

GH4698合金微观组织调控机制与中温力学行为研究

赵倩敏^{1,2}, 赵新宝^{1,2}, 金巨烽^{1,2}, 郑哲帅¹, 岳全召¹, 夏万顺¹, 李沛³, 谷月峰¹,
张泽¹

(1. 浙江大学 材料科学与工程学院, 浙江 杭州 310027)

(2. 浙江大学 工程师学院, 浙江 杭州 310015)

(3. 西安热工研究院有限公司, 陕西 西安 710054)

摘要: 设计了不同的热处理制度, 通过SEM、EDS、TEM以及拉伸实验等方法研究了不同制度下GH4698合金的组织演变及750℃拉伸性能, 为合金微观组织调控和力学性能优化提供参考。结果表明: 多级热处理制度使合金中 γ' 相尺寸呈多峰分布, 其中小尺寸 γ' 相对合金强度有利, 大尺寸 γ' 相利于提高合金塑性。在750℃下, 经1030℃/4 h, AC+1000℃/4 h, AC+875℃/16 h, AC+725℃/16 h, AC热处理的合金析出3种尺寸的 γ' 相, 合金晶内与晶界的强度得到协调, 促进了位错滑移的传递, 使合金塑性提升, 具有最佳的综合力学性能, 抗拉强度为706 MPa, 断后伸长率达到9.3%。

关键词: 镍基变形高温合金; 时效热处理; 微观组织; 拉伸性能

中图分类号: TG146.1⁺5; TG132.3⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)07-1823-10

1 引言

GH4698合金是一种以沉淀强化为主的镍基变形高温合金, 使用温度为650~800℃, 具有较好的持久强度、抗氧化性能和综合性能, 被广泛应用于燃气轮机和航空发动机的涡轮盘、导流片、承力环和紧固件等高温承力部件^[1-3]。该合金的组织主要由面心立方结构的基体 γ 相和与之共格的 γ' 强化相构成, 同时晶内和晶界含有少量的MC和M₂₃C₆碳化物。 γ' 相具有L1₂超晶格结构, 在基体中规则排列, 通过与位错交互作用阻碍其运动来进行强化^[4-5], 其尺寸、分布、形态和体积分数等特征都对合金的力学性能有显著影响。通过改变热处理制度可以合理调控 γ' 相, 进而提升合金的力学性能^[6-8]。

目前GH4698合金常采用的热处理制度主要有2种, 一种是标准热处理制度: 1120℃/8 h+1000℃/4 h+775℃/16 h, 包括固溶热处理、中间热处理和一次时效热处理; 另外1种是四段式热处理制度: 1120℃/8 h+1000℃×4 h+775℃×16 h+700℃×16 h, 在标准热处理的基础上增加了二次时效热处理^[2], 每一步骤的冷却方式均为空冷(AC)。2种热处理制度均会使合金内析出呈双峰分布的球形 γ' 相, γ' 相的体积分数为20%~30%, 大尺寸的 γ' 相为180~220 nm, 小尺寸 γ' 相为20~50 nm。研究指出, 细小的 γ' 相主要通过切割的形式与位错相作用, 从而有利于合金强度的提升; 而大尺寸 γ' 相较难被位错切割,

与位错的作用通常采用Orowan绕过机制, 对合金高温下力学性能影响更大^[9]。与经标准热处理后的合金相比, 四段式热处理的GH4698合金析出更多小尺寸 γ' 相, 在力学性能上具有更高的抗拉强度、屈服强度和持久强度, 但塑性和冲击韧性有所下降。

随着对GH4698合金的应用标准和要求不断提高, 国内研究者对合金的热处理制度进行了进一步探究。左正等^[10]对大尺寸GH4698合金涡轮盘样品的固溶处理温度和保温时间进行研究, 采用1100℃/8 h, AC的固溶制度使合金获得最佳的组织和综合性能; 而林鹏等^[11]的研究结果认为经1030℃/8 h, AC固溶处理的合金在高温下也有较好的屈服强度和塑性。张瑞等^[12]改变标准热处理中固溶和中间处理的冷却速度以及中间和一次时效热处理的温度, 发现固溶冷却速度对合金影响较小, 而中间处理的冷却速度和热处理温度会影响析出相的数量和尺寸, 进而影响硬度。赵义瀚等^[13]将标准热处理制度中的中间热处理时间缩短至1 h, 合金的室温和高温力学性能依旧满足标准要求, 提高了热处理的效率。秦鹤勇等^[14]在标准热处理的基础上提出了一种新型热处理制度, 即不进行中间热处理, 降低固溶热处理的温度, 再进行先低温后高温的倒双级时效热处理, 使晶粒更加均匀细小, 且晶内析出3种尺寸的 γ' 相, 提高了合金的抗拉强度和屈服强度。满蛟等^[15]提出在标准热处理前增加980℃/4 h,

收稿日期: 2025-07-15

基金项目: 华能集团科技项目(HNKJ24-H21); 浙江大学人才项目(112200*1942222R1)

作者简介: 赵倩敏, 女, 1999年生, 硕士, 浙江大学工程师学院, 浙江 杭州 310015, E-mail: zhao_qm@zju.edu.cn

AC的再结晶退火,改善了合金微观组织的均匀性,释放内部残余应力,使合金在高温下的抗拉强度、伸长率、断面收缩率和持久寿命都有所提高。

当前针对GH4698合金热处理制度的研究多集中于在标准热处理和四段式热处理的基础上进行改进,对该合金热处理过程中双峰 γ' 相的析出规律和强化机制的研究相对较少,该合金中不同尺寸 γ' 相对合金力学性能的作用尚不明确;特别是在实际应用中,现有的热处理制度也较容易出现中温脆性的问题,需要进一步优化。本研究工作通过设计不同的时效热处理制度,使合金中析出尺寸单峰分布、双峰分布和三峰分布的 γ' 相,观察微观组织并明确合金中析出相随时效制度演变的规律,选择GH4698合金较易出现中温脆性问题的温度750℃进行拉伸性能测试,探明不同尺寸 γ' 相对合金力学性能的作用,为合金的热处理工艺制定和组织调控提供理论依据。

2 实验

实验所使用的GH4698合金成分如表1所示,熔炼工艺为真空感应熔炼+电渣重熔的双联熔炼。将铸锭进行1190℃/24 h, AC的均匀化热处理,再经过轧制得到平板状合金材料,进一步加工为试验样品。

结合试样再结晶和固溶情况,确定固溶热处理制度为1030℃/4 h, AC,再进行后续的中间热处理和时效热处理。以合金现有的标准热处理和四段式热处理作为基础和对比,设计了7种不同的热处理制度,分别为:

I: 1030℃/4 h, AC+1000℃/4 h, AC+775℃/16 h, AC(标准热处理); II: 1030℃/4 h, AC+1000℃/4 h, AC+775℃/16 h, AC+700℃/16 h, AC(四段式热处理); III: 1030℃/4 h, AC+775℃/16 h, AC+675℃/16 h, AC; IV: 1030℃/4 h, AC+775℃/16 h, AC+875℃/16 h, AC; V: 1030℃/4 h, AC+970℃/4 h, AC+775℃/16 h, AC+700℃/16 h, AC; VI: 1030℃/4 h, AC+1000℃/4 h, AC+800℃/16 h, AC+675℃/16 h, AC; VII: 1030℃/4 h, AC+1000℃/4 h, AC+875℃/16 h, AC+725℃/16 h, AC。

在热处理之后,利用电火花线切割加工出如图1所示的狗骨形状平板样品,样品标距长度为12.5 mm。使用MTS E45.205电子万能试验机在温度750℃下以 $1.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的应变速率沿着轧制方向进行单轴拉伸试验,试样标距段的上、中、下位置分别安装了3个热电偶进行温度的测量,温度差异控制在1℃内。

表1 GH4698合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH4698 alloy (wt%)

Cr	Mo	Nb	Ti	Al	Fe	Si	C	Mn	Zr	Ni
14.44	3.03	2.04	2.64	1.62	0.57	0.11	0.048	0.072	0.041	Bal.

