

热处理对激光立体成形 DZ125 高温合金组织的影响

杨海欧^{**}, 韩加军, 林鑫^{*}, 黄卫东

西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072

摘要 研究了热处理对激光立体成形 DZ125 高温合金凝固微观组织的影响。结果表明,随着固溶处理温度的升高,初生 γ' 相的溶解增多,在 1240 °C 固溶 2 h 后初生 γ' 相全部固溶;Ni₅Hf 相和 MC₍₁₎ 碳化物在高温保温时发生固态相变,经 1180 °C/2 h/空冷(AC)热处理后 Ni₅Hf 相全部分解,释放的 Hf 元素与基体固溶的 C 原子结合形成 MC₍₂₎ 碳化物,部分 MC₍₁₎ 碳化物在 1000 °C 保温 12 h 后转变为 M₂₃C₆ 或 M₆C 型碳化物;完全固溶处理后在 1100 °C 和 870 °C 时效时, γ' 颗粒尺寸的变化规律及经验分布函数与 Lifshitz-Slyozov-Wagner(LSW)理论预测的较为一致。拟合得到 γ' 相的粗化激活能为 231.43 kJ/mol, γ' 颗粒的粗化受 Ti、Al 原子在 Ni 中的扩散控制。

关键词 激光技术; 激光立体成形; 定向凝固; 高温合金; 显微组织; 热处理

中图分类号 TN249

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201845.1102004

Effect of Heat Treatment on Microstructure of Laser Solid Formed DZ125 Superalloy

Yang Haiou^{**}, Han Jiajun, Lin Xin^{*}, Huang Weidong

State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an, Shaanxi 710072, China

Abstract The effect of heat treatment on the solidification microstructure of the laser solid formed DZ125 superalloy is investigated. The results show that, with the increase of solution treatment temperature, the more primary γ' particles are dissolved and these particles can be completely dissolved after treatment at 1240 °C for 2 h. There occurs solid-state phase transition for the Ni₅Hf phase and MC₍₁₎ carbides at high-temperature insulation. When treated at 1180 °C for 2 h, the Ni₅Hf phase can be completely decomposed and the released Hf subsequently reacts with C atoms in solid solution matrix to form MC₍₂₎ carbides. Some MC₍₁₎ carbides transform into M₂₃C₆ or M₆C carbides when maintained at 1000 °C for 12 h. The coarsening behavior and the empirical distribution function of the γ' phase are consistent with those given by the Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW) theory when aged at 1100 °C and 870 °C after the complete solution heat treatment. The fitted coarsening activation energy of the γ' phase is 231.43 kJ·mol⁻¹ and the coarsening of γ' particles is controlled by the diffusion of Al and Ti species in Ni.

Key words laser technique; laser solid forming; directional solidification; superalloy; microstructure; heat treatment

OCIS codes 160.3900; 350.3850; 350.3390

1 引 言

DZ125 高温合金^[1-2]是在普通铸造高温合金 Rene125 的基础上进行研制的,是我国目前性能水平最高的高温合金之一,已成为军民燃气涡轮发动机热端部件制造不可替代的关键材料。但航空发动机叶片长期服役于高温高压的恶劣环境,难免会

出现微小的疲劳裂纹或损伤。基于激光熔覆原理的激光成形修复技术能快速、经济地实现受损叶片的高性能修复,为维持航空发动机的高性能、长寿命运行提供了保障^[3-7]。Kurz 等^[4-5]对定向及单晶高温合金的激光修复组织控制进行了研究;余力等^[1]通过传统真空热处理修复考察了不同条件下的组织状态;Doan 等^[8-9]利用激光成形 DZ125L 零件对零件

收稿日期: 2018-04-16; 修回日期: 2018-05-15; 录用日期: 2018-06-26

基金项目: 国家重点研发计划(2016YFB0700301)、中国航天科技集团公司航天科技创新基金、陕西省科技统筹创新工程计划(2016KTZDCY02-02)

* E-mail: xlin@nwpu.edu.cn; ** E-mail: yanghaiou@nwpu.edu.cn

精度和外延组织控制进行了研究。对于 DZ125 这类沉淀强化高温合金,其主要强化相 γ' 相的形状、尺寸、分布等对性能的影响至关重要。DZ125 高温合金中 Al、Ti 的含量较高,激光立体成形过程中较快的冷却速度在很大程度上抑制了 γ' 相的析出长大,因此后续需要经过热处理调整其形状、尺寸及分布等^[10-11]。

本文在前期研究的基础上,着重研究了热处理对 γ' 相的尺寸、形态、体积分数的影响,考察了完全固溶热处理后不同高温时效时间下 γ' 相的粗化行为,研究结果为制定适用于激光立体成形修复 DZ125 高温合金的热处理制度提供了参考。

2 实验方法

激光立体成形制备 DZ125 高温合金实验是在西北工业大学凝固技术国家重点实验室建立的 LSF-IIIB 型系统上完成的。激光立体成形的块状 DZ125 高温合金试样如图 1 所示。热处理试样的激

