

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^{1,2}, 王文娟^{1,2}, 杨慧^{1,2}, 王兴茂^{1,2}, 许佳玉^{1,2}, 甄炳^{1,2}, 丁雨田^{1,2}

(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: 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 (PLC) 效应的影响。研究表明:随着退火温度 (1000~1160 °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 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 25~565 °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 (PLC) 效应

中图法分类号: TG146.1¹5; TG132.3¹3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2025)11-2920-11

1 引言

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^[1-4]。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 290~565 °C, 熔盐工质 40% KNO₃-60% NaNO₃)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^[5-7]。

强度和塑性作为高温合金的 2 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^[8-9]。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^[10-11]。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^[12-13];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^[13]。本课题组前期研究发现^[14-15],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^[16]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 (PLC) 效应。Liu 等^[17]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,本研究以 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。

收稿日期:2024-11-15

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

作者简介:高钰璧,男,1991 年生,博士,副教授,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: gaoyubi1991@lut.edu.cn

2 实验

本实验所用材料是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#后进行机械抛光,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乙醇清洗、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(geometrically necessary dislocation, 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_{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,25~565 °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3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 μm的薄片,然后将该薄片在10 mL高氯酸+90 mL乙醇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。

表1 试验用GH3625合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH3625 alloy used in the experiment (wt%)

Cr	Mo	Fe	Nb	Ti	Al	Mn	Co	Si	C	P	S	Ni
21.66	8.58	4.19	3.31	0.16	0.10	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 Treated processes and corresponding names of the specimens

Specimen	Treated process
AT1000	Annealing at 1000 °C for 20 min+air cooling
AT1080	Annealing at 1080 °C for 20 min+air cooling
AT1160	Annealing at 1160 °C for 20 min+air cooling

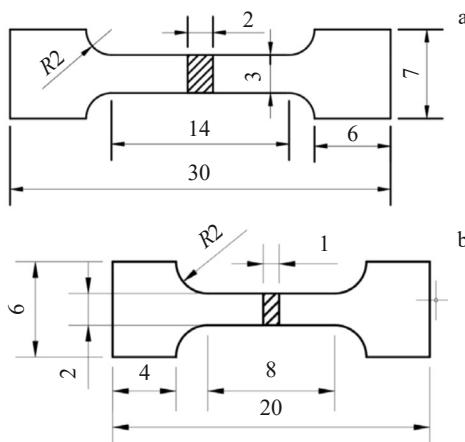


图1 拉伸试样尺寸示意图

Fig.1 Size diagrams of tensile specimen: (a) room temperature; (b) 290 and 565 °C

3 结果与讨论

3.1 GH3625合金冷轧态管材的原始组织与力学性能

GH3625合金冷轧管($\varepsilon=35\%$)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 μm,有效平均晶粒尺寸(d_{eff})为20.65 μm。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 $(60 \pm 5)^\circ < 111 >$ 关系^[18]。结合图2b₁,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2d₁)。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^[19]。由于冷轧过程中晶粒细化、位错急剧增加以及位

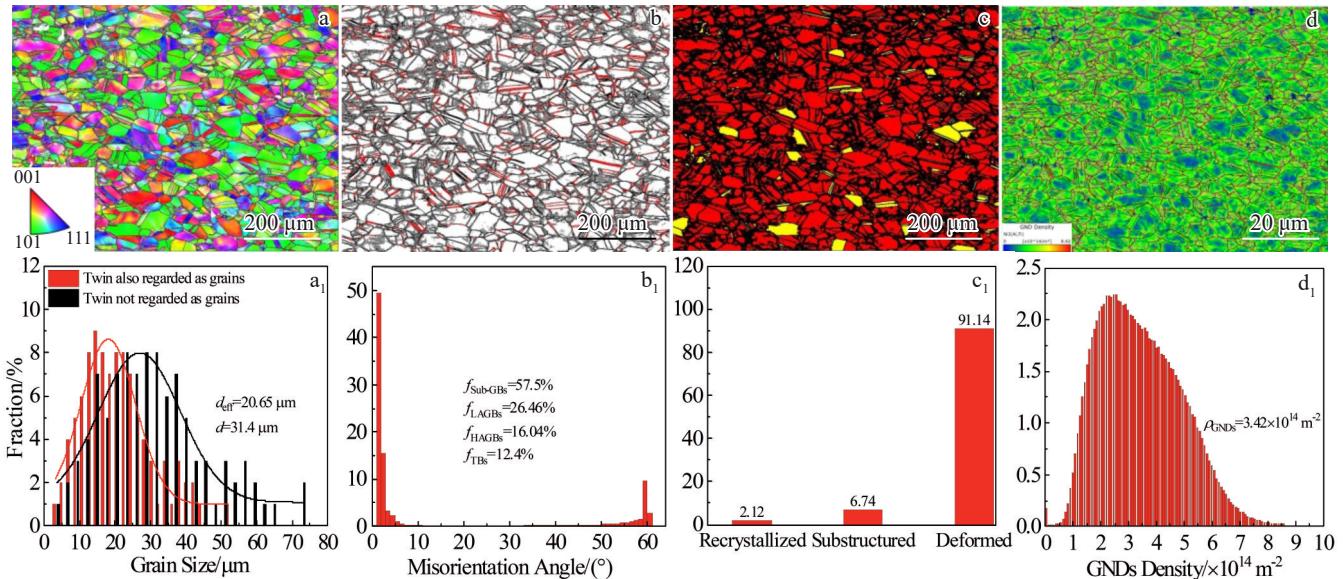


图2 GH3625 合金冷轧管微观组织特征图及相应的分布图

Fig.2 Microstructure characteristic diagrams (a–d) and corresponding distribution diagrams (a₁–d₁) of cold-rolled GH3625 alloy pipe: (a) IPF; (a₁) grain size distribution; (b) grain boundary map; (b₁) misorientation angle distribution; (c) recrystallization; (c₁) recrystallization distribution; (d) GNDs density map; (d₁) GNDs density distribution

