

激光增材制造镍基高温合金拉伸性能研究

薛庆增¹ 赵成磊² 刘纪德² 孟祥斌³ 李金国²

[1.海装沈阳局驻沈阳地区某军事代表室; 2.中国科学院金属研究所;
3.齐鲁工业大学(山东省科学院)机械与汽车工程学院]

摘 要 采用激光增材和传统铸造法制备了一种镍基高温合金,并通过扫描电镜观察了热处理后两种状态合金的微观组织结构,测试了从室温到 1 000 ℃时试样的拉伸性能,观察了试样断口特征。结果表明,激光增材制造的合金组织较不均匀,枝晶干区域内沉淀相较规则,而枝晶间区域沉淀相形貌粗大且不规则,且抗拉强度和塑性略低于普通铸造法制备的合金。室温条件下,激光增材和普通铸造试样均以解理断裂为主;中温拉伸断裂时,二者均以剪切断裂为主;高温拉伸断裂时,二者均以微孔聚集型断裂为主。应优化激光增材制造热处理工艺,提高合金内部组织均匀性,改善其强度和塑性。

关键词 镍基高温合金;激光增材制造;定向凝固;拉伸性能

中图分类号 TG132.3⁺2; TG115.5⁺2 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.11.006

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Tensile Properties of Nickel-based Superalloy Fabricated by Laser Additive Manufacture

Xue Qingzeng¹, Zhao Chenglei², Liu Jide², Meng Xiangbin³, Li Jinguo²

[1.X Military Representative Office of the Naval Equipment Department in Shenyang;
2.Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences; 3.School of Mechanical and
Automotive Engineering, Qilu University of Technology (Shandong Academy of Sciences)]

Abstract: A nickel-based superalloy was fabricated by laser additive manufacture and conventional casting method respectively. The microstructure of both alloys after heat treatment was observed by SEM. The tensile properties of specimens were tested from room temperature to 1 000 ℃, and the fracture characteristics were observed. The results indicate that the microstructure of the specimens fabricated by laser additive manufacture is heterogeneous, where the γ' precipitations at dendrite arms are regular, however, the precipitations in the interdendrite regions are coarse and irregular. The tensile strength and elongation are slightly lower than those of the alloy fabricated by conventional casting method. At room temperature, the fracture mechanisms of both specimens are dominated by cleavage fracture. In the case of medium temperatures, both are dominated by shear fracture, while those at high temperature are dominated by micropore aggregation fracture. Therefore, the heat treatment process should be optimized to improve the microstructure uniformity, strength and plasticity.

Key Words: Nickel-based Superalloy, Laser Additive Manufacture, Directional Solidification, Tensile Properties

镍基高温合金因具有优异的高温强度、抗氧化腐蚀性能,被广泛应用在航空航天、能源、化工等行业^[1,2]。更是被用于极端环境下工作的航空航天发动机和地面燃气轮机等的涡轮叶片材料,这些不同形式的涡轮叶片通常在极高温度环境下长时间工作,并且必须承受复杂的应力,因此用于制造涡轮叶片的镍基高温合金必需具

备优异的综合性能^[3,4]。随着航空工业的迅速发展,航空发动机的工作温度不断提高,这对涡轮叶片用镍基高温合金材料的承温能力提出了更高的要求,也推动了镍基高温合金从等轴晶发展到定向凝固或者单晶高温合金,部分或者完全消除了晶界的定向晶,使单晶合金承温能力大幅提高^[5]。

收稿日期:2021-05-28
基金项目:国家重点研发计划资助项目(2020YFA0714901);德阳市开放式校市合作技术研发资助项目(2018CKJ001);山东省自然科学基金资助项目(ZR2020ME110)
第一作者简介:薛庆增,男,1984 年出生,工程师,沈阳(110016),E-mail: qingzeng2005@163.com
通信作者:李金国,男,1975 年出生,研究员,沈阳(110016),E-mail: jgli@imr.ac.cn
引用格式:薛庆增,赵成磊,刘纪德,等. 激光增材制造镍基高温合金拉伸性能研究[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(11): 1 350-1 354.
XUE Q Z, ZHAO C L, LIU J D, et al. Tensile properties of nickel-based superalloy fabricated by laser additive manufacture[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(11): 1 350-1 354.

