

# 热等静压对 DD419 单晶高温合金组织与持久性能的影响

李寒松<sup>1</sup>, 孙士江<sup>2</sup>, 刁爱民<sup>3</sup>, 孙晶霞<sup>4</sup>, 杨树林<sup>2</sup>, 刘金来<sup>3</sup>, 刘纪德<sup>4</sup>, 孟杰<sup>4</sup>, 王新广<sup>4</sup>, 李金国<sup>4</sup>

(1. 中国航发商用航空发动机有限责任公司, 上海 200241; 2. 沈阳黎明航空发动机有限责任公司, 辽宁沈阳 110043; 3. 海军工程大学 舰船与海洋学院, 湖北武汉 430033; 4. 中国科学院金属研究所, 师昌绪先进材料创新中心, 辽宁沈阳 110016)

**摘要:** 在3种条件下对第二代单晶高温合金DD419进行了热等静压(HIP)处理, 利用X射线三维成像技术(XRT)对处理后的样品进行表征, 研究了热等静压对合金持久性能的影响。结果表明: 热等静压处理能够显著降低孔洞的直径和数量。对于热等静压处理充分的样品, 其孔隙率极低, 持久寿命相较于热等静压之前提高了59%。对于热等静压处理不充分的样品, 尽管孔隙率较小, 但它们的持久寿命相较于热等静压之前并没有显著提升。由此说明, 铸造和热处理过程中产生的孔洞对单晶高温合金的持久寿命有着重要影响, 恰当的热等静压工艺对合金的持久性能有着改善的作用。

**关键词:** 热等静压; 单晶高温合金; 孔洞; 力学性能

单晶高温合金具有优异的综合力学性能, 被广泛应用于航空发动机和燃气轮机。随着单晶高温合金的发展, 合金中引入了较多的难熔元素, 同时铸件的结构也越来越复杂, 导致合金在应用过程中不可避免地产生各种微观缺陷。其中, 微观孔洞的出现对合金的高温力学性能产生着重要影响<sup>[1-4]</sup>。铸造单晶高温合金中的微观孔洞主要包括三种: 凝固孔洞(S孔), 固溶孔洞(H孔)和变形孔洞(D孔)<sup>[5-7]</sup>。S孔因液体凝固后期无法补缩而形成于共晶附近<sup>[8]</sup>。H孔形成于铸件的热处理过程中, 对于含有较高组分的难熔元素的单晶高温合金来说, 用高温热处理以尽可能消除枝晶偏析是必须的工艺步骤, 在这个过程中由于元素的非平衡扩散而在枝晶间产生孔洞<sup>[5]</sup>。D孔是高温蠕变过程中新产生的微小孔洞, 随着蠕变时间和温度的增加孔隙率增大<sup>[5]</sup>。其中, S孔数量较多, 尺寸较大, 形状不规则, 破坏了基体的连续性, 在加载过程中极易造成应力集中<sup>[9]</sup>; H孔圆度好, 在高温下可能成为蠕变和疲劳失效的裂纹源从而降低合金的服役寿命。D孔尺寸较小, 它们的形成通常与析出相的形成有关。

热等静压技术首次在美国应用并公开, 它在一个容器内同时对铸件施加高温和高压(惰性气体), 可以使固体内部的孔隙发生塌陷和扩散结合, 能显著减少单晶合金中的显微孔洞, 增加铸件的致密性。因此, 热等静压对合金的力学性能产生着积极的作用<sup>[10]</sup>。目前用热等静压技术提高铸件的使用可靠性已成为航空发动机生产过程中的必要工序<sup>[11]</sup>。本文利用X射线形貌仪(XRT)分析了不同参数热等静压处理前后DD419合金中孔洞的变化情况以及对持久性能的影响。

