

热处理工艺对Ni基合金复合涂层组织与性能的影响

李家栋¹, 邵华阳¹, 周子龙¹, 赵宇辉^{2,3}, 贺晨^{2,3}

(1. 东北大学 数字钢铁全国重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 中国科学院沈阳自动化研究所, 辽宁 沈阳 110169)

(3. 广州工业智能研究院, 广东 广州 511458)

摘要: 激光熔化沉积制备的Ni基高温合金涂层会在涂层内部积累大量的残余应力, 对涂层的组织与性能产生不利的影响。通过激光熔化沉积技术在304NG不锈钢基体上制备Nb和WC复合强化的4级Ni基高温合金涂层, 通过退火处理降低涂层内部的残余应力。研究不同的退火温度和退火时间对涂层的微观组织、显微硬度、耐磨损性能和拉伸性能的影响规律。研究结果表明: 退火温度的增加会导致涂层中较软的基体相 γ -Ni含量增加, 硬度下降, 离散分布的共晶组织转变为连续分布的网状结构。综合分析, 在700℃/1h炉冷处理后的涂层表现出最优的耐磨损性能以及拉伸性能, 因摩擦磨损产生的疲劳裂纹消失, 磨损机制由疲劳磨损转变为磨粒磨损, 同时在保证涂层耐磨损性能的同时, 增强涂层的塑性, 做到强塑性协同增强。

关键词: 激光熔化沉积; 4级Ni基高温合金; 耐磨性能; 拉伸性能; 热处理

中图分类号: TG174.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)09-2351-11

1 引言

激光熔化沉积技术是通过材料自下而上、逐层堆积制造实体零件的先进加工方法^[1-2], 具有材料利用率高、生产周期短等优点^[3-4]。因此在航空航天、汽车零部件和军事领域广泛应用^[5-6]。然而, 在沉积的过程中会产生气孔、裂纹等缺陷^[7]。此外, 由于过冷度和温度梯度的影响, 成品零件容易沿着散热方向形成粗大的柱状晶, 从而导致其表面机械物理性能的不均匀性^[8-9]。力学性能是增材制造过程中需要重点考虑的一个因素, 它对零件的耐用性、使用性和可靠性具有重要的影响^[10-11]。因此, 研究和改善3D打印工件的摩擦磨损性能与耐磨性具有重要意义。

已有研究表明, 镍基高温合金在980~1200℃进行固溶处理时, 时效硬化成分会溶解于 γ 基体中, 随后在600~900℃进行双重时效处理时, γ' 和 γ'' 相会析出, 从而显著提高合金的性能。因此, 为了获得理想的微观组织和机械性能, 通常需要通过适当的热处理来消除缺陷、减少内应力, 以消除缺陷、降低内应力, 并促进强化相的析出。Khun等人^[12]研究了三维(3D)打印的Ti6Al4V试样在400~800℃范围内热处理温度(HTT)下的比磨损率。结果表明, 印刷试样的比磨损率与其硬度随HTT的变化趋势相反。Schneider等人^[13]对增材制造Inconel 718进行了热处理, 研究了不同热处理制度对合金力学性能的影响。

结果表明, 减少热处理循环次数可以提高拉伸强度, 同时保持延展性不变。进一步的分析显示, 在优化的工艺参数下, 热等静压(HIP)工艺对准静态力学性能的影响较小, Chlebus等人^[14]发现在760℃下均质化后, Laves相和显微偏析消失。Azadian等人^[15]在600~900℃之间对合金IN718进行时效热处理时, 发现Laves相显著去除, 同时奥氏体基体中析出了强化的 γ' 和 γ'' 相。Calandri等人^[16]在980~1200℃对IN718合金进行高温处理, 通过强化 γ'' 相的沉淀, 硬度得到了提高。Suryawanshi等人^[17]通过热处理工艺促进Inconel 713从奥氏体到马氏体的转变而不脆化。促进更稳定的微观结构的形成、降低残余应力、增强耐磨性和改善尺寸稳定性从而提高材料的耐磨性能。Prabhu等人^[18]通过对IN718进行热处理, 使得摩擦磨损实验过程中产生的裂纹数量以及尺寸减少, 显著提高合金的耐磨性能, 发生静态再结晶, 原始柱状晶被等轴晶所取代, Laves相完全溶解于基体中, 提高材料的屈服强度及延伸率。

本试验采用激光熔化沉积技术, 在304NG不锈钢基板上制备(Nb+WC)/4级Ni基高温合金复合涂层, 研究了不同退火温度和保温时间对微观组织演变、显微硬度、耐磨损性能以及拉伸性能的影响规律, 分析两者对涂层强韧性协同提升的机理。研究结果有望为核电领域Ni基高温合金增材制造工艺的技术改进提供技术参考。

收稿日期: 2025-09-16

基金项目: 广东省重点领域研发计划(2023B0909020002)

作者简介: 李家栋, 男, 1983年生, 博士, 副教授, 东北大学数字钢铁全国重点实验室, 辽宁 沈阳 110819, E-mail: lijia@mail.neu.edu.cn

2 实验

实验所使用设备制造系统示意图如图 1 所示,主要包括:KUKA KR60 六轴工业机器人,激光器型号为 YLS-10000-KC(输出功率最高为 10000 W),送粉机器为 RC-PGF-D 型煜宸双筒载气式送粉器、4 路同轴送粉喷嘴,Ar 气保护环境。同步送粉法工艺参数为激光功率 3500 W,扫描速率 8 mm/s,层间抬高量 0.5 mm,搭接率 50%,送粉速率 7.2 g/min,载气流量 3.3 L/min,扫描方式为蛇形往复扫描,光斑直径 4 mm,氧气含量小于等于 100 $\mu\text{g/g}$ 。

实验材料为 4 级 Ni 基高温合金+10wt% Nb+15wt% WC。粉末混合采用 F-P4000 型行星混粉机器,以 5 和 10 mm 的陶瓷球作为混粉介质,在尼龙罐中对粒径均为 53~150 μm 的 4 级纯 Nb 球形粉末(化学成分如表 1 所示)和 WC 球形粉末进行混粉,最终得到不同成分的复合粉末。行星磨磨机采用 300 r/min 恒速,混粉时间为 5 h,混粉后在真空高温干燥机箱中加热 150 $^{\circ}\text{C}$ 保温 5 h。基板采用 304NG 不锈钢,尺寸为 100 mm $\times$ 100 mm $\times$ 15 mm,在打印之前使用 400#、1000#砂纸打磨,目的是为了去除基板表面的杂质和氧化物,打磨之后使用超声波清洗并在阴凉处晾干,放在恒温箱中保存待使用。各个成分涂层的热处理参数如表 2 所示。

打印结束后将涂层表面铣平进行线切割,使用热镶样机镶样,使用 400#、1000#、1500#、2000#砂纸打磨,最后进行抛光、腐蚀,腐蚀液为王水(硝酸:盐酸=1:3,体积比)。将处理后的涂层样品在 Zeiss Vert A1 光学显微镜和 Zeiss EVO 10 扫描电子显微镜下观察显微组织的影响。使用 FM-310 显微硬度仪采用 200 g 载荷加载 15 s,

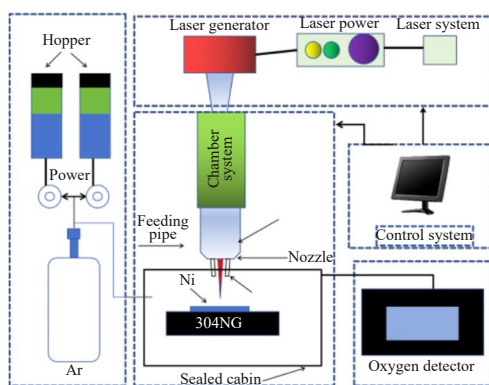


图 1 工艺流程图
Fig.1 Process flow diagram

表 1 4 级 Ni 基高温合金化学成分

Table 1 Chemical composition of grade 4 Ni-based superalloy (wt%)

Fe	Co	Cr	C	B	Si	Ni
3.50	1.02	13.17	0.49	2.37	3.73	Bal.

