

激光立体成形 K465 高温合金的组织研究

李秋歌, 林 鑫, 王杏华, 刘丰刚, 杨海欧, 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: 采用激光立体成形技术制备了 K465 镍基高温合金试样, 研究了晶粒、 γ' 强化相及碳化物等组织的特征及演化规律。结果表明: 试样中心区域内晶粒粗大, 顶部边缘区域晶粒细小; 试样内枝晶呈现明显的沿沉积方向外延生长特点, 在接近试样底部的部分, 熔覆层顶部由于重熔不完全而出现转向枝晶区; 熔覆层交界处的 γ' 相尺寸略大于层内的 γ' 相, 枝晶间的 γ' 相尺寸略大于枝晶干上的 γ' 相; MC 碳化物呈现多种形貌, 底部存在分叉发达的花瓣状 MC 碳化物, 中部有较多短棒状 MC 碳化物, 顶部存在棒状和八面体状的 MC 碳化物。

关键词: 激光立体成形; K465 高温合金; 组织

中图分类号: TN24; TG132.3⁺²

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)05-1215-05

K465 合金是一种主要通过有序的 γ' -Ni₃(Al, Ti) 相和碳化物强化的镍基铸造高温合金, 由于具有良好的高温强度和耐腐蚀性能而被广泛应用于航空发动机的涡轮叶片和导向叶片^[1,2]。叶片在长期服役使用下会造成损伤, 若能对损伤部件进行快速经济的修复将具有重要的工程意义^[3]。由于激光束作用区域小, 对本体的影响较小^[4-7], 并能获得与本体进行冶金结合的沉积区, 采用基于激光立体成形 (laser solid forming, LSF) 技术的激光成形修复 (laser forming repairing, LFR) 技术能够实现复杂受损构件的几何和力学性能的高性能成形和修复^[8], 因此 LSF 技术自 20 世纪 90 年代中期开始出现即迅速发展, 在飞机发动机的涡轮叶片等热端零部件的成形和修复方面具有重要的应用前景^[9-11]。

激光立体成形 K465 叶片时, 激光沉积区经历了快速的加热和凝固过程, 沉积区的组织发展将会受到热过程的影响, MC 碳化物的形貌, γ' 强化相的颗粒尺寸和形貌都将会由于快速凝固而与铸造基体产生较大的差异, 而沉积区的组织又会对成形试样的力学性能产生直接作用。掌握 K465 合金在激光立体成形过程中的组织特点, 对促进该技术在铸造高温合金零件成形和修复中的应用具有重要作用。目前关于 K465 合金的组织报道还主要是针对普通铸造条件下的凝固特征, 有关激光立体成形过程中的组织特征则报道极少。本实验采用激光立体成形技术, 在铸造 K465 高温合

金基材表面制备了单道多层的激光立体成形试样, 研究了试样的晶粒和强化相形貌, 以期能为 K465 高温合金叶片的激光立体成形和高性能修复提供重要的理论基础。

1 实 验

激光立体成形实验是在西北工业大学凝固技术国家重点实验室自行建立的 LSF-III 激光立体成形设备上完成。实验所采用的激光器为 4 kW 连续波 CO₂ 激光器, 波长为 10.6 μm 。实验用基材取自于 K465 高温合金发动机涡轮叶片, 加工成 $\Phi 30 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 的试样。成形粉末为旋转电极法制备的 K465 球形粉末, 粒度为 43~160 μm 。粉末的名义成分 (质量分数, %) 为 0.17 C, 9.20 Cr, 2.40 Ti, 5.50 Al, 1.81 Mo, 10.02 W, 9.91 Co, 1.20 Nb, 0.005 B, 余量 Ni。实验在手套箱中进行, 采用氩气为保护气和载粉气, 手套箱内配备有一台预热炉, 对基材进行同步的预热和保温。激光立体成形工艺参数如表 1 所示。

表 1 激光立体成形工艺参数

Table 1 Process parameters of laser solid forming

Laser power/ W	Scan speed/ mm min ⁻¹	Spot diameter/ mm	Powder feeding rate/g min ⁻¹	Preheating temperature/ °C	Increment of Z/ mm
1000	100	3	10	800	0.2

收稿日期: 2015-05-07

基金项目: 国家自然科学基金 (51323008); 国家高技术研究发展计划 (2013AA031103); 国家重点基础研究发展计划 (2011CB610402); 西北工业大学凝固技术国家重点实验室开放基金 (SKLSP201306); 中国博士后科学基金 (2014M552485); 中国高等学校学科创新引智计划 (08040)

