

激光与光电子学进展

能量密度对抗氢钢 HR-2 激光选区熔化成形件组织及力学性能的影响

刘宁昭, 王国伟, 秦煜, 王开甲, 沈显峰*

中国工程物理研究院机械制造工艺研究所, 四川 绵阳 621900

摘要 针对 HR-2 抗氢脆不锈钢开展了不同体能量密度下的激光选区熔化成形工艺试验, 重点研究了成形件的组织与性能。结果表明, 在一定范围内, 随体能量密度增加, 成形件的致密度、显微硬度、拉伸强度与延伸率均升高。在最高体能量密度 113.3 J/mm^3 下, 成形件致密度高达 99.9%, 其对应的抗拉强度为 765.5 MPa, 屈服强度为 634 MPa, 断后伸长率为 44.0%, 断面收缩率为 61%, 达到了 GJB 5724 标准中 HR-2 锻件的性能要求。HR-2 的打印态组织为明显的柱状晶, 在 XY 面内晶粒呈等轴状, 在 YZ 面内晶粒呈柱状。在 XY 面内, 随体能量密度增加, 晶粒尺寸先增加后减小, 这是热输入不足导致的熔合不良孔隙、扫描速度降低导致的过冷度增加与扫描间距减小导致的重熔区占比增加对晶粒度的共同作用。

关键词 激光技术; 激光选区熔化; 抗氢钢 HR-2; 能量密度; 致密度; 晶粒尺寸

中图分类号 TN249

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP220477

Effect of Energy Density on Microstructure and Mechanical Properties of Hydrogen Resistant Steel HR-2 Selective Laser Melting Parts

Liu Ningzhao, Wang Guowei, Qin Yu, Wang Kaijia, Shen Xianfeng*

Institute of Machinery Manufacturing Technology, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, Sichuan, China

Abstract An HR-2 hydrogen embrittlement resistant stainless steel was subjected to selective laser melting process testing performed at different levels of volume energy density. The microstructure and properties of the formed parts were characterized. The results revealed that, for a certain range of volume energy density values, the density, microhardness, tensile strength, and elongation of the parts increased with increasing volume energy density. At the maximum energy density of 113.3 J/mm^3 , the maximum density of the formed part, corresponding tensile strength, yield strength, elongation after fracture, and reduction in area were 99.9%, 765.5 MPa, 634 MPa, 44.0%, and 61%, respectively. These values satisfy the performance requirements of HR-2 forging specified in the GJB 5724 standard. The printed structure of HR-2 is composed of columnar crystals, with equiaxed grains in the XY plane and columnar grains in the YZ plane. In the XY plane, the grain size increases first and then decreases with the increase of bulk energy density. This is the combined effect of poor fusion pores caused by insufficient heat input, the increase of undercooling caused by the decrease of scanning speed, and the increase of the proportion of remelting zone caused by the decrease of scanning spacing on grain size.

Key words laser technique; selective laser melting; hydrogen resistant steel HR-2; energy density; density; grain size

1 引言

随着氢能源的发展, 人们对储氢容器的要求越来越高。抗氢脆不锈钢因其能够抗氢损伤, 在航空航天、海洋、石油、核工业以及储氢能源等领域具有广阔的应用前景。随着反应堆容器、储氢容器等的轻量化、一体化发展, 工程上对复杂异形结构的储氢高压容器提出

了迫切需求, 因此开展抗氢脆不锈钢的增材制造具有重要的理论意义和工程应用价值。

奥氏体不锈钢一般具有较强的抗氢脆性能^[1-3], 其中 316L 不锈钢作为最典型的奥氏体不锈钢, 国内外对它的激光选区熔化 (SLM)^[4] 工艺已开展了一系列研究。在性能上, 激光选区熔化成形 316L 不锈钢已实现了成形高致密度样品^[5], 抗拉强度为 592.8 MPa, 断后伸

收稿日期: 2021-12-07; 修回日期: 2022-01-20; 录用日期: 2022-02-21; 网络首发日期: 2022-03-01

通信作者: *xianfeng_shen@163.com

长率为 34.4%^[6],其中工艺参数对于性能的调控起到了至关重要的作用,彭小敏等^[7-11]研究了工艺参数对 316L 不锈钢激光选区熔化成形性能的影响,发现成形件孔隙是影响性能的关键,扫描速度增加、激光功率减小、体能量密度减小等会导致孔隙率增加,成形件硬度下降,拉伸性能急剧下降,因此保证成形件的致密度通常是保证成形件性能最为关键的因素。在组织上,激光选区熔化成形件相比于铸造锻造一般晶粒较细^[12],因此激光选区熔化成形件通常具有较高的强度^[13],晶粒通常有各向异性^[14-15],垂直于成形方向晶粒一般呈等轴状,平行于成形方向晶粒一般呈柱状,相比于铸造与锻造,激光选区熔化成形件组织不均匀^[16],材料中组织复杂,仅通过工艺参数控制成形件组织难度较大。

虽然 316L 不锈钢材料激光选区熔化的研究较为充分,但 316L 不锈钢的力学性能、耐腐蚀性能和抗氢脆性能仍不能满足储氢高压容器等关键部组件的要求,而 HR-2 抗氢脆不锈钢提供了这种可能^[17]。HR-2 抗氢脆不锈钢是中国科学院金属研究所开发的一种奥氏体不锈钢合金,为单相奥氏体抗氢钢,具有优异的抗氢性能,传统锻造成形件屈服强度为 560 MPa^[18],超过了 316L 不锈钢的锻造屈服强度。而采用激光选区熔化成形 HR-2 的工艺尚属空白。因此,本文采用气雾化抗氢脆不锈钢 HR-2 粉末,开展了不同体能量密度下的激光选区熔化试验,研究了体能量密度对成形件的致密度、组织与性能的影响规律,以及在拉伸下的断裂机制。

2 试验方法

试验采用气雾法制得抗氢钢 HR-2 粉末,其扫描电镜(SEM)图如图 1 所示,平均粒径为 33 μm ,其化学

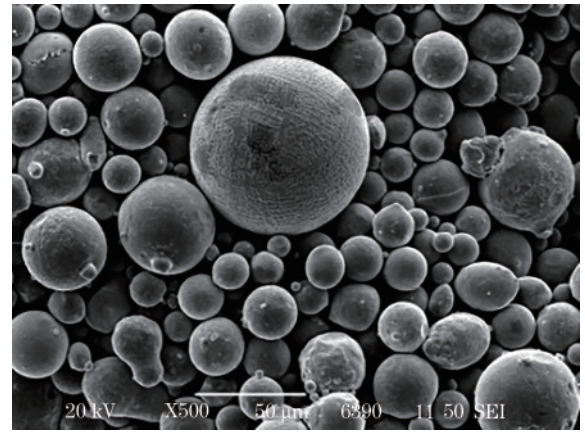


图 1 抗氢钢 HR-2 粉末 SEM 图

Fig. 1 SEM image of hydrogen resistant steel HR-2 powders

成分(质量分数,%)如下:Si(0.24%),Mn(9.07%),P(0.0056%),S(0.001%),Ni(7.54%),Cr(20.11%),N(0.21%),C(0.033%),Fe(余量)。粉末呈球形,内部无孔洞,保证了较好的流动性以及堆积密度。抗氢 HR-2 粉末经过真空干燥、筛选等手段处理以后用于激光选区熔化成形。本试验共成形了四组样品,每组样品有四个平行试样,其中三个用于拉伸试样表征力学性能,一个用于切片观察孔隙形貌、组织形貌。四组样品的工艺参数如表 1 所示。