将需要进行显微组织观察的样品通过环氧树脂进行热镶嵌,使用400#~2000#的SiC砂纸进行打磨,再使用自动振动抛光机进行抛光,抛光介质为0.3 μm的胶体Al₂O₃。硬度测试使用THVS-5MDT-XY维氏硬度计在1.96 N(200 gf)载荷下保载20 s,取6个测试点的平均值作为样品的硬度。对抛光后金相样品进行电解腐蚀,腐蚀液为磷酸溶液,施加7 V电压电解10 s左右。在TM4000 Plus台式扫描电子显微镜上使用背散射模式(BSE)配合能谱(EDS)检测对合金的晶粒尺寸及析出相元素含量进行观察和分析,晶粒尺寸采用截点法进行测量统计。利用FEI Quanta 650场发射电子扫描显微镜(SEM)进行析出相的表征,每种热处理制度的析出相尺寸统计都选取了至少500个析出相。

在样品拉伸后断口附近取样,使用Struers TenuPol-5型电解双喷减薄仪制备透射电子显微镜(TEM)观察的样品,双喷液为7% HClO₄+93% C₂H₅OH混合溶液(体积分数),工作温度在-30℃左右,电流36 mA。TEM型号为FEI Titan G260-300,采用扫描透射电子显微镜(STEM)模式和TEM模式观察分析合金变形的微观组织,并配合EDS和选区电子衍射(SAED)鉴定物相。

3 结果与讨论

3.1 热处理过程中合金的微观组织演变

合金经1030℃/4 h, AC固溶热处理后,利用扫描电子显微镜BSE模式观察合金的初始组织如图2a所示。可以看到合金晶粒为等轴晶,晶粒尺寸约为116 μm,内部存在大量孪晶。固溶热处理后合金中仍保留了部分热变形时析出的大尺寸MC碳化物,图2b中对MC相进行EDS元素面扫描结果表明Mo、Nb、Ti和Zr等元素在MC碳化物中富集,碳化物大多呈破碎的块状不均匀地分布在晶内,晶界没有明显的析出相。除少量碳化物外,合金内的其余成分均充分固溶至基体中,没有可见的大尺寸 γ' 相长大。

对合金进行标准热处理和四段式热处理,即第I和II种热处理,每一阶段的显微组织如图3所示。经1000℃/4 h, AC中间热处理后合金中首先析出大尺寸的球形 γ' 相(图3a),尺寸在150~220 nm,同时存在10 nm左右极细小的二次球形 γ' 相。接着进行775℃/16 h, AC一次时效

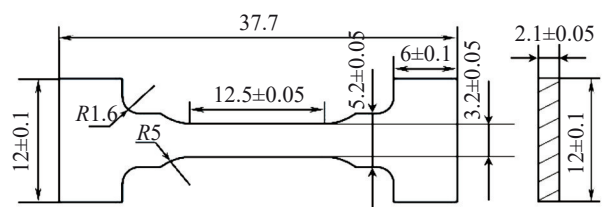


图1 拉伸试验样品尺寸

Fig.1 Dimension of the tensile specimen

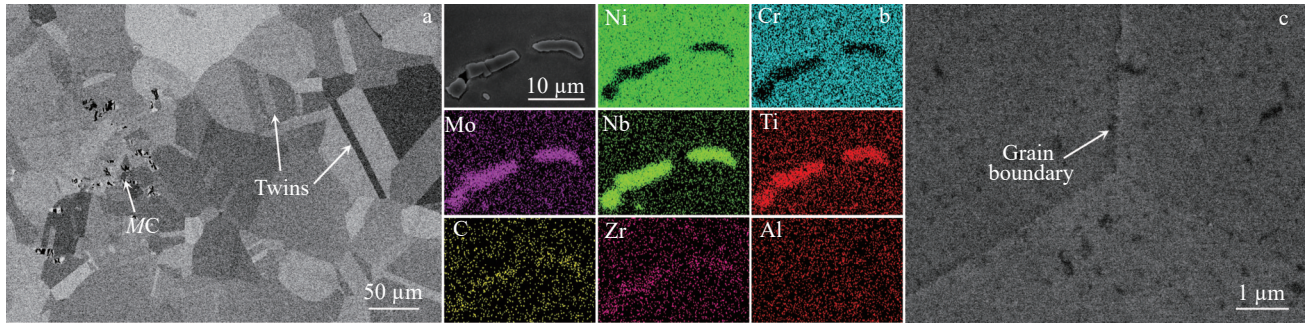


图2 固溶热处理后GH4698合金的组织

Fig.2 Microstructures of GH4698 alloy after solution treatment: (a) grain size; (b) EDS element mappings of MC carbides; (c) grain boundary

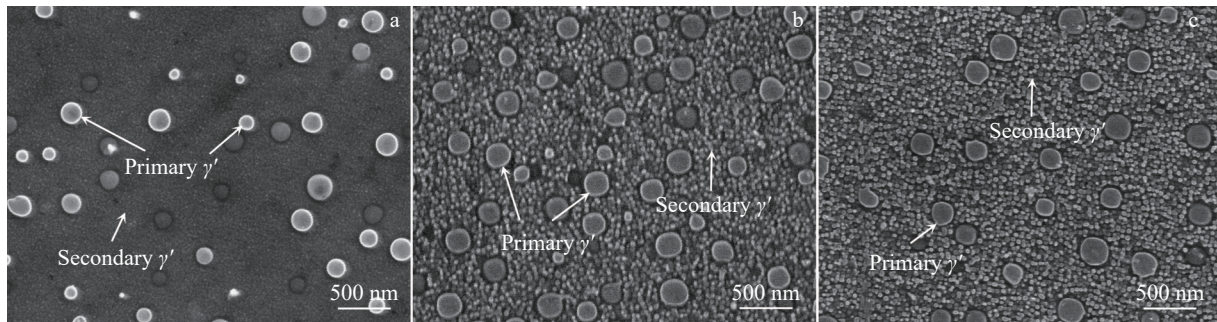


图3 GH4698合金热处理过程中晶内组织变化

Fig.3 Microstructure evolution of GH4698 alloy during heat treatment: (a) intermediate heat treatment; (b) I heat treatment; (c) II heat treatment

后第I种热处理的微观组织形貌如图3b所示,在中间热处理阶段析出的大尺寸 γ' 相得到保留,同时小尺寸球形 γ' 相继续析出长大至30~50 nm,与文献[1-2]报道的标准热处理组织基本一致。第II种热处理在第I种的基础上增加一步700 °C/16 h, AC二次时效,组织形貌如图3c所示,与第I种热处理后得到的组织相差不大,析出了更多小 γ' 相,尺寸没有明显变化,2种热处理制度均使合金内出现了多峰形态的 γ' 相组织。

