https://doi.org/10.12442/j.issn.1002-185X.20250333

热处理态MoNbVTa系难熔高熵合金的组织演化与力学性能

郭 威[1,2,3]，祝梦媛[1,2]，郑伟杰[1,2]，赵世阳[1,2]，赵 觅[4]，吴树森[1,2]

（1. 华中科技大学 材料成形与模具技术全国重点实验室，湖北 武汉 430074）

（2. 华中科技大学 材料科学与工程学院，湖北 武汉 430074）

（3. 深圳华中科技大学研究院，广东 深圳 518057）

（4. 华中科技大学 航空航天学院，湖北 武汉 430074）

摘 要：通过调控热处理工艺，系统研究了不同退火温度与保温时间对$MoNbVTa_{0.5}$难熔高熵合金的微观组织与力学性能的影响规律。研究发现，退火时间为24 h时，随退火温度升高，合金组织均匀化程度提升。然而在1500 ℃以上退火时合金析出富(Nb, Ta)相，导致了合金塑性劣化。当退火温度为1400 ℃时，随保温时间的延长，合金屈服强度不断升高，而塑性应变因析出相的钉扎效应呈现先升后降趋势。1300 ℃/24 h均匀化退火后合金实现强度-塑性协同提升，屈服强度提高至1530 MPa，室温塑性变形量相比铸态时提高了58.6%，达到9.2%。

关键词：难熔高熵合金；热处理工艺；微观组织；力学性能

中图法分类号：TG132.3+3；TG139 **文献标识码**：A **文章编号**：1002-185X(2026)09-2325-06

1 引 言

在航空航天发动机热端部件、核聚变堆第一壁等极端服役环境中，传统镍基高温合金因熔点限制（通常<1400 ℃）已难以满足新一代装备对材料耐高温性能的严苛需求。难熔高熵合金（refractory high-entropy alloys, RHEAs）作为近年来发展的新型超高温结构材料，凭借其高混合熵效应赋予的固溶体稳定性、难熔金属组元带来的优异高温强度，成为国际材料学界的研究热点[1–10]。特别是在优化合金力学性能方面，国内外研究者做出了广泛而深入的探索。例如，Senkov等人[11–12]开发出具有优异高温力学性能的MoNbTaW和MoNbTaWV，并使用轻质Hf、Zr和Ti代替W、Mo和V获得了比强度更高的HfNbTaTiZr、HfMoNbTaTiZr高熵合金[13–14]。Yao等人[15]提出用V元素代替MoNbTaW中的W可提高材料泊松比，从而提高合金室温塑性变形能力。

由于难熔高熵合金的组成元素一般具有较高的熔点，通过真空电弧熔炼制备的合金在凝固过程中易产生成分偏析以及较大内应力，需通过热处理工艺均匀化其微观组织并消除内部偏析[16–25]。吴长军等[26]采用电弧熔炼法制备了fcc型$Co_xFeMnNi_{3-x}$高熵合金，并研究了不同退火温度下合金组织演变与耐蚀性变化规律，发现1000 ℃退火后合金组织由等轴晶组成，耐蚀性提高。Wu等[27]研究发现1000 ℃退火后的$Al_7Cr_{20}Fe_xNi_{73-x}$（x=13–66）合金由于B2颗粒的沉淀使fcc相中的Al含量降低，导致合金硬度降低。Li等[28]发现900 ℃退火后$Ti_{35}Zr_{35}Nb_{20}Mo_{10}$合金具备更高的屈服强度和延伸率。Gangireddy等[29]研究了铸态、低温退火态与高温退火态下$Al_{0.1}CoCrFeNi$高熵合金的室温拉伸性能，发现通过低温退火和高温再结晶退火均可提高合金塑性。Wang等[30]通过研究$CoCrFeNiW_{0.5}$的组织与力学性能随退火温度的变化发现，随着退火温度的升高，合金先析出针状沉淀增强相，随后增强相在1200 ℃高温退火后分解，合金力学性能下降。马凯等[31]发现$Fe_{2-x}CrMnAl_xCu$高熵合金枝晶组织内部存在FeAl析出物，在常温下析出相为脆性相，影响力学性能。当x=1.6时，高熵合金的综合性能达到最佳，抗压强度为1431.52 MPa，延伸率为9.06%。Zhang等[32]发现随着退火时间的增加，$Co_{10}Cr_{10}C_2Mo_1$高熵合金强度增加，但塑性先增加后降低，位错滑移和孪晶机制相互竞争，影响了塑性变形过程。Luo等[33]发现通过热处理能够调控析出金属间化合物沉淀相，增强合金高温

