

# 基于成分梯度的激光快速熔炼镍基合金显微组织形成及演化机理研究

鹿荣贵<sup>1,2</sup>, 张馨月<sup>1,2</sup>, 程序<sup>1,2,3\*</sup>, 李佳<sup>1,4</sup>, 刘栋<sup>1,4</sup>, 王玉岱<sup>1,2,3</sup>, 刘屹巍<sup>5</sup>

<sup>1</sup>北京航空航天大学大型金属增材制造国家工程实验室, 北京 100191;

<sup>2</sup>北京航空航天大学材料科学与工程学院, 北京 100191;

<sup>3</sup>北京航空航天大学前沿科学技术创新研究院, 北京 100191;

<sup>4</sup>北京煜鼎增材制造研究院有限公司, 北京 100096;

<sup>5</sup>空军装备部驻沈阳地区第一军事代表室, 辽宁 沈阳 110148

**摘要** 航空发动机中涡轮盘及涡轮叶片的服役条件不同,通过制备梯度材料可以避免涡轮盘与涡轮叶片连接处提前失效。然而,梯度过渡区的成分变化会导致合金组织改变,是影响性能的关键。为探究合金成分变化对镍基梯度材料显微组织的影响,本团队选用镍基粉末高温合金和定向镍基高温合金为原料,利用激光快速熔炼技术,通过调整两种合金的混合比例,制备出了 11 种典型成分的合金锭;研究了合金成分对梯度合金晶粒形貌和析出相的影响,重点探讨了合金的枝晶形貌、析出相尺寸和含量随合金成分的变化规律。结果表明:激光快速熔炼 11 种成分镍基合金锭显微组织中的一次枝晶和二次枝晶臂均比较发达,合金成分改变对枝晶形貌的影响较小,平均一次枝晶间距约为 110  $\mu\text{m}$ ,显微组织均由  $\gamma$  相、 $\gamma'$  相、碳化物和  $\gamma/\gamma'$  共晶组成;随着镍基粉末高温合金含量的降低,合金锭中  $\gamma'$  相的含量和尺寸不断增加;由于元素偏析, $\gamma'$  相形成元素 Al、Ti、Ta、Nb 会偏析在枝晶间,导致枝晶间  $\gamma'$  相的含量及尺寸均大于枝晶干。11 个试样的显微硬度值相差不大,整体硬度值分布在 500 HV 左右。

**关键词** 激光技术; 激光快速熔炼; 镍基合金; 晶粒形貌; 析出相

中图分类号 O436

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL220607

## 1 引言

镍基高温合金以其优异的高温强度及抗氧化性被广泛应用于制备航空发动机的关键构件——涡轮盘及涡轮叶片<sup>[1]</sup>。然而,涡轮盘及涡轮叶片不同的服役环境对材料的性能提出了不同要求<sup>[2]</sup>,例如:涡轮叶片要求材料具有良好的蠕变性能,而涡轮盘则要求材料具有较高的屈服强度、抗拉强度和塑性<sup>[3-5]</sup>。目前,航空发动机中的涡轮盘主要以粉末高温合金为材料,采用热等静压的方式制备,常用的合金牌号为 IN100、René95 和 FGH95 等;涡轮叶片主要以单晶或定向高温合金为材料,采用定向凝固的方式制备,常用的合金牌号为 CMSX-4、Rene N6、DZ4 和 IC10 等。涡轮盘和涡轮叶片主要通过榫接或焊接工艺进行连接<sup>[6]</sup>。采用榫头和榫槽方法进行连接时,易在连接处产生疲劳失效等问题<sup>[7]</sup>,而采用焊接工艺进行连接时,由于合金中的元素种类较多,易在焊缝处生成一些脆性相,如共晶组织、碳化物、硼化物等,引起裂纹<sup>[8-9]</sup>。上述两种连接工艺

中存在的问题均会导致涡轮盘或涡轮叶片提前失效,缩短使用寿命。

梯度材料是指组织及成分从一端向另一端连续变化的材料,主要用于制备对两侧性能要求差异较大的零部件。因此,可以通过制备镍基合金梯度材料实现涡轮盘和涡轮叶片的连接<sup>[10]</sup>。关于结构梯度材料,目前国内外的研究主要集中在激光增材制造镍基合金/钛合金、镍基合金/铝合金以及镍基合金/不锈钢等梯度材料的显微组织、成分分布以及力学性能等方面<sup>[11-17]</sup>。Bobbio 等<sup>[18]</sup>对 Ti6Al4V/Invar36 梯度材料中各梯度层的微观组织进行了研究,结果表明,梯度区中产生的各种金属间化合物是试样开裂的主要原因。Oniuke 等<sup>[19]</sup>制备了 Ti6Al4V/Inconel718 梯度材料,其界面处容易形成脆性金属间相,从而导致界面分层。相比于不同种类合金的连接,相同种类合金梯度过渡区的显微组织变化相对较小,但较小的显微组织变化也会引起较大的性能差异。Qian 等<sup>[20]</sup>采用激光增材制造技术制备了 TA2/TA15 梯度结构材料,对其进行

收稿日期: 2022-02-28; 修回日期: 2022-04-20; 录用日期: 2022-05-26; 网络首发日期: 2022-06-03

基金项目: 国家科技重大专项项目(2017-VI-0009-0079)、广东省基础与应用基础研究重大项目(2020B0301030001)

通信作者: \*chengxu@buaa.edu.cn

研究后发现:梯度区宽度接近 3000  $\mu\text{m}$ ;随着与 TA2 距离的增加,显微组织逐渐从魏氏  $\alpha$  板条转变为网篮  $\alpha$  板条,显微硬度从 173 HV 增加到 400 HV。Liu 等<sup>[21]</sup> 采用激光熔化沉积技术制备了成分呈连续梯度变化的 Ti/Ti6Al4V 合金材料,该材料中的 V 和 Al 含量从 Ti 到 Ti6Al4V 呈梯度逐渐增加;纳米压痕实验表明,该材料的硬度和弹性模量从 Ti 基底到 Ti6Al4V 逐渐增大。在梯度材料中,梯度区的成分改变会引起显微组织的变化,而明确显微组织的变化又是控制力学性能的关键。目前,对同种类梯度合金的研究主要集中在钛基合金上,对镍基梯度合金材料的研究还比较少,其显微组织的演变机制尚不明确。因此,研究镍基梯度合金显微组织的形成及演化机理是十分必要的。

