

热处理对一种抗热腐蚀单晶高温合金组织和持久性能的影响

来永军^{1,2}, 宁礼奎¹, 柳一川^{1,2}, 刘恩泽¹, 孟祥伦³, 谭政^{1,2}, 佟健¹, 郑志¹

(1. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国科学技术大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016)

(3. 辽宁科技大学机械能与自动化学院, 辽宁 鞍山 114051)

摘要: 研究了热处理对一种抗热腐蚀单晶高温合金微观组织及 1070 °C/140 MPa 持久性能的影响。结果表明: 长时间的均匀化热处理显著降低了元素偏析; 随着均匀化时间的延长, 微孔面积分数逐渐增加, 平均尺寸不断增大, 微孔的密度呈先升高后降低的变化趋势; 随一级时效温度的升高, γ' 相尺寸逐渐增大, γ' 相面积分数先增加后减少; 合金的持久寿命随一级时效温度的提高先升高后降低, 一级时效温度为 1100 °C 时, 立方状 γ' 相尺寸约 370 nm 且正方度较好, γ' 相的面积分数最大, 持久寿命最高; 持久断口具有韧性断裂特征, 亚晶界处的碳化物和微孔是引起持久试样断裂的主要裂纹源。

关键词: 抗热腐蚀单晶高温合金; 热处理; 微观组织; 持久性能

中图分类号: TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)06-2243-10

单晶高温合金具有优异的高温力学性能、抗氧化和抗热腐蚀等性能, 成为制造航空发动机、舰载及陆基燃气轮机涡轮叶片等热端部件的关键材料^[1-3]。随着单晶高温合金的发展, 难熔元素 (W、Mo、Ta、Re 等) 总量不断提高, 从而获得更高的固溶强化及沉淀强化效果, 但也使合金热处理制度变得更加复杂, 如固溶热处理窗口 (γ' 相回溶温度与初熔温度之间) 更窄, 甚至出现负的热处理窗口, 元素偏析更加严重, 需要在更高的温度, 更长的固溶时间才能达到均匀化的目的。大量的研究表明^[4-5], 难熔元素由于其原子半径较大, 在合金中的扩散系数低, 另外难熔元素尤其是 Re、W、Ta 在凝固组织中的偏析倾向大, 造成铸态合金中元素呈非均匀分布, 元素的偏聚严重降低了合金的组织稳定性, 长期时效过程中促进 tcp 相的析出。

单晶高温合金的热处理工艺包括固溶和时效两部分, 固溶热处理的目的在于回溶粗大的初生 γ' 相, 消除共晶, 尽量减轻元素偏析, 同时避免初熔组织的产生; 单晶高温合金通常采用两级时效的热处理制度, 通过一级时效获得大小合适、尺寸分布均匀的立方状 γ' 相, 并通过二级时效来调整 γ' 相的正方度。

固溶热处理分为分步固溶热处理^[6]、斜坡固溶热处理^[7]以及重熔固溶热处理^[8]等。单晶高温合金通常采用分步固溶热处理工艺, 即先在低于铸态合金初熔温

度以下进行预处理, 以消除低熔点相、回溶共晶和粗大的初生 γ' 相, 通过低温预处理逐步提高合金的初熔温度, 最后在较高的温度下进行长时间的均匀化处理, 以减轻元素偏析。如 DD6 合金的标准固溶热处理包括 3 步^[9], 但对于高代次的单晶高温合金如 CMSX-10^[10], 其标准分步固溶热处理涉及 10 个加热步骤, 总时长达 45 h, 最高固溶温度高达 1365 °C。长时间的固溶处理引起微孔体积分数的增加, 严重影响高温合金的力学性能, 尤其是疲劳性能^[11], 王欢^[12]等人通过对比 2 种不同的固溶热处理工艺, 发现多级固溶热处理能够明显改善元素偏析, 但形成较多的固溶微孔, 降低了合金的持久性能。普遍认为, 高温下枝晶干与枝晶间不平衡的原子扩散流 (Kirkendall 效应) 是固溶微孔的主要成因^[13], Liu 等人^[14]研究了固溶热处理中升温过程对固溶微孔形成的影响。结果表明, 共晶溶解所释放的 Al、Ta 原子加剧了柯肯达尔效应可能是固溶微孔形成的主要原因, 通过减小升温速率提高共晶溶解前的元素均匀化程度, 可以降低固溶微孔的含量。石倩颖等人^[15]对比液态金属冷却 (LMC) 和高温度梯度定向凝固 (HRS) 2 种不同的制备工艺对单晶高温合金中固溶微孔的影响。结果表明, LMC 合金具有较小的一次枝晶臂间距和较低的元素凝固偏析程度, 使得其内部产生的固溶微孔数量远低于 HRS 合金。

收稿日期: 2022-06-10

基金项目: 国家重点研发计划 (2021YFC2202402); 辽宁省科技攻关计划课题 (2019JH2/10100009)

作者简介: 来永军, 男, 1996 年生, 硕士, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-23971729, E-mail: yjlai20s@imr.ac.cn

目前, 对于单晶高温合金热处理工艺的研究多集中于低 Cr 体系的合金, 鉴于此, 本研究以一种新型高强抗热腐蚀单晶高温合金为材料, 探究热处理对高 Cr 单晶高温合金微观组织和持久性能的影响, 分析了固溶过程中微孔的变化, 高温时效温度对 γ' 相的影响, 持久断裂原因等内容, 为抗热腐蚀单晶高温合金热处理工艺的制定提供实践依据。

1 实验

实验材料为一种抗热腐蚀镍基单晶高温合金, 其名义成分如表 1 所示。使用 VIM-F25 型真空感应熔炼炉熔炼母合金锭, 采用螺旋选晶法, 利用 ZGD-002 型高温梯度定向凝固炉制备 $\Phi 16 \text{ mm} \times 210 \text{ mm}$ 的单晶试棒, 抽拉速率为 6 mm/min, 采用背散射劳埃法测试单晶的一次枝晶取向偏差, 选取偏离度在 8° 以内的单晶试棒进行分析。采用 STA449F3 型超高温综合热分析仪测试合金的 DSC 曲线, 用线切割将试样加工成 $\Phi 3 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 的圆柱并将其表面打磨光滑, 超声清洗后用于测试, 在氩气保护气氛中快速升温到 800 °C, 再以 10 °C/min 升温到 1450 °C, 同样以 10 °C/min 降温到 800 °C, 通过差热分析法得到合金的升温 and 降温曲线。为了研究热处理对合金组织和性能的影响, 设计了不同的均匀化时间和一级时效温度, 如表 2 所示, 以此研究固溶热处理对元素偏析和微孔的影响, 一级时效温度对 γ' 相和持久性能的影响。

