

# 核级 IN718 高温合金中混晶原因及其对力学性能的影响

李奥迪<sup>1,2,3</sup>, 梁田<sup>2,3</sup>, 张学粮<sup>4</sup>, 赵霞<sup>2,3</sup>, 王惠生<sup>4</sup>, 陈嘉诚<sup>4</sup>, 马颖澈<sup>2,3</sup>

(1. 中国科学技术大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心, 辽宁 沈阳 110016)

(3. 中国科学院 核用材料与安全评价重点实验室, 辽宁 沈阳 110016)

(4. 中广核铀业发展有限公司 中广核先进燃料研制中心, 广东 阳江 529500)

**摘要:** 通过设计不同初轧温度及变形量, 研究了不同热轧工艺参数及轧后热处理对核级 718 合金组织和拉伸性能的影响。结果表明, 在初轧温度低于 1150 °C 且热变形量低于 90% 的条件下, 组织中出现大量拉长晶, 并降低合金的延伸率; 当初轧温度达到 1150 °C 或热变形量达到 90% 时, 可以得到均匀的等轴晶组织。轧后板材进行 990 °C 固溶处理后,  $\delta$  相析出并对晶界产生钉扎作用, 形成了混晶显微组织且在标准时效处理后在 315 °C 时屈服强度、抗拉强度均值可达到 1050 MPa 和 1238 MPa, 断后伸长率高达 26%; 当进行 1020 °C 固溶处理后可得长大的等轴晶粒, 标准时效处理后在 315 °C 时屈服强度、抗拉强度均值可达到 985 MPa 和 1175 MPa, 断后伸长率高达 29%, 显示出良好的强韧性。

**关键词:** 核级 718 合金; 拉长晶; 混晶; 拉伸性能

中图分类号: TG146.1<sup>+</sup>5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)03-0736-12

Inconel718 合金是一种时效强化型 Ni-Cr-Fe 基变形高温合金, 合金组织由  $\gamma$  基体相、 $\delta$  相、MC 碳化物和强化相组成, 其主要强化相为 DO<sub>22</sub> 型有序相  $\gamma''$  相 (Ni<sub>3</sub>Nb), 辅助强化相为 L12 型有序相  $\gamma'$  相 (Ni<sub>3</sub>AlTi)<sup>[1-2]</sup>。IN718 合金在 -253~650 °C 的温度范围内具备优异的耐腐蚀、抗氧化、抗疲劳、抗辐照性能及良好的热加工性和可焊性, 能够通过调整热变形工艺参数进而调控组织性能, 制成满足不同应用要求的各类零件, 因此在航空、航天及核能核电、石油化工等领域中得到了极为广泛的应用<sup>[3]</sup>。

在核电领域, IN718 合金主要用作反应堆内结构材料中弹性元件及紧固件, 如燃料组件的定位格架弹簧片、控制棒驱动机构的弹簧件等, 起到支撑燃料组件以及精确定位等作用。为了能够在核辐照环境中稳定服役, 核用 IN718 合金需满足抗辐照能力强、中子吸收截面和中子俘获截面小以及感生放射性弱等特殊要求<sup>[4]</sup>。因此, 区别于其它用途的 718 合金, 核用 IN718 合金中 Ni、Nb、Co、C、B 等元素含量一般控制在较低水平。然而作为关键时效强化元素的 Ni、Nb 及微量元素 C 的减少将直接影响合金的组织及力学性能<sup>[5]</sup>。研究

表明<sup>[6]</sup>Ni 元素可以增大高温合金中  $\gamma/\gamma'$  两相的错配度, Ni 含量越高的合金中  $\gamma'$  相立方度越高。时效强化处理后, 低 Ni 含量的合金中  $\gamma'$  相形貌不规则, 高 Ni 含量的合金中  $\gamma'$  相较为规则, Ni 元素的增加将会提高合金的硬度、抗拉强度及屈服强度。Yang 等人<sup>[7]</sup>发现 C 含量对镍基高温合金显微组织和持久性能有着显著影响, 随着 C 含量在一定范围内逐渐增加, 合金中 MC 及 M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> 碳化物的尺寸增大, 碳化物的形貌由颗粒状转变为薄膜状或大块状, 合金在 760 °C/662 MPa 下的持久寿命呈现出先升高后下降的趋势。在变形高温合金中随着 Nb 含量的增加,  $\gamma'$  相反畴界能不断增大, 合金屈服强度明显提高, 蠕变性能也明显得到改善; Nb 含量进一步增加, 促使合金中生成  $\gamma''$  相—GH4169 主要强化相,  $\gamma''$  与  $\gamma$  相之间形成错配度很大的共格应变, 起到强化作用<sup>[8]</sup>; 同时 Nb 含量的增加将会提高  $\delta$  相的溶解温度。

由此可见, 相关研究主要集中在较高 Ni、Nb、C 含量的航空、航天用 IN718 合金热变形加工<sup>[9]</sup>、固溶时效处理<sup>[10-11]</sup>以及冷变形加工对 IN718 合金的组织及力学性能影响方面<sup>[12-13]</sup>, 对低 Ni、Nb、C 的

收稿日期: 2023-03-27

作者简介: 李奥迪, 男, 1997 年生, 硕士生, 中国科学技术大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-23971986, E-mail: tliang@imr.ac.cn

核用 IN718 合金热加工工艺、组织及力学性能的研究较少。

因此，本研究以核电用 IN718 合金为研究对象，采用 SEM、TEM 及单轴拉伸试验系统研究了不同热轧变形量、不同轧制温度及轧后热处理对核用 IN718 合金组织和拉伸性能的影响，从而为核电用 IN718 合金国产化提供数据支撑。

### 1 实验

实验材料采用 25 kg 级真空感应炉熔炼核级 IN718 合金锭，铸锭化学成分为(质量分数，%)：0.01C、0.5Al、1.0Ti、3.0Mo、18.4Cr、5.02Nb、18.2Fe，余量 Ni。首先采用 150 kW 电阻炉对钢锭进行高温均匀化处理，均匀化制度为 1160 °C 保温 24 h，1200 °C 保温 36 h，保温结束后空冷至室温。锻造工艺为：将铸锭加热至 1100 °C 保温 2 h，始锻温度 1140~1160 °C，终锻温度大于 900 °C，铸锭经多次分别锻成一支 50 mm ×80 mm 和 3 支 30 mm ×80 mm 方锻板。锻造后板材先进行 1050 °C 固溶处理，随后设计不同的热轧工艺进行轧制，具体工艺为：将方锻板加热至 1200 °C 保温 1 h，开轧温度分别为 1150、1100 和 1030 °C 后，利用 Φ450 mm 双辊热轧机将锻板统一热轧至 5 mm 厚，研究热轧变形量和热轧温度对实验合金组织性能的影响，实际工艺参数如表 1 所示。

为了考察热处理工艺对合金热轧组织及力学性能的影响，对 4 种轧板进行统一的热处理，首先对 4 种工艺热轧板进行固溶热处理，固溶温度分别为 990、1020、1080 °C，固溶时间统一为 0.5 h，然后进行标准热时效处理，热时效处理工艺制度为：720 °C/8 h +

620 °C/8 h。采用光学显微镜 (OM, Olympus) 及场发射扫描电镜 (SEM, Apreo) 观察锻态、不同工艺热轧态及热处理后合金的显微组织和断口形貌特征。利用电子背散射衍射 (EBSD, MERLIN Co MPact) 观察板材经热轧变形后的显微组织及应力分布状态。OM、SEM 形貌观察所用样品均取自各板材截面中心位置，样品使用砂纸按顺序打磨并抛光，蚀刻方法为化学腐蚀，腐蚀剂为 100 mL C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH+100 mL HCl+5g CuCl<sub>2</sub> 溶液；EBSD 样品为热轧态板材截面中心位置 2 mm 厚的试样，在 10% HClO<sub>4</sub> + 90% C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 溶液中进行磨削和电解抛光后沿轧向进行观察；将厚度 5 mm 的板材试样切割、打磨至 50 μm 厚，使用电解双喷仪进行化学减薄，双喷液采用 5% HClO<sub>4</sub> + 95% C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O 混合溶液，然后使用 Talos F200x 透射电镜对特征相进行观察。315 °C 高温拉伸试验在 INSTRON5982 万能试验机上进行，取样方向平行于板材轧制方向，每个轧制后的板材都可以取出 10 个以上的拉伸样，能够同时满足固溶和时效后的性能测试需求，拉伸件尺寸如图 1 所示，测试标准为 GB/T228.2-2015，同一试验条件下均选择 2 支平行试样，分别测定其抗拉强度、屈服强度和延伸率，将平均值作为该条件下的拉伸性能。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 锻态显微组织的观察分析

