

形变及热处理对 GH3625 合金晶界特征分布的影响

高钰璧, 丁雨田, 陈建军, 许佳玉, 马元俊, 王兴茂

(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)

摘要: 在不改变 GH3625 合金化学成分的前提下, 通过晶界工程 (GBE) 优化和调控合金组织, 从而改善合金的高温组织稳定性以及使用可靠性。采用电子背散射衍射 (EBSD) 和取向成像显微技术 (OIM) 研究了形变热处理对 GH3625 合金晶界特征分布 (GBCD) 的影响。结果表明, GH3625 合金晶界特征分布的优化主要是通过再结晶过程中形成的 $\Sigma 3$ 晶界来实现的, 同时主要受冷变形量和退火条件的影响; GH3625 合金中低 Σ CSL 晶界比例随着冷变形量的增加而减小, 随着退火温度的升高而增加, 当合金在 $\epsilon=35\%$, 退火温度为 $1120\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 15 min 时, 低 Σ CSL 晶界比例可提高到 63.16% 以上 (Palumbo-Aust 标准); 此外, GH3625 合金中出现了大尺寸的晶粒团簇, 在晶粒团簇内的晶粒之间具有 $\Sigma 3$ 的取向关系; 晶粒团簇尺寸和内含 $\Sigma 3$ 晶界的数量随着冷变形量的增加而减小, 随着退火温度的升高而增加。

关键词: GH3625 合金; 形变热处理; 晶界特征分布; 晶界工程; 低 Σ CSL 晶界

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)11-3585-08

GH3625 合金是我国钢铁研究总院在美国国际镍公司 (International Nickel Company, INCO) 生产 Inconel 625 合金的基础上仿制研究而来的, 开发该合金的目的是为了研制出一种用于高强度主蒸气环境下的具有可焊性、可加工的高蠕变强度以及固溶强化型的管材合金, 它是以 Mo、Nb 为主要强化元素的固溶强化型 Ni-Cr 合金^[1-3]。由于该合金在 $600\sim 900\text{ }^\circ\text{C}$ 环境中工作时仍具有优异的综合力学性能和良好的耐腐蚀性以及抗氧化性能, 因而其合金管材被广泛应用于航空航天、燃气轮机和核电设备等领域, 是航空、航天、核能、石油以及化工领域热端部件的制造材料^[4-8]。随着热端部件对服役寿命和承温能力要求不断提高, 对 GH3625 合金管材的综合性能和耐腐蚀性能的要求更加苛刻。因此, 如何进一步提高 GH3625 合金的综合性能和耐腐蚀性能成为当前急需解决的问题。

在多晶体金属材料中, 晶界结构与性质强烈地影响着晶界迁动、溶质原子在晶界处的偏聚等现象以及材料的力学和物理性能等^[9,10]。因此, 改善材料晶界的结构、性质及其分布, 可有效地改善材料的力学性能^[11,12]。1984 年, Watanabe^[13]首次提出“晶界设计与控制 (Grain Boundary Design and Control, GBD)”理论以及随后发展而成的“晶界工程 (Grain Boundary Engineering, GBE)”概念^[14,15], 即通过适当的形变及热处理工艺, 提高材料的低 Σ 重位点阵 (Coincidence

Site Lattice, 低 Σ CSL 是指 $\Sigma \leq 29$) 晶界比例, 优化其分布, 从而改善材料与晶界有关的多种性能^[16-18]。

研究表明^[19,20], GBE 技术在不改变材料化学成分的前提下, 可以显著提高金属材料特殊晶界 (低 Σ CSL 晶界) 的比例来改善材料的性能, 已成功应用于具有低层错能的面心立方结构的镍基高温合金。赵清等^[21,22]通过研究形变及热处理对 Incoloy 825 合金晶界特征分布的影响, 发现合金在冷拔变形量为 5% , 退火温度为 $1050\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 10 min 时, 低 Σ CSL 晶界的比例可提高到 75% 以上, 同时形成大尺寸的“互有 $\Sigma 3$ ”取向关系晶粒的团簇”显微组织; 随着保温时间的延长, 低 Σ CSL 晶界的比例迅速增加, 且伴随着再结晶期间形成的大尺寸高孪晶晶界团簇显微组织, 然而, 随着保温时间的进一步延长, 晶界生长过程中低 Σ CSL 晶界的比例显著降低; 因此, 晶界工程是通过再结晶实现的, 而不是晶粒长大来实现。夏爽等^[23-27]通过研究 Inconel 690 合金晶界特征分布及其对晶界腐蚀的影响, 发现合金通过形变热处理可使低 Σ CSL 晶界比例显著提高, 同时形成大尺寸的晶界团簇, 并且低 Σ CSL 晶界比例高的样品比低 Σ CSL 晶界比例低的样品明显耐晶间腐蚀。刘峰等^[28]研究了形变热处理对 GH4169 合金显微组织和晶界分布特征的影响因素, 发现小变形量对特殊晶界形成促进作用最明显, 且形变量为 9.8% 时低 Σ CSL 晶界最高。郑媛等^[29]研究了在不同冷

收稿日期: 2018-11-05

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2017YFA0700703); 国家自然科学基金项目 (51661019); 甘肃省重大科技专项项目 (145RTSA004)