错间发生相互作用，使冷轧管屈服强度(σ_y)高达1088 MPa，极限抗拉强度(σ_{uts})为1167 MPa，断后延伸率(ε_r)为15.7%，细晶强化和位错强化效果显著。

3.2 温度对GH3625合金组织及性能的影响

3.2.1 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^[20]，且由于晶粒“生长意外”伴随生成大量的退火孪晶^[21]；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%

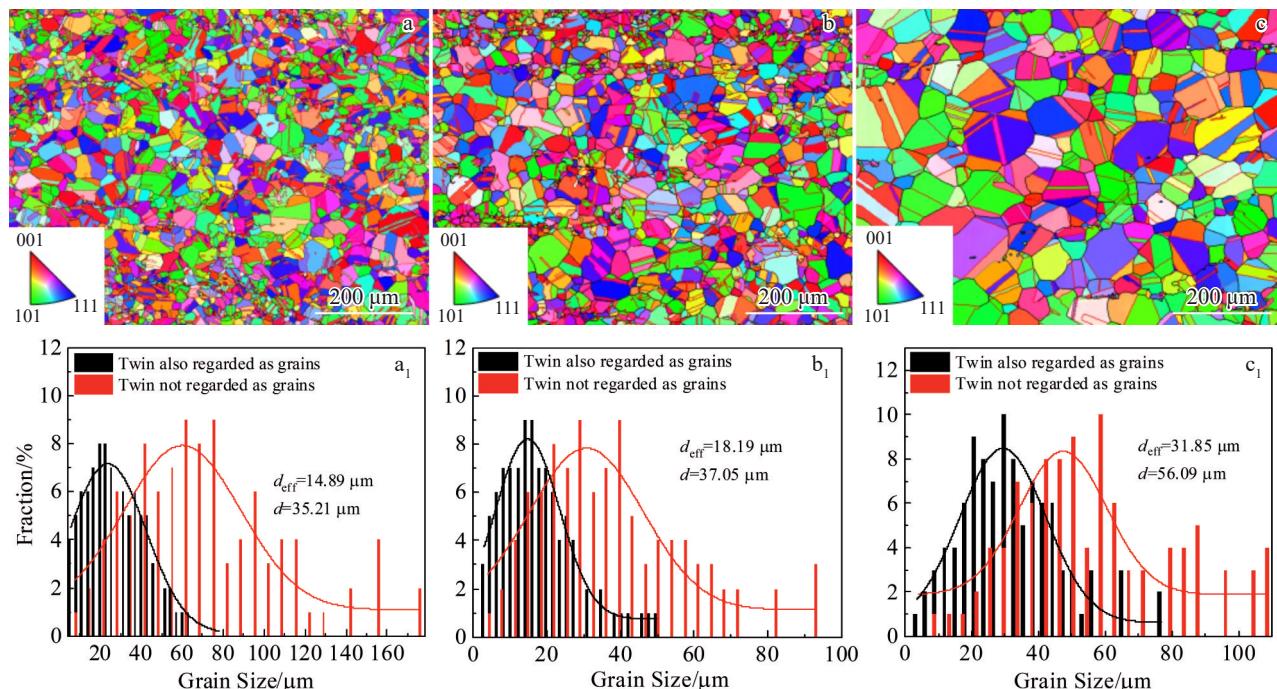


图3 不同退火温度处理下 GH3625 合金的 IPF 图和晶粒尺寸分布图

Fig.3 IPFs (a–c) and grain size distributions (a₁–c₁) of GH3625 alloy annealed at different temperatures: (a, a₁) 1000 °C; (b, b₁) 1080 °C; (c, c₁) 1160 °C

