

热处理对选区激光熔化 GH3536 合金晶界与拉伸行为的影响

燕翔^{1,2}, 陈小雨¹, 刘巨锋², 钟菲¹, 郑根稳¹, 颜永斌¹, 刘海¹

(1. 湖北工程学院 化学与材料科学学院, 湖北 孝感 432000)

(2. 先进焊接技术湖北省重点实验室, 湖北 孝感 432000)

摘要: 采用选区激光熔化制备了 GH3536 合金, 并分别进行固溶处理和热等静压处理, 研究不同热处理手段对 GH3536 合金的组织形貌、晶界形态及室温拉伸行为的影响。结果表明: 沉积态试样的组织由超细柱状亚晶粒与熔池界组成, 存在气孔与微裂纹等缺陷; 选区激光熔化试样分别经固溶处理和热等静压处理后, 二者致密度均上升, 组织转变为由交替分布的大小不等等轴晶粒组成, 但热等静压的沿晶界析出 $M_{23}C_6$ 相, 形成锯齿状的弯曲晶界; 沉积态试样的拉伸性能表现出各向异性的特点, 固溶处理可消除拉伸性能的各向异性, 但抗拉强度和屈服强度均有下降, 延伸率明显上升。热等静压态试样与固溶态试样相类似, 但其抗拉强度、屈服强度和延伸率均有进一步的提高; 3 种形态合金的断裂机制均为微孔聚集型的韧性断裂。

关键词: GH3536; 选区激光熔化; 显微组织; 晶界; 力学性能

中图分类号: TG132.3⁺3; TG146.1⁺5; TG113

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)04-1296-08

GH3536 合金是一种主要以铬和钼固溶强化的镍基高温合金 (对应牌号为 Hastelloy-X), 具有良好的抗氧化性和耐腐蚀性能, 在 900 °C 仍具有中等的持久和蠕变强度, 适用于制造高温服役结构的热端零部件, 如尾锥体、涡流排气管和燃烧喷嘴壳体等。然而此类部件形状复杂, 内部往往还存在流道或多孔结构, 传统工艺多采用多次焊接复合而成, 不仅难以保证尺寸精度, 还会影响气体流的稳定性, 即使通过精锻工艺也难以满足制造业的需求。选区激光熔化成形技术 (selective laser melting, SLM) 是一种以激光为热源, 通过对金属粉末层进行逐点熔化, 逐线搭接, 逐层凝固堆积的方式来实现高复杂度零件的一体化“近净成形”技术, 使得制约 GH3536 合金件加工的瓶颈问题迎刃而解^[1]。但由于 SLM 成形过程中合金粉末需在特定的极短交互时间内完成熔化、凝固和冷却, 局部化热输入造成极高的温度梯度与凝固过程中产生的较大残余应力会导致合金出现组织缺陷与成分偏析。因此, 选区激光熔化成形件通常需进行后热处理来修复合金内部缺陷, 调控显微组织的成分、结构并改善合金的力学性能。

目前各国研究学者对选区激光熔化制备 GH3536 合金开展了大量研究。Tian 等^[2]研究了不同工艺参数

与扫描策略对 SLM 制备的 GH3536 合金的表面粗糙度的影响, 发现减小扫描间距、采用轮廓扫描和控制扫描速度等均可有效改善成形件的表面粗糙度。Han 等^[3]发现在 GH3536 合金原始粉末中添加质量分数 1% 的 TiC 纳米颗粒, 不仅可增加合金组织中亚晶粒与小角度晶界的比例, 还可消除沉积件中的热裂纹, 室温拉伸屈服强度和抗拉强度分别提高了 98 和 115 MPa。Tomus 等^[4]发现降低扫描速度可使 SLM 成形的 GH3536 合金的相对致密度提高 22%, 高含量的 Mn、Si、S 和 C 等微量元素可以降低合金的凝固温度, 但会增大裂纹的敏感度并引起晶界处的显微偏析。李雅莉等^[5]发现热等静压+固溶处理可明显抑制 SLM 成形的 GH3536 合金组织中第二相的析出, 在 815 °C 的延伸率较沉积态合金提高了 58.6%, 综合拉伸性能最佳。上述报道集中于工艺参数、合金成分及复合热处理手段对 SLM 成形 GH3536 合金组织与性能进行的优化, 却对单一热处理手段造成的显微组织和力学性能的差异未有系统性报道。同时, 合金组织中的晶界形态对其力学行为的影响也极为重要^[6], 以上报道也鲜有关注。

因此, 本实验以热端零部件用 GH3536 合金材料为研究对象, 探究不同热处理手段 (固溶处理和热等静压处理) 对 SLM 成形的 GH3536 合金的微观组织演

收稿日期: 2020-04-05

作者简介: 燕翔, 男, 1977 年生, 高级工程师, 湖北工程学院化学与材料科学学院, 先进焊接技术湖北省重点实验室, 湖北 孝感 432000, E-mail: yanxwell@163.com

