

激光粉末床熔融 GH3536 合金高温低周疲劳行为研究

倪浩涵¹, 曾琦^{2,3}, 张恺⁴, 田艳中⁵, 王江伟¹

(1. 浙江大学 材料科学与工程学院 电子显微镜中心 硅材料国家重点实验室, 浙江 杭州 310027)

(2. 浙江大学 航空航天学院, 浙江 杭州 310027)

(3. 中国航发湖南动力机械研究所, 湖南 株洲 412002)

(4. 上海理工大学 材料与化学学院, 上海 200093)

(5. 东北大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819)

摘要: 激光粉末床熔融 (L-PBF) 技术在制备结构复杂合金上具有独特优势。研究了经热处理工艺改善的 L-PBF 成形 GH3536 合金的组织特征和 855 °C 下的高温低周疲劳行为, 揭示了热处理工艺对组织结构和疲劳性能的影响。结合多种疲劳寿命预测模型分析, 深入探讨了 L-PBF 成形 GH3536 合金在不同应变幅下的疲劳损伤行为, 对增材制造试样高温低周疲劳寿命预测和增材制造零部件的应用具有重要意义。

关键词: 增材制造; 高温合金; 疲劳损伤; 寿命预测

中图分类号: TG146.1+5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)06-2302-07

GH3536 合金是一种以 Cr 和 Mo 为固溶强化元素的镍基高温合金, 其具有优异的高温力学性能、抗氧化和耐腐蚀性能, 可在 900 °C 下稳定工作, 被广泛用于燃气轮机的热端部件^[1-3]。随着现代先进航空工业的发展, 人们对具有复杂结构高温部件的制造提出了越来越高的要求^[4], 希望通过一次成型工艺来获得性能优异的高温部件, 同时满足恶劣环境下材料服役的要求。传统减材制备方法如铸造和锻造越来越难以实现材料多组分、多功能、复杂结构的设计, 且生产效率较低, 材料损耗较大。以增材制造技术替代或增材与传统方法相结合的方式制备高温合金部件引起了人们较多的关注和研究^[5-6]。

激光粉末床熔融 (laser powder-bed fusion, L-PBF) 是一种基于金属粉末的激光增材制备技术。相较于传统减材制备工艺, 激光粉末床熔融技术具有较高的成型形状精度^[7], 较少的工艺步骤和材料损耗^[8], 在复杂结构金属的制备和极端环境下的应用具有广阔前景。然而, 由于激光增材制备技术自身的缺陷, 激光粉末床熔融制备的材料或零部件内部容易产生热残余应力^[9]、结构组织各向异性^[10]、致密度不够高^[11]等特点。由于高温合金服役过程中往往要承受多种载荷的交变作用, 镍基高温合金部件往往对缺陷较为敏感^[12], 使得激光粉末床熔融制备的高温合金部件的应用受到一定限制。因此, 研究 GH3536 合金高温低周疲劳行为对激光粉末床熔融高温

合金部件的安全服役具有重要意义。

目前, L-PBF 成形 GH3536 合金疲劳性能的研究已具备一定基础, 研究发现, 增材制造试样可通过热处理 (heat treatment, HT) 等方式优化材料组织结构, 改善力学性能, 消除或抑制增材制造缺陷对材料的不良影响^[13]。Esmailizadeh 等人^[14]研究发现, 增材制造扫描速率对疲劳性能有较显著影响, 高扫描速率制备的 GH3536 试样具有更高的疲劳损伤容限, 然而固有的增材缺陷容易促进疲劳裂纹形核和扩展, 仍制约着试样疲劳性能的提升。肖来荣等人^[15]研究了热等静压结合固溶处理后的 L-PBF 成形 GH3536 合金在室温和 800 °C 下的低周疲劳性能及断口形貌, 认为高温低周疲劳过程中可能形成析出相并导致循环硬/软化行为与室温存在差异。通常, 由于增材制造缺陷很难仅仅通过工艺参数优化而得到消除, 试样需经过后处理如热处理或热等静压提高材料相对密度, 使其均一化并重结晶, 以实现较高的力学性能提升^[16]。然而, 后处理过程中往往会在晶界或晶粒内部引入大量析出相^[17], 在交变载荷作用下析出相的作用将被放大, 尤其是在高温环境耦合下析出相对疲劳变形行为将产生显著影响^[18]。当前, 国内外关于热处理对 GH3536 合金拉伸性能及组织结构的影响已有较多报道^[13,19], 但其对合金在 855 °C 下高温低周疲劳性能、疲劳变形行为以及疲劳寿命预测的影响尚不得而知。

