

引文格式: 李亚微, 韦富龙, 谢光, 等. 变形温度和固溶处理制度对一种单晶高温合金再结晶行为的影响[J]. 航空制造技术, 2026, 69(10): 25010025.

LI Yawei, WEI Fulong, XIE Guang, et al. Effect of deformation temperature and solution heat treatment on recrystallization behavior of a single crystal superalloy[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2026, 69(10): 25010025.

变形温度和固溶处理制度对一种单晶高温合金再结晶行为的影响

李亚微¹, 韦富龙², 谢光¹, 张健¹

(1. 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016;

2. 宝武铝业科技有限公司, 三门峡 472199)

[摘要] 对第一代单晶高温合金 DD413 进行变形量为 4%, 温度为 25~1230 °C 的热压缩试验, 同时选择 25 °C 变形样品进行不同制度的固溶处理, 利用体视显微镜、电子背散射衍射 (EBSD) 和扫描电镜 (SEM) 研究了变形温度和固溶处理制度对再结晶行为的影响。结果表明: 合金在 25~1150 °C 变形时均发生再结晶, 其面积分数在 62%~74% 之间, 诱发再结晶的局部晶粒参考取向差 (GROD) 临界值小于 1°; 在 1200 °C 和 1230 °C 变形时, 合金不发生再结晶, 其 GROD 临界值 (约为 5°) 远高于较低温度条件, 且几何必须位错 (GND) 密度较低; 合金在 1230 °C 下固溶处理后未出现再结晶, 随温度升高至 1250 °C, 再结晶面积分数逐渐增大。不同固溶处理制度下的再结晶行为差异与 γ' 相和 γ/γ' 共晶是否溶解密切相关。

关键词: 单晶高温合金; 热压缩; 再结晶; 晶粒参考取向差 (GROD); 固溶处理

中图分类号: V25

文献标志码: A

DOI: 10.16080/j.issn1671-833x.25010025



李亚微

助理研究员, 博士, 研究方向为单晶高温合金高温性能。

单晶高温合金由于不存在晶界, 具有优异的高温力学性能和高温组织稳定性, 常作为先进航空发动机涡轮叶片的首选材料^[1]。单晶叶片在制造和加工过程中不可避免地会引入应变^[1-2], 形成局部高位错密度^[2], 在后续热处理时部分位错消失, 残留位错重新排布^[3], 进而产生再结晶缺陷, 其严重危害服役性能^[4-5]。因此, 单晶高温合金的再结晶行为受到广泛关注。

为模拟单晶叶片在清除模壳/型芯及搬运加工等过程引入的应变, 以往学者们多采用压痕^[6-8]、吹砂^[6,9]和喷丸^[10-11]等方式在单晶高温合金中

引入室温预变形, 并在热处理后开展再结晶机理研究。例如, Wang 等^[8]在室温压痕及热处理后发现单晶合金枝晶间的再结晶倾向较高, 并指出粗大 γ' 相可能是再结晶形核基底。事实上, 在定向凝固的冷却阶段, 合金与型壳和型芯热收缩不匹配引入的塑性变形也是诱发单晶叶片再结晶的主要原因之一^[2-3,12]。此类应变可能在不同的温度范围内引入。Li 等^[13]对单晶合金进行 1200 °C 的预压缩变形, 在准原位热处理过程中观察到了再结晶的形核与长大。然而, 关于变形温度如何影响单晶高温合金再结晶行为的研究鲜有报道^[14]。

收稿日期: 2025-03-05; 退修日期: 2025-05-26; 录用日期: 2025-08-14

基金项目: 国家重点研发计划 (2021YFA1600603); 国家科技重大专项 (J2019-VI-0010-0124); 国家自然科学基金 (52271042, U2241283); 中国科学院依托重大科技基础设施的建制化科研项目 (JZHKYPT-2021-01)

通信作者: 谢光, 研究员, 博士, 主要从事高温合金组织性能研究。

张健, 研究员, 博士, 主要从事高温合金研发。

此外,预变形单晶试样的再结晶通常发生在退火^[6,8,13]、固溶^[11,15]、固溶+时效^[7]等热处理过程中,但热处理制度对再结晶行为的影响很少考虑^[13]。由于单晶叶片需在固溶+时效热处理后使用,因此有必要进一步研究热处理制度特别是固溶处理制度对单晶高温合金再结晶行为的影响。

