

热过程对透平叶片定向凝固合金 DZ409 组织和性能的影响

邢静^{1, 2}, 丛健³, 侯介山^{1, 2}, 周兰章^{1, 2}

(1. 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;

2. 中国科学技术大学材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110016;

3. 中国航发燃气轮机有限公司, 辽宁沈阳 110016)

摘要: 研究了DZ409合金经过包括固溶、钎焊、渗层、涂层、一次时效、二次时效不同的热次序过程H1、H2和H3后(H1: 标准热处理; H2: 固溶+钎焊+时效; H3: 钎焊+固溶+渗层+涂层+时效)的微观组织和拉伸性能。结果表明, 热处理H2后合金碳化物和 γ/γ' 共晶尺寸较小, H3工艺进一步细化。合金经H1、H2和H3后, γ' 相的平均尺寸分别为300 nm、520 nm和400 nm, 面积分数分别为50%、42%和55%。碳化物和枝晶干 γ' 相化学成分差别不大。H1、H2和H3热工艺后的室温拉伸断后伸长率几乎相同, 拉伸断裂方式均为枝晶开裂。相比于H1的性能, H2样品抗拉强度降低约1.8%, 屈服强度降低约6.7%。经历H3工艺后, 合金的抗拉强度变化不大, 屈服强度提升10%, 断面收缩率降低约30%。强度变化的主要原因在于 γ' 相尺寸和分数的差异。所得结果为叶片生产的热工艺方法优化提供参考。

关键词: DZ409合金; γ' 相; 热处理; 显微组织; 力学性能

作者简介:

邢静(1999-), 女, 博士, 主要研究方向为高温合金组织和性能。E-mail: jxing21s@imr.ac.cn

中图分类号: TG146.15;
TG113

文献标识码: A
文章编号: 1001-4977(2025)
12-1543-06

基金项目:

国家科技重大专项(HT-J2019-VI-0020-0136)。

收稿日期:

2025-05-29 收到初稿,
2025-08-20 收到修订稿。

高温合金燃机叶片是高速、高载荷的核心转动部件, 对材料性能和尺寸精度要求极高, 制备难度很大^[1]。E级燃气轮机的燃气初温约为1 150 °C, 在服役过程中, 涡轮叶片需承受燃气轮机热循环过程的严苛考验——即燃烧室启停和功率变化导致的周期性温度波动(650~1 100 °C), 由此产生的交变热应力会引发合金微观组织损伤累积, 最终导致裂纹萌生和扩展。采用定向凝固技术制备的叶片广泛应用于重型燃机涡轮部件, 以满足长寿命和高可靠性要求^[2-3]。燃机叶片用DZ409合金是一种抗氧化且耐热腐蚀的定向凝固镍基铸造高温合金, 具有较好的承温能力、高温抗氧化和抗热腐蚀性能^[4-5]。

涡轮叶片制备需要经历包括铸造、焊接、热处理、表面处理等与高温相关的热工艺过程^[6-12]。焊接是在熔融状态下材料焊合成形, 涡轮叶片常见的工艺有真空高温钎焊、电子束焊和激光焊等, 焊后需要应力退火。热处理是通过控制加热和冷却速度的方法来调整叶片材料的综合性能, 充分挖掘材料的潜力, 最大限度地满足设计要求^[13]。表面处理包括防护涂层, 提高叶片抗氧化、抗热腐蚀能力, 提高叶片的使用寿命和可靠性^[14-16]。

叶片制备工程实践中, 单一的热工序温度和时间都进行了参数优化, 但不同的热工艺次序对合金组织和性能的影响并不明了: 焊接热影响区可能改变后续热处理过程中 γ' 相的析出行为; 涂层处理若先于时效处理, 可能会加速 γ' 相粗化并诱发基体元素贫化。为此, 本研究基于R0110重型燃气轮机叶片实际工况(启停频率50次/年, 设计寿命3万小时), 针对DZ409合金设计三种典型热加工次序方案(H1: 标准热处理, H2: 固溶+钎焊+一次时效+二次时效, 和H3: 钎焊+固溶+一次时效+渗层+涂层+二次时效), 比较热处理、渗层、热障涂层、钎焊工艺次序对组织和性能的影响, 所得结果对叶片生产的热过程次序优化研究提供参考。

