Sheffield Hallam University

Effect of Deformation Rate on the Elastic-Plastic Deformation Behavior of GH3625 Alloy

GAO, Yubi, DING, Yutian, HAIFENG, Li, DONG, Hongbiao, ZHANG, Ruiyao, LI, Jun and LUO, Quanshun <http://orcid.org/0000-0003-4102-2129>

Available from Sheffield Hallam University Research Archive (SHURA) at:

http://shura.shu.ac.uk/28643/

This document is the author deposited version. You are advised to consult the publisher's version if you wish to cite from it.

Published version

GAO, Yubi, DING, Yutian, HAIFENG, Li, DONG, Hongbiao, ZHANG, Ruiyao, LI, Jun and LUO, Quanshun (2021). Effect of Deformation Rate on the Elastic-Plastic Deformation Behavior of GH3625 Alloy. Acta Metallurgica Sinica.

Copyright and re-use policy

See http://shura.shu.ac.uk/information.html

Sheffield Hallam University Research Archive
http://shura.shu.ac.uk

变形速率对 GH3625 合金弹-塑性变形行为的影响

高钰璧 [1,2,3] 丁雨田 [1,2,*] 李海峰 [4] 董洪标 [5,**] 张瑞尧 [6] 李 军 [5] 罗全顺 [3]

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 兰州 730050

2 兰州理工大学 材料科学与工程学院 兰州 730050

3 Material Materials and Engineering Research Institute, Sheffield Hallam University, Sheffield, S1 1WB, UK

4 北京有色金属研究总院 有色金属材料制备加工国家重点实验室 北京 100088

5 Department of Engineering, University of Leicester, Leicester, LE1 7RH, UK

6 Engineering & Innovation, Open University, Milton Keynes, MK7 6AA, UK

摘 要 本文利用原位中子衍射室温压缩实验、EBSD 和 TEM 等手段研究了变形速率对 GH3625 合金弹-塑性变形行为的影响。结果表明，GH3625 合金宏观应力-应变曲线包括弹性变形阶段(施加应力 σ≤300 MPa)、弹-塑性转变阶段(300 MPa<σ≤350 MPa)和塑性变形阶段(σ>350 MPa)，这与细观晶格应变行为一致。同时，变形速率与晶体弹性和塑性各向异性密切相关。通过特定 hkl 反射的晶格应变、峰宽和强度的研究结果表明，变形速率对晶体弹性各向异性影响较小，而对晶体塑性各向异性影响较大。随变形速率的增加，大角度晶界逐渐向小角度晶界转变，孪晶界的比例逐渐减小，晶粒由均匀变形向不均匀变形转变。随变形速率的增加，合金的总位错密度(ρ)先减小后增加，而几何必须位错密度(ρ^{GND})单调递增，统计存储位错密度(ρ^{SSD})单调递减；同时，试样在变形速率为 0.2 mm/min 时表现出反常的加工硬化行为，这主要与均匀变形产生的统计储存位错(SSD)有关；此外，位错强化贡献和 TEM 观察证实了 GH3625 合金的塑性变形机制以位错滑移为主，其加工硬化机制是位错强化。

关键词 GH3625 合金，变形速率，原位中子衍射，晶格应变，弹-塑性各向异性

中图分类号 TG146.15 **文章编号** 0412-1961(202×)×-××-×

Effects of Deformation Rate on the Elastic-Plastic Deformation Behavior of GH3625 Alloy

GAO Yubi[1,2,3], DING Yutian[1,2,*], LI Haifeng[4], DONG Hongbiao[5,**], ZHANG Ruiyao[6], LI Jun[5], LUO Quanshun[3]

1State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Non-ferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou, 730050, China

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

3 Materials and Engineering Research Institute, Sheffield Hallam University, Sheffield, S1 1WB, UK

4 State Key Laboratory of Nonferrous Metals and Processes, General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing,

资助项目 国家重点研发计划项目 No.2017YFA0700703，国家自然科学基金项目 No.51661019，甘肃省科技重大专项项目 No.145RTSA004，兰州理工大学红柳一流学科建设计划，兰州理工大学优秀博士学位论文培育计划，兰州理工大学优秀学生出国（境）学习交流基金和省部共建国家重点实验室合作交流基金。

收稿日期 **定稿日期**

作者简介 高钰璧，男，1991 年出生，博士生

通讯作者 丁雨田，dingyt@lut.edu.cn,主要从事镍基变形高温合金方面的研究；董洪标，h.dong@le.ac.uk，主要从事金属加工方面的研究

100088, China

5 Department of Engineering, University of Leicester, Leicester, LE1 7RH, UK

6 Engineering & Innovation, Open University, Milton Keynes, MK7 6AA, UK

Correspondent: DING Yutian, professor, Tel: (0931)2976688, E-mail: dingyt@lut.edu.cn. DONG Hongbiao, professor, E-mail: hd38@le.ac.uk.

Supported by National Key Research and Development Program of China (No.2017YFA0700703), National Natural Science Foundation of China (No.51661019), Program for Major Projects of Science and Technology in Gansu Province (No.145RTSA004), Hongliu First-class Discipline Construction Plan of Lanzhou University of Technology, Incubation Program of Excellent Doctoral Dissertation-Lanzhou University of Technology, and Lanzhou University of Technology Excellent Students Studying Abroad Learning Exchange Fund and State Key Laboratory of Cooperation and Exchange Fund.

Manuscript received 202*—**—**，in revised form 202*—**—**

ABSTRACT GH3625 alloy is a typical polycrystalline materials, the mechanical properties of a crystal within the alloy is dependent on its single crystal properties, its lattice orientation and the orientations of neighboring crystals. However, accurate determination of single crystal properties is important in developing a quantitative understanding of the micromechanical behavior of the alloy. In this work, the effect of deformation rate on the elasto-plastic deformation behavior of GH3625 alloy were investigated using in situ neutron diffraction room-temperature compression experiments, EBSD and TEM. The results show that the microscopic stress-strain curve includes elastic deformation (applied stress σ≤300 MPa), elasto-plastic transition (300 MPa<σ≤350 MPa) and plastic deformation (σ>350 MPa) stages, which is consistent to the mesoscopic lattice strain behavior. Meanwhile, the deformation rate is closely related to the crystal elastic and plastic anisotropy. The research results of the lattice strain, peak width and intensity reflected by the specific *hkl* show that the deformation rate has little effect on elastic anisotropy of the crystal, but has a greater effect on plastic anisotropy of the crystal. With the increase of deformation rate, the high angle grain boundaries (HAGBs) gradually changes to the low angle grain boundaries (LAGBs), and the proportion of twin boundaries (TBs) gradually reduces, as well as the grains transform from uniform deformation to non-uniform deformation. With the increase of deformation rate, the total dislocation density (ρ) of the alloy decreases first and then increases, while the geometrically necessary dislocation (GND) density (ρ^{GND}) increases monotonically, and the statistically stored dislocation (SSD) density (ρ^{SSD}) decreases monotonically. Meanwhile, the abnormal work hardening behavior of sample at deformation rate of 0.2 mm/min is mainly related to the SSD generated by uniform deformation. In addition, contribution of dislocation strengthening and TEM observation confirmed that the dominant deformation of the alloy is dislocation slip, and its work hardening mechanism is dislocation strengthening.

KEY WORDS GH3625 alloy, deformation rate, in situ neutron diffraction, lattice strain, elastic and plastic anisotropy

GH3625 合金在低温到 980 ℃具有高强度、高韧性以及优良的耐疲劳性能和抗 Cl^-应力腐蚀能力，已广泛应用于航空发动机、燃气轮机和核电设备等关键部件中[1-3]。作为典型的多晶体材料，它的力学响应取决于其单晶性质、晶体的晶格取向和相邻晶体取向[4]。因此，准确测定单晶性质对于多晶体材料整体的微观力学行为的定量理解至关重要。

目前，国内外关于 GH3625 合金变形行为的研究主要通过宏观拉伸/压缩应力-应变曲线和微观组织分析相结合的方式，如闫士彩等[5]采用热压缩应力-应变曲线和微观组织分析相结合的方法研究了 Inconel 625 合金在 1000~1200 ℃，应变速率为 10~80 s^{-1} 条件下的热变形行为。Li 等[6]采用热压缩实验与电子背散射衍射 (EBSD)和透射电子显微镜(TEM)技术相结合，研究了 Inconel 625 合金在 900~1200 ℃，应变速率为 0.1 s^{-1} 条件下的热变形行为。Badrish 等[7]采用准静态拉伸应力-应变曲线研究了 Inconel 625 合金在室温到 600 ℃，应变速率为 0.0001~0.1 s^{-1} 条件下的各向异性行为。Rodriguez 等[8]采用单轴拉伸及蠕变实验与扫描电镜显微镜(SEM)和 TEM 技术相结合，研究了球磨 Inconel 625 合金的拉伸和蠕变行为。本课题组[9-11]前期采用准静态室温压缩应力-应变曲线和微观组织分析相结合，研究了 GH3625 合金的冷变形行为。但是，上述 GH3625 合金的宏观应力-应变曲线均不能直接反映该合金的细观弹-塑性变形行为。

中子衍射技术是当前研究材料微观力学行为的成熟技术[12,13]。由于中子衍射原位拉伸/压缩实验可以得到材料在受载情况下特定(*hkl*)晶面的晶格应变，从而研究材料的微观力学行为。Wong 和 Dawson[4]通过中子衍射原位拉伸实验研究了 FCC 结构多晶体材料中晶体各向异性对晶格应变所表现的弹-塑性转变行为的影响。Maymond 和 Bouchard[14]通过中子衍射原位拉伸实验研究了 316 不锈钢高温弹-塑性变形行为，发现在传统的滑移过程中以及在动态应变时效的过程中，实验结果与基于滑移的弹性自洽模型结果均获得了良好的一致性。Lee 等[15]通过中子衍射原位压缩实验研究了难熔高熵合金的弹性和塑性变形行为的温度依赖性，晶格应变演变结果表明合金独特的弹性变形行为，即在室温下表现为弹性各向同性，而在高温下表现为弹性各向异性，与常规金属材料相比，合金的弹性各向异性变形行为对温度的依赖性较小。Wang 等[16]通过中子衍射原位压缩实验测定了室温和高温下 Inconel 625 合金的衍射弹性常数和单晶弹性常数。但已有的报道很少利用原位中子衍射技术对 GH3625 合金的细观弹-塑性变形行为进行系统性研究。

