

超声振动及热处理对激光直接成形 IN718 高温合金组织及性能的影响

王 潭, 张安峰, 梁少端, 张 晓, 严深平, 张连重, 李涤尘

(西安交通大学 机械制造系统工程国家重点实验室, 陕西 西安 710049)

摘 要: 研究了超声振动及热处理对激光直接成形 IN718 高温合金微观组织和拉伸性能的影响。结果表明: 施加超声振动后, 与沉积态相比, 微观组织得到细化, 显微硬度和拉伸性能得到提高, 且抗拉强度、屈服强度和断面收缩率分别提高了 2.7%、6.1%和 10.6%; 经均匀化+固溶+双极时效热处理后, 柱状枝晶组织转变为等轴状再结晶组织, Laves 相固溶消失, 在晶界和晶内弥散析出颗粒状或细针状 δ 相, 基体上析出大量 γ'' 和 γ' 强化相, 合金性能得到进一步改善, 抗拉强度、屈服强度和延伸率分别为 1418 MPa、1217 MPa 和 19%, 达到了锻件的技术标准 Q/3B 548-1996(高强)。

关键词: 激光技术; 激光直接成形; 超声振动; IN718 高温合金; 微观组织; 拉伸性能

中图分类号: TG665; TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)11-3499-05

IN718 是一种时效硬化型 Ni-Cr-Fe 基变形高温合金, 其基体相为奥氏体 γ 相, 以 γ'' 相 (Ni₃Nb) 为主要强化相, 在温度 650 °C 以下具有较高的强度、优异的抗蠕变性能和疲劳性能以及良好的抗氧化性能、热加工性能、焊接性能和长期组织稳定性, 广泛应用于航空、航天、化工等领域, 主要用来制造涡轮盘、鼓筒轴等航空发动机和核反应堆中的关键部件^[1,2]。激光直接成形是一种先进的、近年来发展迅速的金属增材制造技术, 以其所具有的能近净成形任意复杂结构零件、成本低、材料利用率高等优点, 成为高性能复杂 IN718 高温合金构件的一种重要制造手段^[3-5]。由于激光直接成形过程具有快冷快凝的特点, 熔池的形成、凝固和冷却都是在极短的时间内完成的, 易在成形件产生气孔、裂纹、熔合不良等缺陷, 且在成形过程中由于温度场分布不均衡, 导致残余应力的产生, 对成形件的动静强度造成不利影响。此外, 由于成形件通常具有粗大的柱状晶组织, 使涡轮盘等零件的激光直接成形受到一定限制。因此, 实现激光直接成形零件组织的致密化、均匀化及晶粒的细化具有极高的工程应用价值。而超声振动在金属凝固过程中具有改善金属凝固组织、细化晶粒、均化组织成分的作用, 并能有效的减小或消除残余应力^[6-8]。因此, 本研究将超声振动引入到 IN718 激光直接成形过程中, 并通过热处理进一步优化成形件的微观组织, 改善成形件的力

学性能。采用微观分析测试方法, 研究了超声振动及热处理对激光直接成形 IN718 微观组织和力学性能的影响规律。

1 实 验

实验所用超声振动辅助激光直接成形系统由激光直接成形系统和超声振动系统组成^[9]。激光直接成形系统为西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室自主研发的 LDF-1000A 型激光直接成形系统, 由 JK1002SM 型 1KW Nd:YAG 激光器、DSPF-2 型高精度可调双筒自动送粉器、三轴联动数控工作台以及同轴送粉喷嘴组成。超声振动系统由超声波发生器、超声波换能器、超声载物台及换能器冷却系统组成。超声波换能器在超声波发生器的驱动下将高频电振荡信号转换成超声振动, 超声波通过基板传入熔融的金属熔池中, 对液态金属持续作用, 从而对金属结晶过程产生影响。

实验所用的成形材料为 IN718 高温合金球形粉末, 粉末粒度为 50~100 μm , 基材为 100 mm×100 mm×4 mm 的 GH4169 板材, 粉末与基材的化学成分如表 1 所示。实验前将 IN718 高温合金粉末置于真空干燥箱中, 在 120 °C 条件下保温 4 h, 对粉末进行干燥, 以提高粉末流动性。基材表面经砂轮打磨后, 用丙酮和乙醇清洗, 以去除表面油污和氧化膜。成形过程中采用惰性气体氩气作为保护气氛, 并采用氩气作为载粉气。

