

引用格式: 郑五岳, 智一恒, 周彤彤, 等. 高温循环载荷对 DZ411 合金 γ' 相演变行为的影响[J]. 航空材料学报, 2025, 45(2): 45-52.

ZHENG Wuyue, ZHI Yiheng, ZHOU Tongtong, et al. Effect of high temperature cyclic loading on γ' phase evolution behavior of DZ411 alloy [J]. Journal of Aeronautical Materials, 2025, 45(2): 45-52.

高温循环载荷对 DZ411 合金 γ' 相演变行为的影响

郑五岳, 智一恒, 周彤彤, 曹铁山*, 程从前, 赵杰*

(大连理工大学 材料科学与工程学院, 辽宁 大连 116024)

摘要: 为了模拟研究循环载荷对 DZ411 定向凝固高温合金中强化相(γ' 相)演变行为的影响, 开展 950 °C 下的循环载荷(平均应力/应力幅值为 200 MPa/130 MPa 和 150 MPa/130 MPa)和恒载荷(200 MPa)等断裂实验研究, 并采用光学显微镜和扫描电子显微镜研究不同载荷对以 γ' 相为代表的合金微观组织的影响。研究表明: 两种实验方式对合金枝晶干结构影响较小, 但对枝晶间孔洞的数量及尺寸产生显著影响, 恒载荷条件下试样中孔洞数量多于循环载荷条件。随着载荷条件的引入, γ' 相的形态由无载荷条件下的球化状态转变为筏化结构, 其中循环载荷较恒载荷进一步促进了 γ' 相沿垂直于应力方向发生定向粗化生长, 形成尺寸更大、形态更为细长的 N 型筏化片层结构。模拟断裂实验研究表明, 鉴于涡轮机叶片工作时近似于循环的不稳定载荷环境, 该条件下 γ' 相的定向长大加剧了局部应力集中效应, 从而导致 DZ411 合金高温强度和抗疲劳性能的降低, 进而增加合金部件发生断裂失效的风险。

关键词: DZ411 定向凝固高温合金; 循环加载; γ' 相; 断裂

doi: 10.11868/j.issn.1005-5053.2024.000128

中图分类号: V252.2; TG146.15

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2025)02-0045-08

Effect of high temperature cyclic loading on γ' phase evolution behavior of DZ411 alloy

ZHENG Wuyue, ZHI Yiheng, ZHOU Tongtong, CAO Tieshan*, CHENG Congqian, ZHAO Jie*

(School of Materials Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, Liaoning, China)

Abstract: Optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) methods are employed to investigate the effect of various load conditions—including a constant load of 200 MPa, an average stress of 200 MPa with a stress amplitude of 130 MPa, and an average stress of 150 MPa with a stress amplitude of 130 MPa—on the microstructural evolution of DZ411 alloy. The experimental findings reveal that the dendrite structure remains relatively unchanged under high temperatures and stress conditions. When compared to a constant load, DZ411 alloy subjected to cyclic loading exhibits a reduced number of interdendritic pores, which are also smaller in size. In the absence of loading, the γ' phase undergoes rafting to form a sheet-like structure. Notably, cyclic loading exhibits a more pronounced promotion effect on the rafting growth process of the γ' phase than directional constant loading. Additionally, cyclic loading facilitates the merging and growth of small γ' phase particles, leading to the formation of longer sheet structures as more γ' phases become interconnected. Furthermore, under cyclic loading, the size and morphological differences among γ' phase particles become more pronounced.

Key words: DZ411 directional solidification superalloy; cyclic loading; γ' phase; fracture

镍基高温合金以其优异的高温强度、抗氧化性、耐腐蚀能力和良好的疲劳特性, 被广泛用于制造燃气轮机涡轮叶片等高温部件^[1-3]。通常认为镍

基高温合金优秀的性能主要源于其独特的微观组织结构特征^[4-5]。DZ411 高温合金是一种优异的涡轮叶片用定向凝固镍基合金, 以 γ 奥氏体为基,

1.2 实验方法

使用 RWS50 电子式蠕变试验机进行加载实验, 循环加载方式使用三角波波形, 如图 2(a) 所示, 直至试样发生断裂。具体的实验参数如表 2 所示。其中 1 号恒载荷试样的应力幅值视为 0, 用于与循环载荷试样进行对比。将断裂试样沿纵截面切割成 3 部分, 如图 2(b) 所示, 分别为夹持端(A 区

