

激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金组织分析

任 航¹, 刘奋成¹, 林 鑫², 陈 静²

(1. 南昌航空大学 轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室, 江西 南昌 330063)

(2. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

摘 要: 采用球磨合金化的方式, 在常规 GH4169 合金粉末中添加 Nb 元素。利用激光增材制造技术成形了具有不同 Nb 含量的 GH4169 合金试样, 研究了 Nb 含量对激光增材制造 GH4169 合金组织的影响。结果表明: 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金显微晶粒结构仍为粗大柱状晶组织; 随着 Nb 含量的增加, 合金粉末在熔池中合金化反应放热量增多, 使得柱状晶的生长方向由偏离激光束中心向外生长逐渐变为朝向激光束中心向内生长。由于熔池中溶质浓度和粉末熔化放热量的增加, 使得枝晶间 γ +Laves 共晶组织的数量增多, 逐渐形成连续网状的共晶组织; DSC 分析结果发现, 随着 Nb 元素添加量的增加, 共晶 Laves 相的初熔点升高, 枝晶干 γ 相的熔点略有降低。另外, 合金化改变了初生 γ 相的成分, 枝晶干 Nb 元素最高质量分数达到 7.5%, 合金固溶强化作用得到加强。

关键词: 激光增材制造; 镍基高温合金; 合金化; 组织变化; 性能

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)10-3289-08

GH4169 合金因具有强度高、抗氧化、热加工性能好和焊接性能好等特点, 成为航空、航天等领域大量应用的关键材料^[1]。随着航空科技的迅速发展, 新一代飞行器必须满足超高速、高空、长航时、超远航程的需求, 这也导致对作为发动机关键材料的 GH4169 合金加工技术、材料组织和力学性能提出了更高的要求^[2]。

GH4169 合金(Inconel 718)是以 Ni-Fe-Cr 奥氏体为基体的沉淀强化型高温合金, Nb 元素作为一种重要的强化元素决定了 GH4169 合金的显微组织及力学性能。一方面, Nb 是 GH4169 合金中的主要强化相 γ'' 相(Ni_3Nb)的组成元素, 其含量和分布决定了强化相的析出位置、数量以及强化相尺寸, 进而决定了 GH4169 合金的强度等力学性能; 另一方面, GH4169 合金在凝固过程中, Nb 元素容易在枝晶间偏析, 使得 Nb 元素含量在枝晶干与枝晶间的分布有较大差别, 枝晶间形成富 Nb 元素的 Laves 相, 该相为合金中的脆性相, 其存在使得材料的塑性和冲击性能急剧降低^[3]。因而, Nb 元素的含量无疑会对 GH4169 合金的显微组织及性能有着重要影响。为了优化 GH4169 合金的显微组织, 提高其使用性能, 各国学者在合金成分优化方面进行了大量研究。例如 Cozar 等^[4]在 Inconel 718 合金的基础上调整了 Nb 元素的含量, 探究了不同 Ti+Al/Nb 原

子比下的强化相 γ'' 及 γ' 析出形貌的变化规律。付书红等^[5]利用 Thermo-Calc 热力学计算软件和相应的镍基数据库, 计算分析了当 Inconel 718 合金成分改变时, Nb、Al 及 Ti 等元素对可能析出的平衡相及这些相析出规律的影响。谢锡善等^[6,7]通过理论计算和实验验证的方式, 研究了 Al+Ti+Nb、Al/Ti 以及 Al+Ti/Nb 的值对 Inconel 718 合金的使用温度与性能的影响, 给出了 GH4169 合金中的 Nb、Al 及 Ti 元素的适宜含量。尽管以上研究者从合金化的角度研究了 GH4169 合金的组织与性能, 但这些工作都是在传统铸造工艺条件下完成, 由于合金容易在钢锭凝固结晶过程中出现 Nb 元素的宏观偏析, 造成冶金缺陷, 难以使合金成分达到预期的设计, 因而这些研究者在对 GH4169 合金成分优化时合金中 Nb 元素的添加量普遍较低。

激光增材制造(laser additive manufacturing, LAM)是一种利用激光作为热源, 以粉末同步送进或粉末床的形式实现零件快速近净成形^[8]的新兴制造工艺。由于激光增材制造是同成分的逐点成形, 且熔池凝固速率快, 不存在传统的铸造工艺中的宏观偏析现象, 因此, 激光增材制造技术十分适用于 GH4169 等容易出现成分偏析的镍基高温合金的成形^[9,10]。基于此, 很多学者从增材工艺和材料组织、性能等角度对常规 GH4169 合金的激光增材制造进行了研究^[11-13], 主要

收稿日期: 2018-10-14

基金项目: 国家自然科学基金(51565041, 51865036); 江西省自然科学基金(20171BAB206004); 江西省教育厅基金(GJJ170581)

作者简介: 任 航, 男, 1993 年生, 硕士, 南昌航空大学, 江西 南昌 330063, 电话: 0791-83863028, E-mail: 160308050312@stu.nchu.edu.cn