金相样品通过化学腐蚀 (4 g $\text{CuSO}_4 + 20 \text{ mL HCl} + 20 \text{ mL H}_2\text{O}$) 和电解腐蚀 (5 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 15 \text{ g 柠檬酸} + 500 \text{ mL H}_2\text{O}$) 后, 采用金相显微镜 (OM) 和 INSPECT F50 型场发射扫描电子显微镜 (SEM) 进行微观组织观察。采用 EPMA 测定铸态合金中枝晶干与枝晶间的元素含量, 在不同枝晶干与枝晶间位置处各取 5 个点, 取平均值进行分析。使用图像处理软件 Photoshop 和 Image Pro Plus 对 γ/γ' 共晶、微孔面积分数进行统计, 不同视场个数不少于 20 张, 使用 Image Pro Plus 对 γ' 相尺寸、面积分数和铸态合金一次、二次枝晶间距进行统计, 选择视场个数不少于 10 张, 每种

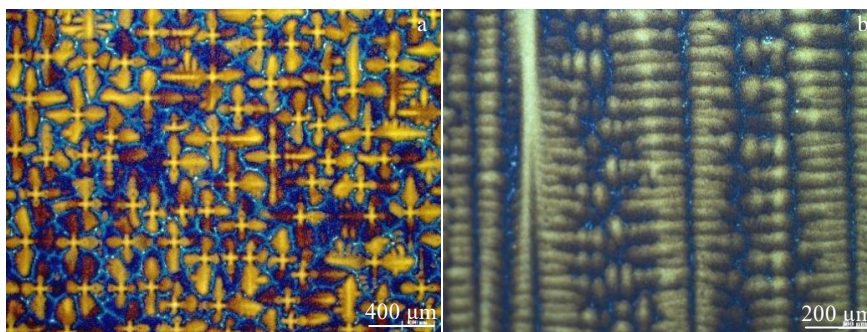


图 2 合金铸态组织宏观形貌

Fig.2 Macroscopic morphologies of as-cast alloy along transverse (a) and longitudinal (b) directions

表 1 合金的名义成分

Table 1 Nominal composition of the alloy (wt%)							
Al	Cr	Co+W+Mo+Ta	Re	Hf	C	B	Ni
3-6	8-12	22.5	2	0.1	0.015	0.005	Bal.

表 2 合金的热处理制度

Table 2 Heat treatment schemes of the alloy	
Heat treatment	Process
Solution	1270 °C/1 h+1280 °C/1 h+1290 °C/2 h+1300 °C/3 h+1310 °C/4, 15, 30, 45 h, AC
Primary aging	1080, 1100, 120 °C/4 h, AC
Secondary aging	870 °C/32 h, AC

Note: AC-air cooling

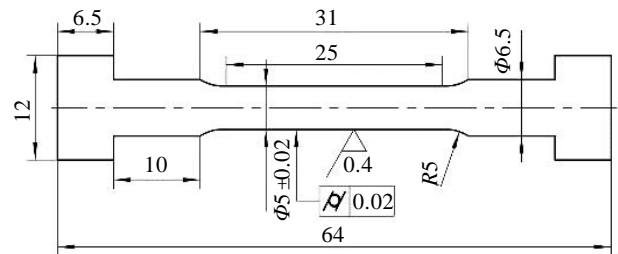


图 1 持久试样示意图

Fig.1 Schematic diagram of stress rupture specimen

状态的 γ' 相统计数量不少于 500 个, 结果均取平均值。

将经过完全热处理后的单晶试棒加工成持久试样, 如图 1 所示, 在 1070 °C/140 MPa 条件下进行持久试验, 利用 SEM 对断口形貌及断口附近的组织进行观察。

2 结果与分析

2.1 合金的铸态组织

该合金垂直和平行于 [001] 方向的铸态组织宏观形貌分别如图 2a、2b 所示。可以看出铸态合金横截面呈典型的“十”字状枝晶形貌, 枝晶间亮白色区域为

凝固偏析所形成的共晶组织。由于合金凝固时存在溶质的浓度差, 最先开始凝固的枝晶干区域富集 Re、Mo、W 等难熔元素, 而后凝固的枝晶间区域富集大量的 Al、Ta 等 γ' 相形成元素, 在凝固末期, 枝晶间液相达到共晶点成分后发生 $L \rightarrow \gamma + \gamma'$ 共晶反应, 析出 γ/γ' 共晶组织, 共晶组织含量同时也反映出合金元素凝固偏析的程度, 经统计, 该合金中共晶面积分数为 0.5%。如图 2b 所示, 纵截面为近似平行分布的二次枝晶形貌, 合金的一次枝晶间距为 $(293.37 \pm 8.31 \mu\text{m})$, 二次枝晶间距为 $(36.75 \pm 3.18 \mu\text{m})$ 。

图 3a、3b 分别为枝晶干和枝晶间 γ' 相形貌, 铸态合金中枝晶干和枝晶间处 γ' 相呈“蝶形”, 但尺寸差别很大, 枝晶间 γ' 相明显大于枝晶干处。由于凝固过程中溶质再分配, γ' 相形成元素 Al、Ta 等向枝晶间处富集, 在凝固结束后的连续冷却过程中, γ' 相从过饱和的 γ 固溶体中脱溶沉淀析出, 枝晶间高浓度的 Al、Ta 含量促使 γ' 相优先在枝晶间处形核和长大^[16], 因此枝晶间处 γ' 相粗大且形状更不规则。

合金凝固组织中的元素偏析程度常用偏析系数 K_i 表示, 其定义为:

$$K_i = \frac{C_{\text{dendrite}}^i}{C_{\text{interdendrite}}^i} \quad (1)$$

式中, C_{dendrite}^i 和 $C_{\text{interdendrite}}^i$ 分别表示元素 i 在枝晶干和枝晶间处的质量分数, $K_i > 1$ 表明溶质元素偏析于枝晶干, $K_i < 1$ 表明溶质元素偏析于枝晶间。

利用 EPMA 对枝晶干与枝晶间元素偏析进行定量分析, 其结果如图 4 所示, Re、W、Co 偏析于枝晶

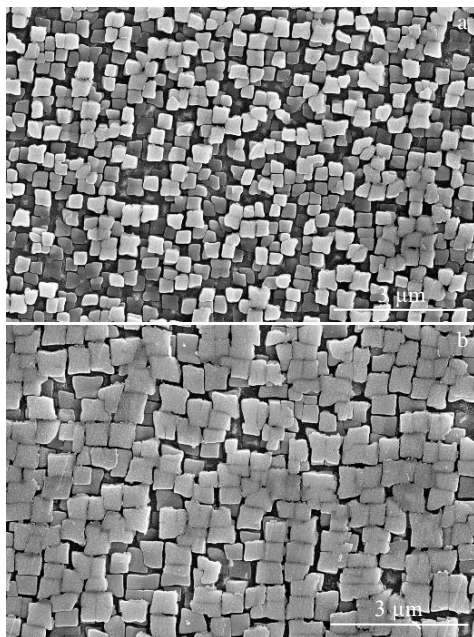


图 3 铸态合金 γ' 相形貌

Fig.3 γ' morphologies of as-cast alloy: (a) dendritic core and (b) interdendritic region

