

激光熔化沉积 AerMet 100 耐蚀超高强度钢的 凝固组织及力学性能*

颜 敏 张述泉 王华明

(北京航空航天大学材料学院, 北京 100083)

摘 要 利用激光熔化沉积技术制备了 AerMet 100 耐蚀超高强度钢薄壁板状试样. 结果表明, 试样具有细小均匀、无侧向分枝的快速凝固胞状组织及优异的力学性能, 其室温下的纵向和横向抗拉强度分别达到 1464 和 1402 MPa, 延伸率分别达到 20.3% 和 29.7%. 讨论了往复扫描激光熔化沉积过程中“之”字形胞状组织的凝固过程, 并建立了基于胞晶择优外延生长的物理模型.

关键词 超高强度钢, 激光熔化沉积, 显微组织, 力学性能

中图法分类号 TG142, TG665 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(2007)05-0472-05

SOLIDIFICATION MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF CORROSION-RESISTANT ULTRA-HIGH STRENGTH STEEL AerMet 100 FABRICATED BY LASER MELTING DEPOSITION

YAN Min, ZHANG Shuquan, WANG Huaming

School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100083

Correspondent: WANG Huaming, professor, Tel: (010)82317102, E-mail: wanghm@buaa.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.50331010 and 50625413)

Manuscript received 2006-09-26, in revised form 2007-01-15

ABSTRACT The corrosion resistant ultrahigh strength steel AerMet 100 with thin plate form was fabricated by laser melting deposition manufacturing. The laser as-deposited plate-like sample has a rapidly solidified “zig-zag” full cellular structure and excellent room-temperature mechanical properties. The longitudinal and transverse tensile strengths of the sample reached 1464 and 1402 MPa, and elongations 20.3% and 29.7%, respectively. The solidification mechanism was discussed and a physical model based on selective epitaxial cell growth was proposed for explaining the formation of the zig-zag structure.

KEY WORDS ultra-high strength steel, laser melting deposition manufacturing, microstructure, mechanical property

目前, 超高强度钢已大量应用于火箭发动机外壳、飞机起落架及防弹装甲等关键构件. 其中, 新型二次硬化耐蚀超高强度钢 AerMet 100 (其名义化学成分(质量分数, %)为: C 0.23, Cr 3, Ni 11.1, Co 13.4, Mo 1.2), 具有强度高、断裂韧性好、耐腐蚀及抗应力腐蚀开裂等优点, 已成功应用于隐形战斗机 F-22 及舰载机 F-18 的起落架等飞机关键部件, 同时该钢还取代了 300M, AF 1410 以及 AISI 4340 等传统超高强度钢应用于飞机制动钩锚

杆和紧固件等重要零部件^[1-4].

但是, 由于 AerMet 100 超高强度钢的合金化程度很高, 合金元素成分控制范围很窄, 合金纯净度要求高, 钢中微量杂质元素含量非常低, 材料熔炼制备与零部件成形制造工艺复杂、技术难度大, 制约了该材料发展和应用.

激光熔化沉积快速成形技术, 利用快速原型制造技术在无需任何模具和工装条件下快速成型任意形状零部件的基本原理, 在金属零部件 CAD 实体模型离散切片数据计算机数控系统驱动下, 以快速凝固激光材料制备技术为手段, 通过金属材料的激光逐层熔化-快速凝固逐层沉积, 直接制备成形出细小致密、成分均匀、性能优异、具有快速凝固组织的高性能金属材料及其近净成形的零部件^[5,6], 特别适用于航空航天领域中难熔、难加工等高