通过送粉方式^[14,15]、激光类型^[16]、激光扫描方式^[17]、保护气氛^[18]和后续热处理制度^[19,20]等方面对合金组织和性能进行了优化。考虑到激光增材制造熔池非平衡快速凝固可有效避免合金元素的宏观偏析,从而保证材料连续成形,这就提供了一条防止高温合金中易偏析元素含量增加的有效方法,也为通过改变合金成分实现 GH4169 合金的组织改善与性能优化提供了途径。

本实验采用高能球磨实现了 GH4169 合金粉末 Nb 的合金化,制备出了合金粉末,使用激光增材制造方法成形了添加不同 Nb 含量的 GH4169 合金试样,研究了添加 Nb 元素后激光增材制造 GH4169 合金试样的组织。

1 实 验

实验中所用 GH4169 合金粉末为粒度 $\leq 147\ \mu\text{m}$ 的等离子旋转电极法制备的球状粉末,常规 GH4169 合金粉末的化学成分为(质量分数)为:4.91%Nb、0.63%Al、0.97%Ti、3.18%Mo、0.11%Mn、19.68%Cr、51.75%Ni、余量 Fe。所添加的 Nb 粉粒度为 45~72 μm ,粉末纯度为 99.9%。将不同质量的 Nb 粉末加入到常规 GH4169 合金粉末中进行球磨,Nb 含量的设计值分别为 5.50%、7.00%、8.50%、10.10%、11.10%。球磨使用设备为 XQM-0.4 型立式行星球磨机,球磨转速为 300~500 r/min。采用正反转结合间歇性工作的方式,球磨机先工作 10 min,暂停 5 min 后反向继续工作,每组球磨时间为 3 h。激光成形前对合金粉末进行真空烘干除湿处理,烘干温度为 120 $^{\circ}\text{C}$,烘干时间为 5 h,随后使合金粉末炉冷至室温。

激光成形所用的基材为 1Cr13Ni9Ti 不锈钢板,尺寸为 80 mm×55 mm×4 mm,在 80 mm×55 mm 的平面上激光增材制造单道多层直壁墙,成形高度约为 30 mm。激光成形前将基材用砂纸打磨至光亮,去除氧化皮,然后用丙酮清洗,乙醇擦拭,吹干备用。激光增材制造实验是在西北工业大学凝固技术国家重点实验室建立的 6 kW 半导体激光增材制造系统上完成的,该系统包括:LDF 6000-60 型 6 kW 半导体激光器、数控工作台、GTV PF2/2 型高精度双路可调送粉器、四路同轴送粉喷嘴以及惰性气氛保护罩。激光增材制造时所用的参数分别为:激光功率 2500 W、扫描速度 600 mm/min,送粉率 25 g/min,光斑直径 5 mm、保护气流量 4~6 L/min,Z 轴增量 0.3~0.4 mm。整个实验在 Ar 气氛保护中进行,送粉气体和保护气体均为 Ar 气。

激光增材成形之后将每个成分的试样线切割成适当尺寸进行组织观察分析。试样经砂纸打磨和机械抛光后,使用 5 g FeCl₃+20 mL HCl+100 mL C₂H₅OH 腐蚀液

腐蚀后,在 3D Vision 测量仪上进行宏观观察,在 MR 5000 型倒置金相显微镜(OM)上进行显微组织分析。

沉积态试样经砂纸打磨抛光后,利用德国 Bruker-axs 公司的 D8ADVANCE X 射线衍射仪进行 X 射线衍射(XRD)物相分析,工作电压 40 kV,工作电流 40 mA,扫描角度 20°~80°,步长 0.02°。利用 Nova Nano SEM450 场发射扫描电子显微镜(SEM)及其配套的能谱仪对激光增材制造的 Nb 合金化 GH4169 合金沉积态试样进行成分测定,主要测量枝晶干 γ 中 Nb 元素的平均含量。利用德国 NETZSCH 公司的差示扫描量热仪 404F3 对沉积态试样进行差示扫描热(DSC)测定,加热阶段以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的加热速率从室温加热到 1400 $^{\circ}\text{C}$,以获得成分改变后各试样的相变温度。

2 结果与分析

2.1 Nb 含量对宏观形貌的影响

图 1 为激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金试样的宏观形貌。激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金仍具有激光增材制造常规 GH4169 合金(图 1a)的组织特征,为粗大的柱状晶组织,沉积层清晰可见,各沉积层之间在宏观上呈现出明显的层带组织特点,且柱状晶能够贯穿多层沉积层。各沉积层之间以冶金结合方式结合在一起,不仅保证了各层之间的结合强度,还保证了组织在生长方向上的连续性。不同的是,添加 Nb 元素后各试样中柱状晶的生长方向不尽相同,随着 Nb 含量的逐渐增多,柱状晶生长方向由偏离激光束向外生长(图 1a)逐渐变为朝向激光束向内生长(图 1e、1f)。在柱状晶取向变化的同时,可以看出随 Nb 元素含量的增加,激光熔池的形状发生变化,熔池底部形状由原来的两边低中间高逐渐变为两边高中间低。

