

孔隙类型对激光选区熔化 Inconel 625 合金高温塑性的影响

聂伟¹, 刘奋成^{1*}, 胡文伟¹, 刘丰刚¹, 耿永祥¹, 王宏², 胡万谦³, 王联波³

¹南昌航空大学轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室, 江西 南昌 330063;

²南昌航空大学工程训练中心, 江西 南昌 330063;

³江西宝航新材料有限公司, 江西 南昌 330200

摘要 采用激光选区熔化成形了 Inconel 625 合金试样, 研究了激光功率和扫描速度对合金孔隙的影响, 制备了存在大尺寸圆形孔隙缺陷(key-hole 模式下)、小尺寸圆形孔隙缺陷(conduction 模式下)和不规则孔隙缺陷的拉伸试样, 通过 815 °C 高温拉伸试验探讨了孔隙类型对合金抗拉强度及塑性的影响。结果表明:孔隙类型对合金 815 °C 高温抗拉强度及塑性有较大影响。其中, 不规则孔隙缺陷试样的高温抗拉强度为 374 MPa, 塑性为 5%; 大尺寸圆形孔隙缺陷试样的高温抗拉强度为 364 MPa, 塑性为 31%; 小尺寸圆形孔隙缺陷试样的高温抗拉强度为 363 MPa, 塑性为 37%。当不规则孔隙向小尺寸圆形孔隙转变时, 高温抗拉强度约降低 3%; 当大尺寸圆形孔隙向小尺寸圆形孔隙转变时, 高温塑性约提升 19%。在各类 815 °C 高温拉伸试样断口纵截面中均发现了大量的沿晶界扩展的高温失塑裂纹, 这是合金失塑的主要原因。孔隙缺陷处的位错塞积造成较大的应力集中, 阻挡了位错滑移和合金的塑性变形, 使合金更易发生断裂。

关键词 激光技术; 激光选区熔化; Inconel 625 合金; 孔隙缺陷; 高温失塑行为

中图分类号 TG457.1

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL231492

1 引言

激光选区熔化(SLM)技术是增材制造技术的一种, 适用于航空复杂结构零件的精密快速制造^[1], 在融合材料、结构和性能方面有显著优势, 并在高温合金的成形中得到应用。Inconel 625 合金由于优良的综合力学性能, 在航空航天领域中得到大量应用。但发动机部件结构越来越复杂, 传统加工方法难以完成部件的加工^[2]。由于 Inconel 625 合金具有优良的成形性, 近些年有关该合金 SLM 成形的研究逐渐得到重视。而镍基高温合金存在失塑的温度区间^[3-4], 该温度区间内的合金延伸率会远低于室温和其他温度下的合金延伸率。失塑现象严重威胁到镍基高温合金在服役期间的力学性能稳定性。

国内外研究学者对 SLM 成形镍基高温合金开展了一系列工作。Salarian 等^[5]发现 SLM 成形 Inconel 625 合金的极限抗拉强度和断裂应变与孔隙率无直接联系。Li 等^[6]发现 SLM 成形 Inconel 625 合金在较高退火温度下能够发生组织再结晶, 晶粒尺寸增大, 位错密度

降低。Hu 等^[7]对 SLM 成形 Inconel 625 合金的高温力学性能进行了研究, 在 815 °C 下的高温拉伸试验过程中, 观察到其高温塑性出现明显的失稳现象。Kreitzberg 等^[8]对比了不同热处理和热等静压处理下 SLM 成形 Inconel 625 合金的力学性能, 高温拉伸条件下试样的延伸率均低于室温下试样的延伸率, 结果与锻造或者铸造 Inconel 625 合金并不一致。Kanagarajah 等^[9]研究了温度对 SLM 成形 Inconel 939 合金力学性能的影响, 与室温下的测试结果相比, 在 750 °C 下测试试样的延伸率明显降低。他们认为这是高温下形成的沉淀物引起的。Sanchez-Mata 等^[10]探究了无裂纹下 SLM 技术成形的 Hastelloy X 合金的高温力学性能, 发现 Hastelloy X 合金的高温失塑温度区间为 500~750 °C, 并在断口处观察到碳化物, 认为碳化物的析出导致晶界变弱可能是失塑的原因。由上述分析可知, 大多数研究主要聚焦于 Inconel 625 合金的激光选区熔化成形特性和力学性能, 虽然一些学者发现了镍基高温合金的高温失塑现象, 但关于高温失塑现象产生的原因并不明确。

目前, 有关孔隙类型对 SLM 成形 Inconel 625 合金

收稿日期: 2023-12-08; 修回日期: 2024-02-28; 录用日期: 2024-03-01; 网络首发日期: 2024-03-08

基金项目: 国家自然科学基金(52361010, 52265053)、南昌航空大学研究生创新专项资金(YC2022-037)、轻合金加工科学与技术国防重点实验室开放基金(EG202101419)、无损检测教育部重点实验室开放基金(EW202203364)

通信作者: *fencheng999@163.com

高温失塑现象的影响鲜有报道。本文针对 SLM 成形 Inconel 625 合金的高温失塑现象展开了研究,探究了孔隙类型对合金高温失塑行为的影响,明晰了 SLM 成形 Inconel 625 合金高温力学性能与孔隙类型的关联机制,以期 SLM 成形 Inconel 625 合金的实际工程应用提供理论参考。

2 试验材料与方法

2.1 试验材料和设备

本试验所用粉末材料为气雾化法制备的 Inconel 625 合金粉末,粉末粒径范围为 15~53 μm ,成分如表 1 所示,粉末形貌如图 1 所示。所用设备为西安铂力特

增材技术有限公司生产的 BLT-S210X 型激光选区熔化增材成形设备。

2.2 试样成形

试验时,通过人为设定参数在各块状试样中获得了不同的致密度和不同的孔隙缺陷,所成形块状试样经超声清洗之后,采用阿基米德排水法测量致密度,同一参数下的三个块状试样为一组。在此基础上选取 5 组不同成形参数下制备的具有不同致密度的棒状试样(表 2),棒状试样直径为 8 mm,长度为 42 mm,试样摆放位置如图 2(a)所示。对制备好的棒状试样按图 2(b)所示的尺寸进行机械加工,用于室温及高温拉伸试验,其中 ϕ 为平行端直径, R 为圆弧半径, M 为螺纹直径。

表 1 试验用 Inconel 625 合金粉末的名义化学成分

Table 1 Nominal chemical compositions of Inconel 625 alloy powder used for test

Composition	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	Co	Mn
Mass fraction /%	Bal.	20.000–23.000	8.000–10.000	3.150–4.150	≤ 5.000	≤ 1.000	≤ 0.500
Composition	Cu	Si	Ti	Al	C	P	S
Mass fraction /%	≤ 0.500	≤ 0.500	≤ 0.400	≤ 0.400	≤ 0.100	≤ 0.015	≤ 0.015

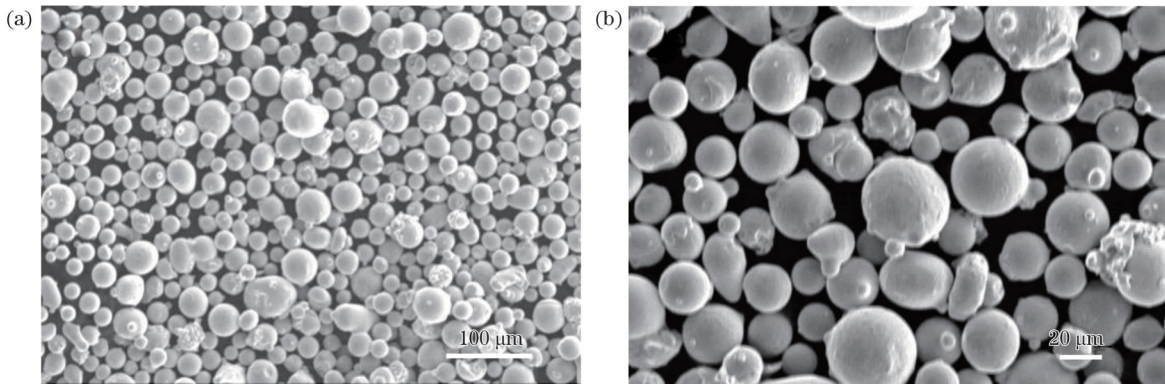


图 1 气雾化方法制备的 Inconel 625 合金粉末的形貌。(a)低倍数;(b)高倍数

Fig. 1 Morphology of Inconel 625 alloy powder prepared by gas atomization method. (a) Low multiple; (b) high multiple

