

doi:10.11835/j.issn.1000-582X.2016.03.006

# 热处理对第二代镍基单晶合金 DD11 显微组织及持久性能的影响

骆宇时<sup>1</sup>, 赵云松<sup>1,2</sup>, 刘志远<sup>3</sup>, 郭会明<sup>1</sup>, 方 向<sup>1</sup>, 张 剑<sup>1</sup>, 唐定中<sup>1</sup>

(1.北京航空材料研究院 先进高温结构材料重点实验室,北京 100095;2.北京科技大学  
新金属材料国家重点实验室,北京 100083;3.中国航空动力机械研究所,湖南 株洲 412000)

**摘 要:**采用光学显微镜和扫描电镜对铸态、固溶态和时效态的第二代镍基单晶合金 DD11 的显微组织进行定量表征,并测试了不同一级时效处理后的合金 1 100 °C/140 MPa 和 980 °C/250 MPa 条件下的持久性能。结果表明:合金经过 1 320 °C/6 h 固溶处理后, ( $\gamma + \gamma'$ ) 共晶相全部溶解,凝固偏析显著降低,合金组织均匀。一级时效温度低于 1 160 °C 时,  $\gamma'$  相为方形,一级时效温度高于 1 180 °C 时,  $\gamma'$  相为球形,  $\gamma$  通道显著变宽,并在通道内析出细小的  $\gamma'$  相。随一级时效温度提高,合金的持久寿命先增大后降低。持久性能与  $\gamma'$  相尺寸、体积分数及形态密切相关。

**关键词:**单晶高温合金;固溶处理;时效处理;显微组织;持久性能

中图分类号: TG161

文献标志码: A

文章编号: 1000-582X(2016)03-043-08

## Effects of heat treatment on microstructures and stress rupture properties of a second generation Ni-based single crystal DD11

LUO Yushi<sup>1</sup>, ZHAO Yunsong<sup>1,2</sup>, LIU Zhiyuan<sup>3</sup>, GUO Huiming<sup>1</sup>,  
FANG Xiang<sup>1</sup>, ZHANG Jian<sup>1</sup>, TANG Dingzhong<sup>1</sup>

(1. Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, P.R.China; 2. State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P.R.China; 3. China Aviation Powerplant Research Institute, Zhuzhou 412000, Hunan, P.R.China)

**Abstract:** The quantitative investigation of as-cast, as solution and ageing heat-treated microstructures of a second generation Ni-based single crystal DD11 was carried out through OM and SEM. The stress rupture properties of the alloys which had been first ageing treated under 1 100 °C/140 MPa and 980 °C/250 MPa respectively were also tested. The results indicate that ( $\gamma + \gamma'$ ) eutectic is almost dissolved when DD11 is under solution treatment of 1 320 °C/6 h. And the degree of solidification segregation significantly decreases, and the alloy exhibits uniform microstructure. When the first ageing treatment temperature is lower than 1 160 °C, the shape of  $\gamma'$  phase is cubic. But the shape transforms to sphericity when the aging temperature is higher than 1 180 °C, the width of  $\gamma$  phase channel greatly increases, and fine  $\gamma'$  phase precipitates in the  $\gamma$  phase channel. With the increase of the first ageing treatment temperature, the stress rupture live of the alloy increases first and then decreases. The stress rupture properties are closely related

收稿日期: 2016-01-15

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2010CB631201)。

Supported by National Key Basic Research Program of China(2010CB631201).

作者简介: 骆宇时(1978-),男,高级工程师,博士,主要从事单晶高温合金的研究,(E-mail)luoyushi1978@sohu.com。

to the size, the volume fraction and the morphology of  $\gamma'$  phase.

**Keywords:** single crystal superalloy; solution heat treatment; ageing heat treatment; microstructure; stress rupture property

镍基单晶高温合金承温能力高,具备较好的综合性能,已成为先进航空发动机涡轮叶片首选材料,在军用和民用航空发动机的发展中具有极其重要的地位。采用选晶法或籽晶法制备的单晶合金以枝晶方式定向生长,合金元素在凝固过程中存在明显的偏析,其枝晶间会富集大量的 Al、Ta 等  $\gamma'$  相形成元素,而枝晶干处富集 Re、W 和 Mo 等  $\gamma$  相形成元素<sup>[1-2]</sup>。凝固偏析的存在会导致合金枝晶间的合金化程度偏低,成为裂纹扩展的通道,显著降低合金力学性能;而枝晶干的难熔元素含量较高,促使加载和长期时效中 TCP 相的析出,也会降低合金的力学性能<sup>[3]</sup>。同时,单晶高温合金凝固冷却过程中会析出尺寸粗大、不均匀分布的  $\gamma'$  相,枝晶间区域存在着( $\gamma+\gamma'$ )共晶,这些组织也会显著降低合金的力学性能<sup>[4]</sup>。

