

挤压态FGH4096镍基粉末高温合金缓冷过程中 γ' 相析出行为与机理研究

曹亚茹

烟台大学精准材料高等研究院, 山东 烟台

收稿日期: 2026年6月21日; 录用日期: 2026年7月21日; 发布日期: 2026年7月29日

摘要

为探究缓冷条件下晶界 γ' 相析出行为与机理, 从而为通过组织调控改善合金热塑性提供依据, 研究通过中断冷却实验, 将挤压态FGH4096镍基粉末高温合金在1110℃亚固溶热处理后, 分别以75℃/h与7.5℃/h的速率缓慢冷却至1050℃, 并在1100℃~1050℃温度区间内选取6个温度节点进行水淬以保留高温组织, 利用扫描电子显微镜(SEM)背散射电子成像及定量图像分析技术对 γ' 相的形貌、尺寸及面积分数进行了系统表征。结果表明: 1110℃亚固溶处理后, 合金中含有面积分数为2.05%细小 γ' 相, 主要分布在晶界处, 抑制缓冷过程中晶粒长大。在两种冷速下, γ' 相均在晶界优先形核并析出。在75℃/h冷速下, 冷却至1080℃时晶界 γ' 相面积分数为7.39%, 颗粒密度降至0.013 μm^{-2} , 相邻颗粒沿晶界合并; 随后温度降至1070℃时, 晶界再次爆发形核, 颗粒密度回升至0.056 μm^{-2} , 至1050℃时面积分数达14.82%, 呈现粗大长条状与细小近球状混合分布的特征。在7.5℃/h冷速下, γ' 相始终以块状形貌在晶界粗化长大, 无二次爆发形核现象, 至1050℃时面积分数达21.08%, 晶内 γ' 相含量明显低于75℃/h冷速。EBSD分析表明, 晶界大尺寸块状 γ' 相与基体呈非共格界面。分析认为: 晶界异质形核能垒低, 亚固溶后晶界 γ' 相形成元素偏聚以及晶界快速扩散等综合因素共同促进了 γ' 相在晶界优先形核。在细晶组织中, 缓冷高温阶段溶质原子扩散速率快, 扩散区域大, 晶界优先形核的 γ' 相快速长大并消耗周围基体中 γ' 相溶质原子, 降低晶内溶质原子的浓度, 抑制晶内 γ' 相爆发形核。随晶界 γ' 相尺寸增大, 其与基体的共格关系逐渐破坏, 转变为非共格界面, 此后生长主要受界面能控制, 在晶界缓慢迁移条件下呈离散块状分布, 形成 $\gamma + \gamma'$ 双相组织, 有利于提高后续热加工性能。研究阐明了缓冷过程中大尺寸块状 γ' 相形成机理, 为热加工过程中析出相调控改善合金热塑性提供数据和理论支撑。

关键词

镍基粉末高温合金, 晶界 γ' 相, 缓慢冷却, 非共格界面, 晶界迁移率

Study on the Precipitation Behavior and Mechanism of γ' Phase in As-Extruded FGH4096 Nickel-Based Powder Metallurgy Superalloy during Slow Cooling

Yaru Cao

Institute for Advanced Studies in Precision Materials, Yantai University, Yantai Shandong

Received: June 21, 2026; accepted: July 21, 2026; published: July 29, 2026

Abstract

To investigate the precipitation behavior and mechanism of the grain boundary γ' phase during slow cooling, and thereby provide a basis for improving the hot plasticity of the alloy through microstructural control, this study employed interrupted cooling experiments. The as-extruded FGH4096 nickel-based powder metallurgy superalloy was subjected to sub-solvus heat treatment at 1110°C, followed by slow cooling to 1050°C at two rates of 75°C/h and 7.5°C/h. Six temperature points within the range of 1100°C to 1050°C were selected for water quenching to preserve the high-temperature microstructure. The morphology, size, and area fraction of the γ' phase were systematically characterized using scanning electron microscopy (SEM) with backscattered electron imaging and quantitative image analysis. The results show that after sub-solvus treatment at 1110°C, 2.05% (area fraction) of fine γ' phase remained in the alloy, primarily distributed at grain boundaries, which inhibited grain growth during subsequent slow cooling. At both cooling rates, the γ' phase preferentially nucleated and precipitated at grain boundaries. At the cooling rate of 75°C/h, when the temperature reached 1080°C, the area fraction of grain boundary γ' phase was 7.39%, and the particle density decreased to 0.013 μm^{-2} , with adjacent particles merging along grain boundaries into an irregular elongated morphology. As the temperature further decreased to 1070°C, burst nucleation occurred again at grain boundaries, and the particle density rebounded to 0.056 μm^{-2} . At 1050°C, the area fraction reached 14.82%, exhibiting a mixed distribution of coarse elongated and fine near-spherical particles. At the cooling rate of 7.5°C/h, the γ' phase coarsened continuously at grain boundaries in a blocky morphology without secondary burst nucleation. At 1050°C, the area fraction reached 21.08%, and the intragranular γ' phase content was significantly lower than that at 75°C/h. EBSD analysis revealed that the coarse blocky γ' phase at grain boundaries exhibited an incoherent interface with the matrix. The analysis indicates that the preferential nucleation of γ' phase at grain boundaries is promoted by a combination of factors, including a low heterogeneous nucleation energy barrier at grain boundaries, enrichment of γ' -forming elements at grain boundaries after sub-solvus treatment, and rapid grain boundary diffusion. In the fine-grained microstructure, solute atoms diffuse rapidly with a large diffusion zone during the high-temperature stage of slow cooling. The γ' phase that nucleates preferentially at grain boundaries grows rapidly and consumes the γ' -forming solute atoms in the surrounding matrix, thereby reducing the solute concentration within grains and suppressing the burst nucleation of intragranular γ' phase. As the grain boundary γ' phase grows, its coherent relationship with the matrix is gradually lost and transforms into an incoherent interface. Thereafter, the growth is mainly controlled by interfacial energy, and the γ' phase distributes as discrete blocky particles at grain boundaries under slow grain boundary migration, forming a $\gamma + \gamma'$ duplex microstructure that is beneficial for improving subsequent hot workability. This study elucidates the formation mechanism of coarse blocky γ' phase during slow

cooling, providing data and theoretical support for improving the hot plasticity of the alloy through precipitate control during hot working.

Keywords

Nickel-Base Powder Metallurgy Superalloy, Grain Boundary γ' Phase, Slow Cooling, Incoherent Interface, Grain Boundary Mobility

Copyright © 2026 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

镍基粉末高温合金具有良好的高温抗氧化性、组织稳定性和综合力学性能，是制备先进航空发动机涡轮盘等热端部件的关键首选材料[1][2]。为满足航空发动机高性能、高热效率、长寿命和高可靠性的要求，镍基粉末高温合金的合金化程度不断提高，其主要强化相 γ' 相的体积分数通常在 35%~50% 的范围内。然而，高体积分数的强化相显著增加了合金的变形抗力，减小了合金的热加工窗口和降低了合金的热塑性，组织调控困难[3]-[8]。组织调控是改善合金热加工性能的重要手段。热挤压态 FGH4096 合金具有细晶组织，其中与 γ 基体呈共格关系的 L12 型有序结构 γ' 相($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$)除了起到强化作用，其在热加工过程中对组织调控和改善热加工性能也至关重要[7][9]-[14]。热加工过程中， γ' 相的体积分数、尺寸及分布直接影响晶粒回复、再结晶以及晶粒长大粗化等行为[7][11]-[13][15]-[19]，进而影响着合金的热加工性能[6][7][11]-[13][20]-[25]。与晶内 γ' 相不同，晶界处 γ' 相因与基体的界面关系及形貌特征存在本质差异，其对热加工性能的影响更为复杂。研究表明通过调控热处理工艺控制冷速，可获得粗大 γ' 相或 $\gamma + \gamma'$ 双相组织，提高粉末高温合金热塑性[18][24]。然而，该组织的形成机理尚未得到系统阐明。热处理工艺按固溶温度是否超过 γ' 相完全溶解温度，可分为过固溶与亚固溶两类：过固溶处理完全溶解 γ' 相，冷却时需重新形核；亚固溶处理则保留部分未溶解 γ' 相，可作为后续冷却的形核质点直接外延生长粗化，同时起到钉扎晶界、抑制晶粒长大的作用。基于上述分析，本研究选用亚固溶处理，以挤压态 FGH4096 细晶合金为对象，系统考察缓冷过程中晶界 γ' 相的析出行为与机理。

目前，对晶内 γ' 相析出的研究较为广泛。晶内 γ' 相析出后的形貌演变主要受界面能、弹性应变能和相互作用能共同主导：析出初期颗粒尺寸较小，界面能起主导作用，颗粒呈球形；随着 γ' 相尺寸增大，晶格错配产生的弹性应变能逐渐占据主导地位，为降低弹性应变能， γ' 相沿弹性软方向择优生长，同时受颗粒间相互作用能，颗粒向立方块状转变；在进一步的粗化过程中，可演变为更复杂的八面枝晶状[26]-[33]。此外，研究表明晶内 γ' 相在粗化过程中并非总是单调长大，当达到临界尺寸后，为释放过高的弹性应变能，还会发生“反粗化”现象，即大颗粒分裂成多个小颗粒[34]。上述晶内 γ' 相的复杂形貌演变本质上均由共格界面产生的弹性应变能最小化所驱动。然而，当晶粒细小且冷却速度足够缓慢时，晶内形核可被有效抑制，此时研究的焦点自然转向晶界处的非共格 γ' 相，其形核与长大机制与晶内截然不同。