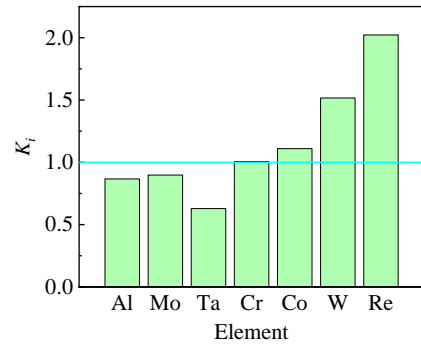


图 4 铸态合金元素偏析系数

Fig.4 Element segregation coefficient of as-cast alloy

干, Ta、Al、Mo 偏析于枝晶间, Cr 在枝晶干与枝晶间近似均匀分布, 并且 $K_{\text{Re}} > K_{\text{W}} > K_{\text{Co}} > 1 > K_{\text{Mo}} > K_{\text{Al}} > K_{\text{Ta}}$, 因此固溶热处理着重考虑 Re、W、Ta 元素偏析的改善情况。

通过差示扫描量热分析得到铸态合金的 DSC 曲线如图 5 所示。从图 5a 升温曲线可以看出, 有 3 个明显的吸热峰, 温度分别是 1203、1324、1373 $^{\circ}\text{C}$, 对应 γ' 相溶解温度、 γ/γ' 共晶熔化温度和液相线, 固相线温度为 1339 $^{\circ}\text{C}$, 由主吸热峰一侧对应的切线与基线的交点得到。即当温度达到 1203 $^{\circ}\text{C}$ 时, γ' 相大量回溶, 继续升温到 1324 $^{\circ}\text{C}$, γ/γ' 共晶组织熔化, 一般认为该温度对应合金的初熔温度, 温度达到 1339 $^{\circ}\text{C}$ 时 γ 基体开始熔化, 到 1373 $^{\circ}\text{C}$ 时 γ 基体完全熔化。

从图 5b 降温曲线中可以看出, 有 2 个明显的放热峰, 温度分别是 1342 和 1181 $^{\circ}\text{C}$, 分别对应合金的 γ 相基体析出温度和从基体中脱溶沉淀出 γ' 相的温度。

2.2 固溶处理对合金组织的影响

2.2.1 均匀化时间对元素偏析的影响

固溶热处理采用分步固溶热处理制度, 首先采用金相法摸索合金的初熔温度范围, 以此确定预处理的第 1 个台阶, 之后逐级提高台阶温度。通过预处理使枝晶间偏聚的低熔点相形成元素扩散均匀, 同时, 枝晶干处难熔元素如 W、Re 等向枝晶间区域扩散, 提高枝晶间处的固相线温度, 因此逐步提高合金的初熔温度, 最后在较高的温度下进行长时间的固溶处理, 尽量减轻元素偏析, 达到均匀化的目的。

图 6a、6b 为合金在 1290 $^{\circ}\text{C}$ 保温 15 min 后, 立即取出水冷, 在扫描电镜下观察到的初熔组织形貌。初熔组织集中分布于枝晶间处, 而在 1280 $^{\circ}\text{C}$ 经 15 min 的保温, 合金中并未发现初熔组织, 说明该合金的初熔温度范围在 1280~1290 $^{\circ}\text{C}$ 之间。可见, 该合金实际的初熔温度远低于 DSC 测得的共晶熔化温度。研究表明^[17-18], 枝晶间区域往往富集大量的低熔点元素 B、Hf 等, 共晶反应结束后的合金中仍存有未凝固的低熔

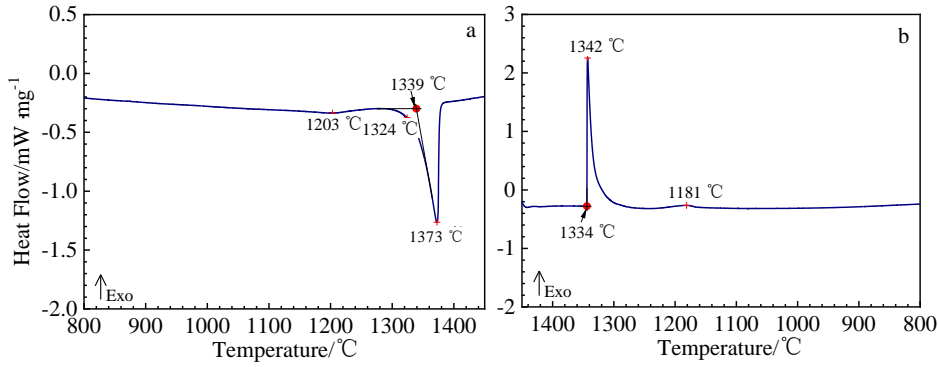


图 5 铸态合金 DSC 曲线

Fig.5 DSC curves of the as-cast alloy: (a) heating curve and (b) cooling curve

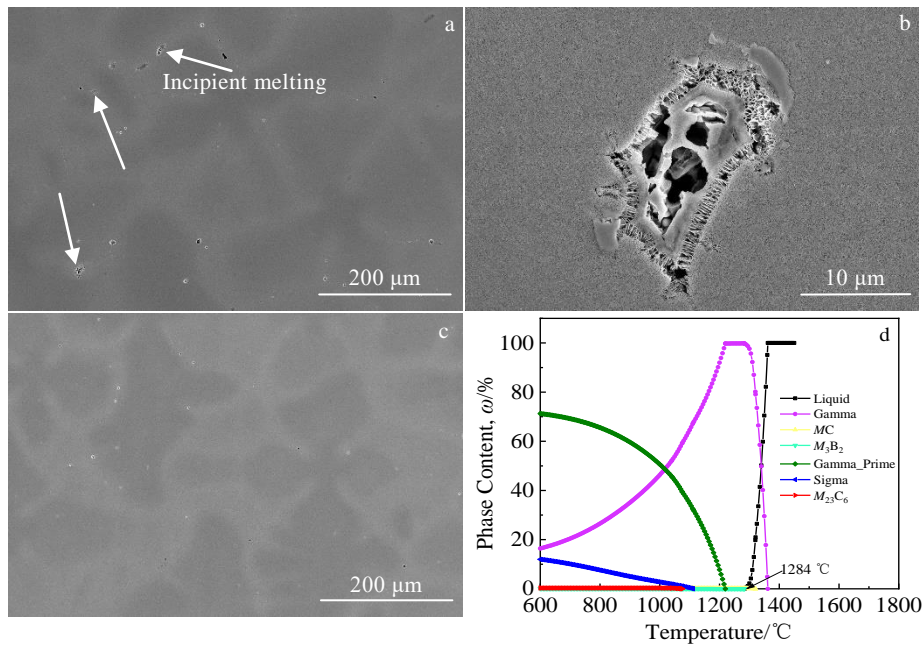


图 6 铸态合金在不同温度下保温 15 min 后的组织形貌及通过 JMatPro 模拟该合金的平衡相图

Fig.6 Microstructures of as-cast alloys at temperature of 1290 °C (a, b) and 1280 °C (c) for holding 15 min; the equilibrium phase diagram of the alloy by JMatPro (d)