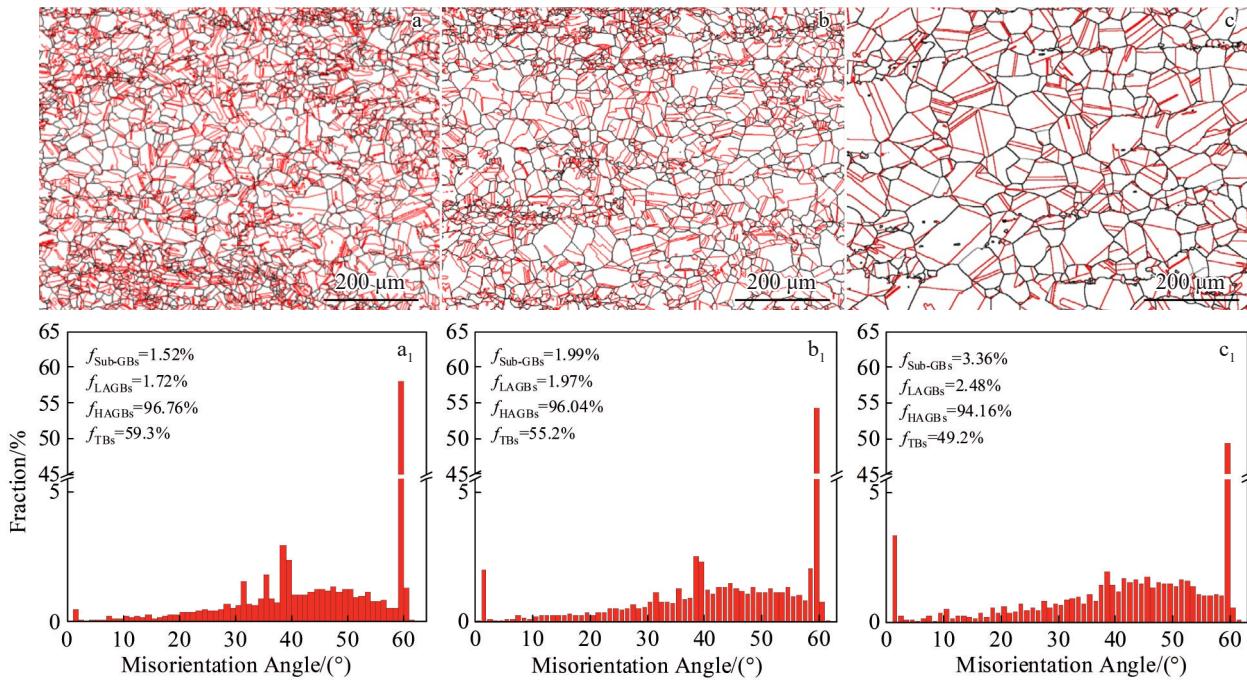


图4 不同退火温度处理下GH3625合金的晶界特征图和晶界取向差分布图

Fig.4 Grain boundary characteristic diagrams (a–c) and grain boundary misorientation distribution maps (a_1 – c_1) of GH3625 alloy annealed at different temperatures: (a, a_1) 1000 °C; (b, b_1) 1080 °C; (c, c_1) 1160 °C

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^[21–22]。图6为不同退火态试样的GNDs密度图和GNDs密度分布图。可知，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

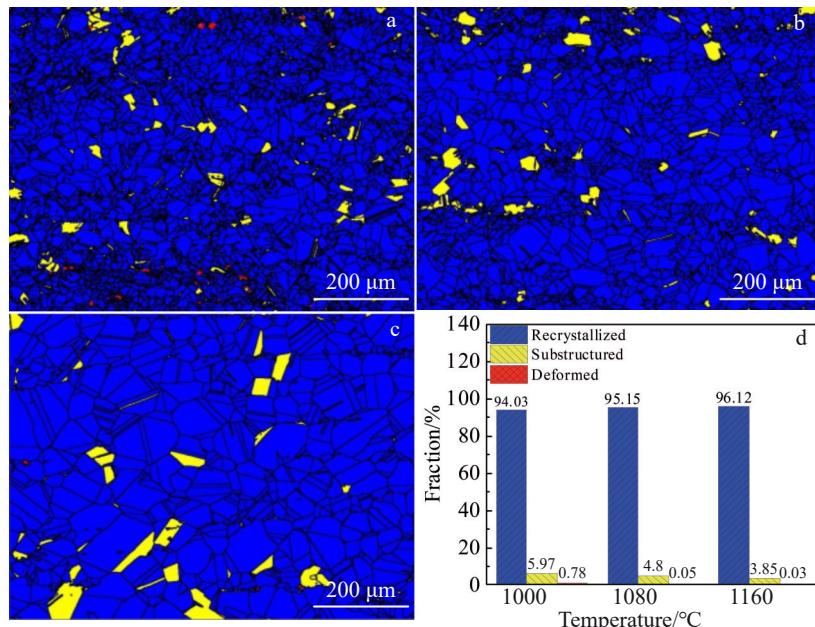


图5 不同退火温度处理下GH3625合金的再结晶图和再结晶分布图

Fig.5 Recrystallization images (a–c) and recrystallization distribution (d) of GH3625 alloy annealed at different temperatures: (a) 1000 °C, (b) 1080 °C, and (c) 1160 °C