收稿日期：2025-09-18

基金项目：国家自然科学基金（52201075）；湖北省自然科学基金（2023AFB798）；深圳市科技计划（JCYJ20220530160813032，JCYJ20240813153421029）

作者简介：郭 威，男，1987年生，博士，副研究员，华中科技大学材料成形与模具技术全国重点实验室，湖北 武汉 430074，E-mail：weiguo@hust.edu.cn

力学性能。上述研究表明，热处理对合金力学性能的影响非常复杂，然而其机理并不清楚，需要进一步研究。

本工作基于作者前期研究结果[34]，选用高温力学性能优异的 $MoNbVTa_{0.5}$ 高熵合金作为研究对象，通过改变均匀化退火温度与保温时间，研究不同热处理工艺条件下合金微观组织与力学性能的演化规律，获得 $MoNbVTa_{0.5}$ 可实现强塑性协同提升的最佳热处理工艺。

2　实 验

采用纯度均在 99.95% 以上的 Mo、Nb、V、Ta 纯金属原料进行电弧熔炼制备合金锭。随后分别进行 1200~1800 ℃下保温 3~24 h 的均匀化退火处理。退火处理在可控气氛超高温炉中进行，炉腔抽至高真空后通入高纯 Ar 气进行保护，升温速率为 10 ℃/min，冷却方式为炉冷。

使用型号为 X 射线衍射仪（XRD-7000）对试样进行物相分析。使用配备有背散射（backscattered electron, BSE）探头的型号为 Gemini SEM 300 场发射扫描电子显微镜观察试样微观结构及断口形貌，并通过能谱仪（energy dispersive spectrometer, EDS）进行成分分析。利用电子探针显微分析仪（EPMA-8050G）分析试样表面微区成分，测定元素的偏析情况。利用材料力学性能试验机（岛津 AG IC-100 kN）测试试样的室温压缩性能，应变速率为 10^{-3} s^{-1}。采用型号为 430 SVD 的维氏硬度计，对试样的维氏硬度进行测定。

3　结果与分析

3.1　不同退火温度下 $MoNbVTa_{0.5}$ 合金的微观组织

图 1 为不同退火温度下 $MoNbVTa_{0.5}$ 合金的电子探针（EPMA）线扫描波谱分析的数据结果。图 1a~1c 分别为 1200、1500 和 1800 ℃退火 24 h 后的背散射电子图像与线扫描处元素含量变化。分析线扫描结果发现，1200 ℃退火后合金枝晶组织未发生明显变化，成分偏析依然存在。1500 ℃退火后元素扩散速率加快，成分偏析程度减弱，组织成分趋于均匀。1800 ℃退火后合金组织基本消除了成分偏析。为进一步评估枝晶组织的元素偏析程度，计算绘制 ΔC（$\Delta C = C_{da} - C_{aver}$）与 ΔT（$\Delta T = T_m - T_m^{mix}$）的相关函数，其中 C_{aver} 为元素的平均浓度，C_{da} 为枝晶臂中心的平均浓度，T_m 是合金元素的熔点，T_m^{mix} 是合金的理论熔化温度（采用混合法则进行计算，$T_m^{mix} = \sum_{i=1}^{n} c_i (T_m)_i$，其中 $(T_m)_i$ 是元素 i 的熔点）。通过线性拟合后斜率 k 的大小可得合金偏析程度，即 k 值越大，微观偏析越剧烈。图 1d 为不同退火温度下 $MoNbVTa_{0.5}$ 合金 ΔC 与 ΔT 之间的线性关系，可以看出，随着热处理温度升高，拟合直线的斜率不断减小，说明合金组织的成分偏析程度逐渐减弱。这与溶质原子在较高能量驱动下的扩散速率显著增大密切相关。上述结果表明，热处理温度的提高可以一定程度上改善合金的成分偏析，且 1800 ℃进行 24 h 热处理能够基本消除偏析现象。