综上,本文以一种第一代镍基单晶高温合金 DD413 为试验对象,研究了不同热压缩变形温度(25~1230℃)及不同固溶处理制度对合金再结晶行为的影响。相关结果可为单晶高温合金再结晶缺陷控制提供理论指导。

1 试验及方法

试验所用合金为第一代镍基单晶高温合金 DD413,其名义成分如表 1 所示。采用螺旋选晶法,在中国科学院金属研究所中型快速凝固(HRS)设备中定向凝固[001]取向的单晶试棒。经电子背散射衍射(EBSD)技术测定试棒取向后,选取偏离[001]取向 10° 以内的试棒,采用电火花线切割方法加工若干铸态圆柱试样($\phi 6\text{ mm} \times 10\text{ mm}$)。利用美国 DSI 公司的 Gleeble 3800 型热模拟试验机对圆柱试样沿[001]方向压缩预变形(真空环境下),变形速率为 $5 \times 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ 。为确保试样不发生熔化,所选变形温度为室温(25℃)、650℃、850℃、1070℃、1150℃、1200℃和1230℃,每种温度条件变形前均保温1 min,所有试样变形量尽量控制在4%左右。

为研究变形温度对再结晶行为的影响,将不同温度变形后的圆柱试样按图 1 所示沿径向切出(110)纵截面,一半样品用于 EBSD 表征,另一半样品进行标准热处理(1250℃/4 h/空冷(AC)+1080℃/4 h/AC)后用于形貌观察;为研究固溶处理制度对再结晶行为的影响,按表 2 对变形温度为 25℃的铸态圆柱试样进

表 1 DD413 合金名义成分(质量分数)

Table 1 Normal compositions of DD413 alloy (mass fraction)

Cr	Co	W	Mo	Al	Ta	Ti	C	Ni
12.0	9.0	4.0	2.0	3.4	5.0	4.0	0.05	余量

行不同固溶处理,随后观察(110)纵截面形貌。以上所有热处理均在真空条件下进行。

采用德国 Zeiss 公司的 Stemi 508 体视显微镜观察截面宏观形貌,借助美国 FEI 公司的 Inspect F50 场发射扫描电子显微镜(FESEM)分析微观组织特征,利用 EBSD 表征局部晶粒参考取向差(GROD)和几何必须位错(GND)密度,相关数据在 Channel HKL 5 软件上处理获得。

2 结果与讨论

2.1 铸态组织

DD413 合金的铸态组织如图 2 所示,其主要由 γ 基体相和 γ' 析出相

组成。枝晶间 γ' 相较粗大且呈不规则形状分布,如图 2(a)所示,而枝晶干 γ' 相较细小,呈近似立方状,如图 2(b)所示。此外,枝晶间还分布有较多 γ/γ' 共晶组织和 MC 碳化物,如图 2(c)所示。需要指出的是,铸态组织中几乎不存在亚晶界,其对后续再结晶行为的影响可忽略。

2.2 不同变形温度下的再结晶行为

图 3 所示为 DD413 合金在不同温度(25℃、650℃、850℃、1070℃、1150℃、1200℃、1230℃)条件

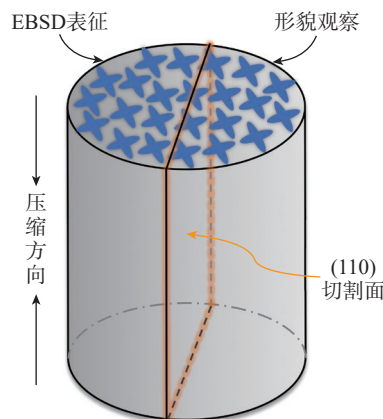
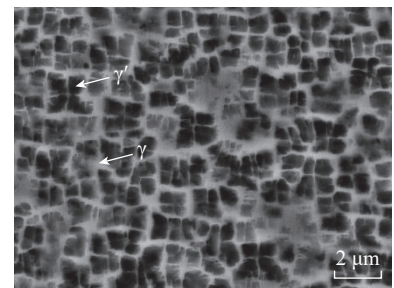


图 1 压缩样品组织表征取样示意图
Fig.1 Schematic of the microstructure characterization for the compressed sample

