

doi: 10.11933/j.issn.1007-9289.20181210002

激光熔覆低温相变合金熔覆层的热疲劳性能

刘焜, 陈希章, 徐淑文

(温州大学 机电工程学院, 温州 325035)

摘要: 采用激光熔覆技术在 Q235 表面制备低温相变合金熔覆层。采用金属热疲劳的试验方法, 对低温相变合金 (Low temperature transformation, LTT1, LTT2) 熔覆层进行热疲劳实验, 热循环次数分别为 N=4000、4500、5000 和 6000, 采用单纯的热应力, 加热和水淬交替进行, 设置上限温度为 600 °C, 下限温度为室温, 加热到上限温度并保温 55 s, 循环水冷却时间 10 s。利用 3 D 激光共聚焦显微镜对低温相变合金 (LTT1, LTT2) 热疲劳实验后的熔覆层表面裂纹加以观察; 利用电子背散射衍射 (Electron back scattered diffraction, EBSD) 技术研究试样疲劳裂纹附近晶粒形貌及裂纹扩展趋势。结果表明: 热疲劳裂纹主要与冷热循环次数有关, 随着热循环次数的增加, 熔覆层表面裂纹密度也随之增大且相互交错贯通, 当循环次数达到 6000 次时, LTT1 熔覆层裂纹深度相对热循环次数为 4500 次时增大了 43.2%, 裂纹平均深度达到了 210.3 μm; 裂纹方向沿晶界扩展; 合金元素的配比影响合金的热疲劳性能。

关键词: 激光熔覆; 热疲劳; 裂纹

中图分类号: TG174.44

文献标志码: A

文章编号: 1007-9289(2019)03-0123-07

Thermal Fatigue Properties of Low Temperature Transformation Alloys Coating by Laser Cladding

LIU Kun, CHEN Xizhang, XU Shuwen

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Wenzhou University, Wenzhou 325035, China)

Abstract: The low-temperature transformation alloy cladding layer was prepared on the Q235 substrate by laser cladding technique. The thermal fatigue test of the low temperature transformation alloy (LTT1, LTT2) cladding layer was carried out by the metal thermal fatigue test method. Using simple thermal stress, heating and water were quenching alternately, where in the number of thermal cycles are 4000, 4500, 5000, 6000, respectively. Alternately with water quenching, the upper limit temperature is set to 600 °C and the lower limit temperature is at room temperature, heated to the upper limit temperature and kept for 55 s, and the circulating water cooling time was 10 s. The surface crack of the cladding layer after thermal fatigue test of low temperature transformation alloy (LTT1, LTT2) were observed by 3 D laser confocal microscopy. The grain morphology and crack propagation trend of the crystallization near the fatigue crack of the sample were studied by electron backscattered diffraction (EBSD) technique. Results show that the thermal fatigue crack is mainly related to the number of thermal cycles. With the increase of the number of thermal cycles, the surface crack density of the cladding layer also increases and crosses each other. When the number of cycles reaches 6000, the crack depth of the LTT1 cladding layer increases by 43.2% compared with the number of thermal cycles of 4500 times, and the average crack depth reaches 210.3 μm. The crack direction expands along the grain boundary. The ratio of alloying elements affects the thermal fatigue properties of the alloy.

Keywords: laser cladding; thermal fatigue; cracks

收稿日期: 2018-12-10; 修回日期: 2019-04-17

通信作者: 陈希章 (1976—), 男 (汉), 教授, 博士; 研究方向: 焊接与表面处理; E-mail: Chenxizhang@wzu.edu.cn

基金项目: 国家自然科学基金 (51575401); 浙江省自然科学基金 (LY16E050007)

Fund: Supported by National Natural Science Foundation of China (51575401) and Zhejiang Provincial Natural Science Foundation (LY16E050007)

引用格式: 刘焜, 陈希章, 徐淑文. 激光熔覆低温相变合金熔覆层的热疲劳性能[J]. 中国表面工程, 2019, 32(3): 123-129.

LIU K, CHEN X Z, XU S W. Thermal fatigue properties of low temperature transformation alloys coating by laser cladding[J]. China Surface Engineering, 2019, 32(3): 123-129.