图 2 为 2 种合金锻板不同位置的金相组织形貌。可观察到锻态显微组织均匀性较差，整体呈现为混晶状态。图 2a、2c 分别为 50 mm 厚锻板表层与心部 OM 显微组织，锻板表层 (图 2a) 为大量扁长晶及平直孪晶界，晶界上弥散着少量的细小等轴晶，锻板心部 (图 2c)

表 1 热轧工艺参数

Table 1 Hot rolling process parameters

Serial number	Forging plate size/mm	Insulation temperature/°C	Initial rolling temperature/°C	Final rolling thickness/mm	Final rolling temperature/°C	Downward deformation ratio/%
1#	50×80	1200	1100	5	936	90
2#	30×80		1100		920	83
3#	30×80		1030		870	83
4#	30×80		1150		1005	83

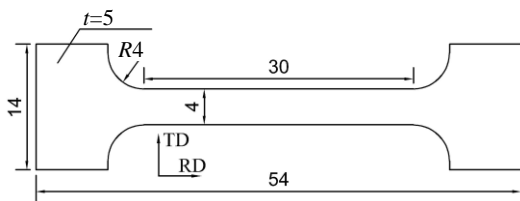


图 1 拉伸试样示意图

Fig.1 Schematic diagram of tensile test specimen

为等轴细晶与少量扁长晶的混合晶粒形貌。图 2b、2d 分别为 30 mm 厚锻板表层与心部 OM 显微组织。可见锻板表层组织为项链状晶粒组织<sup>[14]</sup> (图 2b)，扁长晶晶界上存在极少量的等轴晶粒；而心部完成再结晶的等轴晶数量要更多一些，形成了双重晶粒组织 (图 2d)。扁长晶是未完成再结晶的晶粒，再结晶程度越高，扁长晶相对越少，并且由于变形过程中扁长晶边界上聚集大量位错，因此层错能较低的 IN718 合金在扁长晶大量分

布位置很容易以层错为核形成片状形变孪晶<sup>[15]</sup>。

方锻板中不同位置所出现的晶粒组织差异与锻造变形过程中变形量不同、温度不均匀性相关<sup>[16]</sup>。如锻板表层的终加工温度偏低，变形量偏小，因而会形成扁长晶或项链状晶粒组织状态；而从锻板表层向中心层推进，终加工温度逐渐升高，变形量逐渐增大，再结晶晶粒逐渐增多，扁长晶粒随之减少。此外坯料加工时表面

和心部的温差也会造成晶粒形貌与尺寸的差异，如 50 mm 厚锻板心部温降较慢，在动态再结晶已经开动的情况下心部温度较高，因此 50 mm 厚锻板心部再结晶程度反而高于 30 mm 厚锻板。为了得到均匀的锻态晶粒组织，对锻板进行了固溶处理，固溶处理制度为 1050 °C/1 h，2 种锻板的固溶态组织如图 3 所示，都呈现为分布均匀的粗大等轴晶组织，晶粒度平均为 3.5 级。

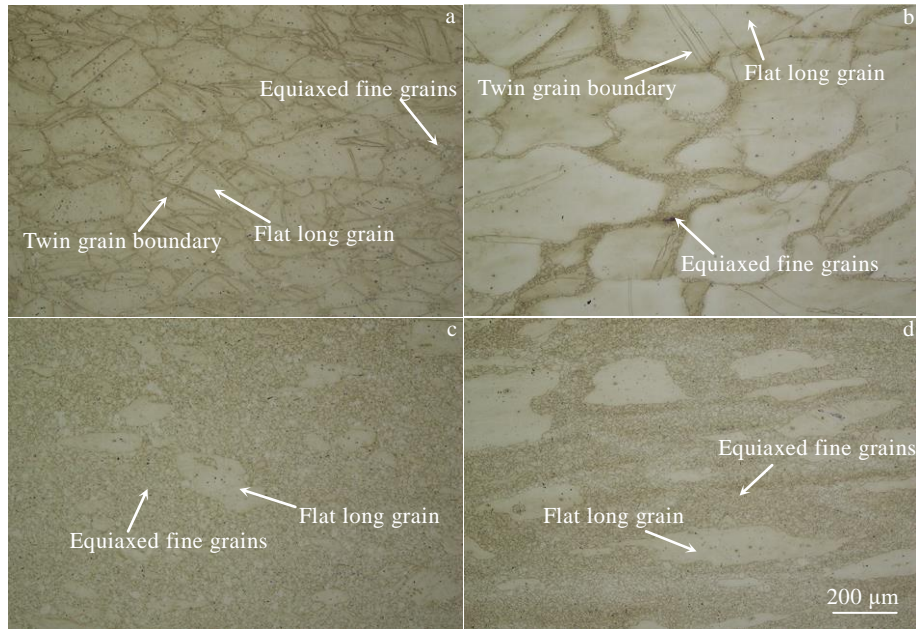


图 2 2 种锻板不同部位显微组织

Fig.2 Microstructures of surface (a-b) and core (c-d) of forging plate with the thicknesses of 50 mm (a, c), and 30 mm (b, d)

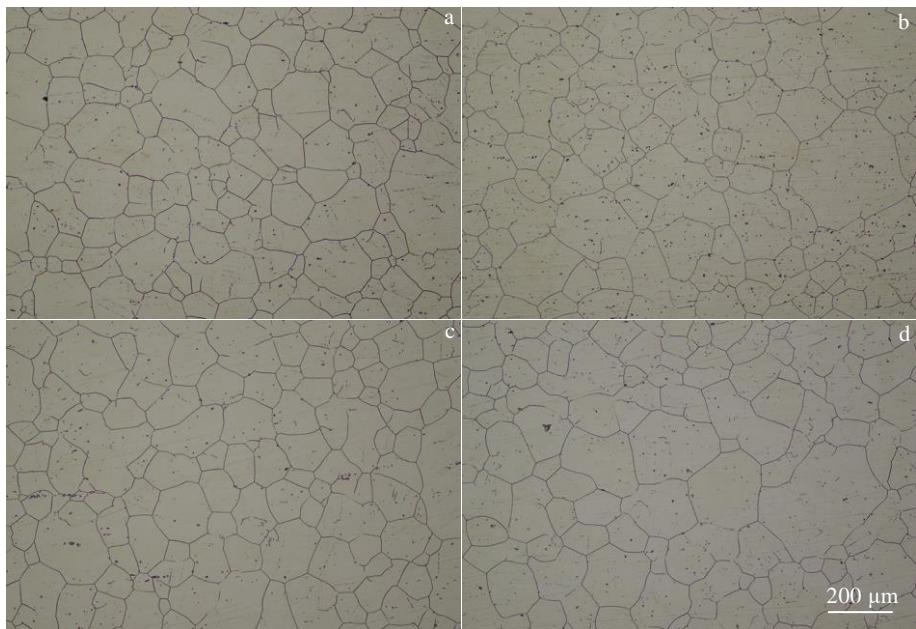


图 3 2 种锻板不同部位固溶态显微组织

Fig.3 Microstructures of surface (a-b) and core (c-d) of forging plate in different solid solutions with the thicknesses of 50 mm (a, c), and 30 mm (b, d)