合金经第I和第II种热处理后,只有极少量的晶界有碳化物析出,部分晶界存在大尺寸的 γ' 相沿着晶界一侧

规则析出的现象,如图4a所示。在晶界碳化物析出不足的情况下,大尺寸 γ' 相为晶界的强化提供帮助,使晶内和晶界强度达到更好的配合。晶界碳化物除少量的MC碳化物外,大部分为图4b所示的 $M_{23}C_6$ 碳化物,由图4c的选区电子衍射花样和图4d的EDS元素面分布分析可以看出,其与基体共格且富含Cr元素。

多峰形态的镍基高温合金此前已有许多报道^[16-18],合金铸造、锻造和热处理各阶段的降温过程中都可能有 γ' 相的形核和生长发生,温度、保温时间和冷却速率都会在一定程度上影响 γ' 相,使多种形貌和尺寸的 γ' 相组

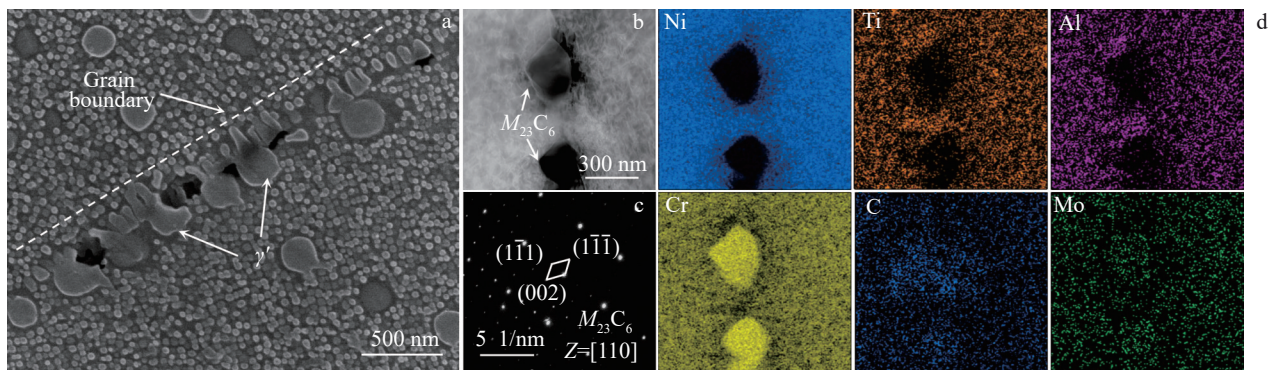


图4 GH4698合金晶界析出相

Fig.4 Grain boundary precipitates of GH4698 alloy: (a) regularly arranged γ' phase; (b) STEM image of $M_{23}C_6$; (c) SAED pattern of $M_{23}C_6$; (d) EDS element mappings of $M_{23}C_6$

合地出现在基体中。目前得到多峰分布 γ' 相组织的方式主要有 2 种,一种是采用两步及以上的多级热处理制度,使合金在不同阶段依次形核,生长为不同的尺寸^[19-20];另一种是改变热处理的降温速率,利用降温过程合金内元素扩散迁移率和过饱和度的变化直接沉淀出多种尺寸的 γ' 相^[21]。本研究中 GH4698 合金属于前一种方式, γ' 相的形核主要发生在前一步热处理的冷却过程中,在后一步热处理阶段析出长大。图 5 为 GH4698 合金在不同热处理阶段组织演变的过程。从基体中析出 γ' 相的驱动力是 γ/γ' 相之间的体积自由能差,且 γ' 相的形核率随过冷度呈指数增长^[22]。在固溶处理降温的过程中, γ' 相从过饱和的固溶体中形核,但由于冷却速度较快,其长大被抑制;到中间处理阶段,为了降低高形核密度产生的高表面能和体积自由能, γ' 相以表面能最小的球形形状析出^[23],并通过聚集和吞并减少颗粒数量,增大尺寸和彼此间距,遵循 Ostwald 熟化机制^[24],从而析出大尺寸球形 γ' 相。由于中间处理温度较高,部分 γ' 相形成元素回溶至基体中,使基体仍有较高的过饱和度,已析出的 γ' 相与周围基体成分的差异使化学驱动力也成为相变的促进因素,二次 γ' 相在中间处理降温的过程中形核, γ/γ' 之间界面能的降低也促进 γ' 相的析出^[19]。

一次时效后合金中 γ' 相长大并充分析出,合金中可以明显观察到双峰分布的 γ' 相组织。二次时效热处理阶段, γ' 相的形核速率大于扩散长大的速率,使其以小尺寸的形式大量补充析出。

由于本研究使用合金在热处理前已析出大量的 MC 碳化物, C 元素被消耗,导致晶界析出的碳化物较少。晶界能量较高,没有碳化物析出的晶界 C 元素含量较少,但存在 γ' 相形成元素的偏聚,促使大尺寸的 γ' 相补充析出;富 Cr 和 C 的晶界遵循 $\gamma_{Cr,C} \rightarrow \gamma + M_{23}C_6$ 的反应^[25],直接析出了 $M_{23}C_6$ 碳化物,也有部分 $M_{23}C_6$ 碳化物可能由 MC 碳化物与基体作用转化而来。当晶界存在少量大尺寸块状间隙相时,晶界的迁移可以缓冲释放晶界滑移所产生的应力集中,减缓合金中裂纹的形成,对合金力学性能的提升有所帮助。

图 6 为在第 II 种热处理不同阶段合金硬度的变化规律,随着热处理的进行,合金的显微硬度不断提高,与 γ' 相的析出过程相一致。当合金中强化相析出量增多,合金硬度逐渐增大,其中一次时效后由于有大量小尺寸二次 γ' 相析出,硬度的提升幅度最大;二次时效后析出的小尺寸 γ' 相在 SEM 图像中较难分辨,但硬度的变化为其析出提供了佐证。

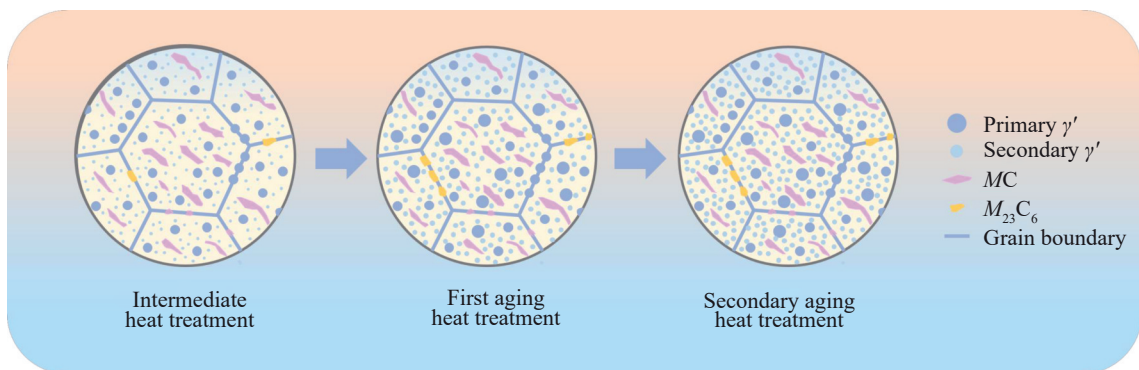


图 5 GH4698 合金在不同热处理阶段组织演变示意图

Fig.5 Schematic diagram of microstructure evolution of GH4698 alloy during heat treatment