## 1 试样制备与方法

试验所用材料为DD419合金, 属于第二代镍基单晶高温合金, 具体成分如表1。所用试棒均为[001]取向, 由螺旋选晶法在定向凝固炉中制备。DD419合金的标准热处理制度为两次固溶加两次时效: 1 290 °C/3 h+1 300 °C/6 h, 空冷; 1 140 °C/6 h, 空

### 作者简介:

李寒松(1984-), 男, 硕士, 工程师, 主要研究方向为单晶高温合金的设计和制备。E-mail: 18521730249@163.com

### 通讯作者:

李金国, 男, 教授, 博士生导师。E-mail: jgli@imr.ac.cn

中图分类号: TG132.3<sup>+</sup>2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2021)

05-0554-06

### 收稿日期:

2021-01-14 收到初稿,

2021-03-23 收到修订稿。

冷; 870 °C/16 h, 空冷。本文中采用固溶处理温度进行热等静压。准备4根取向良好的单晶棒, 分别按表2的热等静压和热处理工艺进行处理。处理后的试样每根分别加工成标准的持久试样和XRT试样。持久试样的长为66 mm, XRT试样是直径为1.5 mm的圆柱。由于单晶高温合金中的孔洞体积小, 体积分数低, 用传统的金相法和SEM分析孔径分布和形状制备难度大, 统计结果耗时, 因此采用分辨率为2 μm、工作电压为120 kV的Versa XRM-500的X射线形貌仪(XRT)可以从三维角度观察不同样品的孔洞及其分布。分析区域的体积约为0.5 mm<sup>3</sup>。持久断裂后的组织观察所用的腐蚀剂为硫酸铜溶液: 20 mL HCl+5 g CuSO<sub>4</sub>+25 mL H<sub>2</sub>O, 所用仪器为: JSM-7100F扫描电镜(SEM)。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 热等静压对显微组织的影响

以往的研究中报道过DD419合金在不完全热处理条件下(1 300 °C/3 h)样品内部微观孔洞的分布情况, 如图1<sup>[12]</sup>所示。可见固溶处理之后的样品中分布着大量的微观孔洞, 体积分数约为0.116%。其中尺寸较大、形状不规则的为S孔, 它们的平均尺寸约为15 μm, 其余的为H孔, 尺寸小于15 μm, 它们集中分布在枝晶

表1 DD419单晶合金的成分

Table 1 Normal chemical compositions of single crystal superalloy DD419

Co	Al+Ta+Ti	Cr	W+Mo	Re	Hf	Ni
9	13	6.5	6.5	3	0.1	余量

间区域<sup>[12]</sup>。而经过热等静压之后的样品中微观孔洞的数量大大减少, 在二维测量结果中(图2), 只有样品2中可见一个独立的S孔, 其余两个样品中的孔隙率为零。然而, 由图3的三维测量结果发现, 只有样品4中没有看见孔洞, 在样品2和样品3中均观察到了孔洞的存在, 大部分孔洞的尺寸大于10 μm。图4给出了样品1和样品2中孔洞尺寸的统计图, 可以看出热等静压使孔洞的数量减少了两个数量级, 对4 μm以下小孔的消除作用尤其显著, 大孔尺寸有所减小但占比增加。除此之外, 由表2和图3可以确定DD419合金在1 290 °C/2 h+1 300 °C/2 h的不充分固溶条件下不会导致H孔的产生。

