

热处理对激光熔化沉积 18Ni300 马氏体时效钢微观组织和力学性能的影响

郑步云^a, 陈鑫^a, 雷剑波^b, 王天琪^a

(天津工业大学 a.机械工程学院 b.激光技术研究所, 天津 300387)

摘要: 目的 提高 18Ni300 马氏体时效钢在工业应用中的力学性能, 研究不同热处理对激光熔覆制备 18Ni300 合金的影响。方法 采用固溶处理 (840 °C/1 h) 和固溶处理 (840 °C/1 h) + 时效处理 (490 °C/6 h) 2 种热处理方法, 利用扫描电子显微镜、X 射线衍射仪和拉伸试验机对激光熔化沉积 (LMD) 制备 18Ni300 合金的微观组织、力学性能进行研究, 根据不同处理方法下的拉伸断口形貌、性能表征及元素偏析行为, 分析热处理对力学性能的影响。结果 经固溶处理后, 熔池边界消失, 在高温保温过程中杂质相与合金元素充分溶解在奥氏体中, 冷却后形成了均匀的马氏体组织, 与沉积态相比, 抗拉强度由 662.1 MPa 变为 611.5 MPa, 降低了约 7.64%, 伸长率由 12.328% 变为 13.832%, 提升了约 12.20%; 经固溶+时效处理后枝晶形貌基本消失, 各元素分布均匀, 并在基体中弥散分布着 Ni₃Mo、Ni₃Ti 型第二相沉淀, 抗拉强度达到 1 404.6 MPa, 提升了约 112.14%, 伸长率为 7.80%, 降低了约 36.72%, 在断口中观察到亚微米级第二相沉淀呈球状或颗粒状, 并大量分布于枝晶间。结论 沉积态 18Ni300 合金主要由马氏体和少量奥氏体组成, 致密度良好, 拉伸性能表现为强度较低但塑性良好; 经固溶处理后, 物相均由马氏体组成, 元素分布均匀, 抗拉强度略微下降, 塑性提升; 固溶+时效处理对合金起到了弥散强化的作用, 抗拉强度大幅提升, 塑性显著减弱。在热处理前后试样的断裂机制均属于韧性断裂, 第二相弥散强化为热处理后合金力学性能提升的主要原因。

关键词: 激光熔化沉积; 马氏体时效钢; 热处理; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TN249 文献标识码: A 文章编号: 1001-3660(2023)03-0388-11

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2023.03.037

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of 18Ni300 Maraging Steel Prepared by Laser Melting Deposition

ZHENG Bu-yun^a, CHEN Xin^a, LEI Jian-bo^b, WANG Tian-qi^a

(a. School of Mechanical Engineering, b. Institute of Laser Technology, Tiangong University, Tianjin 300387, China)

收稿日期: 2022-02-11; 修订日期: 2022-04-22

Received: 2022-02-11; Revised: 2022-04-22

基金项目: 国家重点研发计划 (2018YFB0407302); 国家自然科学基金 (61772365); 天津市关键技术研发计划 (19YFZCGX00870); 天津市科技攻关项目 (20YDTPJC00780)

Fund: National Key R&D Program of China (2018YFB0407302); National Natural Science Foundation of China (61772365); Key Technologies R&D Program of Tianjin (19YFZCGX00870); Tianjin Science and Technology Project (20YDTPJC00780)

作者简介: 郑步云 (1997—), 男, 硕士, 主要研究方向为激光熔覆增材制造。

Biography: ZHENG Bu-yun (1997-), Male, Master, Research focus: laser cladding additive manufacturing.

通讯作者: 王天琪 (1981—), 男, 博士, 副教授, 主要研究方向为工业机器人应用及编程。

Corresponding author: WANG Tian-qi (1981-), Male, Associate professor, Research focus: application and programming of industrial robots.

引文格式: 郑步云, 陈鑫, 雷剑波, 等. 热处理对激光熔化沉积 18Ni300 马氏体时效钢微观组织和力学性能的影响[J]. 表面技术, 2023, 52(3): 388-398.

ZHENG Bu-yun, CHEN Xina, LEI Jian-bo, et al. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of 18Ni300 Maraging Steel Prepared by Laser Melting Deposition[J]. Surface Technology, 2023, 52(3): 388-398.

ABSTRACT: The maraging steel (18Ni300) is a typical high-strength steel with excellent weldability, good mechanical properties, and strong adaptability to complex working conditions. One of its most obvious advantages is that its heat treatment process is simple and it is less prone to deform after aging treatment. Therefore, the addition of excellent strengthening process will further broaden its application, making it an important material in marine transportation, aerospace, machinery manufacturing and other fields. The work aims to improve the mechanical properties of maraging steel in practical application and study the effects of different heat treatment methods on the preparation of 18Ni300 alloy by laser additive manufacturing.

As an additive manufacturing technology with high degree of freedom and high molding efficiency, laser melting deposition was selected as the molding method in this work. Multi-channel multilayer 18Ni300 alloy samples were prepared by coaxial powder feeding. The optimum process parameters were determined after optimization. The heat treatment tests were carried out in a vacuum tube furnace with a heating rate of 3 °C/min, and the samples were subjected to solution treatment (840 °C/1 h) and solution treatment (840 °C/1 h) + aging treatment (490 °C/6 h). The mechanical property was analyzed by INSTRON 5982 material mechanics testing machine. The phase and microstructure were analyzed by D/MAX-2500 X-ray diffractometer (XRD) and ZEISS Sigma 300 scanning electron microscope (SEM) and supporting X-ray diffraction instruction (EDS). The effects of different heat treatment methods on mechanical properties were analyzed through tensile fracture morphology, performance characterization and element segregation behavior under different treatment methods.

After solution treatment, the size of dendrites did not change significantly, but the molten pool boundary disappeared. During the high-temperature heat preservation process, the impurity phase and alloying elements were fully dissolved in austenite, and a uniform martensite structure was formed after cooling. The tensile strength changed from 662.1 MPa to 611.5 MPa, with a decrease of 7.64%, and the elongation changed from 12.328% to 13.832%, with an increase of 12.20%. After the solution treatment + aging treatment, the dendrite morphology basically disappeared, the distribution of each element was uniform, and the Ni₃Mo and Ni₃Ti as second phase particles were dispersed in the matrix. The tensile strength reached 1 404.6 MPa, with an increase of 112.14%, and the elongation was 7.80%, with a decrease of 36.72%. Submicron second phase particles were observed in the fracture, which were spherical or granular and distributed among the dendrites.

The as-built 18Ni300 alloy is mainly composed of martensite and a small amount of austenite, with good density and low strength but good plasticity in tensile properties. After solution treatment, the phases are all composed of martensite, the distribution of elements is uniform, the tensile strength is slightly decreased, and the plasticity is improved. The combination of solution treatment + aging treatment has a dispersion strengthening effect on the alloy, so the tensile strength is greatly improved, and the plasticity is significantly weakened. The fracture mechanism of the samples before and after heat treatment belongs to ductile fracture, and the second phase dispersion strengthening is the main reason for the improvement of mechanical properties of the alloy after heat treatment.