鉴于此，本文采用原位中子衍射技术实时测量 GH3625 合金室温压缩变形过程中各个 *hkl* 晶面的晶格应变、峰宽和强度的演变，研究变形速率对合金弹-塑性变形行为的影响，利用 EBSD 和 TEM 技术对原位中子衍射测量后试样的微观组织进行分析，结合位错密度理论计算，揭示了 GH3625 合金的塑性变形机制和加工硬化机制，阐明了合金在低变形速率下反常加工硬化行为的机制。

1 实验方法

GH3625 合金棒材的化学成分(质量分数，%)为：Cr 21.77，Mo 8.79，Nb 3.75，Fe 3.68，Ti 0.40，Al 0.21，C 0.042，P 0.006，S 0.0006 和 Ni 余量。试样从热挤压棒材上切取，经 1150 ℃保温 1 h+空冷的固溶处理后机加工成直径 12 mm、长 32 mm 的圆柱试样，在室温下进行原位压缩实验。

在 ENGIN-X 中子衍射仪上进行压缩变形过程中的原位衍射测量[17]。将样品水平安装在 Instron 应力装置上，其加载轴(平行于压缩方向)与入射中子束成 45 °。衍射仪上的 2 个接收器(Bank 1 和 Bank 2)收集散射角 2θ=±90°的衍射信号，散射矢量(Scattering vector)分别平行于和垂直于样品的加载方向。以分步方式压缩样品，在每个步骤收集中子衍射数据。在压缩实验中应用 2 种不同的加载方法。首先，将样品在应力控制下以 50 MPa 的步长和 10 MPa/s 的速率压缩至 350 MPa。然后，在位移控制下使样品变形，从而实现特定的压缩速率。在位移控制变形过程中分别以 0.2、0.5 和 1.0 mm/min 的变形速率(r)测试样品，研究变形速率对合金细观弹-塑变形行为的影响。使用 Open Genie 软件包分析衍射光谱，该软件包提供晶面间距(d)、衍射峰强度(I)和半峰全宽($FWHM$)的信息。

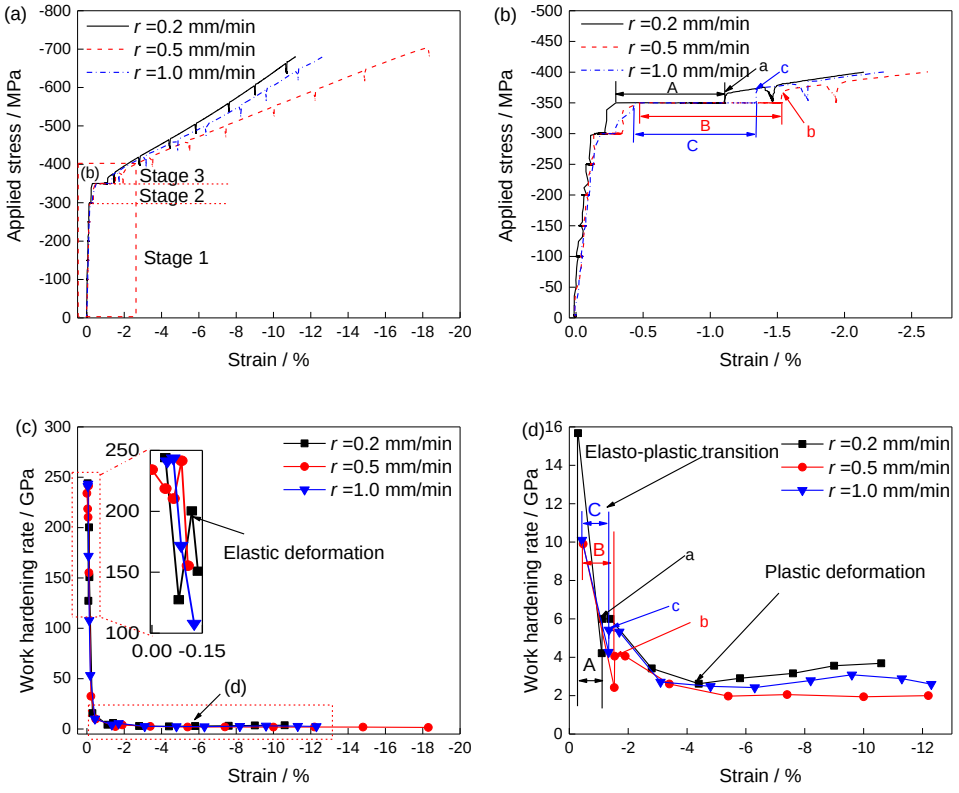
所有原位中子衍射压缩实验后的试样呈 S 型，这与压缩变形过程中的自由变形和晶粒转动有关。在纯切应力作用下，晶体的滑移不会引起取向的改变，但晶体在发生塑性变形时，不仅仅只受纯切应力的作用，还存在压应力等作用力，压缩过程中夹头不受限制，则经外力(F)轴向压缩，为了保持滑移面的滑移方向不变，力轴将会发生偏移[18]。在压缩变形过程中是否发生晶粒转动将会在文中通过详细的中子衍射和 EBSD 进行分析。将压缩后的试样使用线切割方法沿轴向中心剖开，对剖面(LD-TD，LD 和 TD 分别为圆柱试样的轴向和横向)进行研磨、机械抛光后，用 20 %H_2SO_4+80 %CH_3OH(体积分数)电解液进行电解抛光，直流电压 20 V，抛光时间 30 s，利用配有 HKL-EBSD 探头的 Quanta FEG 450 型热场发射 SEM 进行 EBSD 分析，使用 Channel 5 软件进行数据处理。在压缩变形后的试样中以距离表面 3 mm 处为圆心切割出厚度为 3

mm 的圆片，然后将其用砂纸打磨至厚度 50 μm 左右，在 Gatan 695 型离子减薄仪上进行离子减薄，然后在 FEI Talors F200 TEM 上进行测试，测试电压为 200 kV。

2 实验结果与分析

2.1 宏观应力-应变曲线

图 1 为 GH3625 合金在不同变形速率下的压缩应力-应变曲线和加工硬化率曲线。从图 1a 中可以看出，在不同的变形速率下合金的压缩应力-应变曲线均分为 3 个阶段：第一阶段为弹性变形阶段(σ≤300 MPa，σ 为施加应力)，第二阶段为弹-塑性转变阶段(300 MPa<σ≤350 MPa)，第三阶段为塑性变形阶段(σ>350 MPa)，其中图 1a 曲线上锯齿代表位移控制下(保持应变)的应力释放现象。在第一阶段中，应变随施加应力的增加呈线性响应(图 1a)，加工硬化率在初始阶段发生轻微改变(图 1c 中插图)，属于典型的弹性变形特征。在此阶段，所有试样的屈服强度均为 300 MPa，变形速率对合金的屈服强度没有影响，说明合金的屈服强度依赖于合金的原始晶粒尺寸；但变形速率对合金的弹性模量(E)有轻微的影响(图 1b)，这可能与晶体弹性各向异性有关[19]。在第二阶段中，应变随施加应力的增加出现“台阶”状，呈非线性响应，而加工硬化率急剧下降后突然增加，出现弹-塑性转变点(图 1b 和 d 中 a、b 和 c 分别对应变形速率为 0.2、0.5 和 1.0 mm/min 时的弹-塑性转变点)，说明此阶段出现短暂的弹-塑性转变[20]。在此阶段，施加应力相同的条件下，台阶宽度随变形速率的增加先增加后减小(图 3b 和 d 中 A、B 和 C 分别对应变形速率为 0.2、0.5 和 1.0 mm/min 时的弹-塑性转变阶段的宽度)，说明合金的收缩量随变形速率的增加先增加后减小，收缩量越小代表加工硬化越大。在第三阶段中，弹-塑性转变点后应变随施加应力的增加又呈线性响应，加工硬化率随应变的增加缓慢下降。在此阶段，应变相同的条件下加工硬化率随变形速率的增加先减小后增加(图 1d)，这与 GH4738 和 GH4169 合金冷压缩变形时加工硬化率随变形速率的增加而增加的结果不符[20,21]，这可能与均匀变形产生的统计存储位错(SSD)对加工硬化做出了额外贡献有关[22]。由此可知，变形速率对 GH3625 合金弹-塑性变形行为均有影响，在弹性变形阶段影响较小，而在塑性变形阶段影响显著；同时，试样在 r=0.2 mm/min 时表现出反常的加工硬化行为。



（a）图曲线上的锯齿代表什么意思？

图 1 GH3625 合金在不同变形速率(r)下的压缩应力-应变曲线和加工硬化率曲线

Fig.1 The compression stress-strain curve (a~b) and work hardening rate curve (c~d) of GH3625 alloy at different deformation rates(r). (Inset in Fig.1 c show the work hardening rate curve of alloy elastic deformation stage at different deformation rates, A, B, and C respectively represent the width of the alloy elasto-plastic transition stage at different deformation rates in Fig.1 b and d, while a, b, and c are the elasto-plastic transition points at different deformation rates, respectively.)

