DOI: 10.3901/JME.2020.08.069

激光功率对原位反应增材制造 Nb-16Si 二元合金显微组织的影响*

刘 伟 李 能 任新宇 高 超 熊华平

(中国航发北京航空材料研究院 3D 打印研究与工程技术中心 北京 100095)

摘要: 以平均粒径约 80 μm 的纯 Nb 和纯 Si 粉末为原料, 采用 500 W、750 W、1 000 W 和 1 500 W 功率的激光束为热源, 通过双通道同轴送粉激光熔化沉积(Laser melting deposition, LMD)技术制备了四种 Nb-16Si 二元合金。利用扫描电子显微镜(Scanning electron microscope, SEM)、X 射线能量色散谱仪(Energy dispersive spectrometer, EDS)以及 X 射线衍射仪(X-ray diffraction, XRD)等手段分析了沉积态合金的宏观组织演变与维氏硬度。结果表明, 随 LMD 激光功率由 500 W 增至 1 500 W, 沉积试样表面形貌逐渐趋于光滑, 相对密度由 91.1%增至 98.5%。激光功率对沉积态 Nb-16Si 合金相组成无明显影响, 在激光束的作用下, 纯 Nb 粉末与纯 Si 粉末发生原位反应, 直接合成了室温亚稳态的 Nb_3Si 相和 Nb_{SS} (Niobium solid solution, Nb_{SS})相。激光功率强烈影响 Nb-16Si 合金的显微组织形貌, 随激光功率的增加, 合金中先共晶 Nb_{SS} 相由枝晶状逐渐转变为细小等轴状, 其平均尺寸由约 50 μm 细化至 1 μm 左右, 合金中 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ 共晶组织形态由细小的层片状共晶, 逐渐转变为纳米级的 Nb_{SS} 相弥散分布在 Nb_3Si 基体上的不规则共晶。随激光功率增加, 合金的维氏硬度由 605 HV 逐渐增加至 898 HV。

关键词: Nb-16Si 二元合金; 激光熔化沉积; 激光功率; 原位反应; 显微组织

中图分类号: TG148

Influence of Laser Power on Microstructure of Nb-16Si Binary Alloys Fabricated by In-situ Additive Manufacturing

LIU Wei LI Neng REN Xinyu GAO Chao XIONG Huaping

(3D Printing Research & Engineering Technology Center,

AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095)

Abstract: The high purity Nb powder and Si powder with the average particle size of 80 μm are used as raw powder and four kinds of Nb-16Si binary alloys are fabricated by laser melting deposition of double coaxial powder feeder method with 500 W, 750 W, 1000 W and 1 500 W laser beam as the energy resource. The macro- and micro-structure evolution and Vickers hardness of these alloys are investigated with scanning electron microscope (SEM), X-ray energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction spectrometer (XRD), etc. The results show that with the laser power increasing from 500 W to 1 500 W, the surface morphology of the as-deposited alloys gradually becomes smooth, and the relative density increases from 91.1% to 98.5%. The laser power of LMD has no obvious effect on the phase constitution of Nb-16Si alloys, and the metastable Nb_3Si and Nb_{SS} (Niobium solid solution, Nb_{SS}) phases are synthesized directly by the in-situ reaction between pure Nb powder and pure Si powder under the laser beam heating condition. With the increase of laser power, the morphology of pro-eutectic Nb_{SS} phase changes from dendrite to fine equiaxed gradually, and its average size is also refined from about 50 μm to 1 μm approximately. The microstructure of $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ eutectic in the as-deposited alloys changes from fine lamellar eutectic to irregular eutectic of nanometer Nb_{SS} distributing on Nb_3Si matrix. The Vicker's hardness of as-deposited Nb-16Si alloys increases from 605 HV to 898 HV with the increase of laser power.

