

激光与光电子学进展

金属材料的激光增材制造微观组织结构特征及其影响因素

李时春*, 莫彬, 肖罡, 孙富建

湖南科技大学智能制造研究院难加工材料高效精密加工湖南省重点实验室, 湖南 湘潭 411201

摘要 激光增材制造(LAM)涉及了复杂的热作用加工过程,在该工艺下制备的多层结构成形件也具有复杂的微观组织结构特征。而成形件的微观组织结构特征决定了其机械性能,优化微观组织结构特征是进一步实现机械性能的精确调控的关键所在。本文综述了LAM多层结构成形件的微观组织结构特征,总结了其微观组织结构特征演变的影响因素,为实现LAM多层结构成形件的微观组织结构特征优化提供参考。

关键词 激光光学; 激光增材制造; 多层结构成形; 微观组织结构特征; 影响因素

中图分类号 TG113.12

文献标志码 A

doi: 10.3788/LOP202158.0100007

Microstructure Characteristics and Their Influence Factors During Laser Additive Manufacturing of Metal Materials

Li Shichun*, Mo Bin, Xiao Gang, Sun Fujian

Hunan Provincial Key Laboratory of High Efficiency and Precision Machining of Difficult-to-Cut Materials, Intelligent Manufacturing Institute of Hunan University of Science and Technology, Xiangtan, Hunan 411201, China

Abstract Laser additive manufacturing (LAM) involves a complex heat-processed process, and the produced multilayer parts also have complex microstructure characteristics. The microstructure characteristics of the parts determine their mechanical properties, thus the optimization of microstructure characteristics is the key to further realize the precise control of the mechanical properties. This article reviews the microstructure characteristics of the LAM multilayer parts and summarizes the factors influencing the evolution of the microstructure characteristics, which provides a reference for the optimization of the microstructure characteristics of the LAM multilayer parts.

Key words laser optics; laser additive manufacturing; multilayer parts forming; microstructure characteristics; influence factors

OCIS codes 140.3390; 140.3380; 160.3900

1 引言

激光增材制造(LAM)是利用高能激光束将金属或非金属材料、丝材快速熔化,凝固后形成熔覆道,控制激光束扫描路径,实现熔覆道的逐层堆积,

最后得到预设成形件的过程。常见的LAM技术包括选择性激光烧结(SLS)、选择性激光熔融(SLM)、激光熔融沉积(LMD)、激光立体成形(LSF)、激光熔覆成形等。相比于传统锻造、压铸等工艺,LAM能有效地缩短零部件的成形周期,且其具有热影响

收稿日期: 2020-04-22; 修回日期: 2020-05-18; 录用日期: 2020-05-27

基金项目: 湖南省自然科学基金(2018JJ3183)

*E-mail: li.shi.chun@163.com

区小、成形精度高、效率快的优点,受到各行各业的广泛关注。由于LAM过程中冷却速率快(LAM工艺的冷却速率通常为 $10^5\sim 10^7$ K/s,而铸造等传统制造工艺的冷却速率为 $1\sim 100$ K/s)且是逐层堆积成形,导致LAM过程中出现非常高的温度梯度和复杂的再加热过程^[1]。因此,在复杂的热作用加工过程中制备的成形件具有复杂的微观组织结构特征。

近年来,随着LAM的不断发展和深入研究,基于LAM的多层结构成形件的机械性能优化成为研究热点。成形件的微观组织结构特征决定着其机械性能,因此通过优化LAM成形件的微观组织结构特征来实现机械性能的调控是核心关注点。对此,本文主要对LAM多层结构的微观组织结构特征以及微观组织演变的影响因素进行综述和总结,为实现微观组织结构的精确控制以达到对成形件机械性能的精确调控提供参考。

2 金属材料的LAM多层结构的微观组织结构特征

决定LAM成形件的机械性能的微观组织结构

特征包括组织形貌和物相构成。微观组织结构特征不仅影响着成形件的机械性能,还影响其服役表现和寿命。

2.1 组织形貌

对LAM成形件的机械性能造成主要影响的组织形貌有晶粒的形态、取向及尺寸等。其中,按照形态的不同,晶粒可以分为胞状晶、柱状晶、树枝晶和等轴晶等。成形件中的晶粒形态及取向与其力学性能的各向同性息息相关。另外,根据Hall-Petch关系^[2],晶粒尺寸与成形件的显微硬度等机械性能呈负相关。因此,组织形貌是影响成形件的机械性能及服役表现的关键因素之一。

Hou等^[1]考察了SLM制备的304L不锈钢的微观组织形貌与力学性能各向异性的关系。发现成形件中熔池呈现典型的“鱼鳞”状,并且其中存在朝向中心排列的柱状晶,而柱状晶内均匀分布着有利于提高构件强度的胞状亚晶粒结构,其光学显微形貌(OM)如图1(a)和(b)所示。另外通过分析认为成形件中不同方向的晶粒形状和尺寸的变化是导致其力学性能出现各向异性的主要原因。范鹏飞

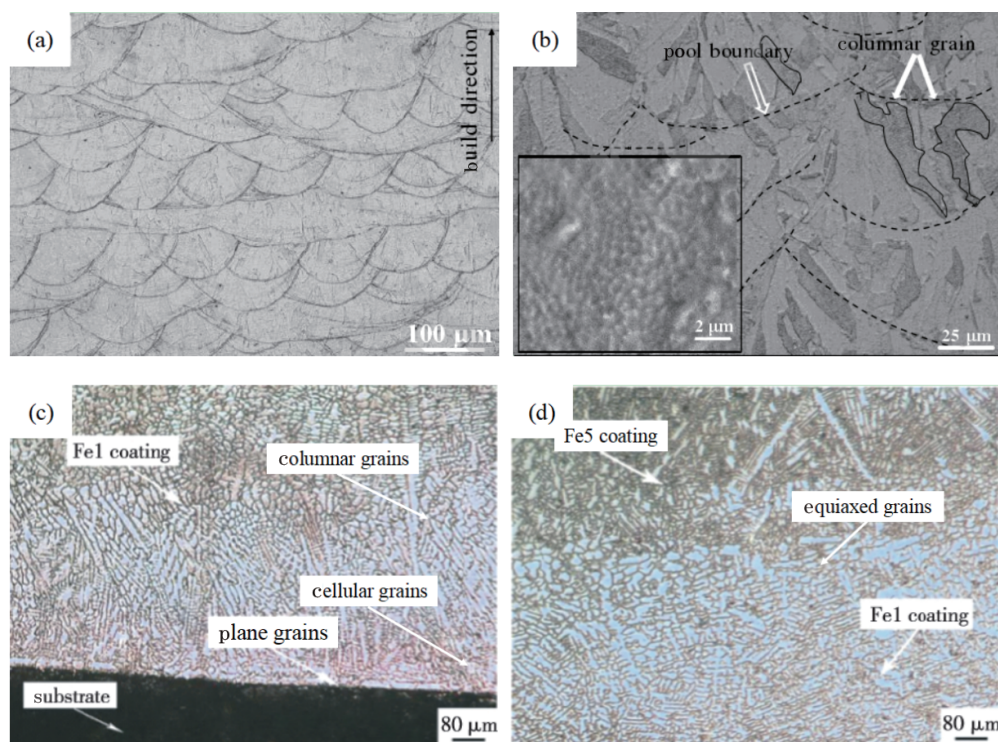


图1 熔覆层OM形貌^[1,3]。(a)“鱼鳞”状形貌的熔池;(b)熔池内的柱状晶及晶内的胞状亚晶粒结构;(c)过渡层形貌;

(d)过渡层与强化层交界处形貌

Fig. 1 OM morphology of cladding layer^[1,3]. (a) Molten pool with fish scale shape; (b) columnar grains in molten pool and cellular subgrain structure in the grains; (c) morphology of transition layer; (d) morphology of interface between the transition layer and strengthening layer