变、晶界形态及拉伸行为的影响规律, 为高性能 GH3536 合金构件的激光增材制造提供理论基础, 有助于激光增材制造技术创新和工程应用。

1 实验

本实验采用气雾化球形 GH3536 合金粉末作为 SLM 沉积原料, 合金粉末的化学成分如表 1 所示, 符合 GB/T14992-2005 中 GH3536 高温合金的成分要求。采用 Mastersizer 3000 激光粒度分析仪对合金粉末的粒径分布进行测试, 其粒径呈近似正态分布, 如图 1 所示。 $F_{10}=22.3 \mu\text{m}$ 表示体积分数为 10% 的粉末粒径不超过 $22.3 \mu\text{m}$, $F_{90}=52.1 \mu\text{m}$ 表示体积分数为 90% 的粉末粒径不超过 $52.1 \mu\text{m}$, 合金粉末的平均粒径为 $29.9 \mu\text{m}$, 与铺粉层厚度相近, 有利于成形过程中均匀铺粉。图 2 为 GH3536 合金粉末的微观形貌, 粉末整体呈球形, 且“卫星球”粉末数量较少; 采用霍尔流速计测试合金粉末的流动性, 50 g 粉末通过标准漏斗的时间为 13.2 s , 粉末松装密度为 5.13 g/cm^3 , 说明该粉末具有良好的流动性和铺粉性, 这为 SLM 成形致密度较高的试样提供了必要条件。实验前, 将合金粉末置于真空干燥箱中, $80 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 12 h 处理, 烘干备用。

选区激光熔化 GH3536 试样采用 EOS M280 激光选区熔化设备进行制备, 主要工艺参数如下: 激光功率为 335 W , 光斑直径为 0.08 mm , 扫描速率为 1000 mm/s , 扫描间距为 0.05 mm , 铺粉层厚为 $30 \mu\text{m}$, 相邻打印层间的扫描转角为 67° , 扫描方式为 Z 形扫描。成形用基板为 316 不锈钢, 尺寸为 $250 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$

表 1 GH3536 合金粉末的化学成分

Table 1 Nominal chemical composition of the GH3536 alloy powder (wt%)

Cr	Fe	Mo	Co	W	C	Si	Ti	B	Ni
20.3	19.1	8.7	2.0	0.3	0.12	0.1	0.1	0.03	Bal.

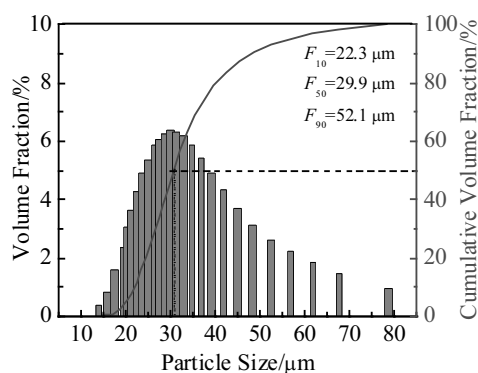


图 1 GH3536 合金粉末的粒径分布

Fig.1 Particle size distribution of GH3536 alloy powder

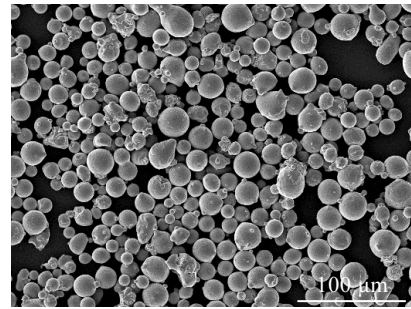


图 2 GH3536 合金粉末形貌

Fig.2 Morphology of GH3536 alloy powder

$\times 30 \text{ mm}$, 预热温度为 $100 \text{ }^\circ\text{C}$, 整个制备过程在氩气保护气氛下进行。SLM 成形结束后, 采用线切割方法将试样从基板上分离, 记为沉积态试样 (SLM 试样)。将成形后的 GH3536 试样分别进行 2 种方案热处理:

(1) 固溶处理, SLM 试样在 $1180 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 1 h , 空冷至室温, 此试样记为固溶态试样 (ST 试样); (2) 热等静压处理, 温度为 $1150 \text{ }^\circ\text{C}$, 压力为 180 MPa , 保温时间为 3 h , 空冷至室温, 此试样记为热等静压试样 (HIP 试样)。

由于选区激光熔化技术的工艺特点, SLM 成形的 GH3536 合金在成形方向 (building direction, 定义为纵向) 和激光扫描方向 (scanning direction, 定义为横向) 的组织 and 性能往往会有明显的差别, 因此需要对合金不同方向的显微组织与力学性能分别进行测试。采用带有能谱仪 (EDS) 的 JSM-6510 扫描电子显微镜 (SEM) 分别对 SLM 试样、ST 试样和 HIP 试样不同方向截面的显微组织和相成分进行分析。采用阿基米德排水法测量不同状态试样的密度, 以测量密度与理论密度的比值作为相对致密度 (理论密度选为 8.30 g/cm^3)。参照 ASTM E8-E8M 金属材料室温拉伸的标准试验方法分别沿横/纵方向制备 3 种试样的标准拉伸试样, 使用 MTS880 多功能材料力学性能试验机进行室温拉伸性能测试。最后利用扫描电镜观察拉伸试样断口部位形貌, 以分析合金的断裂机制。