域), 均匀变形区(B 区域)以及近断口处(C 区域), 采用 Leica DM2500 型光学显微镜(OM)和 Zeiss SUPRA55 型场发射扫描电镜(SEM)对 DZ411 合金微观结构演变特征进行观察分析。所有观测的样品均首先机械研磨、抛光, 然后在室温下用腐蚀液进行腐蚀, 腐蚀液中各试剂的用量为: H_2O (33 mL)+ HNO_3 (33 mL)+ CH_3COOH (33 mL)+ HF (1 mL)。

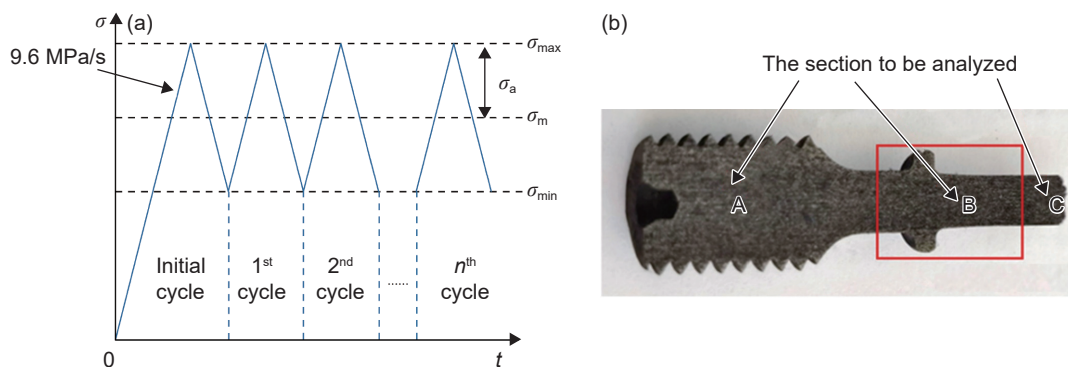


图 2 实验加载波形示意图(a)和待分析纵截面(b)

Fig. 2 Schematic diagram of the experimental loading waveform(a) and profile to be analyzed(b)

表 2 应力循环加载实验参数

Table 2 Experimental parameters of stress cyclic loading

Sample	Temperature/ $^{\circ}\text{C}$	Average stress/MPa	Stress amplitude/MPa	Loading rate/ ($\text{MPa} \cdot \text{s}^{-1}$)	Rupture time/h
1	950	200	0	9.6	354.5
2	950	150	130	9.6	69.1
3	950	200	130	9.6	22.6

2 结果与分析

2.1 不同循环断裂载荷对枝晶组织和孔洞的影响

恒载荷试样(1号)以及循环载荷试样(2号)的枝晶结构如图 3 所示。图 3(a-1)以及图 3(a-2)为两试样的夹持端(认为无应力作用), 主要由灰白色鱼骨状枝晶干和暗色枝晶间组成, 枝晶间区域分布少量的孔洞, 恒载荷试样夹持端的孔洞数量多于循环载荷试样, 这说明随着时间的增加, 孔洞数量增加; 而随着应力的施加, 两试样的均匀变形区, 如图 3(b-1)、图 3(b-2)所示, 枝晶干形态并未发生显著的变化, 但观察到枝晶间孔洞数量和尺寸的增加, 这意味着应力可以诱发枝晶间形成孔洞或裂纹, 导致合金失效。

对比两试样近断口处(图 3(c-1)和图 3(c-2))可知, 该区域应力作用更加明显, 从图可以发现, 相

较恒载荷的 1 号试样, 循环载荷作用下 2 号试样中枝晶间区域孔洞数量更少, 尺寸也相对较小。恒载荷试样中, 孔洞扩展连接形成小裂纹, 而循环载荷试样中, 并无这种现象, 孔洞的发展进程是落后于恒载荷试样的, 结合 2 号试样较短的断裂寿命分析, 说明 2 号试样裂纹发生扩展时更为迅速, 这说明循环载荷交替更容易诱发裂纹扩展, 显著降低材料服役寿命。

