

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2026.5278

热暴露对 DD10 单晶高温合金组织稳定性的影响

马秀林¹, 黄太文¹, 许佳圣¹, 刘丽君², 曹腊梅², 苏海军¹, 刘林^{1,3}

(1. 西北工业大学凝固技术全国重点实验室, 陕西 西安 710072; 2. 中国航发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; 3. 苏州高晶新材料科技有限公司, 江苏 苏州 215000)

摘要:在航空发动机等关键部件中, 高温合金的性能及稳定性直接影响部件的安全性和效率。通过对完全热处理后的 DD10 单晶高温合金在 700 和 1 100 °C 下进行长时热暴露实验, 系统探究不同时效温度及时效时间下, 合金中 γ' 强化相(尺寸、形态、分布)与拓扑密排相(TCP 相)的体积分数、形貌特征及演化规律。结果表明, 700 °C 热暴露过程中枝晶干和枝晶间的 γ' 相均只产生了轻微粗化, 并未发现有 TCP 相的析出。随着热暴露温度的升高至 1 100 °C, 合金中 γ' 相的形态发生了显著变化, 1 100 °C 下热暴露 200 h 后, γ' 相形貌由规则的立方态变成了不规则形态, 形成了筏状组织。随热暴露时间的延长, 筏化组织逐渐粗化。此外, 随着温度升高, 难熔元素的偏聚导致 μ 相的析出。在 700 和 1 100 °C 热暴露过程中, 温度越高 γ/γ' 两相的晶格常数差值越小, 两相错配度的绝对值也随之减小。700 °C 热暴露 200 h 后的错配度略高于热处理态, 此时 γ' 相的立方度也达到最高。

关键词: 镍基单晶高温合金; 热暴露; γ' 相; TCP 相

中图分类号: TG132.3

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2026)08-0879-09

Effect of Thermal Exposure on the Microstructure Stability of DD10 Single-crystal Superalloy

MA Xiulin¹, HUANG Taiwen¹, XU Jiasheng¹, LIU Lijun², CAO Lamei², SU Haijun¹, LIU Lin^{1,3}

(1. State Key of Laboratory Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Science & Technology on Advanced High Temperature Structure Materials Laboratory, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 3. Suzhou HTA Materials Technology Co., Ltd., Suzhou 215500, China)

Abstract: In critical components such as aircraft engines, the performance and stability of high-temperature alloys directly impact component safety and efficiency. Through long-term thermal exposure experiments conducted at 700 and 1 100 °C on fully heat-treated DD10 single-crystal superalloys, this study systematically investigated the volume fraction, morphological characteristics, and evolution mechanisms of the γ' strengthening phase (size, morphology, distribution) and topologically close-packed (TCP) phases under different aging temperatures and durations. The results indicate that during 700 °C thermal exposure, only slight coarsening of the γ' phase occurs along the dendrite trunks and interdendritic regions, with no TCP phase precipitation detected. As the thermal exposure temperature increases to 1 100 °C, the morphology of the γ' phase in the alloy significantly changes. After 200 h of thermal exposure at 1 100 °C, the γ' phase morphology transforms from a regular cubic configuration to an irregular form, resulting in the formation of a rafted structure. With prolonged thermal exposure time, the rafted structure gradually coarsens. Additionally, with increasing temperature, the segregation of refractory elements induces the precipitation of the μ phase. During thermal exposure at 700 and 1 100 °C, the difference in the lattice constant between the γ and γ' phases decreases with increasing temperature, and the absolute value of the degree of misfit between the two phases also diminishes accordingly. After 200 h of thermal exposure at 700 °C, the degree of misfit is slightly greater than that in the as-heat-treated state, and the cubicity of the γ' phase reaches its maximum at this point.

Key words: nickel-based single-crystal superalloy; thermal exposure; γ' phase; TCP phase

收稿日期: 2025-12-16

基金项目: 重点新材料研发及应用国家科技重大专项(2025ZD0608601); 国家科技重大专项(J2019- -0013-0153, 2019- -0020-0135); 航空发动机及燃气轮机基础科学中心项目(P2021-A-IV-001-001); 陕西省科技计划项目(2021TD-17)

作者简介: 马秀林, 2001 年生, 硕士生. 研究方向为单晶高温合金组织稳定性. Email: maxiulin@mail.nwpu.edu.cn

通信作者: 黄太文, 1975 年生, 博士, 副教授. 研究方向为高温结构材料及其制备. Email: taiwen_h@nwpu.edu.cn

引用格式: 马秀林, 黄太文, 许佳圣, 刘丽君, 曹腊梅, 苏海军, 刘林. 热暴露对 DD10 单晶高温合金组织稳定性的影响[J]. 铸造技术, 2026, 47(8): 879-887.

MA X L, HUANG T W, XU J S, LIU L J, CAO L M, SU H J, LIU L. Effect of thermal exposure on the microstructure stability of DD10 single-crystal superalloy[J]. Foundry Technology, 2026, 47(8): 879-887.

在航空航天、先进能源等高端装备领域,高温部件长期服役于高温、复杂应力耦合的极端环境,其材料性能直接决定装备的可靠性与服役寿命。单晶高温合金凭借优异的高温强度、抗蠕变性能及良好的抗氧化性,成为制造航空发动机涡轮叶片、导向叶片等核心热端部件的关键材料^[1-3]。DD10 作为我国自主研发的第三代镍基单晶高温合金,通过合理调控 Al、Re、Ta 等元素含量优化 γ/γ' 相组成,在高温条件下展现出卓越的综合力学性能^[4-5],未来将成为我国高端装备国产化提供重要材料支撑。

涡轮叶片在实际服役过程中需长期承受恒定高温热暴露,这不可避免地引发 γ' 相粗化、筏化、拓扑密排相(TCP 相)析出等微观组织演变,直接破坏 γ/γ' 两相协同强化效应,导致合金力学性能劣化^[6-8],甚至引发部件早期失效,严重制约发动机的运行安全性与使用寿命。因此,系统研究不同温度热暴露对 DD10 合金组织稳定性的影响,对其服役寿命评估与工程应用具有重要意义。

崔仁杰等^[9]研究二代单晶高温合金 DD5 在 980 °C 长期时效后微观组织演变,发现 980 °C 时效 150 h 后 γ' 相并未有明显变化,同时随着时效时间的增加 γ' 相在 2 500 h 发生粗化但未出现 TCP 相析出,展现出良好的中温组织稳定性,不过在 980 °C /207 MPa 下持久寿命仍较热处理态下降 19%~43%;与此形成对比的是,Zhang 等^[10]对另一款第二代单晶合金 DD412 在相同温度(980 °C)下进行 1 000 h 时效实验时发现,仅在 400 h 后即于枝晶干区域析出针状 TCP 相,且其尺寸和数量随时间延长而增加。结果表明,虽同属二代单晶高温合金,但细微的成分调控与凝固工艺控制亦可显著影响其抗有害相析出能力。另有研究发现,当服役温度超过设计上限时,DD5 的组织稳定性迅速恶化。Chen 等^[11]模拟航空发动机静子叶片的过温工况,将 DD5 试样在 1 100 和 1 150 °C 无应力保温 1~100 h 后空冷,结果表明, γ' 相出现明显球化与粗化,并伴随 TCP 相析出。Zhen 等^[12]也指出,DD5 合金在 1 100~1 150 °C 温度区间内长时保温 100 h 时,会快速析出富含难熔元素的针状 TCP 相和 M_6C 碳化物。上述研究表明,一旦突破合金组织稳定的温度阈值,其负面效应急剧显现,进而加速合金的组织退化进程。