点液相；在高温合金中，硼化物和 Ni_5Hf 相均为低熔点相，固溶热处理过程中，温度高于低熔点相的溶解温度时，即出现初熔组织，通常这些低熔点元素含量越高的合金初熔点越低。通过 JMatPro 模拟该合金的平衡相图，其结果如图 6d 所示，合金平衡凝固组织中存在低熔点的 M_3B_2 相，熔点为 1284 °C，与试验所得的初熔温度范围相符。因此，该合金初熔组织的形成可能是由于 M_3B_2 发生溶解所致。初熔组织的形成将显著降低合金的力学性能，尽管长时间的高温固溶热处理能够消除初熔组织，但会在原位置形成微孔，而通过低温预处理可以避免初熔组织的产生^[19]。

考虑到实际热处理过程中炉温的波动，避免热处理开始阶段即出现初熔，因此选择 1270 °C 作为预处理的第 1 个台阶，逐步提高台阶温度，最终选取均匀化

温度为 1310 °C。对不同均匀化时间后的枝晶形貌(图 7)进行观察，发现在 1310 °C 进行 30 h 的长时间均匀化处理后，枝晶形貌变得模糊，说明元素偏析得到降低。利用 EPMA 对均匀化 45 h 后的合金进行面扫，其结果如图 8 所示，Re、W、Ta、Co 元素无明显的偏析倾向，即经过长时间的均匀化热处理后元素偏析基本得到消除。

2.2.2 微孔随均匀化时间的变化

高温合金中的微孔大致分为 3 类^[20]：铸造微孔 (S-pore)、固溶微孔 (H-pore)、蠕变微孔 (D-pore)。在合金凝固后期，枝晶搭接处形成孤立的熔池，得不到金属液补缩而形成铸造微孔，又称缩孔，因此铸造微孔主要分布在枝晶间，碳化物或共晶组织附近，呈不规则形状；一般认为，固溶微孔是由于在高温固溶

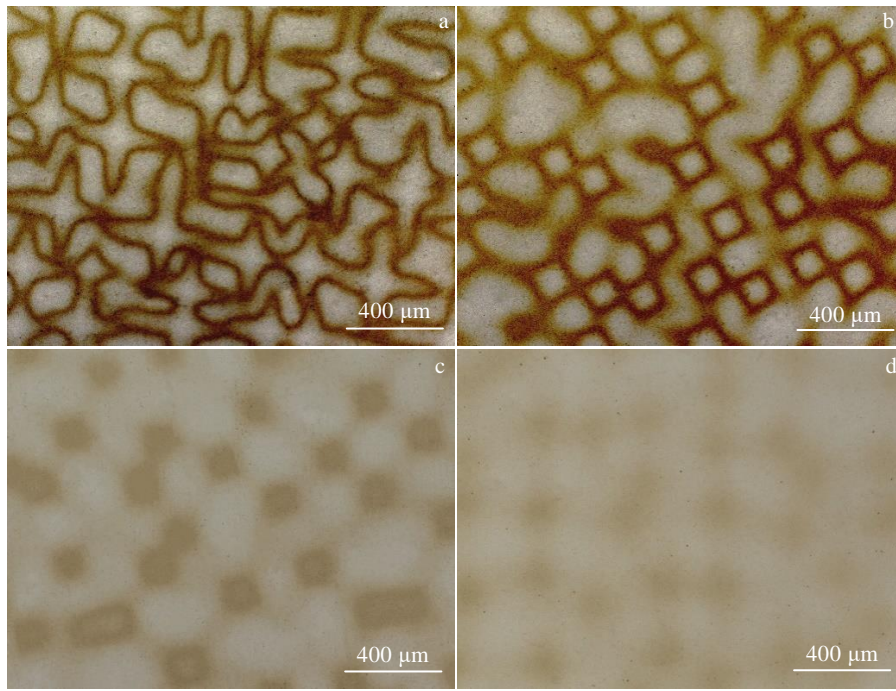


图 7 在 1310 °C 经不同均匀化时间后的枝晶形貌

Fig.7 Morphologies of dendrite at 1310 °C for different homogenization time: (a) 4 h, (b) 15 h, (c) 30 h, and (d) 45 h

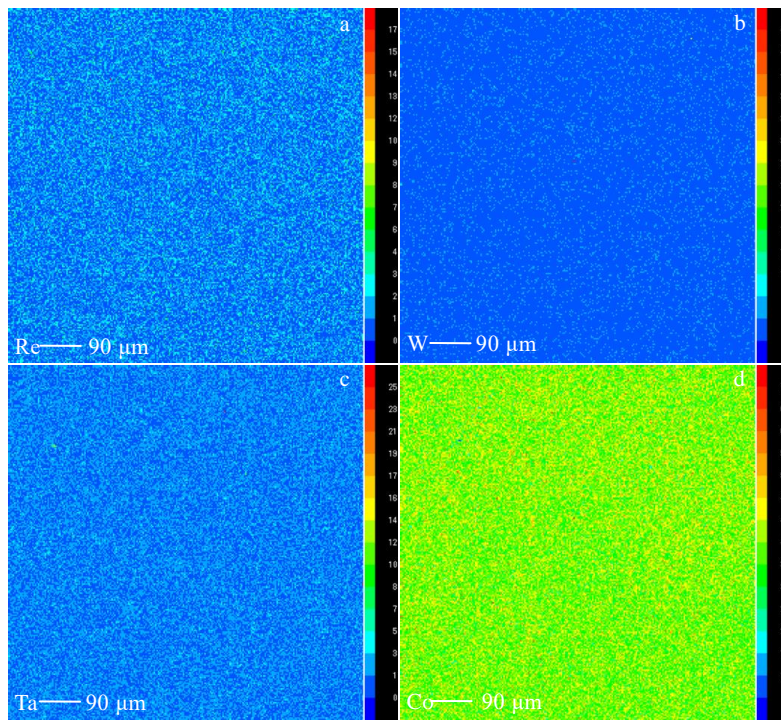


图 8 在 1310 °C 均匀化 45 h 后的合金 EPMA 面扫结果

Fig.8 EPMA element mappings of alloy after homogenization heat treatment at 1310 °C for 45 h: (a) Re, (b) W, (c) Ta, and (d) Co

热处理过程中，枝晶干与枝晶间不平衡的原子扩散流造成大量的空位，空位扩散聚集形成微孔，固溶微孔形状接近球形；其次单晶高温合金在高温蠕变变形过程中，位错形成的同时伴随空位的产生，空位聚集而形成蠕变微孔，蠕变微孔的形成与应变量有关，并与

