

激光冲击强化对镍基单晶高温合金 SRR99 组织及性能的影响

何佳琪^{1,2}, 乔红超^{2*}, 张楠楠¹, 赵吉宾², 陆莹², 杨玉奇²

(1.沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110870; 2.中国科学院沈阳
自动化研究所 机器人学国家重点实验室, 沈阳 110016)

摘要: **目的** 解决镍基单晶高温合金航空发动机涡轮叶片在服役时发生表面损伤的问题, 探究激光冲击强化对镍基单晶高温合金 SRR99 的强化变形机制。**方法** 采用高功率 (8 J) 短脉冲激光分别对试样进行 1、2、3 次表面强化, 使用白光干涉仪、显微硬度仪、X 射线分析仪对强化前后的镍基单晶高温合金试样表面形貌、粗糙度、显微硬度、残余应力进行测试, 通过扫描电子显微镜、透射电子显微镜和 X 射线衍射仪分析激光冲击强化对镍基单晶高温合金微观组织和物相组成的影响。**结果** 经过 1、2、3 次激光冲击后, 单晶高温合金试样表面发生了塑性变形, 表面凹坑随着冲击次数的增加逐渐加深, 表面粗糙度分别为 1.566、1.868、2.265 μm , 显微硬度分别增加了 15.3%、25.8%、32.1%, 表面残余压应力分别提高为 -790、-870、-917 MPa。经强化后, 试样表层形成了畸变层, γ' 相的面积和体积分数均增大, 合金未发生相变, 但两相发生了严重的晶格畸变, 晶格常数和晶面间距的变化导致两相晶格发生失配, 经强化后在试样表层 γ' 强化相、 γ 通道、 γ/γ' 界面观察到大量位错结构, 此外还观察到贯穿 γ' 相、 γ 相的位错滑移带和致密的位错网络。**结论** 激光冲击强化技术可使镍基单晶高温合金 SRR99 发生塑性变形, 在其表层内部形成高密度位错网络结构, 加工硬化效果显著, 提高了基体表面的显微硬度和残余应力。

关键词: 激光冲击强化; 单晶高温合金; 力学性能; 残余应力; 微观组织

中图分类号: TG178 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-3660(2024)07-0146-10

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2024.07.015

Effect of Laser Shock Peening on Microstructure and Properties of Nickel-based Single Crystal Superalloy SRR99

HE Jiaqi^{1,2}, QIAO Hongchao^{2*}, ZHANG Nannan¹, ZHAO Jibin², LU Ying², YANG Yuqi²

(1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China; 2. State Key Laboratory of Robotics, Shenyang Institute of Automation, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

ABSTRACT: Laser shock peening is considered to be one of the most effective means to improve the fatigue life of engine blades, which can improve the oxidation resistance, fatigue resistance and corrosion resistance of metal materials. Nickel-based

收稿日期: 2023-02-22; 修订日期: 2023-05-23

Received: 2023-02-22; Revised: 2023-05-23

基金项目: 国家自然科学基金 (51875558); 国家重点研发计划 (2022YFB4601600)

Fund: National Natural Science Foundation of China (51875558); National Key Research and Development Plan (2022YFB4601600)

引文格式: 何佳琪, 乔红超, 张楠楠, 等. 激光冲击强化对镍基单晶高温合金 SRR99 组织及性能的影响[J]. 表面技术, 2024, 53(7): 146-155.

HE Jiaqi, QIAO Hongchao, ZHANG Nannan, et al. Effect of Laser Shock Peening on Microstructure and Properties of Nickel-based Single Crystal Superalloy SRR99[J]. Surface Technology, 2024, 53(7): 146-155.

*通信作者 (Corresponding author)

single crystal superalloy is widely used in the manufacture of aeroengine and gas turbine blades because of its excellent high temperature strength, oxidation resistance and corrosion resistance. However, as engine blades work at high temperature, high pressure and high speed for a long time, the surface of the blades is prone to fatigue cracks, leading to high-cycle fatigue fracture of engine blades. The purpose of this work is to solve the problem of surface damage caused by nickel-based single crystal superalloy engine blades in use, and to explore the mechanism of laser shock peening of nickel-based single crystal superalloy SRR99. The samples of nickel-based single crystal superalloy were treated with one, two and three times shot peening respectively by 8 J high power short pulse laser. The spot size was 3 mm, the binding rate was 50% and the pulse width was 15 ns. The surface morphology and roughness, microhardness and residual stress of single crystal superalloy peened by laser shock were measured by white light interferometer, microhardness tester and X-ray analyzer. The effects of laser shock peening on surface morphology, roughness, microhardness and residual stress of nickel base single crystal superalloy were analyzed. The microstructure, dislocation structure and phase composition of the single crystal superalloy were observed by scanning electron microscope, transmission electron microscope and X-ray diffractometer. The surface microstructure and phase composition of the single crystal superalloy peened by laser shock were discussed, and the plastic deformation mechanism of the single crystal superalloy peened by laser shock was analyzed. After 1, 2, and 3 laser shocks, the surface of single crystal superalloy samples had serious plastic deformation. With the increase of the impact times, the pits on the surface of single crystal alloy were gradually deepened, and the surface roughness increased from 0.107 μm to 1.566, 1.868, 2.265 μm . The microhardness was increased by 15.3%, 25.8% and 32.1% respectively, and the surface residual compressive stress was increased to -790, -870, -917 MPa. After shot peening, a distorted layer was formed on the surface of the sample, and the area value and volume fraction of γ' phase increased. No phase transformation occurred, but the crystal lattice distortion occurred in the two phases, and the change of lattice constant and crystal plane spacing lead to the mismatch of the two phases. The higher the impact times, the greater the mismatch degree of the two phases, the stronger the dislocation structure of the strengthened γ' phase and γ channel on the surface of the sample, the stronger the dislocation interaction at the γ/γ' interface. And a lot of dislocation entanglement is accumulated. In addition, through the cross dislocation slip band of the γ' phase and γ phase, the formation of a dense dislocation network inhibits the dislocation movement and improves the plastic deformation resistance of single crystal superalloy. It also produces obvious work hardening effect, which is the main deformation mechanism of nickel base single crystal superalloy SRR99 laser shock peening.

