

# 625合金在750℃长时热老化时的组织演化及力学行为

李季<sup>1</sup>, 詹英杰<sup>2</sup>, 李江<sup>1</sup>, 唐丽英<sup>1</sup>, 徐安<sup>2</sup>, 王庆武<sup>2</sup>, 侯淑芳<sup>1</sup>,  
龚兵<sup>2</sup>, 王博涵<sup>1</sup>, 宁娜<sup>1</sup>, 周荣灿<sup>1</sup>

(1. 西安热工研究院有限公司, 陕西 西安 710032)

(2. 华能山东石岛湾核电有限公司, 山东 荣成 264312)

**摘要:** 利用扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)等研究了625合金的显微组织随热老化时间的演化,并结合拉伸和硬度测试,揭示了750℃热老化10000h过程中显微组织变化对力学性能的作用规律。结果表明,在750℃条件下,625合金中存在亚稳态 $\gamma''$ 相 $\rightarrow$ 稳态 $\delta$ 相的相变过程, $\delta$ 相是该温度下合金的主要强化相。随热老化时间延长, $\gamma''$ 相在初期迅速析出长大后不断减少直至消失,而 $\delta$ 相则不断增多变大,最终演变为贯穿整个晶粒的针片状相;随热老化时间延长,合金抗拉强度、屈服强度、硬度等力学性能指标不断提高,但延伸率不断降低,热老化3000h后各项性能逐渐趋于稳定。不同形态的 $\delta$ 相均能对625合金起到有效的强化作用。

**关键词:** 625合金; 显微组织;  $\delta$ 相; 高温气冷堆(HTR-PM)

**中图分类号:** TG146.1+5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2021)06-2082-09

球床模块式高温气冷堆(high-temperature gas-cooled reactor pebble-bed module, HTR-PM)以化学惰性和热工性能良好的氦气作为冷却剂,以石墨作为慢化剂和堆芯材料,采用包覆颗粒全陶瓷型燃料元件,是具有第4代安全特征的堆型之一;具有设备国产化率高,模块化设计,适应中小电网等优势;能够实现高效率发电、热电联产及制氢等核能多用途利用,是目前世界上各种反应堆中最安全的堆型之一<sup>[1-3]</sup>。

服役于高温气冷堆蒸气发生器中的部分金属部件最高温度可达到750℃,显著高于其它堆型,所用合金需在高温环境中长期服役时具有极高的综合性能,如较好的组织稳定性,较高的蠕变强度和低的蠕变速率,较好的抗疲劳性能,优异的抗腐蚀、耐碳蚀、抗氧化性能,以及良好的加工性和可焊性等<sup>[4]</sup>。综合上述要求,高温气冷堆中的多个热端部件选用了625合金。625合金是一种固溶强化型镍基高温合金,已在航空航天、海洋、化工、燃气轮机等领域中广泛应用。在压水堆核电站中,625合金被用作反应堆芯和控制棒组件;在重水制备的氨裂解装置中,625合金被用作热交换器管件<sup>[5]</sup>。

在550~900℃范围内的不同热处理制度下,625合金在经过热老化试验后可获得6种左右的主要析出相和多达7种以上的少数相,包括MC、 $M_{23}C_6$ 、 $M_6C$ 等3种碳化物, $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>(Nb, Al, Ti)、 $\delta$ -Ni<sub>3</sub>(Nb, Mo)和Ni<sub>2</sub>(Cr, Mo)等3种金属间化合物,和富 $\alpha$ -Cr相、 $\mu$ -TCP相、Laves相、富硅相等;其中, $\gamma''$ 相和 $\delta$ 相被认为是合金的主要强化相,但二者的析出温度和强化机制存在较大差异<sup>[6-8]</sup>。Suave等<sup>[9,10]</sup>研究发现,当625合金在550~750℃范围内时效时,基体中会析出稳定的 $\gamma''$ 相,是合金的主要强化相;当625合金在750~900℃范围内时效时,基体中的 $\gamma''$ 相会失稳并逐渐转变为 $\delta$ 相,随后以 $\delta$ 相稳定存在。丁雨田等<sup>[11]</sup>的研究表明,时效过程中 $\delta$ 相的析出会诱发微孔聚集并导致合金塑性下降,并使合金的断裂模式由延性断裂转变为脆性断裂。因此,当625合金在750℃左右的高温气冷堆中服役时,正好处于 $\gamma''$ 相和 $\delta$ 相的两相转化区,基体中强化相的种类及其析出行为和组织特征都将对合金的力学性能产生直接影响。因此,625合金中 $\gamma''$ 相的析出和转变, $\delta$ 相的出现和长大均是值得关注的问题。

本研究以625镍基合金为对象,研究其在750℃

收稿日期: 2020-06-23

基金项目: 国家科技重大专项(2017ZX06906009); 中国华能集团公司总部科技项目(HNKJ18-H41)

作者简介: 李季,女,1985年生,博士,高级工程师,西安热工研究院有限公司电站材料技术部,陕西西安710032,电话:029-82001211, E-mail: lijij@tpri.com.cn

长期热老化时显微组织的演化及由此带来的力学性能变化, 以期为高温气冷堆中 625 合金的服役行为提供参考。

### 1 实验

本研究用 625 合金是由宝钢特钢有限公司生产的 625 板材, 规格为 12 mm×8615 mm×25 mm, 供货状态为固溶、酸洗态, 固溶温度 1150 °C, 保温 1.5~2.0 h, 水冷。由表 1 所示的化学成分可知, 该批次 625 合金主要组成元素的实测值均在 ASME SB443 和 ASTM B443 所规定的关于 UNS N06625-2 合金化学元素的成分范围内。

为全面评估合金的金相结构, 将沿板材轧制方向(纵向)规定为  $x$  方向, 与其垂直的水平面规定为  $x$  面; 垂直于轧制方向(横向)规定为  $y$  方向, 与其垂直的面规定为  $y$  面; 板材的厚度方向规定为  $z$  方向, 与其垂直的面规定为  $z$  面。供货态 625 合金板材的金相组织如图 1 所示。由图 1 可知, 供货态 625 合金中存在较多一次析出相, 其数量和密度在  $x$  和  $z$  面上的分布基本相当, 分布较为弥散; 在  $y$  面上, 析出相数量相对较多, 存在多处分布较为密集的区域。3 个平面所观察到的晶粒均为等轴晶结构, 平均晶粒度为 2~3 级, 晶粒中包含一定数量的孪晶。

