

激光增材镍基合金内部疲劳失效行为研究¹

孙传文¹⁾, 李伟^{1)✉}, 孙锐²⁾

1) 北京理工大学机械与车辆学院 北京市 100081 2) 西北有色金属研究院难熔金属材料研究所 陕西省 西安市 710016

✉ 通信作者, E-mail: lliw@bit.edu.cn

摘要 内部失效是激光增材制造镍基高温合金在高温下的典型疲劳失效模式, 目前对这种失效模式的认知尚不充分。在 650 °C 下进行了不同应力比的轴向疲劳试验, 随后采用扫描电镜、电子背散射衍射、聚焦离子束和透射电子显微镜等测试技术, 研究了增材制造镍基高温合金的多尺度内部失效行为。结果表明, 不论是否受缺陷影响, 微裂纹主要从晶粒取向较软的大晶粒处萌生, 然后沿最大剪切应力方向滑移和扩展, 形成晶体学小平面, 因此与晶粒特征相关的小平面开裂是一种典型的内部失效模式。对小平面裂纹附近的位错结构进行分析, 在 650 °C 时, 局部塑性变形是由反相边界剪切、沉淀物旁通以及堆积层错剪切机制的共同作用所引起的。结合裂纹尖端应力强度因子的定义, 提出了与小平面裂纹特征相关的裂纹成核寿命预测方法, 预测结果与实验结果具有较好的一致性。

关键词 增材制造; 镍基高温合金; 超高周疲劳; 内部失效; 位错结构

分类号 TG146.1

Investigation of the internal failure mechanism of laser additive manufactured nickel-based superalloy

SUN Chuanwen¹⁾, LI Wei^{1)✉}, SUN Rui²⁾

1) School of Mechanical Engineering, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China

2) Refractory Materials Research Central, Northwest Institute for Non-Ferrous Metal Research, Xi'an 710016, China

✉ Corresponding author, E-mail: lliw@bit.edu.cn

ABSTRACT Nickel-based superalloy exhibits excellent high strength and thermal fatigue resistance at 650 °C, and is therefore widely used in the manufacture of elevated temperature components such as turbine blades for aero-engines. Laser-powder bed fusion (L-PBF) is a rapidly developing metal additive manufacturing technology that is gradually becoming an important method for fabricating nickel-based superalloy products. The design and service life of aero-engine turbine blades usually require more than 10^7 load cycles, therefore, it is crucial to investigate the very high cycle fatigue characteristics of L-PBF nickel-based superalloy at elevated temperature. Internal failure is a typical elevated temperature fatigue failure mode of L-PBF nickel-base superalloy that is currently not well understood. To overcome this problem, firstly, axial fatigue tests with stress ratios of -1 and 0.1 are carried out at 650 °C, and partial typical internal failure fractures at a stress ratio of 0.1 are selected as research objects. Secondly, scanning electron microscope and ultra depth field microscope are used to observe the 2D and 3D morphology of the fatigue fracture surface to analyze the crack nucleation area and growth path. The results show that, regardless of the presence of defects, the emergence and aggregation of a number of facets are observed in the "Facetted Cracking Area (FCA)", which is a typical internal failure characteristic of L-PBF nickel-based superalloy. Measurements

收稿日期: 2024-**-**

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(52175128)、西安交通大学金属材料强度国家重点实验室(20232501)、湖北隆中实验室开放基金(2022KF-10)和陕西省科技厅秦创原引用高层次创新创业人才项目(QCYRCXM-2022-173)

地址: 北京市海淀区学院路 30 号

E-mail: xuebaozr@ustb.edu.cn

邮政编码: 100083

http://cje.ustb.edu.cn

电话: 010-62333436

show that the size of the facets leading to cracking is similar to the size of large grains and is related to differences in grain orientation. Therefore, internal failures are divided into two cracking modes: "defect-assisted faceted cracking" and "non-defect-assisted faceted cracking". Thirdly, the FCA with typical internal failure fractures is cut and subjected to electron backscatter diffraction analysis to observe the surface and subsurface crystallographic features of crack nucleation and growth behavior. The results show that microcracks mainly nucleate from large grains with softer grain orientation and then slip and expand along the direction of maximum shear stress, eventually exhibiting a perforated fracture pattern. Fourthly, subsurface microcrack features below the FCA are then observed in detail using focused ion beam milling and imaging, and slip band and dislocation structures in the vicinity of the microcracks are observed using transmission electron microscopy. The results confirm that the fatigue deformation mechanism of facet at 650 °C is mainly controlled by a combination of anti-phase boundary shearing, precipitate bypassing and stacking fault shearing, especially when subjected to stress concentration effects induced by cracks or defects. Finally, combined with the definition of the crack tip stress intensity factor, a crack nucleation life prediction method related to the characteristics of faceted cracks is proposed, and the prediction results are in good agreement with the experimental results.

KEY WORDS Additive manufacturing; Nickel-based superalloy; Very high cycle fatigue; Internal failure; Dislocation structures

镍基高温合金在 650~1000 °C 高温下表现出卓越的高强度和抗热疲劳性能而被广泛用于制造航空发动机涡轮叶片等高温部件^[1,2]。增材制造 (Additive Manufacturing, AM) 利用高能激光束快速熔化金属粉末, 通过分层制造和逐层堆叠的原理以构建近净成形的结构。增材制造具有设计自由、成形质量好、加工精度高等优势^[3]。激光粉末床熔合技术 (Laser-Powder Bed Fusion, L-PBF) 是一种快速发展的金属增材制造技术, 由于其能够制造复杂几何形状的金属零件、具备高精度和多材料适用性等优势, 逐渐成为制造镍基高温合金产品的重要方法^[4,5]。特别是在微米尺度下的熔化和凝固过程, 可以获得更精细的晶体结构。在极高的冷却速率下, 这些微细结构仍能维持卓越的性能。这一特点显著减轻了传统镍基高温合金制造过程中枝晶偏析等问题^[6]。

随着 L-PBF 镍基高温合金在工程承载部件中的广泛应用, 出现了一系列挑战和问题。特别是, 其疲劳性能一直是需要重点关注和解决的核心问题^[7]。如今, 航空发动机涡轮叶片等部件的设计或使用寿命通常已远远超过 10^7 次载荷循环。因此, 为了确保承载部件的长期安全性与可靠性, 研究 L-PBF 镍基高温合金在高温环境下超高周疲劳条件下的性能至关重要^[8]。与传统制造相比, 在激光增材制造过程中, 通常容易产生一些冶金缺陷 (气孔、未熔合和夹杂等)。即使采取热等静压等工艺调控措施, 也难以完全消除这些缺陷^[9,10]。这些缺陷的存在会减小材料的有效承载面积, 使其成为应力集中源, 诱导疲劳裂纹的萌生, 进而降低材料的疲劳强度。缺陷的位置、尺寸、取向和形貌是影响增材结构疲劳性能的主要因素^[11,12]。此外, 晶体学特征 (如晶粒尺寸、取向和析出相等) 也是疲劳裂纹形核的萌生点^[13]。激光功率和打印方向的不同导致晶粒边界会出现局部的弹性不兼容和应力集中现象。当温度升高时, 在轴向循环载荷作用下, 施密特因子最高的滑移系统容易被激活。位错在循环载荷和热活化能的共同作用下, 一开始滑移并聚集, 进而出现与滑移线或滑移带, 而在循环载荷持续作用下, 滑移线或滑移带的进一步侵入将加剧局部塑性变形的形成^[14], 这也是内部微裂纹产生的原因之一。因此在超高周疲劳状态下, 内部缺陷和晶体学特征共同导致 L-PBF 镍基高温合金内部失效。

