

# Haynes230 镍基合金的高温拉伸变形行为

金 丹, 龙浩跃, 韩高枫, 金 锐

(沈阳化工大学, 辽宁 沈阳 110142)

**摘 要:**针对 Haynes230 镍基合金进行了不同温度下的拉伸实验,采用电子背散射衍射(Electron backscattered diffraction, EBSD)技术研究了该材料高温下的拉伸变形行为的微观机理。结果表明: Haynes 材料在 800 °C 以内有较高的抵抗塑性变形的能力; 650 °C 温度下, 材料表现出了明显的动态应变时效(dynamic strain aging, DSA)现象, 700 和 800 °C 下的 DSA 效应相差不多, 760 °C 下的 DSA 效应最弱。DSA 效应的强化作用, 使得 650 °C 下合金仍保持较高的强度, 且 800 °C 抗拉强度与 760 °C 的相比下降不多。EBSD 结果表明, 室温下断口附近组织出现了大量的变形孪晶, 晶粒取向以<111>为主; 650 °C 下断口附近组织的<111>取向特征更为明显, 且晶界发生了弯曲变形, 对位错运动的阻力增加; 随着温度增加, 断口附近在晶间和晶内均出现了动态再结晶晶粒。

**关键词:** Haynes230 镍基合金; 抗拉强度; 动态应变时效; 晶粒取向

中图分类号: TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)08-3013-05

Haynes230 属于 Ni-Cr-W 系固溶强化型高温合金, 具有良好的高温强度、优良的抗氧化性等, 主要用于制造电力、化工及航空航天等行业的各种部件, 如航空涡轮发动机、地面燃气轮机中的导向叶片等零部件<sup>[1]</sup>。

针对 Haynes230 合金的组织结构, 刘悦等<sup>[2]</sup>进行了一些研究, 结果表明该合金经固溶处理后, 碳化物部分溶解后随机分布在晶界处, 进而影响了不同温度下合金的性能。此外, Hrutkay 等<sup>[3]</sup>针对 Haynes230 合金在 25~950 °C 的温度范围内观察到了屈服应力异常现象, 并分析了该现象与应变速率的关系。高佩等<sup>[4]</sup>针对 Haynes230 合金进行了温度 1000~1250 °C 范围内的热拉伸试验, 结果表明: 该材料在 1175 °C 时发生完全动态再结晶, 但当温度升至 1250 °C 时由于部分晶粒异常长大导致合金塑性急剧降低。此外, 还有针对该材料疲劳性能的研究等<sup>[5]</sup>, 在疲劳过程中, 在特定温度和一定应变幅值下, 材料表现出了动态应变时效。Barrett 等<sup>[6]</sup>研究了在不同温度范围、应变范围、应变比及应变率范围的单轴疲劳实验中的动态应变时效(DSA)效应, 但仅基于宏观结果讨论了 DSA 的循环周次相关性。针对碳钢、不锈钢的 DSA 现象机理的研究基本达成了共识, 但针对镍基合金材料 DSA 特性的研究有待深入<sup>[7]</sup>。综上所述, 国内外针对 Haynes230 合金研究集中在工艺及组织结构方面, 对疲劳及蠕变方面的研究多限于宏观层面, 缺少对材料变形的微观机理的研究。

本研究针对 Haynes230 合金棒材进行不同温度下的拉伸实验, 利用 EBSD 技术分析合金拉伸断口附近的微观组织, 分析材料在不同温度的微观变形机理, 其研究结果可为实际工业生产提供基础理论数据, 从而指导新产品的开发。

## 1 实 验

实验用材料为哈氏合金公司生产的 Haynes230 镍基合金棒材, 材料化学成分如表 1 所示, 具体尺寸如图 1 所示。

采用三思泰提(MTS)试验机对 Haynes230 镍基合金试样进行不同温度下的拉伸实验, 温度分别为室温、650、700、760 和 800 °C, 温度由点焊在试件表面的 K 型热电偶精确控制, 控制精度  $\pm 2$  °C。采用引伸计进行应变测量, 为提高实验控制精度, 弹性部分采用力控制, 而塑性部分采用位移控制, 应变速率为  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 。拉伸试验完成后, 采用 EBSD 技术观测试样端部的基体和拉伸实验后的断口附近组织结构。所有样品均安装在环氧树脂中, 经磨削抛光后进行 EBSD 测量。EBSD 测量在 20 kV 的加速电压下进行, 精细扫描步长取 0.2  $\mu\text{m}$ , 粗扫描时取步长 2  $\mu\text{m}$ 。使用 OIM Analysis™用于后续数据处理分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 实验结果