在激光选区熔化中,高能热源作为体热源熔化粉末,为综合考量扫描速度与扫描间距的影响,现引入激光体能量密度 E 来表征激光选区熔化中的热输入,

$$E = \frac{P}{vth}, \quad (1)$$

式中: P 为激光功率; v 为扫描速度; t 为层厚; h 为扫描间距。体能量密度越大,表明热输入越高。试验中四组样品体能量密度如表 1 所示。

表 1 抗氢钢 HR-2 不锈钢试验工艺参数

Table 1 Experimental process parameters of hydrogen resistant steel HR-2 stainless steel

Sample number	Laser power / W	Hatch spacing / mm	Layer thickness / mm	Scanning velocity / ($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$)	Phase angle / ($^{\circ}$)	Energy density / ($\text{J} \cdot \text{mm}^{-3}$)
1	340	0.14	0.03	2150	67	37.7
2	340	0.12	0.03	1850	67	51.1
3	340	0.10	0.03	1550	67	73.1
4	340	0.08	0.03	1250	67	113.3

本试验成形试样采用德国 EOS M290 机床,最大成形尺寸为 250 mm \times 250 mm \times 325 mm,最大激光功率为 400 W,最高扫描速度为 7 m/s,光斑直径为 100~500 μm ,扫描层厚范围为 20~100 μm ,成形精度为 50~200 μm 。打印过程如图 2 所示,打印沿 Z 轴正向进行,层间转角为 67 $^{\circ}$,其中切片取样平行于 XOY 平面为 XY 平面,平行于 XOZ 平面为 XZ 平面,分别对应图 2(a)与(b)。成形的不同工艺参数试样经超声清洗后分别采用“Archi-medes 排水法”^[19-21]与“金相法”测量

其密度与致密度,“金相法”为经砂纸打磨与机械抛光后在 Olympus GX53 倒置光学显微镜下获得的内部缺陷形貌图,通过灰度分析缺陷形貌图中的孔隙率计算得到成形件致密度,本试验中每组样品从 XY 平面与 XZ 平面分别取三张低倍缺陷形貌图,获得的试验数据求得平均值,其中缺陷形貌图利用 Image-Pro Plus 软件对缺陷面积与缺陷个数进行了统计,并通过统计孔隙面积占比测试了试样的致密度。经抛光后,试样 XY 平面与 XZ 平面利用 DuraScan G5 全自动显微维氏

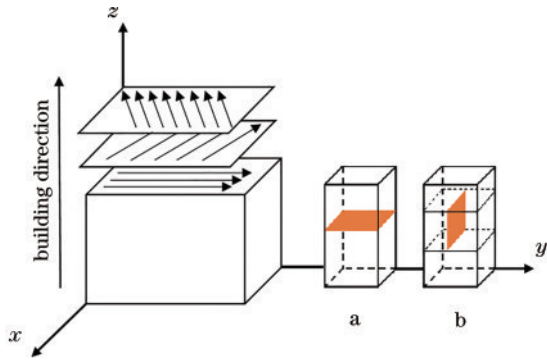


图 2 抗氢钢 HR-2 打印策略与切片试样取材示意图

Fig. 2 Schematic of printing strategy of hydrogen resistant steel HR-2 and sampling of sliced samples

硬度计采用 5 N 压力测得试样维氏硬度, 每组试样 XY 平面与 XZ 平面均测 15 次维氏硬度取平均值。各组抛光后的切片样品在维持沸腾的腐蚀液(1 g 高锰酸钾, 90 ml 水, 10 ml 浓硫酸混合搅拌)中腐蚀 10 min 制备金相试样, 利用 Olympus GX53 倒置光学显微镜观察获得的腐蚀金相图。拉伸试验采用微机控制电子万能试验机 GNT100 拉伸, 并在大气和室温环境下进行。拉伸试样经车削制得, 试样外形尺寸示意图如图 3 所示, 其中拉伸试样拉伸方向平行于打印方向。XRD 试验取每组样品 XY 平面经砂纸粗磨后, 采用 Empyrean 锐影 X 射线衍射仪测试, 显微断口与粉末在 JEOL-JSM6390LA 扫描电子显微镜下获得。电子背散射衍射 (EBSD) 试验中, XY 平面与 XZ 平面切片样品抛光后, 进行离子刻蚀, 机器型号为 NordlysNano, 最后在处理软件 Channel5 中获取试样 EBSD 数据测试结果。

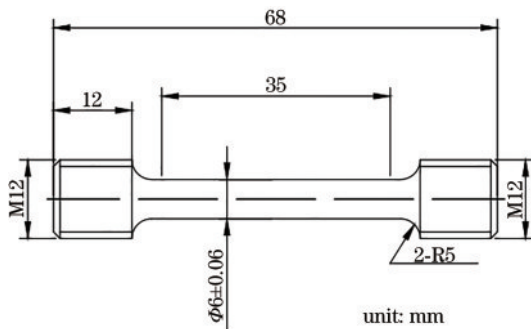


图 3 拉伸试样尺寸

Fig. 3 Tensile specimen size

3 试验结果与讨论

3.1 工艺参数对 SLM 成形 HR-2 抗氢钢缺陷与致密度的影响规律

SLM 成形抗氢钢 HR-2 的最终成形试样宏观形貌如图 4 所示, 其中, 第四组试样中有一个试样成形失败, 在成形成功的第四组另外三个试样中, 也存在比较明显的异常堆积现象, 这是由于体能量密度过大, 多余粉末的热量会耗散到粉末床上, 熔化粉末床上的粉末

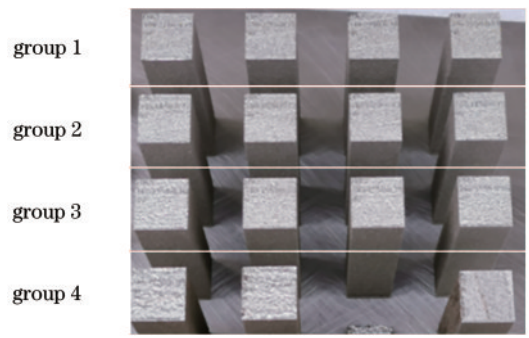


图 4 成形试样宏观形貌

Fig. 4 Macro morphology of formed samples

并黏结在成形件的表面^[22]。但是第一、二组异常堆积的现象并不明显, 第一、二组体能量密度不高, 耗散到粉末床上的能量不多, 故几乎没有产生异常堆积。而第四组随着加工过程保持的高热输入造成异常堆积现象持续加剧, 产生越来越多的异常堆积, 最终导致撞刀, 使打印无法继续进行下去。