本文研究了 L-PBF 镍基高温合金在 650 °C 高温下的疲劳性能, 在 650 °C 下进行了应力比为 $R=-1$ 和 0.1 (考虑拉力对疲劳寿命的影响, 主要针对拉-拉工况) 的轴向加载疲劳试验, 选取 $R=0.1$ 的典型内部失效断口作为分析对象。结合光学显微镜 (Optical Microscope, OM)、扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope, SEM)、能谱仪 (Energy Dispersive Spectrometer, EDS)、x 射线衍射 (X-ray Diffraction, XRD)、超景深视场 (Ultra Deep Field, UDF)、电子背散射衍射 (Electron Back Scatter Diffraction, EBSD)、聚焦离子束 (Focused Ion beam, FIB) 和透射电镜 (Transmission Electron

Microscope, TEM)等测试分析技术, 研究 L-PBF 镍基高温合金的多尺度内部失效行为。通过结合裂纹尖端应力强度因子的定义, 提出与小平面裂纹特征相关的裂纹成核寿命预测方法, 其预测结果与实验结果具有较好的一致性。

1 材料及试验

1.1 材料与微观结构

本研究所用镍基高温合金粉末由中国航发北京航空材料研究院提供。其化学成分(质量分数 wt.%)为:52.16 Ni, 19.34 Cr, 5.07 Nb, 2.96 Mo, 0.89 Ti, 0.51 Al, 0.049Co, 0.0041C,0.0021 Mn 和平衡相 Fe。在氩气雾化下, 将其加工成 15~50 μm 的超细球形粉末。由于 Plateau-Rayleigh 不稳定性, 合金熔液会球化, 从而导致粉末呈现球形, 如图 1(a)所示。激光粉末床熔合设备是 Gmbh EOS M280, 工作参数为激光功率 280 W, 舱口间距 0.110 mm, 扫描速度 960 mm/s, 层厚 40 μm , 旋转角度 67°。采用沿 Z 轴的十字光栅扫描策略打印出高 145 mm、直径 16 mm 的圆棒, 从圆棒中间切下厚度为 2 mm 的圆片, 结合抛光、蚀刻等工艺, 制作出垂直于打印方向的金相和 EBSD 样品。图 1(b)展示了通过扫描电子显微镜观测到的低分辨率电子显微图, 其中清晰可见熔池凝固后的边界。此外, 在微观组织观察中, 发现了一些细微的缺陷, 这些缺陷是由于 L-PBF 过程快速熔化和凝固引起的。在高温环境中, 这些缺陷将成为裂纹形核的重要诱因, 特别是在外部载荷作用下。在背散射电子成像 (BDS) 模式下观察到了 Laves 相。由于 Laves 相是脆性相, 容易发生断裂并产生微裂纹, 因此对镍基合金的机械性能具有不利影响^[15]。图 1(c)为显微组织的高倍放大图, 可以看到, 合金由均匀的细小等轴晶粒组成, 呈现蜂窝状结构, 在面心立方结构(FCC)的 γ 基体中伴随少量的 γ'/γ'' 相析出, 由于 γ' 和 γ'' 相是共格相, 因此在 SEM 下两者无法被明确地区分^[16]。图 1(d)为通过 XRD 进行的相识别结果, 在(111)、(200)、(220)和(311)面检测到面心立方(FCC)晶体结构的强衍射峰, 这些强衍射峰与基体相 γ -Ni(Fe,Cr)、强化相 γ' -Ni₃(Nb,Al,Ti)和强化相 γ'' -Ni₃(Nb)有关。并且, 与增材制造镍基高温合金的结果对比^[17], 较强的(200)峰表示样品的纤维织构为{200}。

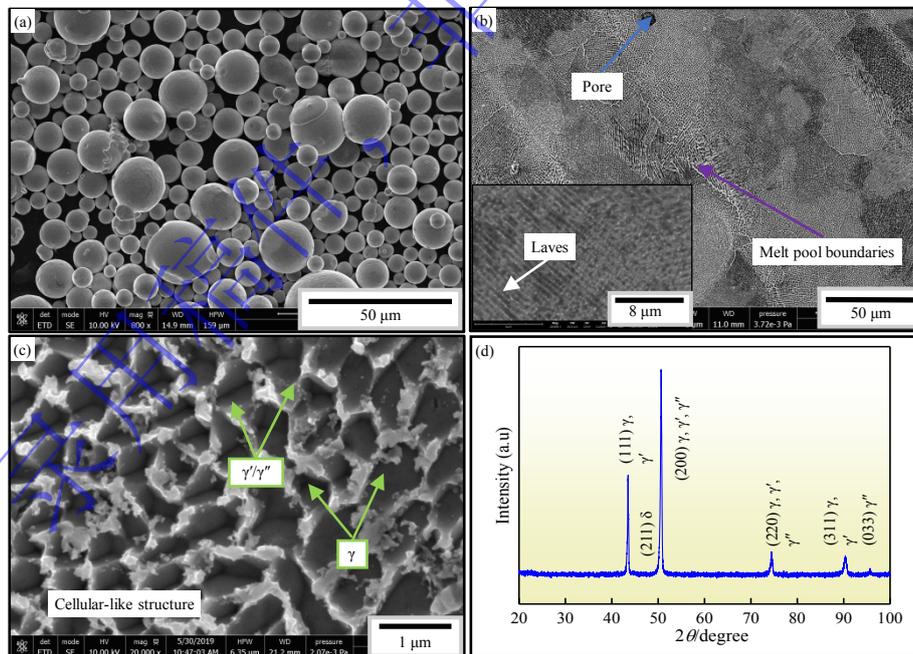


图 1 L-PBF 镍基高温合金的显微组织特征. (a)球形合金粉末; (b) 低分辨率 SEM; (c) 高分辨率 SEM; (d) XRD 相识别

Fig.1 Microstructure characteristics of L-PBF nickel-based superalloy. (a) spherical alloy powders; (b) low-resolution SEM; (c) high-resolution SEM; (d) XRD phase identification