等^[3]分别以 Fe1、Fe5 合金粉末作为过渡层和强化层,在 45# 钢表面进行激光熔覆,考察了熔覆层中晶粒形态的演变。发现过渡层与基体间的“白亮带”为平面晶,过渡层的底部、中下部及上部分别为粗大胞状晶、取向明显的柱状树枝晶以及等轴树枝晶。而强化层的晶粒形态与过渡层大体相同,但两层间并未出现“白亮带”,且晶粒尺寸更细,如图 1(c)和(d)所示。故在细晶强化的作用下,强化层的显微硬度大于过渡层。李永健^[4]在考察铁基合金 SLM 成形件的断口形貌时,发现断口为韧性断口,且平行柱状晶之间的晶界以及柱状晶间的接触位置往往是裂纹的起源位置,并认为在构件的成形过程中,应避免出现大量的柱状晶。

Zhang 等^[5]通过 SLM 制备 Al-Cu-Mg 立方体试

样,考察了试样的晶粒形貌的演变,并与同种材料下的铸造试样的机械性能(显微硬度、拉伸强度)进行了对比。结果表明,SLM 制备的试样中两条激光轨迹的重叠区域内晶粒形态为柱状晶,而只经历一次熔化的轨迹中心区域中,晶粒形态为胞状晶。且随着位置远离重叠区域,晶粒尺寸呈现出更加精细的趋势,如图 2 所示。并且在细晶强化的作用下,SLM 试样的机械性能优于铸造试样。Biffi 等^[6]采用 SLM 制备了 AlSi10Mg 构件,并通过电子背散射衍射技术(EBSD)分析了成形件中晶粒形态及取向。发现熔池边界附近存在精细的等轴晶粒,而熔池的中部为沿着 $\langle 100 \rangle$ 晶向生长的较粗大的柱状晶,如图 3 所示,并且同样认为该精细的晶粒形貌有利于构件的显微硬度等机械性能优化。

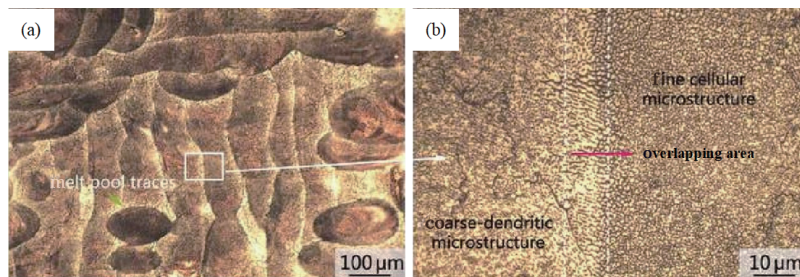


图 2 SLM 制备 Al-Cu-Mg 构件 OM 形貌^[5]。(a) 对应于交替 x/y 栅格扫描策略的激光轨迹形貌; (b) 图(a)中的扫描轨迹细节
Fig. 2 OM morphology of Al-Cu-Mg parts produced by SLM^[5]. (a) Morphology of the laser tracks corresponding to alternating x/y -raster filling strategy; (b) detail of the scanning tracks in Fig. (a)

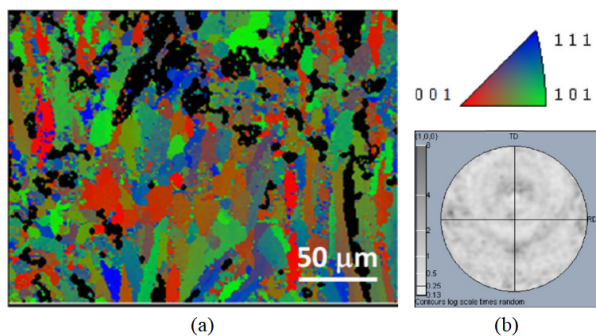


图 3 AlSi10Mg 构件熔覆层 EBSD 图谱及相应的 $\langle 100 \rangle$ 极图^[6]。(a) EBSD 图谱; (b) $\langle 100 \rangle$ 极图
Fig. 3 EBSD spectrum and corresponding $\langle 100 \rangle$ pole figure of cladding layer of AlSi10Mg parts^[6]. (a) EBSD spectrum; (b) $\langle 100 \rangle$ pole figure

Zhang 等^[7]通过 LAM 研究了工艺参数对 Ti-6Al-2Zr-2Sn-3Mo-1.5Cr-2Nb 构件的凝固组织的影响,并分析了熔覆层中晶粒的形态特征。发现熔覆层由两个区域组成,即顶部随机取向的胞状晶区以及与熔合线相邻的外延生长的柱状晶区,如图 4 所示。并且作者认为等轴晶有利于构件的机械性能

的均匀性,而较小的扫描速度有利于熔覆层中等轴晶的形成。Zhang 等^[8]采用 LAM 制备无裂纹的 Ti-48Al-2Nb-2Cr 全层合金板,在考察其晶粒形态演变过程时,同样发现成形件截面主要由从基板沿着外延生长的柱状晶及顶部的等轴晶区组成。

Huang 等^[9]采用 SLM 制备了 Inconel 718 合金构件,考察了构件的晶粒形貌生长机理并分析了晶粒形态与显微硬度等机械性能的关系。发现从熔覆层底部到顶部,晶粒形态依次呈现以下的演变现象:胞状晶、树枝晶(次级枝晶繁茂)、等轴晶,如图 5 所示。并且,作者认为等轴晶由于其稳定的多晶面结构而极大地提高了晶界间位错运动的阻力,从而有利于构件的显微硬度。赵昀等^[10]采用 SLM 制备纯镍实体,并研究了其微观组织与机械性能(抗腐蚀性能)的影响关系,发现成形件中出现细小晶区、粗糙蜂窝状晶区和柱状晶区三个区域,且细小胞状晶与沿熔池边界呈一定角度择优生长的柱状晶相互紧密结合,有利于成形件的致密度并进一步提高了成形件的抗腐蚀性能。

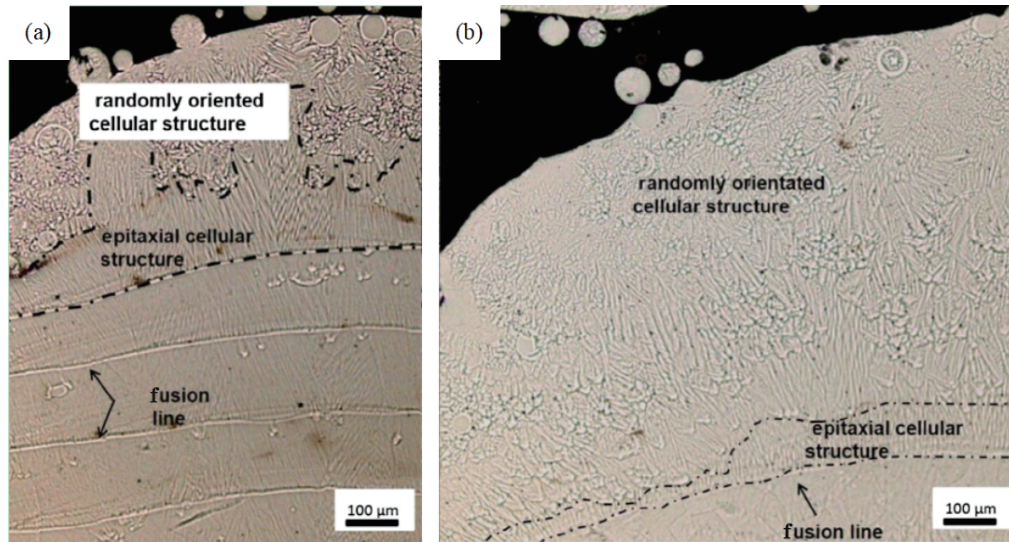


图 4 两种工艺参数下的 Ti-6Al-2Zr-2Sn-3Mo-1.5Cr-2Nb 成形件微观组织形貌^[7]。(a)激光功率 $P=2500$ W, 扫描速度 $V_b=50$ mm/s, 光斑直径 $D=3$ mm; (b) $P=1800$ W, $V_b=10$ mm/s, $D=3$ mm

Fig. 4 Microstructure morphology of Ti-6Al-2Zr-2Sn-3Mo-1.5Cr-2Nb parts produced by two sets of process parameters^[7]. (a) Laser power $P = 2500$ W, scanning speed $V_b = 50$ mm/s, and spot diameter $D = 3$ mm; (b) $P = 1800$ W, $V_b = 10$ mm/s, $D = 3$ mm

