



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107119325 B

(45)授权公告日 2019.03.12

(21)申请号 201710493434.3

C30B 1/00(2006.01)

(22)申请日 2017.06.26

B33Y 10/00(2015.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 107119325 A

(43)申请公布日 2017.09.01

(73)专利权人 中国科学院金属研究所

地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路  
72号

(72)发明人 周亦胄 王国伟 梁静静 杨彦红

金涛 孙晓峰

(74)专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限公司

21002

代理人 许宗富 周秀梅

(51)Int.Cl.

C30B 29/52(2006.01)

(56)对比文件

CN 104947175 A,2015.09.30,

CN 105598448 A,2016.05.25,

US 5413648 A,1995.05.09,

EP 1036850 A1,2000.09.20,

US 5551999 A,1996.09.03,

EP 1038982 A1,2000.09.27,

CN 102071393 A,2011.05.25,

CN 102071383 A,2011.05.25,

CN 102071385 A,2011.05.25,

CN 104226996 A,2014.12.24,

CN 106239036 A,2016.12.21,

CN 103451736 A,2013.12.18,

审查员 周琼

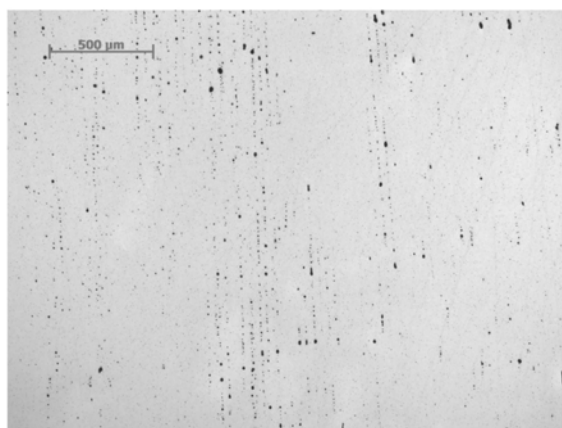
权利要求书2页 说明书5页 附图4页

(54)发明名称

一种消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法

(57)摘要

本发明公开了一种消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,属于激光增材制造和单晶高温合金制备领域。本发明利用激光3D打印作为加工工艺,通过控制工艺参数使得激光成形的枝晶组织在单晶高温合金基材上实现外延生长。同时控制打印过程的温度场,使得3D打印的单晶高温合金零件中的残余应力处于较低水平,彻底消除激光3D打印单晶高温合金中的再结晶倾向。本发明可以用于制备大尺寸的无再结晶倾向的单晶高温合金,在此基础上可使用激光3D打印制备单晶高温合金叶片。



1. 一种消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,其特征在于:该方法是以激光3D打印作为加工工艺,在单晶高温合金基材上实现枝晶的外延生长,同时通过控制打印过程中的温度场,使得3D打印单晶高温合金零件中的残余应力处于较低水平,从而消除激光3D打印的单晶高温合金在后续热处理中发生再结晶;

所述打印过程中控制温度场的方法有三种:第一种为使用基材温度作为控制温度场的参量,第二种为使用温度梯度作为控制温度场的参量,第三种为同时使用基材温度和温度梯度作为控制温度场的参量;

所述打印过程中使用基材温度作为控制温度场的参量时,使成形零件的预热温度高于该高温合金的再结晶温度;在选择预热温度时,采用对照组实验筛选出较低的预热温度;或者选择再结晶温度的上限作为预热温度的下限;

所述打印过程中使用温度梯度作为控制温度场的参量时,当 $T(x, y, z) < T_z$ 时,控制成形零件内的温度梯度 $G(x, y, z)$ 小于 $G_c$ ;当 $T(x, y, z) \geq T_z$ 时,对成形零件内的温度梯度没有要求;其中: $T(x, y, z)$ 表示零件内部空间某一位置 $(x, y, z)$ 处的温度, $T_z$ 表示合金再结晶温度的上限; $G(x, y, z)$ 为 $(x, y, z)$ 位置的温度梯度, $G_c$ 为自定义的变量; $G_c = 1/R/\alpha$ , $R$ 为常数, $R = 5$ 米, $\alpha$ 是 $(x, y, z)$ 位置在 $T(x, y, z)$ 时的线膨胀系数;