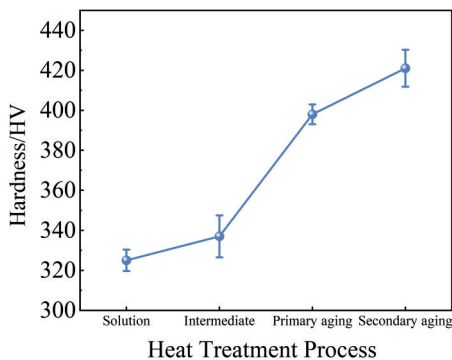


图 6 GH4698 合金在第 II 种热处理不同阶段的硬度

Fig.6 Hardness of GH4698 alloy during II heat treatment

3.2 微观组织的调控

为进一步探明热处理制度对合金组织的影响,了解不同尺寸 γ' 相对合金的作用,根据 3.1 节所述合金析出相演化过程调整热处理制度。省略中间处理步骤,对固溶处理后的合金直接进行 775 °C/16 h, AC 的一次时效热处理,微观组织和尺寸分布统计如图 7a 和 7d 所示。合金中只存在 1 种小尺寸的球形 γ' 相,统计其尺寸大小在 15~60 nm 之间,尺寸拟合曲线单峰且近似正态分布,平均尺寸为 38 nm。一次时效后样品再分别进行 675 °C/16 h, AC 和 875 °C/16 h, AC 的二次时效(第 III 和第 IV 种热处理制度),微观组织如图 7b 和 7c 所示,尺寸分布如图 7e 和 7f 所示。经较低温度时效的样品析出相形貌没有太大的

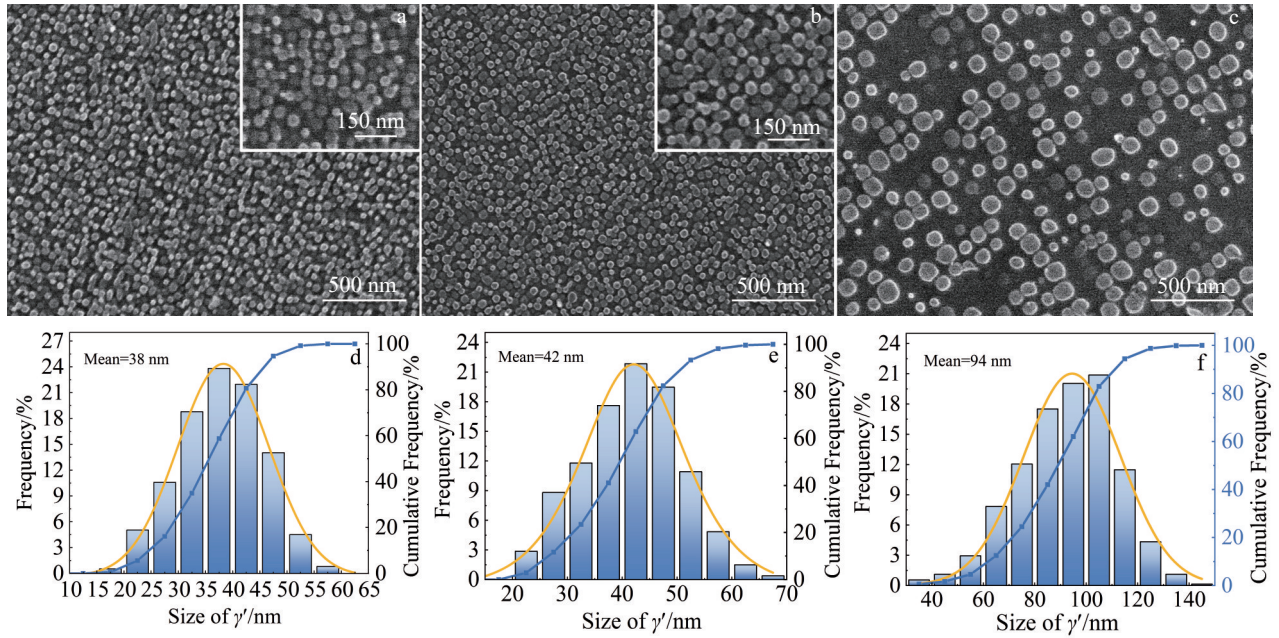


图7 单峰分布 γ' 相 SEM 照片与尺寸分布

Fig.7 SEM images (a–c) and size distributions (d–f) of unimodal γ' phase: (a, d) 1000 °C/4 h, AC+775 °C/16 h, AC; (b, e) III heat treatment; (c, f) IV heat treatment

变化,仍近似球形,尺寸略微变大,平均大小为42 nm;而经较高温度时效的样品析出相明显长大,在30~150 nm之间,分布范围变宽,平均尺寸为94 nm,形状介于球形和方形之间,且沿着一定方向排列,彼此间距变大。

对样品的硬度进行测试,其结果如图8所示,可以看到经二次低温时效后合金硬度上升,而高温时效后硬度有所下降,低于一次时效后的硬度。由于经电解腐蚀观察到的SEM照片可能为多层析出相叠加的结果,较难通过图像处理软件测定析出相体积分数的变化,但第III种热处理后析出相尺寸和形状均无较大变化,硬度却有所增加,可以推断二次时效补充析出了 γ' 相。第IV种热处理后合金的硬度变小是因为 γ' 相尺寸的增加使合金内位错与析出相的作用机制发生变化,导致强度改变,这一点将在3.3小节进行论述。

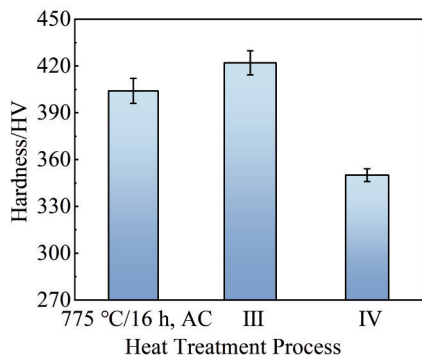


图8 GH4698 合金在不同热处理制度下的硬度

Fig.8 Hardness of GH4698 alloy after different heat treatment processes

随着时效温度的升高,合金析出相的总体变化趋势为尺寸逐渐增大,形状由球形向方形转变。决定 γ' 相尺寸的主要因素为其在基体中的分布密度和生长粗化条件,其中分布密度与析出相的形核率相一致,而 γ' 相的生长和粗化与元素的扩散密切相关,元素的扩散系数和扩散激活能都与温度成正比关系,时效温度越高,元素扩散距离越远, γ' 相的尺寸越大^[26]。同时当相邻 γ' 相的界面互相接触后,粒子之间互相聚集吞并,使析出相在数量减少的同时尺寸进一步增大。3.1节中曾说明为使表面能降低, γ' 相倾向于以球形析出,但在实际的相沉淀过程中, γ' 相的形貌受表面能和弹性应变能的共同作用^[27]。随着时效温度升高, γ' 相表面能降低,而溶质原子的加速扩散使晶格错配度增大,弹性应变能升高,进而使弹性应变能成为 γ' 相形貌控制的主导。为使弹性应变能降低, γ' 相的形状将趋于方形^[28-29]。Shen等^[30]曾提出弹性应变能不只影响 γ' 相的形貌,还会促使其沿着<100>方向规则排列,第IV种热处理后得到的 γ' 相也符合这一规律,沿同一方向规则排列。

