

液氩冷却对 316 L 激光金属直接成形零件组织和显微硬度的影响

贺斌 李涤尘 张安峰 鲁中良 付伟 路桥潘

(西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室, 陕西 西安 710054)

摘要 在激光金属直接成形过程中,为了使熔池在凝固时始终保持合理的温度梯度从而使成形件内部柱状晶组织自基板起从下到上延续生长,在成形 316 L 实体墙过程中采用液氩喷射冷却的方法降低成形件的温度;分析了液氩喷射冷却对实体墙金相组织和显微硬度的影响。结果显示,采用液氩喷射冷却能有效缓解激光金属直接成形过程中成形件内部的热积累现象,使柱状晶组织在实体墙内部从基板开始从下到上延续生长,一次枝晶间距最大处约为 12 μm ,并且提高了实体墙零件的显微硬度值。

关键词 激光技术;激光金属直接成形;液氩冷却;柱状晶;显微硬度

中图分类号 TG665 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201138.1003010

Influence of Liquid Argon Cooling on the Microstructure and Microhardness of 316 L Stainless Steel in Laser Metal Direct Forming

He Bin Li Dichen Zhang Anfeng Lu Zhongliang Fu Wei Lu Qiaopan

(State Key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, Shaanxi 710054, China)

Abstract In order to keep the proper temperature gradient of molten pool in the process of solidification and then make the columnar crystals grow from substrate during laser metal direct forming, the liquid argon is sprayed to the two sides to refrigerate entity-wall; and the influence of liquid argon cooling on microstructure and microhardness of 316 L stainless steel parts are investigated. It can be concluded from the experiments that heat accumulation can be reduced effectively, the most of columnar crystals grow from substrate continuously, the biggest primary spacing of dendrites is about 35 μm and the microhardness of entity-wall increases obviously.

Key words laser technique; laser metal direct forming; liquid argon cooling; columnar crystals; microhardness

OCIS codes 140.3390; 140.3320; 160.3900; 350.3390

1 引言

在激光金属直接成形(LMDF)过程中,成形零件的组织直接从基材外延生长并呈现强制柱状晶生长趋势,所以用激光金属直接成形方法制造涡轮叶片等要求内部组织为定向枝晶的零件能提高其使用性能^[1~6]。柱状晶的生长受多种因素的制约,特别是受熔池内部温度梯度和熔池凝固速度的影响比较大,随着熔覆层数的增加,熔池向基板的传热效率降

低,成形件内部热积累现象加重,熔池内部自上而下的温度梯度降低甚至方向发生变化,以至于凝固时产生转向枝晶甚至是等轴晶^[7~10]。长期以来有许多学者展开了激光直接成形中柱状晶组织延续生长的研究,冯丽萍等^[11]研究了不同熔覆材料及基材晶体取向对柱状晶生长的影响,谭华^[12]研究了熔池形貌对柱状晶生长的影响,席明哲等^[13]研究了不同的激光功率对 316 L 柱状晶生长的影响,林鑫等^[14]研

收稿日期: 2011-05-06; **收到修改稿日期**: 2011-06-27

基金项目: 国家 973 计划(2007CB707704)和国家自然科学基金(50675171)资助课题。

作者简介: 贺斌(1985—),男,博士研究生,主要从事激光金属直接成形方面的研究。E-mail: hb0035@hotmail.com

导师简介: 李涤尘(1964—),男,博士,教授,主要从事快速成形制造、生物制造和复合材料成形等方面的研究。

E-mail: dcli@mail.xjtu.edu.cn(通信联系人)

究了 316 L 激光金属直接成形过程中柱状晶向等轴晶转变的机理。这些研究揭示了柱状晶组织的成形机理及影响柱状晶生长的条件,并且大多通过调节工艺参数的方法来控制柱状晶的延续生长,很少提到通过施加外部冷却方式控制热流方向进而控制枝晶生长方向的方法。