KEY WORDS: laser shock peening; single crystal superalloy; mechanical properties; residual stress; microstructure

镍基单晶高温合金被消除了垂直于应力轴方向的横向晶界^[1], 在 $\langle 001 \rangle$ 方向择优生长, 具有优异的承温能力、蠕变性能和抗热疲劳性能, 广泛用于制造航空发动机和燃气轮机的叶片部件^[2]。由于涡轮叶片长期服役于高温、高压、高转速的工作环境, 并受到其他恶劣环境因素的影响, 其应力集中部位极易出现裂纹萌生、扩展和断裂^[3], 因此需要一种材料表面改性技术, 在不改变部件设计结构和材料的情况下对叶片进行表面强化, 以延长单晶涡轮叶片的服役时间。研究者们尝试用各种表面改性技术来提高涡轮叶片的力学性能, 例如表面涂层^[4]、喷丸^[5]、低塑性滚压^[6]等, 但是受到工件尺寸和制备工艺等因素的影响, 不能满足航空发动机叶片材料的加工要求。

激光冲击强化 (Laser shock peening, LSP) 技术被认为是目前有效的金属材料表面强化工艺之一^[7]。与传统的表面改性方法相比, LSP 具有强化效果好、参数可调控、适应性强等特点。LSP 的原理是利用激光辐照材料表面, 材料表面的吸收层吸收激光能量,

通过气化产生的等离子体冲击波使得材料发生严重塑性变形, 引入高幅值的残余压应力, 产生高密度的位错结构, 形成加工硬化效应, 抑制裂纹的萌生和扩展, 从而提高材料表面的抗疲劳^[8]、耐磨损^[9]、耐腐蚀等性能^[10]。激光冲击强化技术在提高航空发动机涡轮叶片的使用寿命方面得到广泛应用。

目前, 已有学者针对 LSP 处理对镍基单晶高温合金性能的影响进行了研究。Hu 等^[11]研究了经 LSP 处理后单晶高温合金的表面完整性, 研究表明, 通过 LSP 处理使得材料的凹坑底部产生了凸形结构和坑状缺陷结构, 从而影响冲击区的表面粗糙度, 且显微硬度和残余压应力较高。Lu 等^[12]针对 LSP 处理后镍基单晶高温合金表面的不同激光冲击处理区域进行了纳米硬度测试和微观组织观察, 结果表明, 激光冲击区域的 γ' 尺寸大于原始表面区域的 γ' 尺寸, 激光冲击区域产生了较大的形变, 由此发生了显著的硬化效应, 导致激光冲击区域的纳米硬度显著增加。Geng 等^[13]研究了 LSP 处理对镍基单晶高温合金在 750 $^{\circ}\text{C}$

时热腐蚀行为的影响,研究表明,LSP技术能促进单晶合金表面保护性氧化膜的形成,抑制腐蚀性物质的产生,提高单晶高温合金的耐热腐蚀性能。针对不同激光冲击次数对镍基单晶高温合金组织和性能的影响尚缺乏系统性研究。

文中采用LSP对镍基单晶高温合金进行表面强化,研究LSP处理对镍基单晶高温合金表面形貌、粗糙度、显微硬度、残余应力、物相组成和微观结构的影响,通过研究单晶合金的表层微观组织和位错结构,分析激光冲击强化单晶合金的强化变形机制,拟在工程应用中为激光冲击单晶高温合金航空发动机涡轮叶片提供一定的理论基础。

1 实验

选用镍基单晶高温合金SRR99,其化学成分如表1所示,尺寸为 $\phi 15\text{ mm}\times 160\text{ mm}$ 。通过EBSD测量,采用的单晶试样 $\langle 001 \rangle$ 取向偏离角度均小于 10° 。标准热处理制度: $1\ 300\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}/\text{AC}+1\ 100\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}/\text{AC}+870\text{ }^\circ\text{C}/16\text{ h}/\text{AC}$,利用电火花切割机将经过标准热处理后的单晶棒切割成尺寸为 $\phi 15\text{ mm}\times 3\text{ mm}$ 的圆形试样。使用 $80^\#\sim 2000^\#$ 砂纸逐级打磨圆形试样表面,利用金刚石抛光膏将试样表面抛光成镜面状,再用无水乙醇进行超声清洗,以备激光冲击实验使用。

表 1 SRR99 单晶高温合金的化学成分
Tab.1 Chemical composition of single crystal alloy SRR99

Element	C	Cr	Co	Al	Ti	W	Ta	Ni
Mass fraction/%	0.015	9.0	5.0	5.5	2.2	9.5	2.9	Bal.

为了保证激光冲击波对单晶合金的冲击效果,首先对实验所需的激光脉冲能量进行估算,峰值压力可由式(1)~(2)^[14-15]计算。

$$p = 0.01 \sqrt{\frac{\alpha}{\alpha + 3}} \sqrt{Z} \sqrt{I_0} \quad (1)$$

$$I_0 = \frac{4E}{\pi d^2 \tau} \quad (2)$$

式中: p 为冲击波峰值压力, GPa; I_0 为激光功率密度, GW/cm^2 ; α 为等离子体与材料相互作用的效率系数; Z 为靶材和约束层的折合声阻抗, $\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{s})$; E 为激光脉冲能量, J; d 为光斑直径, cm; τ 为脉冲宽度, ns。

模型使用去离子水作为约束层,将式(1)简化为式(3)^[16]。

$$p = \sqrt{1.83 I_0} \quad (3)$$

最佳峰值压力与材料的 Hugoniot 弹性极限 (Hugoniot Elastic Limit, p_{HEL}) 之间的关系见式(4)^[17]。

$$2p_{\text{HEL}} \leq p \leq 2.5p_{\text{HEL}} \quad (4)$$

在最佳峰值压力的范围内,计算得到激光能量 E

为 $6.65\sim 10.40\text{ J}$,因此选取 8 J 作为此次实验的激光脉冲能量。这里采用 Nd:YAG 激光器,激光冲击过程如图1所示^[18],激光工艺参数如表2所示。在激光能量 8 J 下,分别对试样进行 1、2、3 次冲击强化。实验采用的光斑搭接率为 50%,选用 2 mm 均匀流动的去离子水作为约束层,以提高材料表面对激光能量的吸收。使用 ACR-HNDS100 白光共焦位移传感器测量水层厚度,水膜厚度波动情况如图2所示。吸收保护层使用厚度为 $100\text{ }\mu\text{m}$ 的黑胶带,避免材料表面被激光灼伤。激光多次冲击的路径不变,如图3所示。

经 LSP 处理后,对单晶合金试样进行性能测试及微观组织观察。使用白光干涉仪测量所有试样的表面形貌及粗糙度。使用 HV-1000 型数字显微硬度仪测试原始试样和冲击试样的冲击区域表面、截面的显微

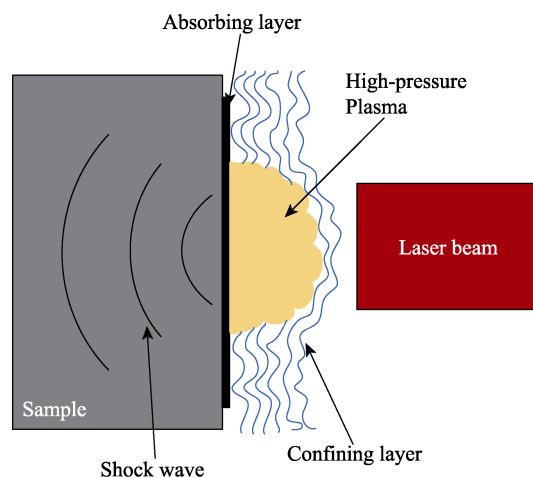


图 1 激光冲击过程^[18]
Fig.1 Laser shock process^[18]