蠕变温度和时间成正比。微孔作为一种显微缺陷存在于合金中，严重影响合金的高温力学性能，Steuer 的研究结果表明^[21]，通过液态金属冷却（LMC）制备的单晶合金，其内部组织中微孔的含量较少，合金的蠕变性能更高；Tian 等人^[22]研究微孔缺陷对蠕变寿命的

影响，微孔易引起应力集中，促使裂纹在微孔处萌生并垂直于应力轴方向扩展，并认为其是导致蠕变寿命降低的主要原因。

单晶高温合金凝固组织呈枝晶状，W、Re、Co 等元素偏析于枝晶干，Al、Ta 等元素偏析于枝晶间，固溶热处理过程中，不平衡的扩散流导致空位在枝晶间产生并不断增加，过饱和的空位向已存在的 S-微孔聚集，或在相邻的枝晶间低角晶界形成新的固溶微孔。微孔形态随均匀化时间的变化如图 9 所示，微孔近似呈圆形且尺寸不断增大。对不同均匀化时间后的合金内部微孔含量进行统计（避免因表面氧化生成的微孔对实验结果产生影响），结果如图 10 所示，随均

匀化时间的延长，微孔的面积分数不断增加，微孔平均尺寸也随之增大，均匀化 45 h 后的合金中微孔面积分数约为铸态合金的 5 倍，平均直径约为铸态微孔平均直径的 2 倍，但微孔数量呈先增加后降低的趋势，说明微孔在形成和生长的过程中可能存在合并长大的过程。

在保证元素偏析基本减轻的情况下，综合考虑微孔对合金力学性能的影响，因此选择均匀化时间为 30 h。

2.3 一级时效温度对 γ' 相及持久性能的影响

一级时效温度通常选择在高温合金服役温度附近，本研究选择 1080、1100 和 1120 °C 3 种不同的温度，以此来探究一级时效温度对 γ' 相的影响，二级时效

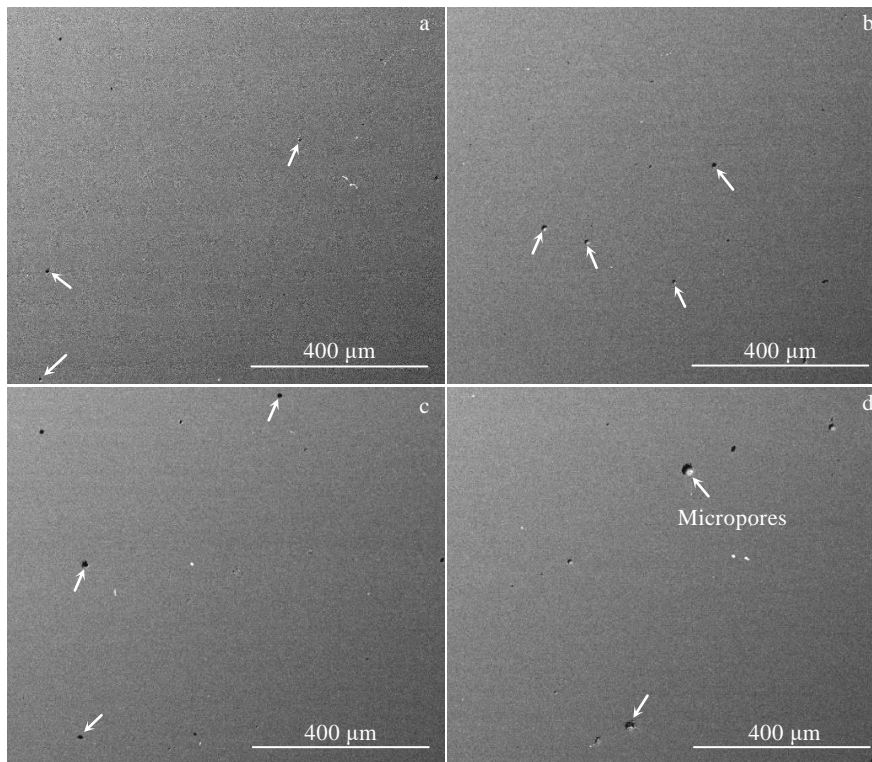


图 9 不同均匀化时间的微孔形貌

Fig.9 Morphologies of micropores after different homogenization time: (a) 4 h, (b) 15 h, (c) 30 h, and (d) 45 h

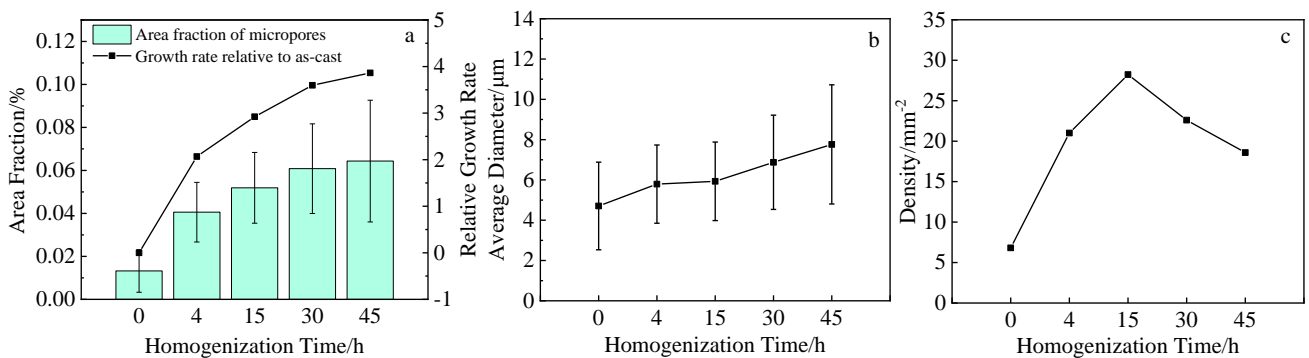


图 10 微孔的面积分数和相对铸态的生长率、平均尺寸及微孔密度随均匀化时间的变化

Fig.10 Variations of area fraction and relative growth rate (a), average diameter (b), and density (c) of micropores with homogenization time (0 h stands for as-cast)

温度通常选择为 870 °C。合金经过相同固溶热处理后,再经不同温度的一级时效 1080 °C/4 h、1100 °C/4 h、1120 °C/4 h 和 870 °C/32 h 二级时效后,合金的微观组织如图 11 所示,一级时效温度为 1080 和 1100 °C 时,γ'相呈立方状,当一级时效温度为 1120 °C 时,合金中存在 2 种形态的 γ'相:立方状的 γ'相和平均尺寸约 80 nm 的细小球状 γ'相。随一级时效温度的升高基体通道变宽,一级时效温度为 1120 °C 时,基体通道明显宽化,并且有大量的三次 γ'相存在于基体通道中,三次 γ'相的存在一方面降低了立方状 γ'相的含量;另一方面,在高温环境下三次 γ'相将重新溶解到基体中,从而失去对位错的阻碍作用,因此一般时效热处理应避免基体通道中析出三次 γ'相。对不同一级时效温度的合金中立方状 γ'相尺寸和面积分数进行统计,其结果如表 3 所示,立方状 γ'相尺寸分布如图 12 所示,可以看出,一级时效温度 1100 °C 时,立方状 γ'相面积分数最大,γ'相尺寸约 370 nm 且正方度较好。随着一级时效温度的升高,γ'相平均尺寸逐渐增大,面积分数先增加后减少。

