

选区激光熔化制备镍基高温合金的研究进展

刘泊良¹, 马志毅¹, 赵 军¹, 史 昆¹, 徐 凯², 刘时兵¹, 刘田雨¹, 岳 野¹, 程姣姣¹

(1. 中国机械总院集团沈阳铸造研究所有限公司, 高端装备铸造技术全国重点实验室, 辽宁沈阳 110022;

2. 空军装备部驻辽阳地区军事代表室, 辽宁辽阳 111000)

摘要: 综述了镍基高温合金选区激光熔化技术 (Selective Laser Melting, SLM) 的研究进展。通过阐述IN718沉积态典型凝固组织及性能的变化规律, 发现IN718合金工艺参数不匹配引起的微观缺陷难以消除, 并在增材制造过程中存在裂纹的问题; 结合激光增材制造过程中工艺参数对沉积态组织的影响、热处理后组织的变化及其对力学性能的影响等方面的研究, 对镍基高温合金选区激光熔化技术予以展望, 为镍基高温合金选区激光熔化技术的发展提供参考。

关键词: 镍基高温合金; 选区激光熔化; 工艺参数; 热处理

镍基高温合金具有优异的高温强度、抗蠕变性能、持久性能以及耐腐蚀性, 被认为是航空、航天、武器装备等高端领域最具潜力的材料之一, 已成功应用于航空发动机、航天器关键热端部件, 如涡轮盘、叶片等零部件^[1]。但由于“铸锻焊”等传统加工工艺成形的镍基高温合金零部件有复杂度低、制备周期长、材料利用率低等缺点, 限制了镍基高温合金的使用范围^[2-4]。近年来, 基于三维数字模型的增材制造 (Additive Manufacturing, AM) 因其成型快、精度高的特点引起众多学者的高度关注。这种以粉末、丝材为原料, 在高能量热源作用下逐层添加、逐层堆积而近净成形的新兴技术^[5]与传统“等材”“减材”加工工艺相比, AM具有近净成形、材料利用率高、成形零部件复杂度高、制备周期短等特点, 现已成为镍基高温合金零部件最具潜力的应用技术之一。针对镍基高温合金, 根据热源可将增材制造技术分为激光增材制造、电子束增材制造以及等离子弧增材制造等。其中基于预置铺粉的选区激光熔化技术, 由于成形结构复杂度高、成形精度高、力学性能优异等特点, 目前是最适用于镍基高温合金构件制备的增材方法。

SLM技术源于选区激光熔化烧结 (Selective Laser Sintering, SLS) 技术, 其目的为解决SLS技术致密度差、粘结强度较低的问题。1995年, 德国Fraunhofer激光技术研究所提出了基于粉末完全熔化和凝固的冶金机制获得致密组织的方法^[6], 为SLM技术的发展奠定了基础。2000年之后, 国内外针对SLM技术的装备系统、工艺优化、新材料开发方面展开了积极探索。SLM的原理图如图1所示^[7-9], 即首先在充满惰性气

作者简介:

刘泊良 (1998-), 男, 硕士, 研究方向为高温合金增材制造。电话: 17843122506, E-mail: 515435871@qq.com

中图分类号: TG146.1
文献标识码: A
文章编号: 1001-4977 (2023) 05-0485-11

收稿日期:

2022-08-03 收到初稿,
2023-03-13 收到修订稿。

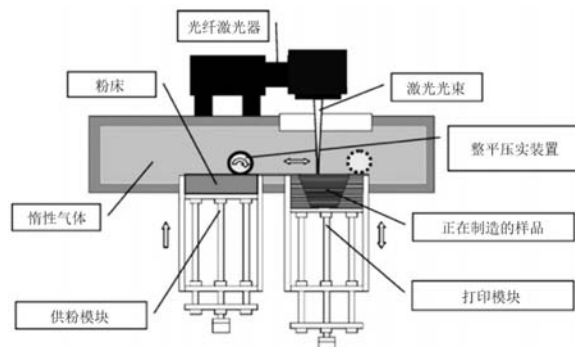


图1 选区激光熔化原理图

Fig. 1 Schematic diagram of selective laser melting

体（如氩气）的封闭腔室内通过刮板或辊筒在基板上铺一层金属粉末，高能激光束在扫描振镜的控制下按照预设路径快速扫描粉末，使其快速熔化、凝固，形成一层金属沉积层。然后，基板下降与单层沉积厚度相同的高度，再铺一层金属粉末重复上述过程，直至整个零部件成形结束^[10]。

目前，采用SLM技术制备的镍基高温合金零部件已成功应用于航空、航天等高端领域。例如，美国国家航天局（NASA）使用SLM技术制造的喷油器成功应用于火箭发动机，相比传统制造需160余个组件，该喷油器仅有2个组件，显著地提高了结构效率^[11]。MTU公司使用SLM技术生产的PurePower PW1100G-JM发动机内视镜凸台，相比铸造生产的零件，在达到要求标准的同时减轻了发动机的重量^[12]。荷兰宇航中心与特文特大学研制了一种用于空间应用的具有特殊结构的新型微型泵组件^[13]，美国SpaceX公司则采用SLM技术制备了火箭发动机上的关键部件——阀体和喷嘴，其中携带阀体的猎鹰9号火箭已经于2017年发射成功^[14]。

国内，北京航空航天大学、西北工业大学、中国科学院金属研究所、华中科技大学、沈阳航空航天大学、浙江工业大学、等科研院所，铂力特、鑫精合、上海商发等公司同样对镍基高温合金SLM技术开展了研究及零部件的制备。西北工业大学已经使用SLM技术制备出了外形规整、无缺陷的镍基高温合金复杂结构件^[15-17]。华南理工大学与北京隆源自动化成型设备有限公司及武汉楚天工业激光设备有限公司合作，在国内的选区激光烧结设备的基础上开发了一种选区激光熔化快速成形设备，目前样机已制造完毕，并已开展工艺试验^[18]。铂力特公司对成形装备技术、成形工艺、成形零件的组织及性能控制、成形过程温度场、应力场测量及模拟、成形过程的反馈控制等进行了广泛深入的研究，实现了镍基高温合金材料复杂形状零件的制造^[19]。

镍基高温合金中，IN718合金应用最为广泛，因其能够满足复杂内部流道，多孔设计方案的要求，很好的满足了航空领域的需求，广泛应用于航空发动机、压气机和叶片的生产，现阶段的应用占比镍基高温合金的50%以上^[3]。但由于缺乏对沉积态微观缺陷与裂纹形成机理的掌握，阻碍了SLM技术在镍基高温合金高性能零部件制备方面的广泛应用，本文将从典型沉积态凝固组织及性能的变化规律，特别针对IN718合金SLM成形过程中遇到的问题，对工艺参数和后处理对其微观结构与性能的影响展开介绍。

