

文章编号: 1004 - 0609(2003) 01 - 0181 - 07

FGH95 合金激光成形定向凝固显微组织与性能^①

冯莉萍, 黄卫东, 林 鑫, 杨海欧

(西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 西安 710072)

摘 要: 利用 FGH95 合金粉末在 DD3 单晶基材和定向凝固镍基高温合金的择优晶面(与择优晶面垂直的晶面)上进行激光多层涂覆实验, 得到了从基材外延生长的单晶涂覆层。涂层由细小柱状枝晶组织组成, 枝晶一次间距约为 10 μm , 二次臂退化。由于局部凝固条件的不同, 枝晶干区域的 γ 相为球形、枝晶间区的 γ 相为立方体形态, 尺度均小于 0.1 μm 。激光涂覆层中的主要元素 Cr 和 Co 的偏析比基材铸态组织中的偏析大大减轻。对标准热处理后的试样进行分析表明: 试样中的 γ 相主要为方形, 且尺度均匀。涂层中各元素的显微偏析比热处理之前有明显减轻。沿片状力学性能试样柱状晶生长方向进行拉伸, 强度指标达到同种材料粉末冶金试件的 97.9%, 塑性超过粉末冶金试件。断口分析表明, FGH95 合金的断裂机制为塑性断裂。

关键词: 激光成形定向凝固; FGH95; 成分偏析; 力学性能

中图分类号: TG 113; TG 244

文献标识码: A

定向凝固技术自 1960 年以来, 早已被证明是从事凝固过程研究的重要手段。同时该技术作为一种有效的工艺方法, 在高性能航空发动机叶片以及功能材料的制造中发挥了重要的作用, 目前已经发展了多种定向凝固技术^[1]。随着新型材料和工艺的不断出现, 定向凝固技术也向着多学科交叉的方向发展。新近出现的新型定向凝固技术如区域熔化液态金属冷却法、深过冷定向凝固技术、电磁约束定向凝固技术、高能束超高温梯度定向凝固技术等^[2~5], 进一步丰富和发展了定向凝固技术及其理论。

本文作者所提到的金属激光成形定向凝固技术, 是在激光金属成形技术^[6~7]的基础上发展起来的, 该技术与快速原型技术的基本原理相同, 即利用增材制造的概念, 将高能束的激光照射在同步喷送的金属粉末(丝)上, 逐层堆积, 可以在不用模具的条件下, 快速制造具有定向凝固组织的形状复杂的金属零件, 并且该技术对试样大小没有限制, 能够为工程提供不同尺寸和形状的定向凝固试件。由于涂层中的凝固显微组织尺度显著细小, 因而有可能获得优异的力学性能。因此该技术在航空领域中有极大的应用潜力。

本研究中选用热等静压涡轮盘用粉末 FGH95 合金作为实验材料, 基材为 DD3 单晶高温合金和

定向凝固镍基高温合金, 研究金属激光成形定向凝固过程的涂层中组织形成规律以及成分偏析特点。对试样进行标准热处理, 分析热处理前后, 涂层中显微组织和成分偏析情况。沿 Z 轴对经过标准热处理后的片状定向凝固试样进行室温拉伸, 研究其断裂机理。

1 实验

实验在 5 kW 连续 CO₂ 激光器上进行, 光斑直径为 5 mm。送粉系统包括了一个刮板式送粉器和有保护气帘的侧向喷嘴。保护气为氩气。实验所用工艺参数范围为: 激光功率 3~4 kW, 扫描速度 5~10 mm/s, 送粉量 7~12 g/min, 保护气流量 5~10 L/min。

所选用的热等静压航空涡轮盘用 FGH95 合金粉, 粒度为 > 74 μm 。为减少粉末吸潮对涂层内部质量的影响, 实验前将粉末在 150 $^{\circ}\text{C}$ 左右真空条件下烘干。选用成分与粉末成分相近的圆柱状镍基单晶高温合金 DD3 作为基材, 圆柱直径为 15 mm, 厚度为 5 mm, 根据其枝晶生长特征, 在基材的择优晶面上进行激光多层涂覆实验, 研究涂层内的凝固显微组织。在直径为 30 mm、厚度为 5 mm 的定向凝固镍基高温合金基材择优晶面上进行激光多层涂