* 国家自然科学基金项目 50331010 和 50625413 资助

收到初稿日期: 2006-09-26, 收到修改稿日期: 2007-01-15

作者简介: 颜 敏, 女, 1982 年生, 硕士

性能金属材料的制备及其复杂零部件的成形制造,是材料制备科学与先进制造技术交叉学科领域的新方向之一。

这种先进材料制备与复杂零部件直接近终成形一体化技术,目前已经成为材料制备科学与先进制造技术前沿热点研究方向,有关钛合金、镍基高温合金、奥氏体不锈钢等材料,激光快速成形的研究已有大量报道。瑞士洛桑理工学院 Gaumann 等^[7]对激光快速成形镍基高温合金的显微组织以及性能进行了深入的研究,并将该技术用于单晶叶片成形与修复。美国 AeroMat 公司激光快速成形制造的 Ti6Al4V 等钛合金飞机零部件,已用于舰载机 F/A18 及第 4 代飞机 F-22 等,且大幅度降低了制造成本,缩短了生产周期^[8,9]。国内北京航空航天大学亦已实现激光熔化沉积成形 TA15 钛合金结构件在飞机上的装机应用^[6]。

迄今为止,有关超高强度钢激光熔化沉积的研究却尚未见报道,而激光熔化沉积成形制造技术的独特优点,为高性能 AerMet 100 高合金化耐蚀超高强度钢的制备与成形提供了一条新途径。本工作采用激光熔化沉积快速成形技术,制备了 AerMet 100 超高强度钢薄壁板状试样并对其凝固组织及力学性能进行了初步的研究。

1 实验方法

激光熔化沉积材料制备与成形在配有三轴联动四坐标数控加工机床的 8 kW 横流连续 CO₂ 激光材料加工与快速成形成套系统上进行,采用粒度为 45—250 μm 的真空熔炼 / 氩气雾化 AerMet 100 钢粉作为原材料,其化学成分(质量分数,%)为: Co 13.67, Ni 11.26, Cr 3.39, Mo 1.22, C 0.096, Si 0.031, Mn 0.016, Al 0.014, N 0.0077, S 0.005, O 0.0073, Fe 余量。激光熔化沉积过程中成形腔内保持高纯氩气保护性气氛,通过高功率激光束对同轴输送的 AerMet 100 粉末进行逐层熔化沉积,工艺参数如下:激光束功率为 3500—3700 W,光斑直径为 2.5 mm,光束扫描速度为 200 mm/min,单层沉积生长高度约为 0.3 mm。最终薄壁板状试样的成形尺寸为 200 mm×150 mm×3 mm。

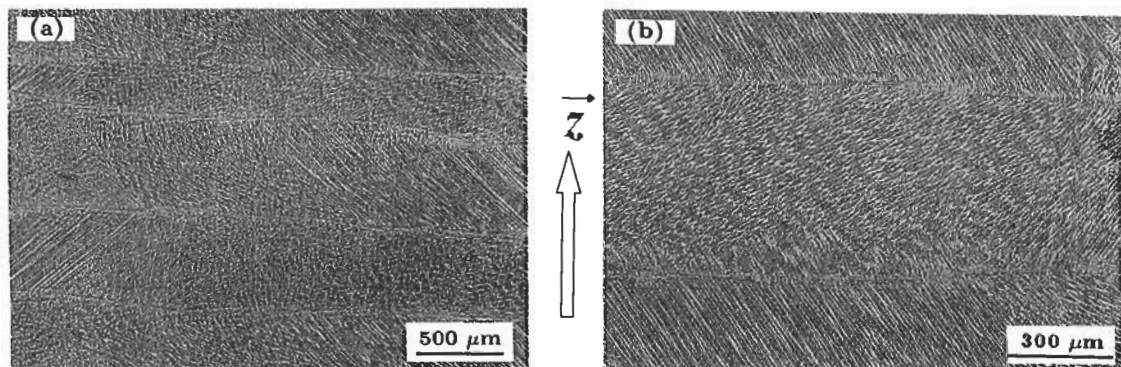


图 2 激光熔化沉积 AerMet 100 钢薄壁板纵向侧面 ($y-z$ 面) 显微组织的 OM 照片

Fig.2 Low (a) and high magnification (b) OM micrographs of the $y-z$ section of the laser melting deposited AerMet 100 steel thin wall sample, showing “zig-zag” cell-like microstructure