KEY WORDS: laser melting deposition; maraging steel; microstructure; heat treatment; mechanical property

马氏体时效钢是高合金超高强度钢的一个典型钢种, 以无碳或低碳马氏体为基体, 在众多应用中表现出优良的焊接性能、力学性能及适应复杂工况的服役性能^[1-2]。马氏体时效钢的热处理工艺较简单, 在时效处理下不易发生形变, 因此优良强化工艺的加入更加拓宽了其应用, 在海洋运输、航空航天和机械制造领域成为重要的研究材料^[3-4]。

激光熔化沉积 (Laser Melting Deposition, LMD) 是一种基于激光熔覆的先进增材制造技术^[5-7], 它通过高能量激光束将同轴粉末完全熔化, 形成熔池, 经冷却后形成了高性能涂层^[8-10]。LMD 技术既有传统激光增材技术工序少^[11]、成形质量优良^[12]、材料应用广泛^[13-14]等优点, 又具备独特的灵活度高、成形效率

高的特点^[15-17], 成为马氏体不锈钢关键部件制造的一种新型成形方案。

目前, 许多学者对增材制造马氏体时效钢及其热处理工艺进行了研究。Chen 等^[18]运用直接激光沉积技术制备了 18Ni300 合金, 结果表明, 多道多层与单道多层合金组织演化存在明显差异, 且采用多道多层方法制备的熔覆层致密度更高。黄玉山等^[19]通过选区激光熔化技术 (SLM) 制备了 18Ni300 试样, 研究了热处理工艺参数对力学性能的影响, 结果表明, 时效温度对性能的影响最大, 其次分别为固溶时间、时效时间和固溶温度。金赞^[20]利用 SLM 技术制备了 18Ni300 合金, 并对其热处理工艺优化, 结果表明, 在固溶温度为 840 °C 下, 试样的微观组织和力学

性能最优;在时效温度 450 ℃下保温 5 h 后,在微观组织中观察到固溶在基体中的 Ni、Ti、Mo 等合金元素以 Ni_3 (Ti、Mo) 型金属间沉淀析出。Bai 等^[21]对采用 SLM 制备的 18Ni300 合金进行了固溶处理、直接时效处理和固溶时效处理,结果表明,仅进行固溶处理试样的抗拉强度、屈服强度和硬度均降低,经直接时效处理和固溶时效处理后试样的性能表征相似,但物相有差异;在时效温度 520 ℃下保温 6 h 后,试样的硬度达到 653.93HV,抗拉强度达到 2 126.3 MPa;经过时效处理(温度高于 560 ℃,保温时间高于 12 h)后在试样组织中未观察到板条状马氏体。

目前,针对 18Ni300 的激光增材主要集中于 SLM 领域,受到成型系统中成型仓等部件的限制,无法应对实际工业应用中激光增材修复及大尺寸零件制造问题。另一方面,虽然 18Ni300 合金已有较为成熟的热处理工艺,但是有关 LMD 制备 18Ni300 热处理后其力学性能方面的研究较少,针对热处理强化力学性

能的微观表征不足。由此,文中采用固溶处理和固溶处理+时效处理 2 种热处理方式,对激光熔化沉积制备的 18Ni300 合金的微观组织、力学性能进行研究,通过观察热处理前后微观组织的转变及第二相尺寸和分布的差异,对 2 种热处理的强化机制进行解释。

1 实验

1.1 材料

实验所用 18Ni300 粉末由西安欧中材料科技有限公司采用超高转速等离子旋转电极法制备,基材选用 Q235 钢,化学成分如表 1 所示。粉末形貌及物相如图 1 所示,粉末粒径大多分布在 50~90 μm 之间,其中 $D_v(50)$ 为 71.8 μm ,符合 LMD 实验要求,粉末成型性好、球形度高,观察到其表面组织由柱状枝晶和胞状组织构成,粉末中的物相主要由 α -Fe (马氏体) 和 γ -Fe (奥氏体) 组成。

表 1 18Ni300 粉末及 Q235 基材的化学成分
Tab.1 Chemical composition of 18Ni300 powder and Q235 matrix

Element	Al	C	Cr	Co	Fe	Mn	Mo	Ni	Ti
Q235	N/A	0.17-0.23	≤ 0.25	N/A	Bal.	0.35-0.65	N/A	≤ 0.30	N/A
18Ni300	0.05-0.15	≤ 0.03	≤ 0.5	8.5-9.5	Bal.	≤ 0.1	4.6-5.2	18-19	≤ 0.50

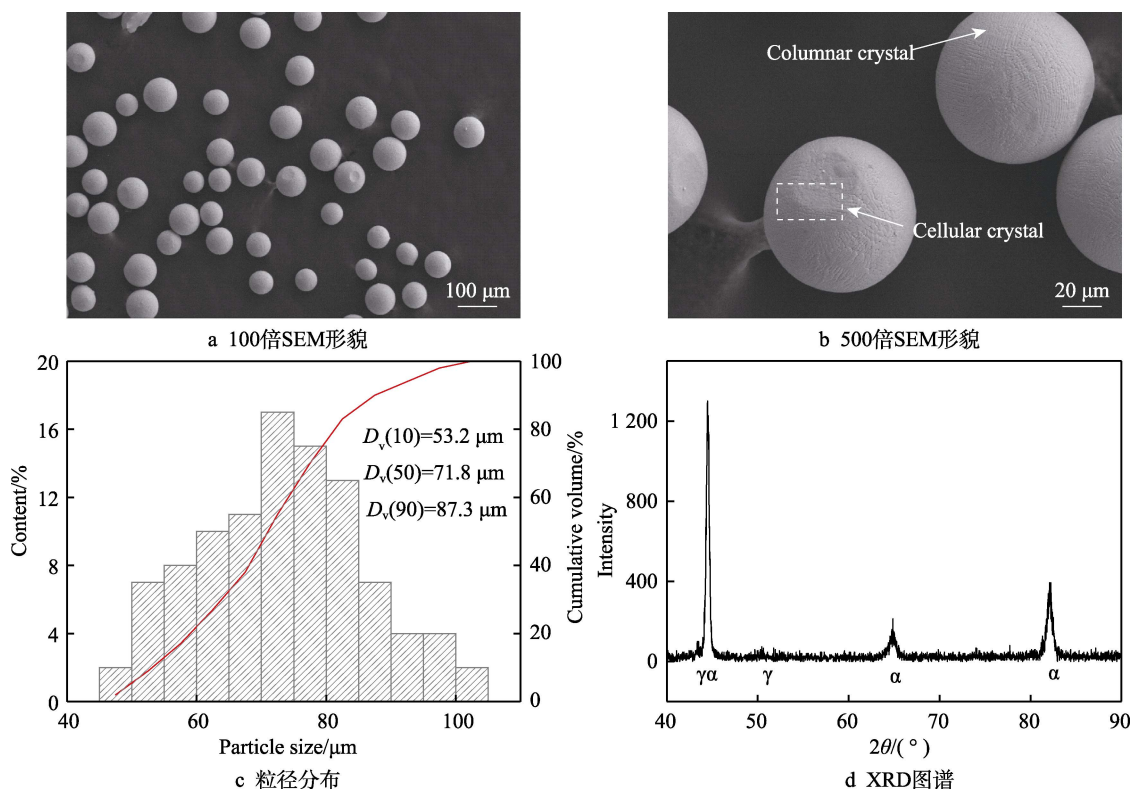


图 1 粉末形貌及物相

Fig.1 Microstructure and phase of 18Ni300 powder: a) SEM image of powder (100 \times); b) SEM image of powder (500 \times); c) particle size distribution; d) XRD pattern

1.2 熔覆设备及工艺

实验所用 LDF4000-40 型半导体激光器由 Laserline 公司生产, 激光光斑直径为 4 mm, 波长为 980 nm, 聚焦镜焦距为 300 mm, 配备 KUKA 六轴工业机器人。

激光熔化沉积实验在氩气保护条件下进行。在实验前进行参数优化, 最终工艺参数如表 2 所示。以优化后的参数 (如图 2 所示) 制备的多道多层试样的尺寸为 80 mm×80 mm×1.2 mm。

表 2 LMD 实验工艺参数
Tab.2 LMD experimental process parameters

Parameter	Power/W	Scanning speed/(mm·s ⁻¹)	Overlap rate/%	Feeding rate/(r·min ⁻¹)	Air supply rate/(L·min ⁻¹)	Spot diameter/mm
18Ni300	2 400	12	50	1.5	4.5	4