本文采用液氩喷射冷却的方法缓解加工过程中成形件内部的热积累现象,确保成形过程中熔池内部始终保持合适的自上而下的温度梯度,使得柱状晶组织从基板开始从下到上连续生长,得到了既细小又致密的柱状晶组织,同时测量了液氩冷却成形条件下成形件内部不同部位的显微硬度值。

2 实 验

2.1 成形件冷却原理

实验部分工艺参数如表 1 所示,以选定的工艺参数分别在液氩冷却和正常空冷两种情况下成形实体墙。正常空冷条件下成形即在 60 层的成形过程中不进行液氩喷射冷却,比较液氩冷却对实体墙柱状晶组织生长的影响。液氩流量为 1 L/min,喷嘴出口处液氩温度为 $-190\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

表 1 实验部分工艺参数

Table 1 Partial process parameters of LMDF

Parameters	Values
Laser power P /W	230~260
Scanning velocity V /(mm/s)	6~10
Powder mass flow rate M_p /(g/min)	5~10
Beam diameter D /mm	0.48
Shielding gas flow rate q /(L/min)	Ar, 2~5
Carrier gas flow rate Q /(L/min)	Ar, 6~10
Lap rate γ /%	30~40
Number of tracks m	8
Number of layers n	60

液氩喷射冷却方法如图 1 所示,液氩喷嘴和激光头为一体结构,喷嘴可以跟随激光头在 X 、 Y 、 Z 方向上运动。当喷嘴随激光头在 Y 方向上做往复运动时将液氩直接喷射到实体墙两侧降低温度。液氩冷却条件下的成形步骤为:1)在基板上采用多道搭接的方法成形实体墙 10~20 层,每层厚 0.10~0.15 mm;2)停止激光成形,通过液氩喷嘴将液氩喷射到已成形实体墙的两侧壁;3)在已冷却的实体墙

顶层继续激光成形;4)再成形 10~20 层后,采用步骤 2)用液氩喷射的方法继续冷却已成形的实体墙;5)重复 3)、4)直至实体墙成形完成。

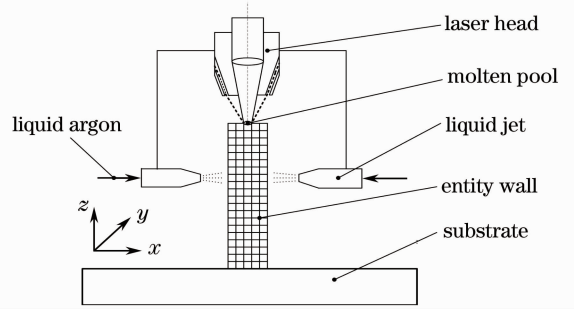


图 1 液氩喷射冷却原理示意图

Fig. 1 Schematic of liquid argon spray cooling

2.2 实验方法

成形系统由激光金属直接成形系统和液氩喷射冷却系统组成。激光金属直接成形系统包括:Nd:YAG 激光器,型号为 JK1002SM,额定功率为 1 kW,聚焦距离为 160 mm,光斑直径为 0.5 mm,由英国 GSI 公司生产;送粉器,北京航空制造工程研究所研制,型号为 DSPF-2;同轴送粉喷嘴,喷嘴粉末汇聚焦点距喷嘴出口处为 13 mm,粉末汇聚直径为 2 mm,西安交通大学自行研制;三轴联动工作台。液氩喷射冷却系统包括:自增压式液氮罐,型号:YDZ-50,容积:50 L,最大排量:4 L/min,工作压力:0.09 MPa;自制液氩喷嘴;喷嘴夹具。