2.2 不同循环断裂载荷对 γ' 相组织的影响

2.2.1 对 γ' 相粗化及筏排化等变化趋势的分析

图 4 为 950 $^{\circ}\text{C}$ 不同保温时间后 DZ411 定向凝固高温合金平行于柱晶生长方向的枝晶干区域 γ' 相的形貌, 各部分图样均属于夹持端(A 区域), 按照断裂时间增序排列, 其中图 4(a)为没有受到应力与高温作用的原始组织, 由图 4 可知, 在高温作用下 γ' 相随着时间的增加, 其分布的规律性逐渐下降, 形貌也从初始的方形逐渐转化为球形, 且尺

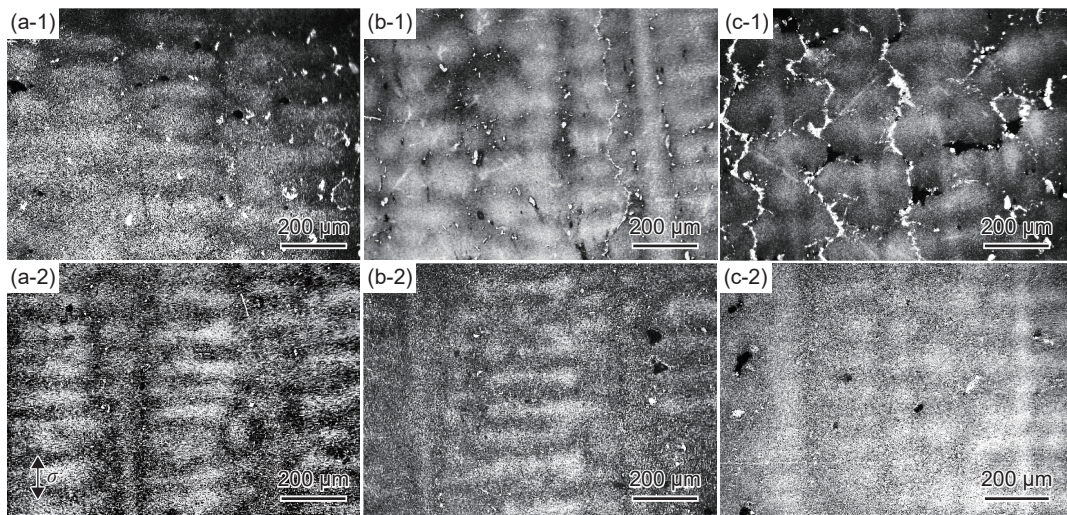


图3 1(1)和2(2)号DZ411合金试样的枝晶组织图 (a)夹持端区域; (b)均匀变形区; (c)近断口区
Fig. 3 Dendrite structure of specimen 1(1) and 2(2) (a)clamping end area; (b)uniform deformation zone; (c)proximal fracture area