1 试验材料及方法

1.1 合金材料及热处理

本研究使用定向凝固镍基高温合金DZ409铸态试棒为研究对象,化学成分如表1所示。采用箱式热处理炉进行热处理试验,其炉体设计采用先进的空气隔热技术,最高使用温度为1 300 ℃,控制误差在±1 ℃以内,升温速率为10 ℃/min,炉膛加热区尺寸大小为250 mm×150 mm×100 mm。该设备可以实现高温合金固溶处理、复杂的时效处理,同时确保了试验过程的精准性。合金的标准热处理工艺为1 180 ℃/2 h+1 230 ℃/3 h, AC+1 080 ℃/4 h, AC+845 ℃/24 h, AC, 1 180 ℃/2 h为均匀化处理,目的是减小元素偏析;1 230 ℃/3 h为完全固溶处理,目的是将铸态粗大

γ' 相全部固溶,并在随后空冷(Air Cooling, AC)后析出细小 γ' 相;1 080 ℃/4 h为一次时效,目的是使固溶处理后细小的 γ' 相长大并变得规整;845 ℃/24 h为二次时效制度,目的是进一步增加 γ' 相的立方度,同时析出尺寸较小的次生 γ' 相。钎焊的热过程包括预热、焊接和焊后热处理等流程,焊接的温度和时间为1 220 ℃/30 min/炉冷(Furnace Cooling, FC)。模拟叶片热工艺过程中的渗层和涂层工艺热过程分别为970 ℃/2 h/AC和970 ℃/3 h/AC,具体工艺参数如表2所示。本研究对铸态试棒采用的热处理工艺如图1所示,分别命名为H1:标准热处理,作为传统工艺对照;H2:固溶+钎焊+一次时效+二次时效,研究生产过程中钎焊工序对已完成固溶处理的合金微观组织的影响

表1 DZ409合金的名义成分
Tab. 1 Nominal composition of DZ409 alloy

C	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Co	B	Zr	Hf	Ni	w_B /%
0.1	12.2	1.4	4.0	3.8	4.0	0	4.5	8.5	0.015	0.05	0.7	余量	

表2 DZ409合金的热工艺参数
Tab. 2 Thermal processing parameters of DZ409 alloy

工艺	参数
标准热处理	1 180 ℃/2 h (均匀化)
	1 230 ℃/3 h/AC (固溶)
	1 080 ℃/4 h/AC (一次时效)
	845 ℃/24 h/AC (二次时效)
钎焊	1 220 ℃/30 min/FC
渗层	970 ℃/2 h/AC
涂层	970 ℃/3 h/AC

机制;H3:钎焊+固溶+一次时效+渗层+涂层+二次时效,评估完整生产过程中多道热工序叠加对合金组织性能影响。热处理后的试棒加工成力学性能试样,随后进行力学性能试验。

1.2 力学性能测试

将不同热处理后的定向生长毛坯试棒进行机械加工,制备成为 $\Phi 5$ mm×25 mm的标准拉伸试样,试样尺寸如图2所示。瞬时拉伸试验在DCS-25J型SHIMADZU AG-250KNE电子拉伸试验机上进行,室温拉伸速率为

