# 激光直接烧结 FGH95 合金的微观组织与性能

凡进军1,2 赵剑峰1

(<sup>1</sup>南京航空航天大学机电学院,江苏南京 210016 <sup>2</sup>张家界航空工业职业技术学院,湖南 张家界 427000)

基于直接激光金属烧结成形技术,UFGH95 镍基高温合金粉末为研究对象,讨论了烧结工艺参数对制件微 摘要 观组织、体积密度及显微硬度的影响。制件微观组织结构由等轴晶和枝状晶组成,在较高的激光功率、较低的扫描 速度和较小的扫描间距时,等轴晶数量减少,尺寸增加,而枝状晶数量多目晶粒细微。制件的体积密度随着激光功 率的提高而增大,随着扫描速率和扫描间距的增大而减小;随着激光功率和扫描速度的提高,制件的显微硬度呈先 降后升趋势;随着扫描间距的增大,制件的显微硬度呈递增趋势,在到达最大值时有明显的回落。采用激光功率为 900 W,扫描速度为 0.8 m/min,扫描间距为 0.6 mm 以及粉层厚度为 0.9 mm 的参数组合,可获得表面平整、体积 密度高、晶粒均匀细小和无明显微观缺陷的制件,其显微硬度可达到 477 HV。

关键词 激光技术;直接激光金属烧结;微观组织;显微硬度;工艺参数

中图分类号 TG665 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL201138.0103003

## Microstructure and Mechanical Properties of Samples Prepared by **Direct Laser Metal Sintering with FGH95 Alloys**

Fan Jinjun<sup>1,2</sup> Zhao Jianfeng<sup>1</sup>

<sup>1</sup> College of Mechanical and Electrical Engineering, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing, Jiangsu 210016, China

<sup>2</sup> Zhangjiajie Aeronautical Engineering Vocational and Technical College, Zhangjiajie, Hunan 427000, China

Abstract Microstructure and mechanical performances of samples prepared by direct laser metal sintering (DLMS) technique with FGH95 superalloy were discussed. The experiment parameters that effected on the microstructure, the density and the micro-hardness of sample were analyzed systematically. Two kinds of crystal morphology appeared in the microstructure, one was equiaxial structure and the other was the dendrite structure. Size and number of these two kinds of crystal morphology varied with different parameters. The equiaxial structure has been trended to the dendrite structure and the density and micro-hardness of sample have been increased with the larger laser power, the slower scanning speed or the smaller scanning spacing in a certain range. In this certain range of parameters, a set of parameters, such as laser power of 900 W, scanning speed of 0.8 m/min, scanning spacing of 0.6 mm and thickness of 0.9 mm, have been achieved to fabricate an ideal sample that is provided with smooth sintering surface, fine crystal, higher micro-hardness and less micro-defect. The micro-hardness of the sample can reach 477 HV.

Key words laser technique; direct laser metal sintering; microstructure; micro-hardness; technology parameters OCIS codes 140.3390; 350.3390

1 引

直接激光金属烧结(DLMS)<sup>[1~3]</sup>是选择性激光

烧结技术(SLS)的一个重要发展方向,自从1991年 来,许多学者对一些预合金粉末进行了烧结研究工

#### 收稿日期: 2010-04-30; 收到修改稿日期: 2010-07-17

基金项目:南京航空航天大学基本科研业务费专项(NS2010144)和湖南省教育厅科研基金项目(10c341)资助课题。

作者简介:凡进军(1980一),男,硕士研究生,主要从事先进制造技术及数控技术等方面的研究。

E-mail: fjjnuaa@sina.com

言

导师简介:赵剑峰(1971-),男,教授,博士生导师,主要从事激光快速成形技术及纳米材料加工技术等方面的研究。 E-mail: zhaojf@nuaa.edu.cn