表 2 实验选用的激光工艺参数
Tab.2 Detailed parameters of LSP

Laser energy/J	Laser wave length/nm	FWHM/ns	Laser spot diameter/mm	Impact times
8	1 064	15	3 mm	1, 2, 3

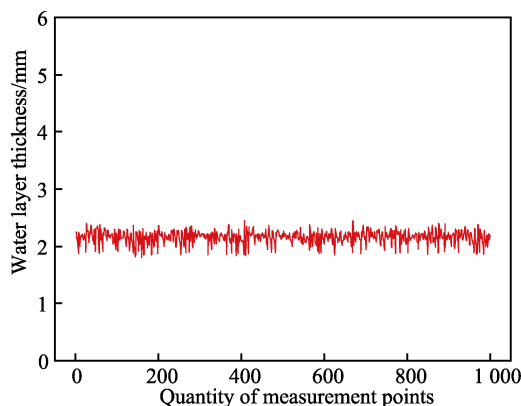


图 2 水膜厚度波动情况
Fig.2 Fluctuation of running water layer

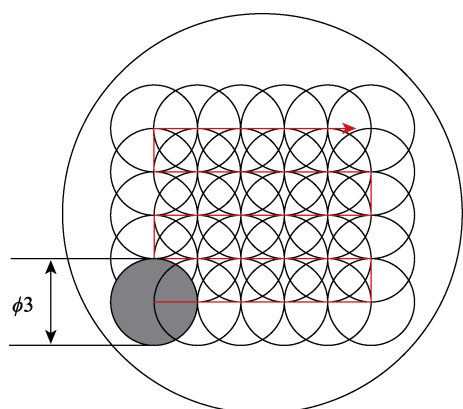


图 3 激光冲击路径
Fig.3 Laser shock path

硬度, 每隔 0.5 mm 取 1 个测量点, 每个点测量 5 次, 测试结果取其平均值。施加载荷为 200 N, 保持时间为 15 s。采用 Proto-LXRD 型 X 射线应力分析仪测量强化和未强化试样的残余应力, 管电压为 30 kV, 管电流为 20 mA, Mn 靶 K α 辐射, Cr 滤波片。在微观组织方面, 使用 ZEISS 高分辨扫描电子显微镜 EVO 10 (Scanning Electron Microscope, SEM) 观察冲击前后腐蚀试样表面、截面的微观组织, 腐蚀液的成分为 4 g CuSO₄+20 mL HCl+20 mL H₂O。从试样表面切下厚度为 0.5 mm 的薄片, 制备透射电子显微镜观察样品, 使用 2000#砂纸将样品磨至 50 μ m 以下, 采用冲样器将预磨好的试样冲成直径为 3 mm 的圆片。使用经过液氮冷却的双喷减薄仪对试样进行减薄, 然后利用 JEOL JEM-2100F 型透射电子显微镜 (Transmission Electronic Microscopy, TEM) 观察试样内部的位错组态。利用 X 射线衍射仪 XRD-6000 (X-Ray Diffraction, XRD) 检测强化前后单晶试样的物相组成, 辐射为 CuK α , 电压为 40 kV, 电流为 40 mA, 扫描起始角为 20°, 终止角为 90°。

2 结果分析

2.1 表面形貌及表面粗糙度

SRR99 单晶高温合金的原始三维形貌如图 4a 所示, 未处理的单晶表面平坦, 试样表面最高处与最低处的差值为 6.446 μ m。由图 4b~d 可知, 激光冲击使得单晶合金表面发生了塑性变形, 呈现凹凸起伏的表层。这是由于在激光冲击金属材料时, 冲击波向材料内部传播, 金属材料在压缩应力场作用下发生了塑性流动。在 1、2、3 次激光冲击下, 波峰与波谷的高低差值分别为 27.606、32.082、33.971 μ m。表明经多次冲击后, 单晶合金表面出现的凹坑的深度逐渐增大, 这也是表面粗糙度逐渐增大的原因。

表面粗糙度指材料表面存在的较小间隙和峰谷的不平度, 它对机械产品的使用寿命和可靠性具有重要影响, 是表征材料力学性能的指标之一。从图 5 可以看出原始试样和不同冲击次数下 SRR99 表面粗糙度的变化情况, 未经激光冲击的 SRR99 试样表面的平均粗糙度为 0.107 μ m, 经过 1、2、3 次冲击处理后 SRR99 试样的表面粗糙度分别为 1.566、1.868、2.265 μ m。由此可知, 激光冲击导致 SRR99 表面粗糙度发生变化, 经多次冲击后试样的表面粗糙度逐渐增大。这是因为作用于材料表面的冲击波效应出现叠加, 使得表面的塑性变形程度加剧, 形成的凹凸表层的波峰与波谷的差值增大。

2.2 显微硬度

原始试样和不同激光冲击次数下单晶试样的表面显微硬度如图 6 所示, 原始单晶试样的表面显微硬度为 384.1HV, 经激光冲击 1、2、3 次后试样的显微硬度分别为 442.8HV、483.3HV、507.2HV, 分别提高了 15.3%、25.8%、32.1%。由此可知, 激光冲击可

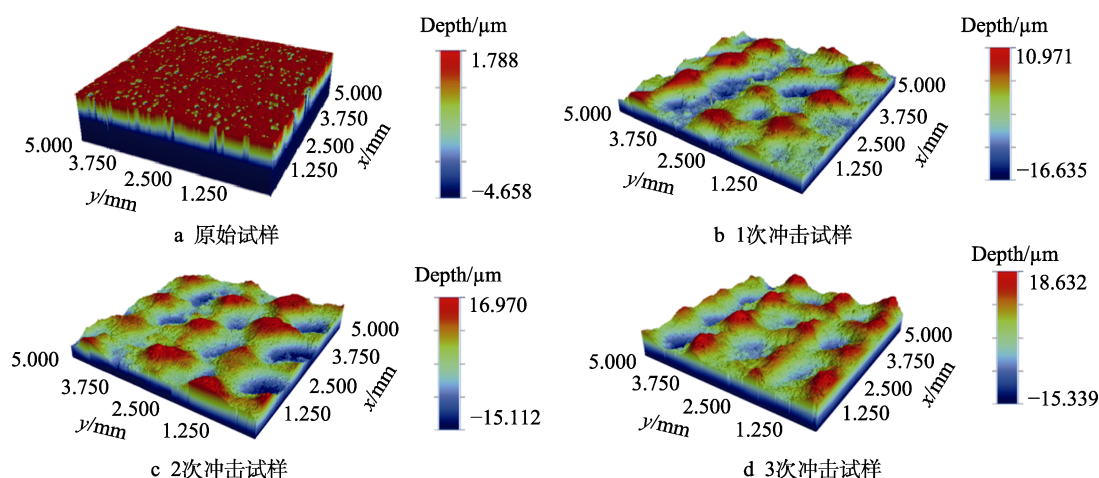


图 4 不同冲击次数下 SRR99 的表面形貌

Fig.4 Surface morphology of SRR99 under different impacts: a) original sample; b) sample of 1 impact; c) sample of 2 impacts; d) sample of 3 impacts