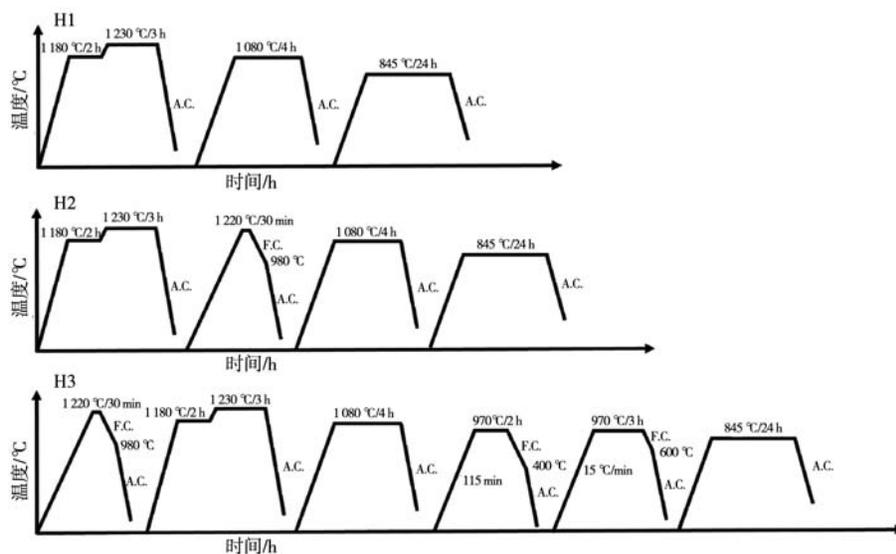


图1 H1, H2和H3不同热处理工艺流程图

Fig. 1 Flow charts of different heat treatment processes: H1, H2 and H3

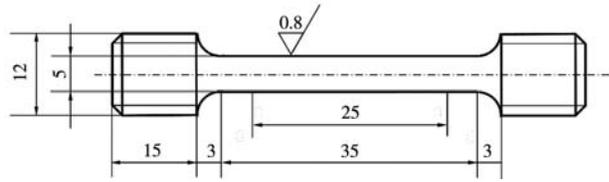


图2 拉伸试样示意图

Fig. 2 Schematic diagram of tensile specimen

1.0×10^{-4} mm/min。

1.3 组织表征

经过拉伸性能测试后，通过线切割方式分别截取距离H1~H3不同组别试棒断口5 mm 以内的试样进行组织观察。首先将试样进行机械研磨（150[#]~2 000[#]砂纸），然后在电动抛光机上使用粒径为0.5 μm的金刚石研磨膏以900 r/min的转速进行机械抛光，直至合金试样表面光亮无明显划痕。对其进行电解腐蚀，电解腐蚀液为10 mL HNO₃+30 mL HCl+50 mL C₃H₈O₃，在10 V的电压下腐蚀40~60 s。采用德国Zeiss公司的Axiovert 200MAT金相显微镜（OM）进行低倍金相组织观察，微观组织结构采用配备能谱分析（EDS）的JEOL 6340型场发射扫描电镜（SEM）进行组织观察。使用CAMECA SX -100型电子探针（EPMA）对合金元素的偏析状况进行分析，所采用的加速电压为20 keV，电流为40 nA，束斑尺寸为0.1 μm。为保证测量的准确性，采用Bruker D8 Advance型X射线衍射仪（Cu-K α辐射，波长λ=1.540 56 nm）对试样进行连续扫描，X射线发射器功率为3 kW，扫描速度为1°/min，扫描范围48°~53°。

