

升温速率对激光立体成形 GH4169 合金再结晶过程的影响

刘奋成^{1,2} 陈鹏¹ 林鑫² 余小斌¹ 周宝升¹

¹南昌航空大学轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室,江西 南昌 330063

²西北工业大学凝固技术国家重点实验室,陕西 西安 710072

摘要 通过改变试样在热处理过程中的升温速率,研究了升温速率对激光立体成形(LSF)GH4169 合金再结晶过程的影响,分析了升温速率对再结晶形核位置、再结晶晶粒长大速率和再结晶晶粒分布的影响。结果表明要使得试样发生再结晶则升温速率必须高于某一临界值,升温速率过低造成的材料内部残余应力消失会阻碍再结晶的发生;随升温速率的增加,再结晶形核位置从道间搭接区域逐渐转变为道间搭接区域和道内同时形核,有利于道间搭接区和道内再结晶晶粒尺寸差异的消除;在实验参数范围内,晶粒细化的速率随着升温速率的提高而增大。

关键词 材料;激光立体成形;再结晶;升温速率;高温合金

中图分类号 TG146.4 文献标识码 A

doi: 10.3788/AOS201535.s216005

Effect of Heating Rate on the Recrystallization Process of GH4169 Superalloy Prepared by Laser Solid Forming

Liu Fencheng^{1,2} Chen Peng¹ Lin Xin² Yu Xiaobin¹ Zhou Baosheng¹

¹National Defence Key Discipline Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China

²State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an, Shannxi 710072, China

Abstract The effect of heating rate on recrystallization process of laser solid forming (LSF) GH4169 superalloy is investigated by changing the heating rate of the sample during heat treatment. The effect of heating rate on recrystallization nucleation site, recrystallization grain growth rate and recrystallization grain distribution are analyzed experimentally. The results show that the lower residual stress of the inner part of each laser scanning path as the low heating rate can hinder the recrystallization process, so in order to make the sample recrystallization the heating rate must be higher than a critical value. With the increasing of heating rate, the recrystallization nucleation site changes from the only overlapping regions of two adjacent laser scanning paths to both the overlapping regions and the inner regions of laser scanning path, and this is beneficial to the uniform distribution of recrystallization grains. Furthermore, recrystallization grain growth rate increases with heating rate increasing within the parameters used in this experiment.

Key words materials; laser solid forming; superalloy; heating rate; recrystallization

OCIS codes 140.3390; 140.3380; 160.3900

1 引 言

激光立体成形(LSF)技术是 20 世纪 90 年代中期出现并迅速发展起来的一项先进制造技术,该技术运

收稿日期: 2015-02-24; 收到修改稿日期: 2015-04-22

基金项目: 国家自然科学基金(51201087, 51565041)、中国博士后科学基金(2014M552485)、江西省自然科学基金(20132BAB216013)、西北工业大学凝固技术国家重点实验室开放基金(SKLS201306)、江西省教育厅科学技术研究项目(GJJ13493)

作者简介: 刘奋成(1981—),男,副教授,博士,主要从事金属材料激光增材制造和高能束连接技术方面的研究。

E-mail: fencheng999@163.com。

用快速原型技术“离散+堆积”的增材制造思想,将自由成形的快速原型技术与能够获得优越熔凝组织的激光熔覆技术相结合,能够实现高性能复杂结构致密金属零件的无模具、快速、近终成形^[1]。目前,激光立体成形技术已经在钛合金零件的高性能快速制备中获得了应用,并得到了越来越多的关注^[2-7],但是该技术在镍基高温合金零件制备中的应用仍处在研究阶段,激光立体成形镍基高温合金零件特殊的组织和界面结构导致材料性能特别是动载力学性能达不到要求是一个重要原因^[8-9]。

