激光修复GH4169高温合金的持久断裂机制研究

明宪良陈静谭华杨海欧林鑫

西北工业大学凝固技术国家重点实验室,陕西西安710072

摘要 对 GH4169 合金锻件与激光成形修复(LFR)件进行显微组织观察和持久性能实验。结果表明:锻造 GH4169 合 金组织为等轴晶,在晶界和晶内弥散析出颗粒状或短棒状 δ相,可有效阻碍位错运动以及降低裂纹扩展速率;激光 修复 GH4169 合金经直接双级时效处理(DA)后,与沉积态相比,组织特征变化不大,呈现为沿沉积方向外延生长的 柱状枝晶,枝晶间仍然存在块状 Laves 相, Laves 相作为一个脆性相,为裂纹的起源和扩展提供了有利的位置和通 道。锻件试样经受高温持久载荷时的断裂机制表现为微孔聚集型断裂,其中δ相、碳化物(MC)是微孔形成的核心,并 且断裂后留下了形状与尺寸各异的韧窝组织。激光修复试样经受高温持久载荷时断裂发生在修复区一侧,韧窝以 枝晶间 Laves 相和 MC 为形核中心,因此留下了以枝晶间区域为韧窝中心和以枝晶干区域为撕裂棱的韧窝组织。 关键词 激光技术;激光修复;GH4169高温合金;显微组织;持久性能;断裂机制 中图分类号 TG146.4; TN249 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL201542.0403005

Research on Persistent Fracture Mechanism of Laser Forming Repaired GH4169 Superalloy

Ming Xianliang Chen Jing Tan Hua Yang Haiou Lin Xin

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

Abstract The microstructure and persistent properties of the wrought samples and the laser forming repaired (LFR) samples of GH4149 alloy are investigated. The results show that the microstructure of wrought substrate is characteristic of equiaxed grains, and there are grainess and short rod like δ phase distributes in and along boundaries of the grains, which can effectively prevent dislocation motion and reduce the rate of crack propagation. Compared with as-deposited samples, the microstructure of laser repaired GH4169 alloy with double aged (DA) treatment changes little and still is characteristic of columnardendrites which grow epitaxially along the deposition direction of the substrate. There are still masses of Laves phase precipitations between dendrites. Laves phase is a brittle phase which provides a favorable position for the initialization and expansion of the cracks. The fracture mechanism of wrought sample suffering from high temperature is due to microvoid coalescence fracture, and the MC δ phase are nucleation centers of micropores which form dimples with different shapes and sizes after fracture. The break of the repaired samples suffering from high temperature lood occurs in the repaired zone. The interdendritic Laves phase δ mass at center and dendrite dry region as torn edges.

Key words laser technique; laser forming repair; GH4169 superalloy; microstructure; persistent properties; fracture mechanism

OCIS codes 140.3390; 160.3900; 350.3390

收稿日期: 2014-11-19; 收到修改稿日期: 2014-12-30

基金项目:国家自然科学基金(51105311)、西北工业大学基础研究基金(NPU-FFR-JC201234)

作者简介:明宪良(1990—),男,硕士研究生,主要从事金属结构件的激光增材制造方面的研究。

E-mail: mingxianliang@126.com

导师简介: 陈 静(1970—), 女, 教授, 主要从事金属结构件的激光增材制造方面的研究。 E-mail: phd2003cji@nwpu.edu.cn(通信联系人)

1 引 言

GH4169合金(美国牌号IN718)是一种沉淀强化型高温合金,具有优良的综合使用性能以及热加工和焊接性能,被广泛应用于航空、航天、石油、核电等工业中,同时是目前镍基高温合金中使用产量最大、使用面最宽的高温合金^[1-4]。激光增材制造技术是一项近年来发展迅速的先进三维实体制造技术,可实现全致密、高性能金属零件的无模具、快速、近净成形制造^[5]。其成形材料的组织具有均匀细密、无宏观偏析的特点,因此在高温合金零件的快速制造方面得到越来越多的应用和研究^[6-9]。该技术特有的增材制造原理,使其不仅可以应用于金属零件的三维实体制造,同时可以对零件的各种损伤和缺陷进行快速响应修复。激光修复技术(LFR)是基于激光增材制造技术而迅速发展起来的一种快速响应修复技术,主要针对制造过程中的误加工损伤零件以及服役过程中失效零件的快速修复^[10-12],在再制造工程领域展示出广阔的应用前景。