0 引言

在工业生产中,零件失效的很大一部分原因是由于受热载荷影响出现冷热疲劳失效^[1-2]。疲劳裂纹的萌生及扩展对于零件的安全使用存在着巨大的威胁。以铸件为例,模具反复受到熔融合金的加热和冷却介质(脱模剂、空气等)的冷却而产生的交变热应力及腐蚀作用,使模具表面产生热熔损和热疲劳失效,其中热疲劳失效占总失效的比例达到60%~70%^[3]。当温度按照一定的规律往复变化时,金属试样内部会因冷热收缩而产生热应力或热应变循环,在经历长期的应力应变循环就会造成疲劳破坏,这样的现象称为热疲劳。热疲劳裂纹是由试样表面温度的快速变化引起的^[4-5]。低温相变材料通过添加的合金及其含量大小来影响马氏体相变开始温度,使其在较低的温度下发生相变。已有研究表明低温相变材料能够显著降低残余应力^[6-7],之前课题组在焊接、等离子熔敷等方面的研究也表明能够降低残余应力与提高耐磨性等^[8-9]。

与传统喷涂工艺相比(热喷涂和等离子喷焊等),采用激光熔覆成形具有组织晶粒细小,熔覆层合金元素变化小,可以与基材形成牢固的冶金结合,对基体组织性能影响少,激光熔覆热影响区小,工件变形小等特点^[10-11]。为此,文中针对低温相变合金出现的冷热疲劳失效,选用的激光熔覆粉末合金体系主要是通过添加合金元素降低马氏体相变温度。分析不同热循环次数下,热疲劳裂纹的萌生扩展机理。

1 材料及方法

1.1 试验材料

试验以 Ni-Cr 两种降低马氏体相变温度的元素为主加元素,保证了熔覆层具有低温相变的特征。另外添加 Si、Mn、Mo、Cu 和 V 等微量元素,有助于提高熔覆层的综合性能。在之前的研究基础之上^[12],综合分析合金体系中各元素对相变点的影响,确定具有相同合金系统但元素含量不同的两种合金粉末 LTT1 和 LTT2,并根据以往的经验公式计算相变点^[8,12],计算得出 LTT1 与 LTT2 的相变点分别为 195.78 和 127.78 °C。通过雾化方式制备,粉末粒度为 500 目,粉末颗粒形貌如图 1 所示。熔覆试验基材是尺寸为 100 mm×100 mm×10 mm 的低碳钢 Q235。两种合金粉末 LTT1、LTT2 以及 Q235 钢的化学成分如表 1 所示。

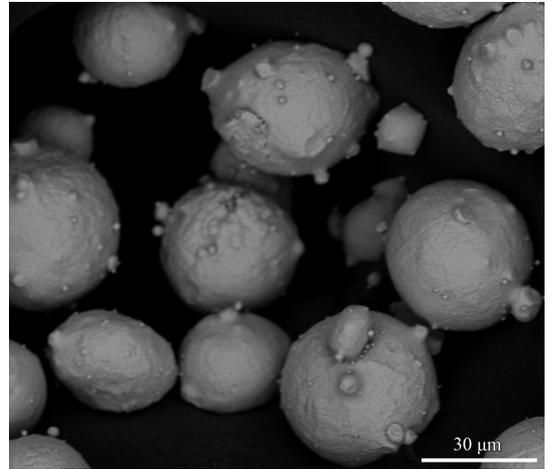


图 1 熔覆粉末颗粒形貌

Fig.1 Particle morphology of powder cladding

表 1 熔覆粉末和 Q235 钢的化学成分

Table 1 Chemical composition of cladding powder and Q235 steel

	C	Ni	Cr	Si	Mn	Mo	Cu	Ti	V	Ce	Fe	P	S
LTT1	0.03	6.06	7.81	0.28	1.22	2.33	0.5	0.11	0.07	0.17	Bal.		
LTT2	0.03	9.34	8.68	0.38	1.16	2.32	0.53	0.07	0.56	0.43	Bal.		
Q235	0.16			0.14	0.53						Bal.	0.031	0.026

1.2 试验方法

激光熔覆的主要工艺参数:功率 P 为 2800 W,熔覆速度 V_s 为 7 mm/s,粉盘转速 V_f 为 1 r/min,氩气流量为 8 L/min。用线切割沿垂直于熔覆方向截取两组合金粉末的熔覆层试样上切取热疲劳试样,形状和尺寸如图 2 所示。对 LTT1 和 LTT2 低

温相变合金熔覆层进行热疲劳试验,热循环次数分别为 $N=4000, 4500, 5000$ 和 6000,采用单纯的热应力,加热和水淬交替进行,设置上限温度为 600 °C,下限温度为室温,加热到上限温度并保温 55 s,循环水冷却时间 10 s。热疲劳试验的温度循环如图 3 所示,图中 θ_{max} 和 θ_{min} 分别表示

上限温度和下限温度, t_1 和 t_2 分别表示加热时间和冷却时间, T 表示一个热循环。在热疲劳试验前, 先将热疲劳试样进行抛光, 在光学显微镜下观察缺口及附近区域以无裂纹为合格。利用 3D 共