与上述由共格弹性应变能主导的晶内 γ' 相不同，晶界 γ' 相因与基体呈非共格界面，其生长最终由界面能控制，并受晶界迁移和溶质沿晶界的快速扩散共同影响，其生长行为更为复杂。Mitchell 等[35]在 RR1000 合金中研究发过固溶后 0.68℃/s~3.53℃/s 的冷速范围内均观察到锯齿形晶界(Serrated GB)和由杆状 γ' 相组成的扇形(Fan-Type)组织，扇形组织的形成与冷速无关。随后，Coyne-Grell 等[36]利用 FIB-SEM 三维成像技术研究了 AD730 合金在模拟工业坯料制备缓冷速(10℃/h)下晶界形成的不连续 γ' 相的三

维形貌,指出该类在二维截面中呈不连续的杆状形貌,在三维呈细长且互连的“面条状(Spaghetti-Like)”结构。Atrazhev 等[37]提出晶界离散 γ' 相(锯齿形晶界)或扇形 γ' 相的形成受溶质侧向扩散与界面法向迁移的综合影响,并建立了关于冷却速率和晶界迁移率为核心参数预测晶界 γ' 相尺寸与体积分数的模型。当晶界迁移率较高时,晶界作为连续的反应前沿快速移动,促使溶质原子在极短距离内完成协同重排,从而形成 γ/γ' 相紧密交替排列的扇形层片结构;而当晶界迁移率较低时,晶界移动受阻,导致析出相颗粒间距增大,溶质扩散无法维持层片状的协同生长,最终形成离散的粗大颗粒。胡本英等[38]在 FGH98I 合金的扇形 γ' 相形成机理研究中也提出了这类组织是由晶界处 γ' 相形成元素偏析过饱和与晶界迁移共同促进形成。综合分析上述研究可知,晶界 γ' 相形貌的差异主要取决于固溶方式和冷速:过固溶处理配合较快冷速倾向于形成锯齿形或扇形片层结构;而亚固溶处理配合极缓冷速则趋于形成离散块状 γ' 相。然而,已有研究多关注过固溶条件或较快冷速下的晶界析出行为,对亚固溶 + 极缓冷速条件下晶界非共格块状 γ' 相的形成机理缺乏系统考察。刘志凌等[24]在 FGH4096 合金亚固溶处理后以 6.49℃/h 极缓冷速冷却,在晶界处获得了 3~7 μm 的粗大块状 γ' 相,合金展现出优异的超塑性,但该组织如何在冷却过程中逐步形成,其形核与长大受何种因素控制,以及细晶组织中晶界-晶内形核的竞争机制等问题,均未得到系统阐释。此外,该研究中晶界大尺寸 γ' 相并未出现类似晶内 γ' 相的反粗化现象,其原因也有待深入探讨。为此,本研究以挤压态 FGH4096 细晶合金为对象,在刘志凌等[24]发现的基础上,选取 75℃/h 和 7.5℃/h 两种缓冷速率,采用中断冷却实验系统考察亚固溶后缓冷过程中 γ' 相的析出演变行为,旨在阐明晶界非共格块状 γ' 相的形成机理,为热加工组织调控提供数据与理论支撑。

2. 实验材料及方法

实验材料为热挤压态 FGH4096 镍基粉末高温合金棒材,其主要化学成分(wt.%)如表 1 所示。采用差示扫描量热法(DSC)在 10℃/min 的升温速率下,测得合金中 γ' 相的完全溶解温度(γ' solvus)为 1135.8℃,如图 1 所示。本研究采用间断冷却实验研究缓冷过程中的组织演变。采用线切割方式从挤压棒材上截取 $\phi 8\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 的圆柱形试样。试样在 Nabertherm GmbH N11/H 型高温箱式炉中进行热处理。两种冷速的选取基于刘志凌等[24]的研究发现:FGH4096 合金在亚固溶后以约 6.5℃/h 缓冷时,晶界处形成了有利于超塑性的粗大块状 γ' 相。本研究选取相近数量级的 75℃/h 和 7.5℃/h 两个冷速,旨在系统考察该冷速区间内晶界 γ' 相的析出演变规律并揭示其形成机理。基于 DSC 结果,固溶温度选定为 1110℃,此温度低于 γ' 相的完全溶解温度,属于亚固溶处理,其目的在于溶解大部分 γ' 相,保留部分在晶界处的初次 γ' 相,以便在后续冷却过程中作为形核质点直接粗化长大,同时抑制晶粒长大。具体的热处理工艺及间断冷却实验流程如图 2 所示,试样在炉内加热至 1110℃并保温 2 小时,随后,分别以两种不同的恒定速率($v_1 = 75^\circ\text{C/h}$ 和 $v_2 = 7.5^\circ\text{C/h}$)在炉内缓慢冷却至 1050℃;在冷却过程中,当温度分别达到预设的间断温度点(1100℃、1090℃、1080℃、1070℃、1060℃和 1050℃)时,迅速将试样取出并水淬,保留该温度下的高温组织。考虑到热挤压后的锻造加热过程中,低温析出的 γ' 相会再次溶解,所以本研究中选择终冷温度为 1050℃。

中断冷却试样经标准的机械研磨后,采用电解抛光(抛光液: 20% $\text{H}_2\text{SO}_4 + 80\% \text{CH}_3\text{OH}$)和电解腐蚀(腐蚀液: 85 ml $\text{H}_3\text{PO}_4 + 5\text{ ml } \text{H}_2\text{SO}_4 + 7.5\text{ g CrO}_3$)制备金相试样。使用 TESCAN Amber 型场发射扫描电子显微镜,在背散射电子(BSE)成像模式下观察 γ' 相形貌与分布。腐蚀后 BSE 图像晶界衬度清晰,可直接基于单张 BSE 图像勾勒晶界轮廓,以晶界为中心向两侧基体各拓宽 0.5 μm 构建统一缓冲区,以此区分两类析出相:完全位于缓冲区内的颗粒为晶界 γ' 相,完全位于缓冲区外侧为晶内 γ' 相,跨缓冲区颗粒依据形心位置判定归属;每组工艺选取至少 5 张有效视场统计并取均值,保证数据可重复。为了对 γ' 相进行定量表征,首先通过图像识别软件对获取的 BSE 图像中的 γ' 相进行准确识别和提取,随后采用 ImageJ 图像分析软件对识别出的 γ' 相进行几何特征参数的统计,主要包括等面积圆直径、轴比 AR、颗粒密度及面积分

数。不规则 γ' 颗粒采用最小二乘椭圆拟合算法求解特征参数：拟合得到的包围椭圆最长主轴为长轴 L ，垂直次轴为短轴 S ；轴比定义为 $AR = L/S$ ，反映颗粒拉伸程度；等面积圆直径由投影面积 A 换算， $D_{eq} = 2\sqrt{A/\pi}$ ，消除形貌差异实现尺寸对比。颗粒密度、面积分数分晶界、晶内区域单独统计。采用 EBSD 表征 γ/γ' 界面取向差，现阶段仅完成 7.5℃/h、1050℃ 试样测试，现有结果证明块状晶界 γ' 相与基体呈非共格界面。结合析出机理可推断，75℃/h 冷速下长条晶界 γ' 相与 1080℃ 中间温度析出相均会失去共格匹配关系，后续将补充上述试样 EBSD 测试，定量揭示冷却全程界面由共格向非共格转变的演化规律。

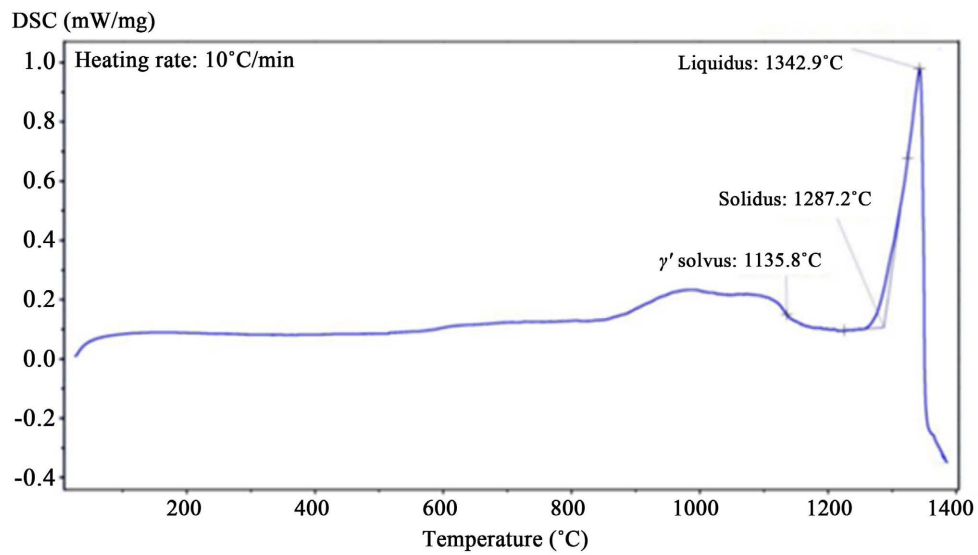


Figure 1. DSC test results of FGH4096 alloy
图 1. FGH4096 合金的 DSC 测试结果

Table 1. The main composition of powder metallurgy superalloy FGH4096 (wt.%)
表 1. 粉末高温合金 FGH4096 的主要成分(wt.%)

