

激光选区熔化 GH3536 合金组织对力学性能的影响

薛珈琪, 陈晓晖*, 雷力明

中国航发上海商用航空发动机制造有限责任公司, 上海 201306

摘要 为了研究激光选区熔化 GH3536 合金组织对零件力学性能的影响, 采用不同批次粉末制备激光选区熔化 GH3536 合金, 分析显微组织、测试室温拉伸性能和高温持久性能, 并分析失效机理。结果表明, 激光选区熔化 GH3536 合金显微组织主要为奥氏体相, 在晶粒内部和晶界处析出 $M_{23}C_6$ 碳化物。晶粒尺寸增大, 晶界数量减少, 导致室温拉伸强度降低, 但高温持久性能得到提升。块状碳化物分布在晶界会降低激光选区熔化 GH3536 合金室温塑性和高温持久性能; 链状碳化物能够强化晶界, 使合金具有较高的室温塑性和高温持久性能。

关键词 激光加工; 激光选区熔化; GH3536 合金; 显微组织; 拉伸性能; 持久性能

中图分类号 TG456.7

文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP56.141401

Effects of Microstructure on Mechanical Properties of GH3536 Alloy Fabricated by Selective Laser Melting

Xue Jiaqi, Chen Xiaohui*, Lei Liming

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

Abstract This study aims to investigate the effect of microstructure on mechanical properties of the GH3536 alloy fabricated by selective laser melting (SLM) technology. Different powder batches are utilized to fabricate the specimens. The microstructures, room temperature tensile property, and high temperature endurance performance are then tested, and the invalidation mechanism is analyzed. The results show that the microstructure of the SLM GH3536 alloy is mainly austenitic phase with $M_{23}C_6$ inside the grain and at the grain boundary. The amount of grain boundary decreases with the increasing grain size, leading to an improvement of the high temperature endurance performance, but a degradation of the tensile property at room temperature. The massive carbide at the grain boundary will reduce the room temperature tensile property and the high temperature endurance performance of the SLM GH3536 alloy. However, the chain carbide at the boundary can improve the room temperature tensile property and high temperature endurance performance.

Key words laser processing; selective laser melting; GH3536 alloy; microstructure; tensile property; endurance performance

OCIS codes 140.3380; 160.3900; 160.6990

1 引言

GH3536 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、冷热加工成型性和焊接性^[1-2]。该合金在 900 °C 以下具有中等的持久强度和蠕变强度, 当工作温度达到 1080 °C 时可短时使用, 适用于制造航空发动机燃烧室部件及其他高温部件^[3]。但由于航空发动机燃烧室部件具有

较多的内流道及薄壁结构, 结构复杂且对性能及精度要求较高, 采用传统加工制造工艺(如锻造、铸造后铣削加工)已无法满足制造需求。

激光选区熔化(SLM)是一种采用激光逐层熔化金属粉末, 最终实现金属复杂构件无模具、全致密和近净成形的快速制造技术^[4]。相比于传统的制造技术, 激光选区熔化具有成形精度高、表面质量好, 以及可制造形状结构复杂零件等优势, 特别适用于

收稿日期: 2019-01-15; 修回日期: 2019-01-17; 录用日期: 2019-02-21

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFB1106400)

* E-mail: chenxiaohui0310@126.com

航空、航天、医疗等领域中复杂结构零件的精密快速制造^[5-7]。激光选区熔化过程具有温度梯度大、冷却速度快和反复热循环等特点,可以形成与传统加工制造零件具有不同组织特征的零件,因组织特征不同,零件的各项性能不同^[8]。现有激光选区熔化 GH3536 合金的研究主要集中在工艺参数优化、缺陷控制和组织演变等方面^[9-11]。

由于航空发动机燃烧室零件长期处于高温环境下工作,其室温拉伸性能和高温持久性能是最为重要的考核指标。为了了解激光选区熔化 GH3536 合金组织对室温拉伸性能和高温持久性能的影响,

表 1 激光选区熔化 GH3536 试样化学成分(质量分数,%)

Table 1 Chemical composition of SLM GH3536 specimen (mass fraction, %)

Element	C	Cr	Co	Mo	W	Fe	Mn	Si	Ni
Specimen A	0.120	21.23	1.45	8.85	0.58	18.51	0.012	0.059	Bal.
Specimen B	0.062	21.71	1.61	9.19	0.60	18.79	0.02	0.35	Bal.
Industry standard ^[12]	0.05-0.15	20.50-23.00	0.50-2.50	8.00-10.00	0.20-1.00	17.00-20.00	≤1.0	≤1.0	Bal.

