

退火温度对L-PBF成形镍基粉末高温合金组织和力学性能的影响

王 耀, 任晓娜, 陈志培, 葛昌纯

(北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘 要: 通过对激光粉末床熔化(laser powder bed fusion, L-PBF)成形FGH4096M镍基粉末高温合金进行不同温度的退火处理, 采用SEM、EBSD等分析了合金的微观组织结构, 并对其进行了拉伸测试, 进而研究退火工艺对激光粉末床熔化成形FGH4096M镍基粉末高温合金中显微组织的演变及力学性能的影响。结果表明: 随着退火温度的升高, 成型态合金中胞状晶组织和柱状晶组织出现了消失的趋势, 当退火温度为900℃时, 开始发现有大量 γ' 相析出; 其硬度值先升高后降低, 抗拉强度和屈服强度均呈现先上升后降低趋势, 但其断后延伸率在逐渐降低。通过对晶粒取向差分布分析, 可知退火能够消除部分残余应力。这一研究成果为激光粉末床熔化成形镍基粉末高温合金性能的提升提供了有效的数据支撑。

关键词: 镍基粉末高温合金; 退火; L-PBF; 晶粒; 残余应力

中图分类号: TG132.3⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2025)12-3186-06

1 引言

激光粉末床熔化(laser powder bed fusion, L-PBF)是一种能够制备高尺寸精度、复杂结构及优异力学性能的金属零部件的新兴技术。L-PBF成形件因其独特的成形工艺特点形成了柱状晶和胞状晶混合的组织结构。同时, 因其按照设定方式进行激光扫描, 会产生复杂的热循环过程^[1-2], 继而导致成形件内部会形成较大的残余应力^[2]。L-PBF工艺产生的残余应力会导致成形件在制备及后处理过程中产生变形、翘曲和开裂等现象, 会大幅地降低其力学性能, 甚至部件直接失效^[3]。

激光粉末床熔化制备镍基高温合金试样中存在因残余应力导致的裂纹现象^[4-10], 在具有高开裂敏感性的FGH4096M镍基高温合金中更为严重。为了降低L-PBF成形件的残余应力和减少开裂现象, 目前主要采用的方法是基板预热、优化扫描策略及后处理等, 而后处理是目前研究的重点之一。Wang等^[11]对比研究了IN718打印态和低温退火态的组织 and 残余应力情况, 结果表明: 退火处理后, Laves相会发生部分溶解在基体中, 会使显微硬度增加, 同时, 最大绝对压缩残余应力下降了57.4 MPa。Messé等^[12]对经过固溶-时效处理的打印态和退火态样品进行表征, 发现经过应力消除热处理的样品合金中亚晶出现了合并的迹象, 且位错密度有所降低。Gao等^[13]通过对样品进行了高温退火和双级时效, 发现增加了孪晶比例。魏冰^[14]研究了直接时效、固溶处理和固溶+时效处

理对SLM成形René104合金缺陷、组织和力学性能的影响。其中, 固溶处理后合金中发生了再结晶, 合金中部分粗大柱状晶向细小等轴晶转变。均匀化热处理能够消除分散在L-PBF成形Inconel 718合金亚晶界的Laves相, 降低初始晶界处的应力集中, 延缓微裂纹的产生^[15-18]。Liu等^[19]利用固溶处理释放了L-PBF成形Inconel 718合金中的残余应力。目前的研究中, 当退火温度较高时, Inconel 625合金基体会形成 δ 相或其他有害相^[20], 而在Inconel 718合金晶界处形成连续分布的粗大碳化物且析出大量 γ' 相^[21], 进而导致合金的塑性和耐腐蚀性能大幅降低^[22]; 但当退火温度较低时, 却不能有效地降低残余应力。然而目前, 针对L-PBF制备镍基粉末高温合金的后处理研究报道较少, 且后处理对其的影响没有明确。

因此, 为了观察退火处理对打印态FGH4096M样品中裂纹和残余应力的影响, 首先对样品进行700~900℃低温退火处理, 其次利用SEM、EBSD、室温拉伸测试对试样的组织和性能进行检测, 最后总结低温退火处理对打印态样品的影响。