2.2 中子衍射

2.2.1 晶格演变

图 2 为 GH3625 合金在不同变形速率下的中子衍射图谱。由图可知，在不同的变形速率下合金在弹-塑性变形过程中均未检测到明显的新衍射峰出现，表明 GH3625 合金在不同变形速率下压缩变形过程中均未发生相变。同时，在不同的变形速率下合金的衍射峰位置随着施加应力或应变的增加均向低晶面间距发生偏移，如表 1~3 所示。利用原位中子衍射压缩实验可以得到材料在受载荷情况下的晶格应变来研究材料的性能。加载过程中特定的{hkl}晶面族的晶格应变(ε_{hkl})可以通过衍射峰位置的相对偏移来表达[23]：

$$\varepsilon_{hkl}=\frac{d_{hkl}-d_{hkl}^{0}}{d_{hkl}^{0}} \quad (1)$$

式中，d_{hkl} 和 d_{hkl}^{0} 分别是{hkl}晶面族加载状态下的晶面间距和无载荷状态下的晶面间距。在本文中，d_{hkl}^{0} 为{hkl}晶面族在 5 MPa 下的晶面间距。

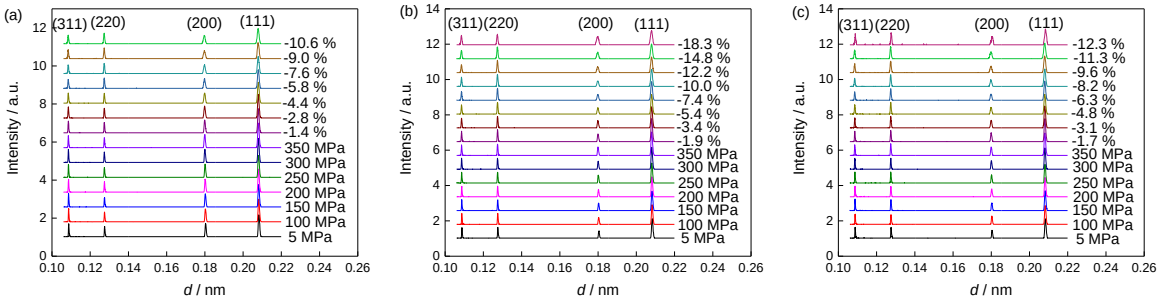


图 2 不同变形速率下 GH3625 合金压缩变形过程中的中子衍射图演变

Fig.2 Evolution of neutron diffraction patterns of GH3625 alloy during compression deformation at different deformation rates(r). (d—interplanar spacing)

(a) r=0.2 mm/min (b) r=0.5 mm/min (c) r=1.0 mm/min

表 1 r =0.2 mm/min 时不同应力/应变、不同(hkl)晶面上 GH3625 合金的晶面间距(d)、衍射峰强度(I)和半峰全宽($FWHM$)

Table 1 Interplanar spacing(d), diffraction peak intensity (I) and full width at half maximum ($FWHM$) of GH3625 alloy at different stress/strain and different (hkl) crystal planes under r = 0.2 mm/min

Stress/strain	(111)			(200)			(220)			311		
	d, nm	$FWHM$, nm	I, a.u.	d, nm	$FWHM$, nm	I, a.u.	d, nm	$FWHM$, nm	I, a.u.	d, nm	$FWHM$, nm	I, a.u.
5 MPa	0.20830	0.00084	1.17358	0.18040	0.00068	0.69436	0.12758	0.00048	0.50383	0.10878	0.00039	0.65635
100 MPa	0.20822	0.00084	1.17337	0.18031	0.00070	0.68317	0.12752	0.00046	0.49603	0.10874	0.00040	0.66543
150 MPa	0.20818	0.00083	1.16570	0.18026	0.00070	0.69087	0.12750	0.00046	0.49845	0.10871	0.00041	0.67213
200 MPa	0.20814	0.00083	1.18192	0.18019	0.00067	0.68782	0.12746	0.00045	0.52944	0.10868	0.00042	0.64227
250 MPa	0.20811	0.00085	1.18135	0.18013	0.00068	0.69815	0.12744	0.00048	0.51071	0.10865	0.00040	0.6587
300 MPa	0.20805	0.00085	1.24163	0.18003	0.00070	0.69999	0.12741	0.00047	0.52655	0.10863	0.00040	0.67256

350 MPa	0.20803	0.00091	1.28964	0.17994	0.00075	0.70985	0.12741	0.00047	0.51637	0.10860	0.00044	0.60751
-1.4 %	0.20802	0.00091	1.27327	0.17994	0.00076	0.67652	0.12741	0.00048	0.54683	0.10860	0.00045	0.62113
-2.8 %	0.20799	0.00094	1.17662	0.17989	0.00086	0.60878	0.12740	0.00051	0.52139	0.10857	0.00049	0.57157
-4.4 %	0.20799	0.00100	1.08604	0.17987	0.00088	0.53975	0.12738	0.00055	0.51639	0.10856	0.00052	0.50773
-5.8 %	0.20796	0.00101	0.97778	0.17982	0.00096	0.48265	0.12737	0.00057	0.52286	0.10854	0.00057	0.45533
-7.6 %	0.20793	0.00106	0.87945	0.17978	0.00103	0.44869	0.12735	0.00061	0.52813	0.10852	0.00057	0.45751
-9.0 %	0.20790	0.00107	0.83019	0.17975	0.00115	0.39349	0.12733	0.00063	0.53534	0.10850	0.00059	0.44199
-10.6 %	0.20787	0.00111	0.78369	0.17970	0.00113	0.42311	0.12730	0.00068	0.53257	0.10849	0.00066	0.42624

表 2 r =0.5 mm/min 时不同应力/应变、不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金的 d、I 和 *FWHM*

Table 2 d, I and *FWHM* of GH3625 alloy at different stress/strain and different (*hkl*) crystal planes under r = 0.5 mm/min

Stress/strain	(111)			(200)			(220)			(311)		
	d, nm	*FWHM*, nm	*I*, a.u.	*d*, nm	*FWHM*, nm	*I*, a.u.	*d*, nm	*FWHM*, nm	*I*, a.u.	*d*, nm	*FWHM*, nm	*I*, nm
5 MPa	0.20834	0.00083	1.11934	0.18043	0.00061	0.39388	0.12761	0.00048	0.58243	0.10882	0.00041	0.58707
100 MPa	0.20827	0.00083	1.10925	0.18033	0.00065	0.40134	0.12755	0.00048	0.61018	0.10876	0.00041	0.60243
150 MPa	0.20824	0.00085	1.09792	0.18028	0.00061	0.42557	0.12752	0.00047	0.61532	0.10873	0.00040	0.60224
200 MPa	0.20819	0.00085	1.12129	0.18021	0.00062	0.40632	0.12750	0.00047	0.60832	0.10871	0.00041	0.59379
250 MPa	0.20815	0.00085	1.13248	0.18015	0.00063	0.42301	0.12747	0.00048	0.61803	0.10868	0.00041	0.58574
300 MPa	0.20811	0.00085	1.23182	0.18006	0.00062	0.44808	0.12745	0.00049	0.61165	0.10866	0.00041	0.5974
350 MPa	0.20808	0.00091	1.31223	0.17998	0.00068	0.46537	0.12744	0.00051	0.64062	0.10864	0.00046	0.55437
-1.9 %	0.20808	0.00094	1.29399	0.17998	0.00073	0.44567	0.12745	0.00051	0.66333	0.10862	0.00045	0.54972
-3.4 %	0.20806	0.00098	1.19256	0.17993	0.00076	0.40879	0.12744	0.00054	0.64845	0.10862	0.00049	0.53572
-5.4 %	0.20804	0.00100	1.10616	0.17990	0.00084	0.35767	0.12742	0.00057	0.65766	0.10860	0.00052	0.49431
-7.4 %	0.20801	0.00103	1.04847	0.17989	0.00092	0.33364	0.12740	0.00060	0.67182	0.10858	0.00055	0.46532
-10.0 %	0.20800	0.00107	0.95993	0.17986	0.00099	0.3131	0.12739	0.00064	0.67001	0.10857	0.00056	0.49341
-12.2 %	0.20799	0.00110	0.88218	0.17982	0.00106	0.33193	0.12738	0.00067	0.66901	0.10855	0.00062	0.44359
-14.8 %	0.20797	0.00115	0.82822	0.17979	0.00110	0.35773	0.12735	0.00071	0.65468	0.10854	0.00068	0.47036
-18.3 %	0.20793	0.00125	0.80048	0.17977	0.00132	0.46561	0.12730	0.00074	0.57609	0.10852	0.00071	0.51191

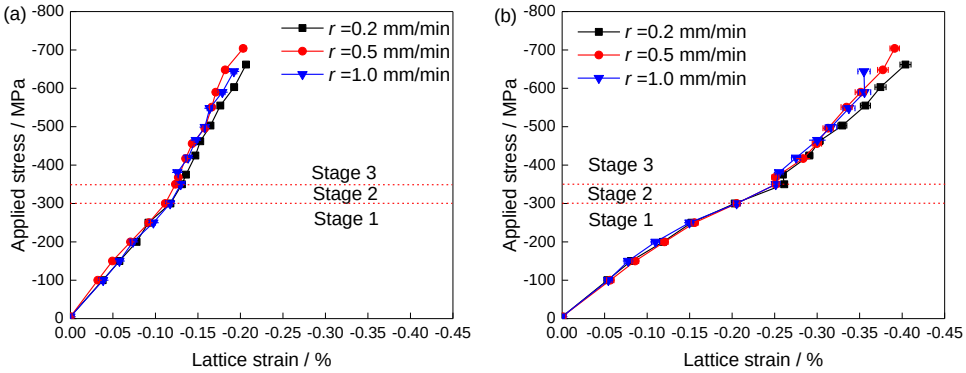
表 3 r =1.0 mm/min 时不同应力/应变、不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金的 d、I 和 *FWHM*