作者简介: 高钰璧, 男, 1991 年生, 博士生, 兰州理工大学材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050, E-mail: gaoyubi1991@126.com

轧及退火工艺下 Ni-Cr-W 系高温合金晶界特征分布的规律,发现合金在小变形量 ($\epsilon=10\%$) 下再结晶驱动力较小,再结晶所需时间较长,特殊晶界比例在长时间退火后达到最大值;而在大变形量 ($\epsilon=70\%$) 下再结晶完成所需时间较短,特殊晶界比例随退火时间延长先增加后减小。李钧等^[30]研究了晶界工程处理对 Incoloy 800 合金耐腐蚀性能和力学性能的影响,发现合金在 980 °C 保温 15 min 及冷轧 5% 后在 980 °C 保温 15 min,合金中 $\Sigma 3^n$ 晶界比例均有提高,使得耐晶间腐蚀能力和临界点蚀点位均显著提高,抗拉强度和屈服强度略有提高,断后伸长率则变化不大。

GH3625 属于低层错能、面心立方、奥氏体型镍基变形高温合金,因此可以通过形变及热处理来提高合金中低 Σ CSL 晶界比例,从而进一步提高合金的高温蠕变性能及耐腐蚀性能。但已有的报道鲜少对形变及热处理对 GH3625 合金晶界特征分布进行系统研究。本研究在不改变 GH3625 合金化学成分的前提下,借助扫描电镜电子背散射衍射 (EBSD) 和取向成像显微技术 (OIM) 研究通过形变及热处理来调控合金中特殊晶界比例及晶界特征分布 (Grain Boundary Character Distribution, GBCD),为提高 GH3625 合金综合性能和耐腐蚀性能提供理论支持。

1 实验

实验材料为 GH3625 合金热挤压管材,其化学成分 (质量分数,%) 为: Cr 21.77, Mo 8.79, Nb 3.75, Fe 3.68, Co 0.19, Ti 0.40, Al 0.21, Mn 0.2, C 0.042, Cu 0.06, P 0.006, S 0.0006, Ni 余量。为了研究形变及热处理对 GH3625 合金晶界特征分布的影响,首先在固溶处理后的热挤压管材切取 $\Phi 6 \text{ mm} \times 9 \text{ mm}$ 的圆柱试样,在室温条件下以 10^{-1} s^{-1} 的变形速率分别压缩 35%、50% 和 65%,随后进行退火处理。研究发现^[22],镍基变形高温合金晶界特征分布优化主要是在再结晶过程中形成低 CSL 晶界实现的。因此, GH3625 合金的退火温度选取在再结晶温度范围内,其退火温度分别为 1080、1100 和 1120 °C,保温时间为 15 min,随后空冷。

采用电解抛光方法制备试样,电解液分成为: 20% $\text{H}_2\text{SO}_4 + 80\% \text{CH}_3\text{OH}$ (体积比),在 20 V 直流源下抛光约 30 s。利用配备 EBSD 附件的 Quanta FEG 450 型热场发射扫描电子显微镜 (SEM) 对样品表面微区逐点进行扫描,扫描步长为 2.5 μm ,扫描区域为 1000 $\mu\text{m} \times 800 \mu\text{m}$,收集并标定背散射电子菊 Kikuchi 衍射花样,经系统处理后得到一系列晶体学信息。测试结果采用 HKL-Channel 5 软件分析处理,测量系统采用

Palumbo 和 Aust 的标准^[31] ($\Delta\theta_{\max}=15^\circ \Sigma^{-5/6}$,其中, $\Delta\theta_{\max}$ 是指实验中实际测量 CSL 取向关系与标准几何意义上的 CSL 取向关系之间的最大偏差角度) 确定晶界类型。同时,通过 EBSD 技术还确定了晶粒之间的取向差、取向关系及晶界晶面指数,计算出晶粒团簇内晶粒之间的取向关系。本实验采集菊 Kikuchi 衍射花样的标定率均在 95% 以上。

2 结果与分析

2.1 GH3625 合金晶界特征分布的影响

图 1 为不同冷变形量 GH3625 合金在 1080 °C 保温 15 min 的晶界特征分布图。由图可知,冷变形量影响 GH3625 合金中低 Σ CSL 晶界比例,在 $\epsilon=35\%$ 时, GH3625 合金的低 Σ CSL 晶界比例为 55.20%,其中 $\Sigma 1$ 为 3.37%, $\Sigma 3$ 为 44.36%, $\Sigma 9 + \Sigma 27$ 为 2.99%,其他低 CSL 为 4.48% (图 1a); 随着冷变形的增加, GH3625 合金的低 Σ CSL 晶界比例逐渐减小,其中 $\Sigma 1$ 晶界比例随着冷变形量的增加而逐渐增加 (图 1d)。这是因为在小变形量时,由于变形产生的位错密度较小,存储的形变能较低,合金在退火过程中主要以应力诱导晶界迁移为主,生成 $\Sigma 3$ 晶界;随着变形量的增加,位错密度提高,储存的形变能增加,合金在退火过程中,先前形成的低 Σ CSL 晶界获得充足的能量而发生晶界迁移生成一般的大角度晶界 (HAGBs),使得低 Σ CSL 晶界的比例下降^[32-34]。同时,冷变形量的程度越高,冷变形产生的位错越多,小角度晶界也就越多,这些形变产生的小角度晶界 (亚晶) 在退火过程中作为再结晶晶核并长大,因此在相同的退火条件下,小角度晶界随着冷变形量的增加而增加,而 $\Sigma 1$ 晶界是指晶粒取向差小于 15° 的晶界,也就是小角度晶界 (LAGBs)^[35]。