所述打印过程中同时使用基材温度和温度梯度作为控制温度场的参量时,如果基材预热温度恒定,且为再结晶温度的一半,这时候允许大于 $G_c$ 的温度梯度存在,温度梯度所允许的最大值可通过对照组实验获得;如果温度梯度恒定,且为 $G_c$ 的两倍,这时候允许使用更小的预热温度,预热温度所允许的最小值可通过对照组实验获得。

2. 根据权利要求1所述的消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,其特征在于:所述3D打印过程中,首先确定枝晶生长方向,然后通过控制3D打印中的工艺参数实现枝晶的外延生长;所选择的工艺参数包括道次间距和打印层厚;所选择的道次间距应该使相邻道次的打印组织紧密相连,抑制焊合不良缺陷产生;所选择的打印层厚应该使上一层可能存在的杂晶在下一层的打印过程中重熔,从而得到单晶组织。

3. 根据权利要求2所述的消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,其特征在于:所述确定枝晶生长方向的方法如下:

(1) 当单晶基材表面取向为 $[001]$ 或接近 $[001]$ 时,在该基材上让枝晶的外延生长方向为 $[001]$ ;

(2) 当基材表面取向为 $[011]$ 或接近 $[011]$ 时,且激光扫描方向平行于 $[100]$ 方向时,在该基材上让枝晶的外延生长方向为 $[010]$ 或 $[001]$ ;

(3) 当基材的表面取向为其它晶体学取向时,结合具体的激光扫描方向,使用数值模拟预测其枝晶生长方向。

4. 根据权利要求3所述的消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,其特征在于:当单晶基材表面取向为 $[001]$ 或接近 $[001]$ 时,在制定3D打印中的工艺参数时,打印层厚应低于 $[001]$ 方向枝晶的生长高度,道次间距应小于 $[001]$ 方向枝晶的区域宽度。

5. 根据权利要求3所述的消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,其特征在于:所述激光3D打印过程中,在打印过程中选择位于熔池下半部的枝晶取向,在部分容易出现杂晶的工艺中,降低打印层厚从而降低杂晶出现的几率。

6. 根据权利要求1所述的消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,其特征在

于:在实际的激光成形过程中,可以通过采集温度数据来推算其温度梯度,也可以使用计算模拟的手段来预测成形过程的温度梯度。

## 一种消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法

### 技术领域：

[0001] 本发明涉及激光增材制造和单晶高温合金制备领域，具体涉及一种消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法。

### 背景技术：

[0002] 高温合金由于其优异的高温力学性能在航空发动机和燃气轮机中得到了广泛应用。与多晶高温合金和定向高温合金相比，单晶高温合金具有更加优异的高温综合力学性能。得益于其更加优秀的高温性能，单晶高温合金可用于涡轮叶片等对高温性能要求更加严苛的核心部件。

[0003] 随着单晶高温合金的成分设计及其加工技术的发展，单晶高温合金的高温力学性能逐渐趋于极限。为了进一步提高燃机的性能，目前主流的设计思路是在单晶叶片中引入更加有效的冷却系统。随着冷却系统逐渐趋于复杂，传统的铸造技术已经很难满足复杂单晶叶片的设计需求。

[0004] 所幸的是，近年兴起的金属材料3D打印技术在制备复杂形状结构件上具有独特的技术优势。在先前的报道中已经使用激光3D打印制备单晶高温合金块体材料。但是激光成形后的残余应力导致再结晶，3D打印的单晶零件还不能满足实际生产的需求。本发明提出了在3D打印过程控制其温度场，将激光成形的残余应力控制在较低水平，从而消除激光3D打印单晶高温合金的再结晶。本发明对于促进激光3D打印制备单晶高温合金具有重要意义。

### 发明内容：

[0005] 本发明的目的是提供一种消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法，本方法原理简单、可行性强，适用于单晶叶片等大尺寸单晶高温合金零件的制备。