1.2 EBSD 晶体学特征

为了研究 L-PBF 镍基高温合金的晶粒形貌与织构特征, 对电解抛光后的圆片进行 EBSD 分

析，测试表面与打印方向垂直($\perp Z$)，结果如图 2 所示。 $\{111\}\langle 110\rangle$ 是 FCC 晶体结构中最常见的滑移系统。图 2(a)显示了在 $\{111\}\langle 110\rangle$ 滑移系统对材料的施密特因子(Schmid Factor, SF)的统计值，SF 值分布在 0.2 到 0.5 之间。由于晶粒之间的 SF 值较为接近，因此在变形过程中，SF 值相近的晶粒之间不会在晶界处产生显著的局部塑性变形，降低了晶界处裂纹萌生的可能性^[18]。图 2(b)是反极图，不同的颜色代表着不同的晶粒取向。红色晶粒表示 $\langle 001\rangle\perp Z$ 轴的首选晶向，绿色晶粒表示 $\langle 101\rangle\perp Z$ 轴的首选晶向。图 2(c)展示了晶粒内平均错配分布图(Kernel Average Misorientation, KAM)，用以反映材料内部的应变分布情况。总体而言，KAM 值分布较为均匀，然而，图中黄色或红色区域显示出较高的 KAM 值，表明这些区域内的应变和位错密度较大。晶界取向偏差角如图 2(d)所示，取向偏差角大于 15° 的高角度晶界(High-Angle Grain Boundaries, HAGBs)占比约为 18.7%。HAGBs 会阻碍位错在相邻晶粒之间的移动，从而抑制裂纹的扩展。细小的晶粒和 HAGBs 都是提升 L-PBF 镍基高温合金的疲劳性能的重要因素。

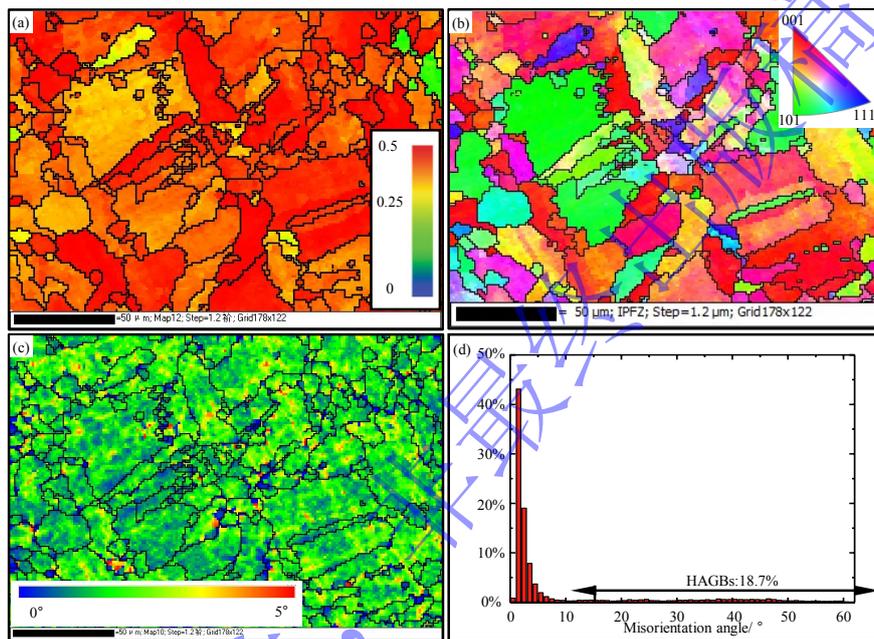


图 2 EBSD 下 L-PBF 镍基高温合金的显微组织。(a) 施密特因子图; (b) 反极图; (c) KAM 图; (d) 晶粒尺寸与晶界取向角分布

Fig.2 Microtexture of L-PBF nickel-based superalloy under EBSD. (a) schmid factor distribution; (b) inverse pole figure; (c) KAM map; (d) grain boundary misorientation angles and grain size distribution

2 试验

在 650°C 下，根据 GB/T 228.2-2015 标准进行轴向拉伸试验，以测量材料的宏观力学性能。拉伸应变率设置为 $0.2\%/s$ 。本文所研究材料的屈服强度为 691 MPa ，抗拉强度为 894 MPa ，断后延伸率为 42.5% ，弹性模量为 164.89 GPa 。将圆棒沿打印方向加工成类似沙漏形状，随后使用 $600\sim 2500$ 级的砂纸，沿试样轴线方向进行磨削，直至最终形状如图 3 所示。

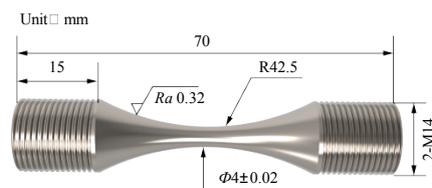


图 3 疲劳试样的形状和尺寸

Fig.3 Shape and dimensions of fatigue specimen

根据 ASTM E466-15 标准, 使用 QB-100 型电磁谐振试验机, 如图 4 所示。在 650 °C 下进行了应力比为 $R=-1$ 和 0.1 的轴向加载疲劳试验, 试验频率约为 100 Hz, 试验循环数在 $10^4 \sim 10^9$ 次之间。疲劳实验完成后, 首先, 采用 SEM 和配备有 UDF 原彩还原的 OM, 对疲劳断口表面的二维和三维裂纹形貌进行观测, 分析裂纹的起始位置和扩展路径显微组织特征; 其次, 对典型内部失效断口的裂纹形核区进行切割。在截面涂抹粒度为 1 μm 的抛光膏, 利用 ZMP-2000 型抛光机抛光至无痕状态; 随后, 在 0 °C 条件下进行电解抛光, 电解抛光液的配比为 20% $\text{H}_2\text{SO}_4 + 80\% \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 。为了深入了解裂纹的形核和扩展行为, 结合了 EBSD 分析和 HKL Channel 5 数据处理, 观察与裂纹形核和扩展行为相关的表面和次表面晶体特征; 然后, 利用 Helios G4 UC 机床, 采用 FIB 铣削和成像技术对断口以下的次表面疲劳裂纹特征进行了详细观察; 最后, 使用 TEM 观测滑移和位错结构。