图 5 为不同体能量密度下 SLM 制备样品内部孔隙的光镜图片, 可见体能量密度对样品内部孔隙有明显影响。如图 5(a)~(h) 所示, 随着能量密度增加, 孔隙数量明显减少。根据其同类不锈钢 316L 工艺参数研究成果可知, 在一定范围内, 体能量密度越高, 粉末越易于熔化, 成形件一般越致密, 性能越好。因此: 在较高的扫描速度下, 体能量密度低, 热输入不足以完全熔化粉末, 同时又因扫描间距较大, 使得熔池搭接出现熔合不良, 在搭接处出现孔隙; 降低扫描速度与扫描间距后, 其孔隙数量明显减少, 与此同时最大的孔隙面积也明显缩小^[23-24]。根据统计, 第三组的孔隙面积占比已在 1% 以下, 而第四组成形件的内部孔隙在

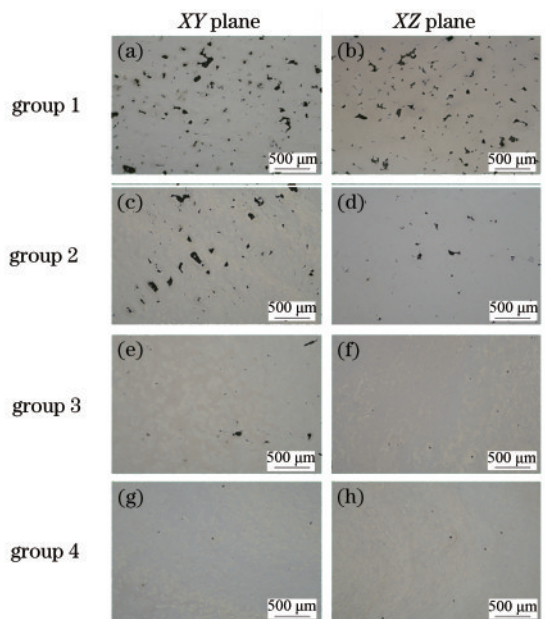


图 5 缺陷形貌图

Fig. 5 Defect morphology

光镜下已几乎消失。这些孔隙均为不规则形状,也证明了其为熔合不良导致,这些不规则的孔隙会成为裂纹起源^[25],降低成形件的力学性能。

本研究还对孔隙数量与面积做了定量统计,结果如图 6(a)、(b)所示。由图 6(a)可知,在 XY 平面内随着体能量密度增加,孔隙数量呈现明显减少趋势,XZ 平面内孔隙总体数量随着体能量密度变化幅度没有 XY 平面大。在本试验中,在 XZ 平面内第二组总孔隙数量还少于第三组中总孔隙数量,第二组有较多大面积孔隙,而第三组的小面积孔隙较多。根据图 6(b)可以看到,随着体能量密度增加,最大孔隙面积有明显缩小。其中最大的孔隙面积出现在第一组 XY 平面与

XZ 平面上,均超过 $18000 \mu\text{m}^2$,而第四组中 XY 平面与 XZ 平面最大孔隙面积均已降至 $500 \mu\text{m}^2$ 以下。综上所述,增加体能量密度能够起到减少孔隙数量与减小孔隙面积的作用,进而减小成形件中的孔隙率。

试样的致密度与密度如图 6(c)、(d)所示,随着体能量密度增加,试样致密度与密度呈上升趋势。可以看出:Archi-medes 试验测得的最大密度为第四组 7.81 g/cm^3 ,最小密度为第一组的 7.44 g/cm^3 ;金相法测得最高致密度在第四组 XY 平面与 XZ 平面,均达到了 99.9%,最低致密度在第一组 XZ 平面,仅有 96.2%。这说明体能量密度增加,孔隙数量与孔隙面积下降,孔隙率降低,致密度与密度上升。

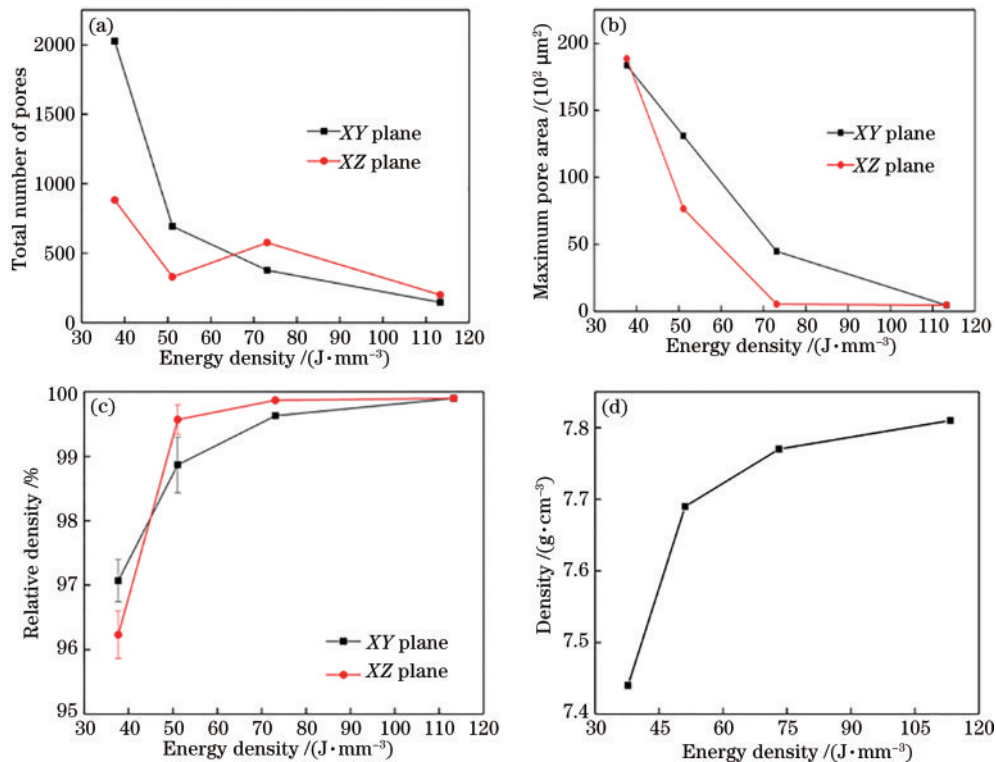


图 6 试验结果。(a)总孔隙个数随体能量密度变化;(b)孔隙最大面积随体能量密度变化;(c)致密度随体能量密度变化(金相法);(d)密度随体能量密度变化(Archi-medes 法)

Fig. 6 Experimental results. (a) Total number of pores varies with energy density; (b) maximum pore area varies with energy density; (c) relative density varies with energy density(metallography); (d) density varies with energy density (Archi-medes)

3.2 工艺参数对 SLM 成形 HR-2 抗氢钢微观组织的影响规律

四组 SLM 成形抗氢钢 HR-2 试样的显微组织如图 7 所示。在 XZ 平面中四组熔池痕迹均不太明显,但也能辨认出“鱼鳞状”的熔池形貌。图 7(a)、(c)、(e)中,可以看到在熔池之间的搭接区域处,孔隙数量较多,孔隙面积大。这些孔隙大多在几个熔池之间,且孔隙边界与熔池边界重合,印证了这些孔隙为熔合不良产生,在图 7(e)中,可以看到晶界穿过熔池边界,即在 XZ 平面中,晶粒呈柱状生长,根据温度场温度梯度,推断晶粒在熔池边界处穿过熔池边界,向熔池心部生长,但在图 7(g)中,晶界线密集程度远高于前三组,在熔