### 2.2 热轧变形量和热轧温度对组织的影响

锻板固溶处理后按照不同的热轧工艺进行轧制。图 4 为初轧温度 1100 °C，热变形量分别为 90% 及 83% 的热轧试样纵剖面晶粒取向(图 4a、4b)和局部取向差(LM)(图 4c、4d)，LM 表示定点与其最近邻点之间的平均取向差，它是评定应变分布和几何必须位错的重要指标<sup>[17]</sup>。当热变形量为 90% 时，热轧组织为明显的等轴晶粒组织(图 4a)，LM 较高且分布均匀(图 4c)，基本为绿色，应变分布相对均匀；而当热变形量为 83% 时，热轧组织为拉长晶与等轴晶的混合组织(图 4b)，观察到大量局部晶粒出现取向差(图 4d)，LM 图分布不均匀，这正说明热变形量为 83% 时，应力集中在等轴晶区域，促进了局部区域动态再结晶，导致热轧组织的不均匀性。

图 5 为热变形量为 83%，初轧温度分别为 1030、1100 及 1150 °C 的热轧试样纵剖面晶粒取向(图 5a~5c)和局部取向差(LM)(图 5d~5f)。通过观察晶粒取向图可发现，当初轧温度为 1030 或 1100 °C 时，微观形貌为拉长晶与等轴晶的混合组织，且 1030 °C 初轧温度下的拉长晶(图 5a)要明显多于 1100 °C 初轧温度下的拉长晶(图 5b)；当初轧温度为 1150 °C 时，微观形貌为明显的等轴晶粒组织特征(图 5c)。通过局部取向差图可发现当初轧温度为 1030 或 1100 °C 时，明显观察到大量局部晶粒出现取向差(图 5d、5e)，LM 分布不均匀，应变分

布相对不均匀，应力同样集中在等轴晶处，再次说明应力集中促进动态再结晶过程。而当初轧温度为 1150 °C 时，LM 较低且分布十分均匀(图 5f)，这正说明较高初轧温度是促使热轧组织均匀再结晶的主要因素。

由不同热轧变形量、热轧温度对显微组织影响可知，当轧制热变形量为 90%，或者初轧温度在 1150 °C 时，热轧组织呈现出更加明显的等轴晶粒特征；而当热变形量为 83% 时，或者初轧温度低于 1150 °C 时，热轧组织为拉长晶与等轴晶的混合组织。这主要是由于在热轧变形过程中，合金组织主要发生动态和静态再结晶过程，而再结晶的完善程度主要与应变分布和热轧温度有关<sup>[18]</sup>。当热变形量较大、初轧温度较高时，合金动态回复作用减弱，变形储能提高，促进了组织中动态和静态再结晶的发生，最终形成等轴晶组织<sup>[19]</sup>。相反，当热变形量较小且初轧温度较低时，动态回复作用增强，变形储能下降，再结晶相对滞后并不均匀发生，所以形成等轴晶与拉长晶的混合组织。为了区分 4 种热轧工艺试样，将以初轧温度-变形量来表示不同热轧工艺，如 1100 °C/90%、1100 °C/83%、1030 °C/83%、1150 °C/83%。

### 2.3 固溶处理温度对热轧后组织的影响

为了得到晶粒分布均匀的热轧组织，对热轧试样进行不同制度的固溶热处理。从结果可以看出，在 990 °C 进行固溶处理后，基体组织明显发生再结晶行为，但晶粒尺寸相差很大，整体呈现为混晶组织，如图 6 所示。

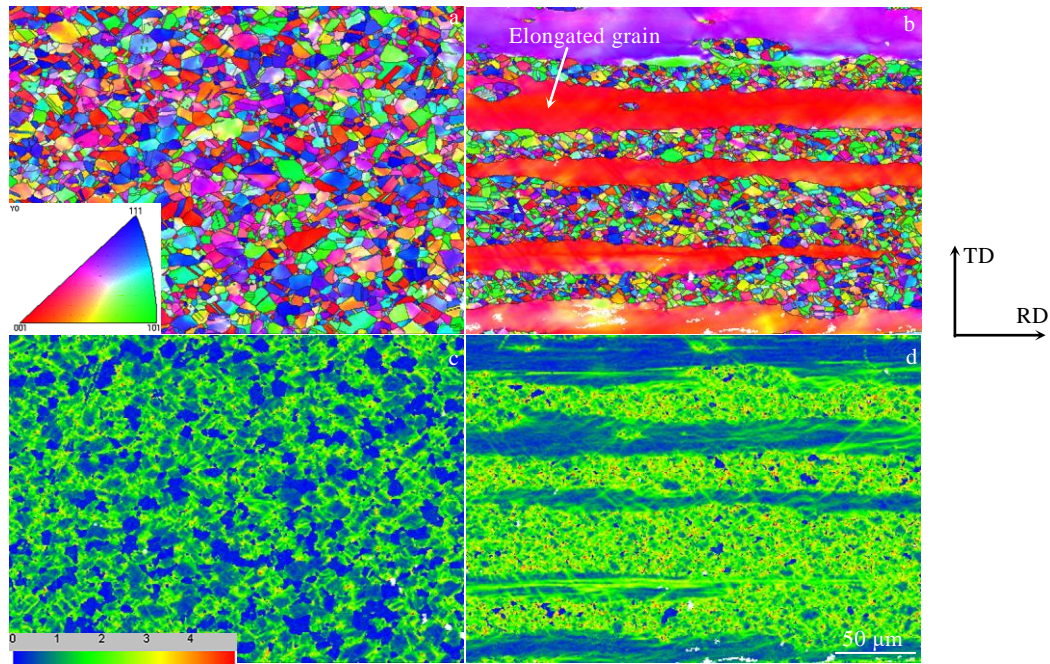


图 4 不同热变形量试样纵剖面 EBSD 晶粒取向图和局部取向差图

Fig.4 Longitudinal EBSD grain orientation (a-b) and local misorientation (LM) (c-d) mappings of samples with different heat deformations: (a, c) 90% and (b, d) 83%

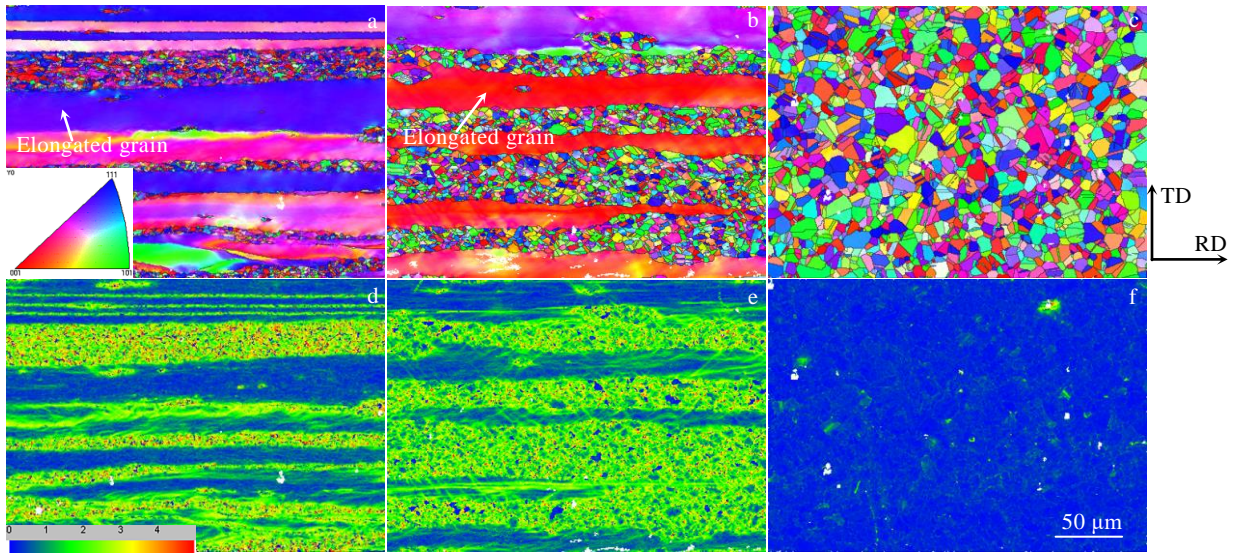


图 5 不同初轧温度试样纵剖面 EBSD 晶粒取向图和局部取向差图

Fig.5 Longitudinal EBSD grain orientation (a-c) and local misorientation (LM) (d-f) mappings of samples at different initial rolling temperatures: (a, d) 1030 °C, (b, e) 1100 °C, and (c, f) 1150 °C

