选区激光熔化 GH3625 显微组织及拉伸性能分析

屈岳波 [1,2]，路超 [1]，刘鹏宇 [2]，刘波 [1]，张岩 [1]，张瑞华 [1,2]

（1. 中科钢研节能科技有限公司，北京 100081；
2. 阳江市五金刀剪产业技术研究院，广东，阳江 529500）

摘要：激光选区熔化技术是增材制造技术的一种，该技术自诞生以来在金属样件制备过程中发挥越来越重要的作用。但是运用该技术制备成型件的组织研究尚未明确，本文以 GH3625 高温合金为例，研究选区激光熔化成型件组织特点及拉伸性能。结果表明，选区激光熔化成型件组织主要为胞状晶，选区激光熔化微熔池中，晶粒生长方向在同一个区域中呈现出典型的细小柱状晶（亚晶）和近似六边形的胞状晶。拉伸实验结果表明选区激光熔化成型试样具有良好的拉伸性能。

关键词：选区激光熔化；GH3625；组织分析；力学性能

中图分类号：TG174.4 文献标识码：A **文章编号**：1674-7127（2018）03-0013-06

DOI 10.3969/j.issn.1674-7127.2018.01.013

Study on Microstructure and tensile properties of GH3625 forming parts processed by selective laser melting

QU Yuebo[1,2], LU Chao[1], LIU Pengyu[2], LIU Bo[1], ZHANG Yan[1], ZHANG Ruihua[1,2]

(1. Cisri-zhongke Energy Conservation And Technology Co., Ltd, Beijing 100081, China;
2.Hardware Knife Cut Industrial Technology Research Institute Yangjiang, Yangjiang 529500,China)

Abstract: Selective laser melting (SLM) is one kind of additive manufacturing (AM) technology, which has played an increasingly important role in the preparation of metal samples since it was invented. However, the research on the microstructure of formed parts by SLM is not yet clear. In this paper, GH3625 super-alloy is taken as an example to further study the microstructure and tensile properties of parts processed by SLM, in order to direction for the furthering research of the microstructure of SLM parts. The results show that the microstructure of the SLM part is mainly consists of cellular crystal. However, in some micro-melting pool, the grain growth direction will be different, so that a typical fine columnar crystal (sub-crystal) and approximate hexagonal cellular crystal coexistence of microstructure will be viewed in the same field. The experimental results also showed that the tensile sample has good tensile properties.

Keywords: selective laser melting; GH3625; microstructure analysis; mechanical property

0 引言

选区激光熔化（Selective Laser Melting, SLM）是新近发展起来的一种快速成型技术 [1,2]。其原理是利用高能激光束扫描和熔化金属粉末，在软件控制下由点到线，再由线到面，最终获得高密度和良好力学性能的成型件 [3,4]。区别于传统减材加工方法，SLM 是一种增材制造技术，其优

作者简介：屈岳波（1980-），男，湖南岳阳人，博士，高级工程师，研究方向：激光加工。
E-mail:quyuebo@126.com

势在于极大的减少材料的消耗，缩短零件加工周期，且不受零件复杂程度限制，尤其适合复杂结构加工和小批量生产，已经开始应用于医疗、航空航天、军事等领域[5-8]。由于成型件的微观结构取决于结晶方式，因此研究激光熔化后金属的微观结晶方式对于提升打印零件性能具有重要作用。由于 GH3625 高温合金具有优良的耐腐蚀和抗氧化性能，从低温到 980℃均具有良好的拉伸性能和疲劳性能，并且耐盐雾气氛下的应力腐蚀，可广泛用于制造航空发动机零部件、宇航结构部件和化工设备部件。因此本文选取 GH3625 高温合金粉末为试验对象，研究了利用 SLM 技术制备 GH3625 试样的微观组织及拉伸性能，分析了不同区域的微观组织特点及成型机理，为选区激光熔化技术在镍基高温合金领域的应用提供参考。

1. 实验方法

1.1 实验设备

实验选用的选区激光熔化设备为国内某厂家生产的 SLM-280 设备，该设备主要包括成型室、循环系统、高精度光纤激光器以及成型气缸和驱动活塞等关键部件。该设备的激光扫描速度可在 100-7000mm/s 范围内调节，成型尺寸精度为±0.1mm，成型层厚为 20-80μm。该系统还包括高速、高精度的扫描电流计单元和高精度的激光功率控制器，以确保在扫描范围内的激光密度相同。拉伸实验采用 WDW-100D 型电子万能材料试验机进行测试。采用德国莱驰公司的多功能激光粒度分析仪进行粉末粒度分析。采用 JSM-6700 扫描电子显微镜和 MX-10 金相显微镜进行组织结构和拉伸断口分析。

