热处理工艺对 304 不锈钢熔覆层组织和性能的影响

柴蓉霞,李凯凯,郭卫,方秀荣

西安科技大学机械工程学院,陕西西安 710054

摘要 在 27SiMn 钢表面通过预置送粉方法得到了激光熔覆层,并对熔覆层进行了热处理。分析了热处理前后试 样的显微组织、相结构、拉伸性能、断口形貌和显微硬度,获得了较优的热处理工艺参数。结果表明,热处理工艺可 细化熔覆层的晶粒,使熔覆层的显微组织更加致密;热处理工艺可以改善材料的塑性和韧性,增大材料的抗拉强 度,减小材料的显微硬度。在最优热处理工艺下,试样的晶粒均匀、细小且拉伸性能优异。 关键词 激光技术;激光熔覆;热处理;显微组织;拉伸性能;显微硬度

中图分类号 TG161 文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP55.051405

Effect of Heat Treatment Process on Microstructures and Properties of 304 Stainless Steel Cladding Layers

Chai Rongxia, Li Kaikai, Guo Wei, Fang Xiurong

School of Mechanical Engineering, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an, Shaanxi 710054, China

Abstract The laser cladding layers on the 27SiMn steel surface are obtained by the preset powder feeding method, and the heat treatment to these cladding layers is also conducted. The microstructures, phase structures, tensile properties, fracture morphologies and microhardness specimens before and after heat treatment are investigated, and the better heat treatment process parameters are obtained. The results show that the heat treatment process can refine the grain size of cladding layers, which makes microstructures denser. The heat treatment process can improve the plasticity and toughness, which enhances the tensile strength and reduces the microhardness of materials. Under the optimal heat treatment process, the grains of specimens are refined and homogeneous, and the tensile property is superior.

Key words laser technique; laser cladding; heat treatments; microstructures; tensile property; microhardness OCIS codes 140.3390; 160.3900; 350.3390; 350.3850

1引言

激光增材制造技术是一种快速制造材料的新型 技术^[1-2],被广泛应用于各个领域^[3]。激光增材制造 技术通过材料逐层累加的方法制造实体零件,是一种 "自下而上"的制造方法。该技术可实现自由制造,解 决复杂结构零件的成形问题,并大大减少了加工工 序,降低了材料成本^[4],缩短了加工周期^[5-7]。王聪 等^[8]利用激光熔覆成形得到了组织致密、显微硬度分 布均匀的多元扭曲薄壁件。段晓溪等^[9]发现,316L-SiC 激光熔覆层的显微硬度随着 SiC 添加量的增大而 增大,且硬度最大值比 316L 熔覆层的增大了 132%。 方琴琴等^[10]利用激光直接成形工艺得到了显微组织 致密均匀,无明显气孔、裂纹等缺陷的薄壁件,薄壁件 的显微硬度为 640~770 HV。

在激光增材制造技术中,激光的快速加热及冷却使得材料的组织细小均匀^[11],通过逐层累加可制造大型金属构件^[12-13],但其应用存在一些问题,如零件不同区域的晶粒形状和大小存在差异,而且零件的塑性和韧性小于由传统方法制造的零件。通过对激光增材制造的材料进行热处理可以提高材料的力 学性能。唐杨杰等^[14]研究发现,经 930 ℃保温 2 h

收稿日期: 2017-10-20; 收到修改稿日期: 2017-11-21

基金项目: 国家自然科学基金(51775427)

作者简介:柴蓉霞(1977—),女,博士,讲师,主要从事材料成形、表面工程方面的研究。

E-mail: joancra_030159@163.com

空冷的固溶处理和 800 ℃保温 24 h 空冷的时效处 理后,激光增材制造 Ti-22Al-25N 合金的室温拉伸 性能较好。张阿莉等^[15] 对激光增材制造 Ti60A 高 温钛合金进行了双重退火热处理,结果表明,T_β-10 双重退火态的拉伸强度较高,室温塑性最好。Liu 等^[16]研究发现,经热处理的激光增材制造 AISI431 钢的拉伸强度高于沉积态的。Yadollahi 等^[17]研究 发现,经过热处理的激光增材制造 316L 不锈钢的 韧性优于直接沉积成形的材料。

本文利用激光熔覆技术得到了 304 不锈钢熔覆 如图 1 所示,可以看 层,并对熔覆层进行了不同的热处理。通过对比分 球形,其半径为 30~ 表1 304 不锈钢粉末的化学成分(质量分数,%)

