

# 激光立体成形镍基单晶高温合金显微组织研究

梁静静, 杨彦红, 周亦胄, 李金国, 王亮, 金涛, 孙晓峰

(中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

**摘要:** 采用激光立体成形 (Laser Solid Forming, LSF) 技术制备了一种镍基单晶高温合金, 对沉积态和热处理态试样进行了显微组织观察。结果表明, 沉积态单晶高温合金试样中下部为二次枝晶不发达的微细枝晶, 一次枝晶间距随试样高度的增大而略有增加; 试样的顶部存在转向枝晶层。枝晶间均匀弥散分布着类圆形显微疏松和小块状 MC 型碳化物。透射显微镜观察可知, 沉积态试样  $\gamma$  基体中分布着大量纳米级  $\gamma'$  颗粒。沉积过程中累积的残余应力在  $\gamma$  基体中萌生了位错, 并推动了位错滑移, 致使一些位错在  $\gamma$  基体通道中发生缠结, 有些位错甚至切入  $\gamma'$ 。进行固溶+两级时效热处理后, 试样发生了完全再结晶, 再结晶晶粒大小极度不均匀, 有些再结晶晶粒中还存在孪晶。热处理后, LSF 试样中  $\gamma'$  析出相的尺寸分布与传统铸造合金热处理后相似。

**关键词:** 激光立体成形; 单晶高温合金; 热处理; 再结晶

**中图分类号:** TG146.1<sup>+</sup>5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2017)12-3753-07

现代航空工业的发展要求发动机具有更大的推重比和更高的热效率。单晶高温合金因为消除了晶界这一薄弱环节, 可充分利用热处理优化强化相  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al 的大小、分布和体积分数, 大幅度提高了自身的高温强度, 已成为国内外先进航空发动机涡轮叶片的首选材料。然而, 由于单晶合金涡轮叶片的服役环境非常恶劣, 在服役过程中, 叶片常因磨蚀、高温气体冲刷烧蚀等原因造成叶尖磨损、裂纹和局部烧蚀等问题, 无法继续正常使用。单晶叶片结构复杂, 制备工序繁冗, 成品率低, 致使单晶叶片的制备周期长; 且单晶合金中含有较多贵金属, 所以单晶叶片的成本居高不下。因此, 采用合适的修复技术对损伤叶片进行快速、高性能修复, 减少叶片更换, 具有重大的经济意义和工程意义<sup>[1-3]</sup>。

激光立体成形 (Laser Solid Forming, LSF) 技术是近年来新兴的先进制造技术, 能够实现高性能复杂结构金属零件的无磨具、快速、全致密近净成形<sup>[4,5]</sup>。与传统的修复技术相比, LSF 修复过程中可严格控制热输入量, 热影响区小; 修复区与叶片为致密的冶金结合, 不易剥落; 修复区也易于遗传叶片基体的晶体取向, 生成与基体取向一致的枝晶组织。这为单晶叶片的修复提供了一种可行途径<sup>[6,7]</sup>。瑞士洛桑联邦理工学院 Kurz 课题组研究了激光工艺参数对 CMSX-4 单晶合金枝晶生长行为的影响, 并基于合金凝固理论, 建

立了修复工艺参数与枝晶生长行为之间的内在关联, 为激光修复单晶高温合金显微组织的控制提供了理论依据<sup>[8,9]</sup>。Liu 和 Dupont 在 Kurz 的研究基础上, 发展了一种三维熔池解析模型, 计算结果表明激光熔池形状和单晶基体取向对成形区枝晶生长和杂晶形成具有重要影响<sup>[10]</sup>。上海交通大学 Z. Y. Liu 等通过理论计算, 研究了工艺参数对熔池特征及凝固参数的影响, 进而分析了送粉状态下熔池中枝晶的生长行为<sup>[11-13]</sup>。王华明等研究了激光表面重熔状态下单晶合金的显微组织、枝晶生长和溶质分配, 结果表明激光表面快速凝固完全消除了枝晶间  $\gamma/\gamma'$  低熔点共晶, 形成特殊花状的碳化物<sup>[14,15]</sup>。西北工业大学 W. D. Huang 等也研究了激光表面重熔单晶合金时的基体晶体取向对枝晶生长行为的影响<sup>[7]</sup>, 并采用透明模型合金实时观察了 (001) 晶面上进行激光重熔时熔池内枝晶的演化过程<sup>[16]</sup>。上述研究都有助于理解激光修复工艺条件下单晶合金的枝晶生长行为和显微组织。但到目前为止, 关于 LSF 单晶高温合金块体材料显微组织结构方面的详细表征较少。

显微组织是决定使用性能的关键, 鉴于此, 本工作以具有重要工程应用背景的一种第 2 代镍基单晶高温合金为研究对象, 利用 LSF 技术在同种成分的传统铸造单晶合金 (001) 晶面上外延生长修复层, 探讨修复层沉积态及热处理态的微观组织结构, 为 LSF 技术

