

# 温度和孪晶界对 GH3625 合金力学性能和锯齿流变效应的影响

高钰璧<sup>1,2\*</sup>, 王文娟<sup>1,2</sup>, 杨慧<sup>1,2</sup>, 王兴茂<sup>1,2</sup>, 许佳玉<sup>1,2</sup>, 甄炳<sup>1,2</sup>, 丁雨田<sup>1,2\*\*</sup>

(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:** 本文采用 EBSD、SEM、TEM 和准静态单轴拉伸试验, 研究了温度和孪晶界对 GH3625 合金力学性能和锯齿流变效应的影响。研究表明: 随着退火温度 (1000 °C~1160 °C) 的升高, 退火态试样的再结晶晶粒发生长大, 导致部分退火孪晶界湮灭, 从而使得合金的退火孪晶界含量和强度降低; 并且发现退火温度越低时, 合金出现锯齿流变的临界应变值越大。同时, 退火态试样在 25 °C 和 290 °C 下拉伸变形时主要以位错滑移和变形孪生为主, 而在 565 °C 时主要以位错滑移为主, 并有大量的层错形成; 随着变形温度的升高, 位错易于穿过晶界和退火孪晶界, 导致锯齿流变产生, 晶界强化效果减弱, 导致合金强度下降。此外, 退火温度为 1000 °C 的试样在 25 °C~565 °C 温度范围内具有优异的强度和塑性组合, 这主要归因于预先存在的细小晶粒和大量的退火孪晶界与位错的交互作用以及拉伸变形过程中形成的变形孪晶和层错的共同作用。除此之外, 发现孪晶含量和变形温度对锯齿流变振幅影响显著。

**关键词:** GH3625 合金; 温度; 孪晶界; 力学性能; 锯齿流变

**中图分类号:** TG146.1 **文献标识码:** A **文章编号:**

GH3625 合金是以 Mo、Nb 为主要强化元素的固溶强化型镍基变形高温合金, 其在 600 °C 以下具有优异的耐高温、耐腐蚀、抗疲劳、抗氧化、较高的热传导性能和良好的强度和韧性, 可作为塔式太阳能光热发电站高温熔盐吸热器管的首选材料<sup>[1-4]</sup>。然而, 在太阳能光热发电站运行过程中, GH3625 吸热管主要受高温硝酸盐 (运行温度 290 °C~565 °C, 熔盐工质 40%KNO<sub>3</sub>-60%NaNO<sub>3</sub>) 腐蚀、热应力和热疲劳的影响, 因此对材料综合性能要求较高<sup>[5-7]</sup>。

强度和塑性作为高温合金的两个基本力学性能, 两者一般无法同时提高, 即在提高强度的同时会不可避免地降低塑性, 而存在于高温合金基体中的固溶原子、第二相以及大角度晶界, 可以通过阻碍位错运动来提高合金强度, 但也会造成应力集中和局部化应变, 发生塑性变形失稳, 导致合金断裂失效<sup>[8-9]</sup>。对于层错能较低的合金, 通过形变热处理引入退火孪晶界是实现合金强度-塑性协同提高的有效手段<sup>[10-11]</sup>。一方面, 孪晶界具有与大角度晶界相同的强化效果, 通过阻碍位错运动, 提高合金的屈服强度<sup>[12-13]</sup>; 另一方面, 孪晶界还可以作为滑移平面, 容纳位错或被位错穿过, 保证合金有足够的加工硬化能力和稳定的塑性变形能力<sup>[13]</sup>。本课题组前期研究发现<sup>[14-15]</sup>, 通过形变热处理在 GH3625 合金中

引入高密度的退火孪晶界, 可以实现合金屈服强度和塑性的协同提高。同时, Huang 等<sup>[16]</sup>通过预应变在 Ni-Co 基高温合金中引入高密度的微孪晶, 发现锯齿流变波型由 B 型转为 C 型, 且锯齿振幅提高了 6 倍, 即孪晶加剧了锯齿流变效应。Liu 等<sup>[17]</sup>研究了不同温度下 GH3625 合金的变形行为, 发现合金中 B 型锯齿与析出相和位错的交互作用有关, C 型锯齿与变形孪晶的形核和生长有关。因此, 有必要研究 GH3625 合金中退火孪晶界调控及其对力学性能和锯齿流变效应的影响。

基于此, 本文以 GH3625 合金冷轧管材为研究对象, 通过退火处理在合金中调控退火孪晶界, 在太阳能光热发电站高温熔盐吸热器用 GH3625 合金管服役温度区间设计拉伸试验, 分析温度和孪晶界对 GH3625 合金力学性能和锯齿流变效应的影响, 为 GH3625 合金吸热管微观组织调控和力学性能提升提供理论依据和技术支撑。

## 1 实验

本次实验所用材料是 GH3625 合金冷轧态管材, 其化学成分如表 1 所示。从 GH3625 合金冷轧管上沿轴向截取长度为 8 mm、宽度和厚度均为 4 mm 的热处理试样; 在管式炉中进行退火处理, 退火温度分别为

收稿日期:

基金项目: 2023 年兰州理工大学红柳优秀青年人才支持计划; 国家重点研发计划资助 (2017YFA0700703);

通讯作者: 高钰璧, 男, 1991 年生, 博士, 讲师, 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: [dinyt@lut.edu.cn](mailto:dinyt@lut.edu.cn); 丁雨田, 男, 1962 年生, 博士, 教授, 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: [dinyt@lut.edu.cn](mailto:dinyt@lut.edu.cn)

1000、1080 和 1160 °C，保温时间为 20 min，冷却方式为空冷；对不同处理状态下的试样命名如表 2 所示。随后将原始试样及不同退火态试样使用砂纸依次打磨至 3000 #后机械抛光，再将试样在 80 mL 甲醇+20 mL 硫酸混合溶液中通过 20 V 直流电源电解抛光 4~6 s，然后将试样放入超声波中用酒精清洗、吹干。采用 FEI Nano SEM Nova 430 扫描电子显微镜上配备的电子背散射衍射 (Electron Backscatter Diffraction, EBSD)对原始试样、退火态试样以及拉伸断口附近组织进行表征分析，用 Aztec Crystal 软件分析合金微观组织、退火孪晶含量、再结晶体积分数和几何必须位错 (GND) 密度；统计晶粒尺寸时，将孪晶视为晶粒的为有效平均晶粒尺寸 ( $d_{\text{eff}}$ )，而将孪晶不视为晶粒的为平均晶粒尺寸 ( $d$ )。

使用 UTMB105SLXY 型的微机控制电子万能试验机对不同状态的试样进行室温拉伸试验 (拉伸速率为  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )，并使用 Instron 5582 型的双立柱电子万能试验机对不同状态的试样进行 290 °C和 565 °C拉伸试验 (拉伸速率为  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )，样品加热到测试温度，并保温 10 min，以消除温度梯度，试验结束，空冷至室

温，25 °C~565 °C拉伸试样的尺寸如图 1 所示。室温和高温拉伸时，相同状态试样每组均拉伸三次，以提高试验的准确度。

采用 ZEISS Sigma 300 型的 SEM 对不同拉伸变形温度下的试样断口形貌进行观察。采用 FEI Talos F200X 型的 TEM 对不同变形温度下试样的变形组织进行表征分析；将变形后的试样沿着拉伸方向切割厚度为 0.3 mm 的片状试样，随后在 800 #砂纸上将片状试样打磨成厚度为 50~60  $\mu\text{m}$  的薄片，然后将该薄片在 10 mL 高氯酸+90 mL 酒精溶液中通过电解双喷方法进行减薄，制备出用于透射观察的试样；减薄时采用的电压为 20 V，温度为-25 °C。然后用 FEI Tecnai G2 F20 场发射透射电镜对减薄后的试样进行组织表征，透射电镜的工作电压为 200 kV。