激光选区熔化 GH3536 试样采用德国 EOS 公司生产的 M280 设备进行制备,主要工艺参数如下:激光功率为 200 W,扫描速度为 1100 mm/s,扫描间距为 0.09 mm,层厚为 20 μm ,整个制备过程是在氩气保护气氛中进行,氧含量小于等于 10^{-4} 。试样制备完成后,采用优化后的热处理和热等静压工艺来消除残余应力和内部缺陷。

使用电火花线切割方法,从激光选区熔化 GH3536 试样中心部位切取金相试样,进行研磨、抛光和腐蚀(腐蚀液为 $\text{HCl}:\text{HNO}_3=3:1$ 的溶液)处理以便观察组织形貌。使用莱卡 DM4000 型光学金相显微镜(OM)观察低倍显微组织;使用 JSM-6010 型扫描电子显微镜(SEM)观察高倍显微组织和力学性能断口,并采用配套的能谱仪(EDS)进行定性的微区成分分析;使用 JSM-2100F 型场发射透射电子显微镜(TEM)分析试样中析出相;使用 Rigaku D/max-RB 2200 旋转阳极 X 射线衍射仪(XRD)进行物相分析。

定义平行于沉积方向即 Z 方向为纵向(L-direction),平行于熔化沉积方向即 Y 方向为横向(T-direction),如图 1 所示。室温拉伸力学性能实验按照 ISO 6892-1:2009 标准进行测试。高温持久性能实验按照 ASTM E139-2011 标准进行测试,测试温度为 815 $^{\circ}\text{C}$,应力为 105 MPa。每组室温拉伸和高温持久试样均在测试 5 根平行试样后取平均值。测试之后的断裂试样根据需要观察断口或亚表面形貌特征。

本文使用不同批次粉末制备的激光选区熔化 GH3536 合金,观察组织特征,测试室温拉伸性能和高温持久性能并分析失效机理,为激光选区熔化 GH3536 合金在航空发动机燃烧室中的应用提供了理论支撑。

2 实验方法

本实验采用粉末牌号为 GH3536 的镍基高温合金,使用两种不同批次粉末在相同的工艺条件下制备试样,对试样进行化学成分测试,结果如表 1 所示。

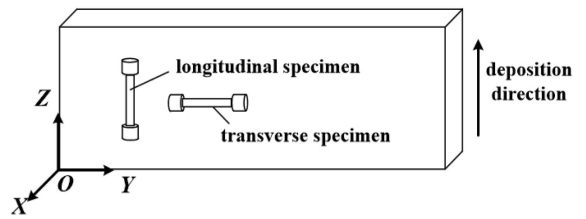


图 1 力学性能试样方向示意图

Fig. 1 Direction illustration of mechanical property specimens

3 结果与讨论

3.1 显微组织

对比两批次试样化学成分测试结果(表 1)可知,激光选区熔化 GH3536 试样 A 中 C 元素含量较高,而试样 B 中 Si 元素含量较高,其他主要元素如 Cr、Fe、Mo 和 Co 等含量基本相同。由于化学成分的差异,在相同激光选区熔化、热处理和热等静压工艺条件下制备的 GH3536 合金具有不同的组织形貌。观察试样的纵截面和横截面可知,试样 A 内部形成了沿熔化沉积方向生长的柱状晶粒,且晶粒尺寸较小,如图 2(a)、(b)所示。试样 B 内部形成了等轴晶粒,且晶粒尺寸较大,如图 2(c)、(d)所示。实验结果表明:激光选区熔化 GH3536 试样 A 在高温条件下晶粒等轴化程度较小,保留了定向凝固特征,而试样 B 晶粒则发生了等轴化转变。