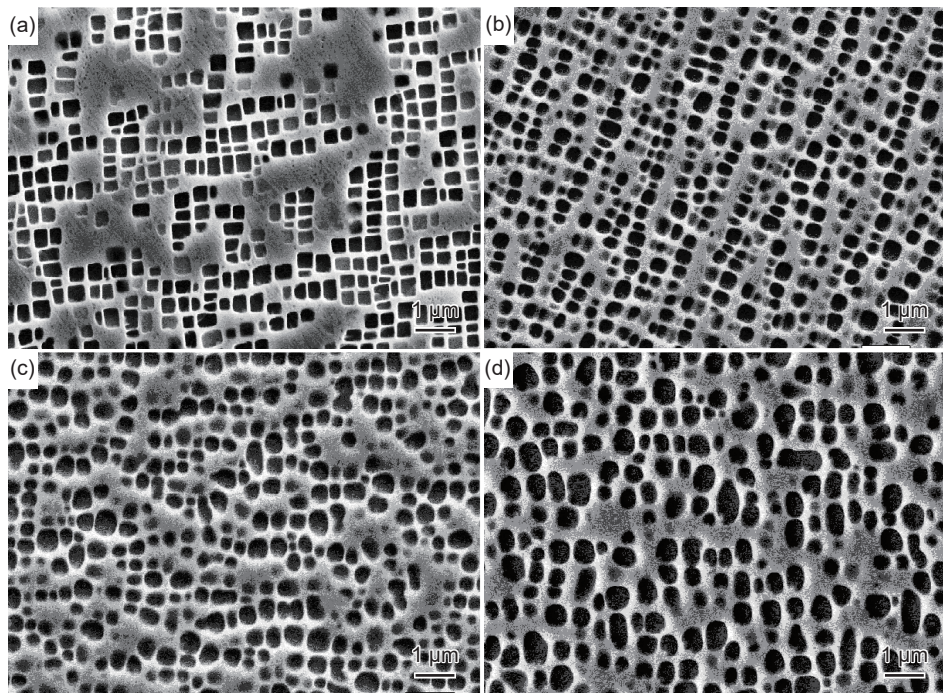


图4 DZ411合金在950 °C不同保温时间下的SEM图 (a)0 h; (b)22.6 h; (c)69.1 h; (d)354.5 h
Fig. 4 SEM images of DZ411 alloy at 950 °C under different time (a)0 h; (b)22.6 h; (c)69.1 h; (d)354.5 h

寸逐渐增大,即在高温作用下随时间的增加发生粗化。

图5为各试样受力端枝晶干区域 γ' 相的微观形貌,记为均匀变形区(1)和近断口处(2)。观察发现,受力端 γ' 相筏化现象明显,在应力作用下, γ' 相沿垂直于应力轴方向生长成层片状筏形结构——N型结构。对比3个试样的均匀变形区可以发现:1号恒载荷试样 γ' 相尺寸较为均匀,绝大多数 γ' 相连接形成层片状结构;而2号、3号循环载荷试样中存在着一些很长的 γ' 相连接形成的层片状结构,以及大量的不规则的小 γ' 相粒子。试样近

断口区域的 γ' 相的特征在整体上与均匀变形区保持一致。

2.2.2 γ' 相演变分析

为了进一步区分恒载荷以及循环载荷对DZ411定向凝固高温合金 γ' 相演变过程影响的差异,本次研究从 γ' 相等效直径 d 、单位面积内 γ' 相的数量 N 以及 γ' 相形貌参数(Feret ratio, FR)3个方面出发,分析循环载荷较恒载荷对 γ' 相的筏化过程产生的不同影响。