激光熔炼作为一种新型的合金快速制备技术,是采用激光束慢速扫描使合金粉末熔化和充分均匀化,并通过基板的快速热传导实现熔合金液快速凝固的一种方法<sup>[22]</sup>。不同于传统的熔炼技术,激光熔炼可以快速制备合金试样,具有制备效率高、制备周期短等特点,而且制备工件的成分比较均匀。激光熔炼虽然与激光增材制造不同,但两种方法制备的相同材料在成分和稳态相等方面差距不大,因此,基于成分梯度研究激光熔炼镍基合金的组织 and 硬度演变,对于梯度合金的激光增材制造具有一定的指导意义。

本团队通过调整 FGH9X 粉末高温合金与 IC10 定向镍基高温合金的配比获得 11 种混合合金粉末,利用激光快速熔炼技术制备了成分不同的合金锭,研究了合金成分对梯度合金晶粒形貌、析出相和显微硬度的影响,重点探讨了合金的枝晶形貌、析出相尺寸及含量、显微硬度随合金成分的变化规律。

## 2 实验方法

本实验选用的材料为 IC10 定向镍基高温合金和 FGH9X 粉末高温合金,其粒度均为 0.15~0.25 mm。将 IC10 和 FGH9X 合金粉末配制成不同比例的混合粉末 F100~F0,如表 1 所示。从 F100 至 F0,FGH9X 的质量分数以 10% 为间隔递减,IC10 的质量分数以 10% 为间隔递增。例如,F80 表示混合粉末中 FGH9X 的质量分数为 80% 且 IC10 的质量分数为 20%。以混合粉末为原料,利用激光快速熔炼技术制备了 11 种成分不同的合金锭,制备工艺如下:将配制好的 50 g 混合粉末置于铜坩埚中,激光功率选择 5 kW,开光时间为 2 s,在氩气气氛中进行熔炼实验,熔炼结束后空冷至室温,取出试样。激光熔炼示意图以及合金锭试样实物图如图 1 所示。

表 1 混合粉末的成分配比

Table 1 Composition proportion of mixed powder

Sample No.	Mass fraction of IC10 / %	Mass fraction of FGH9X / %
F100	0	100
F90	10	90
F80	20	80
F70	30	70
F60	40	60
F50	50	50
F40	60	40
F30	70	30
F20	80	20
F10	90	10
F0	100	0



图 1 激光熔炼示意图以及合金锭试样实物图

Fig. 1 Schematic of laser melting and physical drawing of alloy ingot samples



采用线切割方法将激光熔炼合金锭垂直切开,对试样进行热镶、水磨抛光后,采用徕卡 DM4M 型光学显微镜以及 Apreo S LoVac 型热场发射扫描电子显微镜(SEM)进行显微组织观察;采用扫描电镜配备的能量散射谱仪(EDS)定性分析试样中各相的成分。显微组织的一次枝晶间距主要通过 Image Pro Plus 软件进行测量。 $\gamma'$ 相含量的测量方法为:选取一个区域,统计这个区域内 $\gamma'$ 相的面积,再除以这个区域的面积。 $\gamma'$ 相尺寸的测量方法与含量的测量方法类似,即:把 $\gamma'$ 相等效为圆形,根据统计的 $\gamma'$ 相的面积,计算出圆形的半径,将之作为 $\gamma'$ 相的尺寸。每个试样拍摄不同位置处的 10 张扫描电镜照片,测得不同位置的 $\gamma'$ 相含量和 $\gamma'$ 相尺寸,将多次测量的平均值作为最终的 $\gamma'$ 相含量和 $\gamma'$ 相尺寸。本次 Thermo-Calc 模拟采用的软件版本为 Thermo-Calc 2020b,选用的数据库类型为 TCNI10 库。

采用 MH-6 型硬度计测量不同试样的显微硬度。硬度测试实验选用的试样是进行金相以及扫描电镜分析的试样,加载载荷选择 4.9 N,加载时间为 15 s,随机测量 10 个位置,以 10 个位置的平均显微硬度值作为最

终的显微硬度。

### 3 分析与讨论

#### 3.1 成分对晶粒形貌的影响

激光熔炼制备的 11 种合金锭的显微组织如图 2(a)所示。从图中可以看到,11 个试样的显微组织均由树枝晶组成,并且具有比较发达的一次枝晶和二次枝晶。对比 11 个试样可以看出,合金成分的改变对枝晶形貌的影响不大。为定量分析不同成分试样的显微组织差异,通过 Image Pro Plus 软件测量了 11 个试样的一次枝晶间距,测量结果如图 2(b)所示。F100 试样的一次枝晶间距为 110  $\mu\text{m}$ ,F0 试样的一次枝晶间距为 103  $\mu\text{m}$ 。随着合金成分改变,一次枝晶间距没有发生明显变化,一次枝晶间距分布在 100~120  $\mu\text{m}$  范围内。众所周知,合金凝固时的枝晶间距与合金凝固条件(温度梯度  $G$  和凝固速率  $V$ )有关。11 个试样的激光熔炼工艺参数完全相同,因此它们的凝固条件基本相同,从而,一次枝晶间距就只与材料成分有关。从一次枝晶间距基本相同这一测量结果来看,材料对一次枝晶间距的影响不大。