池中出现了很多未穿过熔池边界的晶界线,一般为重熔导致。

在 XY 平面中,根据文献[26-27],通过腐蚀出的晶界线密集程度,可以判断出激光扫描轨迹,并据此区分出熔池的心部以及边界区域。第一、二组中孔隙对扫描痕迹存在较大影响,大多处扫描痕迹被孔隙截断,第三组的扫描痕迹清晰,扫描痕迹间夹角呈 67° ,与扫描参数设置的 67° 层间转角相同,第四组根据其放大图,A 处晶界线密集程度远高于前三组,一般为大面积的重熔区破坏了扫描痕迹的完整,而 B 处晶界线稀疏,与第三组类似,说明重熔区并不覆盖整体区域。在晶粒方面,由于在激光选区熔化成形过程中热场复杂,各

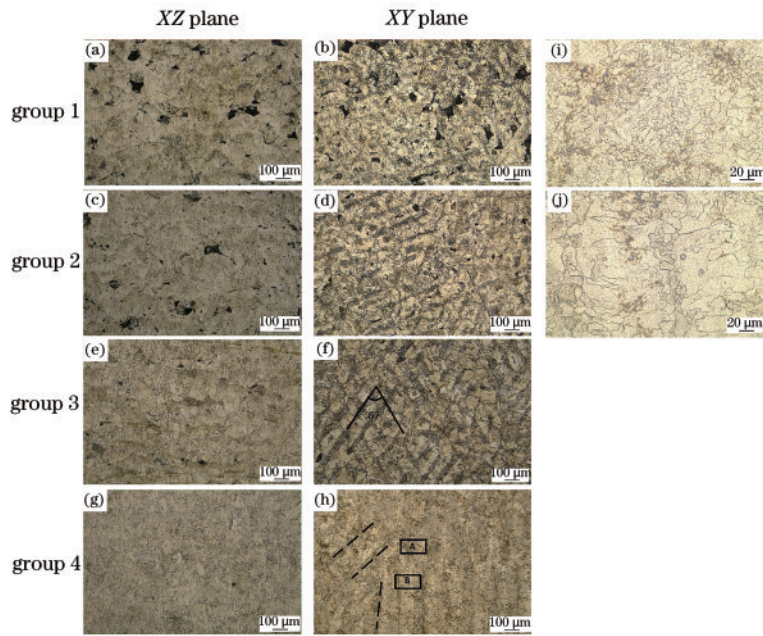


图 7 显微组织。(a) (b)第一组;(c) (d)第二组;(e) (f)第三组;(g) (h)第四组;(i)图(h)中的A区域放大图;(j)图(h)中的B区域放大图
Fig. 7 Microstructures. (a) (b) Group 1; (c) (d) group 2; (e) (f) group 3; (g) (h) group 4; (i) enlarged view of area A in Fig. (h); (j) enlarged view of area B in Fig. (h)

处晶粒生长速度与生长方向不统一,晶界的腐蚀不完整,晶粒也并不会呈现固定的形状,金相图片呈现的晶粒形貌也符合激光选区熔化成形件这种特征。

综上所述,无论在XY平面还是在XZ平面:第一、二组均在熔池搭接处有明显孔隙,孔隙存在导致扫描轨迹扭曲变形,不完整;从第三组开始,孔隙就很少了,

整体上扫描轨迹形貌完整,晶界线也较为完整;第四组孔隙已几乎消失不见,但扫描轨迹清晰程度却反而不如第三组,为重熔所致。

四组样品的EBSD取向图如图8所示。可以看出:第一组XY面中晶粒并没有固定形状,排布杂乱,择优取向也并不明显,XZ面中可以观察到柱状生长特

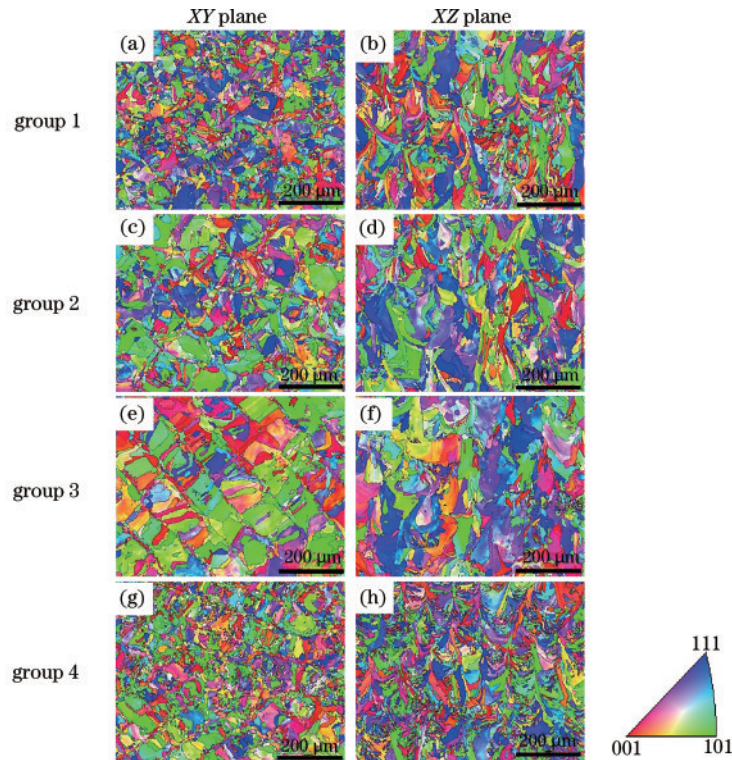


图 8 EBSD取向图。(a) (b)第一组;(c) (d)第二组;(e) (f)第三组;(g) (h)第四组
Fig. 8 EBSD patterns. (a) (b) Group 1; (c) (d) group 2; (e) (f) group 3; (g) (h) group 4

点;第二组试样 XY 面与 XZ 面晶粒形状,择优取向相对第一组更为规律,XY 面中大尺寸晶粒多为等轴状生长,且多呈<101>取向,而小尺寸晶粒择优取向不明显,XZ 面晶粒多呈柱状生长,具有<101>和<111>择优取向;在第三组中 XY 面试样内晶粒呈“棋盘”式分布,晶粒排布规律性很强,其中尺寸较大的晶粒呈方块状,呈现非常明显的<101>择优取向,大尺寸晶粒形成的方格边缘,存在等轴状或长条状的小尺寸晶粒,这些小晶粒大多具有<001>择优取向,也有少部分小晶粒为<111>择优取向,XZ 面晶粒呈柱状生长,并有<101>和<101>择优取向;第四组试样相较于第三组,小尺寸晶粒明显增多,XY 面中,其左下角与第三组类似,可见大尺寸晶粒排布具有明显“棋盘”式排列规律,并且大尺寸晶粒呈现明显的<101>择优取向,而在图片上半区

域与右半区域,出现了许多具有<001>择优取向的小尺寸晶粒,整体来说,相比第三组,小尺寸晶粒存在的区域扩大,这些小尺寸晶粒不再限制于大尺寸晶粒形成的“棋盘”边界,而是深入了“棋盘”的内部区域,且具有<001>择优取向的小尺寸晶粒数量明显增多,这种取向的小晶粒也大多存在于“棋盘”的内部,在第四组中的 XZ 平面内,存在与成形方向平行的柱状生长的晶粒,也存在大量的小尺寸晶粒。