1.2 实验材料和工艺参数

实验选用的粉末材料是 -200+600 目的 GH3625 高温合金粉末。图 1 为 GH3625 合金粉末粒径分布曲线，其中图 1（a）为粉末粒径的区间分布以及累积分布曲线，图 1（b）为粉末粒径区间分布的柱状图，从中可知，粉末粒径主要集中分布在 15 ～ 55um 的范围内。实验通过正交实验进行工艺参数优化，优化后的工艺参数如表 1 所示，并采用此工艺参数制备 10×10×10mm 测试小方块进行组织形貌分析。为了研究激光功率对拉伸性能的影响，采用变功率的工艺参数使拉伸试样成型，成型参数如表 2 所示。

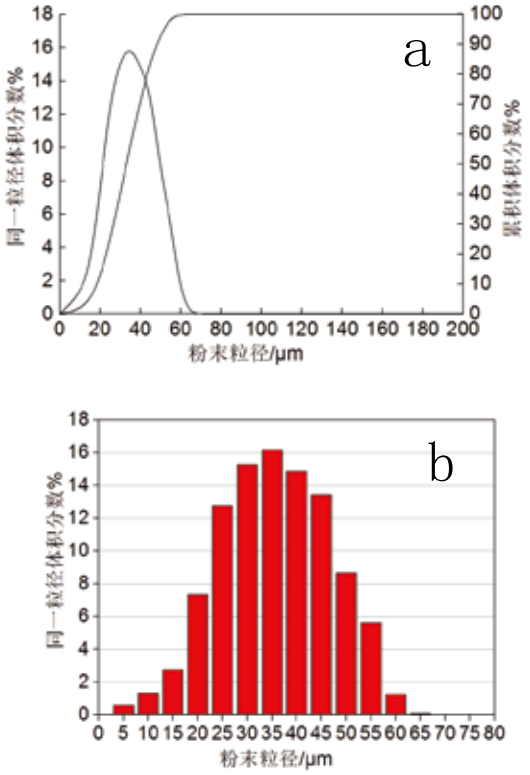


图 1 粉末粒径分布曲线和粒径分布柱状图
a 粉末粒径区间及累积分布；b 粉末粒径区间分布柱状图

Fig. 1 Powder particle size distribution curve (a) and particle size distribution histogram (b)

表 1 10×10×10mm 测试方块的成型工艺参数

Table 1 Forming process parameters of the experimental block（10×10×10 mm）

扫描速度 (mm • s $^{-1}$)	扫描间距 (mm)	激光功率 (W)	层厚 (μm)
1500	0.06	350	40

表 2 拉伸件的成型工艺参数

Table 2 Forming process parameters of tensile specimens

编号	扫描速度 (mm • s^{-1})	扫描间距 (mm)	激光功率 (W)	层厚 (μ m)
1	1500	0.06	300	40
2	1500	0.06	350	40
3	1500	0.06	400	40

2. 结论与分析

2.1 组织分析

如图 2a 所示为测试块垂直于激光扫描方向的光镜照片，从图中可以观察到鱼鳞状界面，界面尺寸约在 50～75 μ m 之间, 平均约为 65 μ m 左右。形成原因是由于选区激光熔化所用的激光为高斯光束，激光光斑中心能量密度较高而两侧能量密度较低，因而在熔化过程中，光斑中心的熔化深度比边缘的深度要大。