固溶处理后的冷却过程中,γ 基体中脱溶沉淀出细小的 γ'相,在高温时效阶段,γ'相的长大符合 Ostwald 熟化机制^[23],即大尺寸的 γ'相不断长大,小尺寸的 γ'相溶解。γ'相长大的实质是元素的扩散过程,当一级时效温度较低时,基体中 γ'相形成元素的扩散能力低,γ'相长大的速率慢,经过相同的一级时效时间,γ'相的尺寸较小;随着一级时效温度的升高,元素的扩散能力增强,γ'相相互吞并长大的速度更快,相同时效时间内,γ'相尺寸更大,但当一级时效温度过高时,γ'相形成元素除了从基体扩散到 γ'相使其不断长大

外,同时存在从 γ'相向基体的反向扩散过程,导致基体的过饱和度增加,在随后的冷却过程中,由于基体通道变宽,γ'相形成元素来不及扩散到二次 γ'相,因此独立形核形成细小的三次 γ'相。有研究表明^[24],通过一级时效结束后炉冷至室温,可以避免三次 γ'相的产生,从而获得尺寸和正方度最佳的 γ'相形态。

对不同一级时效温度的合金,经过完全热处理后,分别在 1070 °C/140 MPa 下进行持久性能试验,其结果如表 4 所示,随一级时效温度的升高,合金的持久寿命先升高后降低,一级时效温度为 1100 °C 时的持久寿命最高。合金的持久性能主要取决于 γ'相的形态和含量,规则立方状的 γ'相有利于形成完整的筏化组织,从而提高合金的持久寿命。3 种不同的一级时效温度下,γ'相均呈立方状形态,但一级时效温度为 1100 °C 时,γ'相的面积分数最大,当一级时效温度为 1120 °C 时,基体通道中析出大量的三次 γ'相,削弱了合金的持久性能。

2.4 持久断口组织形貌

对合金的持久断口形貌进行观察分析,不同一级时效温度的合金,其断口形貌类似、断裂原因相同,以一级时效温度为 1100 °C 的合金为例,其横截面和纵截面的断口形貌如图 13 所示,横截面断口呈现大量的韧窝,表现为明显的韧性断裂特征,距断口约 1 mm 的区域内分布大量近似菱形的孔洞,并且多数位于亚晶界处的碳化物附近。图 13e 为距断口较远位置处的纵截面组织形貌,可以看出,微孔和碳化物分布于枝晶搭接形成的亚晶表界上,因此,微孔和碳化物是导致持久试样断裂的主要裂纹源。此外,在一级时效温度为 1100 °C 的持久断口纵截面组织中,观察到极少量

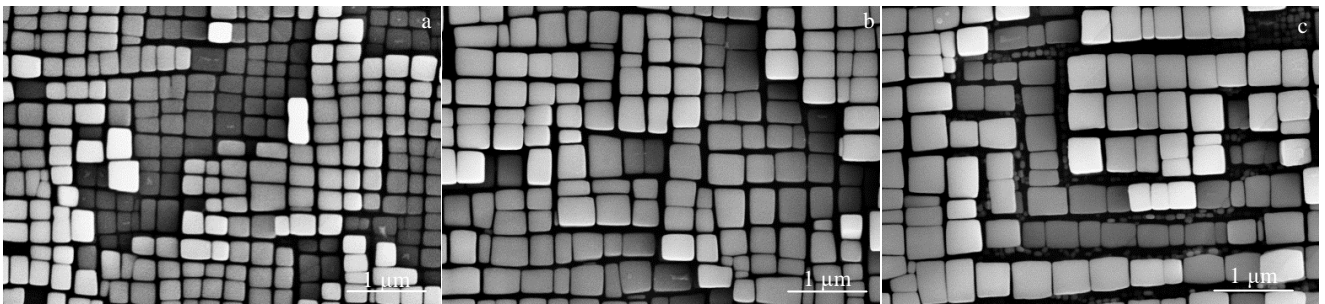


图 11 不同一级时效温度的 γ'相的形貌

Fig.11 Morphologies of γ' phase at different primary aging temperatures: (a) 1080 °C, (b) 1100 °C, and (c) 1120 °C

表 3 不同一级时效温度的 γ'相的平均尺寸和面积分数

Table 3 Average size and area fraction of γ' phase at different primary aging temperatures

Primary aging temperature/°C	Length/μm	Width/μm	Area fraction/%
1080	0.291±0.056	0.235±0.040	61.46±0.78
1100	0.371±0.067	0.292±0.071	65.38±0.97
1120	0.397±0.085	0.312±0.083	56.60±1.47

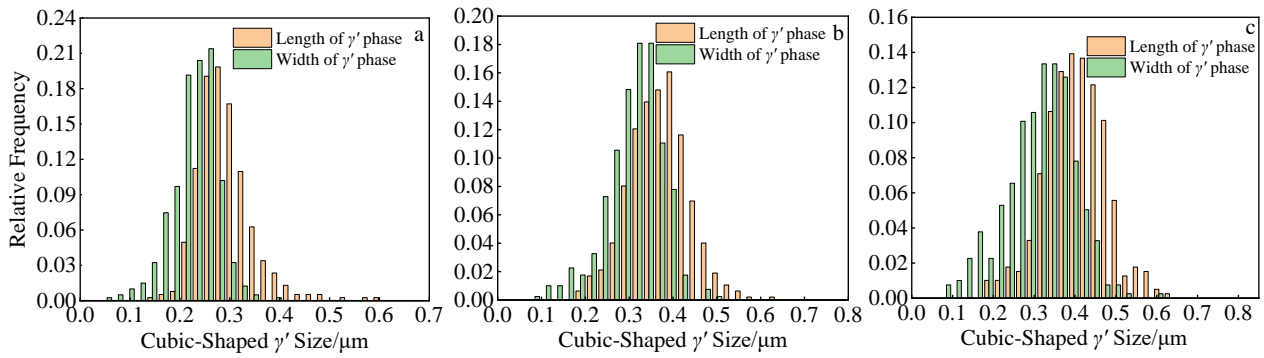


图 12 不同一级时效温度的 γ' 相尺寸分布

Fig.12 Size distribution of γ' phase at different primary aging temperatures: (a) 1080 °C, (b) 1100 °C, and (c) 1120 °C

表 4 不同一级时效温度合金的持久性能

Table 4 Stress rupture properties of the alloy at different primary aging temperatures