根据凝固原理^[21],凝固过程中柱状晶的生长方向总是与热流方向(即散热方向)相反。在进行激光增材制造时,热量的散失主要通过基材和已成形部分进行。在本实验中,柱状晶的生长方向取决于激光增材制造过程中的散热方向。图 2 为两种不同形状的固/液界面示意图。固/液界面形状的差异决定了不同的散热方向,从而导致柱状晶生长方向出现差异。随着 Nb 含量的增加,激光增材制造中的固/液界面逐渐由上凸形界面转变为下凹形界面。根据图 2a 中的固/液界面形状可以看出,当成形某一层时,熔化的液相一方面通过前一层已成形部分向下扩散(图 2a 中 Q_1 部分);另一方面,左侧液相的热量也会通过已成形层中的固相向右扩散(图 2a 中 Q_2 部分)。同理,右侧液相会通过已成形层中的固相向左扩散。将 Q_1 与 Q_2 合成,就形成了图 2a 中 Q_3 所示的总散热方向,因此,试样左侧柱

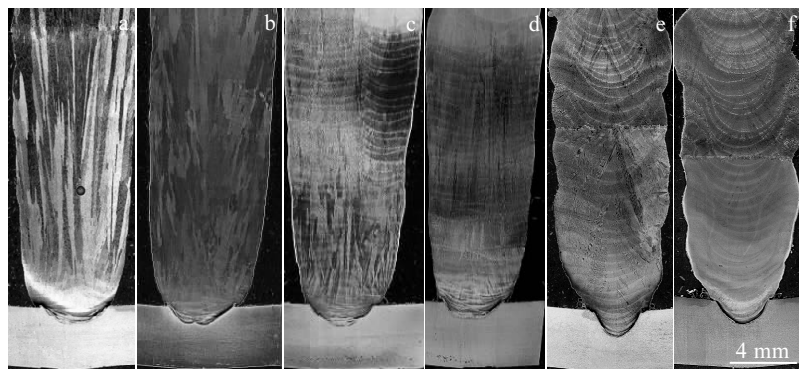


图 1 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金试样的宏观形貌

Fig.1 Macrostructures of LAM alloying GH4169 superalloy samples with different Nb contents: (a) 4.91%Nb, (b) 5.50%Nb, (c) 7.00%Nb, (d) 8.50%Nb, (e) 10.10%Nb, and (f) 11.10%Nb

状晶的生长方向为从基材向上并偏离激光束生长。同理, 熔池右侧液相的散热方向为向左下方, 因而右侧柱状晶的生长方向为从基材向上并偏离激光束生长。当固/液界面为图 2b 所示时, 散热方向将不同于图 2a 中 Q_3 所示。当成形某一层时, 熔化的液相同样将会通过前一层已成形的固相向下扩散, 同时部分热量会通过左侧已成形部分向左扩散, 因而其合成的散热方向为图 2b 中 Q_3' 所示。因此, 柱状晶生长方向为从基材向上并偏向激光束生长。

激光增材制造过程中熔池底部形貌的差异导致了固/液界面热量散失方向的差异, 进而影响了枝晶生长方向的差异, 造成了图 1 所示的不同柱状晶形貌。图 3 为两种不同固/液界面形成的熔池形貌示意图。

基于激光增材制造技术的特点, 每道次成形后的熔覆层上部都为图 3 中虚线所示的上凸形表面。当成形第 1 层时, 会将基材一部分熔化形成熔池。由于激

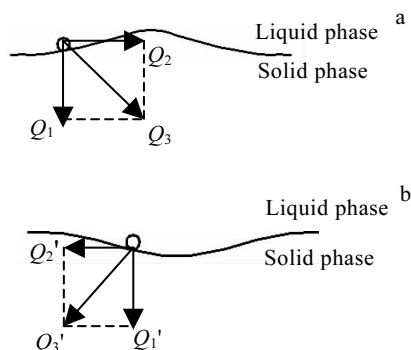


图 2 激光增材制造过程中不同形状的固/液界面散热过程示意图

Fig.2 Sketch of heat dissipation on solid-liquid interface during LAM: (a) convex interface and (b) concave interface

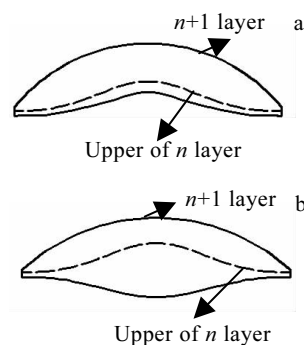


图 3 激光增材制造过程中不同熔池形貌示意图

Fig.3 Sketch of molten pool with different solid-liquid interfaces during LAM: (a) convex interface and (b) concave interface

光束的能量模型具有高斯分布的特征, 熔池中间温度高, 两边温度低, 因此熔覆层中间部分要比两边部分重熔深度大, 形成新的熔池如图 1 中所示基板上熔池形状。当成形高度增加, 对于单道多层成形而言, 随成形过程中热量累积作用成形试样宽度越来越大, 当热输入输出达到平衡后试样宽度基本保持不变。从图 1 所示来看, 此平衡宽度大于实验中所用的激光光斑直径尺寸, 这说明在成形过程中熔池液态金属在各种力的作用下发生了铺展。比较图 3 中两种不同熔池底部形貌, 发现随 Nb 元素含量的增加, 熔池深度增加, 这需要更多的热量来实现。分析整个成形过程, 所用激光功率及成形参数均相同, 可以认为造成此不同熔池形貌的原因为添加的不同含量 Nb 元素。由此认为, 本实验中熔池中发生的合金粉末熔化过程是放热反应, 合金化增加了放热, 并使得熔池的整体温度提高,