采用 BX51M OLYMPUS 光学金相显微镜、JSM-5800 扫描电镜、MH-6 型半自动显微硬度计及 JXA-8100 型电子探针,观察、分析和测试了激光熔化沉积 AerMet 100 钢的显微组织、断口、显微硬度及合金元素凝固偏析。采用板状拉伸试样在 SANS CMT 5105 型微机控制电子万能试验机上测试其横向(即激光扫描方向)及纵向(即沉积增长方向)的力学性能,拉伸时采用位移控制,加载速率为 0.5 mm/min。

2 实验结果与分析

2.1 凝固组织

由图 1 可见,激光熔化沉积制备成形的 AerMet 100 超高强度钢薄壁板状试样的形状较规则,表面较光洁,无氧化及裂纹等缺陷。

图 2a, b 示出薄壁板状试样纵向侧面 ($y-z$ 面) 的金相组织。由于 AerMet 100 钢的结晶温度间隔很小,激光逐层熔化快速成形过程中凝固冷却速度及温度梯度均很高,其组织为典型的外延生长快速凝固胞状组织;由于采用激光往复扫描方式,板状试样具有细小、均匀的“之”字形快速凝固胞状组织。

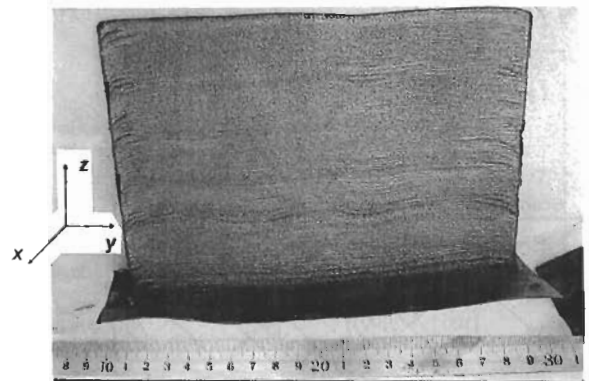


图 1 激光熔化沉积 AerMet 100 超高强度钢薄壁板状试样
Fig.1 Appearance of the wall-like sample of laser melting deposited ultrahigh strength steel AerMet 100

在激光往复扫描逐层熔化沉积成形过程之中, Aer-Met 100 钢“之”字形胞状快速凝固组织形成示意图如图 3 所示. 由于在激光熔化沉积成形过程中, 激光功率密度很大 ($\approx 4.2 \times 10^8 - 4.44 \times 10^8 \text{ W/m}^2$), 熔池温度很高, 特别是温度梯度很大, 故熔池金属的凝固实质上是一个以熔池底部晶粒为异质衬底的外延生长过程. 而试样或零部件的激光熔化逐层沉积过程, 实质就是移动熔池中金属逐层外延生长增高的过程.

根据晶体生长理论^[10], 对于具有面心立方结构的奥氏体, 胞晶(枝晶)的择优生长方向是 $\langle 100 \rangle$ 晶向. 通常情况下, 胞晶生长受热流方向影响较大, 但是有研究结果表明^[11], 胞晶的生长方向有时也取决于择优取向, 晶轴沿 $\langle 100 \rangle$ 生长, 热流不改变晶轴生长方向, 只是选择 3 个 $\langle 100 \rangle$ 方向中与热流方向夹角最小的一个方向生长.

当激光束向前扫描时(如图 3a 所示), 由于 3 个 $\langle 100 \rangle$ 晶向中的 1 个(在本模型中假定为 $[100]$ 方向)与热流方向最为接近而得以优先生长, 而另外 2 个 $\langle 100 \rangle$ 晶向被完全抑制, 因而在该沉积层中形成了 $[100]$ 取向的胞状凝固组织. 而在如图 3b 所示激光束反向扫描过程中, 由于热流方向的改变, 此时另 1 个 $\langle 100 \rangle$ 晶向(在本模型中假定为 $[001]$ 方向)与热流方向之间夹角最小而得以优先外

延生长, 而 $[100]$ 生长方向受到完全抑制, 因而该沉积层形成了沿 $[001]$ 方向生长的胞状晶. 激光逐层熔化沉积过程中激光束扫描方向的往复交替, 使得胞状晶外延生长过程中两个择优生长方向(同为 $\langle 100 \rangle$ 晶向)也逐层交替向, 因而激光熔化沉积 AerMet 100 超高强度钢形成了快速凝固外延生长“之”字胞状组织. 由于熔池中熔体的强烈对流运动, 部分胞晶可能发生弯曲或断裂, 少量未完全熔化的粉末也有可能成为形核核心, 因而上述“之”字形胞状组织存在胞晶非规则取向及少量等轴晶.