表 2 涂层的热处理参数

Table 2 Heat treatment parameters of coatings

Coating number	Annealing temperature/ $^{\circ}\text{C}$	Annealing time/h
1#	-	-
2#	600	1
3#	650	1
4#	700	1
5#	700	3
6#	700	5
7#	700	7

对涂层的 XOZ 纵截面进行硬度测试。使用 CFT-I 型材料表面性能综合测试仪进行摩擦磨损实验,摩擦副是球形钨钢,负载载荷为 30 N,往复次数为 60 times/min,往复长度为 3 mm,频率为 10 Hz,温度为室温,使用 Micro XAM-800 型白光干涉仪观察涂层磨损部位的形貌,分析磨损体积及其磨损机理。拉伸试验是材料力学性能测试中最常用、最重要的试验方法之一,为了研究热处理对沉积层拉伸性能的影响,对沉积层进行拉伸试验,速度为 0.5 mm/min,拉伸试样规格如图 2 所示。

3 结果与讨论

3.1 物相分析

对经过热处理的涂层进行 XRD 扫描分析,如图 3 所示。从得到的图谱结果可以分析出,与未经过热处理的涂层相比,经过退火处理之后的 γ -Ni 的峰值强度增加,这表明 γ -Ni 基体相在室温以及高温下均为稳定的面心立方结构,这与未经热处理涂层扫描分析结果一致。根据 XRD 图谱可以看出,经过退火处理的涂层的碳化物对应的衍射峰强度有所增加,出现这种现象的原因是,激光熔化沉积是一个快速加热冷却的非平衡凝固过程,这就会导致在凝固过程中 Cr 和 Nb 没有足够的时间与 C 元素进行结合,但是在进行退火处理时,温度的升高会导致原子的扩散活跃,并且 Ni 原子之间的间隙逐渐增大,C 元素就会通过扩散逐步溶解到 γ -Ni 基体相中,促进碳化物的形成,Nb 的扩散系数远低于 Cr,这就导致 Nb 的碳化物析出速率受到限制。

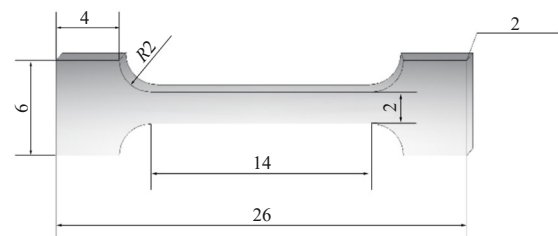


图 2 拉伸试样示意图

Fig.2 Schematic diagram of the tensile specimen

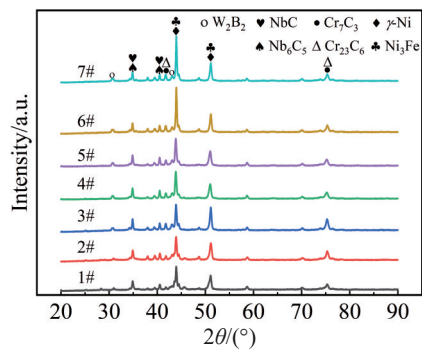


图3 不同涂层样品的XRD图谱

Fig.3 XRD patterns of different coating samples

3.2 退火温度对微观组织的影响

3.2.1 退火温度对显微组织的影响

图4为1#~4#涂层XOZ纵截面的金相组织。在图片上可以明显观察到清晰的柱状晶和等轴晶,随着退火温度的增加,涂层枝晶尺寸呈现出先增大后减小的趋势。通过对涂层金相组织图片进行观察,在600~650℃时,与沉积态涂层(1#涂层)相比,涂层的枝晶尺寸增加,这是因为随着退火温度的增加,热激活能变大,部分硬质相会溶解到基体相中。在退火温度为700℃时,相较于沉积态(1#涂层),涂层的枝晶尺寸有所增加,但是相对于2#涂层和3#涂层枝晶尺寸有所减少,主要为柱状晶和等轴晶。

热处理温度对涂层的共晶组织形态有着显著的影响,图5为1#~4#涂层XOZ纵截面的形貌。1#涂层为未经热处理的涂层,其共晶组织呈现出明显的稀疏杂乱分布特征,出现这种现象的原因是WC颗粒在沉积过程中

并不会完全熔化,只会发生部分溶解,这部分未完全熔化的WC颗粒则会在凝固的过程中阻碍元素的扩散,同时也会影响共晶组织的生长。涂层在经过600℃退火处理之后,离散随机分布的共晶组织逐渐呈现出连续生长的趋势,在经过650和700℃的退火处理时,涂层的共晶组织分布开始逐渐呈现明显的致密化趋势。经过热处理后,涂层的枝晶界限被破坏,基体相γ-Ni所占的面积增大,涂层中离散的共晶组织逐渐向连续的共晶组织转变,呈现出枝晶和枝晶干相互交替的枝晶特征,同时仍存在一些弥散分布在γ基体上的短条状、块状和粒状共晶组织,如图5所示。

3.2.2 退火温度对元素分布的影响

为了确定退火处理对Ni基高温合金涂层元素分布的影响,对退火处理后的涂层进行EDS面扫描,并且与沉积态作比较研究,同时综合XRD检测结果,对不同物相的变化给出详细的解释。图6为1#沉积态涂层的EDS元素面扫描分布图,从图中可以看到,基体相γ-Ni分布均匀,Nb元素在未完全熔化的WC颗粒周围大量富集,这主要是因为Nb的碳化物析出温度较高,Nb元素对C的亲和力较大,因此在涂层的冷却过程中优先形成Nb碳化物,并且优先与未完全熔化的WC颗粒周围的C元素结合,表现出核壳结构。图7中经过热处理之后4#涂层的EDS面扫描分布图,物相种类与1#涂层相似,主要的区别在于经过退火处理后元素富集情况变化和基体相所占体积分数的变化量,与未退火处理的涂层相比,经过700℃保温1h的退火处理,元素富集现象减少,基体相中的共晶组织得到生长,呈现致密化趋势,体积分数增