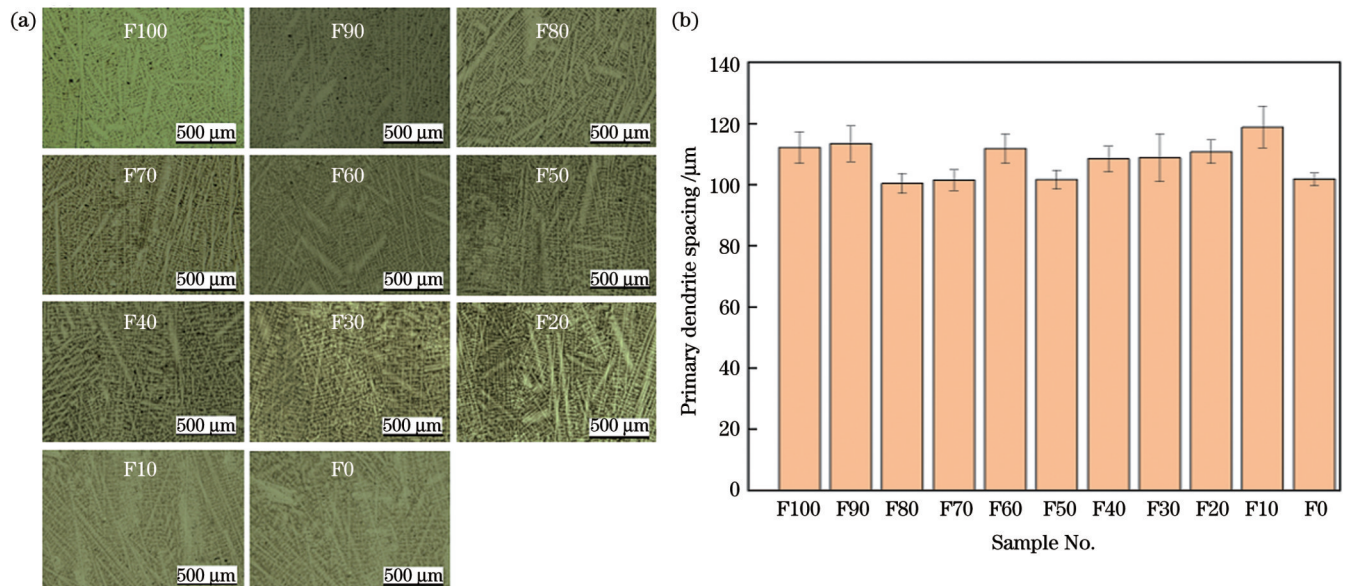


图 2 激光熔炼 F100~F0 试样的金相图及一次枝晶间距。(a)金相图;(b)一次枝晶间距

Fig. 2 Metallographic diagrams and primary dendrite spacing of laser melted F100-F0 samples. (a) Metallographic diagrams; (b) primary dendrite spacing

#### 3.2 成分对析出相的影响

采用扫描电子显微镜观察合金的显微组织,试样取在合金锭的中部偏外位置,不同成分试样的取样位置基本相同。所观察到的组织是镍基合金中的典型组织,具有代表性,能反映镍基合金的性能。由图 3 可以看出:11 种成分镍基合金的显微组织均由 $\gamma$ 相(浅灰色基底相)、 $\gamma'$ 相(深灰色相)、碳化物(亮白色衬度相)和 $\gamma/\gamma'$ 共晶组织构成;随着成分的变化, $\gamma$ 相、 $\gamma'$ 相、碳化物和共晶相的含量不同,从 F100 到 F0, $\gamma$ 相依次减少,

$\gamma'$ 相依次增加。 $\gamma'$ 相是镍基高温合金中重要的强化相,是一种具有面心立方结构的  $\text{Ni}_3\text{Al}$  类型的金属间化合物。一方面,该相可以阻碍晶粒长大,起到细化晶粒的作用,从而提高材料的强度;另一方面,在塑性变形过程中,该相可以阻碍位错运动,起到强化作用。从 F100 到 F0, $\gamma'$ 相依次增多,尺寸也有所长大,这可能会对成分梯度合金的性能有所影响。