研究表明,激光立体成形 GH4169 合金热处理过程中的静态再结晶可细化晶粒,改善界面结构,但再结晶晶粒仍存在尺寸过大和分布不均匀等问题,对合金力学性能不利^[10]。Liu 等^[11]发现激光立体成形 GH4169 合金的再结晶过程与常规静态再结晶类似,存在一个再结晶核心形核的孕育期,且再结晶核心的形核位置总是从道间搭接区域开始。Cao 等^[12]的研究发现,增加激光立体成形过程中的道间搭接率可以改变沉积态组织中残余应力的分布状态,进而影响到材料后续再结晶热处理中形核和晶粒长大过程。激光立体成形材料内部的残余应力是在成形过程中熔池的快速加热和冷却造成的,从材料成形精度方面考虑,往往要求在材料成形过程中减少残余应力的大小,以便减小材料变形,保证足够的精度。针对此问题,很多学者采用各种方法进行了细致的研究^[13-15]。但是,从材料组织控制角度来看,残余应力的存在会导致后续热处理过程中再结晶的发生,并对材料组织产生有利的影响。

材料热处理过程中同时伴随着残余应力的释放,而加热过程中的升温速率直接影响了材料在到达再结晶温度前的热暴露时间,对材料中残余应力的释放有明显影响。本文以激光立体成形 GH4169 合金为研究对象,研究了热处理过程中的升温速率对合金再结晶形核、再结晶晶粒长大及再结晶组织的影响,研究结果可为激光立体成形镍基高温合金组织调控和性能优化提供实验支持。

2 实验材料和方法

GH4169 镍基高温合金的激光立体成形是在西北工业大学凝固技术国家重点实验室建立的 LSF-III 型激光立体成形系统上进行的,该系统由 CO₂ 激光器、五轴四联动数控工作台、高精度送粉器、同轴送粉喷嘴及惰性气体保护箱等组成。整个成形过程在 Ar 气氛中完成。以文献[8]所述的激光立体成形参数成形 GH4169 合金试样,试样尺寸为 80 mm×20 mm×20 mm。用线切割沿垂直于激光扫描方向将沉积态试样切割成尺寸为 10 mm×10 mm×2 mm 的小块试样,用于热处理前后的组织观察。

热处理实验在 GSL-1600X 型真空管式炉中进行。试样放入炉子前先用石棉毡子分别包裹不同厚度,以便在试样放入 1100 °C 预置温度的炉中时获得不同的升温速率。热处理过程中使用的是炉中热处理,实验测得包裹 0 层、2 层和 3 层石棉后试样的升温速率分别为 1412 °C/min、623 °C/min 和 240 °C/min。为研究升温速率对再结晶过程的影响,以 3 个不同升温速率分别热处理多个试样,并在预置的 1100 °C 分别保温 5、15、30 和 60 min 后取出水冷以保留其高温组织,并进行组织观察和分析。

热处理后的试样经过镶嵌、磨制、抛光和腐蚀制成金相试样,利用 MR500 型金相显微镜观察,并采用定量金相技术对再结晶晶粒进行统计,腐蚀液为 20 mLHCl+100 mL C₂H₅OH+5g FeCl₃ 混合溶液。利用 401MVD 数量显微硬度计测量试样横截面的显微硬度分布,载荷为 100 g,加载时间为 10 s,在试样表面随机测试 10 个点,取 10 个点的平均值作为该试样的硬度值。

3 实验结果及分析

3.1 升温速率对再结晶组织的影响

图 1 所示为沉积态和以不同升温速率升温到 1100 °C 并保温 60 min 试样的金相显微组织。由图 1 可见,随升温速率的不同,各试样热处理后的金相组织明显不一样,总体表现出晶粒细化程度随着升温速率的提高而增加的趋势。发现以 623 °C/min 和 1412 °C/min 升温速率升温到 1100 °C 的试样均发生再结晶,而以 240 °C/min 升温速率升温到 1100 °C 的试样未发生再结晶。如图 1(b)所示,升温速率为 240 °C/min 的试样未发生再结晶,晶粒未得到细化,仍为图 1(a)所示的粗大柱状晶组织特征。623 °C/min 升温速率试样发生再结晶且晶粒得到一定程度细化,但是从晶粒形貌来看仍存在许多贯穿多个沉积层的柱状晶粒,如图 1(c)

