

母材显微组织对激光沉积修复 K4169 合金 液化裂纹敏感性的影响

钦兰云¹, 王鹤达¹, 李长富², 任宇航², 王超², 杨光^{1*}

¹沈阳航空航天大学机电工程学院, 辽宁 沈阳 110136;

²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

摘要 在对 K4169 合金母材进行修复前采用不同的工艺进行热处理, 以获取两类不同的显微组织, 然后对比分析了母材的显微组织成分和力学性能, 并系统研究了修复试样热影响区液化裂纹的敏感性和产生机制。研究结果显示: 在均匀化固溶时效条件下, 母材主要由 Laves 相、 δ 相以及碳化物组成, 修复试样母材与热影响区的平均显微硬度分别为 220 HV 和 210 HV, 修复试样的抗拉强度、屈服强度和延伸率分别为 870.7 MPa、618.9 MPa 和 7.7%, 断裂位置位于母材。在均匀化热等静压固溶时效条件下, 母材主要由 δ 相以及碳化物组成; 修复试样中存在裂纹, 裂纹分布在母材一侧, 横截面上裂纹的平均长度可达 0.68 mm, 最大裂纹长度为 0.72 mm; 热影响区液化裂纹的发生与母材的组织成分、晶粒度密切相关。相较之下, 均匀化热等静压固溶时效合金修复试样母材与热影响区的平均硬度都较低, 分别为 210 HV 和 200 HV, Laves 相和 δ 相的含量对母材和热影响区的显微硬度均有影响, 抗拉强度和屈服强度分别降低了 20.3% 和 38.4%, 但延伸率有所升高, 断裂位置在热影响区。两种试样都未断在修复区, 这是因为修复区的晶粒更细, 产生了细晶强化作用。

关键词 激光技术; 激光沉积修复; K4169 合金; 修复前热处理; 开裂机理; 力学性能

中图分类号 TG146.1 文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL231572

1 引言

K4169(Ni-Cr-Fe) 高温合金是一种沉淀强化型铸造高温合金, 在中低温度范围内 ($-253\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$) 具有较高的强度、塑性、耐热腐蚀性、耐辐照性^[1-2], 已被广泛应用于石油化工、能源、航空航天等领域, 尤其适用于飞行器发动机的制造^[3-4]。航空航天工业的迅速发展对航空、航天发动机的效率提出了更高要求, 同时也对发动机中 K4169 高温合金构件的服役温度和可靠性提出了更高要求^[5-6]。K4169 高温合金构件在严苛的使用环境中会出现开裂、机械损伤等。铸态 K4169 合金的晶粒粗大, 而且合金元素偏析严重, 因此其焊接性能较差。热影响区液化裂纹的存在会极大地降低产品的使用安全性及运行可靠性。传统修复方法(氩弧焊等)由于操作过程不稳定、尺寸精度差, 极易产生液化裂纹^[7], 难以满足航空结构件快速、高质量的修复要求。激光沉积修复(LDR)技术具有热量集中、热输入少、工艺重复性好等特点, 可以实现复杂形态损伤的高质量修复, 已成为航空航天领域高端装备长寿命运行保障的主要手段^[8-12], 被广泛用于各种金属材料的修复。

由于镍基高温合金在增材修复时易出现成分、组织偏析, 甚至出现裂纹, 因此一般通过修复前热处理调整母材成分、组织与相分布从而降低强度与硬度的方式来改善基体材料的裂纹敏感性, 尤其是降低液化裂纹敏感性。Ola 等^[13-14]发现, 通过 $1120\text{ }^{\circ}\text{C}/16\text{ h}$ 长时效热处理可以消除晶界硼化物和降低母材硬度, 从而可以降低热影响区液化裂纹敏感性。Peng 等^[15]通过 $1250\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ 炉冷 + $1250\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ 水冷的固溶热处理成功实现了 IN738LC 合金的组织均匀化、析出相粗化以及硬度的显著降低, 从而有效减少了液化裂纹的发生。González 等^[16]通过焊前 $1160\text{ }^{\circ}\text{C}/4\text{ h}$ (炉冷) 固溶 + $950\text{ }^{\circ}\text{C}/18\text{ h}$ 时效的固溶 + 过时效热处理方式来降低 IN939 母材的 γ/γ' 失配度, 有效降低了热影响区液化裂纹敏感性。Huang^[17-18]等通过对铸态 IN718 合金进行焊前均匀化热处理, 成功实现了合金的电子束焊接, 并研究了母材组织对热影响区微裂纹的影响。这些研究表明, 在修复工艺开始之前对高温合金母材组织进行调控能够有效提高修复质量。这说明母材组织与裂纹敏感性存在一定的关联。然而, 关于 K4169 镍基高温合金激光修复前母材热处理工艺的系统研究还未有

收稿日期: 2023-12-25; 修回日期: 2024-02-23; 录用日期: 2024-02-26; 网络首发日期: 2024-03-15

基金项目: 国家重点研发计划(2022YFE122600)

通信作者: *yangguang@sau.edu.cn

公开报道,而且母材组织调控对裂纹萌生机理的影响尚不明确,因此有必要对 K4169 合金在激光修复前的母材热处理工艺进行研究。

液化裂纹是在熔化焊或熔覆修复的热循环作用下,在母材或已凝固修复层内低于母材固相线温度区域出现的沿晶界裂纹,通常也被称为“热影响区液化裂纹”。在镍基高温合金的熔化焊或熔覆修复中,液化裂纹是一种常见的裂纹类型。其产生主要是由于处于晶界的第二相颗粒的组分液化,包括共晶型液化(含 Nb 和 Ti 的低熔点晶间液化)、MC 颗粒- γ 组分液化、硼化物- γ 组分液化以及粗大 γ' - γ 组分液化等^[19-24]。对于不同的合金类型和热历史,具体的液化机理存在差异。

笔者先对 K4169 合金母材进行不同方式的热处理,以获取两类不同的显微组织;然后利用同步送粉激光沉积工艺对不同组织的母材进行熔覆修复,并结合扫描电镜(SEM)、光学显微镜(OM)、X 射线衍射仪

(XRD)及电子万能试验机等表征与测试,系统研究热影响区液化裂纹敏感性及其产生机制。本研究结果对航空镍基高温合金构件的高质量修复具有一定的指导意义。

2 实验材料及方法

2.1 实验材料

实验所用母材为铸造 K4169 合金样块,其尺寸为 150 mm×90 mm×15 mm,其显微组织如图 1(a)所示。为调整母材的显微组织,将铸件在修复前进行热处理,具体的热处理制度见表 1。修复前,使用 600 目金相砂纸对母材进行打磨,去除其表面的氧化层,再用无水乙醇擦拭并吹干。修复所用粉末材料选用平均粒径为 90 μm 的 GH4169 球形粉末,如图 1(b)所示。实验前,将粉末放入 120 $^{\circ}\text{C}$ 烘干机中保存 2 h,以去除其中的水分。实验所用粉末与基材的化学成分见表 2。

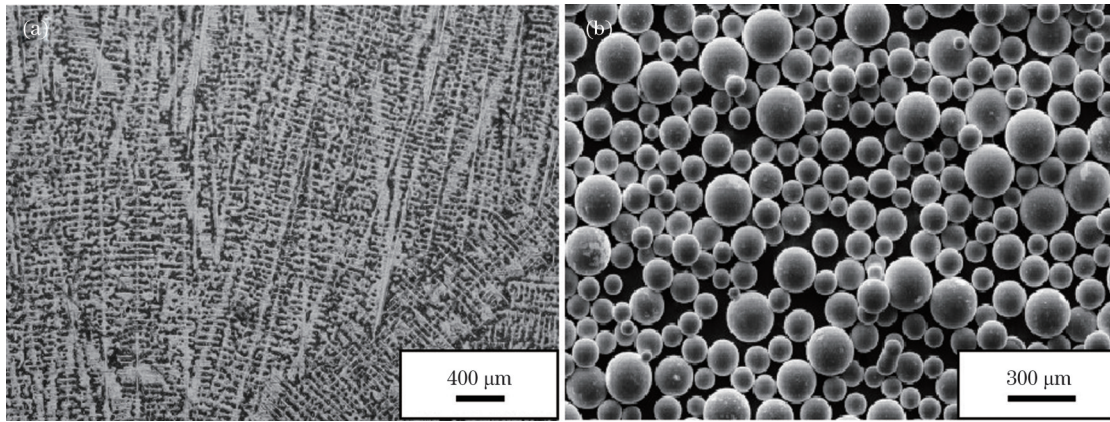


图 1 母材(铸态 K4169 合金)的显微组织和粉末的微观形貌。(a)铸态 K4169 合金的显微组织;(b)GH4169 球形粉末的形貌
Fig. 1 Microstructure of base material (K4169 alloy in cast state) and micro-morphology of powder. (a) Microstructure of K4169 alloy in cast state; (b) micro-morphology of GH4169 spherical powder

