热等静压对一种激光增材制造镍基高温合金 组织与性能的影响

陈 爽¹,杨彦红^{1,2},郭志强¹,梁静静²,李金国²,周亦胄²

(1. 沈阳工业大学材料科学与工程学院,辽宁沈阳 110870; 2. 中国科学院金属研究所,辽宁沈阳 110016)

摘要: 以ZGH451合金为研究对象,利用OM、SEM、EBSD等手段研究了热等静压前后的微 观组织和力学性能。结果表明,经热等静压工艺处理后,ZGH451合金试样熔池消失,微观 组织仍为柱状晶,晶粒尺寸和方向基本和沉积态试样保持一致,未出现再结晶和晶粒长大现 象。合金显微缺陷大量减少,微孔体积分数由0.226 5%下降至0.000 512 5%,有效直径由 80 μm下降至13.5 μm。随着热等静压处理温度的升高,位错密度逐渐降低。经热等静压工艺 处理后,残余应力从拉应力变为压应力,抗拉强度未发生明显改变;维氏硬度和断后拉伸率 大幅上升,HIP1180工艺处理的ZGH451合金维氏硬度从HV 411上升至HV 430,增加了4.7%; 断后伸长率提高了35.29%。经过合适的热等静压工艺处理后,使ZGH451合金获得了良好的 拉伸性能。

关键词: 镍基高温合金; 增材制造; 热等静压; 拉伸性能

作者简介:

陈 爽(1998-), 女, 硕 士,主要研究方向为热处 理对一种新型激光增材 制造镍基高温合金组织 与性能的影响。E-mail: cs17824946735@163.com 通讯作者: 杨彦红, 男,副研究员, 硕士导师。电话:024-83971807, E-mail: yhyang@ imr.ac.cn

中图分类号:TG132.3⁺2 文献标识码:A 文章编号:1001-4977(2024) 07-0908-07

基金项目:

国防基础科研计划(JCKY 2020130C024);国家科技 重大专项(Y2019-VII-0011 -0151);Science Center for Gas Turbine Project(HT-P2022-C-Ⅳ-002-001)。 收稿日期: 2023-08-17收到初稿, 2023-10-10收到修订稿。 镍基高温合金由于优异的热稳定性和抗热氧化性等特点,已成为航空发动机关 键热端部件的首选材料^[1-2]。然而,难以快速和经济高效的制造严重阻碍了具有几何 复杂性和可靠的力学性能的镍基高温合金部件的工业应用。例如,制造具有保形冷 却通道的喷气发动机镍基高温合金涡轮叶片,需要一个十分复杂的加工路线——蜡 模和型芯模具设计加工、陶瓷型壳型芯制备、熔模铸造、高温热处理以及后续十分 耗时的精密加工^[3]。以上每道工序都必须在严格的工艺控制和监控下完成,高废品率 造成大量的材料浪费,根据钢研高纳2022年的统计,高温合金成材率仅10%左右。

增材制造(AM)技术的快速发展,解决了镍基高温合金复杂零件的快速制造 方面的问题。特别是选择激光熔化(SLM)技术的应用实现了镍基高温合金零件的 直接制造,广泛增加了航空航天、石油化工、医疗、汽车制造等领域重要零部件的 制造效率。SLM是一种基于高能激光束的金属3D打印技术^[4-5],其原理是通过激光热 源的集中能量扫描对粉末床进行加热,对松散粉末进行选择性熔化和粘合^[6-8],从而 实现形状复杂零件的成形^[9-13]。与传统制造方法相比,它克服了传统制造工艺存在的 成型周期长、成型质量差、后处理繁琐等问题,且具有成形密度高、表面成形质量 好、精度高等优点。采用SLM技术成形的工件尺寸精度可达20~50 μm,具有极高的 金属零件制造效率^[14-15]。

然而,由于SLM制造过程中合金凝固速度极高,会在材料中产生残余应力等缺陷,甚至引起零件变形或开裂^[16-19]。热等静压(HIP)工艺,通过高温和高压的组合来消除镍基高温合金^[20]、镁合金^[21]、铝合金^[22]、CLAM钢^[23]和金属间化合物NiAl-Cr-Mo合金^[24]的孔隙、微裂纹和未熔化颗粒,为SLM合金组件提供了一种有效且易于操作的解决方案,且已被广泛应用于高性能的零件^[25-26]。李寒松等^[27]通过合适的热等静压工艺处理显著降低了DD419合金的孔隙率。Han^[28]等人发现HIP通过消除合金的结构缺陷(气孔、裂纹等)和偏析来提高性能。Sun^[29]等人经过大量试验发现GH3536样品经HIP和SSHT处理后,样品的硬度呈连续下降趋势,晶粒变粗,位错密度下