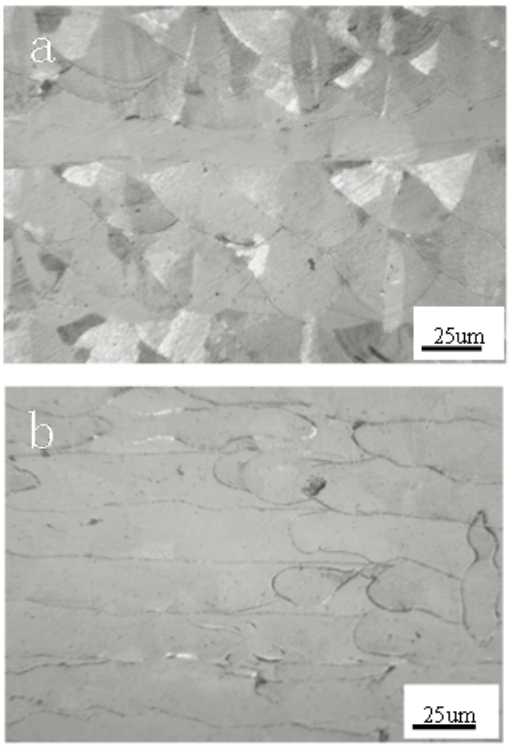
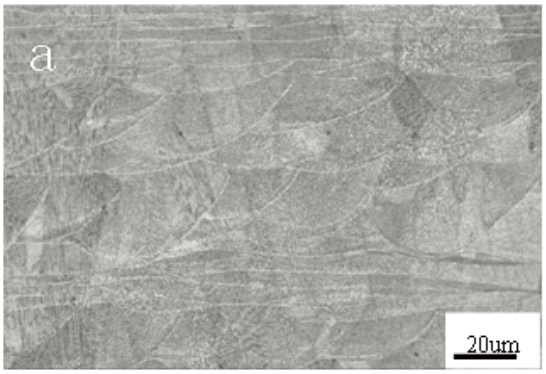


图 2 选区激光熔化 GH3625 试样的金相形貌
a 垂直于激光扫描方向；b 平行于激光扫描方向

Fig. 2 Metallographic morphology of GH3625 samples processed by SLM;
Perpendicular to the laser scanning direction (a), parallel to the laser scanning direction (b)

如图 2b 所示为平行于激光扫描方向的光镜照片，从图中可以观察到熔道交互重叠，形成具有长条状和椭圆形两种不同的形貌特征。分析认为，长条状熔道是沿激光扫描方向扫描线的纵截面，椭圆状熔道是由于激光熔化粉末形成不连续熔道或者由于制样时抛光面有一定的倾角。

图 3 所示为垂直于扫描方向的组织形貌。图 3a、图 3b 所示为低倍组织形貌，试样的显微组织与铸造形成典型的等轴晶、柱状晶和细晶有所不同。由于激光光斑直径为 0.1mm，所形成的微熔池体积很小，“ 微熔池 ”内分布着直径约 0.1-1 μ m 范围的细小柱状晶（亚晶）。图 3c 为图 3a 的高倍微观组织，从中可以清晰的观察到熔道横截面内的“ 微熔池 ”呈细小的柱状晶组织，还可以观察到相邻的“ 微熔池 ”之间柱状晶的生长具有明显的外延生长特性。分析认为，由于激光能量作用在相邻层之间的熔化区存在一个较大的正温度梯度，并且以上一层残余的细小柱状晶为形核基底，最终导致贯穿多个熔道，形成外延生长的柱状晶。图 3d 所示为细小柱状晶生长方向受到散热方向的影响。



