

选区激光熔化技术制备 GH4169 合金的致密度研究

张国会*, 郭绍庆, 黄帅, 周标, 闫泰起, 陈冰清, 张学军

中国航发北京航空材料研究院 3D 打印研究与工程技术中心, 北京 100095

摘要 使用选区激光熔化技术,通过改变激光功率和扫描速度进行阵列实验,获得了多组 GH4169 块体。计算能量输入密度并测量块体的致密度,观察其组织的孔隙情况与微观形貌。结果表明:扫描速度太低时,组织内产生圆形气孔;扫描速度过高时,组织内产生不规则形状的孔隙。而在扫描速度为 0.9~1.5 m/s、激光功率为 260~350 W 的合理工艺参数下,可成形致密度较高、孔隙较少的样件,最高致密度为 99.7%。致密度良好的块体微观组织呈柱状树枝晶形态,随着能量输入密度的提升,枝晶生长稳定并逐步细化。

关键词 激光光学; 选区激光熔化; GH4169; 能量输入密度; 致密度

中图分类号 TG142

文献标志码 A

doi: 10.3788/LOP57.031404

Relative Density of GH4169 Superalloy Prepared by Selective Laser Melting

Zhang Guohui*, Guo Shaoqing, Huang Shuai, Zhou Biao, Yan Taiqi,
Chen Bingqing, Zhang Xuejun

3D Printing Research and Engineering Technology Center, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials,
Beijing 100095, China

Abstract Herein, selective laser melting technology is applied to preparing block samples of multiple sets of GH4169 by changing the laser power and adjusting the scanning speed. The power density of the block samples is calculated, the relative density of the prepared samples is measured, and pores and microstructures of the samples are also observed. Results show that, at a very low scanning speed, the microstructural view of the samples shows circular pores, whereas at a very high scanning speed, irregular shaped pores appear on the microstructure. The parameters suitable for the scanning process include a scanning speed of 0.9–1.5 m/s and the laser power of 260–350 W, samples having higher relative density and lesser pores can be formed, and the highest relative density is 99.7%. The microstructural morphology of the samples with high relative density is in the form of columnar dendrites. As the energy input density increases, there is a gradual refinement in the dendrite growth as well as in the stability.

Key words laser optics; selective laser melting; GH4169; energy input density; relative density

OCIS codes 140.3390; 350.3390; 350.1820

1 引言

高温合金 GH4169 (Inconel 718) 是以 γ -Ni 为基体, γ' 相 (Ni_3Nb) 为主要强化相, 同时辅以面心立方结构的弱强化相 γ'' 相 [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$] 的时效沉淀强化型合金^[1]。它具有优异的高温强度、抗疲劳性能和良好的高温蠕变强度, 常用于制造热端结构部

件, 广泛应用于航空航天、能源、军工等领域^[2-3]。由于 GH4169 存在加工硬化严重、刀具易磨损等加工特点, 其复杂构件的加工难度很大, 而选区激光熔化 (SLM) 技术可以有效降低其加工难度。

SLM 技术使用高能束激光选择性地作用于粉末材料, 使其熔化凝固, 同时配合粉床与刮板的运动, 实现粉末逐层叠加, 进而形成完整结构的零部

收稿日期: 2019-06-10; 修回日期: 2019-07-13; 录用日期: 2019-08-12

基金项目: 北京市科技计划课题(Z181100003318001)

* E-mail: guohui-zhang@foxmail.com

件,是21世纪以来极具发展前景的增材制造技术之一^[4-6]。SLM方法,因其分层叠加制造的特点,具有较高的加工自由度,可用于传统减材工艺难以制备的复杂结构零部件制造中^[7-8],同时其成形精度与表面质量较好,可实现零件的净成形或近净成形^[9],极大地缩短了加工周期。然而,在SLM工艺过程中,激光热输入高、温度梯度高,熔化凝固会在极短的时间内完成,熔体中气体短时间内不能完全溢出,使得组织产生孔隙,导致成形样件致密度不高,影响最终成形零件的性能^[10]。因此,优化SLM工艺以提高成形件致密度有重大的研究意义。