2 结果与分析

2.1 显微组织形貌与晶界形态

图 3 为不同热处理态的 SLM 成形 GH3536 合金的抛光形貌与致密度。从图 3a 中可知, SLM 试样组织内部存在少量的封闭性气孔和长度为 $6 \sim 40 \mu\text{m}$ 的微裂纹。气孔源于铺粉过程中合金粉末间留下的空隙。SLM 成形时, 这些空隙处残留的气体未能及时从快速凝固

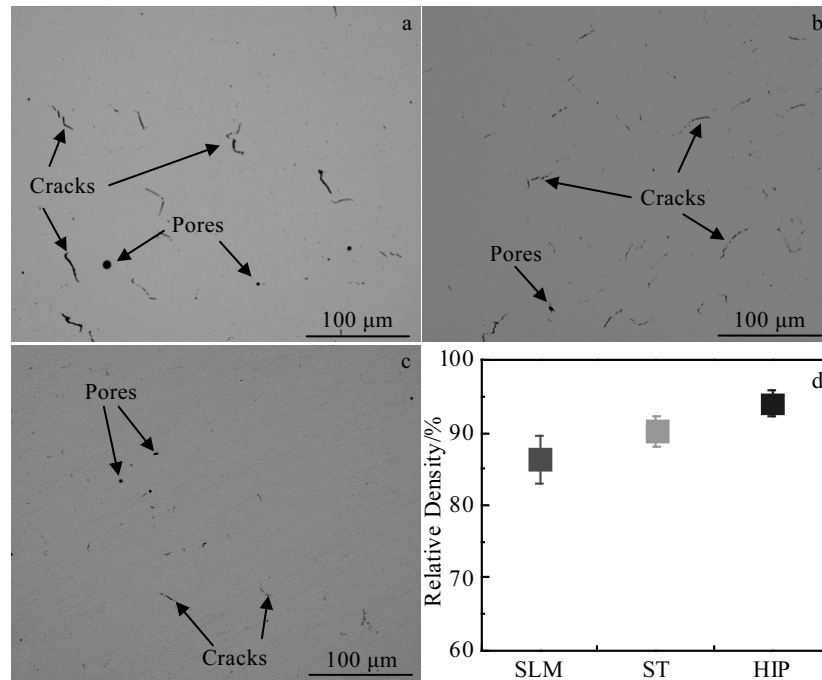


图 3 不同热处理态的 SLM 成形 GH3536 合金金相试样腐蚀前的表面 OM 形貌和致密度

Fig.3 Surface OM morphologies (a-c) and relative densities (d) of GH3536 alloy formed by SLM with different heat treatment states before corrosion: (a) SLM, (b) ST, and (c) HIP

的熔体中逸出而形成气孔^[7]。熔体在快速凝固与冷却过程中会产生的巨大的温度梯度,当引起的残余应力超过材料的最大抗拉强度后,就会造成微裂纹的出现^[8]。与 SLM 试样相比, ST 试样中的气孔与微裂纹数量明显减少,微裂纹的长度也缩减至 2~8 μm,如图 3b 所示。这是由高温作用下金属原子的扩散使材料内部微缺陷减少所致,效果有限。图 3c 为 HIP 试样抛光态的金相组织,试样内部观察不到明显的气孔和微裂纹。这是由于 HIP 过程中,试样在外界高温高压作用下,材料发生塑性变形,通过蠕变及扩散机制来实现致密化。对图 3d 分析可知,不同热处理手段均可改善 SLM 试样的致密度,SLM 试样的致密度为 86.4%,固溶处理后致密度提高至 90.3%,提升了 3.9%,HIP 试样的致密度达到了 94.1%,相比 SLM 试样提升了 7.7%,效果最佳,这也与抛光态形貌的观察结果相一致。合金试样致密度的提高,可以有效改善其力学性能。

图 4 为 SLM 成形 GH3536 合金沉积态试样的沉积方向与扫描方向截面的显微组织,展示了典型的 SLM 沉积过程中形成的熔池形貌与激光扫描路径。SLM 试样显微组织中未观察到明显的第二相存在,这是由于激光熔化成形过程中,极快的冷却速率(10⁴~10⁸ K/s)导致“溶质捕获”现象的发生,使得第二相没有充分