析热处理前后熔覆层的显微组织、拉伸性能、断口形 貌和显微硬度,得到了不同热处理工艺对 304 不锈 钢熔覆层的组织和性能的影响规律,并获得了最优 的热处理工艺。

2 试验材料及方法

选用 27SiMn 钢作为基体材料,其尺寸为 200 mm×300 mm×20 mm。304 不锈钢粉末作为 熔覆材料,其化学成分见表1。304 不锈钢粉末形貌 如图1 所示,可以看出,大部分粉末颗粒呈球形或椭 球形,其半径为30~200 μm。

Table 1 Chemical compositions of 304 stainless steel powder (mass fraction, $\frac{1}{2}$)

Element	С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni
Value	≪0.08	≪2.00	≪0.045	≪0.03	≪1.00	18.0-20.0	8.0-11.0



图 1 304 不锈钢粉末形貌 Fig. 1 Morphology of 304 stainless steel power

采用最高输出功率为 3000 W 的山东能源重装 集团有限公司的 DLS-3000C 型半导体激光器进行 激光熔覆,输出波长为 980 nm,波长偏差为 10 nm, 送粉方式为预置送粉,单层铺粉厚度为 2 mm。激 光的光斑直径为 3 mm,选择激光功率为 2500 W, 扫描速度为 16 mm•s⁻¹,搭接率为 50%。采用多层 熔覆的方式逐层累加。激光增材制造过程如图 2 所 示。利用线切割方式将激光熔覆材料切割成尺寸为



图 2 激光增材制造过程示意图

Fig. 2 Schematic of laser additive manufacturing process

130 mm×26 mm×22 mm 的试验试样。选用不同的热处理工艺对试样进行热处理,选用的热处理工艺为固溶处理+退火处理,如图 3 所示,具体的热处 理工艺参数见表 2,其中 WC 为水冷,AC 为空冷。





热处理完成后,通过线切割方式得到金相试 样和拉伸试样。对金相试样进行镶嵌、打磨、抛 光、腐蚀、干燥后,使用光学显微镜观察其金相组 织,观察面分别垂直于X、Y方向,如图2所示。拉 伸试样通过砂纸打磨后,使用长春方锐科技有限 公司的WDW-100型电子万能试验机在室温下进 行拉伸试验,拉伸试样的拉伸方向沿着Y方向,所 得的拉伸试样是纯熔覆层材料,拉伸速度为 1 mm•min⁻¹,拉伸试样的尺寸如图4所示,试样 的标距为28 mm,每种热处理方法下拉伸试样数 量为4个。使用显微硬度计进行熔覆层显微硬度 测试,在熔覆层的横截面上由表及里以相同的间 距进行打点测试。

表 2 热处理工艺参数 Table 2 Heat treatment process parameters

		1 1				
Samela Na	Solution treatment	Solution treatment	Annealing	Annealing		
Sample No.	temperature / °C	time /h	temperature /°C	time /h		
1 #	950	0.5	650	1.5		
2 #	950	1.0	650	1.5		
3 #	950	1.5	650	1.5		
4 #	950	0.5	800	1.5		
5 #	950	1.0	800	1.5		
6 #	950	1.5	800	1.5		
0 #	_	_	_	_		



图 4 拉伸试样示意图 Fig. 4 Schematic of tensile specimen

3 试验结果

3.1 热处理对熔覆层显微组织及物相的影响

不同热处理工艺下熔覆层的显微组织形貌如图 5 所示。由图 5(a)可以看出,未经热处理的 0 # 试 样中,熔覆层的显微组织不均匀,晶粒粗大目形状不 一,两个相互垂直的观察面上均有近似等轴状的晶 粒和具有快速凝固特点的柱状晶粒,因此,未经热处 理的熔覆层的晶粒是柱状晶,柱状晶的长度约为 75 μm, 宽度约为 12 μm。同时, 从图 5(a) 可以看 出,不同区域的柱状晶的排列方式不同。这是因为 在激光熔覆过程中,激光束为能量分布不均匀的高 斯热源,不同的加热和冷却速率造成各区域的组织 形态不相同[18]。热处理使奥氏体晶粒经过回复、再 结晶过程,组织变得更加均匀,晶粒在不同程度上得 到了细化。从图 5(b)可以看出,1 # 试样两个观察 面的显微组织中有少量的柱状晶,但柱状晶的长度 比未热处理试样的有所减小,两个观察面上均有平 均尺寸约为 10 µm 的等轴状晶粒。由图 5(c)可以 看出,2#试样两个观察面的显微组织十分均匀,柱 状晶几乎全部消失,均呈现出平均晶粒尺寸约为 6 μm的等轴状晶粒。由图 5(d)可以看出,3 # 试样 的两个观察面也呈现出等轴状的晶粒,但平均晶粒 尺寸有所增大,约为10 µm。



