

再结晶对单晶高温合金持久性能影响试验

Recrystallization Affect Test for the High-Temperature Stress Rupture Property of Single Crystal Superalloy

■ 姜铸航 乐献刚 / 中国航发黎明 曲怀璞 谢光 申健 卢玉章 / 中国科学院金属研究所 陈明辉 / 东北大学

镍基单晶高温合金因其优异的高温力学性能，被广泛应用于发动机以及燃气轮机的涡轮叶片中。根据不同持久试验条件、不同再结晶深度对单晶高温合金持久性能的影响进行量化研究，可为单晶叶片验收标准的制定提供数据支持。

作 为广泛使用的第二代镍基单晶高温合金之一，DD5单晶合金是Rene N5单晶合金的国产优化版本，具备优秀的高温力学性能。在制备复杂形状的单晶叶片过程中，单晶铸件容易出现再结晶的晶粒度缺陷，而再结晶的出现会严重影响单晶高温合金的力学性能^[1-2]。当前在国内的单晶叶片验收标准中，对再结晶缺陷的指标要求基本来源于国外，缺乏相关研究数据作为支撑，因此，研究再结晶与单晶高温合金高温力学性能的关系有着重要的意义。

试验方法

采用籽晶法通过定向凝固设备制备001取向的DD5单晶板。从单晶板上切取方形小块，采用布氏硬度计在单晶板平行于001方向进行压痕处理。压头直径为5mm，保载时间为13s，压痕载荷取250kg、500kg、750kg、1000kg、1500kg等5个数值。随后将这些压痕试块进行标准热处理，热处理后测量压痕表面和沿着压痕施力方向的再结晶深度，采用线切割沿压痕直径切割试样并观测纵截面的再结晶形貌。

持久试验样品从单晶板上用线切割机切取，先切成小板，小板的长宽高尺寸要比最后加工成形的试验样品尺寸多出1.5 ~ 2mm。将这些小板清洗后，用布氏硬度计压痕，压头直径为5mm，保载时间为13s，压痕载荷为500kg。接下来，将这些压痕后的板进行标准热处理，热处理条件为1280℃ /2h+1300℃ /2h/AC，1120℃ /4h/AC + 1080℃ /4h/AC

+ 900℃ /4h/AC，其中AC为空冷。用磨床磨削压痕至压痕底部，将小板加工成最后的尺寸。为了得到不同深度的再结晶，根据再结晶深度随压痕载荷变化的数据，磨掉压痕后，继续磨削相应尺寸的材料。另外，没有再结晶的原始组织样品经过热处理后机械加工成最后尺寸作为参照。

