

# 激光与光电子学进展

## 激光熔覆突变梯度材料界面特征研究

李鹏飞<sup>1\*</sup>, 巩亚东<sup>2</sup>, 周建忠<sup>1</sup>, 鲁金忠<sup>1</sup>, 孟宪凯<sup>1</sup>, 黄舒<sup>1</sup>, 吕建忠<sup>3</sup>

<sup>1</sup>江苏大学机械工程学院, 江苏 镇江 212013;

<sup>2</sup>东北大学机械工程与自动化学院, 辽宁 沈阳 110819;

<sup>3</sup>大连海博瑞思科技有限公司, 辽宁 大连 116024

**摘要** 基于激光熔覆同轴送粉成形技术, 利用 316L 不锈钢粉末和镍基 718 高温合金粉末制备二维突变梯度材料。通过电子探针检测技术在宏观层面分析整个试样的元素变化规律, 通过扫描电镜及其附带的能量色散谱仪在微观层面分析界面处的微观组织及元素变化规律。结果表明: 在宏观分析时元素含量突然变化, 在微观分析时发现存在长约 500  $\mu\text{m}$  的过渡区间; 界面处显微硬度变化显著, 微观组织逐渐变化, 但镍基 718 高温合金侧元素偏析明显, 以 Laves 相和碳氮化物为主, 316L 不锈钢侧以胞状晶为主, 且含有少量碳氮化物。

**关键词** 激光技术; 界面; 梯度材料; 微观组织; 元素分布

中图分类号 TG142.1 文献标志码 A

doi: 10.3788/LOP202158.0714011

## Interface Characteristics of Abrupt Gradient Materials Fabricated by Laser Cladding

Li Pengfei<sup>1\*</sup>, Gong Yadong<sup>2</sup>, Zhou Jianzhong<sup>1</sup>, Lu Jinzhong<sup>1</sup>, Meng Xiankai<sup>1</sup>, Huang Shu<sup>1</sup>, Lü Jianzhong<sup>3</sup>

<sup>1</sup>School of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China;

<sup>2</sup>School of Mechanical Engineering & Automation, Northeastern University, Shenyang, Liaoning 110819, China;

<sup>3</sup>Dalian Hybridwise Technology Company Limited, Dalian, Liaoning 116024, China

**Abstract** Based on the coaxial powder-feeding laser cladding technology, two-dimensional abrupt gradient materials were fabricated with 316L stainless and nickel 718 superalloy powders. An electron probe microanalyzer was used to detect the elemental change laws of the whole sample at the macro-level. A scanning electron microscope and an energy dispersive X-ray spectroscopy were used to analyze the interfacial microstructure and detect the elements change law at the micro-level. The results show that the element content suddenly changes in macroscopic analysis, while there is a transition interval of about 500  $\mu\text{m}$  in microscopic analysis. The microhardness significantly varies while the microstructure gradually varies at the interface. An obvious segregation in nickel 718 leads to the Laves phase and carbonitride; the microstructures are mainly cellular crystals with a few carbonitride on the side of 316L stainless steel.

**Key words** laser technology; interface; gradient material; microstructure; element distribution

**OCIS codes** 160.2120; 160.3900; 240.6700

收稿日期: 2020-08-03; 修回日期: 2020-09-06; 录用日期: 2020-09-10

基金项目: 国家自然科学基金(51875265, 51775250)、江苏省自然科学基金(BK20180881)、江苏省博士后资助项目(2018K014C)

\*E-mail: pengfeili@ujs.edu.cn

## 1 引言

激光熔覆增材制造技术非常适合用于制造结构复杂或成分变化的功能梯度材料,这种材料结合了两种或多种材料的优点,已被广泛应用于航空航天及其他工业领域。增材制造的主要原料是金属粉末,通过实时调整粉末的成分可以及时调整激光熔覆过程中材料的成分,最终制造出化学成分随位置变化的具有特定使用功能的材料<sup>[1]</sup>。在梯度材料中,一种是成分呈多级逐渐变化,各成分按增量分级的平滑梯度材料<sup>[2]</sup>,另一种是成分在单一界面上突然变化的突变梯度材料<sup>[3-4]</sup>。