时间析出,最终得到过饱和的 γ 固溶体^[9],与 Tomus^[10]和 Wang^[11]等人的研究结果类似。但 Pourbabak 等^[12]研究发现,SLM 成形的 GH3536 合金在亚晶界处有 20~50 nm 的碳化物相存在,这可能与合金粉末的元素成分有关。从图 4a 中可以看到,SLM 试样沿沉积方向上存在半椭圆状熔池,呈鱼鳞状分布,为 SLM 成形工艺的层层叠加的搭接方式。熔池的宽度为 55~80 μm,深度约为 45 μm,贯穿 1.5 层的铺粉厚度,说明层与层之间冶金结合良好;鱼鳞状熔池界形貌的形成与扫描激光光源的高斯分布有关^[13]。光斑中心激光强度最高,两侧能量较弱,导致熔化层中间粉末熔化较多,两侧熔化较浅,使得熔池界呈现半椭圆状。SLM 试样沿扫描方向截面上存在交错排列的条状熔池,是不同激光扫描层的熔池行走痕迹(见图 4b),宽度为 50~70 μm,不同层间熔池取向差接近层间扫描转角 67°。在图 4a 中还可发现无序的微裂纹位于熔池内部,熔池搭接区未发现微裂纹,这也说明熔池界面搭接良好。图 4c 和 4d 为 SLM 试样在沉积方向和扫描方向截面的高倍照片,组织均由不同取向的柱状晶和“胞状晶”组成。细长柱状晶的宽度约为 0.7 μm,其长度为 25~50 μm,生长方向与熔池界近似垂直或成一定夹角呈外延生长趋势,部分柱状晶甚至贯穿相邻的熔池界

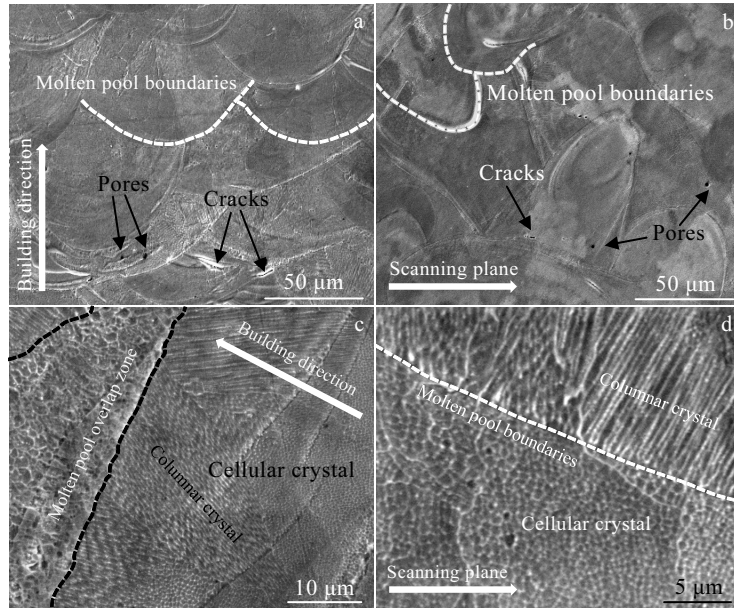


图4 SLM成形的沉积态GH3536合金在沉积方向截面和在扫描方向截面的显微组织

Fig.4 Microstructures of building direction section (a, c) and scanning direction section (b, d) of GH3536 alloy formed by SLM

(见图4c)。而熔池内部分布的“胞状晶”尺寸约为 $0.8\ \mu\text{m}$ ，与柱状晶宽度相近，说明两者可能仅是同一类型晶粒在不同成形面的截面，Raghavan等^[14]在研究SLM成形IN718合金与马氏体钢的显微组织演变中也有类似结论。沉积态试样的超细柱状晶的形成主要取决于熔体的温度梯度和冷却速度。由于SLM成形是一个快速凝固过程，熔池金属极快的冷却速度对应着较大的过冷度。根据金属凝固理论，在较大的过冷度下液态熔池内大量形核，且形核速度远大于晶粒的生长速度，导致熔池内部在短时间内大量的自发形核却难以生长，从而促使SLM试样形成超细晶组织。同时，熔池内的液态金属在结晶时一般以下层的已凝固熔池为基底进行非均匀形核，熔池的散热方向与温度梯度方向相反，晶核的生长方向垂直于熔池的固液界面，并沿着温度梯度的反方向生长，从而使SLM成形的柱状晶呈现典型的外延生长特点。此外，在图4c中还观察到在熔池搭接区（熔池界相交区域）的局部“胞状晶”尺寸往往较大，可达到 $2\sim 3\ \mu\text{m}$ ，为熔池内部“胞状晶”的 $2\sim 3$ 倍。这是由于熔池搭接区的晶粒接受邻近熔池热传导及凝固结晶释放的热量导致已凝固金属发生重熔并长大的结果^[15]。

图5为固溶处理和热等静压处理后的SLM成形GH3536合金的显微组织照片。由于ST试样和HIP试样在各自横/纵向截面的显微组织相类似，故此处仅展示2种合金在扫描方向截面的SEM照片。从图5a和