镍基固溶强化高温合金在室温条件下显微组织主要为奥氏体结构,经过激光选区熔化快速凝固和

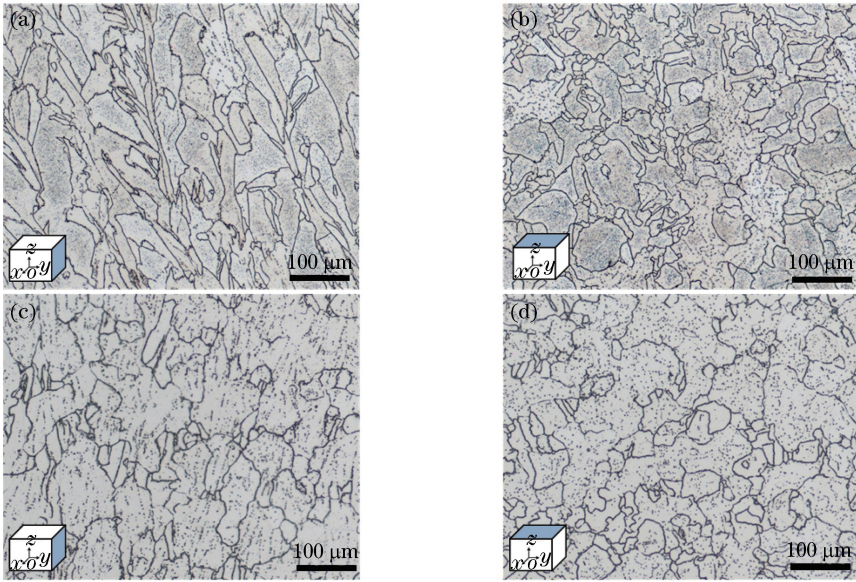


图2 激光选区熔化 GH3536 合金晶粒形貌。试样 A 的(a)纵截面和(b)横截面;试样 B 的(c)纵截面和(d)横截面
Fig. 2 Grain morphologies of SLM GH3536. (a) Longitudinal and (b) transverse sections of specimen A; (c) longitudinal and (d) transverse sections of specimen B

热处理/热等静压高温缓冷过程,会析出 $M_{23}C_6$ 、 M_6C 和 σ 等相^[13]。采用 XRD 对激光选区熔化 GH3536 合金内相组成进行分析,结果表明,其主要由奥氏体相构成,析出相含量较少,衍射峰不明显,如图 3 所示。通过分析透射照片和析出相衍射谱[图 4(a)、(b)]可知,激光选区熔化 GH3536 合金的析出相为 $M_{23}C_6$ 型碳化物。从图 4(c)、(d)为碳化物的 EDS 成分表征结果可知,碳化物中 Cr 和 Mo 元素含量较高,结合透射分析结果,可确定该碳化物为 $(Cr, Mo)_{23}C_6$ 。

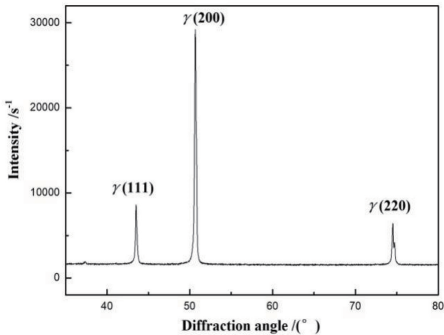


图3 激光选区熔化 GH3536 合金 XRD 分析结果
Fig. 3 XRD pattern of SLM GH3536

在激光选区熔化 GH3536 试样 A 中,球状碳化物弥散分布在晶粒内部,有大量块状碳化物分布在晶界处,如图 5(a)、(b)所示。试样 B 晶粒内部与试样 A 相似弥散分布着球状碳化物,但在晶界处却分布着连续链状析出物和少量块状碳化物,如图 5

(c)、(d)所示。

3.2 室温拉伸性能

对两种不同批次粉末制备试样进行室温拉伸性能测试,抗拉强度(UTS)、屈服强度(YS)、延伸率(EL)和断面收缩率(RA)测试结果如表 2 所示。对比试样 A 和 B 的力学性能发现,试样 A 横纵向室温拉伸性能具有较高的屈服强度,分别为 401 MPa 和 390 MPa,均比试样 B 的屈服强度高约 90 MPa。晶界在室温条件下可以阻碍位错运动,对合金起强化作用。相较于试样 B,试样 A 的晶粒尺寸更小,晶界数量更多,拉伸强度也更高。

