

# 形变细化晶粒和润滑轧制对 Ni9.3W 合金基带立方织构形成的影响

彭发学, 马麟, 田辉, 索红莉, 孟易辰, 梁雅儒, 刘婧, 钟志鹏

(北京工业大学, 北京 100124)

**摘要:** 采用光学显微镜 (OM)、X 射线四环衍射 (XRD)、电子背散射衍射 (EBSD) 技术分析研究了形变细化晶粒、润滑轧制对 Ni-9.3 at% W (Ni9.3W) 合金基带立方织构形成的影响。结果表明, 采用形变细化晶粒的方法能有效提高 Ni9.3W 合金基带的立方织构含量, 并且随着初始形变量的增加, 晶粒细化程度增大, 立方织构含量增高, 采用优化的形变细化晶粒工艺使得 Ni9.3W 合金基带立方织构含量提高了 9.8%。另外, 增加形变细化晶粒后的轧制总变形量, 立方织构含量进一步提升了 24.7%。相比非润滑轧制而言, 采用润滑轧制, 轧制织构中获得了较多的 S 取向与 Copper 取向, 经再结晶退火后, 润滑轧制基带的立方织构含量比非润滑轧制基带的立方织构含量高 9.6%, 达到了 86.7% ( $<15^\circ$ ), 而且孪晶界数量、小角度晶界含量均要优于非润滑轧制, 说明润滑轧制对立方织构形成有着积极的影响。

**关键词:** Ni9.3W; 细化晶粒; 润滑轧制; 轧制织构; 立方织构

**中图分类号:** TM26; TH142.8

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2017)10-2975-06

在采用压延辅助双轴织构 (RABiTS) 技术制备第 2 代高温涂层超导体 (YBCO) 的基带材料中, Ni-W 合金一直备受研究人员的广泛关注<sup>[1-3]</sup>。目前, Ni-5 at% W (Ni5W) 合金基带已经实现了商业化生产<sup>[4]</sup>, 其居里温度约为 335 K, 在 YBCO 涂层导体的应用温度 (77 K) 范围内仍具有铁磁性, 导致涂层导体在交流电的应用中产生磁滞损耗<sup>[5]</sup>。另外, Ni5W 合金基带的屈服强度仅为 160 MPa, 并不能满足 YBCO 涂层导体广泛应用的要求。Ni-9.3 at% W (Ni9.3W) 合金基带以其优越的磁性能、力学性能成为 RABiTS 技术中最具有前景的基带材料之一<sup>[6-8]</sup>。然而, Ni9.3W 合金基带由于 W 原子含量的增加, 降低了材料的层错能, 导致再结晶退火后不易获得强立方织构<sup>[9]</sup>。因此, 如何提高其立方织构含量成为织构金属基带研究的重点。目前, 科研人员通过在轧制过程中引入多次轧制中间热处理或电脉冲中间退火的方法获得了高立方织构度的 Ni9.3W 合金基带<sup>[10,11]</sup>。但是其制备过程中的诸多细节还需要更多的研究给予阐明, 为稳定制备高立方织构度的 Ni9.3W 合金基带提供参考。

研究表明, 高温长时间均匀化退火能显著提高其立方织构含量<sup>[6]</sup>。但由于均匀化退火导致的晶粒粗大

对立方织构含量的增长会造成不利的影 响, 科研人员对纯 Ni 和 Ni5W 合金基带的初始晶粒尺寸对立方织构形成的影响开展过研究, 且已证实细小的晶粒有利于立方织构的形成<sup>[12-14]</sup>。本文将均匀化退火之后采用先初始形变再退火细化晶粒的方法定义为形变细化晶粒。目前, 针对 Ni9.3W 合金基带的形变细化晶粒工艺, 配合不同初始形变量进行退火细化晶粒的方法对立方织构形成的影响未见报道。除此之外, 由于 Ni9.3W 合金具有较低的层错能, 且在冷轧变形过程中坯锭与轧辊间存在较大的摩擦力, 导致 Ni9.3W 合金在冷轧变形过程中易发生应力集中, 从而造成加工硬化, 这对 Ni9.3W 合金基带立方织构的形成具有不良的影响<sup>[9]</sup>。研究表明, 润滑轧制可以有效降低轧制过程中的摩擦力, 促使轧制变形均匀性提高<sup>[15]</sup>。目前, 润滑轧制对 Ni9.3W 合金基带立方织构形成的影响尚 未见报道。因此, 本研究首先通过在 Ni9.3W 合金基带制备的初始阶段引入不同形变细化晶粒的方法, 研究形变细化晶粒对 Ni9.3W 合金基带立方织构形成的影响, 继而考虑了形变细化晶粒之后的轧制总变形量对立方织构形成的影响, 以确定初始坯锭制备阶段参数, 利用此参数制备后续研究用坯锭。在此基础上,