关于SLM成形件的致密度,国内外学者已经在原材料优化、工艺优化等方面进行了一些研究。中北大学的杜胶义等^[11]研究了扫描间距、激光电流、扫描速度、铺粉厚度等参数对成形件致密度的影响规律。杜开平等^[12]在GH4169粉末中添加了少量的B,对成形件致密度有明显的提升。美国宇航公司的Bean等^[13]研究了激光的离焦量对成形件致密度和孔隙的影响,发现激光聚焦可明显减少孔隙数量。西南交通大学的徐锦岗等^[14]使用SLM技术研究H13钢,得到了过大或过小的扫描间距均会导致成形气孔缺陷的结论。以上研究对工艺和原材料进行了优化,提出了一些工艺模型,在一定程度上指导了GH4169的SLM工艺成形方案,但其工艺实验覆盖量较少,未能提出合适的工艺范围,同时也较少涉及到激光能量输入密度对致密度的影响。

表1 GH4169粉末的设计成分与实测成分

Table 1 Designed composition and tested composition of GH4169 powder

Element	C	Cr	Ni	Co	Mo	Al	Ti	Nb	Fe
Designed mass fraction /%	0.02-0.06	17-21	50-55	≤1.0	2.8-3.3	0.3-0.7	0.75-1.15	5.0-5.5	Bal.
Tested mass fraction /%	0.036	18.7	53.83	<0.1	3.23	0.44	0.93	5.19	Bal.

2.3 实验工艺

采用不同的激光功率(200 W、230 W、260 W、290 W、320 W、350 W)及扫描速度(0.6 m/s、0.9 m/s、1.2 m/s、1.5 m/s、1.8 m/s、2.1 m/s)进行阵列实验,其余工艺参数保持不变,其中扫描间距为0.11 mm,铺粉层间厚度为0.04 mm,光斑直径为0.1 mm,实验制备了36组尺寸均为20 mm×20 mm×10 mm的长方体试块。

待样件成形后,使用线切割方法将其从基板上切离,切除试块周边粘结的未熔化的金属粉末,避免在密度测试过程中引入误差。使用阿基米德排水法测量每组样块的实际密度,并计算致密度。本研究中致密度是指实际密度与理论密度的比值,采用百

本文以GH4169为实验材料,制备多种工艺组合的试样,测量其致密度,通过微观组织观察分析样件孔隙的情况,选择合理的工艺范围,为采用SLM成形GH4169航空构件提供了理论参考。

2 实验过程

2.1 实验设备

本实验所使用的SLM系统采用易加三维(E-plus-3D)设备,配备功率为400 W的光纤激光器,从CAD模型中获得分层切片数据,使用激光束对超细金属粉末以层为单位进行烧结,使复杂结构零部件得以成形。

2.2 实验材料

实验采用旋转电极法制备出GH4169粉末,粒度为15~49 μm,形貌如图1所示。从图1可看出,GH4169粉末流动性良好,能够保证在铺粉过程中均匀铺满整个基板。其设计的化学成分与实测结果如表1所示。

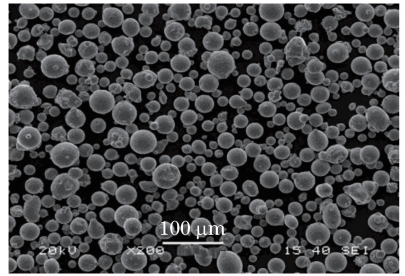


图1 GH4169粉末形貌图

Fig. 1 GH4169 powder morphology

分数表示,其中理论密度取 $\rho = 8.24 \text{ g/cm}^3$,数据来源于航空材料手册^[15]。目前对于致密度的研究多采用此方法,其操作简单,测量误差主要取决于天平的测量精度,受设备制约较少。此外,还有热膨胀测试法与工业CT检测方法。热膨胀测试法对试样的体积有一定的要求,体积较小的试样在测量时误差较大;而工业CT检测方法需要建立标准件CT数与线性衰减系数的关系,需计算出待测工件的线性衰减系数^[16],从而进行质量密度的测量,其测量过程复杂,操作时间长,在标准件选取与某些物性参数查取上易产生系统性误差。综上,本文采用阿基米德排水法测量致密度并进行研究。

密度测量结束后,沿试样纵截面切开,进行研

磨、抛光制样;随后选用 20 mL 水+20 mL 盐酸+5 mL 硝酸+10 mL 过氧化氢溶液的腐蚀液进行腐蚀,腐蚀时间为 5 s;使用 Olympus 光学显微镜观察样件的孔隙情况,使用 JSM-7610Plus 扫描电子显微镜观察样品的微观组织。