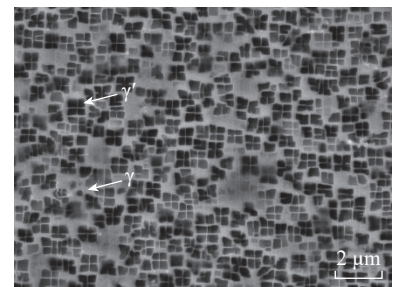
表 2 不同固溶处理制度

Table 2 Different solution heat treatment regimes

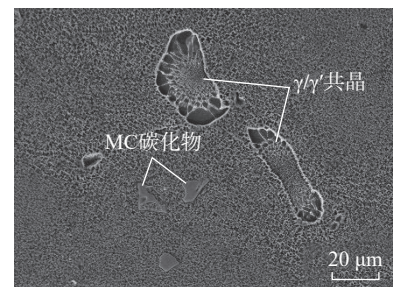
序号	固溶处理制度
1	1230℃/4 h/AC
2	1230℃ ^{4h} /1250℃/AC
3	1250℃/4 h/AC



(a) 枝晶间 γ' 和 γ



(b) 枝晶干 γ' 和 γ



(c) γ/γ' 共晶和MC碳化物

图 2 DD413 合金铸态组织
Fig.2 As-cast microstructure of DD413 alloy

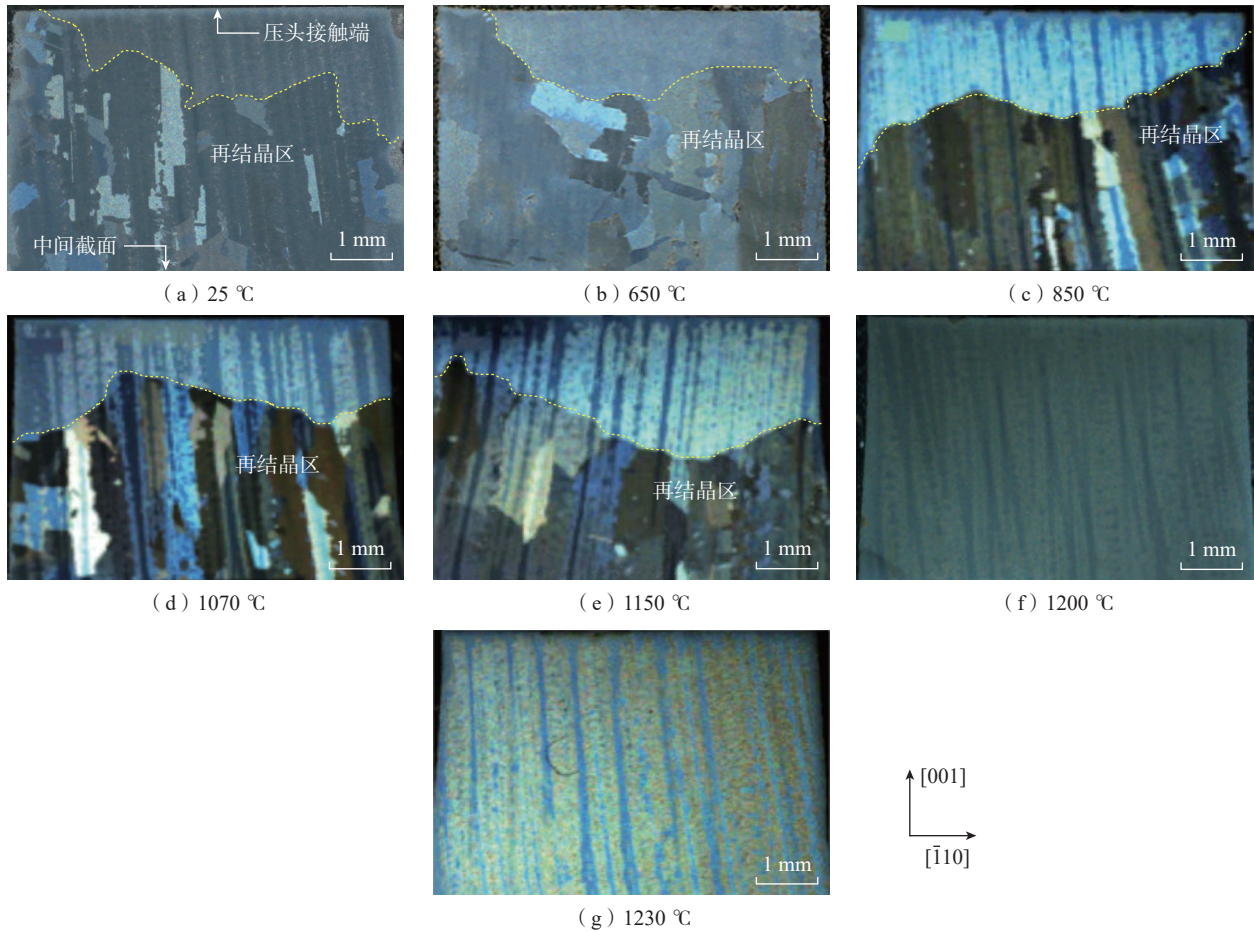


图3 不同变形温度下纵截面宏观形貌

Fig.3 Macroscopic morphology on the longitudinal section at different deformation temperatures