收稿日期: 2022-08-15

基金项目: 国家自然科学基金 (52071284); 中国航空发动机集团 (HFZL2019CXY001)

作者简介: 倪浩涵, 男, 1998 年生, 硕士, 浙江大学材料科学与工程学院, 浙江 杭州 310027, E-mail: haohan_ni@zju.edu.cn

固溶和晶粒重新生长，增材缺陷的影响被削弱^[25]。此前的研究表明^[16-17,26-27]，在固溶温度附近进行热处理后晶粒内部易形成颗粒状的碳化物，而晶界上的析出物薄层则可能是空冷过程中由于冷却速率较慢，过饱和固溶元素被排出至晶界与 C、O 结合形成。

2.2 循环响应行为

HT 试样在 855 °C 下的低周疲劳响应曲线如图 2a 所示。随着应变幅的增加，循环寿命逐渐减少，饱和应力幅显著增大。在循环的初始阶段，晶体内部位错逐渐开动，由于位错密度较低，在循环响应的过程中位错发生增殖、塞积，试样内部产生大量的滑移带，试样发生循环硬化；随后应力响应逐渐平稳，应力幅随循环次数的增加基本保持稳定。对于 $\Delta\epsilon/2=0.20\%$ 的试样而言，其应变刚好处于屈服点附近，因此塑性应变过程并不十分显著，应力幅在循环过程中产生一定的波动，直至完全硬化稳定。在较高应变幅下 ($\Delta\epsilon/2=0.30\%, 0.40\%, 0.50\%$)，塑性应变对疲劳的贡献较大，应力响应表现出明显的规律性，即循环硬化-循环稳定-失稳断裂。伴随塑性应变幅增加，样品的疲劳损伤也更为显著，疲劳寿命降低。通常，材料的循环迟滞回线反映了塑性应变能在低周疲劳循环中的累计过程，如图 2b 所示。半寿命循环迟滞回线近似描述了循环应力饱和后塑性应变能积累的过程，进而能够反映疲劳损伤在试样中积累的过程。在相同温度下，随着应变幅的增大，试样的半寿命迟滞回线的宽度增加，即塑性应变对疲劳寿命的贡献增加，疲劳损伤增大。

2.3 疲劳断裂行为

在低应变幅 ($\Delta\epsilon/2=0.20\%$) 和高应变幅 ($\Delta\epsilon/2=0.50\%$) 下，HT 试样的疲劳断口形貌分别由图 3 和图 4 所示。试样断口大致分为 3 个区域：裂纹形核源、扩展区和瞬断区。疲劳源通常处于试样的表面或亚表面，根据细观理论的“并-串联模型”^[28]，疲劳裂纹的萌生需要经历 4

个阶段：先屈服微区的形成，形变集中微区的形成，微区中出现反向屈服以及部分微区中萌生疲劳裂纹。在低应变幅下，裂纹形核源与扩展区交界附近观察到微孔 (图 3b)，由于热处理不能完全焊合增材制造引入的缺陷^[11,29-30]，加之表面晶粒缺乏约束，在循环载荷作用下，孔洞处产生应力集中，裂纹容易从此处萌生并扩展。

由图 3c 可知，低应变幅下扩展区主要发生穿晶断裂同时伴随着二次裂纹的萌生，疲劳辉纹的方向大致与二次裂纹扩展方向相一致，而主裂纹近似沿着疲劳辉纹的径向扩展，呈放射状穿过整个扩展区直至试样失稳瞬断。与此同时，基于不同形核源 (不同扩展区) 而产生的裂纹交汇后发生转向并迅速向前扩展，在交汇处形成山脊状的突起 (图 3a)。