作者简介: 李秋歌, 女, 1979 年生, 博士生, 实验师, 西北工业大学凝固技术国家重点实验, 陕西 西安 710072, 电话: 029-88495095, E-mail: lqg@nwpu.edu.cn

成形后, 使用线切割沿垂直于激光束扫描方向切割试样, 按标准金相制样方法制备试样, 腐蚀剂为 15 mL HF+35 mL HNO₃+75 mL H₂O 的混合液, 利用 Olympus GX71 光学显微镜 (OM) 对试样进行宏观组织观察。试样经电解腐蚀后用 TESCAN VEGAII-LMH 扫描电镜 (SEM) 观察其显微组织形貌, 电解腐蚀在 12 mL H₃PO₄+40 mL HNO₃+48 mL H₂SO₄ 混合溶液中进行, 腐蚀电压为 6 V, 腐蚀时间为 5 s。

2 结果与讨论

2.1 试样宏观晶粒形貌

激光立体成形参数如激光功率 P 、扫描速度 V 、光斑直径 D 和送粉量 Q 等不但影响成形件的质量, 还将通过影响熔池中的温度梯度和凝固速度来影响凝固组织, 从而决定激光立体成形试样最终的凝固形态^[12]。G äumann 等^[13]利用最新的凝固理论成果, 对高温合金 CMSX-4 激光熔池中固液界面前沿等轴晶和柱状晶的转化 (CET) 进行了计算。表明不同的工艺参数组合可以得到不同的凝固显微组织。

图 1a 显示激光立体成形 K465 合金单道多层试样的横截面宏观组织。图中 A 区为铸件基材区, B 区为热影响区, C 区为激光沉积区。在 A 区域可以看到粗大的枝晶形貌, 如图 1b, 这是 K465 合金常规铸造条件下形成的组织特征。图 1c 显示了铸造条件下的微观组织特征。基材中含有大量的立方状 γ' 相, 少量团状

$\gamma+\gamma'$ 共晶和块状的尺寸大小不等的 MC 碳化物, 同时还有微量呈白色丝状不连续分布在晶界的硼化物。从图 1c 中还可以看出, 晶界上的 γ' 相呈链状分布, 平均尺寸是 1.88 μm , 晶内的 γ' 相的平均尺寸是 0.73 μm 。B 区域是一个宽度不足 200 μm 的弧形区域, 颜色较亮, 这是邻近沉积区的基材部分的原始组织受到激光立体成形中的再热影响, 发生相变后所形成的区域。C 区域激光沉积区呈宏观层带结构, 层与层交界处有一条弧线, 两弧线之间的距离与单层沉积的层高相当, 沉积区域呈现细密柱状枝晶组织特征。图 1d 是采用偏振光观察的沉积区中上部的宏观组织形貌。从图中可以看到, 沉积区中心区域(图中 D 区域)内柱状晶粒尺寸较为粗大, 而在沉积区边缘包围了一圈细小的等轴晶(图中 E 区域)。D 区域粗大的柱状晶粒是因为在激光立体成形中熔池中心区域存在沿沉积方向较大的温度梯度, 使得自基材外延生长的柱状晶通过竞争淘汰, 形成了趋向于沉积方向生长的粗大柱状晶。E 区域的细晶区是由于沉积试样的外层与周围的空气接触, 热交换充分, 冷却速度快, 过冷度大, 同时, 近边缘处熔池的温度梯度趋向于垂直试样表面, 导致熔池侧面区域形成大量的晶核, 晶核来不及充分长大, 就与其他晶粒接触而停止生长, 形成了表层的细晶区。