图 9 为四组试样的晶粒尺寸分布图,根据各组晶粒尺寸分布,从第一组到第四组,晶粒尺寸先增加后减小,第一组到第三组,大尺寸晶粒占比逐渐增加,平均晶粒尺寸增加,第四组小尺寸晶粒占比增加,在 XY 平面内,尺寸为 40 μm 以下晶粒接近 90%,与此前的金相和 EBSD 取向图中所表现的晶粒尺寸一致。

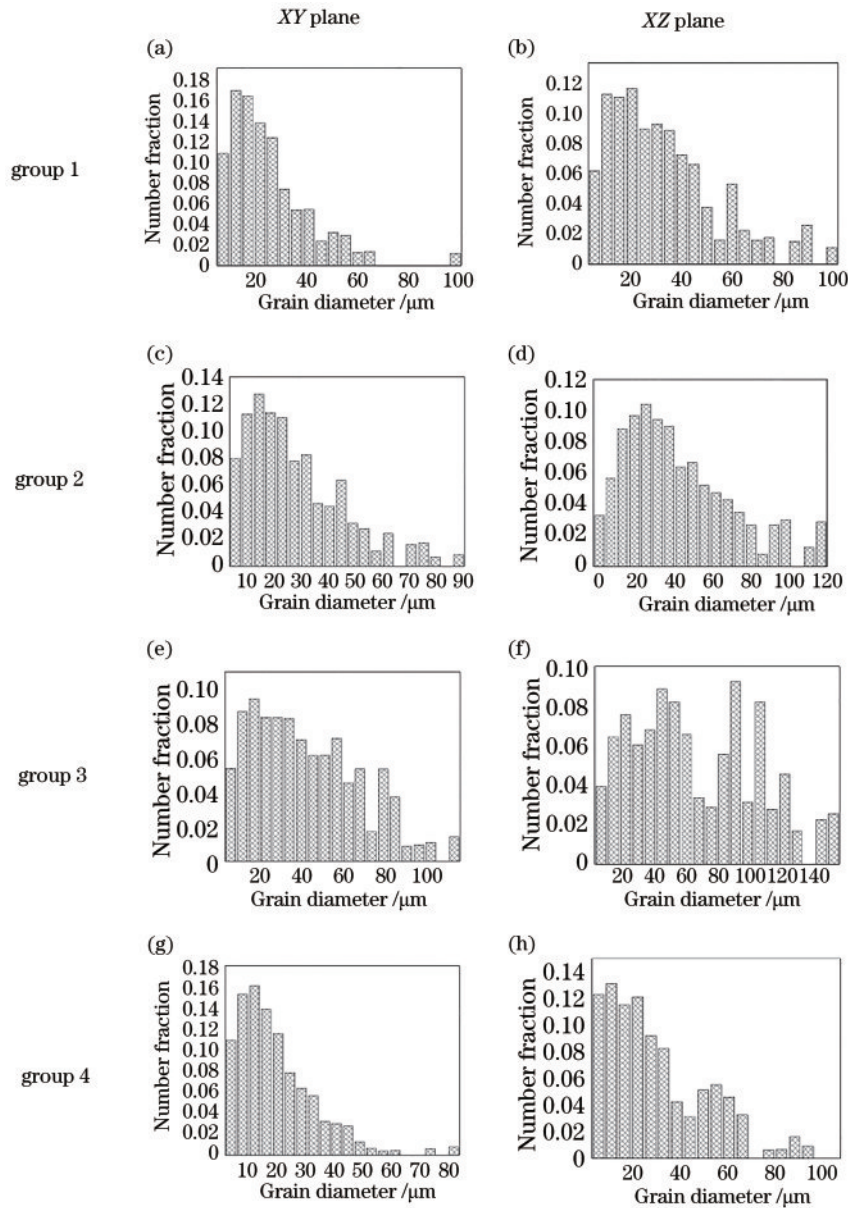


图 9 晶粒尺寸分布图。(a) (b)第一组;(c) (d)第二组;(e) (f)第三组;(g) (h)第四组
Fig. 9 Grain size distribution. (a) (b)Group 1; (c) (d) group 2; (e) (f) group 3; (g) (h) group 4

在本研究中,随体能量密度增加,成形件孔隙率降低。体能量密度增加,粉末熔化更加充分。扫描速度减小,体能量密度增大,能够获得更大的熔池尺寸^[28],与此同时缩小扫描间距,能够使熔池搭接更紧密。如图 10 所示,体能量密度增加,孔隙面积与孔隙数量均会有显著的下降。随着体能量密度增加,结合组织的自显微组织与 EBSD 取向图,其 XY 平面晶粒度先增大后减小,在第一、二组中体能量密度增加导致温度梯度增加^[29],晶粒长大。第一、二组熔池搭接处还有大量熔合不良孔隙存在,熔池搭接率很低,熔合不良孔隙阻碍了晶粒的正常生长,同时这两组扫描速度快,在凝固中,过冷度大,容易形成细晶粒。随着体能量密度继续增加,孔隙率逐渐降低,孔隙对于晶粒的生长影响下降,而熔池的搅拌作用成为了影响晶

粒度首要原因。在熔池边界处,即相邻两熔池重合区域发生了重熔,熔池的搅拌作用更为明显,导致重熔区中晶粒细化,因此熔池搭接区域即重熔区晶粒尺寸会明显小于熔池心部晶粒尺寸。第三组致密度高于 99%,可以认为第三组中熔池已经搭接充分,同时其重熔区也并不大,整体上呈现的是熔池心部大晶粒,仅在熔池搭接区域存在小晶粒。第四组有更高的体能量密度,会获得更大的熔池尺寸,同时其扫描间距更小,则如图 9 所示,第四组中两熔池重叠区域更大,具体表现为重熔区面积更大、分布更广,因而其小晶粒出现范围更广,数量更多,从而使大部分区域均呈现出小尺寸晶粒,有了整体上的晶粒细化,同时也因为广泛分布的重熔区打乱了扫描轨迹和熔池形貌的排布,导致形貌不清晰。