镍基单晶高温合金的热处理的目的是为了降低或消除合金定向凝固过程中产生的凝固偏析,调整单晶合金中  $\gamma'$  相的尺寸、形貌和分布等,进而大幅度提高合金的力学性能。单晶合金的热处理工艺通常由固溶处理和时效处理两部分组成。固溶处理的目的是将铸态合金中粗大的( $\gamma+\gamma'$ )共晶、 $\gamma'$  相以及少量的碳化物相全部或大部分固溶,进而降低凝固偏析,并形成均匀的合金组织<sup>[5]</sup>。为进一步发挥单晶合金的性能潜力,通常固溶热处理后,需对合金进行两级时效热处理,以达到提高合金性能的目的。通常认为,一级时效是  $\gamma'$  相粗化长大的过程,二级时效是可以显著增大  $\gamma'$  相的立方度<sup>[6]</sup>。

持久蠕变性能是镍基单晶合金最重要的力学性能指标之一, $\gamma'$  相为最重要的强化相,它的立方度、尺寸、体积分数和分布情况决定了合金的持久蠕变性能<sup>[7]</sup>。目前,关于何种组织对蠕变性能有利,以及组织是如何影响蠕变性能等方面还存在较多的争议。Caron 等<sup>[8]</sup>研究发现,CMSX-2 合金中均匀分布立方尺寸约为  $0.45\mu\text{m}$  的  $\gamma'$  相时,合金蠕变性能最优。然而,Mackay 等<sup>[9]</sup>研究发现,Alloy143 合金通过一定的热处理工艺将  $\gamma'$  相尺寸从  $0.44\mu\text{m}$  细化到  $0.15\mu\text{m}$  时,可显著提高合金的蠕变性能。同时,Murakumo 等<sup>[10]</sup>认为, $\gamma'$  相作为单晶合金中最重要的强化相,在不同合金体系中的最佳形态和尺寸存在巨大差别,因此,有必要对每一种合金进行系统全面的研究。

新一代单晶合金中往往通过加入较多的 Re、W、Mo 等难熔元素来提高合金的持久蠕变性能<sup>[2]</sup>。难熔元素含量增多,固溶强化效应增强,但是难熔元素含量过高,也导致了固溶处理过程中扩散缓慢。国外对单晶高温合金热处理工艺的研究十分深入,对合金中  $\gamma'$  强化相的析出溶解、数量和分布等进行了系统全面的研究,对同一种成分的合金推荐不同的热处理工艺,以适应构件在不同服役环境中性能的需求<sup>[11-12]</sup>。目前,国内对单晶合金的热处理工艺的研究并不系统,尤其  $\gamma'$  强化相含量、尺寸、形态以及组织均匀性对含 Re 合金的持久性能影响的研究并不多。

DD11 合金是近年由北京航空材料研究院自主研制的一种含 Re 第二代镍基单晶高温合金,Re 质量分数为 3%,主要用于制造先进航空发动机涡轮叶片<sup>[1]</sup>。通过研究不同时效热处理制度条件下合金的高温持久性能,并讨论  $\gamma'$  强化相含量、尺寸、形态与持久性能的关系,进一步发挥第二代镍基单晶合金 DD11 的潜力,并为该类单晶高温合金的发展和工程化应用提供理论和实验依据。

## 1 实验材料和方法

为了研究热处理对镍基单晶高温合金组织和持久性能的影响,实验选用北京航空材料研究院研制的 DD11 合金为对象,其名义成分(质量分数,%)为 Cr 4.0, Al 6.0, Re 3.0, Ta 7.0, W 7.0, Mo 2.0, Co 8.0, C 0.01, Hf 0.15, Ni 余量。在 HRS 定向凝固炉中,用螺旋选晶法制备具有[001]取向的  $\phi 15\text{ mm}\times 150\text{ cm}$  的单晶试棒,定向凝固时抽拉速度为  $3\text{ mm/min}$ 。采用背散射 Laue 法确定单晶取向,实验合金的生长方向与[001]方向偏离均小于  $10^\circ$ 。采用差热分析仪(NETZSCH STA449C 型),以  $10\text{ }^\circ\text{C/min}$  速率从  $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$  升温至  $1\ 420\text{ }^\circ\text{C}$ ,测定合金的相转变温度。合金均采用相同的固溶处理,随后进行 6 种不同温度的一次时效处理,并选择相同的二级时效处理,其中一级时效温度分别选取  $1\ 100$ 、 $1\ 120$ 、 $1\ 140$ 、 $1\ 160$ 、 $1\ 180$ 、 $1\ 200\text{ }^\circ\text{C}$ ,保温 4 h 后空冷。二级时效处理为  $870\text{ }^\circ\text{C}$  下保温 32 h 后空冷,见表 1。经不同热处理后的合金加工成标距直径为  $5\text{ mm}$ ,标距长度为  $25\text{ mm}$ ,总长度为  $66\text{ mm}$  的标准试样。持久实验选在  $1\ 100\text{ }^\circ\text{C}/140\text{ MPa}$  和  $980\text{ }^\circ\text{C}/$

250 MPa条件下进行,其持久寿命由3根试样测试的平均值确定。采用配比为1% HF+33% HNO<sub>3</sub>+33% CH<sub>3</sub>COOH+33% H<sub>2</sub>O(体积分数)的溶液侵蚀金相样品。分别使用光学显微镜(OM)和 SUPRA 55 型场发射扫描电镜进行低倍和高倍组织形貌观察。本工作采用点分析法测量( $\gamma+\gamma'$ )共晶和  $\gamma'$ 相体积分,并采用 Image-Pro 软件测量  $\gamma'$ 相尺寸和  $\gamma$ 相通道尺寸。相同的合金样品采用5~8张照片进行统计。