3 结果与讨论

3.1 致密度测量

在 SLM 增材制造工艺中,多种工艺参数如激光功率 P 、扫描速度 v 、熔池宽度 d_m 、光斑直径 d 、

铺粉厚度 h 、扫描间距 s 等均对金属成形的质量有影响。为获得致密度较高的成形试样,应尽可能达到较高的能量输入以完全熔化粉末材料。根据其他学者提出的各类能量输入模型(表 2),能量输入密度的主要影响因素为激光功率和扫描速度。为探索合理的工艺参数,获得较为致密的试块,实验选择不同的激光功率及扫描速度,同时保持铺粉厚度和扫描间距不变,进行阵列试块的增材制备,同时对工艺参数阵列的能量输入密度进行计算,结果如表 3 所示。

表 2 其他学者提出的能量输入密度模型

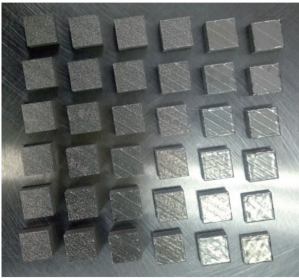
Table 2 Energy input density model proposed by other researchers

No.	First author	Model	Physical significance	Ref.
1	Morgan	$\varphi_1 = \frac{4P}{\pi v s}$	Energy input of one unit area in one unit time	[17]
2	Simchi	$\varphi_2 = \frac{P}{v d h}$	Energy input of one unit volume in one unit time	[18]
3	Simchi	$\varphi_3 = \frac{P}{v s h}$	Energy input of one unit volume in one unit time	[19]
4	Yadroitsev	$\varphi_4 = \frac{P}{v}$	Energy input in one unit time	[20]

表 3 能量输入密度表

Table 3 Table of energy input density

Scanning speed / (m · s ⁻¹)	Energy input density / (W · s · m ⁻¹)					
	200 W	230 W	260 W	290 W	320 W	350 W
0.6	333.3333	383.3333	433.3333	483.3333	533.3333	583.3333
0.9	222.2222	255.5556	288.8889	322.2222	355.5556	388.8889
1.2	166.6667	191.6667	216.6667	241.6667	266.6667	291.6667
1.5	133.3333	153.3333	173.3333	193.3333	213.3333	233.3333
1.8	111.1111	127.7778	144.4444	161.1111	177.7778	194.4444
2.1	95.2381	109.5238	123.8095	138.0952	152.3810	166.6667



Note: the first to sixth rows are prepared with scanning speeds of 0.6, 0.9, 1.2, 1.5, 1.8, and 2.1 m/s, respectively, and the first to sixth columns are samples prepared under powers of 200, 230, 260, 290, 320, and 350 W from left to right.

图 2 SLM 工艺成形的 GH4169 试块

Fig. 2 Test specimens of GH4169 alloy formed by SLM

成形后试块如图 2 所示,观察发现,随着激光功率和扫描速度的变化,激光与金属粉末作用程度明显不同。当功率较小时,激光与金属粉末相互作用

较为平和,试块表面成形质量一般,没有看到扫描痕迹;而功率不增加,只增大扫描速度时,单位时间内能量输入减少,表面质量变得更差;当功率较大时,激光与金属粉末作用较为激烈,目视成形表面较为光整,可看到清晰的扫描痕迹;功率较大时,随着扫描速度减慢,在极端情况下试块边部容易出现翘曲的现象,如激光扫描速度为 0.6 m/s、功率为 320 W 和 350 W 时试块边部均产生翘曲。

为了定量研究各参数下试块的成形质量,对试块的致密度进行测量。表 4 为不同激光功率及扫描速度下的试块致密度测量结果。可以发现:当能量输入密度较小时,试块的致密度也较小;随着能量输入密度的增大,所得试块的致密度变化趋势是先升高,但超过一定程度后,所得试块的总体致密度开始下降。从图 3 可以看出,当功率为 290 W 时,试样的

表 4 不同激光功率及扫描速度下的试块致密度

Table 4 Sample relative density prepared by various laser powers and scanning speeds

