

去应力退火 SLM 成形 Inconel 738 合金 组织和性能演变

丁雨田¹, 王浩¹, 许佳玉¹, 胡勇¹, 张东²

(1. 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

(2. 金川集团股份有限公司 镍钴资源综合利用国家重点实验室, 甘肃 金昌 737100)

摘要: 由于选区激光熔化 (SLM) 制备 Inconel 738 合金过程中快速熔化凝固的特点, 成形合金中存在较高的残余应力, 影响合金的服役。主要研究了不同退火温度 (700~900 °C) 下保温 24 h 后合金中残余应力、析出相行为、组织和性能演变。结果表明: 退火过程中, 组织演变机制为静态回复, 发生位错迁移和晶界类型转变; 形成短棒状 γ' 相 (240~440 nm) 和球状 γ' 相 (50~250 nm); 晶界碳化物分布由点状向连续状转变, 类型由 MC 向 $M_{23}C_6$ 转变; 800 °C 退火后, 残余应力由 380.94 MPa (沉积态) 下降至 -66.7 MPa, 残余应力得到释放; 随着退火温度升高, 硬度和抗拉强度先增大后减小, 延伸率逐渐增大, 800 °C 退火后, 合金具有最高的硬度 (HV) 和抗拉强度 (5812 MPa、1330 MPa), 分别为铸造合金 (4100 MPa、945 MPa) 的 1.42 和 1.41 倍。

关键词: 选区激光熔化; Inconel 738 合金; 残余应力; 析出相; 力学性能

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)12-4311-10

Inconel 738 是一种 γ' 相沉淀强化镍基高温合金, 具有优异的高温强度和耐热腐蚀性, 常被用于制造工业燃气轮机、航空发动机涡轮中的耐腐蚀热端部件^[1-3]。其机械性能取决于晶粒结构, 枝晶间距, γ' 相体积分数及二次相, 如碳化物、硼化物等^[4-6]。激光选区熔化 (selective laser melting, SLM) 技术是利用激光束, 按预定的扫描路径, 扫描预先铺覆好的金属粉末将其完全熔化, 再经冷却凝固, 重复上述步骤最终叠加成形的一种技术^[7,8]。SLM 成形过程是一个快速熔化凝固的过程, 温度梯度高达 $1.5 \times 10^7 \sim 4 \times 10^7$ K/m, 冷却速率高达 1.4×10^6 K/s^[9,10], 激光扫描过程中反复加热, 导致成形件中存在很高的残余应力^[11], 残余应力相当于零件中附加的载荷, 尤其是拉伸残余应力, 会导致打印合金出现强度、疲劳寿命、抗应力腐蚀性能下降, 开裂变形等问题, 影响成形零件质量。由于存在上述问题, SLM 成形 Inconel 738 合金不能直接服役, 需要对 SLM 成形 Inconel 738 合金进行适当的后处理, 去应力退火^[12]是一种解决 SLM 成形 Inconel 738 合金中残余应力问题的可行手段。

Parimi 等^[13]研究了不同扫描策略下激光成形 Inconel 718 显微组织与织构的不同特点。Lu 等^[14]研

究了不同岛形扫描策略下 Inconel 718 的显微组织、力学性能以及残余应力结果。Kunze 等^[15]研究了 SLM 成形 Inconel 738LC 的显微组织织构以及各向异性, 合金组织具有明显的织构及各向异性, 平行于建造方向上为典型的立方织构, 其杨氏模量以及抗蠕变性能要优于其他方向。Balikci 等^[16]研究了不同热处理对多晶 IN738LC 合金微观结构的影响, 发现不同热处理对 γ' 相析出行为存在不同的影响。Messé 等^[17]研究了 SLM 成形 Inconel 738LC 合金组织中碳化物转变及其对合金再结晶的影响, 去应力退火过程中发生了 MC 到 $M_{23}C_6$ 的转变, 并降低了 Inconel 738LC 的再结晶温度。

目前, 大部分研究报道主要着重于 SLM 成形工艺参数对组织、织构、力学性能的影响, 但关于 SLM 成形 Inconel 738 合金后处理过程中组织与性能的演变还不太清楚。本研究通过对 SLM 成形 Inconel 738 合金进行不同温度 (700~900 °C) 去应力退火热处理, 释放合金的残余应力, 并对 SLM 成形 Inconel 738 合金退火处理过程中的组织和性能演变进行研究。

1 实验

收稿日期: 2019-12-19

基金项目: 甘肃省科技重大专项 (17ZD2GC001); 兰州理工大学红柳一流学科建设计划

作者简介: 丁雨田, 男, 1962 年生, 博士, 教授, 兰州理工大学省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050, E-mail: dingyt@lut.edu.cn

实验中打印用粉末材料为 H. C. Stark 公司利用气雾化技术生产的商用 Inconel 738 合金粉末，粉末粒度为 14.9~52.8 μm ，合金粉末大部分呈球形或类球形，粉末内部组织致密，无孔隙等缺陷。化学成分（质量分数）为：Cr 15.8%，Co 8.5%，Al 3.5%，Ti 3.5%，W 2.6%，Mo 1.7%，Ta 1.7%，Nb 0.9%，C 0.11%，B 0.010%，Zr 0.02%，S 0.002%，Ni 余量。

SLM 成形设备为 EOSINT M280；打印基板材质为 316L 不锈钢。打印前，基板预热至 100 $^{\circ}\text{C}$ ，打印用合金粉末需在真空 150 $^{\circ}\text{C}$ 条件下烘干处理 4 h，以消除粉末表面吸附的水汽对实验结果的影响；在 Ar 气氛保护下，打印 65 mm×25 mm×25 mm 长方体试样，打印工艺参数如下：激光功率 270 W，扫描速度 1150 mm/s，扫描间距 0.09 mm，铺粉厚度 0.04 mm，扫描策略为层内光栅扫描，第 N+1 相对第 N 层旋转 90 $^{\circ}$ ，如图 1a 所示。

使用线切割将打印试样沿平行于沉积方向切成 5 mm×5 mm×2 mm 薄片，然后按照 GBT-228-2002《拉伸试样国家标准》要求加工成非标件，如图 1b 所示。设计沉积态 (as-SLMed) 和 3 组退火实验，退火温度：700、800、900 $^{\circ}\text{C}$ ，随炉升温，升温速率为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，保温 24 h，空冷至室温 20 $^{\circ}\text{C}$ 。