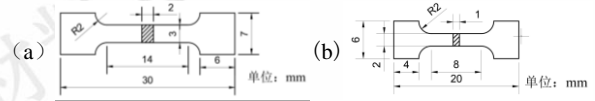


图 1 拉伸试样尺寸示意图

Fig.1 The size diagram of tensile specimen

(a) 室温拉伸 (b) 290 °C和 565 °C拉伸

表 1 试验用 GH3625 合金的化学成分

Table 1 Chemical analysis of GH3625 alloy used in the experiment (% , mass fraction)

Cr	Mo	Fe	Nb	Ti	Al	Mn	Co	Si	C	P	S	Ni
21.66	8.58	4.19	3.31	0.16	0.1	0.14	0.29	0.32	0.044	0.0033	0.0004	Bal.

表 2 试样处理过程和相应的试样名称

Table 2 The treated processes of the specimens and the corresponding specimen names

Treated processes	Specimen names
Annealing at 1000 °Cfor 20 min + Air cooling	AT1000
Annealing at 1080 °Cfor 20 min + Air cooling	AT1080
Annealing at 1160 °Cfor 20 min + Air cooling	AT1160

## 2 结果与讨论

### 2.1 GH3625 合金冷轧态管材的原始组织与力学性能

GH3625 合金冷轧管 ( $\epsilon=35\%$ )的微观组织、晶界特征、再结晶和 GNDs 图，以及其对应的晶粒尺寸分布、取向差分布、再结晶分布和 GNDs 分布图如图 2 所示。可以看出，冷轧态试样的微观组织是由大量的变形晶粒和少量残存的退火孪晶组成，变形晶粒分数为 91.14%，退火孪晶比例为 12.4%，合金的平均晶粒尺寸 ( $d$ ) 为 31.4  $\mu\text{m}$ ，有效平均晶粒尺寸 ( $d_{\text{eff}}$ ) 为 20.65  $\mu\text{m}$ 。图 2b 中，浅灰色线表示亚晶界 (Sub-grain boundaries, Sub-GBs,  $\theta \leq 2^\circ$ )，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)，与相邻晶粒取向差具有  $60^\circ \pm 5^\circ / <111>$  关系<sup>[18]</sup>。结合图 2 (b<sub>1</sub>)，合金发生塑性变形后，晶粒得到细化，组织中存在大量的亚晶界 (Sub-GBs) 和小角度晶界 (LAGBs)，含量分别为 57.5%和 26.46%，其相应的 GNDs 密度为  $3.42 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ，且晶界处的 GNDs 密度高于晶内 (图 2d 和 d<sub>1</sub>)。GNDs 密度越高，存储能量越大，为随后的退火处理提供能量，促进变形晶粒进行再结晶和长大<sup>[19]</sup>。由于冷轧过程中晶粒细化、位错急剧增加以及位错间发生相互作用，使冷轧管屈服强度 ( $\sigma_y$ ) 高达 1088 MPa，极限抗拉强度 ( $\sigma_{\text{uts}}$ ) 为 1167 MPa，断后延伸率 ( $\epsilon_f$ ) 为 15.7%，细晶强化和位错强化效果显著。

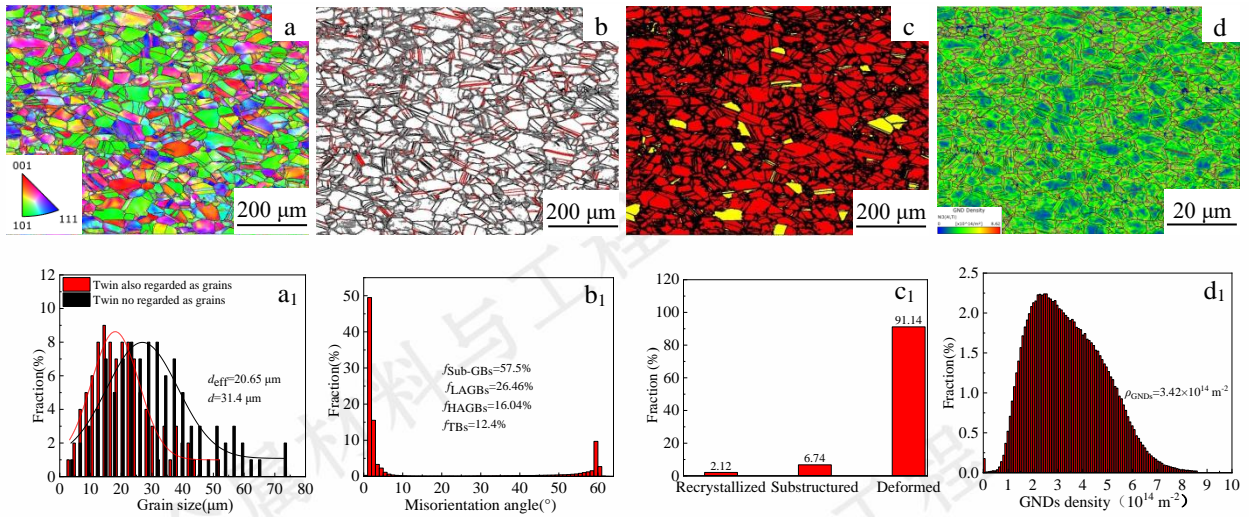


图 2 GH3625 合金冷轧管微观组织特征图及相应的分布图

Fig. 2 Microstructure characteristic diagram and corresponding distribution diagram of GH3625 alloy cold-rolled pipe

(a-a<sub>1</sub>) 晶界特征图和晶粒尺寸分布图; (b-b<sub>1</sub>) IPF 图和取向差分布图; (c-c<sub>1</sub>) 再结晶图和再结晶分布图; (d-d<sub>1</sub>) GNDs 图和 GNDs 分布图

## 2.2 温度对 GH3625 合金组织及性能的影响

### 2.2.1 退火温度对冷轧态试样微观组织的影响

图 3 和图 4 为 GH3625 合金不同退火态试样的 IPF 图、晶界特征图及其对应的分布图。所有退火态试样的微观组织都是由均匀的等轴晶粒和片层状的退火孪晶组成。表明在退火过程中发生了亚晶界和小角度晶界向大角度晶界的转变<sup>[20]</sup>, 且由于晶粒“生长意外”伴随生成大量的退火孪晶<sup>[21]</sup>; 退火态试样的晶界主要由 HAGBs 和 TBs 组成, 退火孪晶界的长度分数分别为 59.3%、55.2% 和 49.2%, 说明退火孪晶界比例随着退火温度的升高而逐渐减少。随着退火温度的升高, 退火态试样的平均晶粒尺寸 ( $d$ ) 和有效平均晶粒尺寸 ( $d_{eff}$ ) 呈现逐