收稿日期: 2016-12-20

基金项目: 国家自然科学基金 (51401210, U1508213); 国家高技术研究发展计划 (“863” 计划) (2014AA041701)

作者简介: 梁静静, 女, 1982 年生, 博士, 副研究员, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-23971787, E-mail: jiliang@imr.ac.cn

修复单晶涡轮叶片提供理论基础和实验依据。

## 1 实验

在真空感应熔炼炉中将高温合金母合金熔炼成外径  $\Phi 80$  mm, 内径  $\Phi 30$  mm 的中空棒材, 以此棒材为原料, 采用超声气体雾化法制备激光立体成形专用粉末, 粉末粒度为  $170 \sim 85 \mu\text{m}$ , 其化学成分如表 1 所示。在实验进行前, 将合金粉末在干燥箱中烘干, 以去除粉末中水分, 提高流动性和成形质量, 烘干温度为  $150^\circ\text{C}$ , 保温时间  $90 \text{ min}$ 。激光立体成形选用经完全热处理态后的传统定向凝固 (DS) 单晶高温合金为基材, 在其 (001) 晶面上进行修复层的外延生长。LSF 成形前, 用 150# 砂纸将基材表面打磨平整。

LSF 实验在中国科学院金属研究所搭建的激光成形设备上进行。该设备激光器为 CP4000 快轴流  $\text{CO}_2$  激光器, 粉末输送是由包含 4 路对称送粉管的同轴送粉器完成, 载粉气体为 Ar 气。激光成形主要工艺参数如表 2 所示。成形试样尺寸为  $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ 。成形时沿直线扫描, 当前层扫描路径与上一层路径顺时针相差  $105^\circ$ 。

利用线切割将成形后的试样沿剖面一分为二, 并用丙酮、酒精去油清洗。其中一块用于沉积态显微组

表 1 基材及高温合金粉末的化学成分

Table 1 Chemical composition of the substrate and powder ( $\omega/\%$ )

	Cr	Co	W	Mo	Ta	Al	Hf	Re	B	C	Y	Ni
Substrate	6.99	7.78	5.23	1.84	6.80	6.30	0.12	3.02	0.003	0.058	0.01	Bal.
Powder	6.84	7.79	5.32	1.81	6.86	6.16	0.13	2.87	0.003	0.049	<0.01	Bal.

表 2 激光立体成形工艺参数

Table 2 Parameters of the laser solid forming (LSF) process

Laser power/W	Spot diameter/mm	Velocity/ $\text{mm s}^{-1}$	Powder feed rate/ $\text{g min}^{-1}$	Overlap/%
400~800	0.8	10~15	2~3	45

织观察; 另一块在马弗炉中进行热处理, 热处理制度采用  $1310^\circ\text{C}/4 \text{ h}$  空冷 +  $1130^\circ\text{C}/4 \text{ h}$  空冷 +  $900^\circ\text{C}/16 \text{ h}$  空冷。沉积态和热处理态试样经磨制和抛光后, 采用  $\text{HCl}$  ( $20 \text{ mL}$ ) +  $\text{CuSO}_4$  ( $5 \text{ g}$ ) +  $\text{H}_2\text{O}$  ( $25 \text{ mL}$ ) 化学腐蚀剂腐蚀样品。利用金相显微镜 (OM, LEICA) 和扫描电子显微镜 (SEM; JSM-6301F; Japan) 观察试样的显微组织; 用 Image-Pro Plus 软件统计热处理后试样中  $\gamma'$ - $\text{Ni}_3\text{Al}$  析出相的尺寸 ( $\gamma'$ - $\text{Ni}_3\text{Al}$  析出相的边长  $a$ ); 通过透射电子显微镜 (TEM; Philips-EM 400; Netherlands) 对沉积态试样中细小析出相和位错进行观察, 并结合选区电子衍射 (SAED) 确定组成相。

## 2 结果与讨论

### 2.1 沉积态显微组织

图 1 显示了 LSF 沉积态试样纵剖面的金相组织。由图 1 可知, LSF 沉积态试样的显微组织为自底部向上连续生长的微细枝晶, 枝晶组织细密, 二次枝晶不发达, 一次枝晶间距随着距基体/沉积层界面距离的增大而略有增加, 在基材附近为  $5 \sim 7 \mu\text{m}$ , 接近试样顶部时为  $9 \sim 11 \mu\text{m}$ , 远低于传统铸造合金中的一次直径间距 (约  $100 \mu\text{m}$ )。在 LSF 沉积态试样的顶部存在转向枝晶层, 厚度为  $200 \sim 500 \mu\text{m}$  (图 1c)。另外, LSF 试样中层与层之间的层带结构明显, 是熔池与已凝固层的界面, 为道次/层次的形成痕迹。沉积态中这种中下部为微细柱晶、顶部为转向枝晶的显微组织取决于 LSF 的凝固特点。