表 1 K4169 合金的热处理方案
Table 1 Heat treatment of K4169 alloy

No.	Heat treatment	Detail process
1	Homogenization+solution+aging	1065 $^{\circ}\text{C}/1.5 \text{ h}$, AC+980 $^{\circ}\text{C}/1 \text{ h}$, AC+720 $^{\circ}\text{C}/8 \text{ h}(50 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}, \text{FC})$ to 620 $^{\circ}\text{C}/8 \text{ h}$, AC
2	Homogenization+hot isotropic pressing +solution+aging	1065 $^{\circ}\text{C}/1.5 \text{ h}$, AC+1260 $^{\circ}\text{C}/140 \text{ MPa}/4 \text{ h}$, AC+980 $^{\circ}\text{C}/1 \text{ h}$, AC+720 $^{\circ}\text{C}/8 \text{ h}(50 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}, \text{FC})$ to 620 $^{\circ}\text{C}/8 \text{ h}$, AC

Notes: AC denotes air cooling and FC denotes furnace cooling.

表 2 K4169 合金与 GH4169 球形粉末的化学成分
Table 2 Chemical composition of K4169 alloy and GH4169 spherical powder

Material	Mass fraction / %						
	Cr	Ni	Mo	Al	Ti	Nb	C
K4169	19.2	49.4	3.3	0.5	0.84	4.4	≤ 0.1
GH4169	17-21	50-55	2.8-3.3	0.2-0.6	0.65-1.15	4.4-5.4	0.063

2.2 激光沉积修复过程

激光沉积修复实验在自主搭建的激光沉积制造系统上进行,该系统由 RAYCUS 激光器、送粉喷嘴、DOLUYO 水冷机、高速机床和 RAYCHAM 负压机载

送粉机等构成。送粉头底部距离基板表面 20 mm,在焦点处形成直径约为 3 mm 的激光光斑。修复过程中采用氩气保护,以确保修复试样免受氧化的影响。

基于本实验室前期单道单层和多道多层实验研

究^[25],笔者采用优化后的激光沉积修复参数进行后续实验,具体工艺参数如表3所示。具体的激光沉积修复过程如图2所示。首先基于修复试样建立修复部分的数学模型,之后进行分层切片,使用激光沉积设备在修复区从下到上逐层沉积,得到修复的试样。此外,相邻沉积层沉积时间间隔设置为100 s,以减少热累积。

表3 激光沉积修复参数

Table 3 Laser deposition repair (LDR) parameters

Parameter	Value
Power /W	1600
Scanning speed /(mm/s)	8
Feeding rate /(rad/min)	1
Layer thickness /mm	0.4
Overlap rate /%	40

2.3 试样表征与测量

将经过热处理后的母材试样及修复试样的横截面进行研磨和抛光,之后用盐酸硝酸氢氟酸试剂(80 mL HCL+7 mL HNO₃+13 mL HF)进行腐蚀,接着利用 OLYMPUS GX51 型光学显微镜(OM)和 ZEISS Sigma300 型扫描电镜(SEM)观察母材试样截面的显微组织以及修复试样中裂纹的分布特征。采用能谱仪(EDS)对母材区的元素分布进行表征;采用 Bruker d2-phaser X 射线衍射仪(XRD)进行物相分析;采用 HVS-1000Z 维氏硬度计在 1.96 N 载荷下分别测量修复试样修复区、热影响区和母材区的显微硬度,载荷持续时间为 15 s。拉伸试样的取样位置及尺寸示意图分别如图3所示,拉伸测试前用砂纸打磨试样,并用乙醇擦拭,之后采用 INSTRON5982 电子万能试验机进行拉伸试验,应变速率为 0.5 mm/min。

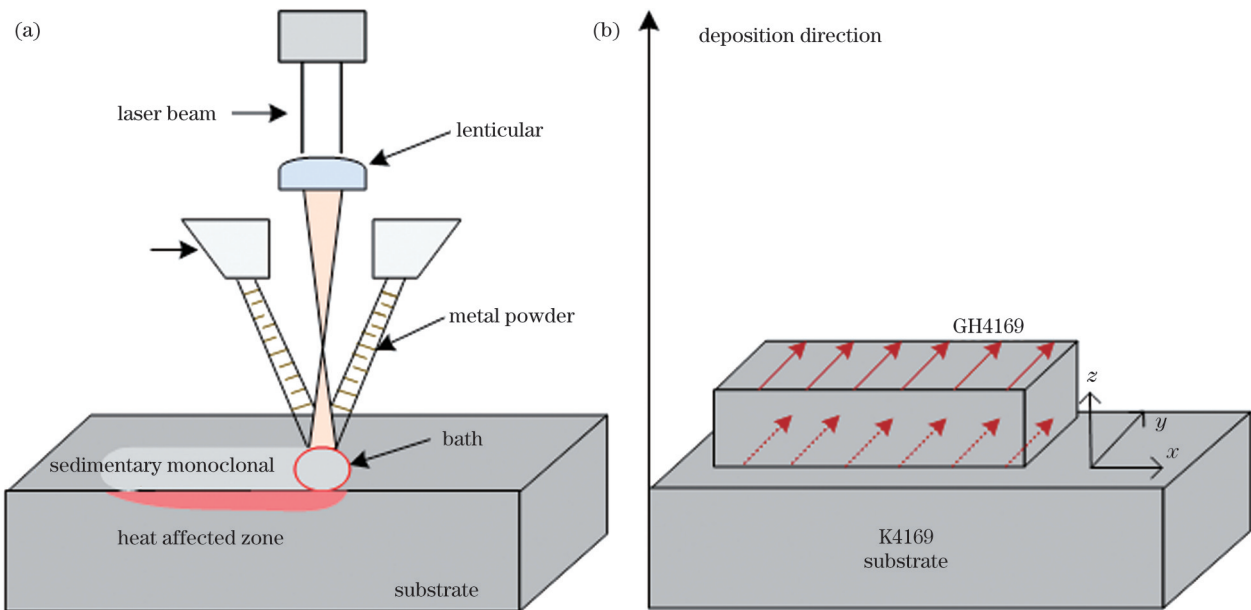


图2 激光沉积修复实验示意图。(a)激光沉积修复示意图;(b)激光沉积扫描路径示意图

Fig. 2 Schematics of laser deposition repair experiment. (a) Schematic of laser deposition repair; (b) schematic of laser deposition scanning path

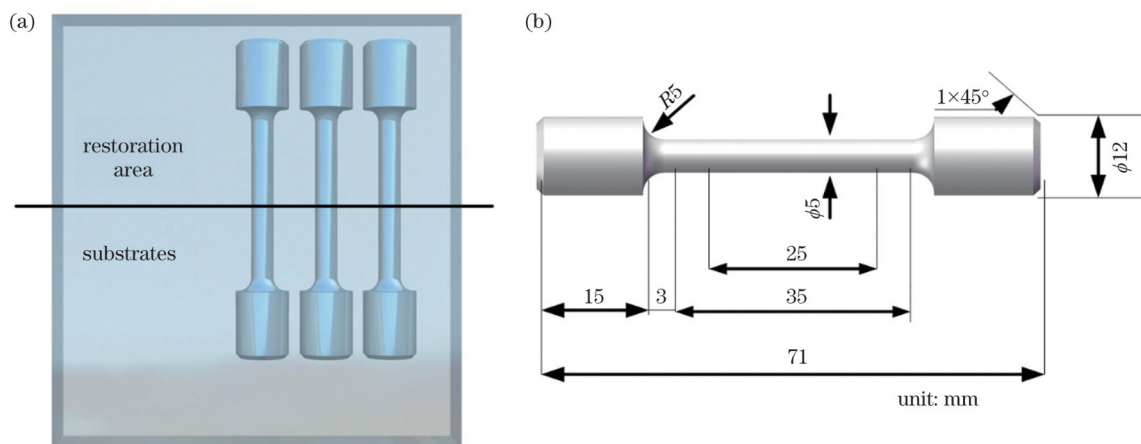


图3 拉伸试样示意图

Fig. 3 Schematic of tensile specimens

3 实验结果

3.1 母材组织调控

图 4(a)、(b) 为不同热处理状态下 K4169 合金母材的低倍金相照片。与均匀化固溶时效母材相比, 均匀化热等静压固溶时效母材的晶间黑色衬度区域减少了一半以上。这表明合金的偏析程度减弱^[26], 析出相