加工好的持久试样在SANSWGWT004

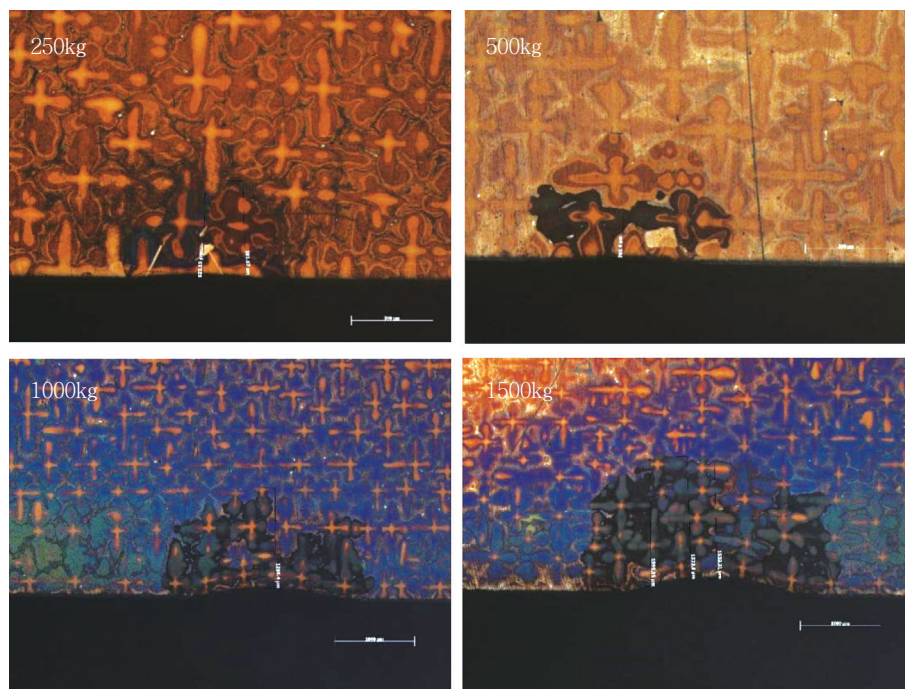


图1 压痕底部再结晶形貌（再结晶深度）

表1 不同载荷下再结晶深度数据

载荷/kg	250	500	750	1000	1500
再结晶深度/ μm	581	760	975	1257	1595

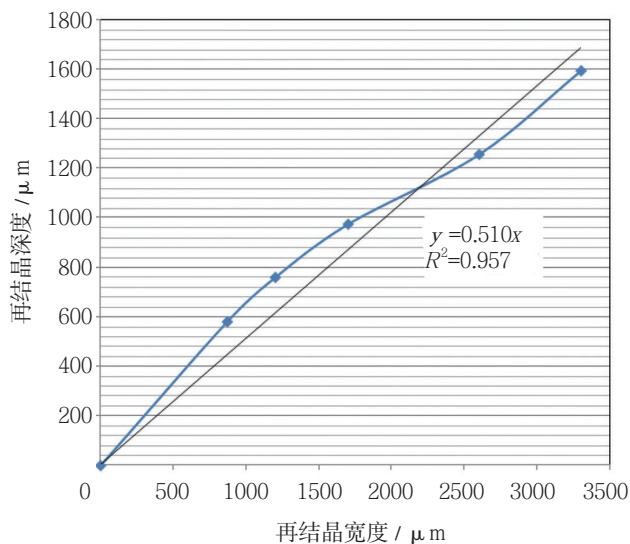
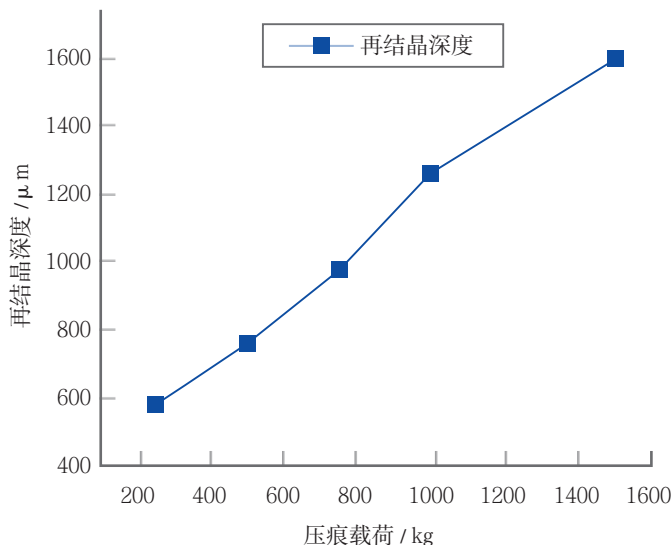


图2 不同载荷下再结晶深度变化

高温蠕变持久试验机上进行持久试验。试验条件分别为1093℃/158MPa、850℃/630MPa及750℃/820MPa。

试验结果与分析

不同载荷对再结晶深度的影响

将热处理后的DD5合金压痕试块磨除压痕凹坑,不同程度载荷对应的再结晶形貌如图1所示。再结晶主要沿着压痕边缘产生,随着载荷的增加,压痕边缘的再结晶影响区

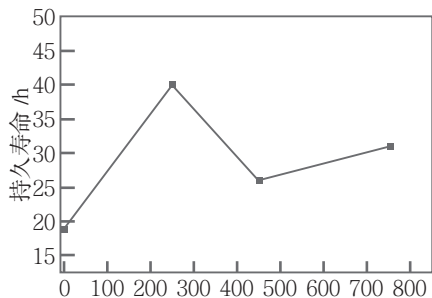
尺寸明显增加。

沿着压痕底部,测量统计各个载荷下的再结晶的深度、宽度数据(每个载荷3个试样),如表1和图2所示。图2(a)表明随着载荷的增加,再结晶深度近似呈线性增加,图2(b)表明随着再结晶宽度的增加,再结晶深度近似呈线性增加,线性系数近似等于0.5,即再结晶宽度近似等于2倍的再结晶深度。

