第62卷 第2期
2026年2月

金属学报
ACTA METALLURGICA SINICA

Vol.62 No.2
Feb. 2026

晶界碳化物和动态再结晶对690合金柱状晶凝固组织高温塑性的影响

赵 霞[1,2] 王 旻[1,2] 郝宪朝[1,2] 张 龙[1,2] 高 明[1,2] 马颖澈[1,2] 刘 奎[1]

1 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心 沈阳 110016
2 中国科学院金属研究所 核用材料与安全评价重点实验室 沈阳 110016

摘 要 为研究690合金电渣锭的高温变形特性，提高其锻造质量，采用Gleeble热模拟试验机与立式拉伸试验机对具有柱状晶凝固组织特征的690合金电渣锭(质量为3 t)圆柱螺纹试样进行了900~1250 ℃的高温拉伸实验。结果表明，合金在900~1050 ℃热变形时，晶界处未溶的$M_{23}C_6$碳化物在阻碍裂纹沿晶界扩展的同时促进动态再结晶；1150~1200 ℃时，由于温度升高使得动态再结晶速率大幅提高，这2个温度区间的再结晶晶粒增多，使沿晶裂纹被相互隔离，有效阻碍了裂纹的贯通和扩展，使合金保持较高塑性和热变形能力。1100和1250 ℃变形时，690合金柱状晶凝固组织试样塑性较差，在1100 ℃条件下，晶界处$M_{23}C_6$碳化物大量溶解，其对裂纹的阻碍作用和对动态再结晶的促进作用消失，柱状晶组织变形协调性差，晶界易产生局部严重塑性变形，使孔洞大量萌生并迅速沿晶扩展，显著降低了试样的高温塑性；1250 ℃时由于变形温度过高，再结晶晶粒明显粗化，晶界趋于平直化，对裂纹扩展的抑制作用减弱，合金塑性再次降低。

关键词 690合金，高温塑性，沿晶开裂，晶界碳化物，动态再结晶

中图分类号 TG146.1+5 **文章编号** 0412-1961(2026)02-0339-12

Effect of Grain Boundary Carbide and Dynamic Recrystallization on the High-Temperature Plasticity of Columnar-Grain Solidified Microstructure in 690 Alloy

ZHAO Xia[1,2], WANG Min[1,2], HAO Xianchao[1,2], ZHANG Long[1,2], GAO Ming[1,2], MA Yingche[1,2], LIU Kui[1]

1 Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China

2 CAS Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China

Correspondent: WANG Min, associate professor, Tel: (024)23971986, E-mail: minwang@imr.ac.cn
MA Yingche, professor, Tel: (024)23971986, E-mail: ycma@imr.ac.cn

Manuscript received 2024-05-13, in revised form 2024-07-01

ABSTRACT 690 alloy, an austenitic nickel-based corrosion-resistant alloy, is widely regarded as an

收稿日期 2024-05-13 **定稿日期** 2024-07-01

作者简介 赵 霞，女，1989年生，博士

通讯作者 王 旻，minwang@imr.ac.cn，主要从事核电材料和耐高温耐蚀材料研发
马颖澈，ycma@imr.ac.cn，主要从事先进核能系统用结构材料研发、能源和动力装备用耐高温耐蚀材料研发和材料纯净化冶金基础及应用技术研究

引用格式 赵 霞, 王 旻, 郝宪朝等. 晶界碳化物和动态再结晶对690合金柱状晶凝固组织高温塑性的影响 [J]. 金属学报, 2026, 62: 339−350.

Zhao X, Wang M, Hao X C, et al. Effect of grain boundary carbide and dynamic recrystallization on the high-temperature plasticity of columnar-grain solidified microstructure in 690 alloy [J]. Acta Metall. Sin., 2026, 62: 339−350.

DOI: 10.11900/0412.1961.2024.00157

ideal material for steam generator tubing in nuclear power plants. Its superior resistance to stress corrosion cracking, excellent workability, and simple composition make it highly suitable for this application. In China, the domestic production of Alloy 690 tubes involves creating master alloy ingots through a combined melting process, utilizing vacuum induction melting and electro-slag remelting (ESR). To meet the requirements for product quantity and quality stability, typically, the master alloy ingots weigh at least 3 t. During the ESR process, the ingot solidifies progressively in a water-cooled copper mold, resulting in a coarse columnar-grain structure. This solidification structure optimizes the ingot's microstructure and minimizes element segregation. However, it also produces numerous straight grain boundaries, complicating the subsequent cogging of the ingot. This study aims to understand the deformation characteristics of 690 alloy ESR ingots and enhance their forging quality. The high-temperature plasticity of columnar-grain 690 alloy was investigated using Gleeble and conventional tensile testing machines. Results indicate that the plasticity of 690 alloy columnar-grain samples decreases considerably around 1050–1100 ℃. Within this low plasticity range, extensive cracking along grain boundaries occurs, leading to intergranular brittle fracture. Above 1100 ℃, $M_{23}C_6$ carbides along the grain boundaries dissolve extensively, reducing the stability of the grain boundaries and their resistance to sliding. For 690 alloy columnar-grain samples, poor deformation coordination among grains result in severe local plastic deformation along the grain boundaries. This promote the formation of cavities and cracks, thereby deteriorating the alloy's high-temperature tensile properties. At 1150 ℃ and higher temperatures, dynamic recrystallization in 690 alloy is significantly enhanced, which effectively restricts the propagation of intergranular cracks and improves the material's uniform deformation capability.

KEYWORDS 690 alloy, high-temperature plasticity, intergranular cracking, grain boundary carbide, dynamic recrystallization

690 合金是一种固溶强化镍基耐蚀合金，具有耐应力腐蚀开裂性能优异、加工性能良好及化学成分简单等优点，广泛应用于压水堆核电站(pressurized water reactor，PWR)蒸汽发生器(steam generator，SG)传热管[1,2]。在 PWR-SG 传热管的国产化过程中，690 合金主要采用真空感应熔炼(vacuum induction melting，VIM)与电渣重熔熔炼(electro-slag remelting，ESR)结合的双联冶炼工艺。同时，为满足 SG 传热管产量和批次质量稳定性等方面的要求，690 合金冶炼时大多采用 3 t 左右的大尺寸锭型。前期研究[3,4]发现，这种大尺寸 690 合金电渣锭的凝固组织主要由“倒 V 形”排列的粗大柱状晶构成。在 ESR 过程中，电渣锭在铜质水冷结晶器中按由下到上、由边缘到中心的顺序凝固，这有利于提高铸锭组织致密度、减轻化学元素偏析以及降低杂质元素含量[5]，但同时也在铸锭中引入了大量平直晶界，增大了电渣锭的热变形开坯难度。若电渣锭热变形参数选取不当，铸锭在开坯过程中极易产生开裂，甚至出现铸锭断裂情况[6,7]。图 1 为直径 430 mm、重 3 t 的 690 合金电渣铸锭的锻造断裂照片。该铸锭的冶炼过程和化学成分正常，锻造加热温度为 1120 ℃，锻造开坯时发生断裂。铸锭断面具有条束状外观，显露出明显的凝固组织特征，是典型的晶界失效断裂。



图 1 690 合金电渣锭锻造断裂照片

Fig.1 Photograph of forging fracture of 690 alloy electroslag remelted ingot

铸态组织的热加工性能与多种因素有关，如凝固组织结构、析出相分布和动态再结晶过程等[8~12]。在锻造温度下，合金晶界的强度显著低于晶内，晶界成为热变形过程中的薄弱部位。在应力作用下晶界处易萌生孔洞，这些孔洞将逐渐长大、扩展，最终形成沿晶裂纹。对于柱状晶组织，由于其含有大量平直晶界，裂纹在晶界的扩展阻力较小，因此电渣锭的变形难度较大[13,14]。690 合金中存在大量 $M_{23}C_6$ 碳化物，这种碳化物主要在晶界上以颗粒状析出，呈半连续或连续分布[15,16]，能够在一定程度上提高晶界强度，改善合金变形能力[17,18]。此外，由于镍基合金一般具有较低的层错能[19]，合金在变形过程中易发生

动态再结晶[20,21]。动态再结晶能够释放变形应力，消除应力集中，随着再结晶晶粒数量增多，合金晶界形态得以改善，裂纹扩展延缓，合金的整体变形能力提高[22]。

关于690合金等轴晶组织的塑性变形过程已有较多研究[23~26]，但其铸态组织的变形行为却鲜有报道。在电渣锭锻造开坯过程中，铸锭尺寸径向减小、轴向伸长，柱状晶组织受到平行于铸锭轴向的拉应力。若铸锭在高应变速率、大应变量的锻造过程中产生表面裂纹，则裂纹容易扩展至铸锭内部，导致后续变形能力恶化。因此，为深入了解690合金电渣锭的形变特性，更好地控制其锻造质量，本工作以690合金电渣锭径向边缘的柱状晶凝固组织为研究对象，系统开展了高温拉伸实验，研究了热变形温度对690合金力学性能和显微组织的影响，从而确定了690合金电渣锭的适宜变形制度。