元素	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Nb	C
含量	Bal.	15.94	13.01	4.13	4.02	3.81	2.16	0.71	0.05

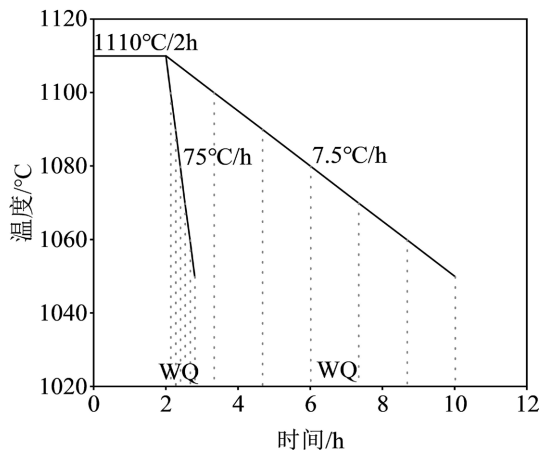


Figure 2. Interrupted cooling experiment schematic diagram
图 2. 中断冷却实验示意图

3. 结果

3.1. 挤压态 FGH4096 合金显微组织

热挤压态 FGH4096 合金的初始组织如图 3(a)所示, 可以看出合金中存在两种形态和尺寸的 γ' 相。一类是形貌呈现不规则的圆角块状初次 γ' 相, 尺寸在 1~5 μm 范围, 平均尺寸为 1.76 μm , 主要分布在晶界处, 少量分布在晶内; 另一类则是尺寸细小的近球形的二次 γ' 相, 尺寸在 200 nm 以下, 弥散分布于基体中。经过 1110 $^{\circ}\text{C}$ 亚固溶处理后, 基体中弥散、细小的二次 γ' 相已完全溶解, 大部分初次 γ' 相溶解, 部分未溶解的初次 γ' 相尺寸减小, 主要分布在晶界处, 平均尺寸降低到 0.77 μm , 颗粒密度由初始挤压态的 3.77 μm^{-2} 减小到 0.06 μm^{-2} , 面积分数由 24.03% 减小到 2.05%, 形貌趋于近圆形或近方状(图 3(b))。对比尺寸分布图(图 3(c)和图 3(d))可知, γ' 相的尺寸分布范围明显缩小, 且频率峰值向小尺寸方向移动。亚固溶处理后残留的 2.05% 细小 γ' 相主要分布在晶界处, 对晶界具有钉扎作用。经测定, 在后续 75 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 和 7.5 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 两个冷速下冷却至 1050 $^{\circ}\text{C}$ 时, 晶粒尺寸分别由初始的 6.38 μm 仅长大至 7.92 μm 和 8.50 μm , 表明晶粒长大得到了有效抑制。

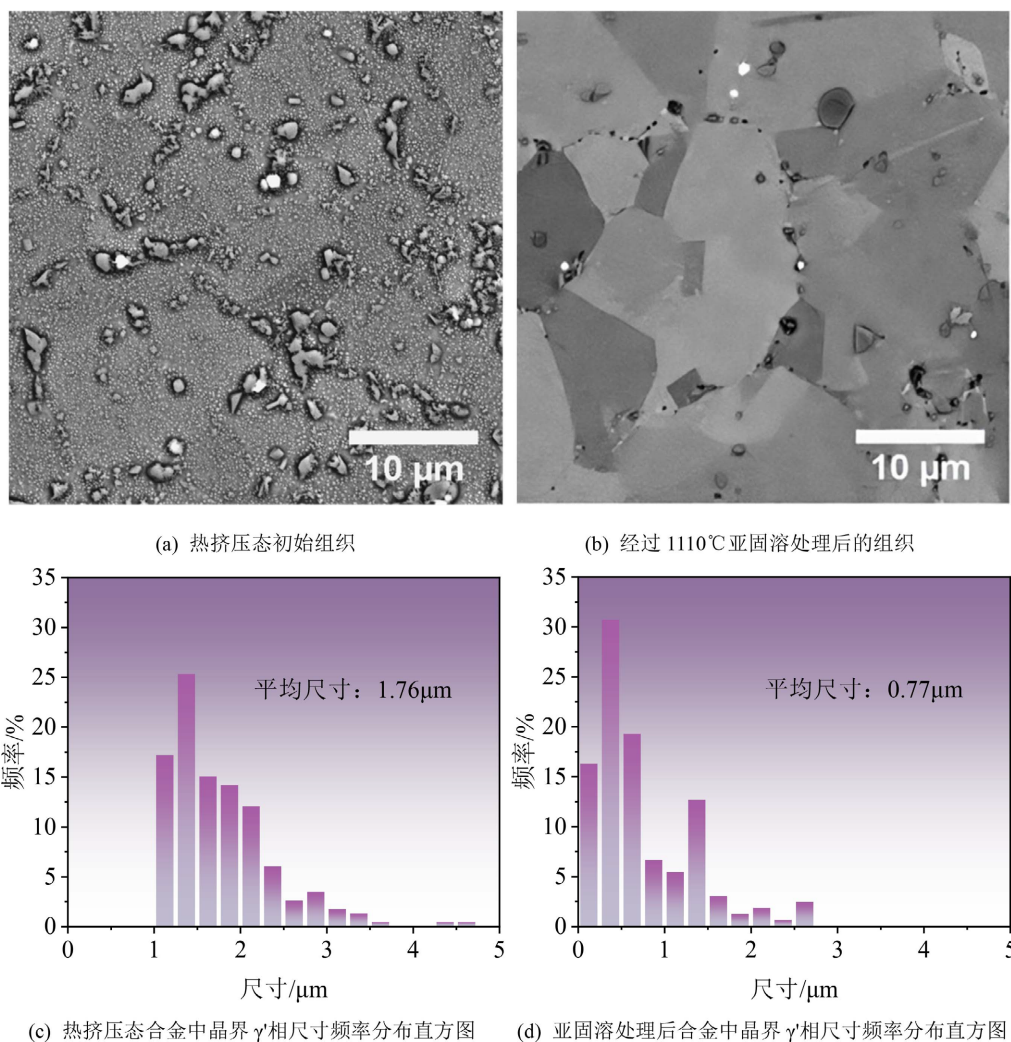


Figure 3. The initial microstructure characterization of FGH4096 alloy slow cooling experiment

图 3. FGH4096 合金缓冷实验的初始组织状态表征

3.2. 1100℃时 γ' 相的析出

冷却至 1100℃时, 两种冷速下 γ' 相均在晶界优先析出, 晶内析出量较少。图 4(a)和图 5(a)分别给出了两种冷速下的显微组织。在 75℃/h 冷速下, 晶界处分布着尺寸较小且离散的不规则块状 γ' 相(图 4(a)), 其尺寸主要分布在 1 μm 以下(图 6(a)), 面积分数为 3.15% (图 7(a)), 颗粒密度为 0.077 μm^{-2} (图 7(b)), 平均轴比(AR)为 1.72 (图 7(c))。此时晶内有少量的 γ' 相, 面积分数为 2.49%。在 7.5℃/h 冷速下(图 5(a)), 晶界 γ' 相同样呈块状, 但大颗粒尺寸数量较 75℃/h 冷速增多(图 6(b)), 平均颗粒尺寸为 0.72 μm , 面积分数为 5.02%, 颗粒密度为 0.015 μm^{-2} (图 7(b)), 平均轴比为 1.69 (图 7(c))。晶内球形 γ' 相面积分数为 1.33%。对比可知, 7.5℃/h 冷速下晶界 γ' 相面积分数(5.02%)明显高于 75℃/h (3.15%), 而晶内 γ' 相面积分数(1.33%)低于 75℃/h (2.49%), 表明更慢的冷速在 1100℃时已使晶界 γ' 相获得更充分的析出与初步长大。