表 2 SLM 成形 Inconel 625 合金孔隙调控所用工艺参数

Table 2 Process parameters for porosity control of Inconel 625 alloy fabricated by SLM

Sample No.	1	2	3	4	5
Laser power /W	200	300	300	300	400
Scanning speed /(mm/s)	600	600	1200	1500	1800
Energy density /(J/mm ³)	67	100	50	40	44
Density /%	98.1 \pm 0.5	99.0 \pm 0.3	99.1 \pm 0.2	99.2 \pm 0.4	99.5 \pm 0.2

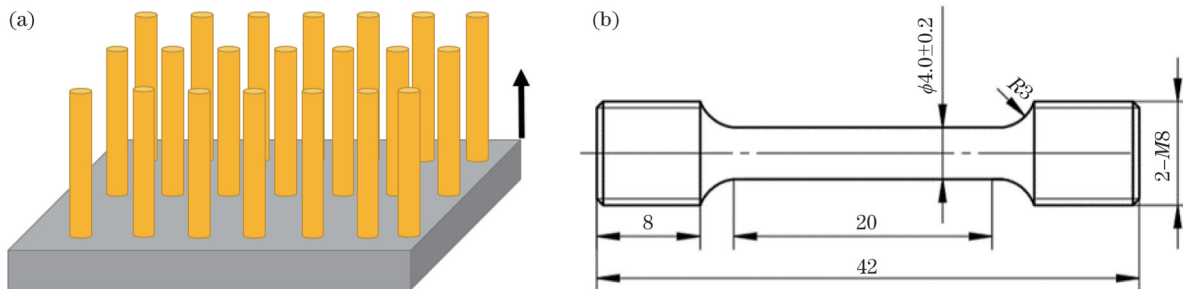


图 2 SLM 成形 Inconel 625 合金试样的示意图。(a)成形方向;(b)拉伸试样尺寸图

Fig. 2 Schematics of Inconel 625 alloy sample fabricated by SLM. (a) Forming direction; (b) size diagram of tensile specimen

2.3 显微组织分析

选取平行于沉积方向的表面进行孔隙和显微组织分析,在试样磨抛后使用王水溶液(HCl与HNO₃的体积比为3:1)对试样表面进行化学腐蚀,采用倒置金相显微镜观察孔隙缺陷。采用扫描电子显微镜观察断面形貌,采用透射电子显微镜观察合金的塑性变形程度。

2.4 力学性能分析

室温拉伸试样所用设备为精密电子拉伸试验机,最大载荷为100 kN。高温拉伸试样所用设备为微机控制电子万能试验机,最大载荷为20 kN。试验温度为815℃,升温速率设置为15℃/min,当电子拉伸试验机升温炉内温度加热到指定温度时,将处理后的试样放入电子万能试验机内,在815℃下保温10 min后开始进行高温拉伸试验。每组参数下取三个拉伸试样进行测试,试验结果取平均值,保留整数,以确保试验的准确性。拉伸过程中设置应变速率为1 mm/min,试样断裂后获取室温和高温应力应变曲线、抗拉强度、延伸率等力学性能指标,以对比不同孔隙类型对高温失塑现象的影响。

3 分析与讨论

3.1 SLM成形 Inconel 625合金的孔隙缺陷

在SLM成形过程中,激光能量传递到粉末床上,粉末床吸收的能量主要用于金属粉末的熔化和蒸发,以及抵消粉末床和周围环境之间由对流、辐射引起的热损失及粉末床和基体之间的热传导消耗^[11-12]。本试验通过改变激光功率和扫描速度调控SLM成形

Inconel 625合金中不同孔隙缺陷的产生。图3所示为所制备的5组成形试样平行于沉积方向的形貌。整体来说,晶粒形貌主要由类圆弧的柱状晶组成。相关研究^[13]表明,SLM成形Inconel 625合金在这种扫描方式下,其相结构是由柱状晶构成的 γ 相和碳化物。而关于显微组织对其力学性能的影响,Stopka等^[14]通过调整工艺参数制备了致密度约为99%的三种孔隙缺陷试样,基于电子背向散射衍射(EBSD)及滞后响应进行了分析,结果显示,材料的显微组织及强度基本一致,显微组织的微小差异会对力学性能产生微弱影响,但是孔隙缺陷不同是产生较大力学性能差异的主要原因。故本文主要讨论孔隙类型对合金高温塑性的影响。

如图3(a)所示,可观察到当激光功率为200 W、扫描速度为600 mm/s时形成了尺寸为20~45 μm 的圆形及类圆形孔隙,同时观察到大熔深熔池形貌,测量的致密度为98.1%。而随着激光功率的增大,当激光功率为300 W、扫描速度为600 mm/s时成形试样中的孔隙数量明显减少,如图3(b)所示,孔隙尺寸减小至20 μm 左右,与之对应的致密度则提高至99.2%。这是因为在扫描速度相同的情况下,随着激光功率的增大,能量输入增大,金属粉末能够得到充足的熔化,因此大尺寸的圆形孔隙消失。有关研究^[15-17]表明,在激光与合金粉末相互作用的过程中存在key-hole模式和conduction模式两种模式,并将熔深宽比大于0.5时的模式定义为key-hole模式,小于0.5时的模式定义为conduction模式。对比图3(a)、(b)中熔池的熔宽和熔

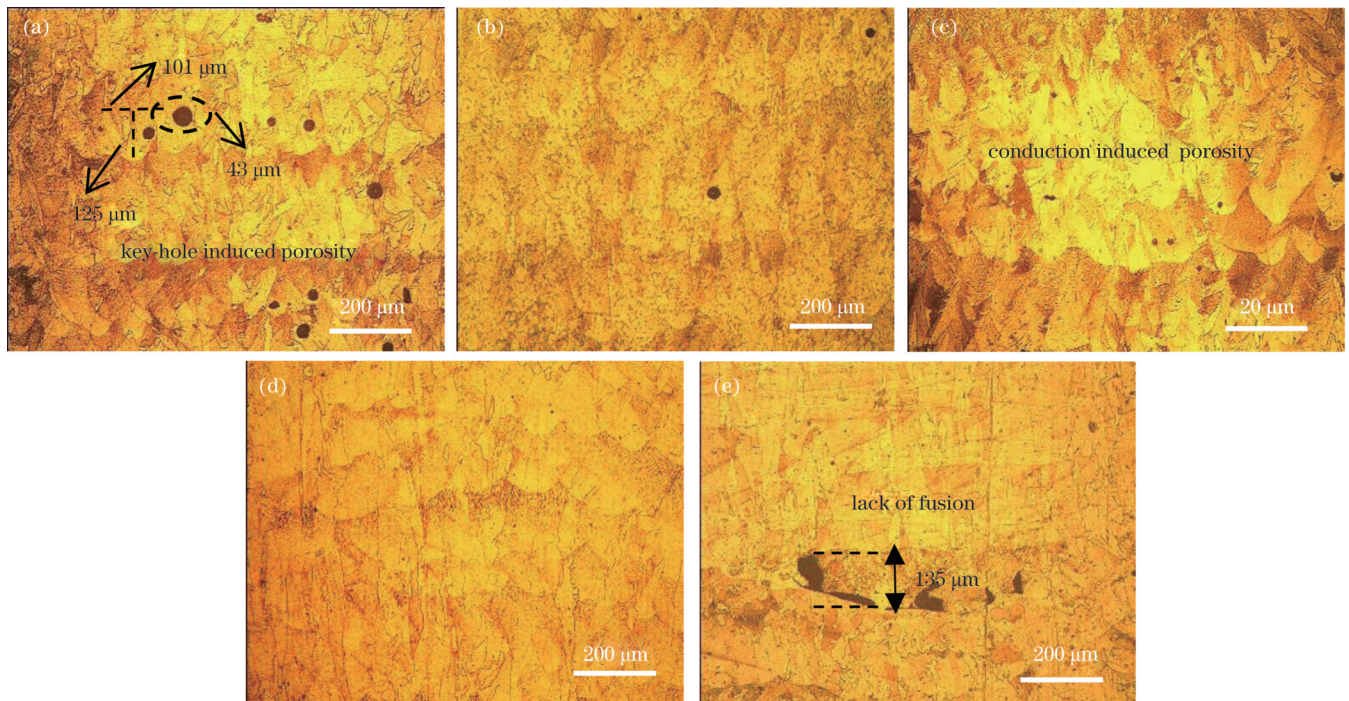


图3 不同致密度下SLM成形Inconel 625合金孔隙缺陷的形貌特征。(a) 98.1%;(b) 99.2%;(c) 99.1%;(d) 99.5%;(e) 99.0%
Fig. 3 Morphological characteristics of pore defects in SLM-formed Inconel 625 alloy at different densities. (a) 98.1%; (b) 99.2%; (c) 99.1%; (d) 99.5%; (e) 99.0%