采用 JEOL JXA-8800R 型电子探针(EPMA)对铸态合金及固溶热处理后合金的凝固偏析系数  $S_i$  进行测量。元素凝固偏析系数  $S_i$  可表述为

$$S_i = C_{\text{dendrite}}^i / C_{\text{interdendrite}}^i, \quad (1)$$

式中: $C_{\text{dendrite}}^i$ 和  $C_{\text{interdendrite}}^i$ 为元素  $i$  在枝晶干的浓度及枝晶间的浓度; $S_i > 1$  表示合金元素  $i$  偏析于枝晶干,而  $S_i < 1$  表示合金元素  $i$  偏析于枝晶间。

表1 实验合金的固溶和时效热处理制度

Table 1 Solid solution and aging heat treatment scheme of the experimental alloys

样品	一级时效	二级时效
A	1 100 °C/4 h, AC	870 °C/32 h, AC
B	1 120 °C/4 h, AC	870 °C/32 h, AC
C	1 140 °C/4 h, AC	870 °C/32 h, AC
D	1 160 °C/4 h, AC	870 °C/32 h, AC
E	1 180 °C/4 h, AC	870 °C/32 h, AC
F	1 200 °C/4 h, AC	870 °C/32 h, AC

注:固溶处理为(1 270 °C/2h+1 300 °C+2 h+1 310 °C/2 h)+1 320 °C+6 h。

## 2 实验结果

### 2.1 铸态合金的显微组织和相转变温度

图1(a)为铸态合金的 OM 像。由图可见,合金组织呈现典型的枝晶形貌;经测算,合金的一次枝晶间距约为 340  $\mu\text{m}$ 。合金枝晶间的白亮衬度区域为( $\gamma+\gamma'$ )共晶组织,共晶体积分约为 6%。图1(b)、(c)分别为铸态合金枝晶干和枝晶间的  $\gamma'$ 相形貌。可以看出,枝晶干  $\gamma'$ 相均呈蝶形, $\gamma'$ 相平均尺寸约为 400 nm。枝晶间处  $\gamma'$ 相尺寸较大,立方度相比枝晶干较好, $\gamma'$ 相平均尺寸约为 720 nm。

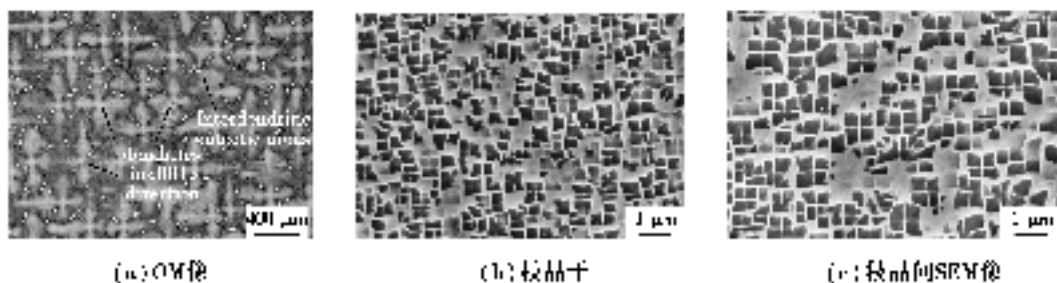


图1 铸态合金的像

Fig.1 Images of the as-cast alloy

图2给出了铸态合金的 DSC 加热曲线。在 DSC 加热曲线上存在3个吸热反应。第一个吸热峰是由于枝晶干和枝晶间  $\gamma'$ 相的固溶,合金的  $\gamma'$ 相溶解温度约为 1 250 °C。第二个吸热峰是( $\gamma+\gamma'$ )共晶的熔化温度,通过 DSC 测试的共晶溶解温度约为 1 351 °C。第三个吸热峰为合金的液相线,约为 1 404 °C。同时,固相线为吸热峰切线与基线的交点温度,合金的固相线约为 1 368 °C。

由于 DSC 曲线测试的相变温度与合金实际的相变温度存在一定偏差<sup>[1-2]</sup>。为确定合金的“固溶热处理窗口”,对合金进行 1 300~1 350 °C 保温 30 min,水冷处理,通过金相法来确定合金的共晶溶解温度和初熔温

度,最终确定合理的固溶处理温度。图 3 为共晶溶解与初熔体积分数随固溶温度的变化情况。由图 3 可以看出,随固溶温度提高,共晶组织逐渐溶解,加热到 1 315 ℃ 共晶完全溶解。当固溶温度达到 1 335 ℃,合金中出现初熔,并且初熔体积的分数随加热温度提高而升高。通常把合金的  $\gamma'$  相固溶温度和初熔温度之间的温度范围称为“热处理窗口”,固溶处理温度应选择在热处理窗口中进行,以保证合金在不出现初熔的情况下, $\gamma'$  相能够固溶到  $\gamma$  基体中,消除  $(\gamma+\gamma')$  共晶,实现合金元素的均匀化。由图 3 可以看出,合金的“热处理窗口”为 1 315~1 330 ℃。将金相法得到的初熔温度降低 10 ℃ 定为最高的固溶温度,这样既可以最大程度地提高固溶热处理的效率,又可以防止由于热处理炉升温过程中的温度波动造成合金的初熔。采用阶梯式固溶热处理方式,通过对不同时间固溶处理后的组织进行对比,综合考虑固溶的时间和效果,最终确定了如表 1 列出的固溶热处理制度。