① 基金项目: 国家重点基础研究发展规划专题基金资助(G2000067205-3)和国家高技术研究发展计划基金资助(2001AA337020)

收稿日期: 2002-03-15; 修订日期: 2002-05-27

作者简介: 冯莉萍(1973-), 女, 博士研究生

通讯联系人: 冯莉萍, 电话: 029-8494001; 地址: 西北工业大学 543 信箱, 邮编: 710072

采用的 FGH95 合金是一种与 CMSX-4 类似的高合金化的 γ' 相沉淀强化型镍基粉末高温合金。根据前述柱状晶向等轴晶转化的模型, 对 FGH95 合金粉激光熔池中柱状晶向等轴晶转化进行了计算,

进而据此通过适当控制工艺参数, 得到了取向性良好的柱状晶组织。

2.1 凝固显微组织

图 2 所示是在 DD3 单晶合金的(001) 晶面上进行激光多层涂覆不同位置的凝固显微组织。在高度大约 5 mm 的尺度范围内(共涂覆 10 层), 除了在涂层顶部出现了取向改变的枝晶层外(箭头所指), 在整个涂层为取向与基材相同的单晶, 单晶内部由尺度明显细小的柱状枝晶组织组成。顶部出现的转向枝晶的生成原因在文献[11]中已进行了详细的分析, 在此不再赘述, 因该层只出现在最顶部, 因而可以通过机加工的方式去掉, 而不影响整个涂层的取向, 这样在去掉顶部转向枝晶层后, 就得到了一个完整的单晶试样。图中出现的亮暗相间的组织形态是图中所切的截面没有经过枝晶干而是与其平行, 与二次臂相交的组织。涂层中枝晶一次间距大约 10 μm , 随着层数的增加, 热量积累, 在试样的顶部一次臂粗大, 二次臂逐渐发达。由于激光加工是一个高温梯度度和较快凝固速度的过程, 与铸态组织相比, 尺度要小一到二个数量级。理论上, 柱状晶的平均一次间距 λ_1 和凝固条件之间满足以下方程^[12]:

$$\lambda_1 = aG^{-1/2} V_1^{-1/4}$$

二次臂随冷却速度的变化满足以下公式^[13]:

$$\lambda_2 = b\dot{T}^{-1/3}$$

式中 λ_1 , λ_2 分别为一、二次臂距, a , b 为比例常数, $\dot{T}$ 冷却速率。

激光熔池中的温度梯度高达 10^6 K/m ^[6], 凝固速度也在米每秒的量级, 因此, 与铸态组织(HRS 法的温度梯度和凝固速度分别为 30 K/cm 和 25 cm/h 左右)^[14] 相比, 一次臂距和二次臂距的大小都相应大大减小。图 3 所示是基材和涂层中部横切枝晶主干的截面的凝固显微组织, 可以看出涂层中凝固显微组织相比基材显著细化。

2.3 显微偏析

图 4 所示是采用扫描电镜附带的能谱仪分别在基材和涂层中沿两枝晶干对角线所测得的合金元素 Cr 和 Co 的分布图, 从图 4(a) 中可以看出在大约 450 μm 的尺度范围内, 合金中的主要元素 Cr 和 Co 的偏析比 SR(枝晶间最大(小)溶质含量/枝晶干最小(大)溶质含量)分别为 1.589 和 1.118。图 4(b) 所示为 Cr 和 Co 在激光定向凝固后的细枝晶中的分布图, 可以看出同铸态组织相比, 细枝晶中 2 元素分布已大大改善(二者的偏析比分别为 1.094 和 1.103)。

枝晶偏析的形成是非平衡凝固的结果。同时, 偏析的大小又受凝固非平衡程度的影响。激光定向凝固组织中合金元素偏析的显著改善与 2 个因素有关: 一是在超高温梯度度和较快的凝固速度下, 凝固过程显著地偏离平衡, 溶质截留效应增强使得溶质分配系数 k 趋于 1, 从而凝固固相成分趋于合金的平均成分; 二是组织结构的超细化, 使得合金元素在固相中扩散带来的均匀化效应增强, 此外, 枝晶间的析出相在数量上减少, 在尺度上更加弥散、细小, 均有利于合金元素的均匀分布。