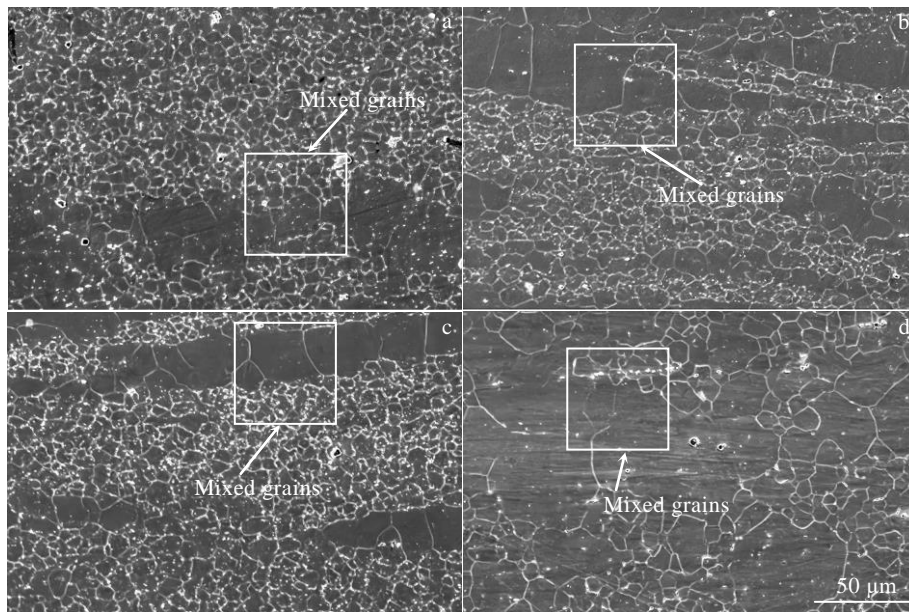


图 6 990 °C 固溶处理后不同热轧试样的 SEM 形貌

Fig.6 SEM morphologies of different hot rolled samples after solid solution treatment at 990 °C: (a) 1100 °C/90%, (b) 1100 °C/83%, (c) 1030 °C/83%, and (d) 1150 °C/83%

在 1020 °C 固溶处理时，可得到均匀的热轧等轴晶组织 (如图 7a~7d 所示)，利用金相显微镜按照 GB/T 6394-2017 标准统计晶粒尺寸可得其平均晶粒度分别为 7 级、7 级、7 级、6 级；当固溶温度进一步升高达到 1080 °C 后，不同热轧板材仍可获得均匀等轴晶组织，但晶粒进一步粗化(如图 7e~7h 所示)，平均晶粒度分别为 4.5 级、4.5 级、4.5 级及 4.0 级。

高温合金热加工过程中出现混晶的原因有许多，刘东等人<sup>[20]</sup>认为 GH4169 合金棒材经多次小变形拔长后出现混晶组织是由于变形温度过低，单道次变形量较小，以致动态再结晶不能充分进行所致；陈曦<sup>[21]</sup>等认为 IN718Plus 高温合金在变形过程中，当变形温度较低，应变速率较快时，动态再结晶程度不高，容易在合金变形组织产生典型的项链组织，因此导致混晶

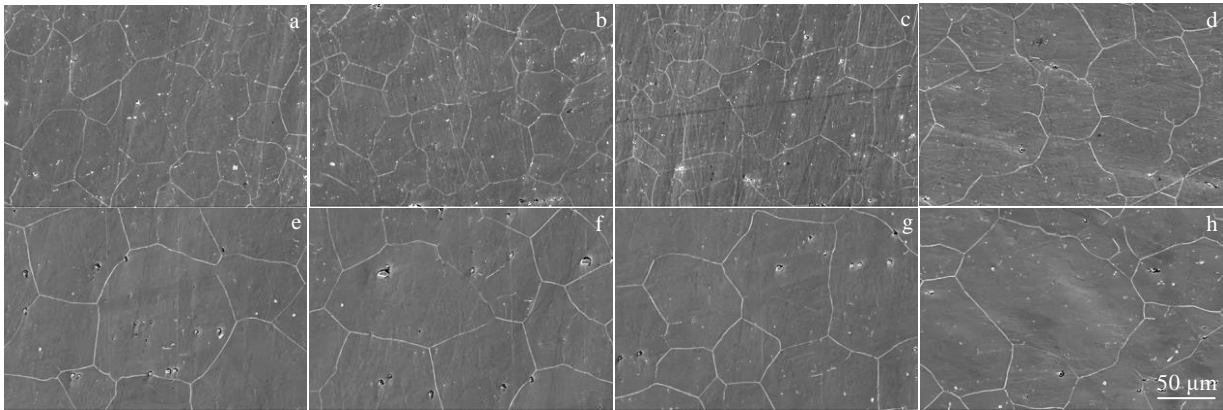


图 7 1020 及 1080 °C 固溶处理后不同热轧试样 SEM 形貌

Fig.7 SEM morphologies of different hot rolled samples after solid solution treatment at the temperature of 1020 °C (a-d) and 1080 °C (e-h): (a, e) 1100 °C/90%, (b, f) 1100 °C/83%, (c, g) 1030 °C/83%, and (d, h) 1150 °C/83%

现象严重。然而由本试验中不同固溶温度处理后的热轧试样高倍 SEM 组织形貌 (图 8) 可知, 核级 IN718 合金在 990 °C 固溶处理后组织中的混晶极有可能与晶界析出短棒状相的钉扎作用有着密切关联。

图 8 为 990、1020 及 1080 °C 热轧试样固溶后高倍 SEM 形貌。可见, 在 990 °C 固溶组织的晶界出现了片状或短棒状的析出相(图 8a)。利用透射(TEM)进一步分析 990 °C 固溶组织在明暗场下的短棒状析出相(图 9a、9b), 经由 EDS 元素面扫描分析可知, 这些析出相富含 Ni 和 Nb 元素(图 9c、9d), 且 Ni/Nb 原子比接近 3/1(图 9e), 应为  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb 相。结合对应晶带轴选区的电子衍射(SAED)花样, 证实其为富 Nb、Ni 的  $\delta$  相, 而在 1020 及 1080 °C 固溶 SEM 组织未发现  $\delta$  相(图 8b、8c)。这主要是因为  $\delta$  相的析出温度低于 1020 °C 附近<sup>[22]</sup>,  $\geq 1020$  °C 时  $\delta$  相即会回溶到基体中。图 10 为 990 °C 固溶处理后显微组织的混晶机制示意图。在 990 °C 固溶处理初期, 组织中主要发生回复, 在这个过程中拉长晶纤维组织不发生变化, 但是位错组态及亚结构已经有所变化—多边化结构<sup>[23]</sup>, 同

时在轧制过程中形成的部分等轴细晶晶界上不均匀析出  $\delta$  相, 如图 10b 所示; 随后随着时间的加长, 进入再结晶阶段, 拉长晶内部的亚结构发生再结晶, 形成等轴晶, 拉长晶消失。同时热变形储能促使新形成等轴晶的晶界上大量析出  $\delta$  相, 起到钉扎阻碍作用, 限制了新晶粒的长大。而轧制过程中形成的动态再结晶晶粒则持续长大, 但由于晶界上  $\delta$  相的不均匀析出, 导致再结晶晶粒尺寸不均, 最终整体呈现出混晶组织状态, 如图 10c 所示。而当固溶温度高于 1020 °C, 可以完全溶解  $\delta$  相, 失去了对晶粒的钉扎作用, 进而可以得到均匀的等轴晶组织。