1 沉积态凝固组织及性能的变化规律

SLM镍基高温合金的典型微观结构为外延生长的

γ 柱状晶结构，如图2所示^[20]，这种典型微观组织的产生是由于在短时间内镍基合金粉末经历从熔化到凝固全过程，使得镍基高温合金材料的凝固速率处于近快速凝固范围（ $10^2 \sim 10^6$ K/s），且熔池通过基底热传导和周围大气的辐射对流进行冷却，基底的热损失往往大于对流和辐射，导致晶粒定向生长方向与冷却方向相反，从而形成了柱状晶。另外，在SLM过程中，沉积下一层沉积层时，前一层顶部的部分晶粒重新熔化并作为异质形核剂，新形成的晶粒在原有晶粒上外延生长并贯穿多个沉积层。但随着沉积高度的增大，通过基底的热传导变得越来越困难，此时周围大气的辐射和对流占有优势时，凝固机制发生了转变使得外延生长停止。这种典型的外延生长的柱状晶组织得到了广泛的证实^[8, 21]。

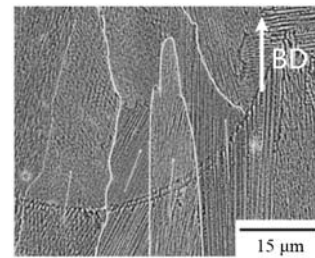


图2 沉积态IN718试样微观结构

Fig. 2 Microstructure of deposited IN718 sample

许多研究者调查了SLM镍基高温合金沉积态的晶体结构。图3^[21]显示了IN718合金在XY平面上具有宽度约为75 μm的单个激光扫描轨迹的EBSD图像^[21]；在XZ和YZ平面上可观察到各层之间的熔池边界与侧边相邻轨道之间的熔池边界，微观结构主要由直径为10~30 μm柱状晶粒组成，晶粒的长度差距比较大，从几十到几百微米不等^[22]。并且其组织与力学性能具有明显的方向性^[22]，普遍呈{001}<100>立方织构。因其柱状晶与织构并存的SLM典型组织，使其在宏观上具有显著的各向异性（表1^[22]）。晶体的各向异性具体表现在不同

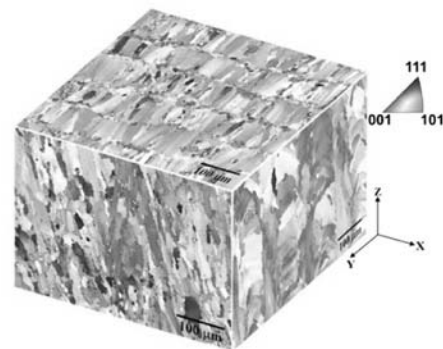


图3 沉积态IN718试样的EBSD图像

Fig. 3 EBSD image of As-Built IN718 sample

表1 SLM成形IN718在室温下、450 °C和650 °C的力学性能
Table 1 Mechanical properties of SLM formed IN718 at room temperature, 450 °C and 650 °C

温度	力学性能	水平试样	竖直试样	45 °	锻态试样
室温	UTS/MPa	1 440	1 400	1 450	1 380
	$R_{p0.2}$ /MPa	1 186	1 180	1 190	1 192
	ε_f /%	18.5	20.4	16.9	19.1
450 °C	UTS/MPa	1 216	1 160	1 255	1 177
	$R_{p0.2}$ /MPa	1 033	1 026	1 080	1 055
	ε_f /%	12.4	15.9	12.8	17.0
650 °C	UTS/MPa	1 011	992	1 074	1 061
	$R_{p0.2}$ /MPa	870	860	855	955
	ε_f /%	3.6	14.2	5.8	13.9

方向上的弹性模量、硬度、屈服强度等的差异。经研究证实，通过后处理可以减弱或消除各向异性^[23]，也可以通过调控工艺参数实现对晶粒尺寸和晶体取向的控制，控制各向异性可以获得结构的方向性从而得到某些特定的性能。

与微观结构相关的另一个难点是微观结构中快速凝固产生的亚稳析出相。IN718的凝固过程中，液相中首先析出一次碳化物MC，随后发生 $L \rightarrow \gamma + \text{Laves}$ 共晶反应，生成大量的 γ/Laves 共晶。在制造过程中，复杂的热循环会对已沉积层反复加热，造成共晶产物进一步发生固态相变，析出碳化物以及 δ 相等。大多数镍基高温合金增材制造成形件的结构会表现出一定程度的枝晶间偏析，或显现出其他凝固诱导相（如Laves相）^[24]。SLM技术冷却速度快，使得镍基高温合金凝固析出 γ 相的过程中，溶质元素不断进入枝晶间的液相中，出现成分过冷与枝晶偏析现象，故枝晶间会产生许多低熔点共晶相。这种偏析会促进显微缺陷的产生，进而影响合金的力学性能^[25]。E. Chlebus等人在分析SLM制造IN718试样微观相分布时发现，熔池凝固过程中Nb和Mo会发生微观偏聚，一部分形成脆性金属间化合物 δ -Ni₃Nb相和Laves相，另一部分离散在枝晶间如图4^[26]。这种微观偏析常发生在多熔道的重熔区域或凝固层的层间重叠区域，在一定程度上造成金属零件的残余应力，影响金属零件的使用。为了消除或改善SLM制造后零件微观方面产生的非平衡相、Laves相等偏析，选用合适的后处理工艺可以在一定程度上改善零件的组织性能。

通过分析IN718合金的典型微观组织，可以看出，SLM技术成型IN718合金的难点是，由于SLM过程中零部件长期经历高能激光束的周期性、剧烈、非稳态、循环快速加热和冷却，导致零部件内部应力水平较高；另外，在应用选区激光熔化技术中存在激光熔化的工艺参数不匹配，影响沉积态内部冶金缺陷，会

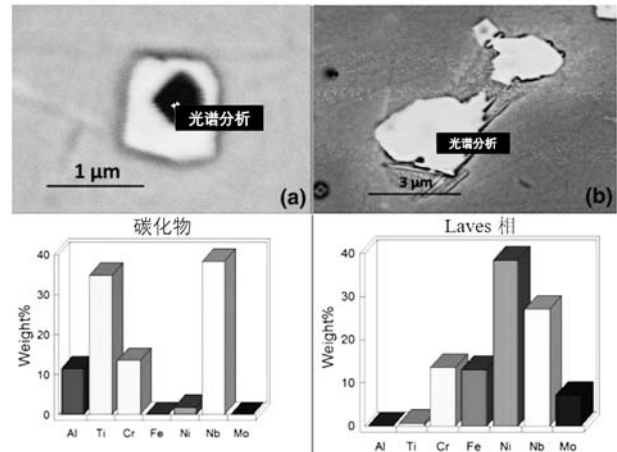


图4 IN718试样EDS图像及成分组成

Fig. 4 EDS image and composition of IN718 sample

严重影响零部件宏观质量和微观组织结构，包括局部未熔合、气隙、卷入性和析出性气孔、内部特殊裂纹等，显著地降低了零部件的服役安全。此外，因该合金中有复杂的化学成分、易析出低熔点相，具有很大的热裂纹倾向，SLM制备的镍基高温合金零部件的微观组织表现出高裂纹敏感性，增材制造过程中易出现结晶裂纹和液化裂纹。另外，液态金属凝固时，该合金中易产生Nb元素偏析，析出低熔点Laves共晶相，Laves相含量越高熔覆层的性能越弱，给零部件内部微观组织一致性和力学性能稳定性控制带来了较大的困难。因此，在选区激光熔化镍基高温合金的过程中选取合适的工艺参数，并对应相应的热处理工艺在制备高质量镍基高温合金零件中尤为关键。