降。

本文以一种新型增材制造镍基高温合金为研究对 象,分析了不同热等静压工艺处理对该合金组织和性 能的影响,旨在为该合金的热等静压工艺制定提供试 验依据和参考。

1 试验材料与方法

试验材料选用中国科学院金属研究所自主研发的 一种新型增材制造高温合金材料ZGH451。表1为合金 的化学成分。增材制造样品由同轴铺粉的选择激光熔 化(SLM)工艺制备,该SLM工艺采用CO₂激光器,在 氩气保护环境中进行样品制备,具体工艺参数如表2所 示。所得样品尺寸为20 mm × 20 mm × 80 mm。

表1 ZGH451合金的化学成分 Table 1 Chemical composition of the ZGH451 alloy

_							<i>w</i> _B /7	0
	Ta+Mo+W	Al+Ti	Cr	С	Co	В	Ni	
	15.8	6.0	8.0	0.05	8.0	0.015	其他	

表2 SLM工艺参数 Table 2 SLM process parameters

功率	扫描速率	光斑	起始	旋转
/W	/ (mm \cdot s ⁻¹)	尺寸/µm	角度/ (°)	角度/ (°)
240	680	180	67	67

热等静压参数: ①1 180 ℃/180 MPa/2 h(以下 简称HIP1180); ②1 220 ℃/180 MPa/2 h(以下简称 HIP1220)。利用LAP-2MV金相磨抛机对样品进行 研磨、抛光。对精抛后的样品进行化学腐蚀或电解 腐蚀,腐蚀液分别为50 g CuCl₂+100 mL HCl+100 mL C₂H₅OH、15 g CrO₃+10 mL H₂SO₄+150 mL H₃PO₄,腐蚀 时间分别为12~16 s、15 s左右。通过DM4M金相显微镜 (OM)、SU8010场发射扫描电镜观察其显微组织,并



(a) 沉积态



(b) HIP1180 图2 OM像 Fig. 2 OM image

利用图像分析软件Image-pro Plus计算显微孔洞的体积 分数。利用LM247AT显微维氏硬度计测试试样的维氏 硬度。对于合金内部的显微孔洞三维信息(数量、体 积分数、尺寸),使用Versa XRM-500设备对样品进行 XCT定量表征。试验中用于XCT观察的样品为直径 1.5 mm、高度约为5 mm的圆柱样品。采用E45.105万能 试验机测试试样的760 ℃中温拉伸性能,拉伸试样尺寸 如图1所示。利用LM-12盲孔法残余应力检测仪测试热 等静压前后试样的残余应力。通过JEM2100透射电子显 微镜(TEM)观察沉积态与热等静压后的组织与位错 形态,试样厚度为600 μ m,机械研磨至50 μ m,并通过 双喷仪在零下23 ℃的温度下对试样进行电化学抛光, 双喷液为10%HCLO₄+90%C₂H₅OH。



图1 拉伸样品尺寸 Fig. 1 Size of tensile specimen

2 结果与讨论

2.1 热等静压对显微孔洞的影响

为防止合金由于过高的残余应力在热等静压过程 中变形开裂,增材制造镍基高温合金ZGH451在热等 静压处理之前进行了650 ℃/4 h去应力退火。

图2为热等静压工艺处理前后试样金相组织分析 对比。沉积态合金中存在大量尺寸较小的显微孔洞 (图2a),经统计缺陷体积分数大约在0.25%;而经热 等静压工艺处理后的合金显微孔洞明显消除(图2b、



(c) HIP1220

图2c),缺陷体积分数大约在0.000 3%。图3为进一步 采用XCT三维成像技术观察所的合金内显微孔洞三维 形貌,经统计(表3),沉积态合金中的微孔体积分 数为0.226 5%,等效直径不超过80 μm。经热等静压 工艺处理后,HIP1180微孔体积分数为0.000 512 5%, 等效直径不超过13.5 μm;HIP1220微孔体积分数为 0.000 642 6%,等效直径不超过14.5 μm。但两个不同 工艺处理后的ZGH451合金致密度几乎达到百分之百 (两种试样的微孔大小与数量几乎相同,仅有的差距 为样品打印时造成的可忽略误差)。可见热等静压工 艺处理可以有效闭合合金的显微孔洞。



(a) 沉积态



(b) HIP1180



(c) HIP1220 图3 不同热等静压工艺处理后ZGH451合金中的微观孔洞形貌与 分布 Fig. 3 Morphologies and distribution of micropores in the ZGH451 alloys after different HIP processes