深,可以发现该组参数下的熔池深宽比远大于 0.5,故可以确定图 3(a)、(b)所示参数下成形试样中孔隙类型为 key-hole 模式下的大尺寸圆形孔隙缺陷。对于 key-hole 模式下孔隙的形成原因目前有两种不同的解释:一种是在 key-hole 模式下匙孔坍塌闭合形成的圆形气孔^[18],如图 4(a)所示;另一种是 Le 等^[19]基于计算流体动力学模拟提出的,匙孔底部形成气泡,气泡随着熔融金属流动,当气泡运动到固液界面处时便会被固相俘获形成圆形孔隙缺陷。图 4(b)所示为深孔模式下的孔隙形成示意图。

当激光功率增至为 300 W、扫描速度由 1200 mm/s 增至 1500 mm/s 时,熔池形貌逐渐由深窄形转变至浅宽形,测量的致密度从 99.1% 增加到了 99.5%,如图 3(c)、(d)所示。在这两组参数下,熔池的形成模式已经由 key-hole 模式向 conduction 模式转变。该模式下激光与粉末的作用时间缩短,粉末吸收的能量减少,熔池宽度适中,扫描线之间和上下层之间贴合紧密,故致密度增加,同时孔隙尺寸及数量也明显减小。分析认为在此模式下孔隙缺陷的形成原因不同于图 3(a)、(b)中的孔隙缺陷,而是粉末内部的气体或者粉末间的气体

在熔化过程中来不及溢出熔池。Moussaoui 等^[20]研究认为:孔隙的形成一方面是金属熔化过程中保护气体(如氩气)被裹挟到熔池内部形成孔隙,如图 4(c)所示;另一方面,高的热输入会导致合金中低熔点金属元素气化,金属蒸气在熔池的快速凝固过程中来不及排出也会造成气孔的形成。Tillmann 等^[21]研究发现球形孔隙中的氩的体积分数为 0.3×10^{-6} ,比 SLM 成形试样中的氩含量高,这说明圆形孔隙的形成原因可能是保护氛围中的气体没来得及溢出,熔池就已经凝固。

当激光功率为 400 W、扫描速度为 1800 mm/s 时,熔池形貌趋于稳定,依旧表现为 conduction 模式下的浅宽状熔池,如图 3(e)所示。可观察到在沉积方向上产生了明显的局部未熔合缺陷,测量的致密度为 99.0%,这是因为高能激光束的扫描速度过快,粉末出现未完全熔化现象^[22-24]。此时所产生的孔隙缺陷为典型的不规则孔隙,如图 4(d)中位置 A 所示。这是因为当单熔覆层成形表面不平整时,下一层铺粉厚度极易不均匀,当激光束快速扫描时,熔池深度有限,则会产生形状不规则的未熔合孔隙缺陷。

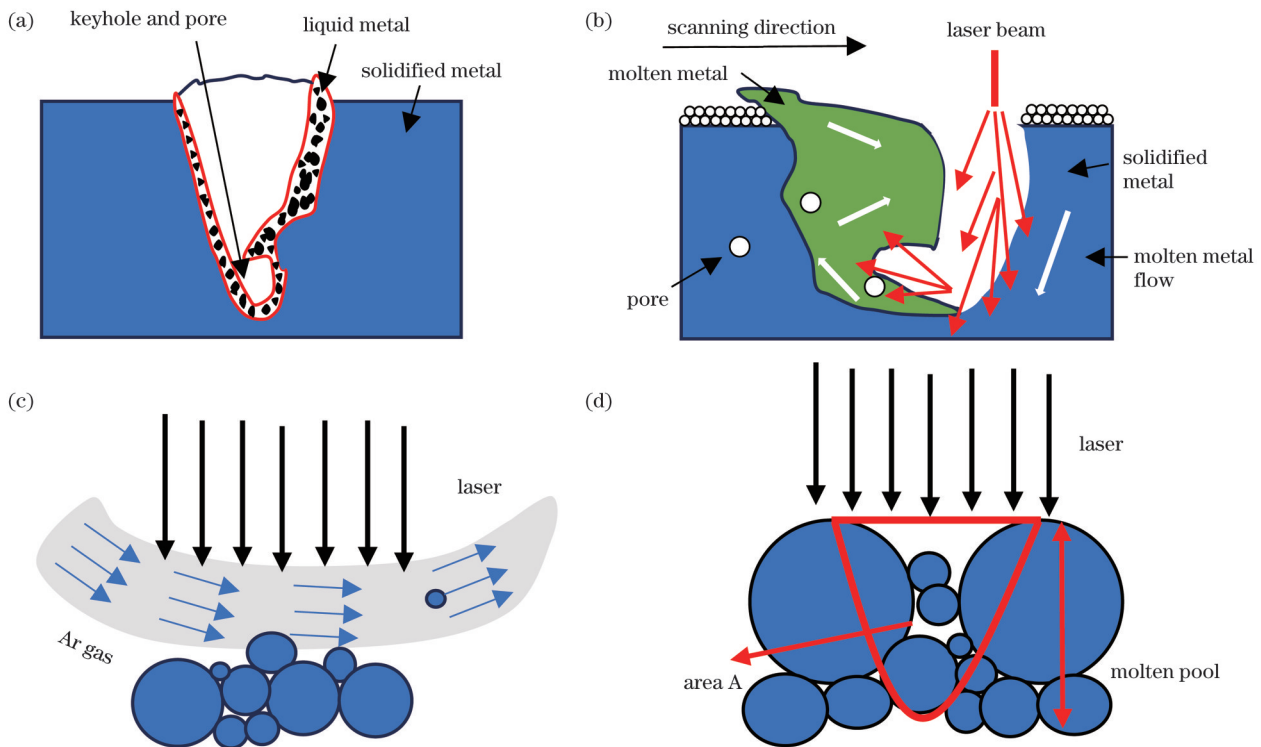


图 4 孔隙缺陷形成示意图。(a)匙孔坍塌形成的孔隙缺陷;(b)气泡溢出形成的孔隙缺陷;(c)保护气体的吹入形成的孔隙;(d)能量密度不足形成的孔隙

Fig. 4 Pore defect formation diagrams. (a) Pore defect formed by keyhole collapse; (b) pore defect formed by overflowing bubbles; (c) pore formed by blowing of protective gas; (d) pore formed by insufficient energy

3.2 孔隙缺陷对高温塑性的影响

图 5 为不同致密度下 SLM 成形 Inconel 625 合金沉积态试样在 25 °C 和 815 °C 下进行拉伸性能测试的应力应变曲线,对比发现,815 °C 下合金应力达到峰

值后,随着应变的增加,合金出现软化现象,且在软化阶段载荷呈连续周期性波浪形波动,并逐渐减小,直至断裂。这与 25 °C 下测试载荷超过屈服极限后材料进入加工硬化阶段而应力继续增加明显不同。分析

认为,这是 Inconel 625 合金在高温变形过程中发生了动态再结晶和加工硬化共同作用的结果。塑性变形初始阶段,在载荷作用下位错密度积累导致加工硬化起主导作用,合金内部只发生了部分动态再结晶;变形后期应力达到峰值后,随着动态再结晶的加快,动态软化行为降低了应力,这时软化作用强于硬化作