试样 A 的横向延伸率较低,而试样 B 横纵向延伸率较高。当碳化物成块状分布在晶界上会严重降低材料的塑性,试样 A 晶粒呈柱状晶形貌,在纵向拉伸过程中,大部分晶界平行于应力方向,对其塑性影响不明显,而在横向拉伸过程中,晶界垂直于应力方向,严重降低了试样的塑性。试样 B 晶粒呈等轴形貌,拉伸性能没有各向异性,且由于晶界析出物呈链状连续分布,因此具有较高的塑性。

图 6 为激光选区熔化 GH3536 合金室温拉伸断口的扫描照片,可以看出试样 A 和试样 B 断口上存在较多的韧窝,并形成了明显的沿晶二次裂纹。激光选区熔化 GH3536 晶界分布着大量硬而脆的碳化物,在拉伸过程中碳化物先于奥氏体基体断裂而产生了微裂纹,在应力作用下裂纹沿晶界扩展,最终形成断口并在断口处生成沿晶二次裂纹。由于奥氏

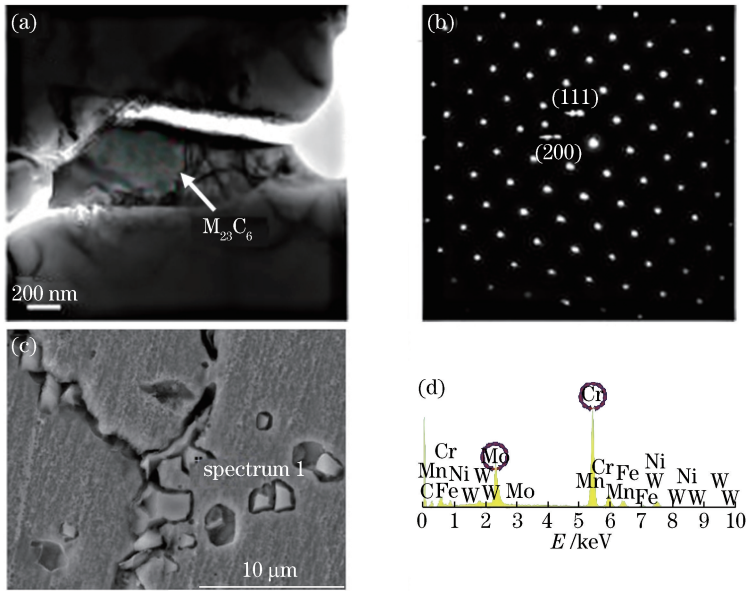


图 4 激光选区熔化 GH3536 合金析出相。(a)透射照片;(b)电子衍射结果;(c)扫描照片;(d) EDS 能谱
 Fig. 4 Precipitation of SLM GH3536. (a) Transmission photograph; (b) electron diffraction patterns; (c) scanning photograph; (d) EDS pattern