也相应减少。均匀化固溶时效母材的柱状晶枝晶臂宽度平均值为 $123.6 \mu\text{m}$, 如图 4(a) 中轮廓线所示; 在均匀化热等静压固溶时效条件下, 铸态合金中的柱状晶溶解后等轴化, 形成了大尺寸等轴晶, 如图 4(b) 中轮廓线所示。这进一步表明热等静压在促进组织均匀化和粗化方面发挥着显著作用, 它会导致晶粒平均尺寸增大。

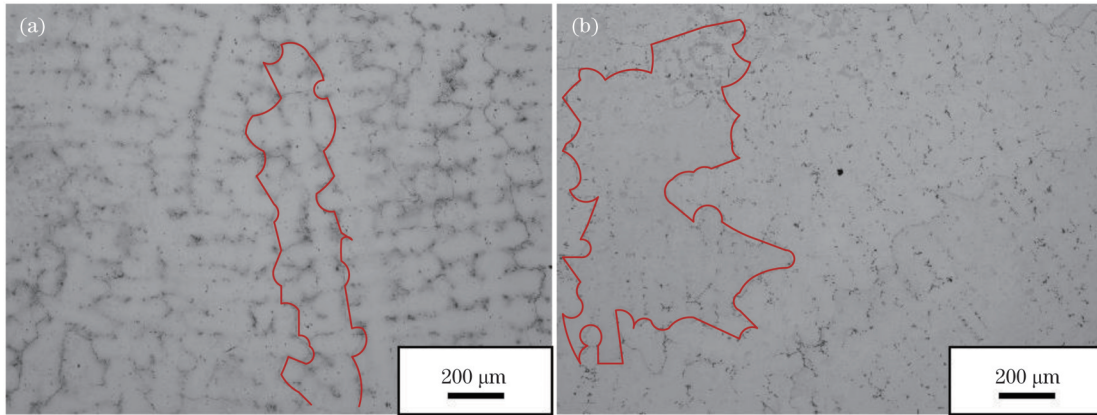


图 4 不同热处理态 K4169 合金母材的金相照片。(a) 均匀化固溶时效母材; (b) 均匀化热等静压固溶时效母材

Fig. 4 OM images of K4169 alloy base material in different heat treatment states. (a) Homogenization + solution + aging treated base material; (b) homogenization + hot isostatic pressing + solution + aging treated base material

图 5 为不同热处理态 K4169 合金母材中析出相的电镜形貌, 表 4 为析出相的能谱分析结果。

在图 5(a) 所示的均匀化固溶时效母材 SEM 图中可以看到一些轮廓清晰、边界平直的块状相, 如 C 区域, 经能谱分析判断其为富含 Nb、次富含 Ti 的 MC 型碳化物 (Nb, Ti)C。此外, 该母材中的枝晶间存在岛状相, 岛状相周围析出了针状相。能谱分析结果表明, 岛状相富含 Ni, 而 A 区域岛状相中的 Cr、Fe 含量相比于 B 区域针状相较低, 同时 Nb 含量相对较高, 判断其为 Laves 相。使用 Image-Pro Plus 软件测得 Laves 相的体积分数为 3.4%, 最大尺寸为 $1.7 \mu\text{m}$ 。根据 EDS 结果, 针状相为 δ 相, 其体积分数为 5.1%, 部分分布在晶界上。这表明经过均匀化固溶时效处理后, 脆性的

Laves 相和一些 δ 相未能完全消除^[27]。

图 5(b) 为均匀化热等静压固溶时效母材的电镜形貌。在该母材的枝晶内部未观察到明显的 Laves 相, 仅存在一些边界平直的块状相, 如 D 区域, 经能谱分析判断其为 MC 型碳化物 (Nb, Ti)C。K4169 合金中的 Laves 相在 $1160 \sim 1259 \text{ }^\circ\text{C}$ 之间溶解, 而本实验采用的热等静压温度超过了这一范围。同时, 在一定时间的保温下, 充分扩散作用使得试样枝晶间的 Laves 相得以基本消除。

此外, 在均匀化热等静压固溶时效母材的晶界上还观察到了不连续的针状相, 如 E 区域, 经 EDS 能谱分析确认其富含 Ni、Cr 和 Fe, 而且 Nb 含量相对较少, 判断其为 δ 相, 测得 δ 相的体积分数为 2.6%。相比均

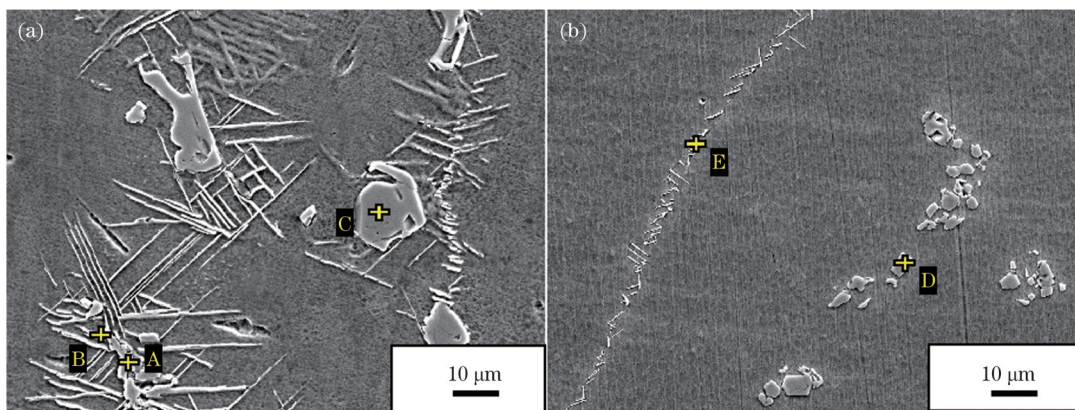


图 5 不同热处理态 K4169 合金母材的 SEM 图。(a) 均匀化固溶时效母材; (b) 均匀化热等静压固溶时效母材

Fig. 5 SEM images of K4169 alloy base material in different heat treatment states. (a) Homogenization + solution + aging treated base material; (b) homogenization + hot isostatic pressing + solution + aging treated base material

表 4 不同热处理态 K4169 合金中析出相的能谱分析结果
Table 4 EDS results of precipitates in K4169 alloy in different heat treatment states

Regions in Fig. 5	Atomic fraction / %										Phase
	C	Al	Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo		
A	34.87	0.26	0.03	1.79	3.78	3.84	43.74	10.88	0.81	Laves	
B	22.93	0.98	0.14	1.12	16.29	13.97	40.27	2.72	1.58	δ	
C	59.61	0.03	0.03	6.07	0.40	0.32	1.10	32.19	0.24	(Nb, Ti)C	
D	61.09	0.04	0.01	4.69	0.71	0.59	1.52	31.34	0	(Nb, Ti)C	
E	18.82	1.00	0.12	0.94	17.61	15.10	42.47	2.42	1.52	δ	

匀化固溶时效母材, 均匀化热等静压固溶时效母材中针状 δ 相的含量较少。针状 δ 脆性相的析出是因为在均匀化热等静压固溶时效条件下, 固溶温度与 δ 脆性相形成的温度区间基本一致, 因此晶界处存在分布不均匀且尺寸各异的针状 δ 相。

图 6 为不同热处理状态 K4169 合金母材的 XRD 图谱。可以看出, 均匀化固溶时效 K4169 合金母材组织中主要存在 γ 基体相 (Fe, Ni)、 γ' 强化相 $Ni_3(Al, Ti)$ 、 γ'' 强化相 Ni_3Nb 、 δ 相 Ni_3Nb 、Laves 相 (Fe_2Nb 和 Fe_2Ti)、碳化物 (Nb, Ti)C, 而均匀化热等静压固溶时效 K4169 合金母材中 δ 相对应的衍射峰强度有所降低, 并且没有发现 Laves 相。这一观察结果与图 5 所示的 SEM 图一致。

3.2 裂纹观测

图 7 为不同热处理态修复试样热影响区的金相组织照片。在均匀化固溶时效修复试样中未观察到液化裂纹, 而在均匀化热等静压固溶时效修复试样的热影响区中观察到了液化裂纹缺陷 (如图 7(b) 所示), 这些裂纹均产生于 K4169 母材一侧, 横截面上裂纹的平均长度达到 0.68 mm, 最大裂纹长度达到了 0.72 mm。晶粒尺寸会影响晶界处液体的凝固速率, 晶粒尺寸越大,