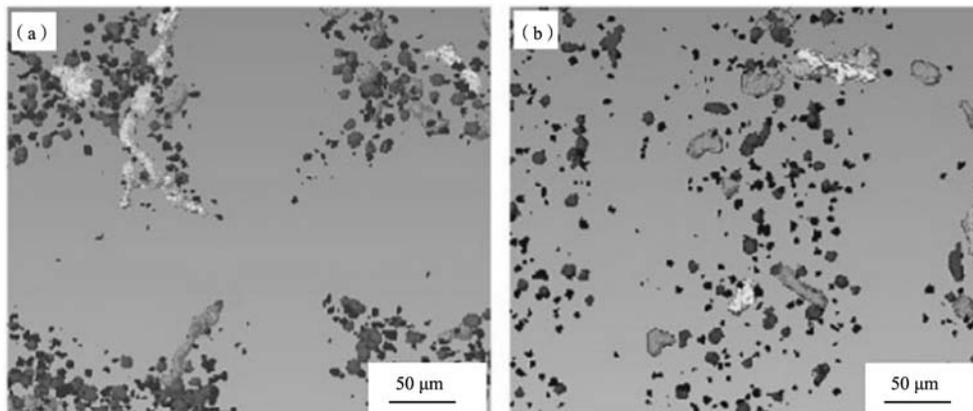
### 2.2 热等静压对持久性能的影响

四个样品在1 050 °C和190 MPa下的持久寿命及伸长率如图5所示。如图可知, 热等静压之前的样品1与热等静压之后的样品2和样品3的寿命相差不大, 分别是87.52、86.87和93.42 h。然而样品4的寿命为139.33 h, 比

表2 DD419合金的热等静压工艺和热处理制度

Table 2 HIP and heat treatment processes applied to DD419 single crystal superalloy (AC: air cooling)

样品	热等静压工艺制度	固溶	时效
1		1 290 °C/3 h+1300 °C/6 h, AC	
2	1 290 °C/3 h, 压力150 MPa ± 10 MPa, 炉冷至300 °C以下出炉	1 300 °C/6 h, AC	
3	1 290 °C/1 h, 压力150 MPa ± 10 MPa; 升温到1 300 °C, 保温1 h, 压力150 MPa ± 10 MPa, 炉冷至300 °C以下出炉	1 290 °C/2 h+1300 °C/5 h, AC	1 140 °C/6 h, AC; 870 °C/16 h, AC
4	1 290 °C/1 h, 压力150 MPa ± 10 MPa; 升温到1 300 °C, 保温4 h, 压力150 MPa ± 10 MPa, 炉冷至300 °C以下出炉	1 290 °C/2 h+1300 °C/2 h, AC	



(a) 垂直于一次枝晶臂的(001)平面上的投影 (b) 平行于一次枝晶臂的(100)平面上的投影

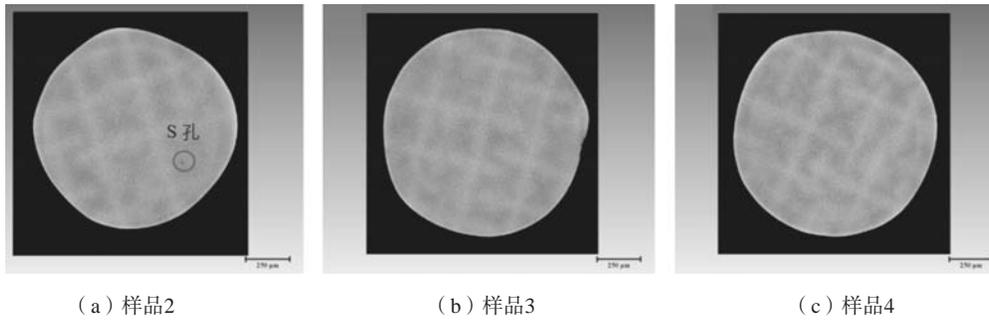
图1 1 300 °C/3 h固溶处理后DD419合金中的微观孔洞形貌及分布

Fig. 1 Morphologies and distribution of micropores of DD419 single crystal superalloy after incomplete homogenization

样品1的寿命提高了59%。由此说明,合理的热等静压处理可以显著提高合金持久寿命。除此之外,值得注意的是尽管样品1与样品2和样品3的寿命相差不大,但伸长率相差较大。推测这是由于较高的孔隙率加速了位错的滑移所导致。因为孔隙率较大的样品,在同样