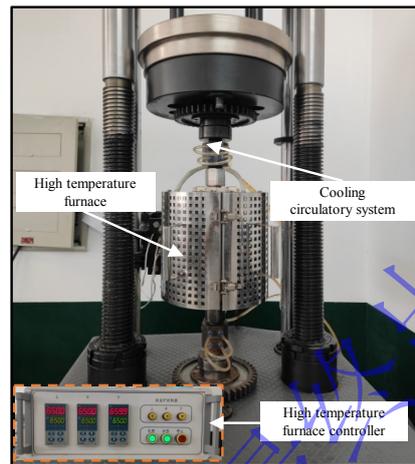


图 4 QB-100 型电磁谐振疲劳试验机

Fig.4 QB-100 electromagnetic resonance fatigue tester

3 结果与讨论

3.1 S-N 特性

图 5 为 L-PBF 镍基高温合金在 650 °C 下 $10^4 \sim 10^9$ 次循环的完全反向 ($R=-1$) 和拉伸-拉伸 ($R=0.1$) 轴向加载疲劳 S-N 曲线, 记录了最大应力 σ_{\max} 与疲劳寿命 N_f 之间的关系。图中采用两条单调递减的直线来表示了两种应力比下 L-PBF 镍基高温合金的 S-N 曲线特性。通过对断口表面进行初步的 SEM 观测, 试样的疲劳失效模式被分类为表面失效和内部失效。图中, 实心点为内部失效, 空心点为表面失效。在 650 °C 时, 两种应力比下, 当疲劳寿命超过 10^6 次循环时, 内部失效成为主要的失效模式。这可能是因为高温下, 试样表面与氧气发生氧化反应, 在试样表面形成致密的蓝色或黄色氧化膜 (Cr_2O_3)。当应力幅值较低时, 附着在试验表面的氧化膜会抑制由表面侵入和挤压引发的滑移, 从而抑制表面裂纹的萌生^[19]。当应力幅值较高时, 氧化物可能发生破裂, 导致试样表面产生局部应力集中, 从而加速裂纹的萌生。

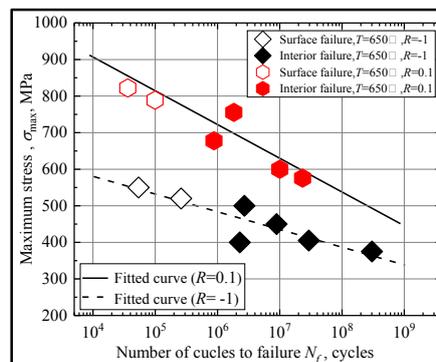


图 5 S-N 曲线

Fig.5 S-N curve

3.2 内部失效断口的二维和三维观察

在两种应力比下均观察到了类似的失效模式。为了便于后续的 EBSD 和 TEM 分析, 仅选取 $R=0.1$ 时的典型内部失效断口进行分析, 如图 6 所示。从图中可以观察到, 作为内部失效典型特征 的鱼眼区域并不明显, 难以被准确区分。这表明高温环境加速了裂纹扩展, 缩短了裂纹的稳定扩展阶 段。此外, 在扫描电镜观测下, 断裂面上存在一个近似圆形的小平面聚集区(Faceted Cracking Area, FCA)。在 FCA 中, 有时会发现缺陷, 如图 6(a)所示。经过 EDS 分析, 确定缺陷为夹杂, 缺陷的存 在将引起应力集中。有时无法发现缺陷, 如图 6(c)所示。然而, 需要注意的是, 无论是否存在缺 陷, 都会在 FCA 中观察到一些小平面的出现和聚集现象, 这是 L-PBF 镍基高温合金典型的内部失 效特征^[20]。根据测量, 导致裂纹产生的小平面尺寸与大晶粒尺寸相似, 并且与晶粒取向的差异有关。 据此, 将内部失效分为“缺陷辅助小平面对起裂”和“非缺陷辅助小面对起裂”两种开裂模式。此外, 在应力比 $R=-1$ 时, 也观测到了上述两种失效模式, 不再详细描述。

采用装有 UDF 原彩还原的 OM, 对 $R=0.1$ 条件下内部疲劳破坏断口进行了观测, 分别如图 6(b)和图 6(d)所示。在 $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下, 断口表面均呈现出明显的氧化反应, 呈现蓝色的特征。从 FCA 的 三维形貌可以看出, 与其外围裂纹扩展区相比, FCA 呈现出更为粗糙的特征。此外, 从 FCA 的中 心到边缘, 可以观察到沿 45° 方向下降的明显趋势, 这表明 FCA 的形核主要受剪应力和剪应变的控制。而 FCA 之外的区域相对平坦, 这是因为裂纹以基本垂直于最大拉伸应力的方向扩展, 进入了 由拉伸力主导的扩展阶段。

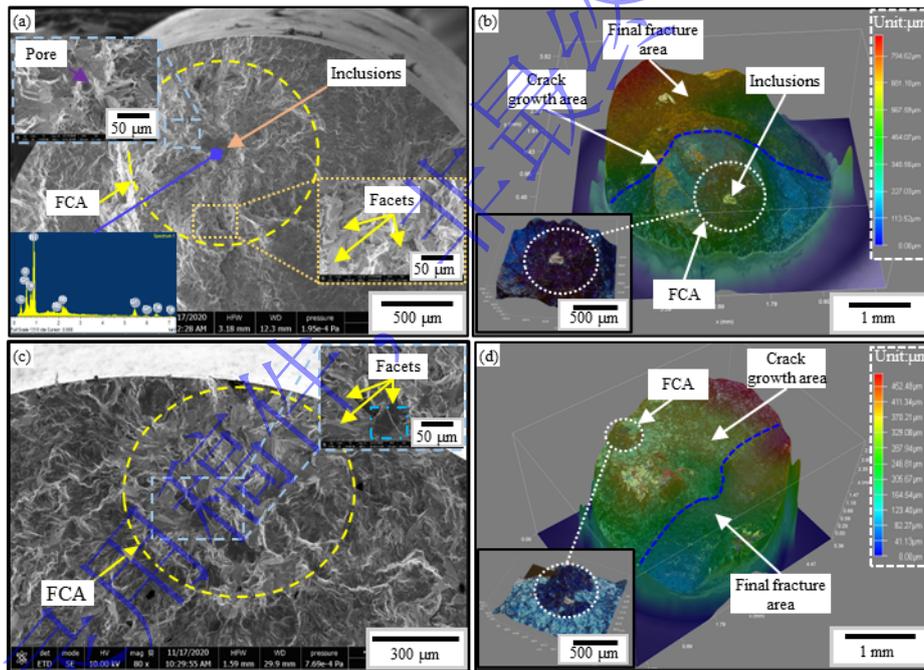


图 6 内部失效断口的二维和三维观察, $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$, $R=0.1$. (a) 内部失效, $\sigma_{\max}=677\text{ MPa}$, $N_f=8.77\times 10^5$; (b) 三维断口; (c) 内部失效, $\sigma_{\max}=575\text{ MPa}$, $N_f=2.24\times 10^7$; (d) 三维断口

Fig.6 2D and 3D observation of internal failure fracture under $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$ at $R=0.1$. (a) Interior failure, $\sigma_{\max}=677\text{ MPa}$, $N_f=8.77\times 10^5$; (b) 3D morphology; (c) Interior failure, $\sigma_{\max}=575\text{ MPa}$, $N_f=2.24\times 10^7$; (d) 3D morphology