5c中可以看到，ST试样和HIP试样的表面已观察不到原有的熔池形貌和激光扫描痕迹，原显微组织中的晶粒完全消失。这说明在2种热处理过程中，SLM试样均发生了晶粒的再结晶过程，消除了试样在不同方向上的组织差异，其驱动力来源于SLM成形过程中积累的残余应力。图5a中还可观察到，ST试样的再结晶晶粒尺寸大小不一，粗晶粒尺寸约为 $100\ \mu\text{m}$ （黑色虚线框），细晶粒尺寸仅有 $25\ \mu\text{m}$ 左右（白色虚线框），呈交替分布。这与成形过程中产生的残余应力分布不均匀有关，熔池搭接区的残余应力较大，在固溶处理过程中产生的较大驱动力会提高形核率，使再结晶晶粒变得更加细小。图5b是ST试样晶界处的高倍照片。可以看到晶界平直且洁净，呈曲折线分布，晶界处的黑色区域为抛光与腐蚀所致。ST试样的显微组织中并未观察到析出相的存在，这是由于 $1180\ ^\circ\text{C}$ 的固溶处理温度会溶解大部分的碳化物、 σ 相和Laves相所致。HIP试样的显微组织与ST试样相类似（见图5c），晶粒内部也未观察到析出相存在。但HIP试样的晶界呈弯曲状（见图5c中黑色箭头指向区域），形成锯齿状的缝合结构。图5d为HIP试样锯齿状晶界处的高倍照片。大量的链状第二相在锯齿状的弯曲晶界处析出，晶界被拓宽至 $0.8\ \mu\text{m}$ 左右。通过EDS对该析出相进行能谱分析，其化学成分（原子分数）为 $70.69\text{Cr}-5.18\text{Mo}-3.05\text{Ni}-20.18\text{C}-0.89\text{W}-0.01\text{B}$ ，其中Cr、Mo和Ni的原子分数占 78.92% ，C元素含量占比为 20.18% ，满足

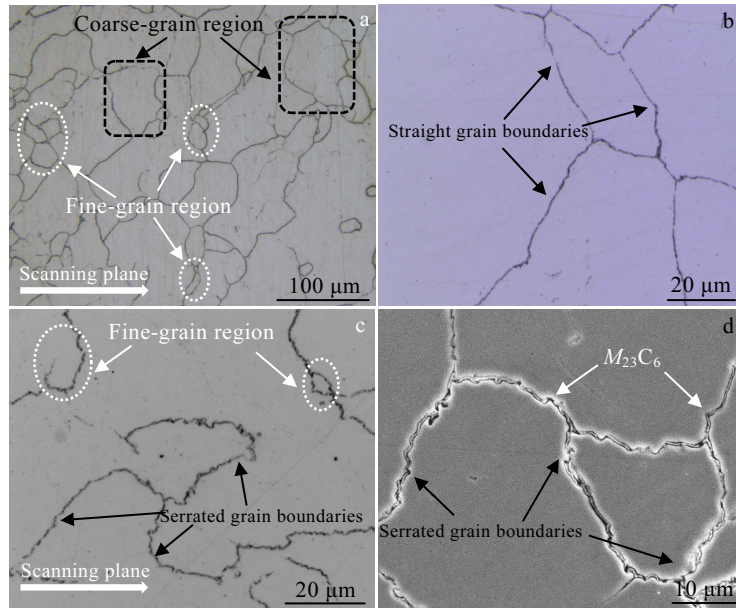


图 5 固溶处理 ST 试样和热等静压处理 HIP 试样在扫描方向截面和晶界处的 SEM 照片

Fig.5 SEM images of the scanning direction section and the grain boundaries of the ST sample (a, b) and HIP sample (c, d)

$M_{23}C_6$ 碳化物的比例，结合 Montero-sistiaga 等人^[16]的研究，推测该析出相为 $M_{23}C_6$ 。此类 $M_{23}C_6$ 碳化物的形成与 C 原子的偏析有关，这是因为 γ -Ni 中溶解 C 原子的能力有限，使其偏析于晶界处，形成 C 原子偏聚区，这为 $M_{23}C_6$ 在晶界处形核与生长提供了有利条件^[17]。在 HIP 过程中，晶界处的 C 原子与周围的 M 原子（主要为 Cr 元素）形成碳化物沉淀下来。 $M_{23}C_6$ 碳化物中含有其他元素如 Ni、Mo 和 W 等，是通过替代 Cr 原子的方式进入碳化物中。锯齿状弯曲晶界的形成与 $M_{23}C_6$ 碳化物的析出方式有关^[18]：当 $M_{23}C_6$ 在晶界处形成时，碳化物的形成元素 Cr、Mo、Ni 和 C 向 $M_{23}C_6$ 沉淀区扩散，而非碳化物形成元素 Co、Al、Si 和 Ti 等元素朝相反方向扩散。由于在相同温度下 Cr、Mo、Ni 和 C 的扩散速度一般比 Co、Al、Si 和 Ti 等快，所以在 Cr、Mo、Ni 和 C 贫化区留下较多的空位，而在 Co、Al、Si 和 Ti 贫化区则留下较少的空位。于是由于元素扩散速度不同引起的成分浓度差，产生空位浓度差，出现空位流，导致了类似于 Kirkendall 效应的结果—晶界迁移，最终致使弯曲晶界的形成。

2.2 不同热处理态的 GH3536 合金的室温拉伸性能

对沿不同方向制备的 SLM 试样、ST 试样和 HIP 试样进行室温拉伸测试，并与工业标准 HB 5497-1992^[19]进行了对比，如图 6 所示。可以看到，3 种试样在室温下沿横/纵向的抗拉强度与屈服强度均超过锻件标准的要求，但延伸率各有不同。SLM 试样沿横