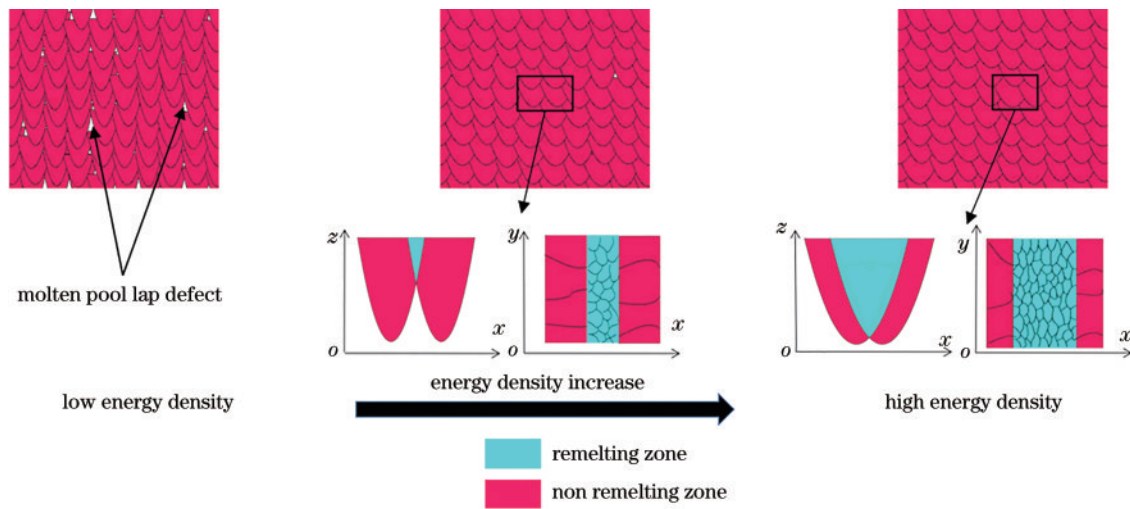


图 10 不同能量密度熔池搭接示意图

Fig. 10 Schematic of lap joint of molten pools with different energy densities

3.3 工艺参数对 SLM 成形抗氢钢 HR-2 力学性能的影响规律

本文对 XY 平面与 XZ 平面的硬度值均进行了测量。如图 11(a)所示,硬度没有表现出明显的各向异性,随着体能量密度增加,试样硬度逐渐上升。其中第一组 XY 平面与 XZ 平面硬度均为 205 HV 左右,其误差棒表明不同地方硬度差异较大,这是因为:第一组中存在太多小孔隙,在测量硬度时,测头压入点存在孔隙无法避免,导致计算硬度值存在较大偏差,孔隙数量太多甚至难以避开空隙选择测量点;而第二组中硬度值有所上升,两平面内硬度上升至 240 HV 以上,各处硬度值也比较均匀,这是因为这组中测量点经过选择后避开了孔隙,测量偏差也明显减小;随着体能量密度进一步上升,第三组硬度达到 250 HV 左右,由于第三组样品足够致密,很容易避开孔隙选择测量点,其孔隙对硬度的影响下降,硬度测量值稳定;而第四组硬度继续增加,两平面内硬度达到 265 HV 左右,相比于第三组,其孔隙率差异不大,但因为其晶粒尺寸细小^[28],第

四组硬度能够在第三组硬度基础上有进一步提升。

通过拉伸试验获得的拉伸曲线如图 11(b)所示,在拉伸曲线中,四组样品均存在弹性阶段、屈服阶段与破坏阶段,在弹性阶段中四组试样应力应变呈线性关系,而在屈服阶段四组试样均不再保持线性关系。四组样品均存在弹性阶段。第一、二组在弹性阶段后迅速发生断裂,第三、四组均在屈服阶段后产生较大应变后才发生断裂,其中第四组拥有最高的抗拉强度与最大的伸长率。

图 11(c)与图 11(d)为试样强度、塑性与体能量密度之间的关系,而表 2 为抗氢钢锻件的拉伸性能标准。本研究所涉及的试样中,第一组延伸率 A 与断面收缩率 Z 仅有 1% 与 2%,可知并没有发生明显缩颈与伸长就出现了断裂。随着体能量密度增加,第二组屈服强度 $R_{p0.2}$ 上升至 570 MPa 左右,屈服强度已超过 GJB 5724 标准,但其延伸率 A 与断面收缩率 Z 仅有 6.3% 与 11.7%,与标准还有很大差距。继续提高体能量密度,第三组抗拉强度 R_m 和屈服强度 $R_{p0.2}$ 上升至

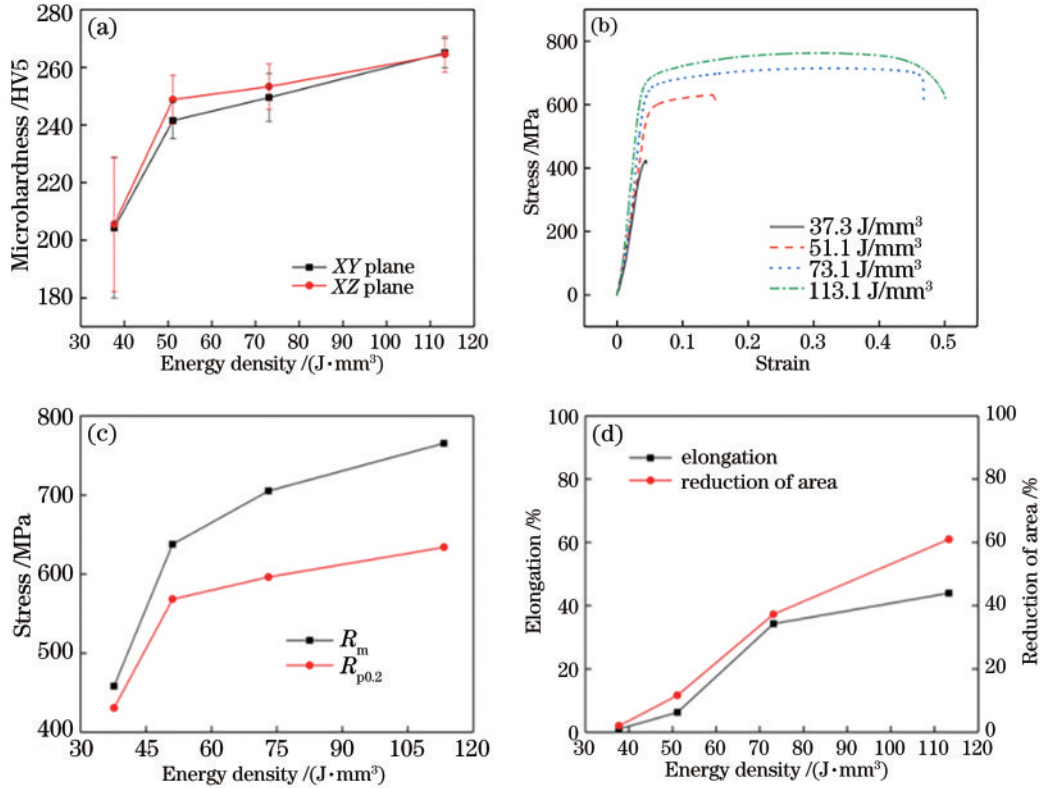


图 11 试验结果。(a)XY 面与 XZ 面硬度随能量密度变化;(b)激光选区熔化抗氢 HR-2 不锈钢拉伸应力-应变曲线;(c)试样抗拉强度 R_m 与屈服强度 $R_{p0.2}$ 随能量密度变化

Fig. 11 Experimental results. (a) Hardness of XY and XZ surfaces varies with energy density; (b) tensile engineering stress-strain curves of HR-2 stainless steel fabricated by SLM; (c) change of tensile strength R_m and yield strength $R_{p0.2}$ with energy density; (d) change of elongation A and section shrinkage Z of sample with energy density

表 2 抗氢钢 HR-2 的拉伸性能标准

Table 2 Standard for tensile properties of hydrogen resistant steel HR-2

Material	R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%	Z /%
HR-2	650	350	45	60