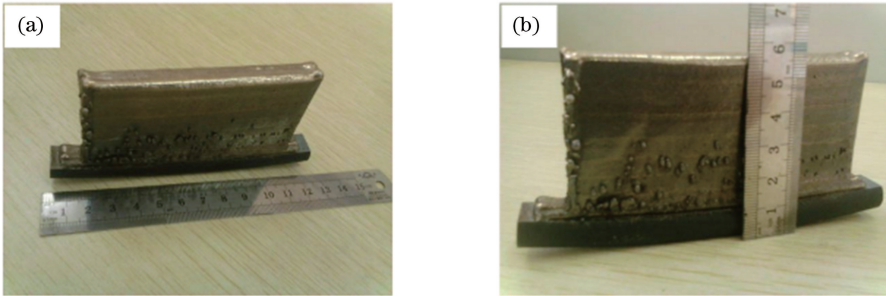


图 1 激光立体成形的 DZ125 高温合金试样。(a)俯视图;(b)正视图

Fig. 1 Laser solid formed DZ125 superalloy sample. (a) Top view; (b) front view

3 实验结果与讨论

3.1 固溶温度对激光立体成形定向凝固 DZ125 高温合金组织的影响

图 2 所示为不同固溶处理温度下激光立体成形定向凝固 DZ125 高温合金在固溶 2 h 后 AC 的微观组织图,其中图 2(f) 给出了沉积态组织作为对比。沉积态下 γ' 相的尺寸约为 100 nm。经不同固溶温度处理后,未发现明显的共晶组织存在,这说明在所采用的固溶处理温度范围内共晶组织基本全部固溶;此外, γ' 相的尺寸及形态都发生了较大变化。在 1160~1200 °C 温度范围内进行固溶时,枝晶干及枝晶间的 γ' 相均未完全固溶,且未完全固溶的 γ' 相在固溶保温时长大;当温度达到 1220 °C 时,枝晶干内的 γ' 相才完全固溶,但枝晶间内的 γ' 相仍未完全固溶;直至温度为 1240 °C 时,枝晶干及枝晶间的 γ' 相

光立体成形工艺参数为:功率 1000 W,扫描速率 200 mm/min,送粉率 10 g/min,抬升量 0.3 mm,预热温度 400 °C,光斑直径 1 mm,搭接率 50%。为了调整强化相 γ' 相的尺寸、形态及分布,对激光立体成形的 DZ125 高温合金进行固溶和时效热处理。

将试样置于高温箱式电阻炉内,分别在温度 1160,1180,1200,1220,1240 °C 下保温 2 h,温度控制精度为 ± 1 °C。当炉内温度比预定温度低 100 °C 时,将试样放入炉内。达到预定温度后,先保温 5 min,然后开始计时直至预定时间,取出试样并于空气中冷却 (AC),重点研究固溶处理对 γ' 相的尺寸及分布等的影响。

将分别在温度 1180 °C、1240 °C 下固溶 2 h 并 AC 后的试样于 1100,1000,870 °C 下进行 1~20 h 的时效处理。通过扫描电镜观察 γ' 相的形态和分布,使用图像处理软件 Image Pro Plus 对 γ' 相的尺寸和分布进行统计,考察时效处理对 γ' 相的形态、尺寸和分布的影响。

完全固溶。这说明枝晶间 γ' 相的完全固溶温度高于枝晶干内 γ' 相的。这种差异是由元素在枝晶干及枝晶间的分配不同造成的。由能谱测得沉积态下枝晶干的 Al、Ti 质量分数分别为 4.86%、0.69%,枝晶间的 Al、Ti 质量分数分别为 4.62%、1.33%,可见 Al 在枝晶干内较多,而 Ti 在枝晶间的含量比枝晶干内的高近 1 倍。Al 会降低合金的固溶温度,Ti 会升高合金的固溶温度,因此枝晶干的完全固溶温度比枝晶间的低。

在温度 1160 °C、1240 °C 下固溶处理后, γ' 相颗粒尺寸呈单峰分布;在 1180~1220 °C 固溶后, γ' 相颗粒尺寸呈双峰分布。这主要是由于在低于 γ' 相的固溶温度下固溶时,部分 γ' 相在热力学上能够稳定存在,固溶进基体的 γ' 相增大了基体的过饱和度,而未完全固溶的 γ' 相在热力学上存在一定的过冷度,即未完全固溶的 γ' 相在保温的过程中逐渐长

大,因此在 1160~1220 °C 固溶后材料中都存在一定量的大尺寸 γ' 相。

在距 γ' 相固溶温度较远的温度 1160 °C 下固溶时,较大体积分数的 γ' 颗粒能够稳定存在,在保温的过程中稳定存在的 γ' 颗粒不断长大,消耗 γ 基体内的过饱和度,保温结束时 γ 基体的过饱和度大幅减小,抑制了后续 AC 过程中基体内细小 γ' 相的再析出,故 γ' 颗粒尺寸呈单峰分布。在 1180~1220 °C 间固溶时,固溶处理温度与固溶温度之间的

差值减小,能够稳定存在的 γ' 相的体积分数减小, γ 基体的过饱和度增大,保温过程中未固溶的 γ' 相不断长大,但保温结束时 γ 基体内仍存在过饱和的 γ' 相形成元素, γ 基体能在后续的冷却过程中再次析出细小的 γ' 相,因此 γ' 相呈双峰分布。在 1240 °C 固溶时,由于固溶处理温度高于固溶温度, γ' 颗粒不能稳定存在,在保温的过程中 γ' 相全部固溶进 γ 基体,在冷却过程中材料析出均匀的小尺寸 γ' 相,因此 γ' 相尺寸呈单峰分布。