2.2 试样枝晶形貌

图 2a 是沉积区底部 OM 组织, 图 2b 是其局部放大的照片。从图中可以看出, 在热影响区与沉积区的结合界面处存在宽度约为 4 μm 的白亮区域, 这种白亮组织主要是因为沉积区第 1 层成形时, 熔池的底部温度梯度大, 而其凝固速率较低, 熔池底部的液态金属进行典型的平界面凝固生长所形成。在白亮组织之上的区域, 可以看到细小的柱状枝晶列, 这是因为随着离熔池底部距离的增大, 温度梯度逐渐减小, 界面生长速率逐渐增大, 导致平界面失稳而满足枝晶生长的条件。有意思的是, 在部分沉积层间, 也就是单沉积层柱状晶区的顶部, 还可以观察到趋向于平行扫描方向生长的转向枝晶区(图 2c)。转向枝晶的产生主要是因为熔池的顶部, 温度梯度的方向将由底部垂直扫描方向逐渐转变为顶部的接近甚至平行扫描方向, 导致沿平行扫描方向的枝晶占据有利的生长地位, 从而出现枝晶生长方向改变的现象。由于近试样底部, 基材的冷却强度较大, 使得进行下一层熔覆沉积时重熔深度较小, 导致转向枝晶区无法被完全重熔, 进而留存下来而成为下一熔覆沉积层的外延生长基底, 阻断了前一熔覆沉积层组织的进一步外延生长。图 2c 是转向枝晶横截面的高倍 OM 照片, 从图中可以看出, 转向枝晶同样呈现典型的柱状枝晶列生长。图 2d 是转

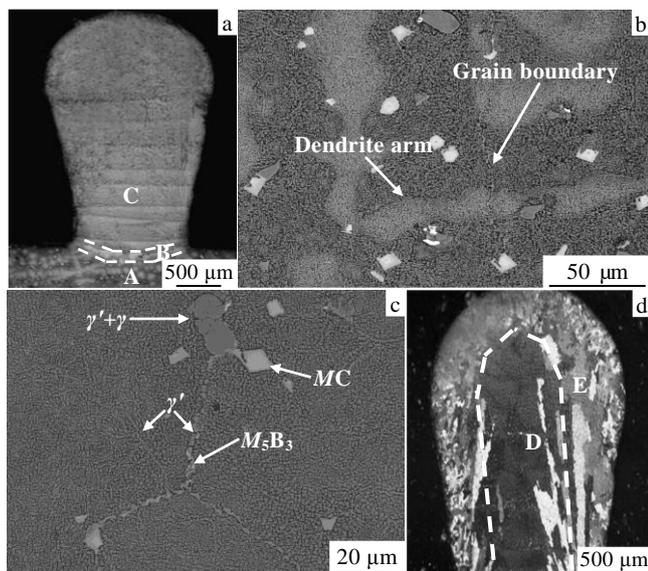


图 1 试样组织特征

Fig.1 Morphological characteristics of the LSFed specimen: (a) macromorphology, (b) morphology characteristics of dendrites in cast substrate, (c) typical phases in cast substrate, and (d) grain characteristics in deposited area

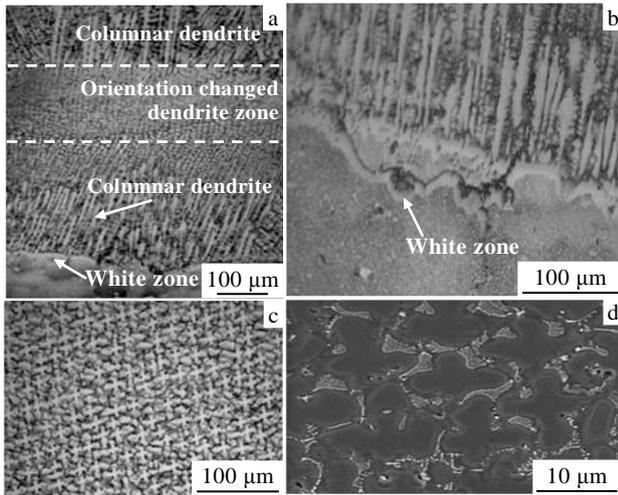


图 2 试样枝晶形貌特征

Fig.2 Morphology characteristics of dendrites in the LSFed specimen: (a) morphological characteristics at the bottom, (b) white zone, and (c, d) orientation changed dendrite zone

向枝晶的高倍 SEM 照片，从中可以看到，转向枝晶的平均一次臂间距大概在 10 μm 左右，枝晶间存在共晶相组织。在图 2a 中转向枝晶顶部区域，可以看到类似于第 1 层底部的柱状枝晶区，这说明此区域已经进入第 2 层沉积区域范围，组织特征与第 1 层类似，只是呈现出从转向枝晶区进行外延生长的柱状晶生长特征。

随着熔覆沉积层数的增加，往复熔覆的热积累效应导致熔覆沉积层的重熔深度不断增加，转向枝晶区逐渐减小并消失。图 3 给出了当熔覆沉积层顶部转向枝晶区被完全重熔后的沉积区层与层结合区域附近的形貌照片。从图中可以看出，当转向枝晶区被完全重熔后，不同沉积层组织将实现连续的外延生长，仅是在沉积层间，由于底部枝晶为前一熔覆层顶部较低温度梯度下形成的粗大发达的柱状枝晶，而顶部枝晶为