高应变幅下，由于较高的应变更容易激发试样局部薄弱区域成为疲劳裂纹形核位点，加之试样亚表面附近可能存在多个缺陷，裂纹形核位点数目随应变幅的增加而出现了增多。图 4a 为 0.50% 应变幅下的疲劳断口形貌，其多裂纹源特征更加显著。同时，受碳化物晶界偏析的影响，试样在高温下稳定性较差，微孔等缺陷的作用在循环过程中被放大，加之高温的氧化作用，某些局部薄弱区域在较高循环载荷和高温氧化作用下表现为沿表面某一晶界解理或夹杂物的侵入，形成裂纹源 (图 4b 和图 4c)，对疲劳寿命较为不利。另一方面，随着应变幅的增大，扩展区面积显著减小，相应地瞬断区所占面积增大，试样损伤累积加快，可容纳裂纹扩展的区域缩小，预示着疲劳循环寿命的衰减。

图 4d 和 4e 分别为裂纹扩展区形貌，其中观察到了较多次级裂纹的萌生，且二次裂纹的数量、大小和扩展深度均随应变幅的增大而显著增加，在一定程度上加剧了疲劳断裂；同时，扩展区的断裂模式也由低应变幅下的穿晶断裂转变为穿晶与沿晶断裂混合的模式。晶界上二次裂纹的扩展有助于降低裂纹尖端的能量，延缓主裂

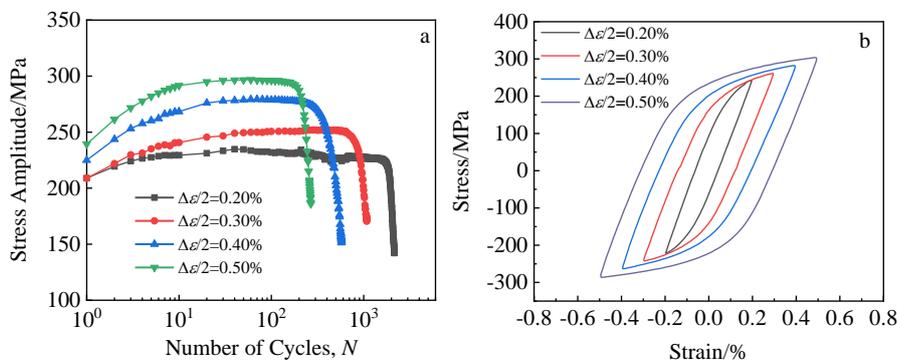


图 2 HT 试样高温低周疲劳性能曲线

Fig.2 High temperature low-cycle fatigue performance of HT sample: (a) stress response curves at various strain amplitudes; (b) half-life hysteresis loops at various strain amplitudes