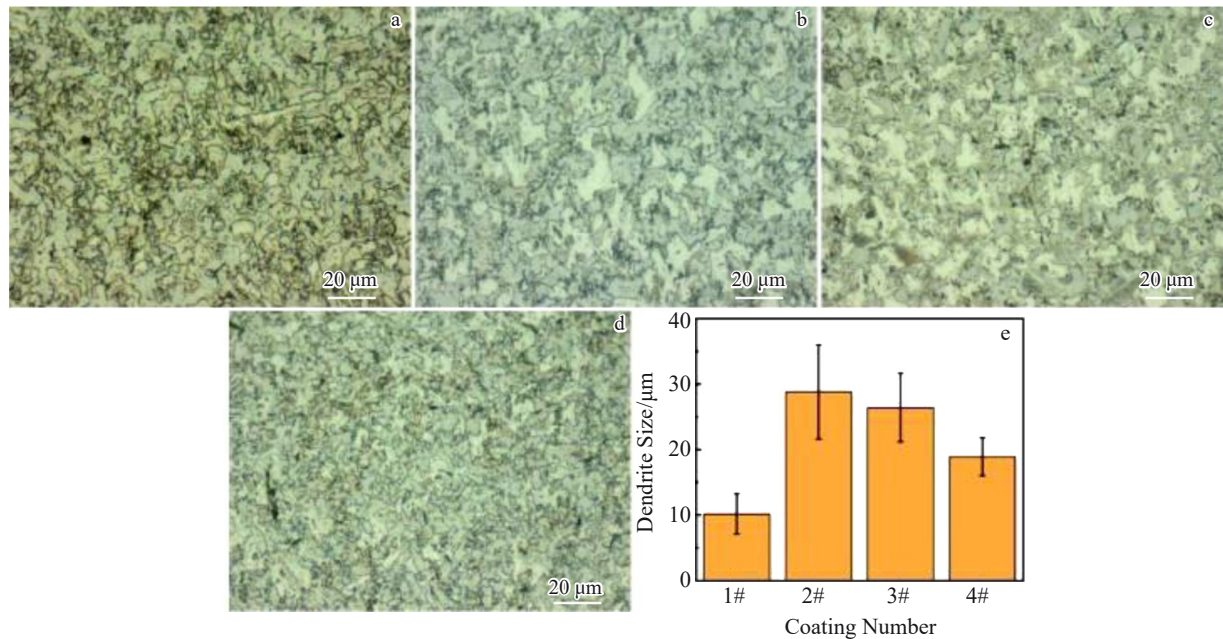


图4 1#~4#涂层金相组织和枝晶尺寸

Fig.4 OM images of 1#–4# coatings: (a) 1# coating, (b) 2# coating, (c) 3# coating, and (d) 4# coating; (e) dendrite size of coatings

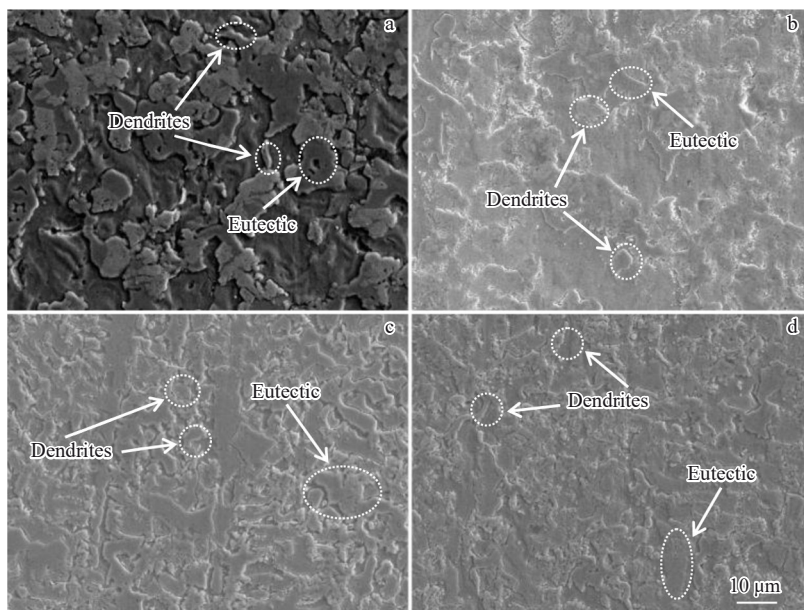


图5 1#~4#涂层SEM照片

Fig.5 SEM images of 1#~4# coatings: (a) 1# coating; (b) 2# coating; (c) 3# coating; (d) 4# coating

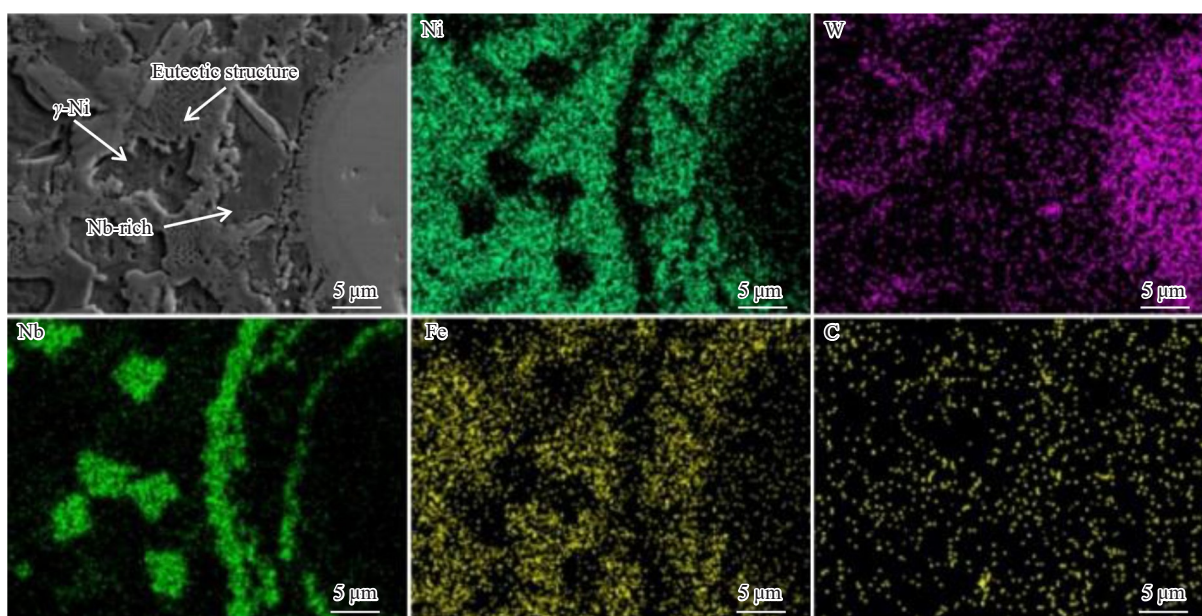


图6 1#涂层元素分布图

Fig.6 Element distribution of 1# coating

加。4#涂层的EDS面扫描分布图片中可以看到Nb元素富集的情况仍然存在,并且综合XRD检测结果,涂层中较软的基体相 γ -Ni的含量增加,涂层中的硬质相仍主要为Nb和Cr的碳化物。

3.3 退火时间对微观组织的影响

3.3.1 退火时间对显微组织的影响

图8为4#~7#涂层在退火温度为700℃的温度下分别保温1、3、5和7h的XOZ纵截面的金相组织以及枝晶尺寸,可以看到,在退火温度为700℃时,随着保温时间

的延长,涂层内部的枝晶尺寸呈现出长大的趋势,相对于4#涂层,5#、6#和7#涂层中原本细小的柱状晶或等轴晶尺寸逐渐增大,但是这种趋势并不是很明显,随着保温时间的延长,涂层内部各个部分并不会产生大的温度梯度,涂层主要呈现出柱状晶和等轴晶。

图9为5#~7#涂层XOZ纵截面的形貌,在700℃退火温度下,随着退火时间的延长,涂层的共晶组织仍呈现出连续的共晶组织,但是形状在一定程度上发生了变化,与退火保温时间为1h的涂层共晶组织相比,共晶组织变得