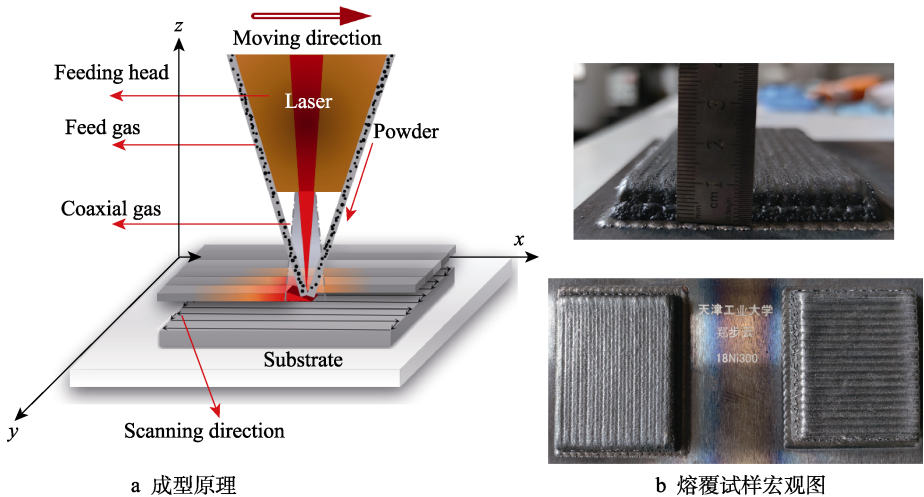


图 2 LMD 成型原理及试样
Fig.2 Forming principle of LMD and sample: a) forming principle schematic;
b) macro picture of cladding sample

1.3 金相表征及性能测试

试样经切割磨抛后, 配置 H₂O、HNO₃、HCL 的体积比为 6 : 1 : 2 的溶液, 并对试样进行浸泡腐蚀, 热处理前后的金相试样均腐蚀 600 s。使用卡尔蔡司公司生产的 ZEISS Sigma 300 型扫描电子显微镜 (Scanning electron microscope, SEM) 对热处理前后多层试样截面进行观察, 加速电压设定为 15 kV, 并使用配套的 X 射线能谱分析仪 (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDS) 以点扫、面扫的方式得到合金中元素的分布, 分析沉淀强化中第二相。使用日本理学 D/MAX-2500 型 X 射线衍射仪 (X-ray diffraction, XRD) 分析合金中的晶格结构和物相组成, 使用 cu 靶材测试, 采用普通扫描模式, 加速电压为 40 kV, 工作电流为 140 mA, 扫描角度为 20°~100°, 扫描速度为 10 (°)/min。

通过机床加工制备力学拉伸棒, 沉积态样块的取样方式及尺寸如图 3 所示。所用设备为 INSTRON 5982 型复合材料试验机, 在室温下以 2 mm/min 的拉伸速率进行拉伸试验。通过 SEM 和 EDS 对断口进行分析, 结合断口微观形貌和元素分布研究热处理的影响, 分析其断裂机理。

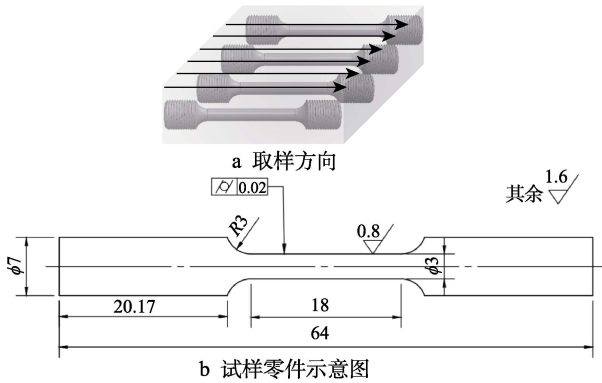


图 3 室温拉伸试验使用的试样
Fig.3 Samples used for tensile tests at room temperature:
a) sampling direction; b) sample part diagram

1.4 热处理方案

采用天津中环电炉股份有限公司生产的 SK-G10123K-610 型真空气氛管式电炉进行热处理实验, 升温速度为 3 °C/min, 空冷降温, 对试样进行固溶处理 (ST) 和固溶 (ST) + 时效 (AT) 处理。固溶处理选择传统的 18Ni300 合金热处理工艺^[22], 固溶温度为 840 °C, 保温时间为 1 h。参照模具材料与热处理手册推荐的 18Ni300 合金时效方案^[23], 选择时效温度

为 490 ℃, 保温时间为 6 h, 实验均在氩气气氛下进行。

2 结果和讨论

2.1 热处理对微观组织的影响

沉积态和热处理后 18Ni300 合金的 XRD 图谱如图 4 所示, 沉积态物相主要由 α -Fe (马氏体) 和极少量 γ -Fe (奥氏体) 组成。经固溶处理后, 主物相 α -Fe 在 (220) 和 (211) 晶面的衍射峰强度增强, 峰宽略微增加, 且未检测出 γ -Fe 物相。说明冷却后奥氏体完全转变为马氏体, 马氏体沿 (220) 和 (211) 晶面的含量增加。经固溶+时效处理后, 物相均为 α -Fe。根据以往学者的研究, 此次实验的时效结果中未发现 γ -Fe 在 (111) 晶面上的增强相和 Laves 相在衍射角为 41.38° 时出现, 说明所选时效温度和时间未造成马氏体的逆转变^[24], 即没有生成逆转变奥氏体 γ' ,

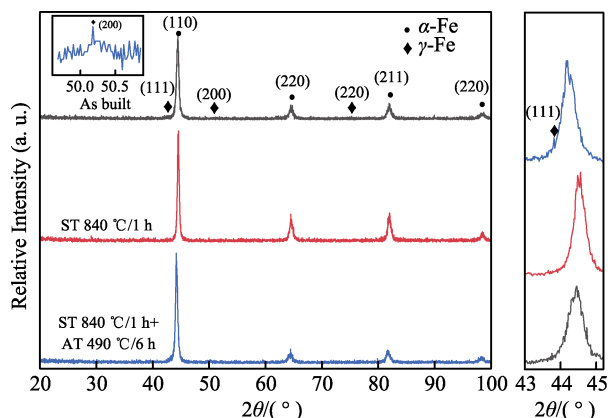


图4 LMD 制备 18Ni300 合金热处理前后 XRD 图谱
Fig.4 XRD patterns of 18Ni300 alloy prepared by LMD before and after heat treatment

且未生成晶粒粗大的 Fe_2Mo , 保证了时效处理后基体优良的强韧性。

沉积态 18Ni300 的微观形貌如图 5 所示, 其组织致密、缺陷较少。沉积态 18Ni300 主要由柱状晶和胞状晶组成, 胞状晶在试样顶部集中分布, 形成的胞状晶区高度达到 800 μm , 并观察到部分柱状晶以熔合线上部半熔化晶粒为核继续生长, 具有明显的联生结晶特征。激光增材凭借高能量的激光输入, 产生了具有极大温度梯度的小尺寸熔池, 因此具有极高的表面张力, 进而在熔池内部形成了较强的 Marangoni 对流。由于熔池顶部与空气接触, 因此温度梯度进一步升高。当对流强度超过一定限度时, 容易产生贝纳德失稳现象, 因此在熔覆层顶部形成了如图 5d 所示的胞状结构。在理想状态下, 贝纳德失稳产生的胞状结构为标准的六角胞形态。由于熔池的温度场较复杂, 原本沿边界竖直向上的 Marangoni 对流容易产生波动, 使得六角胞发生几何拓扑变化, 因此实际熔覆层组织呈四角胞、五角胞和六角胞的状态分布, 其直径均分布在 3~10 μm 之间。在 SLM 制备的 18Ni300 合金和 Inconel 718 合金中也观察到这种组织^[25-26], 其六角胞尺寸达到亚微米级别 ($< 1 \mu\text{m}$)。这是因为 SLM 形成的熔池小于 LMD, 导致前者的冷却速率更高, 合金微观组织更细小。在熔池内部受到倾斜温度梯度及水平对流加强等因素的影响, 在图 5f 中观察到胞状晶向伸长胞的转变, 它过渡自然、无明显的分界线。