实验用金属粉末和基板的材料成分如表 2 所示,基板几何尺寸为 150 mm×100 mm×8 mm。实验前,将金属粉末烘干以去除水分,基板经过砂纸打磨后再分别用丙酮、乙醇清洗去除油脂与污渍。显微组织观察如图 2(a)所示,将成形件沿垂直于激光扫描方向切割成试样,经过打磨、抛光,用配制的王水(1mL HNO₃+3mL HCL)进行腐蚀,在扫描电镜(SEM)下观察试样上部、中部、下部、左部、右部 5 个位置处的微观组织,扫描电镜型号:S-3000N。显微硬度测量如图 2(b)所示,从基板与实体墙结合处往上,每隔 1 mm 测量该处的显微硬度值,共测量 5 个位置的硬度,每个位置测 4 次;显微硬度计型号:HXD-1000TMC,采用了 200 g,1.961 N 加载,加载时间 15 s。

表 2 316 L 不锈钢粉末和基板的化学成分(质量分数,%)

Table 2 Composition of the 316 L powder and substrate (mass fraction, %)

Element	Particle size / μm	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	C	P	S	Fe
316 L powder	50~100	17.60	12.10	2.20	1.12	0.15	0.04	—	—	balance
316 L substrate	—	16.75	10.17	2.05	0.51	1.53	0.024	0.024	0.003	balance

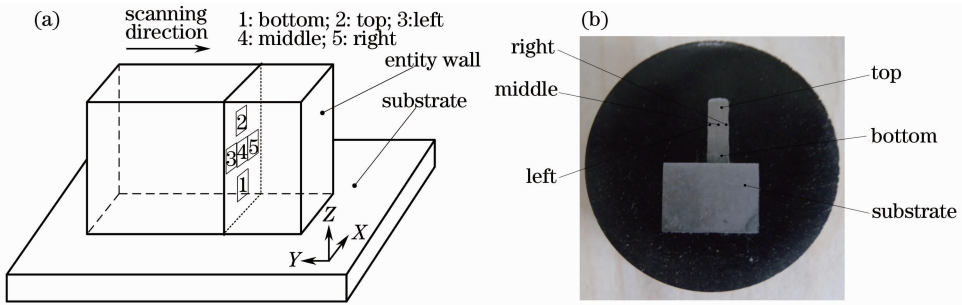


图 2 试样制备方法。(a)试样切割方向;(b)镶嵌件

Fig. 2 Specimen preparation. (a) Cutting method of specimen; (b) inserts

3 结果和讨论

3.1 两种冷却条件下实体墙内部组织

图 3 和图 4 为两种冷却条件下成形的实体墙沿垂直激光扫描方向截面的金相显微图。图 3(a)、(b)分别为正常冷却条件下成形的实体墙底部和顶部金相显微图,在实体墙底部大部分为垂直扫描方向沿沉积方向生长的柱状晶组织,而在实体墙顶部出现细小的等轴晶组织和较短的不同方向的柱状晶,竖直向上的柱状晶组织基本消失。

在激光金属直接成形初始阶段,由于激光熔凝所特有的高温梯度、高凝固速度等特点,熔池凝固时内部保持自下而上的温度梯度,虽然柱状晶组织

受到基材多晶的影响而向不同的生长方向,但大部分柱状晶组织还是沿着从熔池底部到顶部的方向延续生长。由于在激光金属直接成形过程中热量不断地积累,导致当成形件逐层堆积到一定高度后,成形件内部由上而下的温度梯度降低,这样就导致熔池在凝固时无法保持自上而下的温度梯度,从而影响柱状晶的完整定向生长,因为熔池凝固条件发生了变化,在本实验参数范围之内熔池凝固过程发生柱状晶/等轴晶转变(CET),成形件等轴晶组织逐渐增多,到一定数量后阻断了柱状晶组织的生长^[5],成形件内部 80%左右的柱状晶组织逐渐转变为等轴晶,还有少量沿不同方向生长的杂晶。