Scanning speed / ($m \cdot s^{-1}$)	Relative density / %					
	200 W	230 W	260 W	290 W	320 W	350 W
0.6	97.70	96.70	98.10	98.20	96.10	97.50
0.9	98.20	96.80	97.40	98.30	98.40	97.30
1.2	98.90	97.80	99.60	98.40	97.00	98.30
1.5	97.90	98.50	99.10	99.70	97.70	98.40
1.8	92.90	96.20	98.20	99.50	99.00	97.90
2.1	89.80	92.70	95.60	96.80	97.40	98.20

致密度整体较高。为进一步研究 SLM 成形工艺参数对试块成形质量的影响,对成形试块进行金相组织观察。

3.2 致密度金相观察

图 4 所示为使用光学显微镜(OM)观察的 SLM 成形 GH4169 试块的金相组织。从金相照片可以发现,当扫描速度较小时(0.6 m/s),试块中存在的缺陷多为圆形气孔,其形貌与铸造气孔相似。上述孔隙变化情况可印证致密度测试的结果。这些气孔产生的原因主要是:在熔化-凝固过程中,粉末间隙及粉末表面有残余气体,甚至在空心粉末

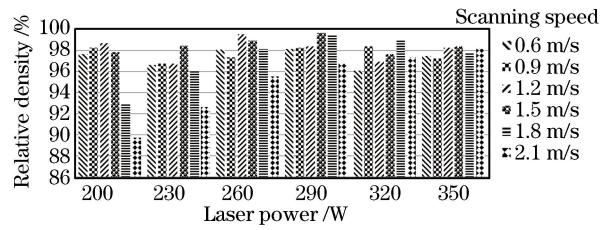


图 3 不同工艺参数下试块的致密度

Fig. 3 Relative density of samples prepared by different process parameters

内部夹杂着气体,反应过程中这些气体未及时逸出;由于激光扫描速度过慢,材料与激光相互作用的时间较长,粉末材料处在高温熔化状态,导致低熔点成分粉末及粉末杂质发生汽化,甚至产生高温等离子体,气体在反应中未及时排出;气孔中的气体多数为空气,也包含部分水蒸气、氢气与少量低熔点的物质熔化时产生的杂质气体,这些气体的密度均小于高温熔化金属的密度,在熔体中会自发上浮逸出,然而处在熔体内部的气体经过激光与材料的相互作用产生熔体对流运动,会碰撞聚集成圆形,但高温不平衡状态不利于气体排出,同时激光作用结束后,成形组织又以很快的速度冷却,导致气体来不及逸出。

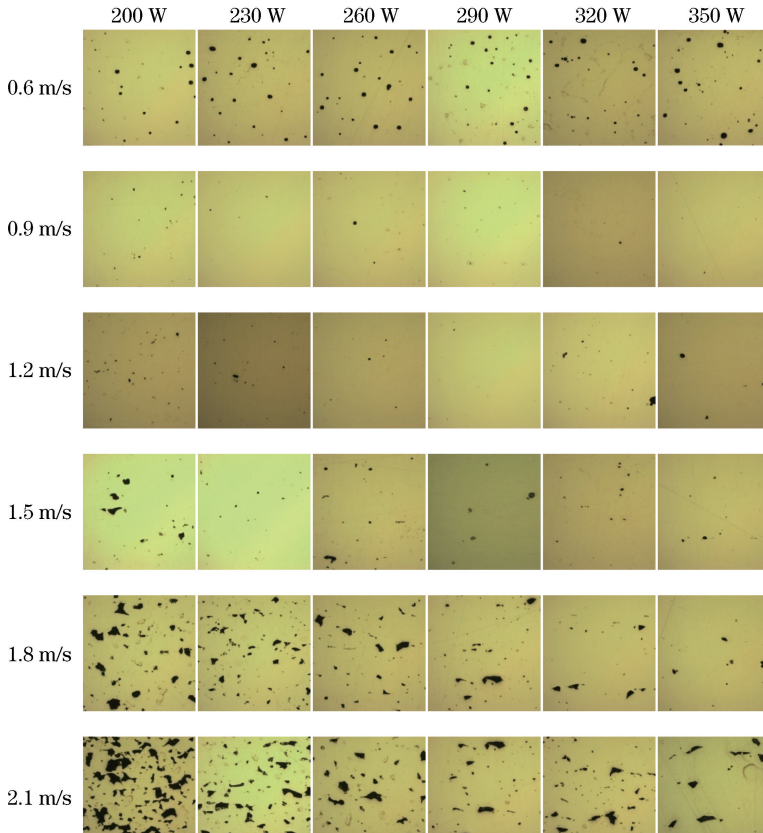


图 4 不同工艺参数下 GH4169 试块的金相微观组织

Fig. 4 Metallographic microstructures of GH4169 samples prepared by different process parameters