沉积态 18Ni300 的 EDS 面扫结果如图 6 所示。Fe 元素作为合金中的主要元素在所选区域分布均匀, 在该区域的含量较少, 无明显分布规律。从图 6f 中观察到, 沿枝晶壁光斑分布密集, 呈现高亮色, 而在胞状晶内部元素的含量显著减少, 出现了较大范围的

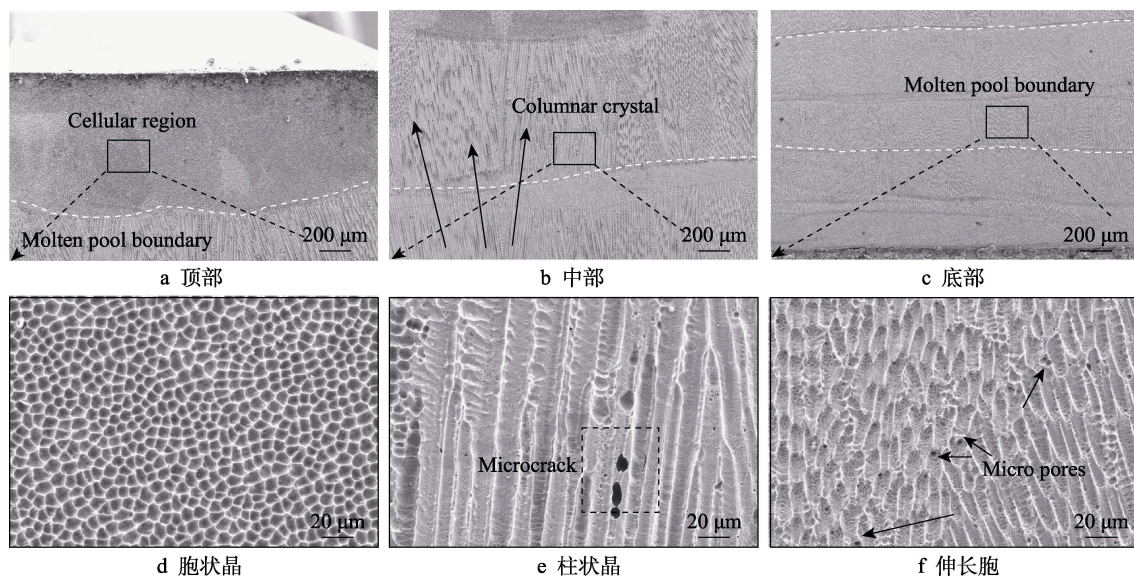


图5 沉积态 18Ni300 合金 SEM 微观组织

Fig.5 SEM microstructure of as-built 18Ni300 alloy: a) top; b) middle; c) bottom; d) cellular crystals; e) columnar crystals; f) elongated cellular crystals

无光斑区域,可见 Mo 元素的分布具有明显的区域性。

为了进一步观察沉积态 18Ni300 合金在不同区域的元素分布,在 EDS 面扫基础上进行了点扫,测试结果如图 7 所示。Mo 作为金属间化合物的主要形成元素,它在 2 个区域内的含量区别最为明显,相较于枝晶内部(4.35%),其枝晶壁质量分数达到 7.82%,提高了约 79.8%,这与 EDS 面扫结果中的元素分布情况相符。Ni 元素在枝晶壁的含量略高于在枝晶内的含量,而 Co 元素在枝晶内部和枝晶壁的分布差异

很小,质量分数分别为 7.47%和 7.82%。这是由于 Co 元素本身不易形成化合物,在合金中主要与 Mo 元素产生协作作用,降低了 Mo 元素的溶解度,使其在基体中更容易饱和,从而促进了 Mo 化合物的析出。Yin 等^[27]研究表明,Mo、Ti 作为强化元素在马氏体钢基体中主要以 Ni₃Mo 和 Ti₃Mo 的形式存在。综合分析可以得出,LMD 制备的 18Ni300 合金在枝晶壁中存在明显的元素偏析现象,且偏析物质主要为 Ni₃Mo。

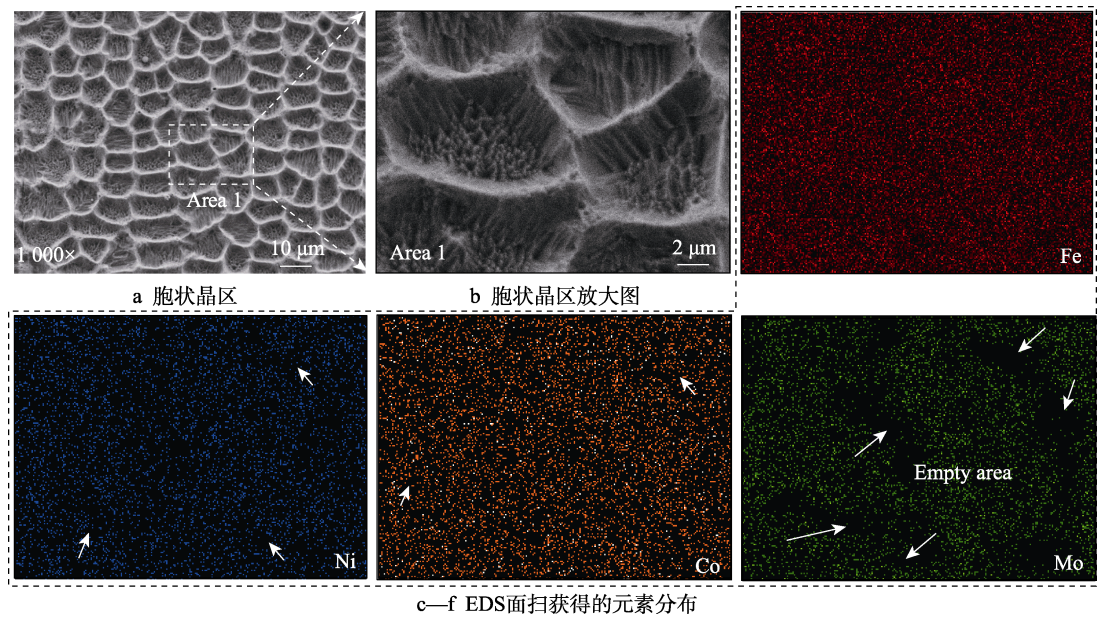


图 6 沉积态 18Ni300 合金微观组织的 EDS 面扫结果

Fig.6 EDS map scanning results of microstructure of as-built 18Ni300 alloy: a) cellular crystal; b) enlarged view of cellular crystal; c-f) elemental map obtained by EDS scanning

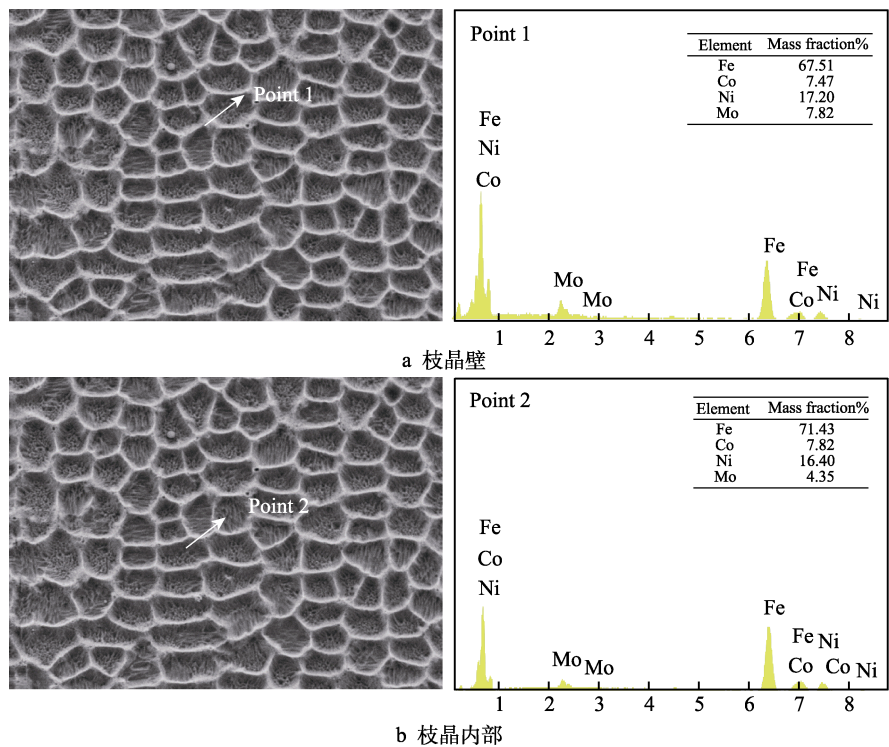


图 7 沉积态 18Ni300 合金 EDS 点扫结果

Fig.7 EDS point scanning results of as-built 18Ni300 alloy: a) dendrite wall; b) inter-dendrite