[0006] 为实现上述目的，本发明的技术方案是：

[0007] 一种消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法，该方法是以激光3D打印作为加工工艺，在单晶高温合金基材上实现枝晶的外延生长，同时通过控制打印过程中的温度场，使得3D打印单晶高温合金零件中的残余应力处于较低水平，从而消除激光3D打印的单晶高温合金在后续热处理中发生再结晶。

[0008] 所述3D打印过程中，首先确定枝晶生长方向，然后通过控制3D打印中的工艺参数实现枝晶的外延生长；所选择的工艺参数包括道次间距和打印层厚；所选择的道次间距应该使相邻道次的打印组织紧密相连，抑制焊合不良等缺陷产生；所选择的打印层厚应该使上一层可能存在的杂晶在下一层的打印过程中重熔，从而得到单晶组织。

[0009] 所述确定枝晶生长方向的方法如下：

[0010] (1) 当单晶基材表面取向为[001]或接近[001]时，在该基材上让枝晶的外延生长方向为[001]；在制定3D打印中的工艺参数时，打印层厚应低于[001]方向枝晶的生长高度，道次间距应小于[001]方向枝晶的区域宽度。

[0011] (2) 当基材表面取向为[011]或接近[011]时,且激光扫描方向平行于[100]方向时,在该基材上让枝晶的外延生长方向为[010]或[001];

[0012] (3) 当基材的表面取向为其它晶体学取向时,结合具体的激光扫描方向,使用数值模拟预测其枝晶生长方向。

[0013] 所述激光3D打印过程中,在打印过程中优先选择位于熔池下半部的枝晶取向,在部分容易出现杂晶的工艺中,可以通过降低打印层厚的方式来降低杂晶出现的几率。

[0014] 所述打印过程中控制温度场的方法有三种:第一种为使用基材温度作为控制温度场的参量,第二种为使用温度梯度作为控制温度场的参量,第三种为同时使用基材温度和温度梯度作为控制温度场的参量。通过温度场的控制使打印零件内残余应力处于较低的水平。

[0015] 所述打印过程中使用基材温度作为控制温度场的参量时,使成形零件的预热温度高于该高温合金的再结晶温度;在选择预热温度时,采用对照组实验筛选出较低的预热温度;或者选择再结晶温度的上限作为预热温度的下限。

[0016] 所述打印过程中使用温度梯度作为控制温度场的参量时,当 $T(x, y, z) < T_z$ 时,控制成形零件内的温度梯度 $G(x, y, z)$ 小于 $G_c$ ;当 $T(x, y, z) \geq T_z$ 时,对成形零件内的温度梯度没有要求;其中: $T(x, y, z)$ 表示零件内部空间某一位置 $(x, y, z)$ 处的温度, $T_z$ 表示合金再结晶温度的上限; $G(x, y, z)$ 为 $(x, y, z)$ 位置的温度梯度, $G_c$ 为自定义的变量; $G_c = 1/R/\alpha$ , $R$ 为常数, $R = 5$ 米, $\alpha$ 是 $(x, y, z)$ 位置在 $T(x, y, z)$ 时的线膨胀系数。在实际的激光成形过程中,可以通过采集温度数据来推算其温度梯度,也可以使用计算模拟的手段来预测成形过程的温度梯度。

[0017] 所述打印过程中同时使用基材温度和温度梯度作为控制温度场的参量时,如果基材预热温度恒定,且为再结晶温度的一半,这时候允许大于 $G_c$ 的温度梯度存在,温度梯度所允许的最大值可通过对照组实验获得;如果温度梯度恒定,且为 $G_c$ 的两倍,这时候允许使用更小的预热温度,预热温度所允许的最小值可通过对照组实验获得。

[0018] 本发明的设计原理如下:

[0019] 本发明在利用外延生长制备单晶高温合金的基础上,利用对温度场的控制来消除激光成形单晶高温合金的再结晶倾向。在对温度场的控制上分别提供了如下三种方法:一是控制基材预热温度、二是控制激光成形样品内的温度梯度、三是同时控制基材预热温度和激光成形样品内的温度梯度。使用上述三种温度场控制方法之一,均可使激光成形样品的残余应力控制在较低水平,从根本上消除激光成形单晶样品在后续热处理中的再结晶倾向。