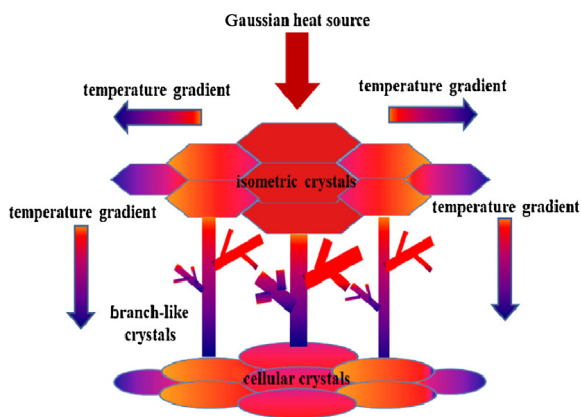


图 5 SLM 制备的 Inconel 718 合金显微组织分布示意图^[9]
Fig. 5 Schematic of the microstructure distribution of Inconel 718 alloy fabricated by SLM^[9]

由此可见,晶粒形态及取向对 LAM 成形件的机械性能的影响不仅体现在其力学性能的各向异性上,还体现在通过阻碍晶体间的位错运动来提高其机械性能等方面。而晶粒尺寸对成形件机械性能的影响则主要体现在通过细晶强化机制来提高其显微硬度等机械性能。因此,具有理想的组织形貌的 LAM 成形件应该具有较细的晶粒尺寸和取向均匀的晶粒,并且等轴晶区的体积分数尽可能大。然而,在 LAM 过程中,除了伴随着上述组织形貌的演变之外,往往也还伴随着复杂的相变,而相的组成和转变对成形件的机械性能也有不可忽略的影响^[11]。

2.2 物相构成

LAM 成形件的物相构成可以分为晶粒成分和晶间化合物等。晶粒成分本身的性质往往是成形件表现出某种机械性能的主要原因,另外由于元素偏析等原因形成的晶间化合物的存在,也会改变成形件的机械性能。

马斌斌^[12]结合 X 射线衍射技术(XRD)与扫描电镜(SEM)分析了 Fe-Si-B 熔覆层的微观组织结构特征,发现该熔覆层中具有丰富的层片状共晶组织。而出现上述现象的原因是铁的原子数分数高于 82.3% 时,熔覆层内会发生过共晶反应,形成初生 γ Fe 组织及 Fe_2B 与 $\gamma(Fe, Si)$ 层片状共晶组织,另外还观察到少量由 $\gamma(Fe, Si)$ 相构成的树枝晶。而熔覆层的高硬度则归因于高硬度的 Fe_2B 与 $\gamma(Fe, Si)$ 共晶组织所占比重较高。Liu 等^[13]采用 LSF 制备 300M 钢构件,分析了其微观组织的结构特征并与经热处理后的构件的显微硬度进行了比较。结果表明,熔覆层底部主要由板条状回火马氏体(M)组成,并在该马氏体之间发现较多的尺寸为 50~150 nm 的球状碳化物沉淀(Fe_3C)。而熔覆层中部到顶部的微观组织主要为点状马氏体与贝氏体,如图 6(a)~(c)所示。与之相比,热处理后的构件的显微硬度较高,其原因不仅是热处理后晶粒尺寸更细,而且热处理过程中回火马氏体和下贝氏体中所析出的细小渗碳体对构件的硬化也起着重要的作用。

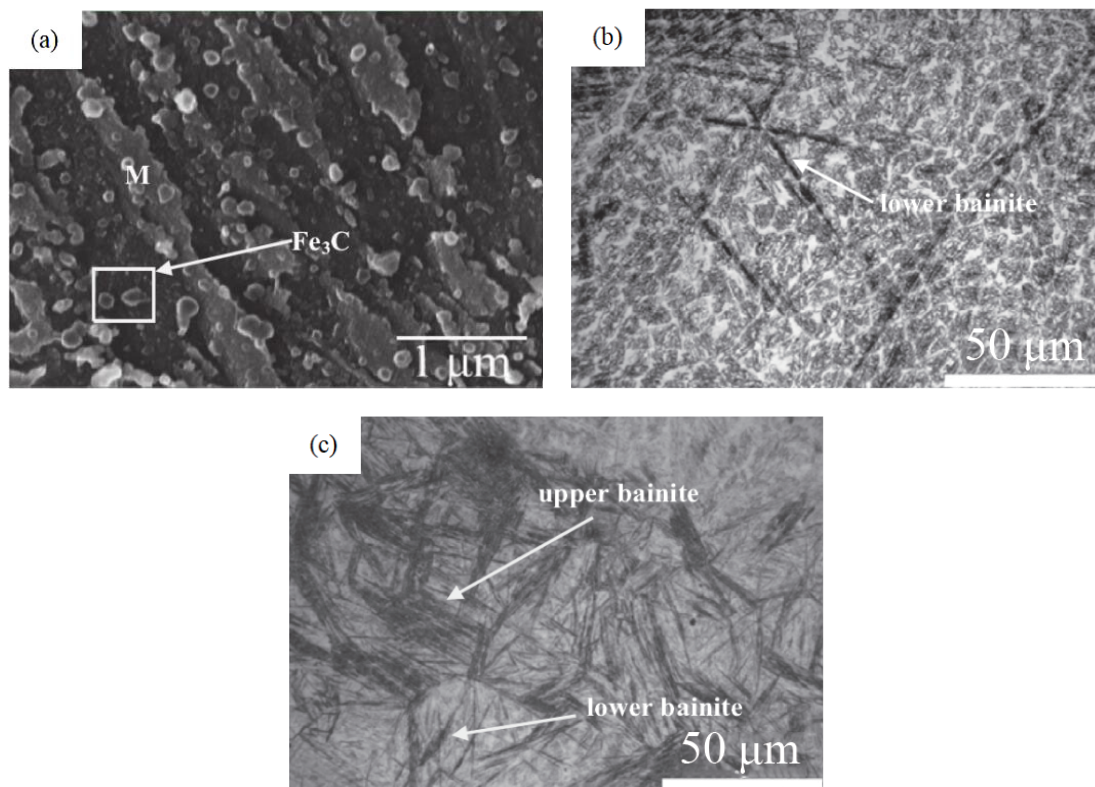


图 6 300M 钢构件不同位置的微观组织结构^[13]。(a)300M 钢构件底部;(b)300M 钢构件中部;(c)300M 钢构件顶部
Fig. 6 Microstructure of 300M steel parts at different positions^[13]. (a) Bottom of 300M steel parts; (b) middle of 300M steel parts; (c) top of 300M steel members

Li 等^[11]采用 LAM 制备 Al-5Si-1Cu-Mg 合金构件,并研究了构件中的相演化。发现 LAM 过程中极快的凝固速度促进了构件中蠕虫状 Si 相、鱼骨状 θ -Al₂Cu 相、块状 π -Al₈Mg₃FeSi₆ 相和 Q-Al₅Mg₈Cu₂Si₆ 相的形成。而高强度的 Q-Al₅Mg₈Cu₂Si₆ 相是构件具有高抗拉强度及抗蠕变性能的主要原因。Wang 等^[14]以 Al-Zn-Mg-Cu(7xxx) 铝合金为材料,采用 SLM 制备成形件,分析并比较了 SLM 成形件及经过 T6 热处理后的 SLM 试样(ST6)的微观组织结构特征及显微硬度。结果表明,SLM 成形件的微观组织由 α -Al 相和共晶组织 η 相(MgZn₂)组成,并且 η 相以颗粒的形式分布在枝状 α -Al 相间,而 ST6 中 η 相数量明显减少,只存在于 α -Al 晶界处,如图 7 所示,并且 ST6 的显微硬度相对更高的原因在于,ST6 中析出了有利于成形件硬化的 η' 相。

Song 等^[15]通过 LMD 在 K403 铸板上制备 K403 熔覆层,并考察了熔覆层的微观组织结构特征以及激光功率对其显微硬度等机械性能的影响。发现熔覆层中存在两种沉淀物,如图 8 所示。一种呈现颗粒状(point1、point2),另一种为沿着晶界分布的