Key words: Nb-16Si binary alloys; laser melting deposition; laser power; in-situ reaction; microstructure

* 国家自然科学基金资助项目(51605456, 51775525)。20191225 收到初稿, 20200210 收到修改稿

0 前言

随着先进航空发动机对高推比的迫切需求,研制承温能力超过 1 200 °C 新型超高温结构材料已成为当前材料领域的研究热点之一^[1-2]。Nb-Si 合金以其高熔点、高刚度、低密度及优异的高温强度,承温能力可达 1 200~1 400 °C,被认为是最具潜力替代现有镍基单晶高温合金的超高温结构材料的候选者之一^[2-3]。

Nb-Si 合金由坚硬并在 1 600~1 800 °C 下热动力学稳定的硅化物提供高温强度和蠕变抗力,由具有延性的铌基固溶体相(Niobium solid solution, Nb_{SS})提供合金室温塑韧性^[2-4]。研究显示^[4], Nb-Si 合金通常具有较高的室温强度,如美国 GE 公司开发的多元 Nb-Si 合金从室温到 800 °C 的压缩强度可保持在 1 700 MPa 左右,1 200 °C 下的压缩强度约为 520 MPa,是第二代镍基单晶合金的两倍多。然而,相比于优异的高温强度, Nb-Si 合金的室温延伸率不到 1%, 室温断裂韧性仅为 15~20 MPa·m^{1/2}^[4-5], 成为制约 Nb-Si 超高温结构材料走向工程应用的主要障碍。

组织细化及均匀化是提高合金室温韧塑性的的重要手段之一^[6]。研究表明^[7], 具有细小均匀显微组织的 Nb-Si 合金, 其室温断裂机制由脆性解理断裂向韧窝断裂转变, 有望从根本上解决 Nb-Si 合金室温韧塑性不足的问题。相比传统 Nb-Si 合金的制备方法(如电弧熔炼^[8]、感应熔炼^[9]、熔模铸造^[4]、定向凝固^[10]和粉末冶金^[7]等), 激光熔化沉积(Laser melting deposition, LMD)以移动的高能激光束为热源, 通过快速加热与冷却为合金制备提供了常规手段无法实现的极端非平衡条件^[11-12], 能获得细小、均匀、致密的显微组织, 有望大幅度提高 Nb-Si 合金室温韧塑性^[13]。

DICKS 等^[14]以预合金化粉末为原料, 通过 LMD 制备的 Nb-26Ti-22Si-6Cr-3Hf-2Al(at.%, 下同)合金, 显微组织呈现尺寸 10~20 μm 的 Nb₅Si₃ 相分布于 Nb_{SS} 基体上。LI 等^[15]以混合的纯元素粉末为原料, 采用 LMD 技术制备了 Nb-22Ti-16Si-xZr 合金, 其显微组织中先共晶 Nb_{SS} 相的尺寸为 20~30 μm。可见, 相比铸态 Nb-Si 合金(相尺寸通常为数十或上百微米^[3, 8]), 采用 LMD 技术已显著细化了 Nb-Si 合金的显微组织, 但其相尺寸仍处于几十微米的量级, 显然还需要进一步通过工艺优化, 充分发挥 LMD 快速熔凝特征, 获得更加细小的显微组织, 实

现 Nb-Si 合金综合性能匹配^[16]。

亚共晶 Nb-16Si 二元合金是发展多元 Nb-Si 合金最重要的基础成分之一^[17-18], 本文以 Nb-16Si 二元合金为研究对象, 采用高纯 Nb 粉末和高纯 Si 粉末为原料, 通过 LMD 结合粉末原位反应技术制备 Nb-16Si 二元合金。研究激光功率对原位反应增材制造 Nb-16Si 二元合金显微组织及性能的影响规律, 探讨显微组织形成机理, 为 LMD 制备 Nb-Si 合金的组织及性能优化提供理论与试验依据。

1 试验材料与方法

本试验以粒径不大于 106 μm 的高纯 Nb 粉末(质量分数大于 99.9%)和高纯 Si 粉末(质量分数大于 99.6%)为 LMD 的初始原料粉末。利用德国 Arnold 公司制造的 6 kW 光纤激光加工综合系统, 采用如图 1 所示的双通道同轴送粉 LMD 技术制备 Nb-Si 合金, 即将纯 Nb 粉末和纯 Si 粉末分别置于两个相互独立的送粉器中, 通过调节送粉器的相对送粉速率, 实现目标合金成分控制。

图 1 双通道同轴送粉激光熔化沉积示意图

本试验分别采用 500 W、750 W、1 000 W 和 1500 W 功率的激光为热源, LMD 制备得到尺寸约为 10 mm×10 mm×2 mm 的合金试样, 制备 Nb-Si 合金的工艺参数如表 1 所示。