压缩变形,并经过标准热处理后观察到的(110)截面再结晶形貌。可见,当变形温度在25~1150 °C之间时,不同样品除了靠近压头接触端的区域外均出现明显的再结晶现象。当变形温度为1200 °C和1230 °C时,在整个截面区域均未观察到再结晶。图4给出了(110)截面再结晶面积分数与变形温度的关系。可以看出,在发生再结晶的温度范围内,其面积分数受温度影响不大,均在62%~74%之间。

为表征再结晶区的变形程度,对比了不同温度截面样品的局部GROD分布情况,如图5所示,这里未展示1200 °C温度条件结果。可见,不同变形温度条件下,各样品纵截面的GROD分布并不均匀。其中,中间截面附近取向差往往较大,而靠近压

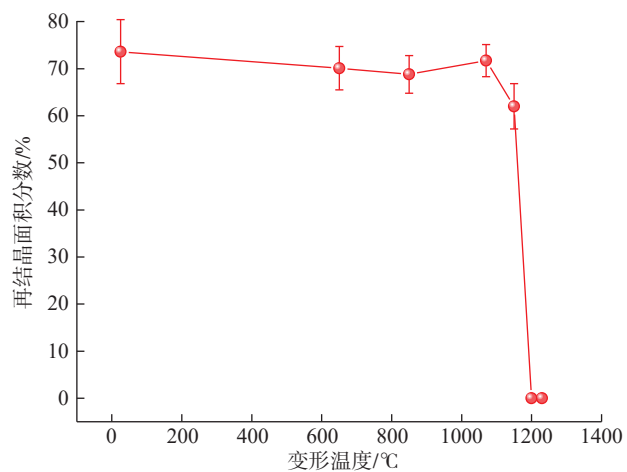


图4 合金纵截面再结晶面积分数与变形温度的关系

Fig.4 Relationship between recrystallization area fraction on the longitudinal section and deformation temperature