在成形新一层时导致前一层中间区域发生更大深度的重熔,进而形成如图 3b 所示的熔池形貌。

在合金化激光增材制造过程中,合金粉末在熔池中发生熔化,并发生一系列的冶金反应,这些反应都将伴随着热过程。这些热过程都将会改变熔池的温度场分布,进而影响熔池的结晶形貌。为便于分析,将合金化 GH4169 合金简化为 Ni-Cr-Fe-Nb 系四元合金,将熔池中的熔体看作无序的合金熔液,根据 Miedema 等人^[22]提出的二元合金化混合焓模型,结合 Ouyang 等人^[23,24]的四元合金外推法,计算得到了 Ni-Cr-Fe-Nb 四元合金化混合焓数值,其数值见表 1。表 1 中的混合焓数据均为负值,说明其合金化过程为放热反应,且随着 Nb 元素含量的增加,合金化过程的放热量也增加。合金化放热使得熔池的温度整体提高,在成形过程中会导致前一层熔覆层的中间部分具有更深的重熔区域,且随着 Nb 元素含量的增加,合金化过程的放热也增加,重熔区的深度也不断增加,进而形成下凹形界面。

2.2 Nb 含量对沉积态试样枝晶形貌的影响

图 4 给出了激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金试样的枝晶间形貌。GH4169 合金在凝固末期会发生 $L \rightarrow \gamma + \text{Laves}$ 共晶转变,因此激光增材制造常规 GH4169 合金的枝晶间显微组织为 $(\gamma + \text{Laves})$ 共晶组织,如图 4a 所示。添加了 Nb 元素后,枝晶间共晶组织与常规 GH4169 合金相比发生了较大变化。这种变化不

仅体现在共晶组织的数量上,还体现在共晶组织的形貌上。在激光增材制造 GH4169 合金的相关研究中,Nb 元素的偏析一直是研究的重点。Nb 元素在凝固过程中容易在枝晶间偏析,并形成了富 Nb 的 Laves 相,相应的枝晶干 Nb 元素较少,并对材料力学性能产生影响。从实验结果来看,添加了 Nb 元素后,枝晶间 Laves 相数量增加,这表明 Nb 元素添加后枝晶间共晶 $(\gamma + \text{Laves})$ 的体积分数增加。从形貌上来看,随着 Nb 元素含量的不断增加,枝晶间 Laves 相由原来的块状弥散分布(图 4a)逐渐变成连续的条状分布(图 4b、4c、4d),甚至形成连续网状分布(图 4e、4f)。

共晶组织的形貌主要取决于枝晶的发达程度,枝晶越发达则枝晶间的共晶组织量越大,分布连续性越好。图 5 为激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金试样的枝晶形貌。在常规 GH4169 合金中,枝晶结构主要是粗大的一次枝晶,且二次枝晶臂不发达(图 5a);随着 Nb 含量的增加,枝晶二次臂特征逐渐显现,当 Nb 含量达到 7.00% 时二次枝晶臂结构已经非常明显(图 5c);当 Nb 元素含量继续增加时,二次枝晶臂也变得更加发达(图 5e),甚至出现了三次枝晶臂。从图

表 1 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金混合焓计算值
Table 1 Mixing enthalpy of LAM alloying GH4169 superalloy with different Nb contents

Content of Nb, $\omega/\%$	4.91	5.50	7.00	8.50	10.10	11.10
Mixing enthalpy/ $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$	-7.02	-7.31	-8.03	-8.73	-9.45	-9.88