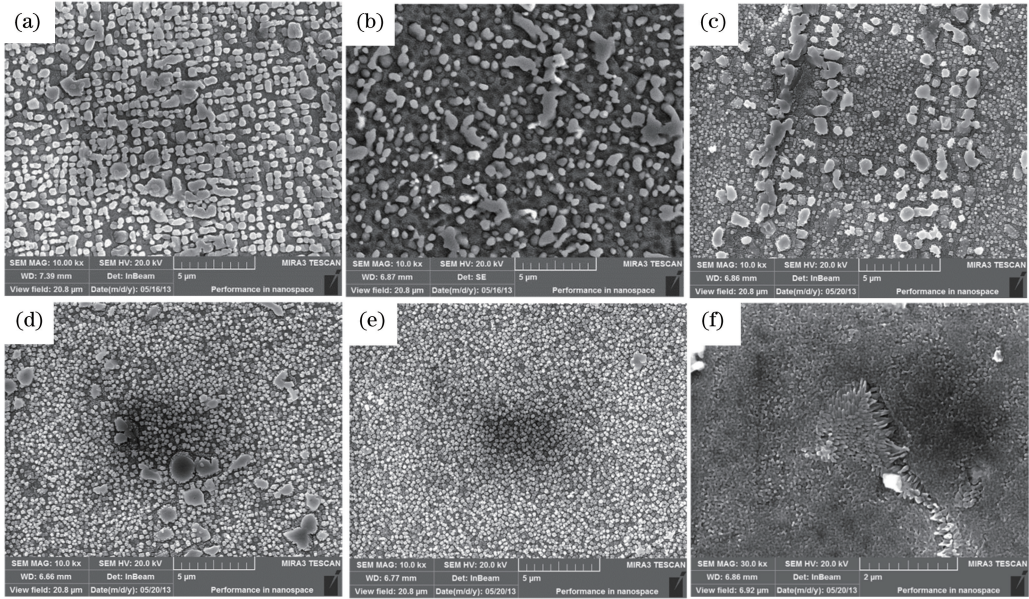


图 2 不同固溶温度下固溶 2 h 和原始沉积态的 γ' 相的微观形貌。

(a) 1160 °C; (b) 1180 °C; (c) 1200 °C; (d) 1220 °C; (e) 1240 °C; (f) 沉积态

Fig. 2 Micro-morphologies of as-deposited and 2 h solution-treated γ' phases at different solution temperatures.

(a) 1160 °C; (b) 1180 °C; (c) 1200 °C; (d) 1220 °C; (e) 1240 °C; (f) as-deposited

3.2 时效温度对激光立体成形定向凝固 DZ125 高温合金组织的影响

图 3 所示为激光立体成形的定向凝固 DZ125 高温合金经 1180 °C/2 h/AC、1180 °C/2 h/AC+850 °C/12 h/AC 及 1180 °C/2 h/AC+1000 °C/

12 h/AC 三种热处理制度热处理后的微观组织。经测量枝晶干内未完全固溶的 γ' 相的平均尺寸分别为 0.487, 0.541, 0.590 μm , 可见时效处理后未完全固溶的 γ' 相尺寸比固溶处理的大。但是 γ' 相的形状不规则,特别是在 850 °C 时效后。因此,为了获

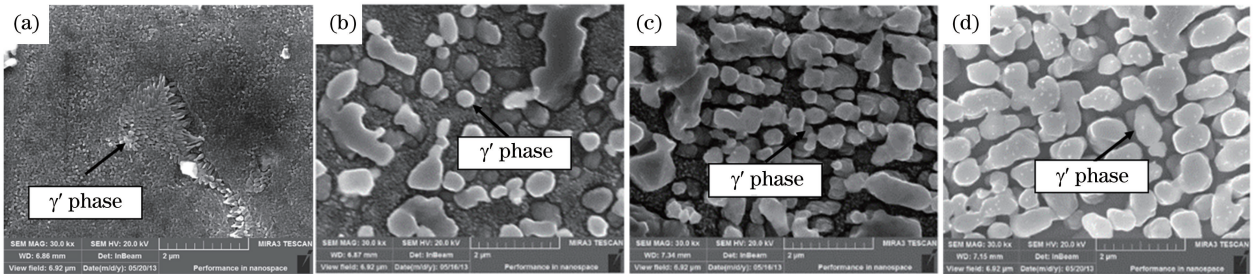


图 3 激光立体成形的沉积态与不同热处理后的 γ' 相形貌。(a) 沉积态;

(b) 1180 °C/2 h/AC; (c) 1180 °C/2 h/AC+850 °C/12 h/AC; (d) 1180 °C/2 h/AC+1000 °C/12 h/AC

Fig. 3 Morphologies of as-deposited and different heat-treated γ' phases of laser solid-formed samples.

(a) As-deposited; (b) 1180 °C/2 h/AC; (c) 1180 °C/2 h/AC+850 °C/12 h/AC; (d) 1180 °C/2 h/AC+1000 °C/12 h/AC

得更加规则的 γ' 相,需要在较高的温度进行固溶。 γ' 相的分布也存在一定差异,1180 °C/2 h/AC 和 1180 °C/2 h/AC+850 °C/12 h/AC 热处理后 γ' 相的尺寸均为双峰分布,1180 °C/2 h/AC+1000 °C/12 h/AC 热处理后 γ' 颗粒尺寸呈单峰分布。在 1000 °C 时效温度下,保温过程中原先固溶处理析出的细小 γ' 相重新固溶进 γ 相基体,使得基体处于过饱和状态,原先未完全固溶的 γ' 相在 1000 °C 保温时会继续长大并不断消耗 γ 相基体的过饱和度,在冷却时 γ 相基体过饱和度较小,无法析出细小 γ' 相,故 γ' 颗粒尺寸呈单峰分布。但在 850 °C 保温时,时效温度较低,只有部分 AC 中析出的细小 γ' 相固溶进 γ 相基体, γ 相基体处于过饱和状态,在保温过程中未固溶的大尺寸 γ' 相和小尺寸 γ' 相都能继续长大,故 γ' 颗粒尺寸呈双峰分布。但此时 γ 相基体的过饱和度比 1000 °C 保温时的