供货态 625 合金的扫描电镜照片如图 2a 所示。由图 2a 所示的二次电子相照片可知, 供货态 625 合金的晶界和孪晶界较为清晰, 未见碳化物析出, 晶内分布 2 种不同成分的颗粒状一次析出相。由图 2b 的 EDS 分析结果可知, 一种 Nb 含量较高, 另一种为 Nb、Ti 含量基本相当; 结合图 2c 所示的透射电镜明场相照片和图 2d 所示的选区电子衍射花样可确定其中一种析出相为 NbC 相, 另一种则为(Nb, Ti)C 相<sup>[7]</sup>。

对本批次 625 合金进行 750 °C 条件下的热老化试验, 取样时间分别为 300、1000、3000、10 000 h。热老化试验结束后, 对试样进行室温和 750 °C 高温拉伸试验、布氏硬度试验等力学性能测试, 以及金相显微镜、扫描电镜和透射电镜等显微组织分析, 并于供货态试样进行对比。根据本批次 625 板材的规格, 拉伸试样全部采用标距段直径为 6 mm 的棒状标准拉伸试样。室温和 750 °C 高温拉伸试验均在 ETM305D 微机控制电子万能试验机上开展, 室温拉伸试验根据标准 ASTM E8/E8M-16a 进行, 750 °C 高温拉伸试验根据标准 ASTM E21-17e1 进行。由图 1 可知, 本批次 625 合金板材的显微组织并未表现出明显的各向异性, 受板材规格限制, 所有力学测试试样均沿  $x$  方向(即板材轧制方向)取样, 每组试验不少于 3 个平行样以保证试验数据的可重复性。拉伸试样断口采用 FEI Quanta-400HV

表 1 625 合金实测化学成分与标准值对照表

Table 1 Comparison of tested chemical composition with the standard value of 625 alloy ( $\omega/\%$ )

Element	C	Si	Mn	P	S	Mo	Nb+Ta	Ti	Al	Co	Ni	Cr	Fe	N
Test	0.035	0.037	0.005	<0.005	0.0002	8.98	3.84	0.3	0.2	0.0032	63.05	21.1	1.99	0.005
Standard	≤0.10	≤0.50	≤0.50	≤0.015	≤0.015	8.0~10.0	3.15~4.15	≤0.40	≤0.40	≤1.0	≥58.0	20.0~23.0	≤5.0	-

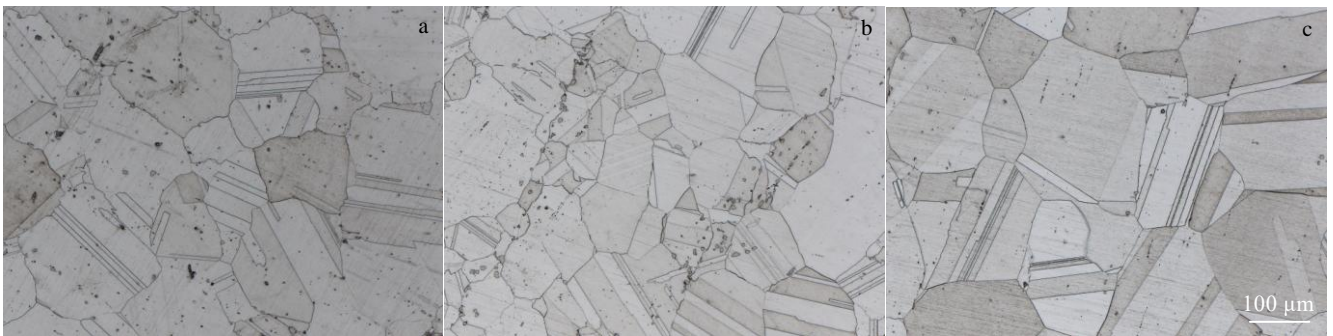


图 1 供货态 625 合金的金相照片

Fig.1 OM microstructures of the as-received 625 alloy: (a)  $x$  plane, (b)  $y$  plane, and (c)  $z$  plane

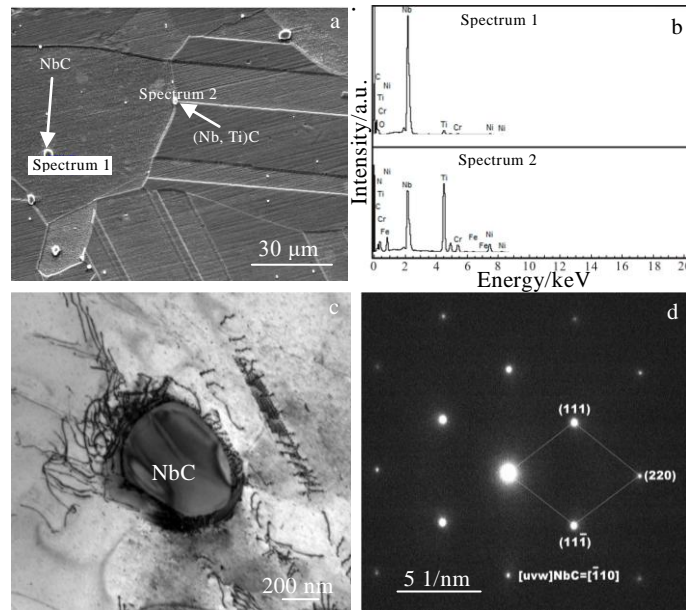


图 2 供货态 625 合金的析出相形貌及特征谱图

Fig.2 SEM image (a) and EDS spectra (b), bright-field TEM image (c), and SAED pattern (d) of the precipitates in as-received 625 alloy

型扫描电子显微镜(SEM)进行观察。

金相及扫描电镜分析所用的试样包含板材的 3 个方向, 经线切割、冷镶并逐级打磨至 2000#砂纸, 抛光至试样表面呈镜面后, 用含有 95 mL HCl、5 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 和 5 g Cu<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O 的混合溶液进行腐蚀。采用 Zeiss AXIO Imager A1m 金相显微镜进行金相组织观察, 并结合扫描电镜所配的 Oxford Incax 能谱仪进行成分分析。