1 实验方法

实验所用材料取自直径515 mm、长1830 mm、重量3 t的690合金电渣锭，其化学成分(质量分数，%)为：C 0.02，Cr 29.52，Ti 0.19，Fe 9.84，N 0.0094，Al 0.18，Mn 0.24，O 0.0014，S < 0.0006，Ni余量，制备过程见文献[3]。如图2a所示，将电渣锭纵向剖开，平均切割成4块。如图2b所示，在区域III右侧边缘框线区域切取组织观察和力学性能测试样品，取样处各位置的晶粒尺寸和组织形貌基本一致。

拉伸样品为直径5 mm、长25 mm的*M*10标准螺纹圆柱试样，取样方向平行于电渣锭纵轴方向，采用3个平行样。采用Gleeble-1500热模拟试验机进行拉伸实验，温度分别为900、1000、1050、1100、1150、1200和1250 ℃，应变速率为1.67×10^{-3} s^{-1}。加载前，

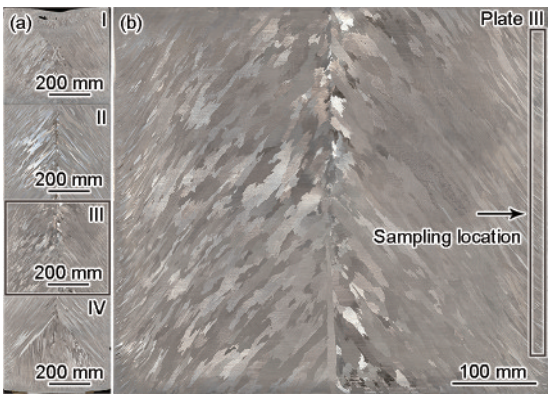


图2 690合金电渣锭凝固组织宏观晶体形貌与实验样品取样位置

Fig.2 Macrostructure (a) and sampling location (b) of 690 alloy electro-slag remelted ingot

试样以10 ℃/s的升温速率加热到指定温度，保温2 min后开始拉伸，载荷-位移曲线依据GB/T 228.2—2015标准转变为真应力-应变曲线。参照GB/T 228.2—2015标准，采用SANS-CMT 5205拉伸试验机进行拉伸性能验证，拉伸温度分别为1050、1100和1150 ℃，以10 ℃/s的升温速率加热，达到实验温度后保温10 min，随后以1.67×10^{-3} s^{-1}的应变速率开始拉伸，屈服后应变速率为1.67×10^{-3} s^{-1}。采用马弗炉对690合金柱状晶凝固组织小尺寸样品(10 mm × 10 mm × 10 mm)进行1000~1150 ℃保温10 min处理，以观察碳化物变化。

拉断样品经纵向剖切、热镶嵌、机械研磨、机械抛光，随后在10%$H_2C_2O_4$ + 90%H_2O (体积分数，下同)电解液中电解腐蚀。采用GX53光学显微镜(OM)和配有能谱仪(EDS)的APREO扫描电子显微镜(SEM)进行微观组织观察，用于组织分析的断口样品均取自Gleeble拉伸试样。采用配有背散射电子衍射(EBSD)系统的Merlin compact SEM对试样的动态再结晶和应力分布情况进行分析，扫描步长为4 μm。采用电化学抛光方法制备EBSD试样，电解液为10%$HClO_4$ + 90%C_2H_5OH溶液，在室温条件下抛光，电压18 V、时间8 s。采用Tecnai G^2 20透射电子显微镜(TEM)对断口处的位错组态进行观察。采用$\boldsymbol{g}$ = [200]的双束衍射条件成像。TEM试样制备步骤为：采用线切割从拉伸试样横截面上切取0.5 mm厚的薄片，采用180~800号SiC砂纸依次研磨至50 μm厚，随后制备成直径3 mm的圆片样品；采用TenuPol-5双喷减薄仪减薄样品，双喷液为10%$HClO_4$ + 90%C_2H_5OH溶液，电压20 V，温度–20 ℃，透光率140。为降低实验误差，在进行TEM观察时，针对每种变形样品分别制备了3个TEM样品，并对每个TEM样品选取5~10处不同视场进行观察和分析。

2 实验结果

2.1 高温拉伸性能

690合金电渣锭凝固组织中的柱状晶起始于铸锭边缘，倾斜向上生长并逐渐延伸至铸锭中心(图2)。在电渣锭边缘处柱状晶的直径约为1 mm，由铸锭边缘到中心逐渐增大。图3为690合金在900~1250 ℃下的高温拉伸性能。如图3a所示，试样的抗拉强度随温度升高而逐渐降低。然而，试样的塑性并未随温度变化单调上升，而是在增大的过程中两次下降，即在1100和1250 ℃这2个温度下出现低塑性区(图3b)。690合金是一种单相奥氏体合金，一般随着变形温度的升高，其强度降低、塑性提高。考虑

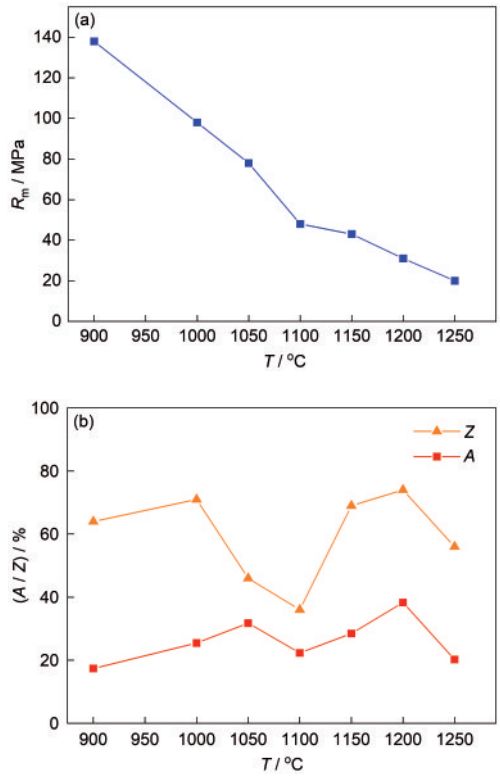


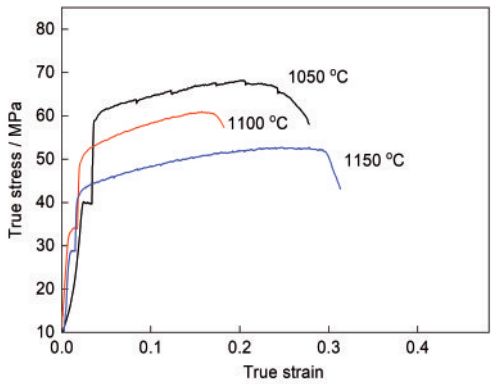
图3 690合金柱状晶试样高温拉伸强度和塑性随温度的变化

Fig.3 Variations of the high-temperature ultimate tensile strength (R_m) (a) and plasticity (b) of 690 alloy columnar-grain samples after tensile testing under different temperatures (A—elongation after fracture, Z—reduction of area, T—temperature)

到本工作所用实验材料为铸态组织样品，可能存在一定的数据分散性。因此，为验证1100 ℃时合金的低塑性，在1050、1100和1150 ℃下对690合金开展高温拉伸验证实验，结果如图4所示。1050、1100和1150 ℃时690合金的真应变依次为27.8%、18.2%和31.3%，可见，1100 ℃时曲线中确实存在低塑性区。而1250 ℃时由于热变形温度过高，通常高温效应会使合金强度和塑性同时降低，因此不再对其进行验证实验。

2.2 拉伸断口

图5为690合金柱状晶试样在900~1100 ℃下拉伸断口的宏观照片及SEM像。如图5a~c所示，900~1050 ℃试样侧面均出现了晶粒协调扭转流线，表明合金晶界强度保持在较高水平，能够充分保证粗大柱状晶的协调变形，由于晶粒尺寸较大，晶粒的协调转动在试样标距段上产生了明显的扭转变形痕迹。如图5d所示，在同样由粗大柱状晶组成的1100 ℃拉伸试样断口上未观察到明显的晶粒协调变形痕迹。这表明，试样在断裂前未发生显著的晶粒协调变形。拉伸断口结果(图5e~h)表明，断口表面均有



Color online

图4 690合金柱状晶试样在1050~1150 ℃下的真应力-应变曲线

Fig.4 True stress–true strain curves of 690 alloy columnar-grain samples after tensile testing at 1050–1150 °C