由图 1d 还可以看出, GH3625 合金的 $\Sigma 3^n$ 晶界比例在整体低 CSL 晶界比例中占 85% 以上,也就是说, GH3625 合金晶界特征分布的优化主要是通过再结晶过程中形成的 $\Sigma 3^n$ 晶界来实现的。这是因为 GH3625 合金是一种低层错能的面心立方金属,在室温或低温变形时,低层错能材料扩展位错宽度较宽,位错难于束集进行交滑移,从而增大了滑移的难度,但也降低了孪晶界的界面能,促进材料发生孪生变形。形变孪晶由此产生并进一步阻碍位错滑移,于是晶体中产生较大的应变能,为晶界在退火时有选择性地迁移提供驱动力,使得晶界发生重新取向,从而形成退火孪晶^[36]。而面心立方晶体孪生晶面是 $\{111\}$ 面,退火孪晶与母体晶粒有着 $\langle 111 \rangle / 60^\circ$ 的取向差关系,这正好是 $\Sigma 3$ 重位点阵关系^[37]。这就是导致图 1a~1c 中 $\Sigma 3$ 晶界比

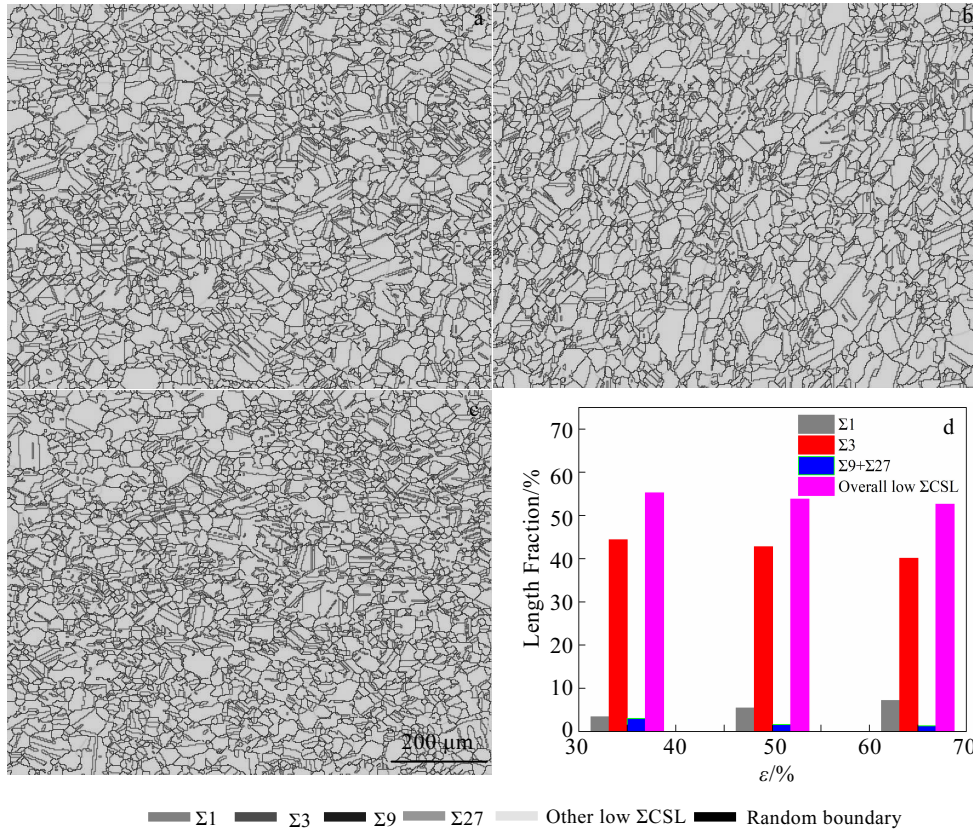


图 1 冷变形量对 GH3625 合金晶界特征分布的影响

Fig.1 Effect of cold deformation on grain boundary character distribution of Inconel 625 superalloy annealed at 1080 °C for 15 min under $\epsilon=35\%$ (a), $\epsilon=50\%$ (b), $\epsilon=65\%$ (c) and grain boundaries type (d)

例最大的原因。同时，GH3625 合金的 $\Sigma 3$ 晶界比例与 $\Sigma 9+\Sigma 27$ 晶界比例有很好的对应关系，当 $\Sigma 3$ 晶界比例高时， $\Sigma 9+\Sigma 27$ 晶界比例也相对较高。这是由于中低层错能的面立方金属经过形变热处理，晶界网络的显著特征就是产生大量的退火孪晶，而这些退火孪晶之间也有特定的取向关系，这些退火孪晶相遇就会衍生出多重孪晶界^[38,39]。