#### 2.4 热轧工艺及固溶时效处理对合金力学性能的影响

图 11a、11b 分别为经不同热轧工艺参数的热轧变形后, 热轧态合金在 315 °C 高温拉伸性能的变化规律。可见, 不同热轧工艺试样的屈服强度和断后延伸率存在明显变化。1030 °C/83% 工艺热轧试样的屈服强度要明显高于其余几组, 但断后延伸率最低; 同时 1100 °C/83% 热轧工艺试样的屈服强度要明显高于 1100 °C/90% 及 1150 °C/83% 2 组热轧工艺试样, 而断

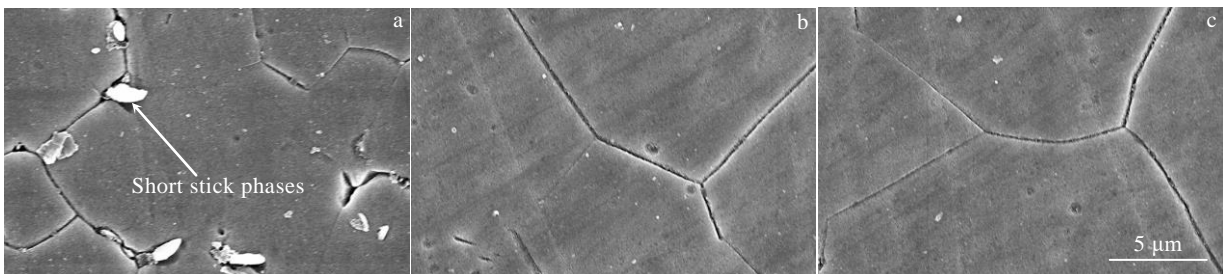


图 8 990、1020 及 1080 °C 固溶处理后热轧试样高倍 SEM 形貌

Fig.8 High magnification SEM morphologies of hot rolled samples after solid solution treatment at the temperature of 990 °C (a), 1020 °C (b), and 1080 °C (c)

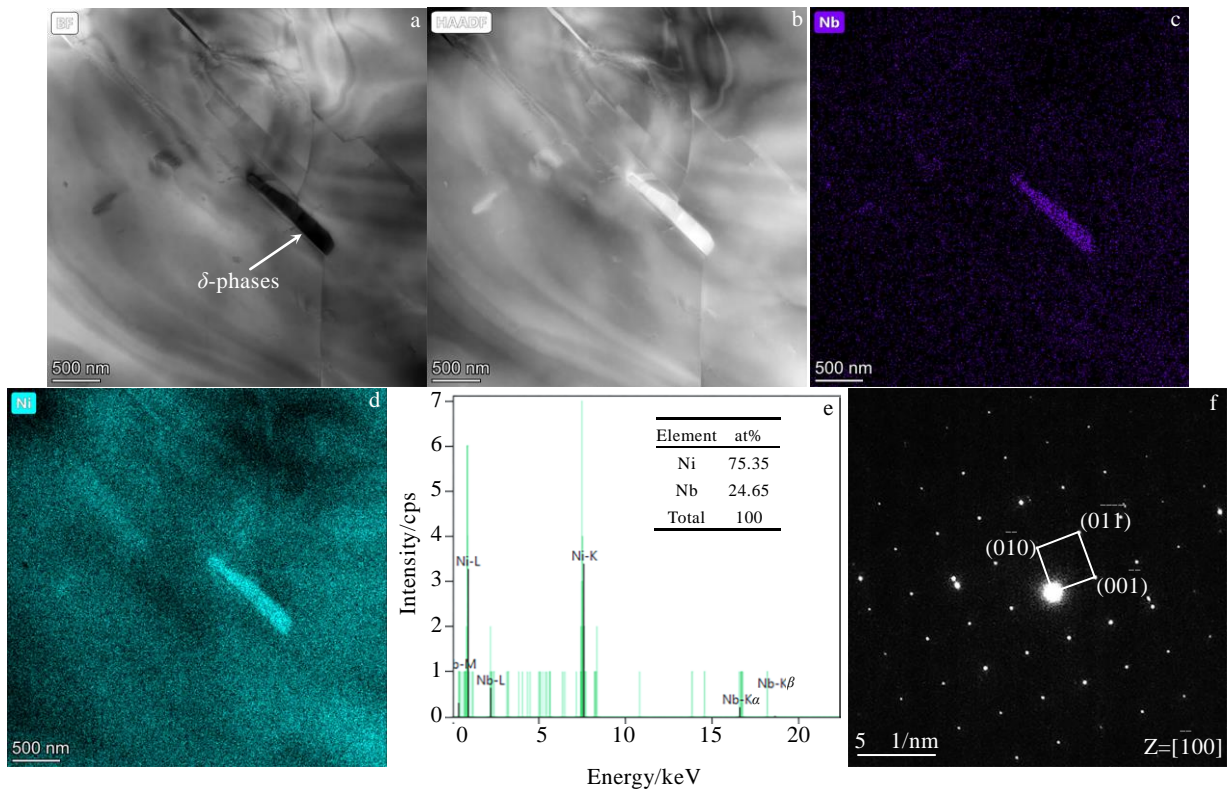


图 9 晶界析出短棒相的 TEM 形貌、EDS 分析及 SAED 衍射花样

Fig.9 TEM morphologies (a-b), EDS analysis results (c-e), and SAED pattern (f) of short rod phases precipitated at grain boundaries

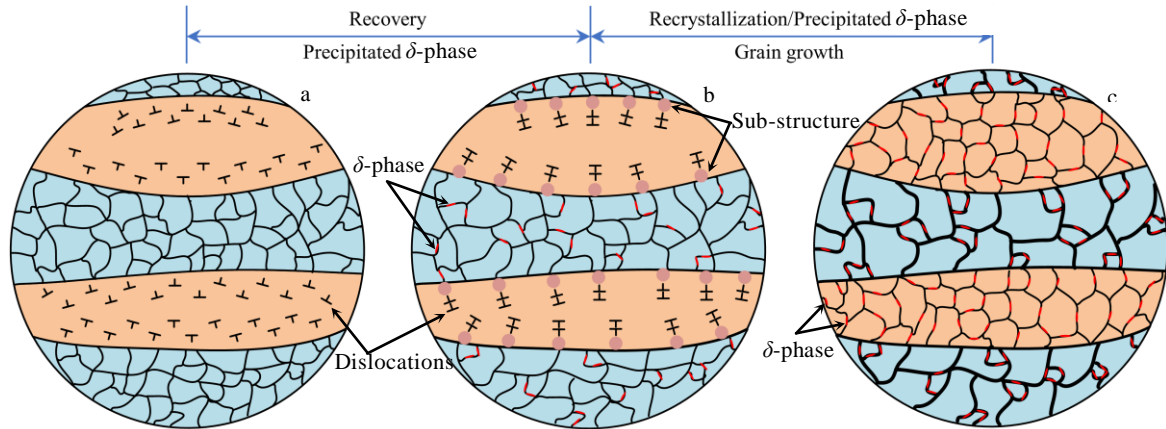


图 10 990 °C 固溶处理后显微组织的混晶机制示意图

Fig.10 Schematic diagrams of the mixed grain mechanism of microstructure after solid solution treatment at 990 °C: (a) initial stage, (b) intermediate stage, and (c) late stage

后延伸率则要低一些。结合上述 4 种工艺的热轧态显微组织分析可推测，1030 °C/83% 与 1100 °C/83% 2 种工艺热轧态组织中出现了大量的拉长晶，再结晶程度不高，降低了合金的断后延伸率，导致合金塑性较差；而 1100 °C/90% 与 1150 °C/83% 2 种工艺得到了均匀稳定的等轴晶热轧态组织，断后延伸率更高，合金塑性更好。