收稿日期: 2021-08-05

基金项目: 国家自然科学基金(11102119); 辽宁省自然科学基金(201602586)

作者简介: 金 丹, 女, 1976 年生, 博士, 教授, 沈阳化工大学, 辽宁 沈阳 110142, E-mail: jindan1976@syuct.edu.cn

表 1 Haynes230 镍基合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of Haynes230 nickel base superalloy (ω/%)

Ni	Cr	Co	Mo	W	Fe	Si	C	B	Others
53	22	5	2	14	3	0.4	0.1	0.015	0.485

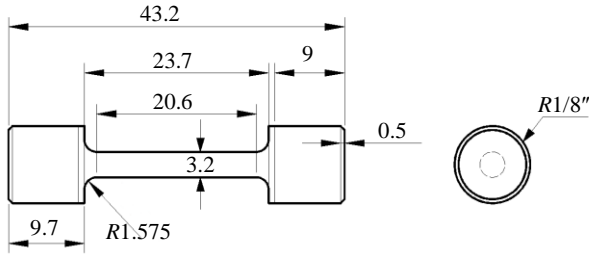


图 1 试样尺寸

Fig.1 Specimen size

Haynes230 镍基合金在不同温度下拉伸实验的结果如图 2 所示，具体拉伸性能如表 2 所示。

材料的塑性随着温度的升高而有所降低，室温下材料伸长率达 38%，但随着温度升至 650、700 °C 时，材料的伸长率分别为 32% 和 29%，当温度升至 800 °C 时，材料伸长率降低至 16%。这是因为 Haynes230 合金由面心立方晶格构成，属于非脆脆材料，在较低温度下有着更好地强度、塑性和韧性<sup>[8]</sup>。

此外，温度的升高导致了材料弹性模量的降低。室温下的弹性模量为 204 GPa，但随着温度增加至 650、

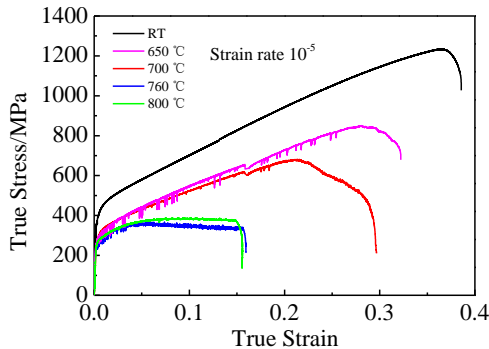


图 2 Haynes230 镍基合金不同温度下的真应力-真应变曲线

Fig.2 True stress-strain curves of Haynes230 nickel base superalloy at different temperatures

表 2 Haynes230 镍基合金不同温度下的拉伸性能

Table 2 Tensile properties of Haynes230 nickel base superalloy at different temperatures

Temperature/°C	RT	650	700	760	800
$\sigma_b$ /MPa	1227	847	680	388	352
$\delta$ /%	38	32	29	-	16
$E$ /GPa	204	171	167	165	159

700、760 °C 时，弹性模量分别为 171、167 和 165 GPa，甚至当温度升至 800 °C 时，弹性模量降至 159 GPa，较室温时的值降低 22%。弹性模量反映了原子间结合力的大小，温度升高使原子间距增大，原子间结合力减弱，弹性模量降低<sup>[9]</sup>。