粗大的沟壑状柱状晶的沿晶断裂痕迹[27,28]，并存在明显韧窝，断裂模式为沿晶断裂。900和1000 ℃拉伸试样断口表面韧窝的平均直径分别为108和116 μm，且韧窝较深(图5e和f)；提高实验温度至1050 ℃时，韧窝平均尺寸减小至约86 μm，同时深度变浅(图5g)；继续提高温度至1100 ℃时，韧窝平均直径仅约为25 μm，且深度较浅(图5h)。断口处的韧窝是显微孔洞聚合前发生塑性变形的痕迹，韧窝深、尺寸大的特征表明合金的微观塑性变形量较大，材料在断裂前有能力承载更大的塑性应变，一定程度上反映出合金具有较好的变形塑性。反之，韧窝越浅、尺寸越小，微观变形程度越小，合金的塑性越低，因此1100 ℃时合金的塑性较低，这与图3b中实验结果一致。当实验温度较高时(高于1150 ℃)，实验设备在试样断裂瞬间仍会输出较高电流而产生弧光放电，导致断口尖端熔化(图6e~g中样品尖端深色区域)，因此无法进行横向组织观察。

图6为690合金柱状晶试样在900~1250 ℃下拉伸断口纵截面的OM像。由图6a~d可见，900~1100 ℃拉伸时，仅在断口尖端存在少量动态再结晶现象，且再结晶晶粒细小，大部分晶粒尺寸小于100 μm。当温度提高至1150~1200 ℃时，再结晶晶粒数量显著增加，同时晶粒长大至122~176 μm (图6e和f)。进一步升温至1250 ℃，再结晶晶粒明显增大，平均尺寸可达214 μm，如图6g所示。通常，提高合金的热变形温度有利于得到更小的动态再结晶临界激活位错密度和更高的再结晶速率[29]，并且690合金在1150 ℃及以上时具有较好的动态再结晶能力和变形能力[30~33]。

2.3 变形组织

进一步观察在1000~1150 ℃热变形时，690合金

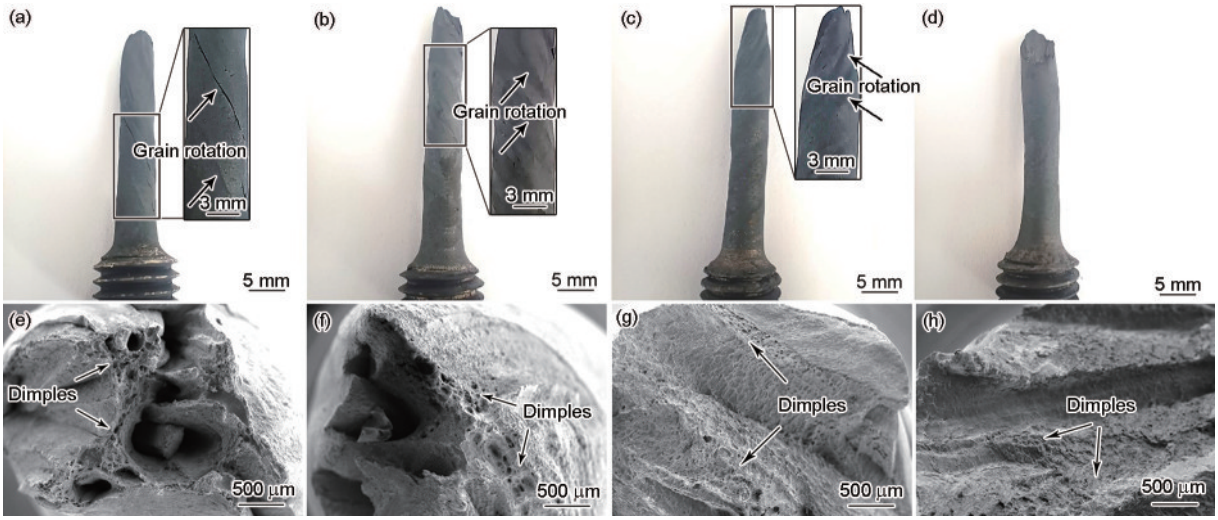


图5 不同温度下690合金柱状晶试样高温拉伸断口的宏观照片及SEM像

Fig.5 Macrophotographs (a–d) and SEM images (e–h) of 690 alloy columnar-grain samples after tensile testing at 900 ℃ (a, e), 1000 ℃ (b, f), 1050 ℃ (c, g), and 1100 ℃ (d, h) (Insets in Figs.5a–c are corresponding enlarged views)

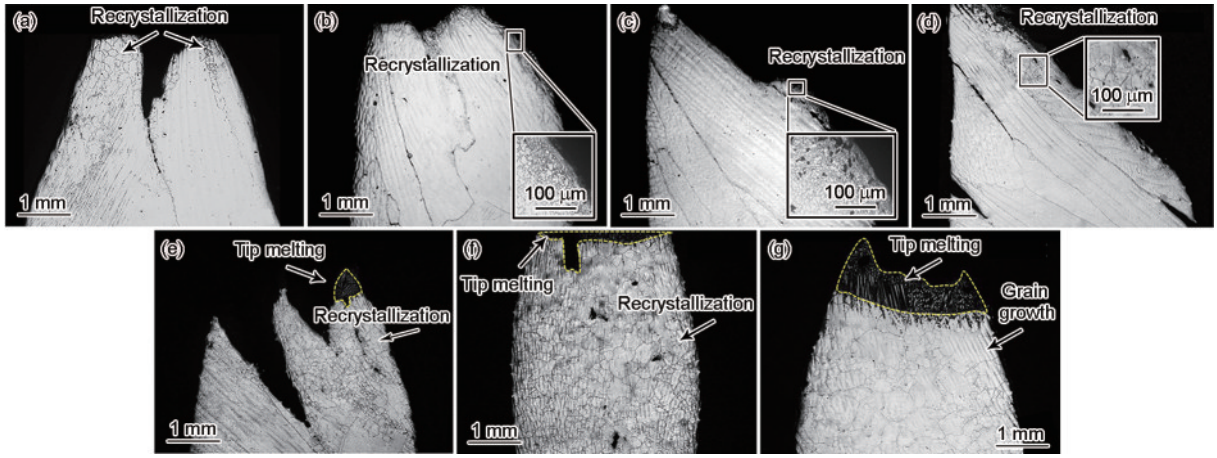


图6 690合金柱状晶试样高温拉伸断口纵截面的OM像

Fig.6 Longitudinal OM images of fractured 690 alloy columnar-grain samples testing at 900 ℃ (a), 1000 ℃ (b), 1050 ℃ (c), 1100 ℃ (d), 1150 ℃ (e), 1200 ℃ (f), and 1250 ℃ (g) (Insets in Figs.6b–d are the partially enlarged views)

不同变形阶段的动态再结晶和裂纹扩展行为，结果如图7所示。其中，图7a2~a4为1000 ℃拉伸时断口纵截面上距离断口由远及近的组织形貌，即变形程度逐渐加剧的组织特征。类似地，图7b2~b4、c2~c4和d2~d4分别为1050、1100和1150 ℃拉伸时距离断口由远及近的组织形貌。结果表明，与1000 ℃试样相比，变形温度提高至1050 ℃时，沿柱状晶晶界发生动态再结晶的晶粒数量增多，细小的再结晶晶粒阻碍了裂纹尖端的沿晶扩展，晶界裂纹明显被分隔、孤立，尺寸变得短小且互不连通(图7b2~b4)。继续提高变形温度至1100 ℃时，柱状晶晶界处的再结晶晶粒数量明显降低，此时裂纹迅速沿晶界扩展并相互贯通(图7c2~c4)。进一步提高温度至1150 ℃时，再结晶晶粒数量再次增多并明显长大，阻碍了裂纹扩展并抑制其相互连接(图7d2~d4)，从而提高了合金的塑性。

图8为1050、1100和1150 ℃高温拉伸断口纵截面的EBSD分析。1050和1150 ℃样品的再结晶晶粒数量较多(图8a和c)，同时应力在晶内和晶界间的分配较为均匀(图8d和f)。1100 ℃样品中的再结晶晶粒数量较少，且基本分布在断口表面处，在断口附近其他晶界处未观察到明显的动态再结晶现象(图8b)；此外，1100 ℃样品中的应力分布不均匀，晶界应力显著高于晶内(图8e)。这表明，1100 ℃变形样品晶粒内部的变形程度较低，在试样整体塑性变形初期即发生断裂，因此试样呈现出低塑性。这是由于在该温度条件下，合金再结晶能力较弱，裂纹可轻易在晶界萌生并扩展，导致大范围的沿晶开裂，最终试样发生断裂。Satyanarayana等[34]研究表明，合金在再结晶前的中温低塑性区可归因于晶界滑移导致的

