

选区激光熔化 Hastelloy-X 合金组织演变 及拉伸性能

侯慧鹏, 梁永朝*, 何艳丽, 李雅莉, 雷力明

上海中航商用航空发动机制造有限责任公司, 上海 201306

摘要 采用选区激光熔化技术加工哈氏合金试样并进行后处理, 分别分析了沉积态、热处理态、热处理+热等静压态试样的宏观/微观组织特征, 并测试了室温/高温拉伸性能。结果表明, 沉积态试样横向/纵向均出现微裂纹, 但未出现析出物。热处理后, 横向组织为等轴晶, 纵向组织为交错分布的细柱状晶和粗柱状晶, 这些晶粒内部存在两种形态差异显著的析出物。热等静压处理后, 晶粒显著长大, 析出物分布均匀化, 试样的室温拉伸性能达到锻件标准; 相比于纵向拉伸性能, 横向拉伸性能具有高强度低塑性的特征。

关键词 激光技术; 选区激光熔化; 哈氏合金; 微观组织; 拉伸性能

中图分类号 TG456.7

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201744.0202007

Microstructural Evolution and Tensile Property of Hastelloy-X Alloys Produced by Selective Laser Melting

Hou Huipeng, Liang Yongchao, He Yanli, Li Yali, Lei Liming

Shanghai Commercial Aircraft Engine Manufacturing Co. Ltd, Shanghai 201306, China

Abstract Hastelloy-X specimens are processed and post-processed by the selective laser melting technique, the macro-/micro-structural characteristics of as-deposited, heat-treated and heat-plus-heat-isostatic-pressure-treated specimens are analyzed, and the tensile property at room/high temperature is tested, respectively. The results indicate that the micro-cracks appear at both horizontal and vertical directions of as-deposited specimens, but no precipitates occur. After heat treatments, the transverse microstructures become equiaxed grains, while the longitudinal microstructures are interleaved fine or coarse columnar grains, and within these grains, there exist two kinds of precipitates with quite different morphologies. After the hot-isostatic-pressure treatment, the grains grow up significantly, the distribution of the precipitates are homogenously distributed, and the tensile property at room temperature reaches the forging standard. The transverse tensile property is characterized by high strength and low plasticity compared to the longitudinal one.

Key words laser technique; selective laser melting; Hastelloy-X alloy; microstructure; tensile property

OCIS codes 140.3390; 160.3900; 160.6990

1 引 言

哈氏合金(Hastelloy-X)是一种典型的镍基固溶强化高温合金,具有良好的抗氧化性、耐腐蚀性,以及冷、热加工成形性能和焊接性能;其在 900 °C 以下有中等的持久强度和蠕变强度,短时工作温度可达到 1080 °C,主要用于制造航空发动机的燃烧室部件及其他高温部件^[1]。采用传统制造工艺如锻压、精密铸造、机械加工等方法加工哈氏合金航空发动机零部件,不同程度地存在加工周期长、成本高、零件复杂程度受限等不足。增材制造(AM)技术提供了全新的技术途径,该技术以数字模型为基础,通常以金属粉末为原材

收稿日期: 2016-10-08; 收到修改稿日期: 2016-10-26

基金项目: 上海市科委高新技术项目(15111108000)

作者简介: 侯慧鹏(1989—),男,硕士,工程师,主要从事金属增材制造技术方面的研究。E-mail: 13917176841@163.com

* 通信联系人。E-mail: liang_andy520@163.com

料,通过层层堆积得到实体零件^[2]。选区激光熔化(SLM)技术是一种典型的金属增材制造技术^[3],具有成形精度高、表面质量好及可加工形状结构复杂的零部件等优点,特别适用于航空发动机燃烧室等复杂结构零部件的加工。

选区激光熔化技术的工艺参数多、影响因素复杂。国外在成形致密度、表面质量、显微组织和力学性能等方面开展了研究^[4-5],实现了选区激光熔化技术在商用航空发动机中的应用。国内关于选区激光熔化哈氏合金的报道较少,本文选择优化的成形工艺参数及后处理制度,加工了高致密度的哈氏合金试样,分析了不同后处理阶段下的微观组织特征及形成原因,分别测试了室温(RT)及高温(HT)下合金的拉伸性能,并与锻件作了对比。