表3 合金的孔洞统计 Table 3 Holes statistics for alloys

%

沉积态	HIP1180	HIP1220
0.226 5	0.000 512 5	0.000 642 6

2.2 热等静压对残余应力的影响

图4为沉积态和经过热等静压工艺处理后的 ZGH451合金的残余应力结果,从图中可知,经两种热 等静压工艺处理后的ZGH451合金残余应力大幅降低。 经HIP1180和HIP1220工艺处理后,1方向和2方向的残 余应力由沉积态的579 MPa、609 MPa拉应力,分别降 低为-50 MPa、-47 MPa和-40 MPa、-27 MPa的压应 力。可见HIP处理可以有效的减小残余应力,甚至在 HIP处理后试样中会形成残余压应力。



图4 沉积态与不同热等静压工艺处理后合金残余应力结果对比 Fig. 4 Comparison of residual stress results of the alloys after deposition and different HIP processes

2.3 热等静压对微观组织的影响

图5为ZGH451沉积态合金热等静压处理前后合金 组织的对比。如图5a所示,在沉积态合金中产生"鱼 鳞"状的熔池,由于凝固速率和激光重熔的差异,形 成了不同生长方向的柱状枝晶结构。经过热等静压工 艺处理后熔池消失(图5b,图5c),形成柱状晶。

图6为沉积态和不同热等静压处理后ZGH451合金的EBSD分析结果。从图中可以看出合金的晶粒尺寸、形貌和晶向几乎相同,表明两种热等静压工艺处理过程中没有再结晶或晶粒长大过程。平均晶粒尺寸大约在120 µm(柱状晶尺寸在50 µm到240 µm不等)。

图7为沉积态和不同热等静压处理后ZGH451合金 位错形貌,从图中可以看出沉积态的ZGH451合金具有 大量且杂乱的位错。经过热等静压工艺处理后,随着 温度的升高,位错密度逐渐减小。随着热等静压处理 温度的升高,原子热振动越激烈,大量的热激活促进 位错在滑移系运动,位错之间相互湮灭结合,导致位 错密度降低^[30]。

2.4 热等静压对力学性能的影响

2.4.1 热等静压对维氏硬度的影响

沉积态和经热等静压工艺处理后的ZGH451合金 的维氏硬度如图8所示,可以看出,经热等静压工艺处



(a) 沉积态

(b) HIP1180 图5 合金SEM图像 Fig. 5 SEM images of the alloys (c) HIP1220



(a) 沉积态

(b) HIP1180 图6 合金组织形貌与EBSD分析 Fig. 6 Alloy structure morphologies and EBSD analysis



(a) 沉积态



(b) HIP1180

图7 不同合金显微组织



(c) HIP1220



图8 不同热等静压工艺处理后ZGH451合金的维氏硬度 Fig. 8 Hardnesses of the ZGH451alloys after different HIP processes

理后ZGH451合金的硬度有所上升,沉积态试样的硬度 (HV 411)比HIP1180(HV 430)低4.7%。是由于沉 积态试样存在缺陷,而经过热等静压工艺处理后试样 缺陷减少, 致密度增加。可见在沉积态ZGH451试样中 存在的残余应力和位错并不能完全弥补显微缺陷造成 的硬度损失。随着热等静压处理温度的升高,位错密 度明显降低,导致硬度有所下降。

2.4.2 热等静压对拉伸性能的影响

对三种ZGH451合金(沉积态、HIP1180、 HIP1220)进行760℃的中温拉伸性能测试如图9所示, 可以看出,热等静压的温度对合金的抗拉强度影响不 大。沉积态试样的抗拉强度为1 113 MPa; HIP1180和



processes

HIP1220工艺处理的试样的抗拉强度分别为1 120 MPa 和1 106 MPa; 合金的断后伸长率经热等静压工艺处理 后明显提高,其中HIP1180处理的试样的断后伸长率比 沉积态试样提高了35.29%, HIP1220提高了20.59%。

图10为沉积态、HIP1180和HIP1220处理后ZGH451 合金试样拉伸断口的形貌。所有断口均存在脆性断裂 和韧性断裂,表明断裂是通过混合机制发生的。在沉 积态试样的断裂中,可以看到较多的撕裂棱(红色圆 圈部分)和部分的韧窝(黄色圆圈部分)。此外, 从沉积态断口表面来观察,断口出现大量的裂纹和微 孔。经过热等静压工艺处理后,断口呈较均匀且较浅 的韧窝,呈现出由细小韧窝连接而成的大韧窝网络, 且在韧窝底部未发现微孔。沉积态ZGH451合金中含有 大量的微孔,在外应力的作用下,微孔发生聚集,导 致断裂。经热等静压工艺处理后,合金中致密性达到 百分之百,内部存在的微孔的应力集中减弱,许多微 孔向外迁移而不是向裂纹迁移,因此,已经存在的微 孔很难聚集并形成新的裂缝,从而提高了合金在高温 下的拉伸塑性。



