

激光沉积修复 GH738 合金时效热处理组织及性能

卞宏友¹, 翟泉星¹, 曲 伸², 杨 光¹, 王 伟¹, 王 维¹

(1. 沈阳航空航天大学 航空制造工艺数字化国防重点学科实验室, 辽宁 沈阳 110136)

(2. 中国航发沈阳黎明航空发动机有限责任公司, 辽宁 沈阳 110043)

摘 要: 研究了双极时效热处理对激光沉积修复 GH738 合金显微组织及力学性能的影响。结果显示: 沉积态显微组织为典型的外延柱状枝晶, 枝晶间距约为 10 μm 。经过时效处理后, 修复区组织开始长大、合并。沉积态未发现 γ' 相, 枝晶间存在立方状的 MC 型碳化物, 枝晶干存在颗粒状 M_{23}C_6 型碳化物。经双级时效处理后, 修复区析出 γ' 相: 稳定化温度为 820 $^{\circ}\text{C}$ 时, γ' 相平均尺寸约为 37 nm, 碳化物在晶界处呈断续状析出。随着稳定化温度升高, γ' 相及碳化物尺寸均有所增大, 其中稳定化温度为 840 $^{\circ}\text{C}$ 时, γ' 相平均尺寸约为 76 nm, 碳化物呈项链状析出; 稳定化温度为 860 $^{\circ}\text{C}$ 时, γ' 相平均尺寸无明显增大, 部分 γ' 相发生明显粗化, 尺寸达到 150 nm, 晶界处碳化物开始呈包膜状析出。力学性能测试结果显示: 时效处理后试样抗拉强度明显提高, 随着稳定化温度升高, 抗拉强度先升高后降低, 断后伸长率不断降低。

关键词: 激光沉积修复; GH738 合金; 热处理; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TH164; TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)01-0317-06

GH738 (美国牌号 waspaloy) 属于 γ' 相沉淀强化型高温合金。该合金在 760~870 $^{\circ}\text{C}$ 具有较高的屈服强度和抗疲劳性能, 加工塑性好, 组织性能稳定。广泛应用于航空、航天、化工等领域, 适用于制作航空发动机涡轮盘、高温紧固件、封严圈等零件^[1]。由于 GH738 合金工作环境复杂, 在恶劣服役环境下易出现疲劳裂纹、磨损等失效情况, 直接更换成本高, 且生产周期长。如对其快速高质修复将有效缩短发动机维修周期并大大降低成本。激光沉积修复技术是以损伤零件为基体, 采用逐层熔化堆积的方式, 对损伤部位进行三维成形修复, 具有热输入小、能实现近净成形等优点; 在高温合金等零部件快速高质修复方面具有显著优势^[2,3]。

激光沉积修复属于快速熔凝, 沉积态组织通常是亚稳态的, 且快速冷却也抑制了强化相及碳化物的充分析出, 使得修复试样强度与塑性仅达到铸件标准。Minlin Zhong^[4]等针对 Inconel 738 单晶叶片进行了激光沉积修复, 修复工件的拉伸性能达到了基体的 80%。为满足某些修复件的性能要求, 有必要进一步优化修复区显微组织以改善修复件力学性能, 而热处理是其重要手段^[5]。赵卫卫^[6]等研究了激光沉积成形 Inconel 718 合金, 发现经热处理后 Inconel 718 成形件的强度可达到甚至超过锻件的水平。席明哲^[7]等研究了激光沉积成形 Inconel 718 合金的各向异性问题, 经过热处

理后 3 个相互垂直方向上的拉伸力学性能均大幅度提高, 达到了锻件拉伸力学性能标准。卞宏友^[8]等的研究表明, 经过时效热处理后, 激光沉积修复 GH4169 试样拉伸性能达到锻件标准, 但塑性有所降低。