2 实验

利用气雾化法制备的FGH4096M镍基高温合金粉末和最佳的L-PBF工艺参数(激光功率 $P=160$ W, 扫描速率 $v=600$ mm/s, 扫描间距 $h=80$ μ m, 层厚 $d=40$ μ m, 双向扫描策略, 相邻层之间的旋转角为 67°)制备FGH4096M

镍基粉末高温合金,其中,用于显微组织观测和拉伸性能测试的样品尺寸分别为 10 mm×10 mm×10 mm 和 15 mm×2 mm×70 mm。然后采用箱式电阻炉(KSL-1400X)对镍基高温合金进行低温退火处理,具体工艺参数为:退火温度 600~1000 ℃,升温速率是 10 ℃/min,保温 1 h,随炉冷却到室温。

镍基合金样品采用 200#~3000#的金相砂纸进行研磨及 0.5~3.5 μm 的金刚石抛光膏抛光后,在专用电解抛光溶液中进行电解抛光,电压为 15 V,时间为 3~5 s,利用扫描电子显微镜(SEM)及其背散射电子衍射(EBSD)系统观察和分析合金的晶粒形貌、尺寸以及织构,EBSD 数据采集步长是 1 μm;合金样品在专用电解腐蚀溶液中进行电解腐蚀,电压是 5 V,时间为 3~5 s,采用 SEM 观察合金的显微组织。

采用维氏显微硬度计(MH-6)检测合金的显微硬度,载荷为 200 g,加压时间为 15 s,在每个样品的表面以“田”字形式选取 5 个点进行测试,取其平均值作为测试结果。利用电子万能拉伸试验机在 $0.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的应变速率下进行室温拉伸试验。其中,每组采用 3 个试样进行拉伸试验,然后取其平均值作为拉伸试验结果。

3 结果与讨论

3.1 显微组织

图 1 是 L-PBF 打印态和退火态 FGH4096M 合金样品在低倍放大下侧面(平行于打印构建方向)显微组织。在打印态中观察到明显的“鱼鳞状”熔池结构(图 1a);在分别经过 600、700、800、900 和 1000 ℃退火之后,仍然能观察到“鱼鳞状”熔池结构,但其结构特征逐渐模糊(图 1b、1c、1d、1e、1f);尤其当退火温度达到 900 ℃时,部分熔池结构已经明显发生了消失现象,能观察到部分晶粒结构,说明发生了回复和局部再结晶(图 1e)。

图 2 是 L-PBF 打印态和退火态 FGH4096M 合金样品在高倍放大下侧面(平行于打印构建方向)显微组织。打印态合金中主要由柱状晶构成,伴有少量胞状晶。胞状晶组织主要为 γ' 相和位错组成的亚晶结构^[23]。局部放大图中,没有观察到明显的析出相。而在 700 ℃退火后,合金的亚晶界有少量近球形的纳米析出相;在 800 和 900 ℃退火后,合金中明显析出了第二相(γ' 相),且晶界处析出相尺寸较大,特别是 1000 ℃时,析出相尺寸达到最大值。在整个退火过程中,因为外部热能的加入,导致