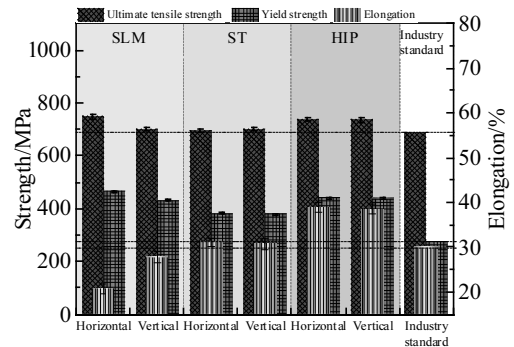


图 6 横/纵向不同热处理态的 SLM 成形 GH3536 合金的室温拉伸性能（最右侧为工业标准 HB 5497-1992）

Fig.6 Room-temperature tensile properties of SLM formed GH3536 alloy with different heat treatment states in horizontal and vertical directions (the dashed lines show the corresponding industry standard tensile data of HB 5497-1992^[19])

向抗拉强度为 769 MPa，比纵向高 58 MPa；横向屈服强度为 465 MPa，比纵向高 44 MPa；纵向延伸率为 27.81%，比横向高 7.21%；即室温下 SLM 试样的拉伸性能存在各向异性。众所周知，合金的拉伸性能不仅受材料固有特性的影响，还与显微组织结构有关，对于 SLM 成形的试样则更要考虑到熔池界的影响。从图 4 可知，SLM 试样的微观组织可视为“熔池界-超细柱

状亚晶”的交错分布组成。一般来说，晶粒越细小抗拉强度越高，塑性越好。熔池界包围区域内为细长的柱状微晶，均匀分布，保证了 SLM 试样的高强度和良好的塑性，而空间分布的熔池界则会极大地影响 SLM 试样的塑性。由于熔池界的结合性能本身弱于晶界^[20]，而且熔池搭接区的熔池界还存在局部“粗晶区”，使得熔池界成为试样的性能薄弱区。当 SLM 试样进行塑性变形时将优先沿熔池界进行滑移。从图 4a 与 4b 可知，单位面积内试样在纵向截面的熔池界（长度）数量要远多于横向截面，这意味着当 SLM 试样沿纵向进行拉伸时，塑性变形更易进行，因此在宏观上表现出更优秀的延伸率，但抗拉强度略低于横向。

由图 6 可知，ST 试样沿横向的抗拉强度与屈服强度分别为 695 和 382 MPa，延伸率为 31.13%。沿纵向的力学性能与横向基本相同，这与横/纵向显微组织相似性的观察结果相一致。熔池界的消除是 ST 试样拉伸性能各向异性消失的主要原因。固溶处理消除了沉积态试样的气孔和裂纹等缺陷，且高温处理会促进组织中奥氏体数量的增多，导致 ST 试样的延伸率明显提高，与 SLM 试样的横向延伸率相比提高了 10.53%。但固溶处理会使合金晶粒在高温下发生再结晶与长大，导致其拉伸断裂强度和屈服强度发生明显降低。HIP 试样与 ST 试样的室温拉伸力学行为相类似，但横/纵向的抗拉强度约为 728 MPa，屈服强度为 429 MPa。

虽然抗拉强度较 SLM 试样的横向抗拉强度低约 41 MPa，但比其纵向抗拉强度提高了 11 MPa。延伸率达到 38.65%，比 ST 试样提升了 7.52%，比 SLM 试样的纵向延伸率提高了 38.9%。HIP 试样的强度并未像 ST 试样出现明显的下降，这主要得益于合金内部缺陷的消除与晶界形态的变化。一方面，热等静压处理后试样的致密度较 ST 试样更高；另一方面，HIP 试样在晶界析出的链状 $M_{23}C_6$ 在变形过程中可有效地阻碍位错运动，从而提高合金的强度。尽管晶界碳化物作为脆性相，在拉伸过程中容易成为裂纹源，但其形成的锯齿状弯曲晶界反而会阻碍裂纹的萌生与扩展。这是因为锯齿状的弯曲晶界凹凸不平，造成相邻晶粒的晶面之间的咬合作用，变形过程中晶界彼此间滑移困难，迫使强度较高的晶内部分参与变形，从而导致晶界上应力松弛，阻碍裂纹的萌生。有研究表明^[21]：裂纹在扩展过程中，锯齿状晶界能够促使裂纹与晶界面之间的夹角偏离其初始入射角度，提高裂纹沿界面扩展路径的复杂崎岖程度。这意味着锯齿状的弯曲晶界使得裂纹更加倾向于穿过晶界面而不是沿着晶界面进行扩展，从而对合金起到有效的增韧作用。