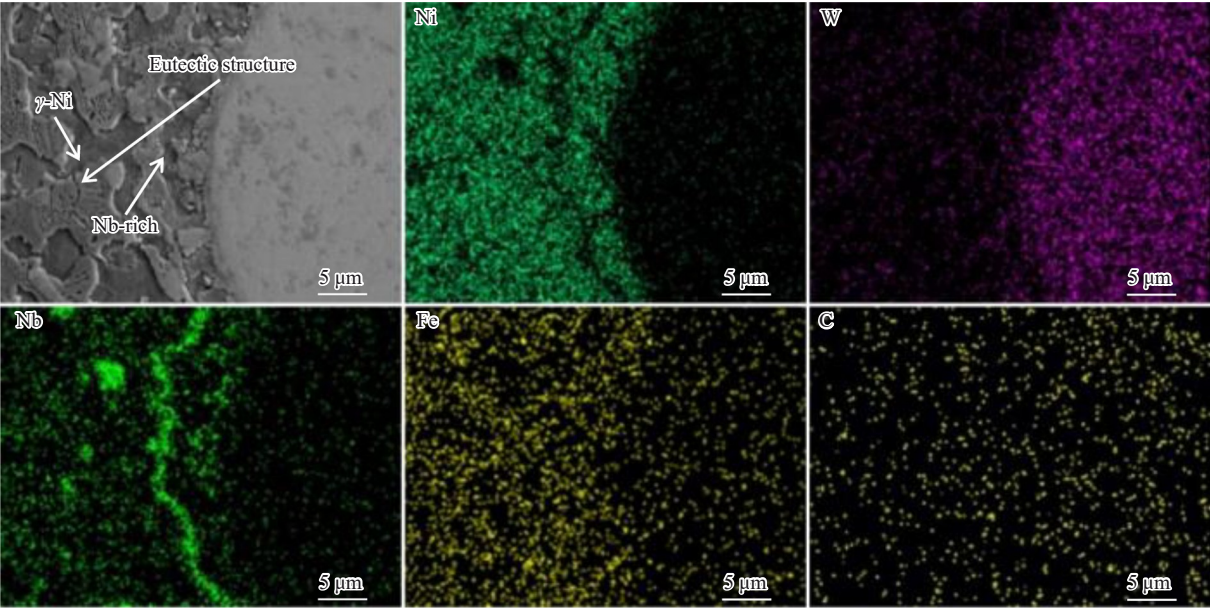


图7 4#涂层元素分布图
Fig.7 Element distribution of 4# coating

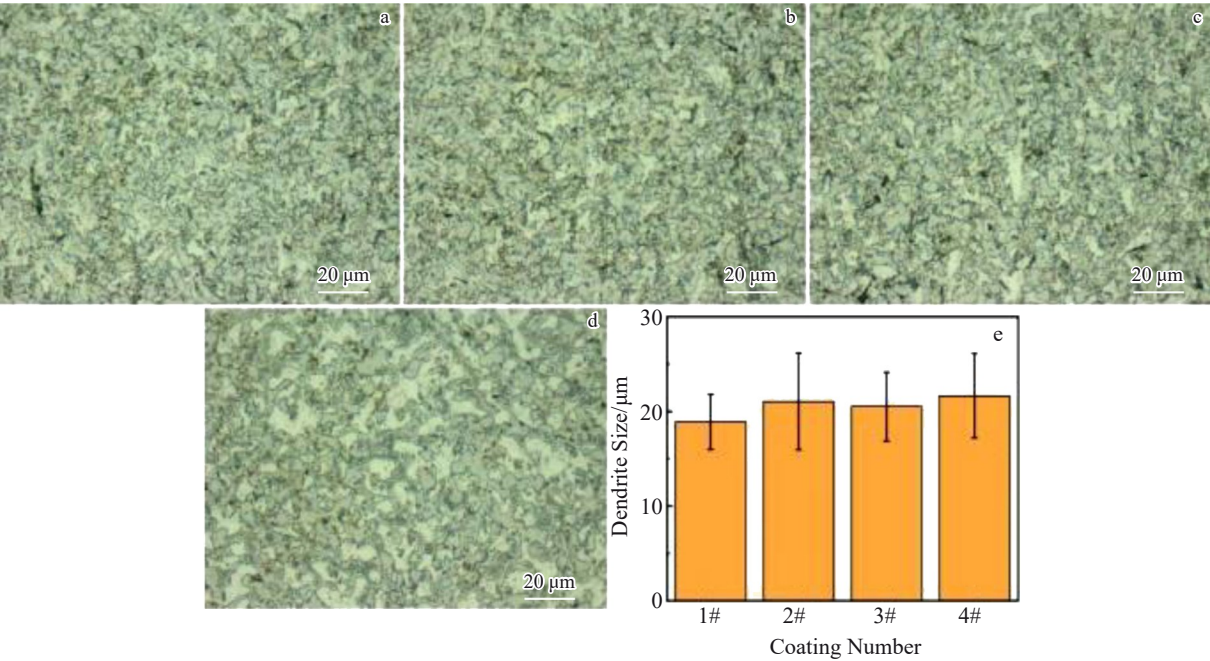


图8 4#~7#涂层金相组织和枝晶尺寸
Fig.8 OM images of 4#~7# coatings: (a) 4# coating, (b) 5# coating, (c) 6# coating, and (d) 7# coating; (e) dendrite size of coatings

更粗大,并且还有一些白色块状和粒状。涂层在经过退火处理之后会有大量的碳化物和硼化物沉淀,这是因为在退火处理过程中,涂层中的强化相会不断的成核长大,根据XRD检测结果可初步确定,这些块状和粒状为富Nb相NbC和Nb₆C₅,以及富Cr相Cr₇C₃和Cr₂₃C₆。块状的析出物主要是在共晶边界析出,而粒状的析出物主要在γ-Ni基体中析出。

3.3.2 退火时间对元素分布的影响

图10为在700℃下保温7h的7#涂层的EDS面扫描

元素分布图,在激光熔化沉积快速凝固过程中,由于合金溶质的非平衡扩散效应与固液界面迁移的协同作用,诱发溶质原子发生定向迁移与局部富集现象。这种由热力学非平衡效应主导的溶质输运行为会破坏熔池区域的元素均匀分布,Nb元素发生富集,形成的晶粒尺度上的显微偏析。凝固组织中的微区成分差异不仅显著弱化熔覆层显微组织的均质化特征,更会导致涂层内部形成残余应力集中区。在组织冷却凝固形成的过程中,枝晶干和枝晶间区域呈现显著的溶质浓度梯度,产生这种现象的

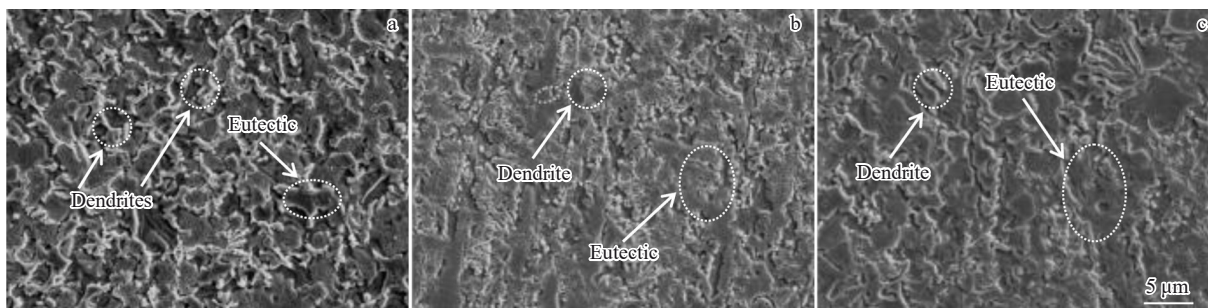


图9 5#~7#涂层SEM照片

Fig.9 SEM images of 5#~7# coatings: (a) 5# coating; (b) 6# coating; (c) 7# coating