图 2 为 1800 ℃/24 h 高温退火后 $MoNbVTa_{0.5}$ 合金的电子探针元素面分布图。从图 2a 中可以看出，固溶体基体中析出了少量条状相，其衬度呈浅灰色。从析出相处元素的偏聚可判断此析出相为富(Nb, Ta)相。类似的富(Nb, Ta)小尺寸析出相在 1500 ℃/24 h 退火后的枝晶组织中也弥散分布。造成该富(Nb, Ta)相析出的原因可能是退火过程中低熔点 V 原子从枝晶间不断扩散到枝晶中，Mo 原子不断由枝晶向枝晶间扩散，而枝晶内 Ta 原子由

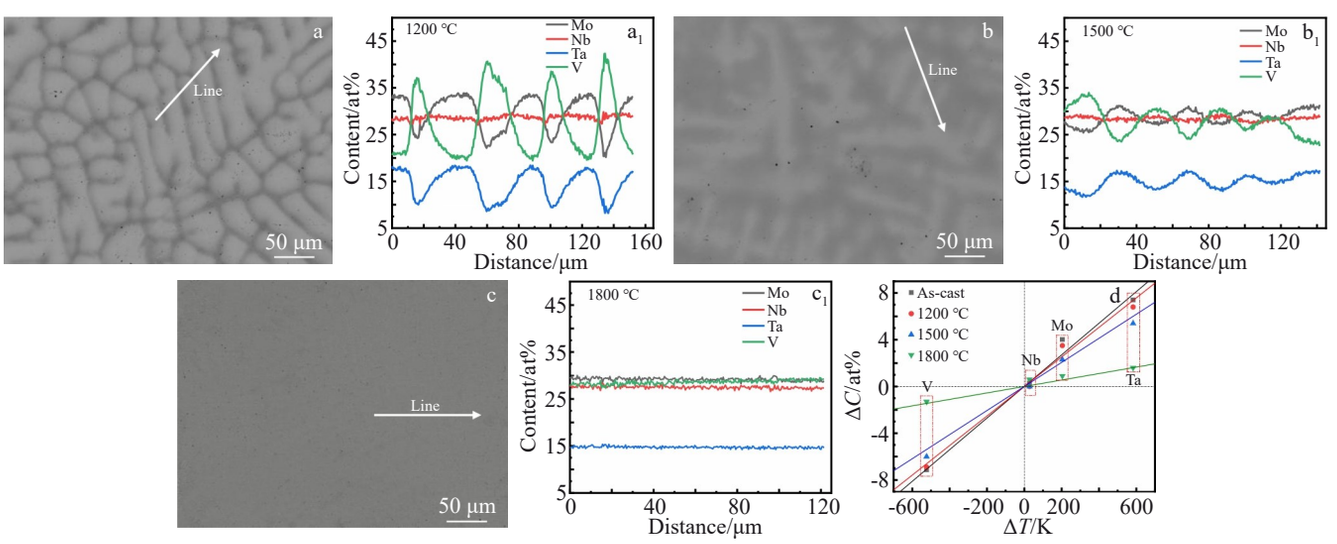


图 1　不同退火温度下 $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA 的 BSE 图片和线扫描波谱分析结果及偏析程度分析

Fig.1　BSE images (a–c) and corresponding EDS line scanning results (a_1–c_1) of the $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA annealed at different temperatures: (a, a_1) 1200 ℃, (b, b_1) 1500 ℃, and (c, c_1) 1800 ℃; (d) analysis of element segregation degree