激光沉积修复试样的组织不同于传统铸态和锻态, 而且对于不同的材料, 其强化相析出的温度范围不同, 因此需要不同的热处理制度以使修复件达到最优的力学性能。本实验研究双级时效热处理对激光沉积修复 GH738 合金试样显微组织和力学性能的影响, 并讨论热处理工艺对修复试样显微组织与力学性能的影响规律, 为修复件的热处理工艺优化提供指导依据。

1 实 验

激光沉积修复 GH738 合金试样是在沈阳航空航天大学构建的 LDM-800 系统上完成, 采用 SGM.VB30/12G 型箱式电阻炉在充氩条件下对修复试样进行热处理。

基体材料为经过标准热处理 (1080 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷+840 $^{\circ}\text{C}$, 24 h, 空冷+760 $^{\circ}\text{C}$, 16 h, 空冷) 的 GH738 锻件板材; 粉末材料为 GH738 球形粉末, 粒度为 53~150 μm , GH738 合金粉末的化学成分如表 1 所示。根据 GH738 合金零件的裂纹损伤结构特点, 修复件试样基体尺寸为 90 mm×70 mm×3.2 mm, 加工成贯通槽形式, 如图 1 所示: 槽长 (L) 30 mm, 上沿宽 (W) 14 mm, 高 (H) 3 mm, 坡角 (θ) 30 $^{\circ}$ 。

收稿日期: 2018-01-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51375316); 航空科学基金 (2014ZE54028); 辽宁省自然科学基金 (20170540690)

作者简介: 卞宏友, 男, 1975 年生, 博士, 副教授, 沈阳航空航天大学航空制造工艺数字化国防重点学科实验室, 辽宁 沈阳 110136, E-mail: bianhongyou@sau.edu.cn

表 1 GH738 合金粉末的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH738 powders (ω/%)															
C	P	Co	Al	Fe	Mn	S	Mo	B	Cu	Si	Cr	Ti	Zr	Ni	
0.06	0.015	13.00	15.00	1.50	0.01	0.015	4.70	0.009	0.10	0.15	20.00	3.10	0.10	Bal.	

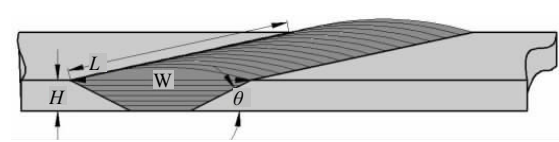


图 1 贯通槽示意图

Fig.1 Schematic diagram of defects through-groove damage

采用多道多层沉积方式修复试样，修复过程中在贯通槽下方添加一块背板，用于承接粉末并作为形成熔池的基体；激光沉积修复工艺参数为：光斑直径 3 mm，激光功率 1000 W，扫描速度 4 mm/s，送粉速率 7 g/min，搭接率 45%，层高 0.5 mm。修复试样采用的热处理工艺制度如表 2 所示。

利用线切割沿垂直于激光扫描方向截取试样，经打磨、抛光和盐酸硝酸氢氟酸混合液($V_{\text{HCL}}:V_{\text{HNO}_3}=3:1$)化学腐蚀后制成金相试样；并采用 OLYMPUS-DP71 型光学显微镜和 S3400 型扫描电镜对金相试样进行显微组织观察分析，采用 image-pro 软件进行强化相的定量分析。采用线切割和磨削的方式将修复试样加工成拉伸试样，尺寸如图 2 所示，然后利用 Z050 型试验机进行室温拉伸测试，拉伸时采用位移控制，加载速率 1 mm/min。

表 2 激光沉积修复 GH738 合金热处理工艺制度

Table 2 Heat treatment for GH738 alloy of laser deposition repair

Samples	Heat treatment
1#	As-deposited
2#	820 ℃, 24 h, AC to 760 ℃, 16 h, AC
3#	840 ℃, 24 h, AC to 760 ℃, 16 h, AC
4#	860 ℃, 24 h, AC to 760 ℃, 16 h, AC