中虚线标记所示。同时可见,此试样中存在许多与成形时层间界面平行的水平晶界,即在热处理过程中层间原本连续的柱状晶组织在热和残余应力的驱动下发生破碎。可见此升温速率下试样虽然发生了再结晶,晶粒得到细化,但个别粗大柱状晶粒仍然存在,晶粒尺寸仍很粗大,且分布明显不均匀。增大升温速率到 1412 °C/min,发现热处理后试样的晶粒组织得到进一步细化,分布趋于均匀且有较多的小尺寸晶粒和孪晶存在,如图 1(d)所示,原沉积态组织中的大部分粗大柱状晶和层带组织特征消失,晶粒得到进一步细化。

发生再结晶所需的激活能大小可通过 Kissinger 方法确定^[16],即

$$\ln \frac{T^2}{B} = \frac{E}{RT} + C, \quad (1)$$

式中 B 是连续加热时的升温速率, T 是峰值温度, E 是激活能, R 是所体常数, C 为常数。上式显示,升温速率强烈地影响着再结晶过程,随着升温速率的降低,再结晶所需的激活能变大,在升温过程中试样内部储存的能量由于回复过程得到释放,使得再结晶的发生变得困难。本实验中,当升温速率为 240 °C/min 时,缓慢的加热过程不能提供再结晶所需的激活能,因此未发生再结晶。623 °C/min 升温速率试样与 240 °C/min 升温速率试样相比升温速率有所增加,根据上式计算得到的再结晶激活能相应降低,因此发生了再结晶;但是,由于此时升温速率仍较慢,过多的储能释放使得再结晶过程受到影响,晶粒粗大,仍保留着原来柱状晶的特征。1412 °C/min 为本实验所能达到的最高升温速率,在此升温速率下试样的再结晶过程得到充分发生,晶粒细化程度最大。

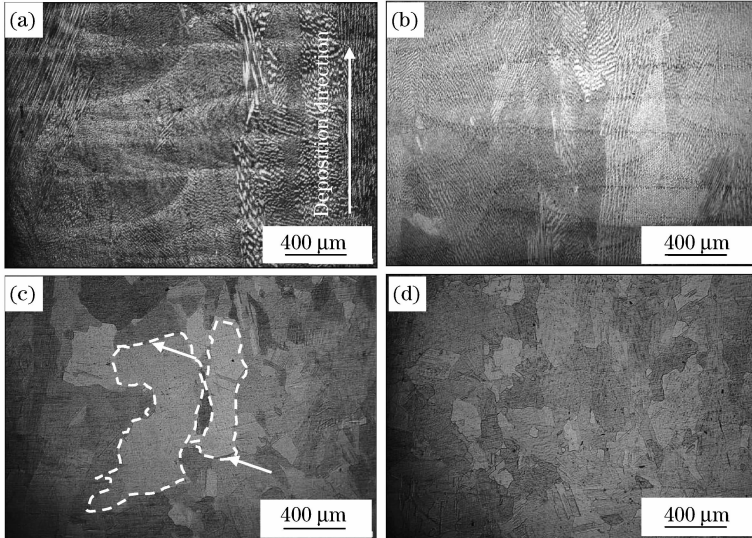


图 1 LSF GH4169 合金沉积态和热处理态试样金相显微组织。(a) 沉积态; (b) 240 °C/min 加热到 1100 °C × 60 min; (c) 623 °C/min 加热到 1100 °C × 60 min; (d) 1412 °C/min 加热到 1100 °C × 60 min

Fig. 1 Microstructure of as-deposited and heat treated LSF GH4169 superalloy samples. (a) As-deposited; (b) 240 °C/min heated to 1100 °C × 60 min; (c) 623 °C/min heated to 1100 °C × 60 min; (d) 1412 °C/min heated to 1100 °C × 60 min