表 1 LMD 制备 Nb-16Si 合金的工艺参数

工艺参数	数值
光斑直径/mm	0.8
扫描速度/(mm·min ⁻¹)	600
搭接率/mm	0.5
离焦距离/mm	0
Nb 粉末送粉速率/(g/min)	9.46
Si 粉末送粉速率/(g/min)	0.54
激光功率/W	500, 750, 1 000, 1 500

采用阿基米德排水法测量沉积试样的相对密

度,所用仪器为BS210S电子天平,精度为0.000 1 g,水温为 25 ℃,每种材料的密度至少测定 3 组,取其平均值。采用 Quanta 200F 场发射扫描电子显微镜结合 EDS 对原料粉末的形貌、合金的显微组织及微区成分进行分析。采用 Rigaku D/Max 2200PC 型 X-ray 衍射分析仪分析 LMD 制备 Nb-Si 合金的相组成。采用 HXZ-1000 型数字式硬度计测量合金显微维氏硬度,载荷: 9.8 N,保压时间: 15 s,每个试样至少测 5 个数据点,并取其平均值。

2 试验结果与讨论

2.1 粉末形貌, 沉积合金成分与致密度

为保证 LMD 过程中送粉精度,本试验采用筛分法获得平均粒径约为 80 μm ,且粒度分布较窄的纯 Nb 粉末和纯 Si 粉末作为 LMD 用原料粉末,粉末形貌如图 2a 和图 2b 所示。

(a) 纯Nb粉末

(b) 纯Si粉末

图2 LMD 用原料粉末形貌

以不同功率的激光(500 W、750 W、1 000 W 和 1 500 W)为热源,LMD 制备得到的 Nb-Si 二元合金的化学成分见表 2。四种合金的成分在 Nb-(15.3 at.%~16.7 at.%)Si 范围之内,均接近 Nb-16Si。可见,以平均粒径为 80 μm 的纯 Nb 粉和纯 Si 粉为原料粉末,采用双通道同轴送粉的方式,通过调控 Nb 粉末和 Si 粉末的送粉速率,可得相应成分的 Nb-Si 合金。但同时可知,当激光功率过高时,Si 元素烧损仍存在于 LMD 过程中。例如,当激光功率提高至 1 500 W 时,由于 Si 元素烧损量的

增加,4 号合金中的 Si 含量降至 15.3 at.%,与目标成分偏差约 4%,但仍处于可接受范围内。

表2 LMD 制备 Nb-16Si 二元合金的化学成分与相对密度

试样	激光功率/W	化学成分(原子分数)(%)	相对密度(%)
1 号	500	Nb-15.9Si	91.1
2 号	750	Nb-16.7Si	95.0
3 号	1 000	Nb-16.3Si	97.9
4 号	1 500	Nb-15.3Si	98.5

不同功率制备的 Nb-16Si 合金试样的宏观形貌见图 3。比较可知,激光功率对 LMD 制备的合金试样表面形貌具有较强烈的影响。其中 500 W 激光功率制备得到的合金试样,其表面形貌十分粗糙、多孔洞,表明存在明显的未熔化现象(图 3a)。随激光功率增加,沉积试样表面粗糙度逐渐降低,1 500 W 时(图 3d),合金表面较为平整光滑。这主要是由于本试验以纯 Nb 粉末为原料,而 Nb 是一种典型的难熔金属,其熔点高达 2 468 ℃^[15]。当激光功率较低,且扫描速度仍较快时,过小的热输入无法使高熔点 Nb 粉完全熔化,此时合金熔体的黏度较高,流动性较差,导致在凝固过程中残留了大量未完全熔化的粉末颗粒和气孔,因此合金的相对密度也较低,仅为 91.1%(表 2)。随激光功率由 750 W 提高至 1 500 W,合金熔体的流动性逐渐提高,试样表面形貌趋于光滑,合金的相对密度也由 95.0%增至 98.5%。

(a) 500 W

(b) 750 W

(c) 1 000 W

(d) 1 500 W

图3 不同功率制备的 Nb-16Si 合金试样的宏观形貌

2.2 显微组织分析

不同功率制备得到的四种 Nb-16Si 沉积态合金的 X 射线衍射图谱见图 4。由图 4 可知,四种合金的 XRD 图谱均仅检测出 BCC 结构的 Nb 相(JCPDS