对于涡轮盘、叶片、涡轮轴、鼓筒轴等航空发动机的关键热端部件,持久性能是极其关键的力学性能,决定了零部件的性能水平和服役寿命。GH4169高温合金是被广泛用来制造这些零部件的重要材料。但目前 有关GH4169合金在650℃、725 MPa条件下的持久失效行为和断裂机制并不清楚。本文通过微观分析测试 方法,分别研究了锻造与激光修复GH4169高温合金的显微组织和持久断裂机制。

2 试 验

本文所述的激光修复实验在西北工业大学凝固技术国家重点实验室建立的LSF-ⅢB型激光增材成形 设备上完成。该套设备由 CP4000型 CO₂激光器、DPSF-2型高精度可调自动送粉器、同轴送粉喷嘴、惰性气 氛加工室(氧含量小于等于50×10⁻⁵)、五轴四联动数控工作台和氧含量实时监测系统等单元组成。

试验中基材选用 GH4169 合金锻件,基材尺寸为 35 mm×16 mm×16 mm。将基材 16 mm×16 mm 的平面用 粗砂纸打磨,去除表面氧化皮,露出新鲜白亮金属表面,用丙酮清洗,并且吹干。熔覆材料为等离子旋转电 极法制备的 GH4169 粉末,粒度为 100 目(175 μm),化学成分见表 1。实验前对 GH4169 合金粉末进行烘干处 理,烘干工艺为:在 120 ℃±10 ℃条件下,保温 2 h。制备激光修复 GH4169 合金试样的工艺参数见表 2 。

Element	С	Nb	Cr	Ni	Al	Ti
Content	0.034	4.91	19.68	51.75	0.63	0.97
Element	Mo	Mn	Si	S	Р	Fe
Content	3.18	0.11	0.23	0.001	0.004	Balance
表 2 GH4169 合金的激光修复工艺参数 Table 2 Parameters for the LFR GH4169 superalloy						
Laser power /kW	Scanning velocity /(mm/s)	Laser spot diameter /mr	M n he	onolayer eight /mm	Powder feeding rate / (g/min)	Overlap rate /%
2~2.6	8~10	2		0.3~0.4	5~6	50

表1 GH4169合金粉末的化学成分(质量分数,%) Table 1 Chemical compositions of GH4169 superalloy powder (mass fraction, %)

按照表 2中的工艺参数制备的激光修复 GH4169 合金试样(锻件基材与激光修复区体积分数各占 50%)如 图 1 所示。在提高修复试样力学性能的同时,要尽可能小的影响到基材材料,因此文中对修复试样采用的热处 理方式为直接双级时效(DA)(720 ℃,8 h 炉冷至 620 ℃,8 h 空冷)热处理。试验用锻造 GH4169 合金是采用真空 感应加真空自耗重熔双联工艺生产的铸锭,经高温均匀化处理,采用标准锻造工艺^[13]进行锻件,再经过固溶(960 ℃, 1 h 水冷)与双级时效(720 ℃,8 h 炉冷至 620 ℃,8 h 空冷)相结合的标准热处理。对锻造与激光修复 GH4169 合 金试样分别进行 650 ℃、725 MPa 条件下的持久性能试验(试样尺寸如图 2 所示),持久试验在 RC1230 持久试验 机上进行。利用 OLYMPUS 光学显微镜,TESCAN VEGAII-LMH 型扫描电镜(SEM)及其附带的能谱仪(EDS)对成 形件微观组织和断口形貌进行分析。分析光学显微组织所用腐蚀剂为5 g FeCl₃+20 mL HCl+100 mL C₃H₃OH, 利用扫描电镜观察组织所用腐蚀剂为 50 mL HCl+10 mL HNO₃+2 mL HF+38 mLH₂O。

