

# K4202 高温合金激光选区 熔化成形微观组织研究

左 蔚, 张权明, 吴文杰, 周化光  
(西安航天发动机厂, 陕西 西安 710100)

**摘 要:** 为了实现激光选区熔化成形 (SLM) 这项新工艺在液体火箭发动机高温合金结构上的推广应用, 明晰其强化机理以及研究相应的热处理制度, 对激光选区熔化快速凝固条件下组织形成及演化规律、第二相析出特点进行了分析和讨论。采用 SLM 成形 K4202 镍基高温合金试样, 通过光学显微镜 (OM)、扫描电镜 (SEM) 及 X 射线衍射 (XRD) 等理化分析手段, 将基于 ANSYS 生死单元技术的温度场数值模拟结果和经典凝固理论相结合, 揭示了其组织特征及演化规律: 沉积态表现为外延生长柱状晶, 层间可见层带组织, 顶部出现转向枝晶和二次枝晶臂,  $\gamma'$  强化相和碳化物的析出受到抑制。

**关键词:** 激光选区熔化; K4202 高温合金; 组织特征; 演化规律

**中图分类号:** V261-34 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-9374 (2017) 01-0055-05

## Microstructure of selective laser melted nickel-based superalloy K4202

ZUO Wei, ZHANG Quanming, WU Wenjie, ZHOU Huaguang  
(Xi'an Space Engine Factory, Xi'an 710100, China)

**Abstract:** In order to realize the popularization and application of selective laser melting (SLM) innovative process in the liquid rocket superalloy structure, its strengthen mechanism and corresponding heat treatment regime are revealed. The microstructure formation, evolution laws and phase formation characteristics of SLM under rapid solidification condition are discussed and analyzed in this article. The optical micrograph (OM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and ANSYS thermal simulation combining with classic solidification theory were adopted on a K4202 superalloy sample fabricated by SLM to reveal its microstructure characteristics and evolution laws. It was observed that the as-deposited microstructure was out-of-equilibrium, composed of epitaxial elongated columnar crystal paralleling to the deposition direction, but at the top of the SLM sample the dendrites grew along the laser scanning direction and appeared as secondary dendrite arm,

收稿日期: 2016-07-27; 修回日期: 2016-10-29

基金项目: 国防科工局技术基础科研项目(JSJC2013203B016)

作者简介: 左蔚 (1991—), 男, 硕士, 研究领域为高温合金激光增材制造技术

and the precipitated phases were inhibited.

**Keywords:** selective laser melting; K4202 nickel-based superalloy; microstructure characteristic; evolution law

## 0 引言

K4202 高温合金是我国专门为新一代液氧煤油发动机研发的新型高温合金, 目前已经在我国新一代液氧煤油发动机关键热端部件得到广泛应用。基于提质增效的目的, 有必要开展激光增材制造技术这项新工艺在液体火箭发动机上的应用研究。

激光选区熔化成形技术 (selective laser melting, 简称 SLM) 作为激光增材制造技术的一种, 通过逐层铺粉, 利用高能激光熔化处于松散状态的金属粉末薄层, 逐层熔凝堆积, 一次性成形出高致密度的三维零件。

国内北京航空航天大学王华明院士团队、西北工业大学黄卫东教授及林鑫教授团队在激光增材制造, 特别是在激光熔化沉积 (Laser melting depositon, 简称 LMD) 高温合金组织-性能研究方面开展了一定的工作。王华明指出激光增材制造过程中零件长期经历高能激光束的周期性、剧烈、非稳态、循环加热和冷却及其短时非平衡循环固态相变或者微热处理, 加热及冷却速度极快<sup>[1]</sup>。黄卫东对激光熔化沉积的凝固过程、组织特征及演化规律、强化机理等问题做了较为细致的研究工作<sup>[2]</sup>。而本文研究的激光选区熔化相比激光熔化沉积来说, 热输入小、温度梯度高、凝固速度快, 冷却速度高达  $10^6$  K/s, 得到的微观组织和性能均与后者相差甚远, 目前来说国内外在 SLM 成形高温合金微观组织方面研究工作开展得较少。