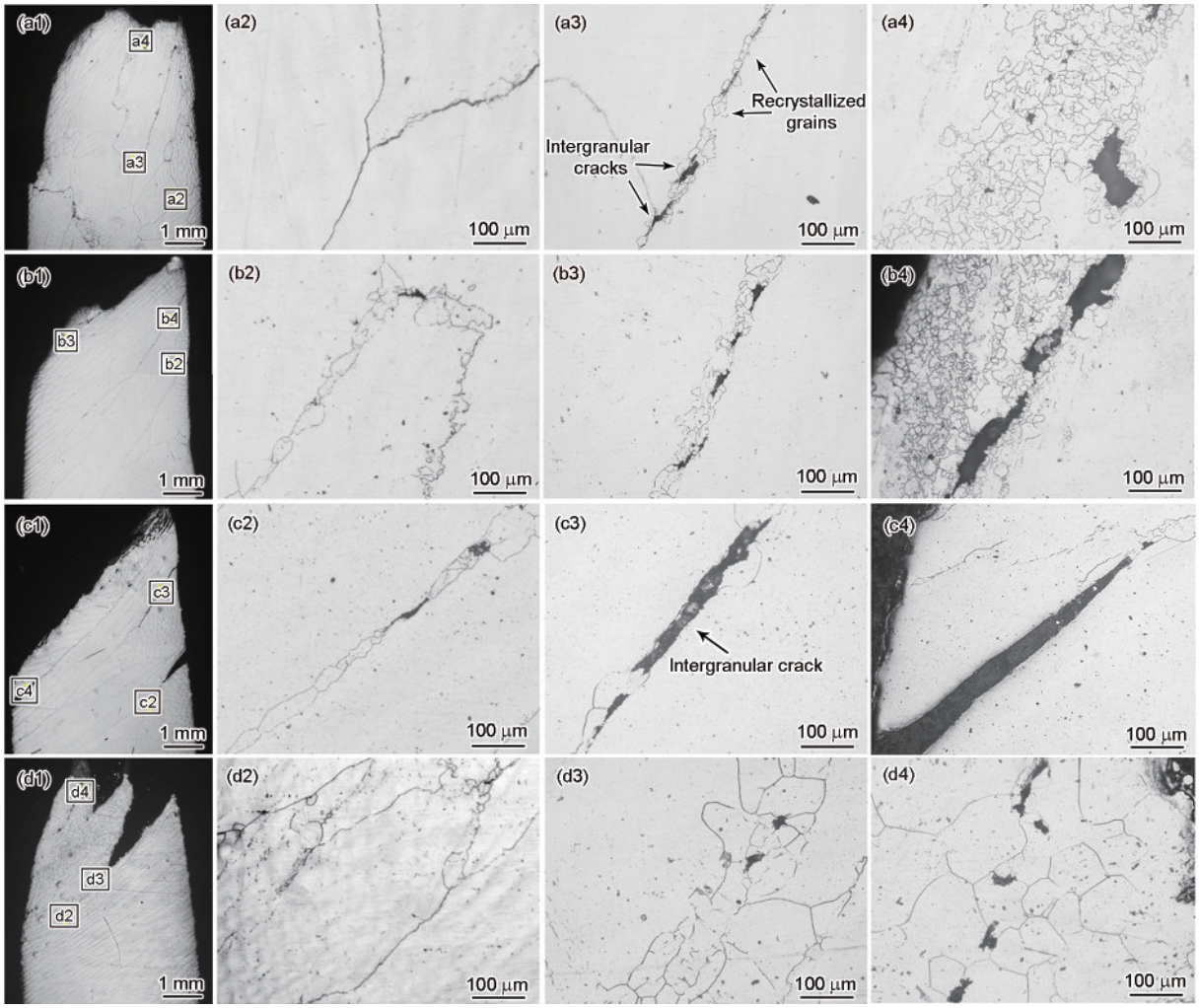


图 7 690 合金柱状晶试样高温拉伸断口纵截面及距离开裂位置方向由远及近的 OM 像

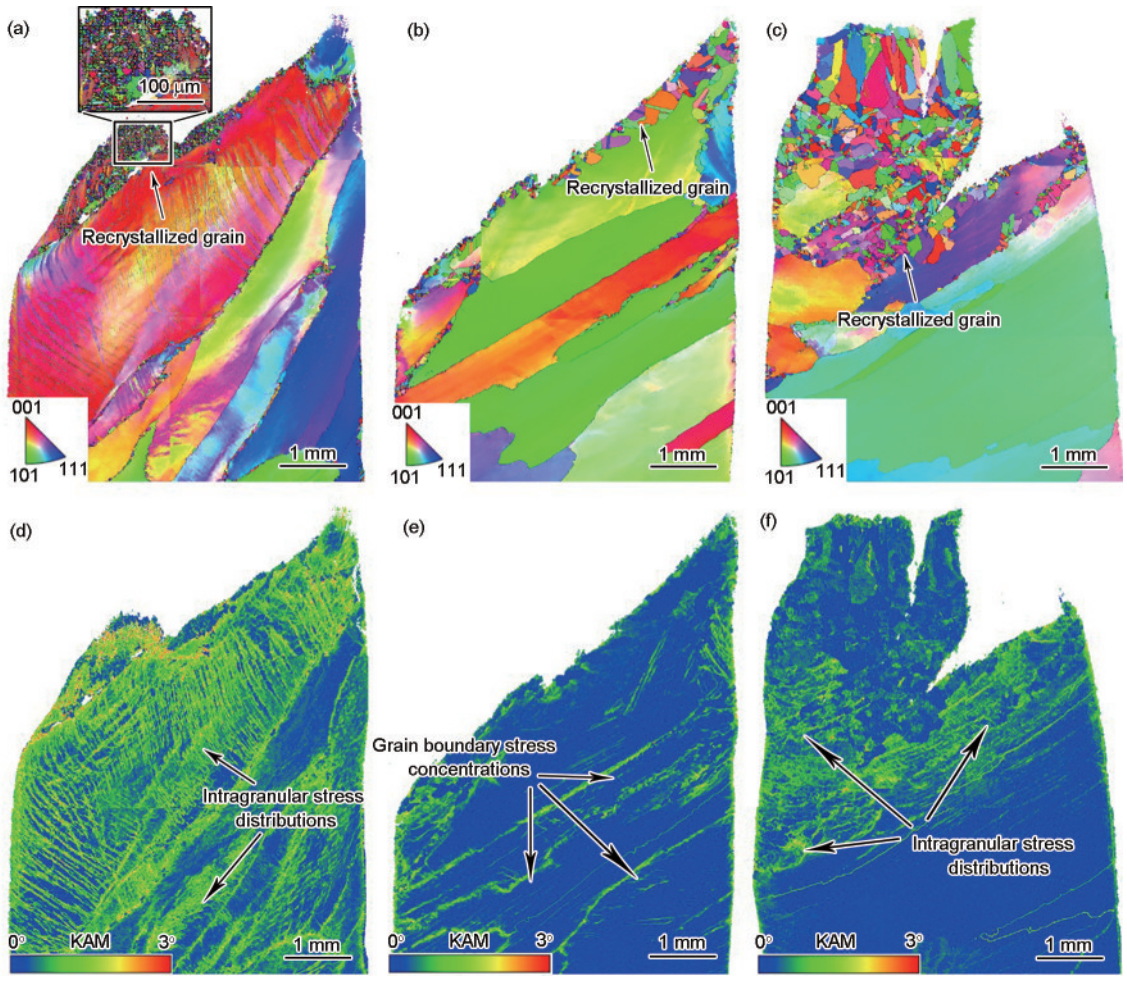
Fig.7 Longitudinal OM images (a1−d1) and OM images in the direction from far to near the crack location (a2−a4, b2−b4, c2−c4, d2−d4) of fractured 690 alloy columnar-grain samples after tensile testing at 1000 ℃ (a1−a4), 1050 ℃ (b1−b4), 1100 ℃ (c1−c4), and 1150 ℃ (d1−d4)

晶界处应力集中，进而形成沿晶裂纹，使得塑性降低。柱状晶参与塑性变形时内部会形成较多滑移带，滑移带与晶界的交互作用能够引起位错塞积和应力集中，在位错塞积作用下，晶界发生滑动以释放应力，促进合金晶内、晶界区域的协同变形，从而获得较高的变形能力[28]。然而，当柱状晶晶粒尺寸较为粗大时，对晶界滑移和协调变形能力提出较高要求，导致粗大柱状晶组织整体变形协调性较差。若此时晶界强度较低，缺乏再结晶支持，孔洞缺陷轻易形成连通，则晶粒在变形中的滑动或转动较难完成，试样因提前断裂而终止变形[35]。