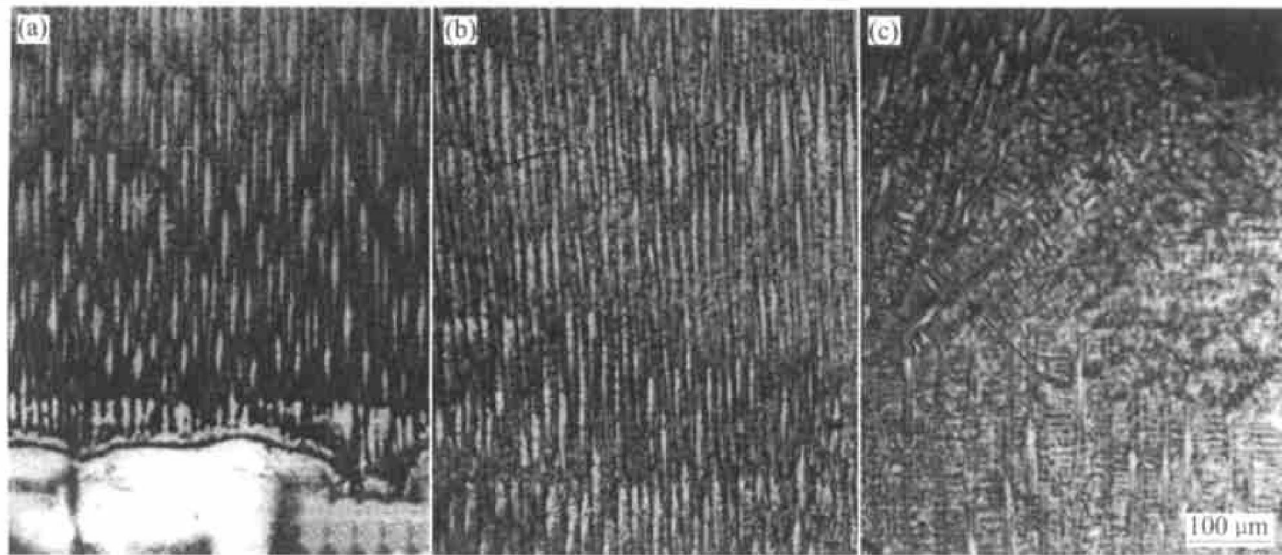


图 2 金属激光成形定向凝固的横截面显微组织

Fig. 2 Microstructures of traverse section of metal laser forming directional solidification

(a) —Interface between cladding layer and substrate; (b) —Inner part of cladding layer;

(c) —Near-surface of external layer

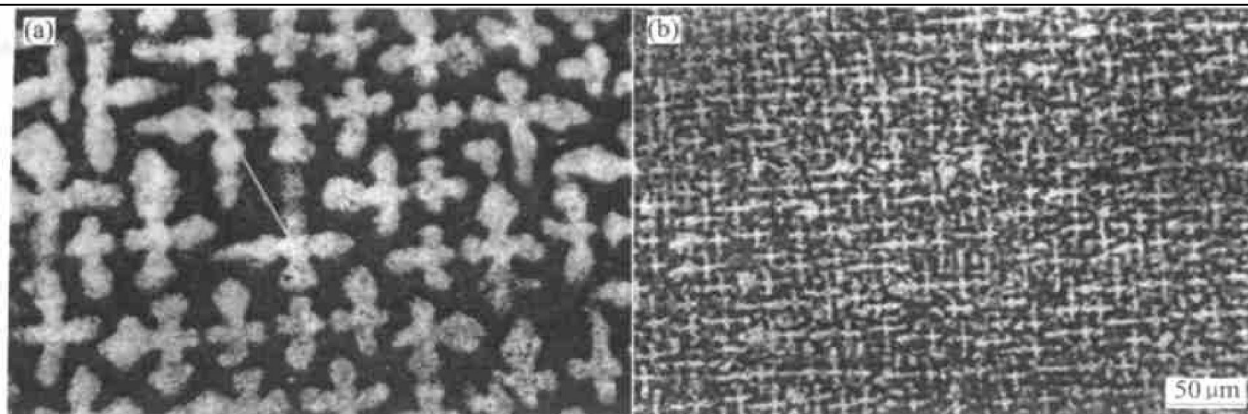


图 3 激光成形定向凝固基材与涂层的顶截面显微组织图

Fig. 3 Microstructures of cross section of metal laser forming directional solidification