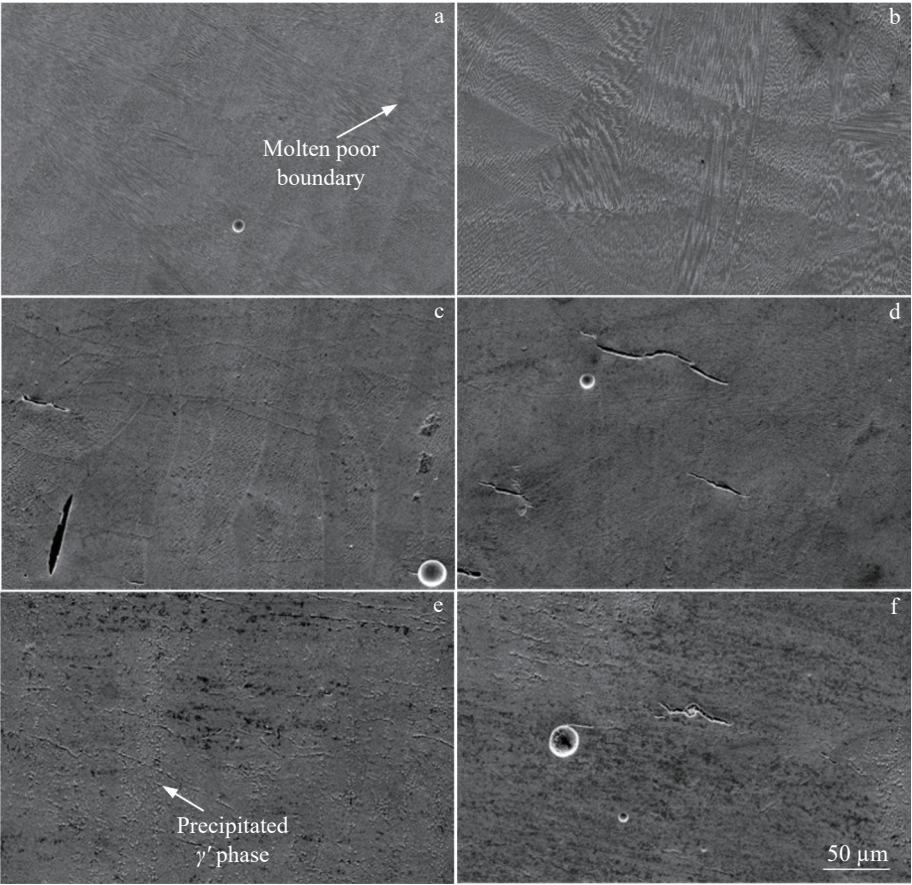


图 1 打印态和退火态 FGH4096M 高温合金侧面显微组织的低倍 SEM 照片

Fig.1 SEM images of side microstructure of FGH4096M superalloy in printed state (a) and annealed at different temperatures (b–f): (b) 600 ℃, (c) 700 ℃, (d) 800 ℃, (e) 900 ℃, and (f) 1000 ℃

热激活的增加,柱状晶组织的消失;同时,固溶在基体中的 Al、Ti 元素会从基体中扩散析出,并形成 γ' 相,也将导致基体的晶面间距减小且晶格畸变变小。

图 3 是 L-PBF 打印态和低温退火态 FGH4096M 高温合金样品侧面的反极图。可以观察到侧面以平行于 [001] 方向(即打印构建方向)的柱状晶组织为主,有着较强的 $\langle 001 \rangle$ 织构。在分别经历 600、700、800、900 和 1000 °C 退火后,合金中大尺寸柱状晶依然存在,但柱状晶内部颜色变化更加均匀,这就说明具有较小取向差的亚晶数量在不断较小,织构强度有所降低,同时,柱状晶宽度有所增加,长度有所减少。在 900 °C 时,开始发现了少量小尺寸等轴晶,说明有局部再结晶的出现。

图 4 是 L-PBF 打印态和低温退火态 FGH4096M 高温合金的晶粒取向差分布统计分析结果。由图 4a 看出,打印态合金中小角度晶界(LAGB,晶粒取向差 $\leq 10^\circ$)数量占总晶界数量的 63.3%;大角度晶界(HAGB,晶粒取向差 $> 10^\circ$)占 36.7%。经过退火处理后,高温合金中 LAGB 减少,HAGB 增加。从图 5b~5f 可以看出,随着退火温度升高后,LAGB 占比先降低后升高,HAGB 占比先从 38.1% 升高 62.7% 后减少至 29.1%。也就是说明,在退火

过程中发生了一部分小角度晶界转变为大角度晶界的现象,也存在再结晶的现象。其原因在于,在退火处理中,位错在晶界处塞积、湮没,进而导致晶界取向差的增加和小角度晶界的转变。因此,小角度晶界的占比可以被看作局部残余应力大小的评价指标,当小角度晶界占比减少,意味着残余应力得到释放。因此,本研究中退火处理能够释放 L-PBF 打印态 FGH4096M 高温合金的残余应力。

