

引用格式: 林弈安, 王兆伟, 何卫锋, 等. 单晶镍基高温合金增材修复的定制化热处理[J]. 中国材料进展, 2025, 44(4): 380–386.  
LIN Y X, WANG Z W, HE W F, *et al.* Custom-Designed Heat Treatment for 3D-Printed Single-Crystal Ni-Based Superalloys[J]. Materials China, 2025, 44(4): 380–386.

## 单晶镍基高温合金增材修复的定制化热处理

林弈安<sup>1</sup>, 王兆伟<sup>1</sup>, 何卫锋<sup>2</sup>, 罗思海<sup>2</sup>, 陈 凯<sup>1</sup>

(1. 西安交通大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710049)

(2. 空军工程大学 航空动力系统与等离子体技术全国重点实验室, 陕西 西安 710038)

**摘 要:** 增材制造(3D 打印)技术在镍基高温合金单晶叶片的修复领域展现出重要应用前景。该技术具有温度梯度大、冷却速度快等特点, 有利于促进枝晶定向生长、实现枝晶组织细化, 但是同时也容易产生高残余应力、高位错密度, 从而在后续热处理与高温服役过程中引发再结晶、开裂等问题, 造成极大的安全隐患。因此, 需要对增材修复的镍基高温合金单晶开发定制化热处理研究。高温合金的标准热处理一般由超固相线固溶、时效等步骤组成。以增材修复高温合金单晶特有的微观组织为出发点, 提出“筏化-回复”及“亚固相线固溶”策略, 有效抑制再结晶及3D 打印产生的杂晶晶粒生长, 同时有效降低位错密度、释放应力、调控沉淀强化相组织, 为实现单晶涡轮叶片的增材修复提供保障。

**关键词:** 镍基单晶高温合金; 增材制造; 热处理; 回复; 亚固相线固溶

**中图分类号:** TG132.3; TG665 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2025)04-0380-07

## Custom-Designed Heat Treatment for 3D-Printed Single-Crystal Ni-Based Superalloys

LIN Yian<sup>1</sup>, WANG Zhaowei<sup>1</sup>, HE Weifeng<sup>2</sup>, LUO Sihai<sup>2</sup>, CHEN Kai<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

(2. National Key Lab of Aerospace Power System and Plasma Technology, Air Force Engineering University, Xi'an 710038, China)

**Abstract:** Additive manufacturing (3D printing) is a promising route to repair damaged Ni-based superalloy single crystal blades. This technology is featured by steep temperature gradient and high cooling rate. The characteristics favor the directional growth of dendrites and realise microstructure refinement. However, additive manufacturing process also produce high residual stress and high microstructural defect density, which will trigger disastrous recrystallization and cracking in the subsequent heat treatment and/or high temperature service process. Therefore, customized heat treatment is demanded for the 3D-printing repaired Ni-based superalloy single crystals. The standard heat treatment of superalloy generally consists of the steps of super-solvus solution and aging. Considering the unique microstructure of as-printed single crystal superalloys, the strategies of rafting-enabled recovery and sub-solvus solutionizing are demonstrated in this work, which effectively prevent recrystallization and stray grain growth, reduce dislocation density, release stress, and optimize  $\gamma'$  morphology and volume fraction. Our study paves the way for the 3D-printing repair of damaged Ni-based superalloy single crystal turbine blades.

**Key words:** single-crystal Ni-based superalloys; additive manufacturing; heat treatment; recovery; sub-solvus solutionizing

收稿日期: 2023-09-10 修回日期: 2023-10-21

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51927801, U2032205, 52271042)

第一作者: 林奕安, 男, 1999年生, 硕士研究生

通讯作者: 陈 凯, 男, 1983年生, 教授, 博士生导师,

Email: kchenbl@gmail.com

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.202309007

## 1 前 言

单晶镍基高温合金是制造先进航空发动机的关键战略材料。镍基高温合金具有优异的高温力学性能, 主要依赖于特有的 $\gamma/\gamma'$ 两相结构。其中, $\gamma$ 相为面心立方结构的固溶强化基体,析出强化相 $\gamma'$ 具有有序的 $L_{12}$ 结构<sup>[1]</sup>。如图1所示,单晶镍基高温合金在抗蠕变、抗疲

劳、抗氧化/腐蚀性能等方面都显著优于多晶镍基高温合金<sup>[2]</sup>。单晶涡轮叶片服役环境恶劣, 表面易产生损伤、开裂等缺陷。因此, 亟需寻找一种修复单晶叶片的方法, 同时保证其单晶性以及均匀的 $\gamma/\gamma'$ 微观结构, 从而延长单晶叶片寿命。

近年来出现的增材制造(3D 打印)技术为实现单晶高温合金涡轮叶片的修复提供了可能<sup>[3]</sup>。通过合金的外延沉积, 有望使打印层保持与基材一致的单晶性<sup>[4]</sup>。由于冷却速度快, 打印层内部 $\gamma'$ 的尺寸小、形貌不规则、体积分小, 与传统铸造高温合金区别明显; 而且, 打