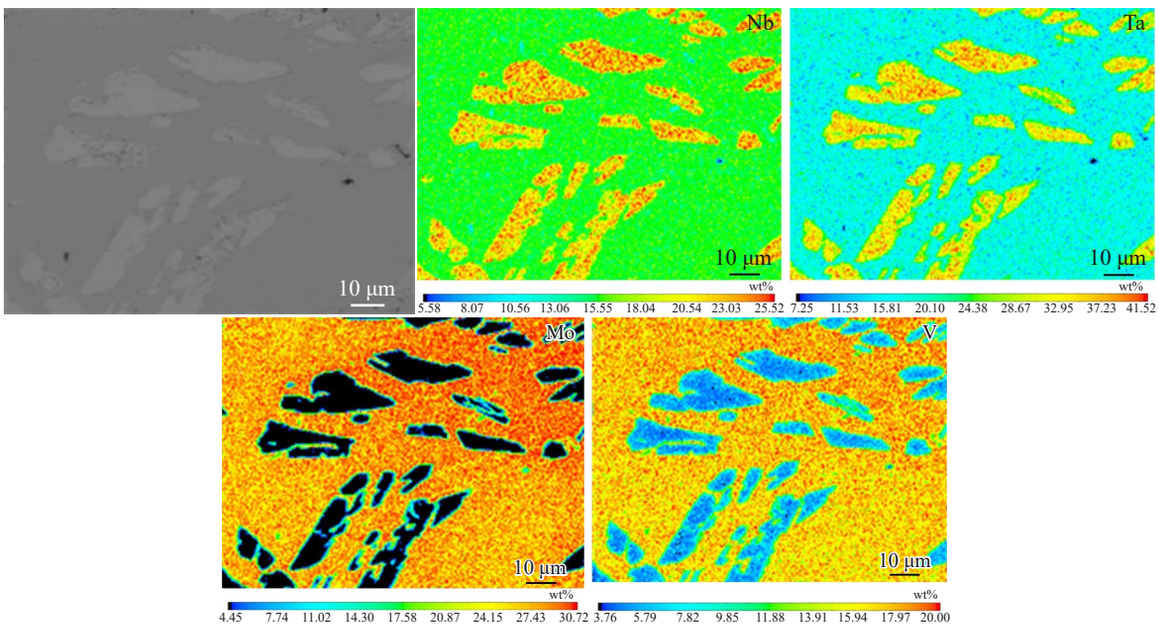


图2　1800 ℃/24 h 高温退火后 $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA 的元素面分布图

Fig.2　EDS element mappings of the $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA annealed at 1800 ℃ for 24 h

于自身的高熔点限制了其扩散速率。随着枝晶内原子点阵被大量 V 原子占据，Ta 原子与原子尺寸相似的 Nb 原子被排斥，偏聚后形成亮色析出相。

图 3 为合金经过 1200、1500 和 1800 ℃下 24 h 热处理后的 XRD 图谱。结合元素分析结果可以发现，合金相结构在 1200 ℃的退火温度下始终保持为单相 bcc 结构，证明其组成相在 1200 ℃以下的热稳定性优异。而 1500 ℃退火时析出相尺寸较小，含量较少，XRD 未能检测出对应的衍射峰。随着退火温度达到 1800 ℃时，析出相长大，含量增多，XRD 图谱中出现亮色富(Nb, Ta)析出相的衍射峰。

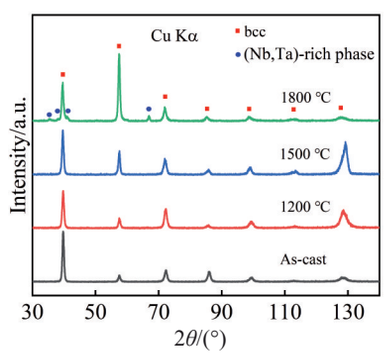


图3　不同退火温度下 $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA 的 XRD 谱图

Fig.3　XRD patterns of the $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA annealed at different temperatures

3.2　不同热处理条件下 $MoNbVTa_{0.5}$ 合金的力学性能

图 4 为不同退火温度处理后 $MoNbVTa_{0.5}$ 合金的室温力学性能。由图 4a 的合金显微硬度可以看出，随退火温度升高，合金维氏硬度值不断增加。这主要是因为高温下元素扩散，原子尺寸错配增加，晶格畸变加剧引起的。图 4b、4c 为合金室温压缩力学性能，图 4c 中 $\sigma_{0.2}$ 为屈