聚焦显微镜中的测距功能对热循环后的裂纹长度进行测量, 选择每个试样表面固定区域 A、B、C 内的裂纹, 取各个区域均值绘制熔覆层试样热疲劳 $a-N$ 曲线。

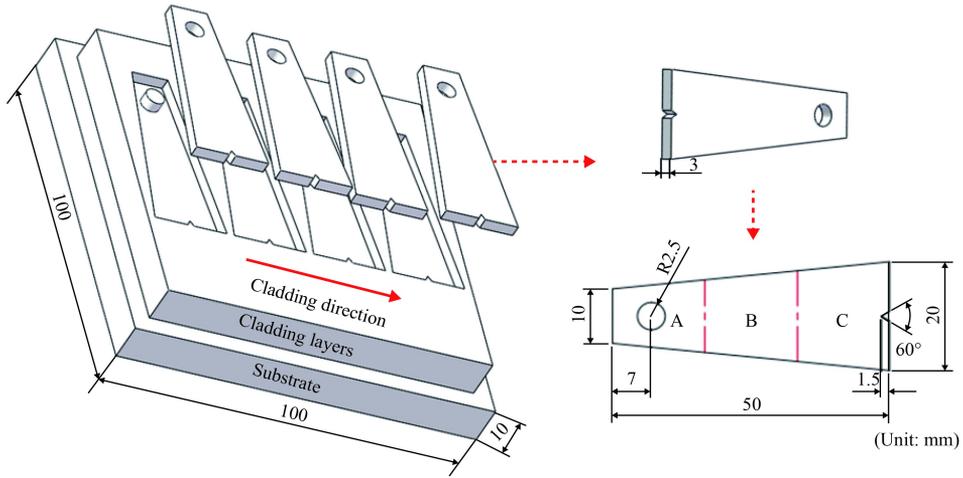


图2 热疲劳试样示意图

Fig.2 Schematic diagram of the thermal fatigue sample

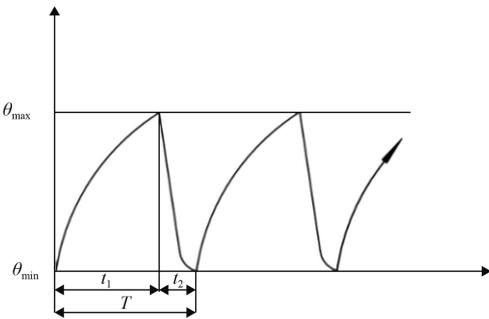


图3 热循环波形图

Fig.3 Waveform of the thermal cycle

用线切割从热循环次数为 $N=4000$ 、4500、5000 和 6000 的熔覆层试样中截取规格为 $10\text{ mm} \times 7\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 的电子背散射衍射 (EBSD) 试样。测试参数为: 加速电压 20.0 kV, 倾斜角度 70° , 步长为 $0.6\ \mu\text{m}$, 以确保适当的空间分辨率。使用牛津 HKL EBSD Channel 5 对热疲劳熔覆层试样进行取向成像分析, 研究热疲劳熔覆试样在不同循环次数下的晶界取向差分布, 对裂纹区域附近的晶粒进行分析。

2 结果分析

2.1 热疲劳裂纹

利用 3D 激光共聚焦显微镜观察热疲劳试验后的试样表面裂纹, 图 4 为 LTT1 熔覆层在上限温

度为 $600\ ^\circ\text{C}$, 不同循环次数下热疲劳试验后的表面裂纹情况。可以看出: 随着循环次数的增大, 试样表面裂纹分布的密度逐渐增大, 并且裂纹的宽度与长度也在增大。当循环次数为 4000 次时, 在拍摄区域的下方有细小裂纹萌生, 裂纹少并且较窄, 裂纹的宽度在 $70\sim 100\ \mu\text{m}$ 区间占比达到 74.3%。当循环次数为 4500 次时裂纹数量增长并且长度和宽度均有所增加, 裂纹发生明显的扩展, 裂纹的宽度在 $220\sim 250\ \mu\text{m}$ 区间的占比达到 78.9%。随着循环次数的继续上升, 当循环次数为 5000 次时, 裂纹扩展长度增大, 不同裂纹间相互交错; 裂纹的宽度在 $220\sim 250\ \mu\text{m}$ 区间占比与循环次数为 4500 次时无明显差异; 当循环次数达到 6000 次时, 熔覆层表面裂纹密度较大, 裂纹之间相互交错贯通, 形成明显的折线状, 裂纹扩展长度增大, 且裂纹深度相对热循环次数为 4500 次时增大了 43.2%, 裂纹平均深度达到了 $210.3\ \mu\text{m}$ 。分析认为: 试验刚开始, 试样尚未产生裂纹, 但在冷却的过程中, 试样淬水部分所受到约束的面积最大。当裂纹形成后, 试样的约束状态会发生变化致使试样表面的应力重新分布。而随着裂纹扩展长度的增加到一定程度时, 会引起局部约束比减小, 使得应力松弛, 致使裂纹扩展变得缓慢。在整个热疲劳试验中, 由于试样的加热和冷