以提高单晶高温合金的表面显微硬度,且激光冲击次数与试样表层的显微硬度呈正相关。这是因为材料在超高应变率下被冲击波压缩,导致试样内部产生了高密度位错结构,进而发生加工硬化效应。由图7可知,

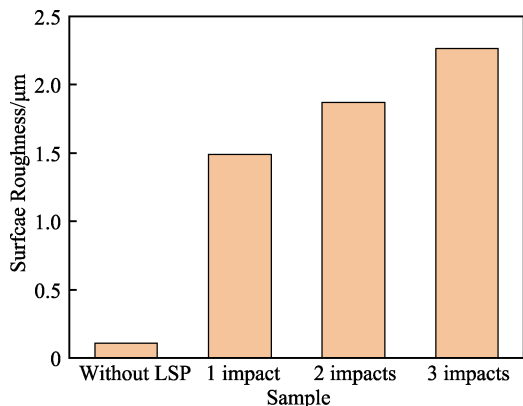


图5 原始试样和激光冲击1、2、3次的单晶试样的表面粗糙度

Fig.5 Surface roughness of original sample and single crystal sample after 1, 2 and 3 laser impacts

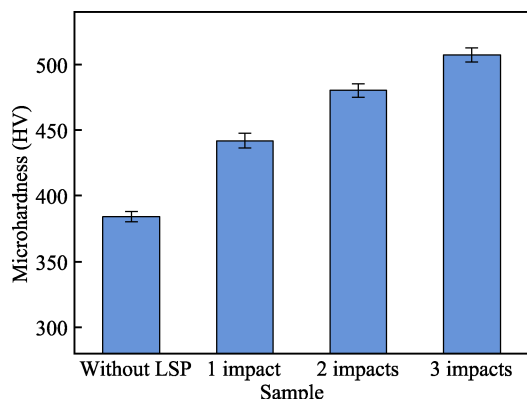


图6 原始试样和激光冲击1、2、3次的单晶试样的表面显微硬度

Fig.6 Surface microhardness of original sample and single crystal sample with 1, 2, 3 laser impacts

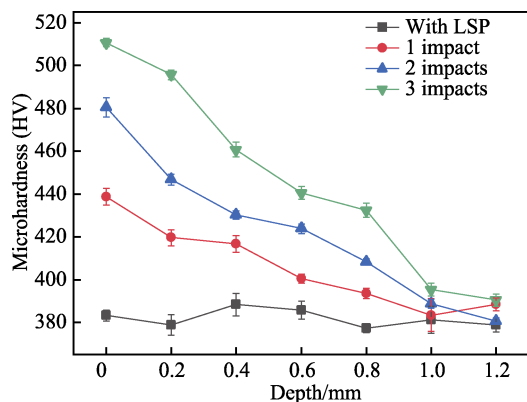


图7 原始试样和激光冲击1、2、3次的单晶试样沿深度方向的显微硬度分布曲线

Fig.7 Microhardness distribution curve along the depth between original sample and single crystal sample after 1, 2 and 3 laser impacts

单晶合金截面的显微硬度随着截面深度的增加有所减小,在激光能量为8 J的条件下,冲击1次后试样内部深度达到1.0 mm时的显微硬度与基体的原始硬度持平,在冲击2、3次后,其深度达到1.2 mm时,其硬度与原始硬度基本一致。这是由于在等离子体冲击波作用于材料表面并向其内部传播的过程中,伴随着能量的衰减。此外,表面显微硬度的增加幅度随着冲击次数的增加呈现减小的趋势。由于激光冲击产生的加工硬化层使得单晶试样的变形抗力增加,材料再次发生塑性变形时需要消耗更多的激光能量^[19],因此在激光能量不变的情况下,用于塑性变形的有效功减少,导致试样表面硬度的增加幅度减小。

2.3 残余应力

由于镍基单晶高温合金的各向异性会影响其宏观力学性能,因此传统残余应力测量方法并不适用于单晶高温合金。这里根据胡克定律和晶面间距的原理来计算单晶的残余应力,具体见式(5)^[20]。

$$\sigma = \frac{-E}{\nu} \left(\frac{d_{hkl}^1 - d_{hkl}^0}{d_{hkl}^0} \right) \quad (5)$$

式中: E 为弹性模量; ν 为泊松比; d_{hkl}^1 为应力晶格间距; d_{hkl}^0 为无应力晶格间距; hkl 为晶面的 Miller 指数。在式(5)中,以未处理试样的晶格间距为无应力晶格间距,以冲击试样的晶格间距为应力晶格间距。

原始试样和激光冲击1、2、3次的单晶试样的表面残余应力如图8所示。由图8可知,原始单晶高温合金表面的残余应力为-292 MPa,经过1、2、3次冲击试样表面的残余应力分别为-790、-870、-917 MPa。经LSP处理后,单晶合金表面的残余压应力有所提高,且随着激光冲击次数的增加而增大。这是由于等离子体冲击波力效应使得材料在短时间内发生了塑

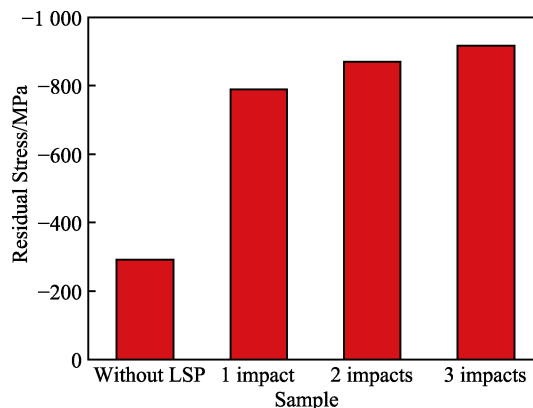


图8 原始试样和激光冲击1、2、3次的单晶试样的表面残余应力

Fig.8 Residual stress on surface of single crystal sample after 1, 2 and 3 laser impacts