2 试验结果及分析

2.1 铸态组织

合金铸态纵向OM组织如图3所示。由图3可见，DZ409合金呈现典型的枝晶形貌，碳化物和γ/γ'共晶

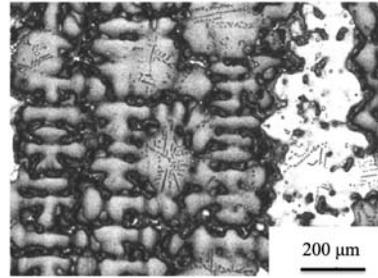


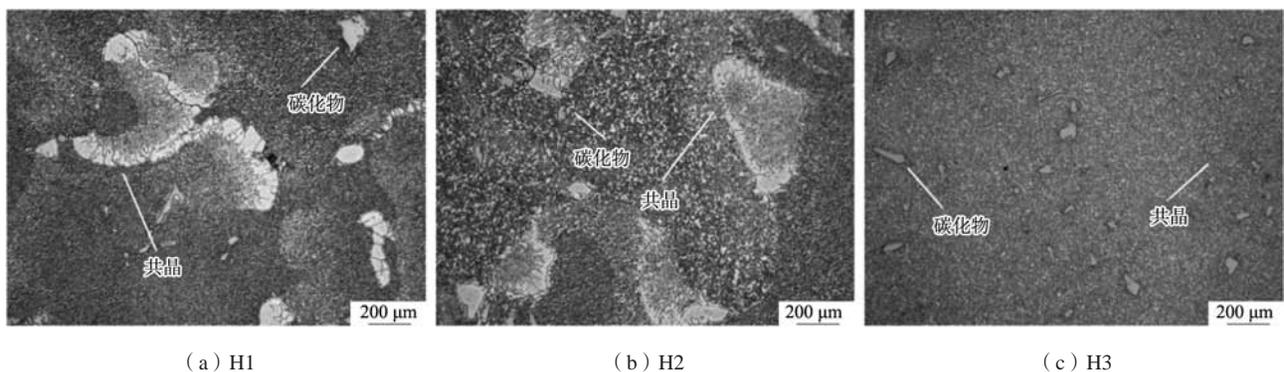
图3 DZ409铸态合金碳化物和共晶相典型形貌

Fig. 3 Typical morphologies of carbides and γ/γ' eutectics in as-cast DZ409 alloy

相分布于枝晶间。铸态合金中碳化物均呈白色的颗粒状和块状，γ/γ'共晶相均呈菊花状。镍基高温合金在凝固过程中，首先在枝晶干形成γ固溶体，同时枝晶间分布液相，富集Al、Ti、Ta等元素，随着液相凝固，C元素与Ti、Ta等元素结合，枝晶间区域形成了初生MC碳化物^[13]。枝晶间液相凝固至后期时，少量剩余液相中的溶质浓度达到共晶点，生成γ/γ'共晶相，合金完全凝固后，γ'强化相在随后的过程中从γ基体中析出^[3]。

2.2 热处理组织

合金经热工艺H1~H3的显微组织如图4所示，铸态合金经过不同热处理后，主要组织MC碳化物发生了一定程度的溶解，不同热次序处理后碳化物和γ/γ'共晶尺寸均有变化。相比而言，H2热工艺后，碳化物和γ/γ'共晶尺寸较小，H3热工艺后更小。采用SEM观察三种热处理工艺之后的γ'相尺寸、形貌和面积分数，如图5所示。发现枝晶干γ'沉淀相形貌均呈立方状，γ'相的平均尺寸分别为300 nm、520 nm和400 nm，面积分数分别为50%，42%和55%。可见，热处理工艺H2，沉淀相尺寸最大，但面积分数最低，立方度稍低。对经过电解腐蚀之后的枝晶干γ'相的化学成分进行了分析，发现三种热处理工艺对γ'相中元素含量影