本文采用优化的工艺参数成形 K4202 镍基高温合金力学性能试样, 通过光学显微镜、扫描电镜及 XRD 等理化分析手段, 以及将基于 ANSYS 生死单元技术的温度场数值模拟结果和经典凝固理论相结合, 揭示沉积态微观组织特征及其演化规律, 以期为后续热处理制度研究奠定基础。

## 1 实验材料及方法

本实验的研究是在 NRD-SLM-300B 激光选区熔化成形设备上完成的, 该设备由一台功率为 500 W 的 IPG 型光纤激光器、扫描振镜及聚焦系统、工作缸、刮刀铺粉装置、气体净化系统以及控制系统组成。

粉末粒径控制在 15~45  $\mu\text{m}$  之间, 服从高斯分布, 平均粒径接近 40  $\mu\text{m}$ 。

基板材料为 304 不锈钢, 尺寸为 294 mm×257 mm×40 mm。实验前将基板吹砂处理, 并用无水乙醇擦洗干净; 在真空条件下对金属粉末进行烘干处理, 减少粉末吸潮的影响。激光选区熔化成形的工艺参数如表 1 所示, 成形试样尺寸为 10 mm×10 mm×50 mm:

表 1 SLM 成形工艺参数

Tab. 1 SLM process parameters

激光功率/ W	扫描速度/ (mm·s <sup>-1</sup> )	铺粉厚度/ mm	扫描间距/ mm	相位角/ (°)
200	900	0.03	0.12	90

组织观察试样使用 FeCl<sub>3</sub>:HCl=5 g/50 mL 腐蚀液腐蚀 20 s, 利用光学显微镜 (OM) 和扫描电镜 (SEM) 对试样进行组织特征观察。采用 X 射线衍射 (XRD) 对试样进行物相分析。

## 2 SLM 沉积态微观组织

K4202 高温合金沉积态组织如图 1 所示。清晰可见沿沉积方向外延生长的柱状晶贯穿多个熔覆层, 柱状晶亚结构大多为沿<001>方向取向一致的细小枝晶。这种典型的柱状晶形貌已经在不少激光增材制造有关文献中得到证实<sup>[3-5]</sup>, 柱状晶沿着<001>方向生长的原因可结合温度场仿真得到解释如下: 成形初始阶段, 大部分热量通过底部基板传输出去, 在成形过程中, 热量通过已

凝固层向下传导, 导致在成形方向上始终形成较大的温度梯度, 枝晶将以与温度梯度方向最为接近的方向择优生长, 对于面心立方的 K4202 高温合金基体相  $\gamma$  相来说, 其枝晶的择优生长方向正是  $\langle 001 \rangle$  方向。这种外延生长的微观组织对性能影响非常重要, 因为这保证了层与层之间牢固的冶金结合。此外, 在层间可以观察到明显的层带

组织, 层带结构保证了层与层之间的冶金强度, 而且使得枝晶外延生长得到延续, 如图 2 所示。西北工业大学林鑫基于凝固理论对层带组织做过较为细致的研究, 认为成形件底部形成的层带组织是在高温温度梯度及低凝固速度下平界面凝固生长的结果, 成形件中部的层带结构则是平界面生长受到扰动失稳导致的<sup>[6]</sup>。

