激光选区熔化 GH3536 镍基高温合金的微观 组织和晶体取向

宗学文^{1,2},刘文杰¹,张树哲²,陈 桢²,杨雨蒙³

(1. 西安科技大学 机械学院, 陕西 西安 710054)

(2. 西安交通大学 机械学院, 陕西 西安 710049)

(3. 中航光电科技股份有限公司, 河南 洛阳 471023)

摘 要:采用激光选区熔化方法(selective laser melting, SLM)制备了高致密度 GH3536 镍基高温合金,分析了激光选区 熔化成形 GH3536 合金显微组织和晶体取向。结果表明:随着激光能量密度的升高,成形试样的致密度先升高后降低, 当激光能量密度为 180~230 J·m⁻¹时,致密度达到 99.55%以上,组织存在着明显的各向异性,垂直于构建方向的组织呈 "棋盘状"形貌,晶粒大多数为等轴晶(长宽比为 1.83)且得到了细化(*d*mean=11.23 μm),尤其熔池搭接区域晶粒更加细小(5 μm 以下),而平行于构建方向为"鱼鳞状"形貌,大多数为柱状晶(长宽比为 2.83),晶粒直径较大(*d*mean=25.96 μm)。同时 SLM 成形 GH3536 镍基高温合金存在明显的择优取向,横截面上晶粒具有较强的<100>取向,垂直于构建方向和 平行于构建方向均为立方织构{100}<001>。此外 SLM 凝固成形中晶粒生长对晶粒内晶体取向演变有着显著影响,横截 面变形晶粒内的晶体取向变化不明显,纵截面变形晶粒内的晶体取向变化比较明显,这是由于 SLM 成形具有极高的温 度梯度和极快的冷却速率(10⁵ K/s),导致晶粒的生长方向垂直于熔池的固液界面且沿着温度梯度的反方向生长,固 液界面处温度梯度沿构建方向的分量大于其他方向的分量,晶粒沿构建方向生长较快。 关键词:激光选区熔化(SLM); GH3536 镍基高温合金;致密度; 微观组织; 晶体取向

中图法分类号: TG146.1⁺⁵ 文献标识码: A 文章编号: 1002-185X(2020)09-3182-07

GH3536 是一种固溶强化型镍基高温合金,具有优 异的抗热腐蚀性、抗氧化性能、高温稳定性及组织稳定 性,因此广泛应用于航天航空、船舶工业以及特殊的环 境领域^[1,2]。该合金主要应用于航空发动机的燃烧室部 件和其他高温部件,可以在 900 ℃以下长期使用,短 时工作温度也可以达到 1080 ℃^[3]。由于航空发动机的 燃烧室部件结构比较复杂,传统铸造和锻造难以实现成 形,激光选区熔化(SLM)是一种增材制造成形工艺, 该工艺可以实现快速复杂成形,同时获得合金部件具有 较好的力学性能。目前 SLM 研究较为成熟的材料有 316L 不锈钢、304 不锈钢、TC4 钛合金以及 IN718 镍 基高温合金等,主要集中于粉末工艺制备、成形工艺的 优化、热处理等方面的研究^[4-6], Jyoti Suryawanshi 等^[7] 研究了 SLM 成形的 316L 不锈钢的力学行为,分析得 出 SLM 的屈服强度明显高于传统工艺制备 316L SS, 这是由于合金的微观组织得到了实质性的细化。李军超 等^[8]采用选择性激光熔炼法制备了 bcc 和 bcc-z 两种钛 合金多孔结构,验证了其形成复杂多孔结构的可行性。

滕庆等^[9]分析了不同热处理工艺对 IN718 合金腐蚀性 能的影响规律,SLM 态的高温腐蚀质量损失速率远大 于热处理态的,经标准热处理与均匀化热处理的合金其 高温耐腐蚀性能与锻件的相当。但目前国内外对 SLM 成形的 GH3536 镍基高温合金研究相对不够完善,尤其 是对 SLM 成形 GH3536 合金试样过程中微观组织和晶 粒取向演变,Laichang Zhang 等^[2]仅是研究了工艺参数 对 SLM 成形 GH3536 熔池稳定性和致密度的影响。薛 珈琪等^[10]采用不同批次金属粉末制备了 SLM 成形的 GH3536 试样,分析了微观组织、力学性能。所以,对 SLM 成形过程中微观组织和晶粒取向演变的研究是值 得的。