**收稿日期:** 2016-10-26

**基金项目:** 国家自然科学基金 (51171002); 北京市自然科学基金 (2132011); 2013 年度北京市自然科学基金重点项目 B 类 (KZ201310005003); 高等学校博士学科点专项科研基金 (20121103110012); 北京市属高等学校创新团队建设与教师职业发展计划 (IDHT20130510)

**作者简介:** 彭发学, 男, 1992 年生, 硕士生, 北京工业大学材料科学与工程学院, 北京 100124, 电话: 010-67392947, E-mail: bobo15945@emails.bjut.edu.cn

通过在轧制过程中采用润滑轧制与非润滑轧制的方法,对比分析两者对 Ni9.3W 合金基带立方织构形成的影响,为提高 Ni9.3W 合金基带的立方织构含量提供参考。

## 1 实 验

将纯度为 99.95% 的电解 Ni 块(金川公司)和纯度为 99.99% 的 W 块(厦门钨业)按照原子比为 90.7:9.3 混合后采用真空感应熔炼炉熔炼得到 Ni9.3W 合金铸锭。然后将其在 1200 °C 下进行热锻处理,得到横截面为 20 mm×15 mm 的坯锭。从此坯锭上切取不同厚度的实验样品(3、5、7.5、15 mm),对它们进行高温长时间的均匀化退火(1200 °C/24 h)。样品 A 是将 3 mm 厚的坯锭以 5% 的道次变形量冷轧至 80 μm,轧制总变形量为 97.3%。样品 B、C、D 是将厚度分别为 5、7.5、15 mm 的坯锭以 5% 的道次变形量冷轧至 3 mm,以使它们分别获得 40%、60%、80% 的形变量,再将它们同时进行 900 °C/1 h 的再结晶退火处理(即形变细化晶粒=形变+退火),然后以 5% 的道次变形量冷轧至 80 μm,轧制总变形量为 97.3%。之后,将样品 A、B、C、D 一起随炉升温至 1100 °C 保温 2 h 进行再结晶退火以形成立方织构。通过对比分析其立方织构性能,确定初始坯锭制备阶段参数,获得优化的形变细化晶粒工艺。在此基础上,切取两段经过优化形变细化晶粒处理的 Ni9.3W 合金坯锭作为润滑轧制与非润滑轧制的对比研究使用。轧制过程中引入 4 次轧制中间热处理,每变形 50% 时回复一次,回复退火工艺为随炉升温至 550 °C 保温 2 h,同样以 5% 的道次变形量冷轧至 80 μm,润滑轧制采用普通轧制润滑油。最后在 Ar-4 at% H<sub>2</sub> 保护气氛下对它们进行再结晶退火处理(700 °C/1.5 h+1250 °C/2 h)以获得立方织构。

采用光学显微镜对比分析不同形变细化晶粒的金相显微组织;对于宏观织构的分析,采用 X 射线四环衍射技术进行分析(Bruker D8 Advance, Cu Kα),并通过取向分布函数(ODF)定量分析 Ni9.3W 合金基带的宏观织构;采用 EBSD 技术对 Ni9.3W 合金基带表面微区的织构进行了表征,随机选取 400 μm×400 μm 的区域,测试步长为 2 μm。

## 2 结果与讨论

### 2.1 形变细化晶粒对 Ni9.3W 基带立方织构形成的影响

为了制备强立方织构的 Ni9.3W 合金基带,均匀化退火成为必不可少的步骤<sup>[6]</sup>。本研究采用随炉升温至 1200 °C 保温 24 h 的均匀化退火工艺。图 1 为