渐增大的趋势; 结合图 5 可知, 退火态试样的再结晶程度高, 当试样完成完全再结晶后, 随着退火温度的升高, 退火孪晶界的长度分数将趋于饱和, 而过高的退火温度容易造成部分退火孪晶界的湮灭和再结晶晶粒的长大。同时, 有效晶粒尺寸 ( $d_{eff}$ ) 相对于平均晶粒尺寸 ( $d$ ) 较小, 表明退火孪晶可有效分割和细化晶粒, 孪晶界细化晶粒的程度取决于有效孪晶含量<sup>[21-22]</sup>。图 6 为不同退火态试样的 GNDs 密度图和 GNDs 密度分布图, 退火态试样的 GNDs 密度很低, 表明热驱动下再结晶晶粒形核和长大过程中消耗了冷轧存储的能量, 再结晶晶粒中几乎不存在位错, 而部分亚结构晶粒中含有极少量的位错。

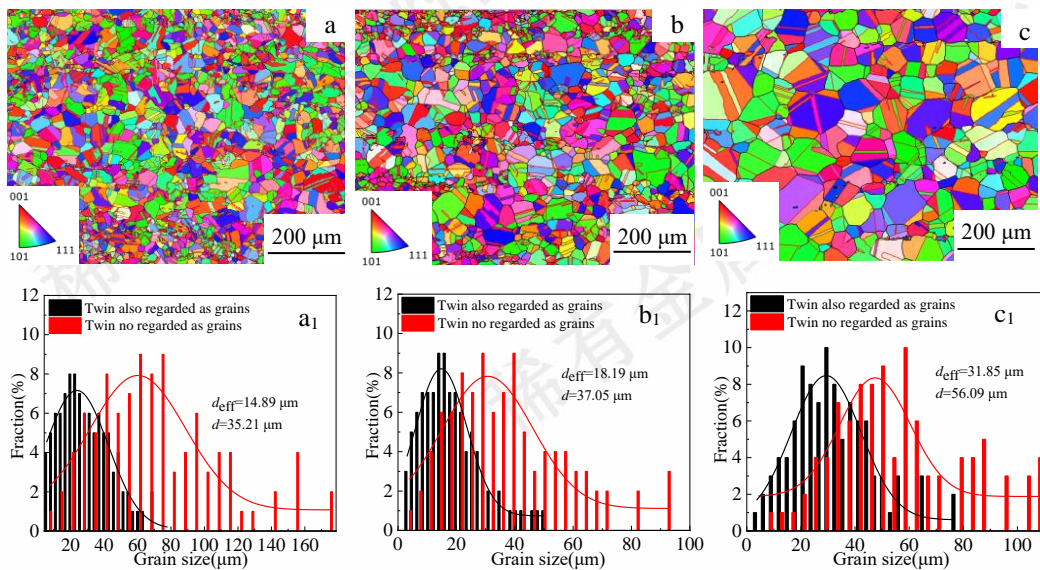


图 3 不同退火温度处理下 GH3625 合金的 IPF 图和晶粒尺寸分布图

Fig. 3 IPF diagram and grain size distribution of GH3625 alloy under different annealing temperatures

(a-a<sub>1</sub>) AT1000; (b-b<sub>1</sub>) AT1080; (c-c<sub>1</sub>) AT1160

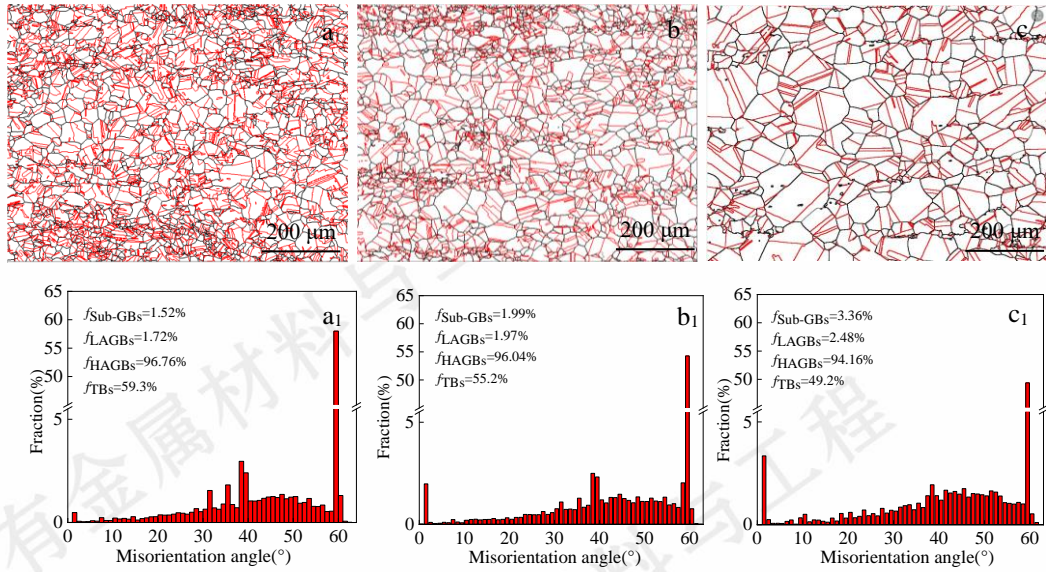


图4 不同退火温度处理下 GH3625 合金的晶界特征图和晶界取向差分布图

Fig.4. Grain boundary characteristics and grain boundary misorientation distribution of GH3625 alloy under different annealing temperatures

(a-a<sub>1</sub>) AT1000; (b-b<sub>1</sub>) AT1080; (c-c<sub>1</sub>) AT1160

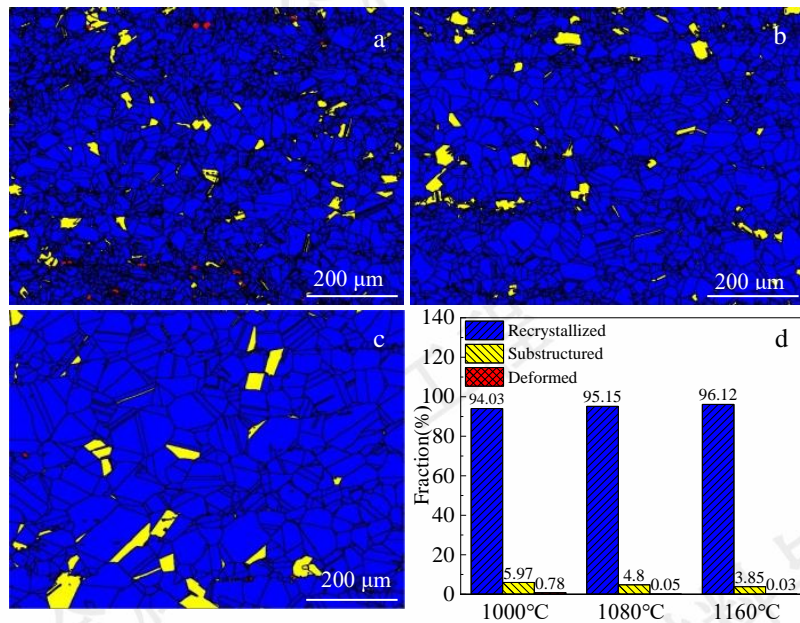
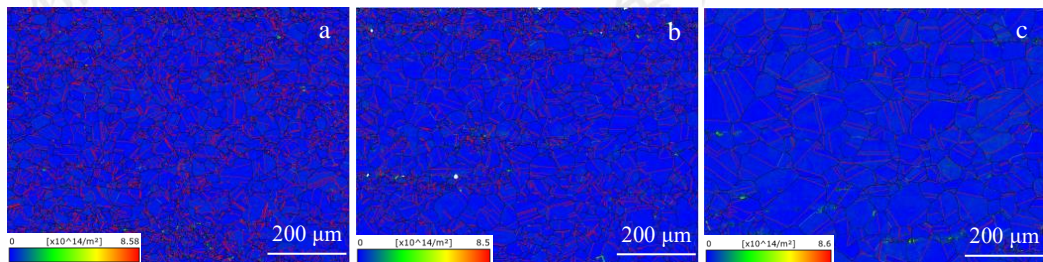