本研究通过改变扫描速度、激光功率优化 SLM 成形 GH3536 工艺参数,研究其微观组织结构、晶体 取向以及变形晶粒内晶体演变,为 SLM 成形 GH3536 合金的应用提供一定的参考。

1 实 验

收稿日期: 2020-04-12

基金项目: 国家自然科学基金(51875452); 陕西省重点研发项目(2018YBXM-G-3-2)

作者简介: 宗学文, 男, 1964 年生, 博士, 副教授, 西安科技大学机械学院, 陕西 西安 710054, E-mail: Zongw007@xust.edu.cn

实验材料选用中航迈特公司气雾化制备的 GH3536 镍基高温合金粉末,化学成分如表1所示。粉末流动 性良好(≤18 s/50 g),含氧量≤300 µg/g,采用场发 射扫描电镜观察粉末形貌如图 1a 所示,大多数粉末形 貌近似圆形或球形,存在个别的不规则形状和椭圆形; 采用激光粒度仪 HELOS (H3751)测量粉末粒径如图 1b 所示,粉末粒径范围为 15~53 µm,平均粒径为 33.56 um, 粉末的物理属性符合 SLM 成形工艺。本次采用 成型设备为 SLM-100, 在氮气保护环境中使用, 其激 光类型为光纤激光器、最大输出功率为 500 W、激光 波长 1064 nm、光斑直径 100 µm、最大成形尺寸为 150 mm×150 mm×200 mm,最大制件质量为 20 kg。本次 成形工艺参数是激光功率为 160, 180, 200, 220 W, 扫描速度为 800, 1000, 1200, 1400 mm/s, 层厚为 30 um, 扫描间距为 60 um, 扫描策略每层旋转 67°如图 2 所示。

表 1 GH3536 镍基高温合金粉末化学成分

Table 1Chemical composition of 316L stainless steel powder $(\omega/\%)$

Cr	Mo	Fe	Co	С	W	Mn	Si	Ni
20.5	9.02	18.79	1.52	0.12	0.60	0.02	0.30	Bal.



图 1 GH3536 镍基高温合金粉末形貌 SEM 照片及粒径分布

Fig.1 SEM image of GH3536 nickel-based superalloy powder (a) and particle size distribution (b)

SLM 成形的 GH3536 合金块状试样利用线切割从 基板上切下来,采用超声波清洗仪反复清洗 3 次,每 次清理 3 min,然后利用阿基米德排水法测量不同工 艺参数下的试样致密度,试样致密度计算公式如下:

$$\rho = \frac{\rho_{\underline{m} \underline{e} \underline{f} \underline{f}}}{\rho_{\underline{m} \underline{e} \underline{f} \underline{f}}} \times 100\% \tag{1}$$

其中,GH3536 理论密度为 8.3 g/cm³。选择致密度在 99.5%以上块状试样进行研磨,抛光,利用王水溶剂 进行腐蚀 15 s,利用 ECLIPSE MA200 尼康倒置金相 显微镜观察试样金相组织,再采用配备有 SEM-EBSD 系统的 JSM-7001F 型场发射扫描电镜进行 EBSD 检 测,分析试样微观组织和晶体取向。