头接触端区域的取向差较小。这意味着,在压缩变形过程中,塑性变形集中在样品中间区域,这与He等^[16]报道的结果一致。特别是在850 °C

以上,中间区域两侧可见明显的滑移带迹线,且GROD值较大。通常认为单晶高温合金再结晶与取向差变化有关^[11,13],结合再结晶形貌和GROD

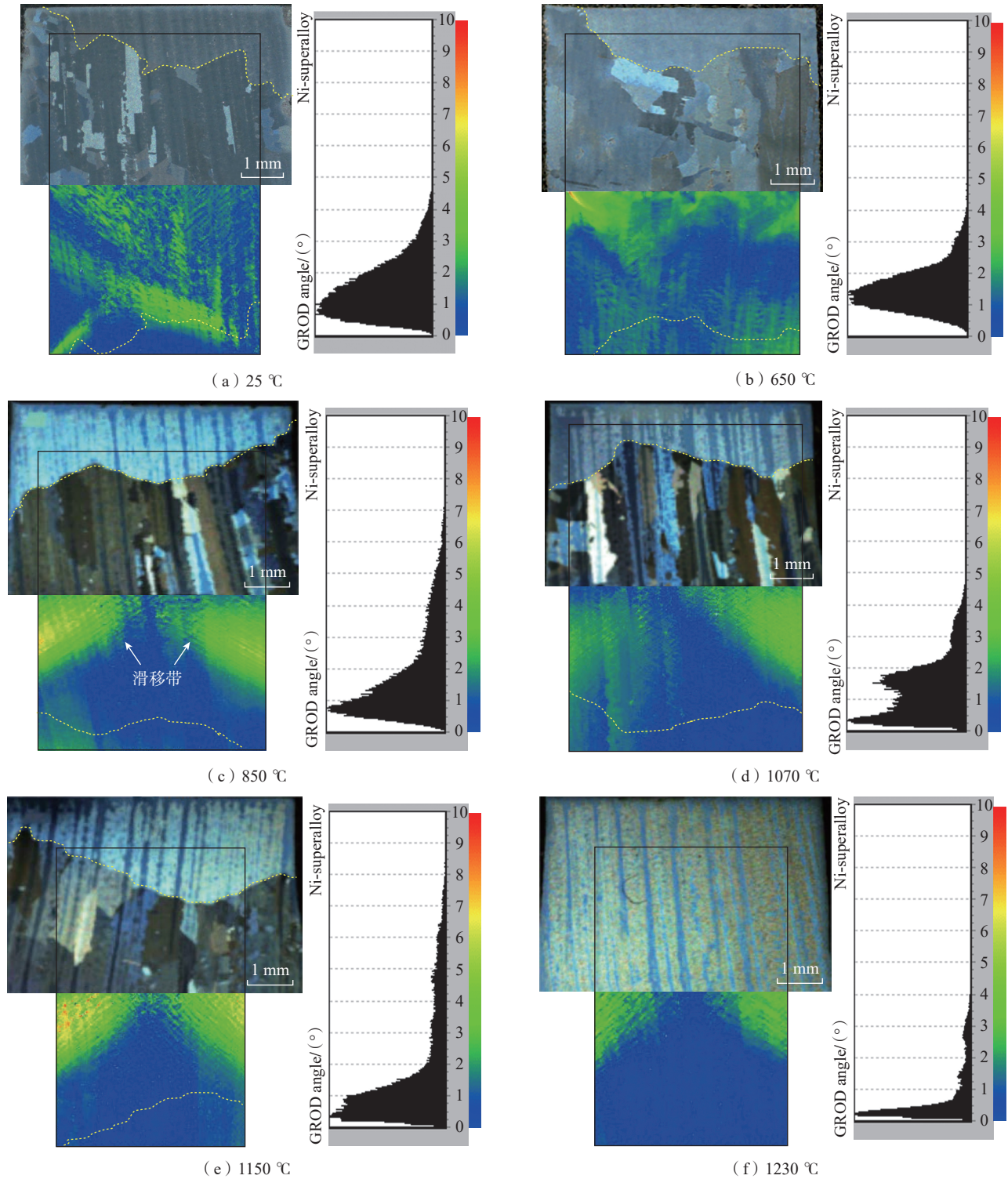


图5 不同变形温度下纵截面 GROD 图与再结晶形貌对比

Fig.5 Comparison of recrystallization and GROD on the longitudinal section at different deformation temperatures

不均匀分布特征可知,与再结晶相关的 GROD 存在临界值,该现象尚未见文献报道。

对再结晶区和未再结晶区分界线(黄色虚线)上的 GROD 数据取

平均值^[17],得到不同温度诱发再结晶的 GROD 临界值,在未发生再结晶的温度条件下取 GROD 最大值作为临界值,相关结果如图 6 所示。可以看出,当变形温度在 25~1150

°C 时, DD413 合金发生再结晶的 GROD 临界值差别不大,均小于 1°。Rui 等^[17]的研究结果也表明, GROD 值与塑性应变呈正相关。变形量相同时 (~4%), GROD 变化不大。而

当变形温度为 1200 °C 和 1230 °C 时, 诱发再结晶的 GROD 临界值远大于较低温度条件, 约为 5°, 也即是当合金变形量很大 (超过 4%) 时有可能发生再结晶。这从宏观层面解释了为何较高变形温度条件下不发生再结晶。从微观层面上分析, 当变形温度低于 1200 °C 时, GND 密度较高, 如图 7 所示, 即样品处于高能状态, 随后在固溶热处理时, 位错重新排布以降低系统能量^[3], 这部分能量储存在新形成的再结晶晶粒或晶界中。而在 1200 °C 及以上温度变形后, GND 密度明显低于较低温度条件, 如图 7 所示, 即合金本身处于较低能