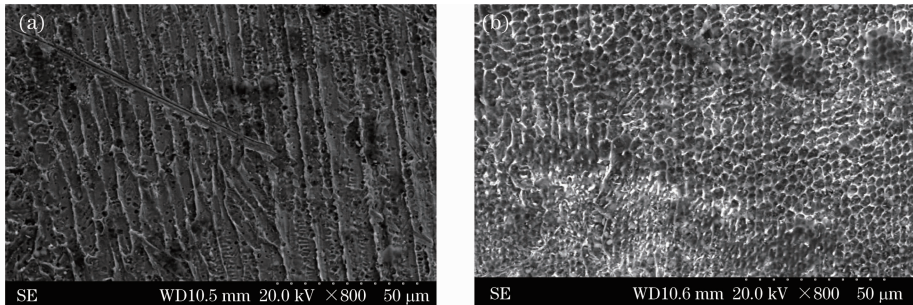


图 3 正常冷却条件下的实体墙组织。(a)底部组织;(b)顶部组织

Fig. 3 Microstructure of entity wall in normal cooling condition. (a) The bottom; (b) the top

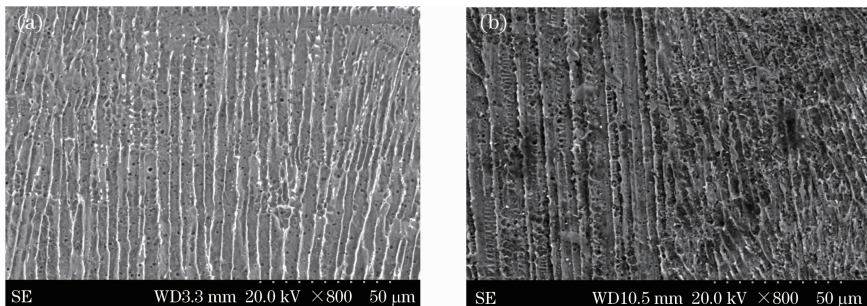


图 4 液氩冷却条件下的实体墙金相组织。(a)底部组织;(b)顶部组织

Fig. 4 Microstructure of entity wall in liquid argon cooling condition. (a) The bottom; (b) the top

图 4(a)、(b)分别为液氩喷射冷却条件下成形的实体墙底部和顶部的金相显微图。在实体墙底部大部分为沿沉积方向生长的柱状晶组织,成形件顶部虽然出现部分等轴晶,但依然有 50%左右方向沿沉积方向向上的柱状晶组织。这是因为对成形件通过液氩喷射冷却降温以后,热积累现象暂时消除,在后续的成形过程中熔池内依然保持合理的温度梯度,等轴晶出现的几率降低,大部分柱状晶组织连续完整地生长。但是用液氩喷射冷却的方法依然无法完全消除热积累现象,当成形件层数增加时熔池内的平均温度梯度有所升高,根据枝晶的一次间距 λ 与扫描速度 V 和温度梯度 G 之间存在的近似关系 $\lambda \propto V^{-a}G^{-b}$ (a, b 为与合金相关的常数),成形件顶部

的枝晶间距较底部有所增加^[14]。

图 5(a)、(b)分别为液氩喷射冷却条件下成形的实体墙及其横截面的金相组织。可见液氩冷却条件下成形的实体墙有明显的分层现象,这是因为在液氩喷射冷却成形过程中,为了使实体墙两侧壁的温度接近室温($15\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$),每成形 10~20 层后液氩喷嘴需要跟随激光头在 Y 方向沿实体墙往复移动一次共需冷却约 4 s 后再进行成形,连续的成形只能进行 10~20 层,所以在每次开始成形的位置处有明显的分层现象。从金相图中可以看出部分柱状晶组织在分层处的连续生长受到影响,而柱状晶组织的中断将在一定程度上影响成形件的力学性能。