试样进行研磨、抛光后，用体积分数为 10% 的高氯酸乙醇溶液对 γ' 相进行电解腐蚀，腐蚀时间为 20~30 s；用王水（浓盐酸 HCl 和浓硝酸 HNO₃ 体积比为 3:1）

腐蚀碳化物，腐蚀时间为 20~30 s；EBSD 试样用 20% H₂SO₄+80% CH₃OH（体积分数）电解液进行电解抛光，直流电压为 20 V，抛光时间为 30 s。使用 Quanta 450 FEG 场发射扫描电镜观察试样显微组织，对 γ' 相、碳化物进行 EDS 能谱分析；使用配有 HKL-EBSD 探头的 Quanta FEG 450 型热场发射扫描电子显微镜（SEM）进行 EBSD 分析，使用 Channel 5 软件进行数据处理，菊池花样标定率大于 95%。使用加拿大 Proto 公司的 iXRD 型 X 射线衍射应力仪表征试样残余应力；X 射线衍射法是目前应用最广泛，对试样不会造成损伤的残余应力测试方法^[18-20]。由布拉格方程^[21]可知，衍射角 θ 越大，测量误差越小。镍基高温合金的推荐衍射角为 150 $^{\circ}$ 左右，故设定衍射角 $2\theta=155^{\circ}$ ，衍射晶面方向 $\langle 311 \rangle$ ，电压 20 kV，电流 4 mA，靶材/射线为 Mn 靶/K α 射线，曝光时间 10 s，光斑直径 1 mm，测试点位于样品抛光面正中心。使用型号 D8 Advance 的 X 射线衍射仪检测样品的物相，要求样品表面平整，使用 Cu K α 作为衍射源，工作管电压 40 kV，管电流 150 mA，扫描范围 20 $^{\circ}$ ~80 $^{\circ}$ ，扫描步长 0.02 $^{\circ}$ ，扫描速度 5 s/步，使用 Jade 5.0 软件进行 XRD 数据分析。使用 FEI Talors F200 型透射电镜（TEM）观测位错组态。使用 VH1102/12020 型维氏硬度计测取 10 个随机点的维氏硬度，取平均值。使用 WDW-100D 微机控制电子式拉力试验机进行常温拉伸，测试力学性能（抗拉强度、延伸率）。

2 结果与讨论

2.1 组织演变

图 2 为 EBSD 统计出的再结晶分布图，蓝色区域为再结晶晶粒，黄色区域为未完成再结晶的亚结构，红色区域为未发生再结晶的原始组织。出现在激光扫描搭接区的蓝色晶粒为 SLM 成形过程中受激光扫描过程中循环热应力影响而产生的动态再结晶晶粒（图 2a）。结合再结晶比例统计结果（图 3）可知，随着退火温度的升高，再结晶比例无明显变化，无明显的静态再结晶行为，组织演变机制为静态回复。

图 2 中黑线为大角度晶界，灰线为小角度晶界。激光扫描中心区形成平行于沉积方向的柱状晶，由于激光重熔的作用，激光扫描搭接区晶粒比激光作用点中心的晶粒更为细小。SLM 成形过程中拥有极高的温度梯度和冷却速度，是一个快速熔凝，非平衡凝固的过程，因此导致 SLM 成形 Inconel 738 合金平均晶粒尺寸仅为 11.07 μm （图 4），较铸造合金尺寸 2.2~4.6 mm^[22] 更为细小。退火处理后，组织无明显变化，未发生明显晶界迁移，激光扫描搭接区边界依然存在，当退火温

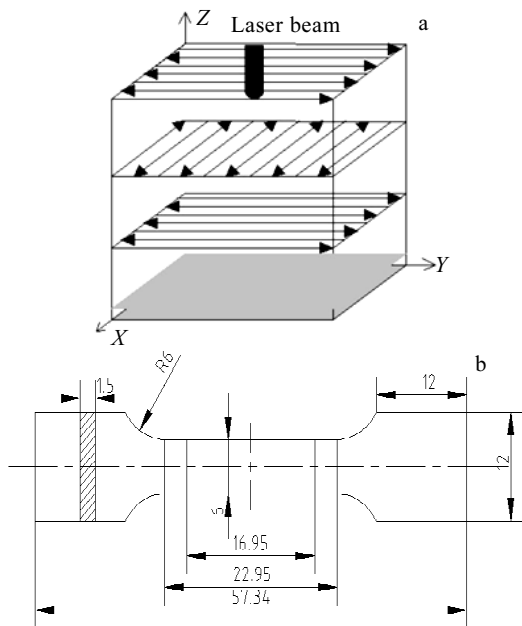


图 1 SLM 成形扫描策略及拉伸试样尺寸

Fig.1 SLM scanning strategy (a) and size of tensile specimen (b)

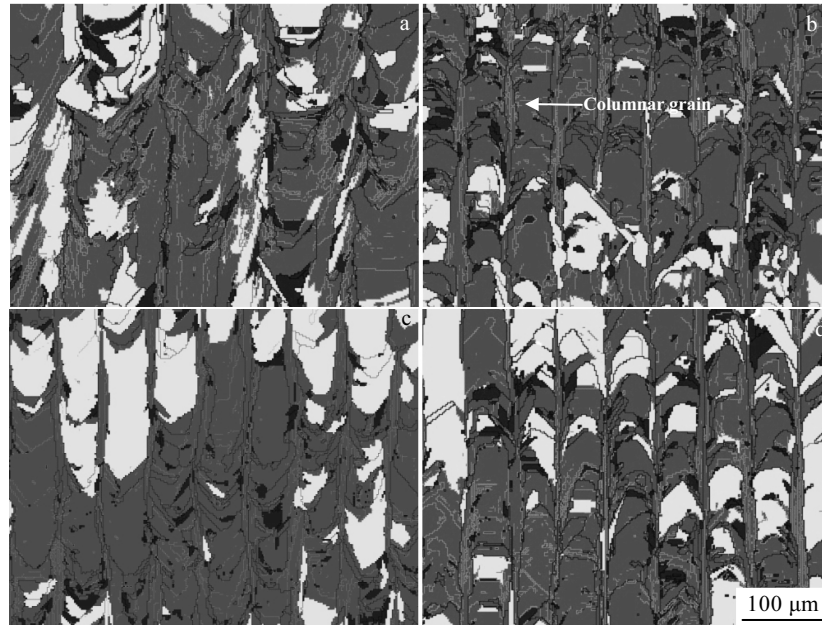


图 2 沉积态及不同温度退火样品的再结晶分布

Fig.2 Recrystallization distribution of as-SLMed sample (a) and annealed samples at different temperatures: (b) 700 °C, (c) 800 °C, and (d) 900 °C