2 激光增材制造过程中工艺参数与粉末参数对增材结果的影响

SLM技术的工艺参数通过影响熔池状态及凝固过程从而影响镍基高温合金的微观组织并进一步对成型质量产生影响。实际应用中，使用优化的工艺参数可以减少如微裂纹、孔隙等缺陷的产生^[27-29]。本节将分别从粉末原料、激光参数和保护气体三个方面概述其对镍基高温合金微观结构的影响。

粉末质量在很大程度上决定着SLM成形件质量，主要制备方法有旋转电极法、雾化法和气雾化法，不同方法所得粉末表现出不同的形貌、球形度、粒度分布、粉末流动性、表面粗糙度^[30]。研究发现，化学成分对微观结构的影响最大，一方面是因为某些元素的含量较高会导致有害元素的沉淀，并抑制固溶处理期间的再结晶，进而影响力学性能，尤其是疲劳性能^[31]。另一方面，某些少量合金元素的添加会影响SLM试样中的裂纹形成机制。D. Tomus通过SLM成型

HAYNES-X合金表明,降低合金成分中硅和碳的含量有助于抑制裂纹的形成^[32]。Y.Hu等人在研究中发现,随着IN738LC粉末中Zr含量从0.024 wt.%增加到0.12 wt.%,裂纹密度(面积比)在XY平面从0.15%增加到0.87%,在XZ平面从0.21%增加到1.81%,如图5所示^[33]。

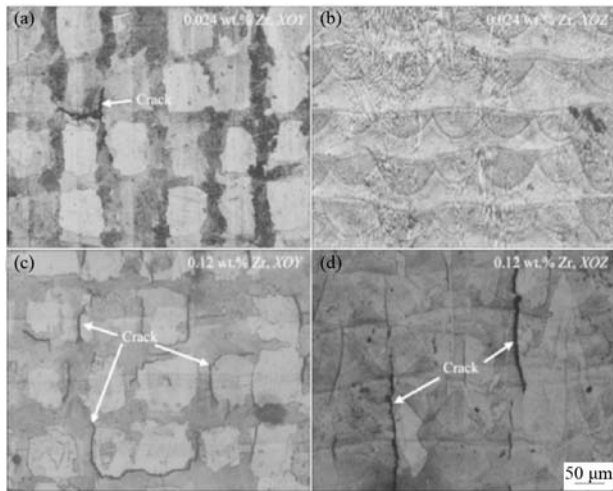


图5 IN738LC样品中Zr含量增加对沉积态裂纹的影响

Fig. 5 Effect of increasing Zr content in IN738LC sample on deposited cracks

此外,粉末的雾化方法对粉末的成型质量也有重要影响。R.Engeli研究比较了不同的粉末雾化方法,发现使用水雾化粉末制造的SLM零件比气体雾化粉末的样品孔隙率更高,其原因为水雾化粉末的形态更不规则,使成型质量下降^[34]。研究发现,就粒度而言,小于10 μm的粉末颗粒会导致严重的团聚现象,粉末无法在粉床上均匀分布,进而阻碍SLM过程^[35]。因此,粉末质量会影响沉积态的微观结构和力学性能,为了生产优质的零件,了解并控制粉末质量对于SLM沉积态质量至关重要。

激光工艺参数,如激光功率、扫描速度、扫描间距和扫描策略是在成型过程中影响SLM微观结构及力学性能的主要因素。蛇形扫描、条带分区、棋盘分割(也称为“岛型”)和整体填充等扫描策略是目前SLM中使用的一些主要扫描策略,如图6所示^[39]。为了获得更优异的结构特征,如晶粒形态、致密度、缺陷、裂纹和表面质量,还开发了包括多激光扫描^[36]余热系数^[37]和单元策略^[38]等不同策略。K.Peng使用SLM成型Rene104高温合金的试样,对比了三种不同策略(弯曲、条纹、棋盘)对构件质量的影响,发现扫描策略的不同对裂纹和相对密度有显著影响,并且具有多分区的扫描策略会增加层内重叠区域的裂纹密度^[39],

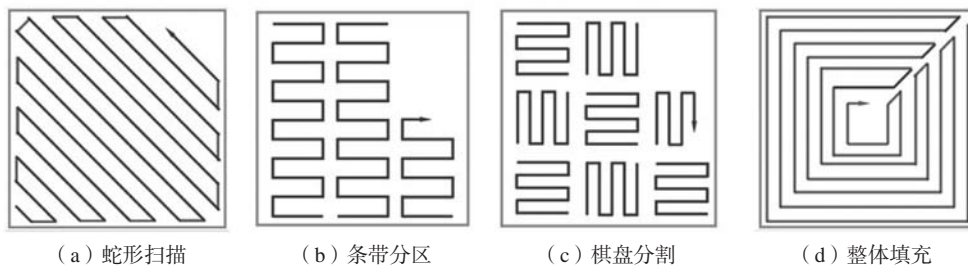


图6 SLM扫描策略

Fig. 6 SLM scanning strategy

另一方面,扫描策略的变化诱导的微观结构差异可能引起残余应力上升^[40],并且发现均匀的扫描策略可使残余应力更小^[41]。

AM中的能量输入可以通过体能量密度VED来量化^[42],体能量密度定义为激光功率 P (W)、扫描速度 V (mm/s)、层厚度 d (μm)和扫描间距 H (μm)的函数^[43]。控制激光合适的能量密度对微观结构、孔隙率、裂纹和力学性能有着极大的影响^[44]。

$$VED = \frac{P}{V \times H \times d}$$

激光能量密度是影响裂纹和孔隙率的主要参数。使用SLM制造SRR99合金试样,增加激光体积能量密度导致合金中裂纹的数量和尺寸增加^[45]。G.Marchese等人^[46]还证实,在HAYNES-X的SLM期间,快速的热循环引起残余应力上升,形成热裂纹。零件的致密度

受激光参数的影响,并且激光搭接率不足可能会损坏材料表面质量^[47]。王文权的研究^[48]表明,激光能量输入上升提高了Ni-Cr-B-Si的致密度和表面质量,其原因为高能量输入有利于促进晶粒细化和沉淀相析出。B.Attard等人通过改变工艺参数产生了可控的梯度微观结构^[49]。T.D.McClouth发现焦距的变化也直接影响晶粒形态,随着光斑变小,激光能量密度升高,在焦平面打印会生成更加细密的晶粒,如图7^[50]所示。图8比较了IN718在不同激光功率下(250 W和950 W)沉积态的差异^[51]。通过电子显微镜(SEM)可明确观察到熔池的形状和大小,较低的功率会产生较小的熔池,增加了下层的凝固速率,导致晶粒更加细密。对于LN738LC试样,使用更高的激光功率会增加熔池的深度,使熔池产生的周期性坍塌,导致熔池不稳定降低试样致密度^[39]。因此,设置合理的工艺参数可以控制