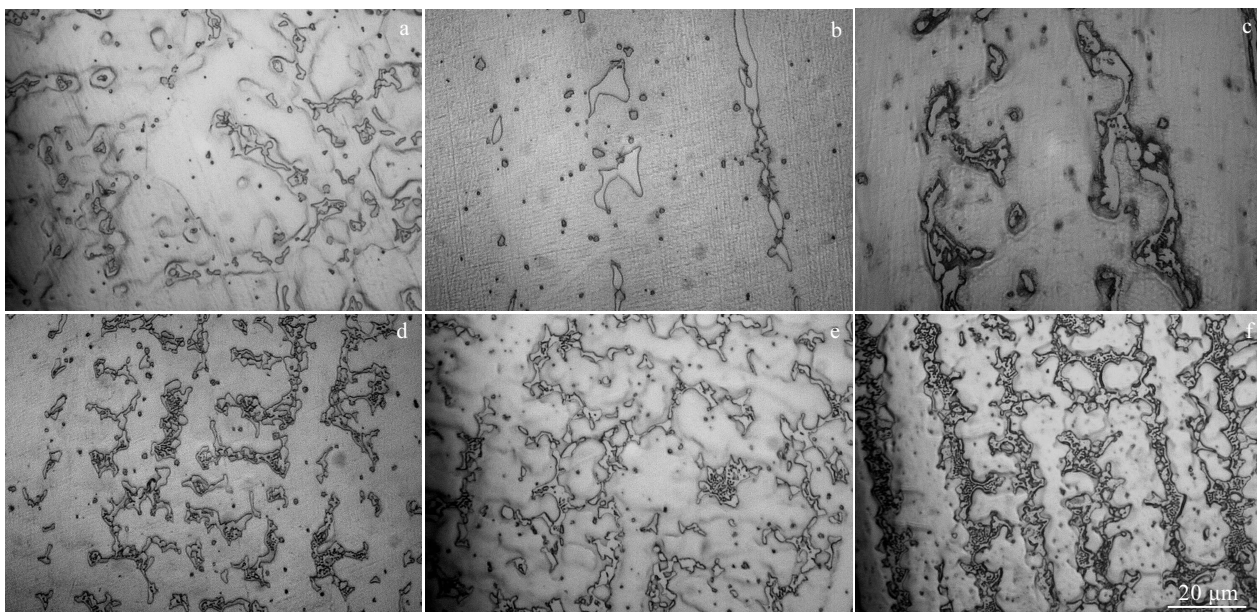


图 4 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金试样枝晶间形貌

Fig.4 Microstructures of interdendrite areas of as-deposited LAM alloying GH4169 superalloy with different Nb contents: (a) 4.91%Nb, (b) 5.50%Nb, (c) 7.00%Nb, (d) 8.50%Nb, (e) 10.10%Nb, and (f) 11.10%Nb

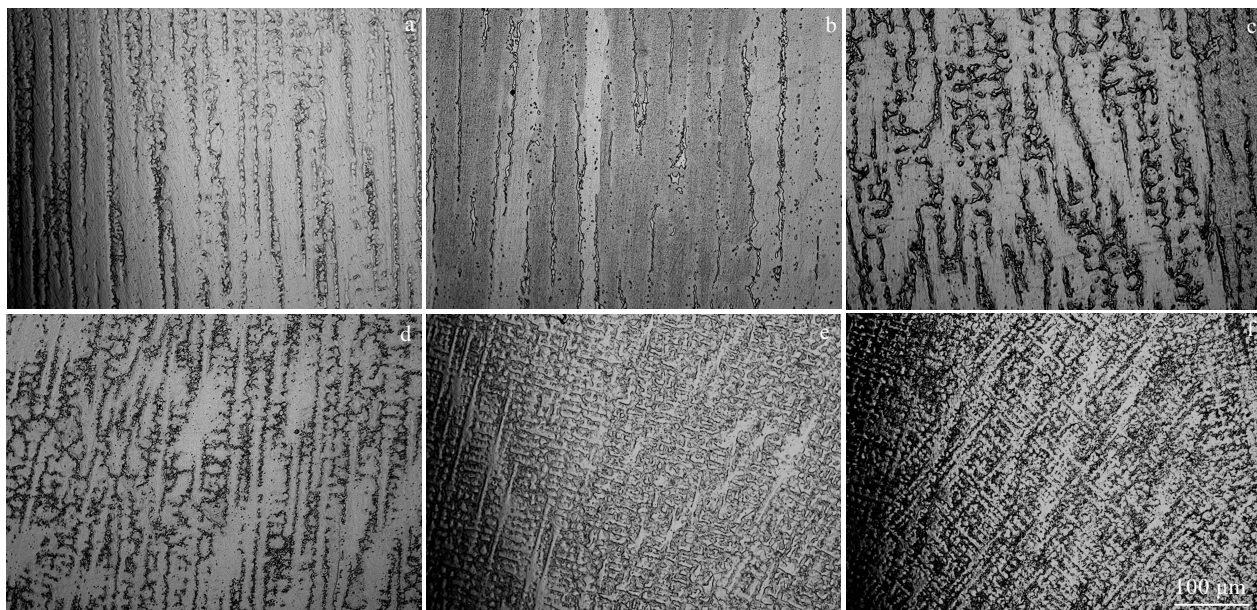


图 5 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金试样枝晶形貌

Fig.5 Dendrite morphology of as-deposited LAM alloying GH4169 superalloy with different Nb contents: (a) 4.91%Nb, (b) 5.50%Nb, (c) 7.00%Nb, (d) 8.50%Nb, (e) 10.10%Nb, and (f) 11.10%Nb

5 可以看出, 枝晶的分枝越发达, 各枝晶间的共晶组织的距离就会越近, 同时越容易形成连续的条状(图 5f)。随着 Nb 含量的增加, 共晶组织的形貌也由原来的不连续点状变为连续的条状直至最后的网状分布。

熔池的结晶形态主要取决于熔池中熔体的溶质浓度 C_0 、结晶速度 R 以及温度梯度 G 的综合作用^[25], 溶质溶度 C_0 越大, 温度梯度 G 越小, 结晶形态越向树枝晶发展, 枝晶特征越明显。在激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金过程中, 一方面随着 Nb 含量的增加, 溶液中的溶质浓度 C_0 不断增大; 另一方面由于 Nb 粉末在熔池中的合金化为放热反应, 导致熔池的温度梯度 G 整体减小, 使得结晶形态随着 Nb 含量的增加由原来不发达的枝晶结构逐渐转变为发达的枝晶结构。