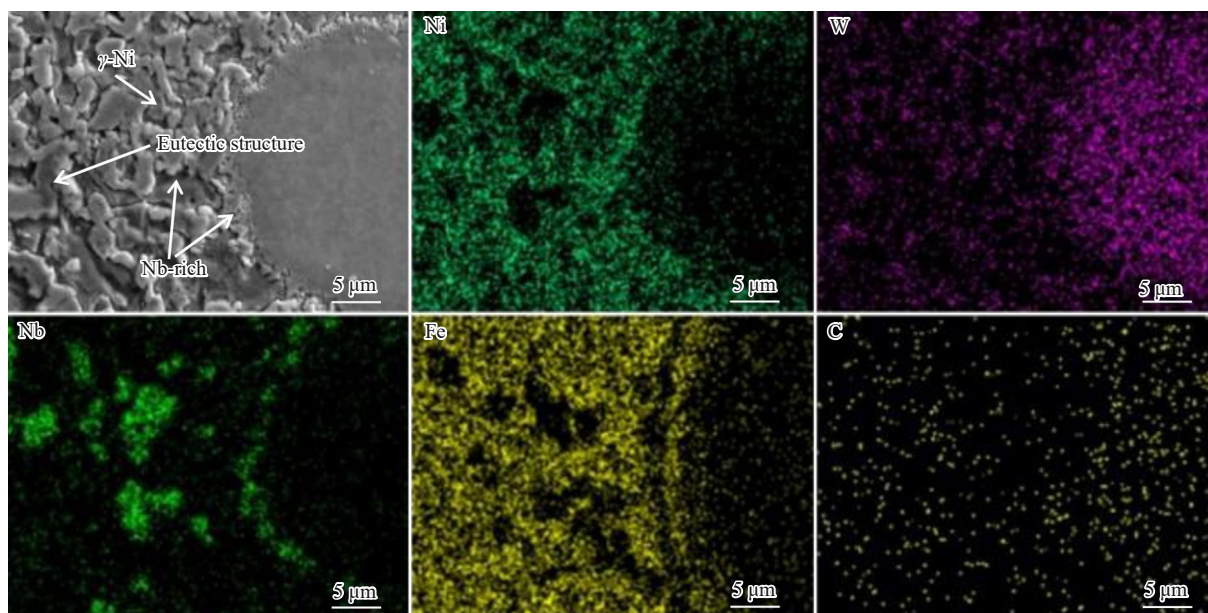


图10 7#涂层元素分布图

Fig.10 Element distribution of 7# coating

原因是溶质再分配效应和固态扩散动力学的双重约束。EDS面扫描的结果也表明,在700℃进行退火处理时,随着保温时间的延长,其热激活能不足以驱动充分的溶质均匀化,甚至有可能促进溶质原子的非平衡扩散行为,不仅无法实现晶粒细化和消除偏析,还可能引发二次分凝现象,致使涂层的力学性能下降。退火温度为700℃,随着退火保温时间的延长,涂层中仍然存在着Nb元素偏聚的情况,这表明在700℃的情况下进行热处理并不会使涂层中Nb元素获得足够的能力进行扩散,偏聚情况不能得到改善,并且仍存在部分Nb元素在未完全熔化的WC颗粒周围富集,未完全熔化的WC颗粒也会对原子的扩散产生阻碍作用。

3.4 显微硬度

为了进一步确定退火处理是否对Ni基高温合金复合涂层的力学性能起到改善作用,对经热处理过的涂层进行显微硬度测量,并且与沉积态样品进行对比研究。在图11、图12中分别显示了不同热处理工艺处理之后的

XOZ纵截面硬度变化趋势以及距离涂层与基板结合截面3mm处XOY截面的硬度值。激光熔化沉积快速加热冷却过程中形成的柱状晶结构会产生各向异性特征,通过合理的热处理工艺后,涂层内部的各向异性可以得到有效消除。根据XRD物相分析可以发现,Cr的碳化物和Nb的碳化物仍是涂层中的典型强化相,其分布规律对涂层的性能具有双重的影响,Cr的硬质相硬度比Nb的硬质相硬度低。

对于沉积态样品,枝晶尺寸也较小,硬质相体积分数较高,因此在这7种涂层中,沉积态的样品硬度相对较高。经过退火处理后的涂层显微硬度值显著下降,稳定区域的硬度值在460~480 HV_{0.2}之间,相较于沉积态的1#涂层硬度值下降约130 HV_{0.2},并且硬度值波动范围不大。出现这种现象的原因是涂层在经过退火处理之后晶界被破坏,涂层中较软基体相的体积分数将会增加,同时也可能与共晶组织在一定程度上发生重熔存在一定的联系。

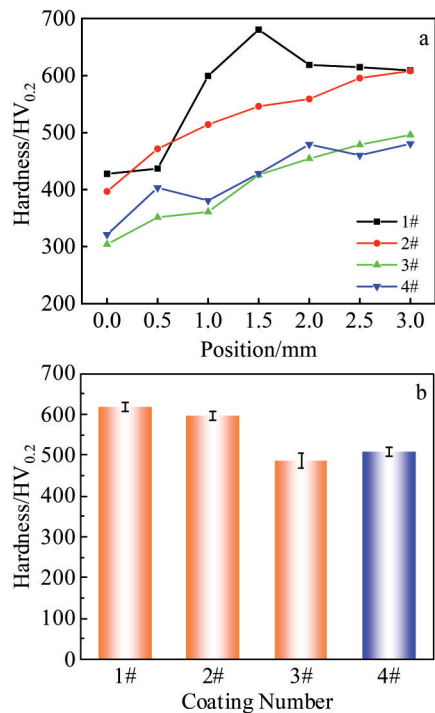


图 11 1#-4#涂层 XOZ 截面硬度和 XOY 截面平均硬度
Fig.11 Hardness of XOZ section (a) and average hardness of XOY cross-section (b) of 1#-4# coatings

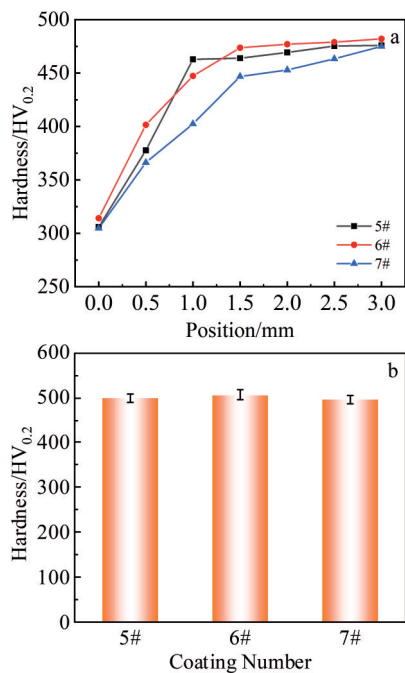


图 12 5#-7#涂层 XOZ 截面硬度和 XOY 截面的平均硬度
Fig.12 Hardness of XOZ section (a) and average hardness of XOY cross-section (b) of 5#-7# coatings

3.5 耐磨性能

3.5.1 退火温度对摩擦系数的影响

在摩擦副与样品磨合阶段,摩擦系数(COF)会呈现出突然上升的趋势,随后进入相对稳定阶段,COF 的升

高主要源于两方面因素:一是磨损表面上碎屑引发的氧化磨损,二是在摩擦过程中球与样品从点接触逐渐过渡到表面接触。图 13 为 1#-4#涂层摩擦系数变化趋势图,随着退火温度增加,涂层摩擦系数呈现出先增加后降低趋势,热处理样品摩擦系数变化趋势和沉积态样品基本一致,在急剧上升之后趋于稳定,当退火温度升到 700 ℃ 时,涂层的摩擦系数波动并不大,并且摩擦系数也保持在一个较低的状态,稳定磨损时间长。沉积态的摩擦系数为 0.60,600、650、700 ℃ 退火温度下的摩擦系数分别为 0.70、0.71、0.48,700 ℃ 退火温度处理后的涂层摩擦系数降低约 20%。