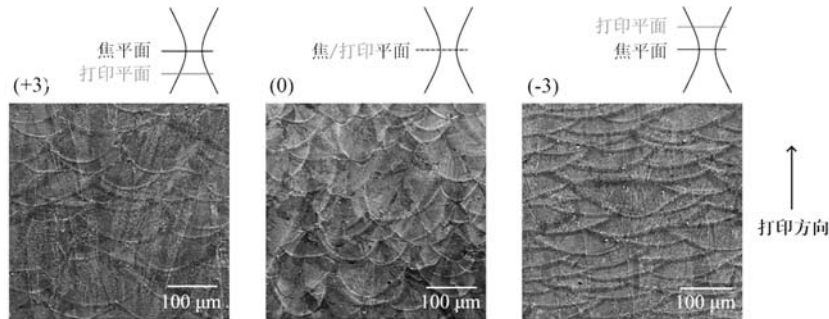
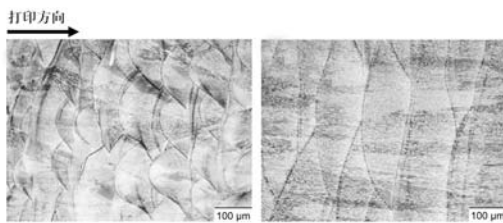


图7 焦平面变化对熔池结构的影响

Fig. 7 Effect of focal plane change on molten pool structure



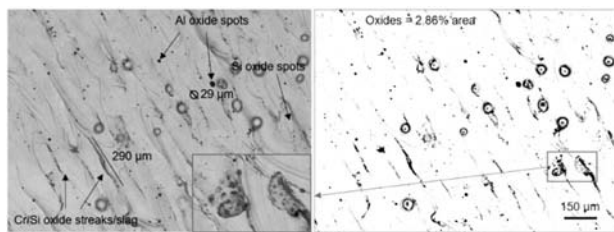
(a) 250 W熔池形貌 (b) 950 W熔池形貌

图8 激光功率变化对熔池的影响

Fig. 8 Effect of laser power change on molten pool

沉积态的微观结构，减少裂纹孔隙等缺陷，并影响零件的性能。

合理控制SLM腔体的内部构建参数同样可以提升构件成型质量。为避免零件和粉末氧化，SLM常在真空或惰性气体（例如氩或氮）保护下运行。S.Traore等人研究了氩气与氮气气氛在不同浓度时对镍基高温合金SLM成型的影响^[52]。图9显示，即使在大于99.8%的氩气气氛中，氧化仍有可能发生，导致内置零件中存在氧化物夹杂和氧化物飞溅颗粒^[53]。高气压和复合激光反射的构建环境是大部分构建质量问题的来源，例如熔体表面上的蒸汽反冲力，可以引起熔池内液滴飞溅，造成表面质量下降^[54]。



(a) 低倍 (b) 高倍

图9 试样中氧化物飞溅和夹杂

Fig. 9 Oxide splashes and inclusions in the sample

另外，跨尺度的模拟仿真技术可以用于优化SLM的工艺参数，解决增材制造过程中的成形质量问题，现阶段已广泛应用于SLM成形技术的工艺优化中。

LParry^[54]等人使用热力学模型对SLM工艺的残余应力进行了模拟分析，并发现了产生残余应力的梯度机制。成雅徽等人建立了IN718合金选择性激光熔化成形过程的模型，对SLM成形过程中的影响因素以及容易产生的缺陷进行了分析^[55]。南京航空航天大学戴东华^[56]等，采用FLUENT建立了W-Cu混合粉末SLM过程的三维瞬态定点和移动热源下的熔化-凝固数学模型，研究了不同激光功率和扫描速度下的熔池表面的温度场及熔池中W颗粒周围熔体的流场和受力情况。

综上所述，在SLM成形过程中，粉末质量、激光参数、腔体内部构建参数等工艺参数共同影响SLM沉积态的构建质量，设置合理的工艺参数可以减小或去除微观缺陷、控制残余应力、减少枝晶偏析，使零件的力学性能得到提高。

3 热处理后组织的变化及其对力学性能的影响

通过热处理（HT）可以改变材料微观结构，控制合金的各向异性并减少制造过程中产生的缺陷，使材料获得更高的力学性能。热等静压（Hot Isostatic Pressing, HIP）工艺，可用以消除熔池边界，形成等轴晶，弥合孔隙^[57]；固溶处理（Solution Treatment, ST）能溶解有害相^[58-59]，减少样品中的残余应力^[60]，提高力学性能^[59]；时效处理（Ageing），有利于强化相的析出^[61]。一般情况下，可结合两种或两种以上的处理方法对材料微观组织进行改善。

热等静压处理是以气体或液体作为压力介质，使材料在加热过程中经受各向均衡的压力，借助高温高压，促进材料致密化和元素扩散。HIP会使合金再结晶、晶粒粗化，从高度织构的柱状晶粒转变为随机取向的等轴晶粒^[62-63]。与固溶+时效（STA）后的试样相比，其硬度有所提升^[64]，强度变化不明显。经过HIP处理后，熔池边界消失，微观组织中枝状晶发生溶解^[65]。对比IN718沉积态试样STA和HIP+STA处理后的微观结

构^[23], STA试样的平均晶粒尺寸为 $15.5 \mu\text{m} \pm 2.0 \mu\text{m}$, 比HIP+STA试样的晶粒小30%。Q.Han等人的研究结果表明^[64], 枝晶尖端和根部之间的枝晶间液体压力差会导致枝晶根部的熔融态液体供给不足, 从而促进空洞的产生, 使零件产生热裂纹行为, 见图10所示。另一项研究发现, 如图11所示, HAYNES-X试样通过HIP“闭合”了内部裂纹, 降低了孔隙率, 形成致密结构^[65]。D.Zhang等人观察到, SLM制备的IN718在热等静压过程中, 晶粒将继续再结晶, 而通过吸铸获得的试样显示异常晶粒生长, 这表明通过热等静压处理后比传统制造合金具有更好的力学性能^[66]。

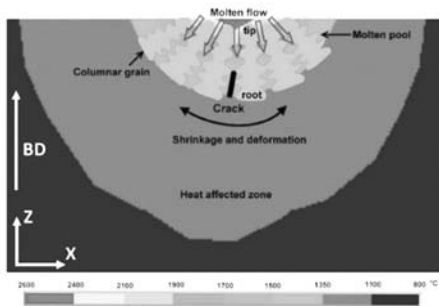


图10 熔池内裂纹产生原理图

Fig. 10 Schematic diagram of crack generation in molten pool

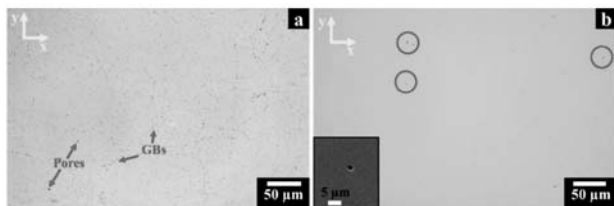


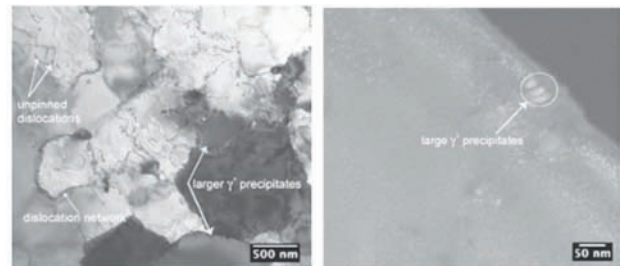
图11 HAYNES-X热等静压前后微观结构变化

Fig. 11 Microstructure changes of HAYNES-X before and after hot isostatic pressing