2 结果与分析

2.1 致密度

为了获得较好的成形试样,对 SLM 成形 GH3536 镍基高温合金进行工艺优化,引入综合参数激光能量 密度来评估激光的能量输入^[11]:

$$E_1 = \frac{p}{v} \tag{2}$$

其中, p 为激光功率, v 为扫描速度。建立激光能量密度(E₁)与致密度之间数学模型如图 3 所示。由图 3 可知, 激光能量密度与致密度符合 Y=84.56+0.10E₁+(5.29×10⁻⁵)E₁²-(9.48×10⁻⁷)E₁³函数关系,随着激光能量密度的升高,成形试样的致密度先升高后降低,当激光能量密度处于 180~230 J·m⁻¹时,致密度达到 99.55%以上。这是由于激光能量密度是激光传递单位体积的粉末能量,使得金属粉末的熔化,粉末的熔融效果的好坏取决于粉末的温度,粉末的升高温度(T) 随激光能量密度增加而线性升高^[12-14]。所以,激光能



图 2 SLM 成形的扫描策略示意图 Fig.2 Schematic diagram of scanning strategy of SLM



图 3 SLM 成形 GH3536 试样致密度与能量密度拟合曲线

Fig.3 Fitting curve of density and energy density of SLM processed GH3536 samples

量密度不充足时,随着激光能量密度增加,粉末熔融 效果较好,相邻的熔池及上下层熔池能够较好搭接, 组织中缺陷少,获得较好力学性能。但当激光能量密 度超过临界值(220 J·m⁻¹),由于激光能量过高,导致金 属粉末氧化,缺陷会明显增多,成形试样的致密度降 低。因此,激光能量密度处于180~230 J·m⁻¹时,SLM 成形 GH3536 试样致密度最佳,采用该参数下制备的 试样进行微观组织和晶体取向演变的研究。

2.2 微观组织

在优化工艺下,获得试样的光学显微组织如图 4 所示。由图 4a,4b可知,在试样横截面熔池形貌为棋盘 形,搭接效果良好,表面无孔洞和搭接缺陷。由图 4c,4d 可知,在试样纵截面熔池形貌为"鱼鳞状"形貌^[15],重 叠率高,表面无孔洞,同时熔池的高度在 55~70 μm, 宽度在 120~160 μm。这是由于激光能量密度直接影响 熔池的温度梯度、熔融金属的流动性和熔道间的搭接 效果,促使试样成形中熔池稳定性,搭接率高。

图 5 为采用EBSD分析得到的SLM成形GH3536 试样晶粒长宽比分布图。由图 5a可知,横截面上晶 粒大多数为等轴晶,最大晶粒长宽比为 7.10,平均 晶粒长宽比为 1.83,同时平均晶粒直径为 11.23 µm, 尤其熔池搭接区域晶粒更加细小(5 µm以下),这是 由于搭接区经历了多次激光扫描,搭接区晶粒重熔 后,晶粒变得更细小^[15,16]。由图 5b可知,纵截面上 晶粒大多数为柱状晶,最大晶粒长宽比为 20.08,平 均晶粒长宽比为 2.83,平均晶粒直径为 25.96 µm, 主要分布集中于 15 µm左右,相邻区域晶粒分布不 均匀性不明显,晶粒度大,同时大量的等轴晶的生 长方向平行或者近似平行于成形方向,具有定向凝 固组织的特点。



图 4 SLM 成形 GH3536 试样的光学显微组织照片

Fig.4 Optical micrographs of SLM processed GH3536 samples: (a, b) cross section and (c, d) longitudinal section

综合上述可知,与纵截面相比,横截面晶粒多为 等轴晶且晶粒得到了细化,晶界相对多。同时由于晶 粒大小、组织均匀程度和织构对力学性能有直接的影 响^[17,18],根据Hall-Petch关系可知,

$$\sigma_{s} = \sigma_{0} + Kd^{-\frac{1}{2}}$$
(2)

其中, σ_s为屈服强度, σ₀ 和 K 代表材料相关系数, K 表征晶界对强度影响的程度系数, d 为晶粒大小。根 据位错理论,由于位错堆积的形成,晶界在位错滑移 过程中起到阻碍作用,应力集中于晶界,只有当晶界 处的应力集中到一定程度时,滑移系才会启动^[19]。所 以横截面的晶粒得到细化,材料的性能获得了良好的 匹配。