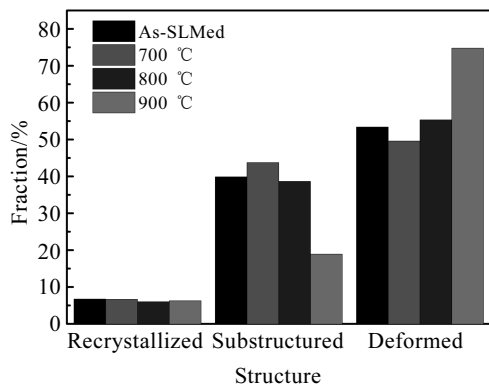


图 3 沉积态及不同温度退火试样的再结晶比例统计

Fig.3 Recrystallization ratio of as-SLMed sample and annealed samples at different temperatures

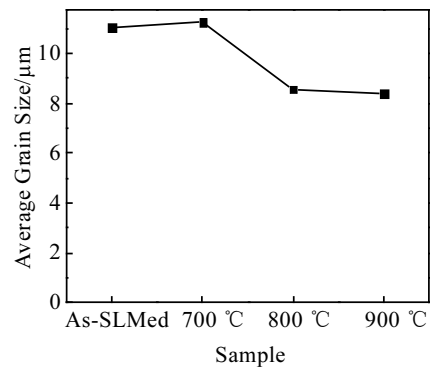


图 4 沉积态及不同温度退火样品的平均晶粒尺寸

Fig.4 Average grain size of as-SLMed sample and annealed samples at different temperatures

度高于 800 °C 时，平均晶粒尺寸减小至 8.55 μm。

如图 5a 所示，SLM 成形过程中，激光熔化粉末形成的半圆形熔池，由于沉积方向为主要散热方向，最大的温度梯度垂直于基板的方向，冷却速度极快，凝固类似于定向凝固，晶体选择与最大温度梯度平行的方向生长，形成垂直于基板方向外延生长的柱状亚晶，搭接区受激光加热影响，发生重熔，形成胞状亚

晶。去应力退火温度 700~900 °C 低于 SLM 成形 Inconel 738 合金再结晶温度 (1150 °C 左右)^[17]，Inconel 738 合金属于低层错能金属，层错能低的合金位错扩展宽度大，扩展位错不易于束集，不易交滑移和攀移，多边化倾向较弱^[23]。对比 900 °C 退火 (图 5c) 与沉积态 (图 5b) 样品位错分布可知，退火后，合金发生回复，亚晶内部位错密度降低，位错在亚晶界处聚集，亚晶

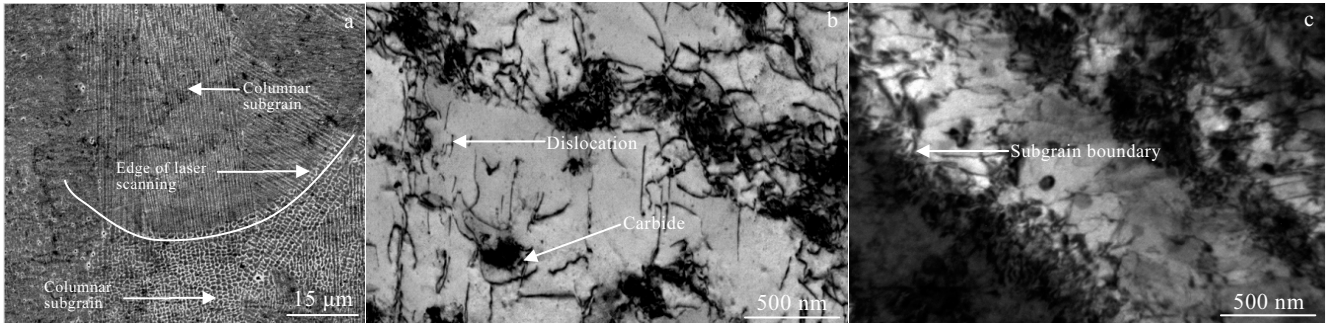


图 5 沉积态亚晶组织以及沉积态和 900 °C 退火样品位错分布

Fig.5 Subgrain of as-SLMed sample (a); dislocation distribution in the as-SLMed sample (b) and annealed sample at 900 °C (c)

界明显粗化。位错滑移至晶界 MC 处受阻，位错与碳化物发生交互作用，由于合金层错能低，位错不易通过交滑移越过遇到的障碍，位错在碳化物处产生塞积。

根据相邻晶粒之间的取向差 θ 大小可以将晶界分为 3 类：(1) 小角度晶界 (LAGBs)，相邻晶粒取向差小于 10° 晶界；亚晶界均属于小角度晶界，一般小于 2° ；(2) 中间角度晶界 (MAGBs)，相邻晶粒取向差 $10^\circ \sim 15^\circ$ 晶界；(3) 大角度晶界 (HAGBs)，相邻晶粒取向差大于 15° 晶界。随退火温度升高，位错滑移至晶界，被晶界吸收，降低体系能量。位错在晶界处塞积、穿越和湮没，可能导致晶界取向差增加，从而发生晶界类型转变，如图 6 所示，小角度晶界 ($\theta=0^\circ \sim 10^\circ$) 占比在退火过程中逐渐减少，大角度晶界 ($\theta > 15^\circ$) 占比逐渐增加。小角度晶界的密度可以作为局部变形量和内部残余应力的指标^[24]，700~900 °C 退火过程后，小角度晶界的降低，说明退火过程中残