图 5 不同试样熔覆层的显微组织。

(a) 0 #; (b) 1 #; (c) 2 #; (d) 3 #; (e) 5 #
Fig. 5 Microstructures of cladding layers of different
specimens. (a) 0 #; (b) 1 #; (c) 2 #; (d) 3 #; (e) 5 #

1 # ~3 # 试样都是在 950 ℃下进行固溶处理, 但保温时间不同。通过观察可以发现,与未热处理 试样相比,热处理使得 1 # 试样的晶粒得到一定程 度的细化,柱状晶有所减少,显微组织相对均匀。这 是因为在固溶处理保温的过程中,位错发生运动,原 来在变形晶粒中分散杂乱的位错逐渐集中,相互结 合并按照某种规律排列,使得组织更加致密。当2 ♯ 试样的固溶处理保温时间增加到 1 h 后,金属内原 子的扩散能力进一步增强,变形的晶粒被转换成均 匀而细小的等轴状晶粒,柱状晶的数量大幅度减少, 使得其金相组织最为均匀。3 ♯ 试样的固溶处理保 温时间为 1.5 h,保温时间过长将导致晶粒长大。 2 ♯和 5 ♯ 试样固溶处理工艺相同,而退火时的温度 不同,结合图 5(c)、(e)可以发现,在 800 ℃下退火



会使得晶粒稍微增大,平均晶粒尺寸约为 12 μm, 1 #、4 # 和 3 #、6 # 试样相互对比后也出现类似情况。因此,2 # 试样晶粒的细化效果最好,该试样的 热处理工艺较优。

不同热处理工艺下熔覆层的 X 射线衍射 (XRD)图如图 6 所示。从图 6(a)可以看出,热处理 工艺没有使熔覆层中产生新的物相。2 # 试样的衍 射峰尖锐,峰强较大,表明晶粒发育良好,晶界清晰, 晶粒均匀细小,说明该试样的热处理工艺较为合适。 从图 6(b)中可以看出,衍射峰(104)位置发生偏移, 表明经过热处理后晶格发生了畸变。



图 6 熔覆层的 XRD 图谱 Fig. 6 XRD patterns of cladding layers

3.2 拉伸试验

不同热处理工艺下试样的应力-应变曲线如图 7 所示。可以看出,各试样的应力-应变曲线较为平 滑,其中 2 # 试样的抗拉强度和延伸率明显大于其 他试样。各试样的平均抗拉强度、断面收缩率和延 伸率结果见表 3。可以看出,2 #、3 #、4 # 试样的抗 拉强度均大于未经热处理的 0 # 试样;所有热处理 试样的延伸率和断面收缩率均大于未经热处理的 0 # 试样。这是因为热处理使碳固溶于奥氏体中,强 化相溶解,组织更加均匀,所以材料的塑性和韧性得 到提高。2 # 试样的抗拉强度最大,比未热处理试样



的抗拉强度增大了 56.7%,其延伸率和断面收缩率 也最大,因此 2 #试样的热处理工艺较优。

表 3 拉伸试验结果

	Table 3 Kes	ults of tensile te	st
Sample	Average tensile	Extensibility $/$	Reduction of
No.	strength /MPa	⁰∕₀	area / ½
1#	285.2	11.6	19.1
2 #	506.8	17.0	23.1
3 #	409.6	11.9	19.2
4 #	456.5	12.5	18.0
5 #	305.1	12.8	21.7
6 #	309.6	15.0	21.0
0 #	323.4	11.1	13.8

不同热处理工艺下拉伸试样断口形貌如 图 8~10所示,其中右侧图均为对应左侧图的放大 图。由图 8 可以看出,未经热处理的 0 #试样的断 口形貌多为均匀分布且具有典型塑性变形特征的 韧窝,平均直径约为 4 μm,局部区域为具有脆性断 裂特征的光滑结晶亮面。从图 9 可以看出,2 # 试 样断口形貌为分布均匀的等轴型韧窝,韧窝的直 径约为 3 μm,塑性较好。图 10 所示 5 # 试样的断 裂方式主要为脆性解理断裂,少部分区域出现韧 窝, 脆性断裂区域的表面为光滑亮面, 该光滑亮面 呈"河流状"和"舌状"。脆性断裂表明材料的塑性 较差,5 # 试样的晶粒尺寸大于2 # 试样的, 延伸率 也较小, 因此, 试样的断口形貌、显微组织形貌及 拉伸性能均一致。1 #、3 #、4 #、6 # 试样的断口