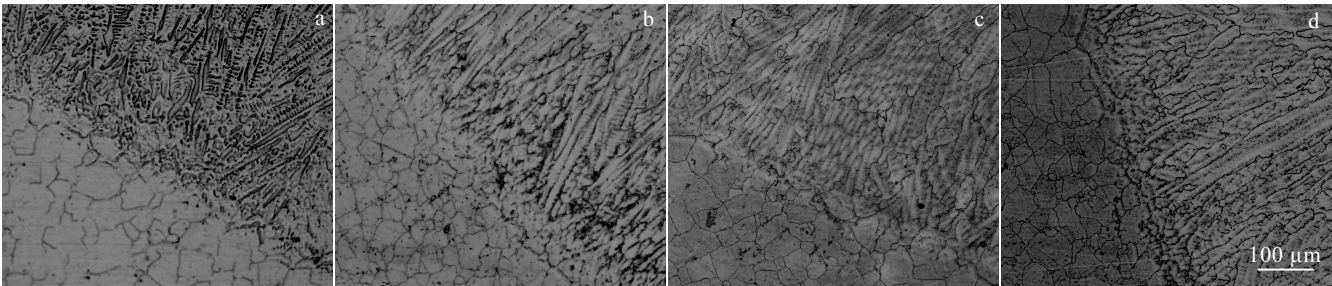


图 3 不同稳定化温度下的显微组织

Fig.3 Microstructures of the alloys at different stabilization temperatures: (a) as-deposited; (b) 820 ℃, 24 h, AC+760 ℃, 16 h, AC; (c) 840 ℃, 24 h, AC+760 ℃, 16 h, AC; (d) 860 ℃, 24 h, AC+760 ℃, 16 h, AC

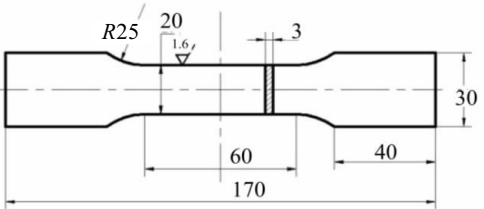


图 2 拉伸性能测试样尺寸

Fig.2 Sketch of the tensile testing specimen

2 结果与分析

2.1 不同时效温度下的显微组织

图 3 为合金不同稳定化温度下的显微组织。由图 3a 可知沉积态修复区呈典型的外延柱状枝晶，枝晶间距约为 10 μm；经过双级时效热处理后，枝晶开始扩展、合并，修复区内部不同取向的枝晶在扩展过程中发生接触形成新的晶界，如图 3b 所示；随着稳定化温度的升高，枝晶扩展程度越来越高，当稳定化温度为 860 ℃可观察到明显的晶界如图 3d 所示，新形成的等轴晶内部为细小的枝晶组织。

激光沉积修复试样在修复区内部存在很大的残余应力，在时效过程中以残余应力为驱动力进行再结晶，柱状枝晶的晶界经扩展、合并后形成新的晶粒。由于试样未经过均匀化处理，新形成的等轴晶粒内部仍然可以看到明显的枝晶组织，基体与修复区界限清晰可见。

同时可以发现，时效热处理过程中新形成的等轴晶粒极不均匀，较小的尺寸为 10 μm，较大的可达到 500 μm。这是由于在时效过程中从修复区析出大量碳化物，且碳化物的析出发生在再结晶之前^[9]，这些碳化物扎钉在晶界处，阻止晶粒长大，造成晶粒不均匀。

Fig.3 Microstructures of the alloys at different stabilization temperatures: (a) as-deposited; (b) 820 ℃, 24 h, AC+760 ℃, 16 h, AC; (c) 840 ℃, 24 h, AC+760 ℃, 16 h, AC; (d) 860 ℃, 24 h, AC+760 ℃, 16 h, AC