余应力得到了释放。

基于 EBSD 技术确定晶粒需要定义临界取向差角，晶粒是样品内三维的晶体单元，晶粒内部取向变化微小，相邻晶粒具有不同的晶体取向。通过定义临界取向差角来检测晶界，相邻像素间的取向差大于临界角则为晶界。一旦每个独立的晶粒都被检测到，便可以统计出样品中的晶粒概况，进而统计出晶粒尺寸。本实验中定义临界取向差角为 2° ，在退火过程中位错在晶界处塞积、穿越和湮没，导致亚晶界取向差增加，当亚晶界取向差角高于临界角时，新的细小的晶粒被检测出，从而导致 800 °C 退火后平均晶粒尺寸的减小。

2.2 析出相行为

沉积态与退火态 γ' 相形貌如图 7 所示。由于 SLM 成形冷却过程中，过冷度大，冷却速度极快， γ' 相形成元素 (Al、Ti) 无法充分扩散，沉积态中一次 γ' 相析出不充分，晶粒细小，平均尺寸为 107 nm，与相关文献中使用 TEM 观测到 γ' 相尺寸 (100 nm) 相近^[25]； γ' 相为 LI_2 型结构 $Ni_3(Al, Ti)$ ，随着退火温度升高，过饱和基体中 Al、Ti 原子热激活能量越大，扩散系数增大，越易迁移，从而促进 γ' 相析出和长大。从图 7 中可以看出，在退火过程中，一次 γ' 相逐渐由规则球状向不规则棒状转变，逐渐聚集长大，二次细小球状的 γ' 相形核析出并随温度升高逐渐长大。700 °C 退火时，二次 γ' 相开始析出，部分一次 γ' 相长大呈短棒状，2 种 γ' 相平均尺寸分别为 57.6 和 133.1 nm；800 °C 退火时， γ' 相析出更为充分，2 种 γ' 相平均尺寸分别为 58.7 和 135.8 nm，个别短棒状 γ' 相长度达到 242 nm；900 °C 退火时， γ' 相出现明显聚集长大，一次与二次 γ' 相尺寸增加至 144.6 和 82.4 nm，个别棒状 γ' 相长度达 440 nm。退火后形成球状 γ' 相 (57.6~82.4 nm) 和短棒状 γ' 相 (133.1~440 nm) 较铸态组织中块状的 γ' 相 (0.2~0.5

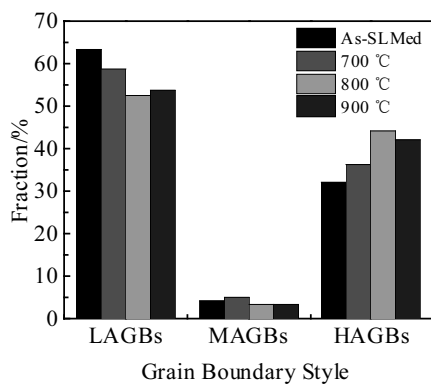


图 6 沉积态及退火样品晶界类型比例统计

Fig.6 Ratio of grain boundary style for as-SLMed and annealed samples

$\mu\text{m})^{[26,27]}$ 更细小。

碳化物在组织中的分布状态如图 8 所示。可以观察到，退火过程中晶界处碳化物由点状向断续状、最

终向连续状转变，亚晶界处析出点状 MC，SLM 成形过程中形成的亚晶组织得以保留。由图 8c 可以看出，亚晶界析出细小的碳化物。碳化物在晶内、晶界均有

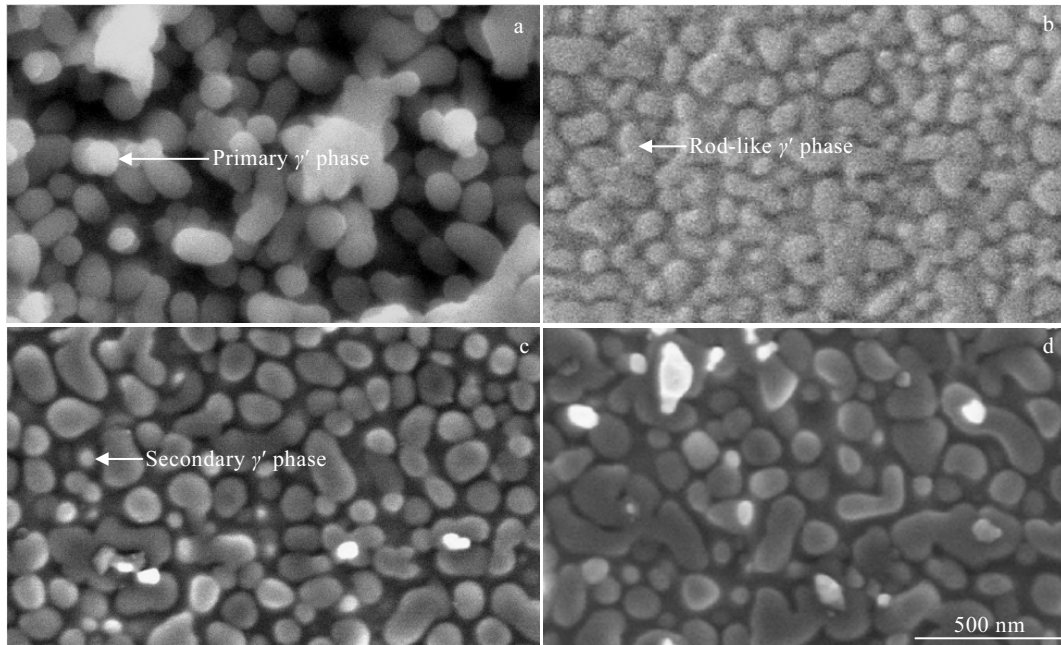


图 7 沉积态及退火样品 γ' 相形貌

Fig.7 γ' phase morphologies of as-SLMed sample (a) and annealed samples at different temperatures: (b) 700 °C, (c) 800 °C, and (d) 900 °C