经热处理后, 18Ni300 合金的微观组织及放大区域的 EDS 面描结果如图 8 所示。经固溶处理后其枝晶组成仍为胞状晶、柱状晶, 沉积态中弧形的熔道及层与层之间的熔合线消失, 使得截面区域表面更为平滑, 枝晶之间的转变更加自然。在 840 ℃ 的保温过程中, 集中在枝晶间的元素和沉淀物充分溶解于基体中, 冷却后均匀分布于马氏体中, 因此固溶后 Ni、Co 元素的分布更加均匀, 基本无缺元素区域。在图 8a₆ 中仍能分辨出 Mo 元素的高亮区域对应微观组织的枝晶壁, 但相较于沉积态, 无元素区域明显减少, 且无元素区域到高亮区域存在过渡区域, 说明固溶后仍有偏析存在, 但偏析程度减弱。

经过固溶后合金保留了室温状态下均匀的元素分布和组织, 由于在时效过程中第二相大多在晶界和缺陷中析出, 少量在晶内析出, 析出的第二相对晶界

具有挤压作用, 打破了原有胞状晶和柱状晶的特征, 因此经固溶时效处理后的枝晶形貌基本消失 (图 8b₁)。如图 8b₂ 所示, 对固溶时效处理后的表面进一步放大, 观察到枝晶界面已不再连续, 枝晶内部含有块状和条形颗粒。EDS 面扫结果显示, 相较于沉积态和固溶处理, 各元素分布基本均匀化, 在图 8b₆ 中观察到 Mo 富集区基本消失, 取而代之的是许多高亮斑点。

2.2 热处理对力学性能的影响

将沉积态及经热处理后的 18Ni300 合金在室温下进行拉伸, 3 组试样的拉伸曲线及数据如图 9 所示。沉积态试样的抗拉强度为 662.1 MPa, 断裂时的伸长率为 12.328%; 经固溶处理后试样的抗拉强度为 611.5 MPa, 强度降低了约 7.64%, 伸长率为 13.832%, 提高了约 12.20%; 经固溶时效处理后, 试样的拉伸强

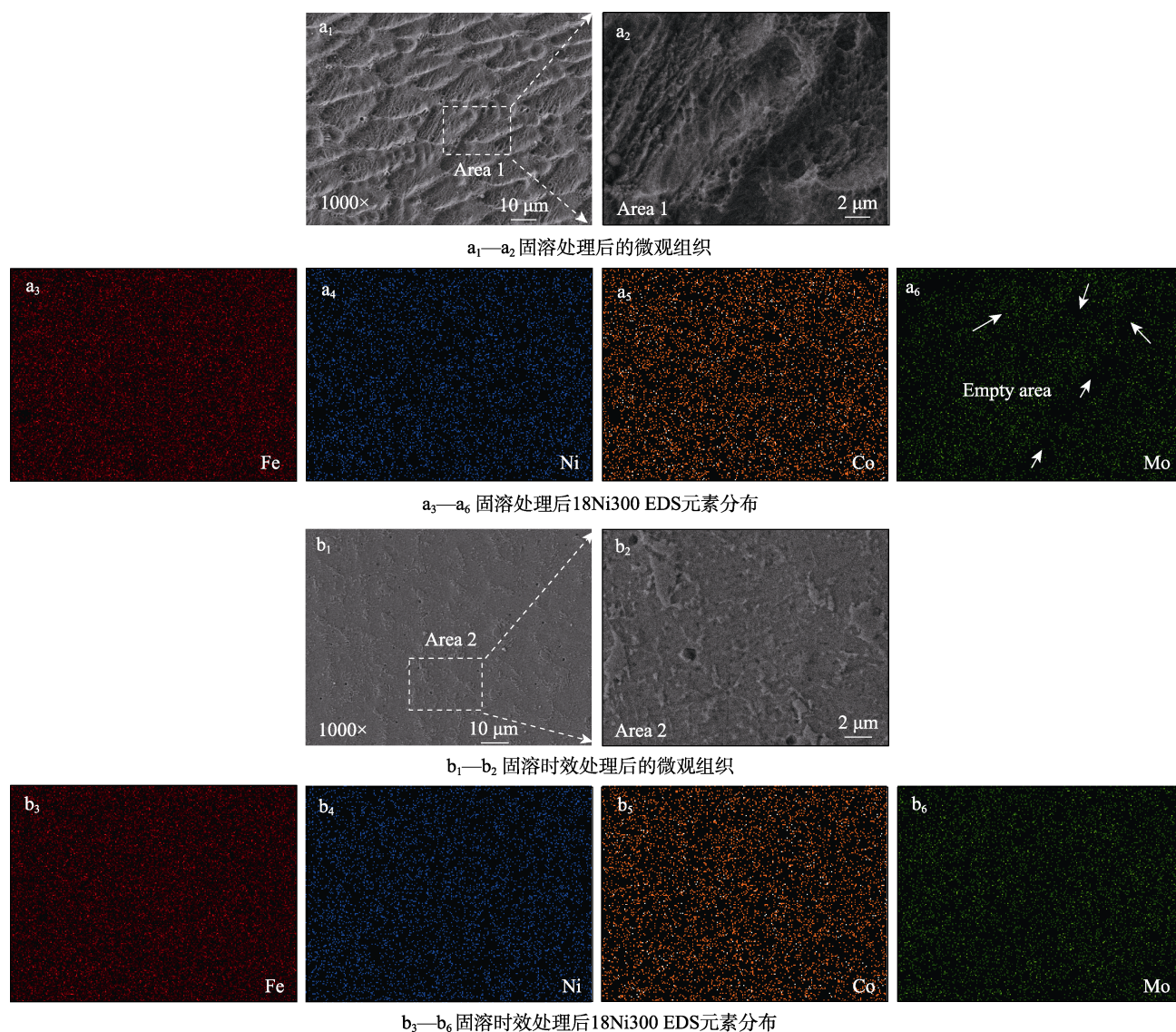


图 8 热处理后 18Ni300 合金 EDS 面描结果

Fig.8 EDS map scanning results of 18Ni300 alloy after heat treatment: a₁-a₂) microstructure of 18Ni300 after ST; a₃-a₆) elemental map of 18Ni300 after ST obtained by EDS scanning; b₁-b₂) microstructure of 18Ni300 after ST+AT; b₃-b₆) elemental map of 18Ni300 after ST+AT obtained by EDS scanning