热轧态试样 315 °C 高温拉伸断口的 SEM 形貌如图 12 所示，4 种热轧工艺的拉伸断口显微组织有着明显区别。1100 °C/90% 与 1150 °C/83% 2 种工艺拉伸断口形貌如图 12a、12d 所示，断裂面均高低不齐，断口均呈灰色无光泽的纤维状，为典型杯锥状断口，同时断口都存在许多大小不一的韧窝，属于韧性韧窝断裂<sup>[24]</sup>。1100 °C/83% 与 1030 °C/83% 2 种工艺拉伸断口形貌如

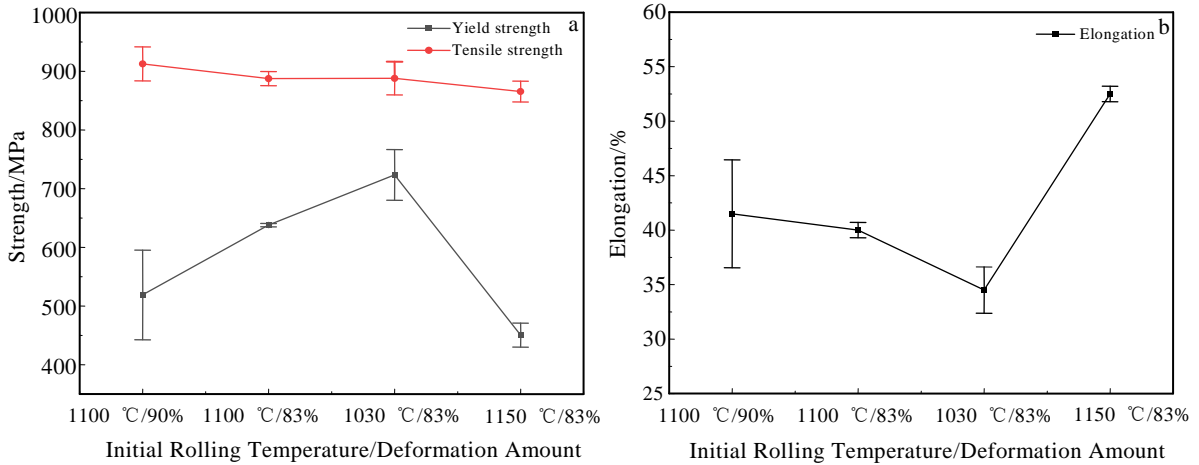


图 11 不同工艺热轧试样的拉伸性能

Fig.11 Tensile properties of hot rolled samples with different processes: (a) yield strength and tensile strength; (b) elongation

图 12b, 12c 所示，断口表面分布有深度较浅的拉长韧窝、撕裂棱<sup>[25]</sup>及晶粒间的二次裂纹，同时断口上仍可见少量孔洞。结合断口纵剖面显微组织(图 13b、13c)，发现裂纹扩展更为剧烈，裂纹线直接切过拉长晶粒一般，断口界面高低不平，起伏很大。因此，1100 °C/83% 与 1030 °C/83% 2 种工艺热轧后合金断裂方式除了韧窝延性断裂外，还出现了按准解理方式在不同晶粒发生的穿晶断裂，断裂机制是韧窝和准解理相结合的混合断裂，这也从侧面解释了这 2 种工艺热轧态试样塑性较差的原因。因此，不难发现拉长晶组织在受到外力作用时

晶体结构容易被破坏，加速裂纹扩展且产生二次裂纹，对合金性能有着极为不利的影响。

图 14a、14b 分别为不同工艺热轧试样经过 990 及 1020 °C 固溶后的 315 °C 高温拉伸性能。通过观察发现 990 °C 固溶后不同热轧试样的屈服强度、抗拉强度及断后伸长率略微有些差异：屈服强度  $R_{p0.2}$  值为 274~326 MPa；抗拉强度  $R_m$  值为 737~782 MPa；断后伸长率  $A$  约为 48%~61%，由图可见，1150 °C/83% 工艺试样的强度要略微低于其余几种工艺。结合固溶显微组织不难发现，这是晶粒尺寸引起的差异，混晶更严重，利用 Image-Pro

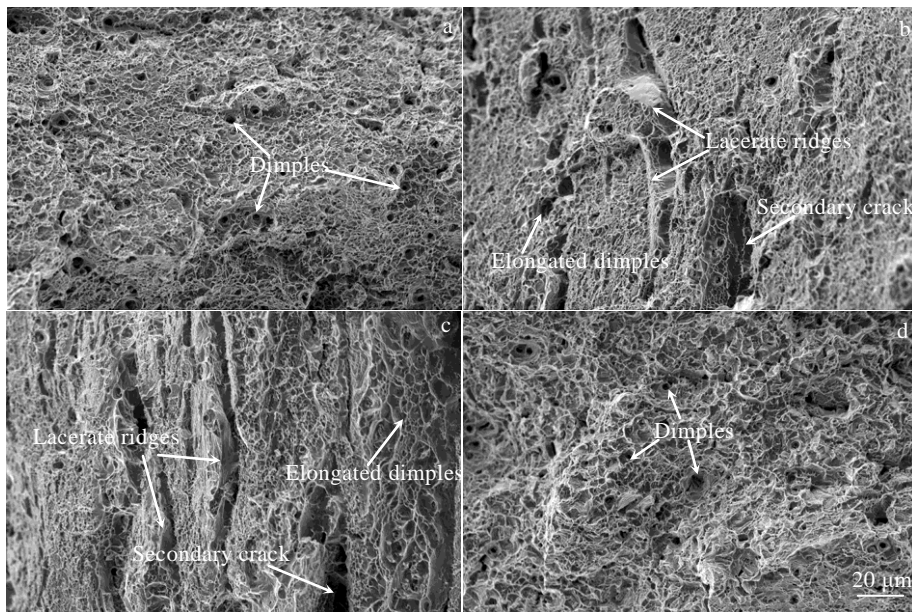


图 12 不同工艺热轧试样的拉伸断口形貌

Fig.12 Tensile fracture morphologies of hot rolled samples with different processes: (a) 1100 °C/90%, (b) 1100 °C/83%, (c) 1030 °C/83%, and (d) 1150 °C/83%



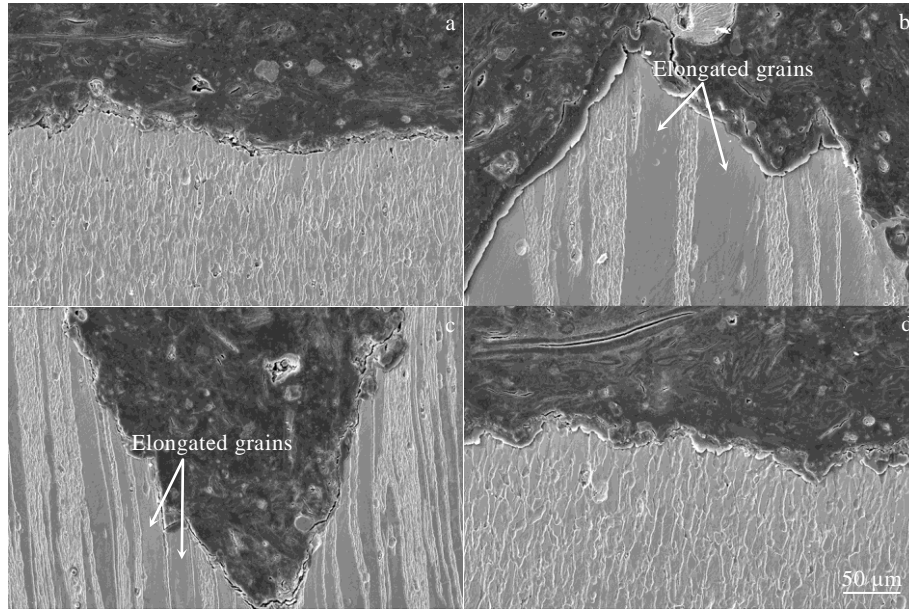


图 13 不同工艺热轧试样的拉伸断口纵剖面显微形貌

Fig.13 Tensile fracture morphologies of longitudinal section of hot rolled samples with different processes: (a) 1100 °C/90%, (b) 1100 °C/83%, (c) 1030 °C/83%, (d) 1150 °C/83%