中 国 激 光



图 1 激光修复 GH4169 合金试样示意图 Fig.1 Bulk samples of LFR GH4169 superalloy



3 分析和讨论

3.1 微观组织

图3所示为GH4169合金锻件和激光修复件修复区的显微组织。由图3(a)可以看到锻造GH4169合金组 织为细小的等轴晶,在晶界和晶内析出了不连续的短棒状或颗粒状δ相,对此区域的显微组织放大如图4所 示,此时可以看到在 δ 相附近区域析出了大量的圆盘状强化相 γ "以及在部分晶界处存在少量的碳化物 (MC)。由于在锻造之前进行了高温均匀化处理,因此在锻造GH4169合金显微组织中观察不到Laves相。由 图3(b)可见激光修复GH4169合金修复区组织呈现出外延连续生长的柱状枝晶组织特征,枝晶的取向性较 强,基本平行于沉积方向。同时,由于熔覆熔池中的温度梯度和凝固速度较大,因此成形的枝晶组织细小, 一次枝晶间距约为10~15 µm。GH4169合金的凝固过程可归结为^[14]:L→ γ +L→(γ +NbC)+L→ γ +Laves(L 为液体)。因此在激光修复成形GH4169熔池的凝固过程中先后会有 γ 基体相、NbC和Laves相生成,在扫描 电镜组织(图5)中证明了这些相的存在。同时由于凝固速度太快,所以基本观察不到有 δ 相析出。另外,由 于在凝固过程中枝晶间存在较严重的Nb元素偏析现象,如图6所示。导致枝晶间区域Nb元素的偏聚量达 到Laves相析出的临界值,因此最终在枝晶间析出了大量的块状Laves相,如图7(a)所示。同样是由于枝晶间 Nb偏析现象导致激光修复GH4169合金修复区组织经直接双级时效后强化相 γ "的析出也存在偏析现象。 随着枝晶间(ID)的距离增加,析出的强化相 γ "尺寸、数量都在变小,如图7(b)所示,从而造成修复区组织与性能 的不均匀性。对比图7(c)和7(d)可以发现经过直接双级时效处理后,修复区枝晶间的 Laves相虽然发



图 3 锻造与激光修复 GH4169 合金光学的显微组织。(a) 锻件; (b) 激光成形修复件 Fig.3 Optical microstructure of the wrought and LFR GH4169 superalloy. (a) Wrought sample; (b) LFR sample



图 4 锻造 GH4169 合金显微组织。(a) 光学显微组织; (b) 扫描电镜显微组织 Fig.4 Microstructure of wrought GH4169 alloy. (a) Optical microstructure; (b) SEM microstructure



图 5 激光修复 GH4169 合金的扫描电镜组织 Fig.5 SEM microstructure of LFR GH4169 alloy



图 6 激光修复 GH4169 合金的枝晶间微观偏析。(a) EDS分析位置; (b) EDS线扫描分析结果 Fig.6 EDS micro-segregation in the dendrites of LFR GH4169 alloy. (a) EDS analysis positions; (b) EDS line scanning results



图 7 激光修复 GH4169 合金的 SEM 组织。 (a),(c) 沉积态; (b),(d) 双级时效态 Fig.7 SEM microstructure of LFR GH4169 alloy. (a),(c) As-deposited; (b),(d) DA

生了部分固溶,但仍然有大量的块状 Laves 相存在于枝晶间,同时观察到并没有 δ 相的析出。

3.2 持久性能

锻造与激光修复 GH4169 合金试样的持久性能如表 3 所示。从表 3 可以看到激光修复 GH4169 合金试样 经 DA 处理后,持久寿命和延伸率达到了锻造技术标准^[15](Q/6S887-91),但锻件实测的持久寿命和延伸率均 要大于激光修复 GH4169 合金的持久寿命与延伸率。由上面的分析可知锻件的组织为细小等轴晶, δ 相多 呈颗粒或短棒状分布于晶界处。δ 相的这种形态和分布易使晶界弯曲,对位错滑移产生阻碍作用,使位错 塞积在晶界处 δ 相前,并且位错间的交互作用使变形抗力增加。此外,颗粒状的 δ 相还可以通过阻止晶界 上的空洞连接成晶界裂纹,从而降低裂纹扩展速率,这些都有效地提高了锻件的持久寿命。而激光修复 GH4169 合金经直接时效处理后枝晶间仍存在大量块状 Laves 相。Laves 相不仅占用基体的有用元素,尤其 是 Nb 元素,一方面降低了 Nb 元素的固溶强化作用,同时导致直接时效后强化相 γ" 析出体积分数较少,而且 作为一个脆性相本身的塑性变形能力较差,容易引起位错塞集在 Laves 相周围引起应力集中而成为裂纹源, 为裂纹的扩展提供了有利的位置^[16-17],从而降低了激光修复 GH4169 合金试样的持久寿命。