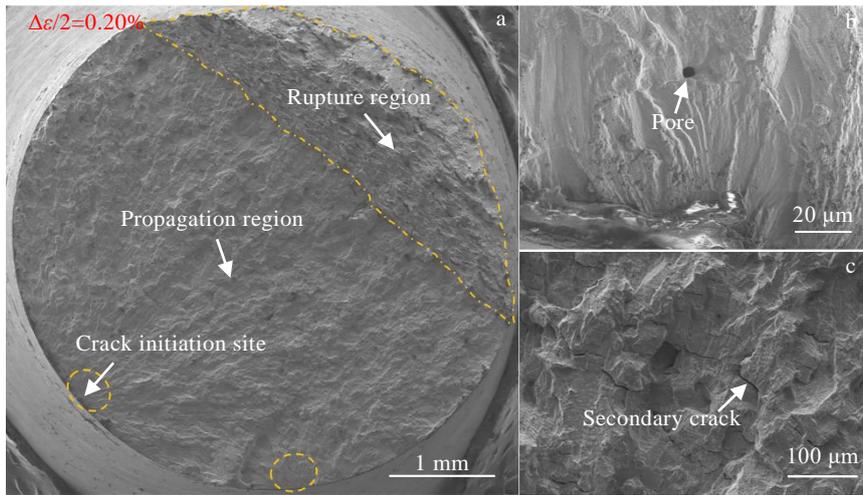


图3 0.20%应变幅下 HT 试样 855 °C 低周疲劳断口形貌

Fig.3 Low-cycle fatigue fracture morphologies of HT sample at 855 °C under the strain amplitude of 0.20%: (a) fracture surface; (b) pore near the junction of crack initiation site and propagation region; (c) fatigue striations and secondary cracks in propagation region

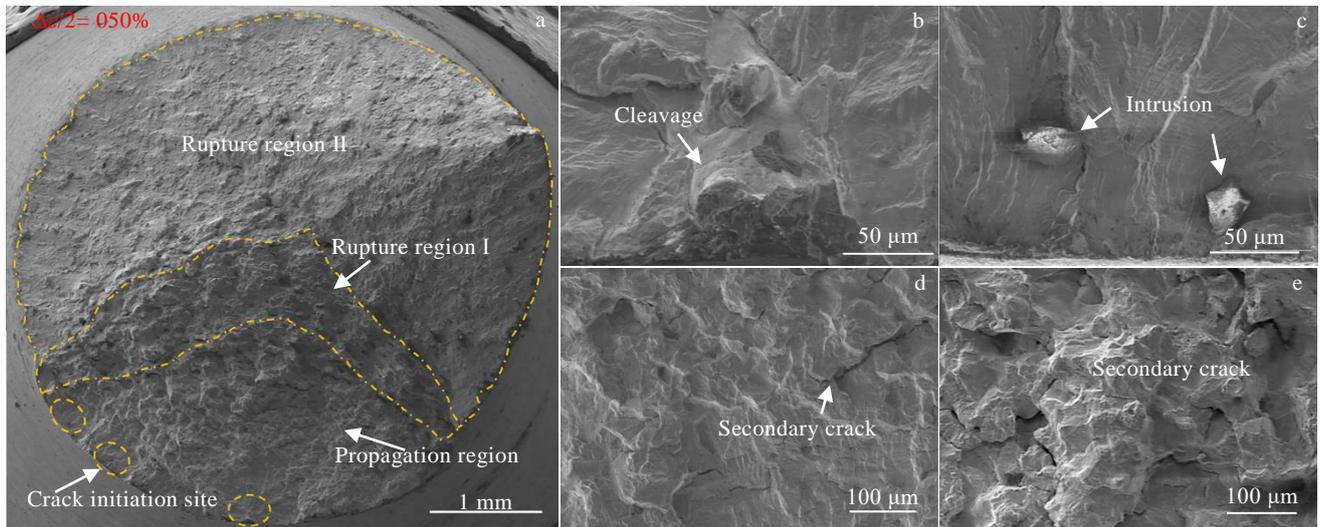


图4 0.50%应变幅下 HT 试样 855 °C 低周疲劳断口形貌

Fig.4 Low-cycle fatigue fracture morphologies of HT sample at 855 °C under the strain amplitude of 0.50%: (a) fracture surface; (b) cleavage along grain boundary in crack initiation site; (c) intrusion of inclusions in crack initiation site; (d, e) crack propagation region

纹扩展的速率，然而在高温耦合作用下，大量的沿晶脆断容易导致试样快速失稳，次级裂纹萌生后快速沿着晶界扩展，主裂纹还未扩展至一定深度试样便失稳瞬断，扩展区的空间被进一步压缩。而晶界上二次裂纹的形成可能与大量晶界析出相的存在有关，其在较高应变幅下会加速疲劳裂纹的扩展，阻碍了疲劳寿命的提升。

值得注意的是，应变幅 0.50% 下，断口瞬断区形貌与低应变幅下存在一定差异。如图 4a 所示，根据表面粗糙度的不同，大致可划分为瞬断 I 区和瞬断 II 区。瞬断 I 区的粗糙度相对较高而面积较小；相比之下，瞬断 II 区为倾斜度较高的斜面，且面积远大于瞬断 I 区，表明剪切