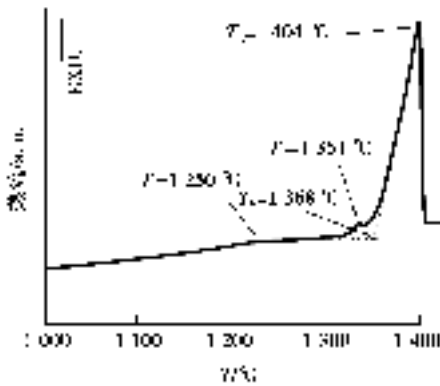


图 2 铸态合金的 DSC 升温曲线

Fig.2 DSC heating curves of as-cast alloys ( $T_L$ -liquidus temperature,  $T_S$ -solidus temperature,  $T_E$ - $(\gamma+\gamma')$ eutectic solvus temperature,  $T_\gamma$ - $\gamma'$  phase solvus temperature)

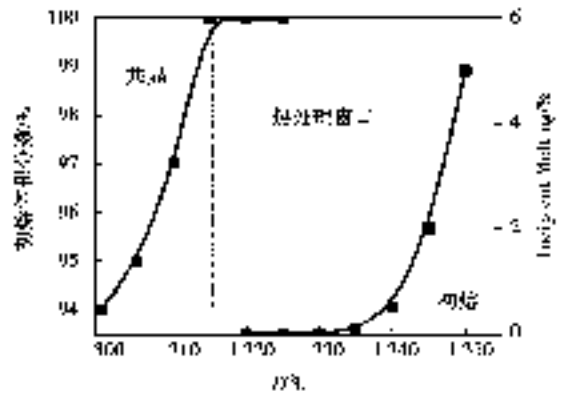


图 3 共晶与初熔体积分数随固溶温度的变化

Fig.3 Variation of the volume fraction of eutectic and incipient melting of the alloy after different solution heat treatments

## 2.2 合金固溶热处理后组织

图 4(a)为合金经过固溶热处理后的 OM 像。可以看出,合金中的  $\gamma+\gamma'$  两相共晶已完全消除,但由于合金中 Re、W 和 Ta 等难熔元素的含量较高,固溶热处理组织中仍可以观察到枝晶花样。图 4(b)和 4(c)给出了合金固溶热处理后枝晶干和枝晶间区域的扫描组织。可以看到,合金固溶处理后的枝晶干和枝晶间区域中的  $\gamma'$  相形状较铸态更加规则和均匀,尺寸也更加细小。经统计,枝晶干  $\gamma'$  相的平均尺寸约为 80 nm,枝晶间  $\gamma'$  相的平均尺寸约为 120 nm。

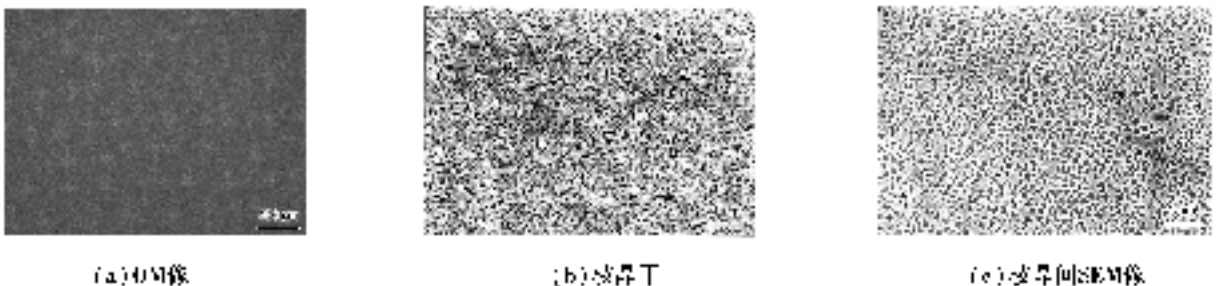


图 4 固溶态合金的像

Fig.4 Images of the solution treated alloy

图 5 给出了合金固溶热处理前后合金元素的偏析系数对比。可以看出,所有合金元素经过固溶热处理后偏析程度均显著降低,但偏析类型未发生变化,Re 和 W 仍为负偏析元素,Mo、Al 和 Ta 仍为正偏析元素。合金经固溶热处理后,Re 的偏析系数由 1.9 变为 1.5;W 的偏析系数由 1.6 变为 1.2;Ta 的偏析系数由 0.7 变为 0.9;Al 和 Mo 为较弱的正偏析元素,经固溶热处理后偏析比也更接近 1。