作[4~6]。研究表明,针对专用金属材料的 DLMS 研 究已经取得了一定的成果,如烧结件精度、材料特性 以及性能等均得到了很大的提高。但是对于一些特 殊的材料,如直接用于航空航天的高温合金、高性能 金属材料等的 DLMS 研究仍然存在着很多困难,如 成形件普遍存在致密度低、机械强度差和表面粗糙 度高等工艺缺陷。DLMS 过程是一个十分复杂的 非平衡短时物理冶金过程[7],它基于激光束的持续 移动扫描逐行、逐层烧结金属粉末的成形机制,这不 可避免地带来熔凝过程中材料的氧化、球化和收缩 等现象[8,9],这些现象与工艺参数的选择是密不可 分的。合理控制激光功率、扫描速度和扫描间距等 参数对烧结过程和成形质量有重要影响。本文在文 献[10]的研究基础上,通过单因素实验,进一步分析 各工艺参数对制件微观组织、体积密度和显微硬度 的影响,以得到具有理想性能的最佳工艺参数。

## 2 直接激光金属烧结实验

## 2.1 实验材料及设备

实验所用的粉末材料选用镍(Ni)基高温合金

粉末材料 FGH95, 粒度为 150 目(106  $\mu$ m)。激光器 选用美国 PRC 公司的 CO<sub>2</sub> 气体激光器, 激光模式 为 TEM<sub>01</sub>, 激光波长为 10.6  $\mu$ m, 激光光斑直径最 小为 0.3 mm, 最大输出功率为 2000 W, 功率 0~ 2000 W 连续可调。铺粉机构为自制专用铺粉装置, 最小铺粉厚度为 0.3 mm, 采用 LEO 1530VP 扫描 电镜对制件微观组织进行分析, 制件的体积密度采 用排水法测得, 质量与体积分别进行三次测量求其 平均值。质量采用量筒测得, 体积精度为 0.1 mL, 制件的显微硬度由 HXS-1000A 型显微硬度机测 定, 加载为 100 g, 保压 15 s。每个样品随机选择 5 个点测量, 求得平均值。

## 2.2 实验方法

以长宽分别为 100 mm,100mm,厚度为 8 mm 的 45<sup>#</sup> 钢为基板,用铺粉机构在基板上铺设一层 FGH95 粉末,激光以一定速度按照预定的轨迹扫描 照射整个粉层,完成烧结固化。一层烧结完成,激 光头上升一个粉层厚度的距离,重新铺设新粉,进行 下一层烧结,直至烧结完成<sup>[11]</sup>,实验参数如表 1 所 示。实验过程中无气氛保护,无预热装置。

表1 烧结实验参数

Tab	le	1	Process	parameters	of	DLMS
-----	----	---	---------	------------	----	------

Lecor power /W	Scanning rate /	Scanning interval /	Layering thickness of	Spot diameter /
Laser power / w	(m/min)	mm	powders /mm	mm
700~1000	0.6~1.2	0.4~1.2	0.6~0.9	1.2

## 3 实验结果与分析

### 3.1 激光功率

在扫描速度(0.6 m/min)、粉层厚度(0.6 mm)和 扫描间距(1.1 mm)确定的情况下,分析激光功率对 制件显微组织、体积密度和显微硬度的影响。

图 1 显示了激光功率 P 分别为 700 W 和1000 W 时样品微观组织形貌。由图可知,随着激光功率的增加,制件微观组织发生变化,由较低功率制件中的等 轴晶占多数转变为较高功率制件中的胞状枝晶占多 数,且胞状枝晶的尺寸呈减小趋势。在较大功率制件 中可见胞状枝晶呈明显的方向性,制件微观组织孔隙 增多,呈不规则网状结构。

图 2 显示了制件体积密度和微观硬度随激光功 率增加的变化趋势。随着激光功率的增加,烧结体 的体积密度增加,而显微硬度经过短暂的下降后,呈 逐渐增加趋势。

随着激光功率的增加,粉末获得更多的能量从

而使颗粒熔融更为充分,产生更多的液相能够充分 填充间隙和润湿固相,从而导致制件的体积密度持 续增加。在 DLMS 过程中,其快速凝固过程存在较 大温度梯度,有利胞状枝晶的生长<sup>[12]</sup>。在 FGH95 粉末中有质量分数为13%的铬元素,铬元素有利于 r'相形态立方形转变为树枝状<sup>[13]</sup>。随着激光功率的 增加,熔池的温度提高,其冷却时间延长,有利于胞 状枝晶的生长,从而更多的等轴晶生长为胞状枝晶。 然而,熔池温度随激光功率提高,其温度梯度减小, 由于晶粒尺寸正比于温度梯度及晶粒生长速度[14], 温度梯度的减小导致了胞状枝晶体积的减小。一般 来讲, 胞状枝晶的生长方向平行于温度梯度, 沿散热 方向相反的方向,因此其呈现明显的方向性[14]。当 激光功率过大时,部分液态金属达到气化温度而蒸 发逸出,产生以孔洞为主的微观缺陷,破坏了晶体生 长,形成了不规则的网状结构。