奥氏体不锈钢在激光增材制造后表面形成的富铬层能显著提高基体的抗氧化性和耐磨性<sup>[5-6]</sup>。镍基 718(IN718)高温合金非常适合在高温及氧化严重的环境下使用<sup>[7-8]</sup>。316L 不锈钢(SS316L)和 IN718 高温合金这两种材料都是面心立方结构,主体元素均是 Fe、Ni 和 Cr 等,这些元素之间的溶解度很高<sup>[9]</sup>,有利于制造功能梯度材料。通过平滑梯度的方式连接可以提高冶金效果,增强连接强度,所以许多学者开始研究不锈钢和镍基合金的平滑梯度材料。Carroll 等<sup>[9]</sup>研究了 Inconel 625 合金和 304L 不锈钢功能梯度材料的特征和热力学模型,分析了在激光制造过程中出现的微观裂缝和过渡区的相变变化规律。Shah 等<sup>[10]</sup>采用显微硬度测试、摩擦磨损试验和拉伸试验等探究了激光熔覆工艺参数对镍铁功能梯度材料微观结构和力学性能的影响。Lin 等<sup>[11-12]</sup>研究了 SS316L/Rene88DT 平滑梯度材料的相变和微观组织的变化。

在突变梯度材料方面:Liang 等<sup>[13]</sup>研究了 TA15 和 TA2 的界面特征,并通过拉伸试验分析了变形与界面、裂缝之间的关系,结果发现,裂缝的出现与界面的结合强度紧密相关;Ren 等<sup>[14]</sup>通过拉伸试验分析了突变梯度材料的各项性能,并分析了微观组织和化学成分等在界面处的突然变化;为了避免崩塌和变形,Järvinen 等<sup>[15]</sup>分析了增材制造不锈钢异种材料支撑结构的特点;曹志远等<sup>[16]</sup>研究了孔隙、杂质及组分突变对功能梯度构件动力学特性的影响;Shakil 等<sup>[17]</sup>通过优化电子束焊接参数研究了 304L 不锈钢和镍基 Inconel 625 合金的微观组织和硬度,结果发现,焊接接头均匀,接头结合良好没有缺陷,在熔合区形成了不同类型的微观组织。所查资料显示,几乎没有学者研究 316L 不锈钢和 IN718 合金

激光熔覆的突变梯度材料,尤其是界面处的微观组织和元素分布情况还鲜有研究。鉴于此,本文采用激光熔覆技术制备了 316L 不锈钢和 IN718 高温合金突变梯度材料,研究了界面处元素和微观组织的变化规律等。

## 2 试验方法

### 2.1 试验条件

激光熔覆试验在 SVW80C-3D 五轴增减材复合加工机床上进行,送粉系统为双料仓送粉器,可以满足本试验的要求。采用该系统交替沉积 316L 不锈钢粉末和 IN718 高温合金粉末。为减小激光熔覆过程中基板的变形量,本文选用的基板尺寸为 160 mm×160 mm×20 mm。激光熔覆前先通过铣削去除基体表面的氧化皮并涂覆丙酮。试验粉末直径为 53~150 μm。试验用粉末的化学成分如表 1 所示。

表 1 试验用粉末的主要化学成分

Table 1 Main chemical composition of experimental powders

Material	Mass fraction/%							
	Fe	Ni	Mn	Cr	Nb	Al	Ti	Mo
316L	65.8	13.0	1.2	17.0	—	—	—	2.5
IN718	17.59	54.05	0.08	18.3	5.03	0.7	0.7	3.14

### 2.2 试验方案

为了探究激光熔覆二维突变梯度材料界面的特征,采用双筒分别独立送粉。本文设计并制造的突变梯度材料如图 1 所示。激光沿 Y 方向扫描,每沉积 5 mm 换一次材料,Y 向材料总长为 40 mm。同样,在 X 方向每 5 mm 换一次材料,X 向材料总长也为 40 mm。更换沉积粉末时关闭激光 10 s,以保

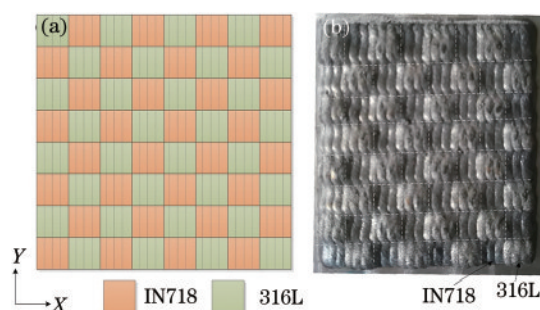


图 1 IN718 高温合金和 316L 不锈钢突变梯度材料。

(a) 模拟试样;(b) 实际加工试样

Fig. 1 IN718 superalloy and 316L stainless steel abrupt gradient material. (a) Simulated sample; (b) fabricated sample