3.2 残余应力

图 5 所示为 FGH4096M 合金样品侧面的局部取向差图(KAM)。采用局部取向差(θ_{KAM})来量化合金中的几何必要位错(GND)密度^[23]。在图 5 中,蓝色表示位错密度较低,绿色和红色表示位错密度较高。从图 5a 看出 L-PBF 成型态合金均为绿色,表明位错密度较高;图 5b~5d 分别为 700、800 及 900 °C 退火样品的 KAM 图,发现在经过退火处理后,蓝色部分的面积增加,表明位错密度在不断降低。在 900 °C 退火后,有着 4 个状态中较小的位错密度。在 600、700、800 °C 及 900 °C 退火后,合金中低局部取向差占比逐渐增加,表明合金中位错密度降低,残余应力得到更好的释放。

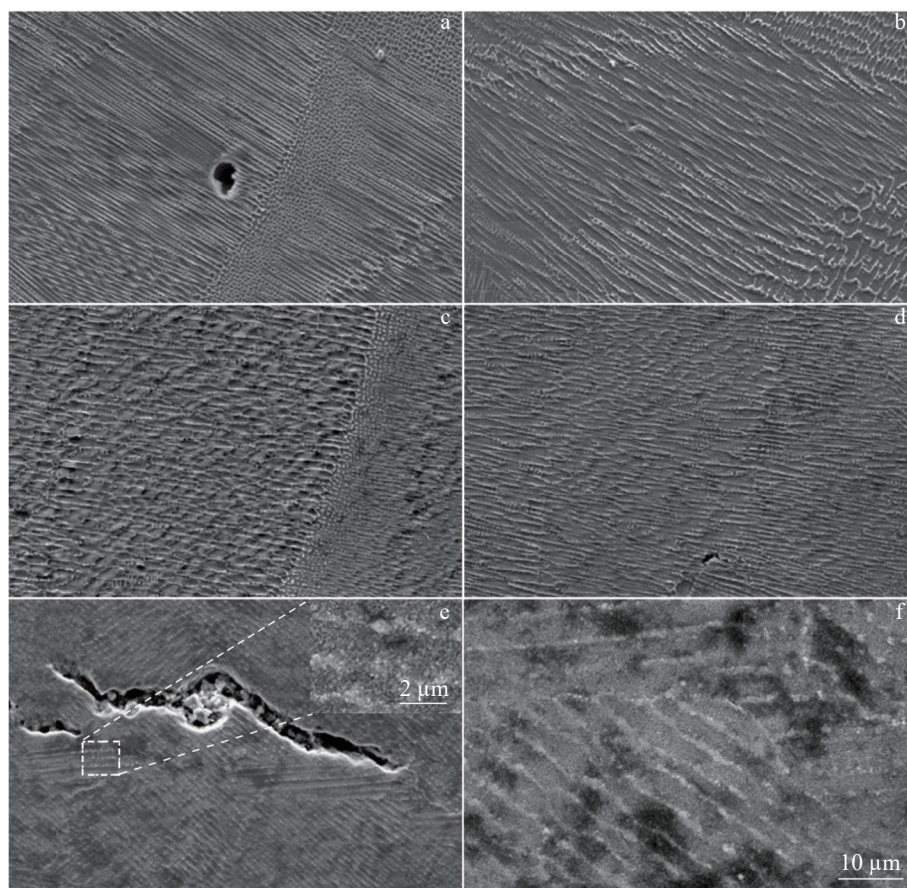


图 2 打印态和退火态 FGH4096M 高温合金侧面显微组织的高倍 SEM 照片

Fig.2 High-magnification SEM images of side microstructure of FGH4096M superalloy in printed state (a) and annealed at different temperatures (b-f): (b) 600 °C, (c) 700 °C, (d) 800 °C, (e) 900 °C, and (f) 1000 °C