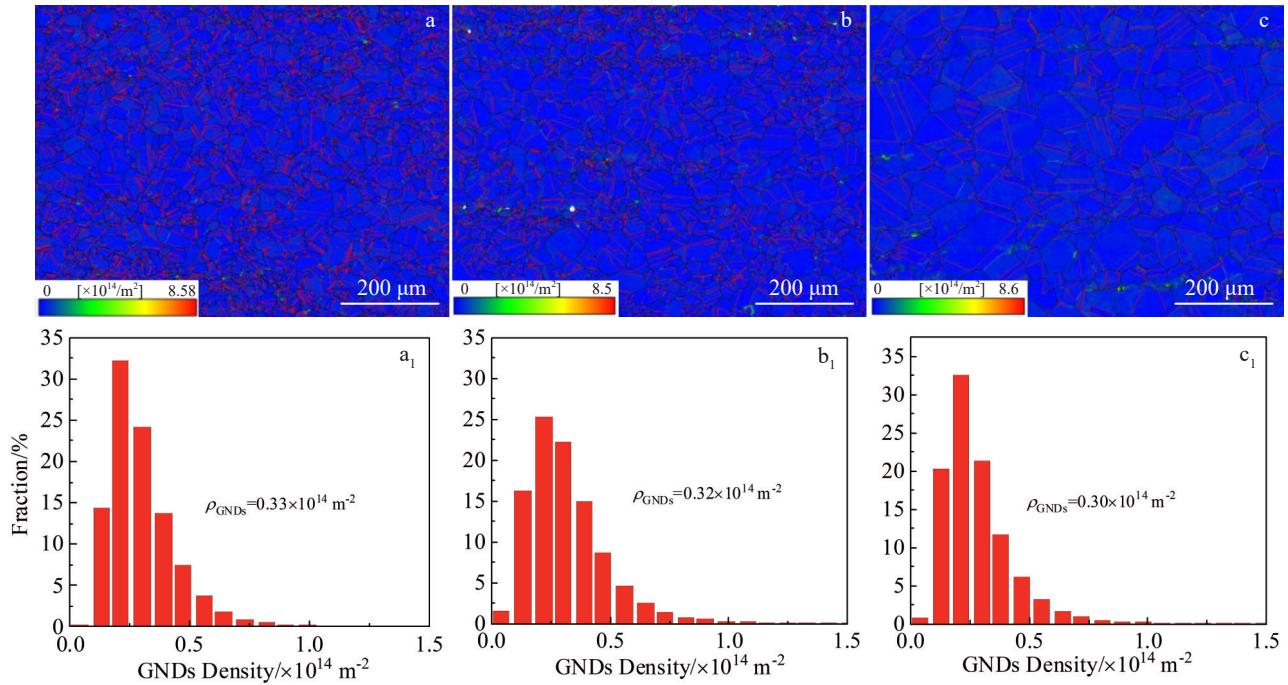


图 6 不同退火温度下 GH3625 合金的 GNDs 密度图和 GNDs 密度分布图

Fig.6 GNDs density maps (a – c) and GNDs density distributions (a₁ – c₁) of GH3625 alloy annealed at different annealing temperatures: (a, a₁) 1000 °C, (b, b₁) 1080 °C, and (c, c₁) 1160 °C

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。

3.2.2 退火温度对力学性能的影响

图 7 为 3 种退火态试样通过室温、290 和 565 °C 拉伸变形得到的工程应力-工程应变曲线、力学性能和加工硬化率-真应变的变化曲线。由图 7 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 和 565 °C 下呈先降低后升高的趋势(图 7a~7c)。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 7a₂~7c₂)。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 290~565 °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-应变曲线全程均有锯齿发生,且均为 B 类锯齿(图 7c)。结合表 3 发现,随着退火温度的升高,锯齿出现的临界变形量(ε_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。其中机制后续通过 EBSD 和 TEM 进行详细分析。

3.3 断口分析

图 8a~8c 分别为不同退火态 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 8a₁~8c₁ 分别为不同退火态 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

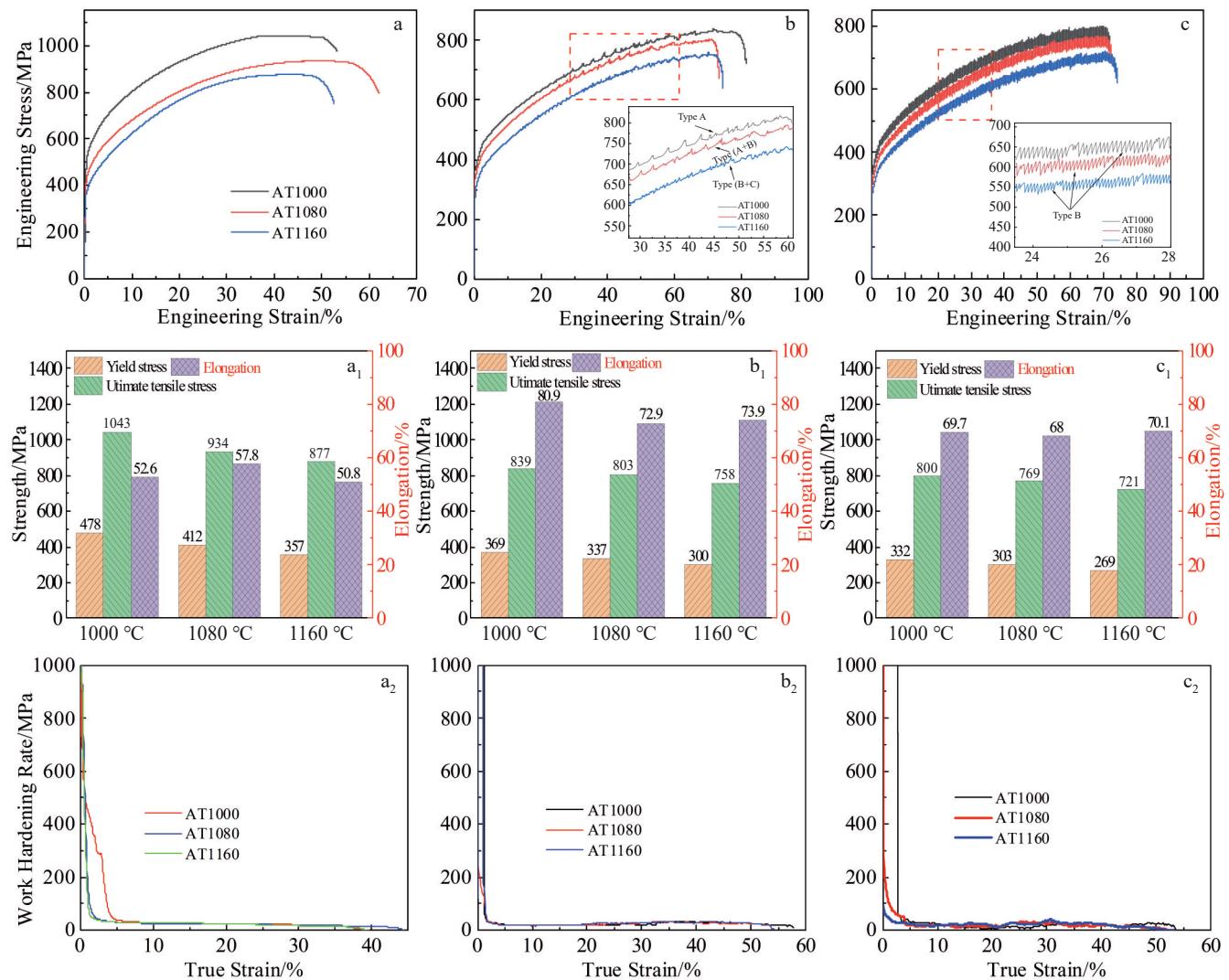


图7 不同退火温度处理的GH3625合金在不同温度下的力学性能

Fig.7 Mechanical properties measured at different temperatures of GH3625 alloys annealed at different temperatures: (a, a₁, a₂) 25 °C , (b, b₁, b₂) 290 °C, and (c, c₁, c₂) 565 °C