证粉管内不含有前一种粉末。在激光熔覆过程中,激光功率为 1000 W,激光扫描速度为 420 mm/min,316L 不锈钢的送粉量为 1 r/min(11.28 g/min),IN718 高温合金的送粉量为 1 r/min(13.75 g/min)。激光光斑直径为 2.4 mm,光斑在 X 方向的移动距离为 1.5 mm,搭接率约为 37.5%。

采用电子探针测量试样中 Fe 元素和 Ni 元素的含量。采用场发射扫描电子显微镜附带的 X 射线能量色散谱仪(EDS)对界面附近的微区进行元素含量的检测,并用电镜观测界面附近组织的微观形貌。

### 3 结果与分析

#### 3.1 元素含量变化的宏观分析

为了能够从宏观层面分析制备的突变梯度材料是否符合预期,随机选择一条测试线,采用电子探针测量 Fe 元素和 Ni 元素的含量。两种元素含量的变化与测试距离的关系如图 2 所示。

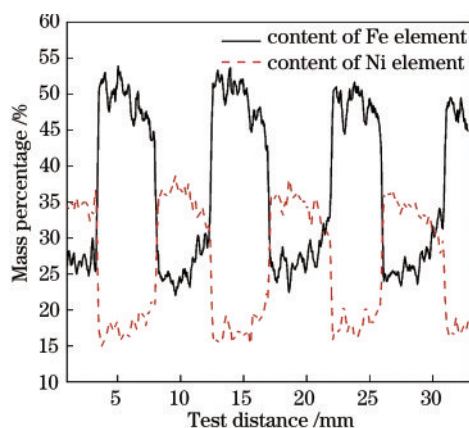


图 2 突变梯度材料中 Fe 元素和 Ni 元素的含量

Fig. 2 Content of Fe and Ni elements in the abrupt gradient material

两种材料的元素含量差异显著,因此可以确定 Fe 元素含量高的地方为 316L 不锈钢,而 Ni 元素含量高的地方为 IN718 高温合金。从图 2 中可以看到,元素含量在界面处发生了突变,不存在过渡现象,说明试验结果与图 1 的试验设计方案完全吻合。

#### 3.2 元素含量变化的微观分析

采用扫描电镜(SEM)对突变界面处微小区域的元素含量再次进行测量,深入分析界面的结合性能。随机选择一个界面,进行 EDS 线扫描,结果如图 3 所示。与宏观测试结果不同的是,在界面处发现了元素过渡区域,从图 3(b)中可以看到 Fe 元

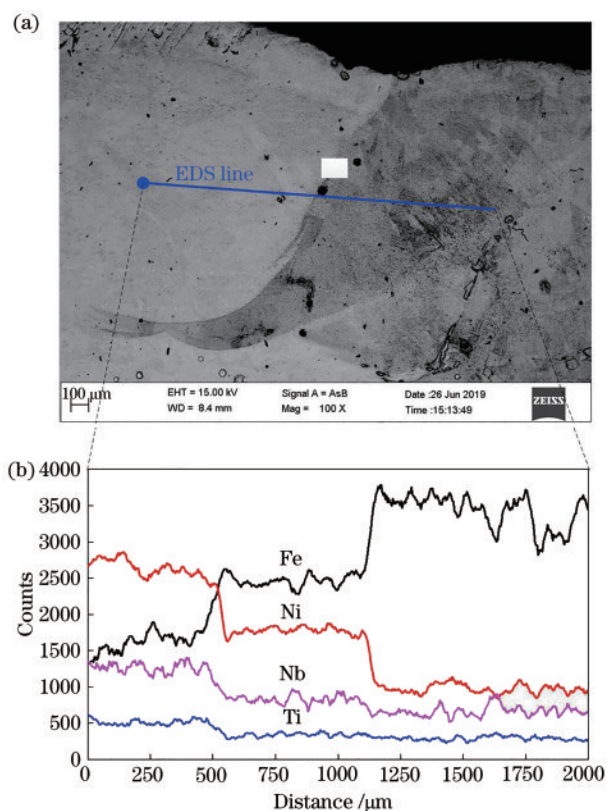


图 3 突变梯度材料界面附近元素含量的变化。(a)界面形貌;(b)元素含量测试结果

Fig. 3 Change of element content near the interface of the abrupt gradient material. (a) Interface morphology; (b) element content