Table 3 d, I and *FWHM* of GH3625 alloy at different stress/strain and different (*hkl*) crystal planes under r = 1.0 mm/min

Stress/strain	(111)			(200)			(220)			(311)		
	d, nm	*FWHM*, nm	*I*, a.u.	*d*, nm	*FWHM*, nm	*I*, a.u.	*d*, nm	*FWHM*, nm	*I*, a.u.	*d*, nm	*FWHM*, nm	*I*, a.u.
5 MPa	0.20834	0.00084	1.08875	0.18043	0.00061	0.45629	0.12761	0.00048	0.57052	0.10880	0.00041	0.58913
100 MPa	0.20826	0.00083	1.0842	0.18033	0.00062	0.47041	0.12755	0.00049	0.56411	0.10877	0.00042	0.58839
150 MPa	0.20821	0.00084	1.1059	0.18029	0.00066	0.44241	0.12752	0.00048	0.59492	0.10873	0.00040	0.60091
200 MPa	0.20818	0.00084	1.12707	0.18023	0.00068	0.43653	0.12750	0.00049	0.57389	0.10871	0.00043	0.56066
250 MPa	0.20813	0.00084	1.07278	0.18016	0.00062	0.46351	0.12747	0.00048	0.57312	0.10869	0.00042	0.58799
300 MPa	0.20809	0.00084	1.20557	0.18006	0.00066	0.48847	0.12744	0.00046	0.60983	0.10866	0.00041	0.60782
350 MPa	0.20807	0.00091	1.27927	0.17998	0.00071	0.49084	0.12744	0.00051	0.62514	0.10862	0.00045	0.57167
-1.70 %	0.20808	0.00092	1.27499	0.17998	0.00075	0.48262	0.12744	0.00051	0.63146	0.10862	0.00046	0.54988

-3.10 %	0.20805	0.00094	1.23329	0.17995	0.00081	0.42648	0.12744	0.00056	0.60900	0.10862	0.00049	0.52269
-4.80 %	0.20803	0.00101	1.12762	0.17990	0.00087	0.37979	0.12742	0.00056	0.64910	0.10861	0.00054	0.49041
-6.30 %	0.20801	0.00102	1.06178	0.17989	0.00092	0.35076	0.12742	0.00060	0.65044	0.10859	0.00055	0.47232
-8.20 %	0.20800	0.00107	0.97567	0.17984	0.00101	0.35728	0.12739	0.00063	0.64631	0.10856	0.00060	0.44765
-10.00 %	0.20797	0.00112	0.93614	0.17982	0.00105	0.3607	0.12738	0.00069	0.63884	0.10854	0.00061	0.47602
-11.30 %	0.20794	0.00121	0.86971	0.17982	0.00116	0.38822	0.12734	0.00071	0.65572	0.10852	0.00067	0.47575
-12.30 %	0.20840	0.00116	0.85174	0.18045	0.00110	0.45890	0.12767	0.00066	0.65823	0.10885	0.00066	0.52180

图 3 为不同变形速率、不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金晶格应变与施加应力的关系。由图 3 可知，在相同施加应力下，所有试样均在(200)晶面上具有最大的晶格应变，其次从大到小依次是(311)、(220)和(111)晶面上，说明晶格应变的变化很大程度上取决于晶粒取向，表明强弹性各向异性。在弹性变形阶段，所有晶粒在加载方向上的晶格应变均随施加应力的增加呈线性增加，在此阶段，通过施加应力与晶格应变函数的斜率可以计算出每个(*hkl*)晶面的弹性模量 E_{hkl}，其值列于表 4 中。由表 4 可知，所有试样均在(111)晶面上表现出最大的弹性模量，其次是(220)和(311)晶面，而在(200)晶面上最小。这表明(111)晶面具有较大的刚度，而(200)晶面具有较小的刚度，表现出在相同的施加应力下(200)晶面的晶格应变大于(111)晶面的晶格应变。同时，不同变形速率下特定(*hkl*)晶面的 E_{hkl} 略有差异，这与不同应变速率下宏观应力-应变曲线中弹性变形阶段的整体弹性模量 E 轻微变化相符(图 1b)。FCC 金属的弹性各向异性又称为 Young's 模量各向异性($r_E=E_{111}/E_{200}$)，即通过<111>方向的 Young's 模量与<200>？方向 Young's 模量之比来描述[4,24-25]。计算可知，3 种变形速率下试样的 r_E 分别约为 1.75(r=0.2 mm/min)、1.80(r=0.5 mm/min)和 1.74(r=1.0 mm/min)，其结果介于退火态(1.53)和沉积态(2.24)IN625 合金之间[16]。在屈服点之后开始发生塑性变形，所有试样的晶格应变在弹-塑性转变过程中出现向下的弯曲，对应在整体应力-应变曲线中发生了弹-塑性转变(图 1a 和 b)。在此阶段，(200)晶面的晶格应变明显高于其他(*hkl*)晶面表现出的晶格应变，说明(100)晶面在弹-塑性转变过程中通过充分发展可塑性表现出更大的晶格应变[26]。当施加应力大于 350 MPa 时，所有(*hkl*)晶面的晶格应变随施加应力的增加又呈现出近线性相应，其斜率均高于弹性变形阶段。这是由于在塑性变形阶段所有的晶粒都发生塑性变形时，反射的晶格应变响应又几乎变为线性，其斜率由材料的弹性和塑性各向异性共同决定[27]。值得注意的是，在塑性变形阶段，相同的施加应力下，r=0.2 mm/min 的试样所有晶粒的晶格应变均大于其他变形速率的试样，这可能与晶粒取向有关[28]。



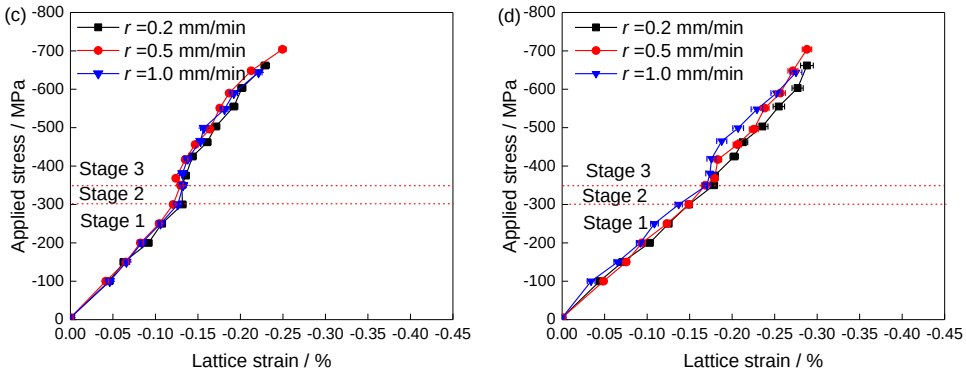


Fig.3 不同变形速率、不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金晶格应变与施加应力的关系

Fig.3 Lattice strain as a function of applied stress for GH3625 alloy at different deformation rates and different (*hkl*) crystal planes

(a) (111) crystal plane (b) (200) crystal plane (c) (220) crystal plane (d) (311) crystal plane

表 4 不同变形速率下 GH3625 合金的弹性模量(E_{hkl})和 Young's 模量各向异性(r_E)

Table 1 Elastic modulus (E_{hkl}) and Young's Modulus anisotropy (r_E) of GH3625 alloy under different deformation rates

r, mm/min	E_{111}, GPa	E_{220}, GPa	E_{311}, GPa	E_{200}, GPa	r_E
0.2	255.41±6.93	224.68±6.40	193.63±4.82	146.07±8.44	1.75
0.5	261.16±7.17	243.10±6.16	199.51±4.21	145.23±7.17	1.80
1.0	252.99±5.09	236.29±5.92	201.09±8.99	145.1±11.42	1.74

2.2.2 衍射峰强度演变

图 4 为不同变形速率和不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金压缩变形过程中的衍射峰积分强度(I/I_0)演变。在图 4 中，衍射峰积分强度通过宏观塑性变形开始时测得的衍射峰强度(I_0)进行归一化获得。衍射峰积分强度的变化可以为塑性变形过程中晶粒取向(织构)的变化提供定性的解释[29]。在弹性变形阶段，所有试样在不同(*hkl*)衍射峰强度基本保持不变，而在弹-塑性转变阶段和塑性变形阶段均表现出相同的变化趋势，但具体增加或减小的数值不同。这表明在塑性变形过程中所有试样在相同(*hkl*)晶面上形成的织构类型一样，但其强度有明显差异。由图 4a 可知，所有试样(111)衍射峰积分强度在弹-塑性转变阶段随施加应力的增加而增加，而在塑性变形阶段随施加应力的增加而减小；由图 4b 可知，所有试样(200)衍射峰积分强度在弹-塑性转变阶段随施加应力的增加而增加，而在塑性变形阶段随施加应力的增加出现先减小后增加的趋势，其施加应力拐点随变形速率的增加而依次减小；由图 4c 可知，所有试样(220)衍射峰积分强度随施加应力的增加呈现缓慢增加的趋势；由图 4d 可知，所有试样(311)衍射峰积分强度随施加应力的增加而减小。分析认为，衍射峰强度的增加表明在塑性变形过程中晶粒沿着加载方向重新取向，而衍射峰强度的减小意味着在塑性变形过程中晶粒发生转动，偏离加载方向[29]。值得注意的是，*r*=0.2 mm/min 的试样衍射峰积分强度的增量均比其他试样的小，减量均比其他试样的大。这表明 *r*=0.2 mm/min 时在变形过程中晶粒发生重新取向的概率远远小于晶粒发生转动的概率。在不同变形速率下，试样的衍射峰强度演化出现明显差异，说明在不同变形速率下压缩变形过程中晶粒重新取向的程度不同，这可能是由于晶粒的滑移/转动和/或形成形变孪晶造成的[30,31]。