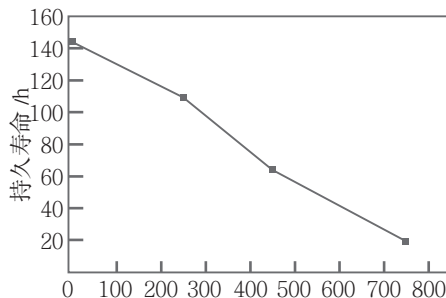
不同条件下再结晶对N5单晶合

金持久性能的影响

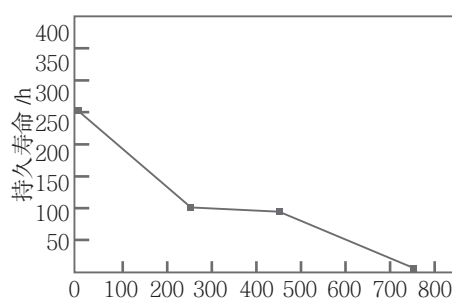
图3为不同条件下再结晶—持久寿命关系。图3(a)表明随再结晶尺寸增加,1093℃/158MPa持久性能变化不大,即该持久条件下,再结晶尺寸与持久性能相关性较低,即再结晶不是该条件下的持久寿命主要影响因素;图3(b)表明850℃/630MPa持久条件下,寿命受再结晶影响较大,随着再结晶深度的增加,持久寿命近似呈线性下



(a) 1093℃/158MPa



(b) 850℃/630MPa



(c) 750℃/820MPa

图3 不同持久条件下再结晶深度—持久寿命关系

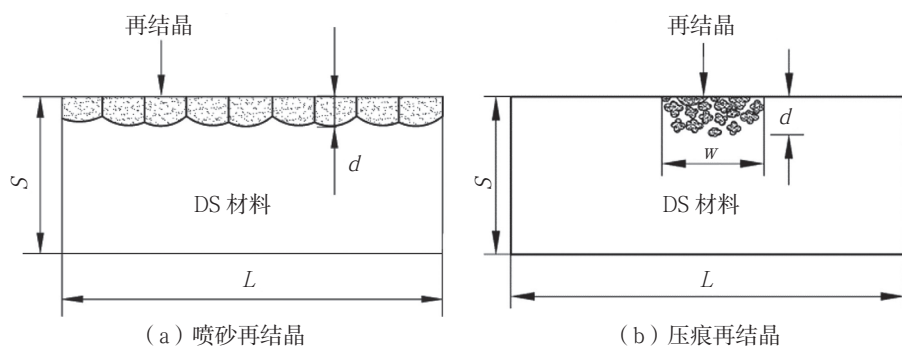


图4 横向再结晶面积分数示意

降；图3(c)表明750℃/820MPa持久条件下，再结晶对持久寿命的影响也较大，随着再结晶深度的增加，持久寿命近似呈线性下降，达到一定深度的再结晶，单晶几乎丧失承载能力。

TRF对N5单晶合金持久寿命的影响

图4显示了喷砂再结晶和压痕再结晶时横向再结晶面积分数(TRF)。当喷砂变形产生一层深度为 d 的均匀再结晶，其再结晶遍布整个样品截面宽度 L 范围；而压痕变形产生的再结晶为深度 d 的局部再结晶，其再结晶宽度 W 小于样品截面宽度 L 。可见单一的运用再结晶深度来衡量再结晶对持久性能的影响是不够的，因此采用TRF来评价再结晶对持久性能的影响更适合。

通过整理文献数据，并结合DD5的再结晶工作，得出归一化持久寿命随TRF的变化如图5所示。该图表明，归一化持久寿命随着TRF的增加而迅速下降，达到一定的TRF，单晶几乎丧失承载能力。不同的定向和单晶合金具有相似的规律，相对于其他合金，随着TRF的增加，DD5单晶高温合金的持久寿命下降更快，说明再结晶对DD5单晶合金的影响更大。

持久断口形貌分析

图6为3种条件下持久断口的体式显微镜照片，从中可以清楚地鉴别再结晶区域，产生的再结晶与基体之间有明显的界限，均为沿晶断裂，而再结晶内部的界限不是很明显。

对比图6(b)、图6(d)与图6(f)可以发现，不含再结晶样品的原始单晶样品，经过持久试验后，不同条件下产生不同形貌的断口。750℃/820MPa条件下，断口形貌呈脆性断裂，有河流状花样；随着温