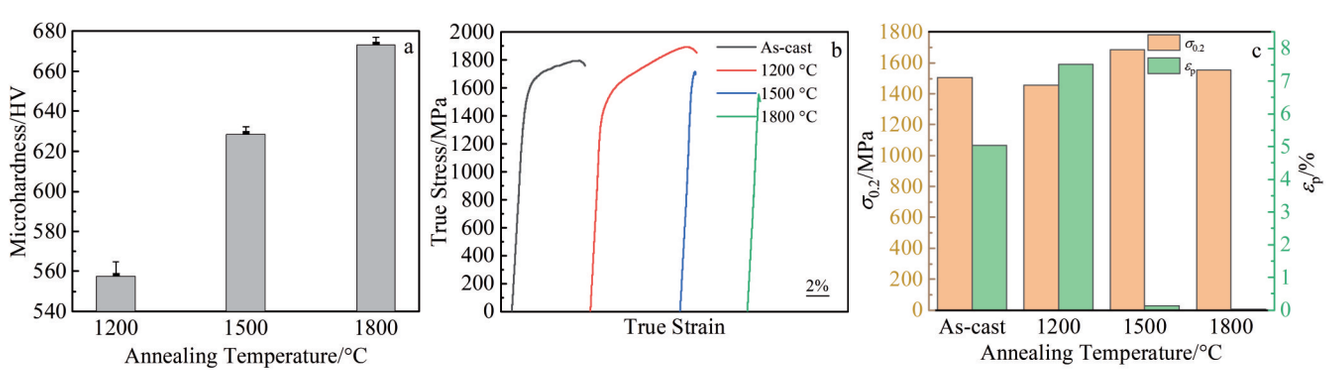


图4　不同退火温度下 $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA 的室温力学性能

Fig.4　Room-temperature mechanical properties of $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA under different annealing temperatures: (a) microhardness; (b) compressive true stress-true strain curves; (c) relationships between compressive yield strength and plastic strain versus annealing temperature

服强度，ε_p为塑性变形量。退火温度为1200 ℃时，合金屈服强度相比铸态略有下降，而室温塑性变形量相比铸态提高了37.9%，达到8%；退火温度为1500 ℃时，合金屈服强度明显升高，而塑性显著降低；退火温度为1800 ℃时，合金屈服强度相比铸态略有升高，此时发生脆性断裂。1200 ℃下退火24 h显著提高了材料的塑性，而过高的退火温度会削弱合金材料的塑性变形能力，这可能与晶粒长大及析出相形成有关。

上述结果表明，经过1500 ℃退火后材料力学性能降低，因此为进一步细化温度梯度，对合金进行1300及1400 ℃下24 h的均匀化退火处理。图5为上述退火温度下的合金室温压缩力学性能。退火温度为1200、1300和1400 ℃时，合金的屈服强度分别为1455、1530和1585 MPa。可以看出，随退火温度的升高，合金屈服强度不断提升，退火温度越高，元素扩散越充分，更强的晶格畸变使位错滑移阻力大幅提升，合金的固溶强化增强，使得屈服强度持续提升。同时，室温塑性随着退火温度的升高先增加后降低，在1300 ℃的退火温度下达到了9.2%的塑性变形量，相比铸态时提高了58.6%。

上述结果表明，1300 ℃/24 h高温退火后合金表现出最佳室温压缩力学性能。1400 ℃/24 h高温退火后合金虽然屈服强度提升，但室温塑性变形能力下降，这可能与保温时间过长，析出相长大有关。因此，在退火温度为1400 ℃时，采用不同退火保温时间（3、6、9、12和24 h），研究合金力学性能的变化规律。图6为1400 ℃时不同保温时间下的合金室温压缩力学性能，随着保温时间的延长，合金屈服强度不断升高，压缩塑性变形量先增加后减小，在保温时间为9 h时达到最优，塑性变形量约7.5%。通过对1400 ℃/24 h热处理样品的压缩断口形貌观察（如图7所示），发现断口表面弥散分布着细小析出相。根据图7a中A、B两处的EDS分析结果可知，断口表面的粒状析出相为富(Nb, Ta)相，与1800 ℃退火时合金的元素面分布结果相符。均匀化退火过程中枝晶偏析程度逐渐降低，屈服强度与塑性随之不断升高，但较长的保温时间导致析出相形成与长大，影响了合金的室温力学性能。析出相较小时，由于其钉扎效应，会在位错滑移路径形成阻碍，引起合金屈服强度的不断提升。当富(Nb, Ta)析出相尺寸逐渐增大，相界面处位错阻力增大，产生位错塞积，引发应力集中，导致塑性下降。因此，虽然较高的退火温度有助于提高合金屈服强度，但长时保温会在固溶体上形成新相，严重劣化了合金的塑性变形能力，造成1400 ℃长时退火后合金力学性能下降。