图 4a, b 分别为所成形薄壁板的横截面 ($x-y$ 面) 及纵向侧面 ($y-z$ 面) 凝固组织的金相及扫描电镜照片. 由于激光熔化沉积过程中很高的凝固冷却速度温度梯度, 加之 AerMet 100 钢结晶温度区间很小, 外延生长凝固时糊状区被高度压缩, 胞晶侧向分枝的发展即胞一枝转变过程受到了强烈抑制, 因而最终激光熔化沉积 AerMet 100 钢薄壁板状试样从底部到顶部都具有均匀、细小的完全无侧向分枝的快速凝固胞状组织, 胞晶间距介于 $10-15 \mu\text{m}$ 之间.

胞晶和胞晶间 7 种主要合金元素 (Ni, Mn, Si, Cr, Mo, Co, Al) 含量的电子探针分析测试结果见表 1. 从表可见, 尽管凝固冷却速度很高, 胞状快速凝固组织细小、均匀, 但各合金元素在胞晶尺度范围内仍存在比较明显的胞状偏析, 且在胞壁区域的含量均高于胞干内的含量.

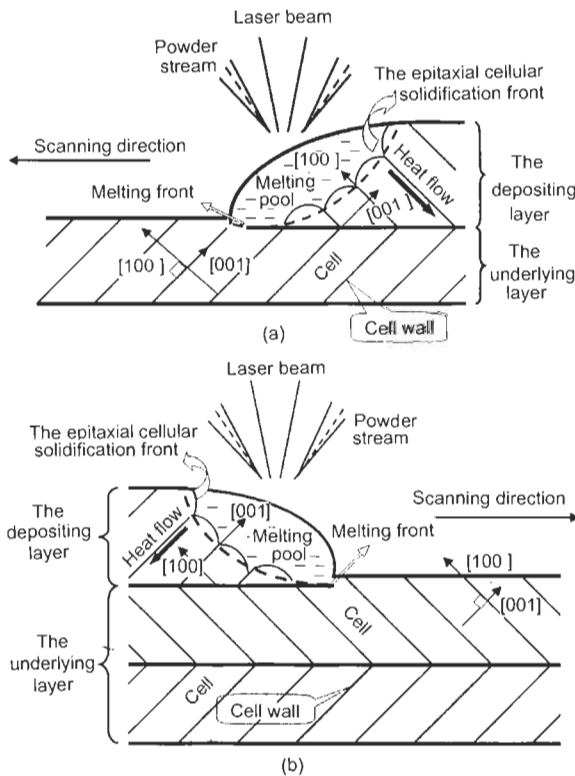


图 3 往复扫描激光熔化逐层沉积过程中 AerMet 100 钢“之”字形胞状组织凝固模型

Fig.3 Solidification model of formation of the “zig-zag” full cellular structure during reciprocating scan laser melting deposition process (a) forward scanning (b) backward scanning