2.3 不同热处理态的 GH3536 合金的室温拉伸断口形貌分析

SLM 成形 GH3536 合金在不同热处理态下横/纵向的室温拉伸断口形貌如图 7 所示。从图 7 中可观察

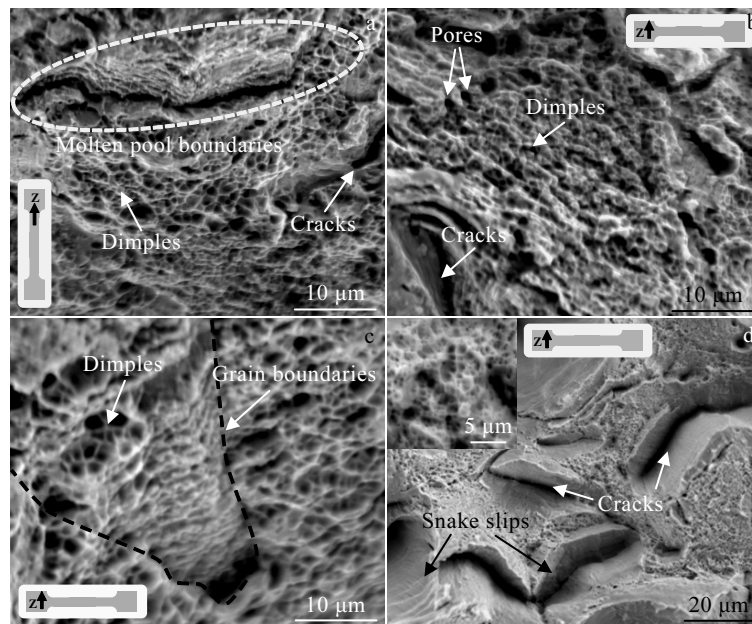


图 7 SLM 成形 GH3536 合金纵向试样；横向试样；横向 ST 试样；横向 HIP 试样的室温拉伸断口形貌

Fig.7 Room-temperature tensile fracture surfaces of GH3536 alloy formed by SLM: (a) vertical SLM specimen, (b) horizontal SLM specimen, (c) horizontal ST sample, and (d) horizontal HIP sample

到 3 种试样的断裂机制均为微孔聚集型的韧性断裂, 椭圆形的等轴韧窝沿断裂面分布, 但韧窝的尺寸与深度均不相同。其中, SLM 试样的韧窝结构非常细小(图 7a 和 7b), 平均直径仅有 $0.5\ \mu\text{m}$ 左右, 深度较浅。在图 7a 的白色虚线框中还可以观察到撕裂的熔池界裂纹, 且熔池的高斯形状弧面清晰可见, 说明裂纹是沿着熔池界处萌生并扩展, 这从另一个角度也佐证了熔池界是组织力学性能的薄弱区。横向 SLM 试样在塑性变形过程中, 其局部产生的应力集中会破坏原子相互结合的力量, 形成孔隙(见图 7b), 这些微孔随着变形的继续而长大并相互连接形成裂纹。然而图 7b 中的裂纹(见白色箭头所指)周围较为光滑, 仅有少量微小的韧窝存在, 说明试样在此处的断裂是源于 SLM 成形过程中形成的微裂纹的扩展, 其在变形过程中参与塑性变形较少, 因此造成了 SLM 试样沿横向较低的延伸率。从图 7c 可知, 横向 ST 试样断口处的韧窝尺寸为 $0.8\sim 1.0\ \mu\text{m}$, 且分布均匀, 呈现穿晶-韧窝型断裂特征, 暗示了合金具有较好的延伸率。经过热等静压处理后, HIP 试样断口处的韧窝数量明显增多, 尺寸也增大到 $2\ \mu\text{m}$ 左右(见图 7d 的插图)。与 ST 试样相比, 晶界处的链状 $M_{23}C_6$ 相的存在可提高材料的晶界强度; 与 SLM 试样相比, 锯齿状弯曲晶界的存在会促进开动周围基体中滑移系, 降低晶界处应力集中, 促进塑性变形均匀分布, 因此 HIP 试样表现出了最佳的室温拉伸性能, 这与前述的拉伸试验结果相吻合。此外, 在图 7d 中二次裂纹(见白色箭头所指)处还能够看到明显的弯曲起伏的蛇形滑移花样(见黑色箭头所指), 只有当拉伸材料塑性较好时, 具有不同取向晶粒之间的约束力较大, 导致位错同时沿几个相交的滑移面滑移后才能形成, 这也从侧面反映了 HIP 试样具有优秀的塑性变形能力。

3 结 论

1) 选区激光熔化成形的 GH3536 合金沉积态试样的显微组织主要由熔池界与超细的柱状亚晶组成。熔池沿沉积方向呈现鱼鳞状分布, 明显区别于激光扫描方向的条状分布, 内部存在少量气孔与无序微裂纹。

2) SLM 试样分别经固溶处理与热等静压处理后, 合金试样的熔池界形貌均已消失。ST 较 SLM 试样致密度提高了 3.9%, 显微组织由交替分布的大小不等等轴晶粒组成, 无第二相析出。HIP 试样显微组织与 ST 试样相类似, 致密度达到 94.1%, 但在锯齿状的弯曲晶界处有链状的 $M_{23}C_6$ 碳化物析出。

3) 3 种试样断口均为典型的韧窝型断裂, SLM 试样的拉伸性能存在各向异性, 这是沉积过程中形成的

熔池界在横/纵方向分布不同所致。ST 试样抗拉强度和屈服强度均有下降, 但延伸率提高至 31.13%。HIP 试样由于在晶界处有链状 $M_{23}C_6$ 相的析出, 抗拉强度和屈服强度下降较少, 延伸率达到 38.65%, 这与 HIP 过程中形成的弯曲晶界有关。