[0020] 本发明的有益效果是:

[0021] 1. 该方法可以作为工艺判据,部分严重偏离该方法的工艺,意味着较大的残余应力,不可能制备出无再结晶倾向的单晶。

[0022] 2. 将激光成形的单晶样品残余应力控制在较低水平,意味着解决了激光成形单晶样品的应力变形及开裂问题。

[0023] 3. 该方法在可以彻底消除激光成形单晶样品的再结晶倾向,基于该方法可以开发出单晶高温合金叶片的激光成形工艺,对于促进激光成形制备单晶高温合金零件具有重要作用。

**附图说明：**

- [0024] 图1为较低预热温度的激光成形单晶组织。  
[0025] 图2为较低预热温度的激光成形单晶的固溶组织。  
[0026] 图3为较高预热温度的激光成形单晶组织。  
[0027] 图4为较高预热温度的激光成形单晶的固溶组织。

**具体实施方式：**

- [0028] 以下结合附图及实施例详述本发明。
- [0029] 本发明为消除激光3D打印单晶高温合金再结晶倾向的方法,在实现枝晶外延生长的基础上,该方法通过对基材温度和/或基材温度梯度的控制,将打印单晶中的残余应力控制在较低水平,从而消除打印单晶在后续热处理中的再结晶倾向。该方法具体如下:
- [0030] 一、在使用激光成形制备单晶高温合金时,首先要选择合理的工艺参数实现枝晶的外延生长。
- [0031] 当单晶基材表面取向为[001]或接近[001]时,在该种基材上应该让枝晶的外延生长方向为[001]。选择[001]是因为该方向枝晶所在区域的杂晶出现几率更低:靠近熔化边界,[001]方向的枝晶凝固速度较慢;同时[001]方向的枝晶离表面更远,不易受表面的氧化等杂质影响,且金属蒸汽和金属粉末对其影响更小。为了得到[001]方向的枝晶组织,在制定工艺参数时应考量以下两方面:其一是打印层厚应低于[001]方向枝晶的生长高度,其二是打印过程的道次间距应小于[001]方向枝晶的区域宽度。
- [0032] 当基材表面取向为[011]或接近[011]时,且激光扫描方向平行于[100]方向时,在该种基材上应该让枝晶的外延生长方向为[010]或[001]。当基材的表面取向为其它晶体学取向时,可以结合具体的激光扫描方向,使用数值模拟预测其枝晶生长方向;在打印过程中选择位于熔池下半部的枝晶取向。在部分容易出现杂晶的工艺中,可以降低层厚从而降低杂晶出现的几率。
- [0033] 二、打印单晶如果残余应力过大,在后续热处理中会发生再结晶。为了消除打印单晶在后续热处理中的再结晶倾向,在打印过程中应该选择合适的温度场从而将残余应力控制在较低水平。温度场的控制方法有如下三种方式:
- [0034] 方法一:控制成形零件的预热温度,在激光成形过程中使成形零件的温度高于该合金的再结晶温度。在激光成形中,由于凝固收缩会致使成形零件中存在残余应力,残余应力会致使打印零件中存在残余形变。成形零件温度越高,成形过程中零件的温度梯度就越低,残余应力及残余形变就越小。当成形零件的预热温度高于合金的再结晶温度时,激光成形过程中的温度梯度处于较低水平,凝固收缩的形变量也较小,再结晶的驱动力也很小。同时,由于成形零件的预热温度高于再结晶温度,这时候位错的攀移及滑移很容易进行,凝固收缩的残余应力很容易被释放。综上所述,使零件的预热温度高于再结晶温度时,可以很好的消除激光成形单晶的再结晶倾向。再结晶温度由于受到多种因素的控制,可以在很宽的范围内发生变化。在选择预热温度时可以采用对照组实验筛选出较低的预热温度;如果不需要知道预热温度的下限,可以选择再结晶温度的上限作为预热温度的下限。
- [0035] 方法二:控制激光成形过程中零件内的温度梯度。
- [0036] 当 $T(x, y, z) < T_z$ 时,控制成形零件内的温度梯度 $G(x, y, z)$ 小于 $G_c$ ;当 $T(x, y, z) \geq T_z$