705.3 MPa 与 596.3 MPa, 均已高于标准, 而延伸率 A 与断面收缩率 Z 为 34.3% 与 37.3% 虽与标准还有一定差距, 但其伸长率与断面收缩率表明试样断裂之前已经有明显的伸长与缩颈, 从第一组到第三组, 随着体能量密度的增加, 抗拉强度与延伸率同步增加, 与孔隙有关。孔隙容易成为裂纹起源。第一组到第三组致密度增加, 孔隙率下降, 成形件中孔隙更少, 成形件强度与塑性显著上升。第四组的拉伸性能最好, 抗拉强度 R_m 达到 765.5 MPa, 屈服强度 $R_{p0.2}$ 为 634.0 MPa, 已经远高于 GJB 5724 标准值, 而延伸率 A 为 44.0%, 断面收缩率 Z 为 61.0%, 也已基本达到了标准的要求。第四组与第三组比较致密度并无明显的提高, 成形件晶粒度对拉伸性能的影响占据了主要地位, 第四组晶粒较第三组更细, 细小的晶粒提高了成形件的强度, 同时也使得延伸率与断面收缩率有所提升。最终能够达到 GJB 5724 强度标准的有第三组与第四组, 而能够达到 GJB 5724 延伸率标准的仅有第四组。

综上所述, 第一组与第二组, 熔合不良孔隙的存在, 导致了低致密度成形件力学性能差, 第三组与第四组均为高致密度成形件, 孔隙的影响较小, 而第四组中细小的晶粒能够在一定程度上阻止晶粒的滑移与位错, 造成塑变晶粒位错阻塞, 从而提高了成形件的力学性能。

图 12(a) 中, 第一组断口平整, 整个断口几乎没有出现缩颈现象, 第一组的扫描速度与扫描间距最大, 一般为其熔池之间搭接不完全而导致的熔合不良孔隙, 是断裂的起源。图 12(b) 中, 第一组断口的高倍图中, 可以观察到明显的熔合不良缺陷, 缺陷中具有部分未熔化的粉末, 也能够观察到存在的微孔, 为韧性断裂特征。图 12(c) 中, 第二组断口宏观上依旧平整, 缩颈现象也并不明显。图 12(d) 中, 同样具有熔合不良缺陷与未熔化粉末。图 12(e) 中, 第三组在拉伸过程中发生了明显的缩颈与伸长才断裂, 断口韧窝清晰, 整体表现为韧性断裂, 这是由于第三组试样工艺性缺陷孔隙很少, 熔池搭接状况良好, 使得第三组试样具有致密的成形件组织, 图 12(f) 中, 也能够观察到韧窝与撕裂棱的存在。图 12(g) 中, 第四组比第三组断口发生了更加明显的缩颈, 在断口中表现出的工艺性缺陷也更多。图 12(h) 中, 第四组断口明显呈蜂窝状, 具有标准的韧窝与撕裂棱, 为典型的韧性断裂。

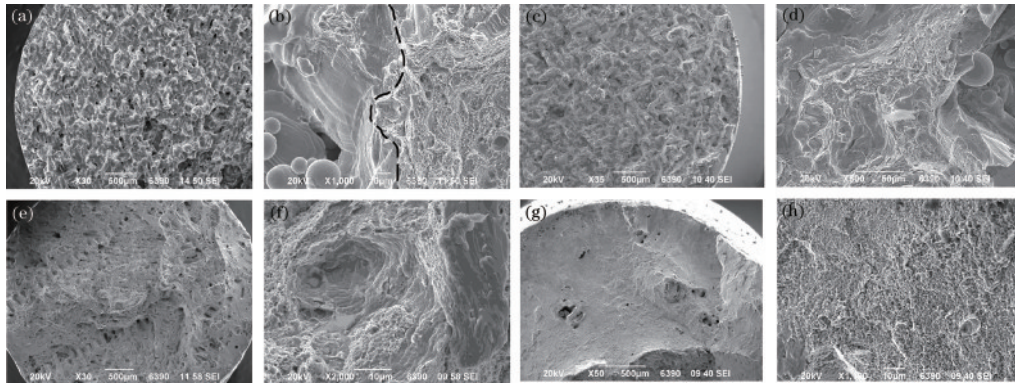


图 12 试样断口形貌的 SEM 图像。(a) 第一组、(c) 第二组、(e) 第三组、(g) 第四组的低倍图；(b) 第一组、(d) 第二组、(f) 第三组、(h) 第四组的高倍图

Fig. 12 SEM images of fracture morphology of samples. Low magnification images of (a) group 1, (c) group 2, (e) group 3, and (g) group 4; high magnification images of (b) group 1, (d) group 2, (f) group 3, and (h) group 4

4 结 论

成形件致密度和孔隙率受到体能量密度影响,抗氢钢 HR-2 激光选区熔化成形过程中孔隙产生的主要原因是体能量密度过低导致熔池搭接不充分。在本试验范围内:扫描速度高于 1550 mm/s,扫描间距大于 0.10 mm 时,热输入不足,致密度低;而当扫描速度低于 1550 mm/s,扫描间距小于 0.10 mm 时,致密度能够达到 99% 以上。

激光选区熔化成形的抗氢钢 HR-2, XZ 面熔池组织呈现具有“鱼鳞状”形貌,晶粒为柱状生长,XY 面晶粒多为等轴状生长形貌。高孔隙率的两组(致密度低于 99%),孔隙的存在不仅会导致 XY 平面内扫描轨迹发生扭曲变形,也会阻碍晶粒的正常生长,同时扫描速度快,过冷度大,晶粒较细。低孔隙率的两组(致密度高于 99%),第三组晶粒粗大,而第四组中重熔区的扩大导致整体上平均晶粒细小。

成形件的强度和塑性随体能量密度升高而增强。当能量密度不足,熔合不良造成的孔隙缺陷导致其力学性能较差;当体能量密度足够,熔合不良缺陷显著减少,机械性能提高;当体能量密度继续增加时,晶粒细化使其强度和塑性进一步提高。

本文获得了激光选区熔化工艺成形抗氢脆不锈钢 HR-2 的优化的工艺参数,即激光功率 340 W,层厚 0.03 mm,扫描速度 1550 mm/s、扫描间距 0.10 mm,其抗拉强度为 705.3 MPa,延伸率为 34.3%。而在扫描速度 1250 mm/s、扫描间距 0.08 mm 时,其抗拉强度则达到了 765.5 MPa,延伸率达到 44.0% 的优异性能,但其存在成形失败的风险。

参 考 文 献

[1] Kanezaki T, Narazaki C, Mine Y, et al. Effects of hydrogen on fatigue crack growth behavior of austenitic stainless steels[J]. International Journal of Hydrogen Energy, 2008, 33(10): 2604-2619.

[2] Vennett R M, Ansell G S. The effect of high-pressure hydrogen upon the tensile properties and fracture behavior of 304L stainless steel[J]. ASM-Trans, 1967, 60: 242-251.

[3] Benson R B, Jr, Dann R K, Roberts L W, Jr. Hydrogen embrittlement of stainless steel[J]. Transactions of the Metallurgical Society of Aime, 1968, 242:2199-2205.

[4] 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.