小,原子的扩散速度也相对较慢,因此大尺寸 γ' 相的尺寸增长较少。

图 4 所示为激光立体成形的试样经 1180 °C/2 h/AC+1000 °C/12 h/AC 时效处理后不同碳化物的扫描电镜照片。在高温下,MC₍₁₎ 碳化物不稳定,会发生固态相变,转变为 M₆C 或 M₂₃C₆ 型碳化物,由图 4(a)可知,M₆C、M₂₃C₆ 型碳化物周围存在 γ' 相,进一步证明发生了固态相变。M₆C 型碳化物主要富集 W、Mo 元素,析出峰的温度为 950~1100 °C;M₂₃C₆ 型碳化物主要富集 Cr 元素,析出峰的温度为 900~1000 °C。但仅通过成分分析无法判别碳化物种类,还需要进一步标定研究。沉积区内还存在 MC₍₁₎ 和 MC₍₂₎ 型碳化物,说明 MC₍₁₎ 型碳化物并没有全部转变为 M₆C 或 M₂₃C₆ 型碳化物,其主要成分见表 1。

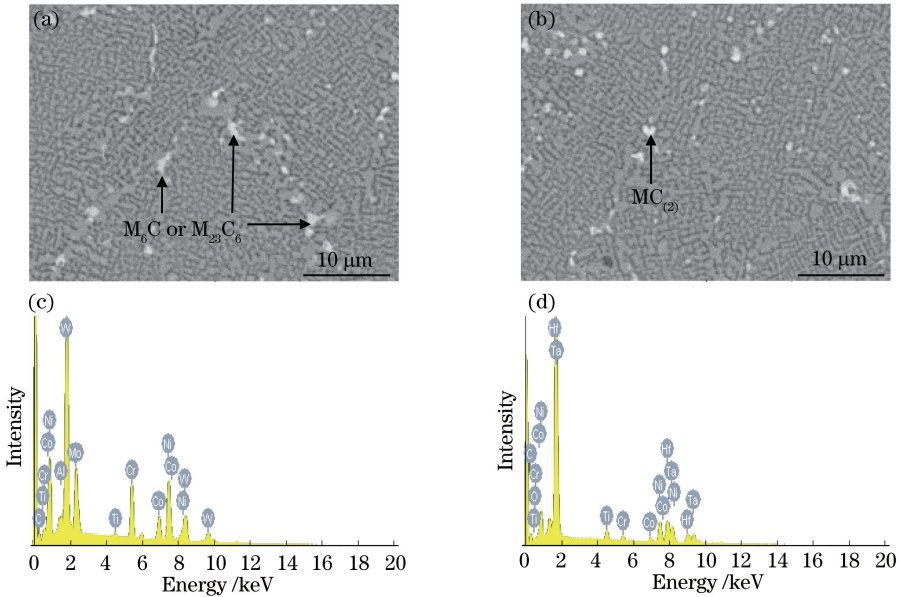


图 4 1180 °C/2 h/AC+1000 °C/12 h/AC 热处理后的碳化物。(a) M₆C 或 M₂₃C₆; (b) MC₍₂₎; (c)图 4(a)的能谱结果;(d)图 4(b)的能谱结果

Fig. 4 Carbides obtained after heat treatment at 1180 °C/2 h/AC+1000 °C/12 h/AC. (a) M₆C or M₂₃C₆; (b) MC₍₂₎; (c) energy spectrum for Fig.4(a); (d) energy spectrum for Fig.4 (b)

表 1 碳化物的化学成分(原子数分数,%)

Table 1 Chemical compositions of carbides (atomic fraction, %)

Carbide	C	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Hf	Ta	W
M ₆ C, M ₂₃ C ₆	29.245	2.7	0.385	12.115	8.02	24.065	9.765	0	0	13.71
MC ₍₁₎	45.64	0	3.6	2.895	3.315	19.435	0.45	12.18	12.48	0
MC ₍₂₎	39.444	0	3.502	3.438	3.6	20.754	0.372	16.624	12.268	0

3.3 时效时间对 γ' 相的影响

图 5 所示为激光立体成形的试样经 1240 °C/2 h/AC+1100 °C/2~8 h/AC 热处理后的 γ' 相扫描电镜图片,图 6 所示为经 1240 °C/2 h/AC+

870 °C/8,16,20 h/AC 热处理后的 γ' 相形貌特征。可以看出,随着时效时间的延长, γ' 相尺寸增大;尺寸增大速率与时效温度相关,高温时效下 γ' 相尺寸的增大速率较快。