印层中位错密度高、残余应力大<sup>[5]</sup>。这种不一致性会导致打印组织的高温稳定性变差, 因此需要通过后续的热处理来对其组织进行调控优化<sup>[6]</sup>。在许多情况下, 增材制造/修复部件的热处理制度几乎完全沿用了铸造部件的热处理方案(往往分为固溶与时效两部分, 本文记作标准热处理), 或仅仅简单缩短固溶时间<sup>[7]</sup>。然而, 这些方案无法有效释放残余应力, 且打印层会产生再结晶<sup>[8-10]</sup>, 大大降低了叶片高温性能。因此, 针对增材修复的单晶镍基高温合金进行定制热处理研究显得尤为重要。

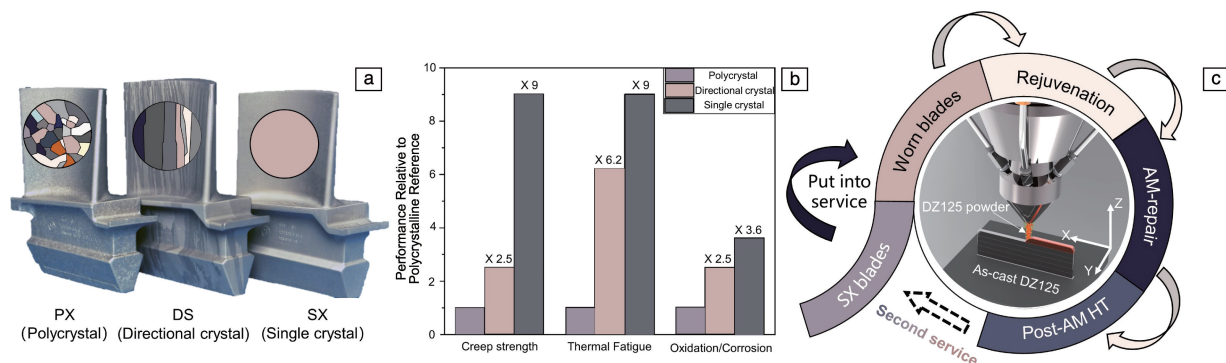


图1 多晶、定向晶和单晶涡轮叶片实物展示(a), 具有不同晶粒组织的镍基高温合金力学性能对比分析(b), 增材制造修复流程示意图(c)  
Fig. 1 Profile display of turbine blades with polycrystal (PX), directional crystal (DS) and single crystal (SX) structure (a), mechanical property comparison between PX/DS/SX Ni-based superalloys (b), schematic diagram of additive manufacturing repair process (c)

本研究设计了一种针对增材修复单晶镍基高温合金的回复热处理制度, 消除了再结晶的驱动力, 即在标准固溶处理之前, 释放由高密度位错存储的弹性变形能; 并通过后续固溶处理获得均匀的 $\gamma'$ 析出相。此外, 针对打印层内部难以避免的杂散晶粒, 提出了优化后的亚固相线固溶热处理方案, 通过降低固溶温度避免了杂晶的生长。本工作确立的热处理研究思路为3D打印技术在单晶镍基高温合金涡轮叶片修复中的应用提供了理论支撑和技术支持。

## 2 材料与实验方法

在本研究中, 基材为第一代镍基单晶高温合金DD407, 其名义成分为 Ni-8Cr5.5Co-2.25Mo-5W-6Al-2Ti-3.5Ta(质量分数)。使用[001]取向的铸态 DD407 单晶固溶态棒材, 沿轴向加工出  $\Phi 14 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$  的圆片作为增材修复的试样。

以电子束重熔实验为例, 电子枪工作电压为 60 kV。在 0.1 Pa 的真空环境中, 使用电子束以 10 mA 的电流、900 mm/min 的扫描速度进行电子束重熔实验。本文重点研究了 3 种不同的热处理制度对修复材料组织结构演化行为的影响, 第一种对应标准固溶温度, 即在 1300 °C 下固溶 15 min, 随后分别在 1100 和 870 °C 下时效 6 和

20 h; 第二种是在标准的热处理流程前进行 1100 °C/6 h 的回复热处理; 第三种是采取亚固相线固溶温度进行固溶热处理, 优化后的固溶温度为 1270 °C, 固溶时间以及后续的时效温度与时间与标准热处理制度一致。所有样品的升温速率均设定为 15 °C/min。需要注意的是, 此处标准热处理的时间是根据电子束重熔样品的组织结构特征进行定制化设计得到的。电子束重熔样品的一大核心特征是枝晶细化, 而细化后的枝晶结构更有助于快速实现材料内部元素成分分布的均匀化<sup>[6]</sup>。通常情况下, 均匀化处理的最短保温时间由扩散速度最慢的原子从枝晶间穿越到枝晶干的必要时长决定。假设原子扩散距离  $d_{\text{diff}}$  等于枝晶间距  $\lambda_1$  的一半时, 达到完全均匀化, 则有:

$$d_{\text{diff}} = \sqrt{4D \cdot t} = \frac{1}{2} \lambda_1 \quad (1)$$

其中,  $D$  为原子扩散系数,  $t$  为扩散时间。当枝晶细化为原来的 1/20 时, 均匀化处理的保温时间缩短为原来的 22%。因此, 较细的枝晶间距意味着所需均匀化热处理时间的缩短, 3D 打印高温合金的均匀化处理比铸态合金所需时间更短, 本研究通过计算最终选定 15 min 作为固溶处理的时间。热处理后, 样品以大约 300 °C/min 的速度空冷, 并沿打印方向进行切割、磨抛和表征。