3.3. 1100℃→1070℃阶段 γ' 相的长大粗化

两种冷速下, 从 1100℃至 1070℃, 晶界 γ' 相均发生持续长大粗化, 但形貌演变路径出现明显分化。在 75℃/h 冷速下(图 4(b), 图 4(c)), 从 1100℃至 1070℃, 晶界 γ' 相长大粗化, 部分相邻颗粒沿晶界相互连接团聚。温度降至 1070℃时, 晶界处原有大颗粒长大粗化, 呈长条状和块状(图 4(d)); 同时晶界析出大量细小球形 γ' 相, 小尺寸区间的频率再次升高(图 6(a))。受此影响, 颗粒密度上升至 0.056 μm^{-2} (图 7(b)), 晶界 γ' 相的平均颗粒尺寸减小为 0.75 μm , 面积分数增加至 9.79%, 平均轴比因新析出小颗粒的平均效应下降至 2.10 (图 7(c))。此时, 晶内局部也形核形成细小球形 γ' 相, 晶内 γ' 相面积分数增加至 5.54%。在 7.5℃/h 冷速下(图 5(b)~(d)), 从 1100℃至 1070℃, 晶界 γ' 相持续粗化并相互团聚长大, 形貌始终保持不规则块状, 未出现类似 75℃/h 的二次形核现象。晶界 γ' 相平均颗粒尺寸由 1100℃时的 0.72 μm 增长至 1070℃时的 1.37 μm , 面积分数由 5.02%增长至 14.05%, 颗粒密度呈上升趋势并在 1070℃达到 0.043 μm^{-2} , 轴比由 1.69 上升至 1.94。晶内 γ' 相由球形逐渐演变为方形, 面积分数增至 3.54%, 增长幅度明显小于 75℃/h 冷速(由 2.49%增至 5.54%)。综合以上, 1100℃→1080℃/1070℃阶段两种冷速的差异集中体现在两方面: 其一, 75℃/h 冷速下晶界 γ' 相呈不规则长条状, 轴比最高达 2.51, 而 7.5℃/h 始终保持块状, 轴比最高仅 1.94; 其二, 75℃/h 冷速在 1070℃出现二次形核, 颗粒密度回升, 而 7.5℃/h 无此现象, 晶界 γ' 相持续平稳粗化。

3.4. 1070℃→1050℃阶段最终组织形成

在 75℃/h 冷速下(图 4(d)~(f)), 冷却至 1060℃时, 晶界 γ' 相持续生长并开始向晶内延伸(图 4(e))。原先沿晶界伸长的颗粒向不规则块状转化, 同时, 小尺寸 γ' 相有所长大并转变为近方形, 部分呈蝶形, 尺寸分布范围进一步扩大(图 6(a))。晶界 γ' 相的平均颗粒尺寸增大为 1.41 μm , 面积分数增长至 12.14%, 颗粒密度为 0.031 μm^{-2} (图 7(b)), 平均轴比下降至 1.82 (图 7(c))。此时, 晶内 γ' 相数量进一步增加, 面积分数为 7.16%。冷却至 1050℃时, γ' 相在粗化的同时还有部分细小 γ' 相形核生成。晶界处呈现由粗大不规则长条状、中等尺寸块状及细小近圆状颗粒构成的混合组织(图 4(f))。最终晶界 γ' 相的平均颗粒尺寸为 1.49 μm , 面积分数为 14.82%, 颗粒密度为 0.030 μm^{-2} (图 7(b)), 由于大尺寸颗粒的持续生长, 平均轴比上升至 1.94 (图 7(c))。晶内 γ' 相数量持续增加, 面积分数为 7.23%。图 7(d)的长宽比散点图显示, 75℃/h 冷速下的颗粒(红色方块)主要集中在尺寸较小的区域(宽度通常小于 3 μm)。大量红色数据点分布在 AR = 2 与 AR = 3 的参考线之间, 部分接近 AR = 4, 这与其显微组织中观察到的长条状形貌及合并生长特征一致。

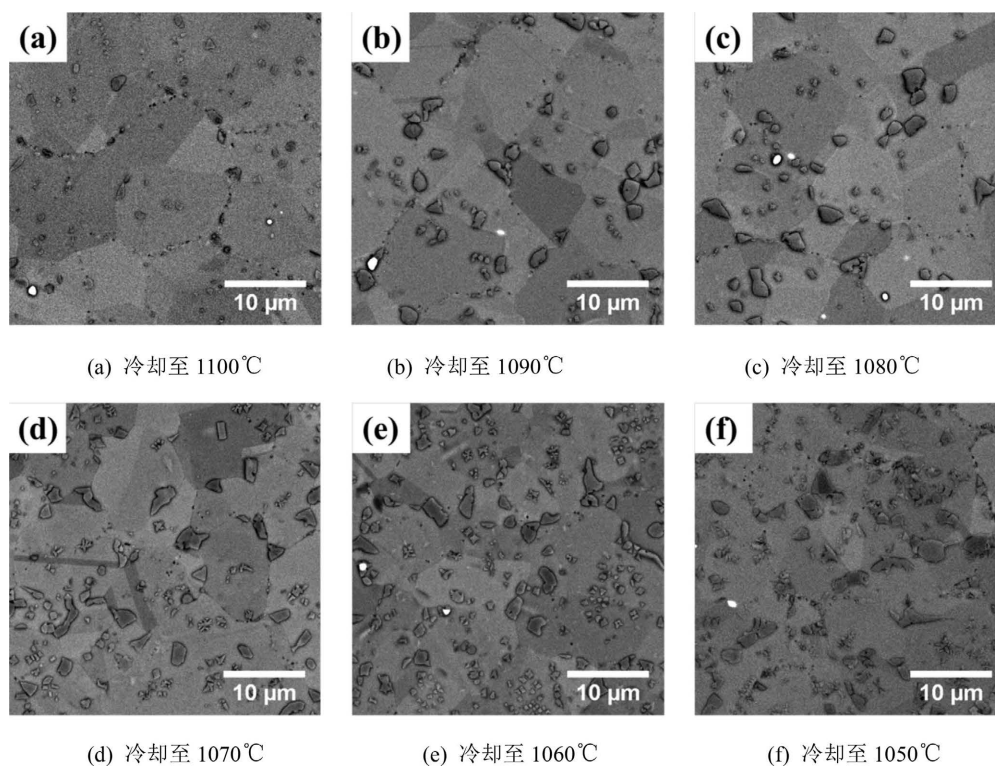


Figure 4. The microstructure evolution of γ' phase at different temperatures at 75°C/h cooling rate
图 4. 75°C/h 冷速下不同温度时 γ' 相显微组织演变

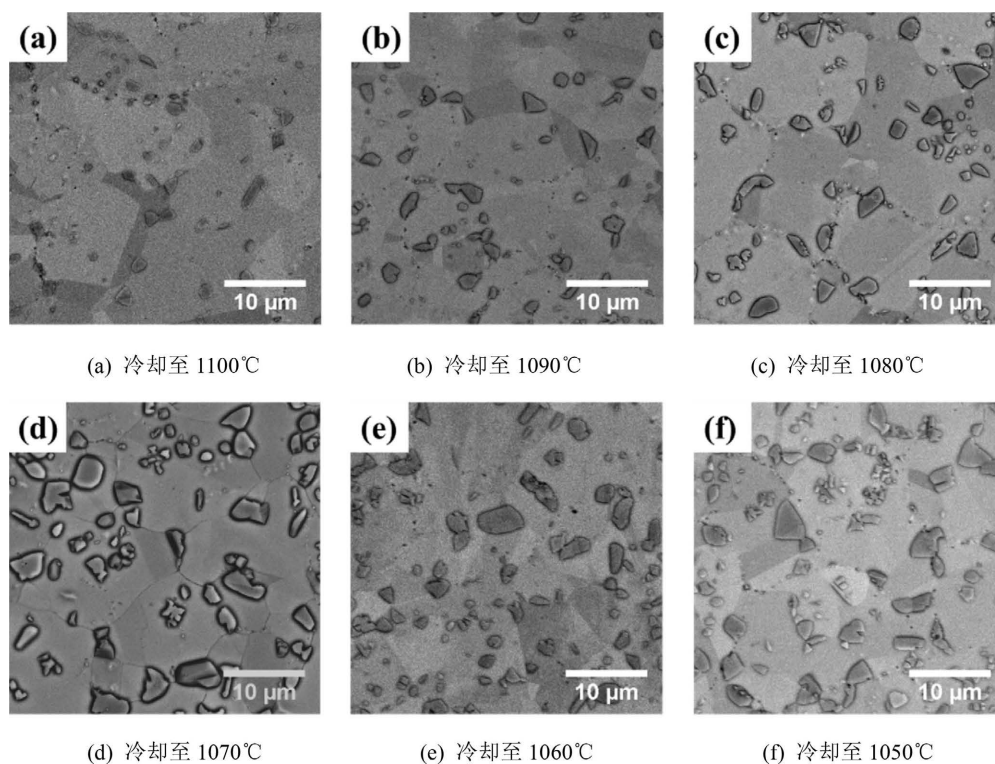


Figure 5. The microstructure evolution of γ' phase at different temperatures at 7.5°C/h cooling rate
图 5. 7.5°C/h 冷速下不同温度时 γ' 相显微组织演变