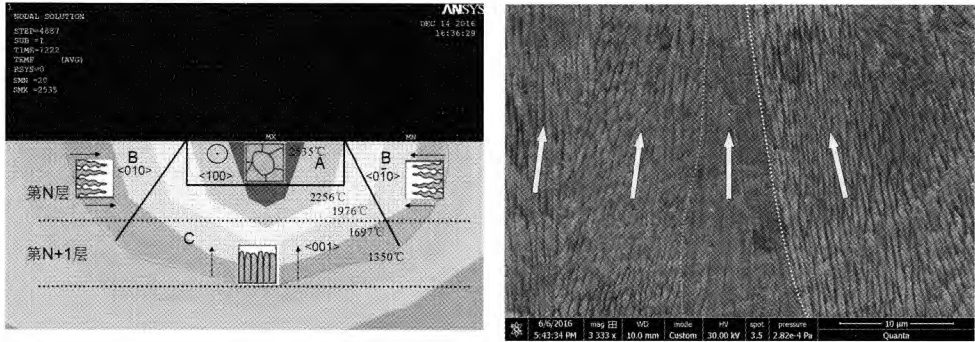


图 1 K4202 高温合金 SLM 沉积态微观组织  
Fig. 1 SLM microstructure of K4202 superalloy

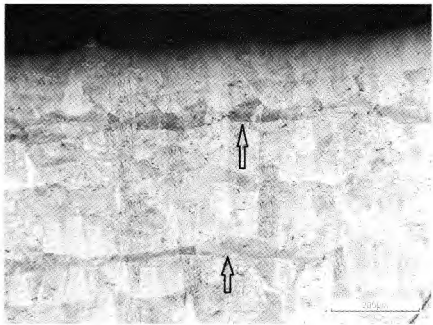


图 2 SLM 沉积态的层带组织  
Fig. 2 Band-like structures between deposited layers in SLM microstructure

图 3 为使用扫描电镜 (SEM) 观察得到的沉积态试样微观组织。从中可看到顶部出现了转向枝晶和等轴晶。这是由于在试样最顶端, 熔池温度梯度由上到下转为基本沿扫描水平方向, 导致此处枝晶生长方向发生改变, 且由于溶池顶部温度梯度减小, 发生了 CET 转变。转向枝晶和等轴晶在每个沉积层的顶部都会形成, 但是由于激光每次熔深大约为 2~3 个铺粉厚度, 大于转向枝晶和等轴晶厚度, 使得其在后续一层的成形过程中被熔化。所以在试样底部、中部并未观察到。

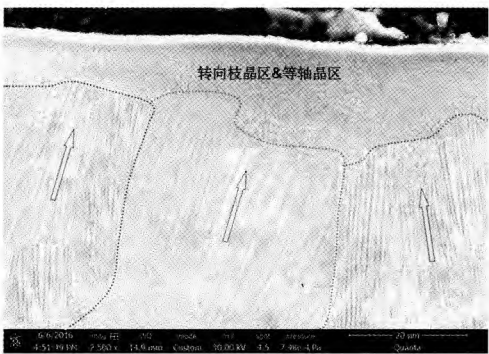


图 3 使用 SEM 观察得到的沉积态顶部组织  
Fig. 3 Microstructure on top surface observed by SEM

同时, 在顶部 SEM 图中, 可观察到二次枝晶臂, 而在底部并未观察到。这是由于底部温度梯度和冷却速度较大, 枝晶外延生长糊状区受到高度压缩, 侧向分支发展受到抑制。而在顶部, 已凝固层热累积导致温度梯度和冷却速度降低, 侧向分支的抑制作用得到缓解, 二次臂有更长的时间生长, 出现如图 4 所示的二次枝晶臂。

通过 Image pro-plus 6.0 图像分析软件, 测得顶端一次枝晶间距  $\lambda_1$  为 900 nm, 二次枝晶间距  $\lambda_2$  为 0.5  $\mu\text{m}$ , SLM 沉积态组织枝晶非常细小,

这可以由以下凝固理论解释：枝晶平均一次臂间距 ( $\lambda_1$ ) 跟凝固速度 ( $v$ ) 和温度梯度 ( $G$ ) 之间通常存在如下关系<sup>[7]</sup>：