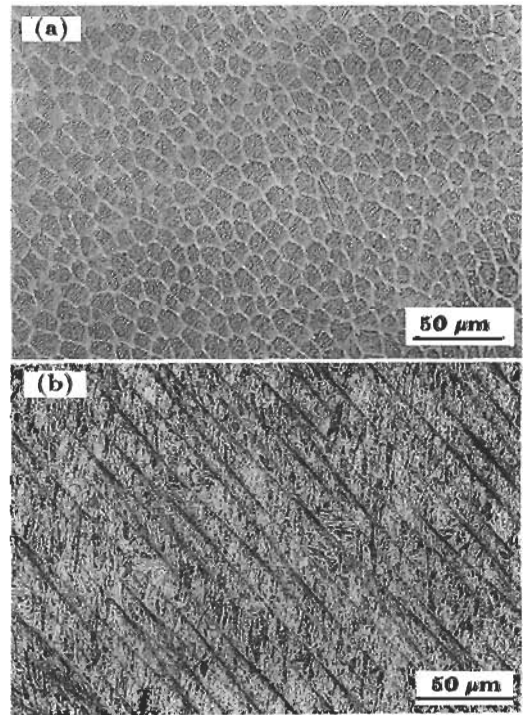


图 4 激光熔化沉积成形 AerMet 100 钢薄壁板高倍胞状凝固组织形貌

Fig.4 Morphologies of cell-like structure observed on $x-z$ (a) and $y-z$ (b) sections of the laser deposited AerMet 100 steel sample

表 1 胞干及胞壁区域合金元素含量的电子探针分析结果

Table 1 EPMA results in cell and at cellular wall

Position	(mass fraction, %)						
	Ni	Mn	Si	Co	Cr	Al	Mo
Cell	10.564	0.019	0.064	13.654	2.480	0.013	0.719
Cellular wall	11.776	0.031	0.113	13.948	3.585	0.017	1.976

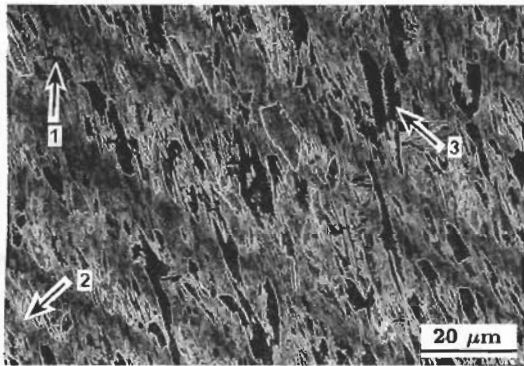


图 5 激光熔化沉积成形 AerMet 100 钢薄壁板状试样纵向侧面 ($y-z$ 面) 的显微组织 SEM 照片

Fig.5 SEM micrograph of longitudinal section of the laser deposited AerMet 100 steel sample, showing the martensitic structure (1—Cell, 2—Cell wall, 3—Lath-like martensite)

合金元素在凝固过程中的溶质再分配是产生偏析的根本原因, 枝(胞)晶偏析的程度是由元素的溶质分配系数 K 所决定^[12]. 对于分配系数 $K < 1$ 的元素, 凝固溶质排出并富集于液-固界面前沿液相中, 造成液相溶质含量升高. 由于 Ni 等 7 种合金元素的 K 值均小于 1, 在本工作激光熔化沉积快速凝固过程中, 这些元素均在固-液界面前沿液相中富集, 因而最后凝固的胞壁部位的合金元素含量均较先凝固的胞干部位的高.

由电子探针 (EPMA) 分析结果可知, 主要的合金元素在胞干和胞壁区域的分布并不均匀, 这也是造成组织组成相分布不均的根本原因. 结合 AerMet 100 钢显微组织的 SEM 照片 (见图 5)、XRD 图 (见图 6) 及硬度测试结果 (见图 7) 可知, 激光熔化沉积成形 AerMet 100 超高强度钢的组织组成相主要为板条状马氏体及极少量残余奥氏体, 但由于激光熔化沉积所采用的合金粉末 C 含量很低, 残余奥氏体含量较少, 并且所成形试件表现出很强的凝固组织, 故在 XRD 图 (图 6) 中未见奥氏体的衍射峰. 马氏体是由高温的初生奥氏体相在快速冷却过程中形成的, 在同一胞状晶内马氏体的取向基本一致, 这是因为在发生马氏体相变时, 具有共格界面的马氏体新相与奥氏体母相须保持固定的晶体学取向.