随着扫描速度的增加(0.9 m/s、1.2 m/s),圆形气孔缺陷数量开始减少,激光与材料作用平稳,激光与材料相互作用产生的熔体对流运动使得其他残余气体能够及时逸出,从而成形组织良好。但继续增大扫描速度(1.5 m/s、1.8 m/s、2.1 m/s),不规则形状的缩孔等缺陷数量开始增多,在 2.1 m/s、200 W 时增幅最大。这是因为扫描速度过快,激光与材料作用时间短,对熔体产生的热积累效应较小,液相温度不高,因此熔体黏度较大,熔体流动能力下降,液相补充到缩孔的能力较差,且黏度较大时,液相的球化现象明显,液相在两相邻熔覆道间向两边熔覆道聚集,进而在相邻熔覆道间形成沟壑,后续熔覆填充不完全时即形成缩孔缺陷。此外,扫描速度加快后,其单位时间内的送粉量不变,因而其单道熔覆宽度减小,意味着相同扫描路径下的搭接区域减少,搭接区的送粉量同步减少,易存在部分区域原材料填充不足的情况,并且随着重熔区域的减少,在重熔过程中靠熔体流动自我填充缺陷的可能性会大幅度降低,造成缺陷增多。综上分析,内部缺陷的产生与熔池流动有很大的关系,这也是激光功率与扫描速度综合作用的结果。在 SLM 成形过程中,激光功率

和扫描速度的工艺参数匹配是确保所成形试样表面光整无凹陷、内部组织致密的重要前提。

综合致密度测试结果及金相观察结果,在扫描速度为 0.9~1.5 m/s、激光功率在 260~350 W、能量输入密度在 173~389 W·s/m 之间可成形致密度较高、微观组织缺陷较少的样件。本文选定的 1 号参数为 260 W、0.9 m/s,2 号参数为 290 W、1.2 m/s,3 号参数为 350 W、1.5 m/s,并在这 3 个参数条件下进行扫描电镜观察。

3.3 微观组织观察

图 5 所示为不同工艺参数下 SLM 成形 GH4169 试块的熔池组织。由于 SLM 是基于叠层增加的成形方式,因而可以清晰地观察到层状结构的成形形貌。3 个工艺下成形试块的熔池形貌较为规则,均未发现沉积层之间的结构孔洞,相邻扫描轨迹的熔池截面呈现良好的冶金结合,因此试块近乎完全致密。

为进一步观察显微组织的特征,对 3 种试样的组织形貌进行高倍成像,结果如图 6 所示。从图 6 可以看到,成形试样组织呈均匀排列的定向凝固细化柱状树枝晶组织。

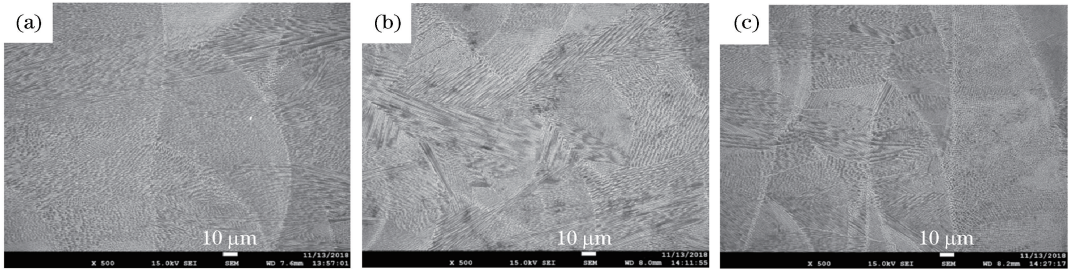


图 5 不同工艺参数的 GH4169 试块熔池组织。(a) 1 号参数;(b) 2 号参数;(c) 3 号参数

Fig. 5 Melt pool morphology of GH4169 samples prepared by different process parameters. (a) No. 1 parameter; (b) No. 2 parameter; (c) No. 3 parameter