比较3种单峰组织可以发现,当二次时效温度低于一次时效温度时, γ' 相在二次时效中倾向于形核析出,尺寸没有明显变化;而当二次时效温度高于一次时效温度时, γ' 相更倾向于聚集吞并,扩散长大。这主要是因为温度较低时,产生的能量不足以使元素进行远距离扩散,故而 γ' 相没有明显的长大。但 γ 基体仍具有一定饱和度,在一次时效降温过程中部分 γ' 相形核,再次进行时效可以促进小尺寸 γ' 相的析出。

图9为改变中间处理或时效热处理温度后合金的微

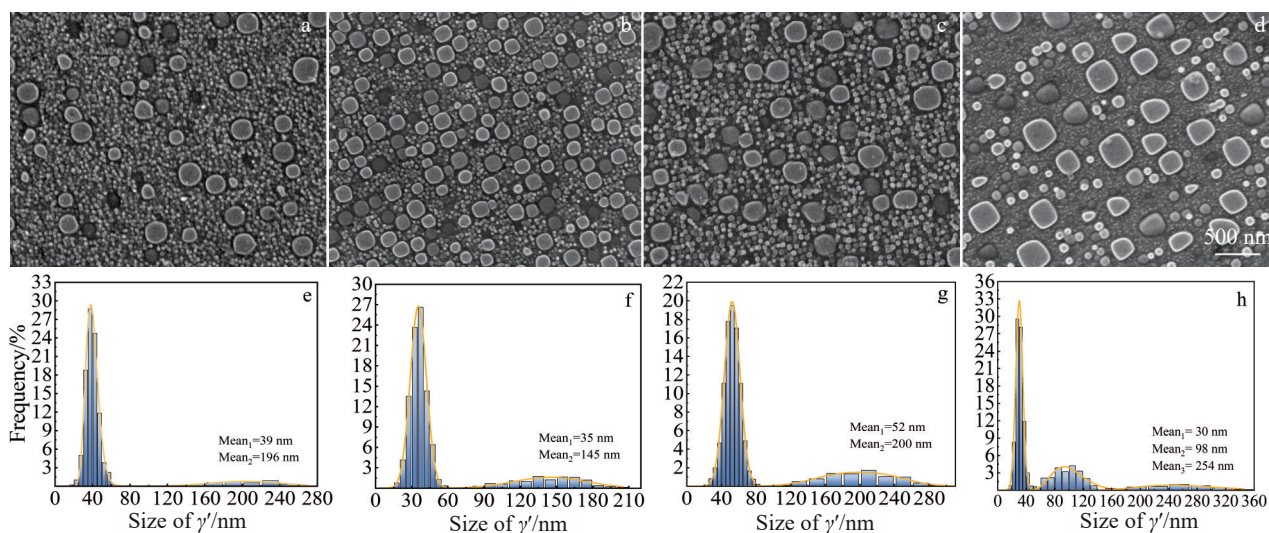


图9 多峰分布 γ' 相SEM照片与尺寸分布统计

Fig.9 SEM images (a–d) and size distributions (e–h) of multimodal γ' phase: (a, e) II heat treatment; (b, f) V heat treatment; (c, g) VI heat treatment; (d, h) VII heat treatment

观组织形貌与析出相尺寸统计。第II种热处理的 γ' 相如图9a和9e所示,析出相呈现双峰分布,大尺寸 γ' 相的分布范围较宽,为130~250 nm,拟合平均尺寸为196 nm,以其在析出相中的面积占比代表析出体积分数,约为14.2%。图9b和9f为第V种热处理制度,将中间处理温度降至970 °C,同样得到双峰分布的 γ' 相,大尺寸析出相与第II种热处理相比略小,但占比更多,约为23.7%,尺寸范围在80~220 nm之间,平均为145 nm;小尺寸 γ' 相平均为36 nm,也略小于第II种热处理。第VI种热处理将一次时效的温度调整为800 °C,二次时效温度降低至675 °C,得到的合金组织及分布统计如图9c和9g所示。合金中的大小球形 γ' 相尺寸都有所增大,分别为200和52 nm;大尺寸 γ' 相的占比也增大至23.4%。图9d和9h表示的第VII种热处理制度继续升高一次时效温度至875 °C,二次时效温度为725 °C,析出相形貌出现明显变化,尺寸分布频率直方图具有3个峰值,平均尺寸分别为254、98和30 nm;大尺寸 γ' 相呈现方形,与中等尺寸 γ' 相的总占比为29.3%。

对4种不同热处理制度的样品进行硬度测试,结果如图10所示。在 γ' 相总析出量基本相一致的情况下,发现合金的硬度总体随大尺寸 γ' 相占比的增大而减小,与前文样品的硬度变化相一致,具有3种尺寸 γ' 相的样品硬度最小。

图11为GH4698合金在不同时效温度下的组织演变。调整后的热处理制度改变了 γ' 相的尺寸分布,降低中间处理温度和升高一次时效温度都可以增加大尺寸 γ' 相的析出占比。降低中间处理温度使元素扩散速度减慢,大尺寸 γ' 相的生长和聚集还不够充分,所以尺寸更小,占比更大。对于升高一次时效温度的合金,较高的时

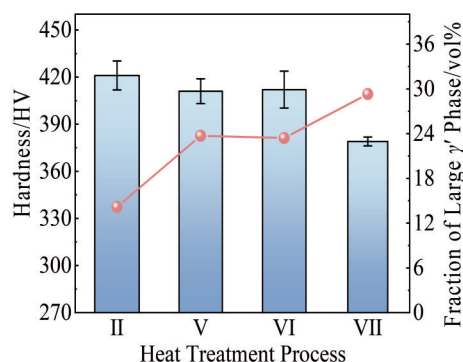


图10 不同热处理制度下GH4698合金的硬度及大尺寸 γ' 相占比
Fig.10 Hardness and fraction of large γ' phase of GH4698 alloy after different heat treatment processes

效温度会促进析出相的长大,同时小尺寸的 γ' 相在高温下聚集长大,使大尺寸 γ' 相占比增多。当一次时效温度继续升高, γ' 相形成元素重新固溶到基体中的速度加快,大于远程扩散的速度,使基体的过饱和度增大,析出中等尺寸的 γ' 相;同时基体还保有一定过饱和度和 γ' 相形核位置,在二次时效后合金中继续析出小尺寸 γ' 相,最终使合金内具有3种尺寸的析出相。较高的一次时效温度在降温时过冷度较高,促使小尺寸 γ' 相有更高的形核率,进而有更小的尺寸。降低中间处理温度或升高一次时效温度还会促使大尺寸 γ' 相的形状由球形向方形转变, γ' 相形貌的控制因素已在前文论述。

3.3 750 °C拉伸性能与变形机制

不同热处理制度的样品在750 °C下的拉伸性能如图12所示,大部分样品出现中温脆性的现象。第II种热处理制度样品的抗拉强度、屈服强度和断后伸长率分别是832 MPa、737 MPa和5.4%,将其拉伸性能作为基准与其