Ni9.3W 合金均匀化退火前后的截面金相显微组织。从图 1 中易知,均匀化退火后,初始晶粒已发生粗化,晶粒尺寸已从~30 μm 生长到~150 μm,这会对立方织构的形成造成不利的影 响。因此,必须在此阶段引入形变细化晶粒处理。

图 2 为样品 B、C、D 轧制至 3 mm 时进行退火细化处理前后的截面金相显微组织,其中 2a、2b、2c 是退火前的金相显微组织;2a1、2b1、2c1 是退火后的金相显微组织。从图 2a、2b、2c 中可以看出,随着初始形变量的增加,晶粒逐渐被拉长呈纤维状组织状态。从图 2a1、2b1、2c1 中可以看出,晶粒尺寸随着初始形变量的增加而减小,分别为 40、25、20 μm。这主要是因为采用的退火工艺(900 °C/1 h)本质上是一个再结晶过程,再结晶退火后晶粒尺寸主要受形核率与晶核长大速率的影响,在加热温度与保温时间一定的前提下,随着初始形变量的增加,形核率与晶核长大速率不断增大,这些晶粒还未充分长大就已相遇,阻碍了各自晶粒继续生长,最终得到了细小的晶粒组织<sup>[16]</sup>。

研究表明,再结晶立方织构的形成与轧制织构有着密切的关系<sup>[9]</sup>。图 3 为样品 A、B、C、D 冷轧至 80 μm 时轧制织构各取向成分的含量。从图 3 中易知,Ni9.3W 合金基带经大变形量后获得了以 Brass、S、Goss、Copper 以及 Cube 等取向为主的轧制织构,而且从样品 A 至样品 D,S 取向与 Copper 取向均呈现上升的趋



图 1 Ni9.3W 合金均匀化前和均匀化后的截面金相显微组织  
Fig.1 Metallographic microstructure of Ni9.3W alloy: (a) before the homogenization and (b) after the homogenization

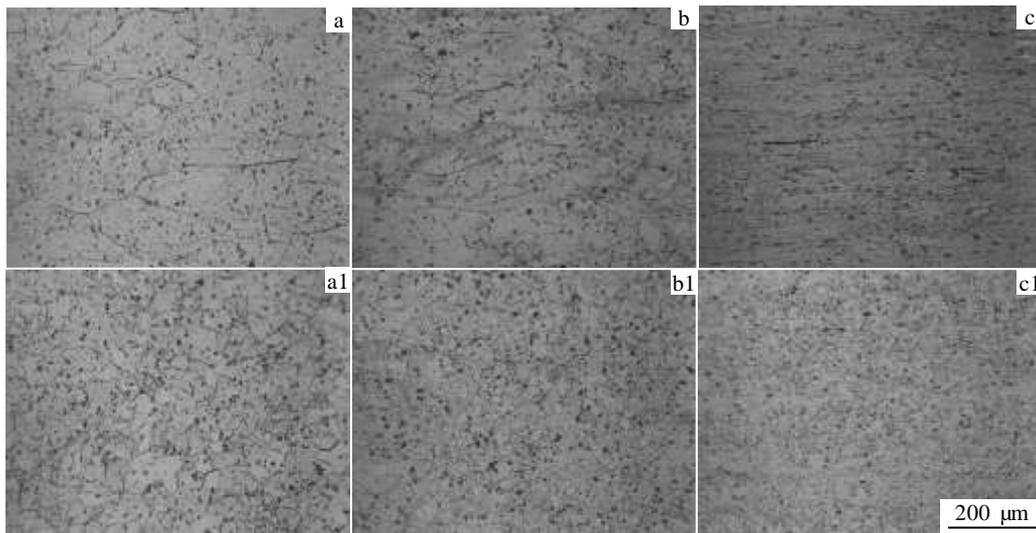


图 2 Ni9.3W 合金轧制至 3 mm 时退火前后的截面金相显微组织

Fig.2 Metallographic microstructures of Ni9.3W tapes rolled to 3 mm: (a, b, c) unannealed sample B, C, D; (a1, b1, c1) annealed sample B, C, D