不同成分合金试样中的 $\gamma'$ 相除了尺寸有差别之外,形貌也有差别。由图 3 可以看出,F90 试样中的 $\gamma'$



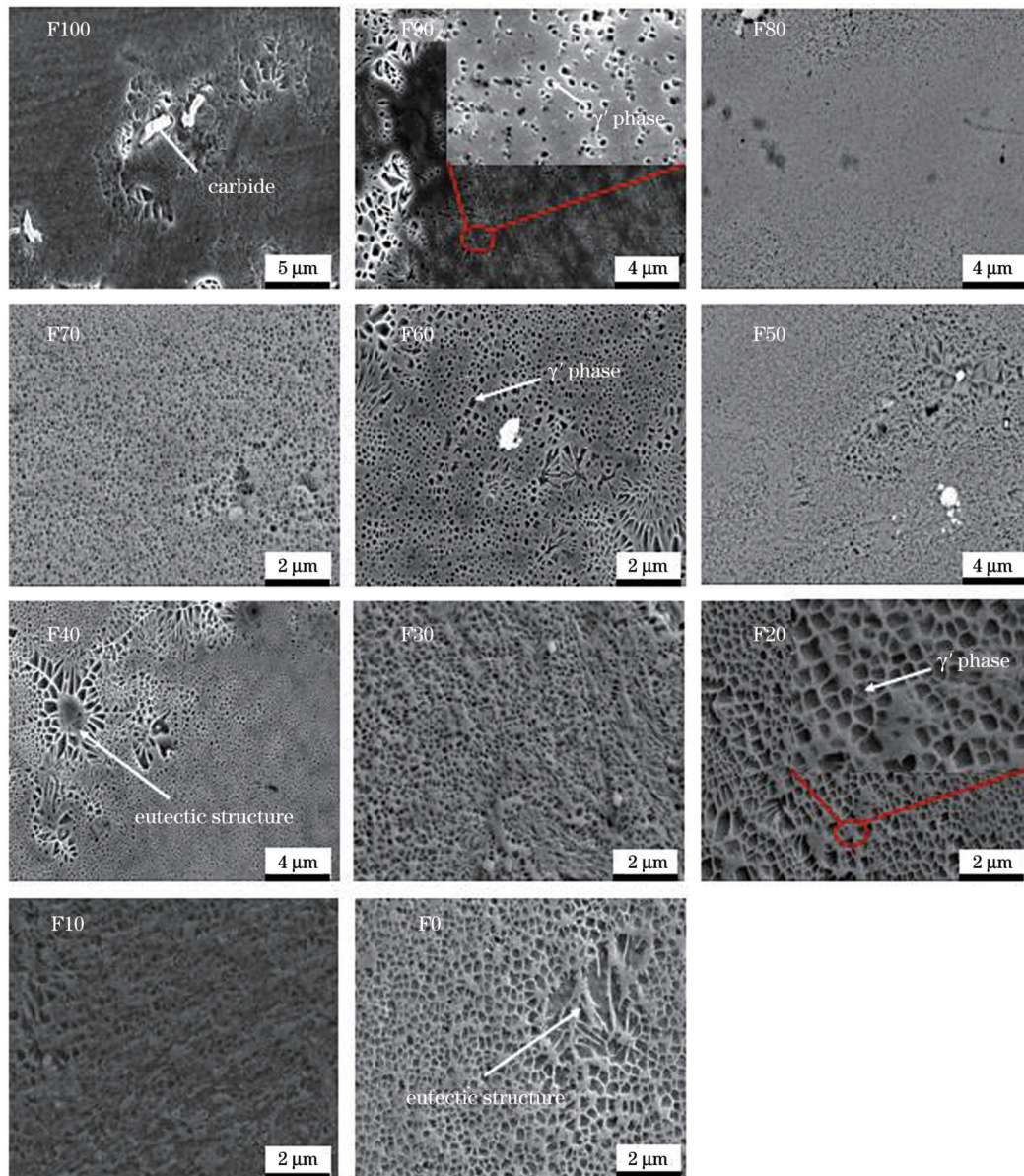


图 3 激光熔炼镍基合金的 SEM 图

Fig. 3 SEM images of laser melted nickel-based alloys

相呈圆形形貌,而 F20 试样中的  $\gamma'$  相呈立方体形貌。文献[23]认为  $\gamma'$  相的形貌与  $\gamma'$  相和基体  $\gamma$  之间的错配度有关:当错配度为 0~0.2% 时,  $\gamma'$  相的形状为球形;当错配度为 0.5%~1.0% 时,析出相  $\gamma'$  呈立方体状;当错配度大于 1.25% 时,  $\gamma'$  相为板条状或蝶形等不规则的形状。文献[23]还认为影响  $\gamma'$  相形貌的因素主要为应变能和界面能。文献[24-25]认为  $\gamma'$  相的形状会影响材料的蠕变性能,当  $\gamma'$  相呈板条状时,合金在长时高温下会发生筏化,降低其蠕变性能。 $\gamma'$  相尺寸不仅在不同成分试样之间存在差别,而且在同一成分合金中也存在着差别。如图 4 所示,在 F80 试样中,枝晶干区域的  $\gamma'$  相较少并且尺寸也较小,  $\gamma'$  相的含量差别不大,但枝晶间区域的  $\gamma'$  相较多,尺寸也较大。

为定量分析不同成分合金中  $\gamma'$  相的差别,采用

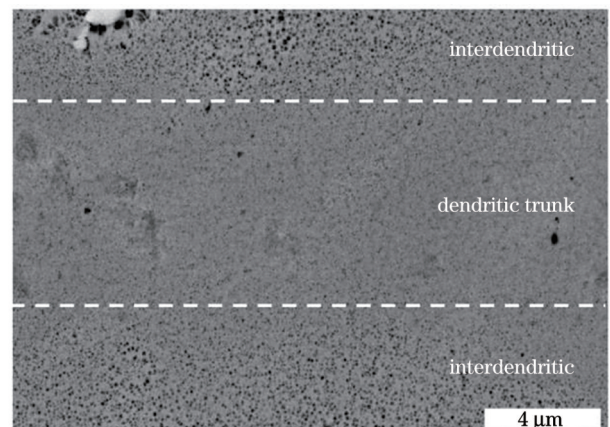


图 4 激光快速熔炼镍基合金 F80 试样枝晶干和枝晶间区域的 SEM 图

Fig. 4 SEM image of dendrite trunk and interdendrite region of nickel-based alloy F80 sample by laser rapid melting



Image Pro Plus 软件统计了 11 个试样中  $\gamma'$  相的含量和尺寸。统计结果如图 5 所示,可以看到,随着 FGH9X 合金含量减少以及 IC10 合金含量增加, $\gamma'$  相不断增多且尺寸不断增大。文献[26]表明,镍基合金中  $\gamma'$  相的含量与其成分相关,对  $\gamma'$  相含量和尺寸影响较大的主要是 Al、Ti、Ta、Nb 这四种  $\gamma'$  相形成元素。因此,采用 Thermo-Calc 软件计算了 Al、Ti、Ta、Nb 这四种元素的变化对  $\gamma'$  相形核驱动力的影响,计算结果如图 6 所示。图中的蓝色越深,说明形核驱动力越低,红色越深,说

明形核驱动力越大。结果表明,在 FGH9X 合金中,Ti 元素含量比 Al 元素含量多,Nb 元素含量比 Ta 元素含量多,而在 IC10 合金,主要元素含量则相反。11 个试样的成分是以 10% 梯度变化的,所以在 F100 到 F0 的 11 个试样中,各元素含量线性变化。因此,从 F100 到 F0, $\gamma'$  相形核驱动力沿着图中的箭头方向变化。这说明  $\gamma'$  相的形核驱动力在不断增加,同时也解释了从 F100 试样到 F0 试样, $\gamma'$  相的含量和尺寸均在不断增加的原因。

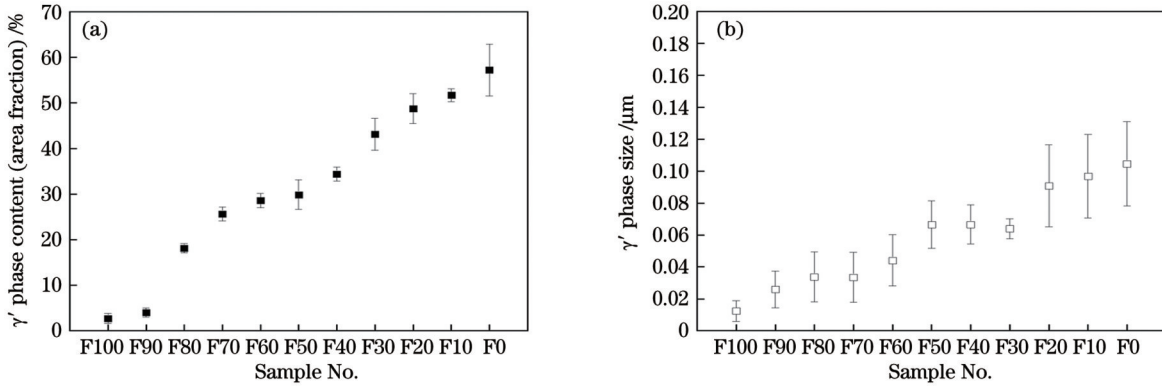


图 5 激光快速熔炼不同成分镍基合金中  $\gamma'$  相的含量和尺寸。(a) $\gamma'$  相含量;(b) $\gamma'$  相尺寸

Fig. 5  $\gamma'$  phase content and size of laser rapid melted nickel-based alloys with different components. (a)  $\gamma'$  phase content; (b)  $\gamma'$  phase size