<u>中国激光</u> 表3 锻造与激光修复 GH4169 合金试样的持久寿命

Table 3 Persistent time of wrought and LFR GH4169 superalloy						
Material condition	Persistent time /h	Elongation δ /%				
Wrought	51.25	18				
	32	10				
	27.5	9				
LFR + DA	30.5	16				
Wrought standard(Q/ 6S 887-91)	≥25	≥5				

图 8(a)和(b)分别是锻造和激光修复 GH4169 合金宏观持久断口形貌。从宏观断口形貌可以看到两种断口都是典型的韧性断裂。图 8(c)、(e)、(d)、(f)分别是其持久断口上的纤维区放大后的形貌,可以看到在锻造GH4169的持久断口上有不同形状的韧窝。大韧窝之间布满了小韧窝,而且大韧窝附近的韧窝也比较大比较深;而其他部位的韧窝比较小比较浅,说明锻造 GH4169 合金在持久断裂过程中各个区域的塑性变形不均匀。而激光修复 GH4169 合金的持久断口上韧窝尺寸比较均匀,说明其在持久断裂过程中塑性变形比较均匀。另外,在剪切唇附近出现了二次裂纹,因此激光修复 GH4169 合金的持久断口断裂方式为混合型断裂。



图 8 锻造与激光修复 GH4169 合金持久断口形貌。(a)、(c)、(e) 锻造件; (b)、(d)、(f) 激光修复件

Fig.8 Persistent fracture surfaces of wrought and LFR GH4169 superalloy. (a)、(c)、(e) Wrought sample; (b)、(d)、(f) LFR sample **3.3** 讨 论

韧窝断裂包括 3 个阶段:裂纹的萌生、形成显微空洞、裂纹的扩展聚集和最终断裂,也就是韧窝要有形核,长大和相互连接的过程。由图 8 可以看出,锻造与激光修复 GH4169 合金试样持久断口上的韧窝形貌有较大区别,说明两种断口上韧窝的形核和长大过程不同。由于锻造与激光修复 GH4169 合金具有不同的显微组织和第二相粒子,从而引起两种韧窝的形核和长大过程不同。已知在锻造 GH4169 合金显微组织中存在有颗粒状或短棒状的 δ 相,方块状的 MC 以及圆盘状均匀分布的强化相 γ "。在持久断裂过程中,当应力超过材料的屈服强度时,发生塑性变形产生径缩形成三向应力状态。在三向应力作用下,在 δ 相,MC 以及 细小的强化相 γ "与金属界面处分离产生微孔,微孔长大,连接形成韧窝。由图 8(c)和(e)可以看到断口上韧窝的形状、尺寸存在差异,这是因为在韧窝断裂过程中一般第二相尺寸越大越容易产生裂纹。同时,由于 δ 相、MC 的尺寸远远大于强化相 γ "的尺寸,因此断口上尺寸比较大的韧窝是以 δ 相或 MC 为韧窝形核中心形成的。因为颗粒状或短棒状 δ 相可以对位错滑移产生阻碍作用,并且位错容易塞积在晶界 δ 相的前方,位错间的交互作用使变形抗力进一步增加,因此以 δ 相为核心形成的韧窝发生的塑性变形要大,尺寸就相对比较大一些。其他尺寸比较小的韧窝主要是以细小的强化相 γ "为韧窝核心形成的,同时可以看到这类韧窝分布比较均匀。