图 9 为 1000~1200 ℃高温拉伸断裂试样近断口区域(距离断口尖端约 7 mm 处)的位错组态。由图可见，各样品中的主要微观形貌均为滑移带，滑移带主要有 2 个方向，夹角为 70.5°，这与 690 合金 fcc 结构{111}密排面的面夹角相对应。对比各样品中的滑移带密度可知，1000 ℃样品中的滑移带数量较多，表明此时柱状晶晶粒变形较充分；1100 ℃样品中的滑移带数量明显减少，晶粒的变形程度减弱；此外，1200 ℃样品中的滑移带数量虽然少于 1000 ℃样品，但多于 1100 ℃样品。试样在 1200 ℃变形时的塑性优于 1000 ℃ (图 3b)，但其滑移带数量较少，这归因于 1200 ℃变形时组织中产生了大量动态再结晶晶粒(图 6f)，释放了变形应力，晶粒间的协调变形较柱状晶更容易实现，降低了晶粒内部的变形程度。值得注意的是，虽然在 TEM 观察时同一样品中不同区域的滑移带密度可能存在差异，但因 1000~1200 ℃试样变形时组织差异明显，因此并不影响上述实验结果。

2.4 晶界碳化物

$M_{23}C_6$ 碳化物一般在时效处理过程中析出，是 690 合金中常见的晶界析出相。对于大尺寸电渣锭而言，由于其尺寸较大，冷却速率较慢，在电渣锭的冷却过程中，$M_{23}C_6$ 碳化物通常在晶界大量析出。在



Color online

图8 690合金柱状晶试样高温拉伸断口纵截面的EBSD分析

Fig.8 Longitudinal inverse pole figures (IPFs) (a–c) and kernel average misorientation (KAM) maps (d–f) of fractured 690 alloy columnar-grain samples after tensile testing at 1050 ℃ (a, d), 1100 ℃ (b, e), and 1150 ℃ (c, f) (Inset in Fig.8a is locally enlarged view)

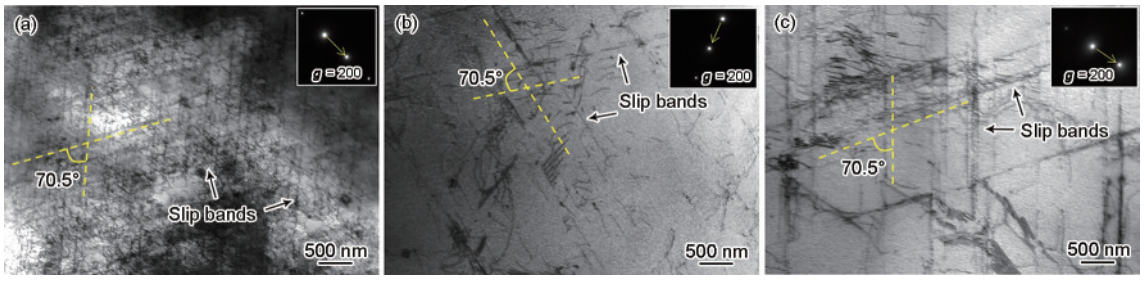


图9 690合金柱状晶试样高温拉伸口附近区域(距断口约7 mm处)的TEM像和SAED花样

Fig.9 TEM images of dislocation morphologies on the region near the fracture surface (≈ 7 mm) of 690 alloy columnar-grain samples after tensile testing at 1000 ℃ (a), 1100 ℃ (b), and 1200 ℃ (c) (Insets in Figs.9a–c are selected area electron diffraction (SAED) patterns)

合金热变形过程中，随变形温度升高，位于晶界的$M_{23}C_6$碳化物发生不同程度的溶解。图10为900~1100 ℃拉伸后690合金断口纵截面晶界处碳化物的SEM像和EDS分析。900 ℃拉伸时晶界上存在较多数量的碳化物，碳化物呈细小颗粒状，尺寸在0.2~2 μm之间，沿晶界不连续分布(图10a)。当变形温度升高至1000 ℃时，晶界碳化物数量开始减少，但仍然保持颗粒状的离散分布状态(图10b)。提高温度至1050 ℃时，晶界上只存在少量未溶碳化物，大部分晶界碳化物已经溶解(图10c)。进一步提高温度至1100 ℃时，晶界碳化物基本完全溶解(图10d)。EDS分析(图10b插图)表明，晶界析出相富含Cr、C元素，为690合金中常见的$M_{23}C_6$型碳化物。图11为铸态和1000~1150 ℃保温10 min后试样中晶界$M_{23}C_6$碳

化物的SEM像。可见，1100 ℃保温10 min后，690合金柱状晶试样中的碳化物大量溶解，这与上述热变形过程中的晶界碳化物溶解温度相符合。

图12为1000 ℃拉伸断裂样品中三叉晶界和晶界析出相的SEM像。图12a中标示了四条具有不同形态特征的晶界：晶界A为原始铸态、晶界B为开裂状态、晶界C为再结晶前状态、晶界D为再结晶后状态。晶界A上分布有大量不连续的颗粒状$M_{23}C_6$碳化物，平均尺寸小于1 μm，最小约为0.28 μm，晶界B及其附近的三叉晶界处可见明显开裂。晶界C附近发生动态再结晶，形成新的细小晶粒，再结晶形成的新晶界如图12a中蓝色曲线D标示，尽管动态再结

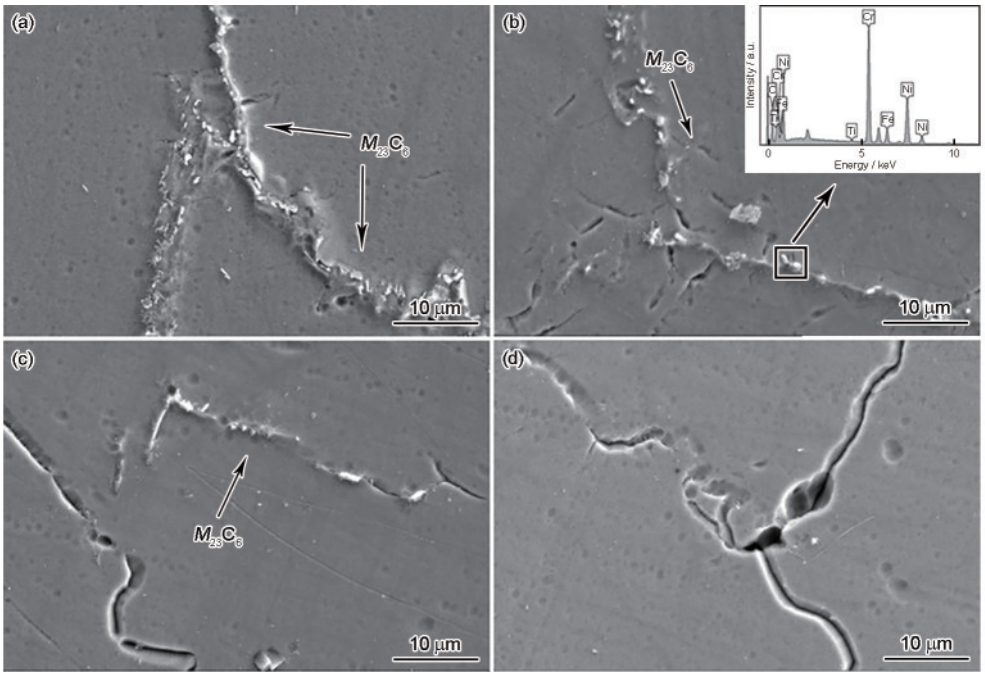


图10 不同温度拉伸后690合金柱状晶试样断口纵截面晶界碳化物的SEM像及EDS分析

Fig.10 Longitudinal SEM images of grain boundary carbides in fractured 690 alloy columnar-grain samples after tensile test at 900 ℃ (a), 1000 ℃ (b), 1050 ℃ (c), and 1100 ℃ (d) (Inset in Fig. 10b is corresponding EDS analysis of grain boundary carbides)