3.5.2 退火温度对磨痕深度的影响

为了更好地评定退火温度对涂层耐磨性能的影响,对经过摩擦磨损实验得到的磨痕进行白光扫描,来确定各个涂层的磨痕深度,涂层的磨痕深度呈现出逐渐降低的趋势,当退火的温度达到 700 ℃ 时,磨痕的深度最浅,1#涂层的磨痕深度为 13.41 μm,2#~4#涂层的磨痕深度分别为 13.39、13.06、9.75 μm,4#涂层相对于 1#的磨痕深度降低约 27.3%,其变化趋势如图 14 所示。

3.5.3 退火时间对摩擦系数的影响

图 15 为 5#-7#涂层摩擦系数变化图,随着退火保温时间的增加,涂层的摩擦系数并未呈现出梯度变化趋势,但均高于 4#涂层的摩擦系数,分别为 0.72、0.65、0.70,相较于退火温度为 700 ℃,保温时间为 1 h 的 4#涂层,5#-7#

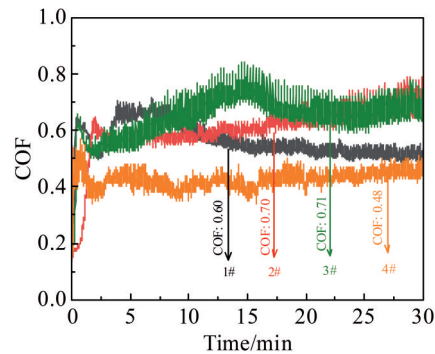


图 13 1#-4#涂层摩擦系数
Fig.13 COF of 1#-4# coatings

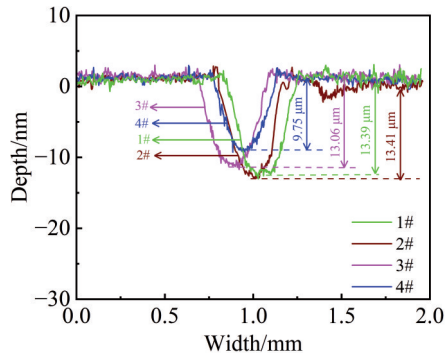


图 14 1#-4#涂层磨痕深度
Fig.14 Depth of wear marks on 1#-4# coatings

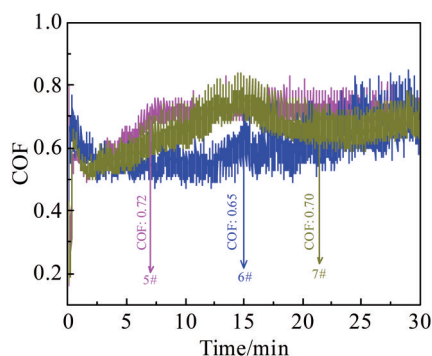


图 15 5#~7#涂层摩擦系数

Fig.15 COF of 5#~7# coatings

三个涂层的摩擦系数变化波动范围较小。根据摩擦系数变化趋势来看,随着热处理时间的延长,摩擦系数并没有出现下降的趋势,甚至发生了上升的趋势,并且5#涂层和7#涂层在摩擦磨损初始的磨合阶段以及后续的摩擦磨损阶段出现大部分的重叠,6#涂层的摩擦系数则是呈现出逐步增加的趋势,直到实验的最后阶段趋于稳定,可以初步判断,热处理温度时间的延长,在一定程度上会导致涂层的耐磨损性能下降。

3.5.4 退火时间对磨痕深度的影响

为了进一步确定热处理保温时间的延长对涂层耐磨损性能的影响,对5#~7#涂层的磨痕深度进行测量,测量数据处理结果如图16所示,随着退火时间的延长,涂层的磨痕深度呈现出逐渐增加的趋势,在3.5.2节已经得到,当退火温度为700℃,保温时间为1h时,涂层的磨痕深度为9.75μm。而当保温时间为3、5和7h时,磨痕的深度为15.07、22.01和23.67μm,根据磨痕深度数据变化趋势可以看到,随着保温时间的进一步延长,涂层的磨痕深度进一步加深,这表明热处理温度时间的延长会导致涂层的耐磨损性能下降。

3.6 涂层磨损率

为了更加准确地评定退火处理对涂层耐磨损性能的提升,引入磨损率公式^[19]对各个成分的涂层磨损率进行计算。

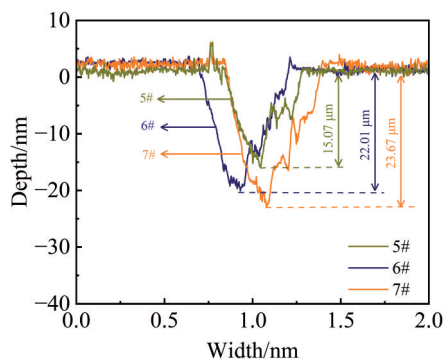


图 16 5#~7#涂层磨痕深度

Fig.16 Depth of wear marks on 5#~7# coatings

$$\omega = \frac{V}{WL} \quad (1)$$

式中, ω 为磨损率($\text{mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$); V 为磨损体积(mm^3); W 为施加载荷(N); L 为滑动距离(m)。

各个涂层磨损率计算结果如表3所示,磨损率变化趋势如图17所示,1#涂层未经热处理工艺处理,其磨损率为 $1.85 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$,随着退火温度的增加,涂层的磨损率呈现出先增加后下降的趋势,在经过700℃/1h炉冷退火处理的涂层磨损率最低,降低为 $1.34 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$,降低约27.5%,而在700℃下进行退火处理,随着保温时间的延长,涂层的磨损率呈现出逐渐增加的趋势,磨损率最高可增加到 $3.70 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$,这表明热处理保温时间的延长,会导致涂层的耐磨损性能下降,综合各个涂层的磨损率计算结果,这表明在700℃/1h炉冷热处理工艺下可以显著提高涂层的耐磨损性能。图18为白光干涉仪得到的各个涂层磨痕的二维形貌,由二维形貌可以看到,磨痕呈现平行凹槽形状,各个区域由磨损造成的磨痕形态变化均匀。蓝色深浅变化代表磨痕深度由深变浅的趋势。

3.7 磨损机制

为了深入研究涂层的磨损机制,进行摩擦磨损实验并对磨痕进行扫描分析。图19展示了1#~4#涂层的磨痕扫描结果。根据磨痕的形貌图片可以看出,当退火温度为600℃时,涂层的磨痕表面仍然存在疲劳裂纹,当

表 3 磨损率计算结果

Table 3 Calculation results of wear rate

Coating	V/mm^3	W/N	L/m	$\omega/\times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$
1#	0.012	30	21.6	1.85
2#	0.016	30	21.6	2.47
3#	0.011	30	21.6	1.68
4#	0.009	30	21.6	1.34
5#	0.018	30	21.6	2.77
6#	0.023	30	21.6	3.56
7#	0.024	30	21.6	3.70