激光修复 GH4169 合金持久试样的断裂发生在修复区,由上面的分析知道激光修复 GH4169 合金修复区 组织为沿沉积方向外延生长的柱状枝晶。在枝晶间因为 Nb 偏析而析出大量块状的 Laves 相, Laves 相作为一个脆性相,往往导致断裂裂纹的萌生并为裂纹的扩展提供了有利的位置。同时双级时效处理之后枝晶干的

中 国 激 光

强化相γ"析出较少,强度较低,利于位错在此处形核,因此在持久断裂过程中位错滑移首先出现在枝晶干,最终位错在枝晶间 Laves 相周围富集,产生局部应力集中。随着变形的进行,当集中应力达到 Laves 相自身的强度或 Laves 相局 y 基体的界面结合强度时,便导致 Laves 相自身断裂或界面脱离,形成微孔开裂。如图9所示可以看到在靠近持久断口的枝晶间 Laves 相附近周围存在大量空洞,说明激光修复 GH4169合金试样持久断口中的韧窝是以枝晶间区域为韧窝中心和以枝晶干区域为撕裂棱形成的。因为枝晶生长时枝晶列的排列较为规则,因此试样断裂后留下了规则排列的韧窝组织,如图 8(f)所示。另外还能看见具有明显取向性排列的韧窝和撕裂棱,如图 8(d)上虚线部分所示,这种形貌的形成是因为激光修复 GH4169合金修复区组织中会存在转向枝晶区域,此时的柱状枝晶方向垂直于拉伸方向,同样是以枝晶间为韧窝形核中心,因此最终断口上的韧窝会呈现出一种明显的沿柱状枝晶排布的特点。对这种断口形貌进行枝晶间能谱线扫描,如图 10所示,由 Nb 元素的偏析情况可以看到 Nb 元素含量较高的区域在韧窝中心。由上面的分析已经知道在激光修复 GH4169合金修复区组织的枝晶间存在较明显的 Nb 元素偏析现象,因此可以证明激光修复 GH4169合金持久断口上具有明显取向性排列的韧窝确实是以枝晶间区域为韧窝中心而形成的。







图 10 激光修复 GH4169 合金持久断口枝晶间微观偏析。(a) EDS分析位置; (b) EDS线扫描分析结果 Fig.10 EDS micro-segregation in the dendrites of persistent fracture surfaces of LFR GH4169 alloy. (a) EDS analysis positions; (b) EDS line scanning results

4 结 论

1) 锻造 GH4169 合金组织为细小等轴晶,在晶界和晶内析出较多的颗粒状或短棒状δ相,可有效阻碍位错运动、强化晶界以及降低裂纹扩展速率,因此可获得较激光修复 GH4169 合金更高的高温塑性和持久寿命。

2) 激光修复 GH4169 合金沉积态组织为沿沉积方向外延连续生长的柱状枝晶,枝晶间因为存在较严重 的 Nb 偏析而析出了大量的块状 Laves 相,经直接双级时效处理后枝晶间的 Laves 相虽然发生了部分固溶,但 仍然存在大量的块状 Laves 相。同样激光修复 GH4169 合金修复区组织经直接双级时效后 γ"强化相析出也 存在偏析现象,随着与枝晶间的距离增加,析出的强化相 γ" 尺寸、数量都在变小。

3) 激光修复 GH4169 合金持久试样的断裂位置在修复区,持久断口上留下了以枝晶间区域为韧窝中心 和以枝晶干区域为撕裂棱规则排列的韧窝组织以及具有明显取向性排列的韧窝和撕裂棱组织。锻造 GH4169 合金持久试样的断裂机制同样是微孔聚集型断裂,其中δ相和MC是微孔形成的核心,并且断裂后留 下了形状、尺寸各异的韧窝组织。

参考文献

- 1 Li M Q, Ju W B, Lin Y Y, et al.. Deformation behavior of GH4169 nickel based superalloy in isothermal compression[J]. Material Science and Technology, 2008, 24(10): 1195-1198.
- 2 Rao G A, Kymar M, Srinivas M, et al.. Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy inconel 718[J]. Materials Science and Engineering: A, 2003, 355(1-2): 114-125.
- 3 Bai Bingzhe, Yang Luyi, Zhao Yaofeng. Exploration of process 'isothermal forging+direct aging' for GH4169 alloy[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2002, 26(1): 7-11.