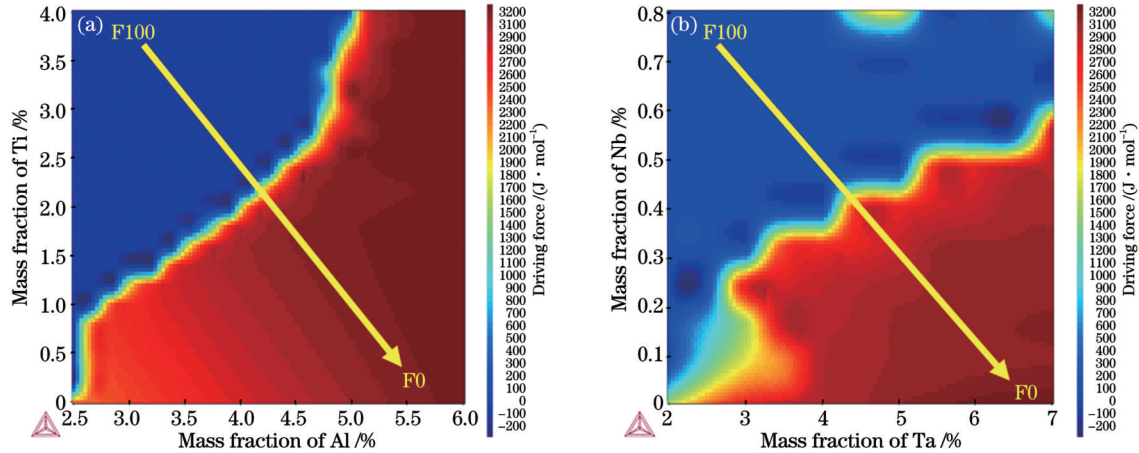


图 6 Thermo-Calc 软件模拟计算的  $\gamma'$  相形核驱动力。(a)Al-Ti;(b)Ta-Nb

Fig. 6 Thermo-Calc software simulation calculated  $\gamma'$  phase nucleation driving force. (a) Al-Ti; (b) Ta-Nb

不同形貌的  $\gamma'$  相的晶格常数同样存在着差异。选取 F20 和 F90 试样在透射电子显微镜(TEM)下进行观察,衍射斑点如图 7 所示。

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}, \quad (1)$$

式中: $d$  为晶面间距; $a$  为晶格常数; $h$ 、 $k$ 、 $l$  为晶面指数。利用式(1)可以计算得到 F90 试样中  $\gamma'$  相的晶格常数为 0.3552 nm, F20 试样中  $\gamma'$  相的晶格常数为 0.3628 nm。镍基高温合金中  $\gamma'$  相的晶格常数主要受该相形成元素及固溶元素含量的影响。

有人针对镍基高温合金中错配度的影响因素开展了研究。Watanabe 通过总结不同成分高强度镍基合

金  $\gamma'$  相的晶格常数,得出了计算合金中  $\gamma'$  相晶格常数的经验公式。该经验公式为

$$a_{\gamma'} = a_{Ni,Al} + \sum V_i^{\gamma'} C_i^{\gamma'}, \quad (2)$$

式中: $a_{Ni,Al}$  = 0.3570 nm; $C$  为物质的量浓度; $V$  为 Vegard 系数。文献[27]认为:镍基合金中固溶元素 Al 的 Vegard 系数为零,对  $\gamma'$  相的晶格常数没有影响;Cr、Mo 的 Vegard 系数接近零,对  $\gamma'$  相晶格常数的影响较小; $\gamma'$  相形成元素 Ta 的 Vegard 系数比较高,对晶格常数的影响最大。本文以 F90 和 F20 试样为例计算了这两个试样中各合金元素的物质的量浓度。通过对比可以发现:F90 试样中 Cr、Mo 元素的物质的量浓度高于

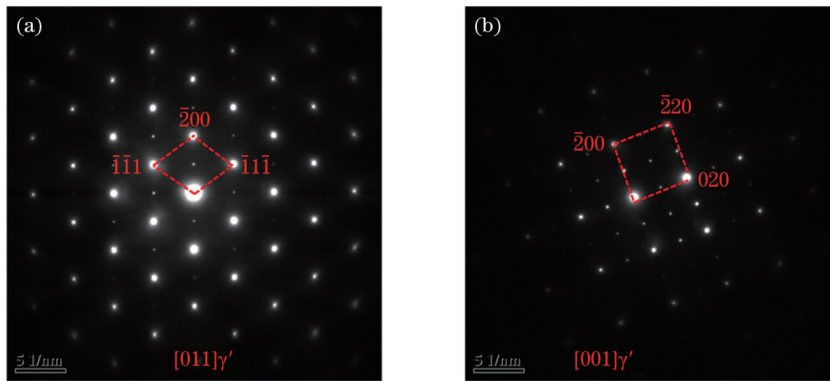


图 7 激光快速熔炼镍基合金 TEM 衍射斑点标定。(a)F90 试样;(b)F20 试样

Fig. 7 TEM diffraction spot calibration of laser rapid melted nickel-based alloys. (a) F90 sample; (b) F20 sample

F20 试样,而 Cr、Mo 元素对镍基合金中  $\gamma'$  相的晶格常数几乎没有影响;F20 试样中 Al、Ta 元素的物质的量浓度均高于 F90 试样,Al 元素对  $\gamma'$  相的晶格常数没有影响,而 Ta 元素会对晶格常数产生较大的正影响。因此,F20 试样中  $\gamma'$  相的晶格常数应大于 F90 试样中  $\gamma'$  相的晶格常数。从上文所述的 TEM 实验结果可知 F90 试样中  $\gamma'$  相的晶格常数为 0.3552 nm,而 F20 试样中  $\gamma'$  相的晶格常数为 0.3628 nm,该实验结果与上述分析一致。

为具体分析 FGH9X-IC10 镍基合金中的析出相,对试样进行电子背散射衍射实验。从图 8(a)中可以看出试样基体为  $\gamma$  相,强化相为黑色块状  $\gamma'$  相,并存在  $\gamma/\gamma'$  共晶组织和碳化物。为确定碳化物的类型,选取存在碳化物的位置,进行 EDS 点扫描测试分析。分析