为进行金相分析,利用三氯化铁腐蚀剂(8 g  $\text{FeCl}_3$  + 14 mL  $\text{HCl}$  + 21 mL  $\text{H}_2\text{O}$ )将抛光态样品进行表面腐蚀。使用光学显微镜观察基材和打印区枝晶形貌,并通过 ImagePro Plus 等软件对枝晶尺寸进行测量统计。为使用扫描电子显微镜(SEM)观察高温合金  $\gamma'$  相的尺寸形貌,将抛光态样品用质量分数为 25% 的磷酸水溶液进行电化学腐蚀,电压为 5 V,腐蚀时间为 5 s。利用电子背散射衍射(EBSD)技术对晶体取向进行分析,使用 10% 的高氯酸乙醇溶液进行电化学抛光,电压为 25 V,抛光时间为 15 s。使用相同的电化学抛光方法来制取同步辐射微衍射(synchrotron radiation X-ray microdiffraction, SR- $\mu$ XRD)的样品,然后在劳伦斯伯克利国家实验室先进光源(advanced light source, ALS)12.3.2 束线站的 Platus 1M 探测器采集得到同步辐射微束劳厄衍射谱<sup>[11]</sup>,使用课题组自主开发的数据分析软件 XtalCAMP 对同步辐射微束劳厄衍射谱进行标定<sup>[12]</sup>,准确获取残余应变张量的空间分布,并通过应变张量计算等效应变  $\varepsilon_{\text{eq}}$ :

$$\varepsilon_{\text{eq}} = \frac{2}{3} \sqrt{\frac{3(e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + e_{zz}^2)}{2} + 3(\varepsilon_{xy}^2 + \varepsilon_{yz}^2 + \varepsilon_{zx}^2)} \quad (2)$$

其中,  $\varepsilon_{ij}$  是应变张量中的分量。

### 3 实验结果

#### 3.1 电子束重熔组织及标准热处理

如图 2a 所示,电子束重熔 DD407 的微观组织分为 3 个区域:基材区(BM)、热影响区(HAZ)和打印区(或者叫熔合区, FZ)。如图 2b 和 2c 所示,铸态基材的显微组织为粗大枝晶,而熔合区内的枝晶呈现近胞状晶的形貌特征,二次枝晶臂不再明显。根据测量统计,铸态基材的枝晶宽度为 200~500  $\mu\text{m}$ ,而熔合区的胞状晶宽度为 15~20  $\mu\text{m}$ ,微观组织细化至少 1 个数量级,与文献报道的结论相似<sup>[13]</sup>。图 2d~2f 分别展示了熔合区、热影响区和基材区的  $\gamma'$  相尺寸分布。熔合区  $\gamma'$  相组织呈细小圆球形状,尺寸不足 50 nm,不足基材区中  $\gamma'$  相的四分之一;在热影响区观察到  $\gamma'$  相的双峰分布,这是由于基材中的一次  $\gamma'$  相在高温下回溶至  $\gamma$  基体相中,随后在快速冷却的过程中重新析出微小的二次  $\gamma'$  相,而一次与二次  $\gamma'$  相的相对含量在热影响区中呈梯度分布,越靠近基材区,一次  $\gamma'$  相体积分数越大,二次  $\gamma'$  在距离熔合线为 300  $\mu\text{m}$  以外的区域无法检测到,只留下边长为 200~300 nm 的立方状一次  $\gamma'$ 。如图 2g 所示,熔合区元素偏析明显, W 在枝晶干区域富集,而 Ti 和 Al 在枝晶间区域富集。