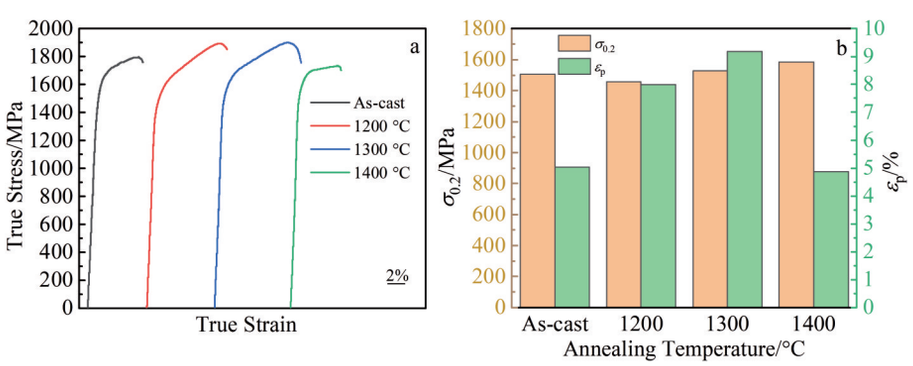


图5 优化退火温度后$MoNbVTa_{0.5}$ RHEA的室温压缩力学性能

Fig.5 Room-temperature compressive mechanical properties of $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA with optimized annealing temperature: (a) true stress-true strain curves; (b) relationships between yield strength and plastic strain versus annealing temperature

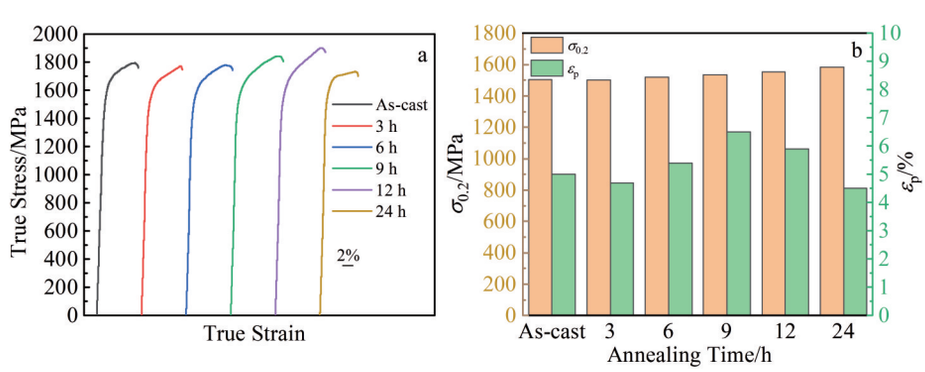


图6 1400 ℃时不同保温时间下$MoNbVTa_{0.5}$ RHEA的室温压缩力学性能

Fig.6 Room-temperature compressive mechanical properties of $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA under 1400 ℃ with different annealing time: (a) true stress-true strain curves; (b) relationships between yield strength and plastic deformation versus annealing time