## 2.2 DSA 效应分析

从图 2 中可以看出，高温下材料发生了 DSA 效应，且 DSA 具有明显的温度相关性，即 650 °C 时的 DSA 效应较 700、760 和 800 °C 下的现象更为显著。DSA 现象的实质是材料中溶质原子与位错的交互作用。Haynes230 合金中含有大量的 Ni 和 Cr 溶质原子，在拉伸变形的过程中 Ni 和 Cr 溶质原子向被阻碍的位错偏聚，产生了钉扎作用，增大了位错运动的阻力，宏观表现为应力升高；位错通过热激活等方式克服阻碍，脱离钉扎，宏观表现为应力下降<sup>[10]</sup>。采用锯齿数量和最大应力跌幅来分析 DSA 效应的程度，如图 3 所示。从图 3 可以看出，650 °C 时锯齿数量最多，有 109 个，最大应力跌幅约 55 MPa；随温度升高至 700 和 760 °C，锯齿数量分别为 37 和 2，最大应力跌幅明显减小，分别为 25 和 16 MPa；但当温度增加到 800 °C 时，锯齿数量达到 22，最大应力跌幅增至 35 MPa，与 700 °C 时的结果相差不多。

从图 2 还可以看出，Haynes230 镍基合金抗拉强度在室温时达到 1227 MPa，650 °C 时的抗拉强度为 847 MPa，与室温时相比仅下降了约 31%；随着温度升高至 760 和 800 °C，抗拉强度分别为 388 和 352 MPa，与室温相比下降了约 68% 和 71%。相比较而言，650 °C 下材料的抗拉强度下降的不够显著，分析其原因或许与该温度下发生了显著的 DSA 现象相关<sup>[11]</sup>。发生 DSA 效

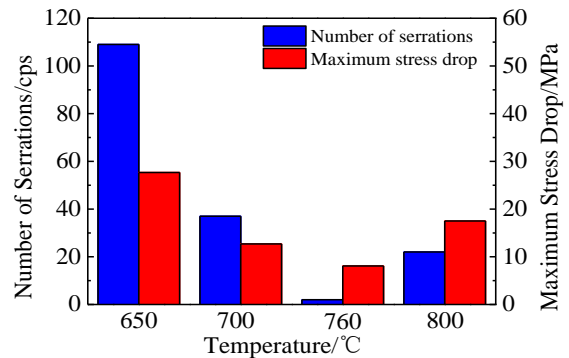


图 3 锯齿数量和最大应力跌幅

Fig.3 Number of serration and maximum stress drop

应时, 受钉扎作用的位错成为新的位错源, 位错脱钉需要更大的外力作用, 从而促使更多位错源开动, 提高了位错的密度; 同时 DSA 还促进割阶、不动位错等障碍的形成, 进一步阻碍位错运动, 最终表现为 650 °C 下仍具有较高的抗拉强度; 而在 700 °C 后, 尤其是在 760 °C, DSA 现象较弱, 材料的抗拉强度降低得较为明显, 较 650 °C 时的抗拉强度降低 459 MPa, 较室温下降 839 MPa。

从微观上来说, Haynes230 合金从室温升至 650 °C 时, 合金中位错的运动和溶质原子气团的运动不断加快, 材料发生了显著的 DSA; 随着温度进一步升高, 合金中再结晶软化机制开始起作用, 使位错密度显著降低, 抑制了 DSA 的发生; 当温度升至 800 °C 时, 晶界可动性进一步提高, 促进了动态再结晶的发生, 位错运动阻碍增加, 再次促进了 DSA 的发生, 提高了合金强度, 这也使材料在 800 °C 时的抗拉强度与 760 °C 的抗拉强度相差不多。

从 4 个温度下的锯齿数量和最大应力跌幅量的比较来看, 760 °C 时材料表现出了 DSA 异常的情况。先前研究表明, 该材料在 760 °C 下表现出了异常屈服现象, 二者之间的关联情况并不清楚。

### 2.3 拉伸变形的温度相关性分析

EBSD 测量结果如图 4 所示。测量时试样放置如图 4 示意坐标系所示, 其中水平坐标表示伸长方向 (longitudinal direction, LD), 垂直坐标表示横向