2.2 强化相含量及分布

图 4 为合金不同稳定化温度下的 γ' 相形貌。如图 4a 所示: 由于激光沉积修复过程中冷却速度极高, γ' 相形成元素过饱和固溶于基体中, 导致 γ' 相来不及析出长大, 扫描电镜下未观察到沉积态修复区内 γ' 相。经双级时效处理后, γ' 相开始析出并长大, 且随着稳定化温度提高, γ' 相有长大的趋势: 稳定化温度从 820 °C 提高到 840 °C 时, γ' 相平均直径由 37 nm 增大到 76 nm, 如表 3 所示。总体含量为 21.7%, 相对于 820 °C 略有提高, 但变化不明显; 同时发现 γ' 相间距显著变大, 如图 4c 所示。当稳定化温度从 840 °C 提高到 860 °C 时, γ' 相平均尺寸略有增大, 部分 γ' 相明显粗化, 尺寸达到 150 nm; 总体含量为 21.2%, 相对于 840 °C 无明显变化。

在长期时效热处理过程中, 固溶于基体中的 Al、Ti 等 γ' 相形成元素会从基体中析出, 同时尺寸较小的 γ' 相会逐渐分解, 并释放出 γ' 相形成元素, 而未溶解的 γ' 相会不断长大。值得注意的是, 经过时效处理后, γ' 相总体含量基本相同, 说明 760 °C 时效 24 h 后, γ' 相析出量已经达到最大。而不同的稳定化温度是影响 γ' 相尺寸的主要因素。

2.3 碳化物含量及分布

表 3 不同时效温度下的 γ' 相含量及平均尺寸

Table 3 Content and size of γ' at different aging temperatures

Sample	1#	2#	3#	4#
Content/%	—	20.9	21.7	21.2
Size/nm	—	37	76	79

如图 5a 所示, 修复区枝晶间与枝晶干均出现少量碳化物, 但形态与组成成分不同。枝晶干区域存在细小亮白色颗粒状和短棒状碳化物(图 5a 中 2 区), 图 6 所示为图 5a 中不同区域碳化物 EDS 分析结果, EDS 结果表明此类碳化物含有较高的 Cr、Co, 为 $M_{23}C_6$ 型碳化物。枝晶间存在少量尺寸相对较大的立方体碳化物(图 5a 中 1 区), 此类碳化物 Ti、Mo 含量较高, 为 MC 型碳化物^[10]; 经双级时效热处理后, 碳化物开始在晶界析出, 且随着稳定化温度升高, 碳化物形态出现明显变化: 稳定化温度为 820 °C 时, 碳化物在晶界上断续析出, 但数量较少。如图 5b 所示: 随着稳定化温度升高, 碳化物尺寸不断增大, 且数量增多, 当稳定化温度为 840 °C 时, 碳化物在晶界处呈项链状析出(图 5c); 当稳定化温度为 860 °C 时, 晶界碳化物由不连续的颗粒状向连续成膜状转变(图 5d)。