2 实验方案

本实验采用气雾化球形哈氏合金粉末,粉末化学成分见表 1。粉末粒度为 15~45 μm ,粉末形态及组织的扫描电镜(SEM)图如图 1 所示,使用粉末前对其进行烘干。

表 1 哈氏合金粉末的化学成分(质量分数,%)

Table 1 Chemical components of Hastelloy-X powders and parts (mass fraction, %)

Element	C	Cr	Co	Mo	W	Fe	Ni	B	Mn	P	S
Content	0.082	21.58	1.52	8.91	0.6	18.59	48.58	<0.002	0.014	<0.002	0.002

实验采用德国 EOS 公司的 M280 设备进行选区激光熔化加工,工艺参数为:激光功率 200 W,扫描速度 1100 mm/s,扫描间距 0.09 mm,层厚 20 μm ,层间扫描转角 67°,如图 2 所示。加工三组试样,编号分别为 A、B、C。A 组试样为沉积态,B 组试样经过热处理,C 组试样经过热处理后再进行热等静压处理,这三组试样各包括两件 10 mm×10 mm×10 mm 试块,分别用于分析试样的横向(T 向,即与 Z 轴垂直方向)、纵向(L 向,即与 Z 轴平行方向)微观组织。此外,C 组试样还包括室温/高温拉伸性能试样若干,用于测试横向/纵向室温拉伸性能及 1088 K 条件下高温拉伸性能。

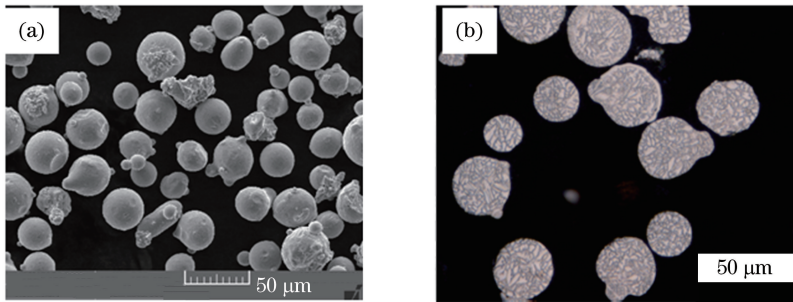


图 1 选区激光熔化哈氏合金粉末的 SEM 图片。(a)粉末形貌;(b)粉末组织

Fig. 1 SEM images of Hastelloy-X alloy powders produced by selective laser melting.

(a) Powder morphology; (b) powder microstructure

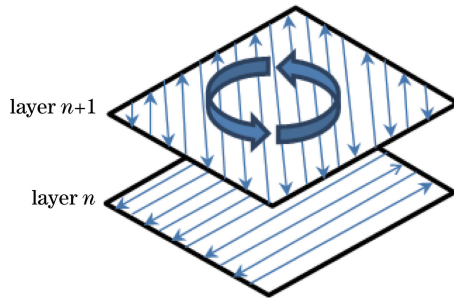


图 2 扫描方向转角示意图

Fig. 2 Schematic diagram of rotation of scanning direction

3 结果与讨论

3.1 显微组织

图 3(a)、(b)分别为沉积态横向和纵向截面的显微组织。从图中可以观察到熔池凝固形成的轨迹,熔池深度约为 $50\ \mu\text{m}$,宽度约为 $90\ \mu\text{m}$,且熔池尺寸在一定范围内波动;试样内部存在裂纹,横向截面的裂纹长度为 $80\sim 120\ \mu\text{m}$,裂纹分布无规则;纵向截面的裂纹长度为 $50\sim 200\ \mu\text{m}$,裂纹沿着 Z 方向穿越多个沉积层。

图 3(c)、(d)分别为去应力热处理态横向和纵向截面的显微组织。从图中可以看到,横向截面组织为等轴晶,晶粒大小为 $20\sim 150\ \mu\text{m}$ 。图中晶粒形态和分布具有方向性,呈现条带状特征,条带中心区域的晶粒显著大于条带边缘的,条带宽度约为 $90\ \mu\text{m}$,与扫描间距一致,这种条带特征与图 3(a)中熔池凝固形成的轨迹具有对应关系。图 3(c)其他区域条带状特征不显著,这是剖切面不完全平行于水平面或者不同成形层内的熔池深度波动较大造成的。此外,如图 3(c)、(d)所示,横向及纵向截面均存在少量微裂纹,裂纹的分布和方向具有随机性,裂纹长度范围为 $30\sim 120\ \mu\text{m}$ 。