图 2 为冷变形 50% 的 GH3625 合金在不同退火温度下保温 15 min 的晶界特征分布图。由图可知，在 1080 °C 保温 15 min 时，GH3625 合金晶粒尺寸为 10.87 μm ，静态再结晶体积分数为 92.38 %，合金未发生完全再结晶。同时，合金中低 ΣCSL 晶界比例为 53.78 %，其中 $\Sigma 1$ 为 5.43%， $\Sigma 3$ 为 42.77 %， $\Sigma 9+\Sigma 27$ 为 1.61 %，其他低 CSL 为 3.97 % (图 2a)；随着退火温度的升高，GH3625 合金的晶粒尺寸、低 ΣCSL 晶界比例及静态再结晶体积分数逐渐增加，其中 $\Sigma 1$ 晶界比例随着退火温度的增加而逐渐减小 (图 2d)；当退火温度为 1120 °C 时，GH3625 合金静态再结晶体积分数为 96.24%，说明在此退火工艺条件下合金发生完全再结晶。这是

因为冷变形程度较大 ($\epsilon > 20\%$) 时，对于层错能较低的 GH3625 合金是通过某些位错密度很高的亚晶迁移、吞并相邻的变形基体和亚晶粒而成长为再结晶晶核^[40]；同时，较低的退火温度 (1180~1100 °C) 提供的热激活能低，再结晶发生的孕育期较长或者不发生再结晶，从而晶界迁移不易发生使得晶粒长大比较缓慢；较高的退火温度 (≥ 1120 °C) 提高的热激活能高，完成再结晶的时间较短，易形成规则的等轴晶且晶粒尺寸均匀，从而易发生晶粒迁移使得晶粒发生长大^[41]。因此，在冷变形量一定时，退火温度和退火时间的相互作用影响着低 ΣCSL 晶界比例的高低。

图 3 为不同变量及不同退火温度下 GH3625 合金晶界特征分布图。可以看到，通过形变及热处理后，GH3625 合金中 $\Sigma 3$ 晶界比例随冷变形量的增加而减小，随退火温度的升高而增加 (图 3a)；合金中 $\Sigma 9+\Sigma 27$ 晶界比例随冷变形量的增加而减小，当 $\epsilon=35\%$ 时随退火温度的升高而降低，当 $\epsilon \geq 50\%$ 时随退火温度的升高而升高 (图 3b)；GH3625 合金的低 ΣCSL 晶界比例随冷变形量的增加而降低，随退火温度的升高而增加 (图

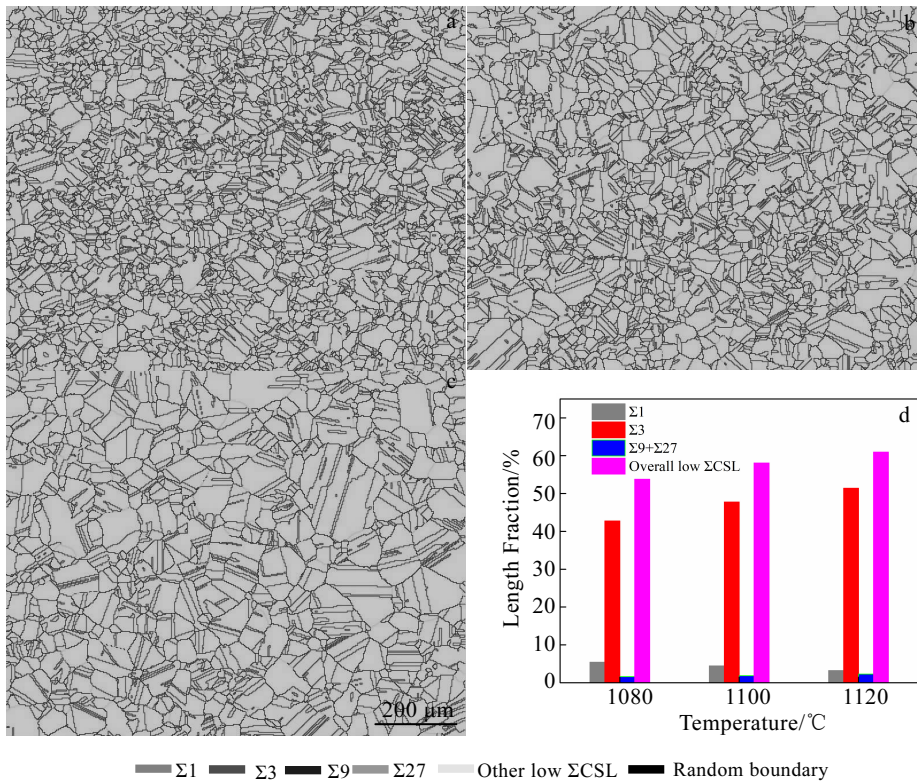


图 2 退火温度对 GH3625 合金管材晶界特征分布的影响

Fig.2 Effect of annealing temperature on grain boundary character distribution of Inconel 625 superalloy ($\epsilon=50\%$) held for 15 min at 1080 °C (a), 1100 °C (b), 1120 °C (c) and grain boundaries type (d)