3.2 升温速率对再结晶形核的影响

实验发现,激光立体成形 GH4169 合金试样在不同升温速率条件下热处理,各试样中发生再结晶的时间、形核位置等有较大区别。组织分析表明,本实验中以不同升温速率升温到 1100 °C 并保温 5 min 的所有试样均未发生再结晶,而以 623 °C/min 和 1412 °C/min 升温速率升温到 1100 °C 的试样在保温 15 min 后发现了再结晶的痕迹,且从发生了再结晶的区域看,1412 °C/min 升温速率试样更早的发生了再结晶,如图 2 所示。这说明升温速率对再结晶过程的形核孕育期有影响,升温速率越大,再结晶发生的越早,孕育期越短。

比较各试样的再结晶形核位置发现,623 °C/min 升温速率试样首先在道间搭接区域出现再结晶晶粒,如图 2(b)所示。随着升温速率的提高,再结晶的形核位置从相邻两道的搭接区域向道内扩展,此时在道内也能发现大量的再结晶晶粒,如图 2(c)所示。Cao 等^[12]在比较搭接率对激光立体成形 Inconel 718 合金再结晶过程影响中也发现了类似的现象,并通过残余应力分析解释了形核位置发生变化的原因。本实验中,虽

然成形工艺参数完全一样,但是升温速率的不同导致了各试样再结晶激活能的不同,较高的升温速率更有利于再结晶晶粒在整个试样内部形核,有利于晶粒的进一步细化。

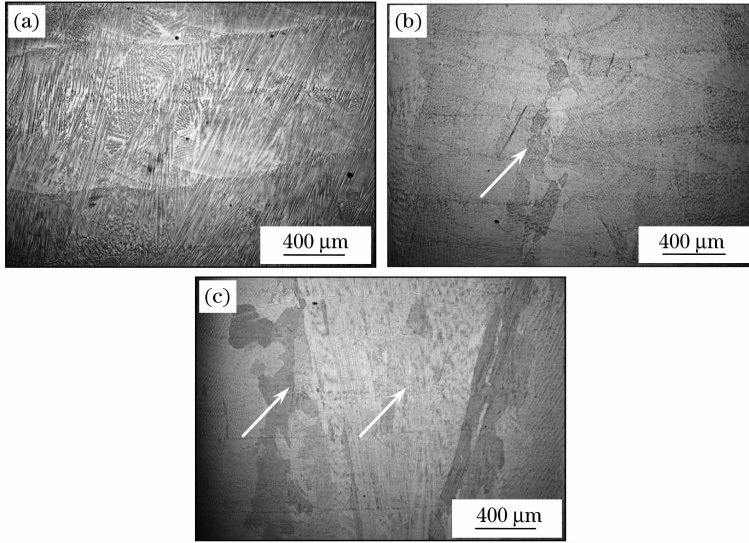


图 2 LSF GH4169 合金不同升温速率试样 1100 °C 保温 15 min 后的金相显微组织。
(a) 240 °C/min; (b) 623 °C/min; (c) 1412 °C/min

Fig. 2 Microstructure of LSF GH4169 superalloy samples after heat treated at 1100 °C for 15 min with different heating rates. (a) 240 °C/min; (b) 623 °C/min; (c) 1412 °C/min

3.3 升温速率对再结晶晶粒尺寸分布的影响

采用截线法统计道间搭接区和道内的平均晶粒尺寸,如图 3 所示,升温速率 623 °C/min 保温 15 min,道间搭接区和道内晶粒尺寸分别为 256.41 和 714.25 μm,随着升温速率的提高晶粒尺寸大小的差异变小;当升温速率 1412 °C/min 时,道间搭接区和道内晶粒尺寸分别为 245.09 和 227.27 μm,差异几乎不存在。提高升温速率,形核位置从道间搭接区扩大到道内区域,例如在底部区域,此区域存在很大的温度梯度,残余应力集中区,有助于再结晶晶粒更均匀的分布。升温速率 623 °C/min 保温 30 min,道间搭接区和道内晶粒尺寸分别为 138.89 和 166.43 μm;当升温速率 1412 °C/min 时,道间搭接区和道内晶粒尺寸差异变的不明显,约为 113.62 μm,升温速率的提高有利于再结晶晶粒的均匀分布。