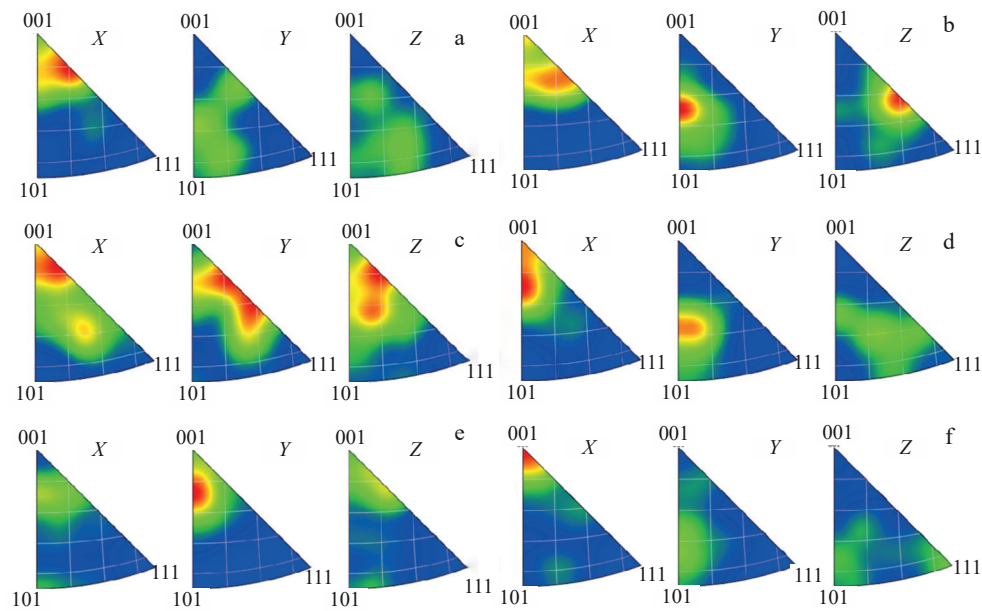


图3 L-PBF 打印态和低温退火态 FGH4096M 高温合金样品的侧面的反极图

Fig. 3 Inverse polar figures of the side of L-PBF printed (a) and low-temperature annealed (b–f) FGH4096M superalloys: (b) 600 °C, (c) 700 °C, (d) 800 °C, (e) 900 °C, and (f) 1000 °C