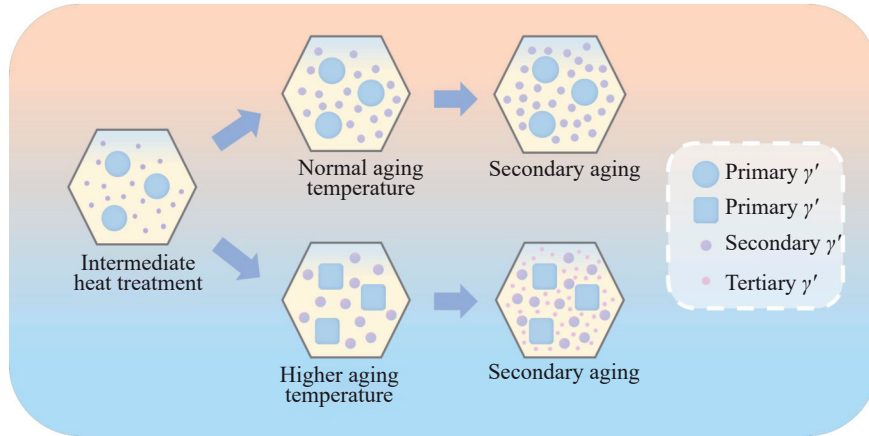


图11 GH4698 合金在不同时效温度下组织演变图

Fig.11 Schematic diagram of microstructure evolution of GH4698 alloy at different aging temperatures

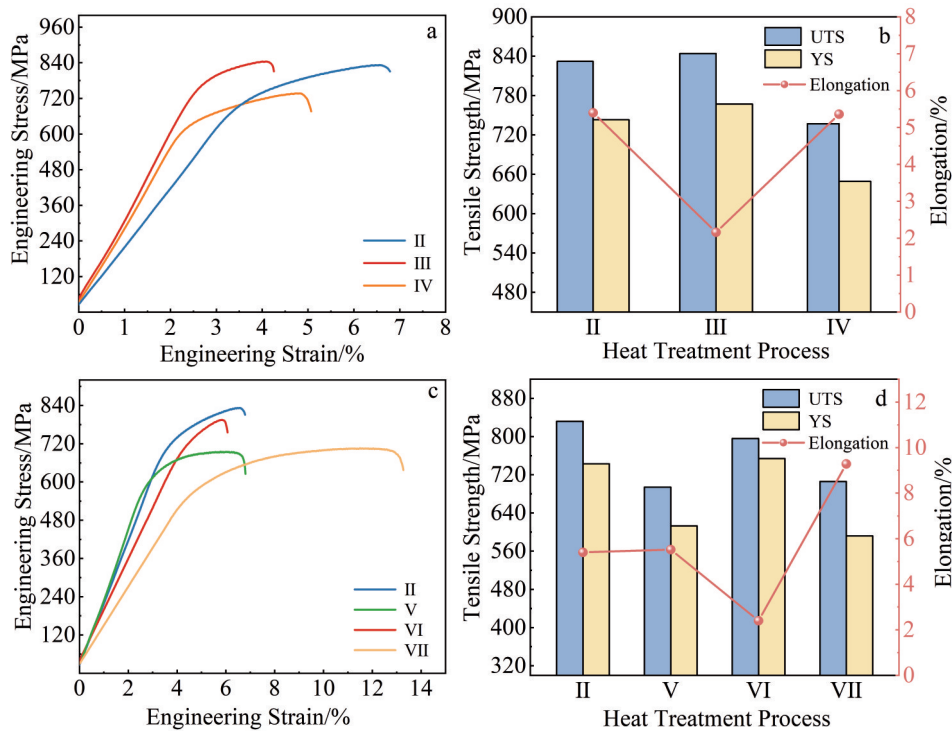


图12 不同热处理制度GH4698 合金的750 °C拉伸曲线与拉伸性能

Fig.12 Engineering stress-engineering strain curves (a, c) and tensile properties (b, d) of GH4698 alloy at 750 °C after different heat treatment processes: (a–b) unimodal γ' phase; (c–d) multimodal γ' phase

余热处理制度相比较。析出单一尺寸 γ' 相的第III和IV种热处理制度拉伸曲线和力学性能如图12a和12b所示,与第II种热处理相比,经第III种热处理的样品具有更高的屈服强度,但塑性较差,仅约2.4%;第IV种热处理强度有所下降,而断后伸长率变化较小,2种热处理制度合金强度的变化与硬度变化相一致。图12c和12d为多峰分布 γ' 相样品的拉伸性能。第V种热处理的样品屈服强度下降至613 MPa,塑性变化不大;第VI种热处理的样品强度与四段式热处理样品非常接近,但塑性更差,只有约2.1%;合金中有3种尺寸 γ' 相的第VII种样品抗拉强度下

降至706 MPa,但是塑性有显著提升,达到了9.3%。所有热处理制度中,具有单一小尺寸 γ' 相的第III种热处理制度样品具有最高的强度,但塑性较差;塑性最好的是经第VII种热处理后具有3种 γ' 相尺寸的样品,多峰分布 γ' 相对改善合金中温脆性的现象有积极作用。

γ' 相的强化作用依靠与位错的相互作用来实现,而不同尺寸的 γ' 相与位错有着不同的作用机制。对于尺寸较小的 γ' 相,位错常以位错对的形式切割析出相。先经过 γ' 相的位错会形成反向畴界面(anti phase boundary, APB),后经过的位错在同一平面滑动,将会消除APB,恢

复 γ' 相^[31-32]。位错对的间距与 γ' 相的相对大小将位错对的作用分为弱耦合位错对(weak coupling dislocation, WCD)机制和强耦合位错对(strong coupling dislocation, SCD)机制^[33]。当 γ' 相尺寸很小时,位错对间距大于 γ' 相的直径,形成WCD机制。在此种情况下,位错对中的2个位错不会同时出现在同一析出相中。而当析出相尺寸与位错对间距相近时,此时的作用机制为SCD机制,一个析出相粒子可能同时被SCD中的2个位错切割^[34]。因为位错对与析出相的作用方式不同,所以切割析出相所需的力也不同。使用临界分切应力(critical resolved shear stress, CRSS)来代表位错与析出相作用所需的力,CRSS的大小反映了合金强度的大小。WCD机制所需应力 τ_{WCD} 和SCD机制所需应力 τ_{SCD} 分别可以表示为^[35-36]:

$$\tau_{WCD} = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left[\left(\frac{6\gamma_{APB}fd}{\pi\mu b^2} \right)^{\frac{1}{2}} - f \right] \quad (1)$$

$$\tau_{SCD} = \sqrt{\frac{3}{2}} \left(\frac{2\mu b}{d} \right) f^{\frac{1}{2}} \frac{\omega}{\pi^{\frac{3}{2}}} \left(\frac{\pi\gamma_{APB}d}{\omega\mu b^2} - 1 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

其中, γ_{APB} 为APB的能量, b 为位错的伯氏矢量, f 为合金中 γ' 相的体积分数, d 为析出相的直径, μ 为剪切模量, ω 是一个无量纲常数。