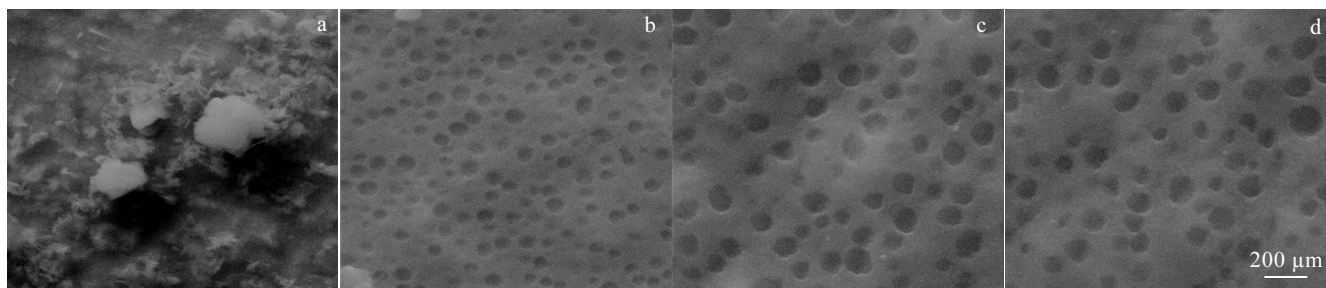


图 4 不同稳定化温度下的 γ' 相形貌

Fig.4 Morphologies of γ' phase at different stabilization temperatures: (a) as-deposited; (b) 820 °C, 24 h, AC+760 °C/16 h, AC; (c) 840 °C/24 h, AC+760 °C/16 h, AC; (d) 860 °C/24 h, AC+760 °C/16 h, AC

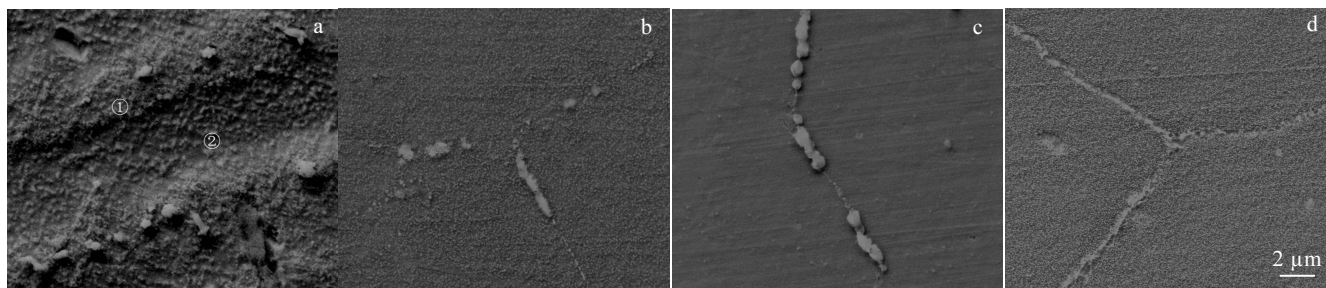


图 5 不同时效温度下的碳化物形貌

Fig.5 Morphologies of carbides at different aging temperatures: (a) as-deposited; (b) 820 °C, 24 h, AC+760 °C/16 h, AC; (c) 840 °C, 24 h, AC+760 °C, 16 h, AC; (d) 860 °C, 24 h, AC+760 °C, 16 h, AC

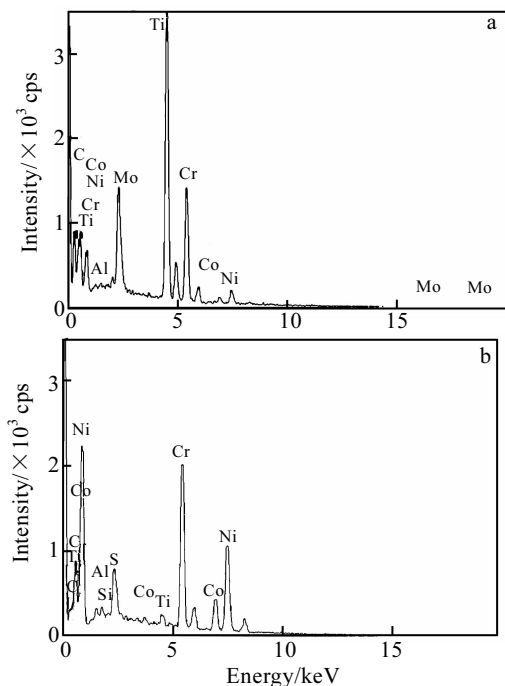


图 6 图 5a 中不同区域 EDS 能谱分析结果
Fig. 6 EDS analysis of area 1 (a) and area 2 (b) in Fig. 5a