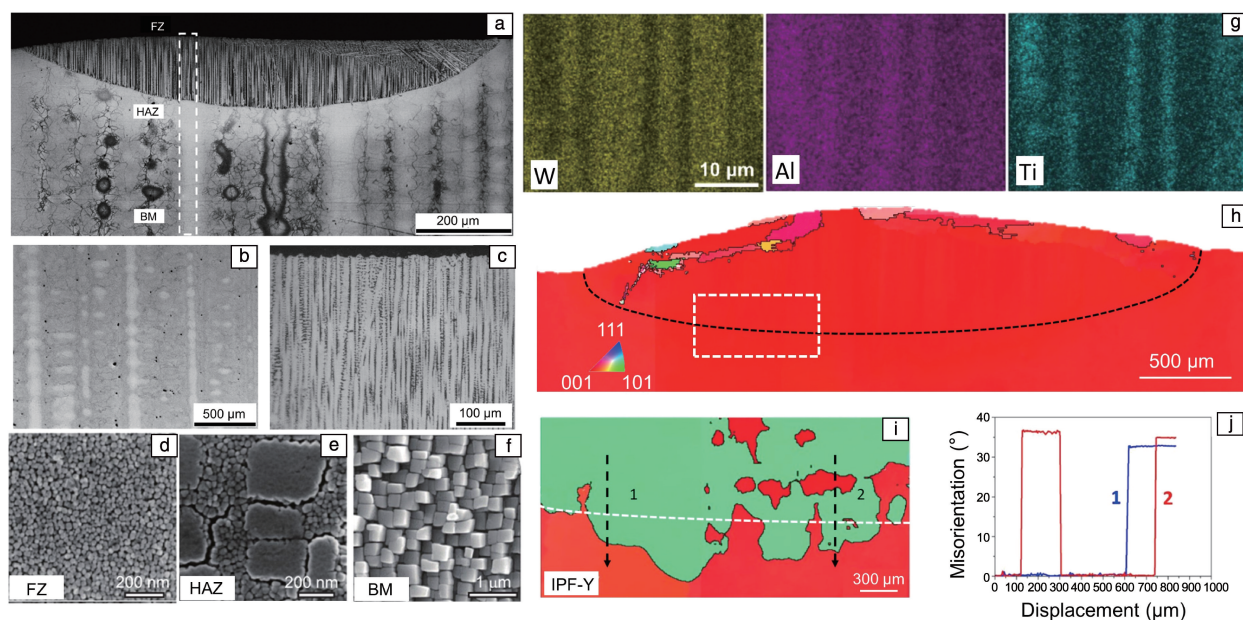


图 2 电子束重熔 DD407 单晶高温合金的显微组织: (a) 熔合区(FZ)、热影响区(HAZ)、基材区(BM)的金相组织; (b, c) 基材区和熔合区枝晶形貌; (d~f) 熔合区、热影响区、基材区的  $\gamma'$  析出相形态; (g) 熔合区内部元素分布; (h) 重熔样品沿打印方向的反极图; (i, j) 对重熔单晶进行标准固溶处理后的反极图以及取向差分布曲线

Fig. 2 Microstructure of the electron-beam-melted DD407 superalloy: (a) metallographic structure of FZ, HAZ and BM; (b, c) dendrite structure of BM and FZ; (d~f) different  $\gamma'$  morphologies in the FZ, HAZ and BM; (g) elemental distributions within the FZ; (h) inverse pole figure along the building direction of the electron-beam-melted sample; (i, j) inverse pole figure along the building direction and misorientation analysis of the recrystallized sample after standard solution heat treatment



从晶体取向来看, 重熔后镍基高温合金晶体生长定向性保持良好, 只有顶部出现少量杂晶(图 2h)。在经过标准热处理后, 如图 2i 所示, 热影响区出现大面积再结晶晶粒<sup>[14, 15]</sup>。如图 2j 所示, 再结晶区域与基材区的取向差超过了 30°。这种再结晶行为破坏了材料的单晶性, 导致修复材料高温服役性能下降。

### 3.2 回复+标准固溶热处理

将电子束重熔样品在 1100 °C 回复热处理 6 h。如图 3a 所示, 热影响区内几乎所有位置都可以观察到筏化组织。筏化是高温合金在外应力与高温共同作用下产生

的特殊现象<sup>[16]</sup>。在经历了后续的标准固溶与时效处理后, 样品的组织形貌发生显著变化, 熔合区、热影响区和基材区的  $\gamma'$  相完全均匀且无法分辨, 都具有规则的立方体结构, 尺寸约为 500 nm(图 3b)。这是因为时效热处理的作用使  $\gamma'$  相比固溶态的原始样品尺寸变大、形状更为规则方正。EBSD 表征结果显示, 样品内部单晶性保持良好, 没有检测到再结晶, 取向差角全部在 1° 以内(图 3c~3e)。单晶性的保持与均匀的  $\gamma'$  相微观组织结构显示, 回复+标准固溶热处理满足增材修复单晶镍基高温合金的热处理需求。

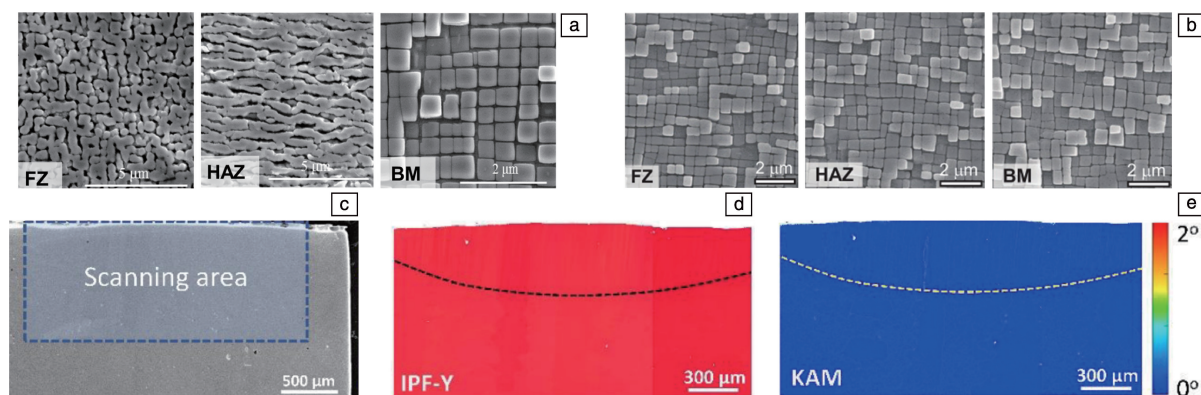


图 3 回复+标准固溶热处理后高温合金单晶的组织结构: (a)筏化-回复热处理后熔合区、热影响区与基材区的  $\gamma'$  相的形貌; (b)后续经历固溶+时效处理后熔合区、热影响区与基材区的  $\gamma'$  相的形貌; (c~e)SEM 照片、反极图与 KAM 图显示新热处理制度成功抑制再结晶, 消除残余应力应变