图 3(d)中纵向晶粒形态为柱状晶,长度范围为 $40\sim 240\ \mu\text{m}$,即柱状晶最多贯穿 12 个成形层,未贯穿整个试样;柱状晶宽度范围为 $10\sim 150\ \mu\text{m}$,晶粒尺寸在较大范围内波动。形成了贯穿多个成形层的柱状晶以及交替分布的粗晶区和细晶区,如图 3(d)中虚线框所示。此外,析出物具有沿 Z 向分布的特征,这是由于选区激光熔化成形哈氏合金的晶粒内部形成了胞状树枝晶,胞状树枝晶方向与 Z 轴方向成一定角度,热处理后胞状树枝晶晶间容易产生析出物。

在激光选区熔化成形过程中,激光扫描使前一层或者数层重新熔化形成熔池,移动的熔池边缘存在半熔化的晶粒,液态金属以联生结晶方式在半熔化的晶粒上形核并长大。在熔池凝固过程中,晶粒倾向于沿着最大负温度梯度方向生长,当晶粒的最优生长方向与负的温度梯度方向一致时,晶粒更容易长大,同时排挤其他方向的晶粒,即发生了竞争生长过程。竞争生长导致凝固后的晶粒形态与熔池凝固形成的轨迹有一定对应关系。由于成形过程中存在层间转角,即每层扫描方向与前一层相比均发生了改变,造成柱状晶形态发生曲折。成形过程重复若干层之后,在联生结晶和竞争生长的作用下,纵向柱状晶长度受限,不能贯穿整个试样。

图 3(e)为热处理+热等静压后的横向组织,与图 3(c)相比,晶粒显著长大,尺寸范围为 $30\sim 250\ \mu\text{m}$,且

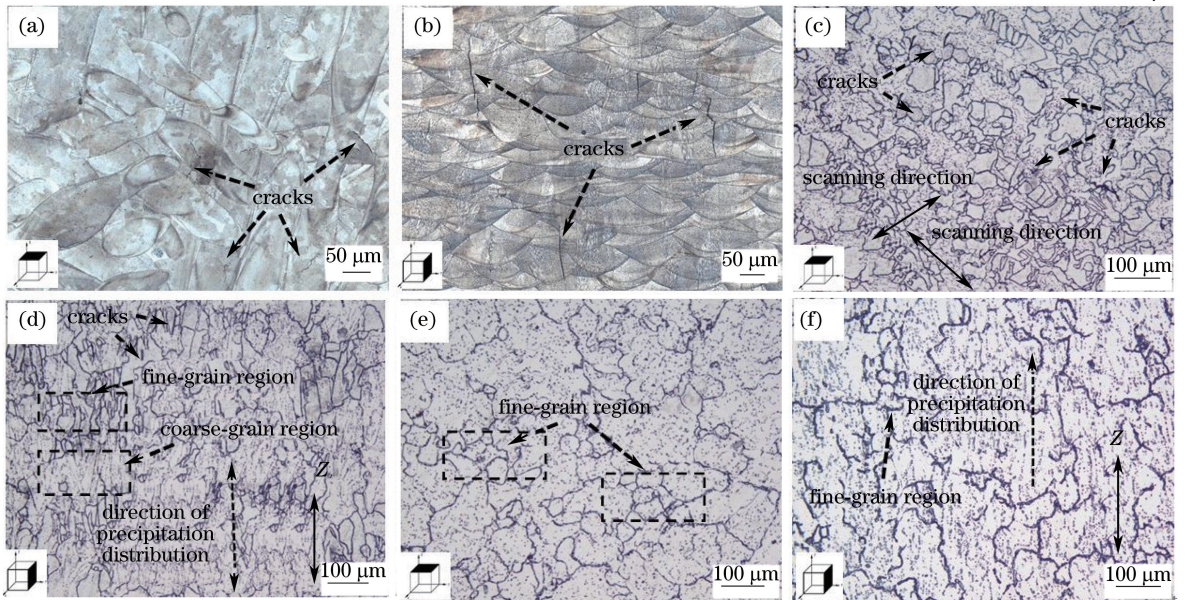


图 3 选区激光熔化成形哈氏合金显微组织。(a)横向截面的沉积态;(b)纵向截面的沉积态;(c)横向截面的热处理态;(d)纵向截面的热处理态;(e)热处理+热等静压处理后的横向组织;(f)热处理+热等静压处理后的纵向组织