因此,高温固溶热处理显著提高合金枝晶干和枝晶间区域的组织与成分的均匀性,显著减小了合金不同区域的沉淀强化和固溶强化效果的差异,进而提高了合金枝晶干和枝晶间区域强度的连续性和均匀性,对合金力学性能的提高起到重要作用。

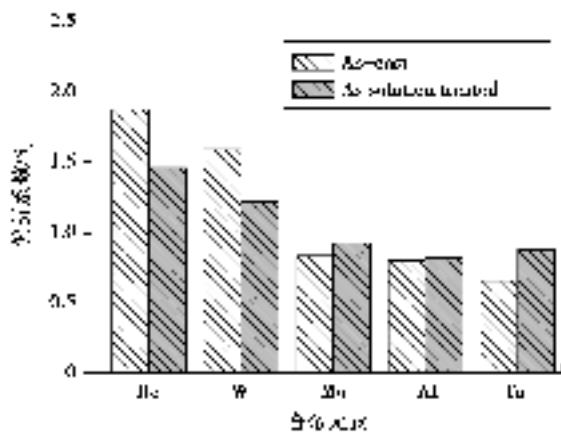


图5 固溶热处理前后各合金元素的偏析系数对比

Fig. 5 Comparison of segregation ratio  $S_i$  before and after solution heat treatment

### 2.3 合金时效热处理后的显微组织

图6分别给出了固态合金经过不同一级时效热处理((1 100~1 200 °C)/4 h, AC),并经过相同二级时效处理(870 °C/32 h, AC)后枝晶干处的典型显微组织。从 $\gamma'$ 相的相貌上看,当合金时效温度为1 100 °C时, $\gamma'$ 相的立方度较差。当合金时效温度为1 120 °C和1 140 °C时, $\gamma'$ 相的立方度逐渐增加, $\gamma'$ 相的排列更加整齐。当时效温度为1 160 °C时,合金立方度开始下降, $\gamma'$ 相的尖角处开始发生溶解,使得立方体变得圆滑。当时效温度为1 180 °C和1 200 °C时, $\gamma'$ 相的形态类似于球状,且宽大的 $\gamma$ 基体通道内有细小 $\gamma'$ 相的析出。图7为合金经不同时效热处理后枝晶干 $\gamma'$ 相尺寸和体积分数的变化。当时效温度为1 100~1 140 °C, $\gamma'$ 相平均尺寸变化不显著,约为0.32  $\mu\text{m}$ 。而当时效温度超过1 160 °C时, $\gamma'$ 相平均尺寸逐渐增大,当时效温度为1 200 °C, $\gamma'$ 相粗化严重, $\gamma'$ 相尺寸平均尺寸达到0.8  $\mu\text{m}$ 。随着一级时效温度的升高,枝晶干和枝晶间 $\gamma'$ 相体积分数均先增大后减小,在1 140 °C和1 160 °C时达到高峰(图7(b))。

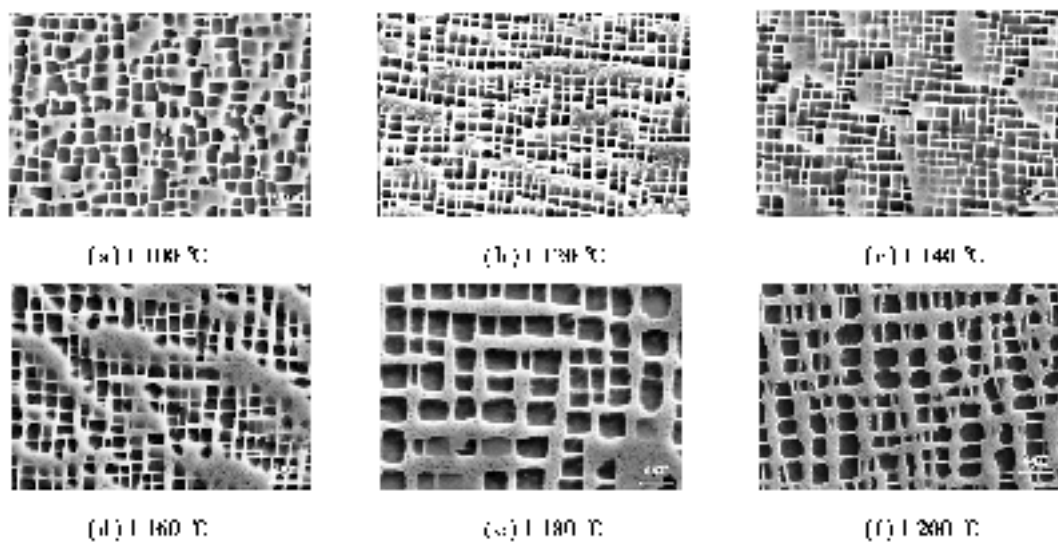


图6 合金经不同时效处理后的显微组织

Fig. 6 Microstructures of the experimental alloys after different aging treatments