2.3 Nb 含量对沉积态试样 γ 基体的影响

图 6 与图 7 分别为激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金沉积态试样的 XRD 图谱以及 $49.5^\circ \sim 51.5^\circ$ 范围内 (即 $(200)_\gamma$ 晶面附近) 详细图谱比较。XRD 分析结果显示, 沉积态试样主要由奥氏体 γ -(Ni-Fe) 相构成, 常规 GH4169 合金仅出现了 $(200)_\gamma$ 晶面衍射峰, 说明材料具有明显的各向异性特征。随着 Nb 元素含量的提高, 衍射图谱中有更多衍射峰值出现, 但是标定后发现新出现的衍射峰仍为奥氏体 γ -(Ni-Fe) 相, 未发现其他相的衍射峰。此结果与其他学者报道的金属材料激光增材制造后的 X 射线衍射结果一致^[11,12,14,19],

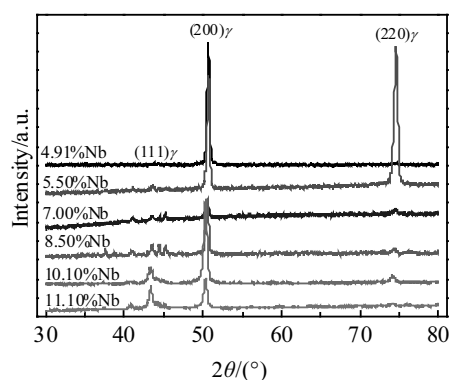


图 6 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金沉积态试样 XRD 图谱

Fig.6 XRD patterns of as-deposited LAM alloying GH4169 superalloy with different Nb contents

原因是此时基体相具有较明显的晶体取向分布, 且其他物相在激光熔池快速凝固条件下来不及析出或析出量少, 无法在 X 射线下被检测到。同时比较发现, 由于不同的成分构成使得在 $(200)_\gamma$ 面所对应的衍射角 2θ 出现在不同的位置, 即随着 Nb 元素含量增加, $(200)_\gamma$ 面所对应的衍射角度发生偏移, 如图 7 所示。

从图 7 中可以看到, 相比于 4.91%Nb 常规 GH4169 合金试样, 增加 Nb 含量后的基体 $(200)_\gamma$ 面所对应的 2θ

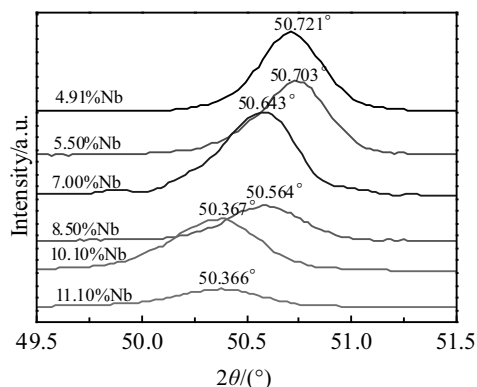


图 7 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金沉积态试样 XRD 图谱的局部放大图

Fig.7 Details of XRD patterns of as-deposited LAM alloying GH4169 superalloy with different Nb contents

角度逐渐减小。根据布拉格方程 $2d\sin\theta=\lambda$ 可知, 面间距 d 的增大, θ 将会减小。随着 Nb 元素固溶到 γ 基体中, $(200)_\gamma$ 晶面所对应的 2θ 值呈减小趋势, 说明了 $(200)_\gamma$ 晶面间距增加, 即合金中原子越偏离平衡态 γ 基体平衡位置。这将对合金起到一定的强化作用, 即由于合金元素浓度的提高引起固溶强化效果的增强, 正因如此, 随着 Nb 元素含量的增加, 枝晶干 γ 基体相逐渐得到强化。

图 8 给出了各不同 Nb 元素含量试样中枝晶干 γ 中 Nb 含量与基体 $(200)_\gamma$ 面所对应的衍射角。从图 8 的数据中可以看到, 随着 Nb 含量的增加, 基体 $(200)_\gamma$ 面所对应的 2θ 值呈减小趋势。由于 Nb 的原子半径比 Ni、Fe 要大, 随着 Nb 元素含量的增加, 增大了基体

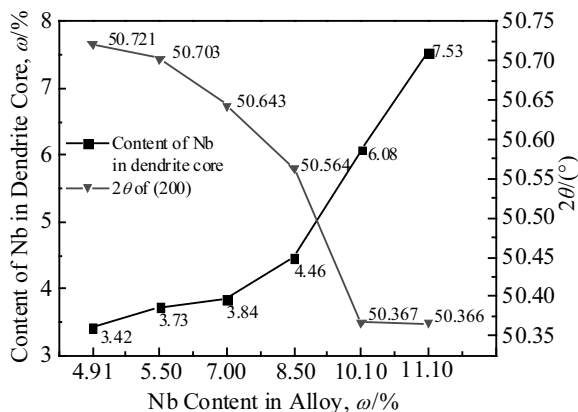


图 8 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金沉积态试样枝晶干 Nb 含量与基体 $(200)_\gamma$ 面所对应的 2θ 角