应力作用范围远大于轴向应力。在较高应变幅下，试样的局部失稳易导致应力失衡，使得试样容易在剪切应力的作用下沿着倾斜滑移面发生撕裂，即瞬断 I 区的裂纹到达瞬断 II 区时沿着剪切应力方向发生转向，同时与表面不同区域形核的微裂纹相互交汇、融合，最终导致试样快速断裂。如图 5a 所示，瞬断 I 区撕裂过程中可能伴随着沿晶解理，在区域内产生较大的空穴，撕裂区域周围存在大量切窝（图 5b）；然而，在剪切应力作用下，瞬断 II 区内存在近似沿断口斜面径向分布的条纹状撕裂棱（图 5c），因此低倍下断口表面较为平滑，而在高倍下，如图 5d 所示，撕裂棱周围分布大量切窝，表明瞬断 II 区

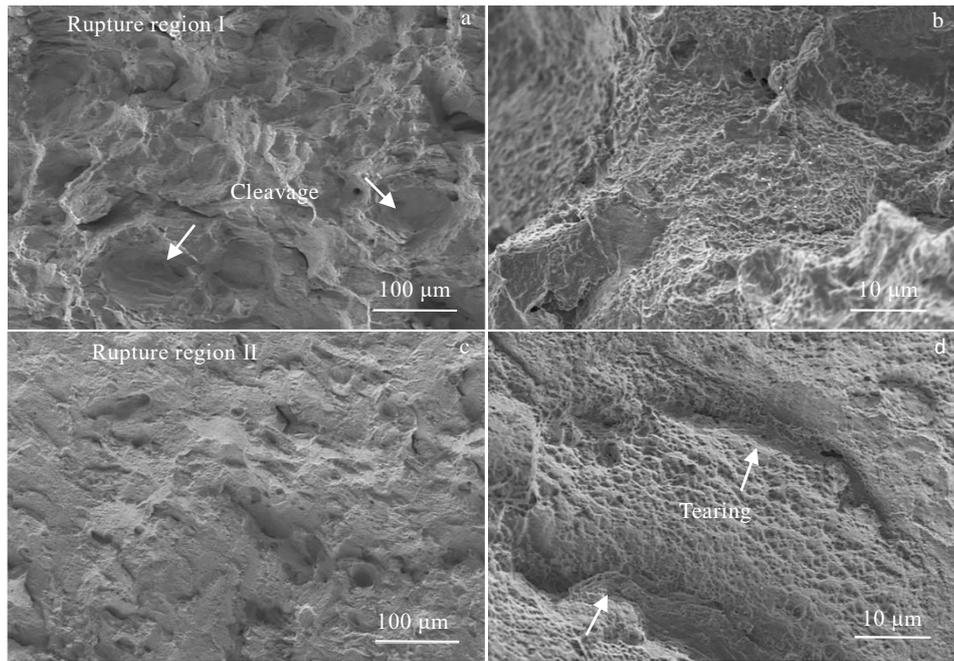


图 5 应变幅 0.50% 下 HT 试样瞬断区形貌

Fig.5 Morphologies of rupture region of HT sample under the strain amplitude of 0.50%: (a-b) rupture region I and (c-d) rupture region II

仍主要发生韧性断裂。

2.4 疲劳寿命预测及评估

由于高温低周疲劳的载荷始终处于试样的弹塑性区，疲劳寿命主要受应变控制。目前较为经典的高温低周疲劳寿命预测模型包括 Coffin-Manson 式(1)^[31]：

$$\Delta \varepsilon_p / 2 = \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (1)$$

以及在(1)式基础进一步考虑总应变幅对疲劳寿命贡献的 Basquin-Coffin-Manson 式(2)^[18]：

$$\frac{\Delta \varepsilon_t}{2} = \frac{\Delta \varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta \varepsilon_p}{2} = \frac{\sigma_f'}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (2)$$