素、Ni 元素和 Ti 元素等都出现了约 500  $\mu\text{m}$  长的显著过渡区域,在此区间内,各元素含量接近于界面两侧含量的平均值。可以确定测试起点位于 IN718 高温合金一侧,终点位于 316L 不锈钢一侧。500  $\mu\text{m}$  的微小过渡区间能够提升宏观突变梯度材料在界面处的冶金效果,提升两种材料的结合性能。

对图 3(a)所示的突变梯度材料界面处的微区进行元素分布测试,确定各元素在界面处的变化规律。部分元素(Ni 元素和 Fe 元素)含量的分布如图 4 所示。在 EDS 测量的结果中,元素含量越高,颜色就会越亮。可以看出,界面左侧的 Ni 元素含量明显高于右侧,而 Fe 元素含量则是右侧明显高于左侧。这说明在界面左侧为 IN718 高温合金,右侧为 316L 不锈钢,且两种元素含量在界面处逐渐变化。除此之外,还可以看到界面附近出现了 Nb 元素和 Ti 元素,但是由于这两种元素的含量远低于 Ni 元素和 Fe 元素,难以通过亮度来分析 Nb 元素和 Ti 元素含量的差异。

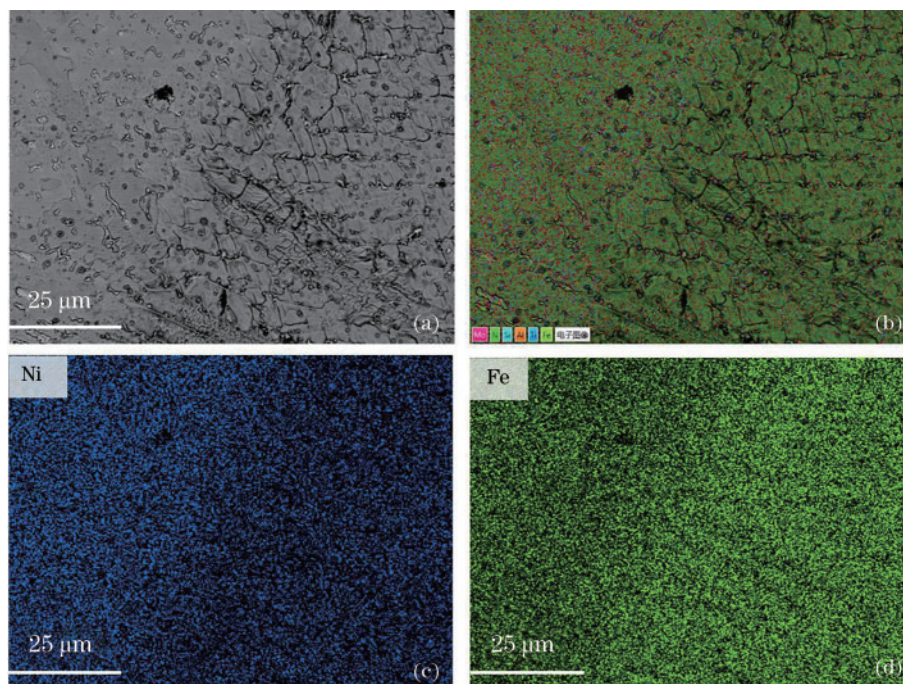


图 4 突变梯度材料界面处微区的元素分布。(a)SEM 形貌;(b)电子图像;(c)Ni 元素分布;(d)Fe 元素分布

Fig. 4 Distribution of elements in the micro region at the interface of the abrupt gradient material. (a) SEM morphology; (b) electron image; (c) Ni element distribution; (d) Fe element distribution

### 3.3 突变界面处的微观组织分析

激光熔覆突变梯度材料界面处的微观组织形貌如图 5 所示。界面处没有显著的裂纹和气孔,说明冶金效果良好,界面结合稳定。微观组织与元素变化规律相似,逐渐从 IN718 高温合金向 316L 不锈

钢过渡。高温合金一侧出现了大量的 Laves 相和球状析出物,而在 316L 不锈钢一侧不仅有胞状晶,还有跨越界面的球状氮化物析出在晶内及晶界上。这表明两种成分完全实现了合金化,界面连接性能良好。