SLM 成形过程中较高的温度梯度和较快的冷却 速度,凝固过程中有大量晶核形成,由于凝固速度加 快,晶粒生长得到了抑制,大角度晶界数目明显增加。 图 6 为 SLM 成形中凝固传热示意图,由图可知,SLM 凝固成形过程中晶粒形核和生长与传热密切相关,热 传递方式主要包括热传导、热对流和热辐射等, GH3536 具有较好的物理性能,主要以热传导为主, 同时金属粉末伴随着蒸发和飞溅,这是由于激光能量 输出大小对粉末的影响。在热动力作用下,晶粒的生 长方向垂直于熔池的固液界面,并沿着温度梯度的反 方向生长^[20],固液界面处温度梯度沿构建方向的分量 大于其他方向的分量,晶粒沿构建方向生长较快,所 以横截面上晶粒生长较快,大多数为柱状晶;在固液 界面处温度梯度构建方向分量大于扫描方向上的分 量,横截面晶粒生长得到了抑制,大多数为等轴晶^[21]。



图 5 SLM 成形 GH3536 试样晶粒长宽比分布图

Fig.5 Distribution of grain length and diameter ratio of SLM processed GH3536 samples: (a) cross section and (b) longitudinal section



图 6 SLM 成形中凝固传热示意图

Fig.6 Schematic diagram of solidification heat transfer in SLM

2.3 取向分析

图 7 为 SLM 成形 GH3536 取向分布图(IPF), 由图 7 可以看出,在横截面上,晶粒方向分布主要沿 着(111)面和(001)面,沿着(101)面较少,但搭接区 区域主要沿着(001)面;而在垂直截面上晶粒取向方向 分布略有随机,这说明横截面上晶粒具有较强的<100> 取向,这是由于 SLM 成形中具有较高的温度梯度和较 快的冷速(10⁵ K/s)^[22,23],这与 Shuai Li 研究的 Inconel625 等^[20]镍基高温合金的取向和 Zhen Chen 等^[24]研究 K418 镍基高温合金取向一致,进一步说明了 SLM 成形面心 立方 (fcc) 相的<100>取向择优生长。

为了进一步确定 SLM 成形 GH3536 试样择优取向 的类型和强度,通过反极图进一步证实 (见图 8)。由 图 8 可知,横截面上存在立方织构 {100} <001>,织构 强度为 1.99;纵截面也为立方织构 {100} <001>,织构 强度为 2.13。因此,SLM 成形 GH3536 试样横截面和 纵截面织构类型相同且强度相差不明显。

金属凝固成形中晶粒发生不同变形,为了更加了 解变形晶粒取向,对横截面和纵截面上变形晶粒内晶 体取向演变做了定量的分析。图9横截面上晶粒局部 分布图(区域 A),取红色晶粒为对象,分析沿着 A1、 A2 指引线的取向差变化,A1、A2 指引线的取向差见 图 10 所示,由图 10a 可知,随着晶粒内长度增加,A1 指引线的取向差浮动不明显,其中,相邻像素点之间





Fig.7 Orientation distribution diagram (IPF) of SLM processed GH3536 samples: (a) cross section and (b) longitudinal section







图 9 横截面上区域 A 的晶体取向分布图

Fig.9 Crystal orientation distribution of region A on cross section

的取向差低于 3°, 某一点相对于起始点的取向差低于 5°; 由图 10b 可知, 随着晶粒内长度增加, A2 指引线 的取向差总体浮动不明显, 其中, 相邻像素点之间的 取向差低于 6°, 某一点相对于起始点的取向差低于 10°, 但是在距离为 50 μm 时, 发生了明显的波动, 结 合图 9 可知, 这是由于晶体内部有新的晶核形成导致 了晶体变形。因此 SLM 成形中横截面变形晶粒内的晶 体取向变化不明显。

图 11 为纵截面晶粒局部分布图(区域 B),取浅绿 色晶粒为对象,分析沿着 B1、B2 指引线的取向差变 化,B1、B2 指引线的取向差见图 12 所示,由图 12a 可知,随着晶粒内长度增加,B1 指引线的取向差浮动 不明显,其中,相邻像素点之间的取向超过 3°,某一 点相对于起始点的取向超过 6°;由图 12b 可知,随着