用于透射电子显微镜(TEM)观察的样品切割成直径为 5 mm 的薄片, 磨至 50 μm 后进行双喷减薄, 所用设备为美国 Fischione Model110 型电解双喷仪, 采用的双喷溶液的体积配比为 10% 高氯酸+90% 乙醇, 工作电压为 25~30 V, 溶液用液氮冷却至约-30 °C。用 FEI Tecnai G2 F20 场发射透射电子显微镜进行明场相观察、衍射斑点观察等, 用 JEOL JEM-F200 场发射扫描透射电子显微镜(STEM)进行 EDS 能谱元素面扫描。重点对不同热老化时间后合金中析出相的种类、形态进行表征, 并就其对力学性能的影响进行探讨。

## 2 结果与分析

### 2.1 热老化对 625 合金显微组织的影响

#### 2.1.1 不同热老化时间的金相组织

图 3 为 625 合金热老化不同时间后的 3D 金相组织照片。由图可知, 随着热老化时间增长, 625 合金在各个方向均呈等轴晶结构, 晶粒无明显长大, 平均晶粒度保持在 2~3 级, 但各个方向晶内析出相均明显

增多, 合金并未表现出明显的各向异性。

#### 2.1.2 析出相的种类鉴定

为对热老化过程中合金晶内、晶界的析出相进行鉴定, 采用透射电镜对热老化 300 h 后的 625 样品进

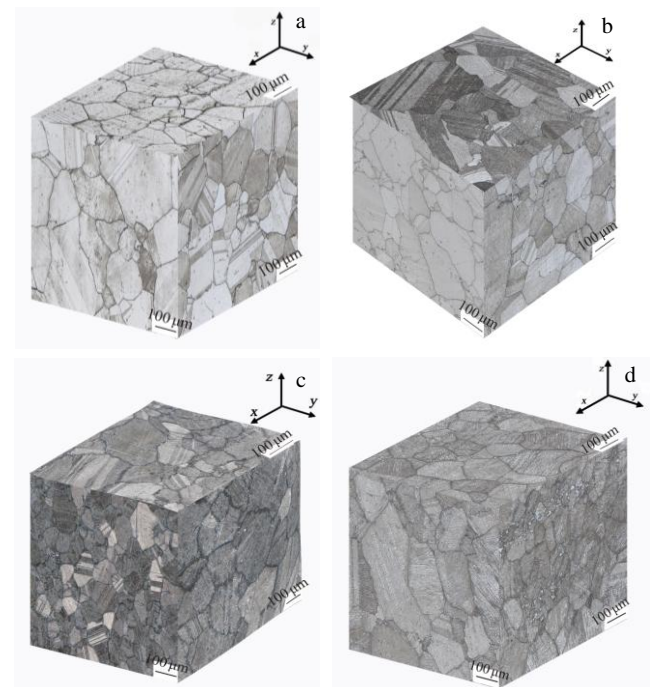


图 3 625 合金热老化不同时间后的 3D 金相照片  
Fig.3 3-dimensional optical images of the 625 alloy thermal aged for different time: (a) 300 h, (b) 1000 h, (c) 3000 h, and (d) 10 000 h

行观察和表征。图 4a 为 750 °C 热老化 300 h 后, 625 合金晶内、晶界的透射电镜明场相形貌照片。由图 4 可知, 热老化促进了晶界碳化物和晶内强化相的析出。结合图 4b~4d 所示的选区电子衍射花样可知, 晶界碳化物为面心立方结构的  $M_{23}C_6$ , 呈颗粒状彼此独立排布。晶内的析出相表现为 2 种形态, 一种为正交结构的  $\delta$  相, 呈长直的针状或片状, 尺寸从几百纳米到数微米不等; 一种为四方结构的  $\gamma''$  相, 呈短棒或圆盘状, 尺寸一般不超过 300 nm。由此可见, 当 625 合金在 750 °C 条件下服役时,  $\delta$  相并非从基体中直接析出, 而存在亚稳态  $\gamma''$  相 $\rightarrow$  $\delta$  相的相变过程。

在这种存在亚稳态相向平衡相转变的体系中, 2 种相的元素成分的对称性和一致性对于相变路径的选择起着重要作用。STEM 和 EDS 面扫分析结果显示(图 5),  $\delta$  相和  $\gamma''$  相均表现出富含 Ni、Nb 而贫 Cr 的特点, 两者的化学成分较一致, 与文献报道中二者化学成分均为  $Ni_3Nb$  吻合。

对  $\delta$  相和  $\gamma''$  相放大观察发现 (图 4e、4f), 这 2 种析出相的精细亚结构均主要为层错。其原因在于,  $\gamma''$  相在  $a$ 、 $b$  方向与基体的错配度较小, 而在  $c$  轴方向的错配度则明显较高, 这使得当  $\gamma''$  相以精细圆盘结构的方式自基体析出时,  $\gamma''$  相的  $c$  轴方向与基体具有较大的晶格畸变, 并在密排面 (112) 上产生错排, 出现层错<sup>[12]</sup>。与此同时,  $\delta$  相以切变的方式在  $\gamma''$  相的层错上形核, 以类贝氏体转变的方式完成相转变, 并沿着  $\gamma''$  相的 3 个不同密排方向(阻力最小)不断生长<sup>[13]</sup>。

2.1.3 析出相随热老化时间的变化

图 6 为 625 合金在 750 °C 热老化不同时间后基体中析出相的 SEM 照片。由图 6a、6b 可知, 在热老化 300 h 后, 625 合金的晶界及晶内均出现大量  $\delta$  相: 其中, 晶粒边缘靠近晶界处的  $\delta$  相呈针状, 于晶界处形核, 并向晶内生长, 在热老化 300 h 以内即可长到数十微米; 晶粒心部的  $\delta$  相呈颗粒状分布, 尺寸明显较小, 仅约 1  $\mu$ m, 数量多而密。由于晶界处缺陷密度较