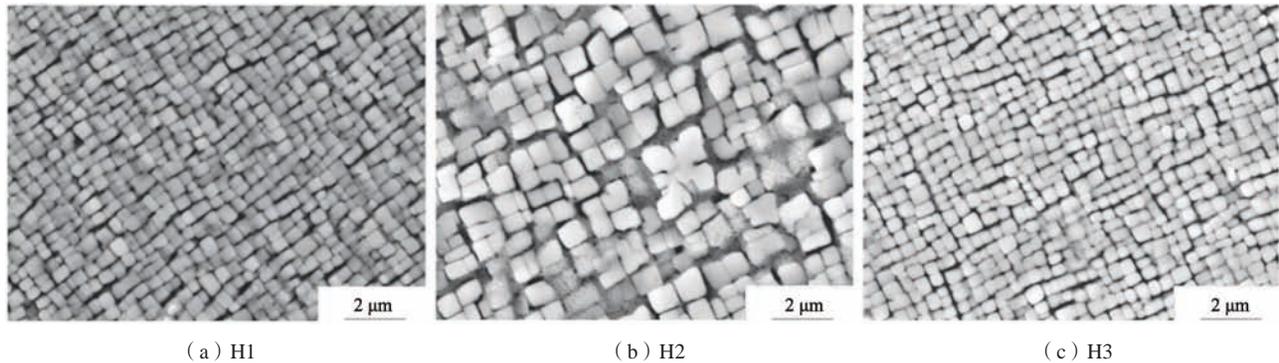
(a) H1

(b) H2

(c) H3

图4 合金经过H1、H2和H3热处理之后的组织形貌

Fig. 4 Microstructure of DZ409 alloy after heat treatment



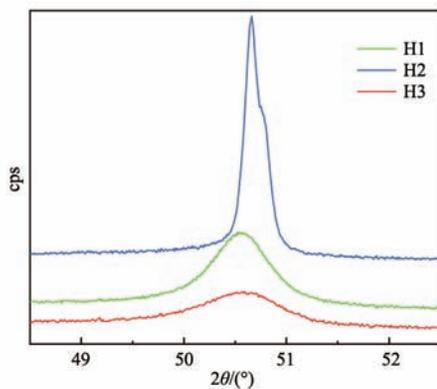
(a) H1

(b) H2

(c) H3

图5 合金经过H1、H2和H3热处理之后的枝晶干 γ' 相形貌Fig. 5 The γ' phase morphologies of the dendrite arms in the alloys after heat treatments of H1, H2 and H3

响不大，H3中Al含量稍高。对三种合金XRD衍射峰的最高峰进行了分析，如图6所示，三种热工艺试样在约 $2\theta \sim 50^\circ$ 处均出现 γ/γ' 相的主衍射峰，其中H2状态峰强最高且半高宽最小。

图6 H1~H3热工艺对合金中 γ/γ' 衍射峰的影响Fig. 6 Effect of H1-H3 heat treatments on γ/γ' diffraction peaks of DZ409 alloys

对铸态和标准热处理态的合金中的碳化物成分进行分析，如表3所示，白色碳化物相富含Ta、Ti，为典型的MC碳化物（Ta，Ti）C。对不同热处理态合金枝晶间及枝晶干的 γ' 成分进行EDS分析，如表4所示，结果表明化学成分差异不大。

表3 铸态和热处理态合金中碳化物的主要化学成分

Tab. 3 The main chemical compositions of carbides in as-cast and heat-treated alloys $w_B/\%$

项目	C	Cr	Mo	W	Ti	Ta	Hf
铸态	14.0	0.3	2.1	6.2	14.6	52.1	4.5
标准热处理	10.2	1.0	4.2	7.3	16.2	50.5	4.2

2.3 室温拉伸性能

不同热工艺次序后DZ409合金室温拉伸性能的变化见图7。由图7可见，几种热工艺过程的样品，断后

表4 不同热处理态DZ409合金枝晶干 γ' 相成分
Tab. 4 Compositions of the γ' phases in the dendrite arms of DZ409 alloys under different heat treatment states $w_B/\%$

热处理态	Al	Ti	Cr	Co	Zr	Nb	Mo	Hf	Ta	W	Ni
H1	5.6	5.3	5.8	5.8	0.06	0.1	0.7	0.9	6.4	3.3	66
H2	6.8	5.7	4.6	5.3	0.06	0.1	0.5	0.6	6.5	2.6	67.2
H3	6.7	6.3	2.3	4.2	0.3	0.2	0.4	0.9	6.7	2.7	69.2