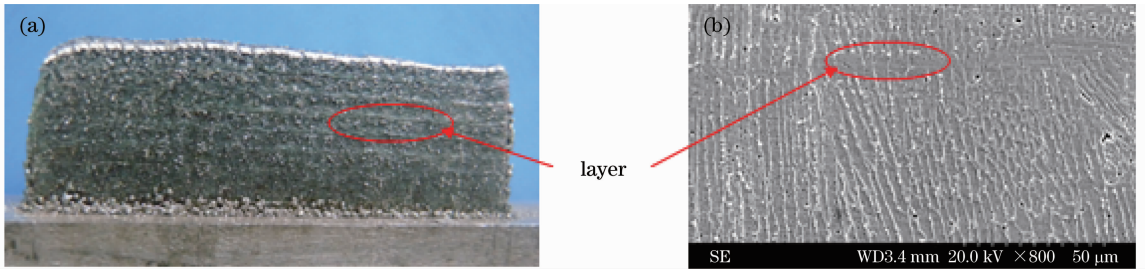


图 5 液氩冷却条件下实体件的分层结构。(a)实体墙;(b)微观组织

Fig. 5 Layer structure of entity wall in the liquid argon cooling condition. (a) Entity wall; (b) microstructure

图 6(a)~(c)分别为液氩冷却条件下成形的实体墙 30~40 层处横截面左、中、右 3 个位置处的金相图,具体位置如图 2(a)所示。可见在边缘区域等轴晶很少,且柱状晶总是向着边界方向生长,中间区域柱状晶略有倾斜并且出现了等轴晶,在宽度方向上边缘区域约占总宽度的 1/7。这是由于液氩冷却只是将液氩喷射到实体墙两侧壁,所以用热电偶测

到的侧壁温度低于实体墙中心温度,同时由于成形时边缘散热比中间区域容易,所以在边缘位置熔池凝固时温度梯度较大且方向偏向两侧,柱状晶不易发生向等轴晶的转变且方向偏向两侧生长。中间区域熔池凝固时温度梯度较小且方向基本保持竖直向上,所以较两侧区域容易发生柱状晶向等轴晶的转变且柱状晶方向基本保持向上生长。

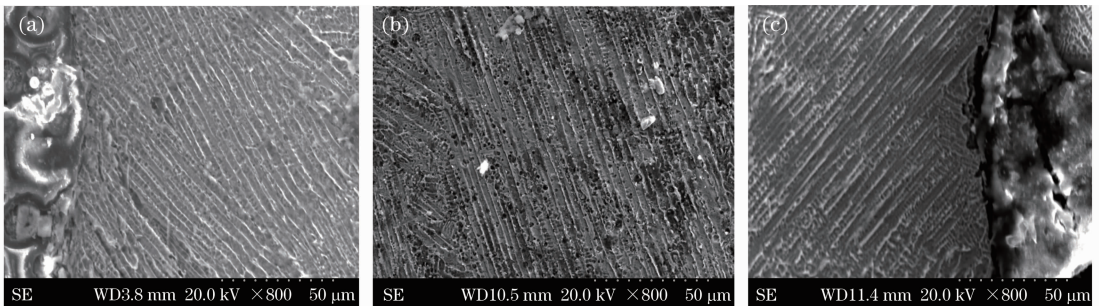


图 6 液氩冷却条件下实体件中部组织和侧壁组织金相图。(a)左侧;(b)中部;(c)右侧

Fig. 6 Microstructure of two side surfaces and middle parts of entity wall in liquid argon cooling condition.

(a) Left; (b) middle; (c) right

3.2 两种冷却条件下实体墙的显微硬度

图 7 为正常冷却和液氩冷却两种条件下成形的实体墙不同位置处的显微硬度值。可以看出,从基板开始随着实体墙高度的增加,两种条件下成形件

的显微硬度值都有所降低;相同高度下,液氩冷却条件下成形的实体墙显微硬度值略高于正常冷却条件下成形的实体墙。这是因为在液氩冷却条件下,热积累现象得到了一定的缓解,温度梯度的大小和方