3.3 EBSD 分析

为了深入了解在 $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, L-PBF 镍基高温合金在超高周疲劳状态下内部组织特征对疲劳失 效的影响, 使用 EBSD 技术对 $R=0.1$ 时典型断口穿过 FCA 的纵断面进行了分析, 结果如图 7 所示。 图 7(a)为 EBSD 测试样品切片的位置和测试区域示意图。首先, 将试样切割下来并利用光学显微镜 确定 FCA 的位置。接着, 沿着加载方向采用磨削方法将样品表面磨平至 FCA 区域, 并通过 SEM

观察以确认其位置和形貌是否符合要求。最后，采用机械抛光和电解抛光技术对测试表面进行处理，以满足 EBSD 测试的要求。

FCC 晶体结构最常见的滑移系是 $\{111\}\langle 110\rangle$ 。对测试区域的 $\{111\}\langle 110\rangle$ 滑移系施密特因子进行了计算，如图 7(b)所示。通过对靠近 FCA 表面的几个相对较大的晶粒(G1、G2、G3、G4、G5 和 G6)的施密特因子值进行评估，可以大致发现它们倾向于呈现软取向。根据 G5 和 G6 两个晶粒的情况，在循环加载过程中，晶粒受剪切力作用，微裂纹沿 45° 加载方向成核扩展，随后，小裂纹逐渐演变为具有弯曲裂纹路径的长裂纹。

沿着 $\parallel Z$ 轴的反极图如图 7(c)所示，可以直观地观察晶粒的形貌和取向。在图中，红色颗粒显示 $\langle 001\rangle \parallel Z$ 轴优先取向，而绿色颗粒则表现为 $\langle 101\rangle \parallel Z$ 轴优先取向。颜色越接近，相邻晶粒的取向差越小。值得注意的是，这与图 2(b) $\perp Z$ 轴反极图结果不同，因为在纵向剖面中，晶粒明显呈柱状晶结构。根据对这些晶粒形态的观察，可以看出它们之间没有明显的连接或相互交叠。此外，可以观察到微小裂纹是以穿晶方式，而非沿着晶粒的方向扩展的。选取靠近 FCA 表面的几个晶粒(G3、G5 和 G6)，测得其欧拉角，并用欧拉角立方体表示。通过立方体表示的单个晶粒的取向，可以推断这些晶粒不会形成强烈的晶体织构。根据 EBSD 数据计算的 KAM 图如图 7(d)所示。在 FCA 附近的晶粒观察到较高的 KAM 值，而远离 FCA 的晶粒 KAM 值较小。这表明在高温条件下，塑性变形过程中 FCA 附近积累了较多的几何必要位错，从而导致在 FCA 上发生较大的塑性变形。晶界取向角的统计如图 7(e)所示，绿色线代表低角度晶界 (Low-Angle Grain Boundaries, LAGBs)。根据晶界取向偏差的统计结果，LAGBs 和 HAGBs 分别约占总量的 60.68%和 39.32%。在 FCA 附近，LAGBs 占据主导地位。相较而言，由于晶界取向偏差角较小，LAGBs 对裂纹扩展的阻碍较小，使得裂纹更容易穿过晶界并扩展到下一个晶粒中^[21]。

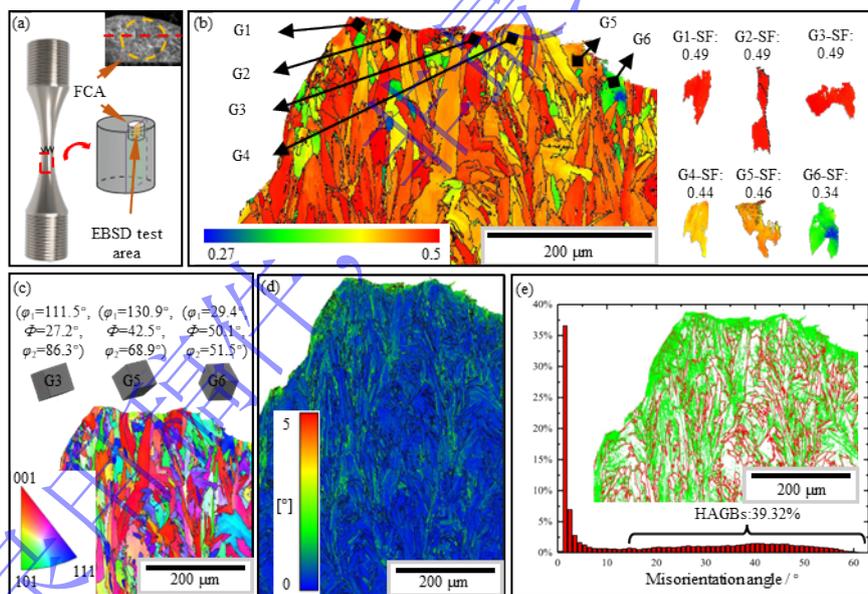


图 7 FCA 局部组织特征的 EBSD 分析. (a) EBSD 测试示意图; (b) 施密特因子图; (c)反极图; (d) KAM 图; (e) 晶界图
Fig.7 EBSD analysis of localized microstructure characteristics with FCA. (a) diagram of EBSD testing; (b) evaluation of schmid factors; (c) inverse pole figure; (d) KAM map; (f) diagram of grain boundary

3.4 FIB 铣削与 TEM 观测

FIB 技术的应用使得在目标区域进行定点切割成为可能，从而能够精确获取所需的超薄 TEM 样品。随着切口深度逐渐增加，在切口内壁上观测到明显的斜微裂纹，如图 8(a)所示，经过测量，该斜裂纹与水平方向呈 57° 夹角。这一发现再次证实了微裂纹扩展路径受最大剪切力控制。选择斜微裂纹附近为观测区域，通过 TEM 观察斜裂纹周围位错滑移特征，如图 8(b)所示。在 650°C 下循环加载过程中，位错密度明显升高，高密度的位错相互纠缠，形成纠缠位错。

原试样 γ 基体中存在析出强化相 γ' 和 γ'' ，其中 γ' 相对位错运动具有更大的抵抗力，这使得高温合金在高温下仍具有高强度^[22]。然而，在高温条件下，外部应力和热激活的共同作用使得位错越过障碍并开始滑移，因此位错仍然能够从 γ 基体移动到 γ' 相中^[23]。当 γ' 相被 γ 基体中的 $a/2\langle 110 \rangle$ 位错对剪切时，为了使 $a/2\langle 110 \rangle$ 位错所产生的反相边界(Anti-Phase Boundary, APB)面积最小化^[24,25]，位错将以位错对的形式穿过 γ' 相。与此同时，还观察到位错的弯曲。这意味着当位错遇到晶体中的强化相 γ' 和 γ'' 等障碍物时，晶体结构会发生突变。这些突变的晶体会成为位错移动的阻碍，从而导致在晶界附件产生弯曲位错。此外，在晶体内部或晶界附近，位错会相互吸引并聚集，形成位错群，位错群可以沿着特定的滑移面和滑移方向运动形成位错壁^[26]。因此，证实了在高温下从 APB 剪切到沉淀物旁通(By-Passing)的变形机制转变，上述观测结果如图 8(c)所示。另外，在远离斜微裂纹的 γ 基体中，还观察到了堆叠层错和位错对，如图 8(d)所示。堆叠层错是位错从一个滑移面向另一个滑移面交叉滑移形成的。在 650 °C，堆叠层错的剪切对塑性变形和小平面开裂的影响也是不可忽视的^[27]。因此，在 650 °C 下，小平面疲劳变形机制主要由 APB 剪切、沉淀物旁通和堆叠层错剪切共同控制，特别是在微裂纹或缺陷引起的应力集中效应下表现得更为显著。