量状态, 表明再结晶驱动力较低, 因而热处理后无再结晶发生。以上仅关注相同变形量、不同变形温度下的再结晶行为, 而诱发再结晶的临界变形量尚不清楚, 后续工作将探究变形量对再结晶行为有何影响。

2.3 不同固溶处理制度下的再结晶行为

图 8 为 25 °C 压缩变形样品在不同固溶处理制度下的纵截面宏观形貌。可见, 当样品在 1230 °C 固溶处理 4 h 后, 截面未出现再结晶, 枝晶边界十分清晰, 如图 8 (a) 所示。当固溶温度由 1230 °C 缓慢升至 1250 °C 后, 从样品截面观察到少量再结

晶, 枝晶边界仍较清晰, 如图 8 (b) 所示。值得注意的是, 再结晶纵向晶界几乎沿枝晶边界即共晶所在区域分布, 如图 8 (b) 内插图所示。而当样品直接在 1250 °C 固溶 4 h 后, 截面出现明显再结晶现象, 此时枝晶边界已模糊, 如图 8 (c) 所示。事实上, 经该温度固溶处理后, 枝晶间仍存在少量 γ/γ' 共晶, 且这些残余共晶周围普遍存在再结晶晶界, 如图 9 所示。以上结果表明, 除了压缩变形温度外, 合金是否发生再结晶也受固溶处理温度影响。

通常认为, 单晶合金中 γ' 相的溶解是再结晶形核的重要条件^[18-19]。固溶温度越高, 原子扩散越迅速, γ'

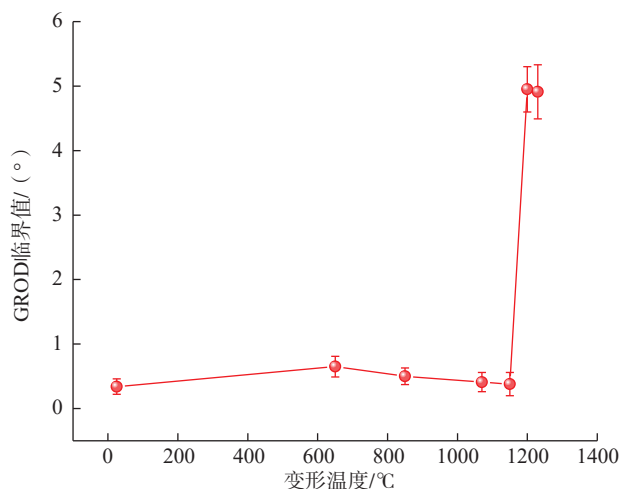


图 6 GROD 临界值与变形温度的关系

Fig.6 Relationship between the critical GROD value and deformation temperature

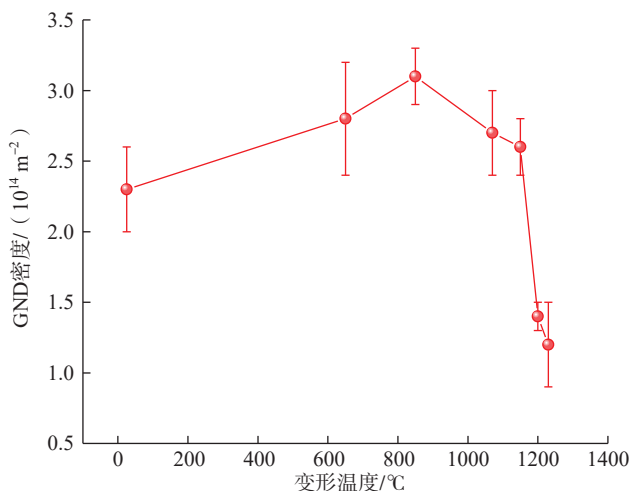
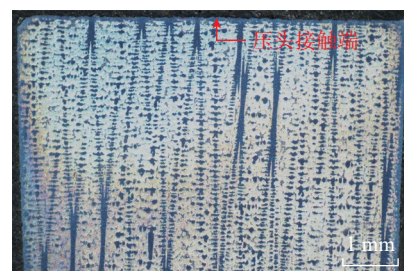
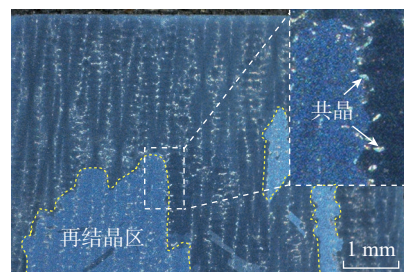