结果显示该碳化物中含有质量分数为 2.5% 的 Ti 元素,并且碳化物呈块状,初步推测其为 MC 型碳化物。查阅相关文献<sup>[28]</sup>可知,MC 型碳化物一般是在凝固过程中产生的。为进一步探索镍基合金中析出相在凝固过程中析出的先后顺序,基于 Thermo-Calc 软件的热力学和动力学数据库,采用 Scheil 凝固模型进行计算,计算结果如图 8(b)所示。图中虚线表示平衡凝固过程,实线表示 Scheil 凝固过程,不同的颜色代表着凝固的不同阶段。在凝固过程中先长出  $\gamma$  树枝晶,然后形成 MC 型碳化物,析出  $\gamma'$  相,最后形成  $\gamma/\gamma'$  共晶。关于凝固最后阶段共晶的形成目前仍存在争议,有人认为  $\gamma/\gamma'$  共晶是通过包晶反应生成的<sup>[29]</sup>,但也有人认为  $\gamma/\gamma'$  共晶是多步反应共同作用的结果<sup>[30]</sup>。本文选用目前使用较多的  $\gamma/\gamma'$  二元共晶进行描述。

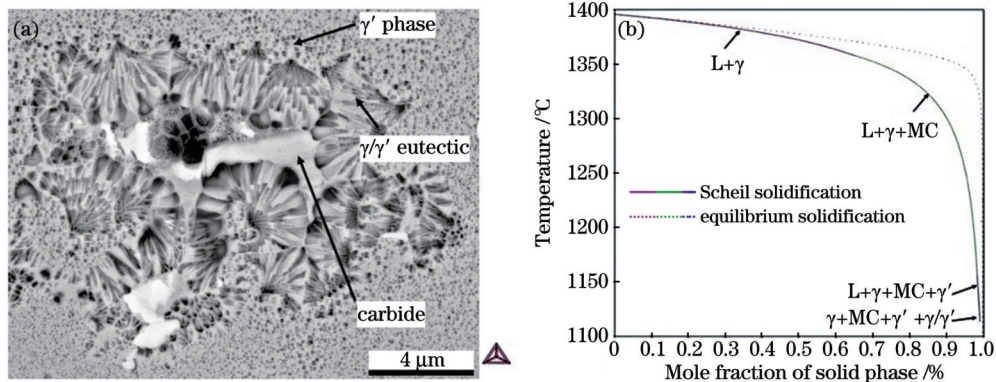


图 8 激光快速熔炼镍基合金试样的 SEM 图以及 Thermo-Calc 软件 Scheil 凝固模型的计算结果。(a)SEM 图;(b)Scheil 凝固模型的计算结果

Fig. 8 SEM image of laser rapid melted nickel-based alloy sample and calculation result of Scheil solidification model of Thermo-Calc software. (a) SEM image; (b) calculation result of Scheil solidification model

### 3.3 成分对显微硬度的影响

激光熔炼制备的不同成分 FGH9X-IC10 镍基合金显微硬度的测试结果如图 9 所示。从图 9 中可以看出,随合金成分的改变,11 个试样的显微硬度值相差不大,整体硬度值在 500 HV 左右。合金的显微硬度一般与固溶元素、晶粒尺寸、析出相有关。本研究中 F100~F0 试样的制备工艺和冷速一致,晶粒尺寸没有变化,因此这里主要考虑固溶元素、碳化物、 $\gamma'$  相对合

金的强化作用。相较于 F0 合金,F100 合金中的固溶元素较多,尤其是含有较多的 Cr、Mo、Co 等固溶元素,能造成更大的晶格畸变,从而可以提高合金硬度。同时,F100 合金中存在硬度较高的碳化物(如图 3 所示),这也有利于提高合金的硬度。虽然 F0 合金中 Cr、Mo、Co 等固溶元素的含量低于 F100 合金,但  $\gamma'$  相的含量和尺寸都明显高于 F100 合金。这些  $\gamma'$  相一方面可以阻碍晶粒长大起到细化晶粒的作用,提高材料的强度,

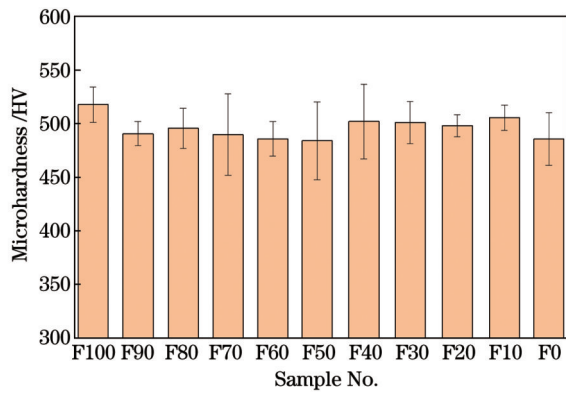


图9 激光快速熔炼镍基合金的显微硬度

Fig. 9 Microhardness of laser rapid melted nickel base alloys

另一方面可以阻碍位错运动,起到强化作用。同时,根据文献[31], $\gamma'$ 相的硬度最高可达 $\gamma$ 相硬度的两倍。综合以上因素可知F100合金与F0合金的硬度相差不大。

## 4 结 论

激光快速熔炼的11种成分的镍基合金锭中都存在发达的一次枝晶和二次枝晶,合金成分的改变并没有使枝晶形貌发生改变,平均一次枝晶间距约为110  $\mu\text{m}$ 。成分的改变对一次枝晶的影响很小,一次枝晶间距主要受温度梯度和凝固速度的影响。

11种成分的镍基合金锭的析出相均为 $\gamma$ 相、 $\gamma'$ 相、碳化物和 $\gamma/\gamma'$ 共晶。从F100至F0,合金锭中 $\gamma'$ 相的含量和尺寸均不断增加。

11种镍基合金锭的枝晶干和枝晶间都存在着元素偏析现象, $\gamma'$ 相形成元素会偏析在枝晶间,导致枝晶间 $\gamma'$ 相较枝晶干多,且尺寸较枝晶干大。