LSF 过程中涉及的凝固行为与传统单晶高温合金制备技术 (DS) 不同, 它是非常小的液态熔池在相对非常大的固态基体上发生的凝固行为。凝固时温度梯度高、凝固速率快, 属于非平衡快速凝固, 显微组织明显细化。凝固过程中, 由于基体温度较低, 熔池底部的热量主要从基体散失, 使沉积层易于遗传基体的晶体取向, 在熔池底部形成具有一定晶体取向的柱/



图 1 LSF 单晶合金沉积态试样纵剖面金相组织

Fig. 1 Cross-section microstructure of the as-deposited LSF sample at different positions: (a) bottom, (b) middle, and (c) top

枝晶<sup>[17-19]</sup>。然而，由于熔池上部熔体的温度可通过表面散去，其温度梯度方向与熔池下部不同，一般接近激光扫描方向，故易于在表面形成一层沿着扫描方向的转向枝晶。在沉积过程中，可通过控制当前层的重熔深度将前一层转向枝晶完全熔化，使成形组织从前一层柱/枝晶部分外延生长，即可获得与基体取向一致的单晶组织<sup>[20]</sup>。随着沉积过程的进行，未充分冷却的单晶基体和已凝固层温度明显升高，使后续熔池的温度梯度逐渐降低，所以，枝晶间距随着沉积层高度的增大而增加。

采用  $\text{CuSO}_4$  腐蚀剂对 LSF 试样进行了轻微腐蚀，而后利用 SEM 的二次电子模式在较低倍数下对其进行了显微组织观察，如图 2 所示。在本实验的工艺条件下，基体和沉积层中均含有一定量的疏松。基体中疏松大小不均匀，在  $5\sim 20\ \mu\text{m}$  之间，一般分布于枝晶间（图 2a）；LSF 沉积层中疏松也分布于枝晶间，呈圆形，细小、尺寸均匀，为  $1\sim 3\ \mu\text{m}$ ，其数量远高于基体中疏松的数量（图 2b）。为对比沉积层和基体中疏松含量，分别对这两部分疏松面积百分比进行了统计。统计时，基体和沉积层中均选取 10 个视场。结果显示，沉积层中疏松面积百分比为  $0.39\% \pm 0.2$ ，而基体中为  $0.42\% \pm 0.39$ ，这就说明采用 LSF 成形工艺所得试样的疏松含量略低于传统定向凝固（DS）单晶试样。

除疏松外，沉积层中枝晶间还弥散分布着白色、细小、颗粒状析出物，尺寸不足  $1\ \mu\text{m}$ （图 2b），基体中枝晶间也有白色析出物，其多呈棒条状，尺寸也较大（图 2a）。已有研究表明，基体中这种白色析出物是富 Ta、Hf 和 Mo 的 MC 型碳化物<sup>[21]</sup>。为确定 LSF 成形试样中碳化物的种类，对其进行了 TEM 选区电子衍射（SAED）分析，如图 3 所示，结果表明，该析出相也为 MC 型碳化物。可见，凝固速度的提高虽然使碳化物细化，但并未影响碳化物的类型。由于沉积层中碳化物尺寸太小，未能对其进行百分含量统计。

$\gamma'$ - $\text{Ni}_3\text{Al}$  是单晶高温合金中的主要强化相，对合金力学性能的影响至关重要。为揭示 LSF 制备试样中  $\gamma'$

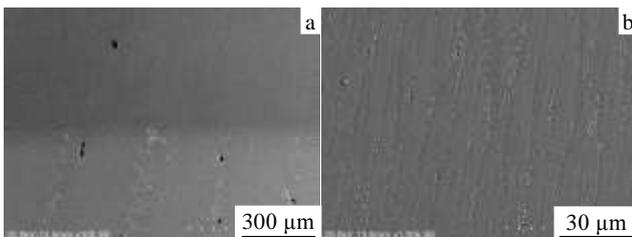


图 2 LSF 单晶合金沉积态试样纵剖面 SEM 组织

Fig.2 SEM microstructures of the as-deposited LSF sample at different positions: (a) bottom and (b) middle

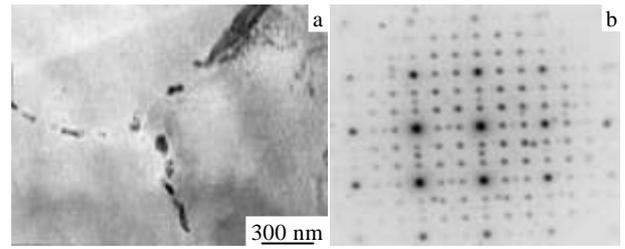


图 3 沉积态试样中碳化物 TEM 形貌和相应的选区电子衍射花样

Fig.3 TEM morphology (a) and corresponding SAED pattern (b) of the MC carbide in the as-deposited sample