(a) 沉积态

(b) HIP1180 (c) HIP1220 图10 不同工艺下ZGH451合金760 ℃拉伸断口形貌 Fig. 10 Tensile fracture morphologies of the ZGH451 alloys at 760 °C under different processes

3 结论

(1) 经热等静压工艺处理后, ZGH451合金试样 熔池消失,微观组织仍为柱状晶,晶粒尺寸和方向基 本和沉积态试样保持一致,未出现再结晶和晶粒长大 现象。合金显微缺陷大量减少,沉积态试样的微孔体 积分数由0.226 5%下降至0.000 512 5%,有效直径由 80 µm下降至13.5 µm。

(2)随着热等静压处理的温度升高,位错密度

逐渐降低,位错在滑移系运动,位错之间相互湮灭结 合,导致位错降低。

(3)经过热等静压工艺处理后,残余应力从 拉应力变为压应力。抗拉强度基本与沉积态试样相 当,未发生明显改变;维氏硬度和断后拉伸率大幅上 升,HIP1180工艺处理的ZGH451合金维氏硬度增加了 4.7%; 断后伸长率比沉积态提高了35.29%。

参考文献:

- [1] THAKUR A, GANGOPADHYAY S. State-of-the-art in surface integrity in machining of nickel-based super alloys [J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2016, 100: 25–54.
- [2] 郝铭淞,刘丽荣,李金国,等. 热处理对激光熔化沉积成形GH3536合金组织演变的影响 [J]. 铸造, 2021, 70(11): 1295-1301.
- [3] CAI C, WU X, LIU W, et al. Selective laser melting of near- α titanium alloy Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V: parameter optimization, heat treatment and mechanical performance [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2020, 57: 51–64.
- [4] PANWISAWAS C, TANG Y T, REED R C. Metal 3D printing as a disruptive technology for superalloys [J]. Nature Communications, Nature Publishing Group, 2020, 11 (1): 2327.
- [5] MUMTAZ K A, ERASENTHIRAN P, HOPKINSON N. High density selective laser melting of Waspaloy[®] [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2008, 195 (1): 77–87.
- [6] WANG F. 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 (5): 545–551.
- [7] DILBEROGLU U M, GHAREHPAPAGH B, YAMA U, et al. The role of additive manufacturing in the era of industry 4.0 [J]. Procedia Manufacturing, 2017, 11: 545–554.
- [8] EYERS D R, POTTER A T. Industrial additive manufacturing: a manufacturing systems perspective [J]. Computers in Industry, 2017, 92-93: 208-218.
- [9] LI N, HUANG S, ZHANG G, et al. Progress in additive manufacturing on new materials: a review [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2019, 35 (2): 242–269.
- [10] 马伯良,马志毅,赵军,等.选取激光融化制备镍基高温合金的研究进展 [J].铸造,2023,72(5):485-495.
- [11] 王树森,郝铭淞,梁静静,等.热处理对激光立体成形GH3536力学性能的影响 [J]. 铸造, 2023, 72 (5): 509-513.
- [12] MA P, JIA Y, PRASHANTH K G, et al. Microstructure and phase formation in Al-20Si-5Fe-3Cu-1Mg synthesized by selective laser melting [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 657: 430–435.
- [13] GOKULDOSS P K, KOLLA S, ECKERT J. Additive manufacturing processes: selective laser melting, electron beam melting and binder jetting-selection guidelines [J]. Materials (Basel, Switzerland), 2017, 10 (6): 672.
- [14] VRANCKEN B, CAIN V, KNUTSEN R, et al. Residual stress via the contour method in compact tension specimens produced via selective laser melting [J]. Scripta Materialia, 2014, 87: 29–32.
- [15] YADROITSEV I, BERTRAND Ph, SMUROV I. Parametric analysis of the selective laser melting process [J]. Applied Surface Science, 2007, 253 (19): 8064–8069.
- [16] TROSCH T, STRÖβ NER J, VÖLKL R, et al. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting [J]. Materials Letters, 2016, 164: 428–431.
- [17] TOMUS D, JARVIS T, WU X, et al. Controlling the microstructure of hastelloy-x components manufactured by selective laser melting [J]. Physics Procedia, 2013, 41: 823–827.
- [18] HARRISON N J, TODD I, MUMTAZ K. Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by selective laser melting: a fundamental alloy design approach [J]. Acta Materialia, 2015, 94: 59–68.
- [19] MARCHESE G, BASILE G, BASSINI E, et al. Study of the microstructure and cracking mechanisms of hastelloy x produced by laser powder bed fusion [J]. Materials, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, 2018, 11 (1): 106.
- [20] SANCHEZ-MATA O, WANG X, MUÑIZ-LERMA J A, et al. Fabrication of crack-free nickel-based superalloy considered non-weldable during laser powder bed fusion [J]. Materials, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, 2018, 11 (8): 1288.
- [21] KREITCBERGA, BRAILOVSKIV, TURENNE S. Effect of heat treatment and hot isostatic pressing on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy processed by laser powder bed fusion [J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 689: 1–10.
- [22] LIU S, GUO H. Influence of hot isostatic pressing (HIP) on mechanical properties of magnesium alloy produced by selective laser melting (SLM) [J]. Materials Letters, 2020, 265: 127463.
- [23] WANG Y, SHI J. Effect of hot isostatic pressing on nanoparticles reinforced AlSi10Mg produced by selective laser melting [J]. Materials Science and Engineering A, 2020, 788: 139570.
- [24] ZHAIY, HUANG B, MAOX, et al. Effect of hot isostatic pressing on microstructure and mechanical properties of CLAM steel produced by selective laser melting [J]. Journal of Nuclear Materials, 2019, 515: 111–121.
- [25] KHOMUTOV M, POTAPKIN P, CHEVERIKIN V, et al. Effect of hot isostatic pressing on structure and properties of intermetallic NiAl-Cr-Mo alloy produced by selective laser melting [J]. Intermetallics, 2020, 120: 106766.
- [26] HERZOG D, BARTSCH K, BOSSEN B. Productivity optimization of laser powder bed fusion by hot isostatic pressing [J]. Additive Manufacturing, 2020, 36: 101494.
- [27] 李寒松,孙士江,刁爱民,等.热等静压对DD419单晶高温合金组织与持久性能的影响[J].铸造,2021,70(5):554-559.
- [28] MONTERO-SISTIAGA M L, POURBABAK S, VAN HUMBEECK J, et al. Microstructure and mechanical properties of hastelloy x produced by HP-SLM (high power selective laser melting) [J]. Materials & Design, 2019, 165: 107598.