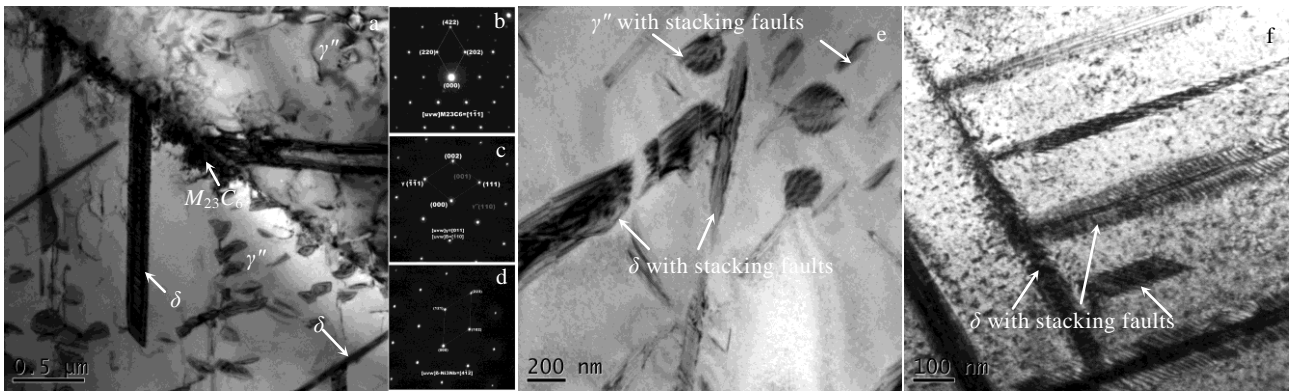


图 4 热老化 300 h 后 625 合金 TEM 明场相形貌及各相的选区电子衍射花样

Fig.4 TEM bright-field images (a, e, f) and SAED patterns (b~d) of precipitates after thermal aging for 300 h: (a) showing phases of  $M_{23}C_6$ ,  $\gamma''$ ,  $\delta$ ; (b) SAED patterns of  $M_{23}C_6$ , (c)  $\gamma''$  phase, and (d)  $\delta$  phase; (e) stacking faults in  $\gamma''$  phase; (f)  $\delta$  phase

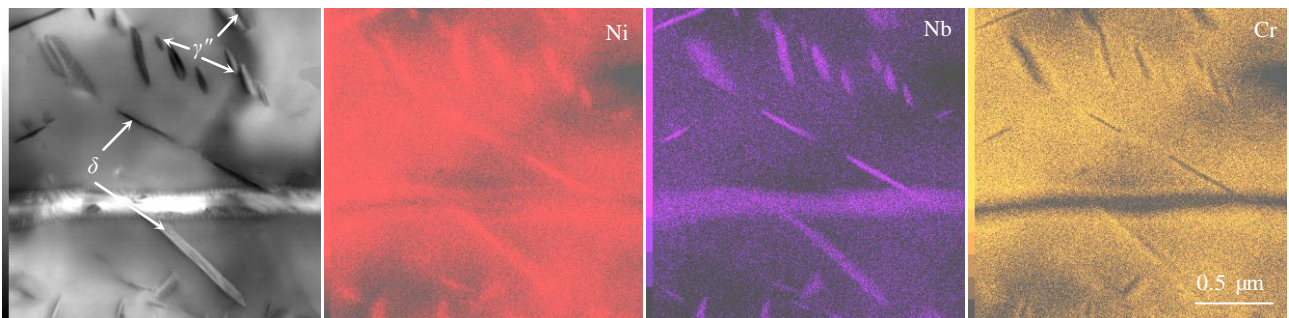


图 5 625 合金热老化 300 h 后 STEM 的 EDS 能谱面扫描

Fig.5 STEM image and EDS mapping of 625 alloy after thermal aging for 300 h

大，大量溶质元素在此富集并易于扩散，晶体结构存在较大的结构起伏，加之缺陷处晶格畸变严重，使得此处存在较大的能量起伏，降低了析出相的形核功，因此  $\delta$  相在晶界附近更易形核且具有更大的生长速率<sup>[14,15]</sup>。随着热老化时间的延长（图 6c、6d），合金中  $\delta$  相的尺寸明显增长变宽，部分针状相变为片状，热老化 1000 h 时长度已达 20  $\mu\text{m}$  以上，呈网格状分布，每个晶粒中可见 3 种不同取向的针状  $\delta$  相，而此时基体中颗粒状  $\delta$  相数量已明显减少，主要分布在针状  $\delta$  相密度较低处的网格中央。热老化 3000 h(图 6e、6f)时，针片状  $\delta$  相尺寸和数量进一步增加，同时，颗粒状  $\delta$  相数量进一步下降，但在针片状  $\delta$  相密度较低的地方，仍可见个别颗粒状  $\delta$  相集中分布的区域。至热老化 10 000 h（图 6g、6h），颗粒状  $\delta$  相仅零星可见，此时的  $\delta$  相已经充分长大。

图 7 为 625 合金在 750  $^{\circ}\text{C}$  热老化不同时间后基体中析出相的 TEM 照片。为便于观察其中  $\gamma''$  相的析出行为，在 0 h~300 h 之间加入热老化时间为 100 h 的对照组。由图 7 可见，热老化 100 h 足以让 625 合金中的  $\gamma''$  相充分析出，此时基体中存在 2 种状态的  $\gamma''$  相，在密度略低的区域  $\gamma''$  相的尺寸较大，约 500 nm，其中已经可在层错处隐约看到针状  $\delta$  相开始析出；密度较大的区域， $\gamma''$  相的尺寸较小，为 50~100 nm；晶界处已有小尺寸的针状  $\delta$  相零星析出。随着老化时间延长，基体中  $\gamma''$  相的密度和数量不断减小，同时尺寸有所增大。当老化时间到 3000 h 时，基体中  $\gamma''$  相 $\rightarrow$  $\delta$  相的相变过程已基本结束， $\delta$  相网格间很难再观察到  $\gamma''$  相的存在。