絮状沉淀(Area3)。通过 X 射线能谱分析(EDS)分析,颗粒沉淀主要为冷凝过程中 Ti、Mo 偏析所形成,而絮状沉淀成分为 Cr₃Mo。并且随着激光功率降低,成形件的显微硬度也随之降低,其原因在于较低的激光功率导致较低的再结晶成核率,从而未能形成上述高硬度沉淀。李雅莉等^[16]研究了 SLM 制备的 Hastelloy X 试件的微观组织结构及机械性能,结果表明,熔覆层中由于“溶质捕获”,并没有析出第二相,得到的是过饱和 γ 固溶体。而进一步考察热等静压(随炉冷却)处理后的试件(HIP),发现其组织中溶质元素扩散并聚合,形成 M₆C、M₂₃C₆ 及 σ 等析出物。并且由于固溶强化机制,溶质元素溶解到基体越多,其强度越高,因此无析出相的 SLM 试件强度大于 HIP 试件。

由此可见,晶粒成分及晶间化合物与成形件的机械性能息息相关,另外,不同的熔覆材料下所制备的 LAM 成形件也具有不同的物相构成。对于 Fe 基合金,成形件的组织成分主要是马氏体或贝氏体及残余奥氏体等^[17]。残余奥氏体的含量通常与成形件的显微硬度、磨损性能成反比,而马氏体与贝

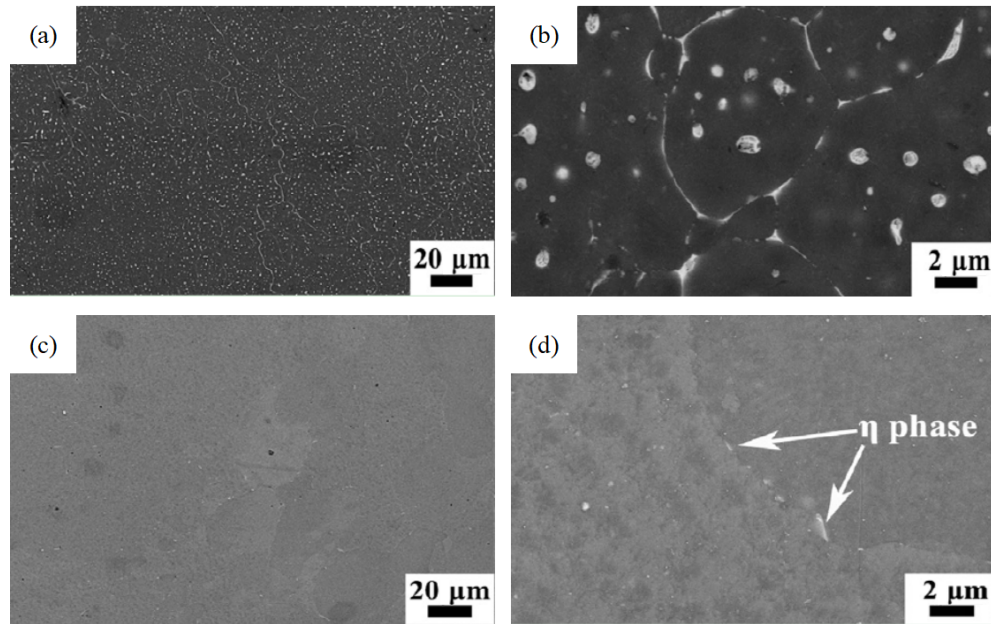


图 7 Al-Zn-Mg-Cu 构件 SEM 图像^[14]。(a)(b)SLM 成形件(白色相为 η 相);(c)(d)ST6 试样
Fig. 7 SEM images of the Al-Zn-Mg-Cu parts^[14]. (a)(b) Parts produced by SLM (white phase is η phase); (c)(d) ST6 parts

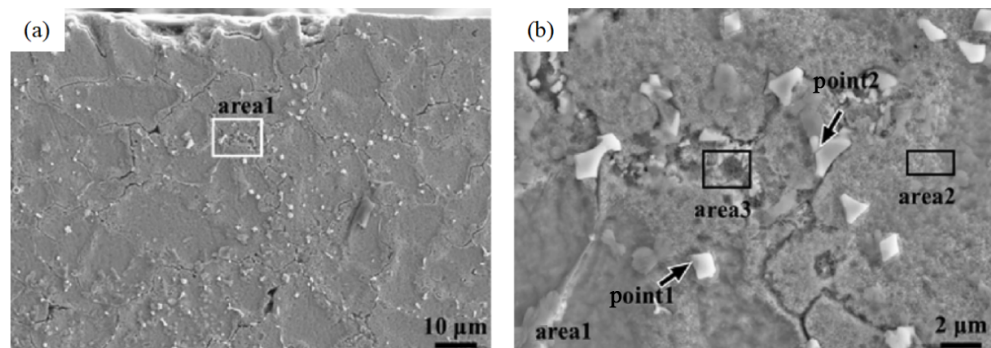


图 8 熔覆层 SEM 图像^[15]。(a)熔覆层顶部区域;(b)沉淀物
Fig. 8 SEM images of cladding layer^[15]. (a) Top of cladding layer; (b) precipitates

氏体由于其中析出了渗碳体而有利于显微硬度。Al 基合金的 LAM 成形件中,根据所加元素的不同,其物相构成也有差异。Al-Si-Mg 系合金中因加入了 Mg、Si 元素,从而在固溶体 (α -Al) 中析出有利于成形件强度的 Mg_2Si 相。而属于超硬铝合金的 Al-Zn-Cu-Mg 系合金,在 LAM 加工后,往往形成有利于成形件硬度的 η ($MgZn_2$) 及 T ($Al_2Mg_3Zn_3$) 强化相^[18]。另外, Ni 基高温合金的 LAM 成形件中,物相构成则主要是 γ (Ni-Fe-Cr)、 γ' [$Ni_3(Al, Ti)$]、 γ'' (Ni_3Nb) 相以及其他晶间化合物。其中 γ' 相因具有较高的热稳定性,从而提高了成形件的服役温度。而 γ'' 相稳定性较差,由于其具有共格应变强化机制,因此有利于成形件的疲劳、蠕变强度^[19-20]。综上所述,对 LAM 成形件的微观组织结构特征进行优化,除了体现在其组织形貌的优化外,还应考虑

通过促进成形件中有害相的转变和有益相的形成等来优化成形件的物相构成。

然而,在对 LAM 成形件的微观组织结构特征进行优化以实现其机械性能调控的实际过程中,不仅需要研究和分析成形材料的元素组分等对组织形貌和物相构成的调控作用,还需要进一步分析与考察微观组织结构特征的工艺影响因素对成形件的微观组织的调控作用。

3 LAM 多层结构的微观组织结构特征影响因素

3.1 激光能量密度

影响 LAM 成形件的微观组织结构特征的因素繁多,目前研究较多的是激光功率、扫描速度及送粉速率等制备工艺参数。

Kang 等^[21]通过 LMD 在不同的激光功率下制备了低合金钢试样以研究激光功率对微观组织的影响,发现随着激光功率增加(1500~2500 W),试样表面中马氏体和下贝氏体的尺寸也增加,并且其内部的回火马氏体尺寸也逐渐增粗,如图 9 所示。辛博等^[22]在不同的 Z 轴提升量下,采用激光熔覆制备了 316L 不锈钢薄壁件,并考察了 Z 轴提升量对成形件微观组织的影响,发现晶粒尺寸随 Z 轴提升量增

大而呈现先增大后减小的现象,并且 Z 轴提升量为熔覆层高度的 1/4 时,柱状晶的宽度与长度接近,有利于成形件抗拉强度的各向同性。谢晋^[23]采用 Inconel 718 粉末在 304[#]钢板上进行单道多层熔覆试验以考察激光功率、扫描速度及送粉速率对成形件微观组织的影响,结果表明,在一定范围内,随着扫描速度增大、激光功率减小,晶粒尺寸呈现细化的趋势,而送粉速率对组织形貌的影响相对较小。