[5] Iqbal N, Jimenez-Melero E, Ankalkhope U, et al. Microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel fabricated using selective laser melting[J]. MRS Advances, 2019, 4(44): 2431-2439.

[6] 赵曙明. 基于颗粒增强的 316L 不锈钢选区激光熔化成型工艺及性能研究[D]. 绵阳: 中国工程物理研究院, 2017.

Zhao S M. Study on selective laser melting process and properties of 316L stainless steel based on particle reinforcement[D]. Mianyang: China Academy of Engineering Physics, 2017.

[7] 彭小敏, 徐若, 李敖, 等. 工艺参数对 316L 不锈钢选区激光熔化成型组织性能的影响[J]. 湖南工程学院学报(自然科学版), 2019, 29(4): 26-32.

Peng X M, Xu R, Li A, et al. Effect of selective laser melting parameters on microstructure and properties of 316L stainless steel[J]. Journal of Hunan Institute of Engineering (Natural Science Edition), 2019, 29(4): 26-32.

[8] Kluczyński J, Śniezek L, Grzelak K, et al. Influence of selective laser melting technological parameters on the mechanical properties of additively manufactured elements using 316L austenitic steel[J]. Materials, 2020, 13(6): 1449.

[9] 宗文学, 刘文杰, 徐文博, 等. 激光选区熔化 316L 不锈钢的表面形貌和硬度研究[J]. 应用激光, 2020, 40(4): 587-592.

Zong X W, Liu W J, Xu W B, et al. Study on surface morphology and hardness of 316L stainless steel by laser selective melting[J]. Applied Laser, 2020, 40(4): 587-592.

- [10] 任垚嘉. 激光选区熔化 316L 不锈钢组织和性能研究[D]. 西安: 西安建筑科技大学, 2019.
Ren Y J. Microstructure and properties of 316L stainless steel prepared by selective laser melting[D]. Xi'an: Xi'an University of Architecture and Technology, 2019.
- [11] 姚燕生, 唐建平, 汪俊, 等. 选区激光熔化 316L 不锈钢成形工艺与性能研究[J]. 激光与光电子学进展, 2021, 58(1): 0114006.
Yao Y S, Tang J P, Wang J, et al. Forming technology and properties of 316L stainless steel by selective laser melting[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2021, 58(1): 0114006.
- [12] Suryawanshi J, Prashanth K G, Ramamurty U. Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 696: 113-121.
- [13] Qiu C L, Kindi M A, Aladawi A S, et al. A comprehensive study on microstructure and tensile behaviour of a selectively laser melted stainless steel[J]. Scientific Reports, 2018, 8: 7785-7800.
- [14] Suwas S, Kumar D. Microstructure-texture-mechanical property relationship in alloys produced by additive manufacturing following selective laser melting (SLM) technique[J]. Transactions of the Indian National Academy of Engineering, 2020, 5(1): 1-10.
- [15] Puichaud A H, Flament C, Chniouel A, et al. Microstructure and mechanical properties relationship of additively manufactured 316L stainless steel by selective laser melting[J]. EPJ Nuclear Sciences & Technologies, 2019, 5: 23.
- [16] Niendorf T, Leuders S, Riemer A, et al. Highly anisotropic steel processed by selective laser melting[J]. Metallurgical and Materials Transactions B, 2013, 44(4): 794-796.
- [17] 杨柳青, 刘道新, 谢朝阳, 等. 氯化铁溶液中 316L 和 HR-2 不锈钢的腐蚀行为研究[J]. 腐蚀科学与防护技术, 2017, 29(2): 117-124.
Yang L Q, Liu D X, Xie C Y, et al. Corrosion behavior of 316L and HR-2 stainless steels in ferric chloride solution[J]. Corrosion Science and Protection Technology, 2017, 29(2): 117-124.
- [18] 李依依, 范存淦, 戎利建, 等. 抗氢脆奥氏体钢及抗氢铝[J]. 金属学报, 2010, 46(11): 1335-1346.
Li Y Y, Fan C G, Rong L J, et al. Hydrogen embrittlement resistance of austenitic alloys and aluminium alloys[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2010, 46(11): 1335-1346.
- [19] 戴雨华. 选择性激光熔化 316L 不锈钢在不同成形策略下的力学性能研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2017.
Dai Y H. Research on mechanical properties of 316L stainless steel by selective laser melting under different forming strategies[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2017.
- [20] 文阁玲, 陈威, 黄仲佳, 等. 选区激光熔化 316L 不锈钢成型工艺及其性能研究[J]. 兰州工业学院学报, 2019, 26(4): 67-71.
Wen G L, Chen W, Huang Z J, et al. Study on forming process and performance of laser melting 316L stainless steel in selected area[J]. Journal of Lanzhou Institute of Technology, 2019, 26(4): 67-71.
- [21] 郝志博, 葛昌纯, 黎兴刚, 等. 热处理对选区激光熔化镍基粉末高温合金组织与力学性能的影响[J]. 金属学报, 2020, 56(8): 1133-1143.
Hao Z B, Ge C C, Li X G, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of nickel-based powder metallurgy superalloy processed by selective laser melting[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2020, 56(8): 1133-1143.
- [22] Jiang H Z, Li Z Y, Feng T, et al. Effect of process parameters on defects, melt pool shape, microstructure, and tensile behavior of 316L stainless steel produced by selective laser melting[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2021, 34(4): 495-510.
- [23] 刘畅, 马行驰, 马海彬. 工艺参数对 SLM 成型 316L 不锈钢致密度的影响及缺陷表现方式[J]. 热加工工艺, 2021, 50(12): 44-49.
Liu C, Ma X C, Ma H B. Effect of process parameters on density of 316L stainless steel by SLM and defects manifestation methods[J]. Hot Working Technology, 2021, 50(12): 44-49.
- [24] 贺可太, 周柳, 杨乐昌. 选区激光熔化中 316L 不锈钢的组织与力学性能[J]. 激光与光电子学进展, 2020, 57(9): 091404.
He K T, Zhou L, Yang L C. Microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel in the selective laser melting[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2020, 57(9): 091404.
- [25] Chen L, Shang J L, Liu Y Z, et al. Effect of solution treatment on microstructure and properties of SLM 316L stainless steel for nuclear power field[J]. Materials Science Forum, 2020, 999: 56-63.
- [26] Zong X W, Liu W J, Yang Y M, et al. Anisotropy in microstructure and impact toughness of 316L austenitic stainless steel produced by selective laser melting[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020, 49(12): 4031-4040.
- [27] 许佳玉, 丁雨田, 胡勇, 等. Inconel 738 合金选区激光熔化成形组织性能的研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2019, 48(11): 3727-3734.
Xu J Y, Ding Y T, Hu Y, et al. Microstructure and property of Inconel 738 alloy by selective laser melting forming[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2019, 48(11): 3727-3734.
- [28] Liu B Q, Fang G, Lei L P. An analytical model for rapid predicting molten pool geometry of selective laser melting (SLM)[J]. Applied Mathematical Modelling, 2021, 92: 505-524.
- [29] 尹衍军. 选区激光熔化成形 316L 不锈钢流动规律及组织、性能研究[D]. 北京: 北京科技大学, 2019.
Yin Y J. Study of flow law, microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel by selective laser melting[D]. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2019.