固溶处理是将合金加热到合理的温度范围之内, 促进溶质原子充分溶解于固溶体之中, 进而使得固溶体产生畸变, 增大位错运动阻力, 使得合金得到强化。事实上, 微观缺陷、微观偏析的形成是SLM缺陷产生的主要原因^[48], 其中含有使晶粒脆化的第二相, 如Laves相, 使合金力学性能降低^[70]。因此, 需要使用均匀化处理用于增加晶粒尺寸^[71], 获得等轴晶的微观结构, 溶解有害相^[72]。Holland等人在LN718样本中研究了沉积态在HT中的晶界网络的演化^[73], 观察到沉积态试样中以非特异性晶界为主, 而固溶处理后, 特异性晶界的数量从9%显著增加到60%左右。X.Y.Fang在研究SLM成形IN625发现^[74], 在一定的退火温度(1150 °C)以上, 特异性晶界显著发育。

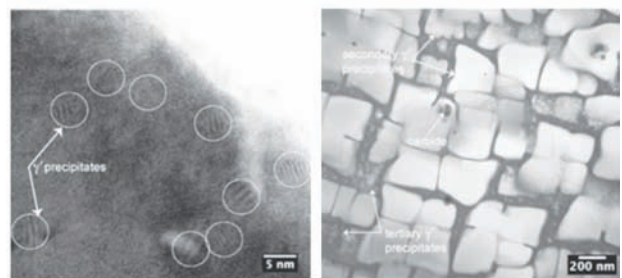
此外, V.D.Divya等人研究了高温对SLM制备的CM237LC试样中位错和强化粒子的影响^[71]。在HT之

前, 可以观察到两种不同类型的 γ' 相: 一种尺寸约为5 nm, 如图12a, 另一种较大, 尺寸约为50 nm如图12b。固溶处理后如图12c、d, 一次 γ' 相的尺寸超过500 nm, 而二次 γ' 相的尺寸约为200~400 nm, 呈现立方形态。细小的三次 γ' 相分布在二次 γ' 相间的区域。实验表明, 通过适当的高温处理, SLM经过固溶处理可获得类似铸态镍基高温合金的微观结构, 就像高强度合金VZnL21经过高温处理^[74]和HAYNES-X经过固溶退火^[71]的情况一样。另外, 塑性开裂和应变时效开裂机制的组合被确定为热处理是SLM成型CM247LC合金开裂的主要原因^[75]。W.M.Tucho等人证明, 成型过程中快速的热循环会在组件中产生残余应力, 如图13b^[76]所示, 从而产生塑性变形和位错网络, 如图13a, 可以使用固溶处理降低合金的残余应力。



(a) 沉积态

(b) 沉积态

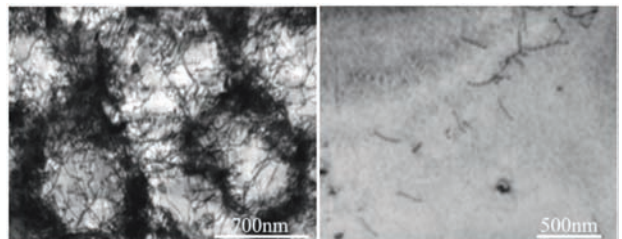


(c) 热处理后

(d) 热处理后

图12 SLM成形CM247LC试样中的位错和 γ' 相

Fig. 12 Dislocation and deformation in CM247LC sample formed by SLM γ' Phase



(a) 沉积态

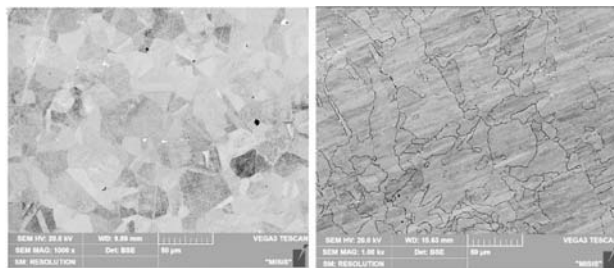
(b) 固溶处理后

图13 TEM图像显示IN718试样中位错

Fig. 13 TEM image shows dislocation in IN718 sample

时效处理是使过饱和固溶体中的合金元素弥散析出在合金基体中, 从而形成部分体积较小的溶质原子

富集区,进而形成沉淀相,此沉淀相能有效阻止位错和晶界的运动,改善组织,对合金起到强化作用^[77]。然而,单一的时效处理对组织的改善并不理想,目前应用较为广泛的是固溶+时效处理方法,形成沉淀强化,如 δ 相、 γ' 相和 γ'' 相^[78],并减少缺陷,以改善力学性能。图14a和b比较了SLM成型IN718试样沉积态与铸态经历固溶+时效的微观结构,在晶界处清晰可见“白色”沉淀相^[79]。通过EDS表征得出,其富含Mo、Nb、W和Si元素,化学计量比为 $(\text{MoNbW})_5\text{Si}_3$ 。两个试样中的沉淀大小相似。Seren Ozer等人^[80]研究得到,IN718时效后,所制备样品中的原有微观结构消失,并转变为柱状晶粒和等轴晶粒的混合物。时效后析出纳米尺寸的 γ'' 相和 γ' 沉淀相;随着时效时间从5 h增加到18 h,强化相的尺寸也随之增加从20 nm增加到50 nm。



(a) 沉积态+HT (b) 铸态+HT

图14 IN718试样
Fig. 14 IN718 sample

另外,样品的长期时效(超过16 h)导致沿晶界在晶粒内部形成 δ 相,结果表明时效时长8 h硬度和拉伸性能最佳。Y.Kuo等人^[78]评估了不同HT对IN718试样中 δ 相的影响,在沉积态试样中,发现 δ 相平行于构建方向分布,由于构建过程中的坩偏析, δ 相在枝晶间区域偏析。经过固溶+时效(STA)的试样具有比未经固溶处理的等效物更粗的 δ 相。这种差异可能与第一次热处理期间 γ' 相的溶解和随后形成的针状 δ 相有关。然而,这些细长颗粒是不可取的,因为它们会降低材料的力学性能,导致“ δ 相”脆化。M.R, Stoudt等人^[81]得出了SLM中 δ 相的时间-温度(Time-Temperature, TT)转换图,相比IN625锻造试样,沉积态试样中 δ 相的形成比传统锻造过程快得多。此外,HT后残余应力得以消除。IN625合金通常使用870 °C保温1 h的热处理工艺(图15中的红点)促进 δ 相的形成。F.Zhang等人还证明,在800 °C下进行同样的高温处理可以使 δ 相的形核和生长^[82]。另一项研究还设计了两步时效处理,这有助于在晶界析出 δ 相^[83]。