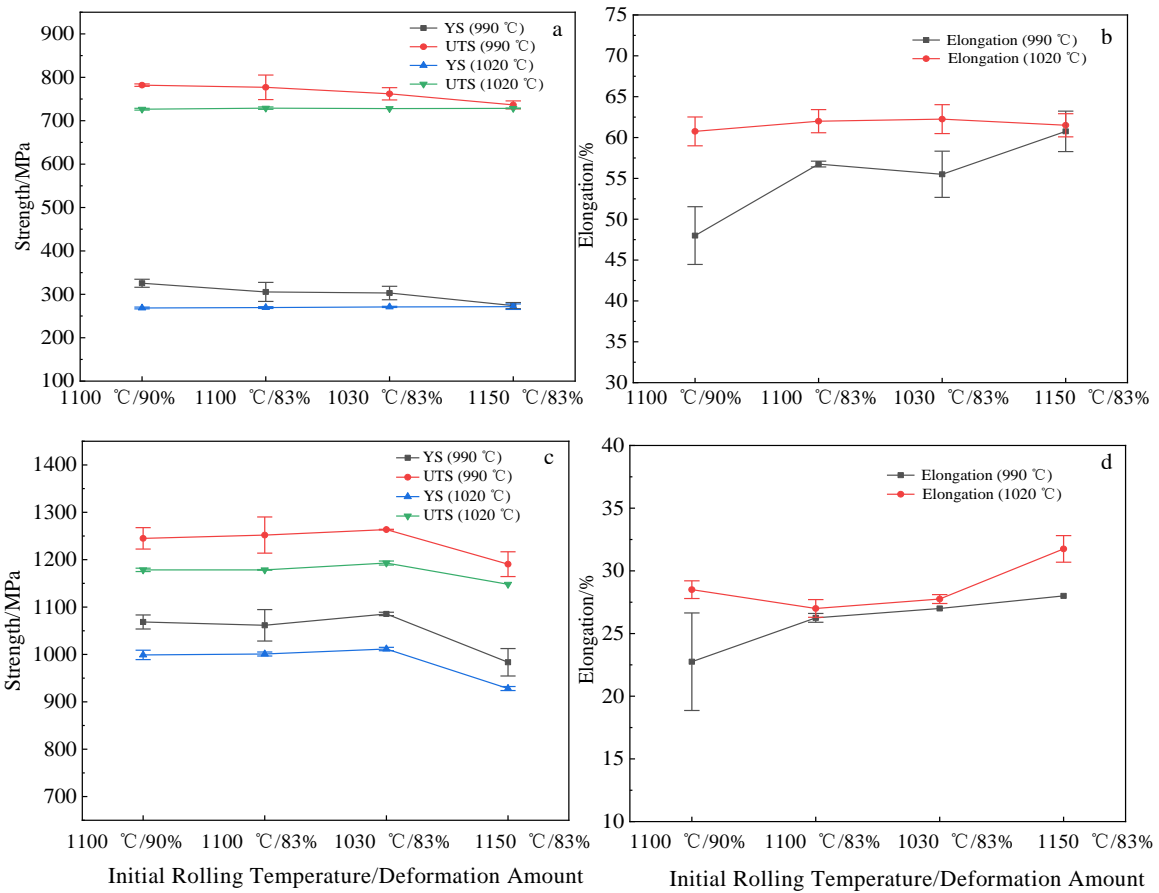


图 14 990、1020 °C 固溶处理后及标准时效处理后热轧试样的拉伸性能

Fig.14 Tensile properties of hot rolled samples after solid solution treatment at 990, 1020 °C (a-b) and after standard aging treatment (c-d): (a, c) yield strength and tensile strength; (b, d) elongation

软件进行统计晶粒等效直径在 25  $\mu\text{m}$  以上的晶粒数量占比。结果表明, 1100  $^{\circ}\text{C}/90\%$ 、1100  $^{\circ}\text{C}/83\%$  和 1030  $^{\circ}\text{C}/83\%$  3 种工艺试样 990  $^{\circ}\text{C}$  固溶后粗大等轴晶占比分别为 22.5%、20% 和 20.5%, 而 1150  $^{\circ}\text{C}/83\%$  工艺下固溶后粗大等轴晶占比达到 51.5%。由细晶强化机制可知, 晶粒越粗大, 合金的抗拉强度越低, 因此, 相比较前 3 种工艺, 1150  $^{\circ}\text{C}/83\%$  热轧工艺试样拉伸性能较差。而 1020  $^{\circ}\text{C}$  固溶后不同热轧试样屈服强度、抗拉强度及断后伸长率并无明显差异: 屈服强度  $R_{p0.2}$  值为 269~272 MPa; 抗拉强度  $R_m$  值为 727~729 MPa; 断后伸长率  $A$  为 61%~62%。可见, 4 种轧板在经过 1020  $^{\circ}\text{C}$  固溶处理后, 都表现出良好的强度和塑性, 但是由于混晶中晶粒细化及  $\delta$  相对晶界的钉扎作用, 990  $^{\circ}\text{C}$  固溶后拉伸强度要明显高于 1020  $^{\circ}\text{C}$ 。

图 14c、14d 分别为不同工艺热轧试样经过 990 及 1020  $^{\circ}\text{C}$  固溶处理+标准时效处理后 315  $^{\circ}\text{C}$  高温拉伸性能。由图可知标准时效处理后不同热轧试样的屈服强度、抗拉强度及断后伸长率有着一些差异: 990  $^{\circ}\text{C}$  固溶时效后屈服强度  $R_{p0.2}$  值为 983~1086 MPa, 抗拉强度  $R_m$  值为 1191~1264 MPa, 断后伸长率  $A$  约为 23%~28%;

而 1020  $^{\circ}\text{C}$  固溶时效后屈服强度  $R_{p0.2}$  值为 928~1012 MPa, 抗拉强度  $R_m$  值为 1148~1193 MPa, 断后伸长率  $A$  约为 27%~32%。可明显得知, 时效处理后 1150  $^{\circ}\text{C}/83\%$  工艺的抗拉强度都要低于其余几种工艺试样, 相关文献[26]及试验已经表明 718 合金在标准时效处理前后晶粒尺寸基本不发生变化, 由此可推测 990  $^{\circ}\text{C}$  固溶+标准时效后, 1150  $^{\circ}\text{C}/83\%$  热轧工艺试样抗拉强度的降低是固溶处理后粗大晶粒的占比更大所导致的; 而 1020  $^{\circ}\text{C}$  固溶+标准时效后 1150  $^{\circ}\text{C}/83\%$  工艺的抗拉强度较低一些则是由于其固溶态晶粒度级别稍低一些, 晶粒更加粗大所致。同时发现经标准时效处理后, 合金的屈服强度和抗拉强度都得到了显著提升, 结合热轧板 990  $^{\circ}\text{C}$  固溶加时效后 TEM 形貌(图 15a), 发现时效后基体中出现大量梭子状相结构, 结合 SAED 衍射花样(图 15b)可知, 这是由于时效处理后  $\gamma''$  强化相<sup>[27]</sup>的大幅析出造成的。总体来说核级 IN718 合金中混晶出现会对合金力学性能有着较大影响: 热轧态组织中拉长晶混晶的出现大幅降低合金塑性; 而固溶组织中的混晶的出现又由于晶粒的细化可带来较高的强度, 但随着混晶程度加重, 合金的力学性能又降低。