当 γ' 相尺寸较大时,位错倾向于以Orowan绕过的机制与析出相相作用,所需的应力 τ_{Orowan} 如下所示^[37-38]:

$$\tau_{Orowan} = \frac{3\mu b f}{2(1-f)d} \quad (3)$$

为确定位错与析出相作用机制,对3种作用机制进行计算绘图,CRSS最小的机制为对应尺寸下做主导的变形机制。在镍基高温合金中,常取 b 为 0.25 nm ^[39], γ_{APB} 为 0.17 J/m^2 ^[40], ω 取 1 ^[37], μ 使用 70 GPa ^[41],样品中的析出相体积分数 f 约为30%。由于GH4698合金的部分参数未有报道,这里使用文献[40,41]中其他合金的数据进行估算。将公式代入数据进行计算,得到的结果如图13所示。从图13中可以看出,当 γ' 相的尺寸小于 38 nm 时,位错作用机制为WCD,CRSS随 γ' 相尺寸的增加而增大;尺寸在 $38\sim 66 \text{ nm}$ 之间机制为SCD,作用力随 γ' 相尺寸的增大而减小;当尺寸增大到 66 nm 以上,位错作用机制转换为Orowan机制, γ' 相尺寸的增加使作用力以更快的速度下降。 γ' 相尺寸的变化导致位错与 γ' 相作用机制的改变,进而使合金的强度与硬度也随之变化。理论上单峰分布 γ' 相尺寸约为 38 nm 时,合金具有最高的强度,相应也具有最大的硬度。

但该计算方式只适用于单峰分布 γ' 相的样品,对于多峰分布 γ' 相的样品,需考虑析出相的不同尺寸和体积分数。将不同尺寸 γ' 相对应的CRSS以体积占比作为系数进行计算,得到的结果与各热处理制度样品拉伸后所得屈服强度的大小关系如图14所示。除第V和VI种热处理外,其余热处理CRSS理论值与屈服强度测试值变化

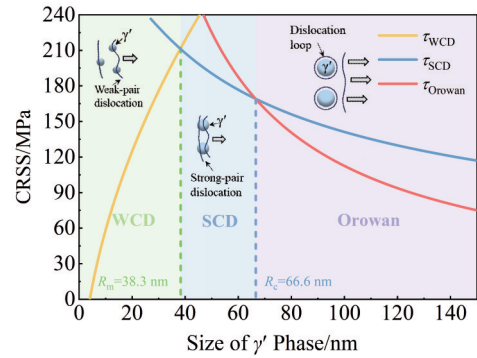


图13 临界分切应力随 γ' 相尺寸变化的理论值以及不同作用机制示意图

Fig.13 Theoretical analysis of critical resolved shear stress (CRSS) vs. diameters of γ' phase and schematic diagrams of different deformation mechanisms

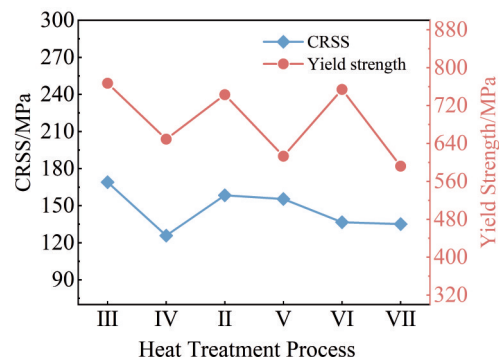


图14 各制度CRSS的理论值与实际测量屈服强度的比较

Fig.14 Comparison of theoretical values of CRSS and actual yield strength

趋势相同,由于 γ' 相的尺寸与占比协同作用,在统计 γ' 相析出量时可能存在误差,导致理论值不够准确。

γ' 相尺寸及含量的不同导致了拉伸性能的不同,合金中小尺寸 γ' 相尺寸在 $30\sim 50 \text{ nm}$ 的范围内,与位错的作用方式为切过,具有较高的CRSS,所以小尺寸 γ' 相占比更多的合金屈服强度也相应更高;大尺寸 γ' 相尺寸在 $100\sim 250 \text{ nm}$,以Orowan绕过机制为主,其占比的增多会使合金强度下降,合金晶内与晶界的强度得到协调,塑性得到一定程度的提高。

多晶合金的塑性主要与合金晶界与晶内的强度有关,在 $750 \text{ }^\circ\text{C}$ 下合金晶界的强度往往低于晶内的强度,位错在晶界处积累造成应力集中,易使裂纹在晶界处扩散导致断裂,所以塑性普遍较低。而晶内大尺寸 γ' 相的增多会使晶内强度下降,晶界与晶内之间的强度更加接近,减小了位错在晶内与晶界滑移传递时的阻碍,使塑性得以提高。在本研究设计的热处理制度中,经第VII种热处理后的合金大尺寸的 γ' 相含量最多,所以具有最佳的塑性。

对第II种热处理样品进行TEM观察,结果如图15所

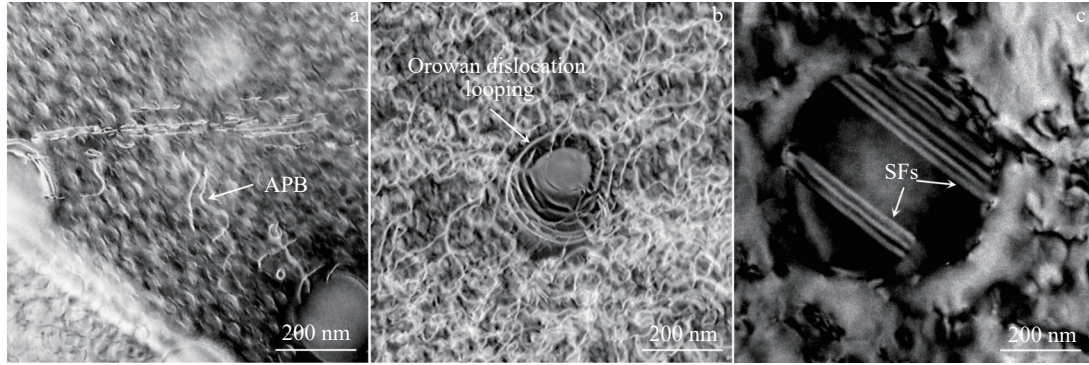


图15 第II种热处理制度下位错与析出相作用的STEM和TEM明场像照片

Fig.15 STEM images of APB (a) and Orowan dislocation looping (b); TEM bright field image of SF under II heat treatment (c)

示。可以观察到样品中小尺寸 γ' 相区域存在SCD机制(图15a),大尺寸 γ' 相有大量位错环绕过(图15b), γ'/γ 交界面累积了大量位错,与理论分析相一致。同时在大 γ' 相的内部还观察到存在堆垛层错(SF),如图15c所示,当 γ' 相尺寸较大时,位错通过Orowan机制绕过 γ' 相比较困难,倾向于分解为Shockley部分位错^[42],切入 γ' 相内部,并形成堆垛层错,对位错的运动有所阻碍,达到强化作用。不同热处理制度中存在不同数量的与 γ' 相尺寸对应的的作用机制。

4 结论

1)经标准热处理和四段式热处理的GH4698合金在中间热处理过程中析出大尺寸 γ' 相,在时效热处理阶段小尺寸 γ' 相补充析出和长大,从而形成具有双峰分布的 γ' 相。晶界析出的少量碳化物主要为 $M_{23}C_6$ 碳化物,没有碳化物析出的晶界补充析出了大尺寸 γ' 相。

2)随着时效温度的升高,合金中的 γ' 相尺寸逐渐增大,并由球形向方形转变。当二次时效温度低于一次时效温度时,合金中 γ' 相倾向于继续形核析出;而当二次时效温度高于一次时效温度时,合金中的 γ' 相更倾向于生长变大。

3)降低中间热处理温度或升高一次时效热处理温度可以使大尺寸 γ' 相的析出量增多。当一次时效温度升高至875℃时,合金中析出3种尺寸的 γ' 相,大尺寸 γ' 相呈现方形,大小约为254nm;其余2种为球形,尺寸分别约为98和30nm。