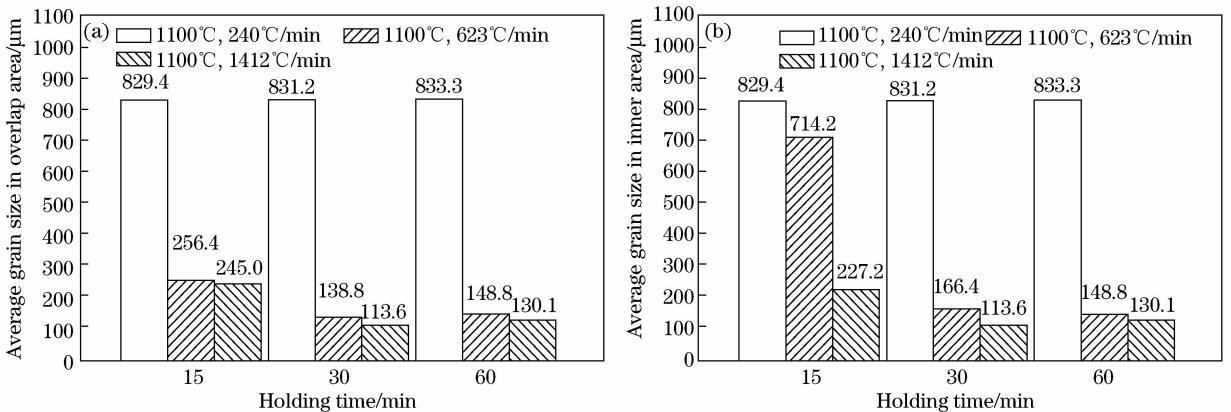


图 3 LSF GH4169 合金再结晶试样的晶粒尺寸。(a)道间搭接区域;(b)道内区域

Fig. 3 Grain size of LSF GH4169 superalloy samples in the inter-regional between road and track lap.
(a) Overlapping region; (b) inner path

图 4 所示为 LSF GH4169 合金以不同升温速率升温到 1100 °C 并保温不同时间后的平均晶粒尺寸统计结果。在保温 60 min 时间范围内中,1412 °C/min 升温速率试样晶粒平均尺寸细化最明显,且与 623 °C/min 升温速率试样平均晶粒尺寸的差值在保温 15、30 和 60 min 后为 109、30.1 和 18.7 μm。这说明,LSF

GH4169 合金晶粒尺寸的细化一方面受到试样升温速率的影响,即升温速率越大则晶粒细化的速率越大;同时,LSF GH4169 合金晶粒尺寸的细化还受到保温时间的影响,即随保温时间的增加,原先由于升温速率导致的晶粒尺寸的差异逐渐减小。需要指出的是,以上统计结果显示的是晶粒平均尺寸的变化规律,在试样各区域晶粒尺寸的分布上,保温时间的延长并不能消除由于过低的升温速率导致的晶粒尺寸分布不均匀性,如图 3 所示。考虑到实际生产中的热处理多在炉中进行,试样升温过程与本实验类似,且工件尺寸越大升温速率越慢,本文对通过采取其他措施获得更高升温速率造成的影响不做讨论。