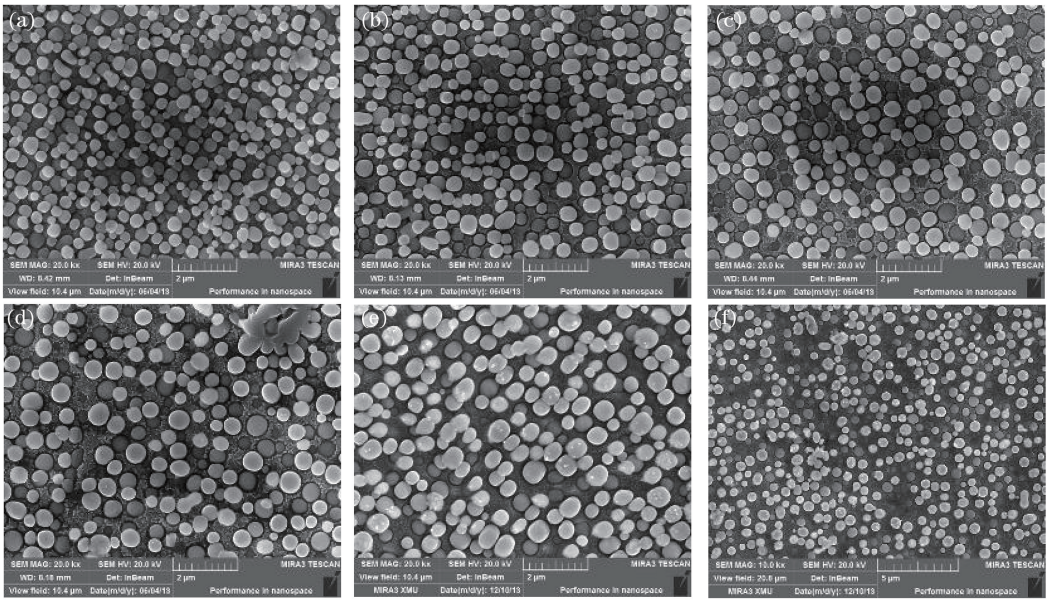


图 5 1240 °C/2 h/AC+1100 °C/2~8 h/AC 热处理后的 γ' 相的微观形貌。(a) 2 h; (b) 3 h; (c) 4 h; (d) 5 h; (e) 6 h; (f) 8 h
Fig. 5 Mirco-morphologies of γ' phases heat-treated at 1240 °C/2 h/AC+1100 °C/2-8 h/AC.

(a) 2 h; (b) 3 h; (c) 4 h; (d) 5 h; (e) 6 h; (f) 8 h

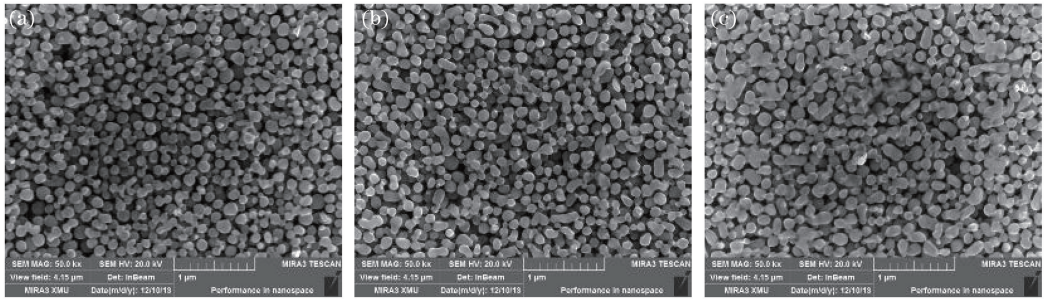


图 6 1240 °C/2 h/AC+870 °C/8, 16, 20 h/AC 热处理后的 γ' 相微观形貌。(a) 8 h; (b) 16 h; (c) 20 h
Fig. 6 Mirco-morphologies of γ' phases heat-treated at 1240 °C/2 h/AC+870 °C/8, 16, 20 h/AC.

(a) 8 h; (b) 16 h; (c) 20 h

图 7 所示为 γ' 相的尺寸和体积分数随时效时间的变化规律。可以看出,在 1100 °C 时效时, γ' 相的体积分数基本变化不大;时效 2 h 后, γ' 相的直径接近 0.35 μm ;之后时效时间每增加 1 h,尺寸增大近 0.05 μm ;在时效 5 h 后,尺寸增大速率有所减慢;

在时效 6 h 后, γ' 相尺寸已达 0.54 μm 。在 870 °C 时效时, γ' 相尺寸的增大速率明显减缓,时效 8 h 后尺寸约为 0.12 μm ;之后时效时间每增加 4 h,尺寸仅增大 0.05 μm ;在时效 20 h 后, γ' 相尺寸只有 0.14 μm 左右。

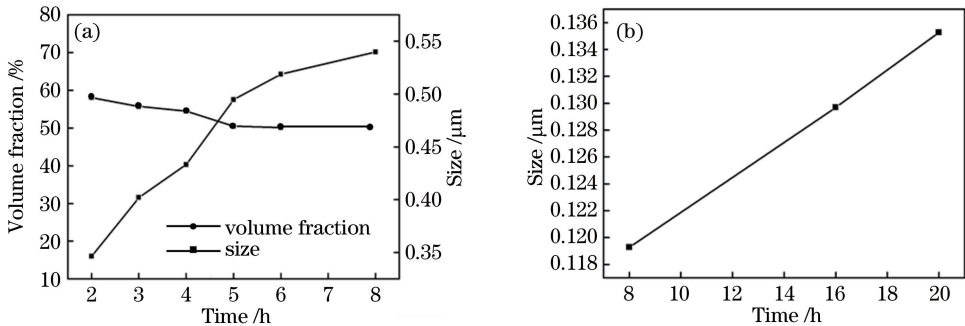


图 7 γ' 相的尺寸、体积分数与时效时间关系。(a) 1100 °C 时效; (b) 870 °C 时效

Fig. 7 Size and volume fraction of γ' phase versus aging time. (a) Aged at 1100 °C; (b) aged at 870 °C

图 8 所示为 1100 °C 时效下不同时间后 γ' 相的尺寸分布,可以看出,在时效 2 h 后, γ' 相尺寸集中在 0.30~0.35 μm ,最小尺寸为 0.25~0.30 μm ;时效 4 h 和 5 h 后, γ' 相尺寸分别集中在 0.40~

0.45 μm 和 0.50~0.55 μm ,最小 γ' 相尺寸分别为 0.25~0.30 μm 和 0.30~0.35 μm 。这说明随着时效时间的延长,小尺寸的 γ' 颗粒逐渐溶解,大尺寸的 γ' 颗粒逐渐长大。