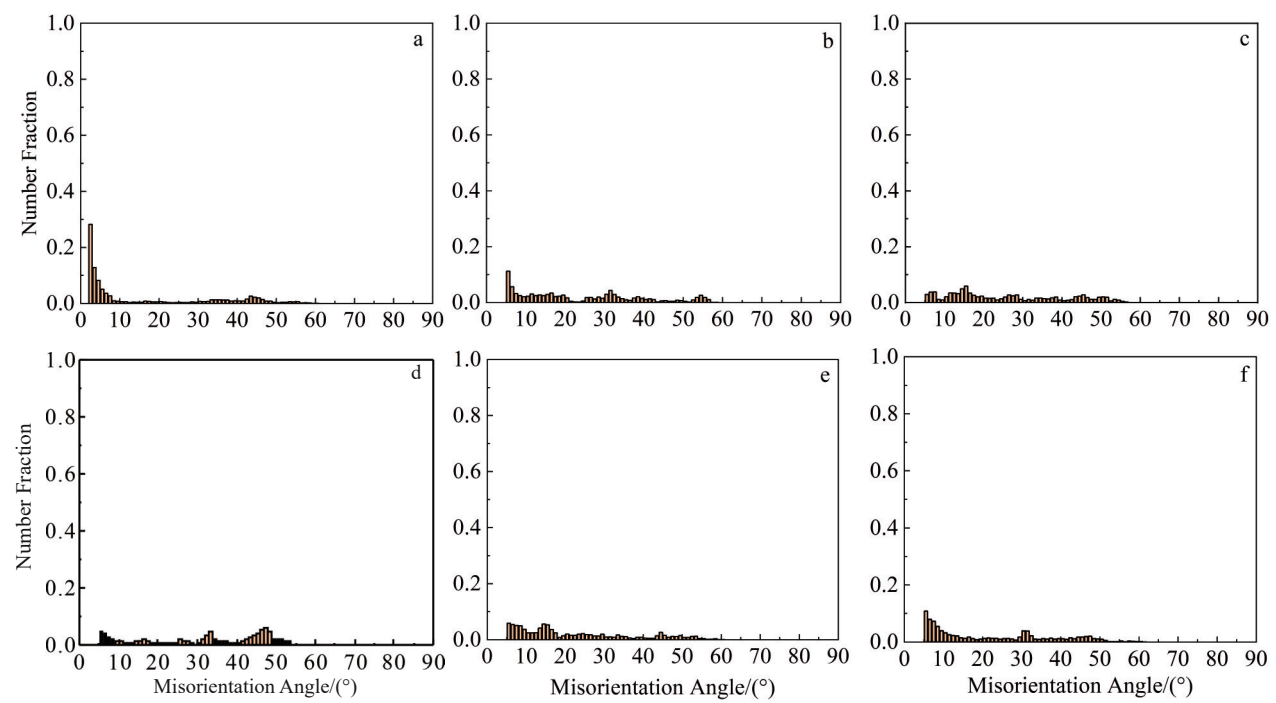


图4 L-PBF 打印态和低温退火态 FGH4096M 高温合金的晶粒取向差分布统计分析结果

Fig.4 Statistical analysis results of grain orientation difference distribution of L-PBF printed (a) and low-temperature annealed (b–f) FGH4096M superalloys: (b) 600 °C, (c) 700 °C, (d) 800 °C, (e) 900 °C, and (f) 1000 °C

而在 1000 °C 退火后,合金中低局部取向差占比略有减少,说明合金中位错密度有所增加,可能原因是再结晶发生所导致的。L-PBF 打印过程中,由于激光特殊的扫描加工过程,会产生复杂的热循环效应导致成形件内部应力集中和位错聚集^[24]。

3.3 力学性能

打印态和退火态的 L-PBF 成形 FGH4096M 合金的显微硬度如图 6 所示。可以观察到打印态合金的硬度比退火态合金的低,同时,随着退火温度升高,显微硬度先升高后略微降低,最高达到 553.2 HV。

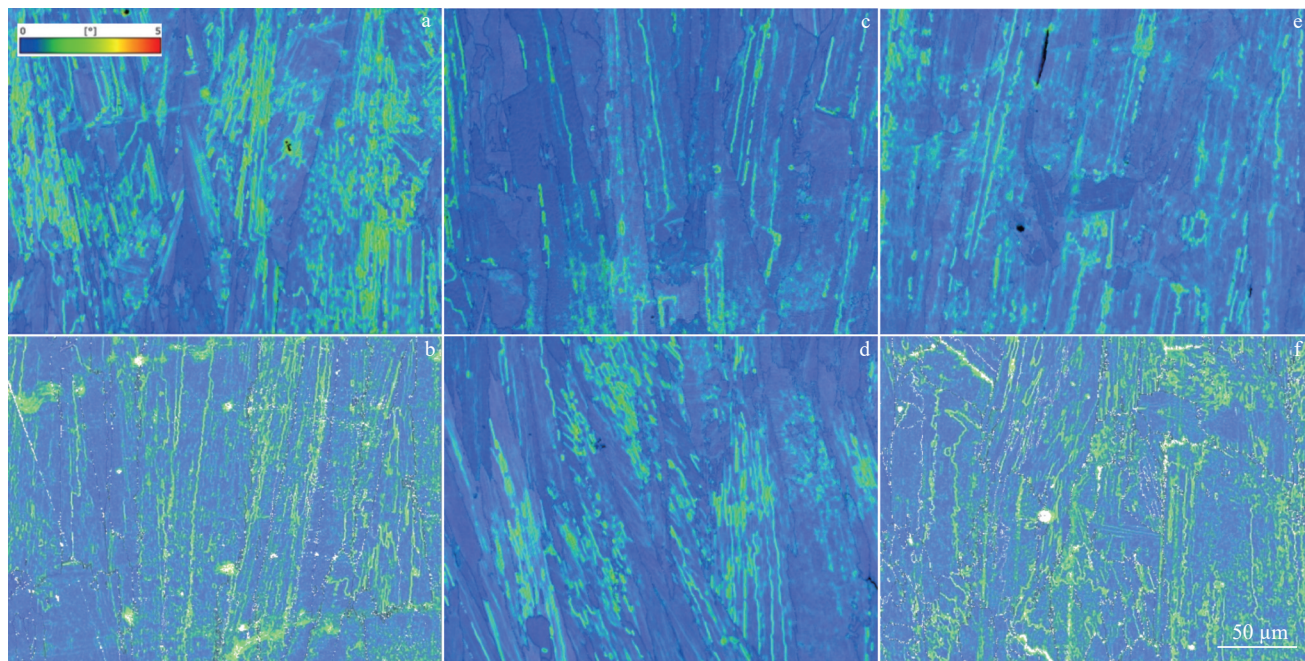


图5 打印态和退火态FGH4096M合金样品侧面的局部取向差图

Fig.5 Local orientation difference of the side of FGH4096M alloy in printed state (a) and annealed at different temperatures (b–f): (b) 600 °C, (c) 700 °C, (d) 800 °C, (e) 900 °C, and (f) 1000 °C