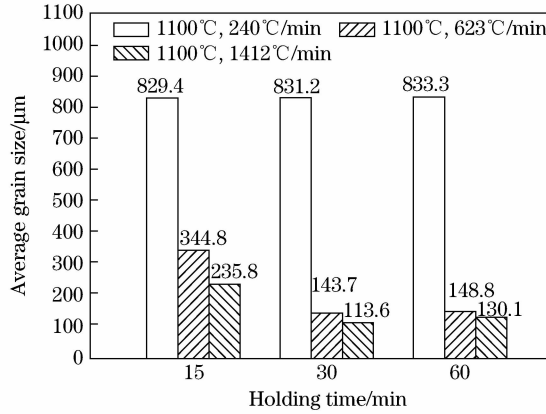


图 4 LSF GH4169 合金试样以不同升温速率升温至 1100 °C 保温后的晶粒尺寸

Fig. 4 Grain size of the LSF GH4169 superalloy samples heat treated at 1100 °C with different heating rates

3.4 升温速率对硬度的影响

图 5 所示为 LSF GH4169 合金试样以不同升温速率升温至 1100 °C 并保温不同时间后显微硬度比较结果。可见,升温速率和保温时间均对 LSF GH4169 合金试样的硬度产生影响。在同一升温速率下,硬度值随保温时间的延长而降低,且在保温阶段的前 15 min 各试样硬度值下降剧烈,继续延长保温时间试样硬度基本保持不变。在同一保温时间内,各试样的硬度值随升温速率的增加而增加。保温时间对各试样硬度的影响主要归因于随保温时间的延长试样中原存在的铸造组织发生了变化,枝晶间 Laves 相溶解及存在于试样内部的残余应力的消除使得材料抵抗变形的能力降低,试样硬度下降;而升温速率对各试样硬度的影响主要归因于再结晶后晶粒尺寸随升温速率的增加而减小,细晶强化的作用导致较高升温速率热处理试样显微硬度略有提高。

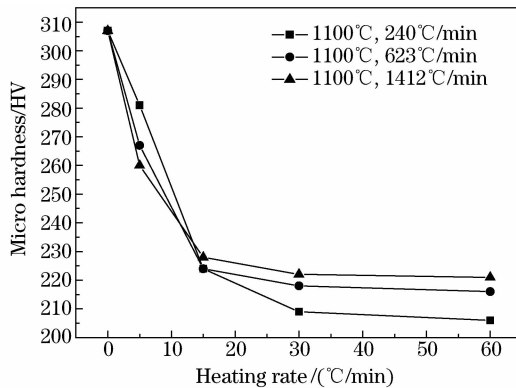


图 5 LSF GH4169 合金试样以不同升温速率升温至 1100 °C 保温后的显微硬度

Fig. 5 Hardness of the LSF GH4169 superalloy samples which heat treated at 1100 °C with different heating rates

4 结 论

1) 升温速率对再结晶过程的形核孕育期有影响,升温速率越大,再结晶发生的越早,孕育期越短。且随升温速率的增加,再结晶形核位置从道间搭接区域逐渐转变为道间搭接区域和道内同时形核。