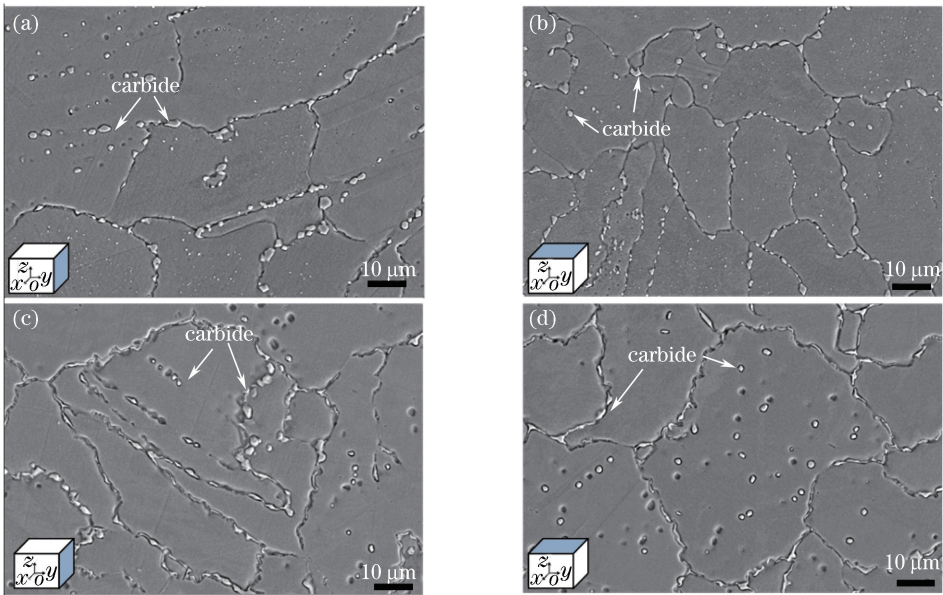


图 5 激光选区熔化 GH3536 合金显微组织。试样 A 的(a)纵截面和(b)横截面;试样 B 的(c)纵截面和(d)横截面
 Fig. 5 Microstructures of SLM GH3536. (a) Longitudinal and (b) transverse sections of specimen A; (c) longitudinal and (d) transverse sections of specimen B

体基体具有很高的塑性,因此在断裂过程中奥氏体上产生了大量的韧窝,并形成了沿晶韧窝型断口。对比观察试样 A 和 B 发现,由于试样 A 中碳化物呈块状分布在晶界,连续分布的碳化物较少,因此断口中二次裂纹数量较少,如图 6(a)、(b)所示。试样 B 中大部分碳化物呈连续链状分布在晶界,导致断口中出现了较多的二次裂纹,如图 6(c)、(d)所示。

3.3 高温持久性能

对两种不同批次粉末制备试样进行高温持久性能测试,持久时间和延伸率(EL)测试结果如表 2 所示。试样 B 具有较长的持久时间和较高的延伸率,满足标准要求。试样 A 横纵向高温延伸率较低,仅为 5%和 7%,其横向高温持久时间为 11 h,远低于纵向拉伸试样,无法达到高温持久的标准要求。

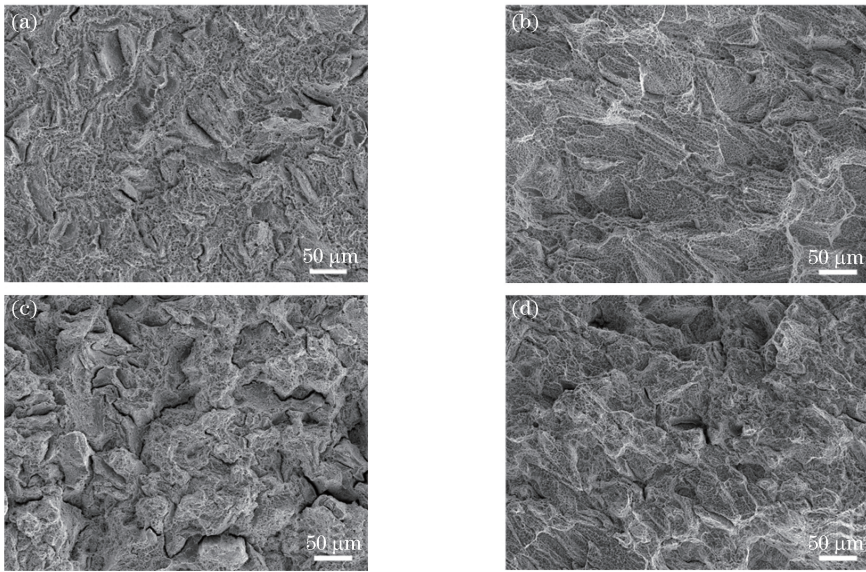


图 6 激光选区熔化 GH3536 合金室温拉伸断口。试样 A 的(a)纵向断口和(b)横向断口;试样 B 的(c)纵向断口和(d)横向断口

Fig. 6 Tensile fractures of SLM GH3536 alloy at room temperature. (a) Longitudinal and (b) transverse fractures of specimen A; (c) longitudinal and (d) transverse fractures of specimen B