相较于 DD5,第三代单晶合金 DD10 通过增加约 2% 的 Re 元素显著提升了高温蠕变抗力。Re 作为强固溶强化元素,因其较大的原子半径导致显著晶格畸变,有效阻碍位错滑移与攀移,增强高温变形抗力^[13]。同时,新近原子探针层析技术分析表明,

Re 在 γ 基体及 γ/γ' 界面前沿富集,形成纳米尺度团簇,不仅能阻碍位错切入 γ' 相,延长蠕变寿命,但也成为 TCP 相形核的前驱体,加剧长期热暴露下的热力学不稳定性^[14-15]。Zhu 等^[16]的研究进一步证实,含 Re 合金在热暴露过程中, γ' 相粗化严格遵循 Ostwald 熟化机制;而 TCP 相的析出对温度具有强依赖性,温度越高 TCP 相形成越早。甄兴敏等^[17]研究了 900 和 1 050 °C 长期时效下 DD10 合金的微观组织演化,要析出同样体积分数的 μ 相,900 °C 下所需的时间比 1 050 °C 下要长;此外有研究指出^[5],1 100 °C 下应力会促进 DD10 合金 μ 相析出与 γ' 相筏化,但未明确无应力热暴露条件下 500 h 内的组织演变特征。目前,现有研究多聚焦于 900 °C 以上或更长时效时间(超过 500 h)的组织演变,对 700 °C 中低温区热暴露下 γ' 相的稳定性、TCP 相的析出敏感性,以及 1 100 °C 高温下 0~500 h 内的早期组织演化规律,尚未开展系统研究,无法为 DD10 合金在该关键温度区间的短期至中期服役提供数据支撑。

在实际服役过程中高温部件常面临 700 °C 左右的中低温持续运行与 1 100 °C 的短时高温冲击,两种温度下的组织演变直接决定合金性能稳定性。低温下可能积累缓慢的 γ' 相粗化,高温下则可能导致有害相的析出,组织的退化均最终都会影响合金的力学性能。明确 700 °C、1 100 °C 下 0~500 h 热暴露对 DD10 合金 γ/γ' 相形貌、尺寸分布及有害相析出的影响规律,揭示宽温域短期热暴露的组织稳定性机制,不仅能填补该合金关键温度区间研究空白,为服役性能评估提供实验支撑,还可指导热处理工艺优化以适配复杂工况。基于此,本文系统研究上述 700、1 100 °C 下短期热暴露对 DD10 单晶高温合金微观组织的影响,重点分析 γ' 相演变特征与有害相析出规律,为阐明其组织稳定性机制及服役寿命预测提供依据。

1 实验材料与方法

实验合金 DD10 的名义成分如表 1 所示。采用布里奇曼定向凝固法获得的单晶试样棒的直径和长度分别为 14 和 75 mm。利用劳埃 X 射线测定单晶试棒的结晶取向,实验用试样[001]结晶取向与试样主应力轴方向偏离小于 7°。对 DD10 合金单晶试样

表1 实验合金DD10的名义成分

Tab.1 Chemical compositions of the DD10 single-crystal superalloy

(mass fraction/%)								
Al	Cr	Co	Mo	W	Re	Ta	C	Ni
5.0	4.0	12.0	2.0	6.0	5.0	7.0	0.02	Bal.

进行 1 320 °C 固溶 +1150 °C 一级时效 +870 °C 二级时效的完全热处理。经过热处理后的试样分别在 700 和 1 100 °C 下进行热暴露,热暴露时间为 200、300 和 500 h。

使用体积比为 1:2:3 的硝酸、氢氟酸和甘油混合溶液对 γ/γ' 两相进行腐蚀,并通过 ZEISS Sigma 300 扫描电子显微镜(SEM)观察不同热暴露时间后试样的微观组织,以期获得合金在热暴露过程中微观组织的演化规律。为了避免出现偶然性误差,从同一样品的不同区域获得不少于 5 张 SEM 显微照片,每张照片至少包含 300 个 γ' 相。立方状 γ' 相体积分数采用等效面积法^[18]统计,并引用文献^[19]中的参数 η 来定量表征 γ' 相的形貌, η 值越接近 1, γ' 相的立方度越高。使用 GATAN 离子减薄仪将样品处理成金属箔片,并通过 FEI Talos F200X 透射电子显微镜(TEM)对热暴露后合金基体中的位错组态进行观察。

试样中 γ/γ' 两相的衍射峰使用 D8 Discover X 射线衍射仪(德国布鲁克)对样品进行扫描,分别测出 γ 相和 γ' 相的衍射角,其中扫描角度为 115°~120°,扫描步速度为 0.005°/s,测试温度为 25 °C。并采用三峰模型^[20]进行拟合,在 Peakfit 软件上进行分峰处理,使用三个 Gauss Amp 函数拟合(004)晶面上的衍射峰,其中弹性变形 γ 相的两个晶格常数 a_γ (水平 γ 通道)和 a_γ (垂直 γ 通道)分别用来表示 γ 通道的不同应变状态。晶格常数和晶格错配度 δ 分别通过以下公式进行计算:

$$a=(\lambda \sqrt{h^2+k^2+l^2})/(2\sin\theta) \quad (1)$$

$$\delta=(\delta_\gamma I_\gamma + \delta_{\gamma'} I_{\gamma'})/(I_\gamma + I_{\gamma'}) \quad (2)$$

式中, a 为晶格常数; λ 为入射 X 射线波长, $\lambda_{\text{CuK}\alpha 1}=0.154\ 062\ \text{nm}$;衍射晶面为(hkl),即(004)面; θ 为衍射角度; δ 为加权平均 γ/γ' 错配度; δ_γ 和 $\delta_{\gamma'}$ 分别表示水平通道和垂直通道的 γ 相与 γ' 相的错配度; I_γ 和 $I_{\gamma'}$ 分别表示 γ 基体相的两个衍射峰值强度。

2 实验结果及讨论

2.1 热处理组织

为了降低合金铸态组织中的枝晶偏析、消除共晶组织、调整 γ' 相尺寸和立方度,需对合金进行热处理。图 1 给出了完全热处理后在扫描电镜 SEM 下的 γ/γ' 组织形貌。从图 1 中可以看出经标准热处理后,DD10 合金中的 γ' 相有序排列呈规则立方状(图 1),与 γ 基体保持良好的共格关系,统计结果显示 γ' 相的枝晶间和枝晶干的平均尺寸约为 393.6 和 309.4 nm,体积分数分别为 67.17%和 70.30%。