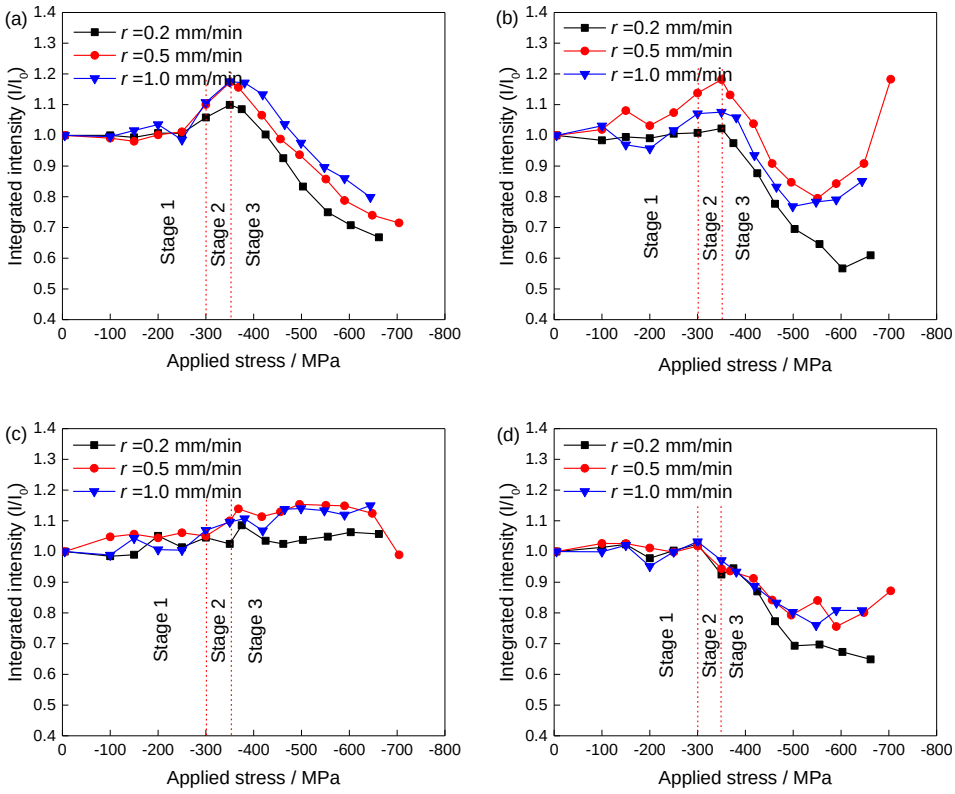


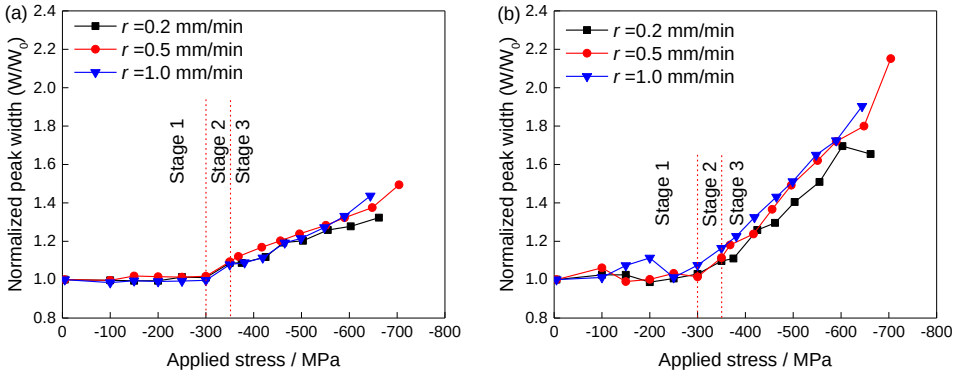
图 4 不同变形速率、不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金压缩变形过程中的衍射峰强度演变

Fig.4 Evolution of diffraction peak intensity of GH3625 alloy during compression deformation at different deformation rates and different (*hkl*) crystal planes

(a) (111) crystal plane (b) (200) crystal plane (c) (220) crystal plane (d) (311) crystal plane

2.2.3 衍射峰宽度演变

图 5 为不同变形速率和不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金压缩变形过程中的衍射峰归一化宽度(W/W_0)演变。在图 5 中，衍射峰归一化宽度通过宏观塑性变形开始时测得的衍射峰 FWHM(W_0)进行归一化获得。在多晶体合金中，衍射峰宽度的演变与合金在变形过程中形成的位错、层错和孪晶密切相关[32]。在弹性变形阶段，所有试样不同(*hkl*)衍射峰宽度基本保持不变，而在弹-塑性转变阶段和塑性变形阶段均表现出明显的上升趋势，但其增量不同。所有试样(200)衍射峰宽度的增量最大，其次从大到小依次是(311)，(220)和(111)衍射峰，表明在压缩变形过程中不同(*hkl*)晶粒变形行为不同，这很大程度上取决于晶粒取向。



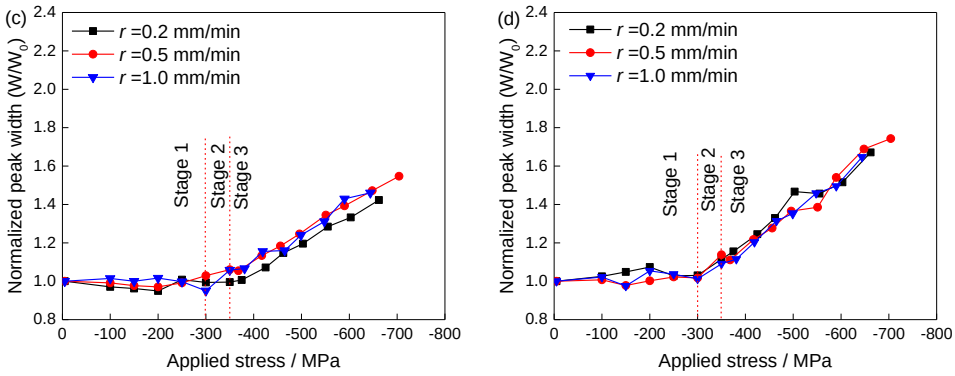


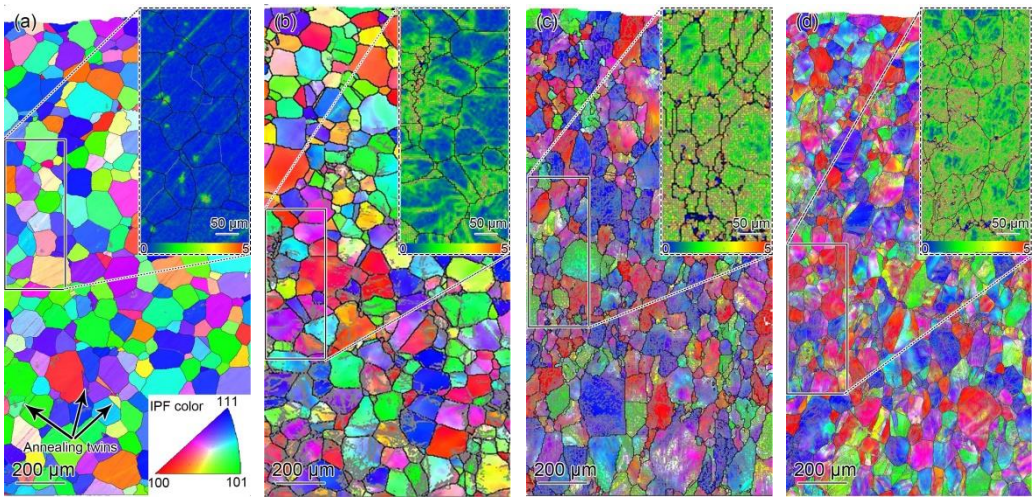
图 5 不同变形速率、不同(*hkl*)晶面上 GH3625 合金压缩变形过程中的衍射峰宽化演变

Fig.5 Evolution of diffraction peak width of GH3625 alloy during compression deformation at different deformation rates and different (*hkl*) crystal planes

(a) (111) crystal plane (b) (200) crystal plane (c) (220) crystal plane (d) (311) crystal plane

2.3 组织演变与晶界特征演变

为了进一步研究变形速率对合金塑性变形行为的影响，揭示合金的塑性变形机制和加工硬化机制，对中子衍射测量后的试样进行 EBSD 和 TEM 分析。图 6 为 GH3625 合金在不同变形速率下的显微组织及其应变分布特征，其中，灰线表示小角度晶界(2 °<θ≤15 °)，而黑线表示大角度晶界(θ>15 °)。可以发现，GH3625 合金原始组织由大量均匀的等轴晶粒和少量的退火孪晶组成(图 6a)；同时，可以通过 Kernel 平均取向差(kernel average misorientation, KAM)的分布来定量评估材料的局部应变分布[33,34]，图 6 中的插图为 KAM 图，其中蓝色表示低应变区，红色表示高应变区（图 6 插图中无红色？）。由图 6a 插图可知，应变均匀分布在晶界处和晶粒内部。当变形速率(r=0.2 mm/min)较小时，等轴晶粒被压扁，变形不明显，小角度晶界优先在晶界附近分布，并伴随位错滑移产生局部应变集中；当变形速率(r≥0.5 mm/min)较大时，等轴晶粒受压缩变形开始呈现扁平状，晶界附近小角度晶界明显增多，晶粒内部出现大量的小角度晶界，晶粒内部出现应变集中，晶界处应变集中逐渐增强。此外，为了直观描述变形速率对不同类型晶界特征分布的影响，采用取向差角分布来表征晶界特征演变。图 7 为不同状态下 GH3625 合金的取向差角分布演变。由图可知，原始试样的取向差角分布呈双峰分布，一个峰在 1.5 °附近，另一个峰在 60 °附近(图 7a)，而变形试样的取向差角分布呈单峰分布，其峰 1.5 °在附近(图 7b~d)。显然，低角度峰对应于大量位错缠结形成的几何必要位错(GND)界面[35]，而位于 60 °附近的峰对应于退火孪晶[36]。同时，统计晶界比例可知，原始试样的晶界以大角度晶界为主，占整个晶界的 60.37 %；当以 r=0.2 mm/min 开始变形时，晶界以小角度晶界为主，占整个晶界的 84.61 %，随着变形速率的增加，小角度晶界的比例增加，而大角度晶界和孪晶界的比例减小。孪晶界的减少是因为在塑性变形期间主要以滑移方式进行，堆积在孪晶界附近的小角度晶界与孪晶界合并为随机晶界[37]。可见，随变形速率的增加，大角度晶界逐渐向小角度晶界转变，孪晶界的比例减小，晶粒由均匀变形向不均匀变形转变。