34-0370)和四方结构的 Nb_3Si 相(JCPDS 22-0763)的特征衍射峰,未出现其他任何硅化物(如 Nb_5Si_3)、纯 Si 或杂质的衍射峰。可见,激光功率对 LMD 制备 Nb-16Si 合金的相组成无明显影响,四种 Nb-16Si 沉积合金均仅由 Nb_{SS} 和 Nb_3Si 两相组成。同时可推测,纯 Nb 和纯 Si 原料粉末在激光的作用下发生了原位反应,在合金中直接合成了 Nb_3Si 相。

由 Nb-Si 二元平衡相图^[19]可知, Nb-16Si 合金室温相组成应为 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_5\text{Si}_3$ 相,而本试验制备得到的 Nb-16Si 合金中的硅化物为室温亚稳态的 Nb_3Si 相。这主要是由于在 Nb-Si 二元合金中的 Nb_5Si_3 相是通过 Nb_3Si 相在 1 667 °C 发生共析转变($\text{Nb}_3\text{Si} \rightarrow \text{Nb}+\text{Nb}_5\text{Si}_3$)而形成的。由相图可知, Si 元素在 Nb_{SS} 中的固溶度变化很小^[19],并且 Si 元素在 Nb_3Si 和 Nb_5Si_3 相中的含量没有变化,这意味着该共析转变主要取决于 Si 在 Nb_3Si 和 Nb_5Si_3 反应界面的扩散速度和 Si 在 Nb_3Si 中的体扩散速度。然而, Nb_3Si 相的熔点高达 1 980 °C, Si 在 Nb_3Si 中的扩散激活能太大,扩散速率较低。研究表明^[20], Nb_3Si 相共析分解需要的条件十分苛刻,且十分缓慢,在其 TTT 曲线的鼻点温度(约 1 500 °C),二元 Nb-Si 合金中的 Nb_3Si 相需要保温 100 h 才能完全转变。由于 LMD 是一种典型的快速非平衡凝固过程^[11, 16],使得上述固态相变更加难以发生,致使 $\text{Nb}_3\text{Si} \rightarrow \text{Nb}+\text{Nb}_5\text{Si}_3$ 共析分解完全被抑制,亚稳态的 Nb_3Si 相全部被保留到室温,因此在 LMD 制备的二元亚共晶 Nb-16Si 合金中未形成室温热力学稳定的 Nb_5Si_3 相。

图 4 不同功率制备的 Nb-16Si 合金的 X 射线衍射图谱

图 5 是不同激光功率制备的四种 Nb-16Si 合金的背散射电子图像。由图 5 可知,四种沉积态合金的显微组织均呈现出两种不同的衬度区域,即白色区域和灰色区域。微区成分分析结果(表 3)表明,合金中白色区域的 Si 含量较少,而 Nb 原子分数大于 94.5%,可推测其为 Nb_{SS} 相。灰色区域中的 Si 原子分数在 17.15%~19.32%,而 Nb_3Si 相中 Si 原子分

数为 25%,因此图 5 中的灰色区域并不是单一的 Nb_3Si 相。由显微组织的高倍率图像(图 5b, 5d, 5e, 5f)可观察到,灰色区域主要是由白色相和深色相交替排列构成。根据 XRD 分析结果,结合 Nb-Si 二元相图^[19], Nb 与 Nb_3Si 的共晶点为 Si: 18.2%(原子分数),可推测,合金中的灰色区域应为 Nb+ Nb_3Si 的共晶组织。然而由于 EDS 分辨率的限制(对尺寸小于 1 μm 的相,难以准确分析其化学成分),难以对共晶组织中白色相和灰色相单独进行成分分析。