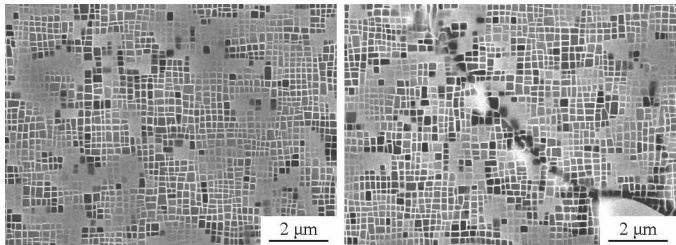
目前较为先进的高温合金多为定向凝固法制备的定向生长的树枝晶结构,这种结构对于合金的性能具有显著影响^[5~8]。而所采用的定向凝固技术为高速水冷法和液态金属冷却法。高速水冷法依靠熔体下端的强制水冷而获得一定的定向温度梯度,从而使得熔体实现定向枝晶生长。液态金属冷却法采用金属熔体实现更高速率的热量传输,从而进一步提升温度梯度和冷却速率。凝固过程中的温度梯度和冷却速率对合金的组织 and 性能具有显著影响,提高温度梯度和冷却速率可以细化合金组织,并且可以有效抑制凝固偏析行为^[9~11]。

迄今为止,传统定向凝固技术获得更高温度梯度和凝固速率方面的能力几近极限,亟需发明新型制备技术用于改善高温合金的凝固组织和力学性能。激光增材制造是一种集激光快速凝固与 3D 原型制造技术特点的新方法,不仅可以显著提高合金制备过程中的冷却速率,而且可以实现零件的近净成形^[12~16]。因此,激光增材制造技术被认为可以获得更加细密的枝晶组织、有效降低凝固过程中的元素偏析、显著提升合金初熔温度等。

LEN98M 合金是针对激光增材制造自主研制的镍基高温合金,其原型合金是低成本无 Re 第二代单晶高温合金 DD98M,该合金具有成本低、强度高和密度低等特点。前期研究工作表明,采用激光增材法制备的合金的一次枝晶间距约为 70 μm,较传统定向凝固铸造合金显著降低,且二次枝晶的生长被显著抑制^[17]。可见,激光增材制造技术较传统方法具有一定的优越性,但未对激光增材制造后 LEN98M 合金的力学性能进行测试和评价。本课题在前期工作基础上,对比研究了激光增材制造和传统定向凝固法制备试样的不同温度条件下的拉伸性能,旨在为其应用提供参考。

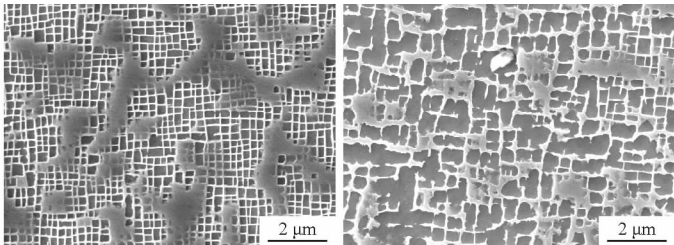
1 试验材料和方法

所用合金为 Ni-Al-Ta-Mo-W-Cr-Ti-Co 系高温合金,同时加入了一定量的 B 元素用于强化合金内的晶界,其具体成分见表 1。首先采用真空感应熔炼法熔炼出设计成分的合金锭,再分别采用传统高速水冷定向凝固法和激光增材制造法制备出两组试样,为了便于区分,将两组试样分别表示为 DZ98M 和 LEN98M。