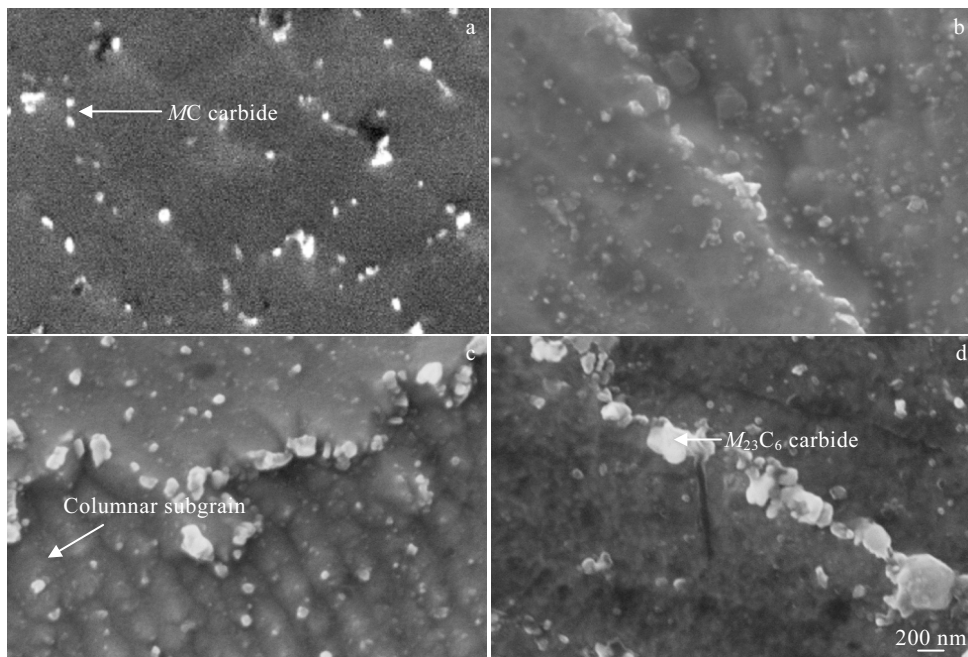


图 8 沉积态及退火样品碳化物形貌

Fig.8 Carbide morphologies of as-SLMed sample (a) and annealed samples at different temperatures: (b) 700 °C, (c) 800 °C, and (d) 900 °C

分布。沉积态时，组织中析出少量点状碳化物；700 °C 退火与沉积态相比，亚晶界处存在少量点状碳化物，碳化物开始在晶界处析出；800 °C 退火后，碳化物在晶粒内均匀弥散分布，在晶界析出长大，尺寸达到 360 nm，呈断续状^[28]；900 °C 退火后，晶界碳化物长大相连，呈连续状^[28]，碳化物颗粒尺寸达到 570 nm。

MC 为富 Ti、Ta、Nb 型碳化物，M₂₃C₆ 为富 Cr 型碳化物^[29]。表 1 为晶界碳化物的 EDS 分析结果。由表 1 可知，沉积态和 700 °C 退火后，C、Ti、Ta、Nb 等元素出现富集，结合本课题组许佳玉等^[30]研究结果可知沉积态中晶界处碳化物为 MC。随着退火温度升高，碳化物中 Cr 元素含量逐渐升高。由于碳化物细小，EDS 准确性较差，故对沉积态及 800 °C 退火样品进行 XRD 表征，结果如图 9 所示。800 °C 退火后，

MC 衍射峰减弱，M₂₃C₆ 标准谱图的八强峰在 XRD 谱图中均有相应的衍射峰与之对应，说明退火过程中发生了碳化物类型的转变 (MC → M₂₃C₆)，与 Messé 等^[17]研究结果一致。

M₂₃C₆ 为脆性相。当碳化物在晶界处析出时，有助于抑制晶粒长大。但当晶界 M₂₃C₆ 数量较多，呈网状分布时，导致晶界强度降低，恶化高温合金的力学性能。粗大的 M₂₃C₆ 在三叉晶界析出时，外力条件下，三叉晶界为应力敏感区，M₂₃C₆ 为脆性相，裂纹在此处易扩展开裂，恶化高温合金的力学性能。晶内细小弥散分布的碳化物对提高合金的力学性能有益，晶界处较粗大连续的碳化物对合金的力学性能有害。

2.3 残余应力

使用 Channel 5 软件对 EBSD 数据进行处理，通过统计相邻点位之间的晶体取向差，来计算局部取向差(kernel average misorientation, θ_{KAM})^[31]，利用 Kubin 和 Mortensen^[32]的公式可以通过 θ_{KAM} 量化组织中几何必须位错密度 (ρ_{gnd})，公式如下：

$$\rho_{gnd} = \frac{2\theta_{KAM}}{db} \tag{1}$$

其中， b 是 Burgers 矢量； d 是选取点的单位长度。由公式可以看出几何必须位错密度与局部取向差有定量转化的关系，通过局部取向差可直接说明合金中位错密度。局部取向差 θ_{KAM} 越大，整体位错密度越高，进而反映材料中残余应力。如图 10 所示，局部取向差值 θ_{KAM} 集中分布于 0°~2.5°，2.5°~5° 分布较少。700 °C 时，分布取向发生明显左移，随退火温度升高，峰值分别为 0.55°、0.45°、0.45°，峰值左移、低局部取向差占比逐渐增加，合金整体位错密度在不断降低，说明合金残余应力不断得到释放。

θ_{KAM} 云图常用于表征局部变形程度，反映材料的微区位错密度和残余应力分布情况。如图 11 所示，不同颜色代表不同局部取向差值，颜色越红局部取向差越大，颜色越蓝局部取向差越小。基于热胀冷缩的热力学原理，激光熔化过程中，激光作用点发生热膨胀，受下面及周围已沉积层限制，产生压缩压应力；凝固过程中，激光作用区域冷却收缩，受周围已凝固部分限制，产生拉伸拉应力^[33]。SLM 成形熔化凝固过程中，扫描搭接区受激光循环加热影响，易产生塑性变形、应力集中和位错聚集^[23]，从而导致在扫描搭接区 θ_{KAM} 较高(图 11a 箭头所指绿色区域)。随退火温度的升高，长时间加热保温过程中，位错迁移至晶界处，被晶界吸收，晶内几何必须位错密度降低，激光作用点中心区域 θ_{KAM} 逐渐下降(图 11d 箭头所指蓝色区域)。

当晶体材料中存在残余应力时，必然也存在一定

表 1 晶界碳化物的 EDS 分析结果

Table 1 EDS analysis results of grain boundary carbide for as-SLMed and annealed samples (wt%)