的析出情况，对试样基材/沉积层界面区域和沉积层进行了较大倍数的 SEM 观察，如图 4 所示。图 4a 下部区域为基材热影响区，中上部为沉积层。可见，试样的显微组织在热影响区/沉积层的界面发生突变。热影响区呈现出铸造单晶高温合金的典型形貌，立方状  $\gamma'$  析出相均匀弥散分布于  $\gamma$ -Ni 基体上。而在沉积层中，无论是接近基材位置（图 4a）还是远离基材（图 4b），均未发现  $\gamma'$  析出相。Xue 等在 LSF 成形 IN738 高温合金时也发现了相同的结果<sup>[20, 22]</sup>。这与传统 DS 合金中完全不同。推测，导致该现象出现的原因有 2 个：(1) LSF 成形过程中冷却速度非常快，形成了  $\gamma$  过饱和固溶体，确实没有  $\gamma'$  析出；(2)  $\gamma'$  已经在成形过程中形核并开始长大，但是由于冷却速度太快， $\gamma'$  相的尺寸较小，在 SEM 观察时未被发现。

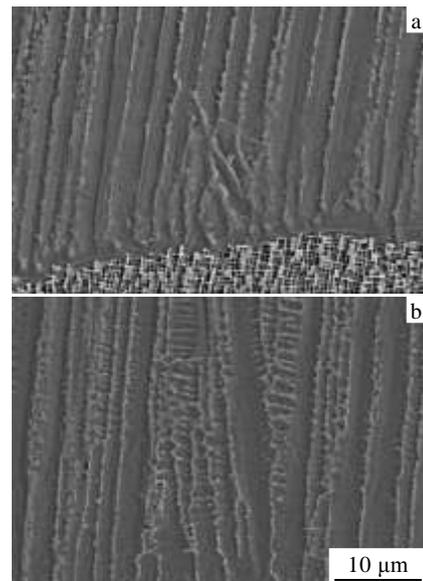


图 4 LSF 沉积态试样纵剖面 SEM 形貌

Fig.4 SEM images of as-deposited LSF sample at different positions: (a) bottom and (b) middle

为确定沉积态试样中  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al 析出相是否存在, 利用 TEM/SAED 对沉积态试样进行了分析, 结果如图 5 所示。可见, 纳米级块状  $\gamma'$ 析出相弥散分布于基体中, 尺寸为 10~50 nm。这就说明 LSF 成形过程中, 确有  $\gamma'$ 相形核析出。但是由于  $\gamma'$ 析出相太小, 导致 SEM 观察时未发现。推测, 这种纳米级  $\gamma'$ 相析出的时间有 2 种可能。第 1, 熔池凝固后冷却速度还不足以快到抑制  $\gamma'$ 的形核长大, 即  $\gamma'$ 在熔池凝固后的冷却过程中析出; 第 2, 熔池凝固时冷却速度太快, 形成  $\gamma$  过饱和固溶体,  $\gamma'$ 未能形核析出。但是由于 LSF 是逐点凝固、逐层堆积的成形过程, 在该过程中, 当前层凝固时必然会对已经凝固层形成一定的热影响, 使已凝固层温度升高。此时,  $\gamma'$ 从过饱和的  $\gamma$  基体中析出。无论上述哪种情况,  $\gamma'$ 析出时冷却速度都非常快, 限制了  $\gamma'$ 析出相的大小。

图 6 显示了沉积态试样中的位错组态, 可以看出, 试样中出现了大量位错。这些位错多以单根位错的形式出现在  $\gamma$  基体通道中 (图 6), 有些位错切入  $\gamma'$ 颗粒 (图 6a 中箭头所示); 在局部区域, 一些位错还发生了相互缠结 (图 6b 中箭头所示)。可见, 沉积态试样中存在较大的残余应力, 该残余应力与 LSF 成形特点密切相关<sup>[4]</sup>。LSF 过程中, 由于熔池不同区域凝固收缩程度及冷却速度不同, 致使熔池凝固收缩受到周围的约束, 产生热应力。虽然后续熔覆过程中热量的输入能够提高已沉积部分的温度, 相当于对已沉积部分进行了去应力退火, 可以部分松弛熔覆层中的热应力, 但还不能完全消除。这种残余应力可使已沉积层发生塑形变形, 在  $\gamma$  基体中萌生位错, 并推动位错滑移, 导致一些位错切入  $\gamma'$ 或在局部区域发生缠结。当这种残余应力累积到一定程度, 就会在试样中萌生微裂纹, 甚至使试样发生宏观开裂。

## 2.2 热处理态显微组织

由于 LSF 成形试样中存在残余应力, 进行热处理

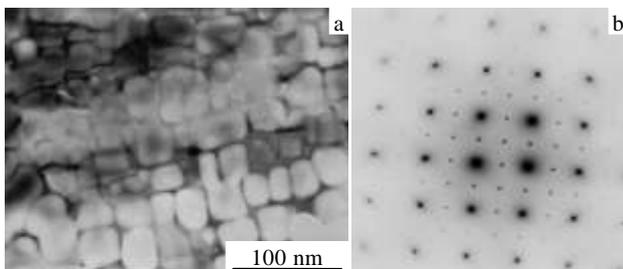


图 5 沉积态 LSF 试样中  $\gamma'$ 的 TEM 形貌和相应选区电子衍射花样

Fig.5 TEM morphology (a) and corresponding SAED pattern (b) of  $\gamma'$  precipitates in the as-deposited LSF sample