势，Brass 取向与 Goss 取向均有所降低。将这 4 种基带经过 1100 °C 保温 2 h 的再结晶退火后，立方织构含量如图 4 所示。从图 4 中可以看出，从样品 A 至样品 D，立方织构含量呈现明显的上升趋势，从样品 A 的 5.5% (<15°) 增长到了样品 D 的 15.3% (<15°)。因此，采用优化的形变细化晶粒处理使得立方织构含量提高了 9.8%。这主要是因为从样品 A 至样品 D，随着晶粒的细化，晶粒受到外力发生的塑性变形可分散在更多的晶粒内进行，塑性变形较均匀，应力集中较小，使得在轧制过程中流向 Copper 取向与 S 取向的晶粒增多，这对再结晶过程中立方织构的形成是有利的<sup>[16,17]</sup>。

为了进一步优化初始坯锭制备阶段的各参数，本研究还进一步考虑了形变细化晶粒之后轧制总变形量对立方织构形成的影响。结合图 2 与图 4 易知，形变细化晶粒中样品 C 和 D 的晶粒细化效果与立方织构含量相当。另外，本文经熔炼铸造法获得的坯锭厚度极限为 20 mm。综合上述因素，为了研究形变细化晶粒之后轧制总变形量对立方织构形成的影响，首先必须保证不同轧制总变形量的样品在前期处理中经历了同样的形变细化晶粒处理即具有同样的初始晶粒尺寸。样品 E 是将均匀化退火后 20 mm 厚的坯锭冷轧变形至 8 mm 时（初始变形量为 60%）进行退火处理，均匀化退火工艺参数与形变细化晶粒工艺参数与样品 C 的

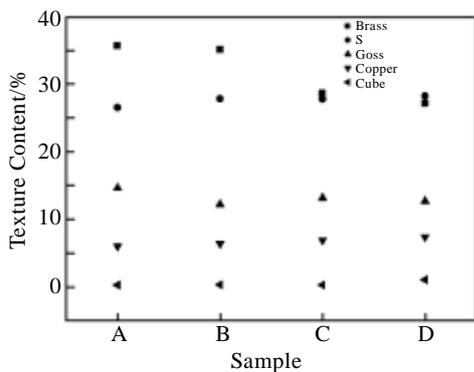


图 3 4 种 Ni9.3W 基带轧制至 80 μm 时轧制织构的各组分含量  
Fig.3 Volume fractions of main rolling texture for four kinds of Ni9.3W tapes rolled to 80 μm

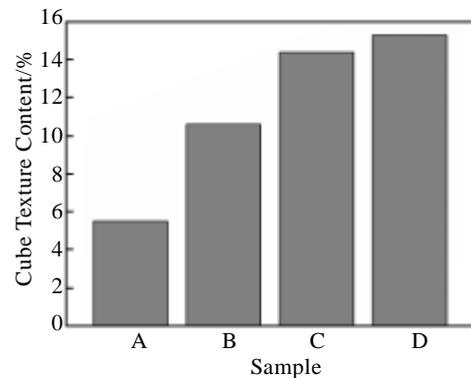


图 4 4 种 Ni9.3W 基带再结晶退火后立方织构的含量  
Fig.4 Volume fractions of cube texture for four kinds of recrystallized Ni9.3W tapes

相同, 进而以 5% 的道次变形量将其冷轧至 80 μm, 轧制总变形量为 99%。然后, 将样品 E 随炉升温至 1100 °C 保温 2 h 以获得立方织构。通过对比分析样品 C 与样品 E 的立方织构性能, 探讨形变细化晶粒处理之后轧制总变形量对基带立方织构形成的影响 (见表 1)。如表 1 所示, 经过相同形变细化晶粒之后轧制总变形量对立方织构的形成有着明显的影响, 轧制总变形量的增加进一步提高了再结晶退火后立方织构的含量, 由 14.4% (<15°) 增加到了 39.1% (<15°), 提高了 24.7%。究其原因, 主要是因为提高轧制总变形量使得 Ni9.3W 合金具有较高的储存能, 再结晶退火过程中, 有利于立方晶核快速长大, 吞并其他取向晶粒, 获得更多立方晶粒<sup>[18,19]</sup>。因此, 综合上述研究, 在初始坯锭制备阶段, 最终确定 20 mm 轧制至 8 mm 进行形变细化晶粒后的坯锭作为后续研究用实验坯锭。