向得到一定的控制,杂晶减少,柱状晶组织向等轴晶的转变较少,所以与正常冷却条件下成形相比成形件显微硬度有所升高。

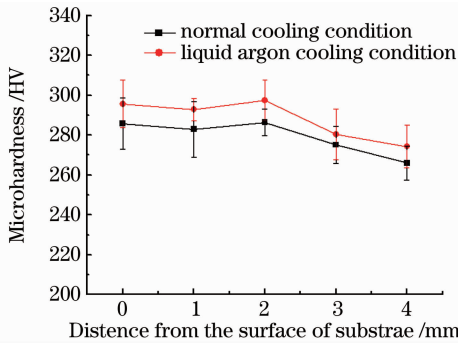


图 7 不同冷却条件下成形的实体墙不同位置处的硬度值

Fig.7 Microhardness of different positions of entity walls forming in different cooling conditions

表 3 为正常冷却条件下成形的实体墙在离基板不同高度处平均显微硬度与该位置处柱状晶和等轴晶所占比例之间的近似关系。随着实体墙高度的增加显微硬度随之减小,这是因为在正常冷却条件下实体墙内部热积累现象逐渐加重,熔池凝固时从底部到顶部的温度梯度降低,热流方向发生变化,成形的实体墙内部等轴晶数量增多,内部柱状晶组织开始向等轴晶转变,枝晶粗化,并出现不同方向的杂晶,从而导致了显微硬度值的降低。

表 3 正常冷却条件下实体墙不同位置处显微硬度和组织的关系

Table 3 Relationship between microhardness and microstructure of different positions of entity wall in the normal cooling conditions

	Microhardness / HV	Percentage of columnar crystals /%	Primary spacing of dendrites / μm
$H=1\text{ mm}$	283.0	80~70	3~5
$H=2.5\text{ mm}$	264.7	70~30	4~7
$H=4\text{ mm}$	256.9	30~0	—

表 4 为液氩冷却条件下,成形的实体墙离基板不同高度处平均显微硬度与该位置处柱状晶所占比例以及柱状晶平均一次枝晶间距之间的近似关系。随着实体墙高度的增加,显微硬度逐渐降低。这是因为激光能量密度较大,输入较集中,所以在每次冷却以后虽然暂时缓解了热积累,但由于实体墙传热条件较差并且 316 L 材料导热能力较低,所以随着层数的增加热积累现象迅速再次出现,导致熔池凝固时无法保持足够的自上而下的温度梯度,等轴晶

组织增多,柱状晶组织减少,且一次枝晶间距增大。

表 4 液氩冷却条件下实体墙显微硬度和组织的关系
Table 4 Relationship between microhardness and microstructure of different positions of entity wall in the liquid argon cooling condition

	Microhardness / HV	Percentage of columnar crystals /%	Primary spacing of dendrites / μm
$H=1\text{ mm}$	295.6	90~80	2~5
$H=2.5\text{ mm}$	280.3	80~60	2~8
$H=4\text{ mm}$	274.3	60~40	3~9

4 结 论

激光金属直接成形过程中,在本文选用的成形材料和工艺参数的条件下使用液氩喷射冷却的方法能缓解成形件内部的热积累效应,使熔池在凝固过程中能保持较大的自上而下的温度梯度,所以成形件内部部分柱状晶组织能从基板开始自下而上连续生长,在一定程度上防止了柱状晶组织向等轴晶的转变,同时提高了成形件的显微硬度值。