试样 γ' 相的等效直径情况如图6所示。由

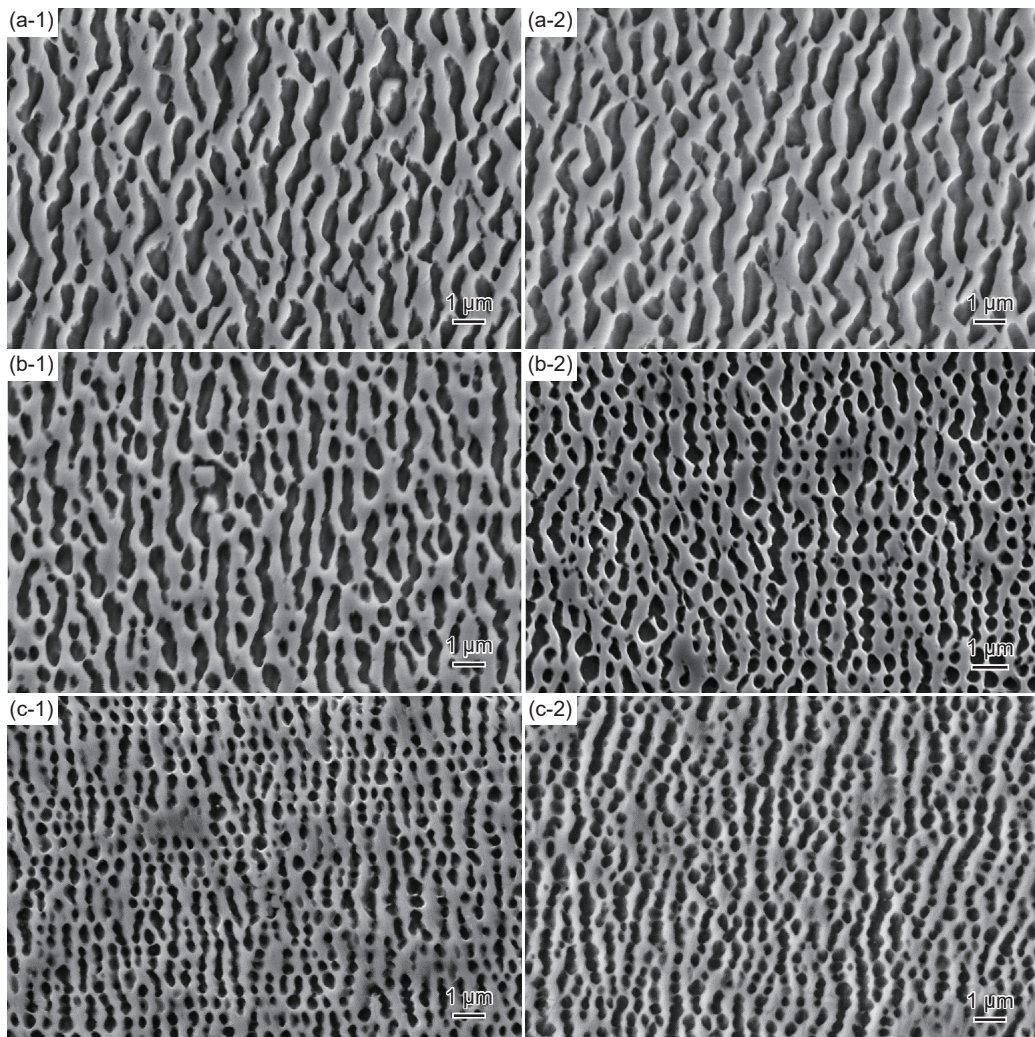


图 5 950 °C 时, DZ411 合金不同加载条件下受力端的 SEM 图 (a)200 MPa 平均应力/0 MPa 应力幅值; (b)150 MPa 平均应力/130 MPa 应力幅值; (c)200 MPa 平均应力/130 MPa 应力幅值; (1)均匀变形区; (2)近断口区

Fig. 5 SEM images of the stressed ends of DZ411 alloy under different loading conditions at 950 °C (a)200 MPa average stress/0 MPa stress amplitude; (b)150 MPa average stress/130 MPa stress amplitude; (c)200 MPa average stress/130 MPa stress amplitude; (1)uniform deformation zone; (2) proximal fracture area

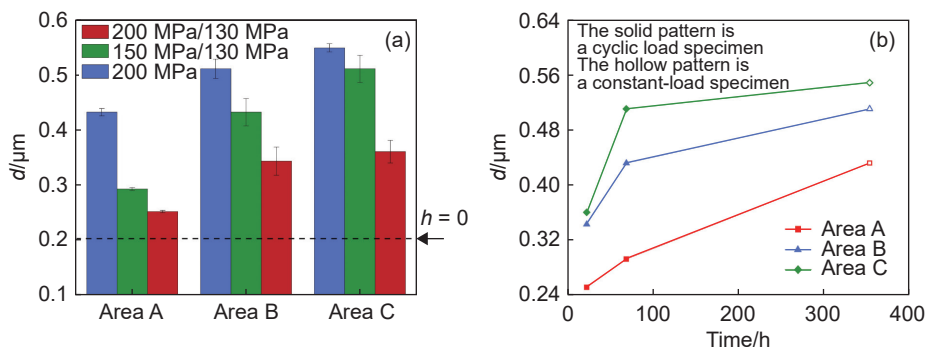


图 6 各加载条件下试样不同部位 γ' 相的等效直径 (a) γ' 相等效直径的位置关系; (b) γ' 相等效直径与时间的关系

Fig. 6 Equivalent diameters of γ' phases of different parts of the specimen under each loading condition (a)positional relation of γ' equivalent diameters; (b) γ' equivalent diameter as a function of time