在 7.5°C/h 冷速下(图 5(d)~(f)), 晶界处粗大的块状 γ' 相和小尺寸 γ' 相继续稳定长大, 形貌始终保持块状特征(图 5(f))。冷却至 1050°C 时, 晶界 γ' 相平均颗粒尺寸为 1.70 μm , 面积分数为 21.08% (图 7(a)), 颗粒密度为 0.027 μm^{-2} (图 7(b)), 轴比为 2.04 (图 7(c))。此时, 晶内 γ' 相面积分数为 3.83%。从图 7(d)可以看出, 7.5°C/h 条件下的 γ' 相颗粒(蓝色圆点)的宽度可达到 3 μm 以上, 长度可超过 8 μm 。尽管蓝色数据点的分布范围较广, 但其大尺寸颗粒多位于 AR = 1 至 AR = 2 的区间内, 表现出近等轴块状特征, 与 75°C/h 冷速下大量高轴比颗粒形成显著差异。

对比两种冷速的终冷组织: 7.5°C/h 冷速下晶界 γ' 相以近等轴块状为主, 面积分数达 21.08%, 晶内 γ' 相仅 3.83%; 75°C/h 冷速下晶界 γ' 相为长条状与块状混合分布, 面积分数仅 14.82%, 晶内 γ' 相达 7.23%。

本研究仅完成 7.5°C/h、冷却至 1050°C 试样的 EBSD 界面表征, 测试结果显示块状晶界 γ' 相与基体存在大角度取向差, 二者为非共格界面。结合晶界 γ' 相析出粗化机理, 75°C/h 冷速下终态长条晶界 γ' 相同样依托晶界异质形核长大, 粗化过程中会逐步丧失与基体的晶体匹配; 冷却至 1080°C 中间温度时, 沿晶合并的 γ' 相已出现界面失配趋势。后续补充对应试样 EBSD 测试后, 可完整量化不同冷速、不同冷却阶段两相取向差变化, 直观阐明界面由共格向非共格完整演化过程。

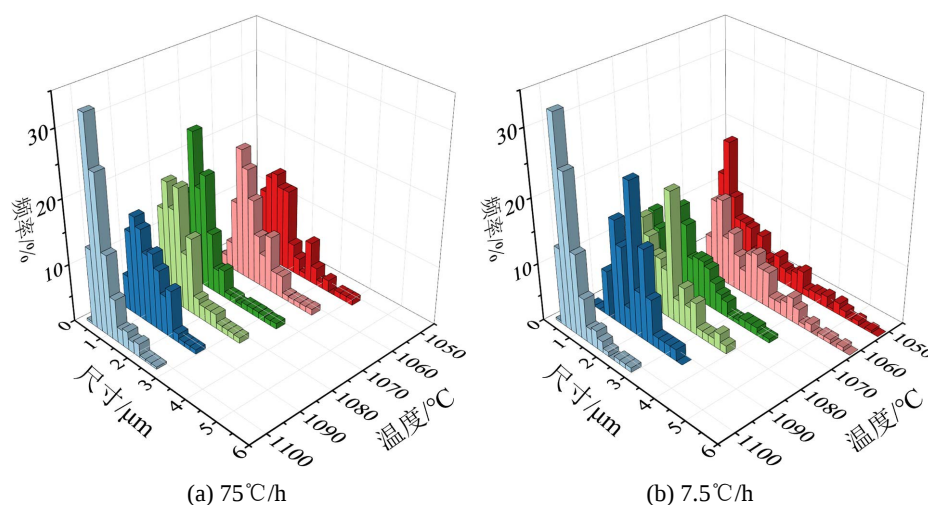
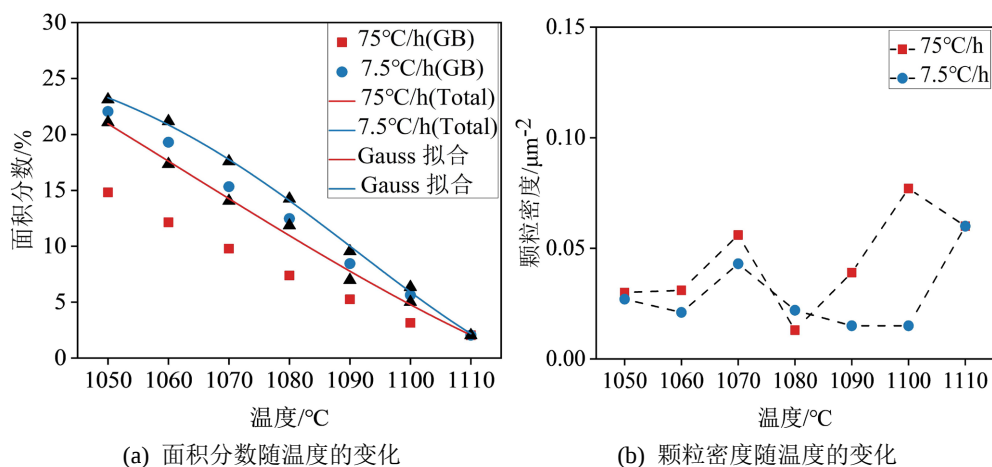


Figure 6. Evolution of size distribution frequency of grain boundary γ' phase with temperature at two cooling rates
图 6. 两种冷速下晶界 γ' 相尺寸分布频率随温度的演变



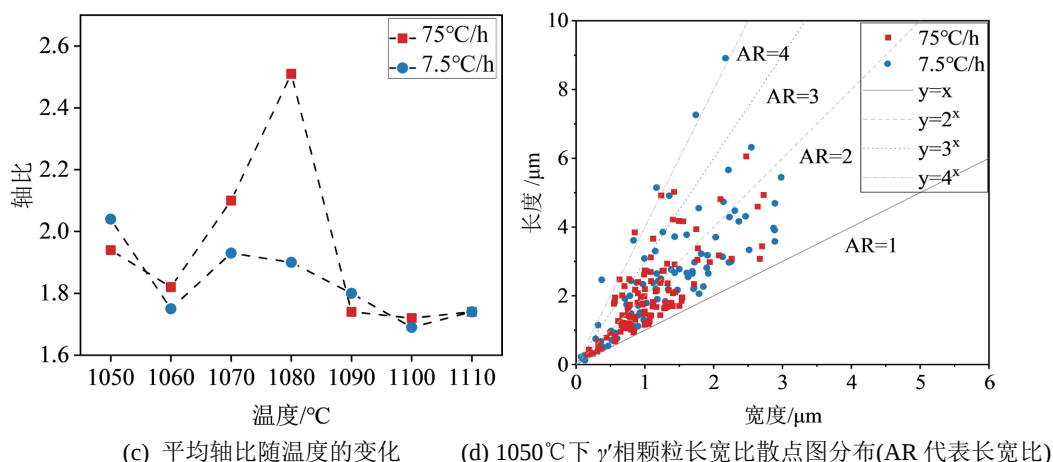


Figure 7. Quantitative statistical analysis of grain boundary γ' phase of FGH4096 alloy at two cooling rates
图 7. FGH4096 合金在两种冷速下晶界 γ' 相的定量统计分析

4. 讨论

4.1. γ' 相形核析出

从实验结果可以看出两种冷速下, 冷却至 1050°C 时, γ' 相主要在晶界析出, 而晶内析出相较少, 且 7.5°C/h 冷速下晶内 γ' 相析出少于 75°C/h。这是因为 γ' 相在晶界界面异质形核的形核能垒低于晶内均匀形核能垒, 异质形核可以降低较高的晶界能。晶界元素偏聚为晶界 γ' 相析出提供了局部化学驱动力, 研究表明固溶处理过程中大尺寸的 γ' 相溶解较为缓慢, γ' 相溶解是溶质原子扩散控制过程, 后溶解的 γ' 相区域 γ' 相形成元素的原子(如 Al、Ti、Nb 等)浓度相对较高[39]。图 3(a)中可以看出挤压态合金中大尺寸 γ' 相主要分布在晶界处, 因此 1110°C 亚固溶后晶界处存在 γ' 相形成元素原子偏聚区, 这为冷却过程中晶界 γ' 相析出提供了局部化学驱动力。另外, Bernd Schulz 等[6]研究表明在镍基高温合金中 B 和 C 在晶界偏聚, 也可增强 γ' 相的析出相驱动力, 有利于促进晶界 γ' 相的不连续析出。同时晶界处原子排列混乱, 原子跃迁的激活能低, 晶界原子扩散速率高于晶内体扩散速率几个数量级, 晶界可为 γ' 相形成元素的偏聚提供快速扩散通道, 提高晶界 γ' 相的形核速率。这些多重因素综合导致晶界 γ' 相优先形核。从热力学角度, γ' 相形核驱动力来源于过冷度下 γ 基体与 γ' 相之间的化学自由能差。根据经典形核理论, 均匀形核过程中系统总自由能变化 $\Delta G = -V\Delta G_v + A\gamma_i + V\Delta G_s$, 其中 V 为晶核体积, ΔG_v 为单位体积化学自由能变化(即形核驱动力), A 为晶核表面积, γ_i 为 γ/γ' 界面能, ΔG_s 为弹性应变能变化。临界形核功 $\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma_i^3}{3}(\Delta G_v - \Delta G_s)^2$ [27] [28]。对于晶界异质形核, 临界形核功 ΔG_{het}^* 与均匀形核临界形核功 ΔG_{hom}^* 之比为 $f(\theta) = (2 - 3\cos\theta + \cos^3\theta)/4$, 其中 θ 为晶核与晶界异质基底的接触角。由于 $0^\circ < \theta < 180^\circ$ 时 $f(\theta) < 1$, 总有 $\Delta G_{het}^* < \Delta G_{hom}^*$, 即晶界异质形核所需克服的能垒始终低于均匀形核, 这从热力学上解释了 γ' 相优先在晶界形核的必然性。此外, 随冷却进行, 过冷度增大使 ΔG_v 增大, 形核驱动力增强。在 7.5°C/h 冷速下, 过冷度增大缓慢, 但高温停留时间长, 溶质原子扩散充分, 形核后可快速长大; 而在 75°C/h 冷速下, 温度下降更快, ΔG_v 累积更迅速, 形核驱动力更强。这与 1070°C 时观察到的二次爆发形核现象吻合, 表明较快冷速下过冷度累积使晶内 ΔG_v 率先达到临界值, 触发新的形核事件。