$$\lambda_1 \propto v^{-a} G^{-b}$$

式中  $a$  和  $b$  为与合金系相关的常数。

枝晶平均二次臂间距 ( $\lambda_2$ ) 跟凝固速度 ( $v$ ) 和温度梯度 ( $G$ ) 之间通常存在如下关系<sup>[8]</sup>：

$$\lambda_2 \propto (v G)^{-1/3}$$

由于 SLM 相比于传统铸造工艺，具有高温温度梯度和高生长速度的特点，因此其晶粒内部亚结构非常细小。

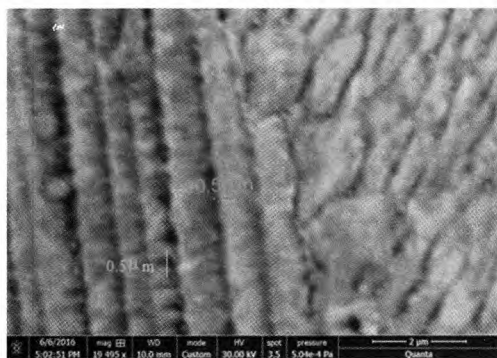


图 4 K4202 高温合金 SLM 沉积态枝晶间距

Fig. 4 Space between dendrite arms of SLM K4202 superalloy

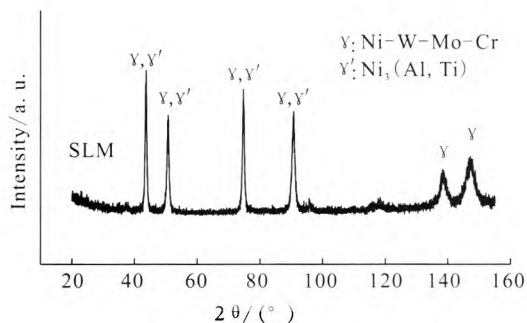


图 5 SLM 沉积态 XRD 图谱

Fig. 5 XRD spectrum of SLM microstructure

对试样进行 X 射线衍射分析，衍射图谱如图 5 所示。经分析，试样中仅存在  $\gamma$  和  $\gamma'$  两种物相，可以认为碳化物没有析出， $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  为 K4202 合金的强化相  $\gamma'$  相，如图 6 所示。相比于铸态组织，SLM 沉积态中  $\gamma'$  体积分数和尺寸均很小。

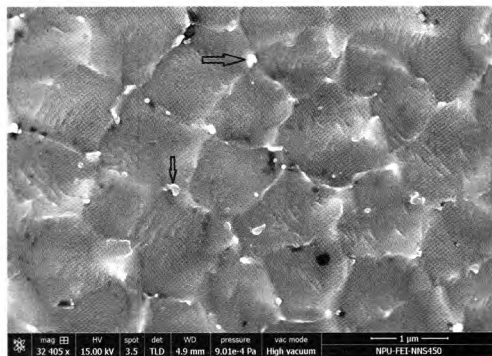


图 6 K4202 SLM 沉积态  $\gamma'$  相

Fig. 6  $\gamma'$  phase in SLM K4202

K4202 高温合金中的  $\gamma'$  相由 2 种方式形成：一种方式是凝固过程中过饱和基体相  $\gamma$  相在冷却过程中脱溶相变，绝大多数  $\gamma'$  相由这种方式生成；另一种方式是凝固过程中枝晶间残余液相发生共晶反应，生成  $\gamma'$  相<sup>[9]</sup>。对于后者来说，由于凝固速度极快，溶质原子扩散速度低于固/液界面推进速度，被快速移动的固相所“捕获”（称为溶质截留效应）， $\gamma'$  相形成元素 Al, Ti 及 Ta 等大部分被固溶在  $\gamma$  相中，所以相比铸态，沉积态组织中由共晶反应生成的  $\gamma'$  相的含量更少。

北京钢铁研究总院的焦兰英，赵光普等人对 GH4202 不同固溶温度后水冷  $\gamma'$  析出量进行了统计，结果表明 GH4202 合金  $\gamma'$  相的冷却析出速率很大，即便水冷也不能抑制它的大量析出，1 180 °C 固溶水冷后， $\gamma'$  析出量仍达 9% 左右（正常热处理  $\gamma'$  含量约为 16%）。

为了探究 SLM 成形热过程对  $\gamma'$  析出行为的影响，利用 ANSYS 有限元分析软件对 SLM 成形 K4202 块体做温度场数值模拟，如图 7 所示。得出中间一点温度-时间的关系曲线。可以观察到：熔池最高温度超过 2 400 °C，随着激光热源的移动，温度随之快速冷却到 500 °C。左右，当激光再次熔化相邻道、相邻层的时候，温度又经历快速上升、快速冷却的过程，最后逐渐稳定于 270 °C 附近。

K4202 沉积态组织相当于经历反复“固溶”和短暂“高温时效”。温度场数值模拟结果表现出“固溶”最高温度和最低温度相差大、冷速高、过冷度大，由固态相变脱溶形核理论可知，对于  $\gamma'$  相临界晶核，其形核率  $I$  为：