图 7 GND 密度与变形温度的关系

Fig.7 Relationship between GND density and deformation temperature



(a) 1230 °C/4 h/AC



(b) 1230 °C^{4h}→1250 °C/AC



(c) 1250 °C/4 h/AC

图 8 25 °C 变形样品在不同固溶处理制度下的截面宏观形貌

Fig.8 Macroscopic morphology of samples deformed at 25 °C after different solution heat treatments

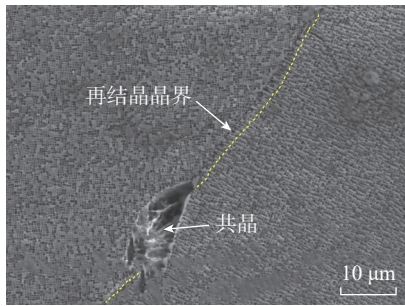


图9 25 °C变形样品在 1250 °C/4 h/AC 下的显微组织形貌

Fig.9 Microstructure morphology of samples deformed at 25 °C after 1250 °C/4 h/AC

相溶解越彻底,故再结晶发展迅速。对于 DD413 合金, γ' 相溶解温度约为 1235 °C。显然,固溶温度为 1250 °C 时, γ' 相已彻底溶解,因此再结晶行为为显著。从位错和能量角度分析, 25 °C 压缩变形后的 GND 密度较高(图 7),即样品处于高能状态,在较高温度热激活时,变形输入的能量可作为再结晶形核的驱动力。另外, Bond 等^[6]指出,固溶温度稍低于 γ' 溶解温度时可诱发胞状再结晶发生,但 DD413 合金在 1230 °C 下固溶后并未出现再结晶。这可能是由于变形量较低,不足以驱动再结晶形核。尽管从 1230 °C 缓慢升至 1250 °C, γ' 相早已充分溶解,仍有少量再结晶晶粒出现,这是因为再结晶的生长即晶界迁移过程可受到残余 γ/γ' 共晶的阻碍^[20],其也能解释为何再结晶纵向晶界多沿共晶所在区域分布,如图 8 (b) 所示。

3 结论

(1) 在 4% 压缩变形量下、温度为 25~1150 °C 时, DD413 合金内再结晶现象较为明显,再结晶面积分数受温度影响不大;当变形温度为 1200 °C 和 1230 °C 时,合金不发生再结晶。

(2) 变形温度为 25~1150 °C 时,诱发再结晶的 GROD 临界值和 GND 密度明显低于 1200 °C 和 1230 °C,其可解释为何较高变形温度条件下不发生再结晶。

(3) 对于室温压缩变形样品,经过 1230 °C/4 h/AC 固溶处理后未出现再结晶,1230 °C 与 1250 °C/AC 固溶处理后出现少量再结晶,1250 °C/4 h/AC 固溶处理后再结晶现象显著。不同固溶制度下的再结晶行为差异与 γ' 相和 γ/γ' 共晶是否溶解有关。

参考文献

[1] REED R C. The superalloys: Fundamentals and applications[M]. New York: Cambridge University Press, 2006.

[2] XIONG W, HUANG Z W, XIE G, et al. On the inducement of recrystallization in single-crystal superalloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2022, 53(5): 1585–1589.

[3] LI Y H, JIANG Z P, LI L F, et al. Dynamic recovery and recrystallization of an as-cast SX superalloy during hot deformation[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2025, 217: 296–310.

[4] MENG J, JIN T, SUN X F, et al. Effect of surface recrystallization on the creep rupture properties of a nickel-base single crystal superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527(23): 6119–6122.

[5] TAN Z H, WANG X G, LI Y M, et al. Comprehensive damage and deformation mechanisms during out-of-phase thermal mechanical fatigue of the fourth-generation single crystal superalloy[J]. International Journal of Fatigue, 2024, 178: 107990.

[6] BOND S D, MARTIN J W. Surface recrystallization in a single crystal nickel-based superalloy[J]. Journal of Materials Science, 1984, 19(12): 3867–3872.

[7] XIE G, WANG L, ZHANG J, et al. Orientational dependence of recrystallization in an Ni-base single-crystal superalloy[J]. Scripta Materialia, 2012, 66(6): 378–381.