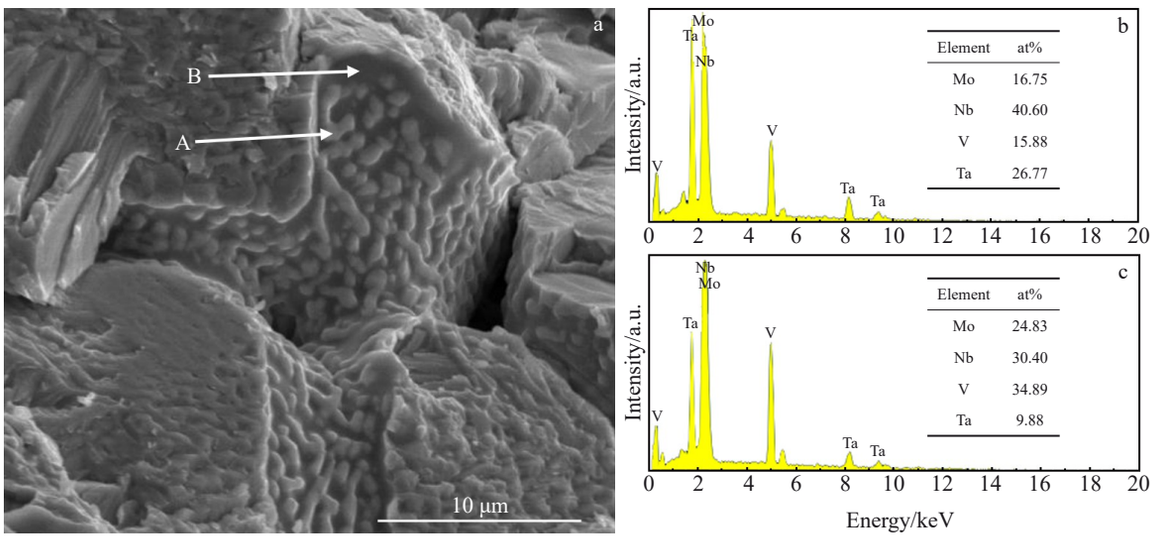


图 7　1400 ℃下 24 h 高温退火后的 $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA 的断口形貌和 EDS 分析

Fig.7　BSE image of $MoNbVTa_{0.5}$ RHEA after high-temperature annealing at 1400 ℃ for 24 h (a); EDS analysis results of point A (b), and point B (c) marked in Fig.7a

4　结　论

1）当保温时间为 24 h 时，随着退火温度的不断提高，原子扩散速率加快，枝晶间区域比例增大，成分偏析逐渐消除，最终形成成分均匀的固溶体组织。高温退火虽然可降低合金的成分偏析度，但伴随着富(Nb, Ta)析出相的形成与长大，其室温塑性显著降低，甚至发生脆性断裂。

2）当退火温度为 1400 ℃时，随着保温时间的不断增加，合金屈服强度不断升高，但长时保温下由于细小析出相的形成，又出现强度降低趋势。在退火时间为 9 h 时达到最佳塑性变形量约 7.5%。

3）$MoNbVTa_{0.5}$ 高熵合金的热处理工艺在 1300 ℃下 24 h 与 1400 ℃下 9 h 均匀化退火获得较好的力学性能。其中 1300 ℃下 24 h 热处理态合金屈服强度提高至 1530 MPa，同时室温塑性变形量相比铸态时提高了 58.6%，达到 9.2%。

参考文献　　References

[1] Yeh J. *Annales de Chimie: Science des Matériaux*[J], 2006, 31: 633

[2] Thirathipviwat P, Song G, Bednarcik J *et al. Progress in Natural Science: Materials International*[J], 2020, 30(4): 545

[3] Peng Haiyan(彭海燕), Kang Zhixin(康志新), Li Xiaozhen(李小珍) *et al. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2020, 25(6): 513

[4] Khallaf A H, Bhlol M, Dawood O M *et al. Journal of Central South University*[J], 2022, 29(11): 3529

[5] Ma X N, Hu Y F, Wang K *et al. China Foundry*[J], 2022, 19(6): 489

[6] Ren J, Zhang Y, Zhao D X *et al. Nature*[J], 2022, 608(7921): 62

[7] Li Jing(李　靖), Zhang Chen(张　晨), Xu Xiqiang(徐西强) *et al. Materials China*(中国材料进展)[J], 2025, 44(1): 74

[8] Babenko A, Ghasali E, Raza S *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2024, 12(4): 1311

[9] Gorsse S, Hachet D, Godet S *et al. Materials Research Letters*[J], 2025, 13(4): 420

[10] Guduru S P R, Kekung M O, Ott R T *et al. Acta Materialia*[J], 2026, 304: 121763

[11] Senkov O N, Wilks G B, Scott J M *et al. Intermetallics*[J], 2011, 19(5): 698