上述因素在两种冷速下均发挥作用, 解释了结果中 1100°C 时 γ' 相优先在晶界析出现象。7.5°C/h 冷速下 1100°C 时晶界 γ' 相面积分数(5.02%)高于 75°C/h (3.15%), 原因在于更慢的冷速使高温阶段停留时间更长, 溶质原子沿晶界的扩散更充分, 晶界 γ' 相形核后能获得更充足的溶质供给而更快长大。

在 FGH98 等镍基粉末高温合金研究中发现,在固溶冷却过程中,当温度低于 γ' 相溶解温度 30°C 左右时,晶内会爆发形核析出二次 γ' 相[7]。但本实验中晶内并未形成大量的二次 γ' 相。这是由于 75°C/h 与 7.5°C/h 均为较慢的冷却速率,且挤压态 FGH96 合金的晶粒尺寸细小(平均 $6.38\ \mu\text{m}$),单位体积内的晶界面积显著增大,这为晶界 γ' 相的形核与长大提供了更多有利位置,同时,亚固溶处理后晶界处有未溶解的细小 γ' 相,在冷却过程中可直接外延生长粗化。在缓慢冷却的高温过程中,原子扩散速率较高,扩散场区域大,晶内饱和的 γ' 相形成元素能够迅速地向形成的晶界 γ' 相晶核迁移,促进晶界 γ' 相的长大与粗化,导致周围晶内区域的 γ' 相形成元素浓度逐渐降低,从而抑制了晶内 γ' 相的形核与长大。由于 7.5°C/h 的冷却速率更低,冷却时间更长,晶界 γ' 相的粗化过程更为充分,晶内溶质进一步被消耗,因此该冷速下晶内 γ' 相的体积分数进一步减少。

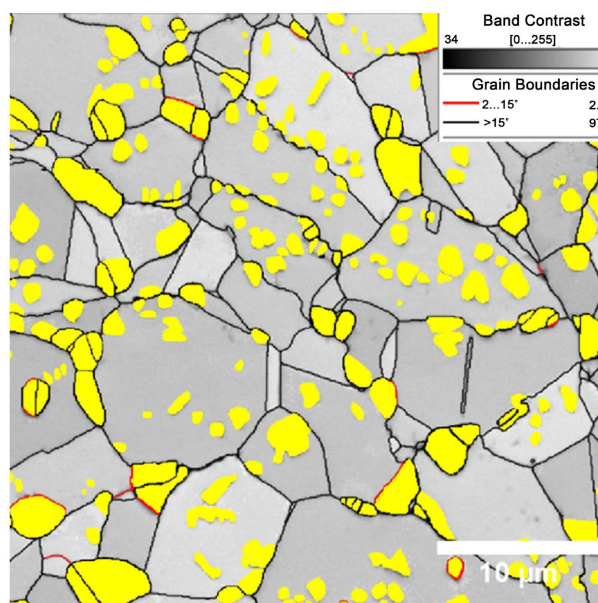
对于 75°C/h 冷速下 1070°C 出现的二次形核现象(见 2.3 节),可基于上述竞争关系进行解释: 75°C/h 冷速下, $1100^\circ\text{C} \rightarrow 1080^\circ\text{C}$ 阶段冷却时间较短,晶界 γ' 相虽已粗化并消耗周围溶质,但晶内溶质原子来不及充分向晶界扩散;温度降至 1070°C 时,过冷度进一步增大,形核驱动力增强,晶内局部区域溶质过饱和度达到临界值,从而触发了二次形核。而 7.5°C/h 冷速下冷却时间更长,晶内溶质有充分时间向晶界扩散并被已有 γ' 相持续消耗,晶内溶质浓度始终低于形核临界值,因此无二次形核。在热力学层面, 75°C/h 冷速下过冷度累积更快, ΔG_v 增大更迅速,使晶内局部区域形核驱动力率先突破临界形核功 ΔG^* ,从热力学上支撑了二次形核的发生。

4.2. γ' 相长大粗化行为

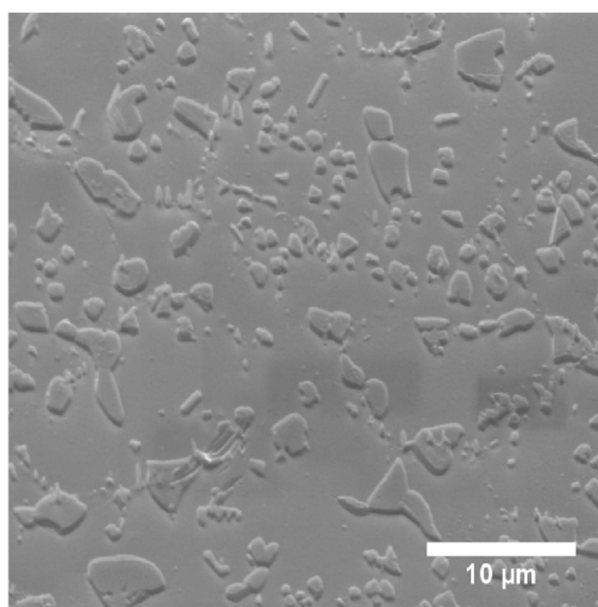
图 4 和图 5 表明,在两种冷速下,当合金冷却至 1050°C 时,晶界处析出的 γ' 相呈块状,尺寸可达 $3\ \mu\text{m}$ 以上,并未如晶内 γ' 相呈现枝晶状或分裂(图 4(e))。这主要源于 γ' 相与 γ 基体的共格关系差异。众所周知,镍基高温合金晶内 γ' 相与 γ 基体呈共格或半共格关系, γ' 相形貌受界面能、弹性应变能和相互作用能等影响,形核初期,析出相尺寸小,错配度低,界面能为主导,呈球形;随着 γ' 相的长大, γ' 相和 γ 基体中溶质原子再分配,使 γ/γ' 相界面错配度升高,弹性应变能增大,在弹性各向异性的影响下, γ' 相逐渐演变为立方形;当 γ' 相尺寸进一步增加,应变能升高,诱发形成更为复杂的形貌(如蝶形、枝晶形等),乃至发生分裂,释放应力。而晶界处 γ' 相与 γ 基体存在一定取向差(图 8),形成非共格界面,因为界面两侧原子排列失配,不产生显著的弹性应变能,因此,晶界处 γ' 相的生长不受弹性应变能的最小化的驱动。这也解释了结果中晶界大尺寸 γ' 相未出现类似晶内 γ' 相的反粗化分裂现象:由于非共格界面不产生显著的弹性应变能,不存在通过分裂释放弹性能的驱动力。现有 EBSD 数据仅验证 7.5°C/h 冷却至 1050°C 试样内块状晶界 γ' 相与基体为非共格界面,无弹性应变能诱发的颗粒分裂行为。依据晶界 γ' 相析出粗化规律推导, 75°C/h 冷速下生成的长条晶界 γ' 相同样在大角度晶界异质形核,粗化过程中持续丧失与基体的晶体匹配关系,因此也不会发生反粗化分裂; 1080°C 作为 γ' 相沿晶大量合并的关键中间温度,是两相界面由半共格向非共格逐步退化的过渡阶段,若补充该温度下 EBSD 取向差测试,能够完整还原界面演化动力学规律。受试样与试验周期限制,本论文暂未完成对应表征,相关定量测试将在后续研究中开展。

进一步分析图 8 的 EBSD 数据可知,晶界 γ' 相与相邻 γ 基体存在明显取向差,形成非共格界面。图 8(a)中红色晶界线($2^\circ \sim 15^\circ$)与黑色晶界线($>15^\circ$)的分布表明, γ' 相所处晶界涵盖小角度和大角度两种类型,其中大角度晶界占比较高。由于晶界本身即为高缺陷密度区域,其上形核的 γ' 相难以与两侧晶粒同时保持共格对应关系,这为晶界 γ' 相的非共格特征提供了晶体学条件。非共格界面的形成使 γ' 相在后续长大过程中不受共格弹性应变能的约束,可沿非共格一侧自由接收溶质原子而长大,最终形成块状形貌。此外,晶界上不同 γ' 相颗粒所处晶界段的取向差各异(图 8(a)),相邻颗粒沿晶界合并时,因取向差异难以实现取向一致的晶体学合并,而是形成新的非共格界面,这解释了 75°C/h 冷速下颗粒沿晶界合并但仍保持

