

激光快速熔凝 Ni 基合金的晶界形态*

姜明 江晓平 黄建国 孙晓峰

(中国科学院金属研究所, 沈阳)

Grain boundary morphology of Ni-based alloy by laser rapidly melting

Jiang Ming, Jiang Xiaoping, Huang Jianguo, Sun Xiaofeng

(Institute of Metal Research, Academia Sinica, Shenyang)

摘要: 采用脉冲激光对纯 Ni 基合金进行快速熔凝处理。研究结果表明, 在纯 Ni 熔凝区内, 获得外延生长的晶粒组织; 在 Ni 基合金熔凝区内, 形成了细化的枝晶组织及外延生长晶界。而且, 在纯 Ni 和 Ni 基合金的熔凝区内都生成高密度的位错和亚晶粒。

关键词: Ni 基合金, 快速熔凝

前言

激光表面快速熔凝技术, 可以显著地改善材料的表面性能, 从而满足工件在耐磨、耐蚀及耐热条件下的使用^[1~4]。大量研究工作表明, 激光熔凝改善材料表面性能, 均与所产生的显微组织的细化有关^[5~7]。然而, 目前对激光熔凝后形成的显微组织细化机理仍缺乏深入系统的研究。本文通过对激光熔凝纯金属和合金的凝固结晶形态的研究, 指出了激光快速熔凝生成与细化有关的三种晶界, 重点对亚晶结构进行了观察。

一、实验方法

本文选用纯 Ni 和 Ni 基合金两种材料, 试样尺寸为 $20 \times 20 \times 5$ mm, 在固体玻璃脉冲激光器上进行快速熔凝处理。激光处理参数为: 能量 $80 \sim 100$ J/脉冲, 脉冲宽度 $3 \sim 8$

ms, 光斑直径 $\phi 1.0 \sim 1.5$ mm, 熔化深度 $0.2 \sim 0.4$ mm。试样经研磨、抛光和浸蚀制备成金相试样。电镜薄膜样品经预薄后, 用 MTP-1 型双喷电解仪进行最终穿孔减薄。在 Neophot-21 型金相显微镜和 Philips-420 型分析电镜下分别进行组织和亚结构观察。

二、结果与讨论

2.1 纯 Ni 激光熔凝形态

为了排除由于成分过冷形成枝晶的影响, 本文采用纯金属进行研究。图 1(a) 是激光熔凝纯 Ni 的结晶形态。纯 Ni 原始组织是 γ -奥氏体等轴晶粒, 且在晶粒内可见许多的孪晶。激光熔凝后, 孪晶全部消失, 呈现出一般的外延生长晶粒组织, 这种外延生长晶粒从熔池边界原始晶粒界面成核, 其取向受原始晶粒位向和热流传导方向(熔池边界的法向)

收稿日期: 1988 年 3 月 10 日

* 中国科学院青年奖励研究基金资助项目。

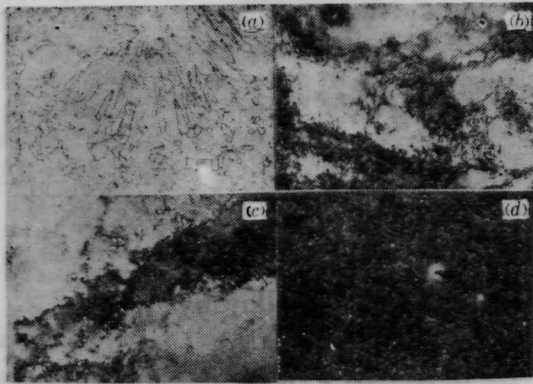


图1 纯Ni激光熔凝形貌的金相与电镜观察
(a) 100×; (b) 60000×; (c) 105000×

两个条件的相互限制。从图1(a)中可知,在熔池热流方向上并非所有外延生长晶粒都处于择优取向,某些外延生长晶粒被抑制。熔区下面的热影响区,由于在激光加热过程中不发生同素异构转变,所以不很明显。值得指出的是,由于熔区内外延生长晶粒的尺寸与原始晶粒相当,所以激光快速熔凝并没有使晶粒细化。其原因在于,激光快速熔凝是一种非自发成核过程,熔池的凝固,首先是在熔池边界的原始晶粒界面成核。这样,熔区晶粒的尺寸就强烈地依赖于原始晶粒的尺寸。实验结果表明激光熔凝后的晶粒尺寸仅与原始晶粒有关。因此,激光快速熔凝不会使晶粒细化。

电镜观察指出,激光熔区为面心立方 γ -奥氏体(图1(d)),图1(b)给出的是由高密度缠结位错构成的亚晶粒,位错密度极高且其组态也各有不同。图1(c)所示的是由网状位错构成的亚晶粒。这些激光快速熔凝获得的精细亚结构,是由激光加热过程中产生的热应力所引起的,它将有助于疲劳性能的改善。

2.2 Ni基合金激光熔凝后的形态

Ni基合金的原始组织是 γ 和 $\gamma+\gamma'$ 共晶的铸态组织。图2(a)是Ni基合金激光熔凝后的结晶形态。图中可见熔区内形成沿原始晶粒晶界外延生长的新晶界。在这些新晶界构成的晶粒中,生成的是细枝晶。每个外延