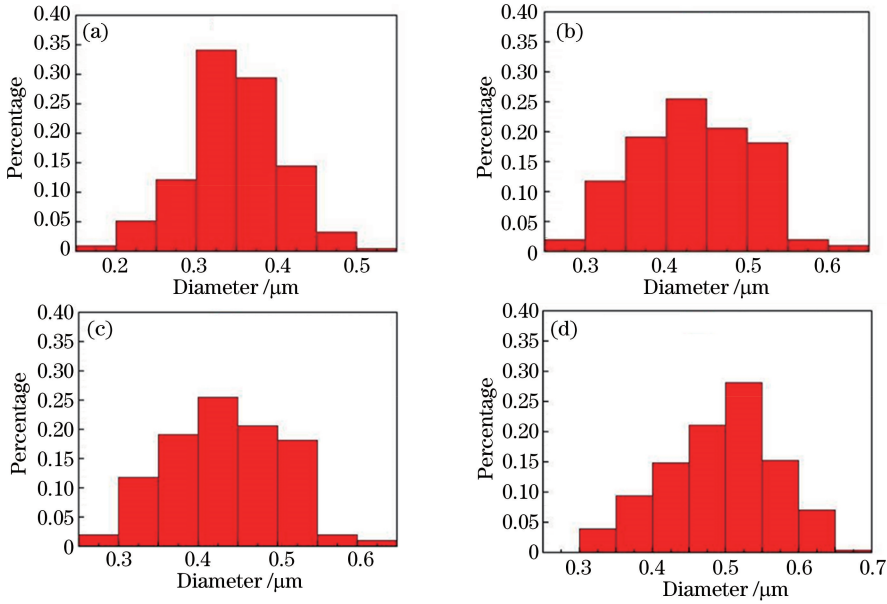


图 8 1100 °C 不同时效时间下 γ' 相尺寸的统计。(a) 2 h;(b) 3 h;(c) 4 h;(d) 5 h

Fig. 8 Statistical results of size of γ' phases at 1100 °C for different aging time. (a) 2 h; (b) 3 h; (c) 4 h; (d) 5 h

根据 Gibbs-Thomson 定律, γ 相内元素的溶解度与颗粒半径 r 之间的关系可表达为

$$\ln \frac{C_{\gamma(r)}}{C_{\gamma(\infty)}} = \frac{2\gamma_s V_{\gamma'}}{RT r}, \quad (1)$$

式中 $C_{\gamma(r)}$ 和 $C_{\gamma(\infty)}$ 分别为 γ 颗粒的半径为 r 和 ∞ 时 γ/γ' 界面处 γ 相基体的溶质浓度; γ_s 为两相间的单位面积的界面能; $V_{\gamma'}$ 为 γ' 颗粒的单位摩尔体积; R 为气体常数; T 为绝对温度。由(1)式可知,界面 γ 相基体的溶质浓度与颗粒半径成反比,即颗粒越小,界面 γ 相基体的浓度越大。故小尺寸颗粒附近 γ 相基体的浓度较大尺寸颗粒附近的浓度高,在颗粒大小不一的颗粒之间存在浓度梯度,溶质由小颗粒间向大颗粒间转移,破坏了 γ/γ' 界面间的平衡。为了

恢复平衡,小颗粒需要继续溶解以提高其界面 γ 相基体的浓度,而大颗粒为了降低界面 γ 相基体的浓度需要不断长大,故在时效保温阶段,小颗粒不断消失,大颗粒不断长大^[12]。

图 9 所示为在 870 °C 时效时 γ' 相的形貌特征。可以看出,某些尺寸不同的 γ' 颗粒相互连接在一起,随着小尺寸 γ' 颗粒逐渐溶解甚至消失,大尺寸 γ' 颗粒通过合并的方式逐渐长大。在时效过程中, γ' 相的长大可通过小尺寸 γ' 相溶解与合并的方式。当 γ' 颗粒之间的距离较远时, γ' 相的长大主要通过小尺寸 γ' 相的溶解进行。当 γ' 颗粒之间的距离较近时,元素扩散距离变短, γ' 相同时通过溶解与合并的方式进行粗化。在 1100 °C 时效时, γ' 相的形核密

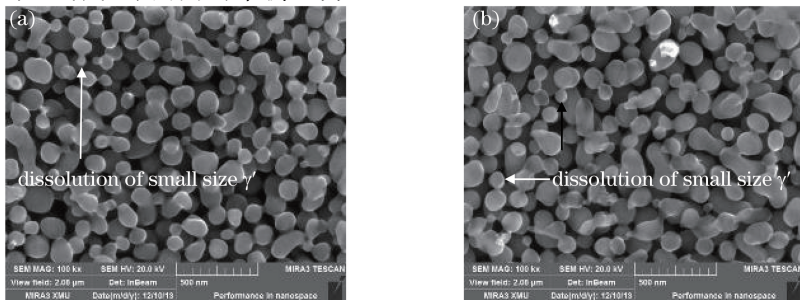


图 9 870 °C 不同时效时间下小尺寸 γ' 相的溶解。(a) 16 h;(b) 20 h

Fig. 9 Dissolution of small size γ' phases at 870 °C for different aging time. (a) 16 h; (b) 20 h

度较小, γ' 颗粒间的距离较大, 粗化主要是通过小尺寸 γ' 相的溶解进行; 在 870 °C 时效时, γ' 相的形核密度较大, 颗粒间的距离较近, 因此能通过溶解与合并的方式进行粗化。

对于扩散控制的 γ' 相粗化过程, 在析出相体积不变的情况下, γ' 相尺寸的立方与时间呈线性关系, 可用 Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW) 理论^[13-14] 描述, 即

$$r^3 - r_0^3 = k_{LSW} t, \quad (2)$$

$$k_{LSW} = \frac{8\gamma_s D V_m^2 c_\infty}{9RT}, \quad (3)$$

式中 r_0 和 r 分别为粗化开始时和时效 t 后的颗粒直径; D 为扩散系数; V_m 为第二相的摩尔体积; c_∞ 为温度为 T 时 γ 基体中合金元素在平衡状态下的含量。对 1100 °C 和 870 °C 时效过程中颗粒直径的