快速凝固过程中 C 原子过饱和固溶于基体中，来不及形成碳化物；C、Mo 等碳化物形成元素原子易偏析于晶界、位错以及层错处，形成 C 原子偏聚区域，并在长期时效热处理过程中从基体中析出，碳化物将择优析出在这些位错线上^[11]。随着时效温度升高，C 原子扩散更为充分，碳化物析出量增加；因此，当稳定化温度从 820 ℃升高至 860 ℃时，晶界及枝晶间析出大量不连续的颗粒状碳化物；随着稳定化温度升高，碳化物逐渐长大，由不连续的颗粒状向连续包膜状转变。

2.4 室温拉伸性能

表 4 为激光沉积修复 GH738 合金沉积态及不同时效温度热处理态下的室温抗拉伸强度。可知经双级时效热处理后修复试样室温抗拉伸强度均明显高于沉积态。随着稳定化温度升高，试样抗拉强度和屈服强度均呈现出先增大后减小的趋势，其中，当稳定化温度为 840 ℃时试样抗拉强度和屈服强度达到最大，分别为 1272.3 和 902.1 MPa，经 840 ℃稳定化热处理后，修复区抗拉强度已达到锻件标准。同时可看随着稳定化温度升高，试样断后伸长率不断减小，稳定化温度从 820 ℃升高至 840 ℃时断后伸长率略有降低，当稳定化温度为 860 ℃时试样断后伸长率降幅较大；且时效热处理后试样断后伸长率均低于沉积态。

稳定化温度为 820 ℃时， γ' 相较小时，此时位错可切过 γ' 相继续向前迁移，宏观上表现为合金具有良

好的塑性，但强度较差；随着时效温度升高， γ' 相尺寸逐渐增大，位错通过 γ' 相的方式由切过变为绕过，此时位错需要更多的外力才能绕过 γ' 相^[12]，使得合金强度提高；因此 3 种稳定化温度下，2#号试样塑性最好，但抗拉强度最低；而 3#、4#号试样 γ' 相尺寸相近，但 4#试样强度和塑性明显降低，这可能与晶界碳化物分布有关。在拉伸变形过程中，碳化物可以降低晶界的滑移速率以及阻碍位错的移动，能够提高合金的拉伸性能。但随着碳化物颗粒尺寸的增大，由于碳化物弹性模量较大，拉伸过程中为弹性变形，而基体 γ 相的弹性模量相对较小，部分产生了塑性变形，在碳化物与基体界面处出现空洞，这些空洞处将会产生应力集中，形成裂纹源。同时，当晶界碳化物呈包膜状析出时，晶界处的裂纹将沿着晶界碳化物迅速扩展，严重降低金属的力学性能^[13]。由以上分析可判断：相对于 3#号试样，4#试样强度和塑性降低的原因是因为晶界碳化物呈膜状析出，导致裂纹扩展速率增加。

2.5 断口分析

图 7 为不同试样的断口形貌，断口均位于修复区。由图 7a 可知，沉积态试样为典型的韧性断裂，断口上存在大量等轴韧窝，韧窝内无明显的成核质点；同时存在少量较大的韧窝，而且这些韧窝又包含着若干小韧窝，且韧窝内壁有明显的变形滑移特征。经过双级时效处理后，断口仍显示出明显的塑性断裂特征。如图 7b 所示，稳定化温度为 820 ℃时，韧窝尺寸明显减小；同时发现撕裂棱宽度明显大于沉积态，且在撕裂棱上存在细小的等轴韧窝。随着时效温度升高，断裂方式仍为韧性断裂，但断口开始出现脆性断裂的特征；如图 7c 所示，断口上存在若干解理亮面，表明断裂方式有向脆性断裂转变的倾向；由图 7d 看到：当稳定化温度为 860 ℃时，韧窝内可观察到明显的碳化物成核质点，随着碳化物尺寸增大，在拉应力作用下从基体上脱落或破裂，成为裂纹源，导致试样塑性降低。

表 4 激光沉积修复 GH738 合金室温拉伸性能

Table 4 Tensile properties of laser rapid forming GH738 alloy at room temperature