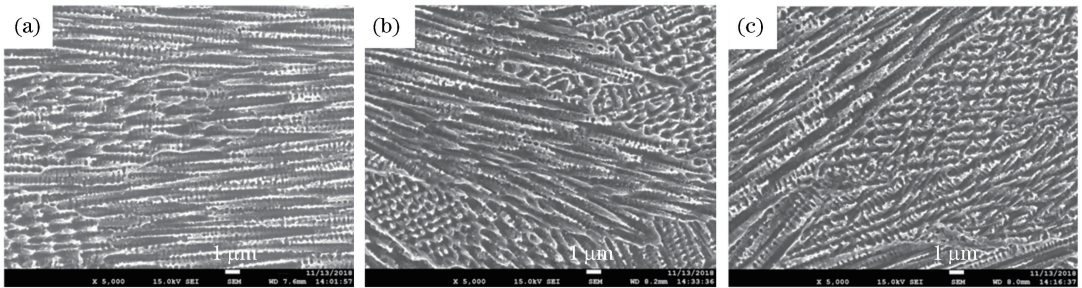


图 6 不同参数下 GH4169 组织形貌的高倍成像。(a) 1 号参数;(b) 2 号参数;(c) 3 号参数

Fig. 6 Microstructure morphology of GH4169 samples prepared by different process parameters. (a) No. 1 parameter; (b) No. 2 parameter; (c) No. 3 parameter

在 SLM 成形过程中,激光扫描产生的大部分热量是通过基板或已成形的材料以热传导方式散

失,这也为柱状枝晶沿最大温度梯度方向的生长提供了凝固热力学条件。当激光能量输入密度较大

时,熔池中有持续输入的热量,因而其冷却时间也较长,这为柱状枝晶的形核和生长提供了动力学条件。当扫描速度较慢时,激光在熔池作用时间较长,凝固过程中熔池各个区域的冷却速率相对均衡,这促使了熔池中大量柱状枝晶的形核与生长,最终形成了团簇的柱状枝晶。当进一步增大输入激光能量、输入密度(1号参数条件下的激光能量输入密度最大,3号参数条件下的激光能量输入密度最小)时,激光作用在熔池中会产生更多的热量,熔池中液相温度迅速上升,热量积聚带来的内能提升为柱状枝晶的外延生长提供了形核和生长的驱动力,使得枝晶逐步细化,形成了定向连续生长的柱状树枝晶组织。综上,三组参数下成形试块的微观组织均较好。

4 结 论

使用 SLM 技术制备了多组不同能量输入密度的 GH4169 试样块体,结合致密度测试及金相观察的孔隙情况,得到了成形质量较好的工艺参数,为后续制备 GH4169 结构件提供了参考。

1) 在扫描速度为 0.9~1.5 m/s、激光功率为 260~350 W、能量输入密度为 173~389 W·s/m 的条件下,可成形致密度较高的样件,最高致密度为 99.7%。

2) 在扫描速度较低时,金相组织内有大量圆形气孔,扫描速度较高时,金相组织内有大量不规则形状的缩孔,选择合理的工艺参数与能量输入密度可避免孔隙缺陷,进而提高成形质量。

3) 在合理的工艺参数和能量输入密度下成形的试样,微观组织呈现柱状树枝晶形态,随着能量输入密度的提升,组织形态逐步细化,且生长方向也趋向稳定。

参 考 文 献

- [1] Cai D Y, Zhang W H, Liu W C, et al. Dissolution behavior of phase δ in Inconel 718[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2002, 14(6): 61-64.
蔡大勇, 张伟红, 刘文昌, 等. Inconel 718 合金中 δ 相的溶解行为[J]. 钢铁研究学报, 2002, 14(6): 61-64.
- [2] Qi H, Azer M, Ritter A. Studies of standard heat treatment effects on microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured Inconel 718[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, 40(10): 2410-2422.
- [3] Zhang Y N, Cao X, Wanjara P, et al. Oxide films in

laser additive manufactured Inconel 718 [J]. Acta Materialia, 2013, 61(17): 6562-6576.