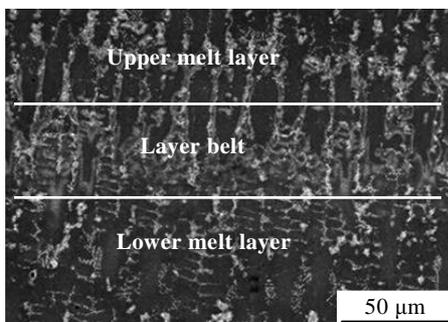


图 3 熔覆层交界处枝晶形貌

Fig.3 Morphological characteristics of dendrites at the junction of adjacent cladding layers

后一熔覆层底部高温温度梯度下形成的二次臂退化的柱状枝晶，产生了不同熔覆沉积层间层带现象。

2.3 强化相分析

2.3.1 γ'相

图 4a 和图 4b 分别为熔覆层交界处及熔覆层内 γ'相形貌特征。从图中可以看出，不论是在沉积层内还是在熔覆层与层的交界处，枝晶干 γ'相均排列致密，尺寸较小，而枝晶间的 γ'相则尺寸较大。铸造条件下 γ'相在枝晶干和枝晶间的尺寸差异已有报道。在 Rene88DT 镍基高温合金的激光立体成形中，Lin^[14]发现，γ'相在枝晶干上的尺寸要小于枝晶间。分析认为，这主要是因为 γ'相形成元素 Ti 容易在枝晶间偏析，Ti 元素在枝晶间的偏析一方面造成晶界上的 γ'相固溶温度高于晶内，在冷却过程中，晶界上的 γ'相在较高温度下首先析出；另一方面，根据 LSW 粗化理论^[15]，γ'相形成元素 Ti 在晶界的富集也导致晶界 γ'相的粗化速度要比晶内快，因此枝晶间 γ'相相比于晶内尺寸较大。从图中还可以看出，熔覆层交界处枝晶间和枝晶干的 γ'相尺寸分别约为 90 和 70 nm，二者皆比熔覆沉积层内的枝晶间和枝晶干上的 γ'相尺寸(约 74 和 47 nm)略大。这主要是因为，在逐层沉积时，激光束会对下一层顶部区域产生再热作用，促使此区域的 γ'相进一步长大，因此尺寸略微大于层内区域。