插图与原图对比度较小，很难将两者进行区分，建议将插图做适当处理，比如加上边框

图 a 中退火孪晶标注是否正确？

图 6 不同状态下 GH3625 合金的微观组织及其应变分布特征演变

Fig.6 Evolution of microstructure and strain distribution characteristics in GH3625 alloy under different states (TD—transverse direction, LD—longitudinal direction, LAGBs—low angle grain boundaries (gray lines), HAGBs—high angle grain boundaries, TBs—twin boundaries, Insets in Fig.6a, b, c and d show the KAM images)

(a) Solution state (b) r =0.2 mm/min (c) r =0.5 mm/min (d) r =1.0 mm/min

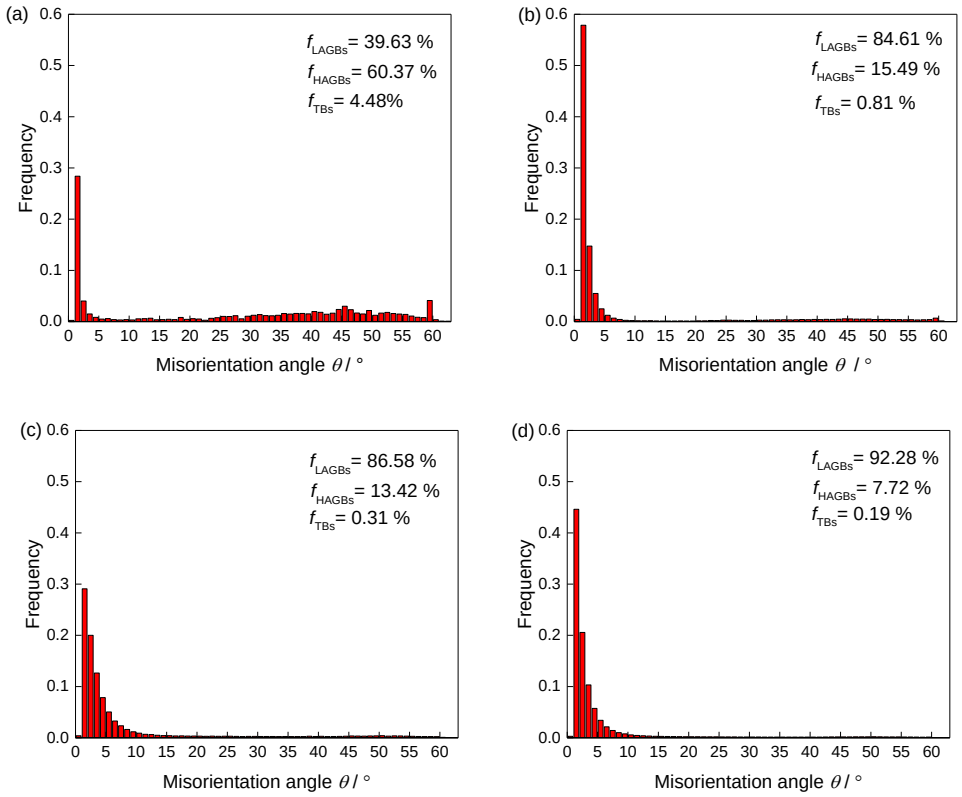


图 7 不同状态下 GH3625 合金的取向差分布演变（上图中的排版问题）

Fig.7 Evolution of misorientation angle distribution of GH3625 alloy under different states. (f_{LAGBs}—fraction of LAGBs, f_{HAGBs}—fraction of HAGBs, f_{TBs}—fraction of TBs)

(a) Solution state (b) r=0.2 mm/min (c) r=0.5 mm/min (d) r=1.0 mm/min

图 8 为 GH3625 合金在 0.5 mm/min 变形速率压缩变形后组织的 TEM 像。由图可知，晶粒内部存在大量位错线相互交叉形成的位错网(图 8a)、位错通过相互作用形成位错缠结(图 8b)以及晶界处存在大量位错塞积(图 8c)，可见晶界是位错运动的障碍；此外，晶粒内部出现条带状结构，终止于晶界(图 8c)。图 8c 插图中选区电子衍射(SAED)花样说明条带状结构为变形带，而不是变形孪晶。分析认为，由于 GH3625 合金属于典型的 FCC 结构的低层错能材料，合金冷变形开始时，不全位错开始滑移变形，当变形量达到一定程度时，合金还会发生孪生变形，在晶粒内部产生变形孪晶[38]。然而，由于本工作中变形量较小，未达到孪生变形的条件，因此在晶界处由于压缩变形不均匀引起位错塞积，导致位错运动的阻力增加，造成明显的加工硬化现象。可见，GH3625 合金在冷塑性变形过程中主要以位错滑移的方式进行，其加工硬化机制以位错强化为主。

（c）中是否为退火孪晶？

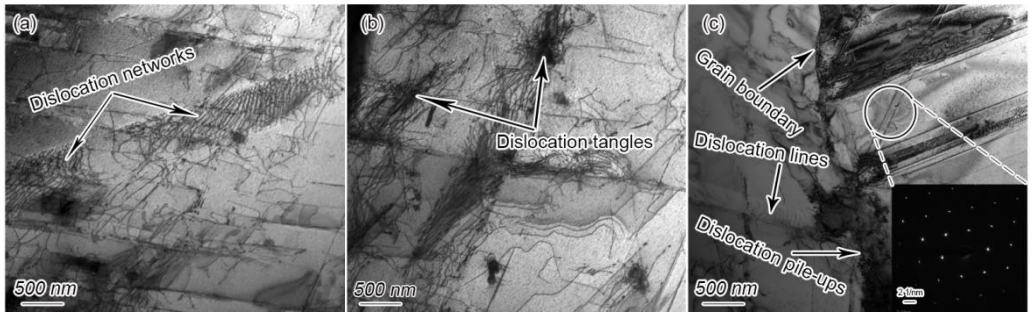


图 8　GH3625 合金在 0.5 mm/min 变形速率压缩变形后组织的 TEM 像

Fig.8 TEM images showing the microstructure of GH3625 alloy after compression deformation at r=0.5 mm/min

(a) TEM image of dislocation network morphologies　(b) TEM image of dislocation tangle morphologies　(c)　TEM image of grain morphologies (Inset in Fig.8c show the SAED pattern of deformation band)

2.4 位错密度

金属塑性变形在微观上反映了位错的形成、增殖和运动，在宏观上表现为金属的加工硬化行为。根据 Ashby 的位错演化模型[39]，多晶金属材料在塑性变形过程中可以将位错分为统计存储位错(SSD)和几何必须位错(GND)，即

$$\rho=\rho^{GND}+\rho^{SSD} \quad (2)$$

其中，ρ 为多晶金属材料的总位错密度，ρ^{SSD} 为多晶金属材料的 SSD 密度，ρ^{GND} 为多晶金属材料的 GND 密度，SSD 是由均匀变形引起的，而 GND 是由不均匀变形引起的。GH3625 合金在压缩变形过程中由不均匀变形引起的 ρ^{GND} 可以通过应变梯度来计算[40,41]:

$$\rho^{GND}=\frac{2\theta_L}{\mu b} \quad (3)$$

式中，θ_L 为局部取向差，μ 为该点的单位长度(100 nm)，b 为 Burger 矢量(0.253 nm)。根据式(3)得到不同变形速率下 GH3625 合金的 ρ^{GND} 分布和平均 ρ^{GND} 如图 9 所示。由图可知，ρ^{GND} 随变形速率的增大而增加，再次证明了变形速率的增加使得合金压缩变形不均匀引起的应变集中程度增强。

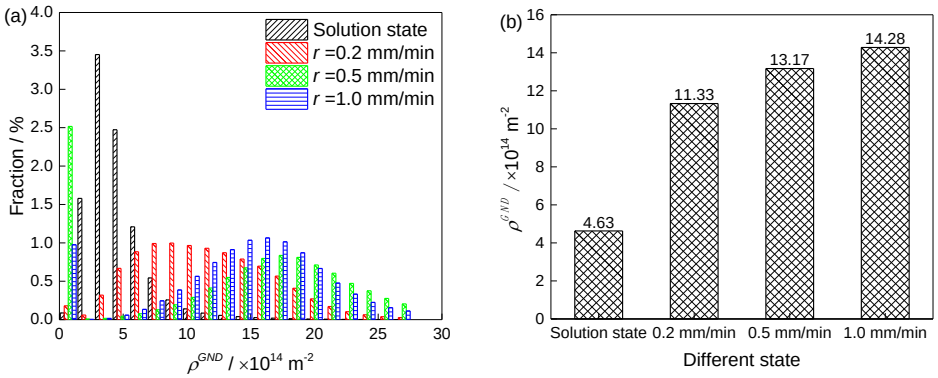


图 9 GH3625 合金不同状态下的几何必须位错密度 ρ^{GND} 分布和平均 ρ^{GND}

Fig.9 Geometrically necessary dislocation density ρ^{GND} distribution (a) and average ρ^{GND} (b) of GH3625 alloy under different states