(a) DZ98M 枝晶干

(b) DZ98M 枝晶间



(c) LEN98M 枝晶干

(d) LEN98M 枝晶间

图 2 DZ98M 和 LEN98M 合金热处理后 γ' 相的形貌

Fig.2 Morphology of γ' phase in DZ98M and LEN98M alloys after heat treatment

表 1 试验合金的成分

Tab.1 Chemical composition of the experimental alloy %						
w _B						
Al+Ti	Ta+Mo+W	Cr	C	Co	B	Ni
7.5	13	8	0.07	8	0.01	余量

DZ98M 合金采用 ZGG-0.002 型普通工业用定向凝固炉制备,定向凝固速率为 5 mm/min,真空度为 0.02 Pa,制备的试棒尺寸为 φ15 mm×200 mm。采用氩气超声雾化方法将 LEN98M 合金锭制备成近球形颗粒,手工筛选出 100~150 目的粉末,采用自主研制的 CO₂ 激光增材设备制备出块状 LEN98M 合金。两种试样采用相同的热处理工艺:1 275 ℃×4 h,空冷+1 080 ℃×4 h,空冷+870 ℃×24 h,空冷。

热处理后的试样经机加工成板状拉伸试样,其形状见图 1。采用岛津 AG-25KNE 型电子拉伸试验机进行试验,并采集拉伸过程中的载荷与位移数据。拉伸试验在大气环境下进行,试验温度分别为室温、600、760、1 000 ℃,变形速率为 6.7×10⁻⁴ s⁻¹。高温拉伸试验采用电阻炉加热方式,温度均匀性控制在±2 ℃以内。

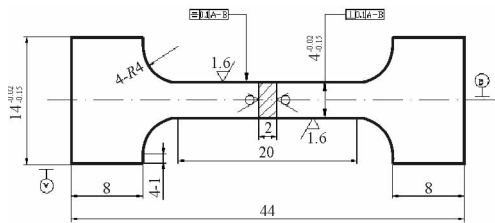


图 1 拉伸试样

Fig.1 Dimension of tensile specimens

采用 Cambridge-360 型扫描电镜对热处理后合金的微观组织进行观察。拉断后的试样采用酒精超声清洗 5 min,并采用扫描电镜对断口表面进行观察。采用 LEICA 光学显微镜对拉断后试样标距段内的组织进行观察,组织观察试样经研磨抛光后在化学腐蚀剂(配比为 100 mL 的 HCl+20 g 的 CuSO₄+100 mL 的 H₂O+5 mL 的 H₂SO₄)中腐蚀 15 s。

2 试验结果分析

2.1 合金热处理态组织

图 2 为两组不同方法制备的合金热处理后的组织。

可以看出,传统铸造法制备的合金组织呈典型的立方体形貌(见图 2a),枝晶间和枝晶干处沉淀相的形貌无明显差别,在枝晶间处可以发现较明显的亚晶界结构(见图 2b)。激光增材法制备的合金枝晶干处沉淀相呈现较为规则的立方体形貌(见图 2c),但枝晶间的沉淀相形貌非常不规则,且平均尺寸较大(见图 2d)。

对两组合金的沉淀相形态进行统计(见表 2),采用 Image J 软件对沉淀相的平均尺寸进行分析。可以看出,DZ98M 合金的枝晶干沉淀相平均尺寸与枝晶间的几乎相同,而 LEN98M 合金的枝晶间区域沉淀相平均尺寸较枝晶干处显著增加。

表 2 热处理态合金的沉淀相平均尺寸
Tab.2 The mean size of precipitated phase in heat-treated alloys

合金	枝晶干	枝晶间
LEN98M	0.30	0.43
DZ98M	0.25	0.26

2.2 力学性能分析

图 3 为 DZ98M 和 LEN98M 合金在不同温度下的力学性能。可以看出,在室温~1 000 ℃ 范围内,两组合金的抗拉强度不同。在室温~600 ℃ 范围内,二者抗拉强度随温度的变化并不明显;随后 DZ98M 合金的抗拉强度明显升高,760 ℃ 时达到峰值,之后随温度的升高逐渐降低,直至 1 000 ℃ 时达到最低值。对于 LEN98M 合金来说,温度高于 600 ℃ 后,其抗拉强度随温度的升高逐渐降低,并未出现类似 DZ98M 合金的抗拉强度峰值现象,除此之外,二者抗拉强度的测试值随温度变化趋势基本一致。