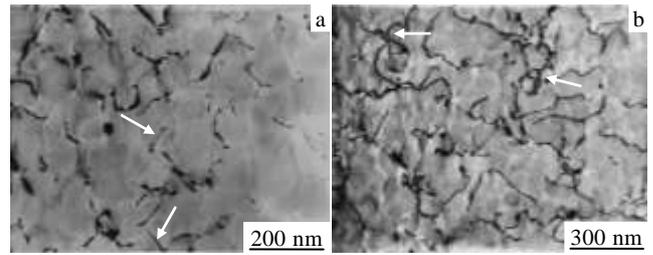


图 6 沉积态 LSF 试样中位错组态

Fig.6 Dislocation configurations of the as-deposited LSF sample

后 (1310 °C/4 h 空冷 + 1130 °C/4 h 空冷 + 900 °C/16 h 空冷), 试样发生了明显的再结晶。热处理前后试样剖面金相组织的宏观照片如图 7 所示。可见, 热处理后再结晶晶粒几乎覆盖整个试样, 只有接近基体的一薄层区域未发生再结晶 (图 7b)。再结晶晶粒大小非常不均匀, 试样边部区域再结晶晶粒相对较小 (图 7a), 内部晶粒异常粗大 (图 7b 和图 8b), 有些再结晶晶粒中还发现孪晶, 如图 8c 中箭头所示。另外, 热处理后再结晶试样局部区域出现了微裂纹, 微裂纹数量较少, 一般出现在再结晶的晶界或再结晶晶粒内部 (图 8d)。图 9 显示了微裂纹的 SEM 形貌, 可见裂纹两侧边界的  $\gamma'$ 形貌规则, 与远离裂纹的区域基本相似, 且有  $\gamma$  基体通道伸向裂纹。据此推测, 裂纹应在热处理后期或冷却过程中,  $\gamma'$ 相析出后, 才开始萌生扩展的。

刘奋成等<sup>[23]</sup>研究了 LSF GH4169 合金沉积态及 1100 °C 保温后试样的显微组织和晶体取向, 结果表明, 沉积态 GH4169 在 1100 °C 保温 5 min 后原柱状晶边界处和层与层交界处发生再结晶, 此时, 再结晶晶粒尺寸局部区域极不均匀。1100 °C 保温 30 min 后, 整个试样的再结晶过程已经基本完成, 整个晶粒结构变为较细小的等轴晶, 晶粒尺寸在 10~100  $\mu\text{m}$  范围内, 有些晶粒内部存在大量孪晶。在此实验基础上, 作者提出了依靠成形后的再结晶过程实现 LSF GH4169 晶粒组织由柱状晶向等轴晶的转变。对比本文与文献[23]的实验结果可见, LSF 单晶合金试样和 GH4169 变形高温合金均发生了完全再结晶, 再结晶晶粒尺寸不均

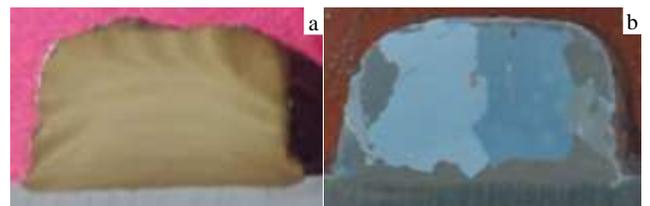


图 7 沉积态和标准热处理后 LSF 成形试样的宏观照片

Fig.7 Graphs of as-deposited (a) and heat treated (b) LSF samples

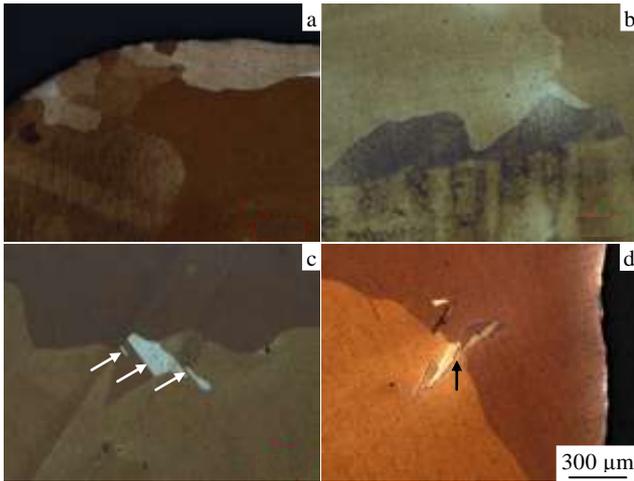


图 8 热处理后 LSF 成形试样再结晶区金相组织  
Fig.8 OM microstructures of recrystallized regions in the heat treated LSF sample: (a, b) thick grain, (c) twin, and (d) micro cracks