表 2 激光选区熔化 GH3536 合金室温拉伸和高温持久性能

Table 2 Room temperature tensile property and high temperature endurance performance of SLM GH3536 alloy

Specimen	Direction	Tensile property				Stress-rupture property	
		UTS/MPa	YS/MPa	EL/%	RA/%	Duration /h	EL/%
Specimen A	L	723	390	41	57	39	7
	T	784	401	29	30	11	5
Specimen B	L	721	306	44	44	35	19
	T	744	314	40	37	35	20
Industry standard ^[1]		690	275	30		24	10

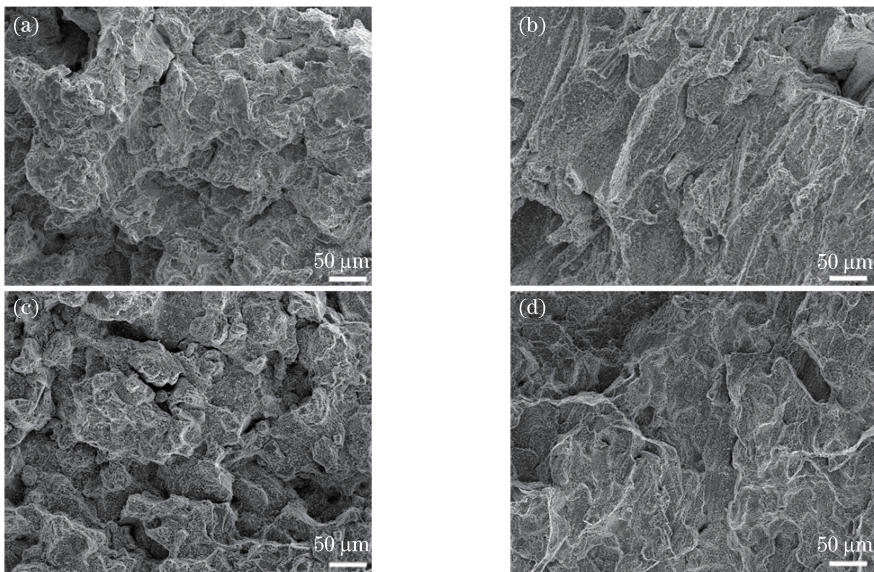


图 7 激光选区熔化 GH3536 合金高温持久断口。试样 A 的(a)纵向断口和(b)横向断口;试样 B 的(c)纵向断口和(d)横向断口

Fig. 7 Fractures of SLM GH3536 alloy at high temperature. (a) Longitudinal and (b) transverse fractures of specimen A; (c) longitudinal and (d) transverse fractures of specimen B

图7为激光选区熔化GH3536合金高温持久断口的扫描照片,可以观察到试样A和B横纵向高温持久断面形貌与其晶粒形貌基本一致,为沿晶型断裂。高温持久实验在GH3536合金的碳化物生成温度区间内进行,碳化物优先在晶界上析出。在持久过程中裂纹优先在硬而脆的碳化物中萌生,随后沿碳化物分布(即沿晶界)扩展,形成沿晶断面和大量沿晶界扩展的二次裂纹,如图8所示。在高温条

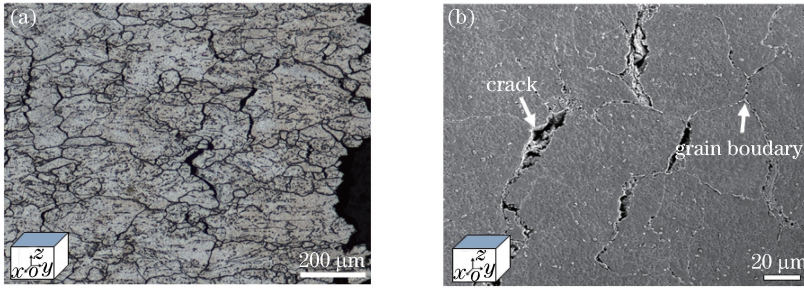


图8 激光选区熔化GH3536合金横向高温持久断面XOY截面。(a)低倍照片;(b)高倍照片

Fig. 8 Fracture sections of SLM GH3536 alloy at high temperature. (a) Low magnification photograph; (b) high magnification photograph