图5 不同退火温度处理下 GH3625 合金的再结晶图和再结晶分布图

Fig.5. Recrystallization and recrystallization distribution of GH3625 alloy under different annealing temperatures

(a) AT1000; (b) AT1080; (c) AT1160 (d)再结晶分布图



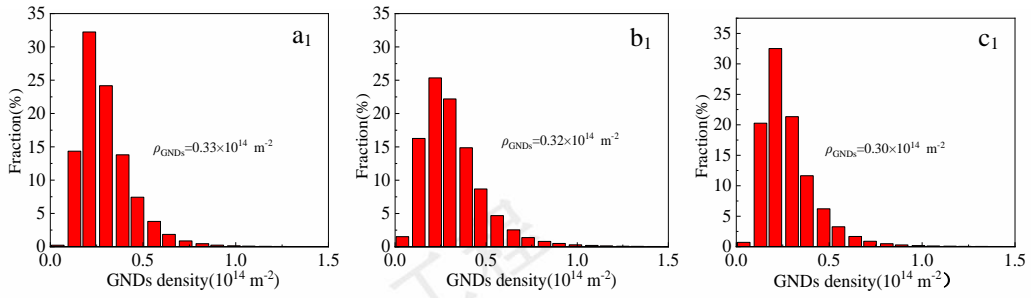


图 6 不同退火温度处理下 GH3625 合金的 GNDs 密度图和 GNDs 密度分布图

Fig.6 GNDs density map and GNDs density distribution map of GH3625 alloy under different annealing temperatures

(a-a1) AT1000; (b-b1) AT1080; (c-c1) AT1160

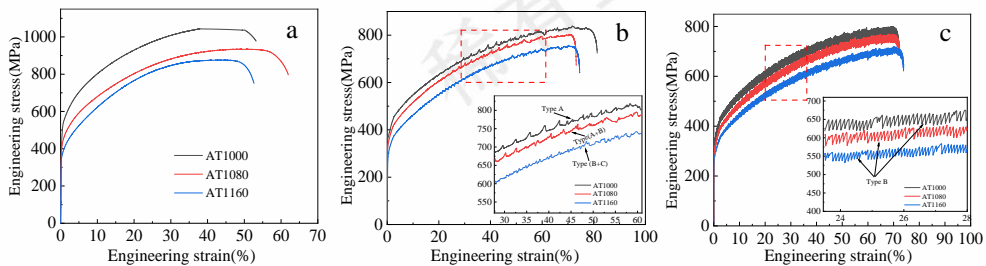
### 2.2.2 退火温度对力学性能的影响

图 7 为三种退火态试样通过室温、290 °C 和 565 °C 拉伸变形得到的应力-应变曲线、力学性能和加工硬化率-真应变的变化曲线。由图可知，在室温到 565 °C 的变形温度下，随着退火温度的升高，合金的屈服强度和极限抗拉强度降低；随着退火温度的升高，合金的断后延伸率在室温下呈先升高后降低的趋势，而在 290 °C 和 565 °C 下呈先降低后升高的趋势（图 7a-c）。同时，合金均具有良好的加工硬化能力。加工硬化速率快速降低阶段为弹性变形阶段，接着进入塑性变形阶段，加工硬化率缓慢减小直至断裂，其中 1000 °C 退火试样加工硬化能力略高于其他退火制度试样（图 7a<sub>2</sub>-c<sub>2</sub>）。此外，随着变形温度的升高，同一组试样的强度降低，而断后延伸率呈现先增加后降低的趋势。分析认为，随着退火温度和变形温度的增加，导致合金强度下降的原因有：①随着退火温度的升高，合金中再结晶晶粒发生进一步长大，部分孪晶界湮灭，导致晶界强化和孪晶界强化效果降低；②合金中再结晶程度增加，GNDs 密度降低，位错强化贡献减小；③随着拉伸变形温度的升高，位错易于穿过晶界和孪晶界，晶界强化效果减弱；以上原因导致合金强度下降。值得注意的是，变形温度为 290 °C~565 °C 时，合金的应力-应变曲线上均出现锯齿流变效应，且随退火温度和变形温度的升高，锯齿流变效应发生显著的变化；显然，锯齿流变效应受退火温度和拉伸变形温度的显著影响。室温变形时，所有试样的应力-应变曲线光滑，未出现锯齿流变效应；当变形温度为 290 °C 时，所有试样的应力-应变曲线上有明显的

锯齿流变效应（图 7b），且随着退火温度的升高，锯齿类型发生转变：A 类锯齿（1000 °C）→A+B 类锯齿（1080 °C）→B+C 类锯齿（1160 °C）；当变形温度升高到 565 °C 时，所有试样的应力-应变曲线全程均伴有锯齿发生，且均为 B 类锯齿（图 7c）。结合表 4 发现，随着退火温度的升高，锯齿出现的临界变形量（ $\epsilon_c$ ）由 14.57% 降低到 11.31%，即退火温度越高，出现锯齿流变效应越早。 $\Delta\sigma_{avg}$  为锯齿流变平均幅度，表示应力振动的剧烈程度，其值随晶粒尺寸的减小而增大，孪晶含量的增多而增大；即晶粒尺寸和孪晶界含量是应力振动剧烈程度的影响因素。其中机理后续通过 EBSD 和 TEM 进行详细分析。

### 2.3 断口分析

图 8（a-c）为不同退火态 GH3625 合金在室温拉伸变形后的断口形貌。可以看出，所有试样断口处均含有大量韧窝，合金整体的断裂模式为韧性断裂。当退火温度为 1000 °C 时，韧窝深度较浅且大小不一；随着退火温度升高到 1080 °C，韧窝变深且数量增加，表明合金塑性得到提高；而当退火温度升高到 1160 °C 时，韧窝变浅且大小不一，合金的塑性降低。图 8（a<sub>1</sub>-c<sub>1</sub>）为不同退火态 GH3625 合金在 290 °C 拉伸变形后的断口形貌。随着变形温度的升高，合金断口处韧窝变大变深，深的韧窝可以减缓裂纹扩展，提高合金的塑性。图 8（a<sub>2</sub>-c<sub>2</sub>）为不同退火态 GH3625 合金在 565 °C 拉伸变形后的断口形貌。随着变形温度的升高，韧窝数量增多，但与 290 °C 断口相比，韧窝较浅，表明合金的塑性下降，与对应的断后延伸率相一致。