2.2 热暴露过程中的组织稳定性

2.2.1 γ/γ' 两相组织演化

图 2 和 3 分别为实验合金在 700 °C 及 1 100 °C 热暴露后枝晶干和枝晶间的微观组织形貌 SEM 图。从图 2 可以看出,在 700 °C 热暴露过程中,随着热暴露时间的延长, γ' 相始终保持立方状但随着热暴露时间的延长枝晶间和枝晶干的 γ' 相发生了轻微粗化。见图 2a 和 d,与热处理态时 γ' 相的形态相比热暴露 200 h 后 γ' 相尺寸略微增加,枝晶间和枝晶干的尺寸分别为 393.6 和 309.4 nm;随着热暴露时间的增加,大的 γ' 相继续长大而小的 γ' 相逐渐溶解,同时 γ' 相的边角开始出现钝化,在热暴露 300 h 后(图 2b 和 e)枝晶间和枝晶干的尺寸分别增加到 416.8 和 328.5 nm,少部分相邻的 γ' 相相互连结出现了矩形 γ' 相;在热暴露 500 h 后, γ' 相枝晶间和枝晶干的尺寸约为 432.9 和 342.7 nm, γ' 相体积分数相比于热处理态时分别降低为 64.45%和 62.26%,此时 γ' 相持续粗化但生长速度较为缓慢。从图 4 统计的枝晶间和枝晶干的尺寸可以看出,在 700 °C 热暴露过程中,枝晶间的 γ' 相平均尺寸数值始终大于枝晶干处,这是由于枝晶内部存在元素偏析,Al、Ti 等 γ' 相形成元素主要富集于枝晶间^[21-22]。

热暴露温度升高至 1 100 °C 后,从图 3 可以发

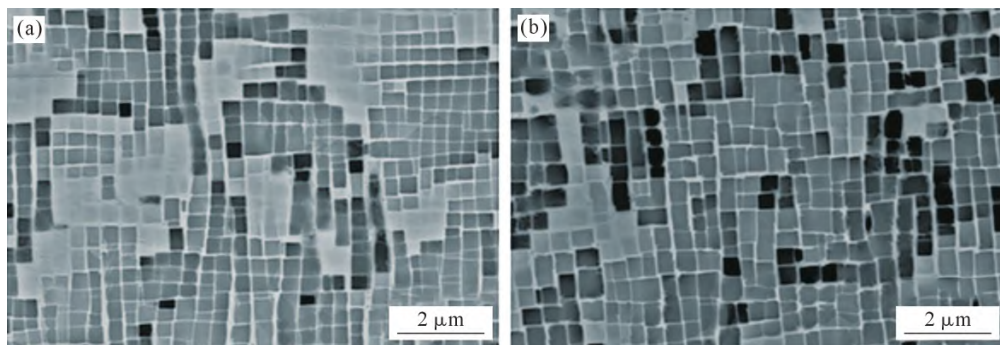


图 1 DD10 单晶合金标准热处理后的组织:(a) 枝晶干;(b) 枝晶间

Fig.1 The microstructure after DD10 single-crystal standard heat treatment: (a) dendrite; (b) interdendrite

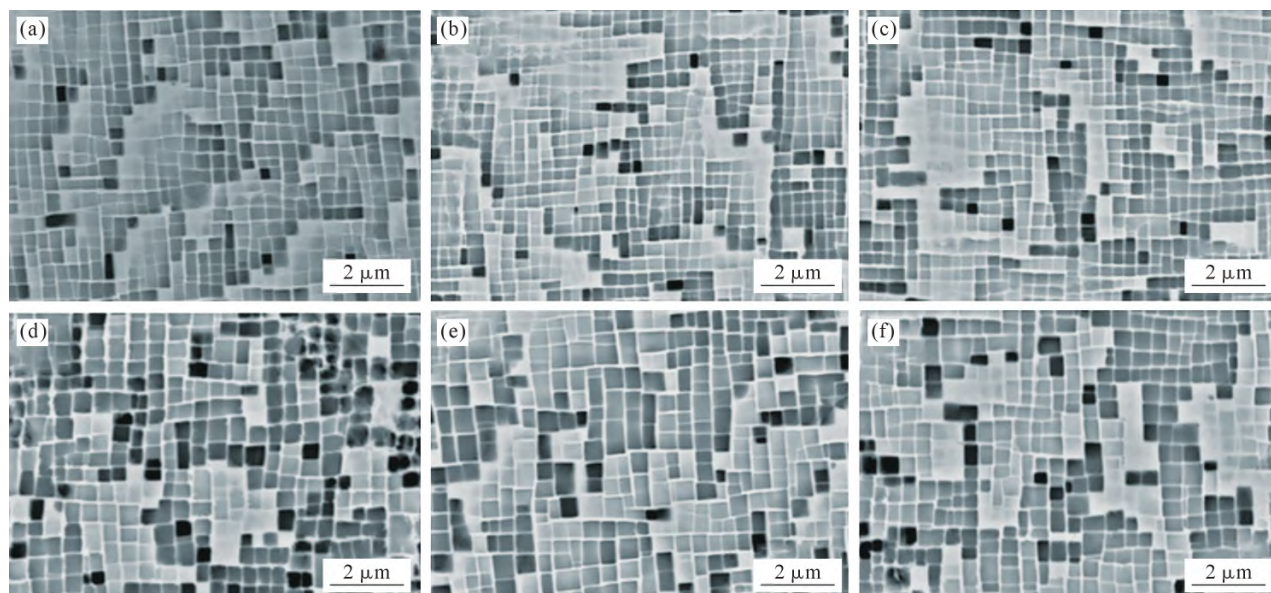


图2 DD10 单晶合金 700 °C 热暴露过程中枝晶干和枝晶间的 γ' 相形貌:(a, d) 200 h; (b, e) 300 h; (c, f) 500 h

Fig.2 Morphologies of the γ' phase in the dendrite core and interdendritic region of the DD10 single crystal superalloy during thermal exposure at 700 °C: (a, d) 200 h; (b, e) 300 h; (c, f) 500 h