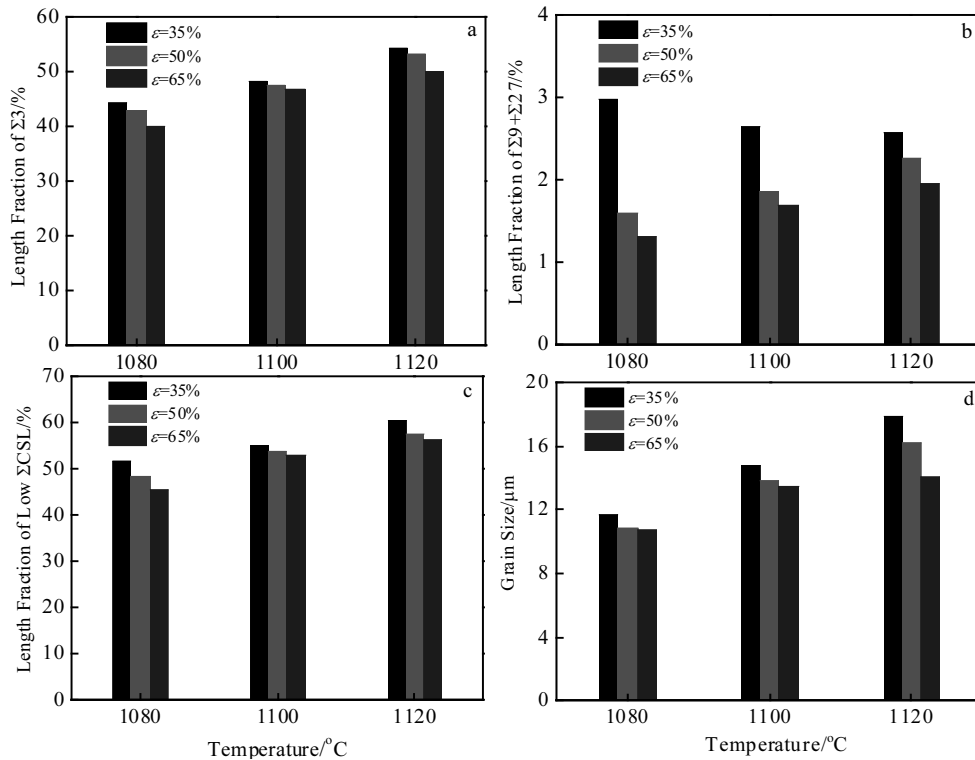


图 3 冷变形量及退火温度对 GH3625 合金晶界特征分布的影响

Fig.3 Effect of cold deformation and annealing temperature on length fraction of $\Sigma 3$ (a), $\Sigma 9 + \Sigma 27$ (b), overall low Σ CSL (c) and the grain size (d) of GH3625 superalloy

3c), 合金的晶粒尺寸随冷变形量的增加而减小, 随退火温度的升高而增加(图 3d); 当 $\epsilon=35\%$, $T=1120\text{ }^\circ\text{C}$, $t=15\text{ min}$ 时, 合金的低 ΣCSL 晶界比例最大, 为 63.16%, 其中 $\Sigma 1$ 为 2.74%, $\Sigma 3$ 为 54.28%, $\Sigma 9+\Sigma 27$ 为 2.58%, 其他低 CSL 为 3.56%(图 3), 且随着冷变形量的增加, 低 ΣCSL 晶界比例呈下降趋势。由此可知, GH3625 合金晶界特征分布主要受冷变形量和退火条件的影响。此外, 影响晶界特征分布的因素有很多, 如材料的层错能、材料原始的组织状态、织构以及加工道次等^[42-45], 例如, 材料的层错能越低生成退火孪晶的几率越高, $\Sigma 3$ 晶界的比例就越高^[42]; 随着原始晶粒尺寸的增大, 材料经形变热处理后, 其低 CSL 晶界比例显著下降^[44]。

2.2 晶粒团簇

在材料的显微组织中, 多重孪晶过程构成“互有 $\Sigma 3$ ”取向关系晶粒的团簇”的一块区域称为晶粒团簇, 是晶界工程(GBE)处理控制晶界网络分布的关键^[46-48], 其中 $(\Sigma 9+\Sigma 27)/\Sigma 3$ 的比值越高, 多重孪晶发展的越充分, 构成的 $\Sigma 3-\Sigma 3-\Sigma 9$ 或 $\Sigma 3-\Sigma 9-\Sigma 27$ 的三叉晶界阻断了随机晶界网络的连通性, 从而抑制了晶界的腐蚀和裂纹扩展, 提高了材料的抗晶间腐蚀和应力腐蚀的能

力^[15-16,24]。为了进一步研究形成晶粒团簇的原因, 分析了冷变形 65%的 GH3625 合金在 1120 $^\circ\text{C}$ 退火 15 min 的晶界特征分布图及晶粒团簇 I 和 II 内晶粒取向关系。图 4 为冷变形 65%的 GH3625 合金管材在 1120 $^\circ\text{C}$ 退火 15 min 管材的晶粒取向分布图、晶界特征分布图及晶粒团簇 I 和 II 的不同类型晶界图。如图 4 所示, 图 4c 和 4d 分别为图 4b 中方框区域 I 和 II 区域。从图 4b 中可以看出, 图 4c 中的 A~W 晶粒位于晶粒团簇 I 内; 图 4d 中的 1~10 晶粒位于晶粒团簇 2 内。晶粒团簇内有许多 $\Sigma 3$ ”晶界, 构成 $\Sigma 3-\Sigma 3-\Sigma 9$ 或 $\Sigma 3-\Sigma 9-\Sigma 27$ 三叉晶界, 如图 4c 中 A、B、C 晶粒构成的 $\Sigma 3-\Sigma 9-\Sigma 27$ 三叉晶界和 H、J、K 晶粒构成的 $\Sigma 3-\Sigma 3-\Sigma 9$ 三叉晶界; 图 4d 中 1、2、4 晶粒和 7、8、9 晶粒以及 6、7、10 晶粒构成的 $\Sigma 3-\Sigma 3-\Sigma 9$ 三叉晶界。这些特殊的三叉晶界将晶粒相互连接起来, 相邻晶粒之间都是 $\Sigma 3$ ”的晶界, 从而构成“互有 $\Sigma 3$ ”取向关系晶粒的团簇”的显微组织。