### 2.2 润滑轧制对 Ni9.3W 基带立方织构形成的影响

轧制变形过程是靠旋转轧辊与坯锭之间形成的摩擦力将坯锭拖进辊缝之间, 并使之受到压缩产生塑性变形的过程。由于 Ni9.3W 合金属于低层错能材料, 在冷变形过程中, 交滑移不易发生, 易造成应力集中而加剧加工硬化, 从而进一步激发孪生、剪切等不均匀变形方式的发生, 这对立方织构的形成会造成不利的影响<sup>[9]</sup>。因此, 有效缓解加工硬化成为不容忽视的细节。在轧制变形过程中, 由于轧辊与坯锭紧密接触, 使得轧制过程中产生了较大的摩擦力。而摩擦力的存在对于样品表面质量以及加速材料自身发生加工硬化有着重要的影响。通过在轧制过程中添加润滑油, 可以在坯锭与轧辊间形成一层油膜阻挡坯锭与轧辊的直接接触, 减少摩擦损耗以降低应力集中, 从而缓解加工硬化。根据 2.1 研究中确定的初始坯锭制备参数, 制备 2 段 8 mm 厚经过相同形变细化晶粒处理后的坯锭作为润滑轧制研究使用。为进一步缓解轧制过程中的加工硬化, 本研究在轧制过程中引入了 4 次回复热处理 (550 °C/2 h)。图 5 为大变形量轧制至 80 μm 的 Ni9.3W 合金基带的轧制织构。从图 5 中易知, 较非润滑轧制而言, 采用润滑轧制的主要轧制织构 (S+Brass+Copper) 总量较高, 虽然 Brass 取向与 Goss 取向的含

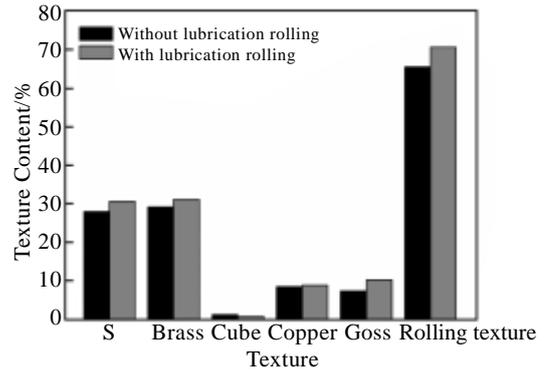


图 5 2 种 Ni9.3W 基带分别以有/无润滑方式轧制至 80 μm 时轧制织构各成分含量

Fig.5 Volume fractions of main rolling texture for Ni9.3W tapes rolled to 80 μm with and without lubrication

量有所增加, 但有利于再结晶立方织构形成的 S 取向与 Copper 取向也增加了。这主要是因为采用润滑轧制有效降低了应力集中, 缓解了加工硬化, 促进了位错滑移的发生, 从而使得 S 取向、Copper 取向等铜型织构取向成分含量增加, 这对后续再结晶立方织构的形成有着实质性的影响<sup>[9,17]</sup>。

为分析润滑轧制对 Ni9.3W 合金基带立方织构形成的影响, 将分别经非润滑轧制与润滑轧制至 80 μm 的 2 种轧制态 Ni9.3W 基带同时进行再结晶退火处理以获得立方织构, 此次研究采用的再结晶退火工艺为随炉升温至 700 °C 保温 1.5 h, 再升温至 1250 °C 保温 2 h。