Fig. 3 Microstructure evolution of the electron-beam-melted DD407 superalloy sample after recovery annealing and standard solution heat treatment: (a) the morphology of the  $\gamma'$  particles in the fusion zone, heat-affected zone, and base material zone after rafting-enabled recovery heat treatment; (b) the morphology of the  $\gamma'$  phase in the fusion zone, heat-affected zone, and base material zone after subsequent solution+aging treatment; (c~e) SEM image, IPF-Y and KAM maps show that the new heat treatment successfully inhibits recrystallization and eliminates residual stress/strain

### 3.3 亚固相线固溶处理

虽然采用“回复+标准固溶热处理”制度可以成功实现重熔样品的组织结构回复, 但该方法的应用仍然存在一定的局限性。如图 4b 所示, 在对如图 4a 所示的顶部具有部分杂晶的样品进行热处理后, 杂晶将无法避免地长大, 这是因为高角晶界迁移的激活能远低于形核能, 也远低于打印区固有的弹性变形储能。为了避免这类情况的发生, 需要通过表面的切削加工来去除杂散晶粒, 而这种额外的加工步骤在处理空心叶片的修复问题时将不再适用。针对该问题, 亚固相线固溶热处理方法提供了解决方案。考虑到再结晶和杂散晶粒的生长都是在  $\gamma'$  相完全固溶的前提下发生的, 因此, 通过适当降低固溶温度, 在枝晶干和枝晶间的  $\gamma'$  相熔点温度之间确定亚固相线固溶温度(1270 °C), 随后进行保温, 可以有效抑制杂晶生长。如图 4c 所示, 经过亚固相线固溶热处理后, 单晶性保持良好且杂散晶粒的生长也得到了抑制。图 4d 显示合金内部元素的偏析行为也得到了完全的消除。如

图 4e 和 4f 所示, 在亚固相线固溶+时效处理后, 熔合区、热影响区、基材区的  $\gamma'$  相达到了完全均匀的状态。因此, 可以认定亚固相线固溶+时效处理同样可以满足增材修复镍基高温合金单晶的热处理需求。

### 3.4 残余应力/应变分析

利用同步辐射劳厄微衍射技术, 对打印态、回复热处理态、回复+标准热处理以及亚固相线固溶热处理后的高温合金样品进行残余应力/应变分析, 结果如图 5 所示。如图 5a 所示, 黑线的左侧为热影响区, 右侧为打印区, 打印态样品的最大等效应变出现在距离顶部约 600  $\mu\text{m}$  的熔合线区域, 大约为  $5 \times 10^{-3}$ 。在热影响区内, 应变分布表现出明显的不均匀性, 热影响区底部的等效应变达到峰值 ( $4 \times 10^{-3}$ ), 随后沿枝晶生长方向呈现出先减小后增大的变化趋势。其中, 在距离熔合线约 380  $\mu\text{m}$  处, 等效应变降至最低值 ( $1 \times 10^{-3}$ )。对于打印区的等效应变分布而言, 在距离熔合线约 400  $\mu\text{m}$  的位置, 等效应变将出现等效应变零点。对于低应力的铸态高温合金, 同步辐射测量出的应



变幅值一般不超过  $1 \times 10^{-3}$ ，可见热影响区的应变集中程度。这种较高的应变也意味着高残余应力的存在，这会导致局部变形和位错累积的区域产生，在后续热处理的过程中，如果选择一个高于  $\gamma'$  相固溶点的温度，这些区域将成为再结晶成核的位点，导致再结晶的出现。回复热处理后的二维等效应变分布如图 5b 所示，可以看到应变有所减小，这证明了打印态样品中的弹性应变通过筏化效应得到

了有效的释放。如图 5c 所示，在经历过回复热处理后，在随后的标准热处理时，残余应力将会得到完全释放，样品内部的等效应变分布趋于均匀，并且维持在极低的水平。如图 5d 所示，对于亚固相线固溶+时效处理，残余应力也维持在一个均匀且较低的水平（应变  $< 1 \times 10^{-3}$ ）。这说明“筏化-回复”及“亚固相线固溶”策略均能有效释放样品内部的残余应力，从而避免再结晶的产生。