白秉哲,杨鲁义,赵耀峰.GH4169合金"等温锻造+直接时效"工艺探讨[J].稀有金属,2002,26(1):7-11.

- 4 Zhuang Jingyun, Du Jinhui, Deng Qun, et al.. Wrought Superalloy GH4169[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006: 102-103.
- 5 Huang Weidong, Lin Xin. Research progress of laser solid formed metal parts of high performance[J]. Materials China, 2010, 29(6): 12-28.

黄卫东,林 鑫. 激光立体成形高性能金属零件研究进展[J]. 中国材料进展, 2010, 29(6): 12-28.

- 6 Feng L P, Huang W D, Li Y M, *et al.*. Investigation on the micro-structure and composition segregation on the laser metal forming directional solidification[J]. Acta Metallurgica Sinica Chinese Edition, 2002, 38(5): 501-506.
- 7 Zhao X M, Lin X, Chen J, *et al.*. The effect of hot isostatic pressing on crack healing, microstructure, mechanical properties of Rene88DT super alloy prepared by laser solid forming[J]. Materials Science and Engineering: A, 2009, 504: 129-134.
- 8 Qi Yongai, Zhao Jianfeng, Xie Deqiao, et al.. Flexural property of GH4169 Nickel-based superalloy by laser repair[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(11): 1103009.

戚永爱,赵剑锋,谢德巧,等.激光修复GH4169镍基高温合金的弯曲性能[J].中国激光,2013,40(11):1103009.

9 Pan Hu, Zhao Jianfeng, Liu Yunlei, *et al.*. Controllability research on dilution ratio of nickel-based superalloy by laser cladding reparation[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(4): 0403007.

潘 浒,赵剑峰,刘云雷,等.激光熔覆修复镍基高温合金稀释率的可控性研究[J].中国激光, 2013, 40(4): 0403007.

10 Xue Lei, Chen Jing, Lin Xin, et al.. Study on microstructure and mechanical properties of laser repaired 1Cr12Ni3MoVN alloy[J]. Chinese J Lasers, 2010, 37(3): 887-890.

薛 蕾,陈 静,林 鑫,等.激光修复1Cr12Ni3MoVN合金的组织性能研究[J].中国激光, 2010, 37(3): 887-890.

11 Fang Zhou, Zhao Yuanan, Chen Shunli, *et al.*. Mitigation of ultraviolet laser damage on fused silica surface with femtosecond laser system[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(4): 0403001.

方 周,赵元安,陈顺利,等. 熔石英表面紫外损伤点的飞秒激光修复技术[J]. 中国激光, 2013, 40(4): 0403001.

12 Xu Songhua, Xiao Yang, Li Jian. Organization property researches of the laser repair technology in the helicopter engine turbine oriented implement[J]. Acta Optica Sinica, 2010, 30(8): 2311-2316.

徐松华,肖 阳,李 健.直升机发动机涡轮导向器激光修复组织性能研究[J].光学学报, 2010, 30(8): 2311-2316.

13 Wang Yan. Effect of δ Phase on High Temperature Deformation and Recrystallization Behavior of GH4169 Alloy[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2008: 35-40.

王 岩. δ相对 GH4169 合金高温变形及再结晶行为的影响[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2008: 35-40.

- 14 Knorovsky G A, Cieslak M J, Headley T J, et al.. Inconel 718: A solidification diagram[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1989, 20(10): 2149-2158.
- 15 Yu Yongli, Xu Xiao, Wang Chunsheng. The effect of microstructure on properties of GH4169 alloy[J]. Aviation Engineering & Maintenance, 1998, (2): 25-27.

于荣莉,徐 晓,王春生. GH4169合金组织结构对性能的影响[J]. 航空制造工程, 1998, (2): 25-27.

- 16 Mills W J. Effect of heat treatment on the tensile and fracture toughness behaviour of Inconel 718 weldments[J]. Weld, 1984, 63(8): 237.
- 17 James L A. Fatigue crack growth in Inconel 718 weldments at elevated temperatures[J]. Welding Journal Research Supplement, 1978, 57(1): 17s-23s.

栏目编辑:宋梅梅