的加载条件下有效承载面积减小,单位面积所受的力将增大,那么位错的滑移也增加显著,导致样品的伸长率相对较高。

持久断裂之后样品纵截面的低倍扫描组织如图6所示。图6a可以看出样品1的断口附近分布着大量的二次



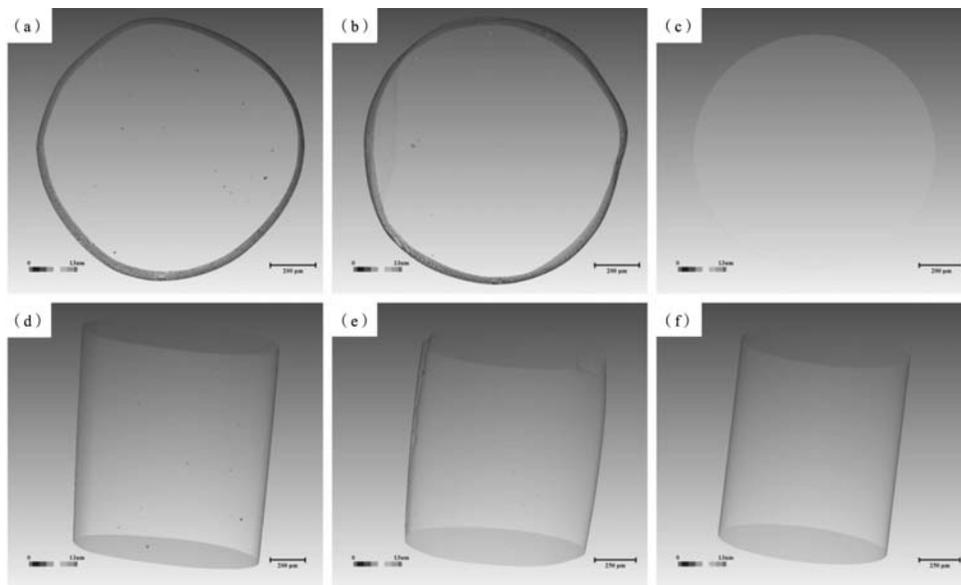
(a) 样品2

(b) 样品3

(c) 样品4

图2 不同热等静压样品横截面的孔洞分布情况(直径1.5 mm)

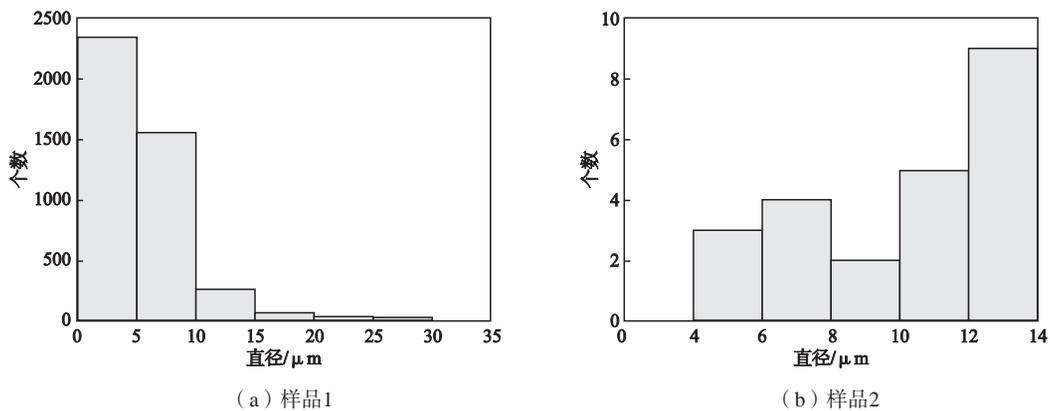
Fig. 2 Distribution of micropores at cross sections of different samples after HIP