图 6(b)可知, 在无应力作用时, γ' 相尺寸的变化主要受加热时间的影响, 时间越长, 粗化程度越高。两个循环载荷试样受力端 γ' 尺寸的标准误差较恒

载荷试样的标准误差大, 这意味着在循环载荷作用下, 各 γ' 相的尺寸差距进一步增大。 γ' 相的等效直径的变化与图 7 中试样单位面积内 γ' 相的数量 N

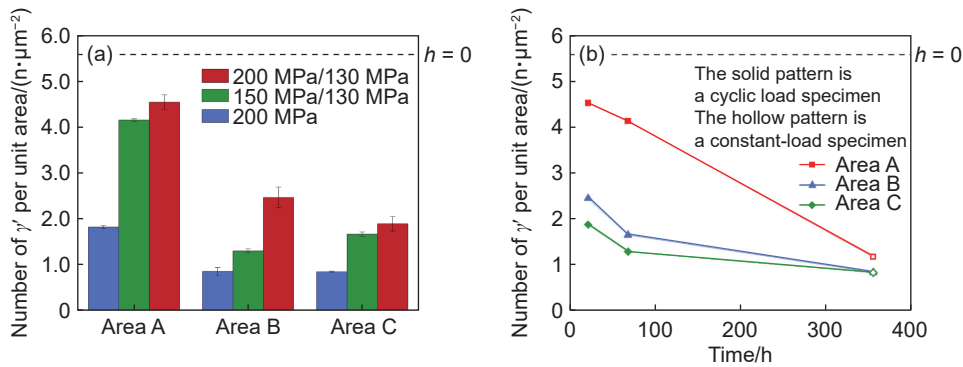


图 7 各试样单位面积内 γ' 相的数量 N (a) 单位面积 γ' 相数量 N 的位置关系; (b) 单位面积 γ' 相数量 N 与时间的关系

Fig. 7 Number of γ' phases N in the unit area of each sample (a) positional relationship of unit area γ' phase quantity N ; (b) unit area γ' phase quantity N as a function of time

的变化情况一定程度上呈负相关, 这说明小粒子的合并长大过程对于 γ' 相的尺寸变化具有重要影响, 由图 6(b) 中断裂时间较短的循环载荷试样与断裂时间较长的恒载荷试样对比可知, 循环载荷的受力端与夹持端的 γ' 相尺寸差距更大。由图 7(b) 中循环载荷与恒载荷对比发现, 循环载荷的受力端与夹持端差距极大, 而恒载差距较小, 这表明循环载荷对小粒子合并长大的过程有显著的促进效果。

各试样 γ' 相的形貌参数 FR 的变化情况如图 8 所示。从图 8(a)、(b) 可知, 夹持端 γ' 相形貌参数 FR 随着时间的增加而减小, 3 个不同加载条件下夹

持端的 γ' 相均发生不同程度的球化。受应力作用影响, 均匀变形区与近断口处试样的 γ' 相形貌参数 FR 变化较大。其中, 循环载荷的作用更为明显, 尽管断裂时间较短, 但循环载荷作用下的试样形貌参数更大。这表明, 在循环载荷作用下, 更多的 γ' 相相互连接形成了更长的片状结构, 且总体形貌更加细长。同样的, 由于各 γ' 相粒子形貌差距较大, 使其标准误差增大, 循环载荷试样形貌参数 FR 的标准误差几乎是恒载荷的两倍, 循环载荷作用下, 各 γ' 相之间的尺寸差距进一步增大, 同时存在着较大的层片状 γ' 相和椭球型的小 γ' 相粒子。

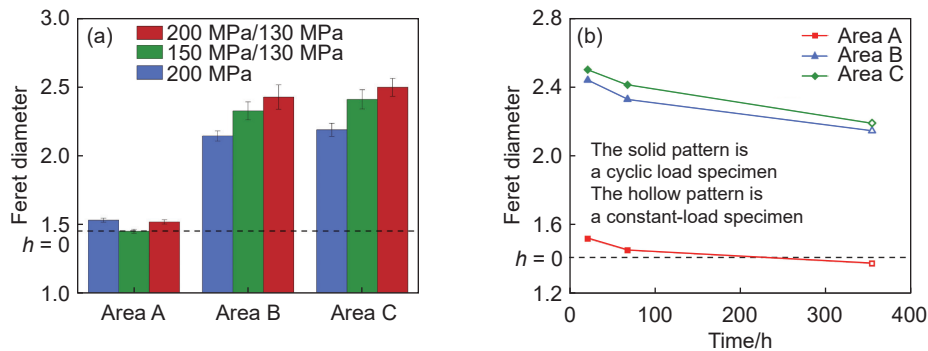


图 8 各试样夹持端形貌参数 FR (a) 形貌参数 FR 的位置关系; (b) 形貌参数 FR 与时间的关系

Fig. 8 Morphological parameters FR of the clamping end of each specimen (a) positional relationship of the morphological parameter FR; (b) morphological parameter FR vs. time