Fig.8 Content of Nb in dendrite core and 2θ of as-deposited LAM alloying GH4169 superalloy

$(200)_\gamma$ 面的面间距, 所对应的 2θ 值则相应减小。更多的 Nb 元素固溶到基体 γ 相中, 使得 Nb 元素对合金的固溶强化作用加强, 从而影响激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金的性能。

2.4 Nb 含量对沉积态试样熔化温度的影响

合金成分的变化会影响合金的凝固过程, 使得 Nb 合金化 GH4169 合金的凝固过程不同于常规 GH4169 合金。图 9 为各沉积态试样在加热过程中的 DSC 曲线, 用以分析不同 Nb 含量对合金相变过程的影响。常规 GH4169 合金的凝固过程^[26]大致为: $L_0 \rightarrow \gamma + L_1 \rightarrow (NbC + \gamma) + L_2 \rightarrow \gamma + L_3 \rightarrow Laves + \gamma$ 。因而, GH4169 合金在加热时, 将会有 3 个阶段的相变过程。第 1 阶段为 Laves 相的熔化, 第 2 阶段为 NbC 碳化物的熔化, 第 3 阶段为 γ 基体的熔化。在 DSC 测定过程中, 所有的试样都没有观察到明显 MC 熔化峰, 常规 GH4169 试样也没有明显的 Laves 熔化峰(P1), 而其他各试样均观察到明显的 Laves 熔化峰(P1)。分析原因, 可能是由于常规 GH4169 合金中 Laves 相的量太少而不能被检测到。此外, 所有试样的曲线都具有明显的 γ 基体的溶解吸热峰(P2)。

表 2 给出了不同成分试样在 Laves 相熔化阶段(P1)与 γ 基体熔化阶段(P2)的数据结果。在 P1 阶段, Laves 相熔化的起始温度随着各试样 Nb 元素含量的增加而升高。同时, P1 阶段的熔化峰的吸热面积随着 Nb 含量的增加而增大, 这可能与 Laves 相增多以及 Nb 含量的增加有关。在 P2 阶段, 随着枝晶干 γ 中 Nb 含量的增多, 基体 γ 相的熔化峰值温度大致呈下降趋势。

GH4169 合金是以 $(Ni-Fe-Cr)-\gamma$ 奥氏体为基体的高温合金, 部分 Nb 元素会固溶到 γ 基体中。根据 DSC 测量结果, 随着固溶元素固溶量的增加, 固溶体的熔

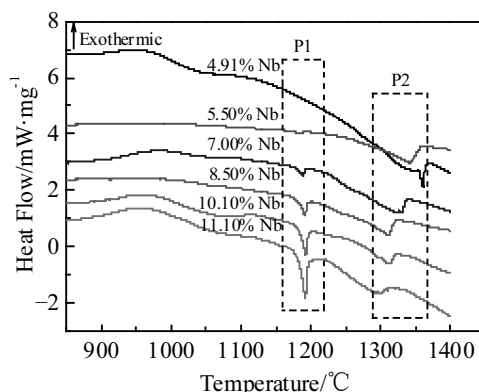


图 9 激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金沉积态试样 DSC 曲线

Fig.9 DSC curves of as-deposited LAM alloying GH4169 superalloy with different Nb contents

表 2 图 9 中 DSC 曲线各阶段所对应的温度

Table 2 Temperature for each phase of the DSC curves in Fig.9

Alloy	Content of Nb in dendrite core, $\omega/\%$	P1		P2
		Initial temperature/ $^{\circ}\text{C}$	Area of endothermic peak/ $\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$	Peak temperature/ $^{\circ}\text{C}$
4.91%Nb	3.42	1170 ^[1]	-	1360.35
5.50%Nb	3.73	1173.69	3.07	1342.09
7.00%Nb	3.84	1179.21	7.84	1329.21
8.50%Nb	4.46	1180.26	17	1311.18
10.10%Nb	6.08	1182.49	25.59	1311.80
11.10%Nb	7.53	1181.13	35.14	1308.80

点呈下降趋势,这也与相图中显示的随着 Nb 元素固溶到基体 γ 中的量增多而 γ 固溶体的熔点呈下降趋势相对应。

3 结 论

1) 随 Nb 元素添加量的增多,熔池中合金粉末熔化放热量增加,影响了熔池散热和枝晶生长方向,使得柱状晶的生长方向由偏离激光束向外生长逐渐变为朝向激光束向内生长。

2) 随 Nb 元素添加量的增多,激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金的枝晶结构特征愈为明显,枝晶间共晶组织的数量和形貌的变化更加显著。此外,枝晶结构中各相的熔点发生变化。枝晶间 Laves 相的初熔温度升高,基体 γ 的熔点降低。

3) 随着 Nb 元素添加量的增多,激光增材制造 Nb 合金化 GH4169 合金的基体 γ 的含 Nb 量增加。随着枝晶干 γ 含 Nb 量的增加,更多的 Nb 元素固溶到基体 γ 中,使得(200) γ 面所对应的衍射角减小,同时合金固溶强化作用增强。