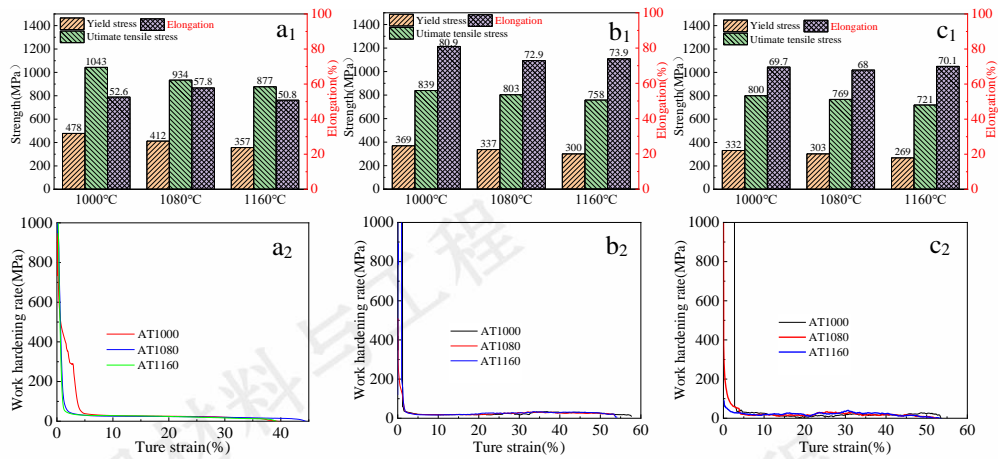


图 7 不同退火温度处理下 GH3625 合金的 25 °C~565 °C 力学性能

Fig.7 Mechanical properties of GH3625 alloy at 25 °C~565 °C under different temperature annealing treatments

(a-a2) 室温; (b-b2) 290 °C; (c-c2) 565 °C

表 4 GH3625 合金锯齿流变影响因素

Table 4 Influencing factors of sawtooth rheology of GH3625 alloy

Annealing temperature(°C)	Grain size(μm)		$f_{TBs}(\%)$	Type of serration		$\epsilon_c(\%)$		$\Delta\sigma_{avg}(\text{MPa})$	
	$d$	$d_{eff}$		290 °C	565 °C	290 °C	565 °C	290 °C	565 °C
1000	35.21	14.89	59.3	A	B	14.57	0	3.5	15.57
1080	37.05	18.19	55.2	A+B	B	13.67	0	2.9	13
1160	56.09	31.85	49.2	B+C	B	11.31	0	2.3	12.41

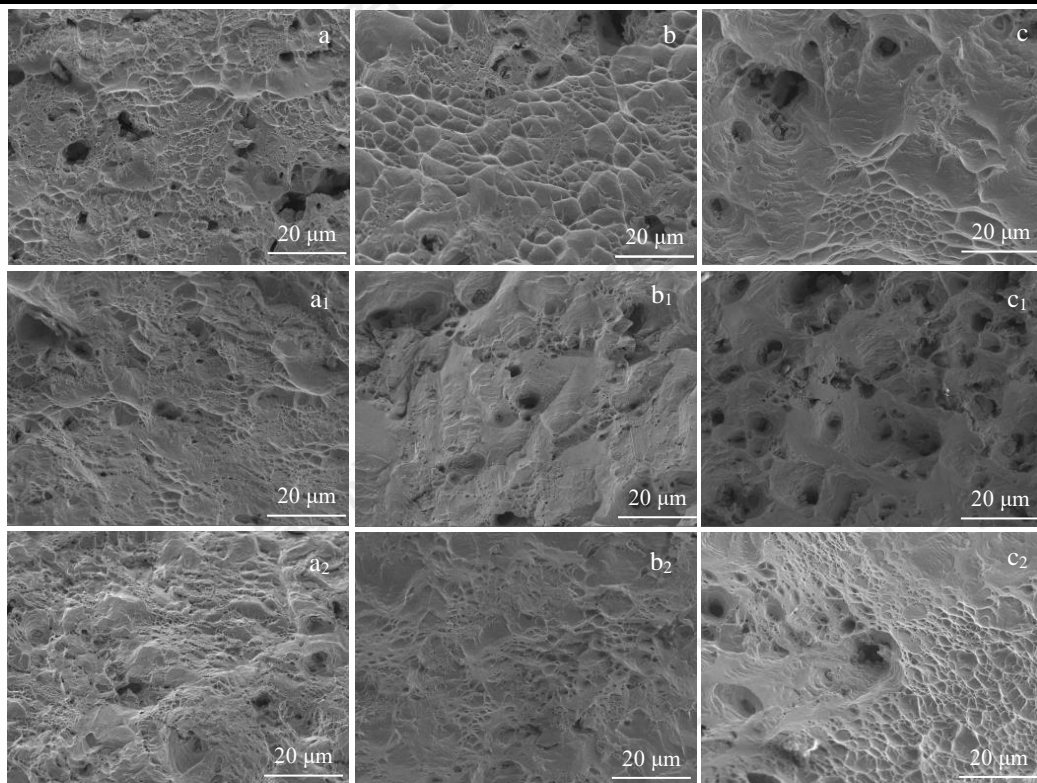


图 8 不同退火温度处理下 GH3625 合金 25 °C~565 °C 拉伸断口形貌

Fig.8 Morphology of GH3625 alloy tensile fracture at 25 °C~565 °C under annealing at different temperatures

(a-a2) AT1000 (25 °C~565 °C); (b-b2) AT1080 (25 °C~565 °C); (c-c2) AT1160 (25 °C~565 °C)

## 2.4 不同变形温度下拉伸断口附近 EBSD 分析

图 9 为 AT1000 试样在不同温度变形后的 IPF 图。可以看到，变形温度对晶粒形态的演化有显著影响。室温拉伸变形后，合金的微观组织由细长的晶粒组成；随

着变形温度的升高，合金的晶粒拉长度大大降低（图 9a-c）。而晶粒形态的改变与塑性变形过程中位错的增殖、运动及其与晶界的交互作用有关。结合图 10 的 GNDs 密度图和其分布图可知，随着变形温度的升高，

GNDs 密度逐渐降低 (图 10a<sub>1</sub>-c<sub>1</sub>)；图中可以看出，合金经过室温变形后，晶界处和晶粒内部具有较高的储存能 (图 10a)；而随着变形温度的升高，合金内部的位错密度逐渐减小 (图 10b-c)。可以推断，室温变形时

晶界能够承担足够的应变，但随着变形温度的升高导致合金的晶界强度下降，只能抵抗少量的应变集中。因此，合金的强度随着变形温度的升高而降低，与实验结果相一致。

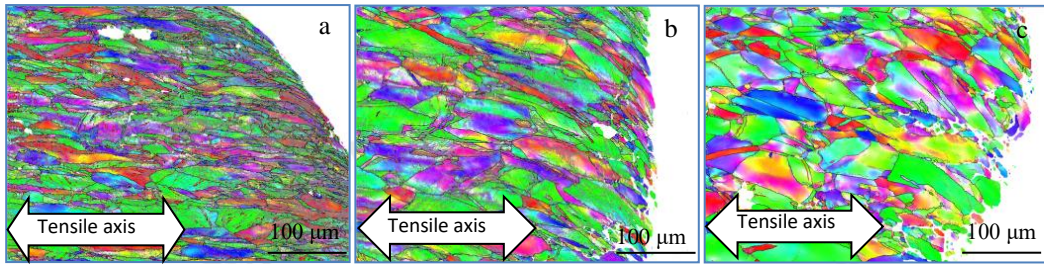


图 9 AT1000 试样不同温度拉伸断口附近 IPF 图

Fig.9. IPF diagram near the tensile fracture of the AT1000 specimen at different temperatures