γ' 相等效直径尺寸计算见式(1):

$$d = \sqrt{\frac{4S}{\pi}} \quad (1)$$

式中: d 为 γ' 相粒子相等面积下等效圆的直径; S 为 γ' 相对应的面积。

单位面积 γ' 相个数计算见式(2):

$$N = \frac{n}{S_p} \quad (2)$$

式中: N 为单位面积 γ' 相的个数; n 为整个视场范围

内 γ' 相的个数; S_p 为视场面积。

采用形貌参数 FR 来表征 γ' 相形貌变化, 计算公式见式(3):

$$FR = \frac{FD_{\max}}{FD_{\min}} \quad (3)$$

式中: Feret diameter_{max}(FD_{\max}) 为最大 Feret 直径; Feret diameter_{min}(FD_{\min}) 为最小 Feret 直径; Feret diameter 为沿某方向测得颗粒两边界平行线间的距离。

3 结论

(1) 在 950 °C 的高温环境下, 不同载荷对 DZ411 定向凝固高温合金枝晶干结构影响较小, 但对枝晶间孔洞的数量及尺寸产生显著影响, 试样发生断裂时, 循环载荷较恒载荷试样孔洞数量少且断裂时间短, 说明循环载荷更容易诱发裂纹扩展, 显著降低材料服役寿命。

(2) 在 950 °C 的高温环境下, 不同载荷会对 DZ411 定向凝固高温合金 γ' 相粗化和筏排化产生影响, 载荷条件的引入会导致合金 γ' 相之间尺寸差距增大, 同时存在着较长的片状 γ' 相和较小的 γ' 相粒子, 在循环载荷作用下 γ' 相之间的形貌差距进一步增大, γ' 相分布更加不均匀。与恒载荷对比可知, 循环载荷进一步促进 γ' 相合并长大的过程, 从而导致 γ' 相尺寸增大, 数量减少, 同时循环载荷进一步促进 γ' 相粒子沿着垂直于应力方向粗化生长, 更多的 γ' 相连接在一起形成尺寸更大且形貌更为细长的片状结构。

(3) 鉴于涡轮机叶片工作时近似于循环的不稳定载荷环境, 该条件下 γ' 相的定向长大加剧了局部应力集中效应, 从而导致 DZ411 合金高温强度和抗疲劳性能的降低, 进而增加合金部件发生断裂失效的风险。

参考文献:

- [1] 鲁力. 凝固方法及钽元素对定向凝固镍基高温合金 DZ411 微观组织演化的影响[D]. 兰州: 兰州大学, 2022.
LU L. Effect of solidification method and tantalum on microstructure evolution of directionally solidified Ni-based superalloy Z411[D]. Lanzhou: Lanzhou University, 2022.
- [2] YAN W G, ZENG W, MAN J X, et al. Microstructure and mechanical properties of a directionally solidified superalloy DZ411 plate sample repaired by laser melting deposition[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2023, 876: 145141.
- [3] HU Y, CAO T, CHENG C, et al. Oxidation behavior of a single-crystal Ni-based superalloy over the temperature range of 850-950 °C in air[J]. *Applied Surface Science*, 2019, 484: 209-218.
- [4] GAI Y C, ZHANG R, YANG J X, et al. Effects of heat treatment on γ' precipitates and tensile properties of a Ni-base superalloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 842: 143079.
- [5] LIU H, ZHAO X, YUAN Y, et al. Influence of thermal exposure on microstructural stability and tensile properties of a new Ni-base superalloy[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, 21: 4462-4472.
- [6] 曹铁山, 陈巧, 王威, 等. DZ411 定向凝固镍基合金蠕变性能的快速评估方法[J]. *机械工程材料*, 2023, 47(7): 55-61.
CAO T S, CHEN Q, WANG W, et al. A rapid evaluation method for creep properties of directionally solidified Nickel-based alloy DZ411[J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2023, 47(7): 55-61.
- [7] 王乾坤, 王威, 迟庆新, 等. 定向凝固合金涡轮叶片服役后组织研究[J]. *航空材料学报*, 2023, 43(2): 9-16.
WANG Q K, WANG W, CHI Q X, et al. Microstructure damage of directionally solidified alloy turbine blade after service[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2023, 43(2): 9-16.
- [8] TAWANCY H M, AL-HADHRAMI L M. Comparative performance of turbine blades used in power generation: damage vs. microstructure and superalloy composition selected for the application[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2014, 46: 76-91.
- [9] GUDIVADA G, PANDEY A K. Recent developments in nickel-based superalloys for gas turbine applications[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, 963: 171128.
- [10] XU J, ZHAO X, YUE Q, et al. A morphological control strategy of γ' precipitates in nickel-based single-crystal superalloys: an aging design, fundamental principle, and evolutionary simulation[J]. *Materials Today Nano*, 2023, 22: 100335.
- [11] KOZAR R W, SUZUKI A, MILLIGAN W W, et al. Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2009, 40: 1588-1603.
- [12] 孙志军, 陈皓晖, 赵云松, 等. 镍基铸造高温合金高周疲劳研究进展[J]. *失效分析与预防*, 2024, 19(3): 216-224.
SUN Z J, CHEN H H, ZHAO Y S, et al. Research Progress on high-cycle fatigue of nickel-based cast superalloys[J]. *Failure Analysis and Prevention*, 2024, 19(3): 216-224.
- [13] SCHMIDT R, FELLER-KNIEPMEIER M. Phase chemistry of a nickel-base superalloy after creep experiments[J]. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1993, 29(8): 1079-1084.
- [14] TIEN J K, COPLEY S M. The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals[J]. *Metallurgical Transactions*, 1971, 2: 543-553.
- [15] OTT M, MUGHRABI H. Dependence of the high-tem-