图 10 沿着图 9 中标记线晶粒内晶体取向演变 Fig.10 Evolution of intra-grain crystal orientation along the marker line A1 (a) and A2 (b) in Fig.9

晶粒内长度增加,B2指引线的取向差总体浮动明显, 其中,相邻像素点之间的取向差超过12°,某一点相 对于起始点的取向差低于15°,因此SLM成形中纵截 面变形晶粒内的晶体取向变化明显。





Fig.11 Crystal orientation distribution of region B on the longitudinal section



图 12 沿着图 11 中标记线晶粒内晶体取向演变

Fig.12 Evolution of intra-grain crystal orientation along the marker line B1 (a) and B2 (b) in Fig.11

3 结 论

 激光能量密度对 SLM 成形 GH3536 镍基高温 合金的致密度有着明显的关系,激光能量密度与致密 度符合 Y=84.56+0.10E₁+(5.294×10⁻⁵)E₁² - (9.48×10⁻⁷)E₁³ 函数关系,随着激光能量密度的升高,成形试样的致 密度先升高后降低,当激光能量密度为 180~230 J·m⁻¹ 时,致密度达到 99.55%以上。

2) SLM 成形 GH3536 镍基高温合金的组织存在着 明显的各向异性。垂直于构建方向的微观组织呈"棋盘 状"形貌,晶粒大多数为等轴晶(长宽比为1.83)且晶 粒得到了细化(*d*_{mean}=11.23 μm),尤其是熔池重熔区域 晶粒更加细小(5 μm 以下),而平行于构建方向为"鱼鳞 状"形貌,大多数为柱状晶(长宽比为2.83),晶粒直 径较大(*d*_{mean}=25.96 μm)。

3) SLM 成形 GH3536 镍基高温合金存在明显的择 优取向,横截面上晶粒具有较强的<100>取向。同时 垂直于构建方向和平行于构建方向均为立方织构 {100}<001>。

4) SLM 成形 GH3536 镍基高温合金凝固成形中晶 粒生长对晶粒内晶体取向演变有着显著影响。纵截面 变形晶粒内的晶体取向变化不明显, SLM 成形中纵截 面变形晶粒内的晶体取向变化比较明显, 这是由于 SLM 成形具有极高的温度梯度和极快的冷却速率 (10⁵ K/s)导致的。

参考文献 References

- Zhang D X, Wang J P, Wen Z X et al. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2016, 16(5): 2959
- [2] Zhang Laichang, Liu Yujing, Li Shujun et al. Journal of Materials Research[J], 2019, 34(8): 1405
- [3] Liu Hao(刘浩), Wang Xinmei(王心美), Liu Dashun(刘大顺) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与 工程)[J], 2014, 43(10): 2473
- [4] Zong Xuewen(宗学文), Gao Qian(高 倩), Zhou Hongzhi(周 宏志) et al. Chinese Journal of Lasers(中国激光)[J], 2019, 46(5): 0 502 003
- [5] Ren Yongming, Lin Xin, Huang Weidong. Journal of Materials Research[J], 2017, 10: 3160
- [6] Ni Mang, Chen Chao, Wang Xiaojun et al. Materials Science and Engineering A[J], 2017, 701: 344
- [7] Suryawanshi Jyoti, Prashanth K G, Ramamurty U. Materials Science and Engineering A[J], 2017, 696: 113
- [8] Li Junchao(李军超), Zang Yanyan(臧艳艳), Wang Wei(王维) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与 工程)[J], 2018, 47(2): 662
- [9] Teng Qing(滕 庆), Li Shuai(李 帅), Xu Pengju(薛鹏举) et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)[J], 2019, 29(7): 1417
- [10] Xue Jiaqi(薛珈琪), Chen Xiaohui(陈晓晖), Lei Liming(雷力明). Laser & Optoelectronics Progress(激光与光电子学进展)[J], 2019, 14: 163
- [11]Gu, D D, Meiners W, Wissenbach K et al. International Materials Review[J], 2012, 57(3): 133
- [12]Santos E C, Os akada K, Shiomi M et al. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers[J], 2004, 218(7): 711
- [13]Gusarov A V. Physical Review B[J], 2008, 77(14): 144 201
- [14]Zhu Yuntian(朱云天), Du Kaiping(杜开平), Shen Jie(沈 婕) et al. Thermal Spray Technology(热喷涂技术)[J], 2017, 9(2): 35
- [15] Xu Jiayu(许佳玉), Ding Yutian(丁雨田), Hu Yong(胡勇) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与 工程)[J], 2019, 48(11): 3728
- [16] Dacian Tomus, Yang Tian, Paul A Rometsch et al. Materials Science & Engineering[J], 2016, 667(12): 42
- [17] Liu Zhangguang, Li Peijie, Xiong Liangtong et al. Materials