(a)室温; (b) 290 °C; (c) 565 °C

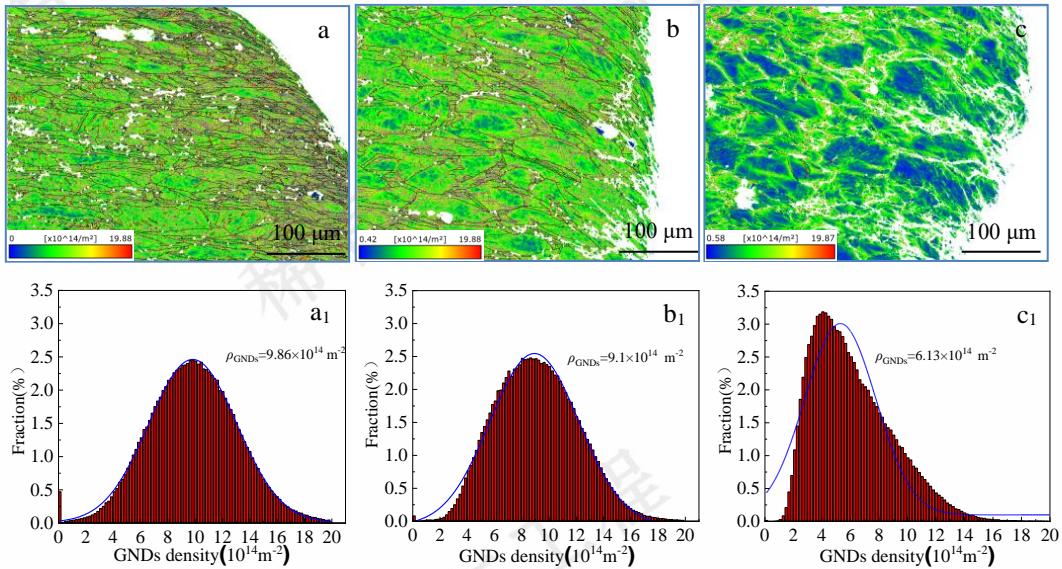


图 10 AT1000 试样不同温度拉伸断口附近 GNDs 密度分布

Fig.10 Density distribution of GNDs near tensile fractures of AT1000 specimens at different temperatures

(a-a<sub>1</sub>) 室温; (b-b<sub>1</sub>) 290 °C; (c-c<sub>1</sub>) 565 °C

## 2.5 不同变形温度下拉伸断口附近 TEM 分析

图 11 为 AT1000 试样在 25 °C、290 °C 和 565 °C 的拉伸变形组织。由图可知，25 °C~565 °C 的拉伸变形组织中观察到退火孪晶界的稳定存在；同时，发现 25 °C~290 °C 合金组织中的退火孪晶界一侧位错较少且界面平直，而 565 °C 合金组织中的退火孪晶界内部有较多的位错。以上现象表明，随着变形温度的升高，合金的晶界强度下降，晶界和孪晶界更容易被位错穿过，晶界阻碍位错运动效果减弱，导致合金的强度降低 (图 11a-a<sub>2</sub>, b-b<sub>2</sub>)。值得注意的是，在退火孪晶界附近观察到层错的存在，位错-孪晶与位错-层错之间的相互作用，使合金具有优异的强度和塑性组合<sup>[23]</sup>。

拉伸过程中除了位错的滑移，还有额外的变形机制。25 °C~290 °C 的拉伸变形组织中观察到变形孪晶界

的存在，并通过 SAED 和 HRTEM 图得到证实 (图 11c~c<sub>1</sub>, d-d<sub>1</sub>)；由于变形孪晶界和退火孪晶界两侧的原子排列一样，呈镜面对称分布，因此阻碍和容纳位错机制类似<sup>[24]</sup>；在室温拉伸变形过程中，合金中 LAGBs 占比从 1.72% 显著增加到 81.4%，290 °C 拉伸变形过程中，合金中 LAGBs 占比从 1.97% 显著增加到 76.8%；以上现象表明，合金在 25 °C~290 °C 拉伸变形过程中的变形机制为位错滑移和孪生<sup>[25]</sup>。高密度的退火孪晶界和变形过程中形成的变形孪晶界能够有效缩短位错滑移的自由程，使得位错滑移的临界应力提高，提高合金的强度；变形孪晶与位错的相互作用可以降低应变硬化率<sup>[26-27]</sup>，提高合金塑性。在 565 °C 合金的拉伸变形组织中未观察到变形孪晶的存在，却有大量层错的存在；层错通过切割晶粒减小位错滑移的平均自由程，提高合金的

强度与塑性<sup>[28]</sup>，变形机制仍为位错滑移。GH3625 合金的层错能较低，孪晶界附近的位错塞积严重，使孪晶界两侧滑移变形程度大，产生应力集中，合金强度增加；

但随着变形温度的升高，晶界的强度降低，位错容易穿过孪晶界，造成瞬时应力松弛，锯齿流变现象产生。

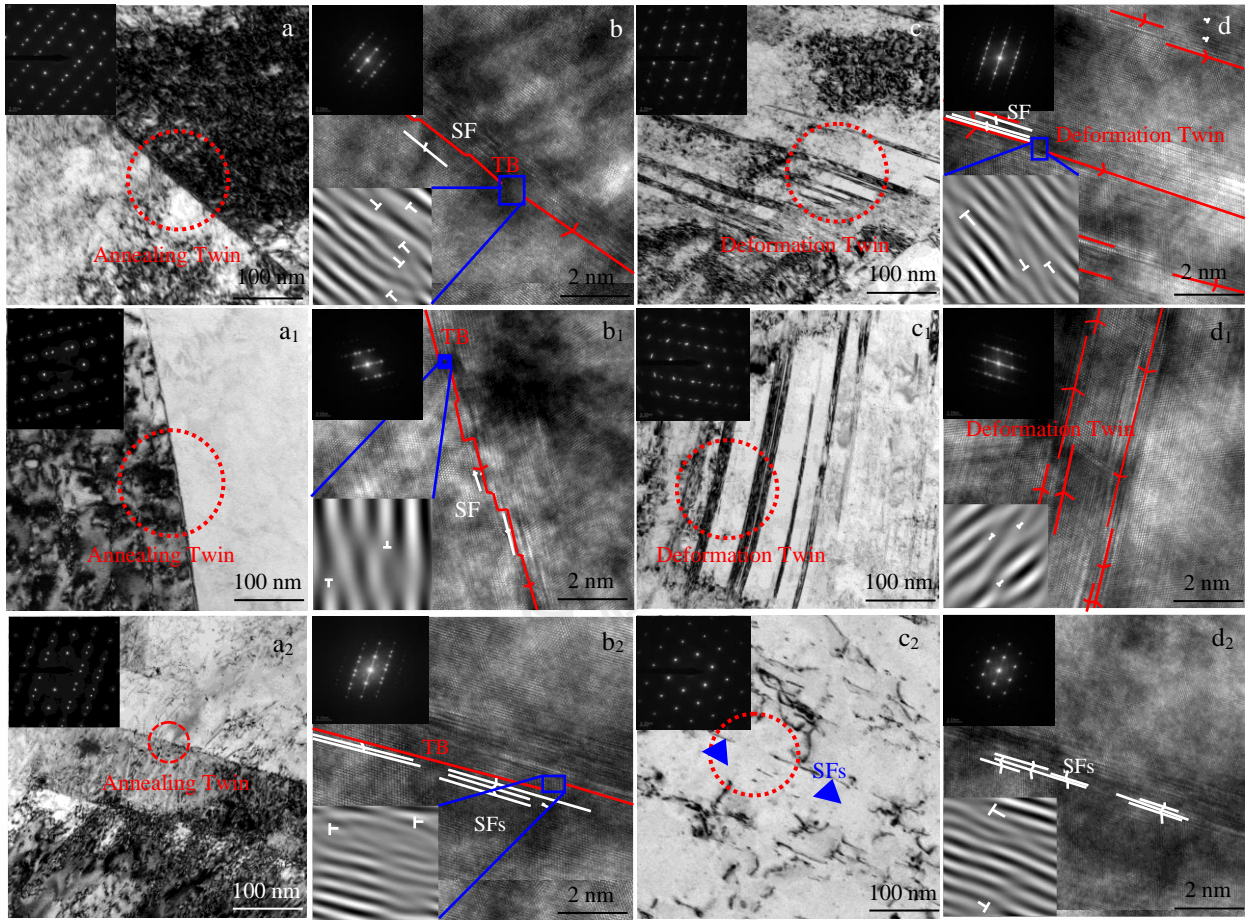


图 11 AT1000 试样不同温度拉伸断口附近 TEM

Fig.11 TEM near the tensile fracture of the AT1000 specimen at different temperatures