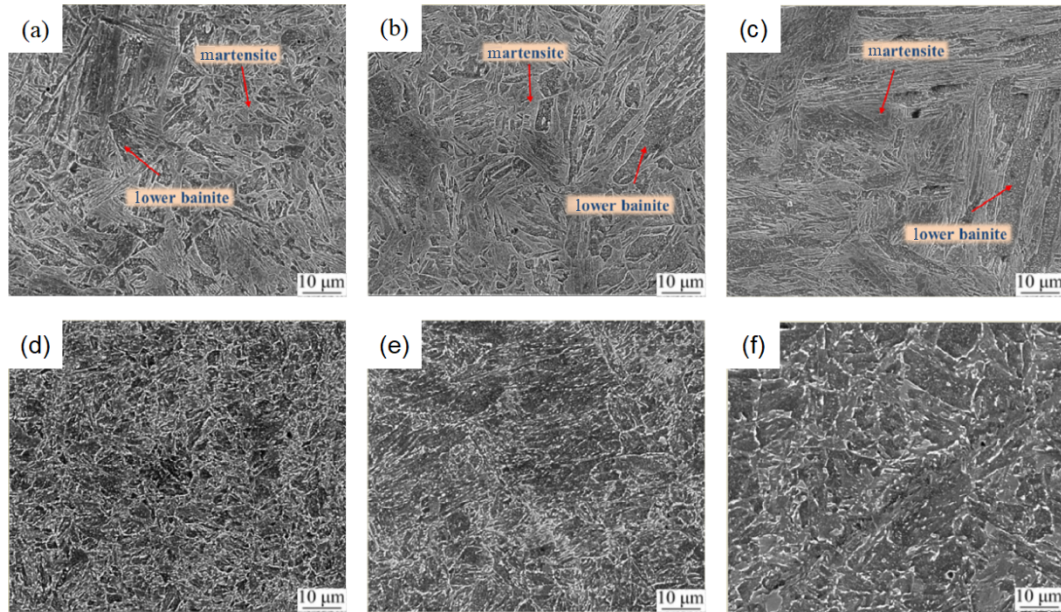


图 9 LMD 低合金钢试样表面及截面微观组织形貌^[21]。(a)~(c) 表面微观组织形貌;(d)~(f) 截面微观组织形貌
Fig. 9 Morphology of surface and cross section microstructure of LMD low alloy steel^[21]. (a)~(c) Morphology of surface microstructure; (d)~(f) morphology of microstructure of cross section

上述制备工艺参数主要是通过影响 LAM 过程中的能量输入来影响成形件的微观组织结构特征。激光能量密度 E (单位: J/mm^3) 能较好地表征加工过程中激光能量的输入,其定义为单位体积内激光束提供的能量^[5, 24],表示为

$$E = \frac{P}{vht}, \quad (1)$$

式中: P 、 v 、 h 和 t 分别为激光功率、扫描速度、扫描间距和铺粉厚度。

由此可见,适当减少激光功率或增加扫描速度,能减少激光能量密度,而较低的激光能量密度会使液相金属的冷却速率增加,从而使晶粒尺寸更精细^[25-28]。除此之外,激光能量密度还影响了金属粉末中的温度梯度,而较高的温度梯度不仅导致成形件中出现宏观裂纹等缺陷^[29],还会影响成形件的组织形貌等微观组织结构特征^[19, 30-31]。因此,激光能量密度对微观组织结构特征的影响究其原因

冷却速率及温度梯度的变化。

3.2 冷却速率

采用 SLM 制备奥氏体合金钢中残留的 δ -铁素体晶粒因为冷却速率快,而呈现多种形态,如块状、条状、骨架状^[1]。并且,当冷却速率大于临界冷却速率时,凝固形成的奥氏体将过冷到马氏体转变点,即马氏体转变温度 (M_s) 以下,从而导致体积自由能差大于核胚长大所需的表面能和应变能,因此核胚将作为马氏体晶核形成马氏体^[32-33]。另外,熔池的冷却速率快也会导致凝固速度快从而缩短溶质的扩散时间,因此在快速凝固过程中容易形成非平衡凝固组织,即树枝晶组织,并且随着冷却速率的降低,在原树枝晶的基础上将形成二次枝晶甚至三次枝晶^[9]。除此之外,冷却速率与晶粒尺寸呈负相关^[34]。

$$\lambda = 43.2V^{-0.342}, \quad (2)$$

式中: λ 和 V 分别为晶粒尺寸和冷却速率。由此可见, LAM 过程中冷却速率不仅影响了成形件中物

相的转变,还影响了其晶粒形态及尺寸等组织形貌特征。而熔池的冷却速率 dT/dt 可以用移动点热源的 Rosenthal 解进行估计^[15, 35-36]。

$$\frac{dT}{dt} = -2k\pi\left(\frac{V_s}{P}\right)\Delta T^2, \quad (3)$$

式中: k 、 V_s 、 P 和 ΔT 分别为熔覆金属的热导率、激光扫描速率、激光功率和熔池在冷却过程中的温度变化。

3.3 温度梯度

温度梯度对 LAM 成形件的微观组织结构特征的影响主要体现在晶粒的取向上。侯慧鹏等^[37]采用 SLM 加工 Hastelloy-X 合金并分析了试样的微观组织形貌特征,发现在熔池凝固过程中,晶粒更倾向于沿着最大负温度梯度的方向生长。徐嘉隆等^[38]采用激光熔覆制备了 Ni-Sn 共晶合金熔覆层,通过分析共晶组织的方向性发现共晶层片主要沿平行于温度梯度的方向生长。Zhang 等^[5,9,39]也同样发现晶粒往往沿着温度梯度方向生长。然而,由于凝固条件、熔池内对流扰动的耦合效应,同一熔池内晶粒的取向也会出现随着位置的不同而不同的现象^[40-41]。并且在凝固过程中,晶粒的生长方向还得考虑多道搭接对温度梯度方向的影响。Montero-Sistiaga 等^[30]观察了熔宽较小且熔深较大的熔池与熔宽较大而熔深较小的熔池中的晶粒取向。发现两者中存在部分晶粒相对 Z 轴倾斜 $30^\circ \sim 50^\circ$, 通过分析认为晶粒的取向出现倾斜是因为多道扫描后熔池中温度梯度的方向以垂直和略微倾斜为主,如图 10 所示。

但是,熔覆层的微观组织结构特征主要也受冷却速率和温度梯度共同影响,如晶粒内的胞状亚结

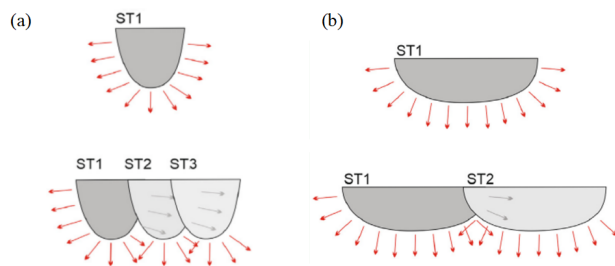


图 10 不同形状熔池中温度梯度的方向表示^[30]。(a) 熔宽较小、熔深较大的熔池; (b) 熔宽较大、熔深较小的熔池

Fig. 10 Direction representation of the temperature gradient in the different shape molten pool^[30]. (a) Molten pool with smaller weld width and larger weld depth; (b) molten pool with larger weld width and smaller weld depth

构的形成可以归因于高温梯度和高冷却速率的共同作用^[1, 42]。并且, Fe 基合金中, 随着熔覆层不断累积, 其中积累的热量也逐渐增多, 而冷却速率不断降低, 当奥氏体过冷到 M_s (350°C) 时, 铁素体在奥氏体晶内及晶界处形成, 并随着铁素体的不断长大, 碳在铁素体晶内偏聚, 弥散析出渗碳体, 从而形成典型的片状或针状下贝氏体^[17], 因此晶粒成分等物相构成也受冷却速率和温度梯度的共同影响。另外, 文献^[43]记载, 熔覆层中的晶粒形态主要取决于固-液界面前沿的组分过冷度。