时,对成形零件内的温度梯度没有要求;其中: $T(x,y,z)$ 表示零件内部空间某一位置(该位置坐标为 $x,y,z$ )处的温度, $T_z$ 表示合金再结晶温度的上限; $G(x,y,z)$ 为 $(x,y,z)$ 位置的温度梯度, $G_c$ 为自定义的变量; $G_c=1/R/\alpha$ , $R$ 为常数, $R=5$ 米, $\alpha$ 是 $(x,y,z)$ 位置在 $T(x,y,z)$ 时的线膨胀系数。

[0037] 在激光成形过程中,将温度梯度控制在满足上述表达式时,其残余应力和形变量均处于较低水平。在实际的激光成形过程中,可以通过采集温度数据来推算其温度梯度,也可以使用计算模拟的手段来预测成形过程的温度梯度。

[0038] 方法三:预热温度与温度梯度的联合控制。

[0039] 在方法一和方法二中均使用单变量作为激光成形工艺的控制参量。方法三使用了预热温度与温度梯度两个变量作为控制参量。如果预热温度恒定,且为再结晶温度的一半,这时候允许大于 $G_c$ 的温度梯度存在,温度梯度所允许的最大值可通过对照组实验获得;如果温度梯度恒定,且为 $G_c$ 的两倍,这时候允许使用更小的预热温度,预热温度所允许的最小值可通过对照组实验获得。

[0040] 三、消除3D打印高温合金再结晶倾向的判定:

[0041] 在使用合适的激光成形工艺制备出单晶高温合金样品以后,则对样品进行相关的检测分析。第一步使用金相分析或电子背散射检测激光成形样品的显微组织,鉴定打印样品的枝晶外延生长是否成功;第二步对激光成形的样品进行固溶处理,并分析固溶处理后的显微组织,观察是否有再结晶发生。如果枝晶成功外延生长且固溶处理后无再结晶,则温度场的控制是合理的。

[0042] (1) 枝晶外延生长的鉴定:

[0043] 如果检测样品中枝晶生长方向平行于检测平面,这时候可以单独使用金相分析观察枝晶的生长情况;否则应该使用金相和电子背散射共同对成形样品进行检测。如果枝晶成功实现外延生长、枝晶无明显的弯曲现象、成形样品中的小尺寸杂晶的百分数较低且不影响单晶样品的综合力学性能,则该样品的外延生长成功。

[0044] (2) 消除再结晶的结果鉴定:

[0045] 对激光成形的单晶样品进行标准固溶处理以后,使用金相或电子背散射检测固溶处理以后的样品是否有新的晶粒或新的晶界出现,如果没有,则该种温度场控制下的激光成形工艺成功消除了打印单晶的再结晶倾向。

[0046] 对比例1

[0047] 本例为激光3D打印高温合金DD499。在长2cm×宽1cm×高1cm的单晶高温合金基体上进行同轴送粉的激光3D打印。基材表面为晶体学的[001]面,在激光成形过程中,打印层厚低于[001]方向枝晶的生长高度,道次间距小于[001]方向枝晶的区域宽度,合适的打印层厚和道次间距以保证外延生长的成功。该样品在打印过程使用了原位预热工艺,使打印过程中样品低温区的预热温度高于700℃,打印过程中样品内的温度梯度约为500K/cm。如图1所示,在这种较低预热温度下成形的单晶样品,其枝晶实现了外延生长,枝晶没有明显的弯曲现象发生,很难观察到小尺寸杂晶的存在。该种合金的再结晶温度约为1100℃,其安全的温度梯度约为130K/cm。这种工艺的预热温度离1100℃还有较大差距,同时其温度梯度也远高于130K/cm,在该种工艺下成形的单晶高温合金有严重的再结晶倾向。如图2所示,该种工艺下的单晶样品经过固溶处理后发生了严重的再结晶。