4 结 论

采用不同批次粉末制备激光选区熔化GH3536合金,获得了不同的组织形貌,通过分析显微组织对室温拉伸性能和高温持久性能的影响,结果表明:1)激光选区熔化GH3536合金显微组织主要为奥氏体相,经历快速凝固和热处理/热等静压高温缓冷过程,晶粒内部和晶界析出 $M_{23}C_6$ 碳化物。2)激光选区熔化GH3536合金奥氏体晶粒尺寸增大,晶界数量减少,导致室温拉伸强度降低,但高温持久性能却得到了提高。3)块状碳化物分布在晶界会降低激光选区熔化GH3536合金室温塑性和高温持久性能,而链状碳化物相能够强化晶界,使合金具有较高的室温塑性和高温持久性能。

参 考 文 献

- [1] The Chinese Society for Metals. China superalloys handbook[M]. Beijing: Standards Press of China, 2012: 160-181.
中国金属学会. 中国高温合金手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 2012: 160-181.
- [2] Lai G Y. An investigation of the thermal stability of a commercial Ni-Cr-Fe-Mo alloy (Hastelloy alloy X) [J]. Metallurgical Transactions A, 1978, 9(6): 827-833.
- [3] Editing Board of China Aeronautical Materials

件下,位错运动到晶界处发生的阻碍和积塞易被恢复,而且晶界在高温下易产生滑动和迁移,因此晶界无法像在室温条件下一样起到强化效果,反而成为了高温持久性能的薄弱环节。试样B晶粒尺寸较大,晶界较少,大量链状析出相连续分布强化晶界,在高温下具有良好的持久性能;而试样A晶粒尺寸较小,晶界较多,晶界析出相呈块状无法起到强化效果,因此持久性能较低,无法满足标准要求。

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.

- [4] Santos E C, Shiomi M, Osakada K, *et al.* Rapid manufacturing of metal components by laser forming [J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2006, 46(12/13): 1459-1468.
- [5] Lu B H, Li D C. Development of the additive manufacturing (3D printing) technology[J]. Machine Building & Automation, 2013, 42(4): 1-4.
卢秉恒, 李涤尘. 增材制造(3D打印)技术发展[J]. 机械制造与自动化, 2013, 42(4): 1-4.
- [6] Yang X W, Yang Y Q, Liu Y, *et al.* Study on dimensional accuracy of typical geometric features manufactured by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2015, 42(3): 0303004.
杨雄文, 杨永强, 刘洋, 等. 激光选区熔化成型典型几何特征尺寸精度研究[J]. 中国激光, 2015, 42(3): 0303004.
- [7] 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.
- [8] Wen S, Dong A P, Lu Y L, *et al.* Finite element

- simulation of the temperature field and residual stress in GH536 superalloy treated by selective laser melting [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2018, 54(3): 393-403.
- 文舒, 董安平, 陆燕玲, 等. GH536 高温合金选区激光熔化温度场和残余应力的有限元模拟 [J]. *金属学报*, 2018, 54(3): 393-403.
- [9] Wang F D. Mechanical property study on rapid additive layer manufacture Hastelloy X alloy by selective laser melting technology [J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2012, 58: 545-551.
- [10] Hou H P, Liang Y C, He Y L, *et al.* Microstructural evolution and tensile property of Hastelloy-X alloys produced by selective laser melting [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2017, 44(2): 0202007.
- 侯慧鹏, 梁永朝, 何艳丽, 等. 选区激光熔化 Hastelloy-X 合金组织演变及拉伸性能 [J]. *中国激光*, 2017, 44(2): 0202007.
- [11] Tian Y, Tomus D, Rometsch P, *et al.* Influences of processing parameters on surface roughness of Hastelloy X produced by selective laser melting [J]. *Additive Manufacturing*, 2017, 13: 103-112.
- [12] Standardization Administration. Classification and designation for superalloys and high temperature: GB/T 14992-2005 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2005.
- 中国国家标准化管理委员会. 高温合金和金属间化合物高温材料的分类和牌号: GB/T 14992-2005 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [13] 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(1/2): 112-119.