Science and Engineering A[J], 2017, 680(5): 259

- [18]Lv Xudong(吕旭东), Wen Bo(温博), Du Jinhui(杜金辉). Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(5): 1386
- [19] Niels Hansen. Scripta Materialia[J], 2004, 51(10): 801
- [20]Li Shuai,Wei Qingsong, Shi Yusheng et al. Journal of Materials Science & Technology[J], 2015, 31(9): 946
- [21] Zhang Ngyun, Zhang Pudan, Liu Zhen et al. Additive

Manufacturing[J], 2018, 21: 567

- [22]Bahl S, Mishra S, Yazar et al. Additive Manufacturing[J], 2019, 28: 65
- [23]Casati R, Lemke J, Vedani M. Journal of Materials Science and Technology[J], 2016, 32(8): 738
- [24] Chen Zhen, Chen shenggui, Wei Zhengying et al. Progress in Natural Science: Materials International[J], 2018, S10020071: 17307141

Microstructure and Crystal Orientation of Nickel-based Superalloy GH3536 by Selective Laser Melting

Zong Xuewen^{1,2}, Liu Wenjie¹, Zhang Shuzhe², Chen Zhen², Yang Yumeng³

(1. School of Mechanical Engineering, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China)

(2. School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

(3. AVIC Optoelectronic Technology Co., Ltd, Luoyang 471023, China)

Abstract: High density GH3536 Ni-based superalloy block specimens were prepared by selective laser melting (SLM), and the microstructure and crystal orientation of GH3536 alloy were analyzed. The results show that with the increase of laser energy density, the density of the formed sample increases at first and then decreases. When the laser energy density is 180~230 J·m⁻¹, the density reaches above 99.55%. The structure has obvious anisotropy, the microstructure perpendicular to the construction direction presents a checkerboard morphology, and most of the grains are equiaxed (the length-diameter ratio is 1.83) and are refined (d_{mean} =11.23 µm). In particular, the grain size in the lap area of molten pool is relatively finer (less than 5 µm). Parallel to the construction direction is the fish scale morphology, most of which are columnar crystals (the length-diameter ratio is 2.83), with a larger grain diameter (d_{mean} =25.96 µm). Simultaneously, SLM processed GH3536 Ni-based superalloy has obvious preferential orientation. On the cross section, the grain has a strong <100> orientation, which is cubic texture {100}<001> when it is perpendicular to or parallel to the construction direction. In addition, grain growth in SLM solidification has a significant effect on the evolution of crystal orientation in grains, the crystal orientation in the deformed grain of the longitudinal section does not change obviously, while the crystal orientation in the deformed grain of the longitudinal section does not change obviously, while the crystal orientation in the deformed grain of the longitudinal section does not change obviously, while the crystal orientation in the deformed grain of the longitudinal section changes obviously, which is due to the extremely high temperature gradient and rapid cooling rate (10⁵ K/s) of SLM. **Key words:** selective laser melting (SLM); GH3536 nickel base superalloy; density; microstructure; crystal orientation

Corresponding author: Zong Xuewen, Ph. D., Associate Professor, School of Mechanical Engineering, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, P. R. China, E-mail: Zongw007@xust.edu.cn