- [4] Gu D D, Meiners W, Wissenbach K, et al. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms [J]. International Materials Reviews, 2012, 57(3): 133-164.
- [5] Zhang B C, Liao H L, Coddet C. Microstructure evolution and density behavior of CP Ti parts elaborated by self-developed vacuum selective laser melting system[J]. Applied Surface Science, 2013, 279: 310-316.
- [6] Osakada K, Shiomi M. Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder [J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2006, 46(11): 1188-1193.
- [7] Dong L X, Wang H M. Microstructure and corrosion properties of laser-melted deposited $Ti_2 Ni_3 Si/NiTi$ intermetallic alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 465(1/2): 83-89.
- [8] Li J F, Wei Z Y, Lu B H. Research progress on technology of selective laser melting of titanium and titanium alloys [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2018, 55(1): 011403.
李俊峰, 魏正英, 卢秉恒. 钛及钛合金激光选区熔化技术的研究进展[J]. 激光与光电子学进展, 2018, 55(1): 011403.
- [9] Sun J F, Yang Y Q, Wang D. Parametric optimization of selective laser melting for forming Ti6Al4V samples by Taguchi method[J]. Optics & Laser Technology, 2013, 49: 118-124.
- [10] Zhu H H, Liao H L. Research status of selective laser melting of high strength aluminum alloy [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2018, 55(1): 011402.
朱海红, 廖海龙. 高强铝合金的激光选区熔化成形研究现状[J]. 激光与光电子学进展, 2018, 55(1): 011402.
- [11] Du J Y, Liu B, Liu H P. Effects of process parameters on density of GH4169 parts made by selective laser melting[J]. Hot Working Technology, 2015, 44(8): 28-31, 34.
杜胶义, 刘斌, 刘和平. 选区激光熔化工艺参数对 GH4169 成型件致密度的影响[J]. 热加工工艺, 2015, 44(8): 28-31, 34.
- [12] Du K P, Zhu Y T, Shen J, et al. Effect of B on preparation and selective laser melting of GH4169 alloy powder[J]. Thermal Spray Technology, 2017,

- 9(2): 28-34.
- 杜开平, 朱云天, 沈婕, 等. B 对 GH4169 合金粉末制备及选区激光熔化工艺的影响[J]. 热喷涂技术, 2017, 9(2): 28-34.
- [13] Bean G E, Witkin D B, McLouth T D, et al. Effect of laser focus shift on surface quality and density of Inconel 718 parts produced via selective laser melting [J]. Additive Manufacturing, 2018, 22: 207-215.
- [14] Xu J G, Chen Y, Chen H, et al. Influence of process parameters on forming defects of H13 steel processed by selective laser melting [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2018, 55(4): 041405.
- 徐锦岗, 陈勇, 陈辉, 等. 工艺参数对 H13 钢激光选区熔化成形缺陷的影响[J]. 激光与光电子学进展, 2018, 55(4): 041405.
- [15] Editorial board of China aviation materials handbook. China aeronautical materials handbook[M]. 2nd ed. Volume 2. Beijing: Standard Press of China, 2002: 341-346.
- 《中国航空材料手册》编辑委员会. 中国航空材料学手册[M]. 2 版. 第 2 卷 北京: 中国标准出版社, 2002: 341-346.
- [16] Liu L, Zhang Y P. ASTM method of density measurement by industrial CT [J]. Nondestructive Testing, 2006, 28(6): 324-326.
- 刘力, 张英平. 用工业 CT 测量物质密度的 ASTM 标准方法[J]. 无损检测, 2006, 28(6): 324-326.
- [17] Morgan R H, Papworth A J, Sutcliffe C, et al. High density net shape components by direct laser re-melting of single-phase powders [J]. Journal of Materials Science, 2002, 37(15): 3093-3100.
- [18] Simchi A, Petzoldt F, Pohl H. On the development of direct metal laser sintering for rapid tooling [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2003, 141(3): 319-328.
- [19] Simchi A. Direct laser sintering of metal powders: mechanism, kinetics and microstructural features[J]. Materials Science and Engineering, 2006, 428(1/2): 148-158.
- [20] Yadroitsev I, Bertrand P, Smurov I. Parametric analysis of the selective laser melting process [J]. Applied Surface Science, 2007, 253(19): 8064-8069.