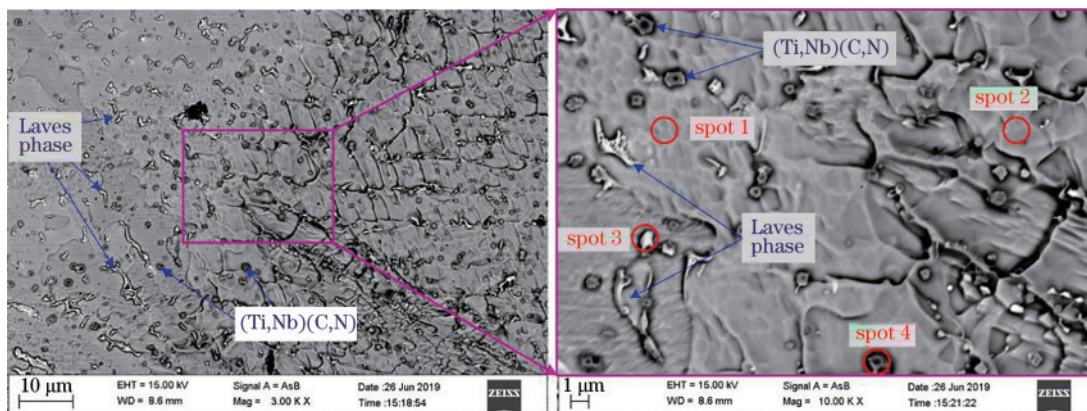


图 5 突变梯度材料界面处的微观组织

Fig. 5 Microstructures near the interface of the abrupt gradient material

不同组织的能谱图测试结果如图 6 所示。测试点 1 (spot 1) 位于 IN718 高温合金一侧的基体上, 此处的主要成分是 Ni 元素和 Fe 元素, 并且 Fe 元素含量明显高于 IN718 高温合金粉末中的 Fe 元素含量。这主要是由于在激光熔覆过程中, 熔池元素发生了快速的横向和纵向对流, 多方向的快速对流导致已

成形部分 (316L) 的 Fe 元素等进入熔池, 因此出现了图 3 中约 500 μm 的窄小过渡区间。测试点 2 (spot 2) 位于 316L 不锈钢一侧的基体上, 此处同样由于熔池元素对流出现了 Ni 元素含量显著高于原有粉末中 Ni 元素含量的现象。测试点 3 (spot 3) 是高温合金成形过程中元素偏析形成的 Laves 相, 其