Primary aging temperature/°C	Test condition	Rupture life/h	Elongation/%
1080	1070 °C/140 MPa	185.63	10
1100		246.08	13
1120		174.13	9.3

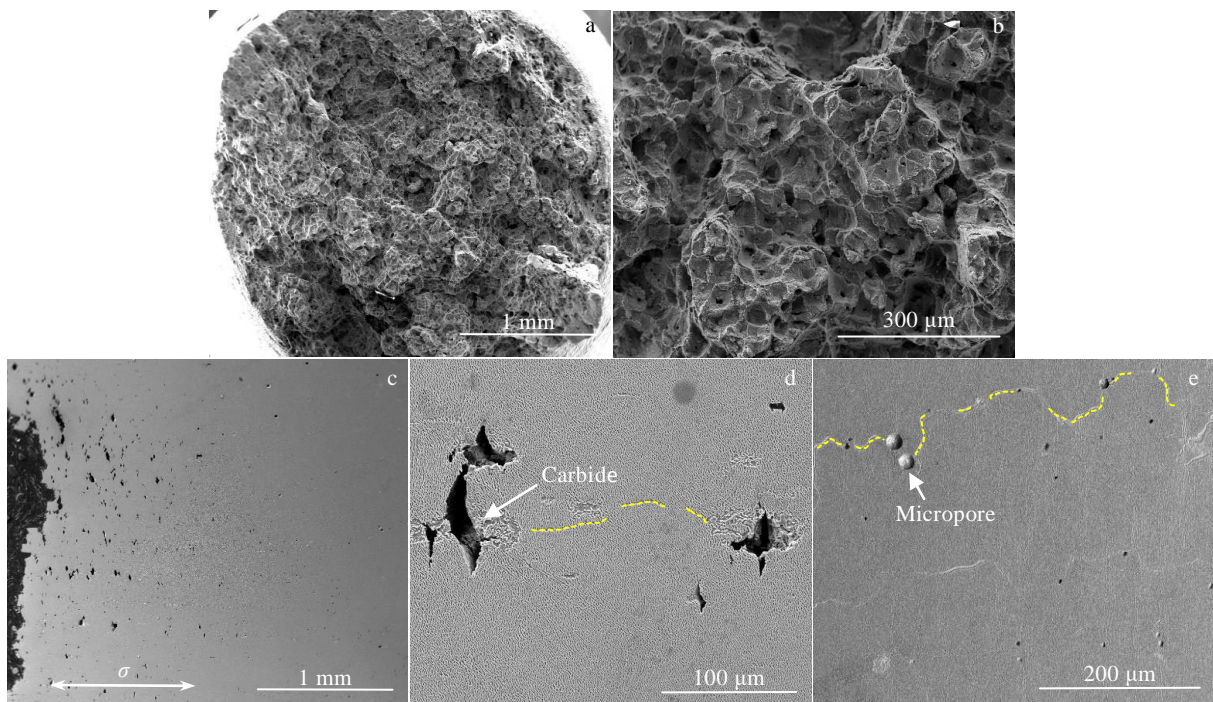


图 13 合金在 1070 °C/140 MPa 试验条件下的持久断口形貌

Fig.13 Stress rupture fracture morphologies of the alloy at 1070 °C/140 MPa: (a-b) cross section and (c-e) vertical section

短棒状的 tcp 相,但其周围并没有裂纹的萌生和扩展,说明少量的 tcp 相对合金的持久性能影响不大。

高温低应力下,位错以绕过 γ' 相的方式运动,完整的筏化组织能够有效阻碍位错的运动,有利于持久性能的提高。不同一级时效温度的合金其持久断口纵

截面 γ' 筏化组织形貌如图 14 所示。由图 14a~14i 可以看出, γ' 筏化组织比较规则,筏化组织与应力方向垂直,表现为 N 型筏化特征,一级时效温度为 1100 °C 的合金由于持久断裂时间较长, γ' 显著粗化,筏化组织形貌变得不规则^[25]。由图 14a~14c 可以看出,距断口

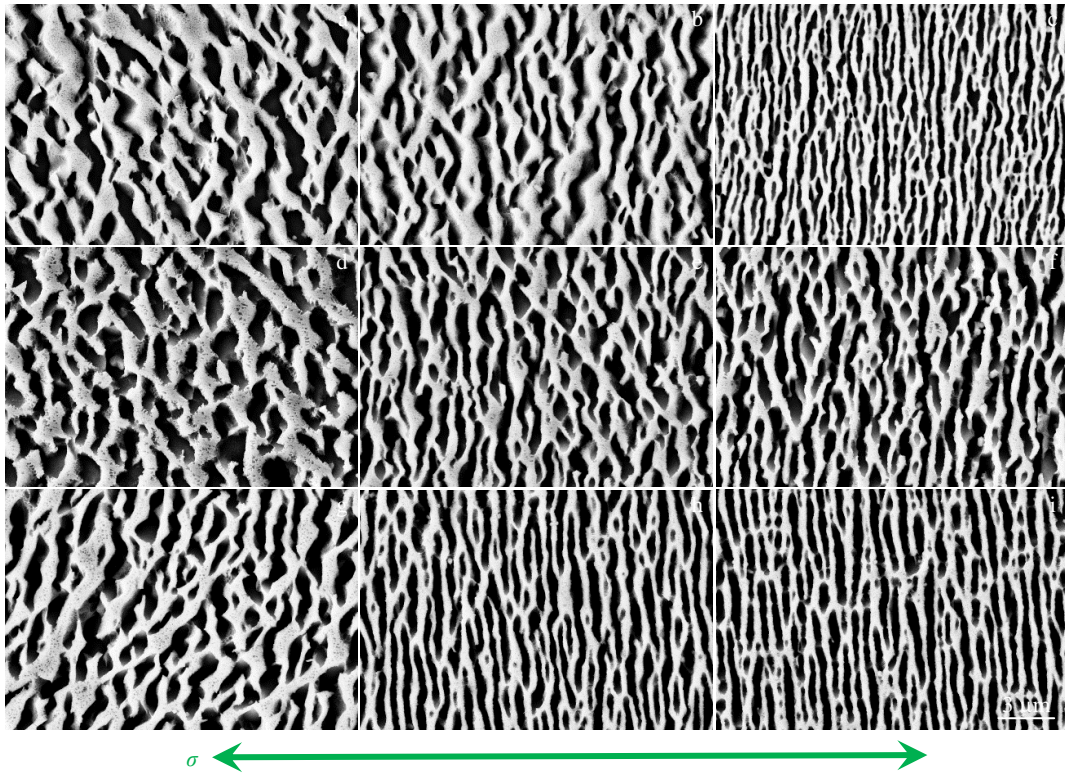


图 14 不同一级时效温度的合金在 1070 °C/140 MPa 试验条件下持久断口纵截面筏化组织形貌

Fig.14 Raft structure morphologies of stress rupture fracture of alloys at different primary aging temperatures under 1070 °C/140 MPa: (a-c) 1080 °C; (d-f) 1100 °C; (g-i) 1120 °C; (a, d, g) near fracture surface; (b, e, h) 5 mm away from the fracture surface; (c, f, i) 10 mm away from the fracture surface