表 3 不同激光功率制备 Nb-16Si 合金组成相成分

试样	区域	Si 的原子 分数(%)	Nb 的原子 分数(%)	相推测
1 号 500 W	① 白色(颗粒)	0	100	Nb
	② 灰色	17.15	82.85	Nb/ Nb_3Si 共晶
	③ 白色(枝晶)	0.32	99.68	Nb_{SS}
2 号 750 W	① 白色	2.01	97.99	Nb_{SS}
	② 灰色	18.29	81.71	Nb/ Nb_3Si 共晶
3 号 1 000 W	① 白色	3.20	96.80	Nb_{SS}
	② 灰色	19.32	80.68	Nb/ Nb_3Si 共晶
4 号 1 500 W	① 白色	5.32	94.68	Nb_{SS}
	② 灰色	18.94	81.06	Nb/ Nb_3Si 共晶

采用 500 W 激光功率制备的 Nb-16Si 合金的显微组织如图 5a、5b 所示。合金以 Nb+ Nb_3Si 层片状共晶组织为基体,基体上分布着大量的尺寸约 50~80 μm 的白色颗粒状相,其化学成分为 100% 的 Nb 元素(表 3),表明其为纯 Nb 颗粒。这进一步证明了在激光功率较低条件下, LMD 过程的热输入不能使难熔金属 Nb 粉末完全熔化,这也与该沉积试样宏观形貌(图 3a)的观测结果一致,可见在其他工艺参数不变的条件下,500 W 激光功率不能满足 LMD 制备 Nb-16Si 合金的热输入要求。此外,由其显微组织的高倍率图像(图 5b)可知,该合金中还存在尺寸较小的枝晶状 Nb 相,其化学成分为 Nb-0.32 at.% Si(表 3),这是完全熔化的 Nb 与 Si 发生原位反应,并快速凝固所形成的先共晶 Nb_{SS} 相。

750 W 激光功率制备的 Nb-16Si 合金的显微组织如图 5c、5d 所示,显微组织中未观察到颗粒状的 Nb 相,表明在该 LMD 制备工艺条件下,纯 Nb 粉末和纯 Si 粉末已完全熔化,并在高能激光束的作用下发生了原位反应。该沉积态合金试样的显微组织同样以层片状 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ 共晶为基体,由图 5d 可知,该共晶片层十分细小,单一片层厚度仅为 80~500 nm。在 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ 共晶基体上分布着枝晶状的先共晶 Nb_{SS} 相,其一次枝晶臂较长,能达到 50 μm 以上,并具备较发达的二次枝晶,枝晶臂的长度为 1~5 μm 。

图 5e、5f 是 1 000 W 激光功率制备的 Nb-16Si

合金显微组织, 该合金显微组织同样呈现出先共晶 Nb_{SS} 相均匀分布于 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ 共晶组织基体中。与 500 W 和 750 W 功率制备的 Nb-16Si 合金不同的是, 1 000 W 功率制备的 Nb-16Si 合金中先共晶 Nb_{SS} 相已无明显的枝晶特征, 趋于近等轴状形貌, 尺寸为 2~5 μm 。这可能是由于随激光功率的增加, 使合金熔体在凝固过程中的温度梯度加大^[21], 降低了其成分过冷倾向, 抑制了枝晶的生长。此外, 由图 5f 可知, 该合

金的共晶组织的形态也不再是低功率(500 W 和 750 W)制备得到的层片状共晶, 而呈现出纳米尺度的 Nb_{SS} 相分布在 Nb_3Si 相中的一种不规则共晶组织形态。这可能是由于激光功率增加, 使凝固过程中液固界面前沿的温度梯度更加陡峭, 导致硅化物的各向异性生长减弱, 表现出非小平面或弱小平面的生长特点。相关研究结果同样表明^[22], 温度梯度对 Nb-Si 合金中硅化物的生长方式具有显著影响。

图 5 不同激光功率制备下的 Nb-16Si 合金的背散射电子图像

激光功率增加至 1 500 W 时, LMD 制备的 Nb-16Si 合金的显微组织如图 5g、5h 所示。该合金同样以 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ 不规则共晶组织为基体, 弥散分布着平均尺寸仅约 1 μm 的近等轴状先共晶 Nb_{SS} 相。对比图 5e、5f 和图 5g、5h 可知, 1 500 W 制备的 Nb-16Si 合金中的 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ 共晶组织和先共晶 Nb_{SS} 相都得到了进一步的细化, 这表明提高激光功率有利于 Nb-Si 合金显微组织的细小均匀化。产生这一现象的原因, 一方面可能是由于随激光功率的增加, 合金熔体的温度梯度增加, 导致更快的凝固速率, 进而细化组织; 另一方面, 在较高量的激光束作用下, 纯 Nb 粉末与纯 Si 粉末快速熔化并充分发生反应, 直接原位合成 Nb_{SS} 与 Nb_3Si 相, 也是促使 Nb-Si 合金显微组织细化的重要因素^[6, 12]。