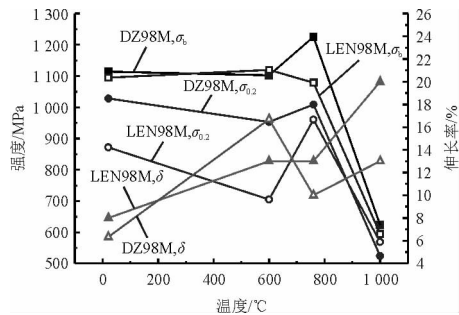


图 3 DZ98M 和 LEN98M 合金不同温度下的拉伸性能
Fig.3 The tensile properties of DZ98M and LEN98M alloys at different temperatures

从图 3 中还可以看出,屈服强度随温度的变化趋势相似。在室温~600 ℃ 范围内,二者屈服强度随温度的升高略有降低;随后屈服强度随温度的升高而升高,到 760 ℃ 时达到峰值;在 760~1 000 ℃ 范围内,屈服强度随温度的升高而逐渐降低,直至 1 000 ℃ 时达到最低值。虽然两组合金屈服强度随温度的变化趋势相似,但总体来说,DZ98M 合金的屈服强度高于激光增材法制

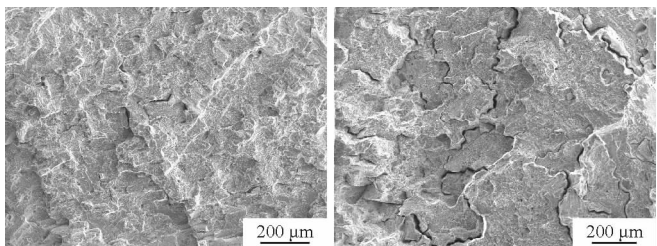
备的 LEN98M 合金。

此外,LEN98M 合金的伸长率从室温到 600 ℃ 时逐渐增加,在 600 ℃ 时达到最大值,但在 760 ℃ 时其伸长率明显降低,而后随温度的升高,伸长率又逐渐升高。而 DZ98M 合金的伸长率随温度的升高而逐渐升高。

高体积分数沉淀相的镍基高温合金变形过程中,基体 γ 相内的位错运动受到 γ' 沉淀相的阻碍,当在中低温度范围内发生变形时,热激活作用并不明显存在,因此因外力作用下的位错滑移运动占主导地位,沿 {111} 面的位错运动导致试样的宏观塑性变形产生,但位错的交滑移和攀移运动很难发生,而切入 γ' 沉淀相的位错多以位错对和反相畴的形式存在,因此,位错对切入 γ' 沉淀相的难易程度对试样的强度影响很大。前期研究结果表明,位错对切割 γ' 沉淀相时所需的应力与反相畴能成正比,而在中低温度范围内反相畴能基本保持不变^[18~21]。因此,两组试样的抗拉强度在中低温范围内未见明显变化。随着温度升高,合金内部的变形机制发生改变,在热激活作用下导致更多的滑移系发生开动,并且因交滑移和攀移导致的位错运动也使得合金更容易发生塑性变形。因此,合金在高温时的强度逐渐降低,塑性逐渐升高。

2.3 拉伸断口分析

不同温度下 DZ98M 和 LEN98M 合金的拉伸断口形貌见图 4~图 7。DZ98M 合金的断口表面宏观上比较平坦,未形成明显的剪切唇,以解理断裂形式为主;断口表面可以观察到大量的解理小平面,不同的解理面之间通过撕裂棱相互连接,沿垂直于应力方向的扩展平面相互转换时形成了较明显的河流状花样形态(见图 4a)。LEN98M 合金室温拉伸断裂后,断口表面宏观形貌也比较平直,微观上可以观察到大量的二次裂纹,同时断口上也分布着大量的解理小平面和河流状花样条纹(见图 4b)。由此可见,室温拉伸时,二者都是以解理断裂为主要失效方式。