用,于是曲线下降;而在变形造成的加工硬化和动态再结晶造成的软化现象交替出现并达到动态平衡后,曲线呈现出波浪形的变化特征。Kreitzberg 等^[8]的研究表明,热处理后的 Inconel 625 合金在热变形中出现的动态再结晶所带来的软化现象可以帮助其获得更好的塑性。

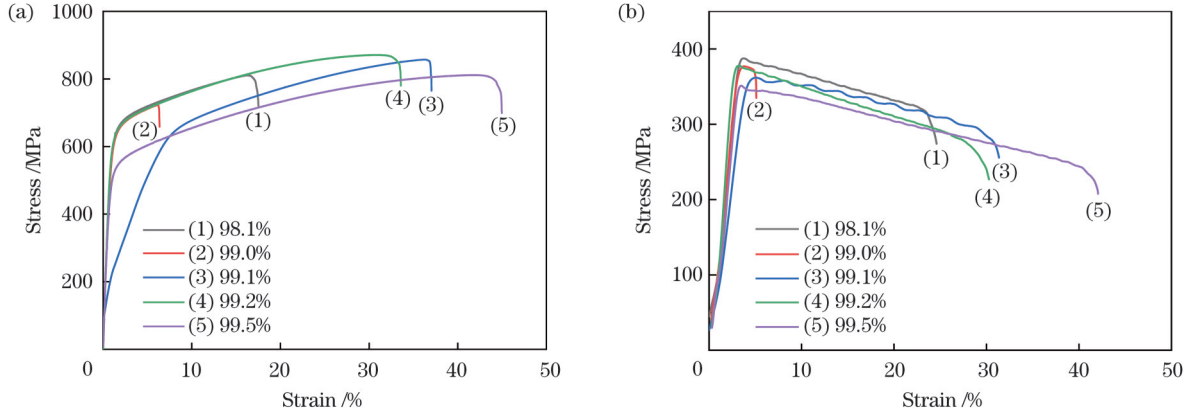


图 5 不同致密度下 SLM 成形 Inconel 625 合金沉积态试样在 25 °C 和 815 °C 下的应力-应变曲线。(a) 25 °C; (b) 815 °C

Fig. 5 Stress-strain curves of as-deposited specimens of SLM-formed Inconel 625 alloy at 25 °C and 815 °C under different densities.

(a) 25 °C; (b) 815 °C

图 6 为 SLM 成形 Inconel 625 合金沉积态试样在 25 °C 和 815 °C 下的抗拉强度、延伸率随致密度的变化趋势。由图 6(a)可知,随着合金致密度的改善,其室温拉伸强度有所提高,致密度为 99.51% 时抗拉强度最高至 841 MPa,而在 815 °C 下合金的抗拉强度较室温显著下降,降至 360 MPa,合金抗拉强度的变化趋势与致密度不呈正相关性。由图 6(b)可知试样的室温、高温塑性整体上随着致密度的增加呈增大的趋势,但并未随着致密度的增加而呈现正相关性。由于 5 组试样的孔隙缺陷类型略有不同,分析认为这种现象的产生与孔隙缺陷的类型有关联性。

为了确定孔隙类型对合金抗拉强度及塑性的影响,选取三组致密度相近(分别为 99.0%、99.1%、

99.2%) 的不同孔隙类型的 SLM 成形 Inconel 625 合金的抗拉强度及塑性进行对比,分别为不规则、key-hole 模式和 conduction 模式下的孔隙。由图 6(a)可知,不规则孔隙试样的室、高温抗拉强度分别为 804 MPa、374 MPa;key-hole 模式孔隙试样的室、高温抗拉强度分别为 809 MPa、364 MPa;conduction 模式孔隙试样的室、高温抗拉强度分别为 838 MPa、363 MPa。室温抗拉强度随着不规则孔隙向 conduction 模式孔隙转变呈小幅度提升,约提升了 4%;而高温抗拉强度则相反,呈现小幅度降低,约降低了 3%。如图 7 所示,不同孔隙类型对合金塑性的影响区别较大,其中不规则孔隙对合金的负面效应最为显著,室、高温塑性均在 10% 以下,这是因为不规则孔隙尖端处易产生应力,

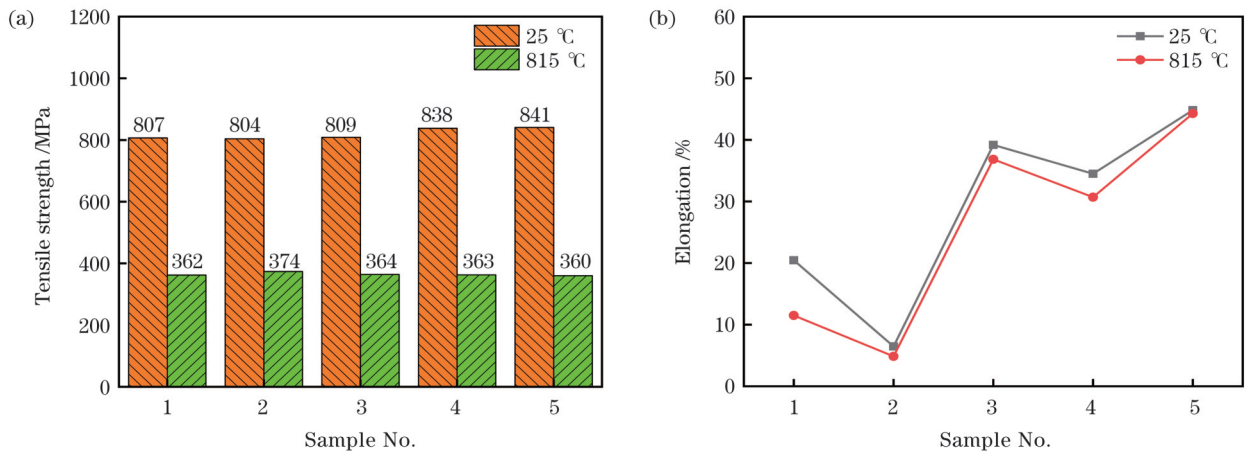


图 6 25 °C 及 815 °C 下不同致密度 SLM 成形 Inconel 625 合金沉积态试样的拉伸力学性能。(a) 抗拉强度; (b) 塑性

Fig. 6 Tensile mechanical properties of as-deposited specimens of SLM-formed Inconel 625 alloy with different relative densities at 25 °C and 815 °C. (a) Tensile strength; (b) plasticity

从而形成裂纹源,所以合金提前失效断裂^[25]。而 key-hole 模式和 conduction 模式下的规则圆形孔隙试样的室温塑性分别为 35%、39%,高温塑性分别为 31%、37%,均在 30% 以上。其中 conduction 模式下的尺寸较小的圆形孔隙对塑性的影响较低。这是因为在拉伸变形的过程中,小尺寸的圆形孔隙会沿着应力轴方向发生均匀塑性变形,小尺寸的圆形孔隙缺陷在轴向拉伸应力的作用下逐渐转变为椭圆形孔隙缺陷,从而降低了应力集中,减少了形成裂纹源的可能性。而 key-hole 模式下的尺寸较大的圆形孔隙,其孔隙尺寸较大,圆形孔隙缺陷破裂需要的临界拉伸应力较小,提前失效的

概率较大,故塑性随着 key-hole 模式大尺寸圆形孔隙向 conduction 模式小尺寸圆形孔隙转变呈小幅度提升,室温下约提升了 11%,高温下约提升了 19%。

将室温及高温下塑性进行纵向对比,发现 815 °C 下的延伸率变化趋势与 25 °C 基本一致,815 °C 下的延伸率始终低于 25 °C 下的延伸率,但相差不大。这与铸态 Inconel 625 合金展现出来的室温、高温塑性截然不同,铸态 Inconel 625 合金的室温延伸率为 59%,且其在 815 °C 下的高温延伸率高达 91%,远高于沉积态 SLM 增材成形的 Inconel 625 合金塑性。由此认为,SLM 成形 Inconel 625 合金出现了高温失塑现象。