不规则长条状形貌的观察结果。



(a) 带衬度图(BC)叠加晶界分布图(红色线: $2^\circ \sim 15^\circ$; 黑色线: $>15^\circ$)



(b) 7.5°C/h 为对应温度下相同区域的二次电子(SE)显微图像

Figure 8. The misorientation between γ' phase and matrix at 1050°C grain boundary at 7.5°C/h cooling rate

图 8. 7.5°C/h 冷却速率下 1050°C 晶界 γ' 相与基体取向差

关于两种冷速下晶界 γ' 相形貌差异的机理, Atrazhev 等研究表明晶界 γ' 相的形貌受溶质原子扩散和晶界迁移率控制[37], 晶界迁移过程中, 溶质原子在晶界前沿沿晶界扩散, 当迁移速率较高时, 溶质原子沿晶界扩散距离有限, 最终形成扇形等片层结构, 而当迁移速率降低时, 溶质原子沿晶界扩散时间增加, γ' 相片层增厚, 当迁移速率降低到一定值时, 晶界处会形成离散的块状 γ' 相, 此时相比于晶界, 与晶界相

接触的基体中有更宽阔的区域为晶界 γ' 相提供溶质原子, 促进晶界 γ' 相呈块状生长, 减少界面能。Atrazhev 等研究中形成扇形的晶界迁移率为 $40 \mu\text{m/s}$ 。本研究在 1110°C 亚固溶处理, 部分未溶解的 γ' 相对晶界具有钉扎作用, 冷却至 1050°C 时, 75°C/h 和 7.5°C/h 两冷速下晶粒尺寸分别由 $6.38 \mu\text{m}$ 长大至 $7.92 \mu\text{m}$ 和 $8.50 \mu\text{m}$, 晶界迁移速率分别约为 0.30 nm/s 和 0.04 nm/s , 这低晶界迁移速率有利于晶内 γ' 相形成元素扩散至晶界处 γ' 相晶核, 促进 γ' 相长大, 形成稳定的离散块状 γ' 相。

将本研究参数与 Atrazhev 等[37]的模型进行定量对比, 可进一步明确极缓冷速下离散块状 γ' 相的形成条件。Atrazhev 模型中, 晶界迁移率较高(约 $40 \mu\text{m/s}$)时形成 γ/γ' 交替的扇形片层结构, 迁移率降低时片层增厚, 迁移率足够低时则形成离散粗大颗粒。本研究中估算的晶界迁移率分别为 0.30 nm/s (75°C/h) 和 0.04 nm/s (7.5°C/h), 较 Atrazhev 模型中形成扇形组织的迁移率低约 8~9 个数量级, 处于该模型预测的“离散颗粒”区间, 本文实验结果与模型预测定性一致。然而, 本研究与 Atrazhev 模型存在边界条件的本质差异: Atrazhev 模型基于过固溶处理, 晶界在冷却过程中需均匀形核; 而本研究采用亚固溶处理, 晶界预先存在残留 γ' 相作为优先形核质点, γ' 相以外延生长为主导, 形核与长大的动力学路径明显不同。此外, 在 7.5°C/h 极缓冷速下, 扩散时间充足, 体系更接近准静态扩散控制长大而非动态迁移控制, 使得最终块状形貌更为等轴和粗大。因此, 本研究结果可视为 Atrazhev 模型在亚固溶 + 极缓冷速条件下的重要补充和实验验证, 扩展了该模型的适用边界。在 75°C/h 冷速下观察到的沿晶界伸长合并现象, 则反映了“中等低迁移率 + 有限扩散时间”条件下沿晶界快速扩散供给与法向缓慢迁移之间的竞争效应, 为理解该冷速区间内 γ' 相形貌演变规律提供了实验依据。

两种冷速下晶界 γ' 相形貌的差异(75°C/h 呈不规则长条状、 7.5°C/h 呈近等轴块状)可进一步从溶质供给模式与晶界迁移的竞争角度理解。在 7.5°C/h 极缓冷速下, 冷却全程保证了充分的溶质长程扩散, 晶内溶质均匀向晶界供给, γ' 相各方向生长较为均匀, 最终形成近等轴块状。在 75°C/h 冷速下, 晶界作为快速扩散通道, 溶质沿晶界扩散的速率显著高于晶内体扩散, 晶界 γ' 相优先沿晶界方向接收溶质而快速伸长; 同时相邻颗粒在沿晶界生长过程中发生接触合并, 因此形成不规则长条状, 轴比最高达 2.51。这一现象表明, 在略高于极缓冷速的条件下, 沿晶界的快速扩散供给与法向缓慢迁移之间的竞争决定了最终形貌: 沿晶界方向的快速供给使颗粒伸长合并, 而法向迁移速率过低不足以维持各向同性的块状生长。

5. 结论

本文采用中断冷却方式研究了挤压态 FGH4096 镍基粉末高温合金 1110°C 亚固溶处理后缓慢冷却过程中 γ' 相析出行为与机理, 得出以下主要结论:

1) 1110°C 亚固溶处理后, 合金中含有面积分数约为 2.05% 的 γ' 相, 主要分布在晶界上, 对晶界具有钉扎作用, 有效地抑制了后续慢冷过程中的晶粒长大, 获得细晶组织。未溶解的细小晶界 γ' 相在后续冷却过程中可直接外延生长粗化。

2) 两种冷速下 γ' 相的析出演变呈现显著差异。在 75°C/h 冷速下, 冷却至 1080°C 时晶界 γ' 相沿晶界合并为不规则长条状, 轴比达 2.51; 1070°C 时出现二次爆发形核, 颗粒密度由 $0.013 \mu\text{m}^{-2}$ 回升至 $0.056 \mu\text{m}^{-2}$; 至 1050°C 时晶界 γ' 相呈长条状与块状混合分布, 面积分数为 14.82%, 晶内 γ' 相面积分数为 7.23%。在 7.5°C/h 冷速下, γ' 相始终以块状形貌在晶界持续粗化长大, 无二次形核; 至 1050°C 时晶界 γ' 相呈近等轴块状, 面积分数达 21.08%, 晶内 γ' 相仅 3.83%。晶界异质形核能垒低, 初始大尺寸晶界 γ' 相溶解慢, 晶界 γ' 相形成元素(Al、Ti 等)浓度高, C、B 等元素晶界偏聚, 以及晶界原子扩散速率高等因素促进了晶界 γ' 相优先形核。缓慢冷却的高温过程中原子扩散速率快, 扩散场区域大, 同时挤压态合金晶粒细小, 晶内 γ' 相形成元素快速向晶界 γ' 相晶核迁移, 促进晶界 γ' 相长大, 晶内溶质元素浓度降低, 抑制晶内 γ' 相形核, 导致 75°C/h 和 7.5°C/h 两个冷速下, 冷却至 1050°C 时, γ' 相主要在晶界处析出, 而晶内析出相较少。其中 7.5°C/h

/h 冷速下冷却时间更长, 晶界粗化更充分, 晶内溶质消耗更彻底, 晶内 γ' 相含量进一步降低。

3) 本研究阐明了缓冷过程中大尺寸块状 γ' 相的形成机理: 晶界 γ' 相与基体呈非共格界面, 晶界 γ' 相生长不受弹性应变能最小化的驱动, 因而未出现晶内 γ' 相的反粗化分裂现象, 而受界面能控制, 与溶质原子扩散和晶界迁移速率等因素有关, 在 7.5°C/h 极缓冷速下, 晶内溶质向晶界均匀长程扩散, 配合极低晶界迁移率(约 0.04 nm/s), 晶界 γ' 相以近等轴块状方式生长; 在 75°C/h 冷速下, 沿晶界的快速扩散使颗粒优先伸长合并, 形成长条状形貌。缓冷过程中, 晶界受未溶解细小 γ' 相钉扎, 迁移速率较低, 有利于晶内 γ' 相形成元素扩散至晶界处促进 γ' 相长大, 最终形成离散块状 γ' 相, 形成 $\gamma + \gamma'$ 双相组织, 有利于提高后续热加工性能。结合析出粗化机理可推断, 75°C/h 冷速长条状晶界 γ' 相与 1080°C 中间温度析出相也会逐步转变为非共格界面, 相关 EBSD 定量表征将在后续工作完善。