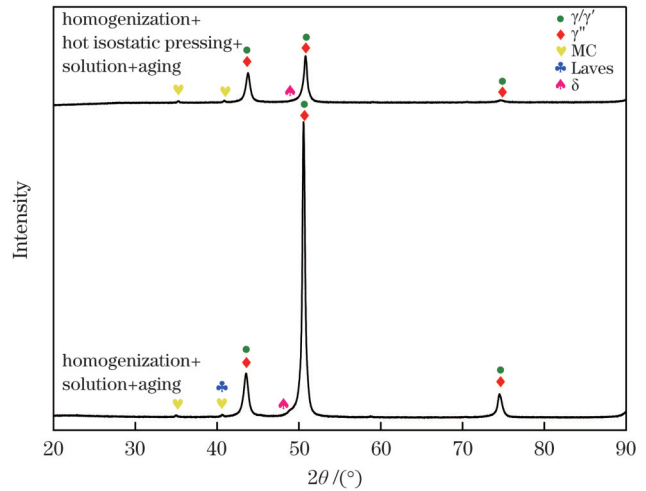


图 6 不同热处理态 K4169 合金母材的 XRD 图谱
Fig. 6 XRD patterns of K4169 alloy base material in different heat treatment states

液体层冷却凝固的时间越长, 熔化区积聚的应变越多, 从而增加了裂纹形成的可能性。因此, 相较于粗晶粒材料, 细晶粒材料更有可能抑制热影响区的液化裂纹^[28], 故均匀化固溶时效试样热影响区不易产生裂纹。

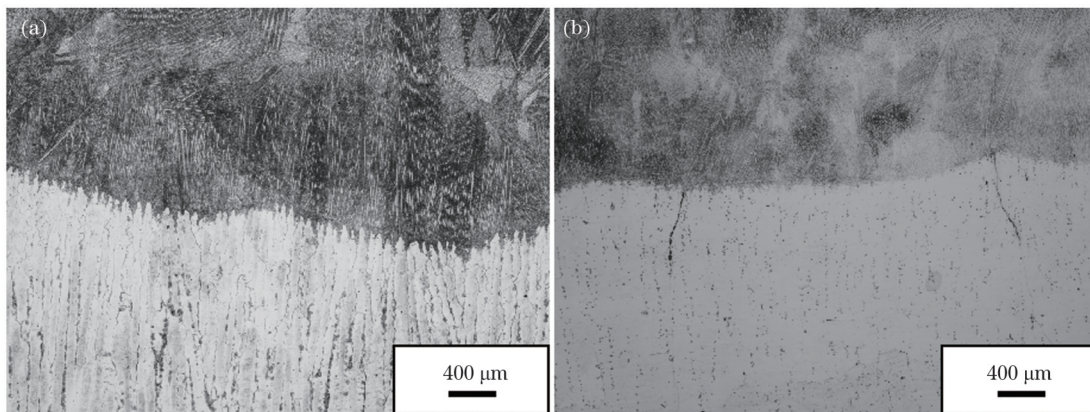


图 7 不同热处理态 K4169 合金修复试样热影响区的液化裂纹。(a) 均匀化固溶时效合金; (b) 均匀化热等静压固溶时效合金
Fig. 7 Liquefaction cracks in the heat-affected zone of repaired specimens of K4169 alloy in different heat treatment states.
(a) Homogenization + solution + aging treated alloy; (b) homogenization + hot isostatic pressing + solution + aging treated alloy

图 8 为均匀化固溶时效修复试样热影响区的微观组织, 沿着晶界方向可以观察到液膜, 这些液膜起源于熔合线, 并沿着晶界延伸至母材区。随着到熔合线的距

离增加, 液膜的厚度逐渐减薄, 最大厚度约为 2.2 μm 。有研究表明, 液膜的厚度越小, 越不容易产生开裂^[29]。由图 5(a) 可知这些液膜存在位置与 Laves 相对应,

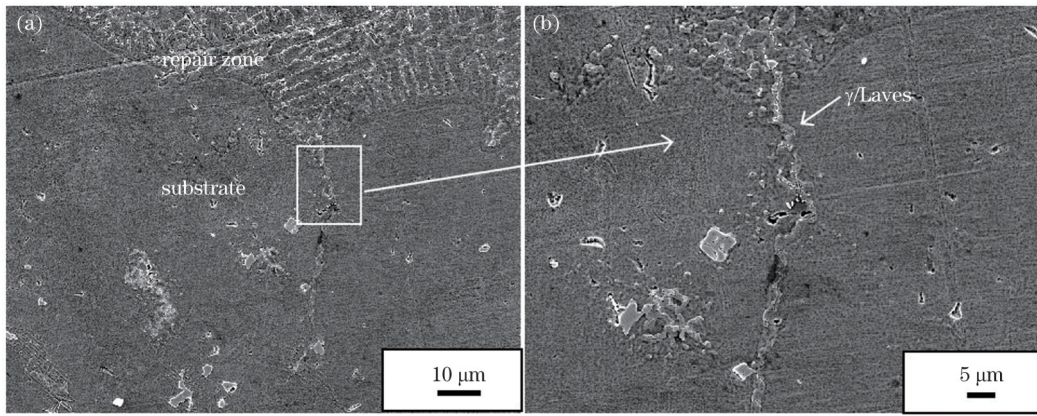


图 8 均匀化固溶时效 K4169 合金修复试样热影响区的微观组织

Fig. 8 Microstructures of heat-affected zone of repaired specimen of homogenization + solution + aging treated K4169 alloy

故可推断这些液膜是由 Laves 相组分液化形成的,且液膜形成过程相对平稳,在观察过程中未发现液膜开裂。

图 9 为均匀化热等静压固溶时效 K4169 合金修复试样热影响区液化裂纹的整体特征。液膜起源于熔合线,沿着晶界延伸。随着到熔合线距离增加,液膜逐渐减薄,最大厚度约为 $4.1 \mu\text{m}$,超过了均匀化固溶时效试样液膜的厚度。产生这一现象的原因是:晶粒尺寸会对晶界液化薄膜的厚度(即液体层的厚度)产生影响,晶粒尺寸越大,液膜厚度就越大。由图 5(b)可知,热影响区中液膜的存在位置与晶界上的 δ 相以及少量 γ' 相对应,因此距离熔合线最近的区段的

共晶组织是由 δ 相、 γ' 相在修复过程中的热循环作用下发生组分液化的产物,如图 9(b)所示。随着裂纹向基体内扩展(远离修复界面),高温停留时间缩短,枝晶间的液化程度下降。此时未能形成上一阶段连续的较大共晶组织,而是在裂纹两侧产生了细小的 γ/δ 共晶组织和少量的 $\gamma-\gamma'$ 低熔点共晶组织,如图 9(c)所示。当裂纹沿着晶界扩展至末端时,如图 9(d)所示,由于距离修复界面最远,组织经历的峰值温度降低,高温停留时间缩短,没有明显的液化现象。裂纹两侧干净,没有共晶组织产生。

图 10 是对均匀化热等静压固溶时效修复试样液化裂纹进行面扫描分析的结果。可以发现: Nb 和 Mo

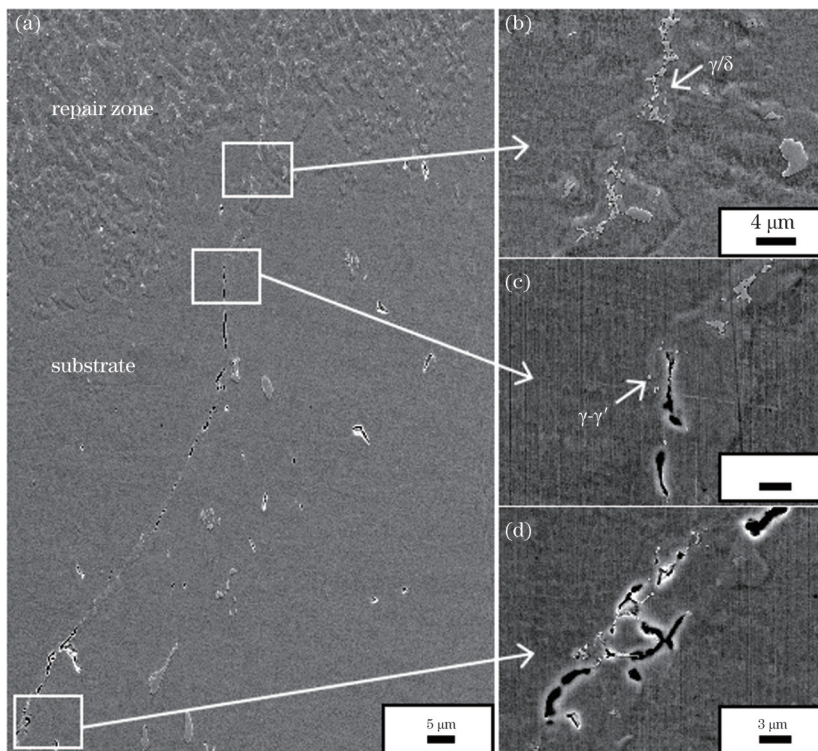


图 9 均匀化热等静压固溶时效 K4169 合金修复试样热影响区的液化裂纹。(a) 裂纹整体形貌; (b)(c)(d) 不同区段的裂纹放大图
Fig. 9 Liquation cracks in heat-affected zone of repaired specimen of homogenization + hot isostatic pressing + solution + aging treated K4169 alloy. (a) Overall crack morphology; (b)(c)(d) magnified view of cracks in different zones