同时, 对晶粒团簇 I 和 II 内每 2 个相邻的晶粒取向进行分析, 可以得出以下结果, 如表 1 所示。从表 1 可以看出, 在同一个晶粒团簇内晶粒之间, 具有 $\Sigma 3$ ”的取向关系^[49]。这是由于 GH3625 合金是一种低层

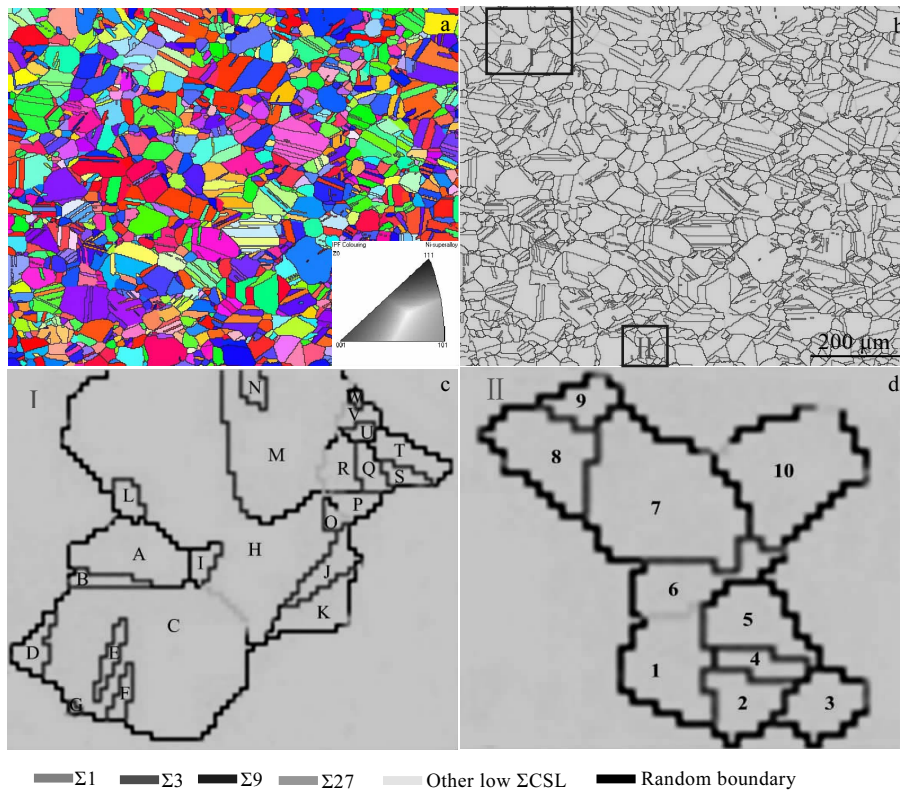


图 4 GH3625 合金管材的晶粒取向分布图、晶界特征分布图及晶粒团簇 I 和 II 的不同类型晶界图

Fig.4 Orientation distribution of the grains (a), distributions of grain boundaries (b) and different types of grain boundaries figures of grain-cluster I (c), and II (d) of Inconel 625 superalloy tube ($\epsilon=65\%$) annealed at 1120 $^\circ\text{C}$ for 15 min

表 1 晶粒团簇 I 和 II 内晶粒取向

Table 1 Grain boundary misorientations in grain-cluster I and II

Non-adjacent grains	Misorientation	Closest CSL	Deviation, $\Delta\theta/(\circ)$	Cluster
A/B	59.98° $[\bar{1}11]$	$\Sigma 3$	0.11	I
B/C	31.56° $[01\bar{1}]$	$\Sigma 27a$	0.31	I
A/C	38.92° $[0\bar{1}1]$	$\Sigma 9$	0.08	I
C/D	59.87° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.25	I
C/E	59.92° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.16	I
C/F	59.97° $[11\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.06	I
C/G	59.99° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.09	I
C/H	60.69° $[\bar{2}21]$	$\Sigma 17b$	2.86	I
H/I	59.98° $[111]$	$\Sigma 3$	0.14	I
H/J	59.99° $[111]$	$\Sigma 3$	0.07	I
H/K	39.06° $[01\bar{1}]$	$\Sigma 9$	0.03	I
J/K	59.89° $[1\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.05	I
H/L	59.99° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.12	I
H/M	59.92° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.05	I
M/N	59.91° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.06	I
H/O	59.95° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.06	I
O/P	60.00° $[11\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.08	I
H/O	59.95° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.06	I
P/R	38.84° $[\bar{1}\bar{1}0]$	$\Sigma 9$	0.2	I
P/Q	59.78° $[\bar{1}11]$	$\Sigma 3$	0.33	I
R/Q	59.94° $[1\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.06	I
M/R	40.23° $[1\bar{3}1]$	$\Sigma 23$	1.34	I
M/V	51.04° $[110]$	$\Sigma 11$	3.54	I
U/V	59.92° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.07	I
S/Q	56.83° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	2.30	I
S/T	59.96° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.13	I
V/W	59.90° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.05	I
1/2	59.98° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.05	II
2/3	40.94° $[01\bar{1}]$	$\Sigma 9$	3.35	II
3/4	59.95° $[1\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.11	II
1/4	38.93° $[101]$	$\Sigma 9$	0.13	II
1/5	59.89° $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.04	II
4/5	59.90° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.11	II
1/6	54.44° $[0\bar{1}1]$	$\Sigma 11$	1.10	II
6/7	58.04° $[111]$	$\Sigma 3$	3.81	II
7/10	38.89° $[\bar{1}\bar{1}0]$	$\Sigma 9$	0.14	II
6/10	59.98° $[\bar{1}11]$	$\Sigma 3$	0.11	II
7/8	59.93° $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.25	II
8/9	59.95° $[1\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.05	II
7/9	38.96° $[\bar{1}10]$	$\Sigma 9$	0.07	II