(a)、(d) 样品2; (b)、(e) 样品3; (c)、(f) 样品4

图3 不同热等静压工艺处理后DD419合金中的微观孔洞形貌与分布

Fig. 3 Morphologies and distribution of micropores of different samples after HIP



(a) 样品1

(b) 样品2

图4 热等静压前后的样品中孔洞尺寸的统计图

Fig. 4 Histogram of micropores size before and after HIP

微小裂纹，其中尺寸相对较长的裂纹主要分布在枝晶间区域。而图6b-d是经过热等静压后的样品，其低倍组织表明样品中二次微小裂纹的数量较未经热等静压样品内的裂纹数量显著降低。结合上述结果（图3、图4）中观察到的孔洞分布的位置特点，可以推断样品1中裂纹主要是由S孔导致的，而样品4中的裂纹主要是由D孔导致的。如前所述，D型孔通常是在高温持久蠕变过程中，伴随着样品宏观变形和微观组织演化过程而形成的微小孔洞，这些孔洞可能由于位错的攀移而导致的空位聚集形成，也可能是由于大量位错局部受阻堆积而形成<sup>[5]</sup>。大多数情况下，高温蠕变变形过程中产生的D型孔洞通常以析出相界面作为形核择优位置，通过空位的不断汇集或者变形程度的不断增加而长大<sup>[13]</sup>。

DD419合金在变形过程中析出了少量短棒状和块状的TCP相，大多数D孔就出现在它们的周围，如图7所示。通过对比观察发现热等静压前后的样品中TCP相的形貌和数量变化不明显，但热等静压前后的样品中D孔的形貌有所不同。热等静压之后的样品中观察到D孔尺寸比热等静压之前小，形状也由之前的多面体向不规则形状转变。据报道，这种与TCP相相关的D孔对合金的持久寿命有着很大的影响，但TCP相的形成主要源于合金元素的凝固偏析程度和后续热处理过程对这种铸造偏析行为的降低效果，因此本文所用四种样品中TCP相的形貌并未出现明显差别；热等静压处理过程可以一定程度上抑制D型孔洞的产生和长大<sup>[11, 14]</sup>。

持久断裂后不同状态样品纵截面的 $\gamma/\gamma'$ 筏形组织如图8所示，可见所有样品内部 $\gamma'$ 相均已形成规则、完

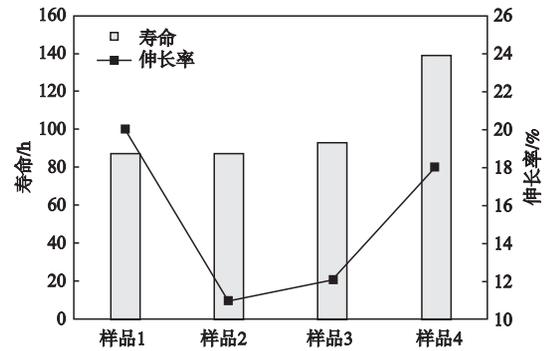
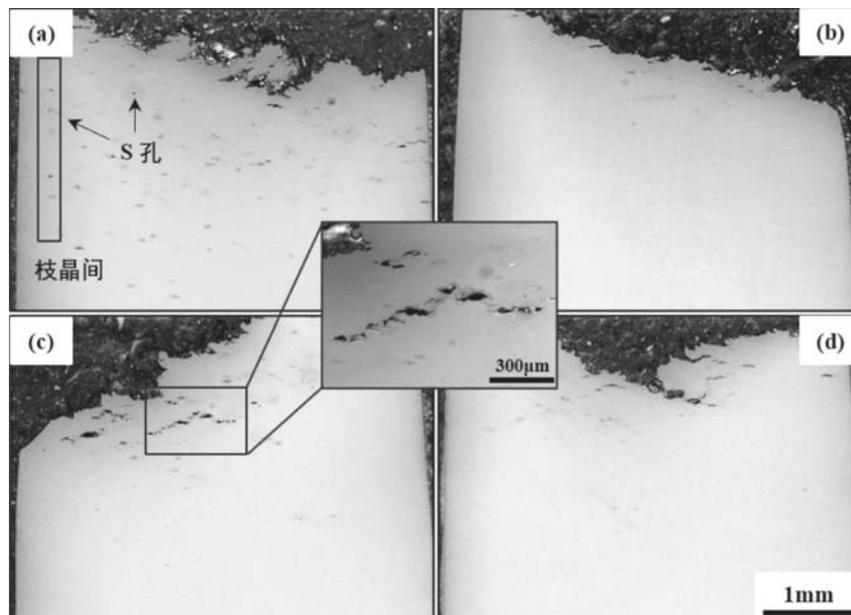