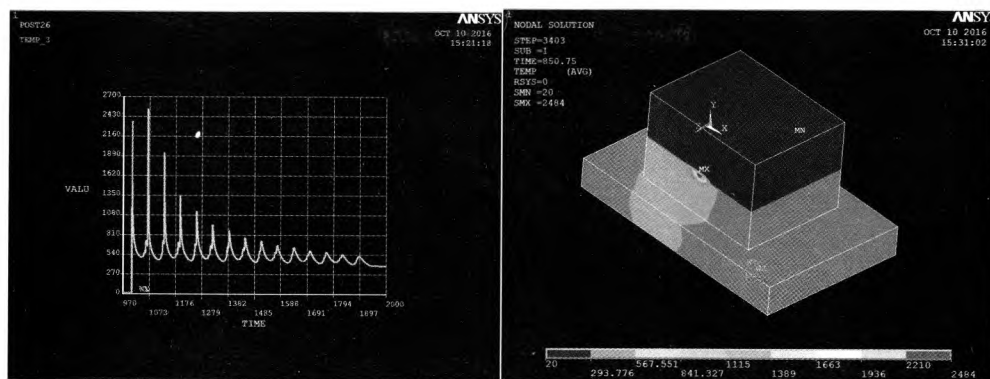


图7 SLM成形过程温度场数值模拟

Fig. 7 Numerical simulation of temperature field in SLM

$$I = \omega A \cdot C_0 \exp\left(-\frac{Q + \Delta G_v^*}{\kappa_B T}\right)$$

$$\Delta G_v^* \propto 1/\Delta T$$

过冷度越大, 临界形核功  $\Delta G_v^*$  越小, 形核率则越大, 所以 SLM 成形过程更容易发生  $\gamma'$  相的形核。 $\gamma'$  相的生长过程可用  $\gamma'$  相长大速率<sup>[10]</sup>来描述:

$$v = \frac{C_0 - C_r}{2(C_r - C_r)^{1/2}(C_r - C_0)^{1/2}} \sqrt{\frac{D}{t}}$$

式中:  $C_0$  为原始溶质浓度;  $C_r$  为  $\gamma$  相的溶质浓度;  $C_r$  为  $\gamma'$  的溶质浓度;  $D$  为溶质在  $\gamma$  基体中的扩散系数;  $t$  为时间。

由温度场数值模拟结果可知, 成形过程冷却速度极高, 这导致溶质扩散系数显著减小, 因此尽管  $\gamma'$  形核率高, 但生长速率慢, 只能以极小的尺寸析出。

### 3 结束语

K4202 高温合金激光选区熔化成形沉积态组织表现为外延生长的柱状晶组织, 层间观察到层带组织, 顶部出现转向枝晶和二次枝晶臂。由于快速熔化快速凝固的原因,  $\gamma'$  强化相和碳化物形核率高, 但析出受到抑制, 后续通过热处理提升性能潜力大。

### 参考文献:

- [1] 王华明. 高性能大型金属构件激光增材制造: 若干材料基础问题[J]. 航空学报, 2014, 35(10): 2690-2698.
- [2] 黄卫东, 林鑫, 陈静, 等. 激光立体成形[M]. 西安: 西北工业大学出版社, 2007.
- [3] VILAROA T, COLIN C, BARTOUT J D, et al. Sennour. Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy [J]. Materials science and engineering A, 2012, 534: 446-451.
- [4] MAISONNEUVE J. Direct manufacturing of aeronautical parts in Ti-6Al-4V and IN718: direct metal deposition and selective laser melting[D]. France: Mines-Paris Tech, 2008.
- [5] VILARO T. Direct manufacturing of aeronautical parts in Nimonic 263 and A360 through selective laser melting: thermal, microstructural and mechanical approaches [D]. France: Mines Paris Tech, 2011.
- [6] 林鑫, 杨海欧, 陈静, 等. 激光快速成形过程中 316L 不锈钢显微组织的演变[J]. 金属学报. 2006, 42(4): 361-368.
- [7] TRIVEDI R, KURZ W. Solidification microstructures: A conceptual approach [J]. Acta metallurgica et materialia, 1994, 42(1): 15-23.
- [8] 胡汉起. 金属凝固原理[M]. 北京: 机械工业出版社, 1999: 116-130.
- [9] 王建国, 杨舒宇. 镍基铸造高温合金[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2014: 67-82.
- [10] 姜晓亚. 激光成形修复 DZ125 合金裂纹形成机理及其控制[D]. 西安: 西北工业大学, 2016.

(编辑: 马 杰)