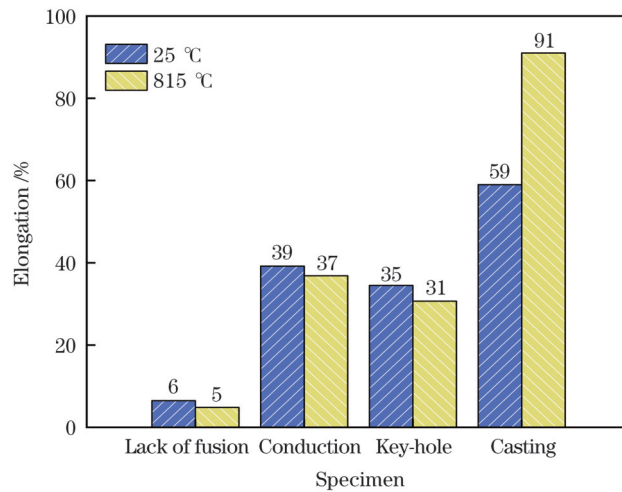


图 7 25 °C 和 815 °C 下不同孔隙类型 SLM 成形 Inconel 625 合金沉积态试样及铸态 Inconel 625 合金试样的塑性对比

Fig. 7 Plasticity comparison of as-deposited specimens of SLM-formed Inconel 625 alloy with different pore types and as-cast Inconel 625 alloy specimen at 25 °C and 815 °C

3.3 孔隙缺陷对 Inconel 625 合金高温塑性的影响机理分析

分别选取 key-hole 模式、conduction 模式及不规则孔隙这三种孔隙类型分析孔隙对室温、高温塑性的影响机理。图 8 为室温、高温拉伸断口形貌及局部放大图。由图 8(a)、(d)、(g)、(f) 可知,在 25 °C、815 °C 拉伸条件下,在 key-hole 模式孔隙的断口表面上均可观察到少量尺寸较大的孔隙,孔隙内部镶嵌着未熔合粉末颗粒,孔隙外沿存在少量二次裂纹。不同的是,在 25 °C 拉伸条件下观察到较小的晶体结构特征,其断裂方式为典型的脆性断裂。而 815 °C 拉伸条件下的断裂方式虽然也是脆性断裂,但是其断口边界呈现出较明显的凹陷形貌,这表明在轴向拉伸过程中试样表面缺陷处萌生裂纹并开始断裂。由图 8(b)、(e) 可知,在 25 °C 拉伸条件下,conduction 模式孔隙下的断口整体上也表现出中部平整的宏观断口形貌特征,但与 key-hole 模式孔隙有所区别的是,断口内部存在较多尺寸约在 20 μm 的深孔,孔隙外沿处存在较多细小的韧窝,表现出较为明显的韧性断裂特征。这也验证了之前分析的 conduction 模式孔隙合金试样的塑性更好的结论。由图 8(h)、(k) 可知,在 815 °C 高温环境下

conduction 模式孔隙的断口表面与室温类似,区别在于,随着温度的增加,断口内部的深孔存在一定程度的变形,少量二次裂纹沿着孔洞向外扩展。推测在热激活作用下,合金内部的位错运动愈发无序,造成小尺寸孔隙处位错塞积的概率增加,从而引发二次裂纹,但并未影响到主裂纹的扩展。由图 8(c)、(f) 可知,与前两种孔隙相比,不规则孔隙缺陷的断口形貌较平整,可观察到较多较浅的不规则孔隙,孔隙内部亦存在未熔合粉末颗粒。由于不规则孔隙较多且尺寸较大,该孔隙缺陷类型下的断口呈现出脆性断裂的特征。由图 8(i)、(l) 可知,在 815 °C 拉伸条件下,具有不规则孔隙的试样,其断口形貌与室温拉伸断口基本一致,断口内部存在较多尺寸较大的不规则尖端孔隙以及较明显的二次裂纹,且存在明显的撕裂棱及解理台阶,这也说明在高温变形过程中,不规则孔隙缺陷对塑性变形的影响最大。

图 9 为室温、高温条件下三种孔隙缺陷类型的断口纵截面形貌及局部放大图。由图 9(a)、(d) 可知,在 25 °C 拉伸条件下,当存在 key-hole 模式的大尺寸圆形孔隙时,在轴向拉伸过程中主裂纹会沿着大尺寸的圆形孔隙的边界进一步扩展断裂,由于大尺寸的圆形

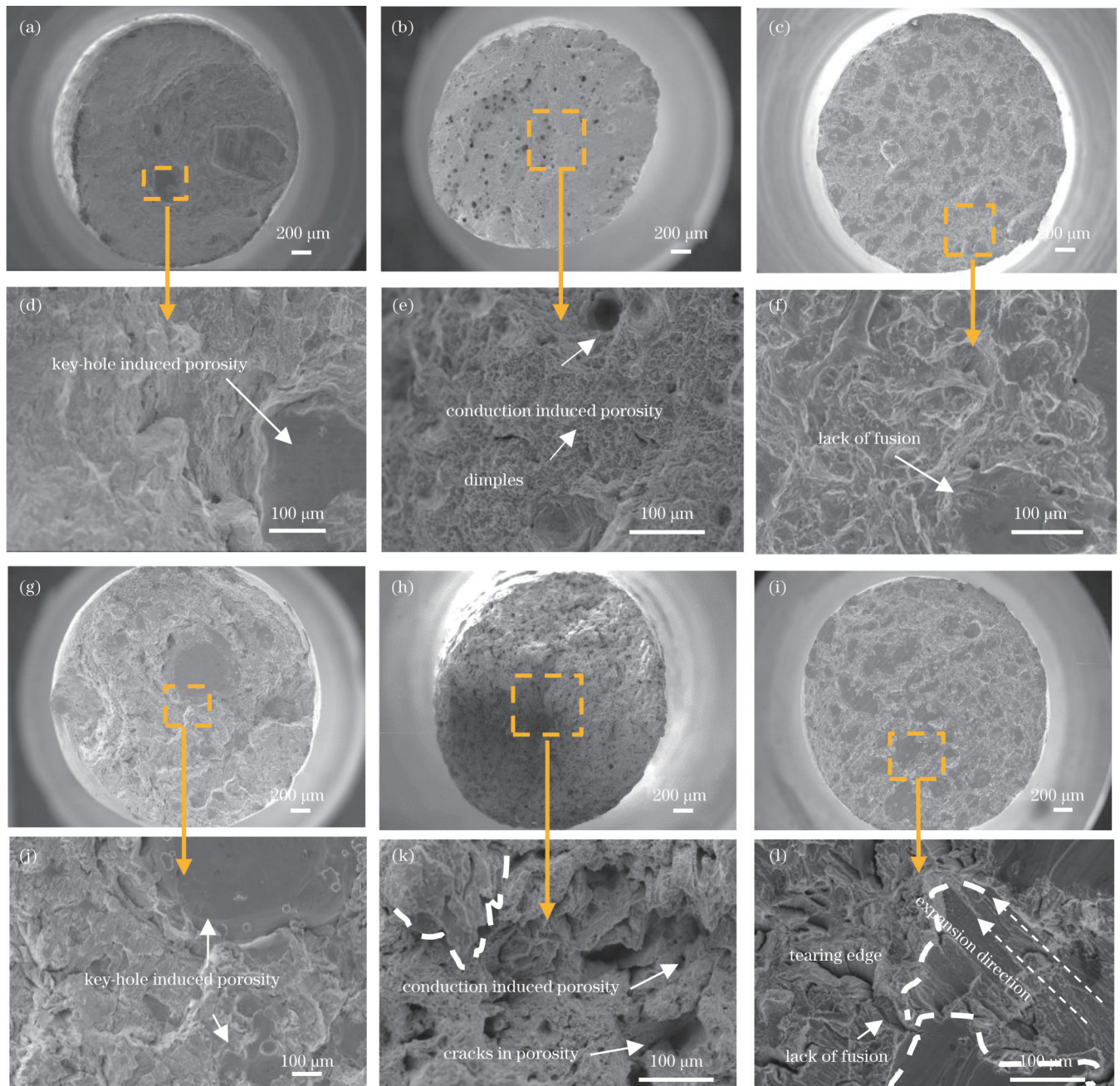


图8 不同孔隙类型 SLM 成形 Inconel 625 合金试样的室温和高温拉伸断口的形貌及局部放大图。(a)(d)室温, key-hole 模式孔隙; (b)(e)室温, conduction 模式孔隙; (c)(f)室温, 不规则孔隙; (g)(j)高温, key-hole 模式孔隙; (h)(k)高温, conduction 模式孔隙; (i)(l)高温, 不规则孔隙