随激光功率增加, 原位反应增材制造 Nb-16Si 二元合金的显微组织中先共晶 Nb_{SS} 相由枝晶状逐渐转变为细小等轴状, 其尺寸也细化至约 1 μm 。而传统电弧熔炼制备的 Nb-Si 合金中先共晶 Nb_{SS} 相的尺寸将达到几十至数百微米量级^[3-4]。众所周知, 合金凝固方式和显微组织的尺度主要取决于温度梯度 G 和凝固速度 R ^[23]。 G/R 值决定了凝固过程中液固界面前沿的成分过冷程度, 进而控制合金的凝固方式; $G \cdot R$ 值与合金显微组织的尺度正相关^[23]。由于激光制造的工艺特点, LMD 过程具有十分陡峭的温度梯度和较大的生长速度, 文献报道^[24]在 LMD 过程中熔池的平均温度梯度能达到 10^6 $^{\circ}\text{C}/\text{m}$ 数量级, 凝固速度也在米每秒的量级, 均远大于传统熔铸工艺^[12]。根据经典的 Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) 方程^[25], 随温度梯度和生长速度的增大, 合金凝固过程中的形核率将显著增加。此外, 在 LMD 过程中, Nb-Si 合金熔体能直接在已形成区域表面形核, 这种非均匀形核将显著降低形核阻力, 有助于增加凝固过程中的形核率。同时, 激光作用下 Nb 和 Si 粉末的原位反应进一步细化了反应产物的显微组织^[12, 26-28]。因此, 本文通过原位反应 LMD 技术获得了显微组织十分细小的 Nb-Si 合金。文献[7]表明, 具有细小显微组织的 Nb-Si 合金, 其室温断裂机制可由脆性解理断裂向韧窝断裂转变, 从而改善合金的室温韧性。

2.3 维氏硬度分析

不同激光功率制备的 Nb-16Si 合金的维氏硬度值如图 6 所示。由于沉积态 Nb-16Si 合金显微组织中 Nb_{SS} 和 Nb_3Si 相的尺寸均比较细小, 因此该维氏硬度的测量值可认为是沉积态 Nb-16Si 合金的硬度值, 而非 Nb_{SS} 或 Nb_3Si 单个物相的硬度。由图 6 可

知, 随激光功率增加, 合金的维氏硬度由 605 HV 逐渐增加至 898 HV。

随激光功率提高, 沉积态 Nb-16Si 合金维氏硬度值的增加可归结于以下因素: ①随激光功率增加, 合金致密度逐渐增加(表 2); ②随激光功率增加, 显微组织变得细小均匀(图 5), 根据 Hall-Petch 公式, 晶粒越细小, 单位体积所包含的晶界越多, 位错阻滞效应越明显, 材料的室温强度和硬度越高^[26, 29]; ③随激光功率增加, 固溶强化效果增强。EDS 分析结果(表 3)表明, 激光功率由 500 W 增至 1 500 W 时, Nb_{SS} 中固溶的 Si 原子分数, 由 0.32% 增加至 5.32%。

图 6 不同激光功率制备的 Nb-16Si 合金的维氏硬度

3 结论

本文以平均粒径约为 80 μm 的纯 Nb 粉末和纯 Si 粉末为原料, 采用 500~1 500 W 不同激光功率为热源, 通过 LMD 结合粉末原位反应技术制备了四种条件下的 Nb-16Si 二元合金, 获得如下主要结论。

(1) 随激光功率由 500 W 提高至 1 500 W, LMD 过程中合金熔体的流动性逐渐提高, 沉积合金试样表面形貌逐渐趋于光滑, 合金的相对密度由 91.1% 增至 98.5%。

(2) 激光功率不影响 LMD 制备 Nb-16Si 合金的相组成, 纯 Nb 粉末和纯 Si 粉末在激光束的作用下, 发生原位反应, 直接合成 Nb_{SS} 相和室温亚稳态的 Nb_3Si 相。