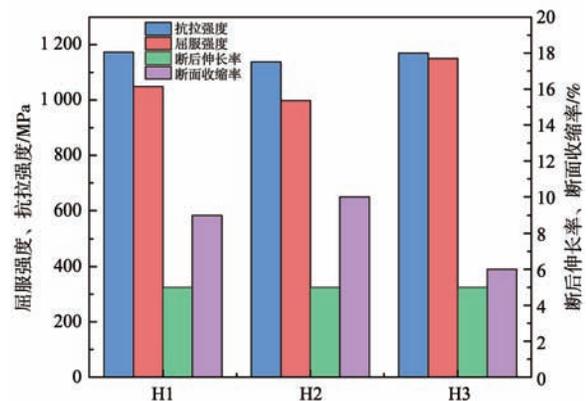


图7 合金经过H1、H2和H3热处理之后的室温拉伸性能

Fig. 7 Room temperature tensile properties of the alloys after heat treatments of H1, H2 and H3

伸长率几乎相同。相比于标准热处理H1的性能，固溶之后进行钎焊热过程的H2热工艺抗拉强度降低约1.8%，屈服强度降低约6.7%，面缩率降低1%。经历钎焊、渗层和涂层处理的H3热工艺抗拉强度变化不大，屈服强度提升10%，达到1 150 MPa，断面收缩率降低约30%。

图8为不同热处理工艺过程后DZ409合金经室温拉伸断裂后的断口形貌，圆圈中所示为低倍宏观断口形貌。可见，室温拉伸断裂后，不同热处理工艺次序合金宏观断口均呈现典型的枝晶断裂特征，断裂方式为混合断裂。断裂面分布有小平面、撕裂岭及大量

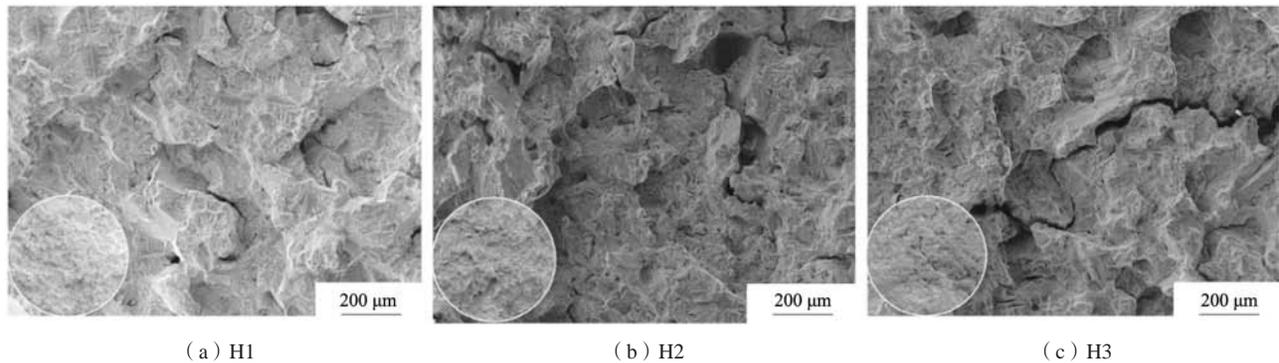


图8 合金经过H1、H2和H3热处理后的室温拉伸断口形貌

Fig. 8 Room temperature tensile fracture surface morphologies of DZ409 alloys after different heat treatments of H1, H2 and H3