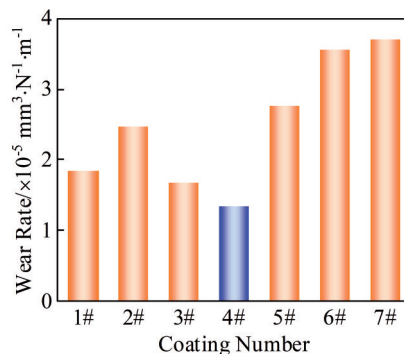


图 17 涂层磨损率

Fig.17 Wear rate of coatings

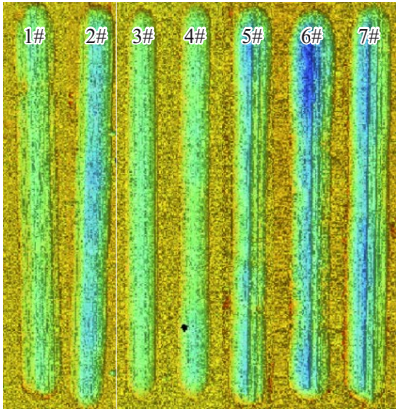


图 18 1#~7#涂层磨痕二维形貌

Fig.18 Two-dimensional morphologies of wear marks on 1# - 7# coatings

退火温度为 650 ℃ 时,产生的疲劳裂纹尺寸大幅度减小,当退火温度达到 700 ℃ 时,疲劳裂纹彻底消失,在磨痕表面只留下了摩擦副与涂层相互作用产生的犁沟,这种犁沟的产生是由于摩擦副材料(钨钢)的硬度大于涂层硬度,在实验过程中,钨钢表面的一些微小凸起部分在法向载荷作用下压入涂层中,造成微切削现象。涂层表面出现了疲劳裂纹的原因是在摩擦副与涂层接触时,由于外部载荷的作用,涂层在接触区域发生形变。疲劳裂纹产生的原因是随着摩擦磨损试验的进行,接触区域的温度升高,进一步促使疲劳裂纹的产生和扩展。由此可确定,磨损机制为疲劳磨损。而 4# 涂层的表面只产生了犁沟,并未产生大量的疲劳裂纹,由此可以确定,当退火温度达到 700 ℃ 时,涂层的磨损机制由疲劳磨损转变

为磨粒磨损。摩擦磨损机制变化趋势与硬度、摩擦系数变化趋势一致。

图 20 为 5#~7# 涂层的磨痕扫描图片。在同一退火温度下,随着退火时间的延长,在磨痕的表面会产生一些磨屑,这是因为摩擦副钨钢和涂层之间的相对运动所引发的物质的移除,在实验过程中局部发生塑性变形,接触区域温度升高,在一定程度上造成接触区域软化或者变脆,容易发生物质脱落,产生磨屑。同时,一些微凸起的区域也会在摩擦力的作用下被微切削或者压碎,产生磨屑,磨损机制仍为磨粒磨损。

3.8 拉伸性能

图 21 和图 22 分别为 1#~7# 涂层在室温下进行拉伸试验得到的结果。对于未经热处理的拉伸试样,其抗拉强度为 728 MPa,延伸率为 0.26%,主要是因为 WC 颗粒作为一种硬质相在涂层中增强强度的同时增加了脆性,使得涂层的抗拉强度升高而塑性下降。随着退火温度的升高,抗拉强度逐渐先下降后上升,但是波动的范围并不大,2#~7# 涂层对应的抗拉强度分别为 675、605、689、593、632、612 MPa,延伸率分别为 1.37%、2.31%、3.32%、1.92%、2.01%、1.79%,可以看出,在保温 1 h 条件下,随着退火温度的增加,涂层的延伸率有所提高,这是因为经过退火处理,涂层中较软的基体相体积分数增加,在保证抗拉强度不发生大幅度下降的同时,使延伸率得到了大幅度提高,塑性得到了提升。

综合各个涂层实验结果可以确定,700 ℃ 下保温 1 h 进行炉冷的退火处理工艺是提升涂层耐磨损性能和拉伸性能的最优热处理工艺参数。

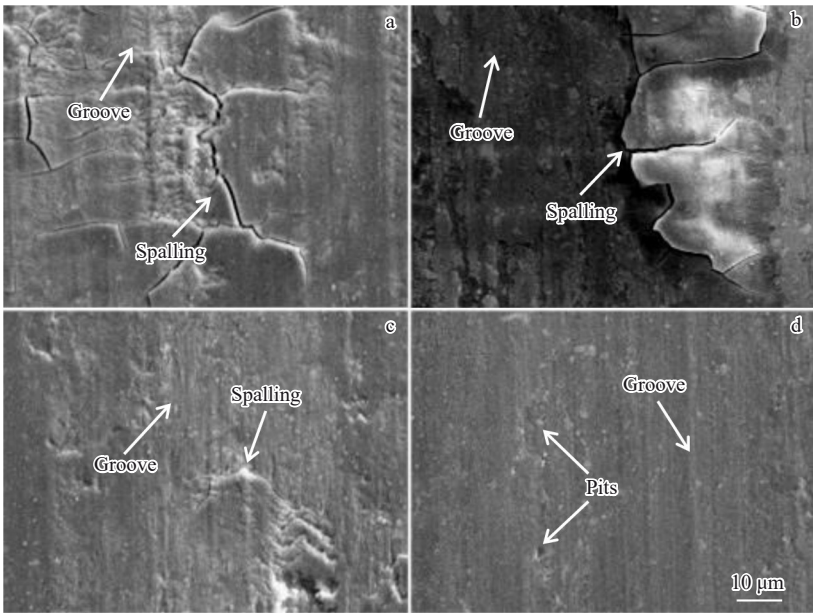


图 19 1#~4#涂层磨痕 SEM 照片

Fig.19 SEM images of wear marks on 1#-4# coatings: (a) 1# coating; (b) 2# coating; (c) 3# coating; (d) 4# coating

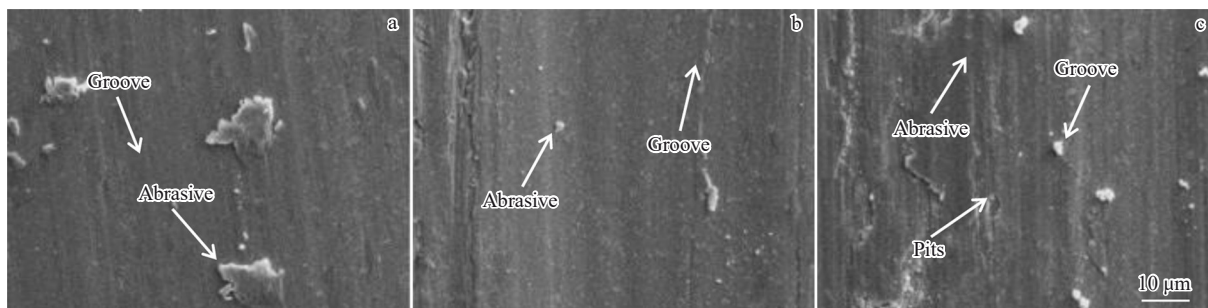


图20 5#~7#涂层磨痕SEM照片

Fig.20 SEM images of wear marks on 5#~7# coatings: (a) 5# coating; (b) 6# coating; (c) 7# coating