性变形,材料内部发生了晶格畸变,在冲击波消失后,塑性变形区受到周围的制约和反作用,引入了一定的残余压应力^[21]。残余压应力的上升幅度逐渐降低,这与材料的显微硬度呈现类似规律。这是由于加工硬化效应导致用于试样塑性变形的有效能量减少,使得试样塑性变形的程度降低,因此经多次 LSP 后其表面残余压应力的上升幅度呈现下降趋势。

2.4 微观组织分析

γ' 相作为镍基单晶高温合金重要的强化相,其形貌对于合金的力学性能具有重要影响。在激光冲击强化前, SRR99 的表面微观组织如图 9a 所示,可见原始 SRR99 合金的立方 γ' 相规整地嵌入 γ 相基体中,两相保持着较好的共格结构。经激光冲击 1 次后, SRR99 表面微观组织如图 9b 所示,可以看到, γ' 相仍为立方状,棱角清晰,但排列不规则,发生了一定程度的扭曲变形,导致附近的 γ 通道受到挤压后变窄,少量 γ 通道消失。可见,激光冲击波力效应使得 γ' 相和 γ 相发生了不均匀的变形,但 γ' 相仍呈现出较好的立方状,其强化相的特征并未被破坏,所以合金仍保持着良好的力学性能。

在激光冲击强化前, SRR99 的截面微观组织如图 9c 所示,可见原始 SRR99 合金截面的 γ' 相为立方状,与激光冲击后的试样相比,原始试样的 γ' 相立方化程度较高, γ 相为平直的通道,排列工整,两相保持共格界面。经激光冲击 1 次后, SRR99 的截面微观组织

如图 9d 所示,与原始试样表面相比,在激光诱导冲击波作用下,合金表面在高应变率下发生了塑性变形,最严重的塑性变形发生在试样表面,形成了畸变层,冲击表层 γ' 相发生了一定程度的扭曲。由于 γ' 相作为单晶高温合金的主要强化相,其抗塑性变形能力高于 γ 相, γ' 相受到冲击发生扭曲变形,并挤压附近的 γ 相, γ 相发生了塑性变形。基于 γ 相体积不变原理^[12],它受到挤压后表现为平直通道上的一些小凸起结构。

激光冲击使得单晶合金的显微硬度和残余压应力显著提高,这归因于激光冲击引起的塑性变形。激光冲击造成单晶合金发生塑性变形,可通过强化前后 γ' 相的面积和体积分数的变化来表征。使用 Image Pro 软件测量 γ' 相的面积和体积分数,结果如表 3 所示。在强化前 γ' 相的平均面积为 $0.076 \mu\text{m}^2$,在强化后 γ' 相的平均面积为 $0.145 \mu\text{m}^2$ 。在强化前 γ' 相的体积分数为 64.9%,在强化后 γ' 相的体积分数为 73.7%。在激光冲击区域, γ' 相的面积和体积分数相较于原始试样明显增大,表明在激光冲击后单晶高温合金表面发生了不同程度的塑性变形,导致冲击区域的 γ' 相发生不同程度的畸变。

2.5 XRD

为了检测强化后单晶合金试样是否生成新相,利用 X 射线衍射仪 XRD-6000 检测单晶试样的物相组成。在室温下, X 射线衍射图谱及特定角度局部放大

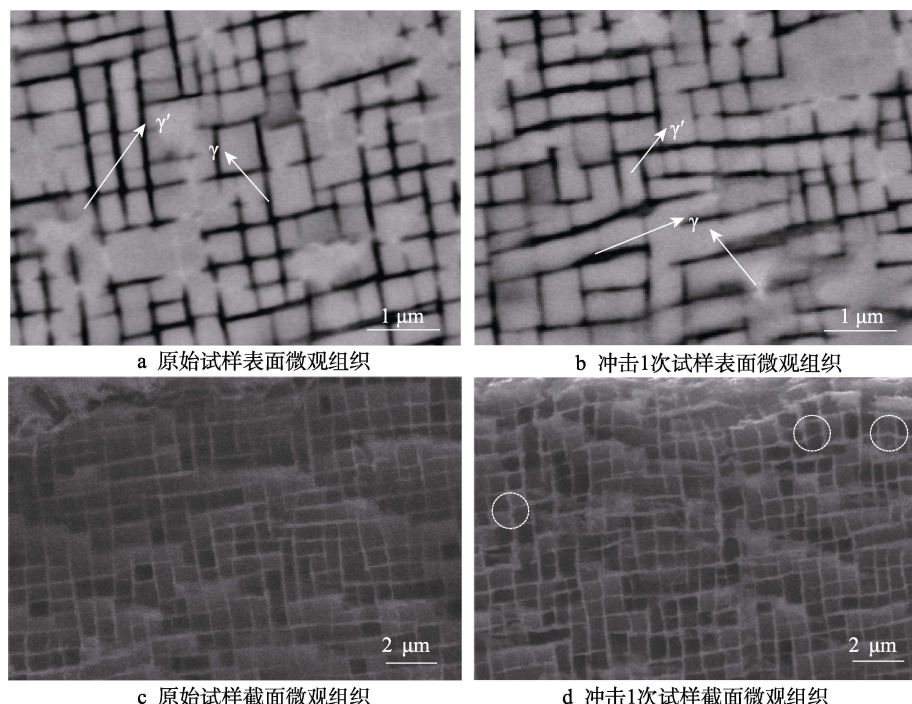


图 9 单晶合金近表层微观结构

Fig.9 Microstructure near surface of single crystal alloy: a) surface microstructure of original sample; b) surface microstructure of sample with 1 impact; c) cross-sectional microstructure of original sample; d) cross-sectional microstructure of sample with 1 impact

表 3 原始试样和冲击 1 次单晶合金的 γ' 相的平均面积和体积分数
Tab.3 Average area and volume fraction of γ' phase in original sample and single crystal alloy with 1 impact

Experimental conditions	Average area of γ' phase/ μm^2	Volume fraction of γ' /%
Original	0.076	64.9
LSP	0.145	73.7

图如图 10 所示。在不同次数 LSP 处理后的 XRD 衍射图谱中未发现额外的衍射峰,可见合金表面未发生相变,也未产生新的晶相,仍然由 γ 相和 γ' 相组成。经 LSP 处理后,试样的衍射峰强度有所变化,且随着冲击次数的增加而减弱。同时,经 LSP 处理后,试样的衍射峰位置发生了偏移。这是由于激光诱导冲击波引起的塑性变形使得单晶合金内部微观应力增大,其内部发生了严重的晶格畸变。