[8] WANG Q, HU B, ZHAO H G, et al. Evolution of static recrystallization microstructure caused by residual strain of an Al-rich Ni-based single crystal superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2024, 894: 146188.

[9] LIU D L, CAI H Y, MU R D, et al. Effect of grit-blasting on the recrystallization behavior of DD6 single-crystal superalloy coated with NiCoCrAlYHf[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2024, 983: 173861.

[10] ZHANG B, LU X, LIU D L, et al. Influence of recrystallization on high-temperature

stress rupture property and fracture behavior of single crystal superalloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 551: 149–153.

[11] WANG L, XIE G, LOU L H. Effect of carbon content on the recrystallization of a single crystal nickel-based superalloy[J]. Materials Letters, 2013, 109: 154–157.

[12] PANWISAWAS C, MATHUR H, GEBELIN J C, et al. Prediction of recrystallization in investment cast single-crystal superalloys[J]. Acta Materialia, 2013, 61(1): 51–66.

[13] LI Y H, ZHOU H J, LI L F, et al. Recrystallization in a Ni-based single-crystal superalloy traced by quasi-in-situ EBSD[J]. Scripta Materialia, 2025, 255: 116369.

[14] LI Z L, FAN X Y, XU Q Y, et al. Influence of deformation temperature on recrystallization in a Ni-based single crystal superalloy[J]. Materials Letters, 2015, 160: 318–322.

[15] XU F Z, XIONG W, LIN Y C, et al. Effect of withdrawal rate on the microstructure and static recrystallization behavior of Ni-based single crystal superalloy[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 33: 8252–8264.

[16] HE G A, TAN L M, LIU F, et al. Unraveling the formation mechanism of abnormally large grains in an advanced polycrystalline nickel base superalloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 718: 405–413.

[17] RUI S S, SHANG Y B, FAN Y N, et al. EBSD analysis of creep deformation induced grain lattice distortion: A new method for creep damage evaluation of austenitic stainless steels[J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 733: 329–337.

[18] JO C Y, CHO H Y, KIM H M. Effect of recrystallisation on microstructural evolution and mechanical properties of single crystal nickel base superalloy CMSX-2 Part 1: Microstructural evolution during recrystallisation of single crystal[J]. Materials Science and Technology, 2003, 19(12): 1665–1670.

[19] 卫平, 李嘉荣, 钟振纲. 一种镍基单晶高温合金的表面再结晶研究[J]. 材料工程, 2001, 10: 5–8.

WEI Ping, LI Jiarong, ZHONG Zhengang. Study on the surface recrystallization of a Ni-based single crystal superalloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2001, 10: 5–8.

[20] PAUL U, SAHMP R, GOLDSCHMIDT D. Inhomogeneities in single-crystal components[J]. Materials Science and Engineering: A, 1993, 173(1–2): 49–54.

Effect of Deformation Temperature and Solution Heat Treatment on Recrystallization Behavior of a Single Crystal Superalloy

LI Yawei¹, WEI Fulong², XIE Guang¹, ZHANG Jian¹

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

2. Baowu Aluminum Technology Co., Ltd., Sanmenxia 472199, China)

[ABSTRACT] Hot compression tests with a deformation strain of 4% were conducted on a first generation single crystal superalloy DD413 at 25–1230 °C. Additionally, different solution heat treatments were applied to the samples deformed at 25 °C. The effects of deformation temperature and solution heat treatment on recrystallization behavior were investigated using stereomicroscopy, electron backscatter diffraction (EBSD), and scanning electron microscope (SEM). The results indicate that recrystallization occurs at 25–1150 °C. The recrystallized area fraction ranges from 62% to 74% and the critical grain reference orientation difference (GROD) values inducing recrystallization are all below 1°. At 1200 °C and 1230 °C, no recrystallization is observed, accompanied by significantly higher GROD critical values (approximately 5°) and lower geometrically necessary dislocation (GND) densities compared to lower temperature conditions. After solution heat treatment at 1230 °C, recrystallization is absent. With increasing the solution heat temperature to 1250 °C, the recrystallized area fraction greatly increases. The differences in recrystallization behavior under various solution heat treatments are closely related to the dissolution of the γ' phase and γ/γ' eutectic.

Keywords: Single crystal superalloy; Thermal compression; Recrystallization; Grain reference orientation difference (GROD); Solution heat treatment

(责编 青燕)