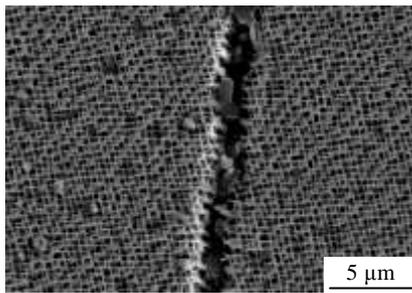


图 9 热处理后 LSF 试样中 SEM 裂纹形貌  
Fig.9 SEM microstructures of cracks in heat treated LSF sample

匀，有些晶粒内部存在孪晶界。但由于单晶合金经历了较高温度和较长时间的热处理，促进了再结晶晶粒的长大，使该合金再结晶晶粒尺寸相对较大。

LSF 试样经热处理后整个试样均析出了  $\gamma'$  强化相，如图 10 所示。在未发生再结晶的区域中，枝晶干和枝晶间的  $\gamma'$  呈现不同形貌，枝晶干上  $\gamma'$  相尺寸较小，形貌规整，呈立方状，其中有部分  $\gamma'$  相边角发生钝化（图 10a 和 10b）。枝晶间  $\gamma'$  相尺寸略大，且形状不规则。在再结晶区域，通过小块状碳化物的分布可区分枝晶干和枝晶间。详细观察可知，枝晶干和枝晶间的  $\gamma'$  相形貌无明显差异，均呈规则立方状，且无明显边角钝化现象（图 10c 和 10d）。可见，LSF 试样再结晶后，枝晶组织变得不明显。对再结晶区域和未再结晶区域的  $\gamma'$  相尺寸进行了统计，结果显示这 2 个区域  $\gamma'$  相尺寸分布均符合高斯分布，因此对其进行了高斯拟合，并给出了高斯分布的半高宽（FWHM）和  $\gamma'$  相尺

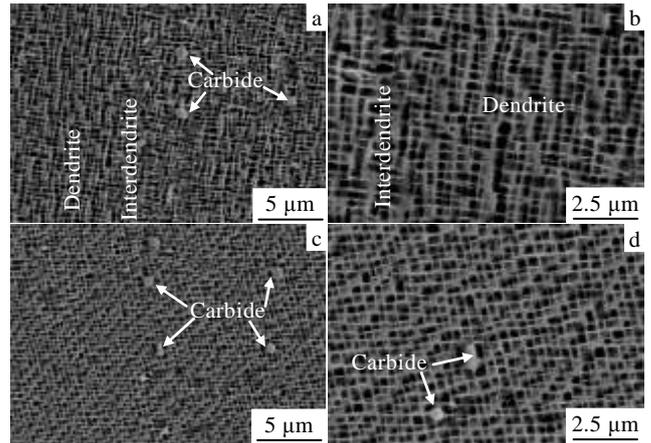


图 10 LSF 试样热处理后未再结晶和再结晶区域  $\gamma'$  形貌  
Fig.10  $\gamma'$  morphologies of un-recrystallized (a, b) and recrystallized (c, d) regions in heat treated LSF sample

寸的平均值  $\bar{a}$ ，如图 11 所示。其中，半高宽（FWHM）代表了  $\gamma'$  相尺寸分布的均匀性。可见，再结晶区域  $\gamma'$  相的平均尺寸约为  $0.29 \mu\text{m}$ ，与未发生再结晶区域的  $0.30 \mu\text{m}$  基本相当；再结晶区域高斯分布的半高宽略低，表明该区域  $\gamma'$  相尺寸均匀性较好。

已有研究表明<sup>[24]</sup>，在进行热处理时，再结晶晶粒在最大畸变处依靠亚晶或晶界弓出方式形核；形核后，借助周围位错的滑移或攀移自发、稳定地长大。在本

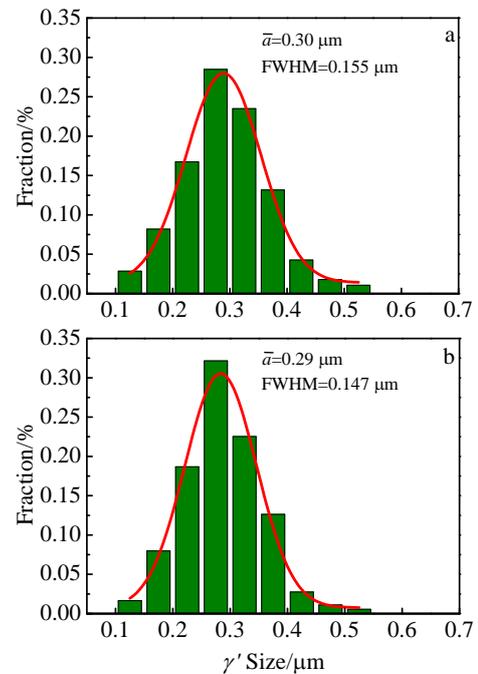


图 11 LSF 试样热处理后未再结晶和再结晶区域  $\gamma'$  尺寸  
Fig.11  $\gamma'$  size of un-recrystallized (a) and recrystallized (b) regions in the heat treated LSF sample