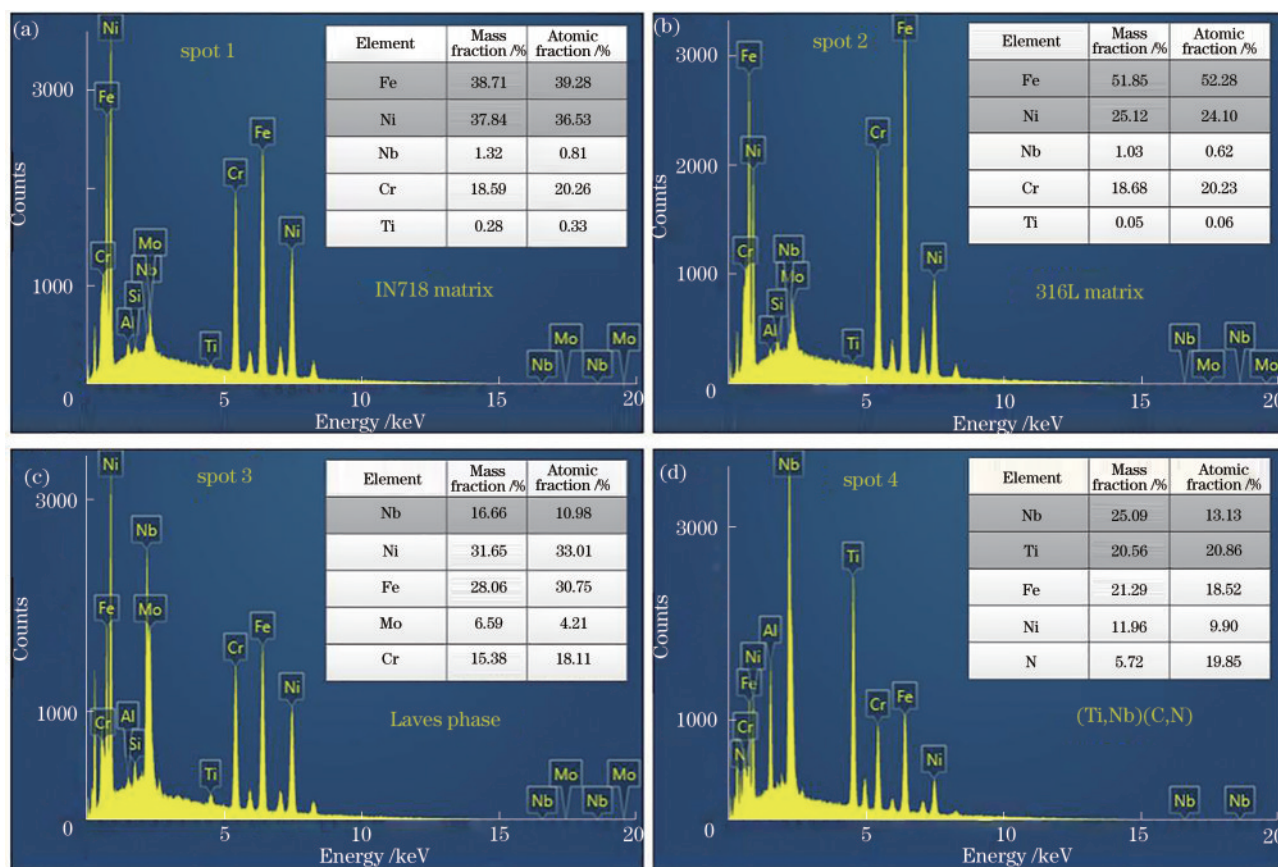


图 6 界面处不同微观组织的能谱分析。(a) IN718 基体; (b) 316L 基体; (c) Laves 相; (d) 碳氮化物

Fig. 6 EDS analysis of different microstructures near the interface. (a) IN718 matrix; (b) 316L matrix; (c) Laves phase; (d) (Ti,Nb)(C,N)

主要偏析元素是 Nb 元素。Nb 元素在固相中的溶解度低于在液相中的溶解度,因此冷却时会不断地析出 Nb 原子,具体形成过程为  $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + NbC / \gamma \rightarrow L + Laves / \gamma$ <sup>[18]</sup>。测试点 4 (spot 4) 位于球状析出物上,该析出物主要是偏析形成的碳氮化物 (Ti,Nb)(C,N)。其形成的原因如下:一方面,Nb 元素偏析敏感,Ti 元素易与其他元素发生反应<sup>[19]</sup>;另一方面,在激光的高温作用下,载粉气流(氮气)、工件周围的 CO<sub>2</sub> 等与粉末中的元素发生反应,在冷却过程中偏析形成了碳氮化物。析出碳化物占比高时,球状显著,析出氮化物占比高时,球状不显著。

### 3.4 突变界面处的显微硬度分析

界面附近的显微硬度测量结果如图 7 所示。测试点之间相隔 500 μm,取多次测试的平均值作为当前位置的显微硬度值。结果表明,IN718 高温合金一侧的显微硬度约为 240 HV,316L 不锈钢一侧的显微硬度约 190 HV,在界面处显微硬度发生突变,没有过渡区间,同样符合宏观突变梯度材料的设计结果。由图 3 可知,在界面处存在约 500 μm 长的过

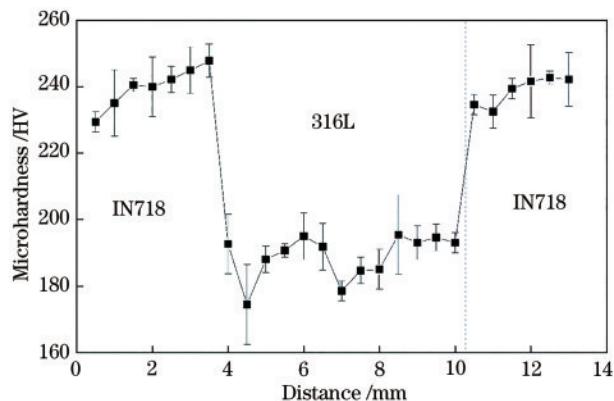


图 7 界面附近显微硬度的变化规律

Fig. 7 Change rule of microhardness near the interface

渡区间,但是显微硬度测试过程中由于压痕尺寸较大,且显微硬度测点间隔和过渡区间宽度接近,因此显微硬度突然变化,看不到渐变过渡的现象。

激光熔覆突变梯度材料界面处元素的分析结果表明,宏观表现为突变材料,微观有过渡层,且显微硬度变化显著。界面特征的变化机理如图 8 所示。从图 1 可以看到不同材料的形貌差异显著,搭