参考文献 References

- [1] Zhuang Jingyun(庄景云), Du Jinhui(杜金辉), Deng Qun(邓群) *et al.* Wrought Superalloy GH4169(变形高温合金 GH4169)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006: 1
- [2] Lin Xin(林 鑫), Huang Weidong(黄卫东). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2015, 34(9): 684
- [3] Guo Jianting(郭建亭). *Materials Science and Engineering for Superalloys*(高温合金材料学)[M]. Beijing: China Science Publishing and Media Ltd, 2008: 81
- [4] Cozar R, Pineau A. *Metallurgical Transaction*[J], 1973, 4(1): 47
- [5] Fu Shuhong(付书红), Dong Jianxin(董建新), Zhang Maicang(张麦仓) *et al.* *Journal of Materials and Engineering*(材料工程)[J], 2009(11): 8

- [6] Xie X S, Dong J X, Zhang M C. *Materials Science Forum*[J], 2007, 539-543: 262
- [7] Xie Xishan(谢锡善), Dong Jianxin(董建新), Fu Shuhong(付书红) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(11): 1289
- [8] Lin Xin(林 鑫), Huang Weidong(黄卫东). *Scientia Sinica Informationis*(中国科学: 信息科学)[J], 2015, 45(9): 1111
- [9] Huang Weidong(黄卫东). *Laser Solid Forming*(激光立体成形)[M]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University Press, 2007: 1
- [10] 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
- [11] Ahmad M, Ignacio P R, Vladimir B *et al.* *Metals*[J], 2017, 7(6): 196
- [12] Jia Q B, Gu D D. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 585(5): 713
- [13] Choi J P, Shin G H, Yang S S *et al.* *Powder Technology*[J], 2017, 310(1): 60
- [14] Amato K N, Gaytan S M, Murr L E *et al.* *Acta Materialia*[J], 2012, 60(5): 2229
- [15] Liu Fencheng(刘奋成), Lin Xin(林 鑫), Yang Gaolin(杨高林) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(9): 1047
- [16] Xiao H, Li S M, Xiao W J *et al.* *Materials Letters*[J], 2017, 188(1): 260
- [17] Dinda G P, Dasgupta A K, Mazumder J. *Scripta Materialia* [J], 2012, 67(5): 503
- [18] Zhang D Y, Niu W, Cao X Y *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 644(17): 32
- [19] Liu F C, Lin X, Leng H *et al.* *Optics & Laser Technology*[J], 2013, 45(2): 330
- [20] Qi H, Azer M, Ritter A. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40(10): 2410
- [21] Kurz W, Fisher D J. *Fundamentals of Solidification*[M]. Beijing: Higher Education Press, 2010: 5
- [22] Miedema A R, Châtel P F, Boer F R. *Physica B+C*[J], 1980, 100(1): 1
- [23] Ouyang Y F, Zhong X P, Du Y *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2006, 420(1-2): 175
- [24] Zhang Bangwei(张邦维), Hu Wangyu(胡望宇), Shu Xiaolin(舒小林). *Embedded Atom Method Theory and Its Application in Materials Science: Atomic Scale Material Design Theory*(嵌入原子方法理论及其在材料科学中的应用: 原子尺度材料设计理论)[M]. Changsha: Hunan Univer-

- sity Press, 2003: 1
- [25] Zhang Wenyue(张文钺). *Welding Metallurgy*(焊接冶金学)[M]. Beijing: China Machine Press, 1999: 123
- [26] Knorovsky G A, Cieslak M J, Headley T J *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1989, 20(10): 2149

Microstructure of Nb Alloyed GH4169 Superalloy Prepared by Laser Additive Manufacturing

Ren Hang¹, Liu Fencheng¹, Lin Xin², Chen Jing²

(1. National Defence Key Discipline Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology,

Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China)

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

Abstract: The element of Nb in GH4169 alloy powder was adjusted by ball milling alloying combined with laser additive manufacturing (LAM) technology. The effect of the composition adjustment on microstructure evolution of GH4169 superalloy by LAM was studied. The results show that the typical microstructure of as-deposited GH4169 superalloy consists of γ columnar dendrites growing epitaxially along the deposition direction. According to the theoretical results, the mixing enthalpy of the alloy powder during LAM increases with the increase of Nb content, which makes the growth direction of columnar crystal gradually change from the deviation of the laser beam to the inward of the laser beam. The increase of solute concentration and the mixing enthalpy of alloy powder during LAM promotes the precipitation of γ +Laves interdendritic eutectics, and the morphology of γ +Laves interdendritic eutectics gradually becomes net-like. With the increase of Nb addition, the initial melting point of Laves phase increases, and the initial melting point of dendrite core γ phase decreases by DSC. The LAM alloyed GH4169 changes the composition of the primary γ phase, increasing the content of Nb element in the dendrite core. The highest concentration of Nb can reach 7.5 wt%. Therefore, the solid solution strengthening function of Nb is enhanced.

Key words: LAM; nickel based superalloy; alloying; microstructure evolution; mechanical property

Corresponding author: Liu Fencheng, Ph. D., Associate Professor, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, P. R. China, Tel: 0086-791-83863023, E-mail: fencheng999@163.com