度的升高，850℃/630MPa条件下，大部分以解理断裂为主，有大多数解理台阶出现；随着温度继续升高，在1093℃/158MPa条件下，整个持久断口呈现出标准的微孔聚集型断裂，可以看到许多韧窝和方型小台阶，中心有微小孔。

含有再结晶的样品在750℃/820MPa条件下持久试验后断口形貌整体呈现脆性断裂特征，这与不含再结晶样品相同。但在再结晶区域，发现了与大部分区域不同的地方，将断口分为3个区域，第一区域为再结晶，第二区域为再结晶与基体相连接过渡部分，第三区域为基体区域。含再结晶的第一区域与第二区域中间有较为明显的分界线，靠近分界线的再结晶区域，可以看到典型的冰糖状断口特征，即为典型的沿晶断裂特征。第一区域较为平整，第二区域出现较多断裂棱，为裂纹扩展特征，第三区域的合金基体部分为标准的脆性断裂，相对比较平

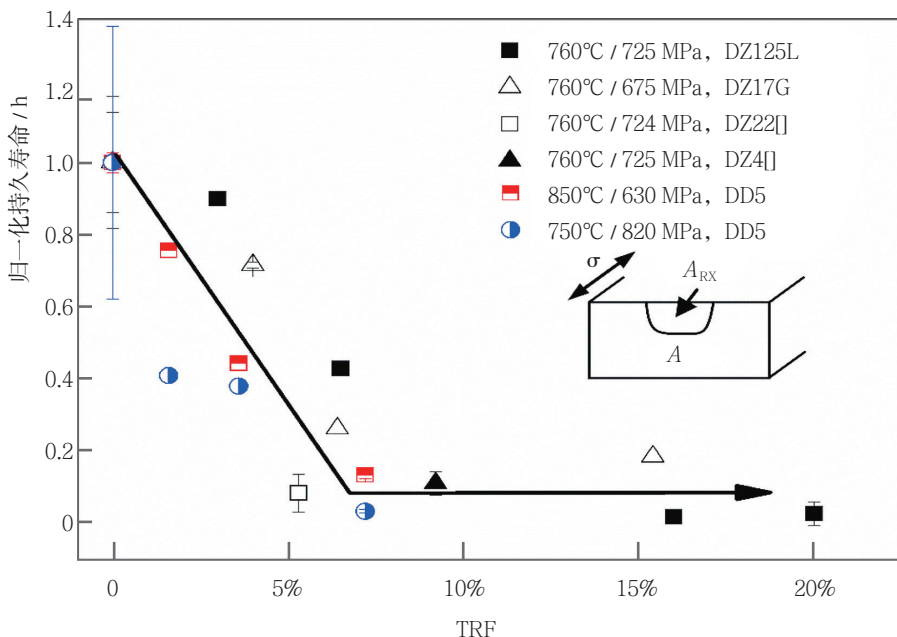


图5 定向柱晶和单晶合金归一化持久寿命—横向再结晶面积分数关系

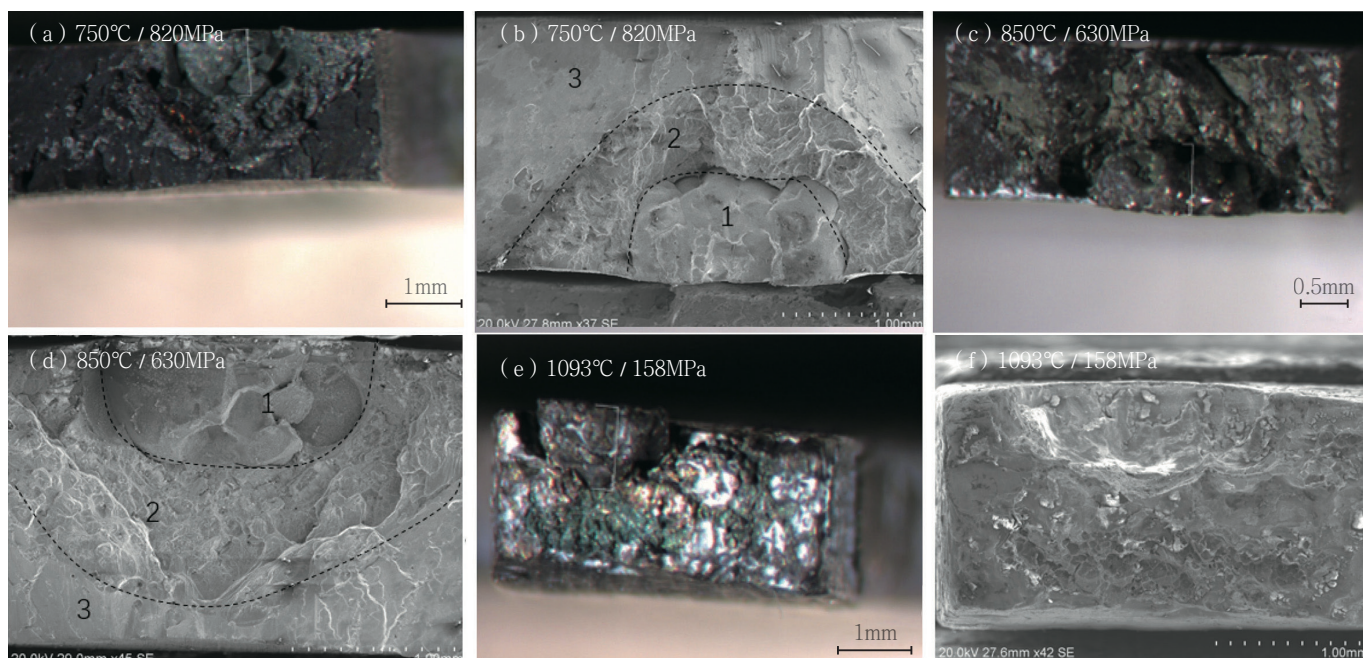


图6 含再结晶样品持久断口照片

整。

含有再结晶的样品在850℃/630MPa条件下持久试验后断口形貌整体呈现解理断裂特征，与不含再结晶晶粒样品相同，但在再结晶区域，发现了与大部分区域不同的地方。同样地将断口分为3个区域，第一区域为再结晶，第二区域为再结晶与合金基体相连接过渡部分，第三区域为合金基体区域。再结晶区域呈现典型的冰糖状断口特征，即为典型的沿晶断裂特征。含再结晶的第一区域与第二区域中间有较为明显的分界线，同样为明显的沿晶断裂。第一区域较为平整，第二区域为裂纹扩展特征，且相对于750℃/820MPa持久条件，裂纹扩展区域增大。第三部分合金基体部分为瞬断特征，呈现脆性断裂。