表3 GH3625合金锯齿流变影响因素

Table 3 Influencing factors of sawtooth rheology of GH3625 alloy

Annealing temperature/°C	Grain size/ μm		$f_{\text{TBS}}/\%$	Type of serration		$\varepsilon_c/\%$		$\Delta\sigma_{\text{avg}}/\text{Pa}$	
	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

可以减缓裂纹扩展,提高合金的塑性。图8a₂~8c₂分别为不同退火态GH3625合金在565 °C拉伸变形后的断口面貌。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。

3.4 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~9c)。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10a₁~10c₁);从图中可以看出,合金经过室温变

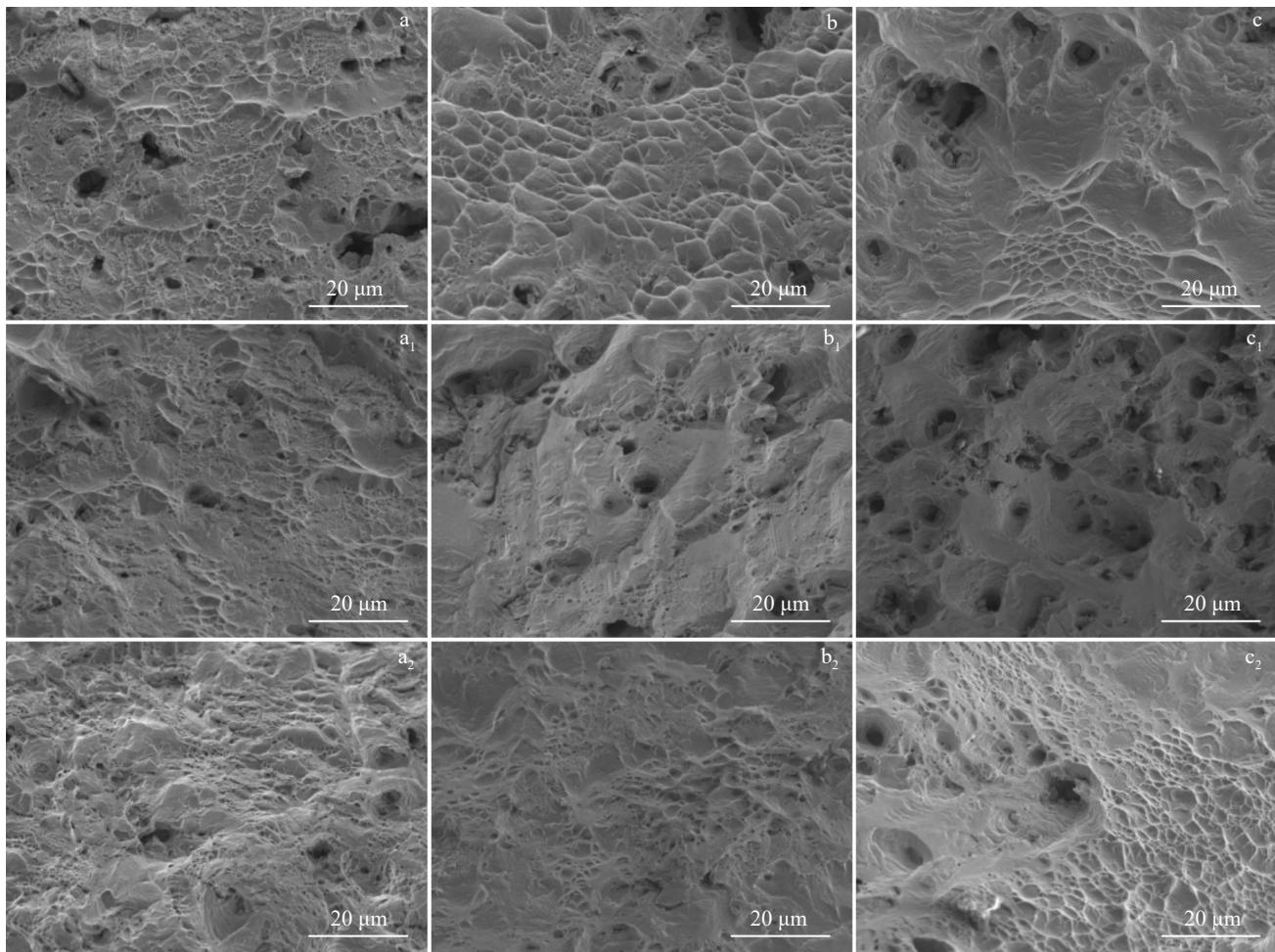


图8 不同退火温度处理下GH3625合金25~565 °C拉伸断口形貌

Fig.8 Tensile fracture morphologies obtained at 25~565 °C of GH3625 alloys annealed at different temperatures: (a, a₁, a₂) 1000 °C, (b, b₁, b₂) 1080 °C, and (c, c₁, c₂) 1160 °C

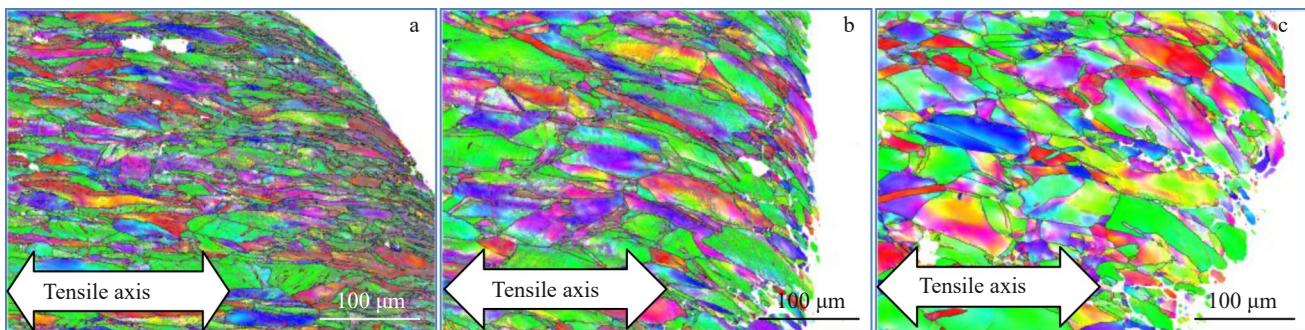


图9 AT1000试样不同温度拉伸断口附近IPF图

Fig.9 IPFs near the tensile fracture of the AT1000 specimen at different temperatures: (a) room temperature, (b) 290 °C, and (c) 565 °C