GH3625 合金在压缩变形时由变形产生的总位错密度 ρ 可以用材料中的弹性能(U)、单位位错长度的弹性能(u)与平均衍射峰宽化 $\Delta W/d$ 来表示[42,43]，计算公式为：

$$\rho=\frac{U}{u}=\frac{15E}{2Gb^2(1+\nu)}\left(\frac{\Delta W}{d}\right)=\frac{15E}{2Gb^2(1+\nu)}\varepsilon^2 \quad (4)$$

式中，G 为剪切模量，ν 为 Poisson 比，ε 为平均晶格应变。在本文中，GH3625 合金在室温下的 E=205 GPa，G=79 GPa，ν=0.308，b=0.253 nm [44]。根据式(4)得到不同变形速率下 GH3625 合金总位错密度随应变的变化规律如图 10a 所示。由图可知，在屈服点之前，所有试样的 ρ 与应变呈线性关系，不随变形速率的变化而变化；在屈服点之后，相同应变下合金的 ρ 随变形速率的增加先减小后增加，这与整体宏观应力-应变曲线中塑性变形阶段加工硬化相符(图 1a)。不同变形速率下 GH3625 合金加工硬化位错强化的贡献如图 10b 所示。由图可知，在塑性变形阶段，随着应变的增加，所有试样的 $\rho^{1/2}$ 与施加应力(σ)之间的关系均符合 Taylor 关系($\sigma=\alpha M G b \rho^{1/2}$，其中 α 为常数，M 是 Taylor 因子)[45]，说明在不同变形速率下 GH3625 合金加工硬化主要由位错强化来决定。

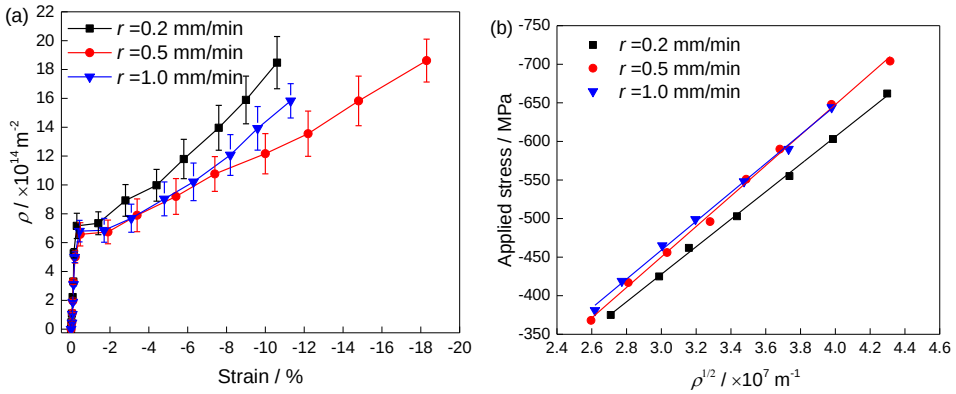


图 10 不同变形速率下 GH3625 合金的总位错密度 ρ 随应变的变化规律和位错强化贡献

Fig.10 Variation of total dislocation density ρ with strain for GH3625 alloy at different deformation rates (a) and contribution of dislocation strengthening (b)

GH3625 合金在不同变形速率下压缩变形后的 ρ 与 ρ^{GND} 之间存在差值，其差值 ρ^{SSD} 可以由式(2)来表示。表 5 为不同变形速率下 GH3625 合金压缩变形后 ρ、ρ^{GND} 和 ρ^{SSD} 的变化规律。由表可知，ρ^{SSD} 随变形速率的增加而减小，而 ρ^{GND} 随变形速率的增加而增加，说明变形速率越小，其变形均匀性越好。可见，r=0.2 mm/min 时合金表现出反常的加工硬化行为归因于较低变形速率下塑性变形过程中均匀变形产生的 SSD 对加工硬化做出了额外的贡献[22]。

表 5 不同变形速率下 GH3625 合金压缩变形后的 ρ、ρ^{GND} 和统计存储位错密度(ρ^{SSD})

Table 5 ρ, ρ^{GND} and statistically stored dislocation density (ρ^{SSD}) of GH3625 alloy after compression deformation under different rates

r, mm/min	ρ, $\times10^{14}$ m^{-2}	ρ^{GND}, $\times10^{14}$ m^{-2}	ρ^{SSD}, $\times10^{14}$ m^{-2}
0.2	18.48 ± 1.81	11.33	7.15 ± 1.81
0.5	18.62 ±81.49	13.17	5.45 ±1.49
1.0	15.83 ± 1.19	14.28	1.55 ± 1.19

2.5 织构演变

图 11 的取向分布函数(ODF)截面图展现出了不同应变速度下 GH3625 合金在变形过程中织构变化规律。由图 11a 可知，固溶态试样在 α 取向线上出现 Rotated-Goss 织构{110}<110>和 Brass 织构{110}<112>，在γ取向线上出现 Brass-R 织构{111}<110>和{111}<112>。在较小变形速率(r=0.2 mm/min)下，由于变形速率较小，晶粒变形比较均匀，因此不会出现由不均匀变形产生的 Rotated-Cube 织构{001}<110>；同时，具有 Twinned-Copper 织构{552}<115>的晶粒经正常的位错滑移流向 Goss 织构{110}<001>[46]，如图 11b 所示。在较大变形速率(r≥0.5 mm/min)下，由于变形速率较大，晶粒变形不均匀，导致在压缩变形过程中出现了较强的 Rotated-Cube 织构{001}<110>；同时，由于剪切变形出现 Rotated-Copper 织构{112}<110>；此外，还会保留原始的 Brass-R 织构{111}<110>和 Rotated-Goss 织构{110}<110>(图 11c 和 d)。结合衍射峰积分强度分析可知，随着变形速率的增加，{001}面上的晶粒发生转动后重新取向形成 Rotated-Cube 织构{001}<110>，而{110}面上的部分晶粒通过位错滑移后重新取向形成 Goss 织构{110}<001>；同时，{110}面上部分晶粒保留 Rotated-Goss 织构{110}<110>；此外，{111}面上晶粒发生转动后 Brass-R 织构{111}<112>消失，仅保留 Brass-R 织构{111}<110>。

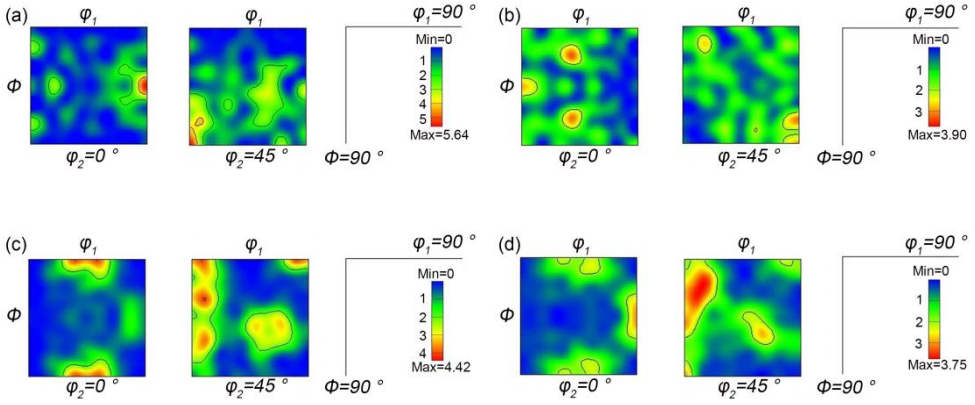


图 11 不同状态下 GH3625 合金的晶粒取向分布函数(ODF)截面图

Fig.11 The orientation distribution function (ODF) sections of GH3625 alloy under different states

(a) Solution state (b) r=0.2 mm/min (c) r=0.5 mm/min (d) r=1.0 mm/min

3 结论

(1) GH3625 合金宏观应力-应变曲线包括弹性变形阶段(σ≤300 MPa)，弹-塑性转变阶段(300 MPa<σ≤350 MPa)和塑性变形阶段(σ>350 MPa)，这与细观晶格应变行为一致；同时，合金特定 *hkl* 晶面反射的晶格应

变、峰宽和强度的演变表明变形速率对晶体弹性各向异性影响较小，而对晶体塑性各向异性影响较大。

(2) 随变形速率的增加，大角度晶界逐渐向小角度晶界转变，孪晶界的比例逐渐减小，晶粒由均匀变形向不均匀变形转变。

(3) 随变形速率的增加，{001}面上部分晶粒发生转动后重新取向形成 Rotated-Cube 织构{001}<110>，而{110}面上部分晶粒通过位错滑移后重新取向形成 Goss 织构{110}<001>；同时，{110}面上部分晶粒保留 Rotated-Goss 织构{110}<110>；此外，{111}面上部分晶粒发生转动后 Brass-R 织构{111}<112>消失，仅保留 Brass-R 织构{111}<110>。

(4) 随变形速率的增加，合金的总位错密度(ρ)先减小后增加，而 GND 密度(ρ^{GND})单调递增，SSD 密度(ρ^{SSD})单调递减；同时，r=0.2 mm/min 时试样表现出反常的加工硬化行为，这归因于均匀变形产生的 SSD 对加工硬化做出了额外的贡献；此外，位错强化贡献和 TEM 观察证实了 GH3625 合金的塑性变形机制以位错滑移为主，其加工硬化机制是位错强化。

致谢 感谢英国 ISIS 散射中子源 Tung Lik Lee 博士在原位中子衍射实验上的帮助。

参考文献

[1] Mathew M D, Parameswaran P, Rao K B S. Microstructural changes in alloy 625 during high temperature creep[J]. Mater. Charact., 2008, 59: 508