错能面心立方金属，在新生晶粒长大期间很容易形成退火孪晶，晶界迁移时不断产生退火孪晶，依次形成第 1 代孪晶、第 2 代孪晶和更高代次的孪晶，从而构成很长的孪晶链^[50,51]，它们之间会形成 $\Sigma 3''$ 的取向关系。此外，晶粒团簇尺寸和内含 $\Sigma 3''$ 晶界的数量随冷变形量的增加而减小，随着退火温度的升高而增加。

3 结 论

1) GH3625 合金管材中低 Σ CSL 晶界的比例随着冷变形量的增加而减小，随着退火温度的升高而增加。故在小变形量下升高退火温度时能够产生更多的低 Σ CSL 晶界，低 Σ CSL 晶界比例在 $\epsilon=35\%$ 下退火条件为 1120 °C 保温 15 min 时最大值为 63.16%。

2) GH3625 合金中出现了晶粒团簇，在晶粒团簇内的晶粒之间具有 $\Sigma 3''$ 的取向关系；同时，晶粒团簇尺寸和内含 $\Sigma 3''$ 晶界的数量随着冷变形量的增加而减小，随着退火温度的升高而增加。

参考文献 References

[1] Zhang Hongbin(张红斌). *Special Steel Technology*(特钢技术)[J], 2000(3): 69

[2] Ye Jun(冶 军). *Nickel Base Superalloy*(美国镍基高温合金)[M]. Beijing: Science Press, 1978: 228

[3] Espallargas N, Mischler S. *Tribology International*[J], 2010, 43(7): 1209

[4] Mathew M D, Parameswaran P, Rao K B S. *Materials Characterization*[J], 2008, 59(5): 508

[5] Mohr J C. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 1995, 26(5): 1273

[6] Floreen S, Fuchs G E, Yang W J. *Superalloys*[J], 1994, 718(625): 13

[7] Chakravartty J K, Singh J B, Sundararaman M. *Materials Science & Technology*[J], 2013, 28(6): 702

[8] Mitra J, Dubey J S, Banerjee S. *Scripta Materialia*[J], 2003, 49(12): 1209

[9] Zhao Man(赵 漫), Chai Linjiang(柴林江), Yuan Shanshan(袁珊珊) et al. *Journal of Chongqing University of Technology (Natural Science)*(重庆理工大学学报)[J], 2018(1): 135

[10] Fang Xiaoying(方晓英), Wang Weiguo(王卫国), Zhou Bangxin(周邦新). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(8): 1500

[11] Shimada M, Kokawa H, Wang Z J et al. *Acta Materialia*[J], 2002, 50(9): 2331

[12] Lin P, Palumbo G, Erb U et al. *Scripta Metallurgica Et Materialia*[J], 1995, 33(9): 1387