(a) DZ98M (b) LEN98M
图 4 室温下两种合金拉伸断口形貌
Fig.4 Tensile fracture morphology at room temperature

600 ℃ 拉伸断裂后,DZ98M 合金试样边缘出现了较明显的剪切唇,并且试样宏观上呈较明显的剪切断裂特征,形成了较大面积的剪切平面,剪切面的方向与应

力轴方向大致呈 45° , 剪切面上也由于不同滑移面的交换转变而形成了一定数量的撕裂棱(见图 5a)。对于 LEN98M 合金来说, 其宏观上也形成了较明显的剪切唇, 断口表面也主要呈剪切断裂形态特征, 微观上可以观察到一定数量的解理小平面和台阶, 并且有少量的二次裂纹出现(见图 5b)。

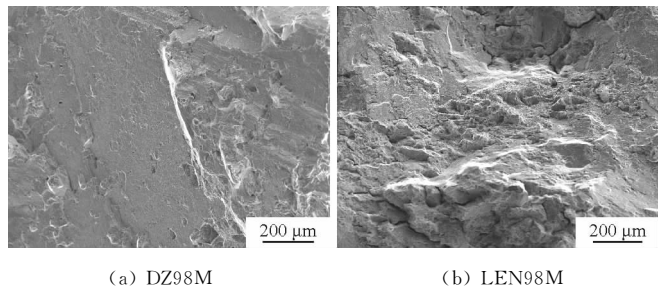


图 5 在 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 下两种合金拉伸断口形貌
Fig.5 Tensile fracture morphology at $600\text{ }^\circ\text{C}$

在 $760\text{ }^\circ\text{C}$ 拉伸断裂后, DZ98M 合金的宏观断口也呈典型的剪切断裂形貌, 断口上形成了大面积的剪切平面, 剪切平面上也出现了少量的撕裂棱和解理小台阶, 同时也可以观察到一定数量的河流状花样条纹(见图 6a)。而该条件下的 LEN98M 合金试样则呈较为起伏的微观形貌, 初步判断该形貌为沿晶断裂特征, 且可以观察到一定数量的二次微裂纹(见图 6b)。因此, 该条件下 LEN98M 合金的拉伸断裂失效形态应为沿晶断裂。

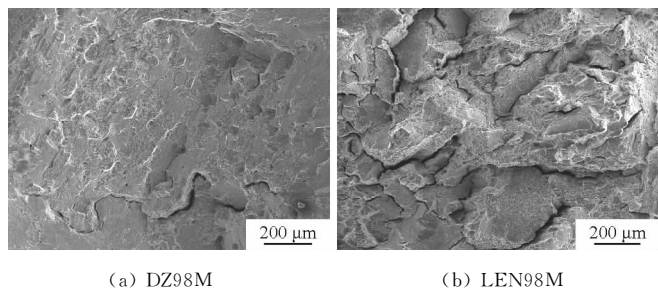


图 6 在 $760\text{ }^\circ\text{C}$ 下两种合金拉伸断口形貌
Fig.6 Tensile fracture morphology at $760\text{ }^\circ\text{C}$

在 $1\,000\text{ }^\circ\text{C}$ 拉伸断裂后, DZ98M 合金的断口宏观上呈较为平坦的形貌, 微观上可以观察到大量的韧窝和撕裂棱, 断口表面塑性变形特征明显(见图 7a)。而

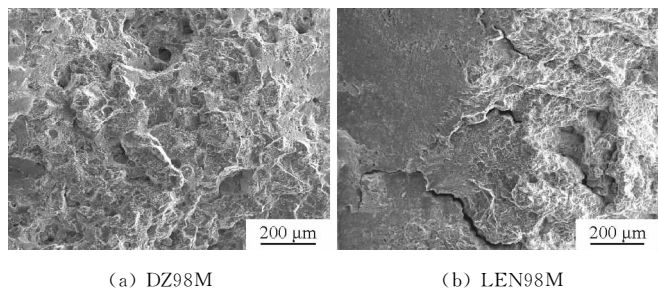


图 7 在 $1\,000\text{ }^\circ\text{C}$ 下两种合金拉伸断口形貌
Fig.7 Tensile fracture morphology at $1\,000\text{ }^\circ\text{C}$