Fig. 8 Morphologies and local magnification of tensile fractures of SLM-formed Inconel 625 alloy specimens with different pore types at room temperature and high temperature. (a)(d) Key-hole mode pores at room temperature; (b)(e) conduction mode pores at room temperature; (c)(f) irregular pore defects at room temperature; (g)(j) key-hole mode pores at high temperature; (h)(k) conduction mode pores at high temperature; (i)(l) irregular pore defects at high temperature

孔隙较多且其较弱的抗裂纹扩展能力会加速主裂纹的扩展,故出现提前失效的现象。比较来看,由图 9(b)、(e)可知,conduction 模式下的小尺寸圆形孔隙表现出较好的抗裂纹扩展能力,在轴向拉伸过程中,小尺寸圆形孔隙逐渐变形为椭圆形,在断口形貌中观察到密集且较深的孔隙,因此,该类孔隙对合金的塑性变形的影响最小。而由图 9(c)、(f)可知,不规则孔隙由于其形状不规则,多为“三角状”,存在尖端效应,当主裂

纹扩展至该类缺陷时,裂纹的扩展将会加速,从而出现合金提前失效的现象。由图 9(g)、(h)、(i)、(j)、(k)、(l)可知,在试样的纵截面处均发现了较为明显的沿晶界扩展的裂纹,其扩展方向与主裂纹扩展方向相互垂直。分析认为这里出现的数量较多的裂纹为高温失塑裂纹(DDC),其主要出现在 700~1200 °C 的失塑温度区间,在晶界薄弱处萌生并沿着晶界扩展^[26-28]。与室温拉伸变形过程相比,不同孔隙类型对

塑性变形的影响方式并没有明显的改变。在高温环境下,随着位错的滑移,在断口处沿着轴向拉伸方向扩展的路径中[图 9(j)、(k)、(l)]观察到部分微孔呈

线性排列,这些微孔在合金的二次裂纹扩展过程中具有较低的抗裂纹扩展能力,从而促使裂纹进一步扩展直至失效。

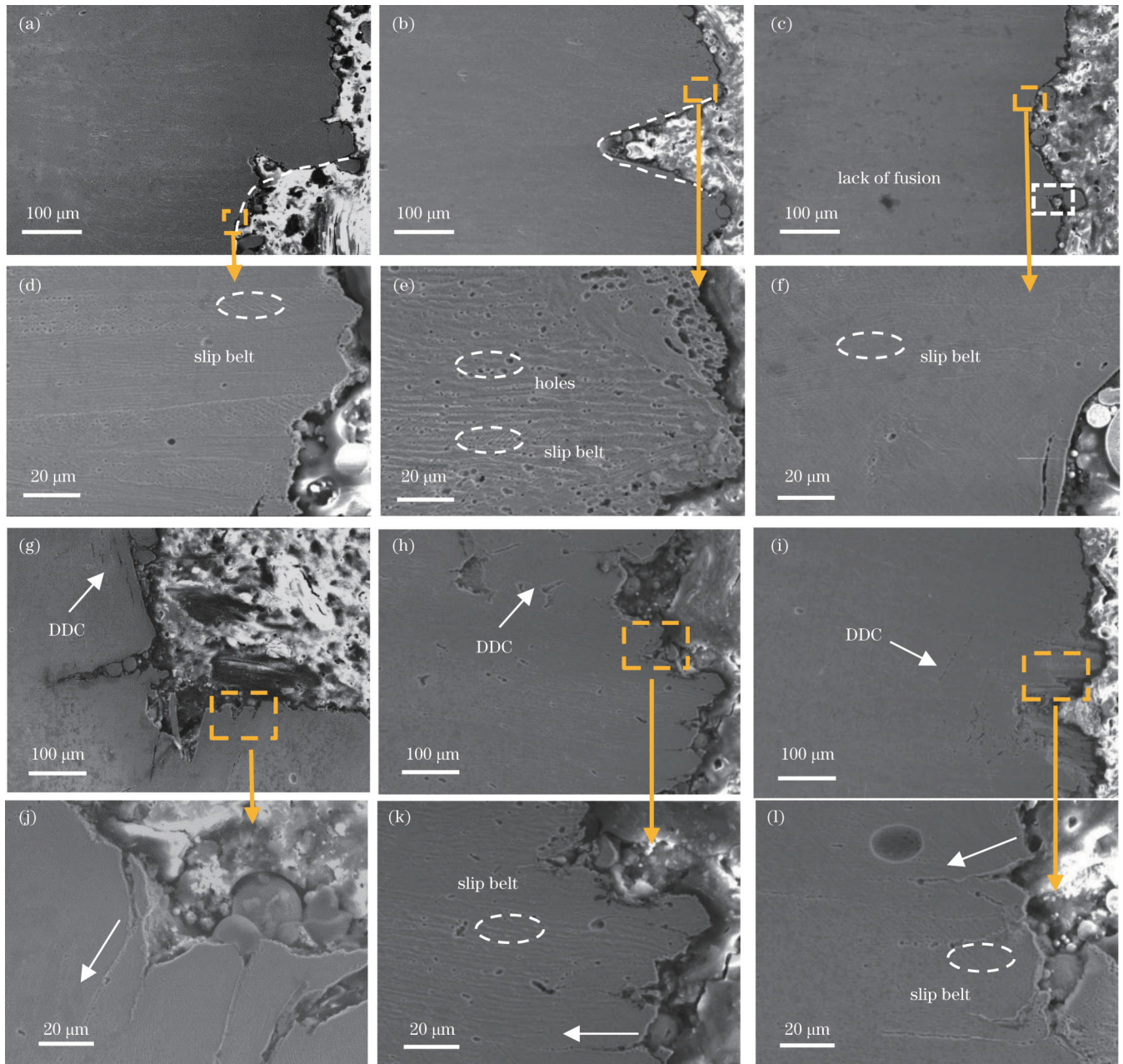


图 9 不同孔隙类型 SLM 成形 Inconel 625 合金试样的室温及高温拉伸纵截面及局部放大图。(a)(d)室温, key-hole 模式孔隙; (b)(e)室温, conduction 模式孔隙; (c)(f)室温, 不规则孔隙; (g)(j)高温, key-hole 模式孔隙; (h)(k)高温, conduction 模式孔隙; (i)(l)高温, 不规则孔隙

Fig. 9 Tensile longitudinal sections and local magnification of SLM-formed Inconel 625 alloy specimens with different pore types at room temperature and high temperature. (a)(d) Key-hole mode pores at room temperature; (b)(e) conduction mode pores at room temperature; (c)(f) irregular pore defects at room temperature; (g)(j) key-hole mode pores at high temperature; (h)(k) conduction mode pores at high temperature; (i)(l) irregular pore defects at high temperature

在室温、高温拉伸条件下,对含有 conduction 模式小尺寸圆形孔隙的拉伸试样的断口附近区域进行透射电子显微镜(TEM)分析,结果如图 10 所示。由图 10(a)、(b)可知,室温下合金的塑性变形以位错滑移为主,在孔隙周围观察到大量的位错墙及位错胞状结构,且位

错大量堆积在孔隙周围,该孔隙对位错的运动有一定程度的影响,阻碍了位错滑移,造成位错塞积引发开裂,从而影响合金的塑性变形。在 815 °C 高温拉伸过程中,如图 10(c)、(d)所示,此时合金的塑性变形以位错攀移为主,孔隙依然成为位错运动路径中的阻碍,孔