收稿日期: 2017-11-15

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51275392); 陕西省科技统筹创新工程计划项目 (2015KTTSGY03-06)

作者简介: 王 潭, 男, 1988 年生, 硕士, 西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室, 陕西 西安 710049, 电话: 029-83395020, E-mail: wangtan315@stu.xjtu.edu.cn

表 1 IN718 高温合金粉末和 GH4169 基材的主要成分

Table 1 Main composition of IN718 superalloy powder and GH4169 substrate (wt%)

Element	IN718 powder	GH4169 substrate
C	0.026	0.043
Ni	53.07	52.73
Nb	4.86	5.11
Mo	3.01	3.10
Al	0.33	0.57
Ti	0.92	0.92
Cr	18.48	19.75
Fe	Bal.	Bal.

拉伸试样分为 3 组：第 1 组为未施加超声振动的实体成形试样（简记为 As-deposited）；第 2 组在激光直接成形过程中引入超声频率为 17 kHz、超声电流为 200 mA 的超声振动（简记为 17K）；第 3 组在成形过程中引入超声频率为 17 kHz、超声电流为 200 mA 的超声振动，并在成形结束后进行热处理，热处理制度为：1100 °C/1.5 h/空冷（均匀化）+960 °C/1 h/空冷（固溶）+720 °C/8 h/炉冷→620 °C/8 h/空冷（双级时效）（简记为 17K+1100STA）。3 组试样的激光成形工艺参数如下：激光功率 180 W，扫描速度 10 mm/s，单层提升量 0.06 mm，扫描间距 0.25 mm，送粉速率为 4 g/min。成形尺寸为 45 mm×10 mm×10 mm。按照 GB/T228.1-2010 标准进行室温拉伸试样的制备，在 Istrom5985 电子万能材料试验机上进行室温力学性能的测试。使用 KEYENCE VH-600 型光学显微镜、S-3000N 型扫描电子显微镜及 SU-8010 型场发射扫描电镜（SEM）进行微观组织和断口形貌分析。采用 HXD-2000TMSC/LCD 显微硬度计对试样进行显微硬度的测试，加载载荷 200 g，保持时间 10 s。

2 结果与讨论

2.1 微观组织

图 1 为激光直接成形 IN718 3 组拉伸试样的低倍显微

组织形貌。从图 1a 可以看出，激光直接成形 IN718 沉积态组织呈现出外延连续柱状生长的枝晶组织特征，且贯穿多个熔覆层，枝晶取向性较强，趋于平行沉积方向生长，这主要是由于热量沿基体向下定向散失所致。图 1b 为施加超声振动后成形件的显微组织，与沉积态相比，熔覆层组织明显细化，这是由于在成形过程中引入超声振动，超声空化效应使熔池中产生空化泡，空化泡闭合时在熔体局部产生巨大的瞬时高压冲击波，促使局部熔体的凝固点显著提高，有效过冷度随之增大，从而提高了金属液的形核率，产生很多微小晶核。同时，这些微小晶核在冲击波的作用下被分散到整个熔体中。在超声场的声流作用下，微小晶核在溶体中的分布更加弥散，并进行各向同性长大，从而使凝固组织得到细化。此外，超声空化效应产生的高压冲击波也能将已经长大的晶粒打碎，形成新的结晶核心，使晶粒细化。经均匀化+固溶+双级时效热处理后，试样凝固组织发生再结晶，由原来细小的枝晶组织转变为粗大的等轴晶再结晶组织，如图 1c 所示。