[2] Ren X, Sridharan K, Allen T R. Corrosion behavior of alloys 625 and 718 in supercritical water[J]. Corrosion, 2012, 63: 603

[3] Mittra J, Dubey J S, Banerjee S. Acoustic emission technique used for detecting early stages of precipitation during aging of Inconel 625[J]. Scripta. Mater., 2003, 49: 1209

[4] Wong S L, Dawson P R. Influence of directional strength-to-stiffness on the elastic–plastic transition of fcc polycrystals under uniaxial tensile loading[J]. Acta Mater., 2010, 58: 1658

[5] Yan S C, Cheng M, Zhang S H, et al. High-temperature high-speed hot deformation behavior of Inconel alloy 625[J]. Chin. J. Mater. Res., 2010, 24(03): 239
(闫士彩, 程明, 张士宏, 等. Inconel 625 合金的高温高速热变形行为[J]. 材料研究学报, 2010, 24(03): 239)

[6] Li D F, Guo Q M, Guo S L, et al. The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy[J]. Mater. Design, 2011, 32: 696

[7] Badrish C A, Kotkunde N, Salunke O, et al. Study of anisotropic material behavior for Inconel 625 alloy at elevated temperatures[J]. Mater. Today: Proc., 2019, 18: 2760

[8] Rodriguez R, Hayes R W, Berbon P B , et al. Tensile and creep behavior of cryomilled Inco 625[J]. Acta Mater., 2003, 51: 911

[9] Ding Y T, Gao Y B, Dou Z Y, et al. Study on cold deformation behavior and heat treatment process of GH3625 superalloy tubes [J]. Mater. Rep., 2017, 31(10): 70
(丁雨田, 高钰璧, 豆正义等. GH3625 合金管材冷变形行为及热处理工艺研究[J]. 材料导报, 2017, 31(10): 70)

[10] Ding Y T, Gao Y B, Dou Z Y, et al. Microstructure evolution during intermediate annealing of cold-deformed GH3625 superalloy tubes [J]. Trans. Mater. Heat Treat., 2017, 38(2): 178
(丁雨田, 高钰璧, 豆正义等. 冷变形 GH3625 合金管材中间退火过程中的组织演变[J]. 材料热处理学报, 2017, 38(2): 178)

[11] Gao Y B, Ding Y T, Chen J J, et al. Behavior of cold work hardening and annealing softening and microstructure characteristics of GH3625 superalloy[J].Chin. J. Nonferrous Met., 2019, 29(1): 44
(高钰璧, 丁雨田, 陈建军, 等. GH3625 合金冷变形硬化、退火软化行为及其组织特征[J].中国有色金属学报, 2019, 29(1): 44)

[12] Tomota Y, Tokuda H, Adachi Y, et al. Tensile behavior of TRIP-aided multi-phase steels studied by in situ neutron diffraction[J]. Acta Mater., 2004, 52: 5737

[13] Jia N, Peng R L, Brown D W, et al. Tensile deformation behavior of duplex stainless steel studied by In-situ time-of-flight neutron

diffraction[J]. Metall. Mater. Trans. A, 2008, 39: 3134

[14] Daymond M R, Bouchard P J. Elastoplastic deformation of 316 stainless steel under tensile loading at elevated temperatures[J]. Metall. Mater. Trans. A, 2006, 37: 1863

[15] Lee C, Kim G, Chou Y, et al. Temperature dependence of elastic and plastic deformation behavior of a refractory high-entropy alloy[J]. Sic. Adv., 2020, 6: eaaz4748

[16] Wang Z Q, Stoica A D, Ma D, et al. Diffraction and single-crystal elastic constants of Inconel 625 at room and elevated temperatures determined by neutron diffraction[J]. Mater. Sci. Eng. A, 2016, 674: 406

[17] Santisteban J R, Daymond M R, James J A, et al. ENGIN-X: A third-generation neutron strain scanner[J]. J. Appl. Crystallogr. 2006, 39: 812

[18] Mo S H, Li X W. The Fundamentals of Materials Science[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 2012: 238
(莫淑华, 李学伟. 材料科学基础[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2012: 238)

[19] Yu D J, Huang L, Chen Y, et al. Real-time in situ neutron diffraction investigation of phase-specific load sharing in a cold-rolled TRIP sheet steel[J]. JOM, 2018, 70: 1576

[20] Ye X Y, Dong J X, Zhang M C. Cold deformation of GH738 alloy and its recrystallization behavior during intermediate annealing[J]. Rare Metal Mat. Eng., 2013, 42: 1421
(叶校瑛, 董建新, 张满仓. GH738 合金冷变形及中间退火再结晶行为研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2013, 42:1421)

[21] Wen B, Lü X D, Du J H. Cold deformation behavior of GH4169 alloy[J]. Heat Treat. Met., 2020, 45: 23
(温博, 吕旭东, 杜金辉. GH4169 合金的冷变形行为[J]. 金属热处理, 2020, 45: 23)

[22] Zhu C Y, Harrington T, Gray G T, et al. Dislocation-type evolution in quasi-statically compressed polycrystalline nickel[J]. Acta Mater., 2018, 155: 104

[23] Harjo S, Tomota Y, Lukáš P, et al. In situ neutron diffraction study of α–γ Fe–Cr–Ni alloys under tensile deformation[J]. Acta Mater., 2001, 49: 2471

[24] Clausen B, Lorentzen T, Leffers T. Self-consistent modelling of the plastic deformation of FCC polycrystals and its implications for diffraction measurements of internal stress[J]. Acta Mater., 1998, 46: 3087

[25]Wu Y, Liu W H, Wang X L, et al. In-situ neutron diffraction study of deformation behavior of a multi-component high-entropy alloy[J]. Appl. Phys. Lett., 2014, 104: 633

[26] Wang Z Q, Stoica A D, Ma D, et al. Diffraction and single-crystal elastic constants of Inconel 625 at room and elevated temperatures determined by neutron diffraction[J]. Mater. Sci. Eng. A, 2016, 674: 406

[27] Clausen B, Lorentzen T, Leffers T. Self-consistent modelling of the plastic deformation of f.c.c. polycrystals and its implications for diffraction measurements of internal stresses[J]. Acta Mater., 1998, 46: 3087

[28] Huang E W, Barabash R, Jia N, et al. Slip-system-related dislocation study from In-situ neutron measurements[J]. Metall. Mater. Trans. A, 2008, 39: 3079

[29] Woo W, Huang E W, Yeh J W, et al. In-situ neutron diffraction studies on high-temperature deformation behavior in a CoCrFeMnNi high entropy alloy[J]. Intermetallics, 2015, 62: 1

[30] Cai B, Liu B, Kabra S, et al. Deformation mechanisms of Mo alloyed FeCoCrNi high entropy alloy: In situ neutron diffraction[J]. Acta Mater., 2017, 127: 471

[31] Wang Y Q, Liu B, Yan K, et al. Probing deformation mechanisms of a FeCoCrNi high-entropy alloy at 293 and 77 K using in situ neutron diffraction[J]. Acta Mater., 2018, 154: 79

[32] Ungár T. Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening[J]. Scripta. Mater., 2004, 51: 777

[33] Wright S I, Nowell M M, Field D P. A Review of strain analysis using electron backscatter diffraction[J]. Microsc. Microanal., 2011, 17: 316

[34] Gao Y B, Ding Y T, Chen J J, et al. Evolution of microstructure and texture during cold deformation of hot-extruded GH3625 alloy[J]. Acta Metall. Sin., 2019, 55(4): 547
(高钰璧, 丁雨田, 陈建军, 等. 挤压态 GH3625 合金冷变形过程中的组织和织构演变[J].金属学报, 2019, 55(4): 547)

[35] Li B L, Godfrey A, Meng Q C, et al. Microstructural evolution of IF-steel during cold rolling[J]. Acta Mater., 2004, 52: 1069

[36] Randle V. 'Special' boundaries and grain boundary plane engineering[J]. Scripta. Mater., 2006, 54: 1011

[37] Feng C, Guo S L, Zhang X Y, et al. Effects of tensile deformation on microstructure and mechanical properties of Hastelloy C-276 alloy[J]. Rare Metal Mat. Eng., 2016, 45(12): 3128
(冯策, 李德福, 郭胜利, 等. 拉伸变形对 Hastelloy C-276 合金组织与力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2016, 45(12): 3128)

[38] El-Danaf E, Kalidindi S R, Doherty R D. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in fcc metals[J]. Metall. Mater. Trans., 1999, 30A:1223

[39] Ashby, M F. The deformation of plastically non-homogeneous materials[J]. Philos. Mag., 1970, 21: 399

[40] Gao H, Huang Y, Nix W D, et al. Mechanism-based strain gradient plasticity—I. Theory[J]. J. Mech. Phys. Solids, 1999, 47: 1239

[41] Kubin L P, Mortensen A. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues[J]. Scripta. Mater., 2003, 48: 119

[42] Christien F, Telling M T F, Knight K S.M. Neutron diffraction in situ monitoring of the dislocation density during martensitic transformation in a stainless steel[J]. Scripta. Mater., 2013, 68: 506

[43] Liang X Z, Dodge M F, Kabra S, et al. Effect of hydrogen charging on dislocation multiplication in pre-strained super duplex stainless steel[J]. Scripta. Mater., 2018, 143: 20

[44] Gao Y B, Ding Y T, Chen J J, et al. Effect of twin boundaries on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy[J]. Mater. Sci. Eng. A, 2019, 767: 138361

[45] Taylor G I. The mechanism of plastic deformation of crystals[J]. Proc. Roy. Soc. A, 1934, 145: 362

[46] Mao W M. [M]. Crystallographic Texture and Anisotropy of Metallic Materials[M]: Beijing: Science Press, 2002: 41
(毛卫民. 金属材料的晶体学织构与各向异性[M].北京: 科学出版社, 2002: 41)