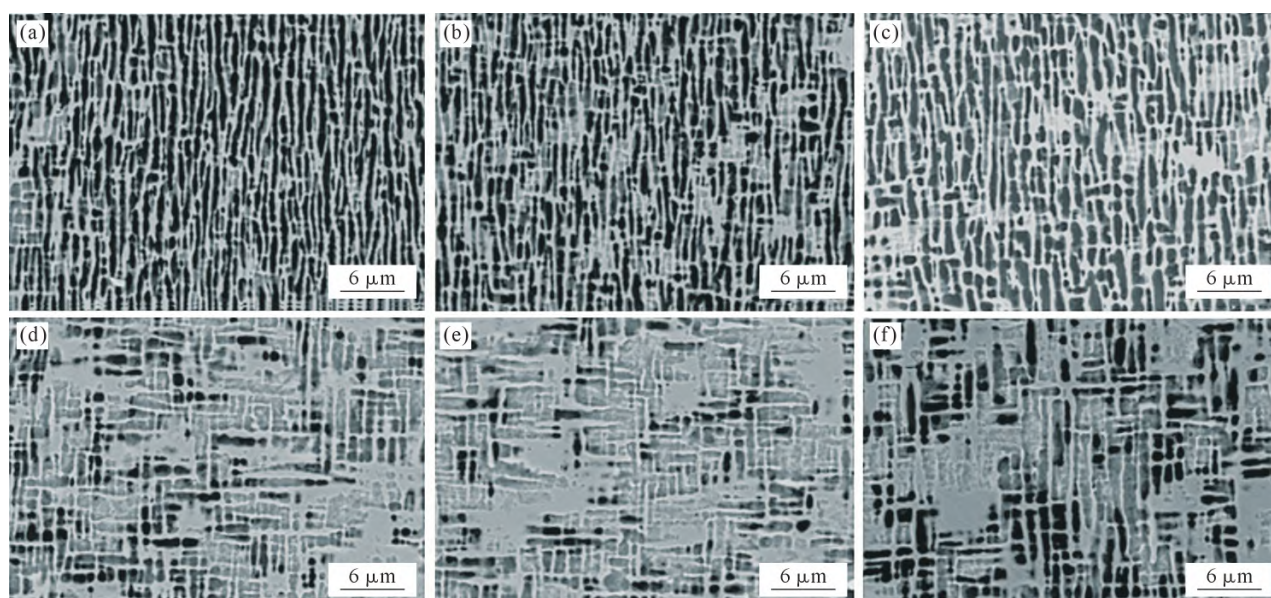


图3 DD10 单晶合金 1 100 °C 热暴露过程中枝晶干和枝晶间的 γ' 相形貌:(a, d) 200 h; (b, e) 300 h; (c, f) 500 h

Fig.3 Morphologies of the γ' phase in the dendrite core and interdendritic region of the DD10 single crystal superalloy during thermal exposure at 1 100 °C: (a, d) 200 h; (b, e) 300 h; (c, f) 500 h

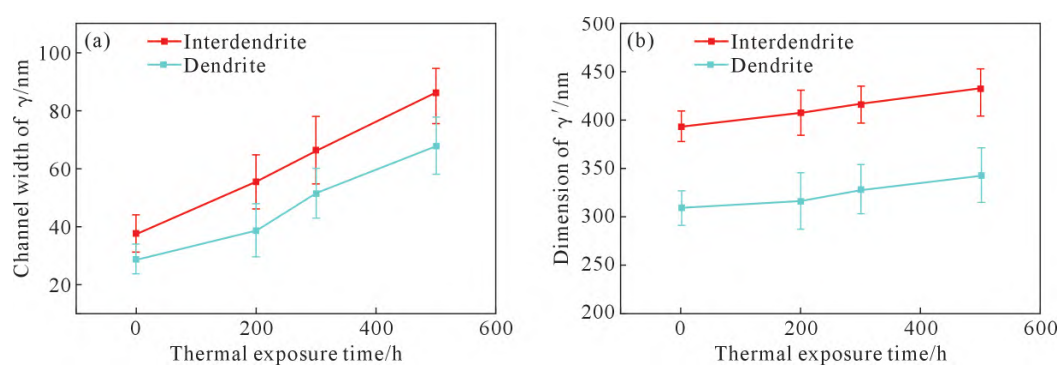


图4 DD10 单晶合金 700 °C 热暴露过程中枝晶干和枝晶间 γ 基体通道宽度和 γ' 相尺寸:(a) γ 基体;(b) γ' 相

Fig.4 Width of the γ matrix channel and average size of the γ' phase in the dendrite core and interdendritic region of the DD10 single-crystal superalloy during thermal exposure at 700 °C: (a) γ matrix; (b) γ' phase

现,相比于 700 °C,热暴露 γ' 相已经出现筏化,不再保持立方状;随着热暴露过程的进行, γ' 相出现了粗化、连结和非定向筏化现象。在热暴露至 200 h 后, γ 相和枝晶干处 γ' 相的厚度分别为 334.2 和 603.7 nm, γ' 相失去规则的立方状形貌,开始在某些区域出现连结甚至筏化现象,与完全热处理态相比, γ' 相尺寸和 γ 相基体通道宽度都有所增加。之后随着热暴露的进行,筏化组织进一步完善,在热暴

露至 500 h 后, γ 相和枝晶干处 γ' 相的厚度达到 548.5 和 822.7 nm,此时 γ/γ' 两相完全丧失规则的结构特征,筏化程度进一步提高。在 1 100 °C 热暴露过程中,枝晶间处还存在极少数立方结构的 γ' 相,而枝晶干的 γ' 相已经全部变为不规则形态。

2.2.2 γ/γ' 两相错配度

镍基单晶高温合金中 γ/γ' 两相错配度可以体现两相的共格状态和稳定程度,对合金的微观结构

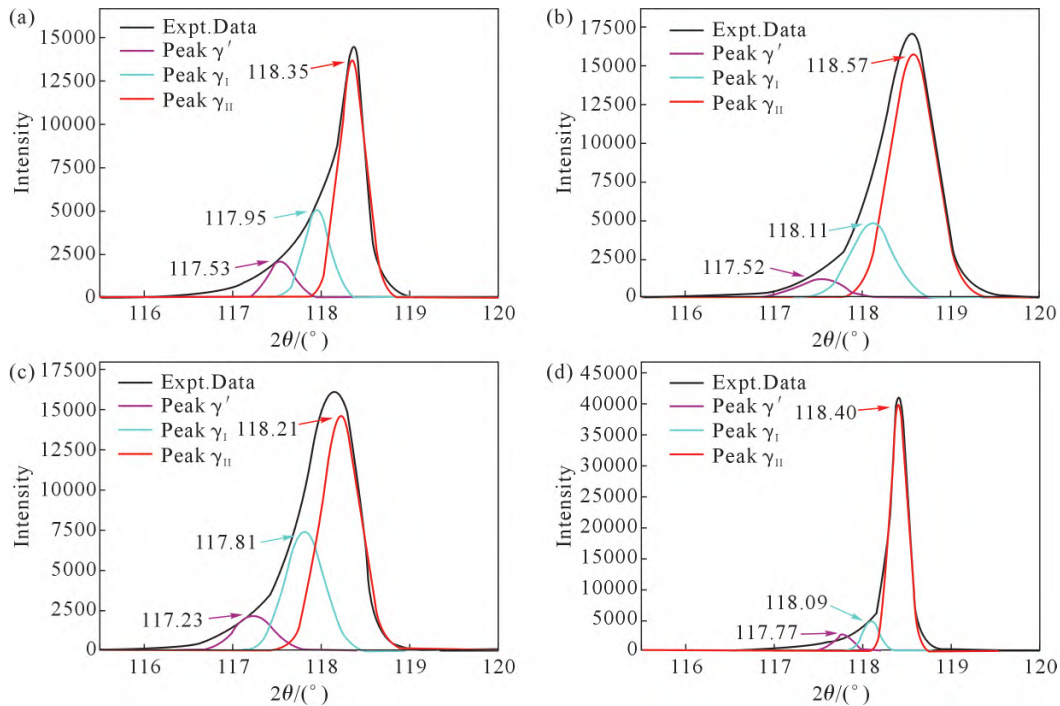


图 5 DD10 单晶合金 700 °C 热暴露不同时间后测定的 XRD 扫描图:(a) 热处理态;(b) 200 h;(c) 300 h;(d) 500 h
Fig.5 XRD scans of the DD10 single-crystal superalloy after thermal exposure at 700 °C: (a) heat-treated; (b) 200 h; (c) 300 h; (d) 500 h