3.4 组分过冷度

LAM 过程中, 熔覆层的晶粒形态随着位置的变化而改变, 即从熔覆层的底部到顶部, 晶粒形态往往呈现出平面晶、胞晶、柱状晶(树枝晶)、等轴晶的变化现象^[3, 9, 12, 26, 42, 44]。上述现象可以采用快速凝固理论^[45]进行解释, 微观结构的生长形态与固-液界面前沿的组分过冷度有关。而组分过冷度为熔融金属平衡状态下的相变温度与实际相变温度的差值。但是, 实际情况下, 对上述相变温度的测量通常难以进行。因此, 通常采用温度梯度 G 与凝固速度 R 的比值来衡量组分过冷度^[43, 46], 表示为^[43, 47-49]

$$G = \frac{2k(T - T_0)^2}{\epsilon P}, \quad (4)$$

$$R = V_s \cos \theta, \quad (5)$$

$$\theta = 90^\circ - \arctan \frac{h}{A}, \quad (6)$$

$$\frac{G}{R} = \frac{2k(T - T_0)^2}{\epsilon P V_s \cos \theta}, \quad (7)$$

式中: V_s 、 θ 、 h 、 A 、 T 、 T_0 、 ϵ 、 P 、 k 分别为激光扫描速度、扫描速度 V_s 与凝固速度 R 的夹角、熔覆层高度、激光束主轴长度、金属液相温度、基体初始温度、金属粉末的激光吸收系数、激光功率以及导热系数。凝固界面前沿的组分过冷度与 G/R 值成反比^[15]。熔覆层底部, 固-液界面前沿的温度梯度很大, 组分过冷度很小, 因此晶粒以平面晶的形式生长^[3, 15, 42]。而随着远离底部, 温度梯度减小, 当组分过冷度大于固-液界面前沿的凝固速度, 平面晶的固-液界面将变得不稳定, 从而导致平面晶向胞状晶和柱状晶转变^[7, 50]。在熔覆层的顶部, 等轴晶的出现不仅可以归因于过冷程度大且热流朝多个方向传导^[15, 22], 而且形核率也是一方面^[3, 51]。

3.5 形核密度

过冷是凝固的必须条件, 晶粒是通过生成晶核与晶核的长大而形成的^[52]。LAM 过程中, 熔池具

有两种形核的方式:1)熔池边界的液相金属附着半熔化的基板晶粒形核,并以柱状晶的形态外延生长,形成联生结晶;2)以高熔点元素的偏析及不完全熔化的金属粉末为非均匀形核位点形成随机取向的胞状晶或等轴晶。实际上,微观组织的形态由上述两种方式的竞争所决定^[7,51],而非均匀形核位点的数量(形核密度)决定了等轴晶区的体积分数。Hou 等^[53]考察了工业钛铌双稳定铁素体不锈钢(FSS)中非均匀晶核的分布情况,发现在柱状晶向等轴晶转变(CET)时,等轴晶密度与晶核密度呈线性关系。Lin 等^[54]研究了多元合金凝固过程中柱状晶和等轴晶的生长行为,发现高温梯度和高冷却速率下,形核密度对 CET 有着显著的影响,即 CET 的速度随着形核密度的增加而减小。Gäumann 等^[55]在单晶合金构件的激光辅助修复研究中,同样也指出了不溶性粉末会增加熔池中的形核密度,并促进等轴晶的形成。

假设过冷增量为 ΔT ,界面中非均匀形核的形核密度 $n(\Delta T)$ 可以表示为^[52]

$$n(\Delta T) = \int_0^{\Delta T} \frac{dn}{d(\Delta T')} d(\Delta T'), \quad (8)$$

式中: dn 为晶粒密度增量。由于晶粒在不断生长的过程中,其形核场会逐渐消失,因此可以进一步结合已经凝固的固相体积分数 $f(\Delta T')$ 来表示形核密度:

$$n(\Delta T) = \int_0^{\Delta T} \frac{dn}{d(\Delta T')} [1 - f_s(\Delta T')] d(\Delta T'). \quad (9)$$

3.6 质量沉积速率

闵乃本^[56]在观察 FeSO_4 电解沉积结晶形貌时,发现枝晶和密枝共存的现象。而出现上述现象的原因是,单位时间内晶体扩散的面积恒定,即物质的沉积速率恒定,因此两种晶粒形态共同存在。并基于此提出“最大质量沉积速率”晶体形貌选择规律:在非平衡态下,若晶体生长形态不止一种时,只有具有最大质量沉积速率的那种形态是最稳定的,因而能被观察到。如果具有最大质量沉积速率的形态不止一种,则这些形态在晶粒生长中可以共存。

LAM 过程中,由于熔池底部柱状晶的外延生长主要驱动力是温度梯度和冷却速率,顶部的等轴晶在上述温度梯度及冷却速率的影响下,主要以半熔化粉末颗粒和难熔元素沉淀等析出物为非均匀形核位点并生长而形成。由此可见,熔池中的温度梯度、冷却速率以及半熔化粉末颗粒及沉淀的数量

(形核密度)等决定了熔池中组织形貌的竞争结果。因此结合实际加工过程,LAM 过程中的质量沉积速率可以理解为熔池实际捕获的粉末质量率。质量沉积速率越小意味着熔池所捕获的粉末越少,在激光功率、光斑直径、扫描速度以及搭接率一定的情况下,单位体积内的粉末所吸收的激光能量也就越多,从而有利于粉末的充分熔化并进一步减小了形核密度。除此之外,熔池内的温度梯度也因此更陡峭,从而促进了底部柱状晶的外延生长^[57],反之亦然。Wang 等^[51]在制备钛合金厚板时,发现在上述工艺条件一定的情况下,采用较低的质量沉积速率(6 g/min)制备的熔覆层中只在一个小而窄的区域内观察到少数等轴晶,其余都是底部外延生长的柱状晶,并且在质量沉积速率足够小时,外延生长的柱状晶将跨越熔池边界生长,而随着质量沉积速率不断增加,熔池顶部的等轴晶区体积分数也随之增加且熔深不断减小,如图 11 所示。

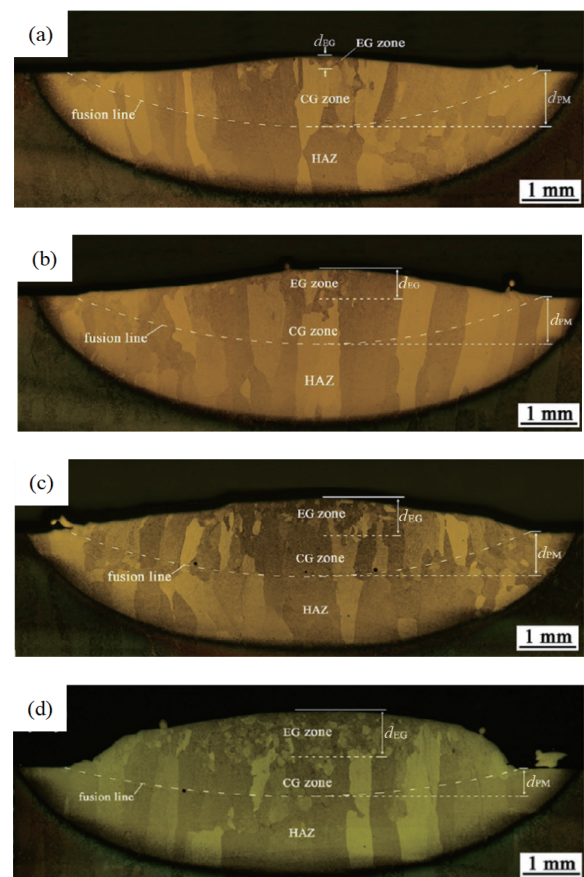


图 11 不同质量沉积速率下的熔覆层微观组织形貌^[51]。

(a) 6 g/min; (b) 11 g/min; (c) 15 g/min; (d) 25 g/min

Fig. 11 Microstructure morphology of cladding layer produced at different mass deposition rates^[51]. (a) 6 g/min;