- [29] HAN Q, MERTENS R, MONTERO-SISTIAGA M L, et al. Laser powder bed fusion of Hastelloy x: effects of hot isostatic pressing and the hot cracking mechanism [J]. Materials Science and Engineering A, 2018, 732: 228–239.
- [30] SUN S, TENG Q, XIE Y, et al. Two-step heat treatment for laser powder bed fusion of a nickel-based superalloy with simultaneously enhanced tensile strength and ductility [J]. Additive Manufacturing, 2021, 46: 102168.
- [31] ROHITH P, SAINATH G, SRINIVASAN V S. Effect of size, temperature and strain rate on dislocation density and deformation mechanisms in Cu nanowires [J]. Physica B: Condensed Matter, 2019, 561: 136–140.

Effect of Hot Isostatic Pressing on Microstructure and Properties of a Laser Additive Manufacturing Nickel-Based Superalloy

CHEN Shuang¹, YANG Yan-hong², GUO Zhi-qiang¹, LIANG Jing-jing², LI Jin-guo², ZHOU Yi-zhou² (1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, Liaoning, China; 2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, Liaoning, China)

Abstract:

ZGH451 alloy was used as the research object to study the microstructure and mechanical properties before and after hot isostatic pressing by OM, SEM, EBSD and other methods. The results show that after hot isostatic pressing treatment, the molten pool of ZGH451 alloy specimen disappears, and the microstructure is still columnar crystal, whose grain size and direction are basically consistent with the sedimentary sample, and there is no recrystallization and grain growth. The microscopic defects of the alloy were greatly reduced, making the microporous volume fraction decreased sharply from 0.226 5% to 0.000 512 5%, and the effective diameter decreased from 80 μ m to 13.5 μ m, and the dislocation density gradually decreases with the increasing of hot isostatic pressing treatment temperature. The residual stress changed from tensile stress to compressive stress, and the tensile strength had not changed significantly. The Vickers hardness of ZGH451 alloy treated by HIP1180 process increased from Hv 411 to Hv 430, an increase of 4.7%. The elongation after breaking was increased by 35.29%. The above results proved that better tensile properties of ZGH451 alloy had been obtained after suitable hot isostatic pressing process.

Key words:

nickel-based superalloy; additive manufacturing; hot isostatic pressing; tensile properties