(a) —Substrate; (b) —Medium of cladding layers

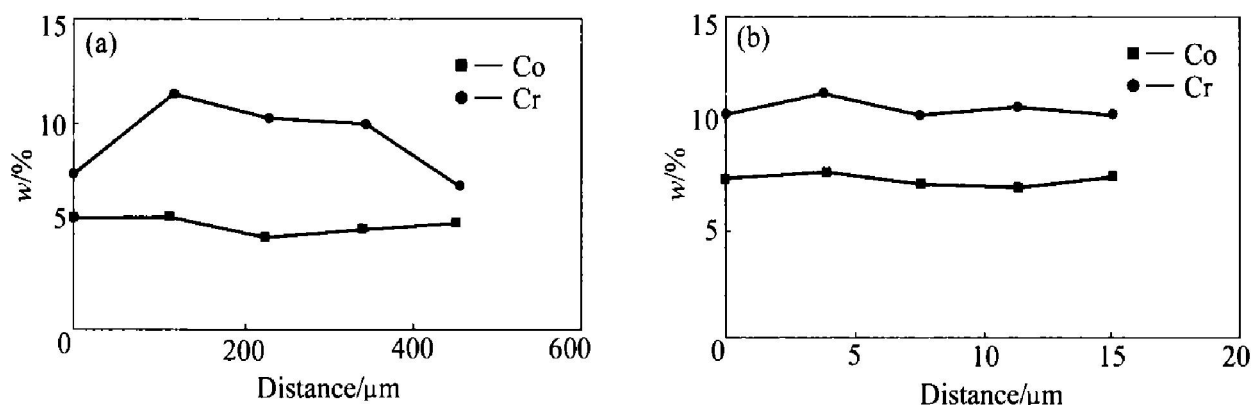


图 4 主要合金元素的成分分布图

Fig. 4 Composition distribution of main elements

(a) —Substrate; (b) —Cladding layers

2.4 热处理对涂覆层中 γ' 相的影响

图 5 所示为热处理前后涂层内的透射电镜显微组织。从图 5(a) 中可以看出, 原始涂覆层存在 2 种尺度和形态的 γ' 相, 这是因为凝固过程中晶间富集 Al 和 Ti 等 γ' 形成元素, 造成晶间 γ 固溶体的过饱和度和较大, 析出单位体积的 γ' 相所引起的驱动力也较大, 这造成了 γ' 沉淀在晶间能够较早形核, 有足够长的时间长大, 因此尺度相对较大, 且呈现立方体状。而枝晶干的 γ' 沉淀驱动力小于枝晶间, γ' 相尺度比较小, 为圆球形。图 5(b) 所示为经过热处理后涂层内透射电镜下 γ' 相的形态, 由图中可以看出, 经过固溶处理后, 原始涂层中尺寸不同的两种 γ' 相完全固溶到基材中, 经过 2 次时效处理后, 涂层中析出 2 种尺寸大小相差不大的 γ' 相, 且分布均匀。由于二次 γ' 沉淀颗粒相的析出, 出现了两相的重叠度为 0.1 μm 左右。这种尺度和形态分布的 γ' 相对应优良的力学性能。其中 γ' 相的数量、形态、分布、尺度大小对合金的高温强度起主要作用。二次时效析出的细小弥散的 γ' 相对合金塑性起着重

要作用。

另外, 通过对热处理前后涂层合金元素的分析发现, 各合金元素经长时间的均匀化处理, 成分偏析较处理前都有不同程度的减轻。对于 Cr 和 Co 等主要合金元素处理前、后偏析比变化不大, 但对于 Al, Ti 和 Mo 等易偏析元素, 偏析程度减轻的幅度更大, 处理前、后各元素偏析比见表 2。

表 2 热处理前、后各合金元素偏析比比较

Table 2 Comparison of different element segregation before and after heat treatment

Element	Segregation ratio	
	Before heat treatment	After heat treatment
Al	0.616	0.933
W	0.656	0.857
Mo	0.586	0.997
Ti	0.505	0.969
Cr	0.802	0.969
Co	0.943	0.989
Nb	0.34	0.845