图 6 为非润滑轧制与润滑轧制之后的两种基带经两步退火后的表面 EBSD 图, 图中由蓝色到红色表示与标准立方的取向差为 0°~60°。非润滑轧制基带中立方织构含量为 79.1% (<15°), 而润滑轧制基带中立方织构含量则达到了 86.7% (<15°), 提高了 9.6%。这说明润滑轧制有利于再结晶立方织构的形成。另外可见, 润滑轧制制备的基带中, 小角度晶界 (low angle grain boundary, LAGB) 含量比非润滑轧制基带中的含量要高, 从 47.8% (<15°) 增长到了 65.5% (<15°), 且孪晶界 (Σ3) 含量较少, 从 29.2% 降低到 17.4%, 晶界质量比较高 (如表 2 所示)。究其原因, 主要是因为 Ni9.3W 属于低层错能面心立方合金, 塑性变形机制由位错滑移转向孪生机制, 在塑性变形过程中不易发生交滑移, 位错滑移距离短, 降低了孪晶界的界面能, 促使位错开动之前金属所受应力已经达到孪生变形所需应力, 导致其发生孪生形变, 在冷轧过程中容易造成应力集中。在随后的再结晶退火过程中, 在这些应力集中区

表 1 形变细化晶粒之后轧制总变形量对基带立方织构形成的影响

Total rolling deformation/%	Cube texture content(<15°)/%
97.3	14.4
99	39.1

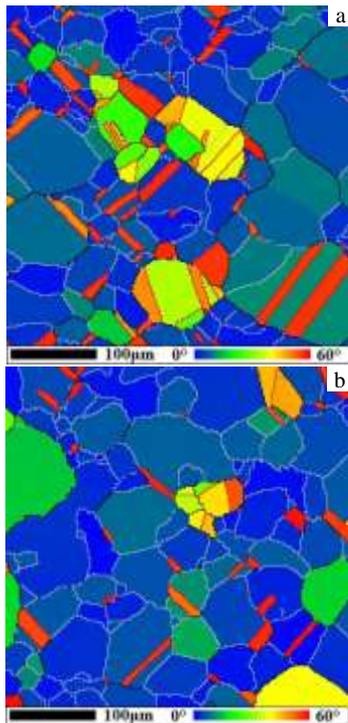


图 6 两步再结晶退火后 Ni9.3W 基带表面晶粒取向分布图  
Fig.6 EBSD map of Ni9.3W substrate after two-step annealing:  
(a) without lubrication rolling and (b) with lubrication rolling

表 2 两步再结晶退火后 Ni9.3W 合金基带的综合性能

Table 2 Comprehensive performances of Ni9.3W alloy substrate after two-step annealing

Rolling method	Cube texture content (<15°)/%	Σ3 content/%	LAGB content(<15°)/%
Without lubrication	79.1	29.2	47.8
With lubrication	86.7	17.4	65.5

域更容易产生大量的退火孪晶。此次研究在轧制过程中采用润滑轧制，降低了轧制过程中的应力集中，缓解了加工硬化，轧制过程中获得了更多具有 S 取向与 Copper 取向的晶粒，从而促使再结晶退火过程中获得了较多再结晶立方织构和较优的晶界质量<sup>[19,20]</sup>。

### 3 结 论

1) 采用优化的形变细化晶粒处理使得 Ni9.3W 合金基带立方织构含量提高 9.8%。在此基础上，增加形变细化晶粒处理后的轧制总变形量，立方织构含量进一步提高了 24.7%；

2) 采用两步再结晶退火后，润滑轧制基带的立方织构含量比非润滑轧制基带的立方织构含量高 9.6%，

达到了 86.7% (<15°)，而且孪晶界数量、小角度晶界含量均要优于非润滑轧制，说明润滑轧制对立方织构形成有着积极的影响。

### 参考文献 References

[1] Norton D P, Goyal A, Budai J D *et al. Science*[J], 1996, 274(5288): 755

[2] Zhang Yongjun(张永军), Zhang Pingxiang(张平祥), Li Chengshan(李成山) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2009, 38(5): 935

[3] Gu Hongwei(古宏伟), Yang Jian(杨 坚), Liu Huizhou(刘惠舟) *et al. Journal of the Chinese Rare Earth Society* (中国稀土学报) [J], 2006, 24(3): 257