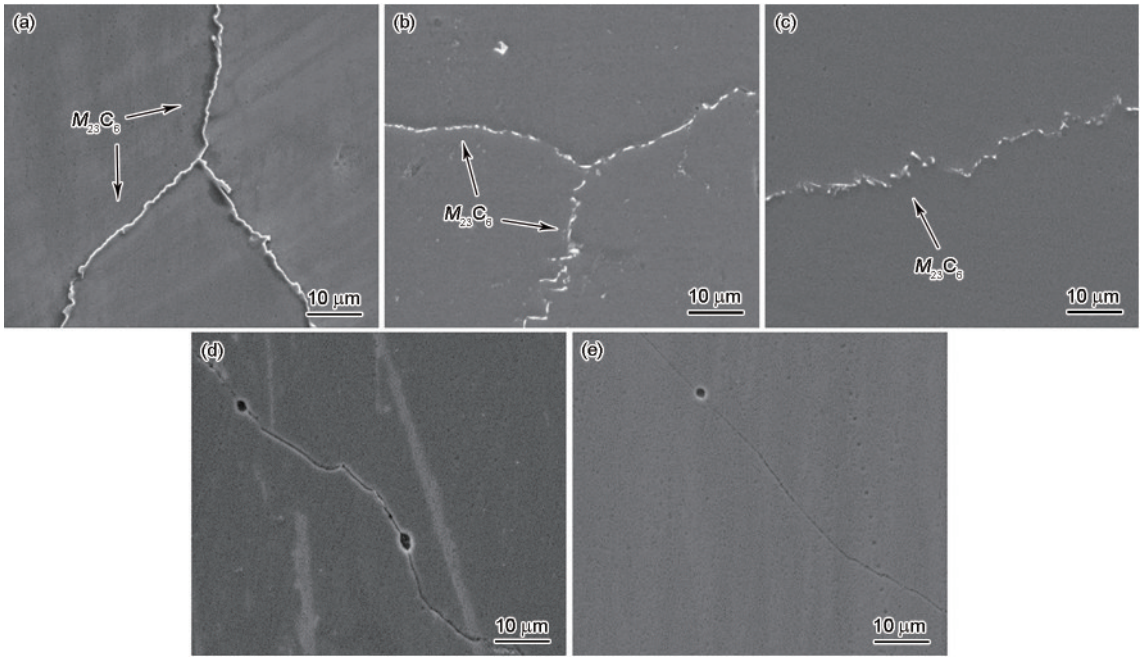
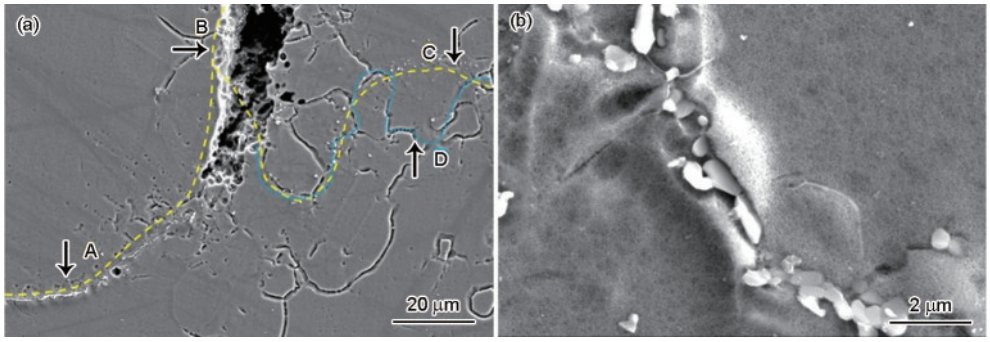


图11 铸态和固溶态690合金柱状晶试样中晶界碳化物的SEM像

Fig.11 SEM images of grain boundary carbides in the 690 alloy columnar-grain samples under as-cast state (a) and annealed at 1000 ℃ (b), 1050 ℃ (c), 1100 ℃ (d), and 1150 ℃ (e) for 10 min



Color online

图12 690合金1000 ℃高温拉伸断口三叉晶界和晶界析出相的SEM像

Fig.12 SEM images of grain boundary triple junction (a) and grain boundary precipitates (b) in 690 alloy columnar-grain sample after tensilt test at 1000 ℃ (A−D represent different types of grain boundaries; yellow dashed line represents columnar-grain boundary, blue solid line represents recrystallized grain boundary)

晶导致该区域出现许多小尺寸晶粒，但一条链状分布的碳化物条带仍标示出原始晶界的位置与走向，如图12a中黄色虚线C所示。晶界B处的裂纹沿晶扩展至晶界A和晶界C时，分别受到晶界碳化物和再结晶晶粒的阻碍作用而未发生继续扩展，表明晶界碳化物与再结晶一样，也具有抑制裂纹扩展、提高合金塑性的作用。由此可知，合金在1100 ℃变形时塑性较差，这与该温度条件下晶界碳化物完全溶解导致的晶界强度降低有关。

3 分析与讨论

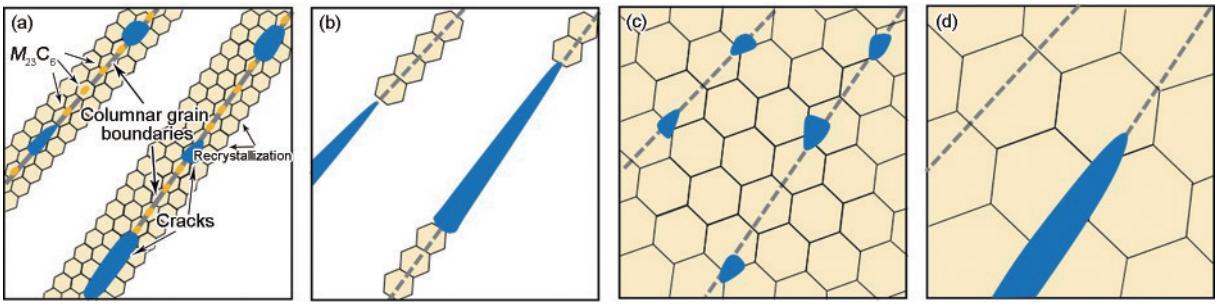
3.1 晶界碳化物强化晶界

$M_{23}C_6$碳化物与镍基合金、奥氏体不锈钢等材料的力学性能的关系已有众多报道，其对材料合金力学性能的影响与析出相形态、体积分数、颗粒尺寸和分布状态等多种因素有关[36]。Yang等[37]和Guan等[38]认为B和S元素能够促进$M_{23}C_6$碳化物以细小的颗粒状离散析出，从而提高合金的高温力学性能。时效初期，碳化物在晶界不连续析出，能够通过阻碍位错运动提高合金强度；随着时效时间的延长，晶界碳化物发生粗化，尺寸逐渐增大[39]。此外，$M_{23}C_6$碳化物自身较脆，其与基体的非共格界面的结合力较低，在应力作用下易在与基体的界面上形成孔洞，降低合金的强度和塑性[28]。Mo等[40]研究了NiCrFe-7焊接材料的高温变形行为，发现在$M_{23}C_6$碳化物峰值析出温度附近进行拉伸变形时，晶界强度明显下降，此时材料塑性较低。综上所述，当$M_{23}C_6$碳化物析出量较大、分布较为连续时，晶界的绝对强度下降；而$M_{23}C_6$碳化物尺寸较小、离散分布析出时，其对晶界强度的弱化作用有限，并能够阻碍位错移动和晶界裂纹扩展，进而起到强化晶界并提高合金高温力学性能的作用。

本工作中，晶界$M_{23}C_6$碳化物在900~1050 ℃热变形过程中发生部分溶解，尺寸减小，分布状态由铸锭中的沿晶界连续分布(图11a)转变为不连续分布(图10a~c和图11b、c)，起到阻碍裂纹沿晶扩展的作用，同时增大晶界滑动阻力[33]，提高柱状晶晶界稳定性，使合金塑性提高。当热变形温度提高至1100 ℃及以上时，$M_{23}C_6$碳化物发生大规模溶解(图10d和图11d、e)，碳化物对晶界的强化作用消失，裸露晶界在塑性变形过程中滑动阻力较小，晶界滑动与局部晶界塑性变形加剧，晶界孔洞大量萌生并发展为晶界裂纹，显著降低了合金的高温塑性。

3.2 晶界碳化物促进动态再结晶

晶界$M_{23}C_6$碳化物不仅具有阻碍裂纹扩展的作用，同时还能够影响合金的动态再结晶过程，碳化物对再结晶行为的影响与其尺寸、数量和分布形态等密切相关。晶界$M_{23}C_6$碳化物不仅具有阻碍裂纹扩展的作用，同时还能够影响合金的动态再结晶过程。晶界$M_{23}C_6$碳化物对合金动态再结晶的影响具有双重性，其具体作用与其尺寸、数量及分布形态密切相关。当碳化物以颗粒状、不连续方式分布于晶界(尺寸约为0.1~5 μm，尤其在2~5 μm范围内)时，可因其周围较高的形变储能而作为再结晶形核质点，促进新晶粒形成，从而有利于提高再结晶速率并降低再结晶温度[41,42]。另一方面，若$M_{23}C_6$碳化物在晶界呈高密度、链状连续分布，会对晶界产生显著钉扎作用，抑制晶界迁移与再结晶进程，并限制晶界滑移与变形协调[43-45]。碳化物尺寸在此过程中同样具有关键影响，尺寸在0.1~5 μm范围内通常可通过累积形变储能促进动态再结晶，而过小的碳化物(如20~50 nm)则无明显促进作用[41]；值得注意的是，即使存在钉扎效应，在足够大的再结晶驱动力下，晶界仍可



Color online

图 13 高温拉伸过程中 690 合金柱状晶试样晶界碳化物和再结晶对裂纹扩展行为影响示意图

Fig.13 Schematics of the influence of grain boundary carbides and recrystallization on crack propagation behavior of 690 alloy columnar-grain samples after tensile test at 900−1050 ℃ (a), 1100 ℃ (b), 1150−1200 ℃ (c), and 1250 ℃ (d)