Element	C	Cr	Ti	Ta	Nb	Al	Ni
As-SLMed	8.20	14.60	4.60	2.90	2.1	2.9	49.7
700 °C	35.12	11.18	2.35	1.28	0.55	1.62	39.64
800 °C	13.26	18.54	2.85	2.33	1.04	3.32	45.28
900 °C	17.62	21.04	3.04	1.63	1.41	2.56	40.41

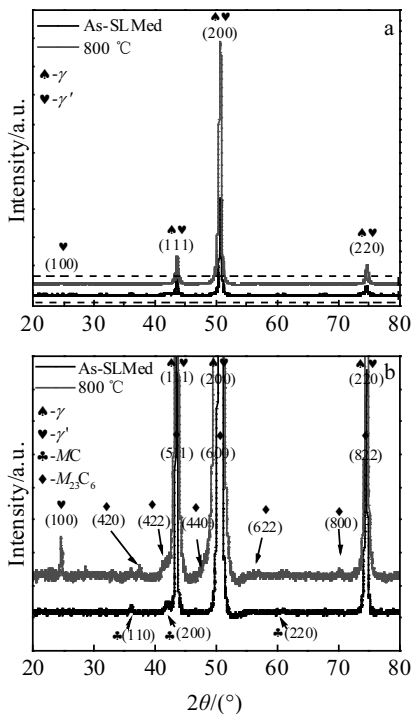


图 9 沉积态和 800 °C 去应力退火试样的 XRD 图谱

Fig.9 XRD patterns of as-SLMed sample and annealed sample at 800 °C (a) and the corresponding enlarged view of the framed area in Fig.9a (b)

的内应变，导致晶体中的晶格点阵产生畸变，X 射线衍射谱线发生相应变化，测试光斑直径 1 mm，测得残余应力为宏观残余应力。使用 iXRD 型 X 射线衍射应力仪测量试样表面指定点 O 沿 XY 2 个方向的残余应力 σ_x 和 σ_y (图 12a)，基于平面应力状态可求得残余主应力大小 σ 。分析结果如图 12b 所示，沉积态和 700 °C 退火后样品各方向残余应力均较高且为正值，存在较高的拉伸残余应力。其中，沉积态样品的残余应力为 380.94 MPa。退火温度高于 800 °C 时，残余应力大幅下降至 -66.7 MPa，残余应力得到释放。加热和保温过程中，合金发生蠕变，位错迁移，应力松弛，内应力被重新分配，拉应力得到释放；降温过程中，冷却速度较快，试样边缘和内部温度不均，产生热应力，导致冷却后试样中心残余应力转变为压应力，表面存在的压应力对合金使用具有积极意义，可以提高合金服役的安全性^[34]。

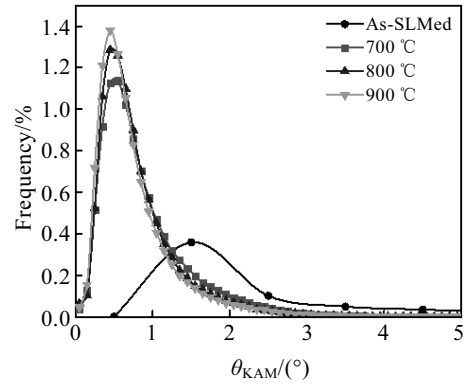


图 10 沉积态及退火样品局部取向差分布图

Fig.10 Distribution curves of local misorientation of as-SLMed and annealed samples

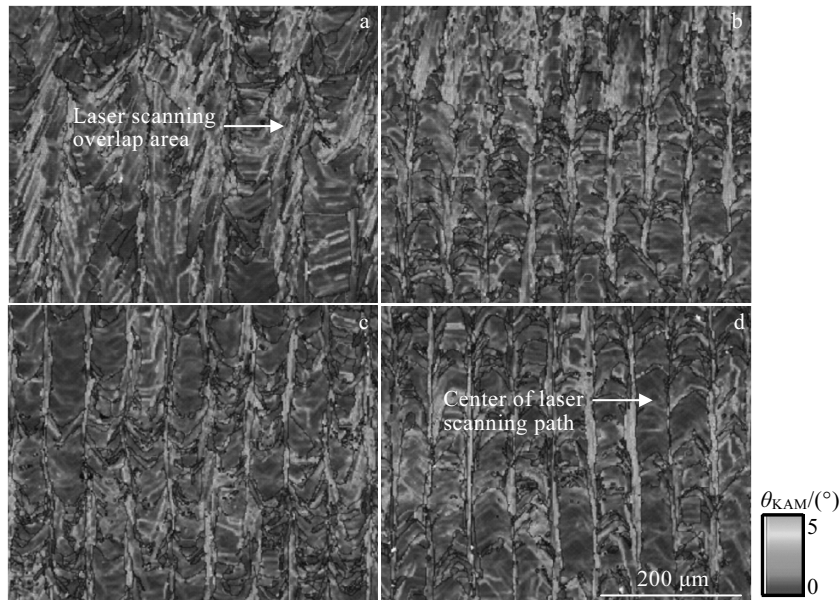


图 11 沉积态及退火样品 θ_{KAM} 分布云图

Fig.11 Cloud diagrams of θ_{KAM} distribution of as-SLMed sample (a) and annealed samples at different temperatures: (b) 700 °C, (c) 800 °C, and (d) 900 °C

2.4 力学性能

沉积态及退火处理后样品的硬度与拉伸性能如图 13、图 14 所示。Inconel 738 是一种沉淀强化的合金，强化相、碳化物与位错之间存在强烈的交互作用，通过钉扎和拖曳作用来阻碍位错运动^[35]，实现合金强化。SLM 成形合金晶粒细小，碳化物均匀弥散分布， γ' 相未充分析出，基体通道扩宽， γ' 相间距较大有利于位错通过，成形合金抗拉强度、延伸率 (1140 MPa, 20%) 均高于铸造工艺合金性能 (945 MPa, 7.5%)^[36]；