[12] Senkov O N, Wilks G B, Miracle D B *et al. Intermetallics*[J], 2010, 18(9): 1758

[13] Senkov O N, Scott J M, Senkova S V *et al. Journal of Materials Science*[J], 2012, 47(9): 4062

[14] Juan C C, Tsai M H, Tsai C W *et al. Intermetallics*[J], 2015, 62: 76

[15] Yao H W, Qiao J W, Gao M C *et al. Entropy*[J], 2016, 18(5): 189

[16] Cao Leigang(曹雷刚), Wang Fan(王　帆), Hou Pengyu(侯鹏宇) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2024, 52(1): 249

[17] Tian Y Z, Peng S Y, Chen S F *et al. Rare Metals*[J], 2022, 41(8): 2877

[18] Wang Tao(王　涛), Shi Jie(时　洁), Pan Hucheng(潘虎成) *et al. Foundry*(铸造)[J], 2024, 73(9): 1210

[19] Jiang Shuying(蒋淑英), Lin Zhifeng(林志峰), Xu Hongming(许红明). *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2018, 42(12): 1241

[20] Miao J W, Yao H W, Wang J *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 894: 162380

[21] Cai Y C, Shan M D, Manladan S M *et al. Materials Characterization*[J], 2022, 191: 112137

[22] Wu Renjun(吴仁君), Zhang Yunyi(张云义), Zhang Fangyang(张方阳) *et al. Nonferrous Metals Engineering*(有色金属工程)[J], 2023, 13(11): 41

[23] Zhang L, Zhang L, Wang H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 831: 142140
[24] Yu J Y, Mu R D, Qu S Y *et al. Vacuum*[J], 2022, 200: 111039
[25] Xu T, Chen Q J, Ji L *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2023, 956: 170179
[26] Wu Changjun(吴长军), Zhu Fucheng(朱付成), Wang Quan(王权) *et al. Materials Reports*(材料导报)[J], 2024, 38(18): 204
[27] Wu C J, Chen Z, Zeng J F *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2021, 31(3): 734
[28] Li Z W, Su B X, Wang L *et al. Rare Metals*[J], 2025, 44(1): 608
[29] Gangireddy S, Kaimiao L, Gwalani B *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 727: 148
[30] Wang P, Wang Y F, Cui F *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 918: 165602
[31] Ma Kai(马 凯), Zhang Huaqian(张华倩), Zhang Wei(张 维) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(7): 1970
[32] Zhang P J, Wang S S, Lv Y K *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2021, 15: 2145
[33] Luo X, Hou J X, Chou T *et al. Acta Materialia*[J], 2026, 304: 121822
[34] Zheng W J, Lv S L, Wu S S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 850: 143554

Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Heat-Treated MoNbVTa Refractory High Entropy Alloy

Guo Wei[1,2,3], Zhu Mengyuan[1,2], Zheng Weijie[1,2], Zhao Shiyang[1,2], Zhao Mi[4], Wu Shusen[1,2]

(1. State Key Laboratory of Material Processing and Die & Mould Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China)

(2. School of Materials Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China)

(3. Research Institute of Huazhong University of Science and Technology in Shenzhen, Shenzhen 518057, China)

(4. School of Aerospace Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: The microstructural evolution and mechanical properties of $MoNbVTa_{0.5}$ refractory high-entropy alloy (RHEA) under varying annealing temperatures and holding time were investigated. The results show that microstructural homogenization improves with the increase in annealing temperature at a fixed holding time of 24 h. However, annealing above 1500 °C induces the precipitation of (Nb,Ta)-rich phases, which deteriorates ductility. At 1400 °C, prolonged holding time enhances yield strength, while plastic strain initially increases and then decreases due to the pinning effect of precipitated phases. Notably, the RHEA after homogenization annealing at 1300 °C for 24 h achieves a synergistic improvement in strength and plasticity: the yield strength increases to 1530 MPa, and plastic deformation reaches 9.2%, representing a 58.6% enhancement compared to the RHEA at as-cast state.

Key words: refractory high-entropy alloys; heat treatment process; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Zhao Mi, Ph. D., Associate Professor, School of Aerospace Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, P. R. China, E-mail: zhaomi2018@hust.edu.cn