[0048] 实施例1

[0049] 本例为激光3D打印高温合金DD499过程中消除其再结晶倾向。在长2cm×宽1cm×高1cm的单晶高温合金基体上进行同轴送粉的激光3D打印。基材表面为晶体学的[001]面，在激光成形过程中，打印层厚低于[001]方向枝晶的生长高度，道次间距小于[001]方向枝晶的区域宽度，选择了合适的打印层厚和道次间距以保证外延生长的成功。该样品在打印过程使用了原位预热工艺，使打印过程中样品低温区的预热温度高于950℃，打印过程中样品内的温度梯度约为150K/cm。如图3所示，在这种较高预热温度下成形的单晶样品，其枝晶实现了外延生长，枝晶没有明显的弯曲现象发生，很难观察到小尺寸杂晶的存在。该种合金的再结晶温度约为1100℃，其安全的温度梯度约为130K/cm。这种工艺的预热温度离1100℃差距较小，同时其温度梯度也接近于130K/cm，在该种工艺下成形的单晶高温合金几乎没有再结晶倾向。如图4所示，该种工艺下的单晶样品经过固溶处理后没有发生再结晶。



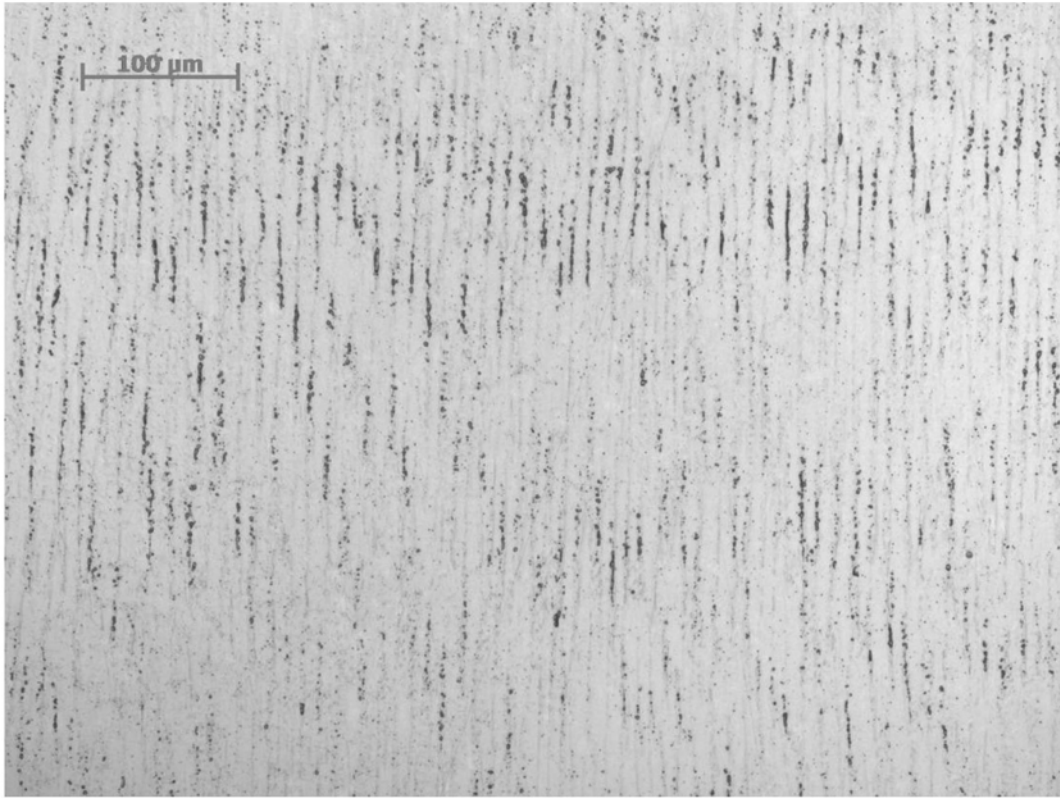


图1

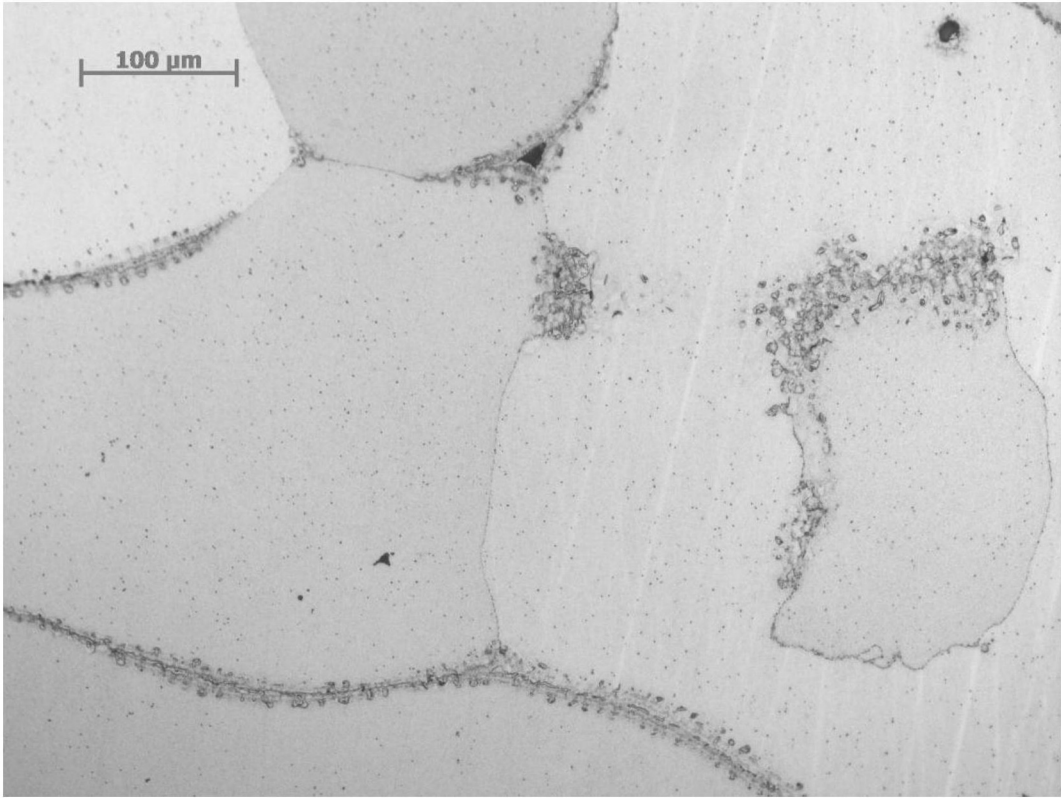


图2

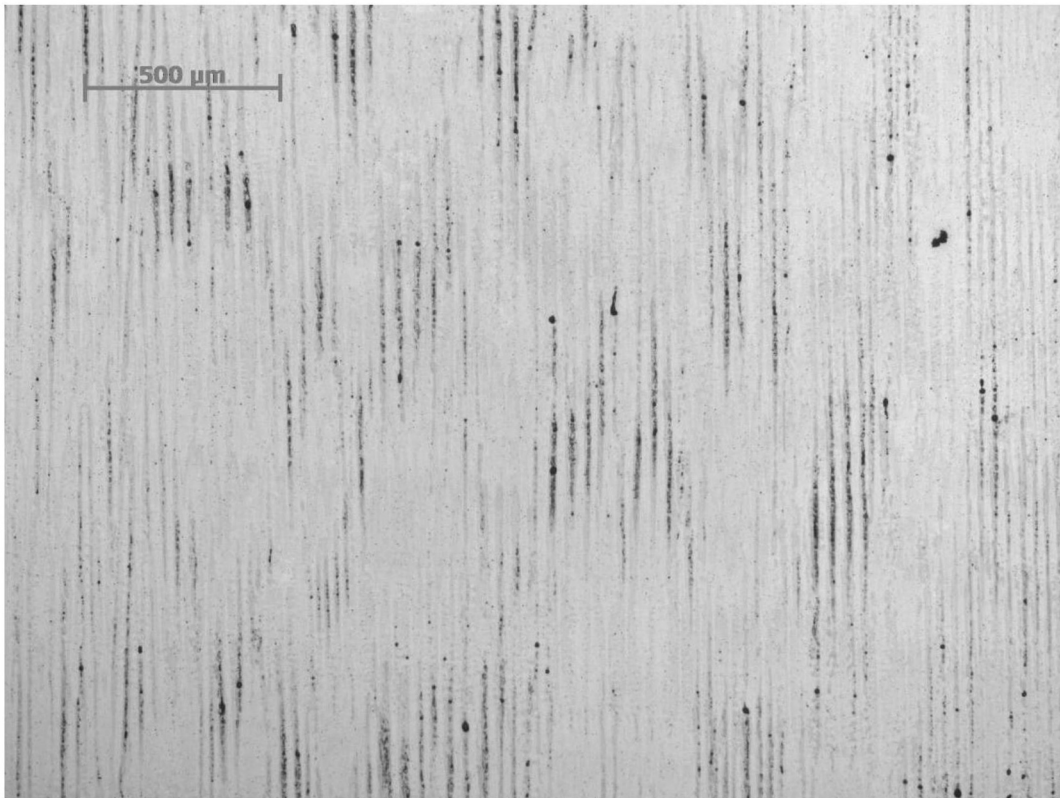


图3

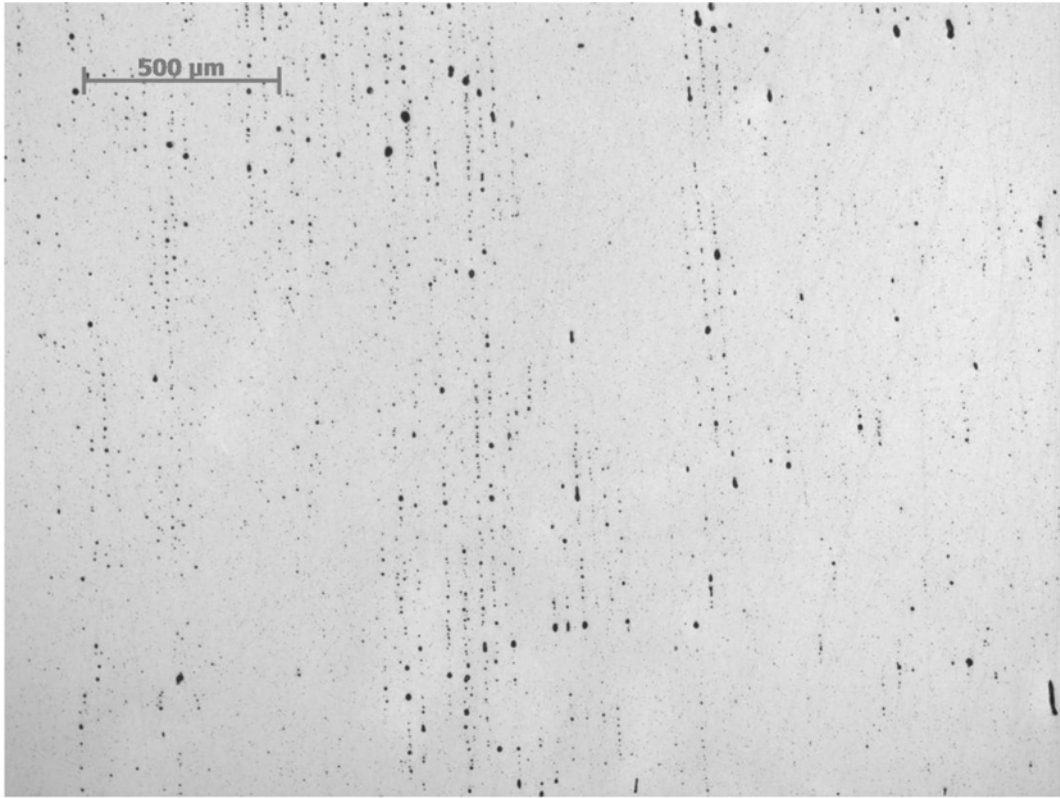


图4