作为 δ 相的主要组成元素,主要存在于裂纹两侧的 γ/δ 共晶组织中;Al和Ti元素主要进入 γ' 相,存在于裂纹两侧的 $\gamma-\gamma'$ 共晶组织中。这一现象与图9结果一致。

在液化裂纹形成过程中,K4169合金晶界附近的微量元素对晶界在热循环过程中的液化行为也有重要影响。从图10中还可以看到S元素聚集在裂纹两侧,虽然P、B以及C元素含量较少,但从图中也能清晰地看出它们分布在裂纹周围。B元素在晶界处分布,最易导致热影响区液化开裂,这是因为B元素能促进晶界润湿^[30]。此外,较快的冷却速率可以抑制B元素在

冷却过程中的非平衡偏析^[31],而热等静压炉冷工艺较慢的冷却速率会进一步导致更严重的B元素偏析问题。同时,P和S元素在热处理过程中也会向晶界偏析,从而促进晶界润湿^[32]。关于C元素的作用目前尚不明确。有研究表明C元素含量的变化对裂纹总长度没有明显影响^[30],也有研究表明C元素含量的增加会使裂纹总长度增加^[33]。

因此,当晶界上的相发生组元液化时,S、P、B微量元素在晶界上的偏析会导致晶界固相线降低,加速并导致热影响区晶界偏析液化和裂纹形成。

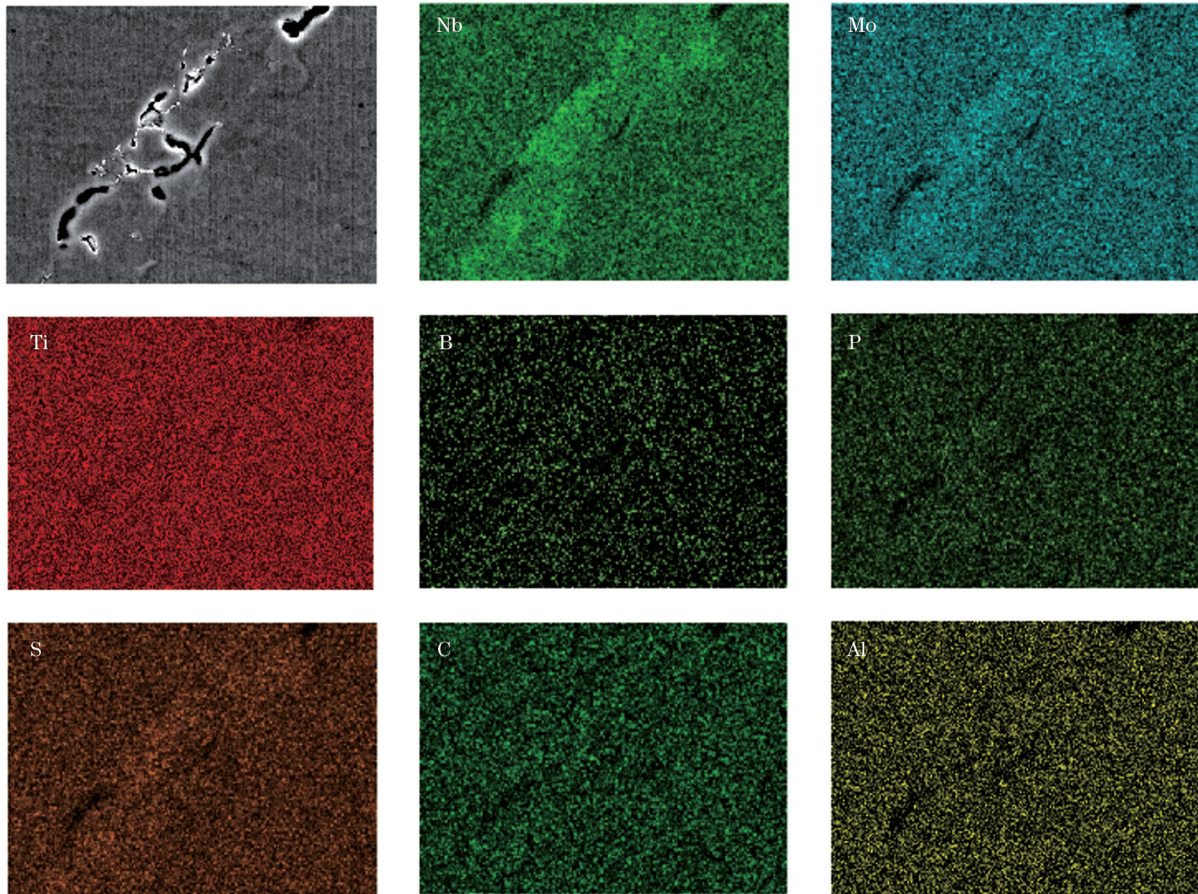


图10 均匀化热等静压固溶时效K4169合金修复试样液化裂纹附近的元素分布情况

Fig. 10 Distribution of elements near liquation cracks in repaired specimen of homogenization+hot isostatic pressing+solution+aging treated K4169 alloy

图11为均匀化热等静压固溶时效K4169合金修复试样液化裂纹产生的机制与过程示意图。在经过均匀化热等静压固溶时效热处理后,母材中的Laves相基本消失,晶界上分布着 δ 相及少量强化相 γ' 。因此,热影响区晶间液膜的形成主要涉及晶界上 δ 相、 γ' 相的组元液化以及晶界的偏析液化。

在整个修复热循环过程中,热影响区液膜的出现可以分为三个阶段:1)相溶解阶段(I阶段),即未达到共晶液化温度之前的升温阶段。在该阶段,晶界上的 γ' 相和 δ 相向基体内溶解,其富含的Nb、Mo元素与相对少量的Al、Ti向基体扩散,并在其周围形成富

Nb、Mo、Al、Ti的溶解区域,同时晶界附近的B、P、S等元素向晶界偏析。2)共晶液化阶段(II阶段)。在该阶段,温度达到了共晶成分的溶解区间,开始发生共晶反应并出现液化,同时一部分晶界两侧由于B、P、S元素偏析形成了偏析区, γ' 相、 δ 相通过组元液化形成液膜,另一部分晶界则通过偏析液化形成液膜,同时晶界上的S、P元素加速液膜对晶界的润湿。3)共晶凝固阶段(III阶段)。在该阶段,晶界处形成了连续的液膜,液膜在冷却过程中受到拉应力的作用而被撕开,产生裂纹;继续冷却,晶界处形成裂纹,同时液膜冷却凝固析出 γ/δ 共晶和 $\gamma-\gamma'$ 共晶。

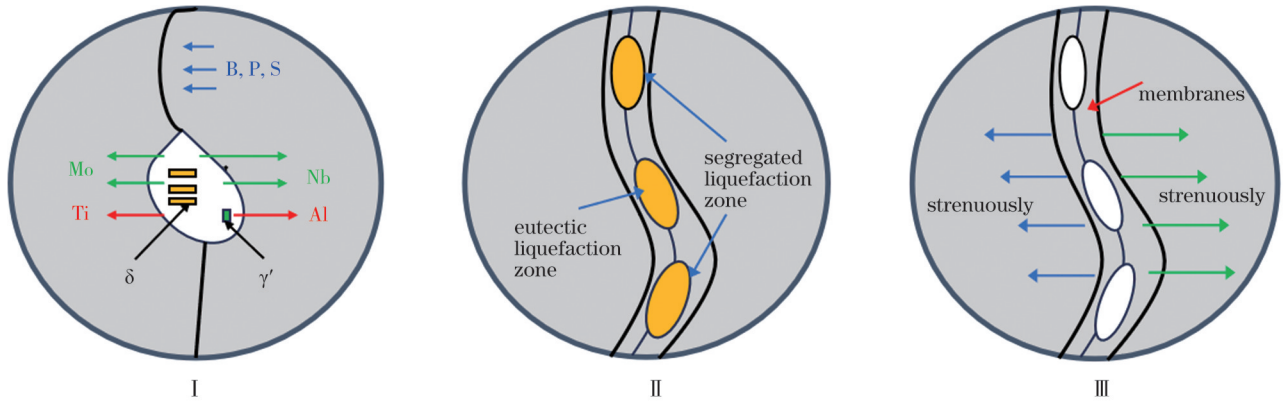


图 11 均匀化热等静压固溶时效 K4169 合金修复试样中液化裂纹的产生机制,其中 I 图为相溶解阶段, II 图为共晶液化阶段, III 图为共晶凝固阶段

Fig. 11 Liquation crack generation mechanism for repaired specimen of homogenization+hot isostatic pressing+solution+aging treated K4169 alloy, where image I shows phase dissolution stage, image II shows eutectic liquefaction stage, and image III shows eutectic solidification stage