其中， N_f 为疲劳寿命， $\Delta \varepsilon_t$ 、 $\Delta \varepsilon_e$ 、 $\Delta \varepsilon_p$ 分别为总应变幅、弹性应变幅和塑性应变幅， ε_f' 和 σ_f' 分别为疲劳延性系数和疲劳强度系数， b 和 c 分别为疲劳强度指数和疲劳延性指数。Coffin-Manson 模型疲劳寿命预测曲线如图

6a 所示， $\Delta \varepsilon_p / 2$ 与 $2N_f$ 在双对数坐标系下基本满足线性关系，但偏差较为明显。而在 Basquin-Coffin-Manson 模型中，塑性应变曲线与弹性应变曲线存在交点（图 6b），该交点称为过渡疲劳寿命，表明低应变幅下弹性应变贡献较大而高应变幅下塑性应变贡献较大。在 855 °C 下，HT 试样的过渡疲劳寿命为 1084 周次，总应变曲线偏差明显小于 Coffin-Manson 模型。Coffin-Manson 模型和 Basquin-Coffin-Manson 模型的拟合参数如表 1 所示。

长期工程实践表明，Coffin-Manson 模型和 Basquin-Coffin-Manson 模型的适用范围较为有限，无法揭示疲劳损伤的本质，疲劳寿命预测的精度较低^[32]。因此，可以采用理论上更为准确的滞回能模型对 HT 试样的疲劳寿命进行预测。如式(3)所示^[33]：

$$W_s = W_0 \cdot N_f^{-1/\beta} \quad (3)$$

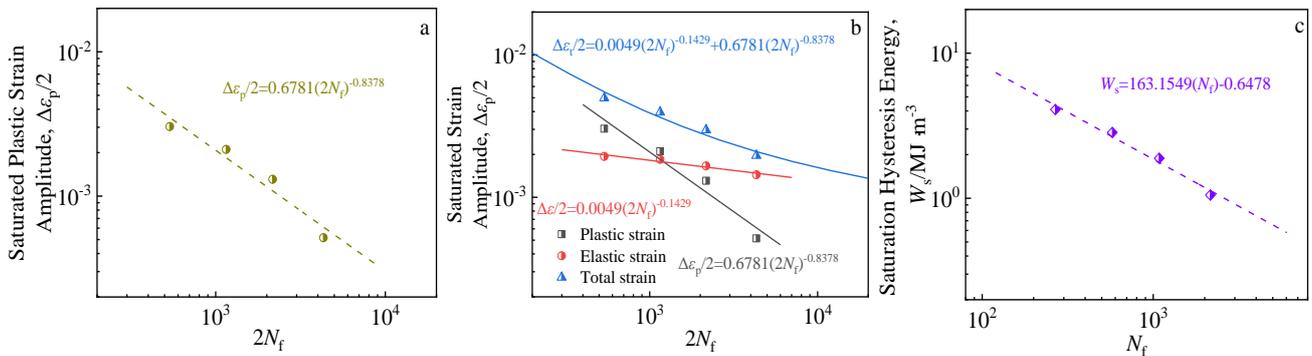


图 6 疲劳寿命预测曲线

Fig.6 Fatigue life prediction curves: (a) Coffin-Manson curve, (b) Basquin-Coffin-Manson curves, and (c) hysteresis energy curve

表1 Coffin-Manson模型和Basquin-Coffin-Manson模型参数
Table 1 Parameters of Coffin-Manson and Basquin-Coffin-Manson model

Model	σ'_f /MPa	b	ϵ'_f	c	E /GPa
Coffin-Manson	-	-	0.6781	-0.8378	-
Basquin-Coffin-Manson	764.4	-0.1429	0.6781	-0.8378	156