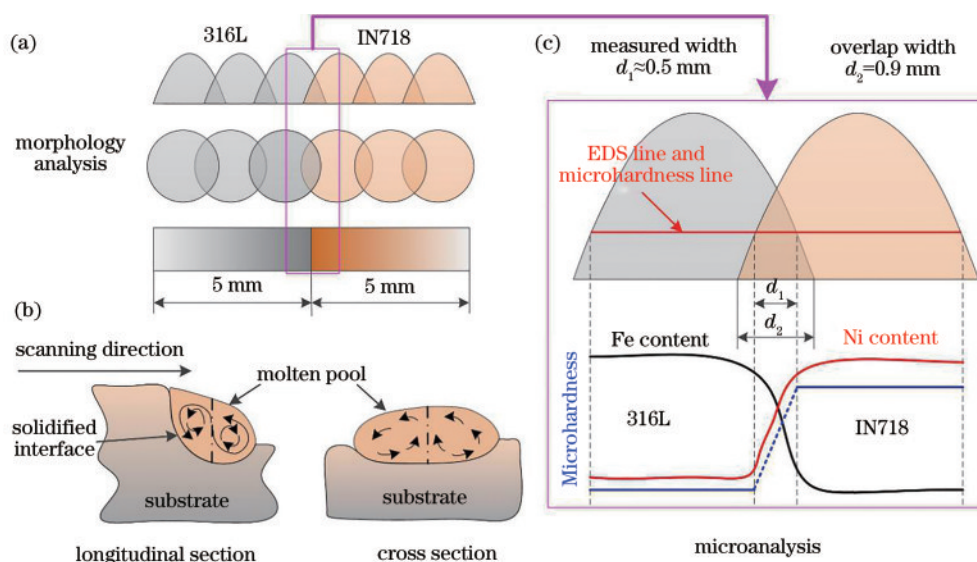


图 8 成形工艺与界面元素含量及显微硬度的关系。(a)形貌分析;(b)纵截面和横截面;(c)显微分析

Fig. 8 Relationship among the forming process, element content and microhardness near the interface. (a) Morphology analysis; (b) longitudinal section and cross section; (c) microanalysis

接痕迹明显,且从图 2 中的 Fe 元素和 Ni 元素含量的变化也能够看到两种材料在界面处发生突变连接。宏观形貌分析如图 8(a)所示,界面两侧 5 mm 范围内各材料成分均匀分布。实验中采用的激光光斑直径为 2.4 mm,搭接率为 37.5%,即图 8(c)中的搭接宽度  $d_2$  为 0.9 mm。通过电子探针、扫描电镜和显微硬度计对试样进行微观分析时,测试线处于试样中部,导致界面处两种材料的搭接宽度减小,测试宽度  $d_1$  约为 0.5 mm,如图 8(c)所示。所以,采用扫描电镜附带的能谱仪对界面处元素含量进行分析时发现了约 500  $\mu\text{m}$  的微小过渡区间,如图 3 所示。各种元素在界面附近的含量均接近两种材料的平均值,这主要是因为熔池内元素的快速搅拌作用下,已沉积部分的元素重新进入熔池,与新沉积材料发生了相互融合<sup>[20]</sup>,如图 8(b)所示。通常,IN718 的含量越高,Ni 元素含量就越多,偏析物也就越多,因此显微硬度越大;但是本实验中突变梯度材料界面的过渡区间过小,显微硬度压痕较大不能精确反映此微小区间内硬度的变化,因此后期还需要通过纳米压痕试验验证微小过渡区间硬度的变化。

## 4 结 论

采用激光熔覆技术制备了 X 方向和 Y 方向同时突变的梯度材料,并得到了以下结论:

1) 宏观分析结果表明突变梯度材料界面清晰,元素含量变化明显,没有过渡层,显微硬度在界面

处变化显著;微观分析结果表明界面处存在长约 500  $\mu\text{m}$  的过渡区间,该过渡区有助于提高两种材料的结合性能。

2) 熔池内元素的对流导致界面过渡区各元素含量趋于两种材料的均值,IN718 高温合金中的 Nb 元素和 Ti 元素等都穿过界面出现在 316L 不锈钢一侧,并且在晶界及晶内生成了部分碳氮化物。

3) IN718 高温合金一侧的元素偏析明显,主要为 Laves 相以及球状碳氮化物。元素偏析程度与微观组织在界面处均呈现逐渐变化的趋势,这有助于提高材料的结合强度。

## 参 考 文 献

- [1] Yamazaki T. Development of a hybrid multi-tasking machine tool: integration of additive manufacturing technology with CNC machining[J]. Procedia CIRP, 2016, 42: 81-86.
- [2] Reichardt A, Dillon R P, Borgonia J P, et al. Development and characterization of Ti-6Al-4V to 304L stainless steel gradient components fabricated with laser deposition additive manufacturing [J]. Materials & Design, 2016, 104: 404-413.
- [3] Liu Q, Wang Y, Hua X Y, et al. A novel approach for developing boron carbide ( $B_4C$ )/cyanate ester (CE) co-continuous functionally graded materials (FGMs) with eliminated abrupt interfaces [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2021, 41 (1): 268-273.