形貌均与5#试样相似,一部分区域为韧性断裂, 一部分区域为脆性断裂。对比可知,2#试样的断 口形貌表明其为韧性断裂,比未经热处理的0#试 样和5#试样表现出更佳的塑性和韧性,因此2# 试样的热处理工艺较优。



图 8 0 # 试样的拉伸断口形貌 Fig. 8 Fracture morphology of 0 # specimen



图 9 2 # 试样的拉伸断口形貌 Fig. 9 Fracture morphology of 2 # specimen



图 10 5 # 试样的拉伸断口形貌 Fig. 10 Fracture morphology of 5 # specimen

3.3 显微硬度分析

不同热处理工艺下试样硬度的测试结果如图 11 所示。可以看出,所有试样的显微硬度曲线均有 一定波动。其中,2 # 试样的显微硬度曲线波动较 小,这是因为2#试样的显微组织最均匀,晶粒均为 等轴晶;0#试样的显微硬度曲线波动较大,这是因 为未经热处理的熔覆层的组织不均匀,晶粒主要为 柱状晶,局部区域表现为等轴晶,晶粒不同导致显微 硬度略有不同。6种热处理工艺下试样的平均显微 硬度均小于未经热处理的0#试样的,固溶处理使 得材料中相的分布更均匀,这既提高了材料的塑性 和韧性,又减小了材料的显微硬度。



Fig. 11 Microhardness curves

4 结 论

在 27SiMn 钢表面进行了预置送粉激光熔覆, 通过逐层累加得到了厚度为 6 mm 的 304 不锈钢熔 覆层,并对熔覆层进行了不同工艺的热处理,得到以 下结论。

1)随着固溶处理保温时间的增大,熔覆层的晶 粒先减小后增大;当保温时间为1h时,试样的晶粒 最细小,组织最致密。

 2)当退火温度为800 ℃时,试样的晶粒较 粗大。

 3) 热处理工艺未改变熔覆层的相结构,经热处 理的熔覆层显微硬度小于未经热处理的熔覆层。

4)较优的热处理工艺为:950 ℃下保温1h固 溶处理,水冷至室温,再加热到650 ℃保温1.5h,空 冷至室温。该热处理工艺下试样的显微组织和力学 性能最佳。

参考文献

[1] Zhao J F, Ma Z Y, Xie D Q, et al. Metal additive manufacturing technique [J]. Journal of Nanjing University of Aeronautics & Astronautics, 2014, 46(5): 675-683.
赵剑峰,马智勇,谢德巧,等.金属增材制造技术

[J]. 南京航空航天大学学报, 2014, 46(5): 675-683.

[2] Wang Z H, Wang H M, Liu D. Microstructure and mechanical properties of AF1410 ultra-high strength steel using laser additive manufacture technique [J]. Chinese Journal of Lasers, 2016, 43(4): 0403001. 王志会,王华明,刘栋.激光增材制造 AF1410 超高 强度钢组织与力学性能研究[J].中国激光,2016, 43(4):0403001.

- [3] Wang X L, Sun W L, Zhang J J, et al. Path planning of laser cladding and remanufacturing based on reverse engineering [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2017, 54(5): 051401.
 王鑫龙,孙文磊,张建杰,等.基于逆向工程的激光 熔覆再制造路径规划 [J].激光与光电子学进展, 2017, 54(5): 051401.
- Zan S P, Jiao J K, Zhang W W. Study on laser cladding process of 316L stainless steel powder [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2016, 53 (6): 061406.

昝少平, 焦俊科, 张文武. 316L 不锈钢粉末激光熔
覆工艺研究 [J]. 激光与光电子学进展, 2016, 53(6): 061406.