立方与时间进行线性拟合, 如图 10 所示, 可以看出 γ' 相的粗化符合 LSW 理论的预测。

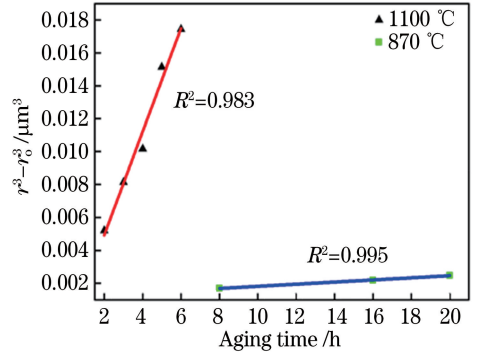


图 10 不同时效温度下 γ' 相尺寸与时间的关系
Fig. 10 Relationship between γ' phase size and aging time under different aging temperature

LSW 理论给出了颗粒尺寸分布函数:

$$\begin{cases} g(u) = \frac{4\rho^2}{9} \left(\frac{3}{3+\rho}\right)^{7/3} \left(\frac{3}{3-2\rho}\right)^{11/3} \exp\left(\frac{-2\rho}{3-2\rho}\right), & \rho < 1.5, \\ g(u) = 0, & \text{else} \end{cases} \quad (4)$$

式中参量 ρ 的表达式为

$$\rho = r / \langle r \rangle. \quad (5)$$

由(4)式可以求出 LSW 理论中颗粒尺寸小于等于 ρ 的概率, 结合图 7 中实际颗粒尺寸小于等于

ρ 的概率, 比较两者数值, 结果如图 11 所示。可以看出, 时效不同时间后, γ' 相尺寸的分布概率与 LSW 理论预测的较为一致, 间接说明 γ' 相的粗化符合 LSW 理论。

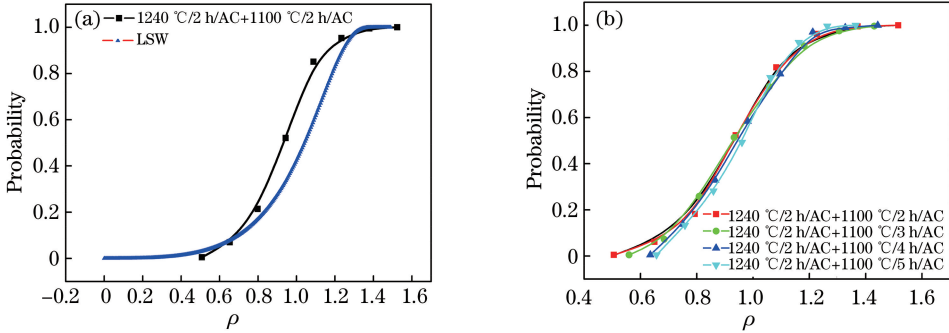


图 11 γ' 颗粒尺寸的概率函数。(a) 1100 °C 时效 2 h 的统计值与计算值; (b) 1100 °C 时效 2~5 h 的统计值

Fig. 11 Probability function of γ' particle size. (a) Statistical value and calculated value at 1100 °C for 2 h aging time; (b) statistical value at 1100 °C for 2-5 h aging time

由图 10 可知, 温度的变化对 γ' 相的长大速率有很大影响, 这是因为 γ' 相的长大受元素扩散控制, 实际温度 T 下的扩散系数可表示为

$$D = D_0 \exp(-Q/RT), \quad (6)$$

式中 D_0 为常数, Q 为 γ' 相的粗化激活能。随着温度的升高, 合金元素的扩散系数增大, 有助于提高 γ' 相的长大速率。将(6)式代入(3)式可得 LSW 理论系数为

$$k_{LSW} = \frac{8\gamma_s D V_m^2 c_\infty}{9RT} = \frac{8\gamma_s D_0 V_m^2 c_\infty}{9RT} \exp(-Q/RT). \quad (7)$$

对(7)式两边求对数可得

$$\ln(k_{LSW} T) = A - Q/RT, \quad (8)$$

式中 A 为常数。利用图 11 的曲线拟合求得的 k_{LSW} 值, 拟合 $\ln(k_{LSW} T)$ 和 $1/T$ 的线性关系, 结果如图 12 所示, 根据拟合的直线斜率即可求得 Q 的数值为 231.43 kJ/mol。

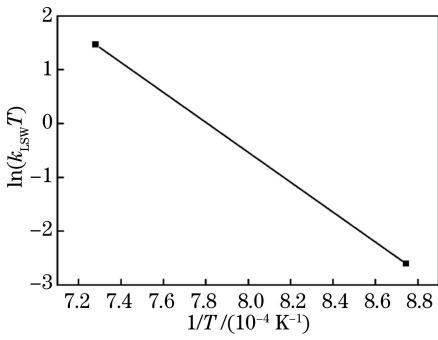


图 12 时效过程中 $\ln(k_{LSW} T)$ 与 $1/T$ 的曲线拟合结果

Fig. 12 Fitting result of $\ln(k_{LSW} T)$ versus $1/T$ in aging process

在实验条件下,计算所得的结果与激光立体成形的 Rene88DT 高温合金的 γ' 相粗化激活能($Q = 211 \text{ kJ/mol}$)相近^[11],略低于 Ti 在 Ni 中的自扩散激活能(256 kJ/mol)和 Al 在 Ni 中的自扩散激活能(269 kJ/mol),这表明激光立体成形的定向凝固 DZ125 高温合金时效过程中 γ' 相粗化主要受 Al、Ti 元素在基体中的扩散控制。