实验中,再结晶和未再结晶区域  $\gamma'$  相大小、形貌在枝晶间略有不同。推测当再结晶晶界迁移通过枝晶组织时,大幅度释放枝晶干和枝晶间储存的变形能;且在热处理时,成分均匀化明显,故再结晶区域枝晶干和枝晶间  $\gamma'$  相形貌基本相同,尺寸分布也比较均匀。而在未发生再结晶的区域,虽然枝晶干和枝晶间的元素分布也得到充分均匀化,但枝晶组织中储存的变形能释放较少,尤其是枝晶间区域,故导致枝晶干与枝晶间  $\gamma'$  相形貌相差较大。

图 12 显示了传统铸造高温合金标准热处理后  $\gamma'$  相形貌。对比图 12 和图 10 可见,LSF 和铸造 2 种成形工艺在经过相同热处理后, $\gamma'$  相尺寸相差不大,均在  $0.30\ \mu\text{m}$  左右。Xue 等<sup>[22]</sup> 研究 LSF IN 738 高温合金  $\gamma'$  相形貌时发现,该合金经铸造 IN 738 合金标准热处理 ( $1120\ \text{C}/2\ \text{h AC} + 845\ \text{C}/24\ \text{h AC}$ ) 后,基体中存在粗细 2 种尺寸的  $\gamma'$  颗粒,这与传统铸造 IN738 合金热处理后相似。但 LSF 成形试样中  $\gamma'$  颗粒平均尺寸分别为  $0.35$  和  $0.08\ \mu\text{m}$ , 小于铸造试样中  $\gamma'$  颗粒的尺寸:  $0.75$  和  $0.14\ \mu\text{m}$ 。由此可见,LSF 成形试样经过热处理后,试样中  $\gamma'$  相尺寸分布与铸造合金的相似,但 IN 738 中  $\gamma'$  与铸造试样相差较大。推测可能是本实验试样经  $1310\ \text{C}/4\ \text{h}$  固溶处理时,可较大程度地释放试样中存留的变形能,故固溶后无论是 LSF 成形还是铸造,其试样中存留的变形能相差不大;而两级时效 ( $1130\ \text{C}/4\ \text{h}$  空冷 +  $900\ \text{C}/16\ \text{h}$  空冷) 是调整和优化  $\gamma'$  颗粒形貌和尺寸分布的关键,故 LSF 成形试样中  $\gamma'$  相尺寸分布与原铸造合金相似。但对于 LSF 成形的 IN 738 合金而言,未经历高温固溶过程,试样中存留的变形能影响了热处理时  $\gamma'$  颗粒的长大,所以,其与铸造合金中  $\gamma'$  尺寸相差较大。

通常情况下, $\gamma'$  析出相排列的规则程度以及  $\gamma$  基体通道的宽度等都对合金的力学性能有明显影响。 $\gamma'$  析出相排列越规则,分布越均匀(包括枝晶间与枝晶干),

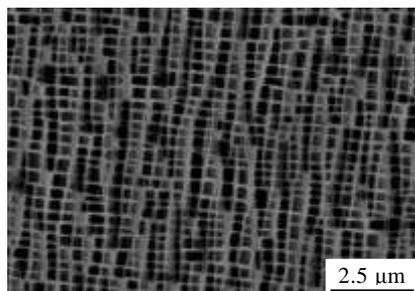


图 12 传统定向凝固试样热处理后  $\gamma'$  形貌

Fig. 12  $\gamma'$  morphology of the directionally solidified sample after standard heat treatment

合金的综合力学性能就越好。然而,虽然 LSF 成形的单晶高温合金经标准热处理后  $\gamma'$  相尺寸和分布较均匀,与铸造合金相差不大,但对于单晶合金而言,C、B、Hf 等晶界强化元素含量少,晶界强度低。再结晶后形成的新晶界,能够大幅度降低单晶的力学性能,故在生产和使用中必须严格避免再结晶晶界的出现。

### 3 结 论

1) 激光立体成形单晶高温合金沉积态试样中下部是微细柱/枝晶形貌的单晶组织,顶部存在几百微米厚的转向枝晶层;一次枝晶间距为  $5\sim 11\ \mu\text{m}$ ;显微疏松细小、弥散,疏松含量与铸态相当;尺寸不足  $1\ \mu\text{m}$  的小块状 MC 型碳化物均匀弥散分布于枝晶间; $\gamma$  基体中分布着大量的小块状  $\gamma'$  颗粒,尺寸在  $10\sim 50\ \text{nm}$  之间。

2) 由于成形过程中累积的残余应力较大,经过合金标准热处理后,沉积态试样发生了完全再结晶,再结晶晶粒大小极度不均匀,有些再结晶晶粒中出现了孪晶,局部区域存在微裂纹。