## 2.2 热老化对 625 合金力学性能的影响

### 2.2.1 热老化时间对拉伸性能的影响

图 8 为 625 合金热老化不同时间后的室温拉伸及 750  $^{\circ}\text{C}$  高温拉伸数据对比。由图 8 可知，供货态 625 合金为固溶态，合金在室温和高温的抗拉强度  $R_m$  分别为 792 和 496 MPa，屈服强度  $R_{p0.2}$  分别为 362 和 225 MPa，而延伸率高达 70% 和 105%，此时合金虽然强度较低，但塑性较好。拉伸试验的各项性能指标均满足标准中对 UNS N06625-2 固溶态板材的相关要求。随热老化时间的延长，625 合金在室温和 750  $^{\circ}\text{C}$  高温条件下的屈服强度  $R_{p0.2}$ 、抗拉强度  $R_m$  值在前 3000 h 快速增大，并在 3000~10 000 h 之间趋于稳定；同时，合金的断后伸长率在热老化后迅速降低，但随热老化时间延长降速趋缓。由此可知，合金的室温和高温强度随热老化时间的延长不断增强，而塑性则不断降低。

图 9 和图 10 分别为 625 合金在热老化不同时间后的室温和高温拉伸断口的 SEM 形貌。由图 9 和图 10 可知，供货态 625 合金在 2 种温度条件下断面均凹凸不平，具有明显的颈缩现象，可见大量大而深的韧窝分布于断口上，表现为典型的韧性断裂特征。

625 合金热老化后的室温拉伸断口较平坦，断面垂直于拉伸轴，呈颗粒状，剪切唇较小，无明显的纤维区和放射区之分，表现为较为明显的沿晶断裂特征，如图 9b~9e 中插图所示。热老化初期，个别断面处可见少量浅而小的抛物线型韧窝，随后部分韧窝形态逐渐转变为长条状，且随热老化时间延长逐渐增长，如图 9c~9e 中箭头处。这些长条状韧窝具有较好的方向

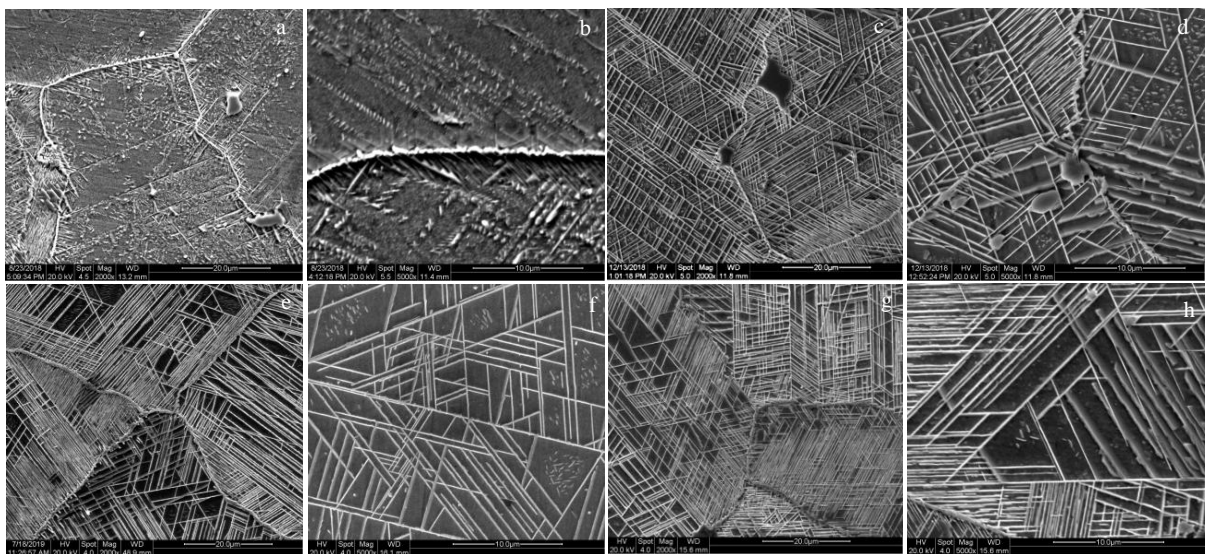


图 6 625 合金在 750  $^{\circ}\text{C}$  热老化不同时间后不同形态  $\delta$  相的 SEM 照片

Fig.6 SEM images of  $\delta$  phase thermal aged at 750  $^{\circ}\text{C}$  for different time: (a, b) 300 h, (c, d) 1000 h, (e, f) 3000 h, and (g, h) 10 000 h

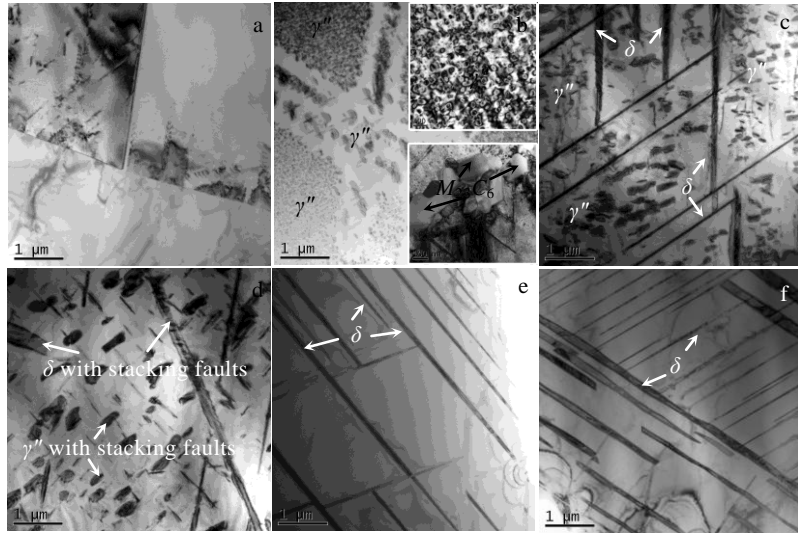


图 7 625 合金热老化不同时间后的 TEM 照片

Fig.7 TEM images of 625 alloy thermal aged for different time: (a) 0 h, (b) 100 h, (c) 300 h, (d) 1000 h, (e) 3000 h, and (f) 10 000 h

