1、b2 分别为均匀态 TiVTaNb 合金断口上裂纹形成区和裂纹扩展区的放大图, 对比发现, 铸态 TiVTaNb 合金断口上两个区域均观测到大量小且浅的韧窝和少量小的解理面, 此外在裂纹扩展区观测到少量的二次裂纹, 表明铸态 TiVTaNb 合金断裂模式是以韧性断裂为主的韧脆混合型断裂模式。变形及均匀化后, 均匀态 TiVTaNb 合金整个断口全部是韧性断口, 断裂模式为韧性断裂, 在裂纹形成区和裂纹扩展区均发现了较大且较深的韧窝, 并且在较大韧窝中还分布着许多小韧窝, 这些都有助于提高合金的冲击韧性。因此, 从断口形貌上来看, 冷轧及热处理后获得的均匀态 TiVTaNb 合金能更多的耗散冲击能量。



a——铸态 TiVTaNb 合金; b——均匀态 TiVTaNb 合金

图 8 冲击断口形貌

Fig. 8 Morphology of impact fracture

### 3.2 冷轧及热处理对裂纹形成和扩展的影响

通过对试样变形组织和断口形貌的观察,可以很容易地确定铸态及均匀态 TiVTaNb 合金的断裂模式并评价其冲击性能。然而,这些宏观的观察还不足以揭示夏比冲击过程中裂纹的形成和扩展机制。仪器化夏比冲击试验机可记录每个冲击试样详细的应力状态,通过对载荷-位移曲线(图 3)下定义的裂纹形成和扩展区域进行面积积分,可以得到裂纹形成( $E_i$ )和扩展( $E_p$ )过程中吸收的能量。图 9 所示为铸态及均匀态 TiVTaNb 合金夏比冲击吸收能的分配图。由图 9 可知,铸态 TiVTaNb 合金的  $E_i$  为 1.89 J,  $E_p$  为 3.26 J, 而均匀态 TiVTaNb 合金的  $E_i$  和  $E_p$  分别为 2.52 J 和 9.40 J, 均大于铸态 TiVTaNb 合金, 特别是其裂纹扩展能为铸态 TiVTaNb 合金的 2.88 倍。由此表明冷轧及热处理可以显著提高合金的抗裂纹形成和扩展的能力。

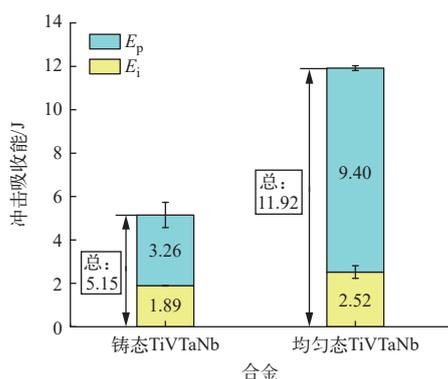
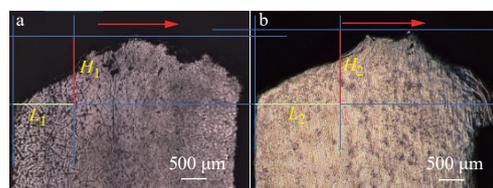


图 9 冲击吸收能的分配

Fig. 9 Distribution of impact absorption energy

铸态及均匀态的合金冲击载荷后裂纹扩展的情况也可以通过检测冲击试验后试样的裂纹路径来定性评价。利用徕卡 DMC4500 光学显微镜拍摄了铸态及均匀态 TiVTaNb 合金冲击试验后 V 形缺口垂直截面上的裂纹扩展路径,如图 10 所示,其中红色箭头代表裂纹扩展方向。由图 10 可知,在相同的冲击载荷作用下,均匀态 TiVTaNb 合金比铸态表现出更长的变形响应时间,在图 10 中表现为  $L_2 > L_1$ , 且变形区高度高于铸态,即  $H_2 > H_1$ , 再次印证均匀态 TiVTaNb 合金的裂纹形成能和裂纹扩展能均大于铸态 TiVTaNb 合金, 具有更大的抗裂纹形成和扩展能力。为了评价冷轧及热处理对合金裂纹扩展速率的影响,计算了裂纹扩展区域的载荷-位移曲线斜率  $|k|$ (图 3), 均匀

态 TiVTaNb 合金的斜率  $|k|=0.155$ , 小于铸态 TiVTaNb 合金 ( $|k|=0.649$ ), 表明均匀态 TiVTaNb 合金裂纹扩展速率较慢。因此,对试样进行冷轧及热处理后可以显著延缓裂纹的扩展。