图5 不同热等静压工艺处理后DD419合金的持久性能  
Fig. 5 Stress rupture properties of DD419 single crystal superalloy samples before and after HIP

整的筏状组织。由文献[15]可知，热等静压前后 $\gamma'$ 的形态尺寸差别不大；同时，经过热等静压处理和后续的固溶处理后，四个样品总体加热的温度和时间是相同的，故他们热处理态的初始组织相差不大，因此样品纵截面的筏形状态差别主要取决于持久蠕变变形时间。 $\gamma'$ 相形筏过程是合金元素定向固态扩散行为而导致的，因此，随着持久寿命的增加，筏化行为特征愈加明显。持久寿命较高的样品内部形成了较为规则且粗化的筏形结构（图8d），而持久寿命相对较低的样品内部筏形状态较不规则。

综上所述，热等静压处理可以显著降低单晶高温合金的孔隙率，铸造孔洞和固溶孔洞对合金的持久寿命有着不利影响，只有将S孔和H孔完全消除后持久寿命才会得到明显改善。若样品内部存在少量未消除的



(a) 样品1; (b) 样品2; (c) 样品3; (d) 样品4

图6 持久样品断口附近孔洞的分布情况

Fig. 6 SEM images showing the distribution of porosity near to fracture surface

S孔和H孔，这些孔在变形过程中通过吸收空位进一步长大（空位来自垂直于加载轴的 $\gamma/\gamma'$ 两相界面上的位错攀移<sup>[5, 13]</sup>），当孔洞达到一定尺寸后就会诱发裂纹的萌生。然而，随后的裂纹扩展过程缓慢，对样品断裂和变形过程具有较大影响。未热等静压处理的样品中（图6a），枝晶间区域的孔洞周围萌生了许多与应力轴方向垂直的裂纹，但是这些裂纹相互独立，尺寸较

小，不超过100  $\mu\text{m}$ 。热等静压处理之后，尽管裂纹数量大幅度减少，但是部分裂纹尺寸较大，它们之间相互连接发展成更具危害的裂纹（图6c）。然而，若经过热等静压处理之后的合金中既不存在S孔也不存在H孔时，则变形过程中产生的D孔成为了主要的裂纹源。D孔的形成需要在变形时聚集空位，它们尺寸较小，对持久寿命的危害也较小。