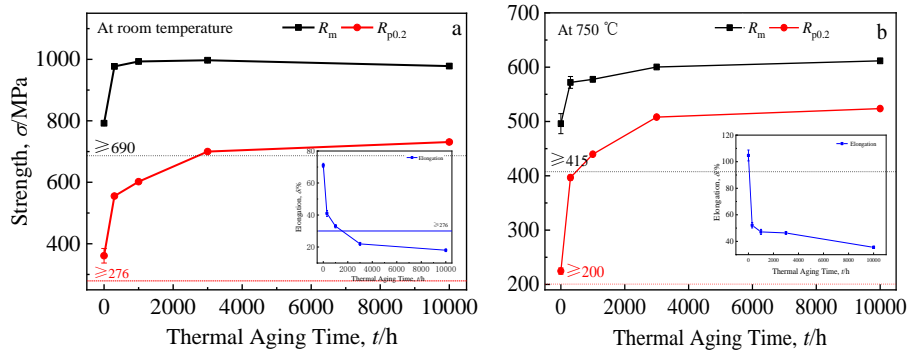


图 8 750 °C 热老化后 625 合金拉伸性能

Fig.8 Comparison of tensile properties of 625 alloy after thermal aging at room temperature (a) and 750 °C (b) for different time

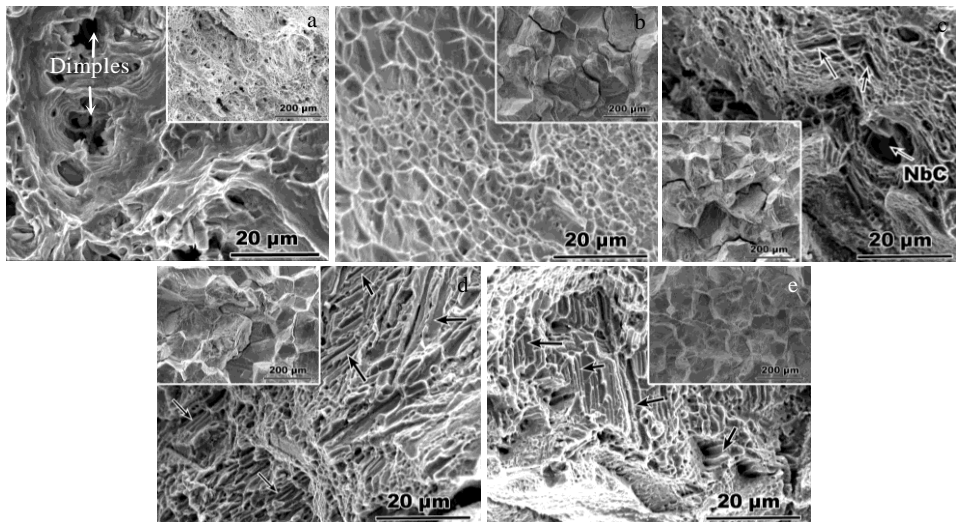


图 9 热老化后 625 合金室温拉伸断口的 SEM 形貌

Fig.9 SEM fracture morphologies of thermal aged 625 alloy after tensile tests at room temperature: (a) 0 h, (b) 300 h, (c) 1000 h, (d) 3000 h, and (e) 10 000 h

性，可能是由在垂直于应力方向的晶面上析出的  $\delta$  相在应力作用下与基体相互剥离后形成。

热老化后的高温拉伸断口表面起伏较大，边缘呈锯齿状，宏观断面呈深蓝色，断面的绝大部分为纤维区，剪切唇不明显，断面可见大量等轴韧窝和细密的韧窝带分布，并有沿晶二次裂纹，表现出韧性沿晶断裂特征，如图 10b~10e 中插图所示。随着热老化时间延长，断面的韧窝数量和形态并无明显减少。从拉伸试验中延伸率随热老化延长而持续下降可以看出，针状  $\delta$  相和晶界  $M_{23}C_6$  的析出会削弱合金的塑性变形能力，导致延伸率不断下降。但是综合 625 合金的拉伸断口可以发现，尽管  $\delta$  相的析出导致其室温拉伸断口

表现出脆性断裂（沿晶断裂）的特征，但在 750 °C 高温条件下，所有试样的断口均存在大量韧窝，其高温塑性依旧较为良好。

### 2.2.2 热老化时间对布氏硬度的影响

625 合金热老化前后的布氏硬度值如图 11 所示。由图 11 可知，固溶态 625 合金的布氏硬度值平均值为 1730 MPa (HBW2.5/187.5)，满足标准中关于固溶态新合金板材布氏硬度不得超过 2200 MPa 的规定。热老化处理后，布氏硬度值随热老化时间的延长逐渐增加，至 3000 h 时达到 2860 MPa (HBW2.5/187.5)，继续延长后，布氏硬度值无明显增加。

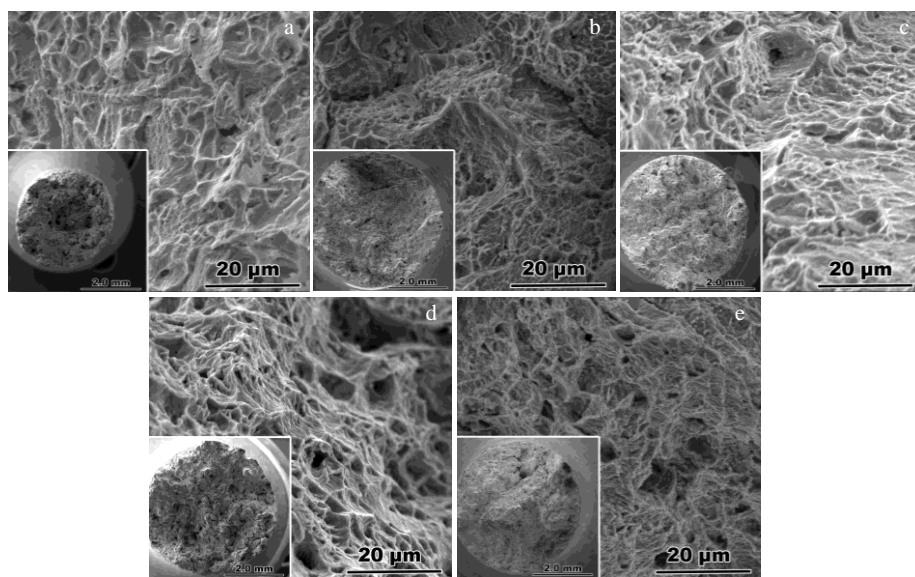


图 10 热老化不同时间后 625 合金 750 °C 高温拉伸断口的 SEM 形貌

Fig.10 SEM fracture morphologies of thermal aged 625 alloy after tensile test at 750 °C for different time: (a) 0 h, (b) 300 h, (c) 1000 h, (d) 3000 h, and (e) 10 000 h