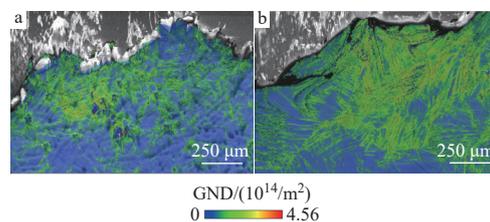
a——铸态 TiVTaNb 合金; b——均匀态 TiVTaNb 合金

图 10 裂纹扩展路径

Fig. 10 Crack propagation path

### 3.3 冷轧及热处理对变形机制的影响

通过对几何必要位错(GND)进行分析,研究了夏比冲击试验后合金的位错行为。根据 EBSD 数据绘制了铸态及均匀态 TiVTaNb 合金 GND 分布,如图 11 所示。铸态及均匀态 TiVTaNb 合金的 GND 在晶界、晶粒内部以及孪晶均有分布,不同之处在于均匀态 TiVTaNb 合金中几何位错分布更加均匀且密度更高,说明在冲击载荷下均匀化后的合金具有更大的塑性变形。位错密度的增加可归因于位错运动的提高,相同冲击载荷下,均匀态 TiVTaNb 合金在冲击后有更多的位错形核并滑移,导致消耗了更多的冲击能量,从而在理论上钝化了裂纹。因此,均匀态 TiVTaNb 合金的裂纹扩展能大于铸态 TiVTaNb 合金。由于在夏比冲击过程中位错激活具有不可见性,后续将进一步通过数学模型方法来评估比较两种合金在冲击过程中的位错行为。



a——铸态 TiVTaNb 合金; b——均匀态 TiVTaNb 合金

图 11 GND 分布

Fig. 11 Distribution of GND

由图 5 可知,均匀态 TiVTaNb 合金在冲击变形后,合金中变形孪晶的密度明显增大,孪晶可以有效地耗散冲击能量,通过在 V 形缺口尖端的塑性区动态诱导孪晶边界,引起巨大的应变强化,从而延缓冲击变形过程中微裂纹的形成和扩展<sup>[24]</sup>。

此外, 形变孪晶的出现通常是为了协调晶格上某一轴向的应变<sup>[25-26]</sup>。形变孪晶的激活通常需要足够大的驱动力<sup>[27]</sup>, 在目前的研究中, 驱动力是通过消耗摆锤的冲击能来提供的。在冲击变形下, 变形孪晶不断产生额外的边界, 直接引起位错滑移的背应力, 尤其是那些不平行于孪晶片层的滑移系统<sup>[24]</sup>。变形孪晶储存的高密度孪晶界有效地降低了位错平均自由程, 增加了孪晶界与位错之间的相互作用, 抑制了位错的湮灭, 增强了位错的增殖<sup>[28-30]</sup>。此外, 变形孪晶已被证明可以进一步抑制大部分的胚胎剪切带, 演化为能够调解裂纹扩展的主要剪切带<sup>[31]</sup>。而且, 变形孪晶是位错运动的重要通道, 可将晶粒的硬取向旋转为有利于位错运动的软取向<sup>[32]</sup>, 间接促进位错运动, 有效调节晶粒内部的应变, 进而协调整体的宏观应变<sup>[33]</sup>。

综合上述分析可知, 均匀化处理前后, 合金的冲击变形机制并未发生变化, 铸态及均匀态 TiVTaNb 合金的变形机制均为位错和孪晶协同主导。但是经过冷轧及热处理后的合金, 在冲击变形过程中位错运动增强, 变形孪晶增多, 使得均匀态 TiVTaNb 合金在冲击载荷下表现出更大的塑性变形<sup>[34-37]</sup>, 消耗了更多的冲击能量, 显著提高了其冲击性能, 增强了合金在冲击载荷下的抗裂性。

#### 4 结论

本文研究了铸态及均匀态 TiVTaNb 两种难熔高熵合金的冲击性能, 探讨了冷轧及热处理工艺对合金冲击性能的改善作用, 得到的主要结论如下。

1) 经过冷轧及热处理后, 铸态组织中元素偏聚现象消失, 合金组织为成分均匀的等轴晶粒。均匀态合金的晶粒内部及晶界处均未观测到元素偏析或者第二相析出的现象。

2) 冷轧及热处理工艺可显著提高合金的冲击吸收能, 由铸态 TiVTaNb 合金的冲击吸收能 5.15 J 提高到均匀态 TiVTaNb 合金的 11.92 J。