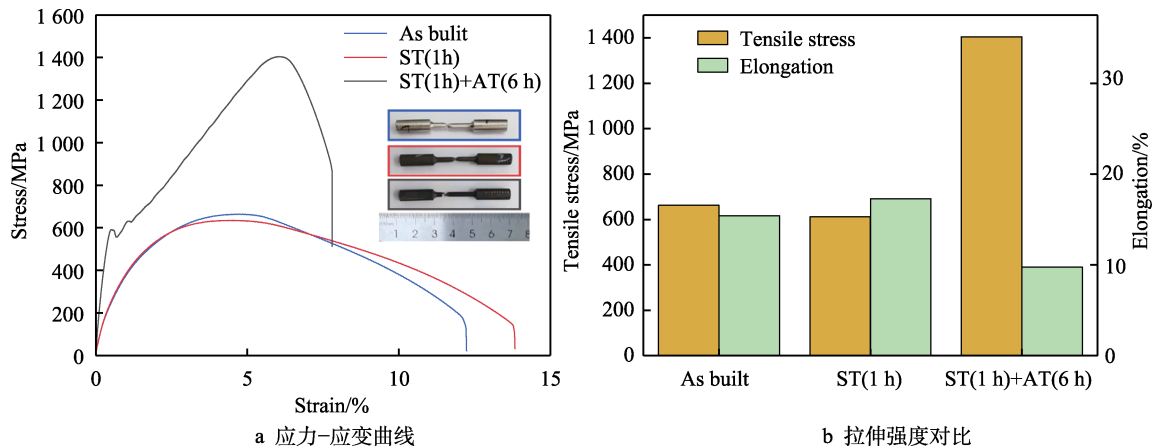


图 9 热处理前后 18Ni300 合金室温拉伸性能对比

Fig.9 Comparison of tensile properties of 18Ni300 alloy at room temperature before and after heat treatment: a) stress-strain curve; b) comparison of tensile strength

度达到 1 404.6 MPa, 相较于沉积态, 其强度提高了约 112.14%, 伸长率仅为 7.801%, 降低了约 36.72%。可见经固溶处理后试样的强度下降、塑性提升, 但变化幅度较小; 经固溶时效后试样的强度大幅提升、塑性明显下降。

从应力-应变曲线中观察到, 沉积态的颈缩阶段曲线长于强化阶段, 说明 LMD 制备的 18Ni300 合金具有优异的塑性, 但其强度较低。经固溶处理后其拉伸曲线在强化阶段以前与沉积态基本相同, 最大应力值出现在应变为 4.6% 处, 颈缩阶段的占比更大, 塑性得到提升。经固溶时效处理后, 试样到达最大应力后仍会发生颈缩现象, 说明仍存在塑性变形, 但程度大幅减小。在低应变时存在明显的屈服平台, 在屈服平台区域曲线上下波动, 应力增加较少, 应变快速增加, 在宏观上表现为材料无法承受拉力而伸长。在屈服阶段结束后, 合金继续承受拉力, 相较于沉积态, 经固溶时效处理后其拉伸曲线斜率明显增加, 发生了明显的形变硬化现象。

热处理前后试件的拉伸断口形貌如图 10 所示。通过低倍镜观察, 沉积态与固溶处理后试样具有明显的颈缩现象, 剪切唇区表面光滑, 断口与拉应力呈约 45°。结合应力-应变曲线分析, 可初步判断沉积态与固溶处理后的断裂方式均为韧性断裂。经固溶时效处理后, 颈缩现象明显减弱, 剪切唇区域减小, 在断口观察到明显的剪切唇区、辐射区和纤维区。这是由于强化变形与塑性变形配合良好, 材料受拉过程中形变稳定, 因此 3 个区域呈环形均匀分布。

观察较低倍数下的断口微观形貌发现, 在 3 组试样中均能观察到少量孔洞或微裂纹, 这可能是合金内部缺陷的保留或在受应力时进一步扩大时形成。在沉积态中, 拉伸断口的主要形貌为韧窝, 蜂窝状韧窝呈等轴状分布在较大韧窝周围, 第二相粒子呈规则几何球形分布, 最大直径可达 30 μm, 最小低至亚微米级别。经固溶处理后, 微观形貌与沉积态类似, 微观特征仍以韧窝为主, 但在高倍形貌 (图 10b₃) 中观察到

其尺寸更大, 深度相较于沉积态略微提升。韧窝不但反映了断裂时微孔形核的数量, 更是材料塑韧性的重要判断依据, 韧性优良的材料韧窝大且深, 韧性差的材料则韧窝小而浅^[28], 因此判断经固溶处理后仍为典型韧性断裂, 且韧性有所提升。经固溶处理后, 合金中的第二相尺寸减小, 观察到的最大直径仅为 8 μm, 且其大多分布在韧窝中。通过观察发现, 经固溶时效处理后 18Ni300 合金的微观形貌 (图 10c₂) 发生了明显变化, 相较于前 2 组, 固溶时效断口表面相对平整, 在内部存在沿晶界的粗大棱条状裂纹, 微断面之间高低起伏, 呈阶梯状分布。由高倍电镜 (图 10c₃) 观察到, 经固溶时效处理后 18Ni300 合金仍属于韧窝断裂机制, 但韧窝尺寸显著减小, 深度显著降低。第二相粒子尺寸明显减少, 绝大部分为亚微米级, 呈现球形或颗粒状, 并均匀分布在晶界或韧窝中。

通过 EDS 点扫对第二相粒子和非第二相粒子区域进行分析, 结果如图 11 所示。亮灰色球形沉淀中 Mo 元素和 Ti 元素的强度明显高于其他区域, 结合其他学者的研究及微观组织中对元素偏析部位的分析, 进一步证明第二相强化颗粒主要为 Ni₃Mo 和 Ni₃Ti。

Ni₃X 型第二相沉淀弥散分布在基体中, 具有阻碍位错移动、强化基体的作用。根据奥罗万 (E. Orowan) 机制 (图 12), 由于第二相粒子具有更高的硬度和强度, 当基体受到拉应力而产生位错移动时, 第二相粒子便会对其产生阻碍。随着应力的增强, 位错线弯曲穿过第二相粒子继续移动, 在原粒子周围形成位错环, 导致位错数量增加^[29]。由此可见, 当新的位错线经过时, 原第二相粒子及其位错环对其进一步阻碍, 大大增强了材料的强度。位错线绕过第二相所需的最大切应力的计算见式 (1)。