却是循环进行的且冷却淬水的时间较短,会导致试样的表面与内部的温差较大。当试样在淬入冷却水后,试样表面温度瞬间降低,导致表面会急剧收缩,然而试样的内部仍然处于高温膨胀的状态。冷却过程中会受到内部高温膨胀拘束作用,材料相变产生的体积膨胀在受拘束作用时将在熔

覆试样内部产生相变应力。试样在加热时,情况恰好相反。由于温差的原因,当表面热应力大于材料的断裂强度时,就会产生表面裂纹,这也是试样的热疲劳裂纹往往首先形成于试样表面的原因。在此热疲劳试验过程中,疲劳裂纹的萌生和扩展,是上述两种热应力共同作用的结果。

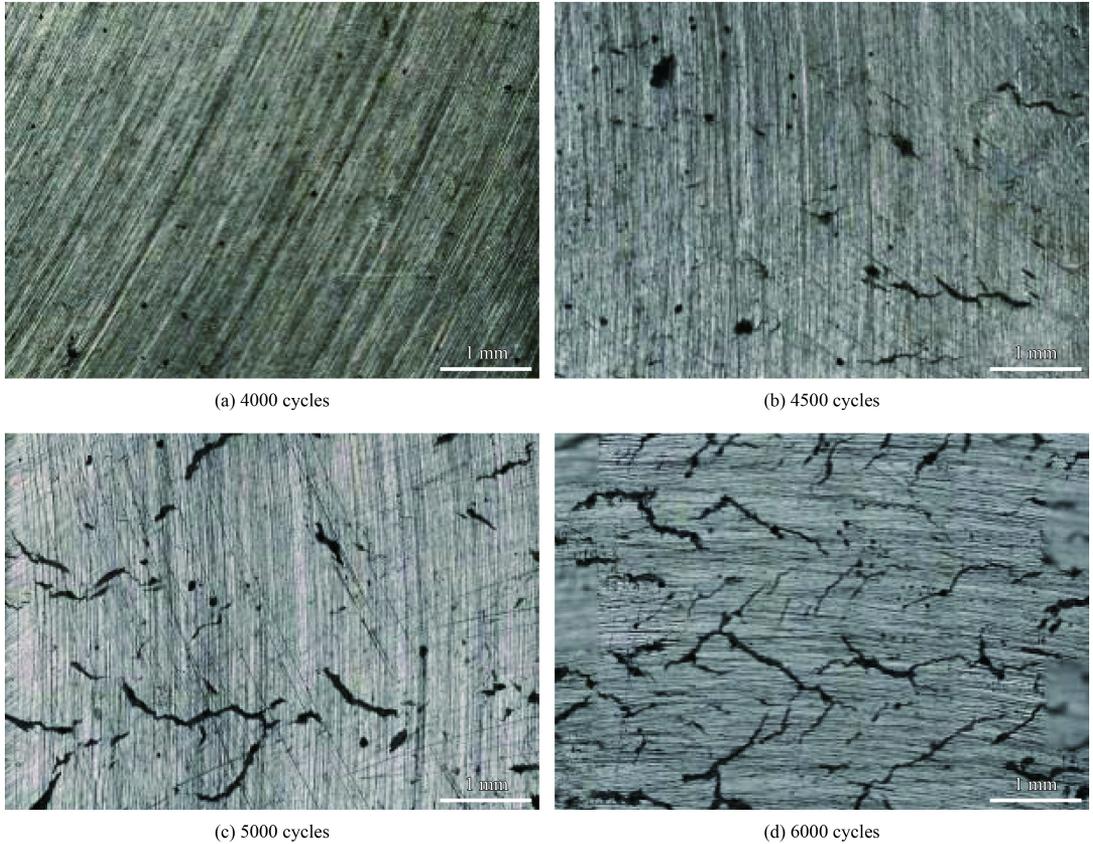


图4 不同热循环次数下 LTT1 熔覆层表面区域裂纹分布情况

Fig.4 Crack distribution on the surface of the LTT1 cladding layer under different thermal cycles