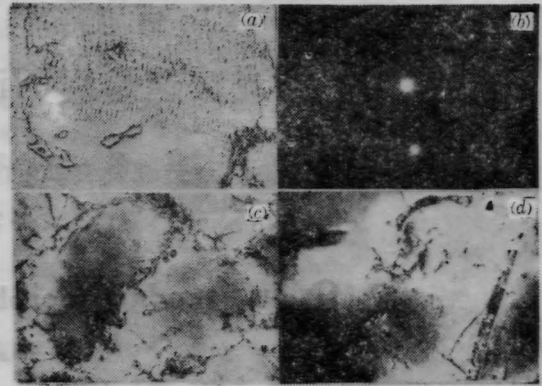


图2 Ni基合金激光熔凝形貌的金相与电镜观察
(a) 400×; (c) 18500×; (d) 60000×

生长晶粒便对应于一原始晶粒,且各自的枝晶取向也不尽相同,它们受到原始晶粒位向和热流传导方向两个因素所制约。从图2(a)中可见,激光熔区内的枝晶比原始晶粒明显细化,但外延生长晶粒却没有得到细化。

枝晶细化的原因是,与纯金属不同,合金凝固中存在成分过冷,将形成枝晶组织。在激光快速凝固过程中,由于凝固速度极高,在一定程度上抑制了合金组元的扩散,因此,所形成的枝晶非常细小。与纯金属Ni相同,在Ni基合金激光熔凝区中也不会得到细化的晶粒。

电镜分析表明:熔区枝晶组织是 γ -奥氏体面心立方结构(图2(b)),枝晶内部是由位错胞构成的亚晶粒(图2(c)),并且在图2(d)中可以见到位错及位错塞积组态。这些由激光快速熔凝引起的精细亚结构,将被认为是材料发生强化效应的主要原因。

三、结 论

1. 激光熔凝后,形成了三种新的界面,即金属和合金熔区中的外延生长晶界和亚晶界以及合金中的枝晶边界。

2. 激光快速凝固获得了明显细化的枝晶和亚晶,却没有使熔区中外延生长晶粒得到细化。

3. 材料表面性能的改善与激光快速熔凝引起的枝晶和亚晶的细化有关。

参 考 文 献

- 1 C. C. Irons, *Welding J.*, (12), 29(1978)
- 2 В. Е. Архипов, Т. А. Смолонская, *МуТОМ*, (11),

6(1985)

- 3 Б. М. Астапкевич *et al.*, *МуТОМ*, (4), 13(1985)
- 4 В. А. Бураков *et al.*, *МуТОМ*, (11), 2(1986)
- 5 В. Н. Kear *et al.*, C. M. Banas, *Phys. Today*, 29(11), 44(1976)
- 6 В. Н. Kear *et al.*, *Metals Technology*, 6, 4(1979)
- 7 А. А. Левченко *et al.*, *ФуХОМ*, (5), 147(1986)

用激光化学方法制备镍系精细粉末材料

王守文

(四川大学)

陈孝康

(四川教育学院)

Preparing fine powder by method of laser chemistry—preparation of nickel series powder

Wang Showwen

(Sichuan University, Chengdu)

Chen Xiaokang

(Sichuan Educational College, Chengdu)

摘要: 选用醋酸镍为原料, 在 CO₂ 脉冲激光作用下发生化学反应, 得到了 NiO、Ni 和 Ni₂O₃ 的精细粉末, 粉末粒直径约为 0.5 μm。

关键词: 镍, X 射线, 激光化学

一、引 言

在进行固相物质激光化学反应的研究中, 我们发现产物的 X-射线衍射图峰宽普遍较宽。例如由草酸双氧铀在 CO₂ 激光作用下生成的二氧化铀, 由甲酸双氧铀在 CO₂ 激光作用下生成的八氧化三铀, 其 X-射线衍射图中峰宽都比其母体峰宽大得多。说明生成物的粒度都比较小。由此, 我们联想到能否用激光化学的方法来制备粒度极小, 比表面很大的催化剂及其它精细粉末材料。于是, 我们选用了醋酸镍为原料, 让其在 CO₂ 脉冲激光作用下发生反应, 获得了令人满意的结果, 得到了 NiO、Ni 和 Ni₂O₃ 的精细粉末产物。发现产物的粒度确实很小。由扫描电镜测得其直径约为 0.5 μm, 呈很薄的鳞片状, 与 S. T. Lin 与 A. M. Room^[1] 用 CO₂ 激光照射 SF₆ 所得到的固态无定形硫十分相似。

二、实 验

实验中用的主要设备有: 输出功率 1 J/脉冲; 脉冲持续时间 200 ns; 脉冲重复频率 40 次/分; 光斑直

径 1 cm 的 TEA CO₂ 激光器。焦距为 17 cm 的聚光镜和自制的反应池。另外还应用了日立 S-450 型分辨率极限为 6 nm 的扫描电镜, 岛津 IR-408 红外分光光度计, D/max-rA 的 X 射线衍射仪和 Finnigan mAT-4510 型质谱联用分析仪等。

原料为分析纯的四水醋酸镍 [Ni(CH₃COO)₂·4H₂O]。

实验时先将原料在红外灯下烘烤两小时, 脱水研细。然后以三层滤纸为模圈, 将研细的醋酸镍在 600 kg/cm² 的压力下, 压成直径为 1.2 cm 的样片。并置于反应池内。最后将反应系统用真空泵抽至 10⁻² mmHg。再用激光进行照射。

三、结果与讨论

反应池内光照之处, 有灰色粉尘涌起, 几个脉冲之后即可见到池壁有灰黑色细粉沉积。几乎每次脉冲都可看到桔黄色的荧光, 偶尔有明亮的白光点。半小时后, 试样基本上脱离样品架, 产物飞溅出, 并沉积在池壁上。

将反应器壁上取下的灰黑色固体产物用扫描电