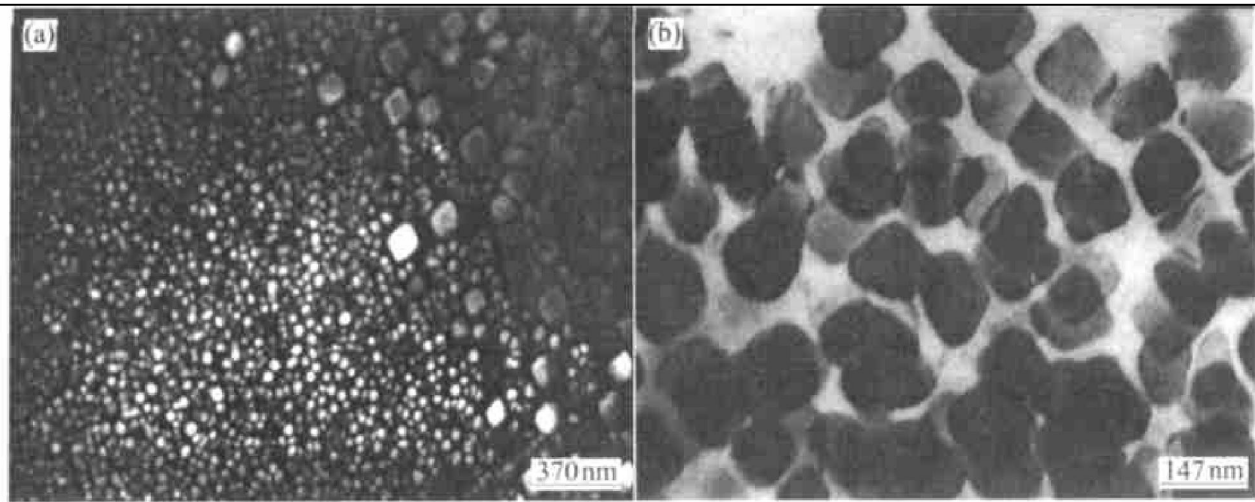


图 5 透射电镜下热处理前后涂层中 V' 相的形态和大小

Fig. 5 TEM morphologies and dimensions of V' particles in cladding layers
(a) —Initial morphology; (b) —Morphology after heat treatment

2.5 力学性能

在定向凝固基材上沿 Z 轴方向进行激光多层涂覆实验, 得到高度、宽度和厚度分别为 140 mm、40 mm 和 5 mm 的板状试样, 经加工后得到标准的片状力学性能试样, 沿柱状晶生长方向进行拉伸实验, 所得到的性能数据结果为: σ_b 1 400 MPa, $\sigma_{0.2}$ 1 204 MPa, δ 18%。与 FGH95 合金的粉末冶金拉伸试样的力学性能(σ_b 1 430 MPa, $\sigma_{0.2}$ 1 145 MPa, δ 10%) 相比, 强度达到了其 97.9%, 而另外两项指标 $\sigma_{0.2}$ 和 δ 均超过了粉末冶金试样的相应值。

图 6 所示为定向凝固力学性能拉伸试样拉断后的宏观形貌, 经宏观腐蚀后定向凝固的柱状晶粒明显可见, 试样断口处出现滑移变形带, 断口为锯齿形状, 说明试样在断裂前经过了大的塑性变形。

图 7 所示是断口形貌的扫描电镜照片, 通过断口组织形貌的观察, 发现锯齿状的断口对应着大的

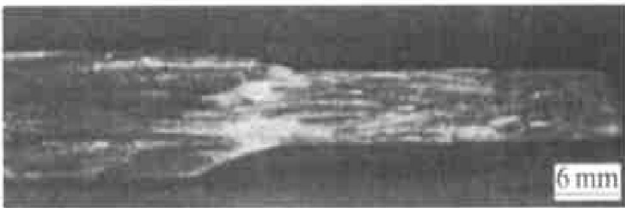


图 6 定向凝固力学性能拉伸试样宏观形貌

Fig. 6 Morphology of the directional solidification tensile sample

撕裂棱, 这部分是最后断裂的位置, 而细小的条纹是启裂位置(图 7(a))。图 7(b) 所示为断口的高倍扫描电镜照片, 经过激光处理后的高温合金的塑性大大提高, 激光涂层中由于晶粒细小, 因此在断口上可看到均匀分布的等轴小韧窝, 说明破坏前承受最大正应力作用。随着应变的增大试件发生局部不均匀变形而出现颈缩, 颈缩区内存在三向应力场, 当应力达到某一值时, 沿基体的薄弱环节如 MC 颗