- [13] Watanabe T. *Res Mechanica*[J], 1984, 11(1): 47
- [14] Lehockey E M, Palumbo G, Lin P. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 1998, 29(12): 3069
- [15] Cheung C, Erb U, Palumbo G. *Materials Science & Engineering A*[J], 1994, 185(1-2): 39
- [16] Feng Wanli(冯万里), Zhang Lefu(张乐福), Ma Mingjuan(马明娟). *Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection(中国腐蚀与防护学报)*[J], 2012, 32(4): 296
- [17] Wisniewski A, Beddoes J. *Materials Science & Engineering A*[J], 2009, S510-511(18): 266
- [18] Hong H U, Kim I S, Choi B G *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2009, 517(1-2): 125
- [19] Detrois M, Mccarley J, Antonov S *et al. High Temperature Technology*[J], 2016, 33(4-5): 310
- [20] Mccarley J, Helmink R, Goetz R *et al. Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2017, 48(4): 1666
- [21] Zhao Qing(赵清), Xia Shaung(夏爽), Zhou Bangxin(周邦新) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2015, 51(12): 1465
- [22] Bai Q, Zhao Q, Xia S *et al. Materials Characterization*[J], 2017, 123: 178
- [23] Xia Shuang(夏爽), Zhou Bangxin(周邦新), Chen Wenjue(陈文觉). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2008, 37(6): 999
- [24] Xia Shuang(夏爽), Zhou Bangxin(周邦新), Chen Wenjue(陈文觉). *Journal of Chinese Electron Microscopy Society(电子显微学报)*[J], 2008, 27(6): 461
- [25] Li Hui(李慧), Xia Shuang(夏爽), Zhou Bangxin(周邦新) *et al. Materials China(中国材料进展)*[J], 2011, 30(5): 11
- [26] Xia S, Zhou B X, Chen W J. *Journal of Materials Science*[J], 2008, 43(9): 2990
- [27] Xia S, Li H, Liu T G *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2011, 416(3): 303
- [28] Liu Feng(刘峰), Kang Jinke(康进科), Ma Cong(马聪) *et al. Heat Treatment of Metals(金属热处理)*[J], 2017, 42(2): 11
- [29] Zheng Yuan(郑媛), Hu Rui(胡锐), Li Jinshan(李金山) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2013, 42(4): 766
- [30] Li Jun(李钧), Su Cheng(苏诚), Zhang Lei(张磊) *et al. Journal of Shanghai University (Natural Science)(上海大学学报, 自然科学版)*[J], 2013, 19(5): 540
- [31] Palumbo G, Aust K T, Lehockey E M *et al. Scripta Materialia*[J], 1998, 38(11): 1685
- [32] Fang X, Zhang K, Guo H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 487(1): 7
- [33] Tan L, Allen T R, Busby J T. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2013, 441(1-3): 661
- [34] Kumar B R, Das S K, Mahato B *et al. Materials Science & Engineering A* [J], 2007, 454(16): 239
- [35] Liu B, Raabe D, Eisenlohr P *et al. Acta Materialia*[J], 2011, 59(19): 7125
- [36] Randle V. *Acta Materialia*[J], 1999, 47(15-16): 4187
- [37] Randle V. *The Role of the Coincidence Site Lattice in Grain Boundary Engineering*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1996
- [38] Schuh C A, Kumar M, King W E. *Acta Materialia*[J], 2003, 51(3): 687
- [39] Gertsman V Y, Jr C H H. *Interface Science*[J], 2003, 11(4): 403
- [40] Song Weixi(宋维锡). *Metallography(金属学)*[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1989: 194
- [41] Tan L, Allen T R. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2005, 36(7): 1921
- [42] Mccarley J, Helmink R, Goetz R *et al. Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2017, 48(4): 1666
- [43] Tan L, Sridharan K, Allen T R. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2007, 371(1): 171
- [44] Liu T, Xia S, Li H, *et al. Journal of Materials Research*[J], 2013, 28(9): 1165
- [45] Akhiani H, Nezakat M, Sanayei M *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2015, 626: 51
- [46] Xia Shuang(夏爽), Luo Xin(罗鑫), Zhou Bangxin(周邦新) *et al. Journal of Chinese Electron Microscopy Society(电子显微学报)*[J], 2010, 29(1): 17
- [47] Xia S, Zhou B, Chen W. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2009, 40(12): 3016
- [48] Liu T, Xia S, Wang B *et al. Materials & Design*[J], 2016, 112: 442
- [49] Kopecky C V, Andreeva A V, Sukhomlin G D. *Acta Metallurgica Et Materialia*[J], 1991, 39(7): 1603
- [50] Gottstein G. *Acta Materialia*[J], 1984, 32(7): 1117
- [51] Berger A, Wilbrandt P J, Ernst F *et al. Progress in Materials Science*[J], 1998, 32(1): 1

Effect of Thermo-Mechanical Processing on Grain Boundary Character Distribution of GH3625 Superalloy

Gao Yubi, Ding Yutian, Chen Jianjun, Xu Jiayu, Ma Yuanjun, Wang Xingmao

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

Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

Abstract: With this prerequisite that the chemical composition of GH3625 alloy will not be changed, the high temperature microstructure stability and service performance reliability of alloys are improved by optimizing grain boundary engineering (GBE) and controlling the microstructure of alloys. The effect of thermal-mechanical processing on the grain boundary character distribution (GBCD) of GH3625 superalloy was investigated by the electron backscattered diffraction (EBSD) technique and orientation image microscopy (OIM). The results show that the optimization of the grain boundary character distribution (GBCD) of GH3625 superalloy is mainly achieved by $\Sigma 3^n$ grain boundaries formed during the recrystallization process, and is mainly affected by the cold deformation and annealing process. The length fraction of low Σ CSL grain boundaries in GH3625 superalloy decreases with the increase of cold deformation, while increases with the increase of annealing temperature. Meanwhile, the length fraction of low Σ CSL (coincident site lattice, $\Sigma \leq 29$ by Palumbo-Aust criterion) grain boundaries increases to more than 63.16% after 35% cold deformed and subsequent annealing at 1120 °C for 15 min. In addition, large sized grain-clusters appear in GH3625 superalloy, and boundaries have $\Sigma 3^n$ misorientations inside the grains-cluster. The size of the grain-clusters and the amount of $\Sigma 3^n$ grain boundaries inside the grains-cluster decrease with the increase of cold deformation, but increase with the increase of annealing temperature.

Key words: GH3625 alloy; thermo-mechanical processing; grain boundary character distribution; grain boundary engineering; low Σ CSL grain boundary

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