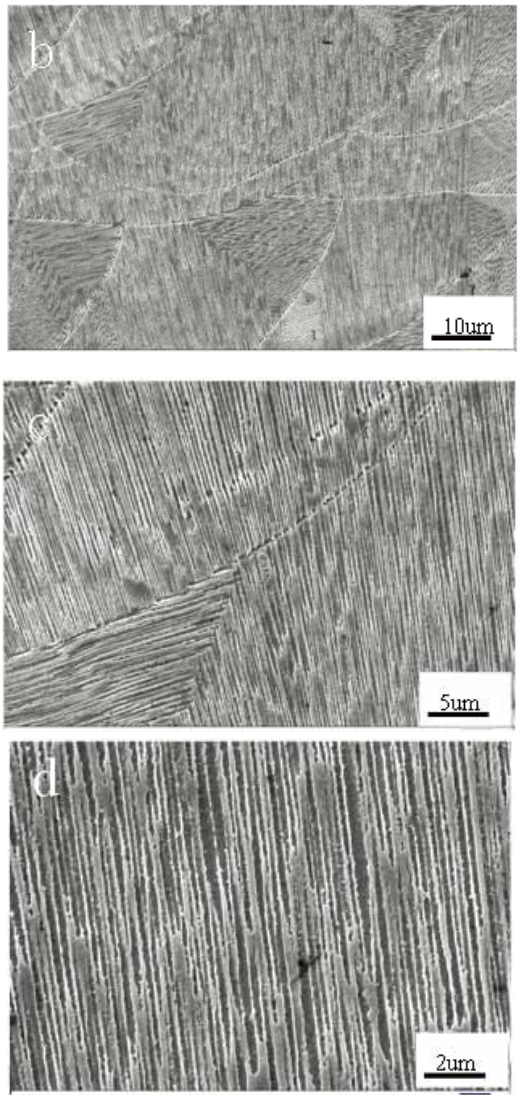


图 3 所示为垂直于激光扫描方向的组织形貌
a、b 低倍组织形貌；c、d 高倍组织形貌
Fig . 3 Microstructure morphology which perpendicular to the laser scanning direction
Low magnification（a, b）；high magnification（c, d）

图 4 所示为第二类“亚微米长柱状晶”的组织形貌，图 4a、b 为低倍组织形貌，图 4c、d 为高倍组织形貌。从中可以看出，在这类组织中“亚微米长柱状晶”一部分呈条状分布，另外一部分呈类胞晶结构；并且此部分的类胞晶结构存在着向亚微米长柱状晶结构转变的趋势。分析认为：“微熔池”受激光模式的影响，熔池表面存在着表面张力梯度，在表面张力梯度以及残留温度场的作用下熔池内发生了对流，在这个过程中流动的熔池一方面会造成熔池的部分变形，使得熔池向已成型一侧流动；另外一方面对散热方向造成了一定的改变，使得热量的散失不仅有垂直向下散热，同时向相邻的熔道散热。进而形成了如图 4d 所示的组织结构。

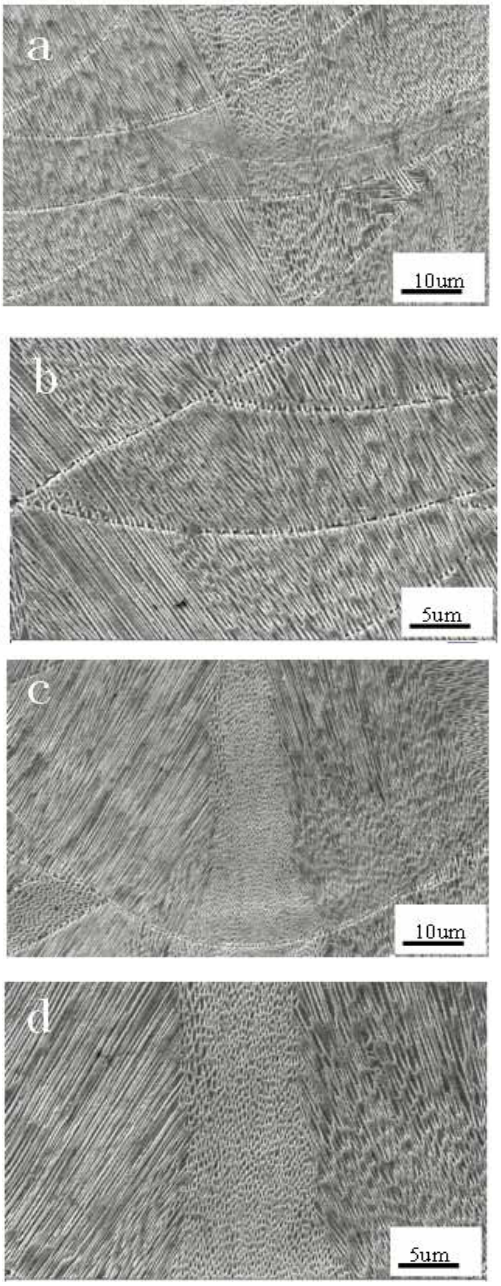


图 4 第二类“亚微米长柱状晶”的组织形貌
a、b 为低倍组织形貌；c、d 为高倍组织形貌
Fig. 4 Microstructure morphology of the second type of "submicron long columnar crystals"
Low magnification（a, b）；high magnification（c, d）