绕过碳化物继续迁移[46]。因此，$M_{23}C_6$碳化物对动态再结晶的促进或抑制，最终取决于其尺寸大小与分布连续性之间的共同作用。综上可知，当$M_{23}C_6$碳化物在晶界以颗粒状不连续分布时，由于碳化物质点处形变储能高，可为再结晶晶粒形核提供有利位置，促进再结晶，从而在一定程度上增加再结晶速率，降低再结晶温度；当$M_{23}C_6$碳化物以较高密度在晶界连续分布时，碳化物则会通过钉扎晶界抑制再结晶发生。

温度对再结晶行为的影响通常满足 Arrhenius 方程[43]，即随着温度的升高，再结晶晶粒形核和长大速率逐渐增加[43,47]，再结晶能力增强。但根据上述实验结果和分析可知，在有析出相存在时，情况会有所不同。当变形温度为 900~1050 ℃时，晶界处存在未溶的、不连续分布的$M_{23}C_6$碳化物颗粒，碳化物尺寸为 0.2~2 μm (图 10a~c)。此时，由于碳化物增大局部形变储能，为再结晶形核提供有利位置，因此促进动态再结晶发生，使再结晶晶粒增多(图 6a、7a4 和 b4)。变形温度升至 1100 ℃时，晶界$M_{23}C_6$碳化物基本完全溶解(图 10d 和 11d)，碳化物不再促进再结晶，并且由于此时变形温度不足，动态再结晶临界激活应力仍然较高，再结晶不易发生，表现为再结晶晶粒数量较少(图 7c4 和 8b)。当变形温度进一步提高至 1150~1200 ℃时，高温效应使再结晶较易发生(图 6e 和 f)。而 1250 ℃时由于变形温度过高，再结晶晶粒发生明显长大(图 6g)。由此可见，690 合金铸态试样在 900~1250 ℃的再结晶能力出现提高-降低-再提高的变化趋势，这是受温度和晶界碳化物的综合影响所致。

3.3 晶界碳化物和动态再结晶对高温塑性的综合作用

综上，690 合金铸态试样的高温拉伸塑性受晶界碳化物和动态再结晶的共同影响。图 13 为高温拉伸过程中 690 合金柱状晶试样晶界碳化物和动态再结晶对裂纹扩展行为影响示意图。如图 13a 所示，当合金在 900~1050 ℃热变形时，由于温度较低，晶界强度相对较高，且晶界未溶$M_{23}C_6$碳化物阻碍裂纹沿晶扩展，提高晶界滑动阻力，同时由于碳化物质点增大了局部形变储能，为再结晶形核提供有利位置，促进再结晶晶粒增多，进一步将沿晶裂纹相互隔开，使晶界满足晶粒协调转动变形的强度需求，能够支撑晶内变形而不发生开裂，因此合金具有较高塑性和变形能力。如图 13b 所示，当变形温度升至 1100 ℃时，晶界强度下降，晶界$M_{23}C_6$碳化物基本完全溶解，碳化物对裂纹的阻碍作用和对动态再结晶的促进作用消失，且该温度下的动态再结晶临界激活应力仍然较高，再结晶晶粒数量较少，裂纹连通、扩展加速，虽然此时晶粒也有转动变形的倾向，但由于晶界过早开裂，无法实现柱状晶的整体协调变形，导致试样提前发生断裂，塑性下降。如图 13c 所示，当变形温度进一步提高至 1150~1200 ℃时，高温效应促进再结晶快速发生，改善晶界形态、消除平直晶界，阻碍裂纹扩展。如图 13d 所示，1250 ℃时由于变形温度过高，再结晶晶粒发生明显长大，再次使晶界“平直化”，对裂纹扩展的抑制作用减弱，使合金塑性再次降低。

4 结论

(1) 在 900~1250 ℃温度范围内，690 合金柱状晶试样的抗拉强度随温度升高呈线性下降，而拉伸塑性分别在 1100 和 1250 ℃时出现 2 次明显下降，形成局部温度的低塑性区。

(2) 690 合金柱状晶凝固组织试样的高温塑性与晶界碳化物的尺寸、分布和动态再结晶程度有关。在较低温度(900~1050 ℃)变形时，晶界未溶$M_{23}C_6$碳化物阻碍裂纹沿晶扩展，同时碳化物促进动态再结晶，再结晶晶粒进一步将沿晶裂纹相互隔开，使合金

具有较高的塑性和变形能力。在1150~1200 ℃高温变形时，再结晶是提高高温塑性的主要影响因素。

(3) 1100 ℃时试样塑性较差，这是因为该温度下晶界$M_{23}C_6$碳化物大量溶解，碳化物对裂纹的阻碍作用和对再结晶的促进作用消失，且此时动态再结晶临界激活应力高，再结晶晶粒数量少，裂纹连通、扩展加速，导致塑性降低。而1250 ℃时试样的低塑性是由于再结晶晶粒明显粗化，对裂纹扩展的抑制作用减弱，使塑性再次降低。

参 考 文 献

[1] Liu X R, Zhang K, Xia S, et al. Effects of triple junction and grain boundary characters on the morphology of carbide precipitation in alloy 690 [J]. Acta Metall. Sin., 2018, 54: 404
(刘锡荣, 张 凯, 夏 爽等. 690合金中三晶交界及晶界类型对碳化物析出形貌的影响 [J]. 金属学报, 2018, 54: 404)

[2] Chen B, Hao X C, Ma Y C, et al. Effects of nitrogen addition on microstructure and grain boundary microchemistry of Inconel alloy 690 [J]. Acta Metall. Sin., 2017, 53: 983
(陈 波, 郝宪朝, 马颖澈等. 添加N对Inconel 690合金显微组织和晶界微区成分的影响 [J]. 金属学报, 2017, 53: 983)

[3] Wang M, Zha X D, Gao M, et al. Structure, microsegregation, and precipitates of an alloy 690 ESR ingot in industrial scale [J]. Metall. Mater. Trans., 2015, 46A: 5217

[4] Wang M, Yi H Y, Zhao X, et al. Formation mechanism of microstructural non-uniformity in the hot working of commercial-scale electro-slag remelted alloy 690 ingots [J]. Metall. Mater. Trans., 2020, 51A: 3996

[5] Baligidad R G, Radhakrishna A. Effect of hot rolling and heat treatment on structure and properties of high carbon Fe–Al alloys [J]. Mater. Sci. Eng., 2001, A308: 136

[6] Wang Y, Wang J S, Dong J S, et al. Hot deformation characteristics and hot working window of as-cast large-tonnage GH3535 superalloy ingot [J]. J. Mater. Sci. Technol., 2018, 34: 2439

[7] Li J, Xia M X, Hu Q D, et al. Solutions in improving homogeneities of heavy ingots [J]. Acta Metall. Sin., 2018, 54: 773
(李 军, 夏明许, 胡侨丹等. 大型铸锭均质化问题及其新解 [J]. 金属学报, 2018, 54: 773)

[8] Yu H, Li X, Jiang H, et al. Effect of carbide characteristics on damage of cold deformed GH3536 alloy and its control [J]. Acta Metall. Sin., 2024, 60: 464
(余 华, 李 昕, 江 河等. 碳化物特征对GH3536合金冷变形损伤的影响及控制 [J]. 金属学报, 2024, 60: 464)

[9] Zhao X, Wang M, Hao X C, et al. Effects of solution annealing on the precipitation of dendrite-like carbides during continuous cooling in Alloy 690 [J]. J. Mater. Res. Technol., 2021, 15: 3296

[10] Peng Z C, Luo J P, Zhao Y, et al. Evolution of microstructure during static recrystallization in FGH96 superalloy [J]. Acta Metall. Sin., 2025, 61: 235
(彭子超, 罗俊鹏, 赵 宇等. FGH96合金静态再结晶过程的显微组织演化 [J]. 金属学报, 2025, 61: 235)

[11] Hu B J, Zheng Q Y, Lu Y, et al. Recrystallization controlling in a cold-rolled medium Mn steel and its effect on mechanical properties [J]. Acta Metall. Sin., 2024, 60: 189
(胡宝佳, 郑沁园, 路 轶等. 冷轧中锰钢的再结晶调控及其对力学性能的影响 [J]. 金属学报, 2024, 60: 189)

[12] Li F S, Liu Z P, Ding C C, et al. Strengthening and plastifying of a novel high-strength low-density austenitic steel [J]. Acta Metall. Sin., 2025, 61: 909
(李夫顺, 刘志鹏, 丁灿灿等. 一种新型高强奥氏体低密度钢的强塑性机理 [J]. 金属学报, 2025, 61: 909)