LEN98M 合金拉伸断裂后表面也呈较为平坦的形貌, 但其表面韧窝数量较 DZ98M 数量较少, 且其断口表面可以观察到较多的二次裂纹(见图 7b)。

3 结 论

(1) 激光增材制造镍基高温合金组织较不均匀, 枝晶干区域内沉淀相较规则, 而枝晶间区域沉淀相形貌粗大且不规则; 传统铸造法制备的合金内部不同区域的微观组织不存在较明显的差别。

(2) 激光增材制造镍基高温合金的抗拉强度和塑性略低于普通铸造法制备的合金, 这与激光增材后试样内部组织结构不均匀性有关。室温条件下, 激光增材和普通铸造试样均以解理断裂为主; 中温拉伸断裂时, 二者均以剪切断裂为主; 高温拉伸断裂时, 二者均以微孔聚集型断裂为主。

(3) 激光增材制造镍基高温合金拉伸断口表面通常会观察到一定数量的二次裂纹, 这与试样晶界附近沉淀相形貌不规则的组织特征有关。

(4) 为了提高激光增材镍基高温合金的力学性能, 应优化其热处理工艺, 提高合金内部组织均匀性, 改善其强度和塑性。

参 考 文 献

- [1] 陈荣章. 单晶高温合金发展现状[J]. 材料工程, 1995(8): 3-12.
- [2] REED R C. The Superalloys Fundamentals and Applications[M]. British: Cambridge University Press, 2006.
- [3] GELL M, DUHL N D, GIAMEI A F. The development of single crystal superalloy turbine blades[J]. Superalloys, 1980: 205-214.
- [4] WUKUSICK C S, BUCHAKJIAN L. Improved and property-balanced nickel-base superalloys for producing single crystal articles. U.K. Patent: GB 2235697[P]. 1991-3-13.
- [5] MCLEAN M. Directionally solidified materials for high temperature service[J]. The Metals Society, 1983, 6 (9): 9-15.
- [6] ESAKA H, SHINOZUKA K, TAMURA M. Analysis of single crystal casting process taking into account the shape of pigtail[J]. Mater. Sci. Eng., 2005, A413-414: 151-155.
- [7] MA D X, POLACZCK A B. Application of a heat conductor technique in the production of single-crystal turbine blades[J]. Metall. Mater. Trans., 2009, B40: 738-748.
- [8] WANG F, MA D X, ZHANG J, et al. Effect of local cooling rates on the microstructures of single crystal CMSX-6 superalloy: A comparative assessment of the Bridgman and the downward directional solidification processes[J]. J. Alloys Compd., 2014, 616: 102-109.
- [9] HOUSE R A, TIN S, RAE C M F. A castability model based on elemental solid-liquid partitioning in advanced nickel-base single-crystal superalloys[J]. Metall. Mater. Trans., 2005, A36: 2 761-2 773.
- [10] LI Y F, LIU L, HUANG T W, et al. Multi-scale characterization of stray grain in the platform of nickel-base single crystal turbine blade[J]. Vacuum, 2016, 131: 181-187.
- [11] 李海松, 李林蓄, 曾洪, 等. 镍基高温合金单晶叶片凝固组织模拟[J]. 特种铸造及有色合金, 2018, 38(12): 1 312-1 316.