由图 7 可见, 激光熔化沉积 AerMet 100 超高强度钢薄壁板沿纵向 ($y-z$ 面) 方向的硬度 (载荷为 4.9 N, 加

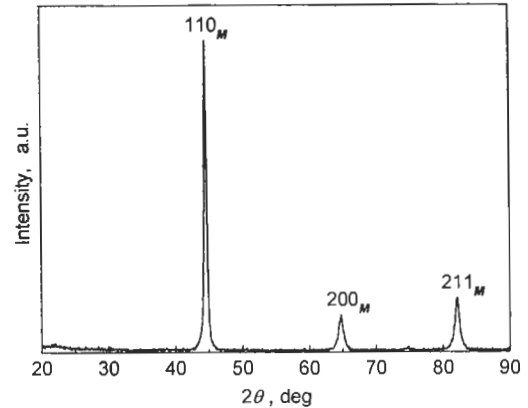


图 6 激光熔化沉积成形 AerMet 100 钢薄壁板状试样 XRD 分析结果

Fig.6 X-ray diffraction pattern of the laser melting deposited AerMet 100 steel sample

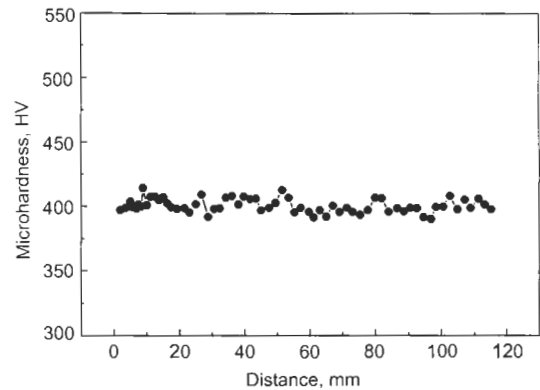


图 7 激光熔化沉积成形 AerMet 100 钢薄壁板状试样沿纵向侧面 ($y-z$ 面) 的硬度分布

Fig.7 Microhardness distribution of the laser deposited AerMet 100 steel sample along $y-z$ section

载时间为 10 s) 分布均匀, 平均硬度 $HV \approx 400$.

2.2 力学性能

激光熔化沉积态 AerMet 100 超高强度钢横向和纵向室温拉伸力学性能实验结果如表 2 所示. 从表可见, 激光熔化沉积态 (未进行固溶及时效等硬化处理) AerMet 100 钢室温拉伸力学性能优异并具有一定各向异性, 其纵向抗拉强度达到 1464 MPa (3 个试样的平均值, 下同), 断裂延伸率达 20.3%; 横向抗拉强度略低, 但仍达到 1402 MPa, 横向断裂延伸率高达 29.7%. 由于 AerMet 100 钢为碳化物沉淀强化超高强度钢, 抗拉强度虽未达到传统

锻造 AerMet 100 钢的强度水平 (1965 MPa), 这与未经过固溶、深冷、时效等热处理而析出碳化物强化有关. 可以预见, 如果进一步优化激光熔化沉积制造技术并采取合适的热处理工艺, 该技术还有很大的潜力大幅度提高所

制备零部件的力学性能.

图 8a, b 分别为横向和纵向试样拉伸断口的 SEM 照片. 其等轴韧窝的特征表明, 所制材料具有良好的韧性.

3 结论

(1) 激光熔化沉积制备的 AerMet 100 耐蚀超高强度钢薄壁板状试样具有细小、均匀且完全无侧向分枝的胞状快速凝固组织.

(2) 由于在激光往复扫描逐层熔化沉积过程中胞状晶外延生长出现两个 $\langle 100 \rangle$ 择优生长方向的交替取向, 故激光熔化沉积 AerMet 100 超高强度钢试样具有晶体择优取向性很强的“之”字形胞状快速凝固组织.

(3) 激光熔化沉积态 AerMet 100 超高强度钢试样的主要组成相为板条马氏体及少量残余奥氏体.

(4) 激光熔化沉积态 AerMet 100 超高强度钢试样具有优良的室温力学性能和一定各向异性, 其纵向和横向的平均抗拉强度分别达到 1464 和 1402 MPa, 延伸率分别达到 20.3% 和 29.7%.