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~10c)。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。

3.5 不同变形温度下拉伸断口附近TEM分析

图11为AT1000试样在25、290和565 °C的拉伸变形组织。由图11可知,25~565 °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25~290 °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

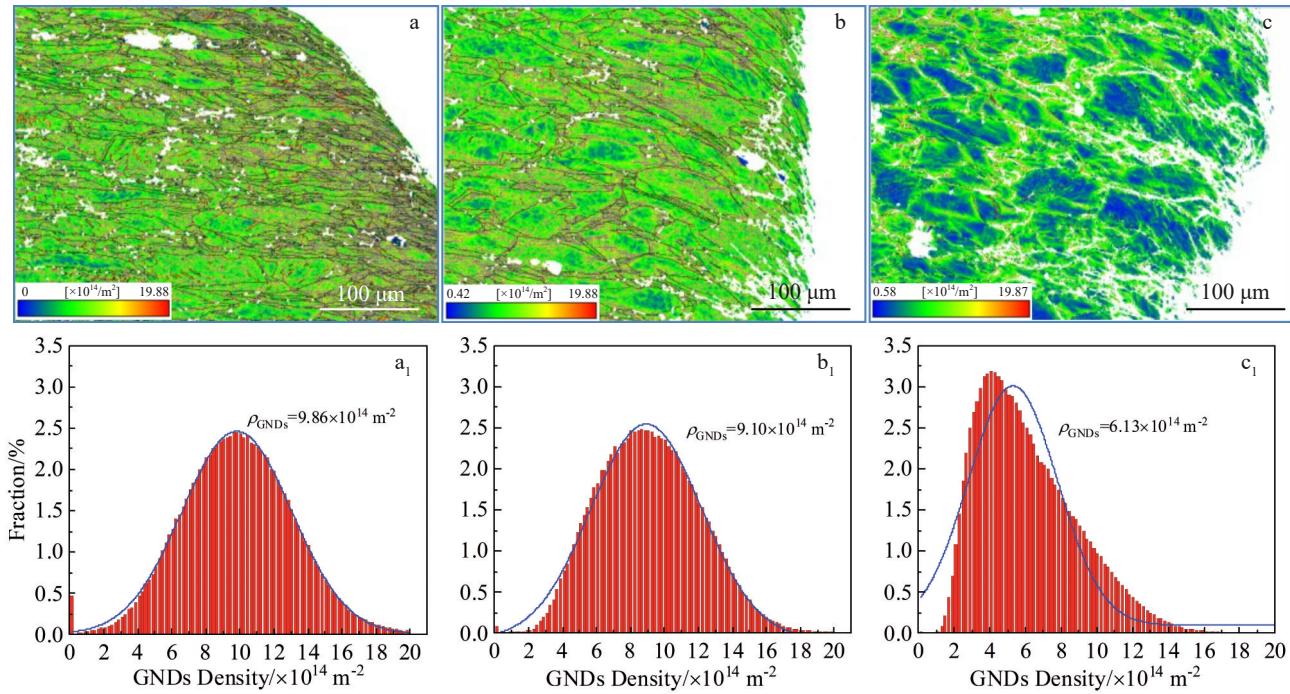


图10 AT1000试样不同温度拉伸断口附近GNDs密度分布

Fig.10 GND density maps (a–c) and corresponding distributions (a₁–c₁) of AT1000 specimens at different temperatures: (a, a₁) room temperature, (b, b₁) 290 °C, and (c, c₁) 565 °C

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、11a₁、11a₂、11b、11b₁、11b₂)。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^[23]。

拉伸过程中除了位错的滑移,还有额外的变形机制。25~290 °C的拉伸变形组织中观察到变形孪晶界的存,并通过SAED和HRTEM图得到证实(图11c、11c₁、11c₂, 11d、11d₁、11d₂);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^[24];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25~290 °C拉伸变形过程中的变形机制为位错滑移和孪生^[25]。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^[26~27],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^[28],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。

3.6 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(σ_0);(2)固溶强化(σ_{ss});(3)晶界强化(σ_{GB});(4)孪晶界强化(σ_{TB});(5)位错强化(σ_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(σ_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(σ_0)有研究者通过研究计算得出为21.8 MPa^[29]。

3.6.1 固溶强化(σ_{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,研究结果表明^[30],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^[31]来计算,其关系式如式(2)所示:

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

式中, $Z_L=1/550$ 是一个常数, $G(T)$ 为与温度相关的合金剪切模量(对于镍基高温合金来说, $G(T)=82.38-0.015T-5.5 \times 10^{-6} T^2$), $\alpha=16$ 是无量纲常数, δ_i 为合金元素*i*相对于Ni的晶格错配, $\eta'_i(T)=\eta'_i(T)/(1+0.5|\eta'_i(T)|)$ 是与 $\delta_i(T)$ 相关的常数,其中 $\eta'_i(T)$ 为与温度相关的合金元素*i*相对于Ni的模量错配。