(3) 激光功率强烈影响合金的显微组织形貌, 随激光功率由 500 W 增加至 1 500 W, 合金中先共晶 Nb_{SS} 相由枝晶状逐渐转变为细小等轴状, 其尺寸也由约 50 μm 细化至 1 μm 左右。 $\text{Nb}_{\text{SS}}+\text{Nb}_3\text{Si}$ 共晶组织形貌由细小的层片状共晶逐渐转变为纳米级的 Nb_{SS} 弥散分布在 Nb_3Si 基体上的不规则共晶。

(4) 随激光功率的增加, 合金致密度逐渐提高, 显微组织呈细小均匀化趋势, Si 元素的固溶强化效

果增强等因素的共同作用, Nb-16Si 二元合金的维氏硬度由 605 HV 增加至 898 HV。

参 考 文 献

- [1] 刘大响. 一代新材料, 一代新型发动机: 航空发动机的发展趋势及其对材料的需求[J]. 材料工程, 2017, 45(10): 1-5.
- LIU Daxiang. One generation of new material, one generation of new type engine: Development trend of aero-engine and its requirements for materials[J]. Journal of Materials Engineering, 2017, 45(10): 1-5.
- [2] WADSWORTH J. The evolution of technology for structural materials over the last 50 years[J]. JOM, 2007, 59(2): 41-47.
- [3] 沙江波. Nb-Si 基超高温合金研究进展[J]. 航空制造技术, 2010(14): 58-61.
- SHA Jiangbo. Research progress of Nb-Si ultra high temperature alloy[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2010(14): 58-61.
- [4] BEWLAY B P, JACKSON M R, SUBRAMANIAN P R, et al. A review of very-high-temperature Nb-silicide-based composites[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2003, 34(10): 2043-2052.
- [5] 张虎, 原赛男, 周春根, 等. Nb-Si 金属间化合物基超高温合金研究进展[J]. 航空学报, 2014, 35(10): 2756-2766.
- ZHANG Hu, YUAN Sainan, ZHOU Chungeng, et al. Research progress on ultra-high-temperature Nb-silicide-based alloys[J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2014, 35(10): 2756-2766.
- [6] 李能, 熊华平, 秦仁耀, 等. 原位反应制备 $Ti_2AlNb/TiC+Ti_3SiC_2$ 梯度材料的激光熔覆组织及成形机理[J]. 机械工程学报, 2018(8): 144-150.
- LI Neng, XIONG Huaping, QIN Renyao, et al. Microstructure and mechanism of $Ti_2AlNb/TiC+Ti_3SiC_2$ gradient materials by in-situ reaction laser cladding[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2018(8): 144-150.
- [7] LIU W, SHA J B. Failure mode transition of Nb phase from cleavage to dimple/tear in Nb-16Si-based alloys prepared via spark plasma sintering[J]. Materials & Design, 2016, 111: 301-311.
- [8] SHA J, YANG C, LIU J. Toughening and strengthening behavior of an Nb-8Si-20Ti-6Hf alloy with addition of Cr[J]. Scripta Materialia, 2010, 62(11): 859-862.
- [9] LI X, CHEN H, SHA J, et al. The effects of melting technologies on the microstructures and properties of Nb-16Si-22Ti-2Al-2Hf-17Cr alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527(23): 6140-6152.
- [10] WANG Y, GUO X, QIAO Y. Interactions between Nb-Si based ultrahigh temperature alloy and yttria matrix mould shells[J]. Materials & Design, 2017, 116: 461-471.
- [11] 李青宇, 张航, 李涤尘, 等. 激光增材制造 WNbMoTa 高性能高熵合金[J]. 机械工程学报, 2019, 55(15): 10-16.
- LI Qingyu, ZHANG Hang, LI Dichen, et al. Manufacture of WNbMoTa high performance high-entropy alloy by laser additive manufacturing[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2019, 55(15): 10-16.
- [12] LIU W, XIONG H P, LI N, et al. Microstructure characteristics and mechanical properties of Nb-17Si-23Ti ternary alloys fabricated by in situ reaction laser melting deposition[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2018, 31(4): 362-370.
- [13] 刘伟, 李能, 周标, 等. 复杂结构与高性能材料增材制造技术进展[J]. 机械工程学报, 2019, 55(20): 128-151, 159.
- LIU Wei, LI Neng, ZHOU Biao, et al. Progress in additive manufacturing on complex structures and high-performance materials[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2019, 55(20): 128-151, 159.
- [14] DICKS R, WANG F, WU X. The manufacture of a niobium/niobium-silicide-based alloy using direct laser fabrication[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209(4): 1752-1757.
- [15] LI Y, LIN X, HU Y, et al. Zirconium modified Nb-22Ti-16Si alloys fabricated by laser additive manufacturing: Microstructure and fracture toughness[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 783: 66-76.
- [16] LI N, HUANG S, ZHANG G, et al. Progress in additive manufacturing on new materials: A review[J]. Journal of Materials Science and Technology, 2019, 35(2): 242-269.
- [17] LIU Wei, SHA Jiangbo. Effect of Nb and Nb_5Si_3 powder size on microstructure and fracture behavior of an Nb-16Si alloy fabricated by spark plasma sintering[J]. Metallurgical & Materials Transactions A, 45(10): 4316-4323.
- [18] 刘伟, 熊华平, 李能, 等. 激光熔化沉积工艺对 Nb-16Si 二元合金显微组织的影响[J]. 材料工程, 2018, 46(2): 27-33.
- LIU Wei, XIONG Huaping, LI Neng, et al. Effect of preparation process on microstructure of Nb-16Si binary