Fig. 3 Microstructures of Hastelloy-X alloys produced by selective laser melting. (a) As-deposited horizontal cross-section; (b) as-deposited vertical cross-section; (c) heat-treated horizontal cross-section; (d) heat-treated vertical cross-section; (e) heat-plus-heat-isostatic-pressure-treated horizontal cross-section; (f) heat-plus-heat-isostatic-pressure-treated vertical cross-section

经过热等静压后,析出物分布均匀,内部微裂纹闭合,存在少量细晶区。图 3(f)为热处理+热等静压后的纵向组织,与图 3(d)相比,宏观晶粒宽度显著变大,晶粒长度增加不明显,柱状晶长径比减小,晶粒形态出现均匀化,析出物沿 Z 向分布的特征更加显著。图 3(e)、(f)中存在一定量的细晶区。这是由于热处理后,晶粒形态存在不均匀性,如图 3(c)、(d)中交错分布的粗晶区和细晶区,在热等静压再结晶过程中,由于晶粒之间取向差异较大或与周围粗晶的取向差异较大,部分细晶不能充分合并长大,导致热等静压后仍存在少量相对较细的晶粒。

3.2 析出物分析

图 4 为热处理后横向组织中的析出物。由图可以发现,晶粒内部存在两种形态差异显著的析出物:I 区域弥散分布着细小的析出物(I 型析出物),主要呈八面体形态,尺度为 150~700 nm,析出物周边未形成腐蚀坑,如图 4(b)所示;II 区域分布着较粗大的析出物(II 型析出物),呈多面体形态,尺寸大于 1700 nm,析出物周围形成较深的腐蚀坑,如图 4(c)所示。此外,晶界处存在不连续的片状析出物和沿晶界分布的粗大裂纹。

碳化物是镍基高温合金的主要强化相之一,通常呈球状、链状分布在晶界或晶内^[5]。在选区激光熔化成形过程中,极快的冷却速度导致发生溶质捕获,得到过饱和的 γ 固溶体^[6]。热处理导致溶质元素的化学势发生变化,溶质元素扩散并聚合形成析出物,哈氏合金典型析出物包括 M_6C 、 $M_{23}C_6$ 、 σ 相和 μ 相^[7]。镍基合金中 Cr 可以形成具有防护性的 Cr_2O_3 氧化膜,从而提高合金耐蚀性^[8]。图 4 中 II 型析出物及晶界析出物周边存在腐蚀坑,这是由于析出物消耗了大量 Cr,贫 Cr 区耐蚀性较低。可以推测 II 型析出物含有大量 Cr,可能属于 $M_{23}C_6$ 型碳化物^[7, 9-10],I 型析出物含有大量 Mo,可能属于 M_6C 型碳化物^[11]。

图 5 为热处理+热等静压后的横向微观组织。与图 4 相比,出现了连续的晶界析出物,且晶内析出物尺寸略有增大,析出物分布均匀化,未出现 I 型析出物;晶界处不连续的析出物经过热等静压后长大并形成连续片状析出物。