图 2 为激光直接成形 IN718 3 组拉伸试样的 SEM 照片。IN718 合金的凝固过程可归结为^[10]： $L \rightarrow \gamma \rightarrow (\gamma + NbC) \rightarrow (\gamma + Laves)$ ，凝固初始主要是 $L \rightarrow \gamma$ 反应，此间引起枝晶间 Nb 和 C 元素的富集，促使 $L \rightarrow (\gamma + NbC)$ 共晶反应的发生，随 C 元素的耗尽和枝晶间溶质元素进一步富集， $L \rightarrow (\gamma + Laves)$ 共晶反应发生，凝固过程结束。从图 2a 可以看出，沉积态组织由 γ 基体相、长条状不规则 Laves 相和细小的颗粒状碳化物 MC 组成。由于激光直接成形过程冷却凝固速度较快^[11]，抑制了 δ 相及与基体共格的强化相 γ'' 和 γ' 的析出，所以在沉积态组织中没有观察到这些相。施加超声振动后，超声场的声流效应和机械搅拌作用加剧了熔池对流，对枝晶间的 Laves 相产生剧烈的冲刷作用，促使枝晶间长条状的 Laves 相变成细小颗粒状和不连续的蠕虫状，如图 2b 所示。同时，对流作用抑制了 Laves 相的快速生长，使枝晶间共晶组织中的 Laves 数量减少。

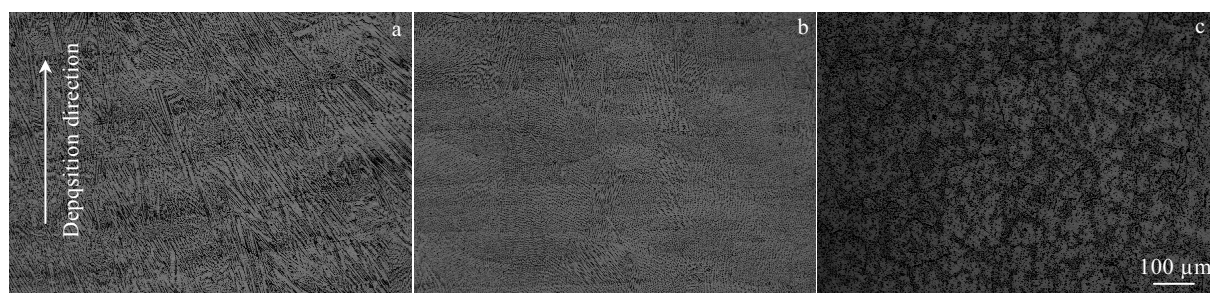


图 1 激光直接成形 IN718 合金光学显微组织

Fig.1 Optical microstructures of LDF IN718 alloy: (a) as-deposited, (b) 17K, and (c) 17K+1100STA

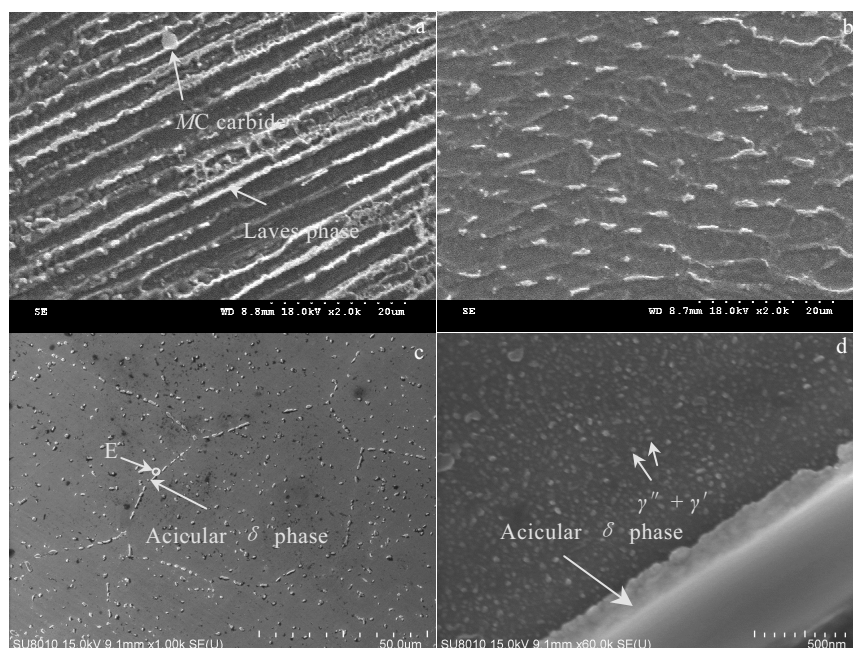


图 2 激光直接成形 IN718 合金 SEM 照片

Fig.2 SEM images of LDF IN718 alloy: (a) as-deposited; (b) 17K; (c) 17K+1100STA; (d) high magnification of the region E marked in Fig.2c