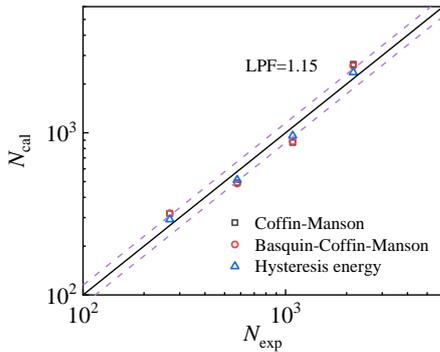


图7 不同模型疲劳寿命预测结果分析(紫色虚线代表1.15倍分散带边界)

Fig.7 Analysis of fatigue life prediction results of different models (the purple dashed line represents the 1.15 times dispersion band boundary)

其中, W_s 称为饱和滞回能, 可由半寿命循环迟滞回线计算得出, W_0 和 β 为材料常数, W_0 称为材料的本征疲劳韧性, 而 β 称为损伤转化指数。根据以上模型计算, 经线性拟合可得 HT 试样疲劳寿命预测结果如图 6c 所示, 滞回能模型参数 W_0 和 β 值分别为 $163.1549 \text{ MJ m}^{-3}$ 和 1.5437。

为直观比较各模型预测结果的离散度差异, 采用寿命预测因子 LPF 对模型预测的准确度进行评估^[33]:

$$\text{LPF} = \text{Max} \left\{ \frac{N_{\text{cal}}}{N_{\text{exp}}}, \frac{N_{\text{exp}}}{N_{\text{cal}}} \right\} \quad (4)$$

其中, N_{cal} 为疲劳寿命预测值, 而 N_{exp} 为疲劳寿命实验值。图 7 为不同模型疲劳寿命预测结果分析。由图 7 可知, Coffin-Manson 模型和 Basquin-Coffin-Manson 模型的预测寿命最大误差分别为 22.6% 和 19.7%, 而滞回能模型的预测寿命最大误差仅为 11.5%, 其 LPF 值小于 1.15, 具有较高的寿命预测精度。因此, 相较于其他模型, 滞回能模型能够较好地反映材料实际的疲劳损伤情况。

3 结论

1) 热处理后, 合金晶界和晶内产生大量析出物, 晶界上碳化物的偏析对疲劳性能有较显著影响, 可能会导致较高应变幅下二次裂纹沿晶界迅速扩展。

2) 热处理无法完全焊合增材制造缺陷, 试样表面孔洞等缺陷在疲劳循环过程中将导致应力集中, 促进疲劳裂纹扩展。较高应变幅更容易激发试样内部缺陷, 尤其是亚表面附近缺陷的裂纹形核, 同时更易导致疲劳裂纹形核源处沿晶解理或夹杂物的侵入。

3) 试样在高应变幅下的疲劳断口存在多个瞬断区, 与低应变幅有较大差异。

参考文献 References

- [1] Min Shiling(闵师领), Hou Juan(侯娟), Zhang Kai(张恺) et al. *Laser & Optoelectronics Progress*(激光与光电子学进展)[J], 2021, 58(17): 106
- [2] Wang F D. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2011, 58(5-8): 545
- [3] Liu Hao(刘浩), Wang Xinmei(王心美), Liu Dashun(刘大顺) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(10): 2473
- [4] Zhang X S, Chen Y J, Hu J L. *Progress in Aerospace Sciences*[J], 2018, 97: 22
- [5] Berman B. *Business Horizons*[J], 2012, 55(2): 155
- [6] Gu D D, Shi X Y, Poprawe R et al. *Science*[J], 2021, 372: 6545
- [7] Mumtaz K A, Erasenthiran P, Hopkinson N. *J Mater Process Tech*[J], 2008, 195(1-3): 77
- [8] Yin Y, Tan Q Y, Bermingham M et al. *International Materials Reviews*[J], 2022, 67(5): 487
- [9] Harrison N J, Todd I, K Mumtaz. *Acta Materialia*[J], 2015, 94: 59
- [10] Thijs L, Kempen K, Kruth J P et al. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(5): 1809
- [11] Tammas-Williams S, Withers P J, Todd I et al. *Scripta Materialia*[J], 2016, 122: 72
- [12] Pollock T M, Tin S. *Journal of Propulsion and Power*[J], 2006, 22(2): 361
- [13] Tomus D, Tian Y, Rometsch P A et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 667: 42
- [14] Esmailzadeh R, Keshavarzkermani A, Ali U et al. *Addit Manuf*[J], 2021, 38: 101 805
- [15] Xiao Lairong(肖来荣), Tan Wei(谭威), Liu Liming(刘黎明) et al. *Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2021, 48(22): 2 202 009
- [16] Sun S S, Teng Q, Xie Y et al. *Addit Manuf*[J], 2021, 46: 102 168
- [17] Ghiaasiaan R, Muhammad M, Gradl P R et al. *Materials Research Letters*[J], 2021, 9(7): 308
- [18] Yoon D, Heo I, Kim J et al. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*[J], 2019, 20(1): 147
- [19] Sanchez-Mata O, Muñiz-Lerma J A, Wang X et al. *Materials*