由于单晶高温合金的 γ 相与 γ' 相共格,因此两相的衍射峰叠加。为了分别研究 γ 相和 γ' 相的变化情况,需要对其特定角度的衍射峰进行分峰拟合。Voigt 函数拟合是对各种人工光谱进行峰分离的方法,相较于高斯拟合,它减小了波数漂移、谱峰展宽相互作用等因素对测量的影响,其拟合结果更精确,可用于研究 XRD 衍射峰、拉曼光谱等拟合问题^[22]。

利用 Origin 软件中的 Voigt 函数对确定角度的衍射峰进行分峰拟合,在寻峰前,需要对 XRD 图谱进行去除基线和平滑处理,然后根据文献[23]给出的方法进行寻峰。采用 Voigt 函数对衍射峰数据进行拟合。为了保证准确率,选出的 2 个子峰叠加在一起时应尽可能与原始峰重合。

不同激光冲击次数下的 XRD 衍射图谱拟合曲线及分离峰如图 11 所示。 R^2 表示拟合优度,将其控制在 98.5% 内,以保证数据的拟合程度。高角度处的峰值对应 γ' 相,低角度处的峰值对应 γ 相,表明 γ' 相的晶格常数小于 γ 相晶格常数。此外,利用式 (6) ~

(8)^[24-25] 计算两相对应衍射峰的晶格参数 (a_γ 、 $a_{\gamma'}$)、晶面间距 (d_γ 、 $d_{\gamma'}$) 和两相错配度,结果详见表 4。由于 LSP 处理使得单晶合金发生了严重的塑性变形, γ 、 γ' 相发生了不均匀的变形,两相晶格常数和晶面间距发生了变化,导致两相出现失配。由于 γ' 相的晶格常数小于 γ 相的晶格常数,因此其错配度为负,且两相错配度随着冲击次数的增加而增加,造成 γ/γ' 界面间存在错配应力场, γ/γ' 界面易形成致密的界面位错网络。

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \tag{6}$$

$$a = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \tag{7}$$

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_\gamma)}{a_{\gamma'} + a_\gamma} \tag{8}$$

2.6 位错结构观察

为了进一步研究激光冲击单晶合金的塑性变形机制,对单晶合金微观位错组织组态进行观察,使用透射电子显微镜观察了经激光冲击处理前后 SRR99 合金的表面微观结构。原始试样的 TEM 微观结构如图 12a 所示,未经过激光冲击处理的 SRR99 试样的 γ' 相、 γ 相均不存在位错结构。

在激光冲击后,SRR99 合金内部发生了严重的晶格畸变,内部位错迅速增大,在 γ 基体通道中和 γ' 相内可以清晰地观察到位错结构,在基体中 γ/γ' 两相界面的位错在激光冲击力、错配应力及位错之间的应力场作用下发生运动、相遇,并堆积在 γ 通道中相互作用,在 γ/γ' 界面形成位错缠结,产生应力集中,如图 12b~c 所示。部分位错通过 γ/γ' 两相界面剪切进入 γ' 相,沿着 (110) 晶体取向形成交叉滑移带,释放界面处的应力集中,如图 12d 所示。交叉滑移带穿过两相,形成了非常均匀的网络状结构,位错被限制在滑移带内难以运动,在局部区域形成了更密集的网络,如图 12e 所示。高密度的位错网络可以阻碍位错运动,使得位错滑移更加困难。由于位错滑移需要更高能量的应力,因此单晶高温合金发生塑性变形的抗力

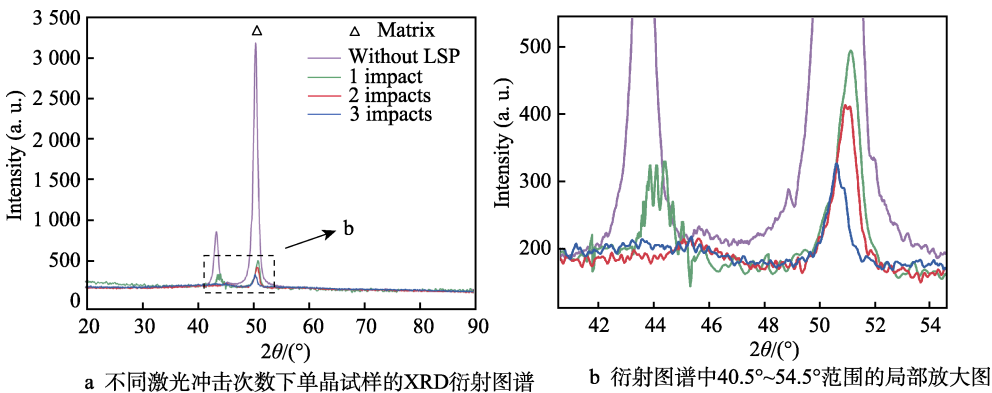


图 10 不同激光冲击次数下单晶高温合金的 XRD 衍射图谱及其特定角度的放大图
Fig.10 XRD diffraction pattern of single crystal superalloy with different laser impacts: a) XRD patterns of single crystal samples with different laser impacts; b) local magnification of 40.5°-54.5° range in the diffraction pattern

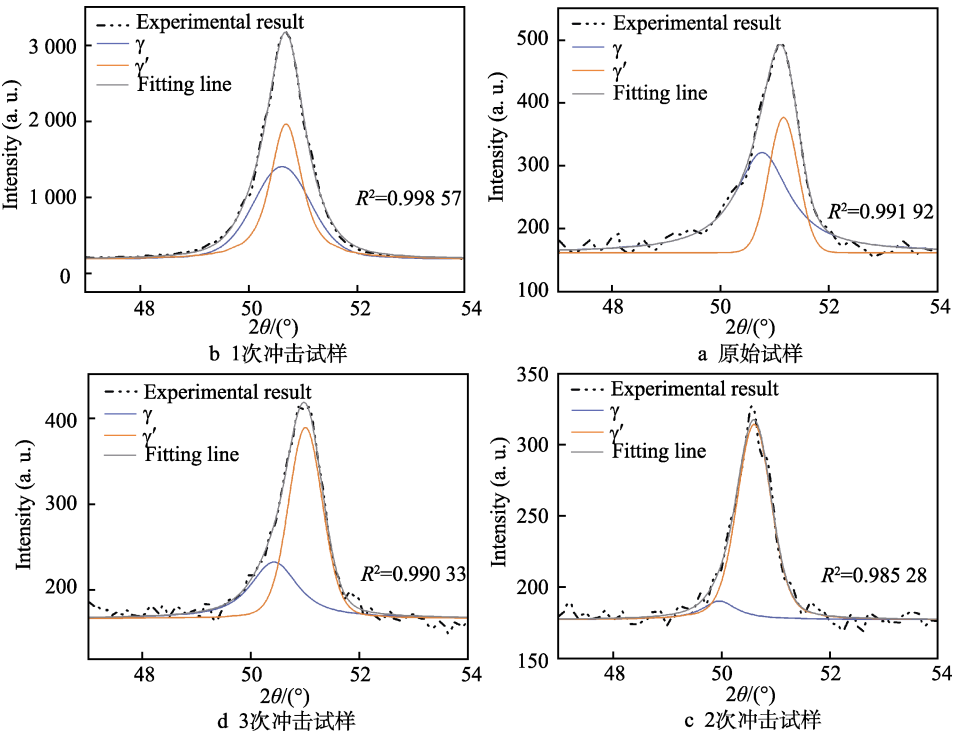


图 11 单晶合金在不同激光冲击次数下的 XRD 衍射图谱拟合曲线及分离峰
Fig.11 Fitting curve and separation peak of XRD diffraction pattern of single crystal alloy under different laser impacts: a) original sample; b) sample with 1 impact; c) sample with 2 impacts; d) sample with 3 impacts