由于 Laves 相的固溶温度为 $1080\text{ }^{\circ}\text{C}$ ^[12], 在经过均匀化处理 ($1100\text{ }^{\circ}\text{C}/1.5\text{ h}$ /空冷) 后, Laves 相完全固溶消失, 在晶间释放出大量 Nb 元素。再经过固溶处理 ($960\text{ }^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$ /空冷), 促使减小缺口敏感性的 δ 相析出, 如图 2c 所示, 在晶界和晶内弥散析出颗粒状或细针状 δ 相。最后通过双级时效处理 ($720\text{ }^{\circ}\text{C}/8\text{ h}$ /炉冷 $\rightarrow 620\text{ }^{\circ}\text{C}/8\text{ h}$ /空冷), 促使 γ'' 和 γ' 相的充分析出。从图 2d 可以看出, 在等轴晶再结晶晶粒内析出了大量均匀分布的 γ'' 和 γ' 强化相。

2.2 力学性能

2.2.1 显微硬度

激光直接成形 IN718 3 组拉伸试样的显微硬度沿沉积高度方向的变化情况如图 3 所示。从图中可以看出, 施加超声振动和热处理后, 试样显微硬度值沿沉积高度方向的分布更加均匀。表 2 给出了 3 组试样显微硬度的平均值。与沉积态相比, 施加超声振动后, 凝固组织得到细化, 组织更加致密, 从而使熔覆层显微硬度得以提高。热处理后, 由于 δ 相的析出使晶界强化, 此外, 在双级时效阶段强化相 γ'' 和 γ' 大量析出, 使得熔覆层显微硬度(HV)大幅提高, 与沉积态相比提高了 1690 MPa。

2.2.2 力学性能

激光直接成形 IN718 3 组拉伸试样的室温拉伸结果如表 3 所示。与沉积态相比, 施加超声振动后, 成

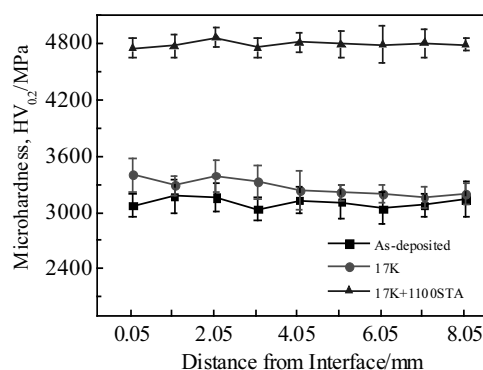


图 3 不同状态下激光直接成形 IN718 合金显微硬度曲线

Fig.3 Microhardness curves of LDF IN718 alloy under different conditions

表 2 不同状态下 IN718 合金激光直接成形件显微硬度测试结果

Table 2 Results of microhardness measurements for LDF IN718 alloy under different conditions (average of 72 measurements)

Material condition	As-deposited	17K	17K+1100STA
Microhardness, HV _{0.2} /MPa	3110	3270	4800

形件屈服强度、抗拉强度和断后伸缩率分别提高了 6.1%、2.7%和 10.6%。根据 Hall-Petch 公式^[13]:

$$\sigma_i = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \tag{1}$$

式中， σ_i 为屈服或抗拉强度， σ_0 为应力常量， K 为常数， d 为平均晶粒尺寸。由式(1)可知，施加超声振动后成形件晶粒细化，使成形件综合力学性能得以提高。此外，由前述对其微观组织的分析可知，Laves 相作为脆性有害相，施加超声振动后其数量的减少和形貌的变化也是成形件强度提高的一个因素。但是，由于激光直接成形过程的快速冷却凝固，抑制了 γ'' 和 γ' 强化相的析出，施加超声振动后试样抗拉强度和屈服强度仍未达到锻件技术标准。热处理后，激光直接成形 IN718 高温合金发生了再结晶，柱状晶组织转变成了等轴晶，Laves 相固溶消失，并在等轴晶内析出大量均匀分布的细小 γ'' 和 γ' 强化相，试样的抗拉强度和屈服强度分别达到 1418 MPa 和 1217 MPa，从而使试样