[4] Goyal A, Feenstra R, Paranthaman M *et al. Physica C: Superconductivity*[J], 2002, 382(2): 251

[5] Zhou Y X, Ghalsasi S V, Hanna M *et al. IEEE Trans Appl Supercond*[J], 2007, 17(2): 3428

[6] Eickemeyer J, Hühne R, GÜth A *et al. Supercond Sci Technol*[J], 2008, 21(10): 105 012

[7] Eickemeyer J, Hühne R, GÜth A *et al. Supercond Sci Technol*[J], 2010, 23(8): 085 012

[8] Gaitzsch U, Hänisch J, Hühne R *et al. Supercond Sci Technol*[J], 2013, 26(8): 085 024

[9] Sarma V S, Eickemeyer J, Mickel C *et al. Materials Science and Engineering:A*[J], 2004, 380(1): 30

[10] Liu J N, Liu W, Tang G Y *et al. Int J Miner Mater*[J], 2014, 21(2): 162

[11] Liu J N, Liu W, Tang G Y *et al. Physica C*[J], 2014, 497: 119

[12] Eickemeyer J, Selbmann D, Opitz R *et al. Physica C*[J], 2002, 372(376): 814

[13] Vannozzi A, Augieri A, Celentano G *et al. IEEE Trans Appl Supercond*[J], 2007, 17: 3436

[14] Bhattacharjee P P, Tsuji N, Ray R K. *Metall Mater Trans*[J], 2011, 42: 2769

[15] Wang Jianhong(王建宏), Suo Hongli(索红莉), Gao Mang-mang(高忙忙) *et al. Rare Metals* (稀有金属) [J], 2010, 34(4): 531

[16] Shi Deke (石德珂). *Fundamentals of Material Science*(材料科学基础)[M]. Beijing: China Machine Press, 2003: 323

[17] Mao Weimin(毛卫民), Yang Ping(杨 平), Chen Leng(陈 冷). *Material Structural Analysis Principle and Testing Technology*(材料织构分析原理与检测技术)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2008: 12

[18] Liu Chunfang(刘春芳), Feng Yong(冯 勇), Xi Wei(郗 卫) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与

- 工程) [J], 2006, 35(2): 287 78
- [19] Jiang Honghui(蒋红辉), Zhang Xinming(张新明). *Mining and Metallurgical Engineering* (矿冶工程) [J], 2003, 23(4): 83
- [20] Tian H, Suo H L, Liang Y R *et al. Mater Lett*[J], 2015, 141: 83

## Influence of Deformation Refinement Grain and Lubrication Rolling on the Cube Texture Formation in Ni-9.3%W Alloy Substrate

Peng Faxue, Ma Lin, Tian Hui, Suo Hongli, Meng Yichen, Liang Yaru, Liu Jing, Zhong Zhipeng  
(Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

**Abstract:** Influence of deformation refinement grain and lubrication rolling on the cube texture formation in Ni-9.3 at%W(Ni9.3W) alloy substrate was analyzed by optical microscope (OM), X-ray diffraction (XRD) and electron backscattered diffraction (EBSD) technique. The results show that the method of deformation refinement grain can effectively improve the cube texture content in Ni9.3W alloy substrate. The grains are finer with the increase of deformation reduction, which results in a higher cube texture content in annealed substrate. The cube texture content by the optimized deformation refinement grain increases by 9.8% compared with that without deformation refinement grain in Ni9.3W alloy substrate. Besides, cube texture content increases by 24.7% through adding total rolling deformation after deformation refinement grain. Lubrication rolling is able to get more S and Copper orientation in rolling textures. After recrystallization annealing, cube texture content with lubrication rolling reaches 86.7% (<15°), which is 9.6% higher than that without lubrication rolling. In addition, the twin boundary quantity and low angle grain boundary content by lubrication rolling is superior to that without lubrication rolling, which illustrates that lubrication rolling has a significant effect on the cube texture formation.

**Key words:** Ni9.3W; refinement grain; lubrication rolling; rolling texture; cube texture

---

Corresponding author: Suo Hongli, Ph. D., Professor, College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, P. R. China, Tel: 0086-10-67392947, E-mail: honglisuo@bjut.edu.cn