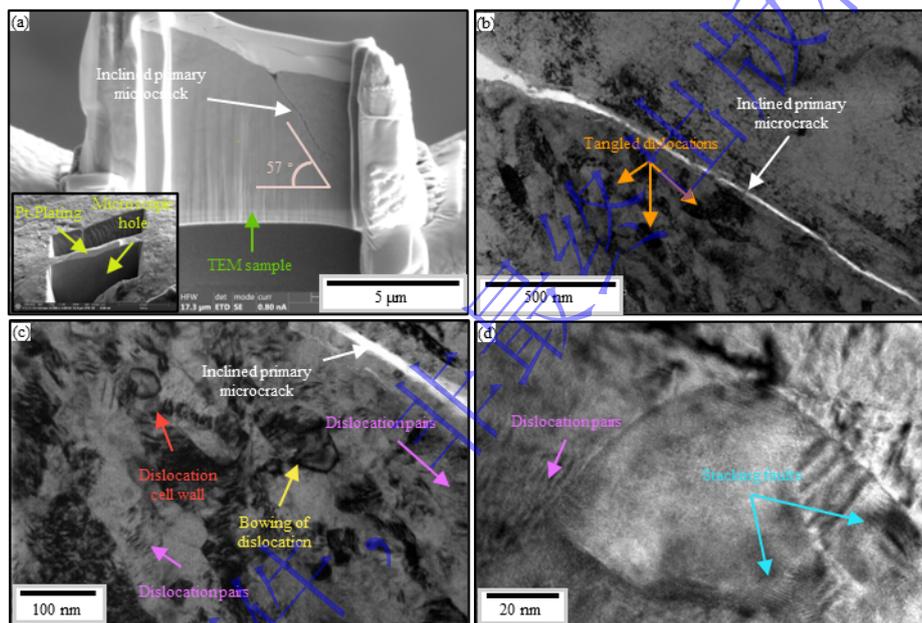


图 8 微裂纹周围位错结构. (a) TEM 试样; (b) 微裂纹周围纠缠位错; (c)微裂纹周围位错对,位错环和弯曲位错; (d) 远离微裂纹处的位错对和堆叠层错

Fig.8 EBSD analysis of localized microstructure characteristics with FCA. (a) TEM sample; (b) tangled dislocations around primary microcrack; (c) dislocation pairs, loop and bowing around primary microcrack; (d) dislocation pairs and stacking faults far away primary microcrack.

3.5 应力强度因子评估

应力强度因子(Stress Intensity Factor, K)是在线弹性断裂力学中用于描述疲劳裂纹尖端附近应力场大小的重要参数，通常可以表示为加载应力与特征裂纹长度的函数。根据对疲劳断口表面的二维观察，裂纹萌生区、FCA 或鱼眼区的形状可视为圆形。根据 Murakami 的应力强度因子估算理论^[28]，分析了内部失效时裂纹尖端的应力强度因子。小平面的小平面区(ΔK_{facet} 和 ΔK_{FCA})前缘的应力强度因子范围 (Range of stress intensity factor, ΔK) 可通过式(1)确定:

$$\Delta K_{facet, or FCA} = \beta \Delta \sigma \sqrt{\pi \sqrt{area_{facet, or FCA}}} \quad (1)$$

其中 $\Delta \sigma$ 为施加载荷的正应力范围， β 是一个无量纲参数，对于内部失效而言，通常为 0.5， $\sqrt{are_{facet, or FCA}}$ 为小平面的 FCA 的特征裂纹尺寸，由 ImageJ 软件测得。由于小平面开裂受剪切力

控制，故对式(1)进行修正，根据施密特定律，最大分解剪应力范围可由式(2)计算：

$$\Delta\tau_{\max} = \mu\Delta\sigma \quad (2)$$

其中 μ 为滑移系的最高施密德因子，根据前文 EBSD 结果， μ 为 0.49。因此， ΔK_{facet} 和 ΔK_{FCA} 计算公式变换为式(3)和式(4)：

$$\Delta K_{facet} = 0.5\mu\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}_{facet}} \quad (3)$$

$$\Delta K_{FCA} = 0.5\mu\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}_{FCA}} \quad (4)$$

在 650 °C 时， ΔK_{facet} 的估定值在 1.52~1.93 MPam^{1/2} 范围内分散。由图 11 中可以看出，随着疲劳寿命增加， ΔK_{facet} 值呈现持续下降的趋势。 ΔK_{FCA} 的计算值在 12.31~13.56 MPam^{1/2} 范围内，平均值约为 12.80 MPam^{1/2}。在长寿命区间内，无论疲劳寿命如何， ΔK_{FCA} 大致保持恒定，这是因为 L-PBF 镍基高温合金的细小晶粒组织和类似真空的内部失效环境所导致的。此外， ΔK_{FCA} 可被视为长裂纹扩展应力强度因子范围阈值，并且 FCA 的形成消耗了大部分的疲劳寿命。

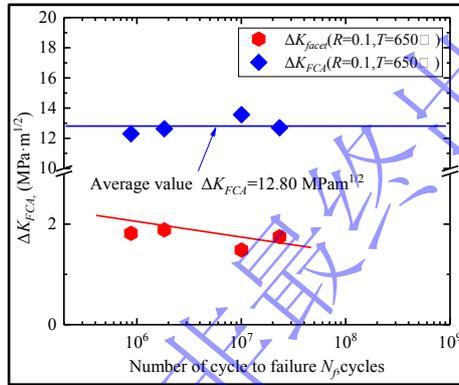


图 9 小平面起裂应力强度因子评价

Fig.8 Evaluation of stress intensity factors with faceted cracking

3.6 裂纹形核寿命预测

在高周和超高周疲劳状态下，L-PBF 镍基高温合金的疲劳寿命主要消耗在裂纹成核阶段，这与裂纹尺寸的应力强度因子范围 ΔK 大小密切相关。因此，基于临界平面理论^[29]，建立了裂纹成核所需的循环次数 N_f 与裂纹尺寸的应力强度因子范围 ΔK 之间的关系。临界面最大剪切应变 γ_{\max} 、最大剪切应变面法向正应变 ε_n 与裂纹成核循环次数 N_f 之间的关系如式(5)：