3) 铸态 TiVTaNb 合金冲击载荷下的断裂模式是以韧性断裂为主的韧脆混合型断裂。而均匀态 TiVTaNb 合金的断裂模式为韧性断裂, V 形缺口下部出现了明显的纤维区, 且剪切唇弯曲程度及面积明显增大, 在裂纹形成区和裂纹扩展区均发现了较大且较深的韧窝, 可更多的耗散冲击能量。

4) 均匀态 TiVTaNb 合金裂纹形成能及裂纹扩展能均高于铸态 TiVTaNb 合金, 特别是裂纹扩

展能的提升幅度较大, 为铸态 TiVTaNb 合金的 2.88 倍。表明冷轧及热处理后的 TiVTaNb 合金具有更高的抗裂纹形成和扩展的能力, 且其裂纹扩展速率较慢。

5) 冷轧及热处理工艺并未改变合金的冲击变形机制, 铸态及均匀态合金的变形机制均为位错和孪晶协同主导。但是经过冷轧及热处理后, 合金在冲击变形过程中位错分布更加均匀且密度更高, 变形孪晶增多, 使得均匀态 TiVTaNb 合金在冲击载荷下表现出更大的塑性变形, 消耗了更多的冲击能量。

#### 参考文献:

- [1] YE H J W, CHEN S K, LIN S J, et al. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2004, 6(5): 299-303.
- [2] CANTOR B, CHANG I T H, KNIGHT P, et al. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 375-377: 213-218.
- [3] GLUDOVAZ B, HOHENWARTER A, CATOOR D, et al. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications[J]. *Science*, 2014, 345(6201): 1153-1158.
- [4] LEI Z, LIU X, WU Y, et al. Enhanced strength and ductility in a high-entropy alloy via ordered oxygen complexes[J]. *Nature*, 2018, 563: 546-550.
- [5] MIRACLE D B, SENKOV O N. A critical review of high entropy alloys and related concepts[J]. *Acta Materialia*, 2017, 122: 448-511.
- [6] SENKOV O N, WILKS G B, MIRACLE D B, et al. Refractory high-entropy alloys[J]. *Intermetallics*, 2010, 18(9): 1758-1765.
- [7] SENKOV O N, MIRACLE D B, CHAPUT K J, et al. Development and exploration of refractory high entropy alloys-a review[J]. *Journal of Materials Research*, 2018, 33(19): 3092-3128.
- [8] 梅金娜, 姜凤阳, 卫娜, 等. 轧制变形对高熵合金微观组织和力学性能的影响[J]. *金属热处理*, 2022, 47(3): 67-72. MEI Jinna, JIANG Fengyang, WEI Na, et al. Effect of rolling deformation on microstructure and mechanical properties of high-entropy alloy[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2022, 47(3): 67-72(in Chinese).
- [9] 胥俊伟. 高熵合金冷轧及其退火处理后的组织与性能研究[D]. 秦皇岛: 燕山大学, 2020.
- [10] 孙通通. 冷轧与热处理对  $Al_{0.5}CoCr_{0.8}FeNi_{2.5}V_{0.2}$  高熵合金组织和性能的影响研究[D]. 济南: 山东大学, 2022.