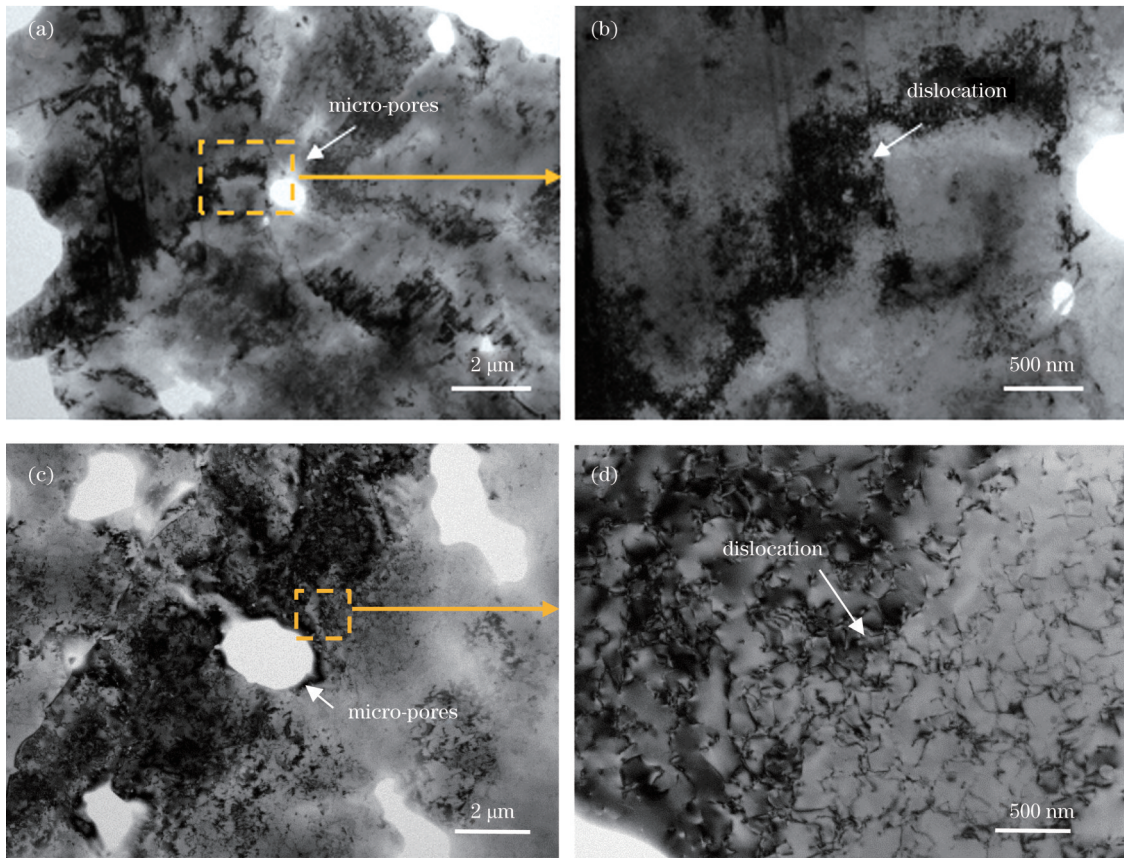


图 10 SLM 成形 Inconel 625 合金 conduction 模式孔隙缺陷的室温、高温位错组态及局部放大图。(a)(b) 室温; (c)(d) 高温
Fig. 10 Dislocation configurations and local magnification of conduction mode pore defects in SLM-formed Inconel 625 alloy at room temperature and high temperature. (a)(b) At room temperature; (c)(d) at high temperature

隙处的位错密度较室温变形后更高。这是由于热激活作用产生的位错攀移致使总位错增殖和部分位错迁移^[29],位错的增殖直接导致位错密度增大,从而产生位错塞积。高温下位错塞积效应易被激活并产生新的位错,故在孔隙周围观察到了大量的位错攀移现象,而在远离孔隙处存在较多位错滑移现象。这种现象导致孔隙处产生较大的应力集中,合金更易发生断裂。故认为,在塑性变形过程中,高温下产生的位错攀移致使 SLM 成形 Inconel 625 合金提前失效。

4 结 论

通过调整激光功率和扫描速度,制备了三种具有不同孔隙类型的试样,通过室温拉伸及高温拉伸试验,分析了不同孔隙类型对 SLM 成形 Inconel 625 合金高温塑性的影响,结果如下。

1) 在激光功率为 300 W 的条件下,当扫描速度增大至 1200~1500 mm/s 时,孔隙类型由 key-hole 模式下的大尺寸圆形孔隙转变为 conduction 模式下的小尺寸圆形孔隙;当扫描速度进一步增大至 1800 mm/s 时,激光能量输入降低,获得了具有典型尖端形状的不规则孔隙。

2) 在高温变形过程中,合金在 815 °C 下的高温应力应变曲线与室温下的应力应变曲线明显不同,表现

出动态软化与应变硬化的动态竞争现象,而动态软化现象是动态再结晶引起的,故曲线呈波浪形的变化,这是典型的动态再结晶特征。

3) 不同孔隙类型对合金的 815 °C 高温塑性的影响较为明显,其中不规则孔隙合金的塑性最差,仅为 5%。其次是大尺寸圆形孔隙合金,为 31%。塑性最好的是小尺寸圆形孔隙合金,为 37%。虽然小尺寸圆形孔隙合金相对于大尺寸圆形孔隙合金高温塑性提升了 19%,但远低于铸态 Inconel 625 合金 815 °C 高温下 95% 的塑性,故调整孔隙类型并无法明显改善合金的高温失塑现象。

参 考 文 献

- [1] 林鑫, 黄卫东. 应用于航空领域的金属高性能增材制造技术[J]. 中国材料进展, 2015, 34(9): 684-688, 658.
Lin X, Huang W D. High performance metal additive manufacturing technology applied in aviation field[J]. Materials China, 2015, 34(9): 684-688, 658.
- [2] 宋振峰, 高双, 何博, 等. 选区激光熔化 IN625 镍基高温合金长期热暴露组织及性能演变规律研究[J]. 中国激光, 2022, 49(14): 1402807.
Song Z F, Gao S, He B, et al. Long-time thermal exposure microstructures and performance evolution law of selective laser melting IN625 nickel-based superalloy[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(14): 1402807.
- [3] 吴伟. Inconel690 焊条熔敷金属高温低塑性裂纹敏感性研究[D].