- alloys fabricated by laser melting deposition[J]. Journal of Materials Engineering, 2018, 46(2): 27-33.
- [19] SCHLESINGER M E, OKAMOTO H, GOKHALE A B, et al. The Nb-Si (Niobium -Silicon) system[J]. Journal of Phase Equilibria, 1993, 14(4): 502-509.
- [20] MITRA R. Mechanical behaviour and oxidation resistance of structural silicides[J]. International Materials Reviews, 2006, 51(1): 13-64.
- [21] LI Y, GU D. Thermal behavior during selective laser melting of commercially pure titanium powder : Numerical simulation and experimental study[J]. Additive Manufacturing, 2014, 1: 99-109.
- [22] LI Y, MIURA S, OHSASA K, et al. Ultrahigh-temperature Nb₅₅/Nb₅Si₃ fully-lamellar microstructure developed by directional solidification in OFZ furnace[J]. Intermetallics, 2011, 19(4): 460-469.
- [23] FLEMINGS M C. Solidification processing[J]. Metallurgical Transactions, 1974, 5(10): 2121-2134.
- [24] LI J, WANG H. Microstructure and mechanical properties of rapid directionally solidified Ni-base superalloy Rene' 41 by laser melting deposition manufacturing[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527(18): 4823-4829.
- [25] AVRAMI M. Interfacial electrochemistry : Theory , experiment, and applications[J]. J. Chem. Phys., 1939, 7: 1103-1112.
- [26] LI S N, XIONG H P, LI N, et al. Mechanical properties and formation mechanism of Ti/SiC system materials fabricated by in-situ reaction laser cladding[J]. Ceramics International, 2017, 43(1): 961-967.
- [27] LI N, XIONG Y, XIONG H P, et al. Microstructure, formation mechanism and property characterization of Ti+SiC laser cladde coatings on Ti6Al4V alloy[J]. Materials Characterization, 2019, 148: 43-51.
- [28] LI N, LIU W, XIONG H P, et al. In-situ reaction of Ti-Si-C composite powder and formation mechanism of laser deposited Ti6Al4V/(TiC+Ti₃SiC₂) system functionally graded material[J]. Materials and Design, 2019, 183: 108155.
- [29] HANSEN N. Hall-Petch relation and boundary strengthening[J]. Scripta Materialia, 2004, 51(8): 801-806.

作者简介: 刘伟, 男, 1984 年出生, 博士, 高级工程师。主要研究方向为金属材料与构件增材制造技术。

E-mail: liuwei2011621@sina.com

熊华平(通信作者), 男, 1969 年出生, 博士, 研究员, 博士研究生导师。主要研究方向为航空焊接技术和激光增材制造等。

E-mail: xionghuaping69@sina.cn; xionghp69@163.com