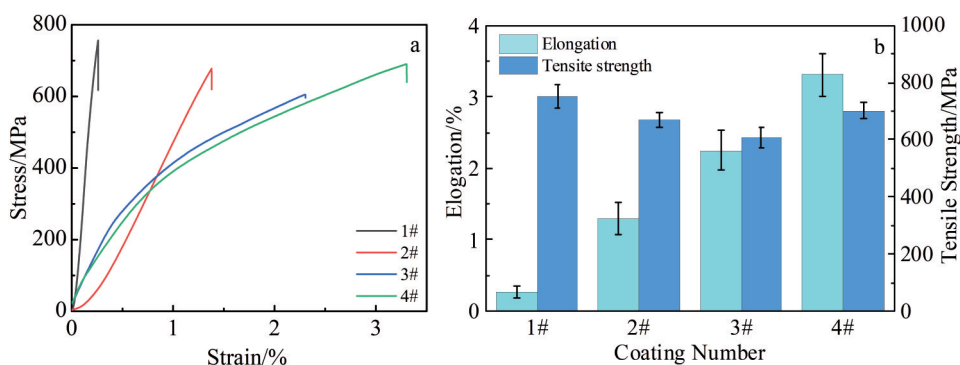


图21 涂层在不同热处理温度下的拉伸性能

Fig.21 Tensile properties of coatings with different heat treatment temperatures

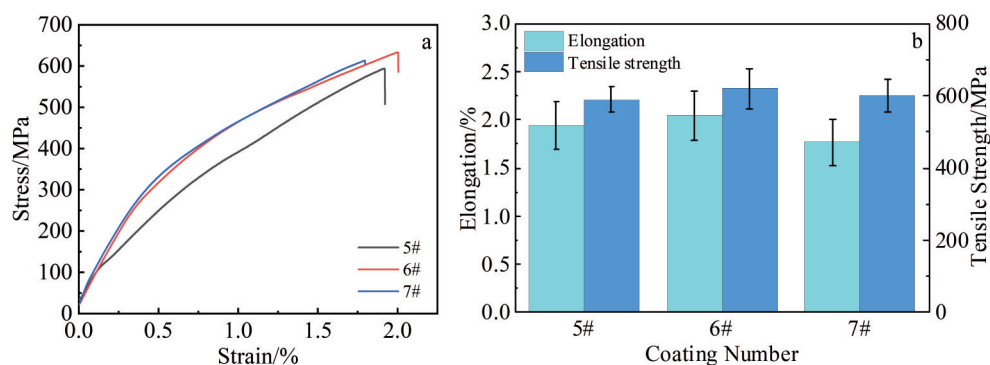


图22 涂层在不同热处理时间拉伸性能

Fig.22 Tensile properties of coatings with different heat treatment durations

4 结论

1) 随着退火温度的升高,涂层的共晶组织分布逐渐呈现出致密化趋势,而同一退火温度下,热处理温度时间的延长,对涂层的共晶组织并不会带来太大的影响。经 600 °C 退火处理后,材料内部显微结构呈现显著相变特征,离散分布的共晶组织逐渐趋向于连续分布。微观组织显示此时材料内部仍呈现出显著的元素偏聚区。随着温度条件的改变,当处理温度提升至 650~700 °C 区间时,由于退火温度的升高促使共晶组织发生结构致密化演变。

2) 随着退火温度的升高,涂层的耐磨性能先下降后

提升,摩擦系数、磨痕深度均呈现出先上升后下降趋势,当退火温度为 700 °C,保温 1 h 炉冷缓慢冷却时,涂层的摩擦系数降为 0.48,磨痕深度降低至 9.75 μm,磨痕深度较未经过热处理的涂层降低约 27.3%,磨损率由原来的 $1.85 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ 降低至 $1.34 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$,降低约 27.5%。疲劳裂纹消失,涂层的磨损机制由疲劳磨损转变为磨粒磨损。涂层的延伸率从 0.26% 增加到 3.32%。

3) 在退火温度为 700 °C,保温时间分别为 3、5 和 7 h 时,涂层的微观组织和磨损机制并未发生明显转变,但是涂层的磨痕深度增加,磨损率升高,这表明随着退火时间

的延长,较软的基体相呈现出致密化趋势,降低涂层的耐磨损性能,但抗拉强度和延伸率并未发生大幅度下降的情况,而是在一定范围内呈现波动的趋势。综合各个涂层实验结果可以确定,700 °C下保温1 h进行炉冷的退火处理工艺是提升涂层耐磨损性能和拉伸性能的最优热处理工艺参数。

参考文献

References

- [1] Bahnini I, Rivette M, Rechla A *et al.* *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2018, 97: 147
- [2] Kumar S A, Prasad R V S. *Additive Manufacturing: A Tool for Industrial Revolution 4.0*[M]. Duxford: Woodhead Publishing, 2021: 17
- [3] Praveena B A, Lokesh N, Abdulrajak B *et al.* *Materials Today: Proceedings*[J], 2022, 52: 1309
- [4] Karayel E, Bozkurt Y. *Journal of Materials Research and Technology*[J], 2020, 9(5): 11424
- [5] Hajare D M, Gajbhiye T S. *Materials Today: Proceedings*[J], 2022, 58: 736
- [6] Islam M A, Mobarak M H, Rimon M I H *et al.* *Polymer Testing*[J], 2024, 132: 108364
- [7] Mocanu L P, Bellini C, Berto F *et al.* *Fatigue in Additive Manufactured Metals*[M]. Amsterdam: Elsevier, 2024: 181
- [8] Gao Z N, Shi H Z, Yang X Y *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2022, 310: 117774
- [9] Wang Nan(王楠), Li Jinguo(李金国), Liu Jide(刘纪德) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(1): 257
- [10] Ur Rahman N, Matthews D T A, De Rooij M *et al.* *Frontiers in Mechanical Engineering*[J], 2019, 5: 16
- [11] Ren Hang(任航), Liu Fencheng(刘奋成), Lin Xin(林鑫) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(10): 3289
- [12] Khun N W, Toh W Q, Liu E. *Tribology in Industry*[J], 2023, 45(1): 129
- [13] Schneider J, Lund B, Fullen M. *Additive Manufacturing*[J], 2018, 21: 248
- [14] Chlebus E, Gruber K, Kuźnicka B *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 639: 647
- [15] Azadian S, Wei L Y, Warren R. *Materials Characterization*[J], 2004, 53(1): 7
- [16] Calandri M, Yin S, Aldwell B *et al.* *Materials*[J], 2019, 12(8): 1293
- [17] Suryawanshi V P, Deshmukh P D. *Journal of The Institution of Engineers (India): Series D*[J], 2024, 105: 1
- [18] Prabhu T R, Moganraj A, Samuel M S *et al.* *Journal of Manufacturing Processes*[J], 2024, 127: 683
- [19] Zhou L B, Peng Z, Chen J *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2024, 911: 146925

Effect of Heat Treatment Process on Microstructure and Properties of Ni-based Alloy Composite Coatings

Li Jiadong¹, Shao Huayang¹, Zhou Zilong¹, Zhao Yuhui^{2,3}, He Chen^{2,3}

(1. State Key Laboratory of Digital Steel, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. Shenyang Institute of Automation, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110169, China)

(3. Guangzhou Industrial Intelligence Research Institute, Guangzhou 511458, China)

Abstract: Ni-based superalloy coatings fabricated by laser melting deposition accumulate a large amount of residual stresses inside the coating, which adversely affects the microstructure and properties of the coating. The grade 4 Ni-based superalloy coatings reinforced with Nb and WC composite were prepared on 304NG stainless steel substrate by laser melting deposition technique, and the residual stresses inside the coatings were reduced by annealing treatment. The effects of annealing temperature and annealing time on the microstructure, microhardness, wear resistance, and tensile properties of the coatings were investigated. The results show that an increase in annealing temperature leads to an increase in the content of the softer matrix phase γ -Ni of the coating, a decrease in hardness, and the transformation of the discretely-distributed eutectic structure into a continuously-distributed network structure. Comprehensive analysis indicates that the coating after 700 °C/1 h/furnace cooling treatment exhibits the most excellent wear resistance and tensile properties. This is because the fatigue cracks generated during friction and wear in this coating disappear, and the wear mechanism transitions from fatigue wear to abrasive wear. At the same time, while ensuring the wear resistance of the coating, the plasticity of the coating is enhanced, achieving a synergistic enhancement of strength and plasticity.

Key words: laser fusion deposition; grade 4 Ni-based superalloy; wear resistance; tensile properties; heat treatment

Corresponding author: Li Jiadong, Ph. D, Associate Professor, State Key Laboratory of Digital Steel, Northeastern University, Shenyang 110819, P. R. China, E-mail: lijid@mail.neu.edu.cn; He Chen, Ph. D., Shenyang Institute of Automation, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110169, P. R. China, E-mail: hechen@sia.cn