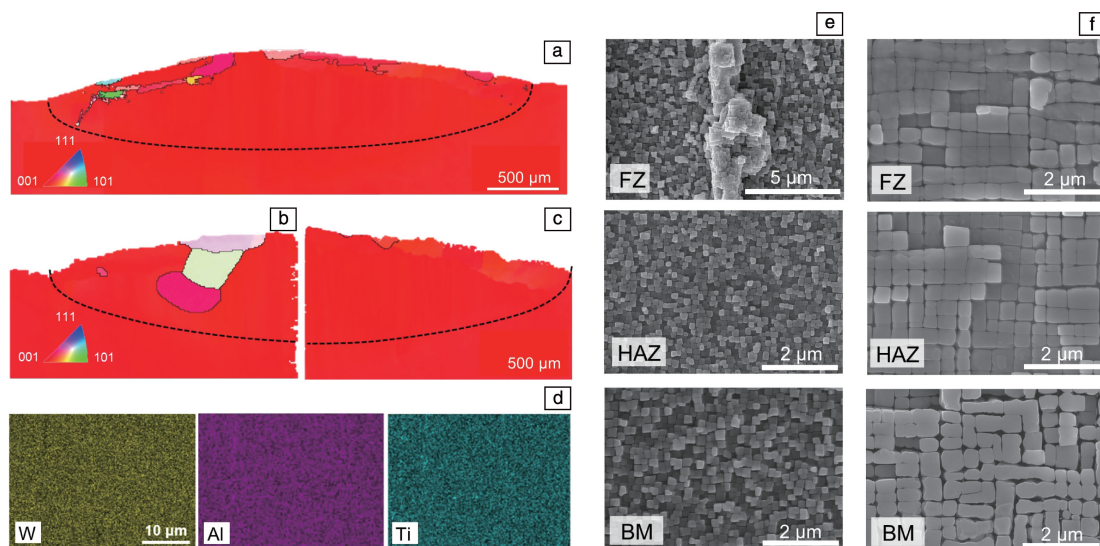


图 4 亚固相线固溶热处理实现增材修复镍基高温合金单晶组织回复：(a) 顶部出现少量杂晶的电子束重熔样品；(b) 回复+固溶处理导致样品顶部杂晶迅速长大；(c) 亚固相线固溶热处理抑制再结晶和杂晶生长；(d) 亚固相线固溶热处理后的元素分布；(e, f) 亚固相线固溶(左)与亚固相线固溶+时效处理(右)后熔合区、热影响区、基材区的  $\gamma'$  析出相的尺寸分布

Fig. 4 Microstructure recovery of the electron-beam-melted DD407 superalloy by sub-solvus solutionizing: (a) electron-beam-melted sample with a few stray grains on the top; (b) recovery + super-solvus solutionizing leads to larger strain grains; (c) sub-solvus solutionizing suppress recrystallization and growth of stray grain; (d) elemental distributions after sub-solvus solutionizing; (e, f)  $\gamma'$  distributions after sub-solvus solutionizing (left) and sub-solvus solutionizing+aging (right) in the FZ, HAZ and BM

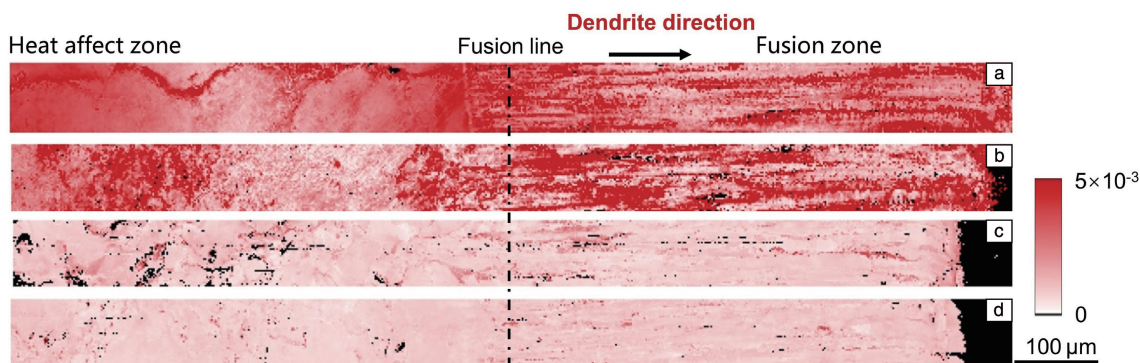


图 5 不同处理状态下 DD407 单晶镍基高温合金内部等效应变的空间分布：(a) 打印态，(b) 1100 °C 回复热处理态，(c) 回复+标准热处理态，(d) 亚固相线固溶热处理+时效处理态

Fig. 5 Distributions of equivalent strain in DD407 superalloy after different HT protocols: (a) as-melted, (b) 1100 °C recovery annealed, (c) recovery annealing+standard heat treatment, (d) sub-solvus solutionizing+aging

## 4 讨论与分析

### 4.1 打印态镍基高温合金的组织结构特征

作为调整单晶镍基高温合金微观结构和力学性能的

最有效方法之一，3D 打印后热处理得到了研究学者广泛的关注。3D 打印最显著的特点是熔池的快速凝固过程。一般来说，快速凝固的优点在于细化合金组织。枝晶细化是 3D 打印高温合金的核心特征。由金属凝固学理论，一

次枝晶距离  $\lambda_1$  与温度梯度  $G$ , 凝固速度  $v$  的关系为<sup>[17]</sup>:

$$\lambda_1 = \frac{1}{G^2} \cdot \frac{1}{v^{\frac{1}{4}}} \quad (3)$$

故而铸态的与快速凝固的高温合金的一次枝晶间距比值应为:

$$\frac{\lambda_1^{\text{cast}}}{\lambda_1^{\text{3D}}} = \left( \frac{G^{\text{3D}}}{G^{\text{cast}}} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \left( \frac{v^{\text{3D}}}{v^{\text{cast}}} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (4)$$