抗拉强度大幅提高并达到了锻件的技术标准 Q/3B 548-1996(高强)。

图 4 为激光直接成形 IN718 3 组拉伸试样的拉伸断口形貌。从图 4g~4i 来看，沉积态的断口韧窝沿列状枝晶方向排布，施加超声振动后断口形貌变化不大，均为韧性穿晶断裂。热处理后，韧窝变大变深，仍为典型的韧性穿晶断裂。同时，从图 4d~4f 可以看出，所有的断口上都可以看到枝晶间二次裂纹的存在，说明所有断口断裂方式均为混合型断裂。由于沉积态中大量 Laves 相的存在，在拉伸过程中枝晶间 Laves 相容易形成应力集中，为裂纹的起源和扩展提供有利位置^[4]，从而使沉积态断口中产生了数量更多，尺寸更大的二次裂纹。

表 3 不同状态下 IN718 合金激光直接成形件室温拉伸性能测试结果

Table 3 Room-temperature tensile properties of LDF IN718 alloy parts under different material conditions				
Condition	σ_s /MPa	σ_b /MPa	δ /%	ψ /%
As-deposited	641	954	30.0	40.7
17K	680	980	29.2	45.0
17K+1100STA	1217	1418	19.0	27.0
Wrought standard (Q/3B 548-1996)	1100	1340	12	15

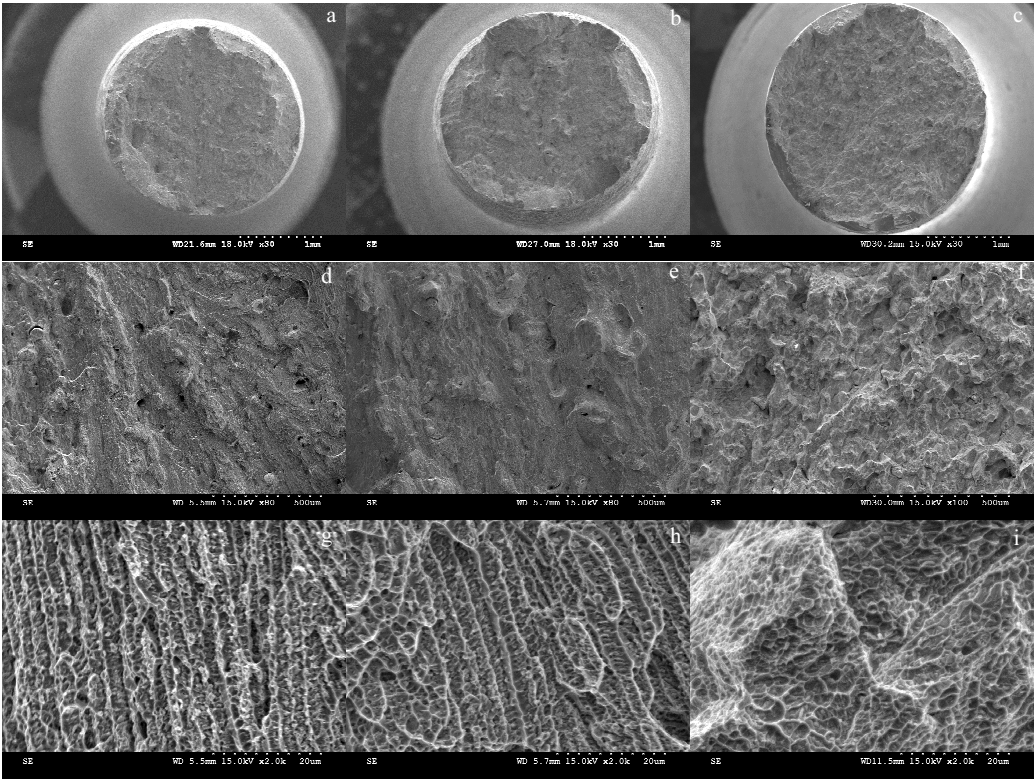


图 4 不同状态下激光直接成形 IN718 合金拉伸断口形貌

Fig.4 Tensile fracture morphologies of LDF IN718 alloy under different conditions: (a, d, g) as-deposited; (b, e, h)17K; (c, f, i) 17K+1100STA

3 结 论

1) 在激光直接成形 IN718 高温合金过程中引入超声振动, 超声空化引起的高压冲击波和声流效应引起的熔池对流是细化熔覆层晶粒、减少 Laves 相数量及改变其形貌从而提高成形件抗拉强度和屈服强度的主要原因, 成形件抗拉强度、屈服强度和断面收缩率分别提高了 2.7%、6.1%和 10.6%。