$$\tau = \frac{G \cdot b}{\lambda} \quad (1)$$

式中: G 为集体剪切模量; b 为伯氏矢量; λ 为第二相沉淀间距。指定材料的 G 、 b 均为常数, 因此沉淀强化的效果与沉淀粒子间距成反比。经固溶时效

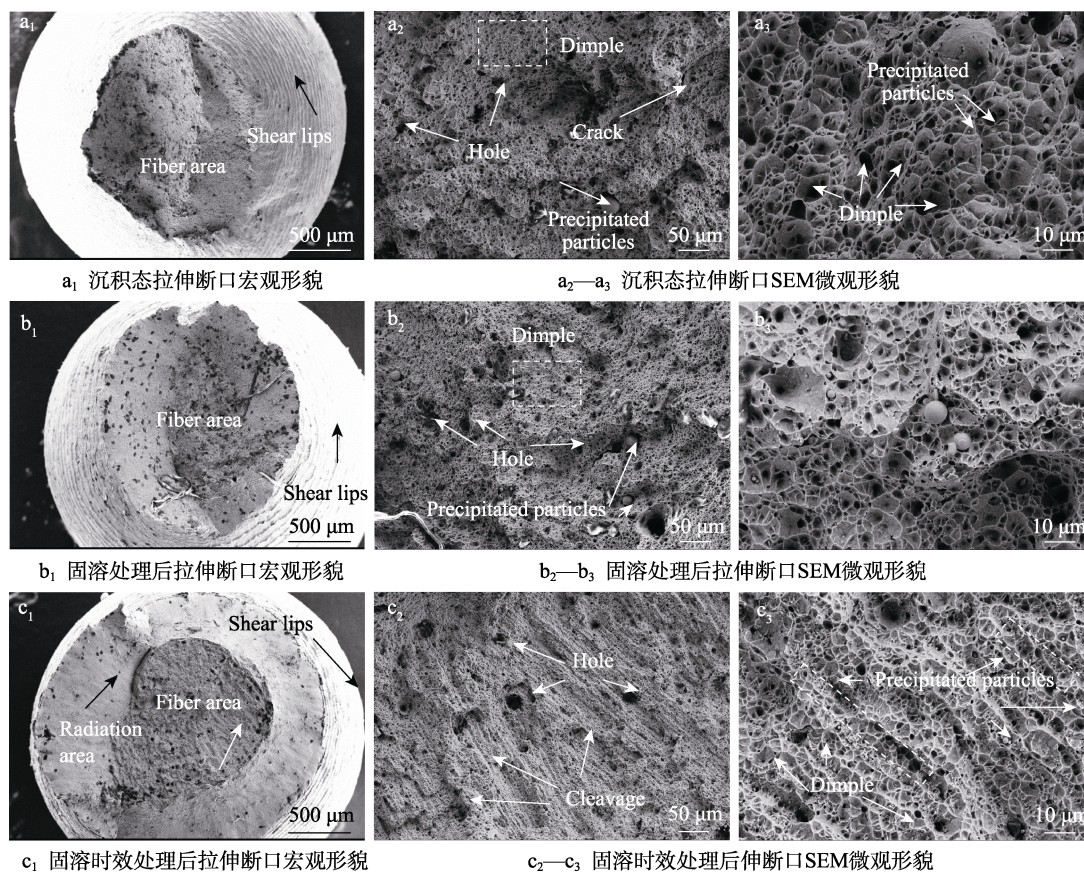


图 10 拉伸断口形貌

Fig.10 Tensile fracture morphology: a₁) macroscopic morphology of as-built tensile fracture; a₂-a₃) SEM micromorphology of as-built tensile fracture; b₁) macroscopic morphology of tensile fracture after ST; b₂-b₃) SEM micromorphology of tensile fracture after ST; c₁) macroscopic morphology of tensile fracture after ST+AT; c₂-c₃) SEM micromorphology of tensile fracture after ST+AT

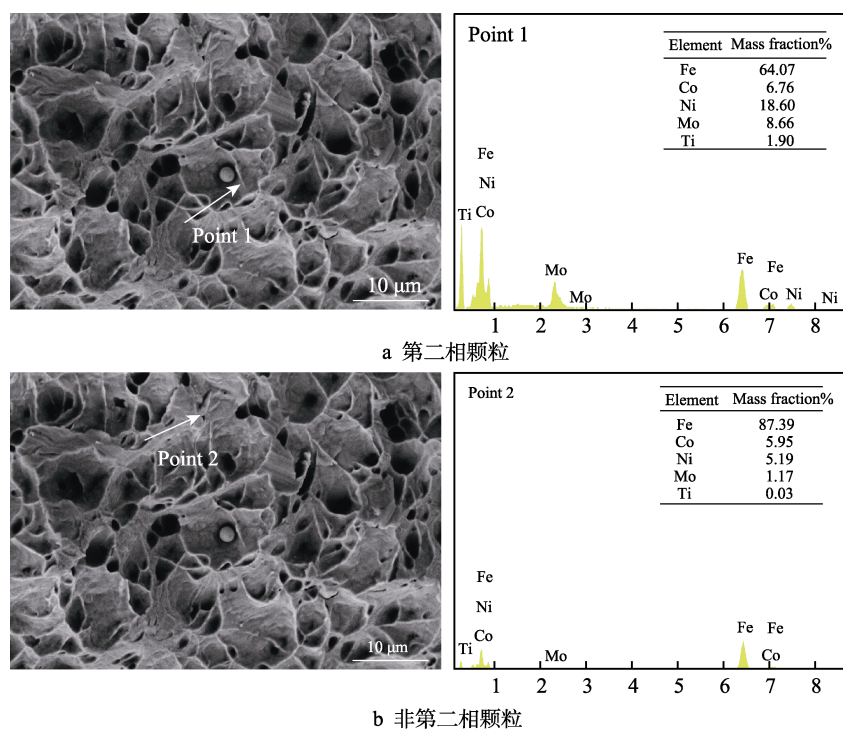


图 11 沉积态 18Ni300 拉伸断口点扫结果

Fig.11 EDS point scanning of as-built 18Ni300 tensile fracture: a) second phase particle; b) non-second phase particle

处理后, 第二相析出增多, 且均匀弥散, 有效地强化了基体阻碍位错移动, 因此强度显著提升。

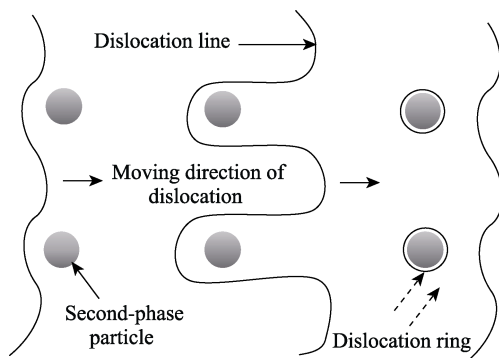


图 12 第二相沉淀强化机制示意图
Fig.12 Schematic diagram of the second phase precipitation strengthening mechanism

3 结论

1) 从枝晶形态上看, 沉积态 18Ni300 合金主要由柱状晶和胞状晶组成。EDS 显示, 枝晶间呈现亮灰色, 为 Ni_3Mo 、 Ni_3Ti 等化合物的聚集区域, 基体元素分布不均。采用 LMD 制备的 18Ni300 的强度较弱、韧性良好, 其断口形貌以韧窝为主, 拉伸断裂方式为韧性断裂, 在断口处观察到较大尺寸的规则球形第二相沉淀。

2) 固溶处理使得杂质相、合金元素均匀溶解在高温奥氏体中, 在快速凝固后形成了均匀稳定的马氏体组织, 熔池边界线消失。材料的抗拉强度减小、塑性提升, 断口中第二相沉淀数量明显增加, 大部分分布在韧窝中, 但沉淀尺寸减小, 断裂方式为典型韧性断裂。

3) 经固溶时效处理后, 元素分布更加均匀, 原有的枝晶形貌基本消失, 第二相大量析出, 主要以 Ni_3Mo 和 Ni_3Ti 化合物形态弥散分布在基体中, 在断口中观察到第二相沉淀呈亚微米级别的球形或颗粒状分布在晶界中。相较于沉积态, 其抗拉强度达到 1 404.6 MPa, 提升了约 112.14%, 伸长率为 7.80%, 降低了约 36.72%, 断裂方式为韧性断裂, 但塑性降低。

参考文献:

[1] 赖莉, 徐震霖, 何宜柱. 热处理对 SLM 18Ni300 马氏体时效钢组织及腐蚀性能的影响[J]. 表面技术, 2019, 48(12): 328-335.
LAI Li, XU Zhen-lin, HE Yi-zhu. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Corrosion Properties of SLM 18Ni300 Maraging Steel[J]. Surface Technology, 2019, 48(12): 328-335.

[2] SONG Jun, TANG Qian, FENG Qi-xiang, et al. Effect of

Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Behaviours of 18Ni-300 Maraging Steel Manufactured by Selective Laser Melting[J]. Optics & Laser Technology, 2019, 120: 105725.