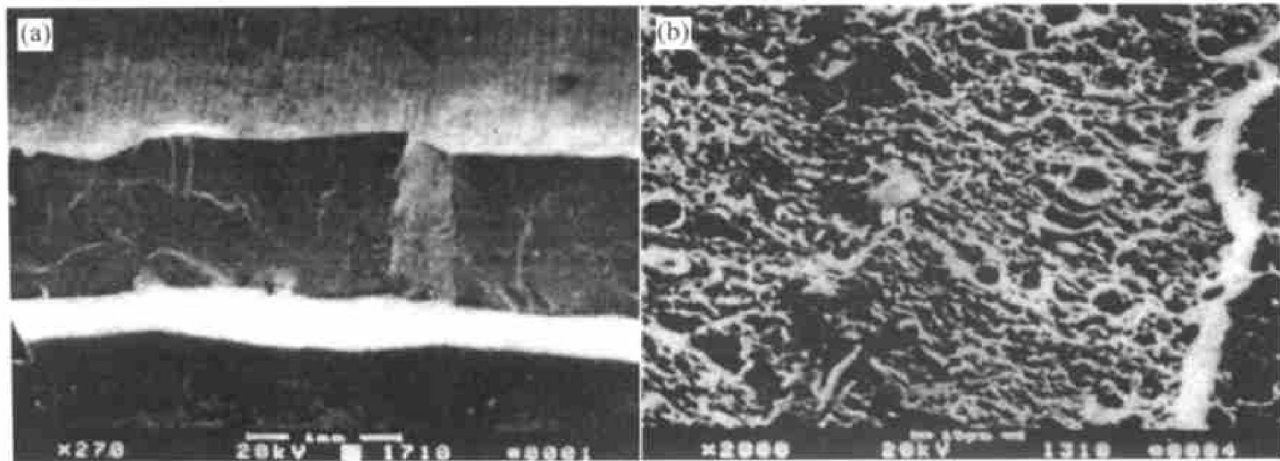


图 7 定向凝固力学性能试样断口形貌

Fig. 7 Fracture morphologies of directional solidification tensile sample
(a) —Low magnification of SEM image; (b) —High magnification of SEM image

粒形成微孔或微小的裂纹,这些裂纹沿晶界(晶界上微孔和杂质是浓度最密集的区域)相互扩展,逐渐相连,材料的承载能力下降,最终导致材料的断裂。断口上出现韧窝是组成相韧性较高的标志。由于晶粒细小、MC 碳化物相尺寸小且分布均匀,在这些地方容易出现局部颈缩和破裂,形成韧窝断裂。在韧窝上还分布着形状规则的圆坑和白色圆形 MC 相,圆坑为圆形颗粒剥离后留下的孔洞。基本上可以确定激光定向凝固 FGH95 合金的断裂特性与常用的镍基高温合金相同,为塑性断裂。

3 结论

1) 在单晶基材的择优晶面上进行激光多层涂覆实验,切除顶部转向枝晶层后,即得到了从基材外延生长的具有细小柱状枝晶组织的单晶涂覆层。

2) 显微分析表明,激光涂覆层中的主要元素 Cr 和 Co 的偏析比基材铸态组织中的偏析大大减轻。

3) 对经过标准热处理后的片状力学性能试样沿 Z 轴进行力学性能测试,发现拉伸强度指标达到同种材料粉末冶金试件的 97.9%,延性超过粉末冶金试件。断口分析表明,FGH95 合金的断裂机制为塑性断裂。