2) 沉积态和施加超声振动后的试样断口韧窝沿列状枝晶方向排布, 3 组拉伸试样的断口形貌均为典型的韧性穿晶断裂, 断裂方式为混合型断裂。

3) 热处理后, 柱状枝晶组织转变为等轴状再结晶组织, Laves 相固溶消失, 在晶界和晶内弥散析出颗粒状或细针状 δ 相, 随着 γ'' 和 γ' 强化相的大量析出, 显微硬度(HV)相比于沉积态提高了 1690 MPa, 试样的抗拉强度和屈服强度分别达到 1418 MPa 和 1217 MPa, 拉伸性能达到了高强锻件的技术标准 Q/3B 548-1996(高强)。

参考文献 References

- [1] Qi Huan(齐 欢). *Journal of Materials Engineering* (材料工程)[J], 2012(8): 87
- [2] Liu Fencheng(刘奋成), Lin Xin(林 鑫), Yu Xiaobin(余小斌) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2014, 50(4): 463
- [3] Wu X, Mei J. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2003,135(2-3): 266

- [4] Qi H, Azer M, Singh P. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2009, 48(1): 121
- [5] Parimi L L, Ravi G A, Clark D *et al. Materials Characterization*[J], 2014, 89(3): 102
- [6] Gao Shoulei(高守雷), Zhai Qijie(翟启杰), Qi Feipeng(戚飞鹏) *et al. Materials Review*(材料导报)[J], 2002, 16(9): 5
- [7] Fan Jinhui(范金辉), Zhai Qijie(翟启杰). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2002, 12(1): 11
- [8] Chen Changyuan(陈畅源), Deng Qilin(邓琦林), Song Jianli(宋建丽) *et al. Electromachining & Mould*(电加工与模具)[J], 2005(3): 37
- [9] Doan Tatkhao, Li Dichen(李涤尘), Lu Bingheng(卢秉恒) *et al. Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2012, 39(10): 1 003 002
- [10] Dupont J N, Robino C V, Hu Bin *et al. Welding Journal*[J], 1998, 77: 417s
- [11] Xi Mingzhe(席明哲), Gao Shiyou(高士友). *Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2012, 39(8): 0 803 008
- [12] Ram G D, Reddy A V, Rao K P *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2005, 167(1): 73
- [13] Armstrong R W. *Metallurgical & Materials Transactions B*[J], 1970, 1(5): 1169
- [14] Zhao Weiwei(赵卫卫), Lin Xin(林 鑫), Liu Fencheng(刘奋成) *et al. Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2009, 36(12): 3220

Effect of Ultrasonic Vibration and Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of IN718 Superalloy by Laser Direct Forming

Wang Tan, Zhang Anfeng, Liang Shaoduan, Zhang Xiao, Yan Shenping, Zhang Lianzhong, Li Dichen
(State Key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: The effects of ultrasonic vibration and heat treatment on the microstructure and tensile properties of IN718 superalloy by laser direct forming (LDF) were investigated. The results show that microstructure of IN718 superalloy with ultrasonic vibration is refined compared with that of the as-deposited alloy. In addition, the microhardness and tensile properties of the parts fabricated by LDF with ultrasonic vibration are improved compared with that of the ones fabricated by LDF without ultrasonic vibration, and the tensile strength, yield strength and area reduction are increased by 2.7%, 6.1% and 10.6%, respectively. With the heat treatment of homogenization, solution and double aging, the columnar dendrites change to equiaxed grains due to recrystallization. Laves phase dissolves, and there are grainy and acicular δ phase distributed in and along boundaries of the grains. Besides, a large number of strengthening phase γ'' and γ' are precipitated on the matrixes. After heat treatment, the tensile strength, yield strength and elongation are 1418 MPa, 1217 MPa and 19%, respectively, which conform to the wrought standard of Q/3B 548-1996.

Key words: laser technique; laser direct forming; ultrasonic vibration; IN718 superalloy; microstructure; tensile property

Corresponding author: Wang Tan, Master, State Key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, P. R. China, Tel: 0086-29-83395020, E-mail: wangtan315@stu.xjtu.edu.cn