(b) 11 g/min; (c) 15 g/min; (d) 25 g/min

上述制备工艺参数对 LAM 成形件的微观组织结构特征的影响主要是通过影响粉末熔覆过程中的激光能量密度、冷却速率、温度梯度、组分过冷度、形核密度及质量沉积速率等结晶参数来实现。因此,可以通过对制备工艺参数或直接对上述结晶参数进行调控来实现成形件的组织形貌及物相构成的控制。

4 结束语

LAM 多层结构成形件的微观组织结构特征的优化是实现其机械性能精确调控的关键所在。获得晶粒尺寸更细、取向更均匀、等轴晶区体积分数更大的组织形貌,以及在微观组织中更大比重的有益相形成和析出的物相构成,是对成形件的微观组织结构特征进行优化的目标。而考察并分析加工过程中制备工艺参数和结晶参数的影响规律是实现 LAM 成形件的微观组织结构特征优化的重要前提,因此寻找制备工艺参数及结晶参数的最优匹配关系是实现上述成形件微观组织结构特征优化目标的有效手段。

目前,在通过优化影响因素来实现成形件的微观组织结构特征的合理控制方面,大多数研究主要是针对制备工艺参数,而对结晶参数的优化研究鲜有报道。因此,有必要在量化结晶参数与微观组织结构特征关系的基础上,优化制备工艺参数或直接对结晶参数进行优化控制,以实现微观组织结构特征的精确调控。另外,虽然优化裂纹、“球化现象”等宏观缺陷可以获得机械性能较好的成形件,但是在复杂的服役环境下,晶间收缩、位错运动等晶体缺陷仍然是安全隐患并且也限制了 LAM 技术的进一步应用。因此,探究 LAM 成形件中晶体缺陷的形成机理,并在宏观缺陷调控的基础上,进一步探索晶体缺陷优化的方法也是非常有必要的。再者,基于单一金属的同质材料和多种金属的异质材料的微观组织结构的研究成果不一定能适用于金属-非金属(大粒径)混合异质材料的 LAM 成形件的微观组织结构分析及优化中。因此,探索金属-非金属混合异质材料的 LAM 成形件的微观组织结构特征,以及大粒径非金属材料的存在对微观组织结构特征的演变及优化的影响,也将是 LAM 的一个重要方向。

参 考 文 献

[1] Hou J, Chen W, Chen Z E, et al. Microstructure,

tensile properties and mechanical anisotropy of selective laser melted 304L stainless steel [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2020, 48: 63-71.

[2] Gutierrez-Urrutia I, Muñoz-Morris M A, Morris D G. Contribution of microstructural parameters to strengthening in an ultrafine-grained Al - 7% Si alloy processed by severe deformation [J]. *Acta Materialia*, 2007, 55(4): 1319-1330.

[3] Fan P F, Sun W L, Zhang G, et al. Microstructure, properties and applications of laser cladding Fe-based alloy gradient coatings [J]. *Materials Reports*, 2019, 33(22): 3806-3810.

范鹏飞, 孙文磊, 张冠, 等. 激光熔覆铁基合金梯度涂层的组织性能及应用 [J]. *材料导报*, 2019, 33(22): 3806-3810.

[4] Li Y J. Microstructure evolution and performance control of laser additive remanufacturing ductile iron component[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2019: 147-148.

李永健. 球墨铸铁件激光增材再制造组织演变规律及性能控制[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2019: 147-148.

[5] Zhang H, Zhu H H, Qi T, et al. Selective laser melting of high strength Al-Cu-Mg alloys: processing, microstructure and mechanical properties [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 656: 47-54.

[6] Biffi C A, Fiochi J, Bassani P, et al. Continuous wave vs pulsed wave laser emission in selective laser melting of AlSi10Mg parts with industrial optimized process parameters: microstructure and mechanical behaviour [J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 24: 639-646.

[7] Zhang Q, Chen J, Wang L I, et al. Solidification microstructure of laser additive manufactured Ti-6Al-2Zr-2Sn-3Mo-1.5Cr-2Nb titanium alloy [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2016, 32(4): 381-386.

[8] Zhang J S, Wu Y, Cheng X, et al. Study of microstructure evolution and preference growth direction in a fully laminated directional micro-columnar TiAl fabricated using laser additive manufacturing technique [J]. *Materials Letters*, 2019, 243: 62-65.

[9] Huang L, Cao Y, Li G H, et al. Microstructure characteristics and mechanical behaviour of a selective laser melted Inconel 718 alloy [J]. *Journal*

- of Materials Research and Technology, 2020, 9 (2): 2440-2454.
- [10] Zhao Y, Zhao G R, Ma W Y, et al. Study on process, structure, and properties of nickel selective laser melting [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2020, 57 (17): 171402.
赵昀, 赵国瑞, 马文有, 等. 镍的激光选区熔化成形工艺、结构与性能研究 [J]. 激光与光电子学进展, 2020, 57 (17): 171402.
- [11] Li J, Cheng X, Liu D, et al. Phase evolution of a heat-treatable aluminum alloy during laser additive manufacturing [J]. Materials Letters, 2018, 214: 56-59.
- [12] Ma B B. Microstructure evolution and wear resistance of laser clad Fe-based alloys [D]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2018: 36-40.
马斌斌. 激光表面熔覆 Fe 基合金微观组织演变与耐磨性能研究 [D]. 太原: 太原理工大学, 2018: 36-40.
- [13] Liu F G, Lin X, Song M H, et al. Microstructure and mechanical properties of laser solid formed 300M steel [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 621: 35-41.
- [14] Wang P, Li H C, Prashanth K G, et al. Selective laser melting of Al-Zn-Mg-Cu: heat treatment, microstructure and mechanical properties [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 707: 287-290.
- [15] Song H Y, Lei J B, Xie J C, et al. Laser melting deposition of K403 superalloy: the influence of processing parameters on the microstructure and wear performance [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 805: 551-564.
- [16] Li Y L, Lei L M, Hou H P, et al. Effect of heat processing on microstructures and tensile properties of selective laser melting Hastelloy X alloy [J]. Journal of Materials Engineering, 2019, 47(5): 100-106.
李雅莉, 雷力明, 侯慧鹏, 等. 热工艺对激光选区熔化 Hastelloy X 合金组织及拉伸性能的影响 [J]. 材料工程, 2019, 47(5): 100-106.
- [17] Zhang P. The study on microstructure and mechanical properties of selective laser melting additive manufactured 24CrNiMo alloy steel [D]. Changchun: Jilin University, 2019: 46-47.
张鹏. 选择性激光熔化增材制造 24CrNiMo 合金钢的微观组织演变及力学性能研究 [D]. 长春: 吉林大学, 2019: 46-47.
- [18] Liu J. Wettability and control mechanism of aluminum-based material fabricated by selective laser melting [D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2019: 8-9.
刘杰. 铝基材料选区激光熔化成形润湿行为及其调控 [D]. 南京: 南京航空航天大学, 2019: 8-9.
- [19] Liu Y C, Zhang H J, Guo Q Y, et al. Microstructure evolution of inconel 718 superalloy during hot working and its recent development tendency [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2018, 54 (11): 1653-1664.
刘永长, 张宏军, 郭倩颖, 等. Inconel 718 变形高温合金热加工组织演变与发展趋势 [J]. 金属学报, 2018, 54(11): 1653-1664.
- [20] Yang Q. Study on the powder characteristics and forming properties in selective laser melting of IN738 alloy [D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2019: 32-34.
杨倩. IN738 合金粉末特性及其选区激光熔化成形性能研究 [D]. 兰州: 兰州理工大学, 2019: 32-34.
- [21] Kang X L, Dong S Y, Wang H B, et al. Effect of laser power on gradient microstructure of low-alloy steel built by laser melting deposition [J]. Materials Letters, 2020, 262: 127073.
- [22] Xin B, Zhou X X, Gong Y D, et al. Impact of Z-increment on microstructure and mechanical properties of laser cladding forming parts [J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(11): 1102014.
辛博, 周显新, 巩亚东, 等. Z 轴提升量对激光熔覆成形件组织与力学性能的影响 [J]. 中国激光, 2019, 46(11): 1102014.
- [23] Xie J. Study on the process of gradient microstructure in a nickel-based alloy by laser additive manufacturing [D]. Changsha: Hunan University, 2018: 16-20.
谢晋. 激光增材制造镍基合金梯度组织的工艺研究 [D]. 长沙: 湖南大学, 2018: 16-20.
- [24] Simchi A. Direct laser sintering of metal powders: mechanism, kinetics and microstructural features [J]. Materials Science and Engineering: A, 2006, 428(1/2): 148-158.
- [25] Wang W Q, Li Y Q, Li X, et al. Microstructures and properties of Ni-Cr-B-Si alloy powders prepared by selective laser melting [J]. Materials Reports, 2020, 34(2): 2077-2082.
王文权, 李雅倩, 李欣, 等. 选区激光熔化制备 Ni-Cr-B-Si 合金粉末的微观组织与性能 [J]. 材料导报, 2020, 34(2): 2077-2082.
- [26] Kou S. Welding metallurgy [M]. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2002: 170-187.