打印态和退火态的L-PBF成形FGH4096M合金的室温拉伸性能如表1所示。随着退火温度升高,抗拉强度和屈服强度呈现出先增大后减小的趋势,表明退火处理降低了残余应力且提高合金的强度。在600 °C退火后,屈服强度和抗拉强度分别是(697±15) MPa和(988±11) MPa;在700 °C退火后,屈服强度和抗拉强度分别是(1011±14) MPa和(1155±20) MPa;而当退火温度升为800 °C后,屈服强度和抗拉强度分别提高到了(1206±23) MPa和(1305±17) MPa;当退火温度升为900 °C后,屈服强度和抗拉强度分别降到了(1177±35) MPa和(1283±31) MPa;在1000 °C退火后,屈服强度和抗拉强度分别是(1092±13) MPa和(1183±12) MPa。退火态的屈服强度和抗拉强度均高于打印态。然而,断后延伸率随着退火温度的增加而降低,5组退火温度后,断后延伸率均远低于打印态的18.3%。

FGH4096M合金以沉淀强化为主要强化方式,其强化机制主要是 γ' 相的钉扎作用来阻碍位错运动。经过低温退火处理后,显微组织均匀化,并析出了 γ' 相,增强了对位错的阻碍作用,进而使得显微硬度和屈服强度及抗拉强度提高,而断后延伸率是降低的。同时,由于 γ' 相的大量析出,严重阻碍了位错运动,进而会导致合金发生脆断,因此,退火处理后样品的断后延伸率会显著下降。

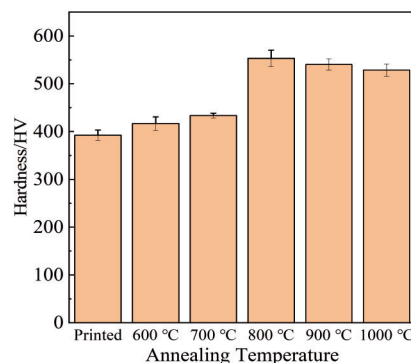


图6 打印态和退火态L-PBF成形FGH4096M合金的维氏显微硬度
Fig.6 Vickers microhardness of printed and annealed L-PBF FGH4096M superalloys

表1 打印态和退火态L-PBF成形FGH4096M合金的室温拉伸性能
Table 1 Tensile properties of printed and annealed L-PBF FGH4096M superalloys at room temperature

Sample state	Tensile strength/ MPa	Yield strength/ MPa	Elongation/%
Printed	988±11	697±15	18.3±1.3
600 °C	1022±15	889±10	7.67±1
700 °C	1155±20	1011±14	5±0.1
800 °C	1305±17	1206±23	5±0.1
900 °C	1283±35	1177±31	5±0.1
1000 °C	1183±12	1092±13	4±2.1

4 结 论

1)退火后的L-PBF成形FGH4096M合金中析出了 γ' 相,从而导致基体的点阵畸变变小且晶间应力降低,因此,KAM图中位错密度降低。

2)随着退火温度升高,亚晶界上的位错逐渐消失,胞状组织也逐渐消失,位错密度和整体织构强度降低,材料趋于热稳定状态,残余应力得到一定的释放。

3)经过退火处理后的L-PBF成形FGH4096M合金的显微组织均匀,有 γ' 相析出,尤其是800℃退火后, γ' 相析出数量较多且尺寸较大,析出相对位错的阻碍效果增强,沉淀强化效果增加,从而使硬度和强度明显增加,塑性下降。在800℃退火后,合金强度和硬度最优。