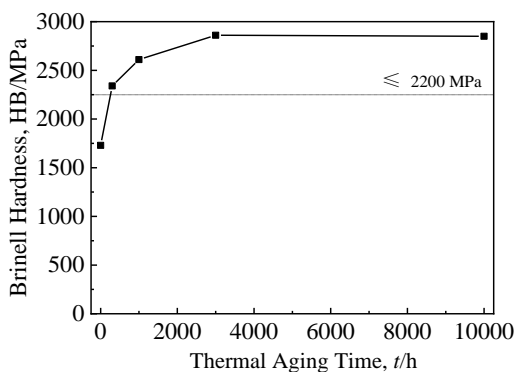


图 11 625 合金热老化前后布氏硬度值的变化

Fig.11 Variation of Brinell hardness of 625 alloy with the extension of thermal aging time

## 3 分析与讨论

625 合金在 750 °C 的热老化过程中， $\delta$  相的析出和长大伴随着  $\gamma''$  相的减少和消耗， $\gamma''$  相的数量和分布与  $\delta$  相的析出行为之间存在复杂的依存关系<sup>[13]</sup>。但值得注意的是，在整个热老化过程中，625 合金的力学性能并未因基体中  $\gamma''$  相的减少甚至消失而出现明显降低。可见， $\delta$  相在 625 合金中能起到一定的强化效果。 $\gamma''$  相为  $D0_{22}$  体心四方结构，与  $\gamma$  基体间存在较大的错配度，当其作为强化相时的主要强化机制为共格强化；随尺寸的增大， $\gamma''$  与  $\gamma$  基体的共格关系会逐渐破坏，从而导致强化效果降低<sup>[16]</sup>。根据 Devaux 等人的研究成果，当尺寸大于 35~40 nm 后， $\gamma''$  即会与基体失去共格或转变为  $\delta$  相<sup>[17]</sup>。根据图 7 所示的试验结果，在 750 °C 的 625 合金中， $\gamma''$  相会在 100 h 以内快速析出

并长至 50 nm 以上, 无法起到较好的强化效果, 在长期服役过程中起强化作用的主要为  $\delta$  相。

625 合金在热老化过程中晶粒尺寸没有表现出明显变化, 因此霍尔-佩奇(Hall-Petch)效应可忽略不计, 合金的硬度和强度值的提高主要取决于强化相— $\delta$  相, 以及晶界、孪晶界析出的  $M_{23}C_6$ 。由显微组织特征可知, 625 合金在 750 °C 中热老化处理会析出的 2 种形态的  $\delta$  相, 且 2 种  $\delta$  相的尺寸、分布、数量和形貌均随热老化过程发生明显变化。为了进一步明确析出相的动力学特征, 对热老化过程中各相所占面积分

数进行进一步分析, 采用阈值分割和几何过滤, 以 2  $\mu\text{m}$  作为长针状相和短棒状相的临界值, 对热老化处理后 SEM 视野内的两相进行分离, 如图 12 所示, 相关数据结果如图 13 所示。由于 625 合金未表现出明显的各向异性, 此面积分数可近似看作体积分数。

由图 12 和图 13 可知, 当热老化时间达 300 h, 基体中已经有大量  $\delta$  相析出, 此时长针状和短棒状  $\delta$  相的比例较为接近; 当热老化时间达 3000 h, 合金晶内析出的长针状  $\delta$  相显著增多, 短棒状  $\delta$  相显著减少; 当热老化时间进一步延长至 10 000 h 时, 短棒状  $\delta$  相

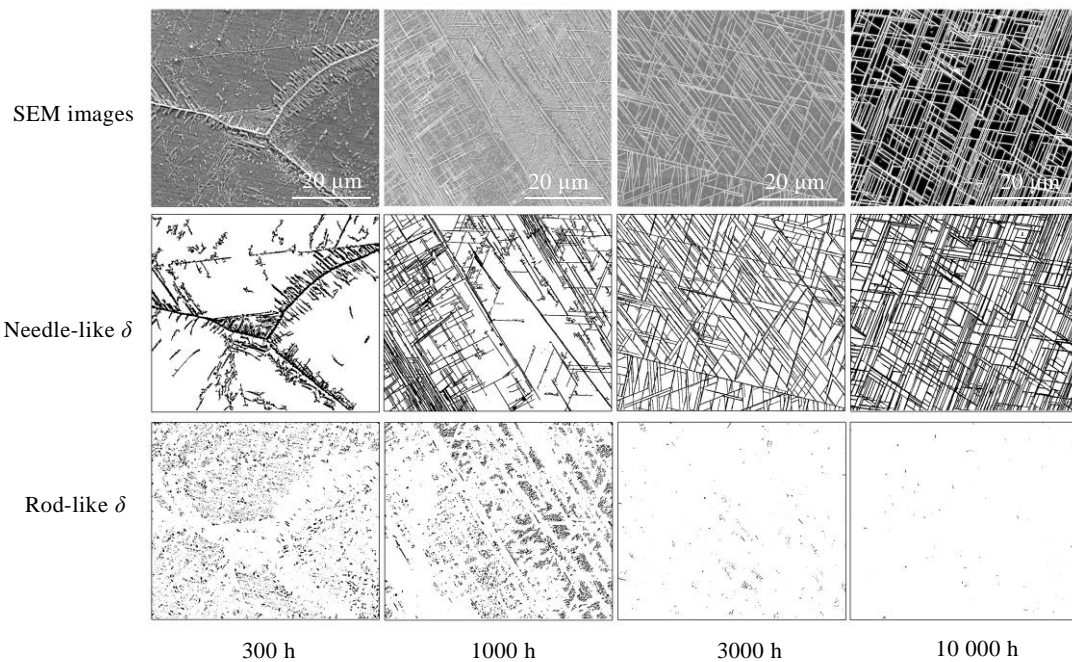


图 12 625 合金经不同时间热老化后 SEM 视野内的各相分布情况

Fig.12 Phase distribution of 625 alloy after thermal aging time at 750 °C for different time