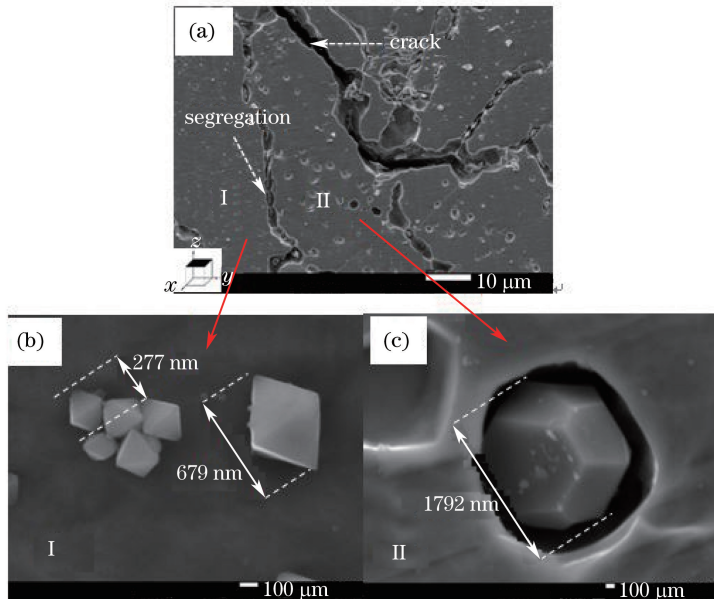


图 4 热处理后析出物的 SEM 图。(a)横向截面;(b) I 区域;(c) II 区域

Fig. 4 SEM images of precipitates after heat-treatment. (a) Transverse cross-section; (b) region I; (c) region II

3.3 拉伸性能

表 2 为激光选区熔化成形哈氏合金(去应力退火+热等静压)的室温/高温拉伸力学性能。从表中可以看出,室温拉伸性能达到了锻件标准,且在室温及高温条件下存在各向异性,横向拉伸性能呈现高强度低塑性的特点,这在相关研究中得到了证实^[4-5]。其他金属增材制造技术,如激光熔化沉积钛合金、高强钢,电子束成形钛合金,也普遍存在类似现象。

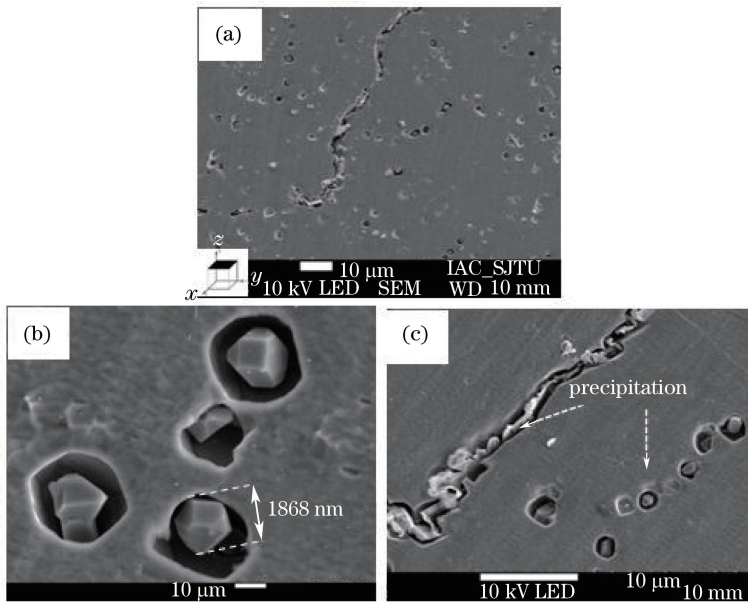


图 5 热处理+热等静压处理后析出物的 SEM 图。(a) 横向截面；(b) 晶内析出物；(c) 晶界析出物
 Fig. 5 SEM images of precipitates after heat-plus-heat-isostatic-pressure-treatment.
 (a) Transverse cross-section; (b) precipitates inside grains; (c) precipitates at grain boundaries

表 2 选区激光熔化哈氏合金的拉伸性能

Table 2 Tensile property of Hastelloy-X alloys produced by selective laser melting

Parameter	Direction				Forging
	T	L	T	L	
Test condition	RT	RT	HT	RT	RT
Tensile strength /MPa	755	740	295	287	690
Yeild strength /MPa	334	319	192	187	275
Elongation /%	32	50	24.5	30.0	30
Section shrinkage /%	33	46	25.0	40.0	—

图 6 为激光选区熔化成形哈氏合金(去应力退火+热等静压)高温拉伸断口的 SEM 图,可以发现纵向拉伸断口的韧窝数量多、深度大,且存在二次裂纹。力学性能的各向异性与组织特征密切相关,众多研究已证实了各向异性与柱状晶的形态及方向相关。