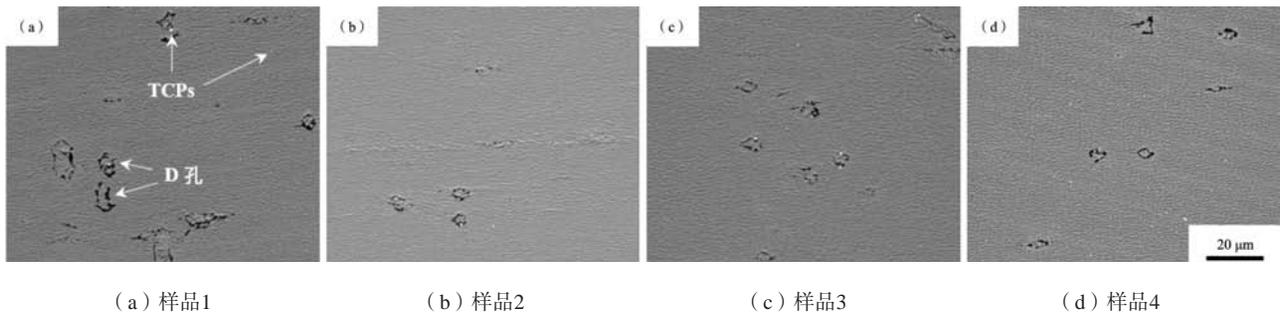
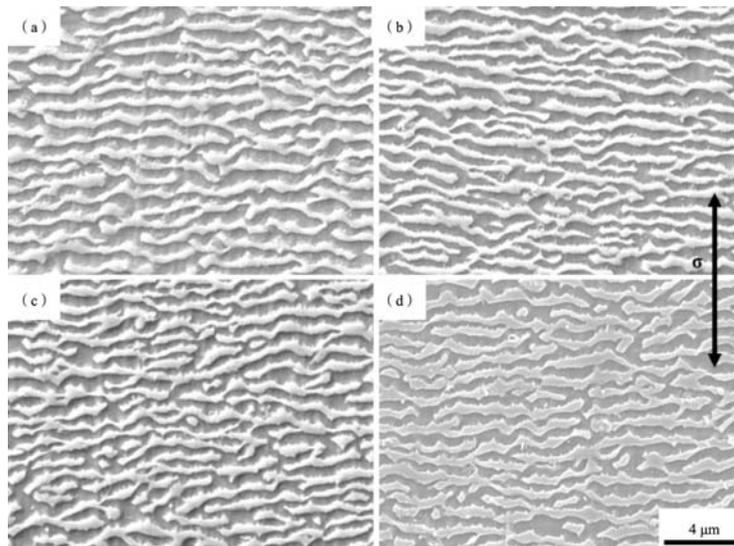


图7 持久变形过程中产生的TCP相与孔洞  
Fig. 7 TCP phase and pores in DD419 alloy samples after stress rupture testing



(a) 样品1; (b) 样品2; (c) 样品3; (d) 样品4

图8 持久断裂后样品纵截面 $\gamma/\gamma'$ 两相组织

Fig. 8 SEM images showing the morphology of  $\gamma/\gamma'$  microstructure after stress rupture testing

### 3 结论

(1) 热等静压处理可以显著降低DD419合金的孔隙率。最佳的热等静压工艺为：温度1 290  $^{\circ}\text{C}$ 保温1 h，压力150 MPa  $\pm$  10 MPa；升温到1 300  $^{\circ}\text{C}$ ，保温4 h，压力150 MPa  $\pm$  10 MPa，炉冷至300  $^{\circ}\text{C}$ 以下出炉。经过该工艺处理后的样品孔隙率极低。