图 1 不同激光功率下制件的微观组织。(a),(b) P=700 W; (c),(d) P=1000 W Fig. 1 Microstructures of specimens under different laser powers. (a), (b) P=700 W; (c), (d) P=1000 W





在激光功率较小(700 W)时,制件微观组织晶 粒细小,以等轴晶为主,伴随少量的胞状枝晶,故其 显微硬度较高<sup>[15]</sup>。当激光功率增加到 800 W 时,在 体积密度增加的情况下,由于等轴晶晶粒过度长大, 微观硬度呈现降低趋势。当激光功率进一步增大 时,制件的体积密度持续增加,且微观组织由大尺寸 等轴晶向细小尺寸的胞状枝晶转变,制件微观硬度 呈持续增大趋势。

### 3.2 扫描速度

在激光功率(1000 W)、粉层厚度(0.6 mm)和扫描间距(1.1 mm)确定的情况下,分析扫描速度对烧结体显微组织、体积密度和显微硬度的影响,如图 3

所示。由图 3 可知,当扫描速度 v 较低(0.6 m/min) 时,烧结体晶体以胞状枝晶为主,晶粒粗大,并有少 量较细小微观空洞;随着扫描速度的加快,胞状枝晶 的比例减少,晶粒逐渐变得细小,并且微观孔隙成增 长趋势;当扫描速度增大到 1.2 m/min 时,微观孔 隙较多,制件微观组织呈不规则网状结构。

扫描速度对制件体积密度和显微硬度的影响趋势如图 4 所示。由图可知,随着扫描速度增加,制件的体积密度呈下降趋势。当扫描速度由 0.6 m/min 增加到 0.8 m/min时,烧结体的显微硬度有较大幅度的下降,然后,随着扫描速度的增加,制件显微硬度逐渐增加,但始终没有达到最大值。

粉体受激光照射的时间与扫描速度成反比<sup>[16]</sup>, 扫描速度增加,粉体的受热时间随之减少。当扫描 速度较小时,熔池中晶核有较为充足的时间生长。 同时,相对充足的液相填补了气相逸出产生的孔洞, 使得微观组织更为致密,微观孔隙相对较少。随着 扫描速度的增大,粉体受热时间的减少,晶体生长时 间和空间受到抑制,但熔池温度梯度也呈增大趋势, 较大的温度梯度有利于晶体的结晶,故胞状枝晶的 晶粒尺寸减小,晶粒数量增加,与此同时,由于液相 存在时间的减少,导致其无法充分填充气孔,微观孔 隙有所增加。当扫描速度更高时,粉体受热时间极 短,液相极不充分或几乎来不及填充空隙,晶粒生长



图 3 扫描速度对制件微观组织的影响。(a),(b) v=0.6 m/min; (c),(d) v=1.2 m/min Fig. 3 Microstructures of specimens under different scanning rates. (a), (b) v=0.6 m/min; (c), (d) v=1.2 m/min



图 4 扫描速度对烧结体体积密度和显微硬度的影响 Fig. 4 Effect of different scanning rates on the density

and the micro-hardness of specimens

区域受溢出气体影响或未熔化粉末颗粒原因而形成 呈不规则的网状微观组织形貌。

与引起晶粒尺寸增加相比,较低的扫描速度对 致密度的提升在微观硬度方面的影响中起主要作 用,故在较低的扫描速度下,微观硬度的值相对较 高。在扫描速度增加的过程中,晶粒尺寸变化和体 积密度变化在具体阶段所起作用不尽相同,在扫描 速度由 0.6 m/min 增加到 0.8 m/min 阶段,体积密 度下降的作用远大于晶粒尺寸减小的作用,故显微 硬度降低,在 0.8 m/min 之后,随着扫描速度的增 加,尽管体积密度持续下降,但晶粒尺寸减小的影响 已经占据主导作用,故微观硬度呈逐步增加趋势。