Samples	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%
1#	1020.2	681.9	18.2
2#	1256.7	895.2	17.3
3#	1272.3	902.1	14.9
4#	1153.8	809.4	11.7
Wrought standard	1276	780	26

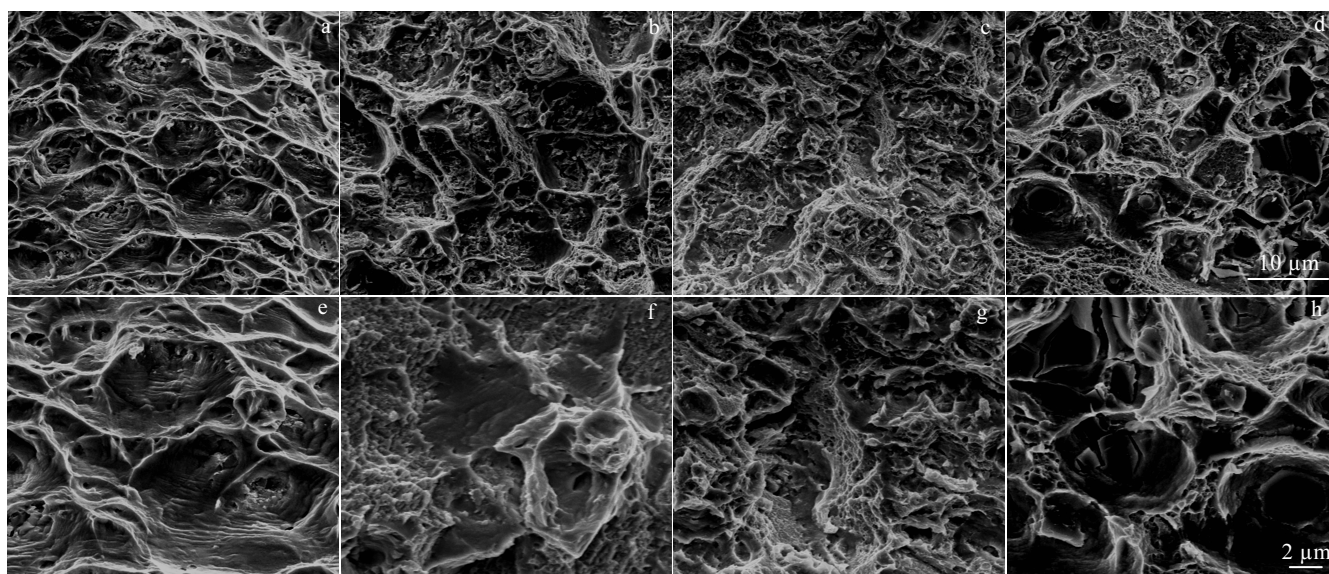


图7 不同稳定化温度下的合金断口形貌

Fig.7 Fracture morphologies of the alloys at different stabilization temperatures: (a, e) as-deposited; (b, f) 820 °C, 24 h, AC+760 °C, 16 h, AC; (c, g) 840 °C, 24 h, AC+760 °C, 16 h, AC; (d, h) 860 °C, 24 h, AC+760 °C, 16 h, AC

3 结 论

1) 经过时效后, 沉积态柱状枝晶的晶界开始扩展、合并, 并形成新的晶粒。不同时效温度下新形成的等轴晶无明显差别。

2) 沉积态组织中未发现 γ' 相; 经时效处理后, 修复区开始大量析出 γ' 相, 且随着时效温度升高, γ' 相有长大趋势, 但总体含量无明显变化。

3) 沉积态枝晶间存在立方体MC型碳化物, 枝晶干存在 $M_{23}C_6$ 型碳化物。经时效处理后, 碳化物主要在晶界析出, 且随着时效温度升高依次由断续状向项链状和包膜状转变。