- [5] Wang H M, Zhang S Q, Wang X M. Progress and challenges of laser direct manufacturing of large titanium structural components[J]. Chinese Journal of Lasers, 2009, 36(12): 3204-3209.
 王华明,张述泉,王向明.大型钛合金结构件激光直 接制造的进展与挑战[J].中国激光, 2009, 36(12): 3204-3209.
- [6] Lin X, Huang W D. Laser additive manufacturing of high-performance metal components [J]. Scientia Sinica: Informations, 2015, 45(9): 1111-1126.
 林鑫,黄卫东.高性能金属构件的激光增材制造[J]. 中国科学:信息科学, 2015, 45(9): 1111-1126.
- [7] Lin X, Huang W D. High performance metal additive manufacturing technology applied in aviation field[J]. Materials China, 2015, 34(9): 684-688.
 林鑫,黄卫东.应用于航空领域的金属高性能增材制造技术[J].中国材料进展, 2015, 34(9): 684-688.
- [8] Wang C, Shi S H, Fang Q Q, et al. Research on laser cladding forming of close-packed multivariant twisty thin-wall parts[J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(6): 0602004.
 王聪,石世宏,方琴琴,等.空间多元密排扭曲薄壁 件的激光熔覆成形研究[J].中国激光, 2017, 44(6): 0602004.
- [9] Duan X X, Gao S Y, Gu Y F, et al. Study on reinforcement mechanism and frictional wear properties of 316L-SiC mixed layer deposited by laser cladding [J]. Chinese Journal of Lasers, 2016, 43(1): 0103004.

段晓溪,高士友,顾勇飞,等.激光熔覆 316L+SiC 的强化机制和摩擦磨损性能研究[J].中国激光,

2016, 43(1): 0103004.

[10] Fang Q Q, Fu G Y, Wang C, et al. Laser direct forming technology of double thin-walled parts with connecting ribs[J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(2): 0202005.
方琴琴,傅戈雁,王聪,等.带连接筋双层薄壁件激

- [11] Qiu X W, Liu C G, Zhang Y P. Microstructure and property of Al₂CoCrCuFeNi_xTi high entropy alloy coatings prepared by laser cladding [J]. Laser &. Optoelectronics Progress, 2017, 54(5): 051404.
 邱星武,刘春阁,张云鹏.激光熔覆 Al₂CoCrCuFeNi_xTi 高熵合金涂层的组织及性能[J].激光与光电子学进展, 2017, 54(5): 051404.
- [12] Wang H M. Materials' fundamental issues of laser additive manufacturing for high-performance large metallic components [J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2014, 35(10): 2690-2698.
 王华明.高性能大型金属构件激光增材制造:若干材 料基础问题[J]. 航空学报, 2014, 35(10): 2690-2698.
- [13] He B W, Ran X Z, Tian X J, et al. Corrosion resistance research of laser additive manufactured TC11 titanium alloy[J]. Chinese Journal of Lasers, 2016, 43(4): 0403004.

何博文, 冉先喆, 田象军, 等. 激光增材制造 TC11 钛合金的耐蚀性研究[J]. 中国激光, 2016, 43(4): 0403004.

[14] Tang Y J, Liu Y T, Zhang Y Z. Effect of heat treatment on microstructure and properties of laser

additive manufactured Ti $_2$ AlNb-based alloy [J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2016, 514(19): 16-21.

唐杨杰,刘彦涛,张永忠.热处理对激光增材制造 Ti₂AlNb基合金组织及性能的影响[J].航空制造技 术,2016,514(19):16-21.

- [15] Zhang A L, Zhu H L, Tang F. The effect of duplex annealing on microstructure and mechanical properties of laser deposited Ti60A alloy[J]. Manned Spaceflight, 2015, 21(4): 346-350.
 张阿莉,朱洪来,唐飞.双重退火对激光增材制造 Ti60A 合金显微组织和力学性能的影响[J].载人航 天, 2015, 21(4): 346-350.
- [16] Liu Y, Li A, Cheng X, et al. Effects of heat treatment on microstructure and tensile properties of laser melting deposited AISI 431 martensitic stainless steel[J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 666: 27-33.
- Yadollahi A, Shamsaei N, Thompson S, et al. Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel [J]. Materials Science & Engineering A, 2015, 644: 171-183.
- [18] Xu C W, Wang Z Q, Hu X, et al. Research on microstructure and property of laser cladding layer on 1Cr17Ni2 stainless steel [J]. Surface Technology, 2011, 40(1): 11-13.
 徐成伟, 王振全, 胡欣, 等. 1Cr17Ni2 不锈钢表面激 光熔覆层的微观组织和性能研究 [J].表面技术, 2011, 40(1): 11-13.