- [27] 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.
- [28] Buchbinder D, Schleifenbaum H, Heidrich S, et al. High power selective laser melting (HP SLM) of aluminum parts [J]. *Physics Procedia*, 2011, 12: 271-278.
- [29] Ma Y Y, Liu Y D, Shi W T, et al. Effect of scanning speed on forming defects and properties of selective laser melted 316L stainless steel powder [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2019, 56(10): 101403.
马英怡, 刘玉德, 石文天, 等. 扫描速度对选区激光熔化 316L 不锈钢粉末成形缺陷及性能的影响[J]. *激光与光电子学进展*, 2019, 56(10): 101403.
- [30] Montero-Sistiaga M L, Pourbabak S, van Humbeeck J, et al. Microstructure and mechanical properties of Hastelloy X produced by HP-SLM (high power selective laser melting) [J]. *Materials & Design*, 2019, 165: 107598.
- [31] Parimi L L, Ravi G A, Clark D, et al. Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN₇₁₈[J]. *Materials Characterization*, 2014, 89: 102-111.
- [32] Zhang Q M, Zhong M L, Yang S, et al. The relationship between the processing parameters and the qualities of the coatings formed by powder feeding laser cladding[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2001, 22(4): 51-54, 2.
张庆茂, 钟敏霖, 杨森, 等. 送粉式激光熔覆层质量与工艺参数之间的关系[J]. *焊接学报*, 2001, 22(4): 51-54, 2.
- [33] Dong C, Zhang S Q, Li A, et al. Microstructure of ultrahigh strength steel 300M fabricated by laser melting deposition [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2008, 44(5): 598-602.
董翠, 张述泉, 李安, 等. 激光熔化沉积 300M 超高强度钢的显微组织[J]. *金属学报*, 2008, 44(5): 598-602.
- [34] Tang M, Pistorius P C, Narra S, et al. Rapid solidification: selective laser melting of AlSi10Mg [J]. *JOM*, 2016, 68(3): 960-966.
- [35] Turchi P E A, Kaufman L, Liu Z K. Modeling of Ni-Cr-Mo based alloys: part I-phase stability [J]. *Calphad: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 2006, 30(1): 70-87.
- [36] Xiang S, Li J F, Luan H W, et al. Effects of process parameters on microstructures and tensile properties of laser melting deposited CrMnFeCoNi high entropy alloys [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, 743: 412-417.
- [37] Hou H P, Liang Y C, He Y L, et al. Microstructural evolution and tensile property of hastelloy-X alloys produced by selective laser melting [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2017, 44(2): 0202007.
侯慧鹏, 梁永朝, 何艳丽, 等. 选区激光熔化 Hastelloy-X 合金组织演变及拉伸性能[J]. *中国激光*, 2017, 44(2): 0202007.
- [38] Xu J L, Lin X, Wang Z T, et al. Microstructure evolution of Ni-Sn eutectic alloy in laser cladding [J]. *Applied Laser*, 2012, 32(1): 1-7.
徐嘉隆, 林鑫, 汪志太, 等. 激光熔覆 Ni-Sn 共晶合金的组织演变[J]. *应用激光*, 2012, 32(1): 1-7.
- [39] Sun D S. Process and property control of selective laser melting additive manufacturing of titanium alloy [D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2019: 29-31.
孙东升. 钛合金选区激光熔化增材制造工艺及性能调控研究[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2019: 29-31.
- [40] Liu J W, Song Y N, Chen C Y, et al. Effect of scanning speed on the microstructure and mechanical behavior of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting [J]. *Materials & Design*, 2020, 186: 108355.
- [41] Wang D, Song C H, Yang Y Q, et al. Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts [J]. *Materials & Design*, 2016, 100: 291-299.
- [42] Zhao Z, Chen J, Zhang Q, et al. Microstructure and mechanical properties of laser additive repaired Ti17 titanium alloy [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2017, 27(12): 2613-2621.
- [43] Zhou S F, Huang Y J, Zeng X Y, et al. Microstructure characteristics of Ni-based WC composite coatings by laser induction hybrid rapid cladding [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, 480(1/2): 564-572.
- [44] DebRoy T, Wei H L, Zuback J S, et al. Additive manufacturing of metallic components-process, structure and properties [J]. *Progress in Materials Science*, 2018, 92: 112-224.
- [45] Kurz W, Giovanola B, Trivedi R. Theory of

- microstructural development during rapid solidification [J]. *Acta Metallurgica*, 1986, 34(5): 823-830.
- [46] Liu H X, Dong T, Zhang X W, et al. Microstructure and cutting performance of WC/Co50/Al cemented carbide coated tools fabricated by laser cladding process [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2017, 44(8): 0802002.
刘洪喜, 董涛, 张晓伟, 等. 激光熔覆制备 WC/Co50/Al 硬质合金涂层刀具的微观结构及切削性能 [J]. *中国激光*, 2017, 44(8): 0802002.
- [47] Zhong M L, Liu W J, Yao K, et al. Microstructural evolution in high power laser cladding of Stellite 6+WC layers [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2002, 157(2/3): 128-137.
- [48] Gremaud M, Carrard M, Kurz W. The microstructure of rapidly solidified Al-Fe alloys subjected to laser surface treatment [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1990, 38(12): 2587-2599.
- [49] Rosenthal D. The theory of moving sources of heat and its application to metal treatments [J]. *Transactions of the ASME*, 1946, 68(8): 849-866.
- [50] Lei J B, Shi C, Zhou S F, et al. Enhanced corrosion and wear resistance properties of carbon fiber reinforced Ni-based composite coating by laser cladding [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2018, 334: 274-285.
- [51] Wang T, Zhu Y Y, Zhang S Q, et al. Grain morphology evolution behavior of titanium alloy components during laser melting deposition additive manufacturing [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, 632: 505-513.
- [52] Jiang Y Y. The exploring of the simulation of solidification microstructure in electron beam welding [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2011: 6.
姜燕燕. 电子束焊接熔池凝固组织模拟的探索 [D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2011: 6.
- [53] Hou Y Y, Cheng G G. An investigation of columnar to equiaxed transition and the effect of cooling rate on nucleus density distribution of an industrial Ti and Nb-stabilized ferritic stainless steel [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, 50(10): 4686-4700.
- [54] Lin X, Li Y, Wang M, et al. Columnar to equiaxed transition during alloy solidification [J]. *Science in China Series E: Technological Sciences*, 2003, 46(5): 475-489.
- [55] Gäumann M, Bezençon C, Canalis P, et al. Single-crystal laser deposition of superalloys: processing - microstructure maps [J]. *Acta Materialia*, 2001, 49(6): 1051-1062.
- [56] Min N B. Study on the structure, property, molecule design and manufacture process of functional material for photoelectronics [M]. Changsha: Hunan Science & Technology Press, 1998: 226-239.
闵乃本. 探索新晶体: 光电功能材料的结构、性能、分子设计及制备过程的研究 [M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1998: 226-239.
- [57] Fu H Z, Guo J J, Li J S, et al. Directional solidification and processing of advanced materials [M]. Beijing: Science Press, 2008: 437-490.
傅恒志, 郭景杰, 李金山, 等. 先进材料定向凝固 [M]. 北京: 科学出版社, 2008, 437-490.