[13] Wang T, Wan Z P, Li Z, et al. Effect of heat treatment parameters on microstructure and hot workability of as-cast fine grain ingot of GH4720Li alloy [J]. Acta Metall. Sin., 2020, 56: 182
(王 涛, 万志鹏, 李 钊等. 热处理工艺对GH4720Li合金细晶铸锭组织与热加工性能的影响 [J]. 金属学报, 2020, 56: 182)

[14] Zhao X, Liu Y, Zha X D, et al. Microstructure and mechanical properties of welding joint of a new corrosion resistant Ni-based alloy [J]. Acta Metall. Sin., 2014, 50: 1377
(赵 霞, 刘 扬, 查向东等. 一种新型镍基耐蚀合金焊接接头的组织与力学性能 [J]. 金属学报, 2014, 50: 1377)

[15] Ma Y C, Li S, Hao X C, et al. Research on the carbide precipitation and chromium depletion in the grain boundary of alloy 690 containing different contents of nitrogen [J]. Acta Metall. Sin., 2016, 52: 980
(马颖澈, 李 硕, 郝宪朝等. 2种N含量不同的690合金中晶界碳化物及晶界Cr贫化研究 [J]. 金属学报, 2016, 52: 980)

[16] Zhao X, Wang M, Hao X C, et al. Precipitation of dendritic $M_{23}C_6$ carbides in alloy 690 during continuous cooling [J]. J. Alloys Compd., 2021, 851: 156694

[17] Balikci E, Mirshams R A, Raman A. Fracture behavior of superalloy IN738LC with various precipitate microstructures [J]. Mater. Sci. Eng., 1999, A265: 50

[18] Wang C S, Guo Y A, Guo J T, et al. Investigation and improvement on structural stability and stress rupture properties of a Ni–Fe based alloy [J]. Mater. Des., 2015, 88: 790

[19] Sani S A, Arabi H, Ebrahimi G R. Hot deformation behavior and DRX mechanism in a γ–γ' cobalt-based superalloy [J]. Mater. Sci. Eng., 2019, A764: 138165

[20] Jiang H, Dong J X, Zhang M C, et al. Evolution of twins and substructures during low strain rate hot deformation and contribution to dynamic recrystallization in alloy 617B [J]. Mater. Sci. Eng., 2016, A649: 369

[21] Ghazani M S, Eghbali B. Characterization of the hot deformation microstructure of AISI 321 austenitic stainless steel [J]. Mater. Sci. Eng., 2018, A730: 380

[22] Wang M J, Sun C Y, Fu M W, et al. Study on the dynamic recrystallization mechanisms of Inconel 740 superalloy during hot deformation [J]. J. Alloys Compd., 2020, 820: 153325

[23] Guo S L, Li D F, Pen H, et al. Hot deformation and processing maps of Inconel 690 superalloy [J]. J. Nucl. Mater., 2011, 410: 52

[24] Lee W S, Liu C Y, Sun T N. Deformation behavior of Inconel 690 super alloy evaluated by impact test [J]. J. Mater. Process. Technol., 2004, 153–154: 219

[25] Venkatesh V, Rack H J. Influence of microstructural instabilities

on elevated temperature creep deformation of Inconel 690 [J]. Mater. Sci. Technol., 1999, 15: 408

[26] Zhang S H, Zhang H Y, Cheng M. Tensile deformation and fracture characteristics of delta-processed Inconel 718 alloy at elevated temperature [J]. Mater. Sci. Eng., 2011, A528: 6253

[27] Kato H, Cahoon J R. Tensile properties of directionally solidified Al–4 wt pct Cu alloys with columnar and equiaxed grains [J]. Metall. Trans., 1986, 17A: 823

[28] Lee T H, Lee Y J, Joo S H, et al. Intergranular $M_{23}C_6$ carbide precipitation behavior and its effect on mechanical properties of Inconel 690 tubes [J]. Metall. Mater. Trans., 2015, 46A: 4020

[29] Wang Y, Shao W Z, Zhen L, et al. Hot deformation behavior of delta-processed superalloy 718 [J]. Mater. Sci. Eng., 2011, A528: 3218

[30] Yang L, Dong J X, Zhang M C. Deformation behavior and dynamic recrystallization model for 690 alloy at elevated temperature [J]. Rare Met. Mater. Eng., 2012, 41: 727
(杨 亮, 董建新, 张麦仓. 690 合金高温变形行为与动态再结晶模型 [J]. 稀有金属材料与工程, 2012, 41: 727)

[31] Wang B, Cheng M, Zhang S H, et al. High-temperature high-speed hot deformation behavior of Inconel 690 alloy [J]. Chin. J. Rare Met., 2011, 35: 841
(王 彬, 程 明, 张士宏等. Inconel690 合金高温高速热变形行为研究 [J]. 稀有金属, 2011, 35: 841)

[32] Wang J, Chen X, Jin T. Effect of dendrite morphology on hot deformation behaviors of 690 alloy [J]. Trans. Mater. Heat Treat., 2015, 36(12): 44
(王 珏, 陈 雪, 金 涛. 枝晶形貌对 690 合金热变形行为的影响 [J]. 材料热处理学报, 2015, 36(12): 44)

[33] Tan H C, Dong J X, Zhang M C, et al. Dynamic recrystallization behavior of Inconel 690 during hot continuous deformation [J]. J. Univ. Sci. Technol. Beijing, 2013, 35: 1607
(谭化超, 董建新, 张麦仓等. 690 合金高温连续变形动态再结晶行为 [J]. 北京科技大学学报, 2013, 35: 1607)

[34] Satyanarayana D V V, Malakondaiah G, Sarma D S. Characterization of the age-hardening behavior of a precipitation-hardenable austenitic steel [J]. Mater. Charact., 2001, 47: 61

[35] Németh A A N, Crudden D J, Armstrong D E J, et al. Environmentally-assisted grain boundary attack as a mechanism of embrittlement in a nickel-based superalloy [J]. Acta Mater., 2017, 126: 361

[36] Yang J X, Zheng Q, Sun X F, et al. Relative stability of carbides and their effects on the properties of K465 superalloy [J]. Mater. Sci. Eng., 2006, A429: 341

[37] Yang F, Hou J S, Gao S, et al. The effects of boron addition on the microstructure stability and mechanical properties of a Ni–Cr based superalloy [J]. Mater. Sci. Eng., 2018, A715: 126

[38] Guan S, Cui C Y, Yuan Y, et al. The role of phosphorus in a newly developed Ni–Fe–Cr-based wrought superalloy [J]. Mater. Sci. Eng., 2016, A662: 275

[39] Zheng L G, Hu X Q, Kang X H, et al. Precipitation of $M_{23}C_6$ and its effect on tensile properties of 0.3C–20Cr–11Mn–1Mo–0.35N steel [J]. Mater. Des., 2015, 78: 42

[40] Mo W L, Lu S P, Li D Z, et al. Effects of $M_{23}C_6$ on the high-temperature performance of Ni-based welding material NiCrFe-7 [J]. Metall. Mater. Trans., 2014, 45A: 5114

[41] Wang R, Zhang W, Li Y H, et al. Stress-strain behavior and microstructural evolution of ultra-high carbon Fe–C–Cr–V–Mo steel subjected to hot deformation [J]. Mater. Charact., 2021, 171: 110746

[42] Chen W T, Wu Y F, Guo L, et al. Dual-effects of carbon doping on the recrystallization kinetics of the Cantor alloy during mid-temperature annealing [J]. Intermetallics, 2023, 155: 107828

[43] Shi Z X, Liu S Z, Zhao J Q. Effect of carbon content on recrystallization of single crystal superalloy [J]. Fail. Anal. Prev., 2019, 14: 8
(史振学, 刘世忠, 赵金乾. C 含量对单晶高温合金再结晶的影响 [J]. 失效分析与预防, 2019, 14: 8)

[44] Pu S. Recrystallization and its effect on mechanical properties of DZ40M superalloy [D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2007
(濮 晟. DZ40M 高温合金的再结晶及其对合金力学性能的影响 [D]. 南京: 南京航空航天大学, 2007)

[45] Zhao Y, Wang L, Yu T, et al. Effects of secondary precipitation on recrystallization in Co-base superalloy DZ40M [J]. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2006, 16(spec.3): s1944

[46] Liu L R, Sun X T, Jin T, et al. Recrystallization in a single crystal superalloy with carbon addition [J]. Mater. Mech. Eng., 2007, 31(5): 9
(刘丽荣, 孙新涛, 金 涛等. 含碳镍基单晶高温合金的再结晶倾向性 [J]. 机械工程材料, 2007, 31(5): 9)

[47] Pu S, Zhang J, Shen Y F, et al. Recrystallization in a directionally solidified cobalt-base superalloy [J]. Mater. Sci. Eng., 2008, A480: 428

(责任编辑:梁 烨)