图 12 为均匀化固溶时效 K4169 合金修复试样液膜产生的机制与过程示意图。经过均匀化固溶时效处理后,母材枝晶间还存在大量 Laves 相,因此热影响区晶间液膜主要来源于 Laves 相的组分液化,整个过程可以分为三个阶段。I 阶段:升温过程中,Laves 相向基体溶解,Nb、Mo 元素向基体扩散,Laves 相周围基体中的 Nb 元素含量升高。II 阶段:晶界附近、Laves 相

周围的基体开始发生共晶反应而液化。III 阶段:晶界处形成液膜,液膜冷却凝固后析出 γ /Laves 共晶。值得注意的是,由于均匀化固溶时效试样热影响区形成的液膜厚度较小,液膜在冷却过程中并未被撕开,因此没有产生裂纹。这表明在此工艺下液膜的形成和凝固是一个相对较为平稳的过程,没有导致材料结构破坏。

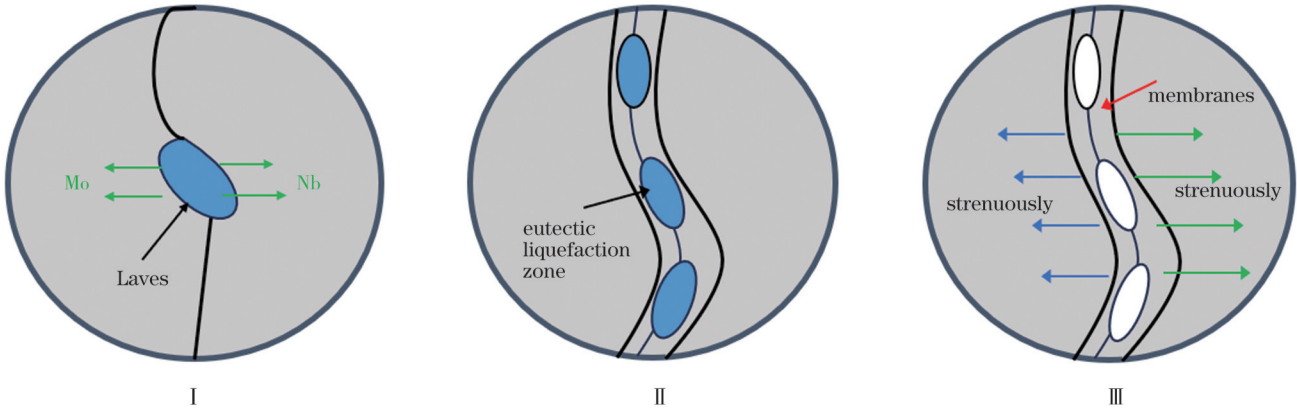


图 12 均匀化固溶时效 K4169 合金修复试样中液膜的产生机制,其中 I 图为相溶解阶段, II 图为共晶液化阶段, III 图为共晶凝固阶段

Fig. 12 Liquid film generation mechanism for repaired specimen of homogenization+solution+aging treated K4169 alloy, where image I shows phase dissolution stage, image II shows eutectic liquefaction stage, and image III shows eutectic solidification stage

3.3 修复件的力学性能

图 13 为不同热处理态修复试样的显微硬度。可以看到:均匀化固溶时效修复试样母材区(BM)的显微硬度约为 220 HV,热影响区(HAZ)显微硬度略低于母材,约为 210 HV,而修复区(FZ)显微硬度最高,约为 240 HV;均匀化热等静压固溶时效试样母材的显微硬度约为 210 HV,热影响区显微硬度同样低于母材,约为 200 HV,修复区显微硬度最高,约为 260 HV。从母材到修复区,两种试样的显微硬度都呈现先下降后上升的趋势。这主要是由于修复区组织由细小的枝

晶构成,这种细小的枝晶导致了细晶强化效应。此外,由于修复过程中的热循环作用,热影响区经历了固溶热处理,导致其中的部分第二相溶解进入基体,从而降低了显微硬度。因此,母材的显微硬度略大于热影响区,但小于修复区。

从图 13 中还可以观察到均匀化固溶时效试样母材的显微硬度明显高于均匀化热等静压固溶时效试样母材。由上述分析可知均匀化固溶时效试样母材中 Laves 相和 δ 相的含量相对较高,Laves 相和 δ 相作为硬脆的微尺度析出物,其含量增加会导致材料硬度提

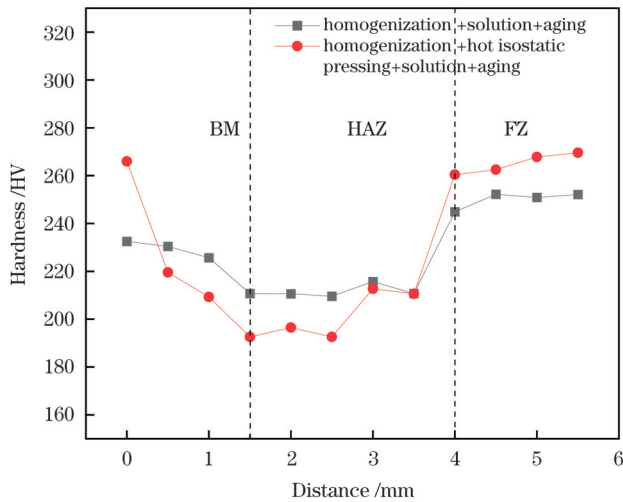


图 13 不同热处理态 K4169 合金修复试样的显微硬度

Fig. 13 Microhardness of K4169 alloy repaired specimens with different heat treatment states

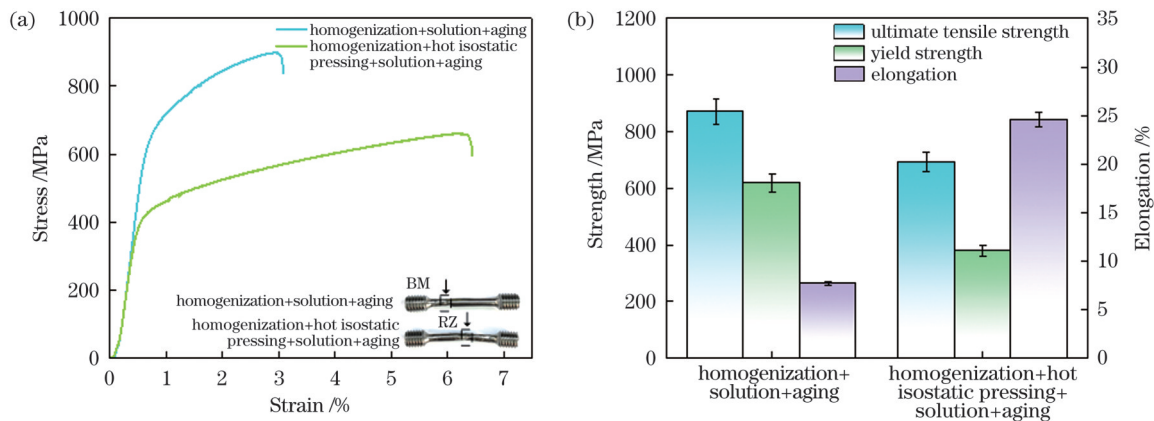


图 14 不同热处理态 K4169 合金修复试样的拉伸结果

Fig. 14 Tensile results of repaired specimens of K4169 alloy in different heat treatment states

4 结 论

对 K4169 合金母材进行不同的热处理,以获取两类不同的显微组织,然后利用同步送粉激光沉积工艺对不同组织的母材进行熔覆修复,系统研究热影响区液化裂纹敏感性和产生机制,得到如下结论:

1) 在均匀化热等静压固溶时效条件下,由于热等静压温度高于 Laves 相的溶解范围,母材中基本上消除了 Laves 相,但仍在晶界上析出了 δ 相,并且晶粒尺寸增大。

2) 均匀化热等静压固溶时效修复试样中存在裂纹,裂纹分布在母材一侧,横截面上裂纹的平均长度可达 0.68 mm,最大裂纹长度为 0.72 mm,其热影响区液化裂纹的发生与母材的组织成分、晶粒度密切相关。

3) 均匀化固溶时效修复试样母材与热影响区的平均硬度分别约为 220 HV 和 210 HV,相比之下,均匀化热等静压固溶时效修复试样母材与热影响区的平均硬度较低,分别约为 210 HV 和 200 HV。Laves

相和 δ 相的含量对母材和热影响区的显微硬度均有影响。

4) 均匀化固溶时效试样的抗拉强度、屈服强度、延伸率分别为 870.7 MPa、618.9 MPa 和 7.7%,相比之下,均匀化热等静压固溶时效试样的抗拉强度和屈服强度分别降低了 20.3% 和 38.4%,但延伸率有所升高。

高。同样,均匀化固溶时效试样热影响区的显微硬度也高于均匀化热等静压固溶时效试样。这是因为其热影响区主要由 γ /Laves 共晶组织组成,而均匀化热等静压固溶时效试样热影响区为 γ/δ 共晶组织,且含有少量 $\gamma-\gamma'$ 低熔点共晶。此外,均匀化固溶时效试样中 γ /Laves 共晶组织的含量更多,进一步解释了其高硬度的原因。

图 14 为不同热处理态 K4169 合金修复试样的室温拉伸测试结果。均匀化固溶时效修复试样的抗拉强度、屈服强度、延伸率分别为 870.7 MPa、618.9 MPa 和 7.7%,且断裂部位在母材区。相比之下。均匀化热等静压固溶时效修复试样的抗拉强度和屈服强度分别降低了 20.3%、38.4%,但延伸率有所提高,其断裂位置在热影响区。两种修复试样都未断在修复区,这是因为修复区的晶粒更细,产生了细晶强化作用,使得修复区的强度高于母材和热影响区。

致谢 感谢首都航天机械有限公司对本论文成果部分的数据支持!

参 考 文 献

- [1] Yang J J, Li F Z, Wang Z M, et al. Cracking behavior and control of Rene 104 superalloy produced by direct laser fabrication [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2015, 225: 229-239.
 - [2] 郑亮. Ta 和 Ru 对低 Cr 高 W 铸造镍基高温合金组织及性能的影响[D]. 西安: 西安理工大学, 2004.
- Zheng L. The effects of tantalum and ruthenium on the microstructures and properties of low chromium and high tungsten content cast nickel-base superalloys[D]. Xi'an: Xi'an University of

- Technology, 2004.
- [3] 汤鑫, 曹腊梅, 盖其东, 等. K4169 合金整体导向环精铸技术及热处理工艺研究[J]. 宇航材料工艺, 2007, 37(6): 82-86.
Tang X, Cao L M, Gai Q D, et al. Investment casting technology and heat treatment process of K4169 superalloy integral nozzle ring [J]. Aerospace Materials & Technology, 2007, 37(6): 82-86.
- [4] 谭喜平, 郑朝会, 周喜艳, 等. K4169 镍基高温合金薄壁机匣的热疲劳行为[J]. 特种铸造及有色合金, 2018, 38(8): 880-883.
Tan X P, Zheng C H, Zhou X Y, et al. Thermal fatigue behavior of K4169 Ni-base superalloy for thin-wall investment castings[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2018, 38(8): 880-883.
- [5] 王辉, 周明星, 吴宝海, 等. 航空发动机先进材料高性能零部件制造技术进展[J]. 航空制造技术, 2015, 58(22): 47-51, 59.
Wang H, Zhou M X, Wu B H, et al. Recent advances on manufacturing technologies of aeroengine[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2015, 58(22): 47-51, 59.
- [6] 高波, 曾凡浩, 古一, 等. 航天发动机用 GH4586 镍合金表面含镍金属陶瓷涂层的结合与抗氧化性能[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2018, 23(5): 527-533.
Gao B, Zeng F H, Gu Y, et al. Bonding and anti-oxidation properties of cermet composite coatings with Ni on surface of nickel-based superalloy for aviation engines[J]. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy, 2018, 23(5): 527-533.
- [7] Cheng B, Mao C, Zhang M J, et al. Comparative study on microstructure and properties of laser welding and argon arc welding Hastelloy C-276/SS304 with filler wire[J]. Optics Laser Technology, 2023, 164: 109565.
- [8] 邹健, 刘红军, 赵宇辉, 等. 高强度 Al-Mg-Sc-Zr 合金的激光熔化沉积工艺研究[J]. 激光与光电子学进展, 2023, 60(9): 0914003.
Zou J, Liu H J, Zhao Y H, et al. Study on process parameters for preparing a high-strength Al-Mg-Sc-Zr alloy by laser melting deposition[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2023, 60(9): 0914003.
- [9] 李建宾, 石拓, 傅戈雁, 等. 基于激光内送粉的十字交叉结构熔覆成形工艺研究[J]. 光学学报, 2022, 42(16): 1614002.
Li J B, Shi T, Fu G Y, et al. Cladding forming technology of cross structure based on inside-laser powder feeding[J]. Acta Optica Sinica, 2022, 42(16): 1614002.
- [10] 卞宏友, 刘子茗, 刘伟军, 等. 激光沉积修复 GH4169/GH738 合金时效热处理组织与摩擦磨损性能[J]. 中国激光, 2023, 50(12): 1202209.
Bian H Y, Liu Z M, Liu W J, et al. Microstructure and friction and wear properties of laser deposition repair GH4169/GH738 alloy with aging heat treatment[J]. Chinese Journal of Lasers, 2023, 50(12): 1202209.
- [11] 张杰, 张群莉, 姚建华, 等. 激光熔覆 IN718 合金工艺优化及界面组织性能分析[J]. 中国激光, 2022, 49(16): 1602021.
Zhang J, Zhang Q L, Yao J H, et al. Process optimization and interfacial microstructure and properties analysis of laser clad IN718 alloy[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(16): 1602021.
- [12] 王占栋, 王世彬, 吴二柯, 等. 水下定向能量沉积修复钛合金电化学腐蚀特性研究[J]. 中国激光, 2022, 49(14): 1402806.
Wang Z D, Wang S B, Wu E K, et al. Electrochemical corrosion characteristics of Ti-6Al-4V repaired using underwater directed energy deposition technique[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(14): 1402806.
- [13] Ola O T, Ojo O A, Chaturvedi M C. Role of filler alloy composition on laser arc hybrid weldability of nickel-base IN738 superalloy[J]. Materials Science and Technology, 2014, 30(12): 1461-1469.
- [14] Ola O T, Ojo O A, Chaturvedi M C. On the development of a new pre-weld thermal treatment procedure for preventing heat-affected zone (HAZ) liquation cracking in nickel-base IN738 superalloy[J]. Philosophical Magazine, 2014, 94(29): 3295-3316.
- [15] Peng F, Zhang B G, Wang H Q, et al. Effect of pre-weld heat treatment on the microstructure and mechanical properties of electron beam welded IN738LC joint[J]. Vacuum, 2019, 168: 108857.
- [16] González A M A, Martínez D I, Díaz E, et al. Effect of preweld heat treatment on the microstructure of heat-affected zone (HAZ) and weldability of Inconel 939 superalloy[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2014, 23(4): 1125-1130.
- [17] Huang X, Chaturvedi M C, Richards N L. Effect of homogenization heat treatment on the microstructure and heat-affected zone microfissuring in welded cast alloy 718[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1996, 27(3): 785-790.
- [18] Huang X, Chaturvedi M C, Richards N L, et al. The effect of grain boundary segregation of boron in cast alloy 718 on HAZ microfissuring: a SIMS analysis[J]. Acta Materialia, 1997, 45(8): 3095-3107.
- [19] 唐思熠. GH909 合金焊接热影响区液化裂纹研究[C]//第二十次全国焊接学术会议论文集. 北京: 中国机械工程学会, 2015: 5.
Tang S Y. Study of liquefaction cracking in the heat affected zone of GH909 alloy welding[C]//Proceedings of the 20th National Welding Academic Conference. Beijing: Chinese Mechanical Engineering Society, 2015: 5.
- [20] 张中平, 李平荣. K4169 合金焊接热影响区液化裂纹研究[J]. 航天工艺, 2001(2): 32-35.
Zhang Z P, Li P R. Study of liquefaction cracking in the weld heat affected zone of K4169 alloy[J]. Aerospace Manufacturing Technology, 2001(2): 32-35.
- [21] Duvall D S. Further heat-affected-zone studies in heat-resistant nickel alloys[J]. Welding Journal, 1967, 46(9): 423s-432s.
- [22] Attallah M M, Terasaki H, Moat R J, et al. *In-situ* observation of primary γ' melting in Ni-base superalloy using confocal laser scanning microscopy[J]. Materials Characterization, 2011, 62(8): 760-767.
- [23] 李秋歌, 林鑫, 王杏华, 等. 高 Al+Ti 镍基高温合金激光增材修复液化裂纹形成机理及控制研究进展[J]. 应用激光, 2016, 36(4): 471-477.
Li Q G, Lin X, Wang X H, et al. Research progress on cracking mechanism and control of laser additive repaired nickel-based superalloys with high content of Al+Ti[J]. Applied Laser, 2016, 36(4): 471-477.
- [24] Yan F, Liu S, Hu C J, et al. Liquation cracking behavior and control in the heat affected zone of GH909 alloy during Nd: YAG laser welding[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 244: 44-50.
- [25] 卞宏友, 赵翔鹏, 李英, 等. 激光沉积修复 GH4169 合金试验研究[J]. 红外与激光工程, 2016, 45(2): 0206006.
Bian H Y, Zhao X P, Li Y, et al. Experimental study on laser deposition repair GH4169 alloy component[J]. Infrared and Laser Engineering, 2016, 45(2): 0206006.
- [26] 王恺, 王俊, 康茂东, 等. 热等静压对 K4169 高温合金组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(5): 1224-1231.
Wang K, Wang J, Kang M D, et al. Effect of hot isostatic pressing on microstructures and properties of superalloy K4169[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24(5): 1224-1231.
- [27] Rao G A, Kumar 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.
- [28] Guo H, Chaturvedi M C, Richards N L. Effect of nature of grain boundaries on intergranular liquation during weld thermal cycling of nickel base alloy[J]. Science and Technology of Welding and Joining, 1998, 3(5): 257-259.
- [29] Miller W A, Chadwick G A. On the magnitude of the solid/liquid interfacial energy of pure metals and its relation to grain boundary melting[J]. Acta Metallurgica, 1967, 15(4): 607-614.
- [30] Kelly T. Elemental effects on cast 718 weldability[J]. Weld Journal, 1989, 68(2): 44s-51s.
- [31] Xu T D, Song S H, Yuan Z X, et al. Two types of boron segregation at austenite grain boundaries and their mutual relation