$$\frac{1}{2}\gamma_{\max} = f(\varepsilon_n, N_f) \quad (5)$$

为了使式(5)具有普适性，引入单轴拉伸试验得到的材料常数 S ，将其代入式(5)，考虑循环载荷的影响，得到式(6)：

$$\frac{\Delta\gamma_{\max}}{2} + S\Delta\varepsilon_n = f(N_f) \quad (6)$$

其中 $\Delta\gamma_{\max}$ 为最大剪切应变范围， $\Delta\varepsilon_n$ 为最大剪切应变平面上的法向正应变范围。为了强调超高周疲劳寿命受裂纹形核区的形成影响，Fatemi 提出了疲劳指数参数(Fatigue Index Parameters, FIP)以表达应变—寿命关系^[30]，将上述公式中的法向应变改为法向应力，从而得到新的公式(7)：

$$FIP = \Delta\gamma_{\max} \left(1 + k \frac{\sigma_{n,\max}}{\sigma_y} \right) \quad (7)$$

式中 $\sigma_{n,\max}$ 为最大剪切平面上的最大正应力， k 代表材料在最大应力作用下的灵敏度，通常取

值为 1, σ_y 为屈服强度。基于此, 重新定义了 FIP 参数, 以考虑在单轴载荷下缺陷尺寸对裂纹形核的影响。根据施密特定律, 式(7)中 $\Delta\gamma_{\max}$ 的值可通过式(8)计算:

$$\Delta\gamma_{\max} = \frac{\mu\Delta\sigma}{E} \quad (8)$$

其中 $\Delta\sigma$ 为施加的应力范围, μ 为施密特因子值, E 为杨氏模量。分别用 ΔK_{facet} 和 ΔK_{FCA} 代替 $\sigma_{n,\max}$ 和 σ_y , 以此来考虑裂纹形核尺寸对疲劳寿命的影响, 式(7)变换为式(9):

$$\text{FIP} = \frac{\mu\Delta\sigma}{E} \left[1 + k \frac{\Delta K_{\text{facet}}}{\Delta K_{\text{FCA}}} \right] \quad (9)$$

因此考虑高温下应力比 $R=0.1$ 下的内部失效, 将式(3)代入到式(9)得到式(10):

$$\text{FIP} = \frac{\mu\Delta\sigma}{E} \left[1 + k \frac{0.5\mu\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{\text{area}_{\text{facet}}}}}{12.80} \right] \quad (10)$$

对于轴向疲劳加载试件, 结合 Manson-Coffin 公式, 总应变—寿命关系表示为:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon'_f (2N_f)^c \quad (11)$$

其中 $\Delta\varepsilon/2$ 为应变幅值, σ'_f 为疲劳强度系数, b 为疲劳强度指数, ε'_f 为疲劳延性系数, c 是疲劳延性指数。高周和超高周疲劳的变形主要受弹性应变控制, 因此塑性阶段可以忽略不计。结合式(10)式(11), FIP 与循环数 N_f 的关系如式(12)所示:

$$N_f = \frac{1}{2} \left[2 \frac{\mu\Delta\sigma}{\sigma'_f} \left[1 + k \frac{0.5\mu\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{\text{area}_{\text{facet}}}}}{12.80} \right] \right]^{1/b} \quad (12)$$

图 10 为试样内部失效的形核寿命 N_f 和 FIP 的关系。由图可知, 疲劳寿命越高, FIP 值越小。图 11 为预测寿命与实际寿命的比较, 可以看出预测寿命在三倍线以内具有良好的一致性, 这表明当环境影响较小时, L-PBF 镍基高温合金的疲劳寿命主要耗费在 FCA 形成阶段。

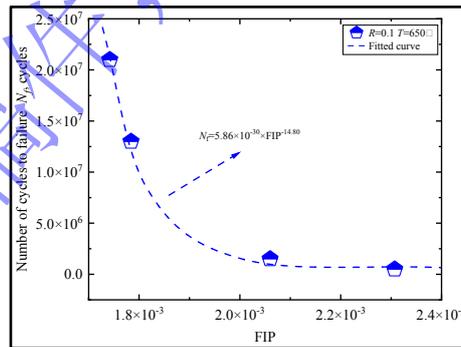


图 10 失效循环数与 FIP 的关系

Fig.10 Relationships between number of cycles, N_f and FIP

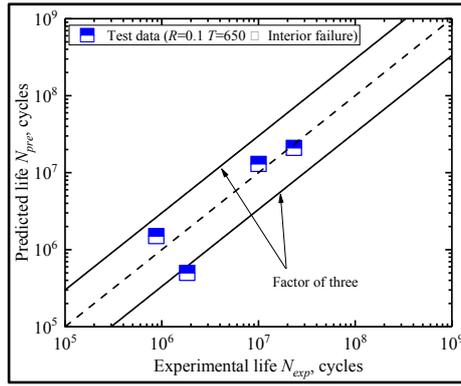


图 11 预测寿命与实验寿命的比较

Fig.11 Comparison of the predicted and experimental results

4 结论

本文的主要结论总结如下:

(1) 内部失效主要是由与晶体结构相关的小平面引起的。此外，缺陷的存在也会对其产生辅助作用。因此，将 L-PBF 镍基高温合金的内部失效分为“缺陷辅助小平面对起裂”和“非缺陷辅助小平面对起裂”两种开裂模式；

(2) 由于晶粒间的变形不匹配，微裂纹倾向于在软取向的大尺寸晶粒上形成，并沿着最大剪应力方向扩展。当微裂纹扩展到垂直于最大拉应力方向的晶粒表面时，它就会发展成为拉伸型微裂纹并持续扩展。受到低角度晶界的影响，微裂纹将穿越晶界并延伸到下一个晶粒中，从而形成典型的穿晶断裂模式；

(3) 在 650 °C 下，小平面对疲劳变形机制主要由 APB 剪切、沉淀物旁通和堆叠层错剪切共同控制，特别是在微裂纹或缺陷引起的应力集中效应下表现得更为显著；

(4) 使用 FIP 对高温下应力比为 $R=0.1$ 的内部失效模式进行了疲劳寿命预测。结果显示，基于失效模式的寿命预测模型是可靠的，预测结果与实验结果具有较好的一致性。