## 3.3 扫描间距

在激光功率(900 W)、扫描速度(0.8 m/min)和粉 层厚度(0.6 mm)等参数确定的情况下,分析扫描间距 S变化对烧结体体积微观组织、体积密度和显微硬度的 影响。

图 5 显示了不同扫描间距下制件的微观组织形 貌。当扫描间距较小,其重叠系数<sup>[17]</sup>大于 50%时, 相邻烧结线将受到多次激光照射,产生二次重熔,部 分发生三次融熔<sup>[9]</sup>,微观组织的胞状枝晶受到两次 以上热作用,从而获得持续长大的机会。相邻烧结 线相互搭接产生的熔融金属能够弥补气相逸出而产 生的微观缺陷,从而有利于烧结体的致密化进程。 随着扫描间距的增大,重叠系数等于或小于 50%, 烧结线受到二次以上热作用的机会减小,因此胞状 枝晶尺寸没有机会继续长大,相比较小的扫描间距, 晶粒尺寸较小,且其致密度没有明显改观。当扫描 间距达到 1.0 mm 时,重叠系数接近于 0%,相邻烧 结线间相互搭接较少,对已烧结线的热影响有限,从 而保持了初始烧结体细小的晶粒。但由于在烧结线 边缘液相较少,微观孔洞显著。

图 6 显示了随扫描间距增加,制件体积密度和 微观硬度的变化趋势。随着扫描间距的增加,制件 体积密度逐步降低,与此同时,制件的显微硬度呈递 增趋势,在扫描间距为 0.8 mm 时,微观硬度达到最



图 5 扫描间距对制件微观组织的影响。(a),(b) S=0.4 mm; (c),(d) S=1.0 mm

Fig. 5 Microstructures of specimens under different scanning intervals. (a), (b) S=0.4 mm; (c), (d) S=1.0 mm大值,然后下降。的比例和尺寸随工艺参数的不同而有所区别。



图 6 扫描间距对烧结体体积密度和显微硬度的影响 Fig. 6 Effect of different scanning intervals on the density and the micro-hardness of specimens

扫描间距的增加减少了相邻烧结线间致密化的 机会,同时微观缺陷增加,导致制件体积密度持续下 降,与此同时,由于晶粒受到多次热作用的机会减 少,其晶粒尺寸长大的机会也相应减少,制件显微硬 度总体呈递增趋势。扫描间距进一步增大(大于 0.8 mm),相邻烧结线实际上几乎无法达接,所受热 影响已不足以改变晶粒尺寸,烧结线之间存在的微 观缺陷是导致制件微观硬度突然下降的主要原因。

## 4 结 论

制件微观组织由等轴晶和胞状枝晶组成,制件 内胞状枝晶呈现明显的方向性。等轴晶和胞状枝晶 较高的激光功率、较低的扫描速度和较小的扫描间距为粉末材料的熔凝过程提供了较为充足的能量和较长的生长时间,由于粉末颗粒熔凝过程较为充分,产生更多的液相或多次热作用有助于润湿固相以及填充颗粒之间的间隙,减少制件微观缺陷,提高制件致密度,但同时也致使晶粒长大甚至过度长大。较高的致密度和较大的晶粒尺寸对于微观硬度的影响互相制约,在具体的参数组合中分别起主导作用。

#### 参考文献

- 1 X. C. Wang, T. Laoui, J. Bonse *et al.*. Direct selective laser sintering of hard metal powders: experimental study and simulation[J]. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2002, **19**(5): 351~357
- 2 R. Glardon, N. Karapatis, V. Romano. Influence of Nd:YAG parameters on the selective laser sintering of metallic powders[J]. *Annals of the CIRP*, 2001, **50**(1): 133~136
- 3 M. Agarwala, D. Bourell, J. Beaman et al.. Direct selective laser sintering of metals[J]. Rapid Prototyping Journal, 1995, 1(1): 22~36
- 4 S. Das, J. J. Beaman, M. Wohlert *et al.*. Direct laser freeform fabrication of high performance metal components [J]. *Rapid Prototyping Journal*, 1995, 4(3): 112~117
- 5 A. Simchi. On the development of direct metal laser sintering for rapid tooling [J]. J. Mater. Process. Technol., 2003, 141(3): 319~328
- 6 Y. Tang. Direct laser sintering of a copper-based alloy for creating three-dimensional metal parts[J]. J. Mater. Process. Technol., 2003, 140(1-3): 368~372
- 7 Fan Chunhua, Dong Lihua, Huang Kaixu. Analysis of