根据热疲劳试样表面裂纹情况,利用3D共聚焦显微镜中的测距功能对裂纹长度进行测量后并进行裂纹长度拟合。参照文献[13]对不同形状的表面裂纹进行测量。测量每个试样表面选择固定区域A、B、C内的裂纹,对经历不同热循环次数以及不同合金配比试样的裂纹情况进行拟合(图5)。目前,在拟合金热疲劳的 $a-N$ 曲线时,一般采用多项式拟合[13],能较好地反映金属热疲劳裂纹扩展规律。可以看出:裂纹的长度随循环次数增加呈上升趋势,且从整体来看,LTT2试样的裂纹比LTT1试样的裂纹多,在热循环次数4500次以上时,LTT2试样的表面裂纹长度已基本是LTT1试样裂纹长度的两倍以上。分析认为:疲劳裂纹

起源于试样的表面,在试样加热的过程中表面易产生氧化膜,其对热裂纹的萌生与扩展有显著影响。而低温相变合金体系中的Ni、Cr、Si等元素可改善材料的抗氧化性能,能阻止热疲劳裂纹的萌生和扩展,这也是在热循环45000次以上才出现密集裂纹的原因;加入适量的Ni元素有利于试样保持较好的塑性,以控制热循环过程中的应力,同时,Cr属于强碳化物形成元素之一,适量的Cr与Ni结合可以提高材料的塑性[14];少量的Mn、Cu元素对材料的热疲劳性能是有利的。在合金配比中LTT2的Ni、Cr含量都高于LTT1。而过量的Ni元素会增加残余奥氏体的含量,损害材料的硬度;Cr含量过高易使材料变脆,造成材料

的热疲劳性能下降。综上: LTT1 试样的抗热敏感性明显优于 LTT2 试样; LTT1 试样的合金配比对抑制裂纹扩展起到了一定的作用。

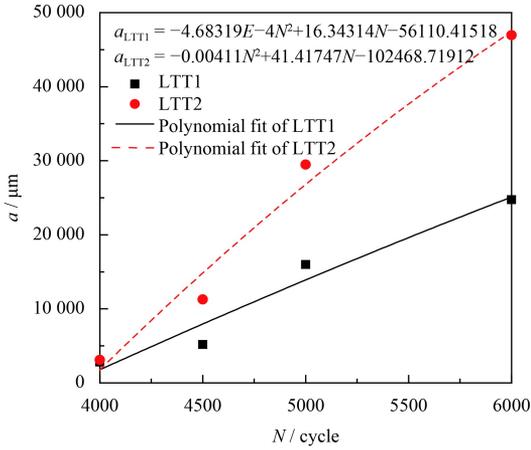


图5 热疲劳 $a-N$ 关系曲线

Fig.5 $a-N$ relationship curve of the thermal fatigue

2.2 热疲劳裂纹微观组织

通过 EBSD 技术获得不同循环次数 LTT1 熔覆层热疲劳试验后的表面裂纹剖面形貌如图 6 所示。裂纹沿晶界弯曲扩展; 从局部观察来看: 各晶粒的沿晶裂纹形态差异较大, 有些晶粒的晶界

开裂形成网状纹, 有的晶粒只是部分晶界开裂形成半网状裂纹, 有的晶粒则只是个别晶界发生开裂。根据相图 6(a)(b) 可以看出熔覆层微观结构几乎由 bcc 相组成, 不同循环次数下 bcc 相的体积分别占 83.9% 和 86.4%。晶粒尺寸是影响强度和韧性的重要因素之一, 该熔覆层试样的平均晶粒尺寸约为 1.73 μm ; 粗晶粒 (平均直径大于 6 μm) 约 2.2%, 平均尺寸为 15.53 μm ; 且晶粒长径比小于 2。综合来看, 不同热循环次数下的熔覆层试样的晶粒无明显差异。

图 7 中可以看出不同热循环次数下 LTT1 熔覆层, 在相关和随机曲线之间, 两者差别较大, 说明试样无择优分布。一般认为大角度晶界主要是让裂纹扩展变得困难, 从而提高材料的韧性^[15]。通常 5°~15°为小角度晶界, 15°以上为大角度晶界^[16]。此外熔覆层呈现出“单峰”分布特征, 即: 熔覆层均有大量的晶界取向差分布在 40°~60°区间; 而随机取向在 40°~50°角度区间出现了一个峰值, 如图蓝色所示区域, 与试验结果存在显著的差异。统计结果表明, 不同热循环次数下的晶界在 5°~15°区间的比例呈现明显差异, 即: 随热循环次数的增加, 小角度晶界所占的比例呈现逐渐减少的