表 4 未冲击试样和激光冲击试样中 γ 、 γ' 相的晶格参数、晶面间距及错配度
Tab.4 Lattice parameters, crystal plane spacing and mismatch of γ and γ' phases in unimpacted and laser impacted samples

Laser impact times	a_{γ}/nm	$a_{\gamma'}/\text{nm}$	d_{γ}/nm	$d_{\gamma'}/\text{nm}$	Misfit/%
Without LSP	0.345 112	0.344 733	0.199 25	0.199 032	-0.055
1 impact	0.344 409	0.342 471	0.198 845	0.197 726	-0.282
2 impacts	0.344 608	0.343 219	0.199 809	0.198 157	-0.415
3 impacts	0.348 321	0.345 081	0.201 103	0.199 233	-0.467

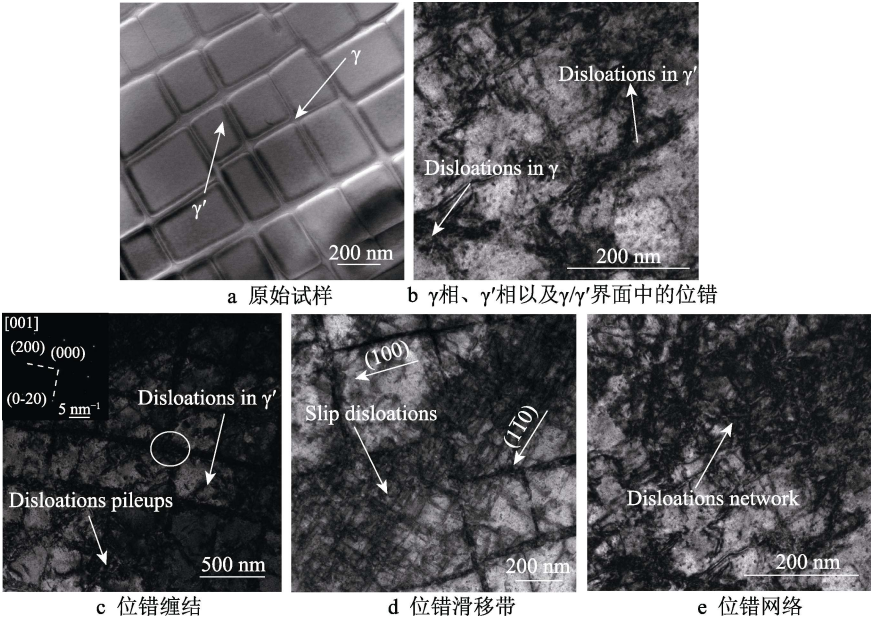


图 12 单晶合金近表层位错结构

Fig.12 Near-surface dislocation structure of single crystal alloy: a) original sample; b) dislocation in γ phase, γ' phase, and γ/γ' interface; c) dislocation pileups; d) dislocation slip bands; e) dislocations network

增加,形成了加工硬化效应,能够有效抑制裂纹的扩展。可见交叉滑移带贯穿于剪切 γ 相和 γ' 相,形成了致密的位错网络,是激光冲击单晶高温合金主要的塑性变形机制。

3 结论

通过激光冲击强化镍基单晶高温合金试验,测试了强化前后单晶合金的力学性能,观察了其微观组织,研究了激光冲击强化镍基单晶高温合金的表面形貌、粗糙度、显微硬度、残余应力、微观结构和物相组成的演变过程,分析了激光冲击单晶高温合金的变形强化机制,得出以下结论。

1) LSP 处理使得镍基单晶高温合金 SRR99 表面发生了塑性变形,形成了凹凸起伏的表层,导致表面粗糙度增大,表面凹坑的深度随着冲击次数的增加而逐渐增大。LSP 能有效提高 SRR99 合金的表面显微硬度和残余压应力,其表面显微硬度和残余压应力都随着激光冲击次数的增加而增加。

2) 经 LSP 处理后, SRR99 表面的 γ' 相发生了扭曲变形,排列不规则,但 γ' 相仍呈现出较好的立方形。经 LSP 处理后, γ' 相的面积和体积分数均增大,合金表层形成了畸变层,表面未生成新相,但单晶合金亚表层内部发生了严重的晶格畸变, γ 相和 γ' 相发生了不均匀变形,导致 γ 相和 γ' 相的晶格常数和晶面间距发生了变化,两相晶格出现失配。

3) γ 基体通道、 γ' 相及 γ/γ' 界面形成了高密度位错结构,位错滑移剪切进入 γ' 相,形成了更致密的位错网络,可以阻碍位错运动,使得单晶合金的抗塑性变形能力增大,产生了加工硬化效应,这是激光冲击强化单晶高温合金的主要变形强化机制。

参考文献:

- [1] 霍苗,简航岳,陈楚玥,等. 镍基单晶高温合金对接平台内缩松缺陷的形成机制研究[J]. 精密成形工程, 2023, 15(9): 152-158.
HUO M, JIAN H Y, CHEN C Y, et al. Formation Mechanism of Porosity Defects in Rejoined Platforms of Ni-based Single Crystal Superalloy[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2023, 15(9): 152-158.
- [2] 舒德龙,田素贵,吴静,等. 热处理对 4.5%Re 单晶镍基合金高温蠕变行为的影响[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(6): 1480-1489.
SHU D L, TIAN S G, WU J, et al. Effects of Heat Treatment on Creep Behaviors of 4.5% Re Nickel-Based Single Crystal Superalloy at High Temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(6): 1480-1489.
- [3] 周杰. 航空发动机涡轮叶片疲劳寿命及可靠性分析[D]. 成都: 电子科技大学, 2019: 1.
ZHOU J. Fatigue Life Prediction and Reliability Analysis of Aero-Engine Turbine Blades[D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China, 2019: 1.
- [4] 张庆荣. 热喷涂对模具钢表面性能的改善与研究[J]. 热加工工艺, 2014, 43(14): 156-159.
ZHANG Q R. Improvement and Study on Surface Property of Arc Sparying Die Steel[J]. Hot Working Technology, 2014, 43(14): 156-159.
- [5] 高玉魁. 喷丸对 Ti-10V-2Fe-3Al 钛合金拉拔疲劳性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(1): 60-63.
GAO Y K. Influence of Shot Peening on Tension-Tension Fatigue Properties in Ti-10V-2Fe-3Al Titanium Alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(1): 60-63.
- [6] 贺蒙. 低塑性滚压钛合金 TC4 表面完整性及低周疲劳寿命研究[D]. 济南: 山东大学, 2015: 1-6.
HE M. Surface Integrity and Low Cycle Fatigue Life of Titanium Alloy TC4 with Low Plasticity Burnishing[D]. Jinan: Shandong University, 2015: 1-6.
- [7] 卢国鑫,金涛,周亦胄,等. 激光冲击强化在高温合金材料应用上的研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2018, 28(9): 1755-1764.
LU G X, JIN T, ZHOU Y Z, et al. Research Progress of Applications of Laser Shock Processing on Superalloys [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2018, 28(9): 1755-1764.
- [8] 汤洋,葛茂忠,王大明,等. 激光冲击处理对 GH3039 高温合金疲劳寿命的影响[J]. 激光与光电子学进展, 2019, 56(22): 221401.
TANG Y, GE M Z, WANG T M, et al. Effect of Laser Shock Peening on Fatigue Life of GH3039 Superalloy[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2019, 56(22): 221401.
- [9] 段海峰,罗开玉,鲁金忠. 激光冲击强化 H62 黄铜摩擦磨损性能研究[J]. 光学学报, 2018, 38(10): 1014002.
DUAN H F, LUO K Y, LU J Z. Friction and Wear Properties of H62 Brass Subjected to Laser Shock Peening[J]. Acta Optica Sinica, 2018, 38(10): 1014002.
- [10] 李兴成,张永康,卢雅琳,等. 激光冲击 AZ31 镁合金抗腐蚀性能研究[J]. 中国激光, 2014, 41(4): 0403002.
LI X C, ZHANG Y K, LU Y L, et al. Research of Corrosion Resistance for AZ31 Magnesium Alloy by Laser Shock Processing[J]. Chinese Journal of Lasers, 2014, 41(4): 0403002.
- [11] HU X L, YANG Y Q, ZHAO J B, et al. Surface Integrity Evolution of a Ni-Based Single Crystal Superalloy by Laser Shock Peening[J]. Applied Surface Science Advances, 2021, 6: 100183.
- [12] LU G X, LIU J D, QIAO H C, et al. Surface Nano-

- Hardness and Microstructure of a Single Crystal Nickel Base Superalloy after Laser Shock Peening[J]. *Optics Laser Technology*, 2017, 91: 116-119.
- [13] GENG Y X, MO Y, ZHENG H Z, et al. Effect of Laser Shock Peening on the Hot Corrosion Behavior of Ni-Based Single-Crystal Superalloy at 750 °C[J]. *Corrosion Science*, 2021, 185: 109419.
- [14] PEYRE P, FABBRO R. Laser Shock Processing: A Review of the Physics and Applications[J]. *Optical and Quantum Electronics*, 1995, 27(12): 1213-1229.
- [15] TANG Z H, DONG X, GENG Y X, et al. The Effect of Warm Laser Shock Peening on the Thermal Stability of Compressive Residual Stress and the Hot Corrosion Resistance of Ni-Based Single-Crystal Superalloy[J]. *Optics Laser Technology*, 2022, 146: 107556.
- [16] GILL A, TELANG A, MANNAVA S R, et al. Comparison of Mechanisms of Advanced Mechanical Surface Treatments in Nickel-Based Superalloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 576: 346-355.
- [17] JOHNSON J N, ROHDE R W. Dynamic Deformation Twinning in Shock-Loaded Iron[J]. *Journal of Applied Physics*, 1971, 42(11): 4171-4182.
- [18] 乔红超, 赵吉宾, 陆莹. 激光诱导冲击波应用技术研究现状[J]. *表面技术*, 2016, 45(1): 1-6.
- QIAO H C, ZHAO J B, LU Y. Current Status of Laser-Induced Shock Wave Application Technology[J]. *Surface Technology*, 2016, 45(1): 1-6.
- [19] 周文, 葛茂忠, 王大明, 等. 激光冲击处理对 GH3039 高温合金表面完整性的影响[J]. *激光与光电子学进展*, 2021, 58(3): 0314001.
- ZHOU W, GE M Z, WANG T M, et al. Effect of Laser Shock Peening on Surface Integrity of GH3039 Superalloys[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2021, 58(3): 0314001.
- [20] UMAPATHI A, SWAROOP S. Measurement of Residual Stresses in Titanium Alloys Using Synchrotron Radiation [J]. *Measurement*, 2019, 140: 518-525.
- [21] 乔红超, 赵亦翔, 赵吉宾, 等. 激光冲击强化对 TiAl 合金组织和性能的影响[J]. *光学 精密工程*, 2014, 22(7): 1766.
- QIAO H C, ZHAO Y X, ZHAO J B, et al. Effect of Laser Peening on Microstructures and Properties of TiAl Alloy [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2014, 22(7): 1766.
- [22] 刘铭晖, 董作人, 辛国锋, 等. 基于 Voigt 函数拟合的拉曼光谱谱峰判别方法[J]. *中国激光*, 2017, 44(5): 0511003.
- LIU M H, DONG Z R, XIN G F, et al. Discrimination Method of Raman Spectral Peaks Based on Voigt Function Fitting[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2017, 44(5): 0511003.
- [23] PYCZAK F, DEVIRENT B, MUGHRABI H. The Effects of Different Alloying Elements on the Thermal Expansion Coefficients, Lattice Constants and Misfit of Nickel-Based Superalloys Investigated by X-Ray Diffraction[C]// *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*. TMS, 2004: 827-836.
- [24] 胡建民, 王蕊, 王春婷, 等. 晶体 X 射线衍射模型和布拉格方程的一般推导[J]. *大学物理*, 2015, 34(3): 1-2.
- HU J M, WANG R, WANG C T, et al. X Ray Diffraction Model of Crystal and General Derivation of Bragg Equation[J]. *College Physics*, 2015, 34(3): 1-2.
- [25] 彭志方, 任遥遥, 梅青松, 等. Ni 基单晶高温合金 CMSX-2 树枝晶结构错配度变化的测算[J]. *金属学报*, 2001, 37(2): 171-178.
- PENG Z F, REN Y Y, MEI Q S, et al. Lattice Misfit Change in Dendritic Structure of nickel-Base Single Crystal Superalloy CMSX-2[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2001, 37(2): 171-178.