合金成分的改变对显微硬度的影响不大。在固溶元素、碳化物及 $\gamma'$ 相的多重作用下,合金的整体硬度值在500 HV左右。

## 参 考 文 献

- 王会阳, 安云岐, 李承宇, 等. 镍基高温合金材料的研究进展[J]. 材料导报, 2011, 25(S2): 482-486.  
Wang H Y, An Y Q, Li C Y, et al. Research progress of Ni-based superalloys[J]. Materials Review, 2011, 25(S2): 482-486.
- Cumpsty N. Jet propulsion[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1997.
- 陈焕铭, 胡本美, 张义文, 等. 飞机涡轮盘用镍基粉末高温合金研究进展[J]. 材料导报, 2002, 16(11): 17-19.  
Chen H M, Hu B F, Zhang Y W, et al. Recent development in nickel-based powder superalloy used in aircraft turbines[J]. Materials Review, 2002, 16(11): 17-19.
- 江和甫. 对涡轮盘材料的需求及展望[J]. 燃气涡轮试验与研究, 2002, 15(4): 1-6.  
Jiang H F. Requirements and forecast of turbine disk materials[J]. Gas Turbine Experiment and Research, 2002, 15(4): 1-6.
- 潘爱琼, 张辉, 王泽敏. 镍基单晶高温合金选区激光熔化成形工艺及组织[J]. 中国激光, 2019, 46(11): 1102007.  
Pan A Q, Zhang H, Wang Z M. Process parameters and microstructure of Ni-based single crystal superalloy processed by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(11): 1102007.
- 张义文, 刘建涛. 粉末高温合金研究进展[J]. 中国材料进展, 2013, 32(1): 1-11, 38.  
Zhang Y W, Liu J T. Development in powder metallurgy superalloy[J]. Materials China, 2013, 32(1): 1-11, 38.
- 闻腾炬, 王宏卫, 梁鹏. 某型发动机涡轮叶片榫头裂纹故障分析[J]. 航空维修与工程, 2020(10): 88-91.  
Wen T J, Wang H W, Liang P. Failure analysis on turbine blade tenon crack for a certain type of aero-engine[J]. Aviation Maintenance & Engineering, 2020(10): 88-91.
- Liang T S, Wang L, Liu Y, et al. Microstructure and mechanical properties of laser welded joints of DZ125L and IN718 nickel base superalloys[J]. Metals and Materials International, 2018, 24(3): 604-615.
- 肖力源. IC10单晶高温合金的TLP扩散焊工艺及机理研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2018.  
Xiao L Y. Research on process and mechanism of TLP bonded IC10 single crystal superalloy[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2018.
- 仲政, 吴林志, 陈伟球. 功能梯度材料与结构的若干力学问题研究进展[J]. 力学进展, 2010, 40(5): 528-541.  
Zhong Z, Wu L Z, Chen W Q. Progress in the study on mechanics problems of functionally graded materials and structures[J]. Advances in Mechanics, 2010, 40(5): 528-541.
- 黄金鑫, 孙中刚, 常辉, 等. 激光增材制造Ti6Al4V-Inconel718功能梯度材料的成分变化和微观结构演变[J]. 稀有金属材料与工程, 2020, 49(8): 2813-2819.  
Huang J X, Sun Z G, Chang H, et al. Compositional changes and microstructure evolution of Ti6Al4V-Inconel718 functionally graded materials by laser additive manufacturing[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020, 49(8): 2813-2819.
- Lin X, Yue T M, Yang H O, et al. Solidification behavior and the evolution of phase in laser rapid forming of graded Ti6Al4V-Rene88DT alloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2007, 38(1): 127-137.
- 刘妮. 直接激光沉积NiCrAlY/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>功能梯度材料工艺与性能研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2019.  
Liu N. Study on process and properties of NiCrAlY/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> functionally graded materials via direct laser deposition[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2019.
- Shah K, Haq I U, Khan A, et al. Parametric study of development of Inconel-steel functionally graded materials by laser direct metal deposition[J]. Materials & Design, 2014, 54: 531-538.
- Carroll B E, Otis R A, Borgonia J P, et al. Functionally graded material of 304L stainless steel and Inconel 625 fabricated by directed energy deposition: characterization and thermodynamic modeling[J]. Acta Materialia, 2016, 108: 46-54.
- 季霄, 孙中刚, 唱丽丽, 等. 激光熔化沉积Ti6Al4V/Inconel625梯度耐高温涂层组织演变行为研究[J]. 中国激光, 2019, 46(11): 1102008.  
Ji X, Sun Z G, Chang L L, et al. Microstructure evolution behavior in laser melting deposition of Ti6Al4V/Inconel625 gradient high-temperature resistant coating[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(11): 1102008.
- 余满江, 吴成萌, 冯爱新, 等. 激光沉积制备316L-IN625梯度材料的组织与力学性能[J]. 中国激光, 2022, 49(8): 0802007.  
Yu M J, Wu C M, Feng A X, et al. Microstructure and mechanical properties of 316L-IN625 gradient material prepared via laser deposition[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(8): 0802007.
- Bobbio L D, Otis R A, Borgonia J P, et al. Additive manufacturing of a functionally graded material from Ti-6Al-4V to invar: experimental characterization and thermodynamic calculations[J]. Acta Materialia, 2017, 127: 133-142.
- Onuike B, Bandyopadhyay A. Additive manufacturing of Inconel 718-Ti6Al4V bimetallic structures[J]. Additive Manufacturing,



- 2018, 22: 844-851.
- [20] Qian T T, Liu D, Tian X J, et al. Microstructure of TA2/TA15 graded structural material by laser additive manufacturing process [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24 (9): 2729-2736.
- [21] Liu Y, Liang C P, Liu W S, et al. Dilution of Al and V through laser powder deposition enables a continuously compositionally Ti/Ti6Al4V graded structure[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 763: 376-383.
- [22] 段刚, 赵海云, 王华明. 激光熔炼/快速凝固  $\gamma/\text{Cr}_3\text{Si}$  金属硅化物“原位”复合材料研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2003, 32(2): 121-125.
- Duan G, Zhao H Y, Wang H M. Microstructure of laser melted/rapidly solidified  $\gamma/\text{Cr}_3\text{Si}$  metal silicide “*in-situ*” composite[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2003, 32(2): 121-125.
- [23] Pope D P, Ezz S S. Mechanical properties of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  and nickel-base alloys with high volume fraction of  $\gamma'$ [J]. International Metals Reviews, 1984, 29(1): 136-167.
- [24] van Sluytman J S, Pollock T M. Optimal precipitate shapes in nickel-base  $\gamma-\gamma'$  alloys[J]. Acta Materialia, 2012, 60(4): 1771-1783.
- [25] Liu F C, Mao Y Q, Lin X, et al. Microstructure and high temperature oxidation resistance of Ti-Ni gradient coating on TA2 titanium alloy fabricated by laser cladding[J]. Optics & Laser Technology, 2016, 83: 140-147.
- [26] Liu H Q, Guo K, Sun J, et al. Effect of Nb addition on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 fabricated by laser directed energy deposition[J]. Materials Characterization, 2022, 183: 111601.
- [27] Nash P. Phase diagrams of binary nickel alloys[M]. Materials Park: ASM International, 1991.
- [28] Masoumi F, Jahazi M, Shahriari D, et al. Coarsening and dissolution of  $\gamma'$  precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: mechanisms and kinetics models[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 658: 981-995.
- [29] Heckl A, Rettig R, Cenanovic S, et al. Investigation of the final stages of solidification and eutectic phase formation in Re and Ru containing nickel-base superalloys[J]. Journal of Crystal Growth, 2010, 312(14): 2137-2144.
- [30] D'Souza N, Dong H B. Solidification path in third-generation Ni-based superalloys, with an emphasis on last stage solidification[J]. Scripta Materialia, 2007, 56(1): 41-44.
- [31] Neumeier S, Dinkel M, Pyczak F, et al. Nanoindentation and XRD investigations of single crystalline Ni-Ge brazed nickel-base superalloys PWA 1483 and René N5[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(3): 815-822.