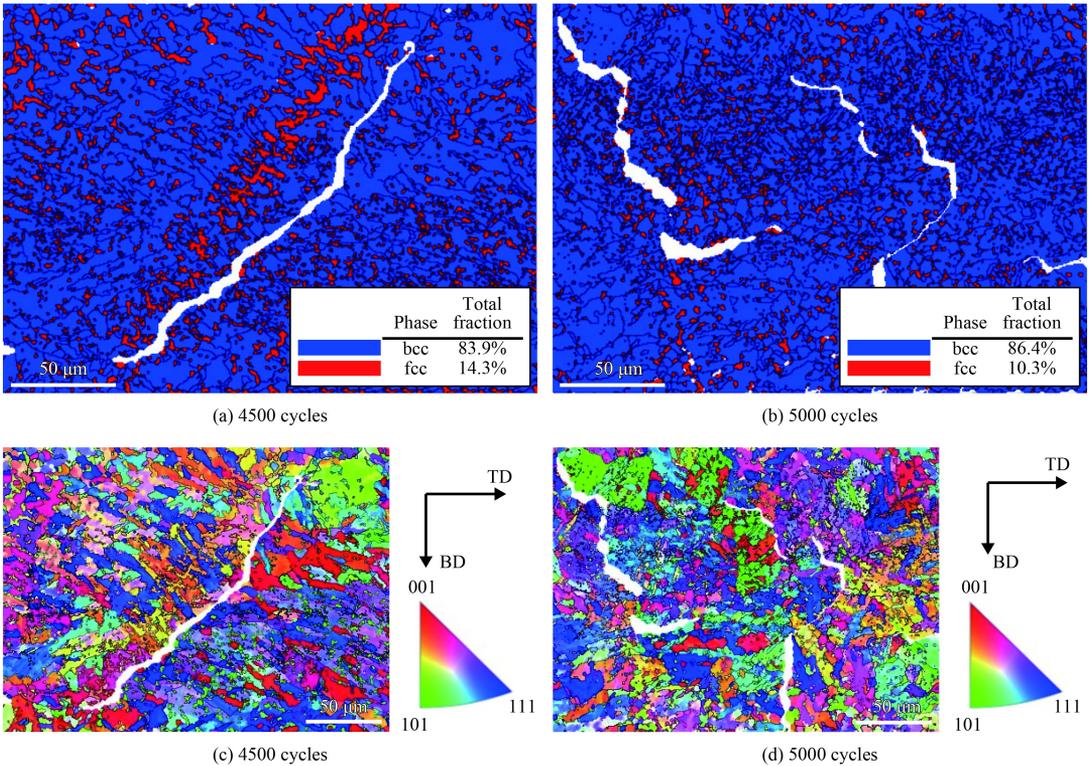


图6 不同热循环次数下 LTT1 熔覆层裂纹附近相图和晶粒取向图

Fig.6 Phase diagrams and grain orientation maps near the crack of LTT1 cladding layer under different thermal cycles