2) 升温速率增加有利于道间搭接区和道内再结晶晶粒尺寸差异的消除,且随着升温速率的提高,晶粒

细化的速率增大。

3) 再结晶后晶粒尺寸随升温速率的增加而减小,升温速率增加有利于试样显微硬度的提高。

参 考 文 献

- 1 Huang Weidong. Laser Solid Forming [M]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University Press, 2007: 1-20.
黄卫东. 激光立体成形[M]. 西安: 西北工业大学出版社, 2007: 1-20.
- 2 Kong Yonghua, Li Long, Chen Guosheng, *et al.*. Effect of different heat treatments on microstructures and properties of GH4169 alloy [J]. Rare metal materials and engineering, 2010, 39(s1): 473-475.
孔永华, 李 龙, 陈国胜, 等. 不同热处理工艺对 GH4169 合金组织及性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2010, 39(s1): 473-475.
- 3 Zhao Xiaoming. Study on the Mechanical Properties of Laser Rapid Forming of Rene-88DT superalloy [D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2006: 14-19.
赵晓明. 激光快速成形 Rene'88DT 高温合金力学性能研究[D]. 西安: 西北工业大学, 2006: 14-19.
- 4 Lu Penghui, Liu Jianrui, Xue Lei, *et al.*. Microstructure and cracking behavior of K418 superalloy by laser forming repairing [J]. Rare metal materials and engineering, 2011, 41(2): 316-319.
卢朋辉, 刘建睿, 薛 蕾, 等. 激光成形修复 K418 高温合金的显微组织与开裂行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 41(2): 316-319.
- 5 Zhang Shuangyin, Lin Xin, Chen Jing, *et al.*. Influence of heat treatment on the microstructure and properties of Ti-6Al-4V titanium alloy by laser rapid forming[J]. Rare metal materials and engineering, 2007, 36(7): 1264-1266.
张霜银, 林 鑫, 陈 静, 等. 热处理对激光成形 TC4 合金组织及性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(7): 1264-1266.
- 6 Blackwell P L, Wisbey A. Laser-aided manufacturing technologies; Their application to the near-net shape forming of a high-strength titanium alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 170(1): 268-276.
- 7 He Xiaojia. Research on the Characteristics of YAG Laser Directmanufacture Superalloy [D]. Wuhan: Huazhong University of Science & Technology, 2007: 5-13.
何晓佳. 高温合金 YAG 激光直接成形特性研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2007: 5-13.
- 8 Liu Fencheng, Lin Xin, Yu Xiaobin, *et al.*. Evolution of interface and crystal orientation of laser solid formed GH4169 superalloy of during recrystallization [J]. Acta metallurgica sinica, 2014, 50(4): 463-470.
刘奋成, 林 鑫, 余小斌, 等. 激光立体成形 GH4169 合金再结晶过程中的界面和晶体取向演化[J]. 金属学报, 2014, 50(4): 463-470.
- 9 Liu Fencheng, Lin Xinyang, Gao lin, *et al.*. Microstructures and mechanical properties of laser solid for mednickle base superalloy inconel718 prepared in different atmospheres [J]. Acta metallurgica sinica, 2010, 46(9): 1047-1054.
刘奋成, 林鑫杨, 高 林, 等. 不同气氛激光立体成形镍基高温合金 Inconel718 的显微组织和力学性能[J]. 金属学报, 2010, 46(9): 1047-1054.
- 10 Wang Fei. Study of Microstructures and Properties of GH4169 Alloy [D]. Shanghai: Donghua University, 2012: 10-12.
王 飞. GH4169 高温合金组织与性能研究[D]. 上海: 东华大学, 2012: 10-12.
- 11 Liu F C, Lin X, Yang G L, *et al.*. Recrystallization and its influence on microstructures and mechanical properties of laser solid formed nickel base superalloy Inconel 718[J]. Rare Metals, 2011, 30(1): 433-438.
- 12 Liu F C, Lin X, Yang G L, *et al.*. Microstructure and residual stress of laser rapid formed inconel 718 Nickel-base superalloy[J]. Optics & Laser Technology, 2011, 43(1): 208-213.
- 13 Carlsson S, Larsson P L. On the determination of residual stress and strain fields by sharp indentation testing: Part I: theoretical and numerical analysis [J]. Acta Materialia, 2001, 49(12): 2179-2191.
- 14 Suresh S, Giannakopoulos A E. A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation[J]. Acta Materialia, 1998, 46(16): 5755-5767.
- 15 Rangaswamy P, Griffith M L, Prime M B, *et al.*. Residual stresses in LENS(R) components using neutron diffraction and contour method [J]. Materials Science and Engineering, 2005, 399(1-2): 72-83.
- 16 Wang Dapeng, Bao Xiaoqian, Zhang Maocai, *et al.*. Crystallization process and non-isothermal crystallization kinetics of melt-spun Nd-Fe-B amorphous thick bibbons[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2009, 45(2): 237-242.
王大鹏, 包小倩, 张茂才, 等. 快淬 Nd-Fe-B 非晶厚带的晶化过程和非等温晶化动力学[J]. 金属学报, 2009, 45(2): 237-242.

栏目编辑: 张浩佳