韧窝，总体比较平整。裂纹萌生于共晶胞界和粗大碳化物界面，在断口表面能够观察到枝晶形貌，如图8(a)所示。高温合金的强化机制主要包括 γ' 相沉淀强化、固溶强化及晶界强化。室温拉伸时， γ' 相沉淀强化以共格应变强化和位错切割 γ' 相为主^[17]。 γ' 相和 γ 相两相错配度越大， γ' 相立方度越高， γ/γ' 界面的弹性应变能越大，共格应变强化效果越强； γ' 相的体积分数越高，位错切割 γ' 相的阻力越大^[18]。本研究中，不同热处理工艺后合金固溶强化元素（Co、Cr、W和Mo）的含量基本相同。最主要强化机制的不同就是 γ' 相的尺寸和分数，此类合金拉伸强度主要贡献是位错切割机制。按照位错理论， γ' 相体积分数基本相同时，强、弱相互作用位错对切割 γ' 相，存在临界 γ' 相尺寸，在临界尺寸，合金强度最高，偏离临界尺寸，无论 γ' 相过大还是过小，均会导致强度降低。H3热处理工艺后， γ' 相尺寸适中，面积分数差别不大，因此，H3强度较高。

由此可见，相对于H1标准热处理之后的合金拉伸性能，模拟热工艺过程H2和H3对合金中 γ' 相的体积分数和尺寸均有影响，进而影响到合金的力学性能。在燃机叶片实际制造中，经完整热处理工艺的合金关键性能指标（如强度和塑性）与标准热处理基准相当，

可满足服役环境下的性能需求。

3 结论

(1) DZ409铸态合金呈现典型的枝晶形貌。经过包括固溶、钎焊、渗层、涂层、一次时效、二次时效不同的热次序过程H1、H2和H3后，H2碳化物和 γ/γ' 共晶尺寸较小，H3热工艺后更小。 γ' 相的平均尺寸分别为300 nm、520 nm和400 nm，面积分数分别为50%、42%和55%。碳化物和枝晶干 γ' 相化学成分差别不大。

(2) H1、H2和H3热处理工艺后的室温拉伸后伸长率几乎相同，拉伸断裂方式均为枝晶开裂。相比于标准热处理H1的性能，固溶之后进行钎焊热过程的H2热工艺抗拉强度降低约1.8%，屈服强度降低约6.7%。经历钎焊、渗层和涂层处理的H3模拟热工艺后，合金的抗拉强度变化不大，屈服强度提升明显，断面收缩率降低约30%。强度变化的主要原因在于 γ' 相尺寸和分数的差异。

(3) H3热处理过程的次序更适合DZ409合金部件。与H2热过程相比，经过H3热过程后合金内部元素扩散更充分， γ' 相立方度更高、体积分数更高、尺寸更小，从而合金室温拉伸屈服强度较高。

参考文献:

- [1] 郭建亭. 高温合金在能源工业领域中的应用现状与发展 [J]. 金属学报, 2010, 46(5): 513-527.
- [2] 尹湘蓉, 黄中荣, 龙阅文, 等. 一种细晶铸造K465合金低压涡轮叶片组织和力学性能 [J]. 铸造, 2021, 70(1): 53-57.
- [3] 崔慧然, 冯相如, 任建伟. 燃气轮机涡轮叶片制造工艺现状及发展方向 [J]. 铸造, 2022, 71(2): 143-150.
- [4] 曾强, 燕平, 董建新, 等. 一种低成本高性能新型重型燃气轮机叶片用定向凝固高温合金的组织 and 性能 [J]. 钢铁研究学报, 2011(S2): 377-380.
- [5] 李俊涛, 燕平, 吴剑涛, 等. 新型高强抗热腐蚀定向凝固高温合金DZ409 [J]. 钢铁研究学报, 2016, 28(2): 38-44.
- [6] 杨力, 王盼龙, 唐世艳, 等. 涂层对材料挤出成形 Al_2O_3 陶瓷型壳表面精度的影响研究 [J]. 铸造, 2025, 74(3): 269-278.
- [7] 黄俊兰, 龙伟民, 钟素娟, 等. Ni-P镀层对Cu/Al钎焊界面结构及性能的影响机制 [J]. 焊接学报, 2021, 42(5): 51-56.
- [8] 焦明木, 宋健民. 一种铸造镍基高温合金显微组织与力学性能研究 [J]. 铸造, 2024, 73(5): 621-625.
- [9] 刘纯波, 林锋, 蒋显亮. 热障涂层的研究现状与发展趋势 [J]. 中国有色金属学报, 2007(1): 1-13.