4)合金硬度随大尺寸 γ' 相析出量的增大而减小。小尺寸 γ' 相对合金的强度贡献更多,大尺寸 γ' 相含量的增多对合金的塑性有帮助。本研究提出的热处理制度中,只存在单一小尺寸 γ' 相的合金强度最高,三峰 γ' 相分布的合金具有最佳的塑性,综合力学性能较好。

参考文献 References

[1] Zhang Hongbin(张红斌). *A Collection of Nickel-Base Superalloy Translations*(镍基高温合金译文集)[M]. Chongqing: Central Iron

and Steel Research Institute, 1983: 1

- [2] Shi Changxu(师昌绪), Yan Minggao(颜鸣皋), Liu Bocao(刘伯操) *et al.* *China Aeronautical Materials Handbook (Volume 2): Wrought Superalloys, Cast Superalloys*(中国航空材料手册第2卷:变形高温合金、铸造高温合金)[M]. Beijing: China Standards Press, 2002: 368
- [3] Wang Yan(王岩), Gu Yu(谷宇), Wang Jue(王珏) *et al.* *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2021, 46(6): 221
- [4] Donachie M J, Donachie S J. *Superalloys: A Technical Guide*[M]. Cleveland: ASM International, 2002: 34
- [5] 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
- [6] Zhang L J, Guo K, Tang H *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2019, 757: 160
- [7] Lian Zhanwei(连占卫), Yu Jinjiang(于金江), Sun Xiaofeng(孙晓峰) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(5): 798
- [8] Wu L, Osada T, Yokokawa T *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2023, 931: 167508
- [9] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008: 74
- [10] Zuo Zheng(左正), Qin Heyong(秦鹤勇), Li Jianhua(李建华) *et al.* *Temperature Structural Materials for Power and Energy-Proceedings of the 11th China Superalloys Conference*(动力与能源用高温结构材料——第十一届中国高温合金年会)[C]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2007: 221
- [11] Lin Peng(林鹏), Ma Dangshen(马党参), Sun Liguang(孙立国) *et al.* *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2021, 42(3): 94
- [12] Zhang Rui(张瑞), Zhang Xiaochen(张晓辰), Zhang Zheng(张正) *et al.* *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2024, 49(5): 204
- [13] Zhao Yihan(赵义瀚), Peng Jianqiang(彭建强), Zhang Xiaowu(张小伍) *et al.* *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2016, 41(8): 56
- [14] Qin Heyong(秦鹤勇), Jiao Lanying(焦兰英), Zhang Beiji(张北江) *et al.* *Journal of Iron and Steel Research*(钢铁研究学报)[J], 2007, 19(2): 39
- [15] Man Jiao(满蛟), Cong Tao(丛涛), Sun Fumin(孙福民) *et al.*

- Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2014, 39(11): 114
- [16] Gu Yuefeng(谷月峰), Cui Chuanyong(崔传勇), Yuan Yong(袁勇) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2015, 51(10): 1191
- [17] Radis R, Schaffer M, Albu M *et al. Acta Materialia*[J], 2009, 57(19): 5739
- [18] Galindo E I, Connor L D, Rae C M F. *Acta Materialia*[J], 2015, 98: 377
- [19] He H, Liao J, Xuan Y X *et al. Materials Chemistry and Physics*[J], 2024, 318: 129214
- [20] Gu Y, Harada H, Cui C *et al. Scripta Materialia*[J], 2006, 55(9): 815
- [21] Tian Q, Qin H Y, Zhang W Y *et al. Journal of Iron and Steel Research International*[J], 2022, 29(11): 1873
- [22] Kalikmanov V I. *Nucleation Theory*[M]. Dordrecht: Springer, 2013: 17
- [23] Johnson C A, Chakerian G D. *Journal of Mathematical Physics*[J], 1965, 6(9): 1403
- [24] Voorhees P W. *Annual Review of Materials Research*[J], 1992, 22: 197
- [25] Ou M Q, Hao X C, Wan B F *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2017, 33(11): 1300
- [26] Tiley J, Viswanathan G B, Srinivasan R *et al. Acta Materialia*[J], 2009, 57(8): 2538
- [27] Xu J C, Zhao X B, Li W Q *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2023, 147: 176
- [28] Fratzl P, Penrose O, Lebowitz J L. *Journal of Statistical Physics*[J], 1999, 95: 1429
- [29] Wang Guan(王冠), Song Wei(宋巍), Liang Jingjing(梁静静) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(3): 787
- [30] Shen C, Simmons J P, Wang Y. *Acta Materialia*[J], 2006, 54(20): 5617
- [31] Kumari G, Sundararaman M, Boehlert C J *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2024, 908: 146928
- [32] Cheng Junyi(程俊义), Xiong Jiangying(熊江英), Liu Zhaofeng(刘朝峰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(2): 699
- [33] Kozar R W, Suzuki A, Milligan W W *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40(7): 1588
- [34] Collins D M, Stone H J. *International Journal of Plasticity*[J], 2014, 54: 96
- [35] Liu H, Zhao X B, Yue Q Z *et al. Journal of Materials Science*[J], 2024, 59: 4404
- [36] Hüther W, Reppich B. *International Journal of Materials Research*[J], 1978, 69(10): 628
- [37] Liu H, Zhao X B, Yuan Y *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2022, 21: 4462
- [38] Zhao X B, Dang Y Y, Yin H F *et al. Materials Science and Technology*[J], 2017, 33(10): 1252
- [39] Liu Zhaofeng(刘朝峰), Cheng Junyi(程俊义), Ma Xiangdong(马向东) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(3): 768
- [40] Dodaran M, Hemmasian A E, Guo S M *et al. Intermetallics*[J], 2020, 117: 106670
- [41] Zhang P, Yuan Y, Shen S C *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 694: 502
- [42] Yuan Y, Zhong Z H, Yu Z S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 619: 364

Microstructure Regulation Mechanisms and Intermediate Temperature Mechanical Behavior of GH4698 Alloy

Zhao Qianmin^{1,2}, Zhao Xinbao^{1,2}, Jin Jufeng^{1,2}, Zheng Zheshuai¹, Yue Quanzhao¹, Xia Wanshun¹, Li Pei³,
Gu Yuefeng¹, Zhang Ze¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

(2. Polytechnic Institute, Zhejiang University, Hangzhou 310015, China)

(3. Xi'an Thermal Power Research Institute Co., Ltd, Xi'an 710054, China)

Abstract: Diverse heat treatment schedules were designed and their effects on microstructural evolution and tensile properties at 750 °C were investigated by SEM, EDS, TEM, and mechanical testing. The results demonstrate that multi-stage heat treatment schedules lead to a multi-modal size distribution of γ' precipitates within the alloy, where fine γ' precipitates contribute to strength, while coarse γ' phases enhance ductility. At 750 °C, the alloy subjected to the heat treatment of 1030 °C/4 h, AC+1000 °C/4 h, AC+875 °C/16 h, AC+725 °C/16 h, AC develops a trimodal γ' phase distribution. This microstructure balances the strength between intragranular and grain boundary regions, facilitating the transfer of dislocation slip and enhancing the ductility of the alloy. The alloy exhibits the best overall mechanical properties, with a tensile strength of 706 MPa and an elongation after fracture of 9.3%.

Key words: nickel-based wrought superalloys; aging heat treatment; microstructure; tensile property

Corresponding author: Zhao Xinbao, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, P. R. China, Tel: 0086-571-64219632, E-mail: superalloy@zju.edu.cn