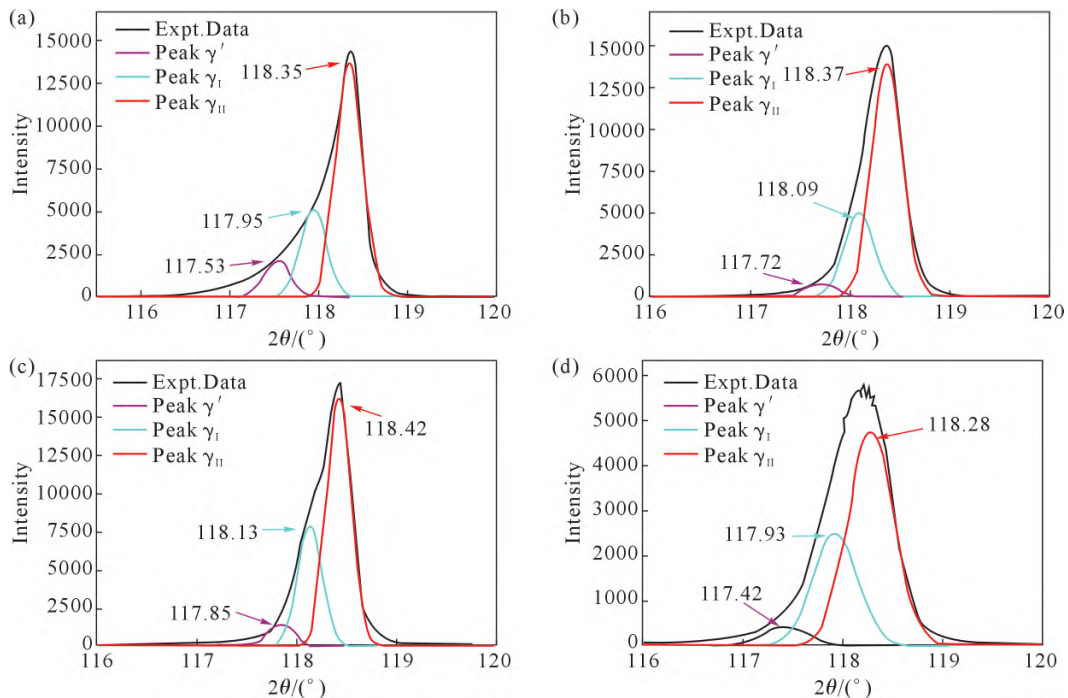


图 6 DD10 单晶合金 1 100 °C 热暴露不同时间后测定的 XRD 扫描图:(a) 热处理态;(b) 200 h;(c) 300 h;(d) 500 h
Fig.6 XRD scans of the single-crystal superalloy after thermal exposure at 1 100 °C: (a) heat-treated; (b) 200 h; (c) 300 h; (d) 500 h

和高温力学性能有重要影响^[23]。图 5 和 6 为合金在 700 和 1 100 °C 热暴露不同时间后测定的 XRD 扫描图。采用三峰模型对衍射峰进行反卷积积分峰处理, 得到 γ 相及 γ' 两相的单向峰^[24], 其中强度较高的拟合峰对应于 γ' 相的衍射峰, 而强度较低的拟合峰对应于 γ 相的衍射峰。这主要源于一方面, γ 相的体积分数远低于 γ' 相; 另一方面, γ' 相是有序相, 而 γ 相是无序相, 因此 γ' 相的衍射强度高于 γ 相^[25], 最后依据式(1)和(2)计算得到的晶格常数和晶格错配度如图 7 所示。根据固态相变理论^[26], 析出相的形貌由弹性应变能和界面能共同控制, 界面能主要取决于粒子的表面积, 而应变能则由析出相粒子的形状、体积和错配度决定。当合金的错配度较大时, 析出相的形貌主要和弹性应变能有关, 由于晶体存在各向异性, 在 $\langle 001 \rangle$ 方向的弹性模量最低, 所以 γ' 相粒子倾向于沿着各个 $\langle 001 \rangle$ 方向生成应变能较小的立方状粒子, 合金的错配度越大, γ' 相的立方度越高。

由图 7a 可以看出, 随着热暴露过程的进行, γ 相和 γ' 相晶格常数的变化规律相同, 且 γ' 相晶格常数始终小于 γ 相, 这说明合金的错配度在热暴露过程中始终保持负值。图 7b₁ 为计算所得 700 °C 热暴露过程中的错配度, 可以看出合金在热暴露 200 h 后错配度的绝对值达到最大, 之后随着热暴露时间的延长, 错配度的绝对值不断减小。对 700 °C 热暴露不同时间后枝晶干处 γ' 相的形貌参数 η 统计后发现热暴露 200 h 后 η 值为 0.69 略高于热处理态时的 0.64, 但在

热暴露 300 h 后 η 值为 0.63, 热暴露 500 h 后 η 值为 0.61。对比热暴露不同时间后 γ' 相的错配度和 η 值的变化规律可以发现, 错配度绝对值增大的同时 γ' 相立方度也会有所提高, 也就说明在 700 °C 热暴露 200 h 后立方度最佳。

随着热暴露温度从 700 °C 升高至 1 100 °C, 高温下元素的定向扩散使得元素分配达到更稳定的平衡状态, 张家晨^[27]在研究抗热腐蚀单晶高温合金时发现, Ta 元素会推动 Al 和 Ti 从 γ 基体向 γ' 相定向分配, 而 Cr、Co、Mo 和 Re 向 γ 基体分配, 与此同时 Re 元素呈现出了相反的作用, 这避免了单一相因元素的偏聚导致晶格常数异常偏离, 从而导致两相晶格常数差值减小。从图 7b 可以看出, 热暴露时间相同时, 温度更高, 合金的错配度绝对值更小。在 1 100 °C 热暴露 200 h 后, 合金错配度的绝对值减小。随着热暴露时间的延长, 错配度的绝对值小幅度升高, 在热暴露 500 h 后错配度的绝对值再次增大至 0.221 1, 分析认为随热暴露时间的增加, 界面处形成位错网, 使得错配应力部分得到释放, 两相界面呈现半共格状态, 进而导致界面处的晶格常数差值变大。

在热暴露过程中, 当 γ' 相体积分数和 γ/γ' 两相错配度都很小时, 界面能的降低是 γ' 相筏化的主导因素, 晶格错配引起的弹性应变能可以忽略不计^[28]; 而当 γ' 体积分数和 γ/γ' 两相错配度都较大时, 晶格错配引起的弹性应变能是 γ' 相筏化的主导因素, 界面能的降低可以忽略不计。本实验合金 γ' 相体积分