(2) 未经和经过热等静压处理的DD419合金在高温持久变形后均析出了块状的TCP相；热等静压处理影响了变形孔洞（D孔）的形状。

(3) 铸造孔洞（S型孔）和固溶孔洞（H型孔）对合金的持久寿命有着不利影响，采用恰当的热等静压工艺将其去除后持久寿命有了明显改善。

## 参考文献:

- [1] GELL M, DUHL D N, GIAMEI A F. The development of single crystal superalloy turbine blades [C] //Superalloys. 1980.
- [2] KHAN T, CARON P, DURET C. The development and characterization of a high performance experimental single crystal superalloy [C] //Superalloys, 1984.
- [3] EPISHIN A I, BOKSTEIN B S, SVETLOV I L, et al. A vacancy model of pore annihilation during hot isostatic pressing of single crystals of nickel-base superalloys [J]. Inorganic Materials: Applied Research, 2018, 9 ( 1 ) : 57-65.
- [4] 赵新宝, 刘林, 杨初斌, 等. 镍基单晶高温合金凝固缺陷研究进展 [J]. 材料工程, 2012 ( 1 ) : 93-98.
- [5] LINK T S, ZABLER, EPISHIN A, et al. Synchrotron tomography of porosity in single-crystal nickel-base superalloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 425: 47-54.
- [6] LI X, WANG L, DONG J, et al. Evolution of micro-pores in a single-crystal nickel-based superalloy during solution heat treatment [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2017, 48: 2682-2686.
- [7] CARON P, RAMUSAT C. Optimization of the homogenization and hot isostatic pressing heat treatments of a fourth generation single crystal superalloy [C] //Euro Superalloys, 2014.
- [8] LECOMTE J. Study of microporosity formation in nickel-base superalloys [J]. Metallurgical Transactions A, 1988, 19: 2341-2348.
- [9] 于军伟, 康茂东, 刘雅辉, 等. 镍基单晶高温合金微观孔洞缺陷研究进展 [J]. 铸造技术, 2018, 39: 2615-2619.
- [10] ATKINSON H V, DAVIES S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, 31 ( 12 ) : 2981-3000.
- [11] 史振学, 刘世忠, 熊继春, 等. 热等静压对单晶高温合金组织和持久性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2015, 44: 2300-2304.
- [12] LIU J L, MENG J, YU J J, et al. Influence of solidification conditions and alloying elements Re and Ti on micropores formed during homogenization of Ni base single crystal superalloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 746: 428-434.
- [13] REED R C, COX D C, RAE C M F. Damage accumulation during creep deformation of a single crystal superalloy at 1 150°C [J]. Materials Science and Engineering A, 2007, 448 ( 1-2 ) : 88-96.
- [14] 曹腊梅, 刘丽君, 陈晶阳, 等. 热等静压温度对第三代单晶高温合金DD10组织的影响 [J]. 材料工程, 2013 ( 6 ) : 1-4.
- [15] 郭会明, 赵云松, 郑帅, 等. 热等静压对第二代单晶高温合金DD6显微组织和力学性能的影响 [J]. 材料工程, 2016, 44 ( 10 ) : 60-67.

---

## Effect of Hot-Isostatic Pressing on Microstructures and Stress-Rupture Properties of DD419 Single Crystal Superalloy

LI Han-song<sup>1</sup>, SUN Shi-jiang<sup>2</sup>, DIAO Ai-min<sup>3</sup>, SUN Jing-xia<sup>4</sup>, YANG Shu-lin<sup>2</sup>, LIU Jin-lai<sup>4</sup>, LIU Ji-de<sup>4</sup>, MENG Jie<sup>4</sup>, WANG Xin-guang<sup>4</sup>, LI Jin-guo<sup>4</sup>

(1. AECC Commercial Aircraft Engine Cooperation Ltd., Shanghai 200241, China; 2. Shenyang Liming Aeroengine Cooperation Ltd., Shenyang 110043, Liaoning, China; 3. College of Naval Architecture & Ocean Engineering, Naval University of Engineering, Wuhan 430033, Hubei, China; 4. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang110016, Liaoning, China)

### Abstract:

In this work, the second-generation single crystal superalloy DD419 was treated by hot isostatic pressing (HIP) under three conditions. The samples were characterized by X-ray three-dimensional tomography (XRT), and the effect of HIP on the stress rupture properties of the alloy was studied. The results show that HIP can significantly reduce the diameter and number of pores. For samples with sufficient HIP, the porosity is extremely small and the lifetime is 59% higher than that before HIP. For samples with insufficient HIP, although the porosity is small, their lifetime does not increase significantly compared with that before HIP. It shows that the pores produced in the process of casting and heat treatment have an important effect on the stress rupture life of the single crystal superalloy, and proper HIP process can improve the stress rupture properties of the alloy.

### Key words:

hot isostatic pressing; single crystal superalloy; porosity; mechanical properties