(transverse direction, TD)。

室温基体组织如图 4a 所示。可以看出, 晶粒取向随机分布, 平均晶粒尺寸为 78  $\mu\text{m}$ ; 此外, 还观察到粗大的、贯穿晶粒的退火孪晶。经分析, 基体晶界取向角在 15°~57° 之间, 占比 0.417; 退火孪晶界取向角在 58°~62° 之间, 占比 0.532, 退火孪晶占比较大, 有助于提高合金的强度<sup>[12]</sup>。

室温下拉伸断口附近组织如图 4b 所示。与基体组织相比, 室温下的断口附近组织出现了较为明显的择优取向, 以 <111> 取向为主, 同时存在一定数量的 <001> 取向, <101> 取向的晶粒基本消失, 同时出现了大量的变形孪晶。650 °C 下的拉伸断口附近组织如图 4c 所示, 其 <111> 取向的择优取向更为明显, <001> 取向占比进一步降低, 这一趋势与细晶铜的研究结果相一致<sup>[13]</sup>。700 °C 下的拉伸断口附近组织如图 4d 所示。与 650 °C 相比, 700 °C 下的拉伸断口附近组织, 在晶间和晶内均出现了一些细小的动态再结晶晶粒。760 °C 下的拉伸断口附近组织如图 4e 所示。图中可明显观察到晶粒沿拉伸方向变形伸长, 呈纤维组织; 同时, 晶界处存在大量细小的再结晶晶粒。800 °C 下的拉伸断口附近组织如图 4f 所示。与 760 °C 相比, 再结晶晶粒含量进一步增加, 晶界处的再结晶晶粒已经成链状组织; 此外, 在 800 °C 的断口附近还存在一些破碎的晶粒。