2.3.2 MC 碳化物

图 5a 是沉积试样底部 MC 碳化物组织形貌。其中，

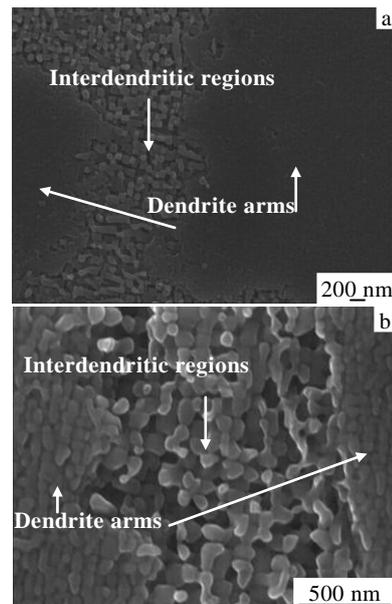


图 4 沉积区枝晶干和枝晶间 γ'形貌

Fig.4 Morphological characteristics of γ' phase at dendrite arms

and interdendritic regions in deposited area: (a) junction

of adjacent cladding layers and (b) inside of the layers

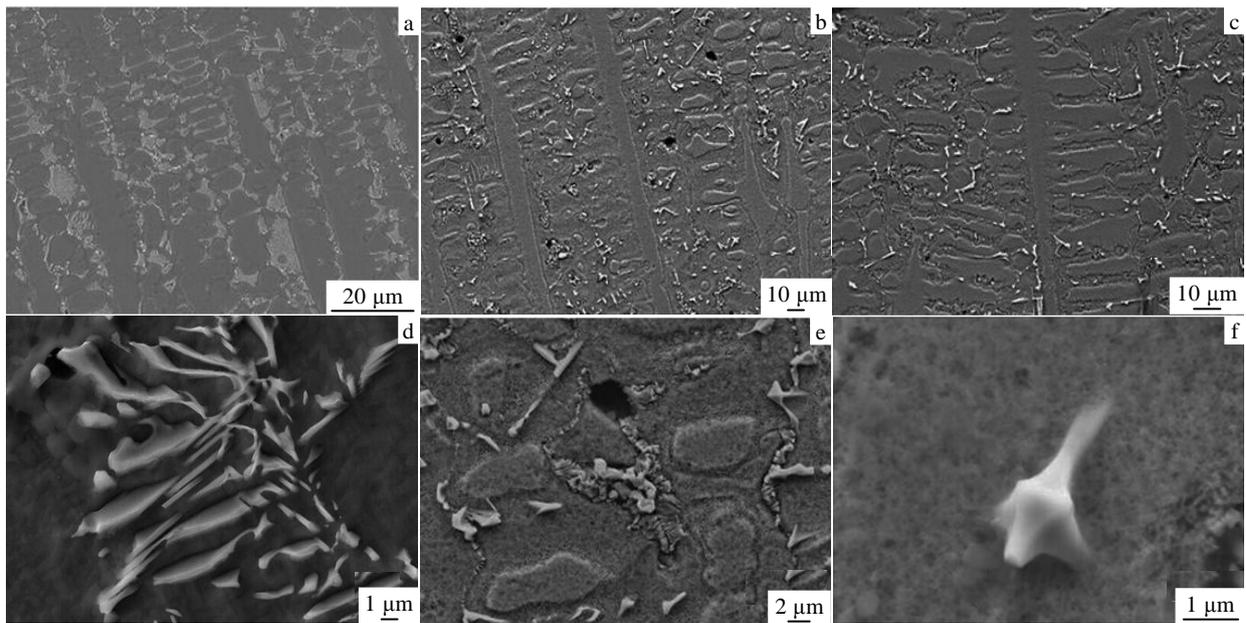


图 5 沉积区 MC 碳化物组织

Fig.5 Morphological characteristics of MC carbides in deposited area: (a, d) bottom; (b, e) middle; (c, f) top

在柱状枝晶间分布有大量呈花团状的 MC 碳化物。从图 5b 高倍 SEM 照片中可以看到，碳化物不断分叉，枝条细密，分布在枝晶间。图 5c 为沉积试样中部 MC 碳化物的组织照片。可以看出，此区域枝晶相比底部二次臂更为发达，枝晶间同样分布有大量的 MC 碳化物。图 5d 为此区域高倍 SEM 照片。可以看到，短棒状和锚状碳化物在晶界和枝晶间出现。图 5e 是沉积试样顶部 MC 碳化物形貌的 SEM 照片。从图中可以看出，沉积试样顶部的枝晶更为粗大发达，在枝晶间、晶界上分布有较多的棒状 MC 碳化物。图 5f 是图 5e 局部区域中出现的一个顶角略微有些伸长的八面体状的 MC 碳化物形貌。

以往的研究表明^[16-21]， MC 碳化物通常以八面体形貌形核。而 MC 碳化物的最终形貌是由其生长速率、生长空间以及成分条件共同决定的。

K465 合金在凝固过程中，在枝晶间溶质富集的液体中会发生 $L \rightarrow MC + \gamma$ 的共晶反应。 MC 是共晶相中的主导形核相， MC 碳化物为了维持其界面前沿的成分条件，和 γ 相协同生长^[18]。在激光立体成形过程中，沉积试样底部的激光熔池由于受到基材的强冷作用，冷却速率大，易有较多的碳化物核胚生成。随着碳化物的生长，八面体的核胚会变得不稳定，进而有大量薄且长的枝晶臂从碳化物核胚顶点扩展出来，在枝晶臂上又会按照侧向台阶机制扩展，并会在一些具有面缺陷的台阶上出现分叉生长。因此，可以看到底部 MC

碳化物枝条非常细密。

在沉积试样中部，由于往复熔覆沉积的热积累，熔池的冷却速率减小，因此 MC 碳化物分叉减弱，形核后的 MC 碳化物从顶点长出枝晶臂，并且扩展了一定长度后停止。因此，在沉积区中部有大量呈现短棒状的 MC 碳化物，且碳化物八面体失稳形成的特征仍被保留下来。

在沉积试样顶部，热积累作用导致的熔池温度梯度进一步降低，使得此处的柱状枝晶变得更为粗大，同时，冷却速率进一步降低，碳化物除了有棒状的特征，还有少数的八面体的特征。此时，局部某些位置上的碳化物在形核后能够满足近平衡增大的条件，仅在顶角长出很短的枝晶臂。因此，看起来就像是初始形核的八面体形貌。