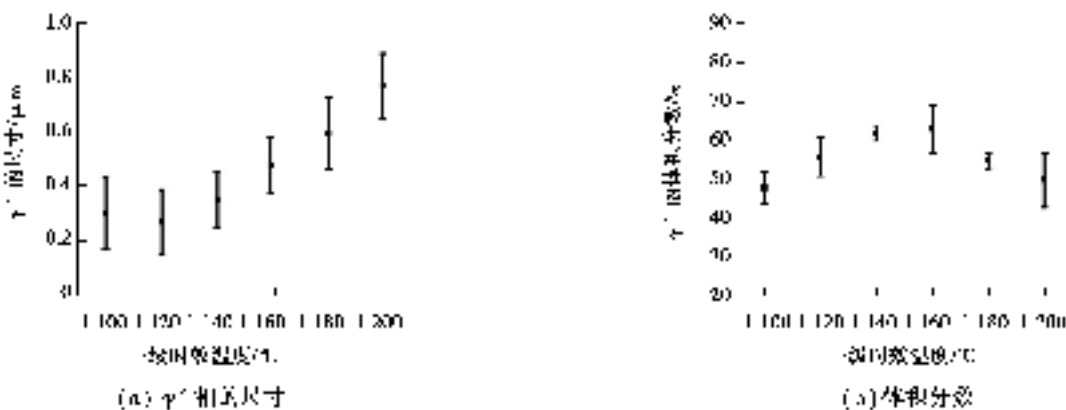


图 7 合金经不同时效热处理后枝晶干

Fig.7 Variation in dendrite core of the alloys after different primary aging heat treatments

## 2.4 时效温度对持久性能的影响

图 8 为合金不同时效热处理后 1 100  $^{\circ}\text{C}/130\text{ MPa}$  和 980  $^{\circ}\text{C}/250\text{ MPa}$  条件下的持久性能。可以看出,在 1 100  $^{\circ}\text{C}/130\text{ MPa}$  持久条件下,一级时效温度为 1 120  $^{\circ}\text{C}$  时,持久性能最佳。而在 980  $^{\circ}\text{C}/250\text{ MPa}$  持久条件下,一级时效温度为 1 140  $^{\circ}\text{C}$  时,持久性能最佳。因此,综合考虑合金的组织 and 持久性能,并且考虑热处理炉中的温度波动,最终一级时效热处理制度选择“1 130  $^{\circ}\text{C}/4\text{h}$ ,空冷”。

## 3 分析讨论

### 3.1 热处理对合金显微组织的影响

镍基单晶高温合金凝固时,首先由液相析出单相  $\gamma$  固溶体,并以枝晶状生长, $\gamma$  相形成元素 Re 和 W 等向枝晶干富集。同时, $\gamma'$  相形成元素 Al 和 Ta 等元素向枝晶间液相富集。随着枝晶间液相凝固的进行,少量剩余液相中的溶质浓度达到共晶点,进而形成  $(\gamma+\gamma')$  共晶组织。铸态共晶的含量多少可以反映出凝固偏析的程度<sup>[1]</sup>。本研究中,铸态组织中存在约为 6% 的  $(\gamma+\gamma')$  共晶(见图 1),同时,铸态偏析也较为严重,其中,Re 的凝固偏析系数达到 1.87,如图 5 所示。

铸态合金经 1 290  $^{\circ}\text{C}/2\text{ h}+1\text{ 300 }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}+1\text{ 310 }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$  的预处理,可降低低熔点元素(Al 和 Ta)在枝晶间区域的偏析程度,避免合金在枝晶间发生局部初熔。随后进行 1 320  $^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$  高温固溶处理,使铸态合金中的  $(\gamma+\gamma')$  共晶组织和粗大  $\gamma'$  相完全溶于  $\gamma$  基体,同时,促进难溶合金元素在高温下充分扩散,降低合金的凝固偏析,提高合金元素在枝晶干和枝晶间的分布均匀程度(图 5)。随后的冷却过程中,从过饱和的  $\gamma$  基体中析出大量细小的纳米尺度的  $\gamma'$  相。由于枝晶间 Al 和 Ta 等元素仍然高于枝晶干(图 5),并且 Al 和 Ta 为  $\gamma'$  相的主要形成元素,因此,合金固溶热处理后的枝晶间区域的  $\gamma'$  相尺寸显著大于枝晶干处(图 4(b)、(c))。王明昱等<sup>[13]</sup>认为固溶处理后冷却过程中析出的细小  $\gamma'$  相与  $\gamma$  基体界面保持共格界面。同时,由于析出的立方  $\gamma'$  相尺寸较小,数量较多,故  $\gamma/\gamma'$  两相的界面较多,因此,固溶态的合金存在较大的界面能和一定程度的晶格应变能。

本研究中,对固溶态合金进行一级时效过程中,合金在共格界面能和应变能的共同作用下,过饱和析出的  $\gamma'$  相粒子继续粗化长大。在 1 100~1 140  $^{\circ}\text{C}$  时效期间, $\gamma'$  相长大的形貌同时受  $\gamma/\gamma'$  两相之间的界面能和