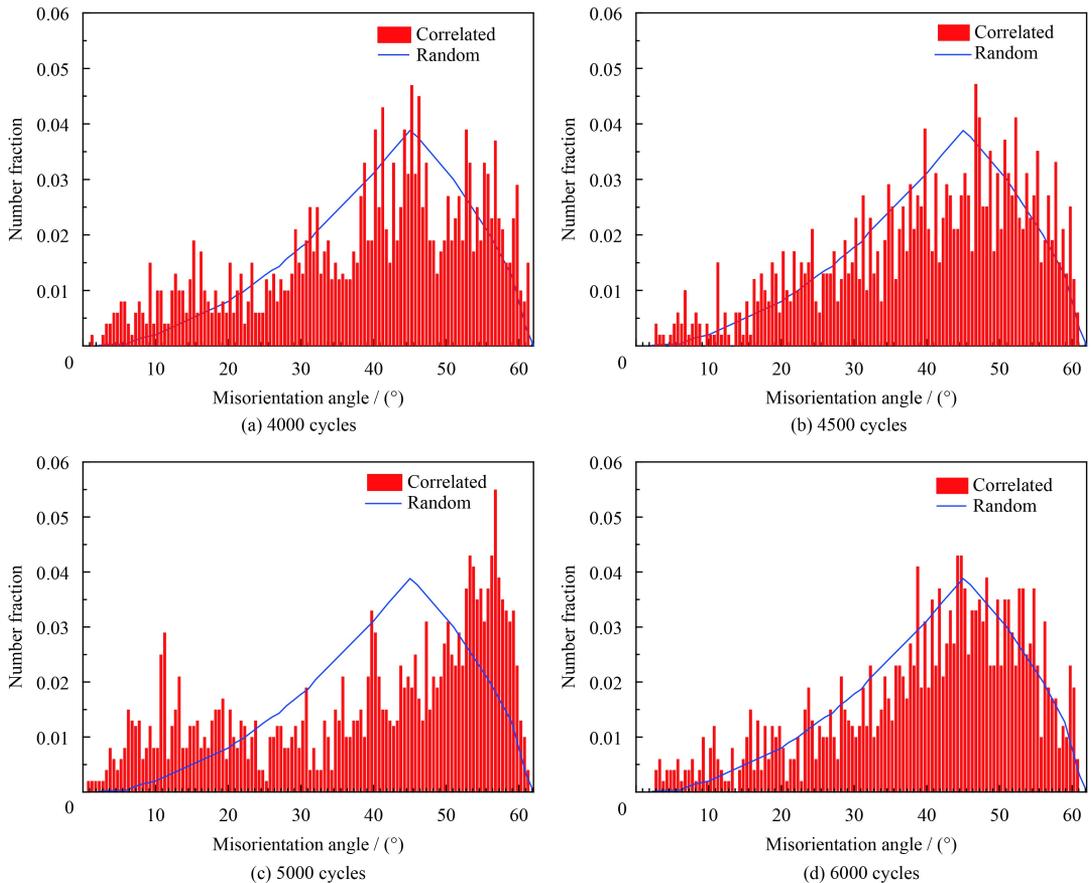


图7 不同热循环次数下 LTT1 熔覆层裂纹附近的晶界取向差分布

Fig.7 Grain boundary misorientation near the crack of LTT1 cladding layer under different thermal cycles

趋势。而在热循环次数为 6000 次的情况下，晶界取向差 $40^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 区间的比例是几种热循环次数中最高的。分析认为：随着热循环次数的增加，由于奥氏体内的亚晶界即小角度晶界也成为再结晶的形核点，在此成核点发生再结晶，使亚晶界（小角度晶界），逐渐转变为大角度晶界。有研究^[17]指出，在小角度晶界演变为大角度晶界的过程中，大角度晶界数量明显增加时，将导致晶粒显著细化。

3 结论

(1) 随热循环次数的增大，试样表面固定区域内热疲劳裂纹密度逐渐增大。其中 LTT1 试样当循环次数为 4000 次时，裂纹宽度在 $70\sim 100\ \mu\text{m}$ 区间占比达到 74.3%；当循环次数为 4500 次时裂纹数量增长并且长度和宽度均有所增加，裂纹宽度在 $220\sim 250\ \mu\text{m}$ 区间的占比达到 78.9%。当循环次数为 5000 次时，裂纹宽度在 $220\sim 250\ \mu\text{m}$ 区间占比与循环次数为 4500 次时无明显差异；当

循环次数达到 6000 次时，裂纹深度相对热循环次数为 4500 次时增大了 43.2%，裂纹平均深度达到了 $210.3\ \mu\text{m}$ 。

(2) 裂纹沿晶界蜿蜒扩展，各晶粒的沿晶裂纹形态差异较大；随热循环次数的增加，小角度晶界所占的比例呈现逐渐减少的趋势。其中 LTT1 熔覆层热循环后平均晶粒尺寸约为 $1.73\ \mu\text{m}$ ；粗晶粒（平均直径大于 $6\ \mu\text{m}$ ）约 2.2%，平均尺寸为 $15.53\ \mu\text{m}$ 。

(3) 合金体系中 Ni、Cr、Si 等元素可改善材料的抗氧化性能，阻止热疲劳裂纹的萌生和扩展。适量的 Ni 有利于试样保持较好的塑性，但 Cr 含量过高会造成热疲劳性能的下降。LTT1 试样的抗热敏感性明显优于 LTT2 试样；LTT1 试样的合金配比对抑制裂纹扩展起到了一定的作用。

参考文献

- [1] ZHANG M, LIU Y, WANG W, et al. The fatigue of impellers and blades[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2016,