REFERENCES

- [1] 周尧和,胡壮麒,介万奇.凝固技术[M].北京:冶金工业出版社,1998. 206.
ZHOU Yao-he, HU Zhuang-qi, JIE Wan-qi. Solidification Techniques [M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 1998. 206.
- [2] 李建国,毛协民,傅恒志. Al-Cu 合金高梯度定向凝固过程中的形态转变[J]. 材料科学进展, 1991(5): 461 - 466.
LI Jian-guo, MAO Xie-ming, FU Heng-zhi. The morphological transition during high temperature gradient directional solidification for Al-Cu alloys[J]. Materials Science Progress, 1991(5): 461 - 466.
- [3] Lux B, Haour G, Molland F. Dynamic Undercooling of superalloys [J]. Metall, 1981(35): 1235.
- [4] 李金山. 钢的电磁约束成形定向凝固研究[M]. 西安:西北工业大学, 1998.
- LI Jin-shan. On Electromagnetic Shaping Directional Solidification Processing of Stainless Steel [M]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 1998.
- [5] PAN Q Y, HUANG W D. The solidification microstructure and microsegregation behaviour of a nickel-base superalloy under ultra-high temperature gradient conditions produced by a laser beam [J]. Journal of Materials Science Letters, 1996(15): 2112 - 2114.
- [6] Gremaud M, Wagnière J D. Laser metal forming: Process fundamentals [J]. Surface Engineering. 1996, 12 (3): 251 - 258.
- [7] Gumann M, Henry S, Cleton F, et al. Epitaxial laser metal forming: analysis of microstructure formation [J]. Mater Sci and Eng, 1999, A271: 232 - 241.
- [8] Hunt J D. Steady state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectic [J]. Mater Sci and Eng, 1984, 65: 75 - 83.
- [9] Gumann M, Bezencon C, Canalis P, et al. Single-crystal laser deposition of superalloys: processing-microstructure maps [J]. Acta Mater, 2001, 49: 1051.
- [10] 冯莉萍,黄卫东,李延民,等. 激光金属成形定向凝固显微组织及成分偏析研究[J]. 金属学报, 2002, 38(5): 501 - 506.
FENG Li-ping, HUANG Wei-dong, LI Yan-min, et al. Investigation on the microstructure and composition segregation of the laser metal forming directional solidification [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2002, 38(5): 501 - 506.
- [11] 冯莉萍,黄卫东,李延民,等. 基材晶体取向对激光多层涂覆微观组织的影响[J]. 中国激光, 2001, 28 (10): 949 - 952.
FENG Li-ping, HUANG Wei-dong, LI Yan-min, et al. Influences of crystal orientation of substrate on microstructure of multi-layer laser cladding [J]. Chinese Journal of Lasers, 2001, 28(10): 949 - 952.
- [12] Jackson K A, Hunt J D, Uhlman D R, et al. On the origin of the equiaxed zone in castings [J]. TSM of Aime, 1966, 236: 149 - 158.
- [13] Kurz W, Fisher D J. Dendrite growth at the limit of stability: Tip radius and spacing [J]. Acta Metallurgica, 1981, 29: 11 - 20.
- [14] Higginbotham G J S. From research to cost-effective directional solidification and single-crystal production - an integrated approach [J]. Mater Sci Technology, 1986(2): 152 - 160.

FGH95 superalloy laser metal forming directional solidification

FENG Lirping, HUNG Weidong, Lin Xin, YANG Hairou

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

Abstract: Laser multilayer cladding experiments were performed on the preferential crystallography surface (plane normal to the preferential crystallography orientation) of the DD3 single crystal rod and the directional solidification nickel-base superalloy rod by using superalloy FGH95 powder. Cladding layers growing epitaxially from the substrate can be obtained. The cladding layer consists of thin columnar dendritic, the primary arm spacing of which is about 10 μm , and the secondary arm is degenerated. γ' deposits are spherical in the dendritic trunk and cubical in the interdendritic area due to the difference of the local elements aggregation. The sizes of γ' phase are less than 0.1 μm . Composition segregation of main elements in the cladding layer are highly alleviated on comparing with that of the substrate. After heat treatment, the γ' deposits become cubic-spherical in the cladding layer and the size of them is more homogeneous in all of the single crystal cladding layers. Composition segregation is alleviated further after heat treatment. Mechanical measurement shows that yield strength acquires 97.9% of that in powder metallurgic sample and the plasticity surpasses that in powder metallurgic sample, and the fracture of FGH95 shows plastic fracture.

Key words: laser metal forming; directional solidification; FGH95; composition segregation; mechanical property

(编辑 朱忠国)