参 考 文 献

- Lin Xin, Yang Haiou, Chen Jing *et al.*. Microstructure evolution of 316 L stainless steel during laser rapid forming [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2006, **42**(4): 361~368
林 鑫, 杨海鸥, 陈 静 等. 激光快速成形过程中 316 L 不锈钢显微组织的演变[J]. *金属学报*, 2006, **42**(4): 361~368
- Zhang Dongyun, Wang Ruize, Zhao Jianzhe *et al.*. Latest advance of laser direct manufacturing of metallic parts [J]. *Chinese J. Lasers*, 2010, **37**(1): 18~25
张冬云, 王瑞泽, 赵建哲 等. 激光直接制造金属零件技术的最新进展[J]. *中国激光*, 2010, **37**(1): 18~25
- Zhong Minlin, Liu Wenjin. Leading areas and hot topics on global laser materials processing research [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(11): 1653~1659
钟敏霖, 刘文今. 国际激光材料加工研究的主导领域与热点[J]. *中国激光*, 2008, **35**(11): 1653~1659
- Yang Sen, Zhong Minlin, Zhang Qingmao *et al.*. Directly rapid fabrication of metal components by laser cladding [J]. *Powder Metallurgy Technology*, 2002, **20**(4): 234~238
杨 森, 钟敏霖, 张庆茂 等. 金属零件的激光直接快速制造[J]. *粉末冶金技术*, 2002, **20**(4): 234~238
- Huang Weidong, Lin Xin, Chen Jing *et al.*. Laser Solid Forming [M]. Xi' an: Northwestern Polytechnical University Press, 2007. 1~20
黄卫东, 林 鑫, 陈 静 等. 激光立体成形[M]. 西安: 西北工业大学出版社, 2007. 1~20
- Xinhua Wu, Jing Liang, Junfa Mei *et al.*. Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V [J]. *Material and Design*, 2004, **25**(5): 137~144
- M. Gäumann, S. Henry, F. Cléton *et al.*. Epitaxial laser metal forming: analysis of microstructure formation [J]. *Material Science and Engineering*, 1999, **27**(4): 232~241
- Yang Sen, Huang Weidong, Liu Wenjin *et al.*. Research on laser rapid directional solidification with ultra-high temperature

gradient[J]. *Chinese J. Lasers*, 2002, **A29**(5): 475~479
 杨 森, 黄卫东, 刘文今 等. 激光超高温梯度快速定向凝固研究[J]. *中国激光*, 2002, **A29**(5): 475~479
 9 Li Yanmin. Research on Technical Characters and Microstructure of Laser Solid Forming[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2001. 50~58
 李延民. 激光立体成形工艺特性与显微组织研究[D]. 西安: 西北工业大学, 2001. 50~58
 10 Tao Chunhu, Zhang Weifang, Shui Huiji *et al.*. Recrystallization of Directionally Solidified Superalloy [M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2007. 1~16
 陶春虎, 张卫芳, 施惠基 等. 定向凝固高温合金的再结晶[M]. 北京: 国防工业出版社, 2007. 1~16
 11 Feng Liping, Huang Weidong, Li Yanming *et al.*. Influences of crystal orientation of substrate on microstructure of multi-layer laser cladding[J]. *Chinese J. Lasers*, 2001, **A28**(10): 949~952
 冯丽萍, 黄卫东, 李延明 等. 基材晶体取向对激光多层涂覆微观

组织的影响[J]. *中国激光*, 2001, **A28**(10): 949~952
 12 Tan Hua. Temperature Measurement and Research on Microstructure Controlling in Laser Rapid Forming Process[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2005. 59~86
 谭 华. 激光快速成形过程中温度测量及组织控制研究[D]. 西安: 西北工业大学, 2005. 59~86
 13 Xi Mingzhe, Zhang Yongzhong, Zhang Pingzhi *et al.*. Influence of processing on the microstructure and properties of the 316L SS fabricated by laser direct deposition[J]. *Chinese J. Lasers*, 2002, **A29**(11): 1045~1048
 席明哲, 张永忠, 章萍芝 等. 工艺参数对激光快速成型 316L 不锈钢组织性能的影响 [J]. *中国激光*, 2002, **A29**(11): 1045~1048
 14 X. Lin, T. M. Yue, H. O. Yang *et al.*. Laser rapid forming of SS316L/Rene88DT graded material[J]. *Materials Science and Engineering*, 2004, **30**(8): 325~336