参考文献 References

- [1] Gu Dongdong(顾冬冬), Dai Donghua(戴冬华), Xia Mujian(夏木建) et al. *Journal of Nanjing University of Aeronautics & Astronautics*(南京航空航天大学学报)[J], 2017, 49(5): 645
- [2] Tian Yang, Tomus Dacian, Rometsch Paul et al. *Additive Manufacturing*[J], 2017, 13: 103
- [3] Han Quanquan, Gu Yuchen, Setchi Rossitza et al. *Additive Manufacturing*[J], 2020, 30: 100 919
- [4] Tomus D, Jarvis T, Wu X et al. *Physics Procedia*[J], 2013, 41: 823
- [5] Li Yali(李雅莉), Lei Liming(雷力明), Hou Huipeng(侯慧鹏) et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2019, 47: 100
- [6] Watanabe Tadao. *Journal of Materials Science*[J], 2011, 46: 4095
- [7] Li Shuai, Wei Qingsong, Shi Yusheng et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2015, 31: 946
- [8] Li Wei, Li Shuai, Liu Jie et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 663: 116
- [9] Montero-Sistiaga M L, Pourbabak S, Humbeeck J V et al. *Materials & Design*[J], 2019, 165: 107 598
- [10] Tomus Dacian, Tian Yang, Rometsch Paul A et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2016, 667: 42
- [11] Wang Fude. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2012, 58: 545
- [12] Pourbabak Saeid, Montero-Sistiaga M L, Schryvers Dominique et al. *Materials Characterization*[J], 2019, 153: 366
- [13] Keshavarzkermani Ali, Marzbanrad Ehsan, Esmaeilzadeh Reza et al. *Optics and Laser Technology*[J], 2019, 116: 83
- [14] Raghavan Narendran, Dehoff Ryan, Pannala Sreekanth et al. *Acta Materialia*[J], 2016, 112: 303
- [15] Popovich V A, Borisov E V, Popovich A A et al. *Materials & Design*[J], 2016, 114: 441
- [16] Montero-Sistiaga M L, Liu Zhuangzhuang, Bautmans Ludo et al. *Additive Manufacturing*[J], 2020, 31: 100 995
- [17] Gong Zhihua(龚志华), Yang Gang(杨刚), Ma Longteng(马龙腾) et al. *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2017, 38(9): 83
- [18] Bai Guanghai(柏广海), Hu Rui(胡锐), Li Jinshan(李金山)

- et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(10): 1737
- [19] Yu Huichen(于慧臣), Wu Xueren(吴学仁). *Material Data Handbook for Aeroengine Design, Volume IV*(航空发动机设计用材料数据手册, 第四册)[M]. Beijing: Aeronautical Industry Press, 2010: 349
- [20] Khairallah S A, Anderson A T, Rubenchik A *et al. Acta Materialia*[J], 2016, 108: 36
- [21] Tan Guoqi, Zhang Jian, Zheng Long *et al. Advanced Materials*[J], 2019, 190: 4603

Effect of Heat Treatment on Grain Boundary and Tensile Behavior of Selective Laser Melting GH3536 Alloy

Yan Xiang^{1,2}, Chen Xiaoyu¹, Liu Jufeng², Zhong Fei¹, Zheng Genwen¹, Yan Yongbin¹, Liu Hai¹

(1. College of Chemistry and Materials Science, Hubei Engineering University, Xiaogan 432000, China)

(2. Hubei Province Key Laboratory of Advanced Welding Technology, Xiaogan 432000, China)

Abstract: The GH3536 alloy was prepared by selective laser melting, and was subjected to solution treatment (ST) and hot isostatic pressing (HIP). The effects of different heat treatment methods on the microstructure, grain boundary morphology and room temperature tensile behavior of GH3536 alloy were studied. The results show that the microstructure of the SLM sample consists of ultra-fine columnar sub-grains and molten pool boundary, with defects such as pores and microcracks. The relative density of the alloy increases after solution treatment and hot isostatic pressing, and the microstructures of the two alloys consist of alternating equiaxed grains of different sizes. However, the HIP sample precipitates the $M_{23}C_6$ phase along the grain boundary, forming a serrated grain boundary. The tensile properties of the SLM samples show obvious anisotropy. The solution treatment can eliminate the anisotropy of the tensile properties of the sample, but the ultimate tensile strength and yield strength reduce, and the elongation significantly increases. The HIP sample is similar to the ST sample, but its ultimate tensile strength, yield strength and elongation further improve. Tensile fracture mechanisms of all three states alloys are microporous aggregate-type ductile fracture.

Key words: GH3536 alloy; selective laser melting; microstructure; grain boundary; mechanical properties

Corresponding author: Zhong Fei, Ph. D., Lecturer, College of Chemistry and Materials Science, Hubei Engineering University, Xiaogan 432000, P. R. China, E-mail: zhong4536188@126.com