- [3] YAO Yong-zhen, HUANG Yu-hua, CHEN Bo, et al. Influence of Processing Parameters and Heat Treatment on the Mechanical Properties of 18Ni300 Manufactured by Laser Based Directed Energy Deposition[J]. Optics & Laser Technology, 2018, 105: 171-179.
- [4] LI Gan, GUO Cheng, GUO wen feng, et al. Influence of Selective Laser Melting Process Parameters on Densification Behavior, Surface Quality and Hardness of 18Ni300 Steel[J]. Key Engineering Materials, 2020, 861: 77-82.
- [5] 刘志宏, 刘元富, 张乐乐, 等. 激光熔化沉积 TiC/CaF₂/Inconel 718 复合材料的组织及高温摩擦磨损性能[J]. 中国激光, 2020, 47(1): 129-135.
LIU Zhi-hong, LIU Yuan-fu, ZHANG Le-le, et al. Microstructure and High-Temperature Friction and Wear Properties of TiC/CaF₂/Inconel 718 Composite Fabricated Using Laser Melting Deposition Technique[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(1): 129-135.
- [6] 方艳, 贾晓慧, 雷剑波, 等. 激光熔化沉积 60wt.%不同粒径 WC 复合 NiCu 合金耐磨性及电化学腐蚀性能[J]. 复合材料学报, 2022, 39(7): 3498-3509.
FANG Yan, JIA Xiao-hui, LEI Jian-bo, et al. Wear Resistance and Electrochemical Corrosion Properties of 60wt.% Coarse and Fine WC Composite NiCu Alloy by Laser Melting Deposition[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2022, 39(7): 3498-3509.
- [7] ZHENG Dan, LI Rui-di, YUAN Tie-chui, et al. Microstructure and Mechanical Property of Additively Manufactured NiTi Alloys: A Comparison between Selective Laser Melting and Directed Energy Deposition[J]. Journal of Central South University, 2021, 28(4): 1028-1042.
- [8] 郝云波, 母天翼, 钱明明, 等. 激光熔化沉积钛合金工艺及组织和性能研究[J]. 应用激光, 2021, 41(4): 805-813.
HAO Yun-bo, MU Tian-yi, QIAN Ming-ming, et al. Research on Forming Process, Microstructure and Properties of Laser Melting Deposited Titanium Alloy[J]. Applied Laser, 2021, 41(4): 805-813.
- [9] ZHANG H, ZHANG C H, WANG Q, et al. Effect of Ni Content on Stainless Steel Fabricated by Laser Melting Deposition[J]. Optics & Laser Technology, 2018, 101: 363-371.
- [10] 霍浩, 张安峰, 齐振佳, 等. 硼变质激光熔化沉积 TC4 的低周疲劳性能[J]. 中国激光, 2020, 47(12): 85-93.
HUO Hao, ZHANG An-feng, QI Zhen-jia, et al. Low-Cycle Fatigue Performance of Boron-Modified TC4 Deposited by Laser Melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(12): 85-93.
- [11] 顾冬冬, 张红梅, 陈洪宇, 等. 航空航天高性能金属材料构件激光增材制造[J]. 中国激光, 2020, 47(5): 32-55.
GU Dong-dong, ZHANG Hong-mei, CHEN Hong-yu,

- et al. Laser Additive Manufacturing of High-Performance Metallic Aerospace Components[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(5): 32-55.
- [12] 李文涛, 周正干. 激光增材制造钛合金构件的阵列超声检测方法研究[J]. 机械工程学报, 2020, 56(8): 141-147.
- LI Wen-tao, ZHOU Zheng-gan. Research on Ultrasonic Array Testing Methods of Laser Additive-Manufacturing Titanium Alloy[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2020, 56(8): 141-147.
- [13] 齐海波, 张云浩, 冯校飞, 等. 多元合金激光增材制造凝固组织演变模拟[J]. 焊接学报, 2020, 41(5): 71-77.
- QI Hai-bo, ZHANG Yun-hao, FENG Xiao-fei, et al. Simulation of Solidification Microstructure Evolution in Laser Addition Manufacturing of Multicomponent Alloy[J]. Transactions of the China Welding Institution, 2020, 41(5): 71-77.
- [14] WANG Chang-yu, LUO Kai-yu, BU Xing-yu, et al. Laser Shock Peening-Induced Surface Gradient Stress Distribution and Extension Mechanism in Corrosion Fatigue Life of AISI 420 Stainless Steel[J]. Corrosion Science, 2020, 177: 109027.
- [15] 田杰, 黄正华, 戚文军, 等. 金属选区激光熔化的研究现状[J]. 材料导报, 2017, 31(S1): 90-94.
- TIAN Jie, HUANG Zheng-hua, QI Wen-jun, et al. Research Progress on Selective Laser Melting of Metal[J]. Materials Review, 2017, 31(S1): 90-94.
- [16] 杜磊. 激光熔化沉积镍基高温合金热力学行为及组织和应力研究[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2019: 4-7.
- DU Lei. Investigation on Thermomechanical Behavior, Microstructure and Stress of Laser Melting Depositing Nickel-Based Superalloys[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2019: 4-7.
- [17] 陈志茹, 计霞, 楚瑞坤, 等. 热处理工艺对激光熔化沉积 TC4 钛合金组织性能的影响[J]. 金属热处理, 2018, 43(11): 144-149.
- CHEN Zhi-ru, JI Xia, CHU Rui-kun, et al. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Properties of TC4 Titanium Alloy by Laser Melting Deposition[J]. Heat Treatment of Metals, 2018, 43(11): 144-149.
- [18] CHEN Bo, HUANG Y, GU Tao, et al. Investigation on the Process and Microstructure Evolution during Direct Laser Metal Deposition of 18Ni₃₀₀[J]. Rapid Prototyping Journal, 2018, 24(1): 964-972.
- [19] 黄玉山, 谭超林, 马文有, 等. 热处理对选区激光熔化马氏体时效钢组织和性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2017, 38(11): 59-64.
- HUANG Yu-shan, TAN Chao-lin, MA Wen-you, et al. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Properties of Selective Laser Melting Maraging Steel[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2017, 38(11): 59-64.
- [20] 金赞. 选区激光熔化 18Ni300 成形及热处理前后组织与性能的研究[D]. 兰州: 兰州理工大学, 2019: 56-57.
- JIN Yun. Research on Microstructures and Properties of Selective Laser Melting 18Ni300 and Heat Treatment[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2019: 56-57.
- [21] BAI Yu-chao, WANG Di, YANG Yong-qiang, et al. Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Maraging Steel by Selective Laser Melting[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 760: 105-117.
- [22] 白玉超. 马氏体时效钢激光选区熔化成型机理及其可控性研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2018: 25.
- BAI Yu-chao. Research on the Mechanism and Properties Controllability of Selective Laser Melting of Maraging Steel[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2018: 25.
- [23] 王邦杰. 实用模具材料与热处理速查手册[M]. 北京: 机械工业出版社, 2014: 455-473.
- WANG Bang-jie. Practical Quick Check Manual for Mould Materials and Heat Treatment[M]. Beijing: China Machine Press, 2014: 455-473.
- [24] GUO W F, GUO C, ZHU Qiang. Heat Treatment Behavior of the 18Ni300 Maraging Steel Additively Manufactured by Selective Laser Melting[J]. Materials Science Forum, 2018, 941: 2160-2166.
- [25] POPOVICH V A, BORISOV E V, POPOVICH A A, et al. Functionally Graded Inconel 718 Processed by Additive Manufacturing: Crystallographic Texture, Anisotropy of Microstructure and Mechanical Properties[J]. Materials & Design, 2017, 114: 441-449.
- [26] CASATI R, LEMKE J, TUISSI A, et al. Aging Behaviour and Mechanical Performance of 18-Ni 300 Steel Processed by Selective Laser Melting[J]. Metals, 2016, 6(9): 218.
- [27] YIN Shuo, CHEN Chao-yue, YAN Xing-chen, et al. The Influence of Aging Temperature and Aging Time on the Mechanical and Tribological Properties of Selective Laser Melted Maraging 18Ni-300 Steel[J]. Additive Manufacturing, 2018, 22: 592-600.
- [28] 闫泰起, 唐鹏钧, 陈冰清, 等. 能量密度对激光选区熔化成形 AlSi₁₀Mg 合金缺陷及力学性能的影响[J]. 机械工程学报, 2020, 56(24): 96-105.
- YAN Tai-qi, TANG Peng-jun, CHEN Bing-qing, et al. Effect of Energy Density on Defects and Mechanical Properties of AlSi₁₀Mg Alloy Fabricated by Selective Laser Melting[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2020, 56(24): 96-105.
- [29] 胡赓祥, 蔡珣, 戎咏华. 材料科学基础[M]. 3 版. 上海: 上海交通大学出版社, 2010: 96-97.
- HU Geng-xiang, CAI Xun, RONG Yong-hua. Fundamentals of materials science[M]. 3rd ed. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University Press, 2010: 96-97.