3) 由于固溶处理温度较高,能够较大程度地释放试样中存留的变形能,使得两级时效后 LSF 试样中  $\gamma'$  析出相的尺寸分布与铸造合金热处理后相似。

#### 参考文献 References

- [1] Mokadem S, Bezen çon C, Hauert A *et al.* *Metall Mater Trans A*[J], 2007, 38: 1500
- [2] Vilar R, Santos E C. *Adv Mater Res*[J], 2011, 278: 503
- [3] Vilar R, Santos E C, Ferreira P N *et al.* *Acta Mater*[J], 2009, 57: 5292
- [4] Huang Weidong(黄卫东), Lin Xin(林 鑫), Chen Jing(陈 静) *et al.* *Laser Solid Forming*(激光立体成形)[M]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University Press, 2007
- [5] Huang Weidong(黄卫东). *Rare Metal Mater Eng*(稀有金属材料与工程) [J], 2005, 34(3): 543
- [6] Vilar R, Almeida A. *J Laser Appl*[J], 2015, 27: S17 004
- [7] Yang S, Huang W D, Liu W J *et al.* *Acta Mater*[J], 2002, 50: 315
- [8] G äumann M, Henry S, Cl éton F *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1999, 271: 232
- [9] G äumann M, Bezen çon C, Canalis P *et al.* *Acta Mater*[J], 2001, 49: 1051
- [10] Liu W P, Dupont J N. *Acta Mater*[J], 2005, 53: 1545
- [11] Liu Z Y, Qi H. *Metall Mater Trans*[J], 2014, 45A: 1903
- [12] Liu Z Y, Qi H. *Acta Mater*[J], 2015, 87: 248
- [13] Liu Z Y, Qi H. *J Mater Process Technol*[J], 2015, 216: 19

- [14] Wang Huaming(王华明), Zhang Jinghua(张静华), Tang Yajun(唐亚俊) *et al. Acta Metall Sin(金属学报)*[J], 1991, 27: 403
- [15] Wang Hua(王华明), Tang Yajun(唐亚俊), Zhang Jinghua(张静华) *et al. Acta Metall Sin(金属学报)*[J], 1991, 27: 92
- [16] Wang Lilin(王理林), Lin Xin(林 鑫), Wang Yonghui(王永辉) *et al. Acta Metall Sin(金属学报)*[J], 2015, 51: 492
- [17] Santos E C, Kida K, Rozwadowska J *et al. Adv Mater Res*[J], 2012, 418-420: 1564
- [18] Jiang M, Zhang J S, Jiang X P *et al. Mater Lett*[J], 1989, 7: 449
- [19] Felberbaum L, Voisey K, G äumann M *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2001, 299: 152
- [20] Chen J Y, Xue L J. *Mater Sci Engin A*[J], 2010, 527: 7318
- [21] Bondarenko Y A, Kablov E N, Morozova G I. *Metal Science & Heat Treatment*[J], 1999, 41: 61
- [22] Xue L J, Chen J Y, Islam M U *et al. International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO)*[C], 2000: 30
- [23] Liu Fencheng(刘奋成), Lin Xin(林 鑫), Yu Xiaobin(余小斌), *et al. Acta Metall Sin(金属学报)*[J], 2014, 50: 463
- [24] Meng J, Wang L, Jin T *et al. Mater Res Innovation*[J], 2014, 18: 435

## Microstructures of Nickel-base Single-Crystal Superalloy Prepared by Laser Solid Forming

Liang Jingjing, Yang Yanhong, Zhou Yizhou, Li Jinguo, Wang Liang, Jin Tao, Sun Xiaofeng  
(Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**Abstract:** Single-crystal superalloys have been commonly used in modern advanced aero engines to produce high-pressure high-temperature turbine blades. In order to extend the lifetime of single-crystal turbine blades, repair of cracked and worn ones is of great interest. Laser Solid Forming (LSF) is a prospective technology that can be used to repair single-crystal blades. In this study, the microstructure of the as-deposited and heat-treated LSF single-crystal superalloy has been characterized through optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). The as-deposited LSF sample shows a directionally solidified columnar dendrites growing almost parallel to the building direction. Between the dendrites, nearly round microporosity and blocky MC carbide particles are dispersed uniformly. TEM results indicate that many nano  $\gamma'$  particles precipitate in  $\gamma$  matrix. In addition, during LSF deposition process, stress is formed, which generates plenty of dislocations. During heat treatment, the LSF sample experiences full recrystallization. The recrystallization grains are in different sizes, and twins are found in some recrystallized grains. Because the residual stress is fully released during heat treatment, the size and shape of  $\gamma'$  precipitates in the recrystallized and un-recrystallized regions are similar to those in conventionally cast samples.

**Key words:** laser solid forming; single crystal superalloy; heat treatment; recrystallization

---

Corresponding author: Liang Jingjing, Ph. D., Associate Professor, Superalloy Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971787, E-mail: jjliang@imr.ac.cn