- [11] 李晓婷. Ti-Zr-Nb-V-Al 高熵合金的微观结构及力学性能的研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2020.
- [12] 马月莉. 难熔高熵合金组织结构与力学性能的研究[D]. 上海: 上海大学, 2019.
- [13] YAO H W, QIAO J W, GAO M C, et al. NbTaV-(Ti, W) refractory high-entropy alloys: Experiments and modeling[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 674: 203-211.
- [14] LEE C, SONG G, GAO M C, et al. Lattice distortion in a strong and ductile refractory high-entropy alloy[J]. *Acta Materialia*, 2018, 160: 158-172.
- [15] WU Y D, CAI Y H, WANG T, et al. A refractory  $\text{Hf}_{25}\text{Nb}_{25}\text{Ti}_{25}\text{Zr}_{25}$  high-entropy alloy with excellent structural stability and tensile properties[J]. *Materials Letters*, 2014, 130: 277-280.
- [16] ALEXOPOULOS N D, STYLIANOS A, CAMPBELL J. Dynamic fracture toughness of Al-7Si-Mg (A357) aluminum alloy[J]. *Mechanics of Materials*, 2013, 58: 55-68.
- [17] 李姚君, 王丰, 苏娇, 等. 冷轧变形对 M50 轴承钢回火组织和力学性能的影响[J]. *热加工工艺*, 2020, 49(24): 109-112.
- LI Yaojun, WANG Feng, SU Jiao, et al. Effects of cold rolling deformation on tempering structure and mechanical properties of M50 bearing steel[J]. *Hot Working Technology*, 2020, 49(24): 109-112(in Chinese).
- [18] KAREER A, WAITE J C, LI B, et al. Short communication: 'Low activation, refractory, high entropy alloys for nuclear applications'[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2019, 526: 151744.
- [19] WALLACE D C. Melting of elements[J]. *Proceedings of the Royal Society of London Series A: Mathematical and Physical Sciences*, 1991, 433(1889): 631-661.
- [20] LI J, QIN W, PENG P, et al. Effects of geometric dimension and grain size on impact properties of 316L stainless steel[J]. *Materials Letters*, 2021, 284: 128908.
- [21] XIONG L, YOU Z S, QU S D, et al. Fracture behavior of heterogeneous nanostructured 316L austenitic stainless steel with nanotwin bundles[J]. *Acta Materialia*, 2018, 150: 130-138.
- [22] CORDERO Z C, KNIGHT B E, SCHUH C A. Six decades of the hall-petch effect-A survey of grain-size strengthening studies on pure metals[J]. *International Materials Reviews*, 2016, 61(8): 495-512.
- [23] DUAN Q Q, QU R T, ZHANG P, et al. Intrinsic impact toughness of relatively high strength alloys[J]. *Acta Materialia*, 2018, 142: 226-235.
- [24] JIANG W, GAO X, CAO Y, et al. Charpy impact behavior and deformation mechanisms of  $\text{Cr}_{26}\text{Mn}_{20}\text{Fe}_{20}\text{Co}_{20}\text{Ni}_{14}$  high-entropy alloy at ambient and cryogenic temperatures[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 837: 142735.
- [25] SALEM A A, KALIDINDI S R, DOHERTY R D. Strain hardening of titanium: Role of deformation twinning[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(14): 4225-4237.
- [26] DENG X G, HUI S X, YE W J, et al. Analysis of twinning behavior of pure Ti compressed at different strain rates by Schmid factor[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 575: 15-20.
- [27] YAO K, MIN X, EMURA S, et al. Enhancement of impact toughness of  $\beta$ -type Ti-Mo alloy by {332} twinning[J]. *Journal of Materials Science*, 2019, 54(16): 11279-11291.
- [28] SHTERNER V, TIMOKHINA I B, BELADI H. On the work-hardening behaviour of a high manganese TWIP steel at different deformation temperatures[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 669: 437-446.
- [29] JEONG K, JIN J E, JUNG Y S, et al. The effects of Si on the mechanical twinning and strain hardening of Fe-18Mn-0.6C twinning-induced plasticity steel[J]. *Acta Materialia*, 2013, 61(9): 3399-3410.
- [30] BOUAZIZ O, ALLAIN S, SCOTT C. Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 58(6): 484-487.
- [31] YANG M, ZHOU L, WANG C, et al. High impact toughness of CrCoNi medium-entropy alloy at liquid-helium temperature[J]. *Scripta Materialia*, 2019, 172: 66-71.
- [32] HUANG S, ZHAO Q, ZHAO Y, et al. Toughening effects of Mo and Nb addition on impact toughness and crack resistance of titanium alloys[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, 79: 147-164.
- [33] HUANG S, ZHAO Q, LIN C, et al. *In-situ* investigation of tensile behaviors of Ti-6Al alloy with extra low interstitial[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, 809: 140958.
- [34] TANGUY D, RAZAFINDRAZAKA M, DELAFOSSE D. Multiscale simulation of crack tip shielding by a dislocation[J]. *Acta Materialia*, 2008, 56(11): 2441-2449.
- [35] NORONHA S J, FARKAS D. Effect of dislocation blocking on fracture behavior of Al and  $\alpha$ -Fe: A multiscale study[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 365(1-2): 156-165.
- [36] LI X, LI W, IRVING D L, et al. Ductile and brittle crack-tip response in equimolar refractory high-entropy alloys[J]. *Acta Materialia*, 2020, 189: 174-187.
- [37] KWASNIAK P, CLOUET E. Influence of simple metals on the stability of  $\langle a \rangle$  basal screw dislocations in hexagonal titanium alloys[J]. *Acta Materialia*, 2019, 180: 42-50.