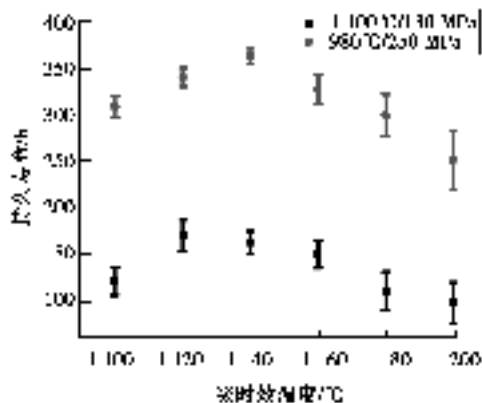
图 8 合金不同时效热处理后 1 100  $^{\circ}\text{C}/130\text{ MPa}$  和 980  $^{\circ}\text{C}/250\text{ MPa}$  条件下的持久性能

Fig.8 Variation of stress rupture life of the alloys after different primary aging heat treatments

晶格应变能制约。 $\gamma'$ 相长大的能量不足,不发生过分长大, $\gamma/\gamma'$ 两相保持共格界面,界面能和晶格应变能的共同作用促使 $\gamma'$ 相长大成为立方体形貌,如图6(a)、(c)所示。随时效温度提高, $\gamma/\gamma'$ 两相界面开始弯曲,表明 $\gamma/\gamma'$ 两相共格界面消失,应变能作用减弱。因此,在界面能的主要作用下,可促使 $\gamma'$ 相粗化长大, $\gamma'$ 相形貌呈现粗大条状或球状(图6(e)、(f))。

### 3.2 $\gamma'$ 尺寸对合金持久性能的影响

$\gamma'$ 相是镍基单晶合金最主要的强化相,其数量、形态、尺寸和分布对合金的高温力学性能有着显著的影响。研究表明,合金获得最佳蠕变性能时的 $\gamma'$ 相最佳尺寸随合金体系的不同而变化<sup>[14-15]</sup>。Neumeier等<sup>[15]</sup>认为对于含Re不含Ru的单晶合金, $\gamma'$ 相尺寸在0.52  $\mu\text{m}$ 左右的合金可在1 100  $^{\circ}\text{C}/137\text{ MPa}$ 下获得最优的蠕变性能。Caron等<sup>[8]</sup>研究CMSX-2发现,合金中的 $\gamma'$ 相尺寸约为0.45  $\mu\text{m}$ ,且形貌是规则排列的立方形时,合金能得到最好的持久蠕变性能。高温低应力持久蠕变条件下,较大尺寸的 $\gamma'$ 相使位错的绕越路径增加,同时,规则立方状的 $\gamma'$ 相有利于合金在蠕变第一阶段末期形成完整的筏排化组织;但 $\gamma'$ 相过大, $\gamma'$ 相的筏排厚度也会显著增加,合金的持久蠕变性能又会显著降低,二者的综合作用决定了合金的高温低应力持久蠕变性能<sup>[16]</sup>。因此,只有选择合适的时效热处理制度,才能获得与最佳持久蠕变性能匹配的 $\gamma'$ 相尺寸。同时, $\gamma'$ 相排列的规则程度以及分布的均匀性也是组织表征的重要方面,通常 $\gamma'$ 相排列越规则、分布越均匀,合金的持久蠕变性能越好。

本研究中的合金经不同一级时效热处理后, $\gamma'$ 相尺寸、体积分数和形态存在较大差别,并且对合金的持久性能产生显著的影响。一级时效温度为1 100  $^{\circ}\text{C}$ 时,合金的 $\gamma'$ 立方度较差,因此,合金的持久性能较低。当一级时效温度为1 120~1 140  $^{\circ}\text{C}$ 时, $\gamma'$ 立方度较好, $\gamma'$ 相尺寸约为0.32  $\mu\text{m}$ ,合金的持久性能较好。而当一级时效温度为1 160  $^{\circ}\text{C}$ ,合金 $\gamma'$ 相尺寸约为0.42  $\mu\text{m}$ ,体积分数约为62%,但 $\gamma'$ 立方度降低,因此,合金的持久性能也相应降低。当时效温度为1 180  $^{\circ}\text{C}$ 和1 200  $^{\circ}\text{C}$ 时, $\gamma'$ 基体通道的宽度显著增大(图6(e)、(f))。Pollock等<sup>[16]</sup>的研究表明:位错通过狭窄的 $\gamma$ 通道滑移时所需的Orowan应力 $\tau_{\text{OR}}$ 与 $\gamma$ 通道宽度密切相关,即

$$\tau_{\text{OR}} = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{\mu b}{hS},$$

式中: $\mu$ 为剪切模量; $b$ 为伯氏矢量; $h$ 为 $\gamma$ 通道宽度; $S$ 为Schmid因子。因此,1 180  $^{\circ}\text{C}$ 和1 200  $^{\circ}\text{C}$ 时效后, $\gamma$ 通道变宽,导致位错运动所需的Orowan应力减小,合金的持久寿命相应降低。

## 4 结 论

1)合金在铸态下为典型的枝晶组织,枝晶间存在约6%的( $\gamma+\gamma'$ )共晶。合金的液相线和固相线温度分别为1 404  $^{\circ}\text{C}$ 和1 368  $^{\circ}\text{C}$ , $\gamma'$ 相固溶温度为1 250  $^{\circ}\text{C}$ 。