铸造高温合金的温度梯度一般为 1~4 K/mm, 凝固速度为 0.05~0.15 mm/s; 电子束 3D 打印高温合金的温度梯度一般为 200 K/mm, 凝固速度约为 20 mm/s。代入具体数值, 结果表明, 3D 打印高温合金枝晶结构细化 50 倍。尽管不同的 3D 打印技术(如电子束粉末床熔融、激光能量定向沉积、激光粉末床熔融等)能够产生不同的微观组织, 但是与传统铸造相比, 枝晶细化无疑是 3D 打印的核心特征之一。铸造合金由于元素偏析往往导致枝晶干与枝晶间力学性能不同、服役性能退化, 而由于 3D 打印技术产生的枝晶细化能够有效抑制元素偏析, 减小力学性能在枝晶干和枝晶间的波动, 从而有效提升材料的力学性能<sup>[18]</sup>。Ramsperger 等<sup>[19]</sup>利用 ArcamA2 型打印机制造的 CMSX-4 单晶棒材, 经热处理调制, 其高温疲劳性能显著超过相同热处理条件下的铸造 CMSX-4 试棒。此外, 王华明等<sup>[20]</sup>认为快速凝固致使高温合金表面改性, 有助于提高合金的抗腐蚀性能。

国外学者在研究热处理参数对 DD407 镍基高温合金单晶组织与性能的影响时发现, 冷却速度对  $\gamma'$  相尺寸有着显著的影响<sup>[21]</sup>。冷却速度越高,  $\gamma'$  相平均尺寸与  $\gamma$  通道宽度越小。由于 3D 打印高温合金的冷却速度比铸态高温合金高 3 个数量级( $\sim 10^3$  倍), 因此 3D 打印高温合金的  $\gamma'$  相尺寸远远小于铸造高温合金。这种细小  $\gamma'$  相处于亚稳态, 高温服役时会继续演化、长大, 导致力学性能的变化, 带来安全隐患<sup>[22]</sup>。 $\gamma'$  相细化是 3D 打印高温合金的第二项核心特征, 但是  $\gamma'$  相细化对单晶高温合金的性能未必有益。

3D 打印会引入大量的残余应力或内应力<sup>[23]</sup>, 这些高密度位错及其引起的弹性应变储能可能产生再结晶, 引发灾难性后果。已有许多案例展现了 3D 打印单晶高温合金在热处理时的再结晶倾向<sup>[24]</sup>。这是 3D 打印单晶高温合金的第三项核心特征, 也是其后续热处理成功的最大障碍。

#### 4.2 定制化热处理制度实现组织回复

为了实现单晶镍基高温合金内部组织与元素分布的均匀性, 需要进行固溶热处理<sup>[25]</sup>。而固溶与再结晶却构成了 3D 打印单晶高温合金成功热处理的一对矛盾。固溶与再结晶都受  $\gamma'$  相的支配<sup>[26]</sup>。其中, 固溶处理要求  $\gamma'$  相

溶解, 这样才能获得均匀分布的强化相, 但在内应力的作用下, 完全溶解的  $\gamma'$  相无法阻挡再结晶晶粒的长大。这是标准热处理导致再结晶的根本原因。

不同于标准热处理, 回复热处理通过形成筏化组织实现了  $\gamma/\gamma'$  相界面的迁移, 从而引入了位错恢复的新机制: 首先, 许多位错在经过相间边界时发生下沉。其次, 因为筏化拓宽了一些  $\gamma$  通道, 为位错的运动和反应进而导致湮灭提供了空间上的便利<sup>[27]</sup>。最后, 残余位错在  $\gamma/\gamma'$  界面重新排列成低能构型。这些聚集的位错束在随后的高温固溶处理中更容易重新排列, 因为它们不再需要穿过  $\gamma'$  强化相来湮灭。储存高能量的集中位错的减少只留下很少的一部分作为合适的再结晶晶粒成核位置, 因此随后的固溶处理不再引起再结晶。

前文提到过, 固溶处理的主要目的是实现合金元素的均匀化。显然枝晶细化有利于均匀化的实现, 表现在在热处理制度的调整上, 可以缩短处理时间, 或者依据时温等效性, 降低处理温度。利用  $\gamma'$  粒子的存在会阻碍位错和高角度晶界的运动这一事实, 本研究设计了新的热处理方法, 实现性能的恢复和元素分布的均匀化。当温度升高到高于枝晶干的  $\gamma'$  固溶温度但低于枝晶间的  $\gamma'$  固溶温度时, 原子很容易扩散并覆盖枝晶宽度一半的距离, 从而实现成分的均匀。由于枝晶干中的  $\gamma'$  粒子完全溶解, 位错可以顺利移动, 从而实现回复。在枝晶间区域, 尽管更宽的  $\gamma$  通道为位错的反应提供了充足的空间, 但是在这些区域的  $\gamma'$  粒子并没有完全溶解。残余的  $\gamma'$  粒子阻碍了位错和高角晶界的移动, 这有效抑制了杂散晶粒的生长, 也在很大程度上避免了再结晶。同时, 这些剩余位错以及它们附带的能量为后续时效热处理过程中  $\gamma'$  粒子的生长也提供了动力, 使得  $\gamma'$  粒子生长到合适的尺寸。

## 5 结 论

本工作针对增材修复镍基高温合金单晶试样进行了定制化热处理研究, 并采用多种表征手段结合的方式检验了单晶镍基高温合金的微观结构和热处理的效果, 最终通过回复+标准固溶热处理实现了在避免再结晶的同时优化微观组织结构; 进一步, 针对筏化-回复+标准固溶处理会导致的杂晶缺陷长大的问题, 提出了亚固相线固溶处理方案。二者均能满足在避免再结晶的同时, 使打印态组织达到相对的稳态, 实现与铸态基材的一致。主要结论有以下几点。