- 62: 208-231.
- [2] 林晓斌. 零件失效分析和抗疲劳设计[J]. *热处理*, 2011, 26(2): 59-64.
LIN X B. Failure Analysis of components and Fatigue Design[J]. *Heat Treatment*, 2011, 26(2): 59-64 (in Chinese).
- [3] GRONOSTAJSKI Z, KASZUBA M, POLAK S, et al. The failure mechanisms of hot forging dies[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 657: 147-160.
- [4] 张宁, 张春红, 倪琪. WC 颗粒增强钢基复合材料的热疲劳裂纹萌生机理研究[J]. *热加工工艺*, 2018, 47(20): 108-110.
ZHANG N, ZHANG C H, NI Q. Study on thermal fatigue crack initiation mechanism of WC particle reinforced steel matrix composites[J]. *Hot Working Technology*, 2018, 47(20): 108-110 (in Chinese).
- [5] PERSSON A, HOGMARK S, BERGSTR M J. Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2005, 191(2): 216-227.
- [6] CHEN X Z, HU K, LIN S B. The Properties and residual stress of argon arc cladding metal by low temperature martensitic transformation powder[J]. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2018, 11(6): 1329-1337.
- [7] GIBMEIER J, HELD E, ALTENKIRCH J, et al. Real time monitoring of phase transformation and strain evolution in LTT weld filler material using EDXRD[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, 214(11): 2739-2747.
- [8] 陈希章, 胡科, 徐淑文. 等离子喷焊低温马氏体相变合金粉末的组织与性能[J]. *中国表面工程*, 2017, 30(6): 132-139.
CEHN X Z, HU K, XU S W. Microstructure and properties of low temperature martensitic transformation alloy powder by plasma surfacing[J]. *China Surface Engineering*, 2017, 30(6): 132-139 (in Chinese).
- [9] 陈希章, 胡科, 袁其兵. 激光熔敷原位合成 WC 增强铁基复合涂层的组织和性能[J]. *中国表面工程*, 2016, 29(4): 118-124.
CEHN X Z, HU K, YUAN Q B. Microstructure and Performance of WC reinforced Fe-based composite coating synthesized in-situ produced by laser cladding[J]. *China Surface Engineering*, 2016, 29(4): 118-124 (in Chinese).
- [10] 黄标, 张冲, 程虎, 等. 激光熔覆 FeCoCrNiB 高熵合金涂层的组织结构与耐磨性[J]. *中国表面工程*, 2014, 27(6): 82-88.
HUANG B, ZHANG C, CHENG H, et al. Microstructure and wear resistance of FeCoCrNiB high-entropy alloy coatings prepared by laser cladding[J]. *China Surface Engineering*, 2014, 27(6): 82-88 (in Chinese).
- [11] 王东生, 田宗军, 沈理达, 等. 激光熔覆技术研究现状及其发展[J]. *应用激光*, 2012, 32(6): 538-544.
WANG D S, TIAN Z J, SHEN L D, et al. Research status and development of laser cladding technology[J]. *Applied Laser*, 2012, 32(6): 538-544 (in Chinese).
- [12] 徐淑文. 激光熔覆低温相变金属的组织与性能[D]. 温州大学, 2018.
XU S W. Microstructure and properties of low temperature transformation metal by laser cladding[D]. Wenzhou university, 2018 (in Chinese).
- [13] 韩增祥. 金属热疲劳试验方法的探索[J]. *理化检验(物理分册)*, 2008, 44(5): 250-254.
HAN Z X. Exploration of Testing Method for Thermal Fatigue of Metal[J]. *PTCA (PART: A PHYS. TEST)*, 2008, 44(5): 250-254 (in Chinese).
- [14] WANG P, CAI H N, CHENG X W. Effect of Ni/Cr ratio on phase, microstructure and mechanical properties of Ni_xCo-CuFeCr_{2-x} (x = 1.0, 1.2, 1.5, 1.8 mol) high entropy alloys[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 662: 20-31.
- [15] 贾书君, 刘清友, 李拔. EBSD 技术在厚规格管线钢 DWTT 研究中的应用[J]. *金属热处理*, 2016, 41(4): 197-200.
JIA S J, LIU Q Y, L B. Application of EBSD technology on DWTT research of thickness specification pipeline steel[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2016, 41(4): 197-200 (in Chinese).
- [16] 马聪, 刘峰, 连景宝, 等. 面心立方金属晶界特征分布优化的研究进展[J]. *金属热处理*, 2015, 40(10): 49-53.
MA C, LIU F, LIAN J B, et al. Research progress on grain boundary character distribution optimization of face-centered cubic metal[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2015, 40(10): 49-53 (in Chinese).
- [17] 胡静, 林栋樑. 大晶粒 Ni-42Al 合金超塑变形中组织演变 EBSD 分析[J]. *材料热处理学报*, 2008, 29(4): 91-95.
HU J, LIN D L. A study of microstructural evolution of coarse-grained Ni-42Al alloy during superplastic deformation using EBSD analysis[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2008, 29(4): 91-95 (in Chinese).