Nd:Y_{1.8}La_{0.2}O₃ 透明陶瓷实现瓦级激光输出

掺钕离子的稀土倍半氧化物 Y₂O₃ 陶瓷由于其具有良好的光学性能、高的热导率(13.6 W/mK)、好的化学和机械性能引起了人们的广泛关注。但是 Y₂O₃ 熔融温度高达 2430 ℃,且在 2280 ℃时, Y₂O₃ 会发生立方相向六方相的多晶相变,因此采用传统提拉法很难生长高质量的 Y₂O₃ 单晶。

上海大学激光透明陶瓷课题组研究发现, La₂O₃ 能够改善 Y₂O₃ 透明陶瓷的高温热稳定性,掺入 La₂O₃ 可以使得氧化钇陶瓷的烧结温度下降,并且具有更宽的吸收带。采用高纯度的 Y₂O₃, La₂O₃ 和 Nd₂O₃ 的纳米粉,利用固态反应法可以生长出高质量 Nd³⁺ 氧化镧钇透明陶瓷。最近我们利用 1%(原子数分数)掺杂浓度的 Nd:Y_{1.8}La_{0.2}O₃ 透明陶瓷作增益介质,实现了平均功率 1.03 W 的连续波激光输出,据我们所知,这是目前在 Nd³⁺ 掺杂的氧化物陶瓷中得到的最大输出功率。

实验中所用的样品尺寸为 3 mm × 5 mm × 3 mm,其中抽运源的波长为 806 nm,采用数值孔径为 0.22、芯径为 200 μm 的光纤耦合输出以实现端面抽运,并利用 1:1 的聚焦模块聚焦到陶瓷内部。谐振腔采用平凹腔,腔长约 17 mm。抽运镜为平面镜,双面在 806 nm 处高透,1020~1200 nm 高反,输出镜曲率半径为 80 mm,输出耦合率(OC)分别为 2%,6%和 10%。

优化激光运行后的输出功率随着吸收抽运光功率的变化如图 1 所示,采用 6% 的输出耦合率,在 6.95 W 吸收抽运功率下,最大的激光输出功率为

1.03 W,对应的斜率效率为 18.4%,光-光转换效率为 14.8%。图 1 中插图是输出的光谱,光谱仪分辨率为 0.05 nm,中心波长在 1079.4 nm。如果进一步选择合适的掺杂浓度以及合适的陶瓷长度,我们将会获得更效率的输出。

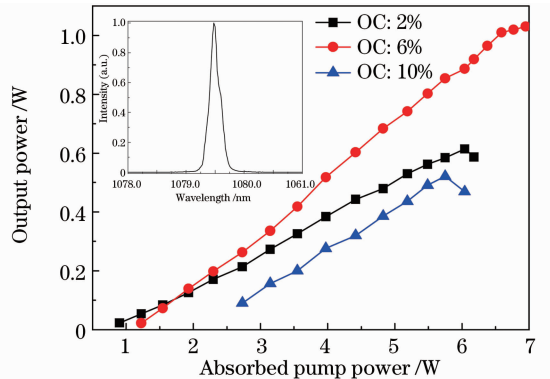


图 1 连续运转时的输入输出曲线。图中插图是输出功率为 1.03 W 时的激光光谱

Fig. 1 Output power versus absorbed pump power under continuous wave running, the inset is the laser spectrum when the output power is 1.03 W

王 庆¹ 魏志义^{1*} 张治国¹ 王振琳²
 朱江峰² 杨秋红³ 张浩佳³ 陆神洲³

¹中国科学院物理研究所光物理重点实验室, 北京凝聚态物理国家实验室, 北京 100190

²西安电子科技大学技术物理学院, 陕西 西安 710071

³上海大学材料学院, 上海 200072

* E-mail: zywei@iphy.ac.cn

收稿日期: 2011-07-04; 收到修改稿日期: 2011-08-25