- [J]. *Journal of Materials Science*, 1990, 25(3): 1739-1744.
- [32] Vincent R. Precipitation around welds in the nickel-base superalloy, Inconel 718[J]. *Acta Metallurgica*, 1985, 33(7): 1205-1216.
- [33] Thompson R G, Mayo D E, Radhakrishnan B. The relationship between carbon content, microstructure, and intergranular liquation cracking in cast nickel alloy 718[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1991, 22(2): 557-567.

Influence of Base Material Microstructure on Liquation Cracks Sensitivity in Laser Deposition Repaired K4169 Alloy

Qin Lanyun¹, Wang Heda¹, Li Changfu², Ren Yuhang², Wang Chao², Yang Guang^{1*}

¹*School of Mechatronic Engineering, Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, Liaoning, China;*

²*Key Laboratory of Fundamental Science for National Defense of Aeronautical Digital Manufacturing Process of Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, Liaoning, China*

Abstract

Objective K4169 high-temperature alloys exhibit high strength, plasticity, and heat-corrosion resistance in the middle and low-temperature ranges and are particularly suitable for manufacturing aircraft engines. The as-cast state of the K4169 alloy is prone to severe elemental segregation, resulting in deteriorated welding performance. The presence of liquation cracks in the heat-affected zone significantly reduces the safety and operational reliability of the product. To enhance the quality of repairs, laser pretreatment is employed to adjust the composition, structure, and phase distribution of the base material while reducing its strength and hardness to improve the liquation crack sensitivity of the matrix material. However, a systematic study of the pre-laser treatment process for K4169 nickel-based high-temperature alloys has not been carried out. In particular, the influence of the base material's structure on crack initiation mechanisms is not well understood. Therefore, this study emphasizes the necessity of employing pretreatment processes to regulate the K4169 alloy base material before repair, and conducts in-depth research on the sensitivity and mechanisms of liquation cracks in the repaired specimen's heat-affected zone. The results of this study have significant implications for the high-quality repair of nickel-based high-temperature-alloy components in aerospace.

Methods This study employed a homogenization+solution+aging treatment and homogenization+hot isostatic pressing+solution+aging treatment on a K4169 alloy substrate prior to repair, followed by repair experiments using the laser deposition process with synchronized powder feeding for different substrate microstructures. The repaired specimens subjected to the homogenization+solution+aging treatment were denoted LDR, whereas those subjected to the homogenization+hot isostatic pressing+solution+aging treatment were denoted LDR-K9. The process parameters included a laser power of 1600 W, scanning speed of 8 mm/s, scanning speed of 1 rad/min, overlap rate of 40%, and laser diameter of 3 mm. Subsequently, the cross-sections of the heat-treated substrate and repaired specimens were ground and polished, followed by corrosion using a solution of hydrochloric acid, nitric acid, and hydrofluoric acid (80 mL HCl+7 mL HNO₃+13 mL HF). The microstructures of the substrate specimen cross-sections and the distribution and characteristics of cracks in the repaired specimens were observed using an OLYMPUS GX51 optical microscope (OM) and a ZEISS Sigma300 scanning electron microscope (SEM). Energy-dispersive spectroscopy (EDS) was employed to characterize the distribution of elements in the substrate region. Phase analysis was performed using a Bruker d2-phaser X-ray diffractometer (XRD). Microhardness measurements of the repair, heat-affected, and substrate zones were conducted using an HVS-1000Z Vickers hardness tester under a 1.96 N load for 15 s. Tensile tests were performed using an INSTRON5982 universal testing machine at a strain rate of 0.5 mm/min.

Results and Discussions The average width of the columnar dendrites in the homogenization+solution+aging treated substrate is 123.6 μm . Under the conditions of the homogenization+hot isostatic pressing+solution+aging treatment, the as-cast columnar dendrites dissolve and transform into large equiaxed grains (Fig. 4). The homogenization+solution+aging treated substrate is mainly composed of Laves phase, δ phase, and carbides, while the homogenization+hot isostatic pressing+solution+aging treated substrate is primarily composed of δ phase and carbides (Figs. 5 and 6). LDR-K9 exhibits cracks distributed on one side of the substrate with an average crack length of 0.68 mm and a maximum crack length of 0.72 mm (Fig. 7). In the heat-affected zone of LDR, a liquation film with a small thickness and no cracks is formed by the liquefaction of the Laves phase components (Fig. 8). In the heat-affected zone of LDR-K9, the liquation film forms by the liquefaction of δ phase and a small amount of γ' phase components, with a greater thickness, and cracks present (Fig. 9). Simultaneously with the liquation of phase components, the segregation of S, P, and B towards the grain boundaries lowers the solidus line, accelerating the segregation liquation and crack formation in the heat-affected zone (Fig. 10). The average hardness values of the substrate and heat-affected zone in LDR are 220 HV and 210 HV, respectively, which are higher than those of LDR-K9. The content of Laves and δ phases influences the microhardness of the substrate and heat-affected zone (Fig. 12). The tensile strength, yield strength, and elongation of LDR are 870.7 MPa, 618.9 MPa, and 7.7%, respectively. In contrast, the tensile and yield strengths of LDR-K9 decrease by 20.3% and 38.4%, respectively,

whereas its elongation increases (Fig. 14).

Conclusions Cracks are present in LDR-K9, distributed on one side of the substrate, with an average crack length across the cross-section of 0.68 mm and a maximum crack length of 0.72 mm. The occurrence of liquation cracking in the heat-affected zone is closely related to the composition and grain size of the substrate. The average hardness values of the substrate and heat-affected zone in the LDR are 220 HV and 210 HV, respectively, with tensile strength, yield strength, and elongation values of 870.7 MPa, 618.9 MPa, and 7.7%, respectively. In comparison, both the substrate and the heat-affected zones in LDR-K9 exhibit lower average hardness values (210 HV and 200 HV, respectively). The content of the Laves and δ phases affects the microhardness of both the substrate and heat-affected zone. The tensile and yield strengths decrease by 20.3% and 38.4%, respectively, whereas elongation increases.

Key words laser technique; laser deposition repair; K4169 alloy; heat treatment before repair; cracking mechanism; mechanical properties