700 °C 时，由于强化相析出长大，抗拉强度、硬度(HV)较沉积态大幅上升，硬度由沉积态 3888.6 MPa 上升至 5272.0 MPa，抗拉强度由 1140 MPa 上升至 1320 MPa。位错塞积导致应力集中，在晶界碳化物脆性相处出现起始裂纹，导致试样提前断裂，同时 γ' 相间距缩小，位错难以通过，导致合金脆断，延伸率由沉积态的 20% 骤降至 3.78%。韧性的大幅下降，会影响合金的抗冲击性能，去应力退火后仍需进一步热处理以提高合金的韧性。随着退火温度的升高，析出相进一步析出。

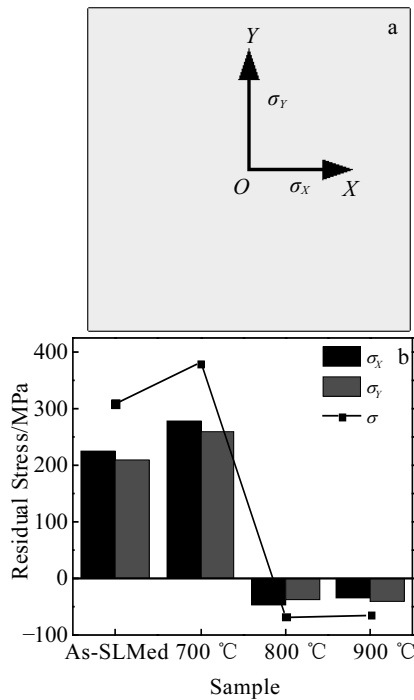


图 12 残余应力测试示意图及测试结果

Fig.12 Diagram (a) and results (b) of residual stress test

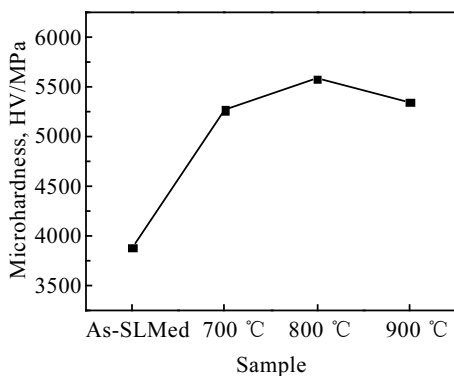


图 13 沉积态及退火样品的硬度

Fig.13 Microhardness of as-SLMed and annealed samples

800 °C 时，亚晶界碳化物均匀细小弥散析出，晶界碳化物均匀分布，数量逐渐增加，小而不连续的晶界碳化物会阻止晶界滑移而增强韧性和强度^[37]，残余应力消除，附加载荷消失，强化效果进一步增强。900 °C 时，碳化物聚集长大，晶界上碳化物聚集呈连续状，晶内碳化物数量减少，尺寸增加。虽然 γ' 相进一步析出，但晶界处析出的连续状碳化物是晶界处的薄弱部分，粗大成膜状的碳化物会降低材料的韧性，晶界处碳化物的析出使内界面上产生非共格应力，降低共格

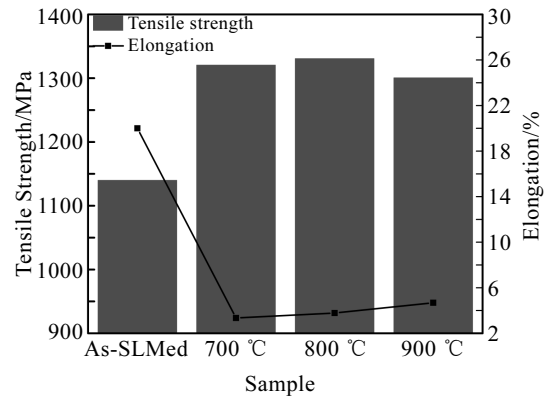


图 14 沉积态及退火样品的抗拉强度和延伸率

Fig.14 Tensile strength and elongation of as-SLMed and annealed samples

度，在内界面形成薄弱区域从而加速裂纹的扩展^[28]，抗拉强度下降至 1300 MPa。强化相析出，基体溶质原子减少，基体固溶强化效果减弱，基体变软，硬度下降至 5354 MPa，延伸率小幅上升至 4.68%。

当退火温度为 800 °C 时，SLM 成形 Inconel 738 合金具有最高的硬度、抗拉强度和延伸率(5812、1330 MPa)，为铸造工艺合金性能(4100、945 MPa)^[36]的 1.42、1.41 倍。

3 结 论

1) SLM 成形 Inconel 738 合金进行不同温度 (700 ~900 °C) 的去应力退火处理后，组织形貌未发生明显变化，晶粒内部亚晶结构得到保持，发生位错迁移重排，小角度晶界向大角度晶界转变，局部取向差值逐渐减小，组织演变机制为静态回复；退火温度为 800 °C 时，残余应力由 380.94 MPa (沉积态) 下降至 -66.7 MPa，残余应力得到释放。

2) SLM 成形 Inconel 738 合金在退火过程中，一次 γ' 相逐渐聚集长大，二次 γ' 相形核析出并逐渐长大，形成短棒状 γ' 相 (240~440 nm) 和球状 γ' 相 (50~250 nm)；退火过程后，晶界及亚晶界处均析出碳化物，晶界碳化物由点状向连续状分布转变，发生由 MC 向 $M_{23}C_6$ 的转变。

3) 退火后 SLM 成形 Inconel 738 合金较沉积态强度、硬度明显上升，塑性下降。随退火温度的升高，抗拉强度、硬度先增大后减小，延伸率逐渐增大。退火温度为 800 °C 时，SLM 成形 Inconel 738 合金具有最高的硬度、抗拉强度 (5812、1330 MPa)，为铸造工艺合金性能(4100、945 MPa)的 1.42、1.41 倍。