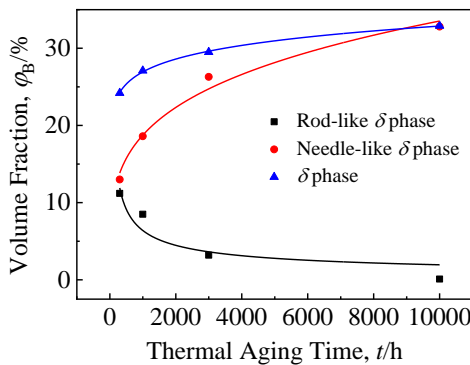


图 13 625 合金热老化后各相的体积分数

Fig.13 Volume fractions ( $\phi_B$ ) of 625 alloy after thermal aging for different time

基本消失。根据 2.2 节所列相关结果可知, 625 合金在 750 °C 热老化的过程中, 强度和硬度值随着热老化的进行而不断提高, 至约 3000 h 时达到稳定, 继续热老化至 10 000 h 未表现明显变化。该趋势与图 13 中  $\delta$  相的体积分数变化曲线极为类似。由于强化效果与强化相的体积分数呈正相关, 此时长针状  $\delta$  相和短针状  $\delta$  相均能在 625 合金中起到有效强化的作用。

### 4 结 论

1) 在 750 °C 条件下, 625 合金中存在亚稳态  $\gamma''$  相 $\rightarrow$ 稳态  $\delta$  相的相变过程,  $\delta$  相是 750 °C 条件下 625 合金的主要强化相。

2) 随老化时间延长,  $\gamma''$  相在初期迅速析出长大后不断减少直至消失, 而  $\delta$  相则不断增多且尺寸逐渐增大。



3) 合金抗拉强度、屈服强度、硬度等力学性能指标不断提高, 但延伸率不断降低, 热老化 3000 h 后各项性能逐渐趋于稳定。

4) 长针状  $\delta$  相和短针状  $\delta$  相均能在 625 合金中起到有效强化的作用。

#### 参考文献 References

- [1] Qu Xinhe, Yang Xiaoyong, Wang Jie. *Annals of Nuclear Energy*[J], 2019, 130: 338
- [2] Zhang Zuoyi, Dong Yujie, Li Fu *et al. Engineering*[J], 2016, 2(1): 112
- [3] Liu Feng(刘 锋), Liu Yongbing(刘永兵), Yao Hongmeng(姚洪猛) *et al. Thermal Power Generation*(热力发电)[J], 2019(6): 79
- [4] Fu Hongzhen(傅宏镇). *Nuclear Power Engineering*(核动力工程)[J], 1988, 9(6): 66
- [5] Shankar V, Rao K B S, Mannan S L. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2001, 288(2): 222
- [6] Özgür Ö, Ramazan Y, Gülsoy Ö *et al. Materials Characterization*[J], 2015, 108: 8
- [7] Gao Yubi(高钰璧), Ding Yutian(丁雨田), Chen Jianjun(陈建军) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(11): 3585
- [8] Lorena M S, Jonathan C, Denis B *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 650: 161
- [9] Mataveli S L, Jonathan C, Patrick V *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2014, 45(7): 2963
- [10] Suave L M, Bertheau D, Cormier J *et al. 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*[C]. Hoboken: John Wiley & Sons, Ltd, 2014
- [11] Ding Yutian(丁雨田), Meng Bin(孟 斌), Gao Yubi(高钰璧) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(5): 1605
- [12] Yang Chao(杨 超). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Harbin: Harbin Industry University, 2007
- [13] Di Xinjie(邸新杰), Xin Xixue(邢希学), Wang Baosen(王宝森). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2014, 50(3): 323
- [14] Chang L T, Sun W R, Cui Y Y *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 590: 227
- [15] Qin H L, Bi Z N, Yu H Y. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 740: 997
- [16] Sundararaman M, Mukhopadhyay P, Banerjee S. *Metallurgical Transactions A*[J], 1988, 19: 453
- [17] Devaux A, Nazé L, Molins R *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 486: 117

## Microstructure Evolution and Mechanical Behavior of 625 Alloy During Long-term Thermal Aging Process at 750 °C

Li Ji<sup>1</sup>, Zhan Yingjie<sup>2</sup>, Li Jiang<sup>1</sup>, Tang Liying<sup>1</sup>, Xu An<sup>2</sup>, Wang Qingwu<sup>2</sup>, Hou Shufang<sup>1</sup>,  
Gong Bing<sup>2</sup>, Wang Bohan<sup>1</sup>, Ning Na<sup>1</sup>, Zhou Rongcan<sup>1</sup>

(1. Xi'an Thermal Power Research Institute Co., Ltd, Xi'an 710032, China)

(2. Huaneng Shandong Shidao Bay Nuclear Power Co., Ltd, Rongcheng 264312, China)

**Abstract:** In order to clarify the performance of 625 alloy during 10 000 h long term thermal aging at 750 °C, the microstructure evolution and mechanical behavior were investigated by SEM, TEM as well as tensile and hardness tests. Results show that a phase transition from the metastable  $\gamma''$  phase to the steady-state  $\delta$  phase occurs in 625 alloy at 750 °C. At the initial stage  $\gamma''$  phase rapidly precipitates and grows in matrix, and then decreases and disappears with the extension of thermal aging. While the transformed  $\delta$  phase gradually nucleates and grows in size, and turns to be the main strengthening phase in 625 alloy in the long run. With the prolonging of the thermal aging time, tensile strength, yield strength and hardness of the alloy are continuously improved, but the elongation constantly reduces. After 3000 h thermal aging treatment, the mechanical properties tend to keep stable. There is no significant difference between the two types of  $\delta$  phase in the reinforcement of 625 alloy.

**Key words:** 625 alloy; microstructure evolution;  $\delta$  phase; HTR-PM