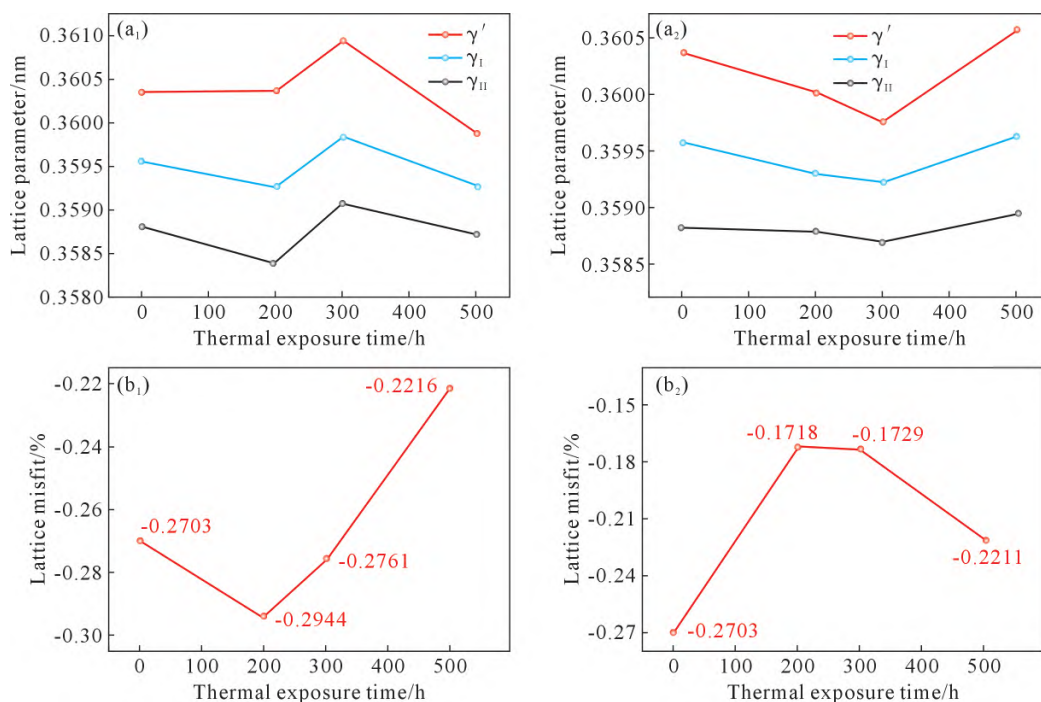


图 7 DD10 单晶合金 γ/γ' 两相的晶格常数和错配度在不同热暴露温度下随时间的变化曲线: (a, b) 700 °C; (a₂, b₂) 1 100 °C
Fig.7 Curves of the lattice parameters and misfits of the γ/γ' phases in the DD10 single-crystal superalloy versus time at different thermal exposure temperatures: (a₁, b₁) 700 °C; (a₂, b₂) 1 100 °C

数和晶格错配度明显较高,因此 γ' 相筏化的驱动力来自于弹性应变能的减小。结合 Liu 等观点^[29],在热激活的作用下,部分位错将沉积在 γ/γ' 相界面上,相应基体通道中的弹性应变能通过应变松弛得到释放。这些错配位错还可以为元素提供扩散通道,促进元素在高温下的扩散,引起 γ' 形成元素 Al、Ta 和 γ 相形成元素 Co、Cr、Mo 在两通道中产生化学势差,这些元素的定向扩散导致 γ' 相沿平行于该界面的方向定向粗化,当它们相互连接时就会形成筏化结构。因此,热暴露期间 γ' 相筏化的驱动力仍然是弹性应变能的减少,但驱动力明显低于蠕变期间的驱动力,这也解释了 γ' 相在热暴露期间的筏化需要较长时间的原因。在本次实验中,Re、W 等难熔元素在凝固过程中偏聚到枝晶干,由于其极低的扩散率,这种偏析在热处理后仍然存在,并且沿二次臂方向的浓度梯度最高,而 Re、W 等难熔元素可以使晶格错配更负,因此平行于二次枝晶臂方向的应变能优先被释放,并沿着该方向形成筏化结构。对于枝晶间区域,由于 Re、W 等难熔元素沿 3 个 $\langle 100 \rangle$ 方向的浓度梯度差异并不大,因此形成非定向筏化结构。

2.2.3 TCP 相的析出

合金中含有 Re、W 等难熔元素强烈偏析于枝晶干,容易在枝晶干处产生富集。在高温条件下,当 γ 基体中难熔元素的含量超过其固溶极限时,就会析出有害 TCP 相。值得注意的是,合金在 700 °C 热暴露过程中并未发现 TCP 相的析出,这是由于 700 °C 属于中低温区间,原子热运动动能低,Re、W 等难熔元素在 γ 相基体中的扩散系数低^[7],难以克服扩散阻力从 γ 相中脱离并发生区域性聚集,无法达到 TCP 相形核所需的临界浓度。而随着温度升高至 1 100 °C,此时温度接近 DD10 合金的高温服役临界温度,原子热运动剧烈,扩散速率大幅提升,枝晶干中原本偏聚的难熔元素进一步迁移并富集,为 TCP 相形核与生长提供了充足的成分基础。

图 8 为实验合金在 1 100 °C 条件下热暴露不同

时间后析出的 TCP 相,可以观察到在热暴露 200 h 后,合金的中出现了针状和棒状析出相面积分数约为 0.73%,从(001)平面观察,它们大致在两个相互垂直的 $\langle 110 \rangle$ 方向上对齐,且不均匀分布。随着热暴露时间的延长,TCP 相的含量在逐渐增加。热暴露时间达到 300 h 时,析出面积分数为 1.94%的 TCP 相,其形貌多为块状。500 h 热暴露后,TCP 相的析出面积增加至 3.71%,同时也呈现出不同的形态。

对析出的 TCP 相进行鉴定,结果如图 9 所示,实验合金在 1 100 °C 热暴露过程中析出了 μ 相。由图 8 可以看出,在 TCP 相的周围存在一层 γ' 相,这是因为 μ 相的析出会消耗 γ 相基体中的 Cr、Co、Mo 等固溶强化元素,从而发生以下转变: $\gamma \rightarrow \gamma' + \mu$ ^[30]。表 2 为 1 100 °C 条件下热暴露 500 h 后合金中 TCP 相的 EDS 成分分析结果,可以看出其富含 W、Re、Cr、Mo 等难熔元素。由于枝晶干难熔元素偏析严重,因此在该部位最先析出 TCP 相,之后随着热暴露时间的延长,TCP 相尺寸不断增大,最终发展到枝晶间。

表 2 1 100 °C/500 h 热暴露后 DD10 单晶合金中 TCP 相的化学成分

Tab.2 Composition of the TCP phase after heat treatment at 1 100 °C/500 h

(mass fraction/%)			
Al	Ta	Cr	Co
0.20±0.07	0.95±0.24	5.80±0.76	12.52±0.89
Mo	Ni	Re	W
3.53±0.75	9.71±0.68	40.3±2.36	21.9±2.31

3 结论

(1)700 °C 热暴露过程中,枝晶干和枝晶间 γ/γ' 两相组织的演化规律基本一致。随着热暴露时间的延长, γ' 相尺寸和 γ 相基体通道宽度不断增加, γ' 相体积分数不断降低,500 h 热暴露后两者的体积分数分别降低为 64.45%和 62.26%。其中热暴露 200 h 后合金的错配度为 -0.294 4,此时 γ' 相立方度达到最高。 γ' 相体积分数的减小降低了合金中温服役过程