参考文献

- [1] Osada, T., Gu, Y., Nagashima, N., Yuan, Y., Yokokawa, T. and Harada, H. (2013) Optimum Microstructure Combination for Maximizing Tensile Strength in a Polycrystalline Superalloy with a Two-Phase Structure. *Acta Materialia*, **61**, 1820-1829. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.004>
- [2] Reed, R.C. (2006) *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 1-7. <https://doi.org/10.1017/cbo9780511541285>
- [3] 张明, 刘国权, 胡本芙. 镍基粉末高温合金热加工变形过程中显微组织不稳定性对热塑性的影响[J]. 金属学报, 2017, 53(11): 1469-1477.
- [4] Liu, Z., Liu, W., Zhang, H., Ruan, J., Huang, H., Zhou, X., et al. (2023) Dramatically Improving Thermoplasticity of FGH4096 Superalloy by a Novel Sub-Solvus Temperature Holding Followed by Extremely Slow Cooling. *Journal of Materials Research and Technology*, **24**, 1973-1990. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.03.154>
- [5] 张义文, 刘建涛. 粉末高温合金研究进展[J]. 中国材料进展, 2013, 32(1): 1-11+38.
- [6] Schulz, B., Theska, F., Leitner, T., Hafok, M. and Primig, S. (2024) Discontinuous γ' Nucleation Due to Boron and Carbon Segregation in Ni-Based Superalloys. *Journal of Alloys and Compounds*, **1008**, Article ID: 176459. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.176459>
- [7] 黄海亮. 先进 PM 高温合金 FGH98 制备和性能表征相关基础问题的研究[D]: [博士学位论文]. 北京: 北京科技大学, 2020.
- [8] 王杰. 一种镍基粉末高温合金热加工过程中的 γ' 相演变研究[D]: [硕士学位论文]. 烟台: 烟台大学, 2024.
- [9] Semiatin, S.L., Levkulich, N.C., Saurber, A.E., Mahaffey, D.W., Payton, E.J. and Senkov, O.N. (2017) The Kinetics of Precipitate Dissolution in a Nickel-Base Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **48**, 5567-5578. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4322-4>
- [10] Liu, H., Zhang, L., He, X., Qu, X., Li, Z. and Zhang, G. (2013) Precipitation Behavior of γ' Phase in Superalloy FGH96 under Interrupted Cooling Test. *Rare Metals*, **32**, 560-563. <https://doi.org/10.1007/s12598-013-0072-7>
- [11] Fan, X., Liu, Y., Ren, Q., Li, X., Du, H., Wei, Y., et al. (2025) The γ' Morphologies Regulated by Heat Treatments Change the Deformation Mechanisms in a Novel Nickel-Based Superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, **1032**, Article ID: 181019. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.181019>
- [12] Semiatin, S.L., Kim, S., Zhang, F. and Tiley, J.S. (2015) An Investigation of High-Temperature Precipitation in Powder-Metallurgy, Gamma/Gamma-Prime Nickel-Base Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **46**, 1715-1730. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2748-0>
- [13] 王杰, 黄海亮, 周亚洲. 镍基粉末高温合金中 γ' 相溶解行为与动力学研究进展[J]. 材料导报, 2023, 37(21): 242-250.
- [14] 王杰, 黄海亮, 张华. 热处理过程中 FGH96 合金的微观组织演变[J]. 粉末冶金技术, 2023, 41(5): 393-401.
- [15] Pérez, M., Dumont, C., Nodin, O. and Nouveau, S. (2018) Impact of Forging Direction on the Recrystallization Behaviour of Nickel Base Superalloy AD730 Billet Material at Subsolvus Temperatures. *Materials Characterization*, **146**, 169-181. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.10.003>
- [16] 侯琼, 陶宇, 贾建. 第四代粉末高温合金热变形后的“项链”组织[J]. 材料工程, 2019, 47(3): 94-100.
- [17] 李昕, 张麦仓, 李伟, 等. FGH98 合金的再结晶行为[J]. 北京科技大学学报, 2014, 36(7): 910-918.
- [18] Bi, Z., Lv, X. and Zhang, J. (2014) Solutions for the “Difficult-to-Deform” Wrought Superalloys. *MATEC Web of*

- Conferences, **14**, Article No. 07002. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20141407002>
- [19] Liu, Y., Liu, Z. and Wang, M. (2022) Evolution of Grain Size and Grain Shape during Thermomechanical Processing in a Powder Metallurgical Nickel-Based Superalloy. *Journal of Iron and Steel Research International*, **29**, 350-358. <https://doi.org/10.1007/s42243-021-00681-4>
- [20] Zhang, B., Zhang, W., Liu, J., Huang, S. and Chen, S. (2020) Characteristic Flow Behaviour of $\gamma + \gamma'$ Duplex and Its Significant Applications in Hot Working Process of Superalloys. In: Tin, S., *et al.*, Eds., *Superalloys 2020*, Springer International Publishing, 509-518. https://doi.org/10.1007/978-3-030-51834-9_50
- [21] Wu, Y., Li, C., Xia, X., Liang, H., Qi, Q. and Liu, Y. (2021) Precipitate Coarsening and Its Effects on the Hot Deformation Behavior of the Recently Developed γ' -Strengthened Superalloys. *Journal of Materials Science & Technology*, **67**, 95-104. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.06.025>
- [22] 曲敬龙, 易出山, 陈竞炜, 等. GH4720Li 合金中析出相的研究进展[J]. 材料工程, 2020, 48(8): 73-83.
- [23] Zhou, L., Li, S.X., Chen, C.R., *et al.* (2022) Finite Element Analysis of γ' Directional Coarsening in Ni-Based Superalloys. *International Journal of Materials Research*, **113**, 9-17.
- [24] 刘志凌. FGH4096 镍基粉末高温合金的热塑性研究[D]: [硕士学位论文]. 烟台: 烟台大学, 2023.
- [25] 张文文. 热加工过程 GH4742 合金析出相演化及其影响研究[D]: [博士学位论文]. 秦皇岛: 燕山大学, 2023.
- [26] Niu, Y., Hou, J.S., Liu, J., *et al.* (2022) Coarsening Behavior of γ' Precipitates in a Ni-Based Superalloy during Long-Term Aging. *Materials Characterization*, **186**, Article ID: 111789.
- [27] Khachaturyan, A.G. (2013) *Theory of Structural Transformations in Solids*. Dover Publications.
- [28] Ardell, A.J. and Nicholson, R.B. (1966) The Coarsening of γ' in Ni-Al Alloys. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **27**, 1793-1794. [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(66\)90110-7](https://doi.org/10.1016/0022-3697(66)90110-7)
- [29] Doi, M., Miyazaki, T. and Wakatsuki, T. (1984) The Effect of Elastic Interaction Energy on the Morphology of γ' Precipitates in Nickel-Based Alloys. *Materials Science and Engineering*, **67**, 247-253. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(84\)90056-9](https://doi.org/10.1016/0025-5416(84)90056-9)
- [30] Miyazaki, T., Nakamura, K. and Mori, H. (1979) Experimental and Theoretical Investigations on Morphological Changes of Precipitates in Ni-Al Single Crystals during Uniaxial Stress-Annealing. *Journal of Materials Science*, **14**, 1827-1837. <https://doi.org/10.1007/bf00551021>
- [31] 卢毓华, 王海舟, 付锐, 等. 不同冷速下 GH4096 高温合金中 γ' 相的析出行为[J]. 热加工工艺, 2021, 50(24): 110-116.
- [32] Feng, Q., Wu, Y., Li, J., Cai, Y., Zhang, Y., Liu, J., *et al.* (2022) Effects of Intermediate Temperature on the Grain Boundary and γ' Precipitates of Nickel-Based Powder Superalloy under Interrupted Cooling. *Journal of Alloys and Compounds*, **922**, Article ID: 166310. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.166310>
- [33] 章一丁. 镍基粉末高温合金冷却过程中 γ' 相析出机制与建模[D]: [硕士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2024.
- [34] 贾建, 陶宇, 张义文, 等. FGH95 合金长期时效过程中二次 γ' 相的“反粗化”分裂行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2012, 41(7): 1156-1160.
- [35] Mitchell, R.J., Li, H.Y. and Huang, Z.W. (2009) On the Formation of Serrated Grain Boundaries and Fan Type Structures in an Advanced Polycrystalline Nickel-Base Superalloy. *Journal of Materials Processing Technology*, **209**, 1011-1017. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.03.008>
- [36] Coyne-Grell, A., Blaizot, J., Rahimi, S., Violatos, I., Nouveau, S., Dumont, C., *et al.* (2023) Evolution of γ' Precipitation during the Early Stages of Industrial Forging of a Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **54**, 2022-2036. <https://doi.org/10.1007/s11661-022-06878-w>
- [37] Atrazhev, V.V., Burlatsky, S.F., Dmitriev, D.V., Furrer, D., Kuzminyh, N.Y., Lomaev, I.L., *et al.* (2020) The Mechanism of Grain Boundary Serration and Fan-Type Structure Formation in Ni-Based Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **51**, 3648-3657. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05790-5>
- [38] 胡本英, 刘国权, 吴凯, 等. 新型镍基粉末冶金高温合金中 γ' 相扇形组织形成以及演化行为研究[J]. 金属学报, 2012, 48(7): 830-836.
- [39] Huang, H., Liu, G., Wang, H., Ullah, A. and Hu, B. (2020) Dissolution Behavior and Kinetics of γ' Phase during Solution Treatment in Powder Metallurgy Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **51**, 1075-1084. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05581-7>