激光修复在高温合金叶片及构件用装备中的应用及发展

陈少峰¹ 李金国² 梁静静² 徐 伟¹

(1. 东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室;
2. 中国科学院金属研究所师昌绪先进材料创新中心高温结构材料研究部)

摘 要 高温合金由于其优异的高温力学性能和抗腐蚀性能,广泛应用于航空发动机、燃气轮机的叶片等关键热端部件。在高温、高压及腐蚀环境下的长期服役过程中,容易出现裂纹、磨损等损伤,导致零件失效。激光增材制造为高温合金叶片等损伤部件的修复再利用提供了新的可行途径。综述了激光修复技术在高温合金叶片等部件中的应用现状,重点从杂晶及裂纹两个方面分析了目前激光修复高温合金所面临的主要问题及研究现状。总结了激光修复高温合金的新手段新方法,并对激光修复高温合金的未来发展趋势进行了展望。

关键词 激光修复技术;高温合金叶片及构件用装备;杂晶;裂纹

中图分类号 TG132.3⁺2 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.11.007 开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Application and Development of Laser Repair in Superalloy Blades and Equipment for Components

Chen Shaofeng¹, Li Jinguo², Liang Jingjing², Xu Wei¹

(1. The State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University;
2. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Superalloys Division,
Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences)

Abstract: Due to the excellent high-temperature mechanical properties and corrosion resistance, superalloys are widely used in critical components such as blades of aero-engines and gas turbines. In the long-term service process under high temperature, high pressure and corrosive environment, damages such as cracks and abrasion are easy to appear, leading to the failure of components. Laser additive manufacturing provides a new feasible way for the repair and reuse of damaged components such as superalloy blades. The application status of laser repair technology in superalloy blades and other components was reviewed, focusing on main problems and research status in aspects of stray grain and cracks. The new methods of laser repairing superalloys were summarized, and the future development trend was prospected.

Key Words: Laser Repair Technology, Superalloy Blades and Equipment for Components, Stray Grain, Cracks

收稿日期:2021-06-15
第一作者简介:陈少峰,男,1995 年出生,硕士研究生,沈阳(110016),E-mail:csf1125@126.com
通信作者:李金国,男,1975 年出生,研究员,沈阳(110016),E-mail:jgli@imr.ac.cn
引用格式:陈少峰,李金国,梁静静,等. 激光修复在高温合金叶片及构件用装备中的应用及发展[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(11):1 354-1 360.
CHEN S F, LI J G, LIANG J J, et al. Application and development of laser repair in superalloy blades and equipment for components[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(11):1 354-1 360.

[12] 黄卫东,林鑫,陈静. 激光立体成形——高性能致密金属零件的快速自由成形[M]. 西安:西北工业大学出版社,2007.

[13] 张剑峰,张建华,赵剑峰,等. 激光快速成形制造技术的应用研究进展[J]. 中国学术期刊电子出版社,2002(7):36-37.

[14] 刘录录,孙荣禄. 激光熔覆技术及工业应用研究进展[J]. 热加工工艺,2007,36(11):58-61.

[15] 高阳,佟百运,梁勇,等. 激光熔覆 Ni 基合金涂层的结构与性能[J].材料研究学报,2003,17(1):87-91.

[16] 黄健,姜山. 3D 打印技术将掀起“第三次工业革命”? [J]. 新材料产业,2013(1):62-63.

[17] 赵成磊,刘纪德,李金国,等. 激光增材制造 98M 合金的微观组织[J]. 稀有金属材料与工程,2017, 46 (10): 2 999-3 004.

[18] TAUNT R J, RALPH B. Observations of the fine structure of su-

perdislocations in Ni₃Al by field-ion microscopy[J]. Philosophical Magazine, 1974, 30(6): 1 379-1 394.

[19] HANCOCK J, DILLAMORE I L, SMALLMAN R E. The creep of dispersion-strengthened Ni-Co alloys[J]. Metal Science, 1972, 6(1): 152-156.

[20] GLATZEL U, FELLER-KNIEPMEIER M. Microstructure and dislocation configurations in fatigued[001]specimens of the nickel-based superalloy CMSX-6[J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1991, 25(8): 1 845-1 850.

[21] VEYSSIERE P, YOO M H, HORTON J A, et al. Temperature effect on superdislocation dissociation on a cube plane in Ni₃Al[J]. Philosophical Magazine Letters, 1989, 59(2): 61-68.

(编辑:彭瑾)