图 5 所示为第三类“类胞晶”集中分布的组织形貌，图 5a 为低倍组织形貌照片，图 5b 为高倍组织形貌照片。从中可以看出，在这类组织中“亚微米长柱状晶”基本上都呈“类胞晶结构”分布，并且类胞晶结构的直径都在亚微米级别，从图中可以看出“类胞晶结构”随着区域的变化形状也不尽相同，分析认为随着激光束向前推移时，“微熔池”周围的温度受激光照射角度、铺粉不均等影响，温度场发生变化，引起固液界面前沿的温度梯度发生变化，散热的主导方向变成了垂直于抛光面的方向，因此便形成了如图 5b 所示的组织形貌。

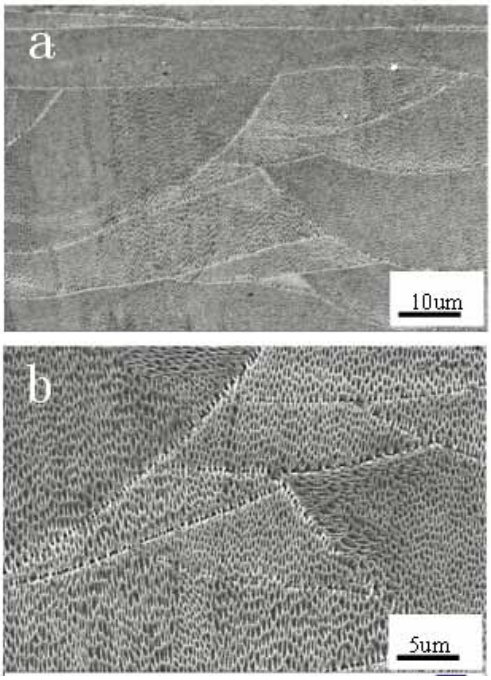


图 5 第三类“亚微米长柱状晶”的结晶形貌
a 为低倍组织形貌；b 为高倍组织形貌

Fig .5 Crystal morphology of the third category of "submicron long columnar crystals"
Low magnification（a）；high magnification（b）

图6所示为亚微米长柱状晶的高倍组织形貌，从图中可知，晶体生长方向与热量散失方向平行但方向相反，故在“微熔池”中形成贯穿多个熔道的呈外延生长的亚微米柱状晶组织，但是由于观察角度不同，所观察的组织形貌也不尽相同。若观察角度垂直于柱状晶生长方向，则观察到细小柱状晶组织；若观察角度平行于生长方向，则可观察到呈六边形的包状晶组织结构。

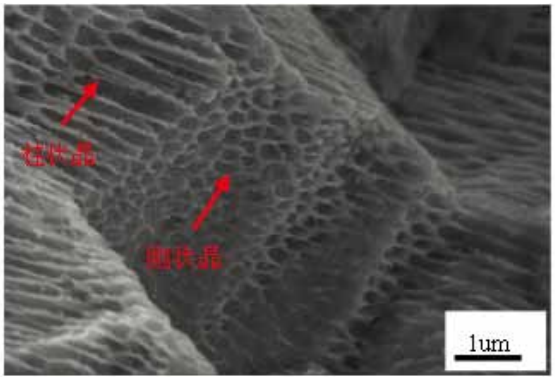


图 6 亚微米长柱状晶高倍组织形貌

Fig. 6 High-magnification microstructures of submicron long columnar crystals

综上所述，GH3625 在选区激光熔化过程中呈典型的胞状结晶形貌，“微熔池”内部为“亚微米长柱状晶”（亚晶），由于受铺粉的不均匀性、激光照射角度不同、温度积累以及散热条件变化等综合因素的影响，其生长方向也在不断地发生变化，进而形成了多种不同的位向分布。

2.2 拉伸性能分析

图 7 为选区激光熔化成型拉伸试样的应力—应变曲线，表 3 为不同拉伸试样的力学性能指标。从中可知，三组拉伸试样的抗拉强度均超过了 950MPa，屈服强度超过了 740MPa，伸长率超过 44%，拉伸性能达到了汽轮机用 GH3625 材料室温拉伸性能指标（抗拉强度 ≥830MPa；屈服强度 ≥410MPa；伸长率 ≥30%）[9]。由此可见，选区激光熔化GH3625拉伸试样具有良好的拉伸性能。