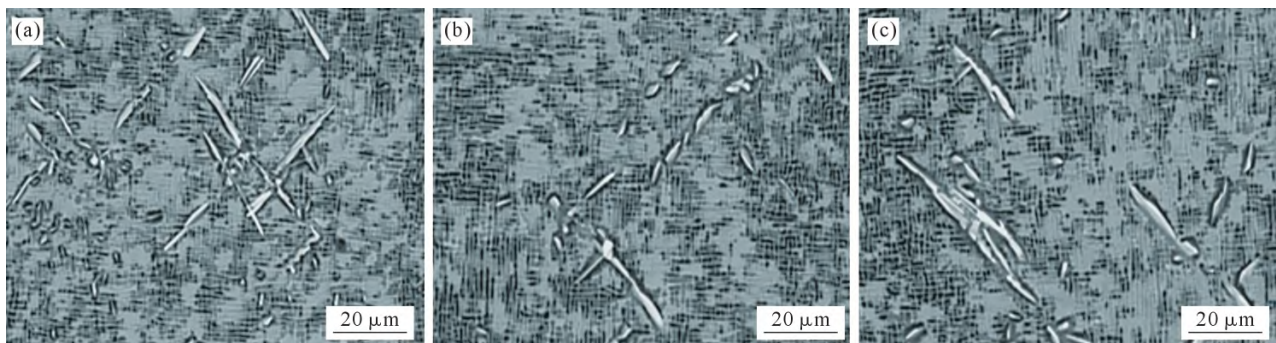


图 8 DD10 单晶合金 1 100 °C 热暴露不同时间后析出的 TCP 相:(a) 200 h; (b) 300 h; (c) 500 h

Fig.8 TCP phase precipitated in the DD10 single-crystal superalloy after thermal exposure at 1 100 °C: (a) 200 h; (b) 300 h; (c) 500 h

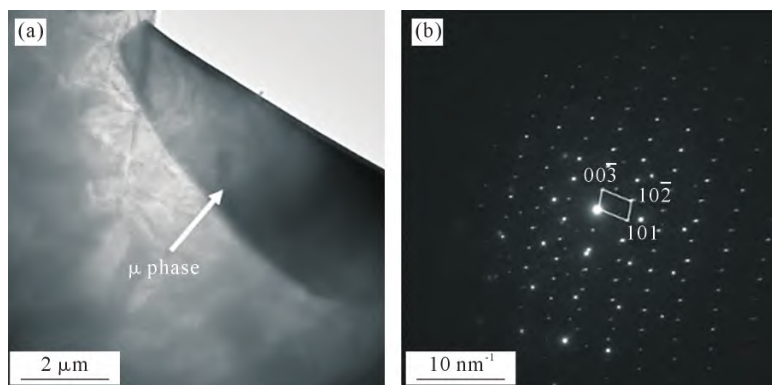


图9 DD10 单晶合金热暴露 500 h 后析出的 μ 相:(a) TEM 明场像;(b) 选区电子衍射花样

Fig.9 μ phase precipitated in the DD10 single-crystal superalloy after 500 h of thermal exposure: (a) TEM bright field image; (b) SAED pattern

中的沉淀强化效果。

(2) 1 100 °C 热暴露过程中, 由于枝晶干和枝晶间的元素扩散更快, 两者间微观组织的差异愈加不明显。在热暴露 200 h 后 γ' 相出现了粗化、连结和筏化。随着热暴露时间的延长, 弹性应变能的减小促进筏化的进行, 进一步提高了筏化程度, 完整的 γ' 筏化组织可以阻碍通道内位错的攀移行为, 可以显著提高合金高温蠕变稳态阶段寿命。

(3) 700 °C 整个热暴露过程中没有观察到 TCP 相析出, 1 100 °C 热暴露过程中析出的 TCP 相呈现不均匀分布。经鉴定合金中析出的 TCP 相为 μ 相, 该相富含 Re 和 W 元素。随着热暴露时间的延长, μ 相的含量不断增加, 同时呈现出 3 种形貌: 针状、棒状、块状。这种脆性相可能会成为裂纹萌生和扩展的主要源头, 极大损害了合金的高温性能。

参考文献:

- [1] 郭建亭. 高温合金材料学(下册): 高温合金材料与工程应用[M]. 北京: 科学出版社, 2010.
GUO J T. High-temperature alloy materials science (Volume 2): Materials science and engineering for superalloys[M]. Beijing: Science Press, 2010.
- [2] 陈晶阳, 吴文津, 李青, 张明军, 汤鑫, 曹腊梅, 肖程波. LMC 法定向凝固抽拉速率对 DD488 单晶高温合金组织和持久性能的影响[J]. 金属热处理, 2018, 43(6): 111-116.
CHEN J Y, WU W J, LI Q, ZHANG M J, TANG X, CAO L M, XIAO C B. Effect of withdrawal rate of LMC process on microstructure and stress-rupture property of DD488 single crystal superalloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2018, 43(6): 111-116.
- [3] 刘林. 高温合金精密铸造技术研究进展[J]. 铸造, 2012, 61(11): 1273-1285.
LIU L. The progress of investment casting of nickel-based superalloys[J]. Foundry, 2012, 61(11): 1273-1285.
- [4] 张健, 王莉, 王栋, 谢光, 卢玉章, 申健, 楼琅洪. 镍基单晶高温合金的研发进展[J]. 金属学报, 2019, 55(9): 1077-1094.
ZHANG J, WANG L, WANG D, XIE G, LU Y Z, SHEN J, LOU L H. Recent progress in research and development of nickel-based

single crystal superalloys[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2019, 55(9): 1077-1094.

- [5] 谷怀鹏, 曹腊梅, 薛明, 周志军. 持久应力对 DD10 单晶高温合金 1 100 °C 组织稳定性的影响[J]. 航空材料学报, 2014, 34(2): 1-5.
GU H P, CAO L M, XUE M, ZHOU Z J. Effect of stress rupture on microstructural stability of DD10 single crystal superalloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2014, 34(2): 1-5.
- [6] 曾强, 陈旭辉, 吴保平, 燕平, 于晓华. 950 °C 长期热暴露对 DD476 镍基单晶高温合金组织的影响[J]. 钢铁研究学报, 2023, 35(5): 626-633.
ZENG Q, CHEN X H, WU B P, YAN P, YU X H. Effect of long term thermal exposures at 950 °C on microstructure of DD476 single crystal Ni-based superalloy[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2023, 35(5): 626-633.
- [7] 黄太文, 卢晶, 许瑶, 王栋, 张家晨, 张军, 刘林. Re 和 Ta 对抗热腐蚀单晶高温合金 900 °C 长期时效组织稳定性的影响[J]. 金属学报, 2019, 55(11): 1427-1436.
HUANG T W, LU J, XU Y, WANG D, ZHANG J C, ZHANG J, LIU L. Effects of rhenium and tantalum on microstructural stability of hot-corrosion resistant single crystal superalloys aged at 900 °C[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2019, 55(11): 1427-1436.
- [8] 温涛, 李金国, 刘丽荣, 陈立佳, 金涛. 长期时效对一种镍基单晶高温合金组织演化及持久性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2012, 41(2): 230-234.
WEN T, LI J G, LIU L R, CHEN L J, JIN T. Effect of long-term aging on microstructure evolution and stress rupture properties of Ni-based single crystal superalloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2012, 41(2): 230-234.
- [9] 崔仁杰, 黄朝晖, 张毅鹏, 秦健朝. 980 °C 长期时效对 DD5 镍基单晶高温合金组织与性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2016, 37(6): 38-42.
CUI R J, HUANG Z H, ZHANG Y P, QIN J C. Effect of 980 °C long-term aging on microstructure and properties of DD5 single crystal Ni-based superalloys[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2016, 37(6): 38-42.
- [10] ZHANG Y P, SONG J X, LI G, WANG D G, GUAN X G, WANG Q J. Microstructures evolution of a second generation single crystal superalloy after long term aging at 980 °C [A]. International conference on frontier materials 2023 (ICFM 2023)[C]. Qingdao:

- Advanced Materials Alliance of CAST Member Societies, AMAC, 2023. 012023.
- [11] CHEN S P, JIA X Y, ZONG C. Effect of overtemperature exposure on the microstructure and mechanical properties of a DD5 single crystal superalloy[J]. Scientific Reports, 2025, 15(1): 30664.
- [12] ZHENG Z, LIU L Y, LI Y, WANG X, LIU C K, ZHAO Z H, TANG H, TAO C H, ZHANG Z. Effect of overheating on the microstructure of DD5 superalloy[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2025, 39: 9861-9871.
- [13] WU X X, MAKINENI S K, LIEBSCHER C H, DEHM G, MIANDROODI J R, SHANTHRAJ P, SVENDSEN B, BÜRGER D, EGGELER G, RAABE D, GAULT B. Unveiling the Re effect in Ni-based single crystal superalloys[J]. Nature Communications, 2020, 11: 389.
- [14] MOTTURA A, WARNKEN N, MILLER M K, FINNIS M W, REED R C. Atom probe tomography analysis of the distribution of rhenium in nickel alloys[J]. Acta Materialia, 2010, 58(3): 931-942.
- [15] LONG H B, ZHAO Y S, ZHAO J B, YUAN X Y, FAN H, LUO Y S, LI W, AN Z B, MAO S C, LIU G, HAN X D. Superb creep lives of Ni-based single crystal superalloy through size effects and strengthening heterostructure γ/γ' interfaces[J]. National Science Open, 2024, 3(4): 20230042.
- [16] ZHU C W, ZHANG Z P, LIU J D, JIN C M, WANG J J, ZHANG W Y, WANG X G, ZHOU Y Z, LI J G. Microstructure evolution and mechanical properties of a novel low-cost second-generation Ni-based single crystal superalloy after long-term thermal exposure[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2025, 38(11): 2035-2046.
- [17] 甄兴敏, 赵杰, 曹铁山. 第三代镍基单晶高温合金 DD10 长期时效后的微观组织演化[J]. 材料工程, 2025, 53(4): 125-133.
- ZHEN X M, ZHAO J, CAO T S. Microstructural evolution of third generation nickel-based single crystal superalloy DD10 after long-term aging[J]. Journal of Materials Engineering, 2025, 53(4): 125-133.
- [18] HECKL A, NEUMEIER S, GÖKEN M, SINGER R F. The effect of Re and Ru on γ/γ' microstructure, γ -solid solution strengthening and creep strength in nickel-base superalloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(9): 3435-3444.
- [19] MACSLEYNE J P, SIMMONS J P, DE GRAEF M. On the use of 2-D moment invariants for the automated classification of particle shapes[J]. Acta Materialia, 2008, 56(3): 427-437.
- [20] DIOLOGENT F, CARON P, D'ALMEIDA T, JACQUES A, BASTIE P. The γ/γ' mismatch in Ni based superalloys: In situ measurements during a creep test[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 2003, 200: 346-351.
- [21] 刘刚, 刘林, 张胜霞, 杨初斌, 张军, 傅恒志. Re 和 Ru 对镍基单晶高温合金组织偏析的影响[J]. 金属学报, 2012, 48(7): 845-852.
- LIU G, LIU L, ZHANG S X, YANG C B, ZHANG J, FU H Z. Effects of Re and Ru on microstructural and segregation of Ni-based single-crystal superalloys[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2012, 48(7): 845-852.
- [22] 刘刚, 刘林, 赵新宝, 张卫国, 金涛, 张军, 傅恒志. 一种镍基单晶高温合金的高温梯度定向凝固组织及枝晶偏析[J]. 金属学报, 2010, 46(1): 77-83.
- LIU G, LIU L, ZHAO X B, ZHANG W G, JIN T, ZHANG J, FU H Z. Microstructure and microsegregation in a Ni-based single crystal superalloy directionally solidified under high thermal gradient[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2010, 46(1): 77-83.
- [23] 王明罡. 元素 Re 对单晶镍基合金 TCP 相形态及蠕变行为的影响[D]. 沈阳: 沈阳工业大学, 2010.
- WANG M G. Influences of Re on TCP phase morphology and creep behavior of single crystal nickel-based superalloys[D]. Shenyang: Shenyang University of Technology, 2010.
- [24] 鲁凡. 燃机用镍基单晶高温合金长时蠕变行为与 Re 的作用机理[D]. 北京: 北京科技大学, 2023.
- LU F. Long-term creep behaviors and Re effect of Ni-based single crystal superalloys for industrial gas turbines[D]. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2023.
- [25] DUAN H D, LI G, CHEN X Y, AI C, KANG J, RU Y, ZHANG H, PEI Y L, LI S S, GONG S K, XU H B. Effect of Ru addition on γ/γ' partitioning behavior of alloying elements, γ/γ' lattice misfit and 1 200 °C creep properties of Ni-based single-crystal superalloy[J]. Intermetallics, 2025, 187: 108987.
- [26] 祖国庆. Ti 对含 Re 镍基单晶高温合金组织及性能的影响[D]. 沈阳: 沈阳工业大学, 2012.
- ZU G Q. The effect of Ti on microstructure and mechanical property in Re-containing single crystal superalloys[D]. Shenyang: Shenyang University of Technology, 2012.
- [27] 张家晨. 铼和钽对抗热腐蚀单晶高温合金组织稳定性的影响[D]. 西安: 西北工业大学, 2021.
- ZHANG J C. Effects of rhenium and tantalum on microstructural stability of hot corrosion resistant single crystal superalloys[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2021.
- [28] GES A M, FORNARO O, PALACIO H A. Coarsening behavior of a Ni-base superalloy under different heat treatment conditions[J]. Materials Science and Engineering: A, 2007, 458(1-2): 96-100.
- [29] LIU J L, JIN T, YU J J, SUN X F, GUAN H R, HU Z Q. Effect of thermal exposure on stress rupture properties of a Re bearing Ni base single crystal superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527(4-5): 890-897.
- [30] PESSAH M, CARON P, KHAN T. Effect of mu phase on the mechanical properties of a nickel-base single crystal superalloy[J]. ONERA Technical Paper, 1992(1992-153): 567-576.

(责任编辑: 宫文婧)