4 结 论

主要研究了固溶热处理对激光立体成形定向凝固 DZ125 高温合金的 γ' 相尺寸、形貌及 Ni_5Hf 、碳化物类型等的影响,以及时效热处理对 γ' 相尺寸的影响规律。得到的主要结论如下。

1) 经 $1180 \text{ }^\circ\text{C}/2 \text{ h/AC} + 1000 \text{ }^\circ\text{C}/12 \text{ h/AC}$ 热处理后 γ' 相颗粒的形状不规则,且部分 $\text{MC}_{(1)}$ 碳化物转变为 M_{23}C_6 或 M_6C 型碳化物。

2) 经 $1240 \text{ }^\circ\text{C}/2 \text{ h/AC}$ 完全固溶热处理且在 $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ 和 $870 \text{ }^\circ\text{C}$ 不同时效时间后都能获得尺寸均匀的 γ' 相。随着时效时间的延长,小尺寸 γ' 颗粒逐渐溶解,大尺寸 γ' 颗粒逐渐长大,且 γ' 相尺寸的变化规律和颗粒尺寸经验分布函数与 LSW 理论预测的较为一致。

3) 拟合得到激光立体成形的定向凝固 DZ125 高温合金时效过程中 γ' 相的粗化激活能为 231.43 kJ/mol ,与 Ti、Al 原子在 Ni 中的扩散激活能相当,说明 γ' 相的粗化受 Ti、Al 原子在 Ni 中的扩散控制。

4) 经 $1180 \text{ }^\circ\text{C}/2 \text{ h/AC} + 1240 \text{ }^\circ\text{C}/2 \text{ h/AC}$ 与 $1100 \text{ }^\circ\text{C}/4 \text{ h/AC} + 870 \text{ }^\circ\text{C}/20 \text{ h/AC}$ 热处理后,能获得两种尺寸与形貌不同的 γ' 相。

参 考 文 献

[1] She L, Chen R Z. Restoration heat treatment of

directionally solidified superalloy DZ125 [J]. Heat Treatment of Metals, 2005, 30(10): 77-79.

余力, 陈荣章. 定向凝固高温合金 DZ125 的修复热处理 [J]. 金属热处理, 2005, 30(10): 77-79.

[2] Chen R Z, She L, Zhang H W, *et al.* Investigation of directionally solidified alloy DZ125 [J]. Journal of Aeronautical Materials, 2000, 20(4): 14-19.

陈荣章, 余力, 张宏伟, 等. DZ125 定向凝固高温合金的研究 [J]. 航空材料学报, 2000, 20(4): 14-19.

[3] Kaieler S, Overmeyer L, Alfred I, *et al.* Single-crystal turbine blade tip repair by laser cladding and remelting [J]. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 2017, 19: 196-199.

[4] Kurz W, Bezençon C, Gäumann M. Columnar to equiaxed transition in solidification processing [J]. Science and Technology of Advanced Materials, 2001, 2(1): 185-191.

[5] Gäumann M, Henry S, Cléton F, *et al.* Epitaxial laser metal forming: Analysis of microstructure formation [J]. Materials Science and Engineering: A, 1999, 271(1/2): 232-241.

[6] Zhang F Y, Tan H, Chen J. Elimination of turned dendrite in laser multilayer deposition of Rene88DT superalloy on DD3 single crystal [J]. Chinese Optics Letters, 2012, 10(4): 041401.

[7] Han J J, Lin X, Yang H O, *et al.* Microstructure of directionally solidified DZ125 nickel-base superalloy repaired by laser forming repairing [J]. Foundry Technology, 2014, 35(10): 2320-2323.

韩加军, 林鑫, 杨海欧, 等. 激光成形修复定向凝固 DZ125 镍基高温合金的组织研究 [J]. 铸造技术, 2014, 35(10): 2320-2323.

[8] Doan T, Li D C, Lu B H, *et al.* Effect of scanning methods on the cracking of the DZ125L superalloy in laser direct metal forming [J]. Chinese Journal of Lasers, 2012, 39(10): 1003002.

Doan Tatkhua, 李涤尘, 卢秉恒, 等. 扫描方式对激光金属直接成形 DZ125L 高温合金薄壁件开裂的影响 [J]. 中国激光, 2012, 39(10): 1003002.

[9] Do X, Li D C, Zhang A F, *et al.* Numerical experimental investigation on the epitaxial growth of columnar crystal in laser metal direct forming of DZ125L super-alloy [J]. Chinese Journal of Lasers, 2013, 40(6): 0603008.

Do Xuantuoi, 李涤尘, 张安峰, 等. 激光金属直接成形 DZ125L 高温合金柱状晶连续生长的数值模拟与实验研究 [J]. 中国激光, 2013, 40(6): 0603008.

[10] Egbewande A T, Zhang H R, Sidhu R K, *et al.* Improvement in laser weldability of INCONEL 738 superalloy through microstructural modification [J]. Metallurgical and Materials Transactions: A, 2009,

- 40(11): 2694-2704.
- [11] Liu F C. Study on microstructure and strengthening mechanism of GH4169 alloy by laser solid forming [D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2011: 36-48.
刘奋成. 激光立体成形 GH4169 合金的组织 and 强化机理研究 [D]. 西安: 西北工业大学, 2011: 36-48.
- [12] Mullins W W, Sekerka R F. Morphological stability of a particle growing by diffusion or heat flow [J]. Journal of Applied Physics, 1963, 34(2): 323-329.
- [13] Lifshitz I M, Slyozov V V. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions [J]. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 1961, 19(1/2): 35-50.
- [14] Bray A J. Theory of phase-ordering kinetics [J]. Advances in Physics, 1994, 43(3): 357-459.