## Microstructure Formation and Evolution Mechanism of Laser Rapid Melted Nickel Based Alloy Based on Composition Gradient

Lu Ronggui<sup>1,2</sup>, Zhang Xinyue<sup>1,2</sup>, Cheng Xu<sup>1,2,3\*</sup>, Li Jia<sup>1,4</sup>, Liu Dong<sup>1,4</sup>, Wang Yudai<sup>1,2,3</sup>, Liu Yiwei<sup>5</sup>

<sup>1</sup>National Engineering Laboratory of Additive Manufacturing for Large Metallic Components, Beihang University, Beijing 100191, China;

<sup>2</sup>School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China;

<sup>3</sup>Research Institute for Frontier Science, Beihang University, Beijing 100191, China;

<sup>4</sup>Beijing Yuding Advanced Materials & Manufacturing Technologies Co, Ltd., Beijing 100096, China;

<sup>5</sup>No.1 Military Representative Office of Air Force Equipment Department Stationed in Shenyang, Shenyang 110148, Liaoning, China

### Abstract

**Objective** Nickel-based superalloys are typically used as turbine disks and turbine blade materials in aeroengines owing to their excellent high-temperature performance. Because of the different service conditions of the turbine disk and turbine blade, the premature failure of joints can be avoided using gradient materials. However, a change in the composition of the gradient transition zone can change the microstructure, which significantly affects the properties of the alloy. Therefore, the evolution of the microstructure and the hardness of laser melted nickel based superalloys must be investigated, providing a basis for the laser additive manufacturing of gradient nickel-based superalloys.

**Methods** The materials used in this experiment are IC10 directional superalloy and FGH9X powder superalloy with a particle size of 0.15–0.25 mm. IC10 and FGH9X powders are prepared as nickel-based superalloy powders with different compositions, and alloy ingots with 11 typical gradient components are prepared by changing the ratio of the two alloys. (From samples F100 to F0, the mass fraction of FGH9X decreases by 10% intervals, and the mass fraction of IC10 increases by 10% intervals. For example, the FGH9X mass fraction of the F80 sample is 80% and the IC10 mass fraction is 20%). A 50 g nickel-based superalloy mixed powder is prepared and placed in a copper crucible. The laser power and opening time are set to 5 kW and 2 s, respectively. A melting experiment is performed in an argon atmosphere, and the alloy ingot samples are obtained after air cooling. The microstructures of the samples are observed using an optical microscope (Leica DM4M) and scanning electron microscope (Apreo S LoVac). The primary dendrite spacing,  $\gamma'$  phase size, and  $\gamma'$  phase content are measured using the Image Pro Plus software. Thermo-Calc 2020b is used to simulate the nucleation driving force of the  $\gamma'$  phase in the alloys. A hardness test is performed using a micro Vickers hardness tester (MH-6) with a load of 4.9 N and a holding time of 15 s.

**Results and Discussions** The microstructure of the 11 nickel based alloy samples prepared via laser melting is composed of dendrites, and primary and secondary dendrites. When the sample changes from F100 to F0, the dendrite morphology of the alloys



remains almost unchanged, and the primary dendrite spacing is in the range of 100–120  $\mu\text{m}$ . Based on literature review, the dendrite morphology and dendrite spacing of the alloys are primarily affected by the cooling conditions, and the effect of alloy composition is insignificant. An analysis of the alloy microstructure shows that the 11 types of nickel-based alloys are composed of the  $\gamma$  and  $\gamma'$  phase, carbides, and the  $\gamma/\gamma'$  eutectic phase (Fig. 3). When the alloy composition changes from F100 to F0, the content and size of the  $\gamma'$  phase increase continuously (Fig. 5), which is due to the gradual increase in Al and Ta contents in the alloys. The nucleation driving force of the  $\gamma'$  phase increases and more  $\gamma'$  phases precipitate. In addition, owing to element segregation, the content and size of the interdendritic  $\gamma'$  phase differ significantly from those of the dendritic trunk  $\gamma'$  phase. The content of  $\gamma'$  phase in interdendritic zone is more than that in dendritic trunk and the size of  $\gamma'$  phase in interdendritic zone is larger than that in dendritic trunk. In addition, the results show that the change in alloy composition does not significantly affect the microhardness, and that the overall hardness value is approximately 500 HV. This is because as the alloy composition changes from F100 to F0, the content of solid-solution strengthening elements and the content of carbides with high hardness and brittleness in the alloys decrease gradually, whereas the hardness and size of the  $\gamma'$  phase increase gradually; therefore, the hardness of the 11 types of nickel-based alloys is similar.

**Conclusions** Primary dendrite and secondary dendrite arms are developed in the microstructures of the 11 types of nickel-based superalloy ingots prepared via laser rapid melting. The change in alloy composition does not significantly affect the dendrite morphology, and the average primary dendrite spacing is 110  $\mu\text{m}$ . The microstructures of the alloys are composed of the  $\gamma$  phase,  $\gamma'$  phase, carbides, and the  $\gamma/\gamma'$  eutectic phase. As the powder nickel-based alloy content in alloy ingots decreases, the content and size of the  $\gamma'$  phases increase continuously. As a result of element segregation, Al, Ti, Ta and Nb, which are the constituent elements of the  $\gamma'$  phase, segregate in the interdendritic regions, thus causing the content and size of the  $\gamma'$  phase in the interdendritic regions are greater than those in the dendritic trunk. The microhardness values of the 11 samples are similar, and the overall hardness value is approximately 500 HV.

**Key words** laser technique; laser rapid melting; nickel-based alloy; grain morphology; precipitated phase