含有再结晶的单晶样品在1093℃/158MPa条件下持久试验后断口形貌由于持久温度非常高，样

品的断口氧化非常厉害，再结晶区域可以看到一些氧化物，而非再结晶区域氧化物显著增多。从断口特征看，再结晶区域仍然呈现沿晶断裂特征，裂纹从再结晶区域向单晶基体内扩展。单晶区域由于氧化物较多，覆盖了断口表面，难以辨别断裂特征，但整体上呈现微孔聚集型断裂特征。与750℃/820MPa和850℃/630MPa持久条件下的断口不同的是，除了再结晶区域与非再结晶区域的边界外，裂纹扩展区域瞬时断裂区没有明显的分界线。

结束语

通过研究获得了DD5单晶合金再结晶深度与等效宽度的关系，为再结晶深度的预测及再结晶的加工去除提供了参考，而多种持久条件下DD5单晶合金铸件持久寿命与再结晶尺寸关系的获得对DD5单晶铸件验收标准中再结晶的指标容限确定

提供了数据支持。另外，归一化持久寿命随着TRF的变化趋势作为一种预测再结晶对性能影响的参数具有重要意义。想要更全面地获得再结晶对铸件高温复杂工况下使用的影响，后续仍有必要进行更多种类性能测试，为单晶铸件标准的完善提供理论及数据支撑。

航空动力

(姜铸航，中国航发黎明，工程师，主要从事单晶叶片铸造及高温合金技术研究)

参考文献

- [1] 王方军, 刘应龙, 时瑶, 等. 等温退火处理对Inconel 625合金箔材组织和性能的影响[J]. 金属热处理, 2022, 47(03): 77-81.
- [2] Chen M S. Effect of cooling recrystallization annealing treatment on properties of an initial aged deformed GH4169 superalloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2022, 831.