- [4] Ji X, Sun Z G, Chang L L, et al. Microstructure evolution behavior in laser melting deposition of Ti6Al4V/Inconel625 gradient high-temperature resistant coating [J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(11): 1102008.  
季霄, 孙中刚, 唱丽丽, 等. 激光熔化沉积 Ti6Al4V/Inconel625 梯度耐高温涂层组织演变行为研究[J]. 中国激光, 2019, 46(11): 1102008.
- [5] Cissé S, Laffont L, Tanguy B, et al. Effect of surface preparation on the corrosion of austenitic stainless steel 304L in high temperature steam and simulated PWR primary water[J]. Corrosion Science, 2012, 56: 209-216.
- [6] Wang X J, Yan Y L. Microstructure and properties of laser cladding 316L stainless steel coating assisted by magnetic field [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2020, 57(23): 231401.  
王新军, 闫迎亮. 磁场辅助激光熔覆 316L 不锈钢涂层的微结构及性能[J]. 激光与光电子学进展, 2020, 57(23): 231401.
- [7] Chen Y, Zhang K, Huang J, et al. Characterization of heat affected zone liquation cracking in laser additive manufacturing of Inconel 718[J]. Materials & Design, 2016, 90: 586-594.
- [8] Sun W J, Wang S L, Tan G H, et al. Effect of material states on microstructure and properties of GH4169 superalloy laser-welded joint [J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(10): 1002006.  
孙文君, 王善林, 谭观华, 等. 材料状态对 GH4169 高温合金激光焊接头组织与性能的影响[J]. 中国激光, 2020, 47(10): 1002006.
- [9] Carroll B E, Otis R A, Borgonia J P, et al. Functionally graded material of 304L stainless steel and Inconel 625 fabricated by directed energy deposition: characterization and thermodynamic modeling [J]. Acta Materialia, 2016, 108: 46-54.
- [10] Shah K, Haq I U, Khan A, et al. Parametric study of development of Inconel-steel functionally graded materials by laser direct metal deposition [J]. Materials & Design, 2014, 54: 531-538.
- [11] Lin X, Yue T M, Yang H O, et al. Laser rapid forming of SS316L/Rene88DT graded material[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 391(1/2): 325-336.
- [12] Lin X, Yue T M. Phase formation and microstructure evolution in laser rapid forming of graded SS316L/Rene88DT alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 402(1/2): 294-306.
- [13] Liang Y J, Liu D, Wang H M. Microstructure and mechanical behavior of commercial purity Ti/Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V structurally graded material fabricated by laser additive manufacturing[J]. Scripta Materialia, 2014, 74: 80-83.
- [14] Ren H S, Liu D, Tang H B, et al. Microstructure and mechanical properties of a graded structural material[J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 611: 362-369.
- [15] Järvinen J P, Matilainen V, Li X Y, et al. Characterization of effect of support structures in laser additive manufacturing of stainless steel [J]. Physics Procedia, 2014, 56: 72-81.
- [16] Cao Z Y, Cheng H M. Influence of gap, impurities and component mutation on dynamic character of functionally graded structures [J]. Acta Materialia Sinica, 2007, 24(5): 136-141.  
曹志远, 程红梅. 空隙、杂质及组分突变对功能梯度构件动力特性的影响[J]. 复合材料学报, 2007, 24(5): 136-141.
- [17] Shakil M, Ahmad M, Tariq N H, et al. Microstructure and hardness studies of electron beam welded Inconel 625 and stainless steel 304L [J]. Vacuum, 2014, 110: 121-126.
- [18] Nie P L, Ojo O A, Li Z G. Numerical modeling of microstructure evolution during laser additive manufacturing of a nickel-based superalloy[J]. Acta Materialia, 2014, 77: 85-95.
- [19] Li P F, Gong Y D, Xu Y C, et al. Inconel-steel functionally bimetal materials by hybrid directed energy deposition and thermal milling: microstructure and mechanical properties[J]. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 2019, 19(3): 820-831.
- [20] Nee A Y C. Handbook of manufacturing engineering and technology[M]. London: Springer-Verlag London, 2015.