2)合金的固溶热处理窗口为1 315~1 330  $^{\circ}\text{C}$ ,经1 320  $^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$ 固溶热处理后合金元素的偏析减轻, ( $\gamma+\gamma'$ )共晶基本消除,并在固溶后空冷过程中析出细小的 $\gamma'$ 相。

3)随着一级时效温度的升高, $\gamma'$ 相的尺寸逐渐增大, $\gamma'$ 相的体积分数先增加后降低。当时效温度达到或者超过1 160  $^{\circ}\text{C}$ , $\gamma'$ 相的立方度下降。一级时效温度为1 180  $^{\circ}\text{C}$ 和1 200  $^{\circ}\text{C}$ 时, $\gamma$ 基体通道显著粗化,并且通道内有细小 $\gamma'$ 相的析出。

4)综合考虑DD11单晶合金的显微组织和持久性能,最佳的热处理制度为:预处理+1 320  $^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$ ,空冷+1 130  $^{\circ}\text{C}/4\text{ h}$ ,空冷+870  $^{\circ}\text{C}/32\text{ h}$ ,空冷。

### 参考文献:

[1] 赵云松,张剑,骆宇时,等.Hf第二代镍基单晶高温合金 DD11 高温低应力持久性能的影响[J].金属学报,2015,51(10): 1261-1272.

ZHAO Yunsong, ZHANG Jian, LUO Yushi, et al. Effect of Hf on high temperature low stress rupture properties of a second generation Ni-based single crystal superalloy DD11[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(10): 1261-1272. (in

Chinese)

- [ 2 ] Walston W S, O'hara K S, Ross E W, et al. Rene' N6: Third generation single crystal superalloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 1996: 27-34.
- [ 3 ] Walston W S, Schaeffer, J C, Murphy W H. A new type of microstructural instability in superalloys-SRZ[J]. Metals & Materials Society, 1996: 9-18.
- [ 4 ] Kong Y H, Chen Q Z, Knowles D M. Effects of minor additions on microstructure and creep performance of RR2086 SX superalloys[J]. Journal of Materials Science, 2004, 39(23): 6993-7001.
- [ 5 ] 刘刚, 刘林, 赵新宝, 等. 一种镍基单晶高温合金的高温度梯度定向凝固组织及枝晶偏析[J]. 金属学报, 2010, 46(1): 77-83.  
LIU Gang, LIU Lin, ZHANG Xinbao, et al. Microstructure and microsegregation in a Ni-based single crystal superalloy directionally solidified under high thermal gradient[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2010, 48(1): 77-83. (in Chinese)
- [ 6 ] Wilson B C, Fuchs G E. The effect of composition, misfit, and heat treatment on the primary creep behavior of single crystal nickel base superalloys PWA 1480 and PWA 1484 [C] // Proceedings of the International Symposium on Superalloys, 2008: 149-158.
- [ 7 ] Caron P, Ohta Y, Nakagawa Y G, et al. Creep deformation anisotropy in single crystal superalloys[J]. Superalloys, 1988: 215-224.
- [ 8 ] Caron P, Khan T. Improvement of creep strength in a nickel-base single-crystal superalloy by heat treatment[J]. Materials Science and Engineering A, 1983, 61(2): 173-184.
- [ 9 ] Mackay R A, Ebert L J. The development of  $\gamma$ - $\gamma'$  lamellar structures in a nickel-base superalloy during elevated temperature mechanical testing[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1985, 16(11): 1969-1982.
- [10] Murakumo T, Kobayashi T, Koizumi Y, et al. Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various  $\gamma'$  volume fraction[J]. Acta Materialia, 2004, 52(12): 3737-3744.
- [11] Fuchs G E. Improvement of creep strength of a third generation, single-crystal Ni-base superalloy by solution heat treatment[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2002, 11(1): 19-25.
- [12] Harris K, Wahl J B. Improved single crystal superalloys, CMSX-4  $\gamma$ '(SLS) [La + Y] and CMSX-486  $\gamma$ '[C]. // Superalloys, 2004: 45-52.
- [13] 王明罡, 田素贵, 于兴福, 等. 热处理对单晶镍基合金成分偏析与持久性能的影响[J]. 沈阳工业大学学报, 2009, 31(5): 525-530.  
WANG Minggang, TIAN Sugui, YU Xingfu, et al. Effects of heat treatment on composition segregation and enduring properties of single crystal nickel-based superalloy[J]. Journal of Shenyang University of Technology, 2009, 31(5): 525-530. (in Chinese)
- [14] Nathal M V. Effect of initial gamma prime size on the elevated temperature creep properties of single crystal nickel base superalloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1987, 18(11): 1961-1970.
- [15] NEUMEIER S, PYCZAK F, GOKEN M. The influence of ruthenium and rhenium on the local properties of the gamma and gamma'-phase in nickel-base superalloys and their consequences for alloy behaviour[C]. proceedings of the Eleventh International Symposium on Superalloys, held September 14-18, 2008, Pennsylvania, USA 2008: 109-119.
- [16] Pollock T M, Argon A S. Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals[J]. Acta Metallurgica Et Materialia, 1992, 40(1): 1-30.

(编辑 王维朗)