densification rate of Fe-C mixture powder forming with laser sintering [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(1): 137~141 范春华,董丽华,黄开旭. Fe-C 混合粉末激光烧结成形致密度分

- 泡春华, 重丽华, 黄井池, Fe-C 混合粉木激光烧结成形致密度分析[J]. 中国激光, 2008, **35**(1): 137~141
- 8 Zhao Jianfeng, Zhang Jianhua, Zhang Jianfeng *et al.*. Analysis on microstructure feature of Ni-alloy parts prepared by direct laser metal sintering[J]. *China Mechanical Engineering*, 2005, 16(3): 264~267

赵剑峰,张建华,张剑峰等. 镍合金激光直接烧结成形制件显微结构及微观缺陷[J]. 中国机械工程,2005,16(3):264~267

9 Zhang Jianhua, Zhao Jianfeng, Tian Zongjun et al.. Experimental research on selective laser sintering of nickel-based alloy powder[J]. China Mechanical Engineering, 2004, 15(5): 431~434

张建华,赵剑峰,田宗军等. 镍基合金粉末的选择性激光烧结试验研究[J]. 中国机械工程,2004,**15**(5):431~434

10 Gao Enmeng, Zhao Jianfeng, Liu Bingjun. Microstructure and mechanal property of samples prepared by DLMS with FGH95 powder[J]. *Heat Treatment Technology and Equipment*, 2009, **30**(3): 65~69

高恩猛,赵剑峰,刘炳军.FGH95 粉末激光直接烧结的微观组 织及力学性能[J]. 热处理技术与装备,2009,**30**(3):65~69

11 Gu Dongdong, Shen Yipu, Pan Yanfeng et al.. Research on mechanism of direct metal laser sintering [J]. J. Materials Engineering, 2004, 5: 42~47

顾冬冬,沈以赴,潘琰峰等.直接金属粉末激光烧结成形机制的研究[J].材料工程,2004,5:42~47

- 12 Wang Jiaxin, Huang Jirong, Lin Jianshenag. The Solidification and Control of Metals[M]. Beijing:China Machine Press, 1983. 6 王家炘,黄积荣,林建生. 金属的凝固及其控制[M]. 北京:机械 工业出版社, 1983. 6
- 13 Li Yuqing, Liu Jinyan. The Interstitial Phase of Superalloy at the Crystal Boundary [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1990. 3

李玉清,刘锦岩. 高温合金晶界间隙相[M]. 北京:冶金工业出版 社,1990.3

- 14 Chang Guowei, Wang Jianzhong. The Crystal Growth and Control in Metals Solidification Process [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2002. 3 常国威,王建中. 金属凝固过程中晶体生长与控制[M]. 北京: 冶金工业出版社,2002. 3
- 15 Chen Huifen. Physical Metallurgy and Heat Treatment [M]. Beijing:Metallurgical Industry Press, 2009. 2

陈惠芬. 金属学与热处理[M]. 北京:冶金工业出版社,2009. 2

- 16 Zhang Jianfeng. Study on Direct Selective Laser Sintering of Ni-Based Metallic Powder and Key Technologies [D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2002. 9 张剑峰. Ni 基金属粉末激光直接烧结成形及关键技术研究[D]. 南京:南京航空航天大学,2002.9
- 17 Shang Xiaofeng, Liu Weijun, Wang Tianran et al.. Scanning mode of the metal powder laser shaping [J]. Chinese J. Mechanical Engineering, 2005, 41(7): 99~102 尚晓峰,刘伟军,王天然等.金属粉末激光成形扫描方式[J]. 机械工程学报,2005, 41(7): 99~102