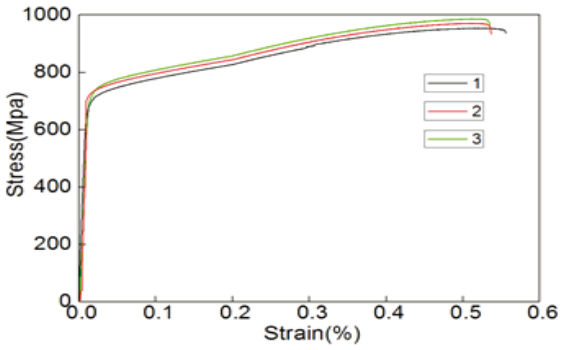


图 7 GH3625 拉伸试样应力 - 应变曲线

Fig . 7 Stress-strain curve of GH3625 tensile specimens

表 3 拉伸性能实验结果

Table 3 Performance parameters of tensile test

序号	伸长率（%）	屈服强度（Mpa）	抗拉强度（Mpa）
1	46.4	745	950
2	44.6	760	968
3	44.5	770	985

2.3 断口形貌分析

由于这三组拉伸试件的屈服强度和抗拉强度区别较小，拉伸试样的断裂形貌几乎相同。因此，选择 2 号拉伸试样的断口进行分析，断口宏观照片如图 8a 所示，微观断口照片如图 8b 所示。

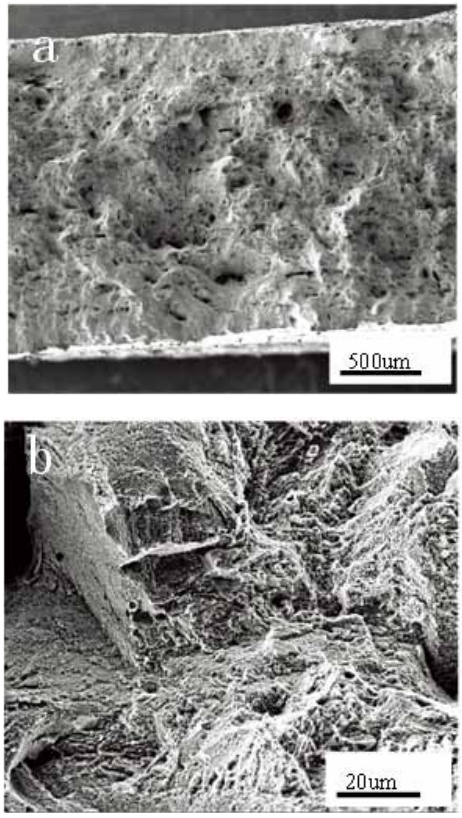


图 8 拉伸试样断口的电镜形貌

a 为宏观断口形貌；b 为微观断口形貌

Fig. 8 Micromorphology of a fractured tensile specimen

Macroscopic fracture morphology (a); Microscopic fracture morphology (b)

从图 8 可以看出拉伸试样断口崎岖不平，断口边缘存在大量的韧窝与一些垂直状的断面。这是因为选区激光熔化形成的组织为胞状晶组织，内部为亚微米长柱状晶，由于细小柱状晶位向各不相同，当柱状晶的位向与拉伸方向相同或者两者的夹角较小时，柱状晶会随着拉伸力的作用发生塑性变形，进而形成微孔洞，随着载荷的不断增加孔洞也随之扩大，当孔洞扩大到一定程度，就会发生断裂形成韧窝状的断裂形貌，如图 8b 所示；另一方面细小柱状晶与拉伸的方向垂直时，细小柱状晶主要承受剪应力作用，并且受力较大时就会出现被剪断的情况，因此形成了如图 8c 所示的垂直状台阶形貌。综合可知，GH3625 的拉伸断口韧窝形貌是由于亚微米长柱状晶发生塑性变形而形成的一种断裂形貌，而台阶状形貌是由于垂直于拉伸方向的亚微米长柱状晶被剪应力剪断所形成的结果，GH3625 选区激光熔化拉伸试样断裂方式为沿晶塑性断裂与韧窝韧性断裂的混合断裂 [10,11]。

3 结论

（1）采用 SLM 技术成型 GH3625 小方块的组织形貌为胞状组织结构，晶粒尺寸变化范围约为 0.1~1 μm。

（2）由于激光入射角度的变化、铺粉均匀性不一致以及热量的累积和散失方向的变化，使得同一“微熔池”中可以同时出现胞状组织结构和柱状组织结构两种形貌，并且可发生两种形貌的相互转变以及晶粒的尺寸的变化。