对于传统制造的材料,存在不同的HT标准,然而,目前尚未定义SLM特定的HT标准。现阶段规定部

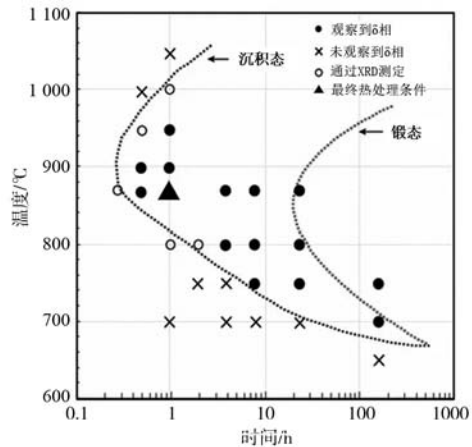


图15 Inconel 625合金中 δ 相形成的时间-温度转换图,三角表示推荐的应力消除热处理条件

Fig. 15 Inconel 625 alloy δ time temperature transition diagram of phase formation, the red dot indicates the recommended stress relief heat treatment conditions

件一般按照AMS2774《锻造镍合金和钴合金零件热处理标准》^[84]进行固溶处理和时效。该标准给出了镍基高温合金不同几何形状可能使用的热处理范围。但应注意的是,这些HT都不是AM专用的,这也突出了针对SLM开发HT特定标准的必要性。

4 结语

与传统的制造工艺相比,SLM具有独特的优势,但对于镍基高温合金来说,微观结构缺陷的形成是限制SLM技术应用于镍基高温合金制备的最大难点。与钛或铁基合金相比,镍基高温合金其性能对沉淀、相、织构和晶粒尺寸具有高度敏感性,SLM成型组件难度尤为凸显。就未来镍基高温合金SLM研究提出以下建议。

(1) 残余应力需要降低。从文献中,专家们研究了SLM工艺参数(如功率密度、扫描策略和构建方向)对试样最终力学性能的影响。然而,几乎没有研究沉积态零件和后处理后的零件的残余应力的差异。因此,需要有相应后处理策略,包括热处理技术(恢复微观结构和内置缺陷)和表面处理技术,以解决应力集中问题。

(2) 微观结构的各向异性需加以控制。SLM快速的热循环,显微组织表现出不均匀性,有期望通过调整工艺或材料获得强织构的材料,SLM技术在这一方面具有巨大潜力。

(3) 孔隙及微裂纹问题仍需解决。工艺参数不匹配会引起微观组织存在孔隙与微裂纹问题,针对沉积态微观缺陷许多科研专家也提出了不同的控制方法,降低熔池的冷却速度或增加基板的预热温度或可减少

微观缺陷的发生。现阶段,对微观缺陷的控制仍有待研究,对微观缺陷的处理方法仍有待探索。

(4) 针对SLM的材料的标准有待制定。大多数传

统测试标准都是针对整体材料设计的,因此,这些测试标准可能无法反映SLM材料中的局部差异。

参考文献:

- [1] EZUGWUEO, WANGZM, MACHADOAR. The machinability of nickel-based alloys: a review [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 1998, 86 (1): 1-16.
- [2] BERNSTEIN J A, BRAVATO A, EALY B, et al. Fabrication and analysis of porous superalloys for turbine components using laser additive manufacturing [C]// *Aiaa/ASME/SAE/ASEE Joint Propulsion Conference*. 2013.
- [3] CHOUDHURY I A, EL-BARADIE M A. Machinability of nickel-base super alloys: a general review [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 1998, 77 (1-3): 278-284.
- [4] LEU N, GUO N. Additive manufacturing: technology, applications and research needs [J]. *Front Mech Eng*, 2013, 8 (3): 215-243.
- [5] HUANGSH, LIUP, MOKASDARA, et al. Additive manufacturing and its societal impact: a literature review [J]. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2013, 67 (5-8): 1191-1203.
- [6] 杨强, 鲁中良, 黄福享, 等. 激光增材制造技术的研究现状及发展趋势 [J]. *航空制造技术*, 2016 (12): 26-31.
- [7] LIU C M, GAO H B, LI L Y, et al. A review on metal additive manufacturing: modeling and application of numerical simulation for heat and mass transfer and microstructure evolution [J]. *China Foundry*, 2021, 18 (4): 317-334.
- [8] BOURELL D L, MARCUS H L, BARLOW J W, et al. Multiple material systems for selective beam sintering: US, US5296062 A [P]. 1995.
- [9] LEVY G N, SCHINDEL R, KRUTH J P. Rapid manufacturing and rapid tooling with layer manufacturing (lm) technologies, state of the art and future perspectives [J]. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 2003, 52 (2): 589-609.
- [10] WANG X J, ZHANG L C, FANG M H, et al. The effect of atmosphere on the structure and properties of a selective laser melted Al-12Si alloy [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2014, 597 (12): 370-375.
- [11] BALBRIGHT, NASA tests more printed rocket engine parts [EB/OL]. [2014-11-18]. <http://www.rapidreadytech.com/2014/11/nasa-tests-more-printed-rocket-engineparts/2014>.
- [12] NEWMANJ, MTU aero engines parts built using selective laser melting [EB/OL]. [2014-03-14]. <http://www.rapidreadytech.com/2014/03/mtu-aero-engines-parts-built-using-selective-laser-melting/>.
- [13] WITS W W, WEITKAMP S J, ES J V. Metal additive manufacturing of a high-pressure micro-pump [J]. *Procedia CIRP*, 2013, 7: 252-257.
- [14] RAE Botsford end. Space xs super draco engine: Abort capability all the way to orbit [EB/OL]. (2015-05-07) [2017-10-30]. <http://www.Spaceflightinsider.com/organizations/spaceexploration-technologies/spacexs-superdraco-engine/#pQkTSuUXZlmAvJHe.99>.
- [15] WEN S F, LI S, WEI Q S, et al. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts [J]. *J. Mater. Process. Technol.*, 2014, 214 (11): 2660-2667.
- [16] 刘睿诚, 杨永强, 王迪. 选区激光熔化成型金属零件上表面粗糙度的研究 [J]. *激光技术*, 2013, 37 (4): 425-430.
- [17] 黄卫东, 李延民, 冯莉萍, 等. 金属材料激光立体成形技术 [J]. *材料工程*, 2002 (3): 40-43.
- [18] 杨永强, 吴伟辉, 来克娴, 等. 金属零件选区激光熔化直接快速成形工艺及最新进展 [J]. *航空制造技术*, 2006 (2): 73-76.
- [19] 赵志国, 柏林, 李黎, 等. 激光选区熔化成形技术的发展现状及研究进展 [J]. *航空制造技术*, 2014 (19): 46-49.
- [20] KUO Y L, HORIKAWA S, KAKEHI K. The effect of interdendritic δ phase on the mechanical properties of Alloy 718 built up by additive manufacturing [J]. *Materials & Design*, 2017, 116 (2): 411-418.
- [21] TAO Pan, LI Huai-xu, HUANG Bai-ying, et al. The crystal growth, intercellular spacing and microsegregation of selective laser melted Inconel 718 superalloy [J]. *Vacuum: Technology Applications & Ion Physics: The International Journal & Abstracting Service for Vacuum Science & Technology*, 2019: 159382-159390.
- [22] SANCHEZ S, SMITH P, XU Z, et al. Powder bed fusion of nickel-based superalloys: a review [J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2021 (5): 103729-103806.
- [23] JIANG R, MOSTAFAEI A, PAUZA J, et al. Varied heat treatments and properties of laser powder bed printed Inconel 718 [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2019, 755 (7): 170-180.
- [24] LAKSHMI L. PARIMI, RAVI G A, Daniel Clark, et al. Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718 [J]. *Materials Characterization*, 2014, 89: 89102-89111.
- [25] CALANDRIM, YIN S, ALDWELL B, et al. Texture and microstructural features at different length scales in inconel 718 produced by selective laser melting [J]. *Materials*, 2019, 12 (8): 1293-1325.