参考文献

References

- [1] Zhou Huan(周 欢), Liu Zuming(刘祖铭), Li Jian(李 建) *et al.* *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2024, 29(1): 20
- [2] Bartlett J L, Li X. *Additive Manufacturing*[J], 2019, 27: 131
- [3] Xie B B, Li L, Fang Q H *et al.* *International Journal of Mechanical Sciences*[J], 2021, 202: 106494
- [4] Wang X, Chou K. *Journal of Manufacturing Processes*[J], 2019, 48: 154
- [5] Zhang Y C, Yang L, Chen T Y *et al.* *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2017, 26(11): 5519
- [6] Banerjee A, He M R, Musinski W D *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 846: 143288
- [7] Peng K, Duan R X, Liu Z M *et al.* *Materials*[J], 2020, 13(9): 2149
- [8] Duan Ranxi(段然曦), Huang Boyun(黄伯云), Liu Zuming(刘祖铭) *et al.* *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*(中国有色金属学报)[J], 2018, 28(8): 1568
- [9] Wang X Q, Carter L N, Pang B *et al.* *Acta Materialia*[J], 2017, 128: 87
- [10] Buschow K H J, Cahn R W, Flemings M C *et al.* *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*[M]. Oxford: Subhash Mahajan, 2006: 512
- [11] Wang Nan(王 楠), Li Jinguo(李金国), Liu Jide(刘纪德) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(1): 257
- [12] Messé M D M, MUÑOZ-Moreno R, Illstonbs T *et al.* *Additive Manufacturing*[J], 2018, 22: 394
- [13] Gao Y, STÖLKEN J S, Kumar M *et al.* *Acta Materialia*[J], 2007, 55(9): 3155
- [14] Wei Bing(魏 冰). *Selective Laser Melting Preparation and Cracking Inhibition of René104 Superalloy* (René104 高温合金的选区激光熔融成形及开裂抑制研究)[D]. Changsha: Central South University, 2022
- [15] Zhao Y N, Ma Z Q, Yu L M *et al.* *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2021, 68: 184
- [16] Zhang D Y, Niu W, Cao X Y *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 644: 32
- [17] Zhang F, Levine L E, Allen A J *et al.* *Acta Materialia*[J], 2018, 152: 200
- [18] Liu F C, Lin X, Yang G L *et al.* *Optics & Laser Technology*[J], 2011, 43(1): 208
- [19] Liu B, Ding Y, Xu J *et al.* *Materials Science and Engineering A* [J], 2023, 866: 144683
- [20] Stoudt M R, Lass E A, Ng D S *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2018, 49: 3028
- [21] Ding Yutia(丁雨田), Wang Hao(王 浩), Xu Jiayu(许佳玉) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(12): 4311
- [22] Roehling J D, Smith W L, Roehling T T *et al.* *Additive Manufacturing*[J], 2019, 28: 228
- [23] Kubin L P, Mortensen A. *Scripta Materialia*[J], 2003, 48(2): 119
- [24] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*[M]. Amsterdam, Netherlands: Elsevier, 2004: 285

Effect of Annealing Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Nickel-Based Powder Superalloy Formed by L-PBF

Wang Yao, Ren Xiaona, Chen Zhipei, Ge Changchun

(School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: Different temperature annealing treatments were conducted on a laser powder bed melted FGH4096M nickel-based superalloy. The microstructure of the alloy was analyzed using SEM and EBSD, while tensile tests were performed to investigate the impact of the annealing process on the microstructural evolution and mechanical properties of the laser powder bed melted FGH4096M superalloy. The results reveal that as the annealing temperature increases, dendritic and columnar crystals gradually disappear in the formed alloy; a significant precipitation of γ' phase is observed when the annealing temperature is 900℃. Additionally, there is a gradual increase in hardness until 800℃, along with an upward trend in both tensile strength and yield strength; however, fracture elongation rate remains low at only 5%. Analysis of grain orientation difference distribution indicates that annealing can partially eliminate residual stress. These research findings provide valuable data support for enhancing the performance of laser powder bed melted nickel-based superalloys.

Key words: nickel-based powder superalloy; annealing; L-PBF; grain; residual stress

Corresponding author: Ren Xiaona, Ph. D., School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, P. R. China, E-mail: renxn@ustb.edu.cn