不同位置处的 γ' 筏化形态有所不同, 距断口较远位置 γ' 筏化组织比较规则, 距断口较近处的 γ' 更加粗化, γ 基体通道变宽, 筏化组织形貌变得不规则, 在断口附近的缩颈区, γ' 筏化组织的厚度显著增加, 形状更不规则, γ 基体通道显著宽化, 且筏化组织与应力呈一定的角度。由于在拉伸过程中, 持久试样两端被固定, 应力轴方向始终不变, 使得在变形过程中晶格发生转动, 在缩颈区内, 由于试样横截面面积减小, 应力状态由单向应力变为三向应力, 进一步加剧了颈缩区的晶格转动, 晶格转动引起筏化组织的转动, 从而导致筏化组织与应力方向呈一定的角度^[26-27], 此外, 应力状态的改变促使颈缩区内筏化组织粗化, 形貌更不规则。

3 结论

1) 长时间的均匀化热处理能够显著降低元素偏析, 但随着均匀化时间的延长, 微孔的尺寸不断增大, 面积分数不断增加, 而微孔密度呈先升高后降低的趋势。

2) 随着一级时效温度的升高, γ' 相尺寸增大, 基体通道变宽, 一级时效温度为 1120 °C 时, 基体通道中析出大量的三次 γ' 相; 随一级时效温度的提高, γ' 相的

面积分数先增加后减小, 合金的持久寿命先升高后降低, 一级时效温度为 1100 °C 时, 立方状 γ' 相的面积分数最大, γ' 相尺寸约 370 nm 且正方度较好, 合金的持久寿命最高。

3) 不同一级时效温度的合金其持久断口均呈现大量的韧窝, 表现出典型的韧性断裂特征, 亚晶界处的碳化物和微孔是引起持久试样断裂的主要裂纹源, 少量短棒状的 tcp 相对合金的持久寿命影响不大。

参考文献 References

- [1] Xia W S, Zhao X B, Yue L *et al.* *Journal of Materials Science and Technology*[J], 2020, 44: 76
- [2] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys(高温合金材料学)*[M]. Beijing: Science Press, 2010: 182
- [3] Zhang Jian(张健), Wang Li(王莉), Wang Dong(王栋) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(9): 1077
- [4] Zhu Z, Basoalto H, Warnken N *et al.* *Acta Materialia*[J], 2012, 60(12): 4888
- [5] Ahpd R, Tin S, Rae C M F. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2005, 36(10): 2761

- [6] Fuchs G E. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 300(1-2): 52
- [7] Hegde S R, Kearsey R M, Beddoes J C. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(21-22): 5528
- [8] Zhang Y B, Liu L, Huang T W *et al. Scripta Materialia*[J], 2017, 136: 74
- [9] Sun Yanghui(孙阳辉), Ai Cheng(艾 诚), Zhang Xiaofeng(张晓峰) *et al. Materials Reports(材料导报)*[J], 2019, 33(11): 3630
- [10] Zhu Ou(朱 鸥), Li Yulong(李玉龙), Zhang Yan(张 燕) *et al. Foundry Technology(铸造技术)*[J], 2013, 34(9): 1137
- [11] Chang J C, Yun Y H, Choi C *et al. Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2003, 12(4): 420
- [12] Wang Huan(王 欢), Ning Likui(宁礼奎), Tong Jian(佟 健) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2020, 49(1): 247
- [13] Anton D L, Giamei A F. *Materials Science and Engineering*[J], 1985, 76: 173
- [14] Liu P C, Liu X G, Huang Y Q *et al. Materials Characterization*[J], 2022, 189: 111 994
- [15] Shi Qianying(石倩颖), Li Xianghui(李相辉), Zheng Yunrong(郑运荣) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2012, 48(10): 1237
- [16] Su X L, Xu Q Y, Wang R N *et al. Materials and Design*[J], 2018, 141: 296
- [17] Jahangiri M R, Boutorabi S M A, Arabi H. *Materials Science and Technology*[J], 2013, 28(12): 1402
- [18] Zhang Hongwei(张洪伟), Qin Xuezhong(秦学智), Li Xiaowu(李小武) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2017, 53(6): 684
- [19] Ning Likui(宁礼奎), Zheng Zhi(郑 志), Jin Tao(金 涛) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2014, 50(8): 1011
- [20] Link T, Zabler S, Epishin A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 425(1-2): 47
- [21] Steuer S, Villechaise P, Pollock T M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 645: 109
- [22] Tian S G, Jiang C L, Shu Z *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 613:184
- [23] Baldan A. *Journal of Materials Science*[J], 2002, 37: 2379
- [24] Yu Jian(喻 健), Li Jiarong(李嘉荣), Shi Zhenxue(史振学) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2013, 42(8): 1654
- [25] Ma Wenyong(马文有), Han Yafang(韩雅芳), Li Shusuo(李树索) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2006, 42(11): 1191
- [26] Ma Wenyong(马文有), Li Shusuo(李树索), Qiao Min(乔 敏) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2006, 16(6): 937
- [27] Guo Xiping(郭喜平), Fu Hengzhi(傅恒志), Sun Jiahua(孙家华). *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 1994, 30(7): 321

Effect of Heat Treatment on Microstructures and Stress Rupture Properties of Hot-Corrosion Resistant Single Crystal Superalloy

Lai Yongjun^{1,2}, Ning Likui¹, Liu Yichuan^{1,2}, Liu Enze¹, Meng Xianglun³, Tan Zheng^{1,2}, Tong Jian¹, Zheng Zhi¹

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110006, China)

(3. School of Mechanical Engineering and Automation, University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, China)

Abstract: The effects of heat treatment on the microstructures and rupture properties at 1070 °C/140 MPa of a hot-corrosion resistant single crystal superalloy were investigated. The results show that long-term homogenization heat treatment significantly reduces element segregation. With prolonging the homogenization time, the area fraction of micropores is gradually increased, the average size keeps increasing, and the density of micropores is increased firstly and then decreased. With increasing the primary aging temperature, the size of γ' phase is enlarged gradually, and the area fraction of γ' phase is firstly increased and then decreased. The stress rupture life of the alloy is increased firstly and then decreased with increasing the primary aging temperature. When the primary aging temperature is 1100 °C, the size of the cubic γ' phase is about 370 nm, the squareness is better, the area fraction of the γ' phase is the largest, and the stress rupture life is the longest. The stress rupture fracture is characterized by ductile fracture. The carbides and micropores at the sub-grain boundary are the main crack sources to cause the stress rupture fracture of the sample.

Key words: hot-corrosion resistant single crystal superalloy; heat treatment; microstructure; stress rupture property