室温下 Haynes230 合金的变形以位错滑移及孪生为主, 并存在一定的晶粒转动。由于温度较低, 支持晶粒

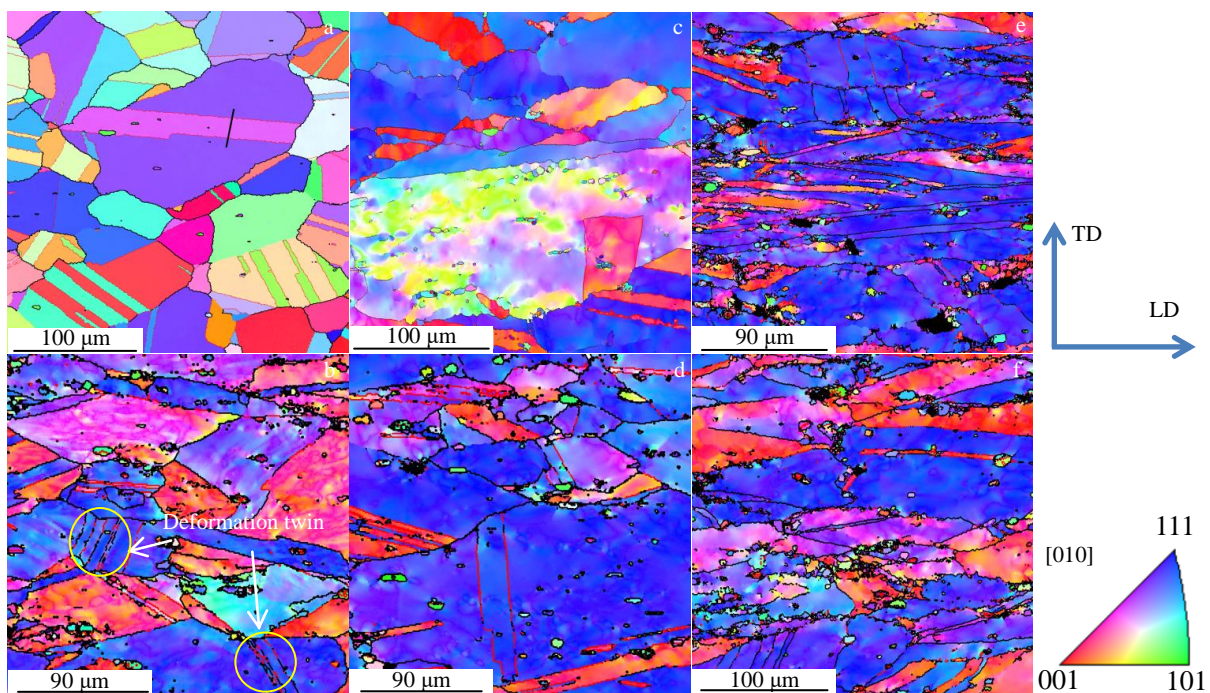


图 4 Haynes230 镍基合金 EBSD 实验观测结果

Fig.4 Experimental observation of EBSD of Haynes230 nickel base superalloy: (a) base, (b) RT, (c) 650 °C, (d) 700 °C, (e) 760 °C, and (f) 800 °C

转动的能量不足, 导致室温下晶粒的择优取向并不完全。随着变形量的增加, 位错密度增加, 位错遇到缺陷及析出相时受到阻碍作用亦增加, 材料具有较高的强度; 同时, 随着变形的继续, 变形孪晶含量增加, 完全变形孪晶贯穿晶粒, 起到了细晶强化的作用。综合以上因素, 导致材料在室温下存在较长的加工硬化阶段, 以及高达 1227 MPa 的抗拉强度。

当温度升高到 650 °C, Haynes230 合金的强度较室温仅下降约 31%, 合金仍保持着较长的加工硬化阶段和近 850 MPa 抗拉强度, 较高的抗拉强度或许与发生了明显的 DSA 效应相关。当温度升高到 700 °C 时, 抗拉强度较室温降低了约 45%。此外, 该温度下, 出现了再结晶, 起到软化作用, 导致位错密度下降, DSA 现象并不显著<sup>[14,15]</sup>。但因温度较低, 再结晶行为并不活跃, 所以再结晶晶粒含量较少, 软化作用并不占主导地位, 材料仍有一定的加工硬化阶段, 以及较高的抗拉强度。

在 760 °C 拉伸时, Haynes230 合金的变形机制除位错滑移外, 晶粒及晶间变形也占了相当大的比重, 晶粒被沿拉伸方向拉长, 因此在图 4e 中观察到明显纤维状组织。温度的升高使材料强度进一步降低, 也使动态再结晶发生的临界位错密度降低, 再结晶晶粒含量增加; 位错密度的降低, 抑制了 DSA 的发生, 增强了软化作用。这些因素导致 Haynes230 合金在 760 °C 下几乎不存在稳定的加工硬化阶段, 其抗拉强度较 700 °C 有大幅下降, 仅有 388 MPa。

对比图 4f 和图 4e 可以发现, 800 与 760 °C 的拉伸断口相差不大, 区别主要在于动态再结晶晶粒含量。800 °C 下材料动态再结晶临界位错密度进一步降低, 同时高温亦提高了晶界可动性, 使晶界变得凹凸不平, 为再结晶提供了大量的形核位置<sup>[16]</sup>。晶界处的链状再结晶组织使材料内的晶界占比增加, 提高了位错运动的阻力, 又促进了 DSA 的发生, 这使得 800 与 760 °C 的抗拉强度相比仅降低 36 MPa。

### 3 结 论

1) Haynes230 镍基合金抗拉强度在室温时为 1227 MPa, 在 650 和 800 °C 时抗拉强度较室温时分别下降了 31% 和 71%。材料的弹性模量随着温度的升高而降低, 800 °C 下的弹性模量较室温时的值降低 22%, 这与原子间距随着温度的升高而增大有关。

2) 在 650~800 °C 温度范围内, Haynes 材料表现出了 DSA 效应。从锯齿数量和最大应力跌幅值比较来看, 650 °C 时 DSA 效应最为显著, 锯齿数量最达 109 个, 最大应力跌幅为 55 MPa; 700 和 800 °C 下的 DSA 效应相差不多, 760 °C 下的 DSA 效应最弱。DSA 效应对合金有强