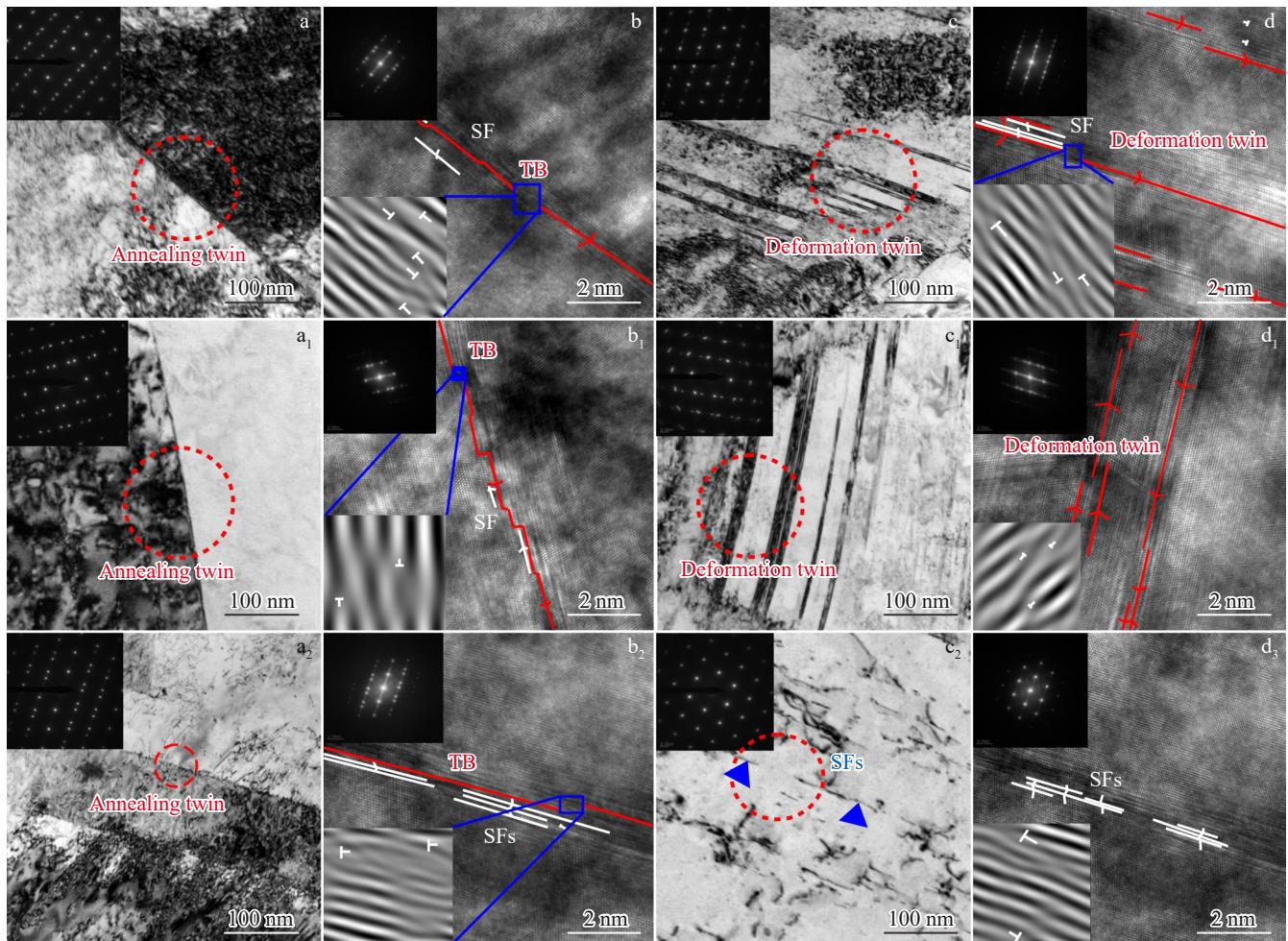


图 11 AT1000 试样不同温度拉伸断口附近 TEM 分析

Fig.11 TEM images and SAED patterns of annealing twin boundaries at 25 °C (a), 290 °C (a₁), and 565 °C (a₂); the corresponding HRTEM image (b) and SAED pattern (b₁) of annealing twin boundary and locally enlarged IFFT image of grain boundary (b₂); TEM images and SAED patterns of deformation twin and stacking fault at 25 °C (c), 290 °C (c₁), and 565 °C (c₂); the corresponding HRTEM image (d) and SAED pattern (d₁) of deformation twin and stacking fault and locally enlarged IFFT image of grain boundary (d₂)

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

3.6.2 晶界强化(σ_{GB})

3 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^[32]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 为 Hall-Petch 系数(室温下镍基合金 k 值取 750 MPa $\mu\text{m}^{1/2}$)^[31], d 为不将孪晶视为晶界的平均晶粒尺寸(μm)。经过计算可得 3 种退火态试样的晶界强化贡献分别为 126、123 和 100 MPa。

3.6.3 孪晶界强化(σ_{TB})

3 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^[33]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 3 种退火态的孪晶界强化贡献分别为 68、53 和 33 MPa。

3.6.4 位错强化(σ_D)

3 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^[34]来描述:

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

式中, M 是 Taylor 因子, 取 3, α 是常数, 取 0.2^[34], G 为剪切模量, 取 79 GPa, b 是 Burgers 矢量的模, 取 0.253 nm, ρ 为 GNDs 密度。经过计算可得 3 种退火态的位错强化贡献分别为 69、66 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。