- Science and Engineering A*[J], 2020, 780: 139-177
- [20] Li X P, Wang X J, Saunders M *et al. Acta Materialia*[J], 2015, 95: 74
- [21] DebRoy T, Wei H L, Zuback J S *et al. Progress in Materials Science*[J], 2018, 92: 112
- [22] Dryepondt S, Nandwana P, Unocic K A *et al. Acta Materialia*[J], 2022, 231: 117-876
- [23] Wen S F, Li S, Wei Q S *et al. J Mater Process Tech*[J], 2014, 214(11): 2660
- [24] Ali H, Ghadbeigi H, Mumtaz K. *Mat Sci Eng A-Struct*[J], 2018, 712: 175
- [25] Marchese G, Lorusso M, Parizia S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 729: 64
- [26] Zhao J C, Larsen M, Ravikumar V. *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 293(1): 112
- [27] Ni H H, Zeng Q, Zhang K *et al. Metals*[J], 2022, 12(7): 1165
- [28] Wang Renzhi(王仁智), Ru Jilai(汝继来), Li Xiangbin(李向斌) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment(金属热处理学报)*[J], 1995, 16(4): 26
- [29] R Cunningham, Nicolas A, Madsen J *et al. Materials Research Letters*[J], 2017, 5(7): 516
- [30] Yao Jun(姚俊), Guo Jianting(郭建亭), Yuan Chao(袁超) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2005, 41(4): 357
- [31] Zheng Fei(郑飞), He Yuhuai(何玉怀), Su Bin(苏彬). *Research and Exploration in Laboratory(实验室研究与探索)*[J], 2007, 26(10): 192
- [32] Shao C W, Zhang P, Liu R *et al. Acta Materialia*[J], 2016, 103: 781
- [33] Wang M, Pang J C, Liu H Q *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2019, 8(5): 4556

High Temperature Low-Cycle Fatigue Behavior of Laser Powder-Bed-Fused GH3536 Superalloy

Ni Haohan¹, Zeng Qi^{2,3}, Zhang Kai⁴, Tian Yanzhong⁵, Wang Jiangwei¹

(1. State Key Laboratory of Silicon Materials, Center of Electron Microscopy, School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

(2. School of Aeronautics and Astronautics, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

(3. AECC Hunan Aviation Plant Research Institute, Zhuzhou 412002, China)

(4. School of Materials and Chemistry, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China)

(5. School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

Abstract: Laser powder-bed fusion (L-PBF) technology possesses unique advantages in building complex-shape alloys. The microstructure and high temperature low-cycle fatigue behavior of L-PBFed GH3536 superalloy at 855 °C were investigated, and the influence of heat treatment on microstructure and fatigue performance was revealed. By combining different fatigue life prediction models, the fatigue damage behavior of L-PBFed GH3536 superalloy at various strain amplitudes was discussed. These results are important for high temperature low-cycle fatigue life prediction and application of additive manufactured metal part.

Key words: additive manufacturing; superalloy; fatigue damage; life prediction

Corresponding author: Wang Jiangwei, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, P. R. China, E-mail: jiangwei_wang@zju.edu.cn