表 2 激光熔化沉积态 AerMet 100 超高强度钢试样的室温拉伸力学性能

Table 2 Mechanical properties of the as-deposited AerMet 100 steel sample

Condition	Section	σ_b , MPa	δ , %
As-deposited	Transverse ($x-z$)	1312.88	25.2
		1442.59	35
		1452.20	29
	Longitudinal ($y-z$)	1318.85	20
		1550.21	20
Forged		1523.35	21
		1965	14

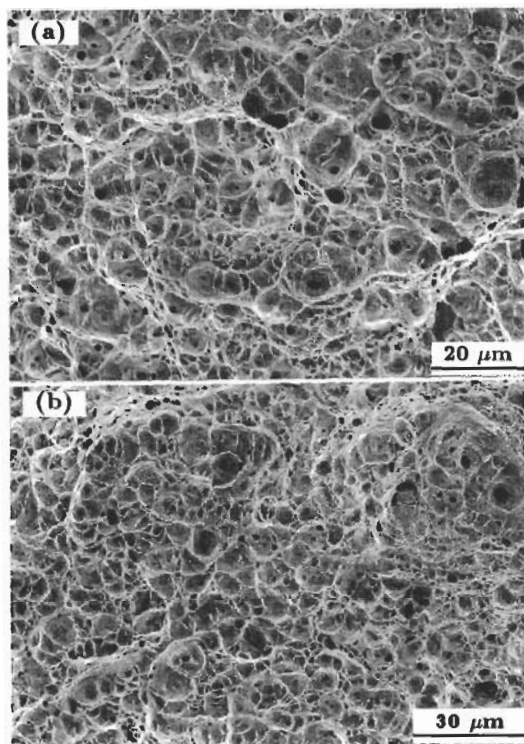


图 8 激光熔化沉积 AerMet 100 钢拉伸试样断口的扫描电镜照片

Fig.8 SEM morphologies of the tensile fracture surfaces along $x-z$ (a) and $y-z$ (b) sections of the as-laser deposited AerMet 100 steel sample

参考文献

- [1] Novotny P M, Maguire M. *Foundry Managem Technol*, 1993; 121(12): 33
- [2] Hemphill R M. *Steel Times*, 1995; 223(5): 191
- [3] Dahl J M, Novotny P M. *Adv Mater Processes*, 1999; 155(3): 23
- [4] Garrison W M. *JOM*, 1990; 42(5): 20
- [5] Wang H M, Zhang L Y, Li A, Cai L X, Tang H B, Lü X D. *World Sci-Technol R D*, 2004; 26(3): 27
(王华明, 张凌云, 李安, 蔡良续, 汤海波, 吕旭东. 世界科技研究与发展, 2004; 26(3): 27)
- [6] Wang H M, Zhang L Y, Li A, Cai L X, Tang H B. *J Beijing Univ Aeronaut Astronaut*, 2004; 30: 962
(王华明, 张凌云, 李安, 蔡良续, 汤海波. 北京航空航天大学学报, 2004; 30: 962)
- [7] Gaumann M, Henry S, Cleton F, Wagniere J D, Kurz W. *Mater Sci Eng*, 1999; A271: 232
- [8] Abbott D H. *Met Powder Rep*, 1998; 53(2): 24
- [9] Abbott D H, Arcella F G. *Adv Mater Processes*, 1998; 153(5): 29
- [10] Chang C E, Wilcox W R. *J Cryst Growth*, 1974; 21: 35
- [11] Yang S, Huang W D, Liu W J, Su Y P, Zhou Y H. *Acta Metall Sin*, 2001; 37: 571
(杨森, 黄卫东, 刘文今, 苏云鹏, 周尧和. 金属学报, 2001; 37: 571)
- [12] Liu Z Y, Li J G, Fu H Z. *Acta Metall Sin*, 1995; 31: 329
(刘忠元, 李建国, 傅恒志. 金属学报, 1995; 31: 329)