(a-a<sub>2</sub>) 25 °C~565 °C退火孪晶界 TEM 和 SAED 图； (b-b<sub>2</sub>) 退火孪晶界相应的 HRTEM 图、SAED 图和晶界形态局部放大的 IFFT 图； (c-c<sub>2</sub>) 25 °C~565 °C变形孪晶界和层错 TEM 和 SAED 图； (d-d<sub>2</sub>) 变形孪晶界和层错相应的 HRTEM 图、SAED 图和晶界形态局部放大的 IFFT 图

## 2.6 各种强化机制对屈服强化的贡献

GH3625 合金的屈服强度贡献主要来源于：(1) 晶格摩擦应力 ( $\sigma_0$ )；(2) 固溶强化 ( $\sigma_{SS}$ )；(3) 晶界强化 ( $\sigma_{GB}$ )；(4) 孪晶界强化 ( $\sigma_{TB}$ )；(5) 位错强化 ( $\sigma_D$ )。通过理论计算，讨论不同强化机制对不同退火态合金屈服强度的贡献。合金的屈服强度 ( $\sigma_y$ ) 可以表示为：

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{GB} + \sigma_{TB} + \sigma_D \quad (1)$$

其中晶格摩擦应力 ( $\sigma_0$ ) 有研究者通过研究计算得出为

21.8 MPa<sup>[29]</sup>。

### (1) 固溶强化 ( $\sigma_{SS}$ )

GH3625 合金中的固溶强化主要是通过 Cr、Mo 和 Nb 的合金元素在基体中造成的晶格畸变和固溶元素通过阻碍位错运动来提高合金强度，研究表明<sup>[30]</sup>，固溶强化贡献可用与温度相关的多组分镍合金固溶强化模型<sup>[32]</sup>来计算，其关系式如式 (2) 所示：

$$\sigma_{SS}(T) = \left[ \sum_i (Z_L G(T))^{\frac{2}{3}} (\alpha \delta_i + \eta'_i(T))^2 C_i \right]^{2/3} \quad (2)$$

经课题组前期研究计算<sup>[30]</sup>，在室温下固溶元素对 GH3625 合金屈服强度的贡献为 105 MPa。

### (2) 晶界强化 ( $\sigma_{GB}$ )



三种退火态试样微观组织均由均匀的再结晶晶粒组成，因此，可根据 Hall-Petch 关系式<sup>[31]</sup>来定量计算晶界强化贡献，其关系式如（3）所示：

$$\sigma_{GB} = kd^{-1/2} \quad (3)$$

式中， $k$  表示 Hall-Petch 系数（室温下镍基合金  $k$  值取  $750 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2}$ ）<sup>[32]</sup>， $d$  为不将孪晶视为晶界的平均晶粒尺寸（ $\mu\text{m}$ ）。经过计算可得三种退火态试样的晶界强化贡献分别为 126 MPa、123 MPa 和 100 MPa。

### （3）孪晶界强化（ $\sigma_{TB}$ ）

三种退火态试样中含有大量的退火孪晶，孪晶界阻碍可动位错，提高合金的屈服强度。可通过修正 Hall-Petch 关系式<sup>[33]</sup>来计算，其关系式如式（4）所示：

$$\sigma_{TB} = k (d_{eff}^{-1/2} - d^{-1/2}) \quad (4)$$

式中， $d_{eff}$  是将孪晶视为晶界的平均晶粒尺寸。经过计算可得三种退火态的孪晶界强化贡献分别为 68 MPa、53 MPa 和 33 MPa。

### （4）位错强化（ $\sigma_D$ ）

三种退火态试样中由于位错强化对合金屈服强度的贡献可用 Taylor 关系式<sup>[34]</sup>来描述：

$$\sigma_D = MaGb\rho^{1/2} \quad (5)$$

式中， $M$  是 Taylor 因子，取 3， $\alpha$  是常数，本文取 0.2<sup>[34]</sup>， $G$  为剪切模量，取 79 GPa， $b$  是 Burgers 矢量的模，取 0.253 nm， $\rho$  为 GNDs 密度。经过计算可得三种退火态的位错强化贡献分别为 69 MPa、66 MPa 和 63 MPa。

基于上述理论计算，不同退火态试样中不同类别强化机制对屈服强度的贡献值如图 12 所示，同时与实验值进行对比分析。总体上合金的实际屈服强度与理论计算值相差较小，即本次所采用的不同强化机制模型合理。有研究发现，随着变形温度（20 °C~800 °C）的升高，固溶元素对 GH3625 合金屈服强度贡献值从 100 MPa 下降到 90 MPa，变化幅度小；因此，不同状态的镍基高温合金屈服强度来源之一的固溶强化的贡献可看为恒定值<sup>[31]</sup>。三种退火态试样对室温屈服强度贡献差距主要在于晶界强化（ $\sigma_{GB}$ ）与孪晶界强化（ $\sigma_{TB}$ ），即不同退火态试样力学性能差距是由于其不同微观组织特征产生的不同强化贡献所导致的，晶粒尺寸越小，相应的  $\sigma_{GB} + \sigma_{TB}$  强化贡献占比越多<sup>[35]</sup>；退火态试样强度随拉

伸变形温度（25 °C~565 °C）升高而降低，可能与晶界和位错在高温的不稳定性密切相关。

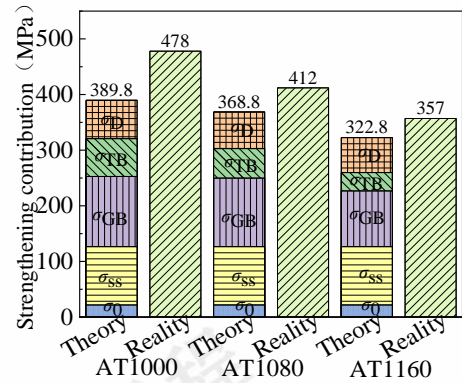


图 12 不同退火态试样不同强化机制对屈服强度贡献值和相应实验值

Fig.12 The contribution of different strengthening mechanisms to the yield strength of different annealed specimens and the corresponding experimental values

## 3 结论

本文研究了不同退火态 GH3625 合金在 25 °C~565 °C 的拉伸变形行为，分析温度和孪晶界对 GH3625 合金力学性能和锯齿流变效应的影响。主要结论如下：

- 1)、随着退火温度的升高，退火态试样的退火孪晶界比例和强度逐渐降低，且退火孪晶界比例较高的试样 AT1000 在 25 °C~565 °C 变形温度范围内具有优异的强度和塑性组合。
- 2)、随着变形温度的升高，合金的变形机制发生改变，在 25 °C 和 290 °C 下拉伸变形时，主要以位错滑移和变形孪生为主，而在 565 °C 时主要为位错滑移，并有大量的层错形成。
- 3)、锯齿流变现象发生具有热激活性，合金室温的应力-应变曲线上未观察到锯齿流变现象；而 290 °C 及 565 °C 的应力-应变曲线有锯齿流变现象，且随着退火温度的升高，发生锯齿流变的临界值（ $\epsilon_c$ ）降低；锯齿振幅（ $\Delta\sigma_{avg}$ ）减小且锯齿类型发生转变：A 型 → A+B 型 → C 型；变形温度为 565 °C 时，锯齿类型均为 B 型。表明锯齿流变效应受退火温度、变形温度和孪晶含量的显著影响。

## 参考文献 References

- [1] 郭建亭. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46 (05): 513-527.
- [2] Wang Y J, Zhao S X, Jia Z, et al. *Advances in Materials Science and Engineering* [J], 2020, 2020(5): 1-11.