3 结 论

1) 采用激光立体成形技术可以制备 K465 高温合金试样。试样内枝晶呈现明显的沿沉积方向外延生长特点，在接近试样底部的部分熔覆层顶部出现转向枝晶区。试样中心区域内晶粒粗大，顶部边缘区域晶粒细小。

2) 成形试样呈宏观层带结构，熔覆层交界处的 γ' 相尺寸略大于层内的 γ' 相，枝晶间的 γ' 相尺寸略大于枝晶干上的 γ' 相。

3) 成形试样中 MC 碳化物呈现多种形貌，底部存

在分叉发达的花瓣状 MC 碳化物, 中部有较多短棒状 MC 碳化物, 顶部存在棒状和八面体状的 MC 碳化物。

参考文献 References

- [1] Seo S M, Kim I S, Lee J H *et al.* *Metall Mater Trans A*[J], 2007, 38(4): 883
- [2] Vishwakarma K R, Richards N L, Chaturvedi M C. *Mater Sci Eng A*[J], 2008, 480(1): 517
- [3] Bower T F, Brody H D, Flemings M C. *Transaction of the Metallurgical Society of AIME*[J], 1966, 236: 624
- [4] Lin X, Yue T M, Yang H O *et al.* *Acta Mater*[J], 2006, 54: 1901
- [5] Gaumann M, Henry S, Cleton F *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1999, A271: 232
- [6] Liu F C, Lin X, Huang C P *et al.* *J Alloy Compd*[J], 2011, 205: 4505
- [7] Lin X, Yang H O, Chen J *et al.* *Acta Metall Sin*[J], 2006, 42: 361
- [8] Huang Weidong(黄卫东), Li Yanmin(李延民), Feng Liping(冯莉萍) *et al.* *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2002, 3(10): 40
- [9] G äumann M, Henry S, Cleton F *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1999, 271(1): 232
- [10] Sheng Dinggao(盛定高). *Foundry Technology*(铸造技术)[J], 2009, 30(10): 1341
- [11] Xue Lei(薛 蕾), Huang Weidong(黄卫东), Chen Jing(陈 静) *et al.* *Foundry Technology*(铸造技术)[J], 2008, 29(3): 391
- [12] Feng Liping(冯莉萍), Huang Weidong(黄卫东), Li Yanmin(李延民) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2002, 38(5): 501
- [13] G äumann M, Bezencon C, Canalis P *et al.* *Acta Mater*[J], 2001, 49(6): 1051
- [14] Lin X, Yue T M, Yang H O *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 2005, 391(1): 325
- [15] Lifshitz I M, Slyozov V V. *J Phys Chem Solids*[J], 1961, 28(5): 35
- [16] Liu Lin(刘 林), Fu Hengzhi(傅恒志), Shi Zhengxing(史正兴). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1989, 25(4): 282
- [17] Pollock T M, Tin S. *J Propul Power*[J], 2006, 22(2): 361
- [18] Chen J, Lee J H, Jo C Y *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1998, 247(1): 113
- [19] Wang H M, Zhang J H, Tang Y J *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1992, 156(1): 109
- [20] Chen Y, Wang H M. *Scripta Mater*[J], 2004, 50(4): 507
- [21] Yu Huan(余 欢), Li Lian(李 炼), Zhou Zhenzhen(周珍珍) *et al.* *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2014, 34(3): 1

Microstructure of Laser Solid Forming K465 Superalloy

Li Qiuge, Lin Xin, Wang Xinghua, Liu Fenggang, Yang Haiou, Huang Weidong

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

Abstract: A sample of K465 nickel-base superalloy was prepared by laser solid forming (LSF) technology. The microstructure evolution of grains, γ' phase and carbides was investigated. It is found that the central region of the sample consists of coarse grains, while the top edge of the sample consists of fine grains. Dendrites in the sample present apparent epitaxial growth along the deposition direction, but the vergens dendrites appear occasionally at the top of several cladding layers near the bottom of the sample due to the inadequate remelting depth. The γ' particles at the junction of adjacent cladding layers are larger than that inside the layers, and the interdendritic γ' phase is larger than that at the core of dendrites. MC carbides present variable morphology in the sample, that is, flowerlike at the bottom, short rod-like in the middle and octahedral at the top.

Key words: laser solid forming; K465 superalloy; microstructure

Corresponding author: Lin Xin, Professor, State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88460510, E-mail: xlin@nwpu.edu.cn