- 哈尔滨: 机械科学研究院, 2005.
- Wu W. Study on ductility dip cracking sensitivity for Inconel690 electrode filler metal[D]. Harbin: Mechanical Engineering Research Institute, 2005.
- [4] 崔巍. 镍基合金焊接接头高温失塑裂纹研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2013.
- Cui W. Study on high temperature plastic cracking of nickel-based alloy welded joints[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2013.
- [5] Salarian M, Aşgari H, Vlasea M. Pore space characteristics and corresponding effect on tensile properties of Inconel 625 fabricated via laser powder bed fusion[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 769: 138525.
- [6] Li C, White R, Fang X Y, et al. Microstructure evolution characteristics of Inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 705: 20-31.
- [7] Hu X A, Zhao G L, Jiang Y, et al. Experimental investigation on the LCF behavior affected by manufacturing defects and creep damage of one selective laser melting nickel-based superalloy at 815 °C[J]. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2020, 33(4): 514-527.
- [8] Kreitchberg A, Brailovski V, Turenne S. Elevated temperature mechanical behavior of IN625 alloy processed by laser powder-bed fusion[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 700: 540-553.
- [9] Kanagarajah P, Brenne F, Niendorf T, et al. Inconel 939 processed by selective laser melting: effect of microstructure and temperature on the mechanical properties under static and cyclic loading[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 588: 188-195.
- [10] Sanchez-Mata O, Muñiz-Lerma J A, Wang X, et al. Microstructure and mechanical properties at room and elevated temperature of crack-free Hastelloy X fabricated by laser powder bed fusion[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 780: 139177.
- [11] Zhou Y H, Zhang Z H, Wang Y P, et al. Selective laser melting of typical metallic materials: an effective process prediction model developed by energy absorption and consumption analysis[J]. *Additive Manufacturing*, 2019, 25: 204-217.
- [12] Wei P, Wei Z Y, Chen Z, et al. The AlSi₁₀Mg samples produced by selective laser melting: single track, densification, microstructure and mechanical behavior[J]. *Applied Surface Science*, 2017, 408: 38-50.
- [13] Li S, Wei Q S, Shi Y S, et al. Microstructure characteristics of Inconel 625 superalloy manufactured by selective laser melting[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2015, 31(9): 946-952.
- [14] Stopka K S, Desrosiers A, Nicodemus T, et al. Intentionally seeding pores in additively manufactured alloy 718: process parameters, microstructure, defects, and fatigue[J]. *Additive Manufacturing*, 2023, 66: 103450.
- [15] 吴仔洋, 孙振忠, 王皓亮, 等. SLM 成形参数对 18Ni-300 模具钢致密度的影响[J]. *激光与光电子学进展*, 2022, 59(17): 1716001.
- Wu Z Y, Sun Z Z, Wang H L, et al. Effect of SLM forming parameters on relative-density of 18Ni-300 die steel[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2022, 59(17): 1716001.
- [16] Konečná R, Kunz L, Nicoletto G, et al. Long fatigue crack growth in Inconel 718 produced by selective laser melting[J]. *International Journal of Fatigue*, 2016, 92: 499-506.
- [17] King W E, Barth H D, Castillo V M, et al. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, 214(12): 2915-2925.
- [18] Pastor M, Zhao H, Debroy T. Pore formation during continuous wave Nd:YAG laser welding of aluminium for automotive applications[J]. *Welding International*, 2001, 15(4): 275-281.
- [19] Le K Q, Tang C, Wong C H. On the study of keyhole-mode melting in selective laser melting process[J]. *International Journal of Thermal Sciences*, 2019, 145: 105992.
- [20] Moussaoui K, Rubio W, Mousseigne M, et al. Effects of selective laser melting additive manufacturing parameters of Inconel 718 on porosity, microstructure and mechanical properties[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, 735: 182-190.
- [21] Tillmann W, Schaak C, Nellesen J, et al. Hot isostatic pressing of IN718 components manufactured by selective laser melting[J]. *Additive Manufacturing*, 2017, 13: 93-102.
- [22] Benedetti M, Cazzoli M, Fontanari V, et al. Fatigue limit of Ti6Al4V alloy produced by selective laser sintering[J]. *Procedia Structural Integrity*, 2016, 2: 3158-3167.
- [23] 王磊, 郭铠, 丛佳琦, 等. 工艺参数对选区激光熔化 316L 不锈钢缺陷的影响[J]. *激光与光电子学进展*, 2023, 60(5): 0514007.
- Wang L, Guo K, Cong J Q, et al. Effect of process parameters on defect in selective laser melting of 316L stainless steel[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2023, 60(5): 0514007.
- [24] 任治好, 张正文, 马翔宇, 等. 球化效应下激光选区熔化中的激光辐照行为[J]. *中国激光*, 2022, 49(14): 1402203.
- Ren Z H, Zhang Z W, Ma X Y, et al. Laser irradiation behavior analysis during balling effect in selective laser melting[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2022, 49(14): 1402203.
- [25] 贾灵昱. 激光选区熔化成形 Inconel 718 合金的孔隙缺陷和力学性能[D]. 南昌: 南昌航空大学, 2020.
- Jia J Y. Porosity and mechanical properties of Inconel 718 superalloy produced by selective laser melting[D]. Nanchang: Nanchang Hangkong University, 2020.
- [26] 曹睿, 刘刚, 陈剑虹, 等. 镍基材料焊接中高温失塑裂纹 DDC 的生成机理及研究进展[J]. *焊接*, 2018(7): 7-13.
- Cao R, Liu G, Chen J H, et al. Formation mechanism and research progress of DDC in high temperature plastic cracking of nickel-based materials during welding[J]. *Welding & Joining*, 2018 (7): 7-13.
- [27] Collins M, Lippold J. Quantifying ductility-dip cracking susceptibility in nickel-base weld metals using the strain-to-fracture test[C]//6th International Trends in Welding Research Conference Proceedings, April 15-19, 2002, Phoenix, Arizona, USA. [S.l.: s. n.], 2002: 586-590.
- [28] Nissley N E, Lippold J C. Ductility-dip cracking susceptibility of nickel-based weld metals-part 1: strain-to-fracture testing[J]. *Welding Journal*, 2008, 87(10): 257-264.
- [29] Kim I S, Choi B G, Hong H U, et al. Anomalous deformation behavior and twin formation of Ni-base superalloys at the intermediate temperatures[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528(24): 7149-7155.

Effect of Pore Type on High-Temperature Plasticity of Inconel 625 Alloy Fabricated by Selective Laser Melting

Nie Wei¹, Liu Fencheng^{1*}, Hu Wenwei¹, Liu Fenggang¹, Geng Yongxiang¹, Wang Hong²,
Hu Wanqian³, Wang Lianbo³

¹National Defense Key Disciplines Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, Jiangxi, China;

²Engineering Training Centre, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, Jiangxi, China;

³Jiangxi Baohang Advanced Materials Co. Ltd., Nanchang 330200, Jiangxi, China

Abstract

Objective Inconel 625 superalloy is extensively used in combustion turbines because of its superior tensile, fatigue, and creep strengths at elevated temperatures. Selective laser melting (SLM), which is one of the most promising additive manufacturing (AM) methods for high-temperature superalloys, has attracted considerable attention in many fields, including aerospace, owing to its special technical advantages. However, plastic loss occurs in the service temperature range of nickel-based superalloys, which poses a serious threat to the stability of their mechanical properties during service. To ensure the stability of SLM-fabricated Inconel 625 superalloy in high-temperature service environments, the different types of pore defects should be studied to understand the high-temperature plastic deformation behavior of this superalloy for engineering applications.

Methods Different types of pore defect samples are prepared by adjusting the process parameters, and the samples are subjected to room- and high-temperature tensile tests. The influence of different types of pore defects on the high-temperature plastic loss of the superalloy is analyzed using fracture and fracture longitudinal sections, and the fracture mechanism is analyzed.

Results and Discussions When the laser power is set to 300 W, with increasing scanning speed, the pore defects transit from large regular circular pore defects in “key-hole” mode to small regular circular pore defects in “conduction” mode. When the scanning speed is further increased, the laser energy input decreases, and irregular pore defects with typical tip shapes are obtained (Fig. 3). In the tensile test, the influence of different pore types on the room- temperature plasticity and high-temperature plasticity of the alloy becomes more apparent. Among these pore types, irregular incomplete fusion defects exert the greatest impact on plasticity, with room-temperature plasticity and high-temperature plasticity of 6.47% and 4.85%, respectively. The second most influential defects are the large circular pores in the “key-hole” mode, which exhibit room-temperature and high-temperature plasticity of 20.45% and 11.5%, respectively. However, the regular small circular pore defects produced in the “conduction” mode have the least effect on plasticity, with room-temperature plasticity of 39.19% and high-temperature plasticity of 36.84% (Fig. 6). The stress - strain curve of the SLM-formed Inconel 625 alloy at high temperatures shows a significantly different trend from that at room temperature. After the alloy stress reaches its peak value, the alloy softens with an increase in strain (Fig. 5). In room- and high-temperature tensile fracture surfaces, keyhole-mode pores can be observed in a small number of larger pores, which are embedded with unfused powder particles; there are a small number of secondary cracks along the outer edges of the pores, and the fracture mode is the typical brittle fracture. In the conduction-mode pores, along the outer edges, there are smaller, tough nests, which exhibit more evident ductile fracture characteristics. Irregular pores exhibit brittle fracture characteristics because of their larger number and sizes (Fig. 8). The three different pore types exhibit more plastic cracks at high temperatures (Fig. 9). With the movement of dislocations, the tips of the irregular pores easily cause dislocation accumulation, which affects the plastic deformation of the superalloy and leads to its rapid fracture. Compared with irregular pores, the circular pore boundary of the “key-hole” mode can reduce the degree of dislocation pile-up; therefore, the high-temperature plasticity of these pores is higher. The circular pores in the “conduction” mode are very small, and their ability to weaken the dislocation pile-up is the strongest; therefore, their high-temperature plasticity is the highest.

Conclusions The results of static load tensile tests show that the stress-strain curves of tensile specimens with different pore types at high temperatures are obviously different from those at room temperature. After the superalloy stress reaches its peak value, the superalloy appears to soften with an increase in strain. The load fluctuates continuously and periodically in the softening stage and gradually decreases until fracture. The effects of different pore types on the high-temperature plasticity of the superalloy are significantly different; the high-temperature plasticity of the irregular pore sample is 4.85%, and those of large circular pores in the “key-hole” mode and small circular pores in the “conduction” mode are 30.69% and 36.84%, respectively. Although the high-temperature plasticity of the “conduction” mode pores is improved compared to the other types, it is still lower than that of the as-cast Inconel 625 superalloy. Therefore, it is believed that the type of pore defect does not significantly improve the high-temperature plasticity of the superalloy.

Key words laser technique; selective laser melting; Inconel 625 alloy; pore defect; high-temperature plastic loss behavior