(1) 电子束重熔单晶镍基高温合金组织相对于铸态组织具有枝晶细化、 $\gamma'$  相细化、位错和残余应力/应变积聚的核心特征。

(2)在采取标准热处理制度时,非均匀分布的残余应力与高密度位错共同作用,导致 3D 打印单晶高温合金发生再结晶。

(3)“筏化-回复”机制能够在不引起再结晶的前提下,成功实现应力释放和微观组织调控,有助于克服单晶高温合金再结晶。但使用回复热处理+标准热处理时可能会导致打印态样品内部原有的杂晶生长。

(4)采用“亚固相线固溶”热处理制度,能在有效抑制再结晶、维持组织结构的稳态的同时,避免回复热处理+标准热处理所导致的杂晶生长。

本文工作提供的两种热处理制度,使得单晶修复工程可以避免陷入组织均匀性与单晶性无法兼顾的窘境,有益于助力实现增材制造/修复单晶高温合金的工程化应用。

## 参考文献 References

- [1] POLLOCK T M. *Nature Materials*[J], 2016, 15(8): 809.
- [2] KOFF B L. *Journal of Propulsion & Power*[J], 2004, 20(4): 577-595.
- [3] LEE Y S, KIRKA M M, DINWIDDIE R B, *et al.* *Additive Manufacturing*[J], 2018, 22: 516-527.
- [4] RAMSPERGER M, SINGER R F, KÖRNER C, *et al.* *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2016, 47: 1469-1480.
- [5] BASAK A, ACHARYA R, DAS S. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2016, 47: 3845-3859.
- [6] BÜRGER D, PARSA A B, RAMSPERGER M, *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J], 2019, 762: 138098.
- [7] KÖRNER C, RAMSPERGER M, MEID C, *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2018, 49: 3781-3792.
- [8] MURRAY S P, PUSCH K M, POLONSKY A T, *et al.* *Microstructure and Tensile Properties of a CoNi-Based Superalloy Fabricated by Selective Electron Beam Melting*[C]//*Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Symposium on Superalloys*. Seven Springs, PA, USA: TMS, 2020.
- [9] HORST O M, RUTTERT B, BUERGER D, *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J], 2019, 758: 202-214.
- [10] YU J, SUN X, ZHAO N, *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J], 2007, 460: 420-427.
- [11] KUNZ M, TAMURA N, CHEN K, *et al.* *Review of Scientific Instruments*[J], 2009, 80(3): 035108.
- [12] LI Y, CHEN K, DANG X, *et al.* *Journal of Applied Crystallography*[J], 2020, 53(5): 1392-1403.
- [13] 姜华, 汤海波, 王华明. 稀有金属与硬质合金[J], 2014, 42(1): 46-51.
- JIANG H, TANG H B, WANG H M. *Rare Metals and Cemented Carbides*[J], 2014, 42(1): 46-51.
- [14] 梁静静, 杨彦红, 周亦甯, 等. 稀有金属材料与工程[J], 2017, 46(12): 3753-3759.
- LIANG J J, YANG Y H, ZHOU Y Z, *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2017, 46(12): 3753-3759.
- [15] 王冠, 宋巍, 梁静静, 等. 稀有金属材料与工程[J], 2024, 53(3): 787-795.
- WANG G, SONG W, LIANG J J, *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2024, 53(3): 787-795.
- [16] KAMARAJ M. *Sadhana*[J], 2003, 28(1/2): 115-128.
- [17] LIANG Y J, LI A, CHENG X, *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 688: 133-142.
- [18] 潘爱琼. 选区激光熔化成形 SRR99 镍基单晶的基础研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2013.
- PAN A Q. *Study on SRR99 Ni-Based Single-Crystal Superalloy by Selective Laser Melting*[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2013.
- [19] RAMSPERGER M, MÚJICA R L, LOPEZ-GALILEA I, *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2015, 17(10): 1486-1493.
- [20] 王华明, 唐亚俊, 张静华, 等. 材料工程[J], 1991(5): 4-7.
- WANG H M, TANG Y J, ZHANG J H, *et al.* *Journal of Materials Engineering*[J], 1991(5): 4-7.
- [21] STEUER S, HERVIER Z, THABART S, *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J], 2014, 601: 145-152.
- [22] BARABASH O M, HORTON J A, BABU S S, *et al.* *Journal of Applied Physics*[J], 2004, 96(7): 3673-3679.
- [23] LI Y, QIAN D, XUE J, *et al.* *Applied Physics Letters*[J], 2015, 107(18): 181902.
- [24] GÄUMANN M, HENRY S, CLÉTON F, WAGNIÈRE J D, *et al.* *Materials Science and Engineering: A*[J], 1999, 271(1/2): 232-241.
- [25] 冶金工业情报标准研究总所. 冶金工业标准汇编. 第 11 册: 高温合金[M]. 中国标准出版社, 1986.
- China Metallurgical Information and Standardization Institute. *Compilation of Metallurgical Industry Standards, Volume 11: Superalloys*[M]. Beijing: China Standards Press, 1986.
- [26] 陶春虎, 张卫方, 李运菊, 等. 失效分析与预防[J], 2006(4): 1-9.
- TAO C H, ZHANG W F, LI Y J, *et al.* *Failure Analysis and Prevention*[J], 2006(4): 1-9.
- [27] MATAN N, COX D C, RAE C M F, *et al.* *Acta Materialia*[J], 1999, 47(7): 2031-2045.