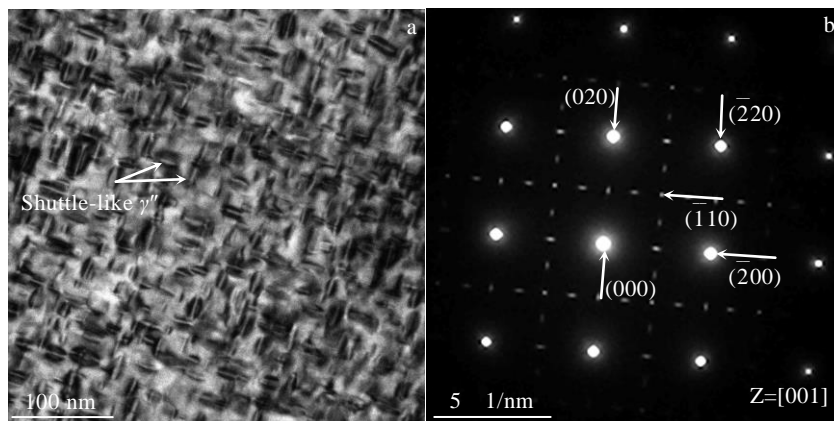


图 15 990  $^{\circ}\text{C}$  固溶加时效后  $\gamma''$  强化相的 TEM 形貌及 SAED 衍射花样

Fig.15 TEM morphology (a) and SAED pattern (b) of the  $\gamma''$  strengthened phase after solid solution plus aging at 990  $^{\circ}\text{C}$

### 3 结 论

1) 核级 718 锻板表层与心部位置的组织形貌差异很大, 局部区域出现扁长晶及项链状组织, 这主要是锻造变形过程中不同位置变形量及变形温度的不同引起不均匀动态再结晶所导致的。

2) 热变形量低于 90% 且初轧温度低于 1150  $^{\circ}\text{C}$  时, 热轧态组织为拉长晶与等轴晶的混合状态, 这是因为热变形量较小且初轧温度较低时, 动态回复作用增强,

变形储能下降, 再结晶相对滞后且不均匀发生。

3) 拉长晶组织大幅降低合金塑性, 与 1150  $^{\circ}\text{C}/83\%$  热轧工艺下得到的等轴晶板材相比, 1030  $^{\circ}\text{C}/83\%$  热轧工艺下得到的混晶板材的延伸率降低约 18%。

4) 轧板在 990  $^{\circ}\text{C}$  进行固溶处理后, 不均匀析出  $\delta$  相的钉扎阻碍晶粒均匀长大, 导致基体组织混晶。由于混晶中晶粒细化及  $\delta$  相对晶界的钉扎作用, 与 1020  $^{\circ}\text{C}$  固溶/时效后合金力学性能相比, 990  $^{\circ}\text{C}$  固溶

及时效后,合金的抗拉强度更高。但随着混晶程度加重,合金的力学性能降低。并且相较固溶态板材,时效处理后由于 $\gamma'$ 析出,时效态板材的屈服强度和抗拉强度都得到了显著提升。

#### 参考文献 References

- [1] Slama C, Abdellaoui M. *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2000, 306(1-2): 277
- [2] Anderson M, Thielin A L, Bridier F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 679: 48
- [3] Zhuang Jingyun(庄景云), Du Jinhui(杜金辉), Deng Qun(邓群) *et al. Wrought Superalloy GH4169(变形高温合金 GH4169)*[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2011: 1
- [4] Chen Shimin(陈世民). *Nuclear Power Engineering(核动力工程)*[J], 1999, 20(4): 5
- [5] Li Hongyu(李红宇), Liu Yang(刘杨), Xue Jingjing(薛晶晶) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)*[J], 2020, 41(10): 38
- [6] Zhou Bixuan(周碧轩), Liu Lirong(刘丽荣), Yang Yanhong(杨彦红) *et al. Foundry(铸造)*[J], 2020, 69(3): 223
- [7] Yang J X, Zheng Q, Ji M Q *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2011, 528(3): 1534
- [8] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys(高温合金材料学)*[M]. Beijing: Science Press, 2008: 128
- [9] Liu Yongchang(刘永长), Zhang Hongjun(张宏军), Guo Qianying(郭倩颖) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2018, 54(11): 1653
- [10] Du J H, Lv X D, Deng Q. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2014, 43(8): 1830
- [11] Liu Yang(刘杨), Wang Lei(王磊), He Sisi(何思斯) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2012, 48(1): 49
- [12] Liu W C, Xiao F R, Yao M *et al. Scripta Materialia*[J], 1997, 37(1): 53
- [13] Mei Y D, Liu Y C, Liu C X *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 649: 949
- [14] Tehovnik F, Burja J, Podgornik B *et al. Materiali in Tehnologije*[J], 2015, 49(5): 801
- [15] Yuan Y, Gu Y F, Osada T *et al. Scripta Materialia*[J], 2012, 67(2): 1372
- [16] Zhu Lina(朱丽娜), Li Wen(李文), Qi Feng(祁峰) *et al. Heat Treatment of Metals(金属热处理)*[J], 2011, 36(4): 58
- [17] Ashby M F. *Philosophical Magazine*[J], 1970, 21(170): 399
- [18] Chen S, Butler J, Melzer S. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2014, 368(11): 342
- [19] Li Haoze(李昊泽), Li Min(李明), Liu Dezhuang(刘德壮) *et al. Electrical Steel(电工钢)*[J], 2022, 4(1): 18
- [20] Liu Dong(刘东), Luo Zijian(罗子健). *Hot Working Technology(热加工工艺)*[J], 2004(9): 3
- [21] Chen Xi(陈曦), Qi Yaoguo(亓耀国), Shi Xiaonan(史晓楠) *et al. Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 2019, 43(12): 1260
- [22] Cai D Y, Zhang W H, Nie P L *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2003, 13(6): 1338
- [23] Hu Gengxiang(胡庚祥), Cai Xun(蔡珣), Rong Yonghua(戎咏华). *Fundamentals of Materials Science(材料科学基础)*[M]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University Press, 2010: 199
- [24] Wang Jian(王健), Han Yinben(韩寅奔), Zhang Tiebang(张铁邦) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2014, 43(12): 3018
- [25] Sha Guiying(沙桂英). *Mechanical Properties of Materials(材料的力学性能)*[M]. Beijing: Beijing Institute of Technology Press, 2015: 65
- [26] Sun Yanrong(孙艳蓉). *Thesis for Master(硕士学位论文)*[D]. Chengdu: Southwest Petroleum University, 2018
- [27] Zhang A W, Zhang S, Liu F *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35(7): 1485

## Formation of Mixed Grains in Nuclear Grade IN718 Superalloy and Its Effect on Mechanical Properties

Li Aodi<sup>1,2,3</sup>, Liang Tian<sup>2,3</sup>, Zhang Xueliang<sup>4</sup>, Zhao Xia<sup>2,3</sup>, Wang Huisheng<sup>4</sup>, Chen Jiacheng<sup>4</sup>, Ma Yingche<sup>2,3</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, China)

(2. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research,  
Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(3. CAS Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, IMR(NMSA), Shenyang 110016, China)

(4. CGN Advanced Fuel Development Center, CGN Uranium Development Co., Ltd, Yangjiang 529500, China)

**Abstract:** The effects of different hot rolling parameters and post-rolling heat treatment on the structures and tensile properties of nuclear grade 718 alloys were investigated by designing different initial rolling temperatures and deformation amounts. The results show that when the initial rolling temperature is below 1150 °C and the heat deformation amount is lower than 90%, a large number of elongated grains appear in the structure and the elongation of the alloy is reduced; when the initial rolling temperature is 1150 °C or the heat deformation amount reaches 90%, a uniform equiaxed grain structure can be obtained. After the solid solution treatment at 990 °C of the rolled plate,  $\delta$  phases are precipitated and pinned to grain boundaries, and a mixed grain microstructure forms. The average values of yield strength and tensile strength at 315 °C after standard aging treatment can reach 1050 MPa and 1238 MPa, respectively, and elongation is up to 26%; Upon solid solution treatment at 1020 °C, the grown equiaxed grains are obtained, whereas the average yield strength and tensile strength at 315 °C can reach 985 MPa and 1175 MPa after standard aging treatment, respectively, and the elongation is up to 29%, and the alloy exhibits good strength and toughness.

**Key words:** nuclear grade 718 alloy; elongated grain; mixed grains; tensile properties

---

Corresponding author: Liang Tian, Ph. D., Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971986, E-mail: tliang@imr.ac.cn