- [26] CHLEBUSE, GRUBERK, KUZNICKA B Kuźnicka B, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of inconel 718 processed by selective laser melting [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, 639: 647–655.
- [27] NATALIYAP. Optimisation of selective laser melting parameters for the Ni based superalloy IN-738 LC using doehlert' sdesign [J]. *Rapid Prototyp*, 2017, 23 (5) : 881–892.
- [28] GRIFFITHS S, TABASI H G, IVAS T, et al. Combining alloy and process modification for micro-crack mitigation in an additively manufactured Ni-base superalloy [J]. *Additive Manufacturing*, 2020, 36: 101443–101458.
- [29] NIKOLA, KALENTICS, NAVID, et al. Healing cracks in selective laser melting by 3D laser shock peening –science direct [J]. *Additive Manufacturing*, 2019, 30: 100881–100891.
- [30] VILANOVAM, RUBÉN Escribano-garcía, GURAYA T, et al. Optimizing laser powder bed fusion parameters for IN-738LC by response surface method [J]. *Multidisciplinary Digital Publishing Institute*, 2020, 13 (21) : 4879–4891.
- [31] SUDBRACK C K, LERCH B A, SMITH T M, et al. Impact of powder variability on the microstructure and mechanical behavior of selective laser melted alloy 718[C]//9th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives - Energy, Aerospace, and Industrial Applications, 2018.
- [32] DACIAN, TOMUS, PAUL, et al. Effect of minor alloying elements on crack-formation characteristics of Hastelloy-X manufactured by selective lasermelting [J]. *Additive Manufacturing*, 2017, 16: 65–72.
- [33] YONG H U, YANG X K, KANG W J, et al. Effect of Zr content on crack formation and mechanical properties of IN738LC processed by selective laser melting [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2021, 31 (5) : 1350–1362.
- [34] ENGELIR, ETTER T, H ?VEL S, et al. Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2016, 229: 484–491.
- [35] PLEASSC, JOTHI S. Influence of powder characteristics and Additive manufacturing process parameters on the microstructure and mechanical behaviour of inconel 625 fabricated by selective laser melting [J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 24: 419–431.
- [36] WONG H, DAWSON K, RAVI G A, et al. Multi-laser powder bed fusion benchmarking—initial trials with inconel 625 [J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, 105 (7) : 2891–2906.
- [37] YEUNG H, LANE B. A residual heat compensation based scan strategy for powder bed fusion additive manufacturing [J]. *Manufacturing Letters*, 2020, 25: 56–59.
- [38] SEBASTIAN R, CATCHPOLE-Smith S, SIMONELLI M, et al. 'Unit cell' type scan strategies for powder bed fusion: the hilbert fractal [J]. *Additive Manufacturing*, 2020, 36: 101588–101603.
- [39] PENG K, DUAN R, LIU Z, et al. Cracking behavior of ren' 104 nickel-based superalloy prepared by selective laser melting using different scanning strategies [J]. *Materials*, 2020, 13 (9) : 2149–2132.
- [40] SERRANO-Munoz I, MISHUROVA T, THIEDE T, et al. The residual stress in as-built Laser Powder Bed Fusion IN718 alloy as a consequence of the scanning strategy induced microstructure [J]. *Scientific Reports*, 2020, 10 (1) : 14645–14660.
- [41] RAJENDRAN V R K, MAMIDI K, RAVICHANDER B B, et al. Determination of residual stress for Inconel 718 samples fabricated through different scanning strategies in selective laser melting [C]//Behavior and Mechanics of Multifunctional Materials IX, 2020.
- [42] LIU Z Y, LI C, FANG X Y, et al. Energy consumption in additive manufacturing of metal parts [J]. *Procedia Manufacturing*, 2018, 26: 834–845.
- [43] PAGGIRA, BEAVE, SALMORIAGV, et al. Statistical evaluation of energy density to obtain polyamide parts manufactured by selective laser sintering [C]//19th international congress of mechanical engineering, 2007.
- [44] SYLA, HQL A, CXQ B, ET AL. The effect of energy density on texture and mechanical anisotropy in selective laser melted Inconel 718 [J]. *Materials & Design*, 2020, 191: 108642–108654.
- [45] GRANGED, BARTOUTJD, MACQUAIREB, et al. Processing a non-weldable nickel-base superalloy by selective laser melting: role of the shape and size of the melt pools on solidification cracking [J]. *Materialia*, 2020, 12: 1–9.
- [46] MARCHESE G, BASILE G, BASSINI E, et al. Study of the microstructure and cracking mechanisms of hastelloy X produced by laser powder bed fusion [J]. *Materials*, 2018, 11 (1) : 106–118.
- [47] GUO C, LI S, SHI S, et al. Effect of processing parameters on surface roughness, porosity and cracking of as-built IN738LC parts fabricated by laser powder bed fusion [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2020, 285: 116788–116805.
- [48] 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) : 77–82.
- [49] ATTARD B, CRUCHLEY S, BEETZ C, et al. Microstructural control during laser powder fusion to create graded microstructure Ni-superalloy components [J]. *Additive Manufacturing*, 2020, 36: 101432–101446.
- [50] MCLOUTH T D, BEAN G E, WITKIN D B, et al. The effect of laser focus shift on microstructural variation of Inconel 718 produced by selective laser melting [J]. *Materials & Design*, 2018, 149 (7) : 205–213.
- [51] POPOVICHVA, BORISOV EV, POPOVICH AA, et al. Impact of heat treatment on mechanical behaviour of Inconel 718 processed with tailored microstructure by selective laser melting [J]. *Materials & design*. 2017, 131 (10) : 12–22.