参考文献

- [1] Lu R G, Zhang X Y, Cheng X, et al. Microstructure Formation and Evolution Mechanism of Laser Rapid Melted Nickel Based Alloy Based on Composition Gradient. *Chin J Lasers*, 2023, 50(4): 197
(鹿荣贵,张馨月,程序等.基于成分梯度的激光快速熔炼镍基合金显微组织形成及演化机理研究.中国激光, 2023,50(04):197)
- [2] Gudivada G, Pandey A K. Recent developments in nickel-based superalloys for gas turbine applications. *J Alloy Compd*, 2023: 171128.
- [3] Zhu L, Yang Y, Zhang J Y, et al. Effect of N_2 on microstructure and mechanical properties of additive manufactured titanium matrix composites. *Chin J Eng*, 2023, 45(9): 1509
(朱磊, 杨勇, 张继元, 等. N_2 对增材制造钛基复合材料组织和性能的影响. 工程科学学报, 2023, 45(9): 1509)
- [4] Yuan Z W, Chang F C, et al. Research Progress of Additive Manufacturing of Nickel-based Superalloys. *Mater Rep*, 2022,36(03):206
(袁战伟, 常逢春, 马瑞, 等. 增材制造镍基高温合金研究进展. 材料导报, 2022,36(03):206)
- [5] Chen N, Zheng D, Niu P, et al. Laser powder bed fusion of GH3536 nickel-based superalloys: Processing parameters, microstructure and mechanical properties. *Mater Charact*, 2023, 202: 113018.
- [6] Bin W U, Liang J, Zhou Y, et al. Influence of laser power on microstructure and tensile property of a new nickel-based

-
- superalloy designed for additive manufacturing. *T Nonferr Metal Soc*, 2023, 33(4): 1124.
- [7] Prost M, Köster A, Missoum-Benziane D, et al. Anisotropy in cyclic behavior and fatigue crack growth of IN718 processed by laser powder bed fusion. *Addit Manuf*, 2023, 61: 103301.
- [8] Ormastroni L M B, Lopez-Galilea I, Pistor J, et al. Very high cycle fatigue durability of an additively manufactured single-crystal Ni-based superalloy. *Addit Manuf*, 2022, 54: 102759.
- [9] Yu Q. *Composition design, microstructure and properties of Ni-based superalloys for Laser additive manufacturing* [Dissertation]. Dalian: Dalian University of Technology, 2022
(于群. 激光增材制造用镍基高温合金的成分设计与组织性能分析[学位论文]. 大连 大连理工大学, 2022)
- [10] Jeong S G, Ahn S Y, Kim E S, et al. Liquation cracking in laser powder bed fusion-fabricated Inconel718 of as-built, stress-relieved, and hot isostatic pressed conditions. *Mat Sci Eng A*, 2023, 888: 145797.
- [11] Mostafaei A, Ghiaasiaan R, Ho I T, et al. Additive Manufacturing of Nickel-based superalloys: a state-of-the-art review on process-structure-defect-property relationship. *Prog Mater Sci*, 2023: 101108.
- [12] Wu S C, Hu Y N, Yang B, et al. Review on Defect Characterization and Structural Integrity Assessment Method of Additively Manufactured Materials. *J Mech Eng*, 2021, 57(22): 3.
(吴圣川, 胡雅楠, 杨冰, 等. 增材制造材料缺陷表征及结构完整性评定方法研究综述. 机械工程学报, 2021, 57(22): 3)
- [13] Liu S Y, Shao S, Guo H, et al. The microstructure and fatigue performance of Inconel 718 produced by laser-based powder bed fusion and post heat treatment. *Int J Fatigue*, 2022, 156: 106700.
- [14] Jiang W, Lu J, Li F, et al. In-situ EBSD investigation of the effect of orientation on plastic deformation behavior of a single crystal superalloy. *Mat Sci Eng A*, 2022, 849: 143453.
- [15] Degnah A, Tabbakh T, Kurdi A, et al. Role of precipitation and solute segregation on micro-scale deformation of additively manufactured Inconel 718. *Mat Sci Eng A*, 2023, 887: 145762.
- [16] Zou T, Liu M, Cai Y, et al. Effect of temperature on tensile behavior, fracture morphology, and deformation mechanisms of Nickel-based additive manufacturing 939 superalloy. *J Alloy Compd*, 2023, 959: 170559.
- [17] Atabay S E, Wanjara P, Bernier F, et al. In Envelope Additive/Subtractive Manufacturing and Thermal Post-Processing of Inconel 718[J]. *Materials*, 2022, 16(1): 1.
- [18] Li X L. *Very-high-cycle fatigue behavior and failure correlation evaluation of turbine Ni-based superalloy in thermomechanical service*. [Dissertation]. Beijing: Beijing Institute of Technology, 2023
(李小龙. 涡轮叶片镍基合金热-力-超高周疲劳行为及失效相关性评估[学位论文]. 北京 北京理工大学, 2023)
- [19] Chen Y, Kong W, Yuan C, et al. The effects of temperature and stress on the high-cycle fatigue properties of a Ni-based wrought superalloy. *Int J Fatigue*, 2023, 172: 107669.
- [20] Li W, Sun R, Wang P, et al. Subsurface faceted cracking behavior of selective laser melting Ni-based superalloy under very high cycle fatigue. *Scripta Mater*, 2021, 194: 113613.
- [21] Liu W, Cheng Y, Sui H, et al. Microstructure-based intergranular fatigue crack nucleation model: Dislocation transmission versus grain boundary cracking[J]. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2023, 173: 105233.
- [22] Xu K, Jiang H, Yan J B, et al. Tensile properties and deformation mechanisms of a solution treated Ni-Fe-based alloy at high temperatures. *Mat Sci Eng A*, 2023, 881: 145418.
- [23] Xia W, Zhao X, Wang J, et al. New strategy to improve the overall performance of single-crystal superalloys by designing a bimodal γ' precipitation microstructure. *Acta Mater*, 2023, 257: 119200.
- [24] Zhou X, Chen J, Ding R, et al. A novel coherent particles-reinforced FCC-based high-entropy superalloy with superior high-temperature compressive properties. *Mat Sci Eng A*, 2023, 872: 144947.
- [25] Bezold A, Vollhüter J, Karpstein N, et al. Segregation-induced strength anomalies in complex single-crystalline superalloys[J]. *Commun Mater*, 2024, 5(1): 1.
- [26] Mao Z, Zhu Y, Zhao Y, et al. High-cycle fatigue failure behavior of nickel-based single crystal alloys with different deviation angles in a high-temperature environment. *Mater Charact*, 2023: 113118.
- [27] Yang W, Qu P, Chen L I U, et al. Temperature dependence of compressive behavior and deformation microstructure of

-
- a Ni-based single crystal superalloy with low stacking fault energy. *T Nonferr Metal Soc*, 2023, 33(1): 157.
- [28] Murakami Y. *Metal fatigue: effects of small defects and nonmetallic inclusions*. 2nd Ed. London: Academic Press, 2019.
- [29] Sartorti R, Möcker T, Kriegesmann B, et al. On non - parametric fatigue optimization. *Int J for Numer Meth Eng*, 2023, 124(5): 1168.
- [30] Fatemi A, Shamsaei N. Multiaxial fatigue: An overview and some approximation models for life estimation. *Int J Fatigue*, 2011, 33(8): 948.

录用稿件，
非最终出版稿