- [10] 王博, 刘洋, 王福德, 等. 航空发动机及燃气轮机涡轮叶片热障涂层技术研究及应用 [J]. 航空发动机, 2021, 47 (S1): 25-31.
- [11] 华佳捷, 张丽鹏, 刘紫薇, 等. 热障涂层失效机理研究进展 [J]. 无机材料学报, 2012, 27 (7): 680-686.
- [12] 王铁军, 范学领, 孙永乐, 等. 重型燃气轮机高温透平叶片热障涂层系统中的应力和裂纹问题研究进展 [J]. 固体力学学报, 2016, 37 (6): 477-517.
- [13] 郭建亭. 高温合金材料学 [M]. 北京: 科学出版社, 2008.
- [14] FADOK J. Advanced gas turbine materials, design and technology [M]// Advanced power plant materials, design and technology. Woodhead Publishing, 2010.
- [15] 吴剑涛, 李俊涛, 蔡新宇, 等. 重型燃机涡轮叶片定向凝固工艺研究 [J]. 钢铁研究学报, 2011, 23 (S2): 404-407.
- [16] 肖程波, 李青, 唐定中, 等. 北京航空材料研究院在重型燃气轮机叶片材料和工艺方面的研究进展 [J]. 新材料产业, 2009 (11): 22-24.
- [17] 侯介山, 郭建亭, 周兰章, 等. K44 镍基高温合金长期时效过程中 γ' 相粗化对拉伸性能的影响 [J]. 金属学报, 2006, 42 (5): 481-486.
- [18] 侯介山, 丛培娟, 周兰章, 等. Hf 对抗热腐蚀镍基高温合金微观组织和力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2011, 21 (5): 945-953.

Effect of Thermal Process on Microstructure and Properties of Directionally Solidified Alloy DZ409 for Turbine Blades

XING Jing^{1,2}, CONG Jian³, HOU Jie-shan^{1,2}, ZHOU Lan-zhang^{1,2}

(1. Shi Changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, Liaoning, China; 2. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, Liaoning, China; 3. Aero Engine Corporation of China, Shenyang 110016, Liaoning, China)

Abstract:

The microstructures and tensile properties of DZ409 alloys after different heat treatment processes H1, H2, and H3, including solid solution, brazing, diffusion layer, coating, primary aging, and secondary aging (H1: Standard heat treatment; H2: Solution treatment+Brazing+Aging treatment; H3: Brazing+Solution treatment+Diffusion layer+Coating+Aging treatment) had been investigated. The results indicated that after the H2 heat treatment, carbides and γ/γ' eutectic exhibit reduced dimensions, with further refinement observed in H3 samples. The average size of γ' phase were 300 nm, 520 nm, 400 nm and the volume fraction were 50%, 55%, and 42% after the heat treatment H1, H2 and H3, respectively. The compositions of carbides and the dendritic γ' precipitates were nearly similar. The tensile elongations at room temperature after heat treatments H1, H2, and H3 were nearly identical. Compared with those of the H1 heat treatment, the tensile strength of the samples after H2 heat treatment approximately decreased by 1.8%, and the yield strengths approximately decreased by 6.7%. For the H3 heat treatment, the tensile strength changes little, with an increase 10% in yield strength, while the section shrinkage ratio approximately decreased by 30%. The variations in strengths were primarily attributed to the differences in the size and volume fraction of γ' phase. The results provided valuable references for optimizing heat treatment processes in blade production.

Key words:

DZ409 alloy; γ' phase; heat treatment; microstructure; mechanical property