- [52] STA B, MS A, IK A, et al. Influence of gas atmosphere (Ar or He) on the laser powder bed fusion of a Ni-based alloy [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2020, 288: 116851–116868.
- [53] GASPER A, HICKMAN D, CLARE A T, et al. Oxide and spatter powder formation during laser powder bed fusion of Hastelloy X [J]. *Powder Technology*, 2019, 354: 333–337.
- [54] PARRY L, ASHCROFT I A, WILDMAN R D. Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation [J]. *Additive Manufacturing*, 2016, 12: 1–15.
- [55] 成雅徽. GH4169合金粉末选区激光熔化成形数值模拟及试验研究[D].太原: 中北大学, 2016.
- [56] 戴冬华, 顾冬冬, 李雅莉, 等. 选区激光熔化W-Cu复合体系熔池熔体运动行为的数值模拟 [J]. *中国激光*, 2013, 40 (11): 82–90.
- [57] GRUBERH, HENRIKSSON M, HRYHA E, et al. Effect of powder recycling in electron beam melting on the surface chemistry of alloy 718 powder [J]. *Metallurgical and Materials Transactions, A. Physical Metallurgy and Materials Science*, 2019, 50A (9): 4410–4422.
- [58] CHLEBUSE, GRUBER K, KUZNICKA B, et al. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2015, 639 (7): 647–655.
- [59] HUANG W, YANG J, YANG H, et al. Heat treatment of Inconel 718 produced by selective laser melting: microstructure and mechanical properties [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2019, 750 (3): 98–107.
- [60] SGK M, SIVAKUMAR D, PRASAD R K, et al. Effect of weld cooling rate on Laves phase formation in Inconel 718 fusion zone [J]. *Journal of Materials Processing Tech*, 2014, 214 (2): 358–364.
- [61] PARIZIAS, MARCHESE G, RASHIDI M, et al. Effect of heat treatment on microstructure and oxidation properties of Inconel 625 processed by LPBF [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 846: 156418–156434.
- [62] YOOY, BOOK T A, MD SANGID, et al. Identifying strain localization and dislocation processes in fatigued Inconel 718 manufactured from selective laser melting [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2018, 724 (5): 444–451.
- [63] AHMAD M, IGNACIO P R, VLADIMIR B, et al. Structure, texture and phases in 3D printed IN718 alloy subjected to homogenization and HIP treatments [J]. *Metals*, 2017, 7 (8): 196–219.
- [64] ZHAO Y, LI K, GARGANI M, et al. A comparative analysis of inconel 718 made by additive manufacturing and suction casting: microstructure evolution in homogenization [J]. *Additive Manufacturing*, 2020, 36: 101404–101417.
- [65] BALACHANDRAMURTHI A R, MOVERARE J, DIXIT N, et al. Microstructural influence on fatigue crack propagation during high cycle fatigue testing of additively manufactured Alloy 718 [J]. *Materials Characterization*, 2019, 149: 82–94.
- [66] HAN Q, MERTENS R, MONTERO-SISTIAGA M L, et al. Laser powder bed fusion of Hastelloy X: effects of hot isostatic pressing and the hot cracking mechanism [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2018, 732 (8): 228–239.
- [67] MARCHESE G, BASSINI E, AVERSA A, et al. Microstructural evolution of post-processed hastelloy X alloy fabricated by laser powder bed fusion [J]. *Materials*, 2019, 12 (3): 486–499.
- [68] ZHANG D, WEN N, CAO X, et al. Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melting manufactured Inconel 718 superalloy [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2015, 644: 32–40.
- [69] XU Z, HYDE C J, TUCK C, et al. Creep behaviour of inconel 718 processed by laser powder bed fusion [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2018, 256: 13–24.
- [70] HOLLAND S, WANG X, FANG X Y, et al. Grain Boundary Network Evolution in Inconel 718 from Selective Laser Melting to Heat Treatment [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2018, 725 (5): 406–418.
- [71] FANG X Y, LI H Q, WANG M, et al. Characterization of texture and grain boundary character distributions of selective laser melted Inconel 625 alloy [J]. *Materials Characterization*, 2018, 143: 182–190.
- [72] DIVYA V D, MU Noz-moreno R, OMDM Messé, et al. Microstructure of selective laser melted CM247LC nickel-based superalloy and its evolution through heat treatment [J]. *Materials Characterization*, 2016: 62–74.
- [73] SUKHOV D I, PETRUSHIN N V, ZAITSEV D V, et al. Features of VZL21 nickel-base superalloy structure formation during selective laser melting, vacuum heat treatment, and hot isostatic compaction [J]. *Metallurgist*, 2019, 63 (3): 409–421.
- [74] MARCHESE G, BASSINI E, AVERSA A, et al. Microstructural evolution of post-processed hastelloy X alloy fabricated by laser powder bed fusion [J]. *Materials*, 2019, 12 (3): 486–499.
- [75] BOSWELL J H, CLARK D, LI W, et al. Cracking during thermal post-processing of laser powder bed fabricated CM247LC Ni-superalloy [J]. *Materials & Design*, 2019, 174: 107793–107805.
- [76] TUCHO W M, CUVILLIER P, SJOLYST-Kverneland A, et al. Microstructure and hardness studies of Inconel 718 manufactured by selective laser melting before and after solution heat treatment [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2017, 689 (3): 220–232.
- [77] HILAIRE A, ANDRIEU E, WU X. High-temperature mechanical properties of alloy 718 produced by laser powder bed fusion with different processing parameters [J]. *Additive Manufacturing*, 2019, 26: 147–160.
- [78] IVANOV D, TRAVYANOV A, PETROVSKIY P, et al. Evolution of structure and properties of the nickel-based alloy EP718 after the SLM growth and after different types of heat and mechanical treatment [J]. *Additive Manufacturing*, 2017, 18: 269–275.

- [79] OZERS, BILGINGM, DAVUTK, et al. Effect of post fabrication aging treatment on the microstructure, crystallographic texture and elevated temperature mechanical properties of IN718 alloy fabricated by selective laser melting [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2022, 306: 117622–117639.
- [80] KUO Y L, HORIKAWA S, KAKEHI K. The effect of interdendritic δ phase on the mechanical properties of Alloy 718 built up by additive manufacturing [J]. Materials & Design, 2017, 116 (2) : 411–418.
- [81] STOUTMR, LASSE A, NGDS, et al. The influence of annealing temperature and time on the formation of delta-phase in additively-manufactured inconel 625 [J]. Metallurgical and Materials Transactions, A. Physical Metallurgy and Materials Science, 2018, 49A (7) : 3028–3037.
- [82] ZHANGFan, LEVINE, LYLE E, et al. Effect of heat treatment on the microstructural evolution of a nickel-based superalloy additive-manufactured by laser powder bed fusion [J]. Acta materialia, 2018, 152: 200–214.
- [83] VIKRAM R J, SINGH A, SUWAS S. Effect of heat treatment on the modification of microstructure of selective laser melted (SLM) IN718 and its consequences on mechanical behavior [J]. Journal of Materials Research, 2020, 35: 1949–1962.
- [84] SAE AMS 2774B-2008. Heat treatment wrought nickel alloy and cobalt alloy parts [S]. US-SAE, 2008.

Research Progress on Selective Laser Melting for Nickel-Base Superalloy

LIU Bo-liang¹, MA Zhi-yi¹, ZHAO Jun¹, SHI Kun¹, XU Kai², LIU Shi-bing¹, LIU Tian-yu¹, YUE Ye¹, CHENG Jiao-jiao¹

(1. National Key Laboratory of Advanced Casting Technologies, Shenyang Research Institute of Foundry Co., Ltd., CAM, Shenyang 110022, Liaoning, China; 2. Military Representative Office of the Air Force Equipment Department in Liaoyang, Liaoyang 110034, Liaoning, China)

Abstract:

This paper summarizes the research progress of selective laser melting (SLM) technology of nickel base superalloy, mainly expounds the changes of typical solidification microstructure and properties in the deposited state, the influence of process parameters on the results of additive manufacturing process of laser, the change of microstructure after heat treatment and its influence on mechanical properties, and summarizes the existing researches that it is difficult to reduce residual stress, control anisotropy. The research on selective laser melting of nickel base superalloys is prospected, which provides a useful reference for the development of selective laser melting technology of nickel base superalloys.

Key words:

nickel base superalloy; selective laser melting; process parameters; heat treatment