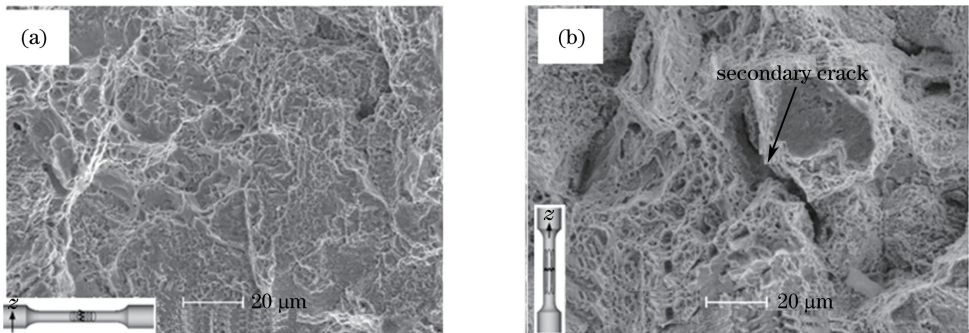


图 6 选区激光熔化成形哈氏合金的高温拉伸断口的 SEM 图。(a) 横向拉伸；(b) 纵向拉伸
 Fig. 6 SEM images of tensile fractures of Hastelloy-X alloys produced by selective laser melting at high temperature. (a) Transverse tensile; (b) longitudinal tensile

4 结 论

通过对选区激光熔化成形哈氏合金在不同热处理状态下的组织、室温/高温拉伸性能及其断口的分析,

得出以下结论:1) 选区激光熔化成形哈氏合金沉积态的横向组织和纵向组织均存在微裂纹,裂纹长度范围为50~200 μm ;经去应力退火后,横向组织为等轴晶,具有条带状分布特征,纵向组织为不规则交错分布的细柱状晶和粗柱状晶;联生结晶和竞争生长的共同作用决定了横向及纵向的晶粒的形态及分布。热等静压处理后,晶粒显著长大,裂纹闭合。2) 去应力热处理后,晶粒内部存在两种形态差异显著的析出物;经过热等静压后,I型析出物消失,晶界处形成连续片状析出物。3) 经过热处理及热等静压处理后,室温拉伸性能达到锻件标准,横向表现出高强度低塑性的特点,可能与晶粒形态及析出物的分布规律有关。

参 考 文 献

- [1] Editing Board of China Aeronautical Materials Handbook. China aeronautical materials handbook [M]. Beijing: Standards Press of China, 2002: 224.
中国航空材料手册编辑委员会. 中国航空材料手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 2002: 224.
- [2] Gu D D, Meiners W, Wissenbach K, *et al.* Laser additive manufacturing of metallic components: Materials, processes and mechanisms[J]. International Materials Reviews, 2012, 57(3): 133-164.
- [3] Frazier W E. Metal additive manufacturing: A review[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2014, 23(6): 1917-1928.
- [4] Wang F, Wu X H, Clark D. On direct laser deposited Hastelloy-X: Dimension, surface finish, microstructure and mechanical properties[J]. Materials Science and Technology, 2011, 27(1): 344.
- [5] Zhou Ruifa, Han Yafang, Li Shusuo. High-temperature structural materials[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2006.
周瑞发, 韩雅芳, 李树索. 高温结构材料[M]. 北京: 国防工业出版社, 2006.
- [6] Tomus D, Tian Y, Rometsch P A, *et al.* Influence of post heat treatments on anisotropy of mechanical behavior and microstructure of Hastelloy-X parts produced by selective laser melting[J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 667: 42-53.
- [7] Zhao J C, Larsen M, Ravikumar V. Phase precipitation and time-temperature-transformation diagram of Hastelloy-X [J]. Materials Science and Engineering A, 2000, 293: 112-119.
- [8] Chun C M, Bhargava G, Ramanarayanan T A. Metal dusting corrosion of nickel-based alloys [J]. Journal of the Electrochemical Society, 2007, 154(5): 231-240.
- [9] Belan J. GCP and TCP phases presented in nickel-base superalloys [J]. Materials Today: Proceedings, 2016, 3(4): 936-941.
- [10] Qin X Z, Guo J T, Yuan C, *et al.* Precipitation and thermal instability of $M_{23}C_6$ carbide in cast Ni-base superalloy K452 [J]. Materials Letters, 2008, 62(2): 258-261.
- [11] Bai G H, Li J S, Hu R, *et al.* Effect of temperature on tensile behavior of Ni-Cr-W based superalloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2011, 528(4-5): 1974-1978.