（3）利用 SLM 成型 GH3625 高温合金拉伸试样具有良好的拉伸性能，断裂方式为沿晶塑性

（下转 74 页）

4 结论

研究表明，热喷涂铜合金涂层在数小时内对细菌和孢子的破坏与铜合金板一样有效，为减少医院环境中的健康危害提供了可行的方法。

经过 2 小时的暴露于铜合金涂层和暴露 7 天后的试片均可观察到枯草芽孢杆菌孢子退化。

表面粗糙度 Ra 在 0.1~3.5 μm 不影响铜镍锌合金的生物活性。

孢子的脱层形成了纳米花状晶体结构。研究表明，虽然纳米花在涂层和金属片的表面形貌不同，但是它们具有相似的内部结构。

参考文献

[1]Barnes, C.,Childs,T.,Henson, B. & Southee, C. 2004. Surface finish and touch—a case study in a new human factors tribology. Wear, 257, 740-750.

[2]Cross, J., Currier, R., Torraco, D., Vanderberg, L., Wagner, G. & Gladen, P. 2003. Killing of Bacillus spores by aqueous dissolved oxygen, ascorbic acid, and copper ions. Applied and environmental microbiology, 69, 2245-2252.

[3]Humphreys, P.N. 2011. Testing standards for sporicides. J. Hosp. Infect. 77: 193-198.

[4]Ivanova, E. P., Truong, V. K., Wang, J. Y., Berndt, C. C., Jones, R. T., Yusuf, I. I., Peake, I., Schmidt, H. W., Fluke, C. & Barnes, D. 2009. Impact of nanoscale roughness of titanium thin film surfaces on bacterial retention. Langmuir, 26, 1973-1982.

[5]Mathews, S., et al., Contact killing of bacteria on copper is suppressed if bacterial-metal contact is prevented and is induced on iron by copper ions. Applied and environmental microbiology, 2013. 79(8):p. 2605-2611.

[6]Somturk, B., Hancer, M., Ocsoy, I., Ozdemir, N. 2015. Synthesis of copper ion incorporated horseradish peroxidase-based hybrid nanoflowers for enhanced catalytic activity and stability. Dalton Trans. 44: 13845-13852 doi: 10.1039/c5dt01250c.

[7]Setlow, P. 2006. Spores of Bacillus subtilis: their resistance to and killing by radiation, heat and chemicals. Journal of applied microbiology, 101, 514-525.

（上接 86 页）

断裂与韧窝韧性断裂的混合断裂。

致谢

本研究工作获得了广东省科技计划项目（2015B020221002、2015B010123002）、阳江市科技计划项目（2016002）的资助支持，在此表示衷心的感谢！

参考文献

[1] Sames W J, List F A, Pannala S, et al. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing[J]. International Materials Reviews, 2016, 61(5):1-46.

[2] Wang Z Y, Shen Y F, Gu D D. Development of porous 316L stainless steel with novel structures by selective laser melting[J]. Powder Metallurgy, 2013, 54(3):225-230.

[3] Gebhardt A, Hötter J S. Additive Manufacturing-Circuits manufacturing[M]. San Francisco：Miller Freeman Publications, etc., 2016:58–63.

[4] Terry T Wohlers, Wohlers Associates. Wohlers Report 2014:Additive Manufacturing and 3D Printing State of the Industry: Annual Worldwide Progress Report[M]. The United States:Wohlers Associates, 2014.

[5] 万勇 , 黄健 . 国外增材制造发展政策与研究进展概述 [J]. 新材料产业 , 2016(6):2-6.

[6] Matthews M J, Guss G, Khairallah S A, et al. Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes[J]. Acta Materialia, 2016, 114:33-42.

[7] 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.

[8] Chi C N, Savalani M, Man H C. Fabrication of magnesium using selective laser melting technique[J]. Rapid Prototyping Journal, 2011, 17(6):479-490.

[9] 彭建强 . 高温合金材料在汽轮机高温部件上的应用 [J]. 东方汽轮机 ,2017(3):58-62.

[10] 吴伟辉 , 杨永强 , 毛桂生 . 316L 选区激光熔化增材制造熔池搭接堆积形貌分析 [J]. 制造技术与机床 , 2014(4):46-49.

[11]Zhang R B, Chen G Q, Zhang D M, et al. Structure and Property Research on TiAl/NiCoCrAl Multilayer Composites Fabricated by EB-PVD[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2008, 28(1):30-34.