参考文献 References

- [1] Ojo O A, Richards N L, Chaturvedi M C. *Scripta Materialia*[J], 2004, 50(5): 641
- [2] Balıkcı E, Raman A, Mirshams R A. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2000, 9(3): 324
- [3] Hays C, Rudnicki A. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2008, 17(4): 566
- [4] Durand-Charre M. *The Microstructure of Superalloys*[M]. Amsterdam: Gordon and Breach Science, 1998
- [5] Yoon K E, Isheim D, Noebe R D et al. *Interface Science*[J], 2001, 9(3-4): 249
- [6] Kim H C, Kim Y H, Jung Y G et al. *Materials Science Forum* [J], 2006, 510-511: 450
- [7] Yang Qiang, Lu Zhongliang, Huang Fuxiang et al. *Aeronautical Manufacturing Technology*[J], 2016, 59(12): 26
- [8] Wei Qingsong(魏青松), Li Shuai(李帅), Teng Qing(腾庆) et al. *Intelligent and Precision of Special Processing Technology- Proceedings of the 17th National Special Processing Conference (特种加工技术智能化与精密化——第17届全国特种加工学术会议)*[C]. Beijing: Chinese Mechanical Engineering Society, 2017: 234
- [9] Zhang Dongyun, Feng Zhe, Wang Chengjie et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 724: 357
- [10] Jiang Xianfeng(姜献峰), Meng Xiangchen(孟祥陈), Song Rongwei(宋荣伟) et al. *Applied Laser(应用激光)*[J], 2015, 35(2): 155
- [11] Wen Shu(文舒), Dong Anping(董安平), Lu Yanling(陆燕玲) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2018, 54(3): 393
- [12] Balıkcı E, Raman A, Mirshams R A. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1997, 28(10): 1993
- [13] Parimi L L, Ravi G A, Clark D et al. *Materials Characterization*[J], 2014, 89: 102
- [14] Lu Yanjin, Wu Songquan, Gan Yiliang et al. *Optics & Laser Technology*[J], 2015, 75: 197
- [15] Kunze K, Etter T, Grässlin J et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 620: 213
- [16] Balıkcı E, Raman A, Mirshams R A. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1999, 30(11): 2803
- [17] Messé O M D M, Muñoz-Moreno R, Illston T et al. *Additive Manufacturing*[J], 2018, 22: 394
- [18] Shen Jun(沈军), Lin Bo(林波), Chi Yonggang(迟永刚) et al. *Materials Review(材料导报)* [J], 2012, 26: 120
- [19] Schneider L C R, Hainsworth S V, Cocks A C F et al. *Scripta Materialia*[J], 2005, 52(9): 917
- [20] Yao Haisheng(姚海盛), Wang Fan(汪凡), Zhang Yong(张勇). *Petroleum Engineering Construction(石油工程建设)*[J], 2016, 42(6): 19
- [21] Hu Jianmin(胡建民), Wang Rui(王蕊), Wang Chunting(王春婷) et al. *College Physics(大学物理)*[J], 2015, 34(3): 1
- [22] Liu L, Zhang R, Wang L D et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 1998, 77(1-3): 300
- [23] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*[M]. Oxford: Elsevier, 2004
- [24] Brewer L N, Othon M A, Young L M et al. *Microscopy & Microanalysis*[J], 2006, 12(1): 85
- [25] Zhou Xin, Li Kailun, Zhang Dandan et al. *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2015, 631: 153
- [26] Shakerin S, Omidvar H, Mirsalehi S E. *Materials & Design* [J], 2016, 89: 611
- [27] Zhang Mingjun(张明军), Jiang Hua(姜华), Kong Jinling(孔金令) et al. *Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)*[J], 2015, 36(12): 98
- [28] Dong Jianxin(董建新). *Superalloy GH4738 and Application (高温合金 GH4738 及应用)*[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2014: 89
- [29] Kazantseva N, Davidov D, Vinogradova N et al. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*[J], 2018, 324: 4
- [30] Xu Jiayu(许佳玉), Ding Yutian(丁雨田), Hu Yong(胡勇) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2019, 48(11): 3727
- [31] Calcagnotto M, Ponge D, Demir E et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2010, 527(10-11): 2738
- [32] Kubin L P, Mortensen A. *Scripta Materialia*[J], 2003, 48: 119
- [33] Kruth J P, Mercelis P, Van Vaerenbergh J et al. *Rapid Prototyping Journal*[J], 2005, 11(1): 26
- [34] Chen Bei(陈蓓), Cheng Chuan(程川), Wang Li'ao(王里奥) et al. *Journal of Materials Science and Engineering(材料科学与工程学报)*[J], 2005, 23(6): 806
- [35] Chen Y L, Luo Z Y, Li J Y. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2015, 51(9): 1085
- [36] Wu Zhongzhong(吴忠忠), Song Zhigang(宋志刚), Zheng Wenjie(郑文杰) et al. *Heat Treatment of Metal(金属热处理)*[J], 2007, 32(8): 50
- [37] Su Deda(苏德达). *Steel Wire Products(金属制品)*[J], 2004, 30(5): 51

Evolution of Microstructure and Properties of SLM Formed Inconel 738 Alloy During Stress Relief Annealing

Ding Yutian¹, Wang Hao¹, Xu Jiayu¹, Hu Yong¹, Zhang Dong²

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals,
Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

(2. State Key Laboratory of Nickel and Cobalt Resources Comprehensive Utilization, Jinchuan Group Co., Ltd, Jinchang 737100, China)

Abstract: Due to the characteristics of rapid melting and solidification of selective laser melting (SLM) process in preparing Inconel 738 alloy, there is residual stress in alloy, so the alloy cannot be directly used. Thus, stress relief annealing is required. The evolution of residual stress, precipitation behavior, microstructure and properties of the alloy after annealing at different temperatures (700~900 °C) for 24 h was studied. The results show that the microstructure evolution mechanism is static recovery, while dislocation migration, rearrangement and grain boundary style change occur and a bimodal distribution of spherical γ' phase (50~250 nm) and short rod-shaped γ' phase (240~440 nm) are formed. The grain boundary carbides change from a dotted state to a continuous one and the type of carbides changes from MC to $M_{23}C_6$; after annealing at 800 °C, the residual stress decreases from 380.94 MPa (as-SLMed) to -66.7 MPa, indicating the residual stress is eliminated. With the annealing temperature increasing, the microhardness and tensile strength first increase and then decrease, and the elongation increases gradually. The alloy annealed at 800 °C has the highest microhardness (HV) and tensile strength (5812, 1330 MPa), which are 1.42 and 1.41 times of those of as-cast alloy (4100, 945 MPa), respectively.

Key words: SLM; Inconel 738; residual stress; precipitated phase; mechanical properties

Corresponding author: Wang Hao, Master, State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, E-mail: wanghulut16@163.com