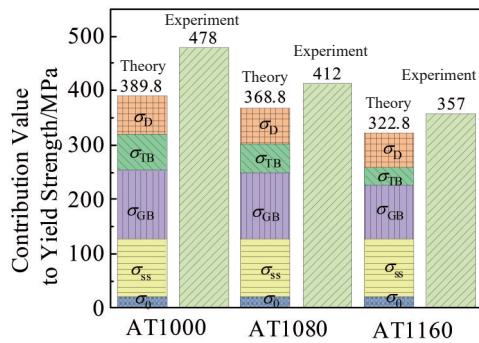


图12 不同退火态试样不同强化机制对屈服强度贡献值和相应实验值

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

有研究发现,随着变形温度(20~800 °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^[32]。3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(σ_{gb})与孪晶界强化(σ_{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^[33];退火态试样强度随拉伸变形温度(25~565 °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。

4 结 论

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25~565 °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(ε_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] Guo Jianting(郭建亭). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(5): 513

- [2] Wang Y J, Zhao S X, Jia Z et al. *Advances in Materials Science and Engineering*[J], 2020, 5: 1
- [3] Cozar R, Rouby M, Mayonobe B et al. *Superalloys*[J], 1991, 718(625): 423
- [4] Laporte-Azcue M, Gonzalez-Gomez P A, Rodriguez-Sanchez M R et al. *Solar Energy Materials and Solar Cells*[J], 2021, 231: 111317
- [5] McConohy G, Kruizinga A. *Solar Energy*[J], 2014, 103: 242
- [6] Lalau Y, Faugetoux O, Claudet B et al. *Solar Energy Materials and Solar Cells*[J], 2019, 192: 161
- [7] Dorcheh A S, Durham R N, Galetz M C. *Solar Energy Materials and Solar Cells*[J], 2016, 144, 109
- [8] Wang Chen(王晨), Wang Xingmao(王兴茂), Yu Hongyao(于鸿垚) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53, (1): 113
- [9] Xu Yi, Zhang Bing, Yang Yan et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2023, 52(7): 2385
- [10] Lu Lei, Shen Yongfeng, Chen Xianhua et al. *Science*[J], 2004, 304(5669): 422
- [11] Lu L, Chen X H, Huang X et al. *Science*[J], 2009, 323 (5914): 607
- [12] Lu Lei(卢磊), Lu Ke(卢柯). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(11): 1422
- [13] Lu Lei(卢磊), You Zesheng(尤泽升). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2014, 50(2): 129
- [14] Gao Yubi, Ding Yutian, Chen Jianjun et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 767: 138361
- [15] Wang Xingmao, Ding Yutian, Gao Yubi et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 823: 14739
- [16] Huang Xingwei, Zhou Xinzhe, Wang Weizhen et al. *Scripta Materialia*[J], 2022, 209: 114385
- [17] Liu Xudong, Fan Jiangkun, Zhang Peizhe et al. *Journal of Alloy and Compounds*[J], 2021, 869: 159342
- [18] Kubin L P, Mortensen A. *Scripta Materialia*[J], 2003, 48(2): 119
- [19] Azarbarmas M, Aghaie-Khafri M, Cabrera J M et al. *Materials and Design*[J], 2016, 94: 28
- [20] Luo Junting, Yu Wenlu, Xi Chenyang et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 777: 157
- [21] McCarley J, Tin S. *Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 740: 427
- [22] Li Y S, Tao N R, Lu K. *Acta Materialia*[J], 2008, 56: 230
- [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
- [24] Moon J, Bouaziz O, Kim H S et al. *Scripta Materialia*[J], 2021, 197: 113808
- [25] Joo S H, Kato H, Jang M J et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 689: 122
- [26] Lu K. *Nature Reviews Materials*[J], 2016, 1: 16019
- [27] Niu G, Tang Q B, Wu H B et al. *Materialia*[J], 2019, 6: 100264
- [28] Laplanche G, Kostka A, Horst O M et al. *Acta Materialia*[J],

- 2016, 118: 152
- [29] Thompson A A W. *Acta Metallurgica*[J], 1975, 23(11): 1337
- [30] Gao Yubi(高钰璧). *Formation, Tailoring and Action Mechanism of Twin Boundaries in GH3625 Superalloy(GH3625 合金中孪晶界的形成、调控及其作用机理)*[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2022
- [31] Kozar R, Suzuki A, Milligan W et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40: 1588
- [32] Kou H B, Li W G, Ma J Z et al. *International Journal of Mechanical Sciences*[J], 2018, 140: 83
- [33] Pande C S, Rath B, Imam M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 367 (1–2): 171
- [34] Taylor G I. *Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*[J], 1934, 145(855): 362
- [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

Effects of Temperature and Twin Boundaries on the Mechanical Properties and Protevin-Le Chatelier Effect of GH3625 Alloy

Gao Yubi^{1,2}, Wang Wenjuan^{1,2}, Yang Hui^{1,2}, Wang Xingmao^{1,2}, Xu Jiayu^{1,2}, Zhen Bing^{1,2}, Ding Yutian^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals,

Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

(2. School of Material Science and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

Abstract: The effects of temperature and twin boundaries on the mechanical properties and Protevin-Le chatelier (PLC) effect of GH3625 alloy were studied by EBSD, SEM, TEM and quasi-static uniaxial tensile tests. The results show that with the increase in annealing temperature (1000–1160 °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. 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 and 290 °C is mainly dominated by dislocation slip and deformation twin. While at 565 °C, the tensile deformation is mainly dominated by dislocation slip, and a large number of lamination faults are formed. With the increase in deformation temperature, dislocations tend to pass through grain boundaries and annealed twin boundaries, resulting in the occurrence of PLC, weakened grain boundary strengthening effect, and decreased alloy strength. In addition, the specimen annealed at 1000 °C has an excellent combination of strength and plasticity in the temperature range of 25–565 °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 PLC.

Key words: GH3625 alloy; temperature; twin boundaries; mechanical properties; Protevin-Le chatelier (PLC) effect

Corresponding author: 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