4) 相对于沉积态试样, 时效热处理后试样抗拉强度明显升高, 但塑性有所降低; 随着时效温度的升高, 塑性逐渐降低, 强度经历了先升高后降低的变化过程。总体而言, 时效温度为840 °C时, 试样具有较好的综合力学性能。

参考文献 References

- [1] Dong Jianxin(董建新). *High Temperature Alloy GH4738 and Its Application*(高温合金 GH4738 及应用)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2014: 1
- [2] 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
- [3] Pan Hu(潘浒), Zhao Jianfeng(赵剑锋), Liu Yunlei(刘云雷) et

al. *Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2013, 40(4): 0403007

- [4] Zhong Minlin, Sun Hongqing, Liu Wenjin et al. *Scripta Materialia*[J], 2005, 53: 159
- [5] Chen Bo(陈博), Shao Bing(邵冰), Liu Dong(刘栋) et al. *Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2014, 41(4): 0 403 001
- [6] 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): 3221
- [7] Xi Mingzhe(席明哲), Gao Shiyu(高士友). *Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2012, 39(3): 0 303 004
- [8] Bian Hongyou(卞宏友), Zhao Xiangpeng(赵翔鹏), Yang Guang(杨光) et al. *Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2015, 42(12): 1 206 001
- [9] Zhao Yang(赵阳), Wang Lei(王磊), Yu Teng(于腾) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(6): 1032
- [10] Hussein N I S, Segal J, McCartney D G et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 497: 260
- [11] Zhao Xiaoming(赵晓明), Chen Jing(陈静), He Fei(何飞) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(1): 2208
- [12] Yang Jinxia(杨金侠), Zheng Qi(郑启), Sun Xiaofeng(孙晓峰) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(6): 1032

料与工程)[J], 2007, 36(12): 42
[13] Wang Pu(王 璞), Dong Jianxin(董建新). *Rare Metal*

Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(11): 2723

Effect of Aging Heat Treatment on Microstructure and Properties of Laser Deposition Repaired GH738 Alloy

Bian Hongyou¹, Zhai Quanxing¹, Qu Shen², Yang Guang¹, Wang Wei¹, Wang Wei¹

(1. Key Laboratory of Fundamental Science for National Digital Manufacturing Process,
Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, China)

(2. Shenyang Liming Aero-Engine Corporation LTD, AECC, Shenyang 110043, China)

Abstract: The effects of bipolar aging heat treatment on the microstructure and mechanical properties of GH738 alloy repaired by laser deposition were studied. The results show that the microstructure of repair area presents typical characteristics of the epitaxial growth of columnar crystals and the dendrite spacing is about 10 μm . After the aging treatment, the repair area begins to grow and merge. The results of SEM analysis show that there is no γ' at the as-deposited sample, and the cubic MC type carbide is formed at the interdendritic, and the $M_{23}C_6$ type carbide at the dendrite arm. After the aging treatment, γ' phase precipitates at the repair area whose average size is 37 nm, and the carbide precipitates in the grain boundary with the discontinued character when the temperature of the stabilization step is 820 $^{\circ}\text{C}$. With the increase of the stabilization temperature, the size of the γ' and carbide increases. When the temperature is 840 $^{\circ}\text{C}$, the average size of the γ' is about 76 nm, and the carbide is precipitated in the form of necklace. With increasing the temperature of the stabilization step to 860 $^{\circ}\text{C}$, the average size of the γ' does not increase obviously, and part of the γ' is obviously coarsened and the size reaches to 150 nm; meanwhile the carbides at the grain boundaries begin to be closed. The results of mechanical property show that the tensile strength of the sample increases obviously after aging treatment, and with the increase of the temperature, the tensile strength increases first and then decreases, and the elongation decreases continuously.

Key words: laser deposition repair; GH738 alloy; heat treatment; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Bian Hongyou, Ph. D., Associate Professor, Key Laboratory of Fundamental Science for National Defence of Aeronautical Digital Manufacturing Process, Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, P. R. China, Tel: 0086-24-89723852, E-mail: bianhongyou@sau.edu.cn