- [3] R. Cozar, M. Rouby, B. Mayonobe, et al. *Superalloys* [J], 1991, 718(625): 423-436.
- [4] M. Laporte-Azcue, P. Gonzalez-Gomez, A. Rodriguez-Sanchez, et al. *Solar Energy Materials and Solar Cells* [J], 2021, 231.111317.
- [5] Geoff. McConohy, Alan. Kruizenga. *Solar Energy* [J], 2014, 103, 242-252.
- [6] Yasmine. Lalau, Olivier. Faugeroux, Bernard. Claudet, et al. *Solar Energy Materials and Solar Cells* [J], 2019, 192, 161-169.
- [7] Dorcheh, Ali Soleimani, Durham, Rick N. Galetz, Mathias C. *Solar Energy Materials and Solar Cells* [J], 2016, 144, 109-116.
- [8] Wang Chen(王晨), Wang Xingmao(王兴茂), Yu Hongyao(于鸿焘) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2024, 53, (1):113-123.
- [9] Xu Yi(徐依), Zhang Bing(张兵), Yang Yan(杨艳) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2023, 52, (7):2385-2395.
- [10] Lu Lei, Shen Yongfeng, Chen Xianhua, et al. *Science* [J], 2004, 304(5669): 422-426.
- [11] Lu L, Chen X, Huang X, et al. *Science* [J], 2009, 323(5914): 607-610.
- [12] Lu Lei(卢磊), Lu Ke(卢柯). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(11): 1422-1427.
- [13] Lu Lei(卢磊), You Zesheng(尤泽升). *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报) [J], 2014, 50(02): 129-136.
- [14] Gao Yubi, Ding Yutian, Chen Jianjun et al. *Materials Science and Engineering A* [J], 2019, 767.
- [15] Wang Xingmao, Ding Yutian, Gao Yubi et al. *Materials Science and Engineering A* [J], 2021, 823.
- [16] Huang Xingwei, Zhou Xinzhe, Wang Weizhen et al. *Scripta Materialia* [J], 2022, 209.
- [17] Liu Xudong, Fan Jiangkun, Zhang Peizhe et al. *Journal of Alloy and Compounds* [J], 2021, 869.
- [18] Kubin L P, Mortensen A. *Scripta Materialia* [J], 2003, 48(02): 119-125.
- [19] M. Azarbarmas, M. Aghaie-Khafri, J.M. Cabrera, J. Calvo. *Mater* [J], Des. 94(2016) 28–38.
- [20] Luo Junting, Yu Wenlu, Xi Chenyang et al. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 777(2019) 157–164.
- [21] Joshua McCarley, Sammy Tin. *Materials Science and Engineering A* [J], 740(2019) 427–438.
- [22] Li. Y, S. Tao, N. R. Lu, K. *Acta Materialia* [J], 2008, 56, (2): 230-241.
- [23] Kong Weijun (孔维俊), Ding Yutian (丁雨田), Wang Xingmao (王兴茂) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2023, 52, (8):2859-2868.
- [24] Moon J, Bouaziz O, Kim H S, et al. *Scripta Materialia* [J], 2021, 197: 113808.
- [25] Joo. S. -H, H. Kato, Jang M. J, et. Al. *Materials Science and Engineering A* [J], 2017, 689, 122-133.
- [26] Lu. K, *Nature Reviews. Materials* [J], 1 (5) (2016) 1–13.
- [27] Niu. G, Tang. Q. B, Wu. H. B, Gong. N, Yin. Y. J, Tang. D, *Materialia* [J], 6(2019) 100264.
- [28] Laplanche. G, Kostka. A, Horst. O. M., et. al. *Acta Materialia* [J], 2016, 118, 152-163.
- [29] Thompson. A. A, *Acta Metall* [J], 23(1975): 1337–1342
- [30] 高钰璧. *GH3625 合金中孪晶界的形成、调控及其作用机理* [D], 2022.
- [31] Kou H B, Li W G, Ma J Z, et al. *International Journal of Mechanical Sciences* [J], 2018, 140: 83–92.
- [32] R. Kozar, A. Suzuki, W. Milligan, et al. *Metallurgical and materials transactions A* [J], 2009, 40: 1588-1603.
- [33] Pande C S, Rath B, Imam M. *Materials Science and Engineering A* [J], 2004, 367 (1-2): 171-175.
- [34] Taylor G I. *Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* [J], 1934, 145 (855): 362-387.
- [35] Zhen Bing(甄炳), Kong Weijun (孔维俊), Gao Yubi(高钰璧) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2024, 53, (2):563-571.

## Effects of temperature and twin boundaries on the mechanical properties and Protevin-Le chatelier ( PLC) effect

**Abstract:** In this paper, EBSD, SEM, TEM and quasi-static uniaxial tensile tests were used to study the effects of temperature and twin boundaries on the mechanical properties and Protevin-Le chatelier (PLC) effect of GH3625 alloy. The results show that with the increase of annealing temperature (1000 °C~1160 °C), the recrystallized grains of the annealed specimen grow, resulting in the annihilation of part of the annealed twin boundaries, which reduces the content and strength of the annealed twin boundaries of the alloy. And it is found that the lower the

---

annealing temperature, the greater the critical strain value of the alloy with PLC. At the same time, the tensile deformation of the annealed specimen at 25 °C and 290 °C is mainly dominated by dislocation slip and deformation twin, while at 565 °C, the dislocation slip is mainly dominated by dislocation slip, and a large number of lamination faults are formed. With the increase of deformation temperature, dislocations tend to pass through grain boundaries and annealed twin boundaries, resulting in PLC, weakened grain boundary strengthening effect, and decreased alloy strength. In addition, the specimen with an annealing temperature of 1000 °C has an excellent combination of strength and plasticity in the temperature range of 25 °C~565 °C, which is mainly attributed to the interaction of pre-existing fine grains and a large number of annealed twin boundaries with dislocations, as well as the combined effect of deformed twins and lamination faults formed during tensile deformation. In addition, it is found that the twin content and deformation temperature have a significant effect on the rheological amplitude of the PLC.

**Key words:** GH3625 alloy; Temperature; Twin boundaries; Mechanical properties; Protevin-Le chatelier (PLC) effect

---

Corresponding author: Gao Yubi, Ph.D., State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, E-mail: [gaoyubi1991@lut.edu.cn](mailto:gaoyubi1991@lut.edu.cn); 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](mailto:dingyt@lut.edu.cn)