化作用, 使得 650 °C 下合金仍保持较高的强度, 且 800 与 760 °C 的抗拉强度相比下降不多。

3) EBSD 结果表明, 室温基体组织晶粒取向呈随机分布特征, 退火孪晶占比较大; 断口附近组织出现了大量的变形孪晶, 晶粒取向以  $\langle 111 \rangle$  为主。650 °C 下拉伸断口附近组织的  $\langle 111 \rangle$  取向特征更为明显, 且晶界发生了弯曲变形, 增加了位错运动阻力。当温度超过 700 °C, 断口附近在晶间和晶内均出现了动态再结晶晶粒。

### 参考文献 References

- [1] Lv Chuntang(吕春堂). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Shenyang: Shenyang University of Chemical Technology, 2019
- [2] Liu Yue(刘悦), Xiong Jiankun(熊建坤), Zhao Haiyan(赵海燕) et al. *Transactions of the China Welding Institution*(焊接学报)[J], 2017, 38(8): 82
- [3] Hrutkay K, Kaoumi D. *Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 599: 196
- [4] Gao Pei(高佩), Chen Xiaonong(程晓农), Luo Rui(罗锐). *Journal of Plasticity Engineering*(塑料工程学报)[J], 2020, 27(10): 83
- [5] Tan Jibo(谭季波), Wu Xinqiang(吴欣强), Han Enhou(韩恩厚). *Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection*(中国腐蚀与防护学报)[J], 2012, 32(6): 437
- [6] Barrett P R, Ahmed R, Menon M et al. *International Journal of Solids and Structures*[J], 2016, 88-89: 146
- [7] Pu Enxiang, Zheng Wenjie, Song Zhigang et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2017, 699: 88
- [8] Li Hongying(李红英). *Modern Mining*(现代矿业)[J], 2011, 27(4): 113
- [9] Wang Xuewu(王学武). *Mechanical Properties of Metal*(金属力学性能)[M]. Beijing: China Machine Press, 2010: 4
- [10] McCormick P G. *Acta Metallurgica*[J], 1972, 20(3): 351
- [11] Soares G C, Queiroz R R U, Santos L A. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2020, 51(2): 371
- [12] Hu Jiangqiao(胡江桥). *Science & Technology Information*(科技资讯)[J], 2013, 23: 4
- [13] Guo Tingbiao(郭廷彪). *Thesis for Doctor*(博士论文)[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2010
- [14] Wang Yan(王岩). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2008
- [15] Peng Conghui(彭聪辉), Chang Hui(常辉), Hu Rui(胡锐) et al. *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2011, 31(2): 8
- [16] Li Shaoqiang(李少强), Hu Shengshuang(胡生双), Gong Zhanpeng(弓站朋) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(9): 3045

## High Temperature Tensile Deformation Behavior of Haynes230 Nickel Base Superalloy

Jin Dan, Long Haoyue, Han Gaofeng, Jin Kai

(Shenyang University of Chemical Technology, Shenyang 110142, China)

**Abstract:** Tensile experiments were conducted at different temperatures for the Haynes230 nickel-based alloy, and the microscopic mechanism of the tensile deformation behavior at high temperatures was investigated using electron backscattered diffraction (EBSD) technique. It is shown that Haynes materials have a high resistance to plastic deformation until 800 °C. At 650 °C, the materials show a significant dynamic strain aging (DSA) phenomenon, and the DSA effect is similar at 700 and 800 °C, and the DSA effect is weakest at 760 °C. The strengthening effect of DSA effect makes the alloy still maintain high strength at 650 °C, and the tensile strength at 800 °C does not decrease much compared with that at 760 °C. The EBSD results show that a large number of deformed twins appear near the fracture at room temperature, and the grain orientation is dominated by <111>; the <111> orientation of the tissue near the fracture is more obvious at 650 °C, and the grain boundaries are bent and deformed, which increases the resistance to dislocation movement; with the increase of temperature, dynamic recrystallization grains appear in the intergranular and intracrystalline areas near the fracture.

**Key words:** Haynes230 nickel base superalloy; tensile strength; DSA; grain orientation

---

Corresponding author: Jin Dan, Ph. D., Professor, School of Mechanical and Power Engineering, Shenyang University of Chemical Technology, Shenyang 110142, P. R. China, E-mail: jindan1976@syuct.edu.cn