- perature low-cycle fatigue behaviour of the monocrystalline nickel-base superalloys CMSX-4 and CMSX-6 on the γ/γ' -morphology[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 1999, 272(1): 24-30.
- [16] ZHANG P, ZHU Q, HU C, et al. Cyclic deformation behavior of a nickel-base superalloy under fatigue loading[J]. *Materials & Design*, 2015, 69: 12-21.
- [17] ACHARYA, M. V, G. E FUCHS. The effect of long-term thermal exposures on the microstructure and properties of CMSX-10 single crystal Ni-base superalloys[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 381(1): 143-153.
- [18] WU JJ, JIANG X W, WANG Y, et al. Effects of Ta on microstructural stability and mechanical properties of hot corrosion resistant Ni-based single crystal superalloys during long-term thermal exposure[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, 806(5): 140829.
- [19] 徐静辉, 李龙飞, 刘心刚, 等. 热力耦合对一种第四代镍基单晶高温合金 1100 °C 蠕变组织演变的影响[J]. *金属学报*, 2021, 57(2): 205-214.
- XU J H, LI L F, LIU X G, et al. Thermal-stress coupling effect on microstructure evolution of a fourth-generation nickel-based single-crystal superalloy at 1100 °C [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2021, 57(2): 205-214.
- [20] 温莹, 田高峰, 刘国权, 等. 镍基粉末高温合金中 γ' 相的形貌特征的定量表征研究[J]. *中国体视学与图像分析*, 2007(3): 162-166.
- WEN Y, TIAN G F, LIU G Q, et al. Morphology characterization of γ' phase in a P/M nickel-base superalloy[J]. *Chinese Journal of Stereology and Image Analysis*, 2007(3): 162-166.

收稿日期: 2024-08-15; 录用日期: 2024-11-20

基金项目: 航空发动机及燃气轮机基础科学中心项目 (P2021-A-IV-001-001); 船用燃气轮机基础研究项目 (MGT2023001); 国家自然科学基金项目 (51901035)

通讯作者: 曹铁山(1985—), 男, 博士, 副教授, 研究方向为高温形变、相变, 联系地址: 辽宁省大连市甘井子区凌工路 2 号大连理工大学材料科学与工程学院 (116024), E-mail: tieshan@dlut.edu.cn; 赵杰(1963—), 男, 博士, 教授, 研究方向为高温材料与强度, 联系地址: 辽宁省大连市甘井子区凌工路 2 号大连理工大学材料科学与工程学院 (116024), E-mail: jiezhao@dlut.edu.cn

(本文责编: 王俊丽)