

# 激光选区熔化成形高温镍基合金 研究进展\*

王 迪<sup>1</sup>, 钱泽宇<sup>1</sup>, 窦文豪<sup>1</sup>, 杨永强<sup>1</sup>, 李 晟<sup>2</sup>, 白玉超<sup>1</sup>, 肖泽锋<sup>1</sup>

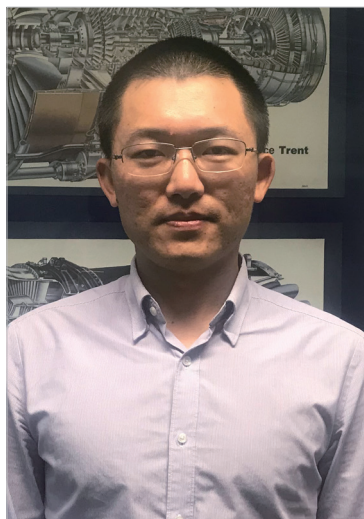
(1. 华南理工大学机械与汽车工程学院, 广州 510640;

2. 伯明翰大学冶金与材料学院, 伯明翰 B152TT)

**[摘要]** 高温镍基合金在高温高压条件下具有高强度、优异的抗疲劳性能与蠕变特性,是航空航天领域中重要的高温合金材料之一。综述了基于粉末床激光熔化成形技术进行镍基高温合金零件快速制造的国内外研究进展,首先系统地介绍了成熟应用于金属 3D 打印技术和正处于研究开发中的高温镍基合金材料,接着总结了经 SLM 成形后高温镍基合金材料的微观组织结构与缺陷,以及相应热处理后零件的组织变化和力学性能特征。最后,进一步概述了 SLM 成形高温镍基合金零件热点科学问题。

**关键词:** 激光选区熔化; 镍基高温合金; 微观组织; 热处理; 力学性能

**DOI:**10.16080/j.issn1671-833x.2018.10.049



王 迪

博士,伯明翰大学访问学者,获广东省高层次人才特殊支持和珠江科技新星人才荣誉称号、广东省科技进步二等奖。发表 SCI/EI 论文 35 篇,授权发明专利 23 项,实用新型 58 项。

\* 基金项目: 国家自然科学基金项目(51775196); 广东省科技计划项目(2017B090912003、2017A050501058); 广东省特支人才计划项目(2016TQ03X289); 广州市珠江新星人才计划项目(201710010064)。

随着金属 3D 技术的高速发展,镍基高温合金零件的快速制造取得了重大的突破,尤其是通过激光选区熔化技术(Selective Laser Melting, SLM)进行镍基高温合金零件的直接制造,极大促进了航空航天、石油化工等领域中重要零部件的制造效率及其优化升级<sup>[1-2]</sup>。

激光选区熔化技术,是一种基于高能量激光束的金属 3D 打印技术,其基本原理是通过激光热源集中能量扫描加热粉床,选择性地熔化和粘合松散粉末,进行复杂形状零件的净成形<sup>[3-4]</sup>,克服了传统制造工艺中存在的成形周期长,成形质量差,后处理繁琐等问题。经过 SLM 制造成形的金属零件具有成形致密度高,表面成形质量优异,精度高等优点,其中成形致密度可达到近乎 100%,尺寸精度可达 20~50 μm,具有极高的金属零件制造效率<sup>[5-6]</sup>。利用 SLM 技术进行金属零件的直接制造已经

扩展到航空航天、医学医疗、汽车制造等领域<sup>[2]</sup>。

作为航空航天零部件中的重要组成材料之一,镍基高温合金能够在 600℃ 以上的条件下长时间稳定工作,并具有优异的高温抗氧化能力和抗腐蚀能力,以及较高的抗拉强度和蠕变强度<sup>[7]</sup>。因此镍基高温合金材料被广泛地应用于航空航天发动机的涡轮盘、燃气轮机等重要零部件的制造<sup>[8]</sup>,是航空航天领域中不可替代的基础性材料。

镍基高温合金零件的传统制造技术以锻造、铸造和粉末冶金为主,其优点包括成形尺寸大、产量高,较高疲劳强度与致密度,但是其成形的周期长、工序繁琐,直接制造具有复杂外形或内腔的金属零部件,如涡轮叶片、发动机燃油喷头等仍存在问题<sup>[9-10]</sup>。利用激光选区熔化技术直接制造镍基高温合金复杂零件,其成形精度更高,成形周期更短,极大

程度上解决了在传统工艺中由于多种因素造成的零件成形效率低的问题,是航天发动机精密零部件的快速成形与优化设计发展的关键方向之一<sup>[1]</sup>。本文综合分析了选区激光熔化技术制造镍基高温合金零件的国内外研究进展情况,结合常用于 SLM 制造的高温镍基合金材料,对 SLM 成形零件的成形状况和后期热处理及其对组织性能的影响进行了详细的介绍,概述了国内外最新的研究成果并提出其中存在的科学问题。

## 适用于 SLM 工艺的镍基高温合金种类

### 1 成熟应用的 SLM 高温合金材料

随着金属增材制造技术的日渐成熟,应用于 SLM 制造的高温镍基合金种类也逐渐增多,且日趋成为航空航天领域的重要增材制造类材料。其中采用 SLM 技术成形的成熟材料种类有以下 5 种(各材料的元素组成见表 1)。

(1) K4202 合金是一种以 W、Ti、Mo、Al 等元素作为强化元素的镍基铸造高温合金。通过向合金添加 Cr 和 Mo 等元素,显著提高了 K4202 合金零件的抗氧化能力和抗富氧燃气侵蚀能力,成功应用于新一代液氧煤油火箭发动机涡轮导向器等重要零部件的制造生产<sup>[17]</sup>。经铸造成形后的合金拉伸试样在 500℃ 下的疲劳强度达 835MPa,持久蠕变性能为 625MPa,大于 1000h; 而其在室温下的拉伸强度可达 1025MPa,合金零件表现出良好的韧性断裂特征<sup>[12]</sup>。

(2) Hastelloy X 合金是一种兼具出色的抗氧化性、成形能力和高温持久蠕变性能的固溶强化型合金<sup>[18]</sup>。因长期应用于高温发动机的关键部件,哈氏合金的高温应变性能及可加工性被高度关注<sup>[19]</sup>。

(3) IN738LC 是一种含 W、Mo、Nb、Ta 等难溶元素的沉淀强化型高温镍基铸造合金<sup>[20]</sup>。在铸造过程中

IN738LC 成形件的  $\gamma'$  相沉淀物、金属碳化物(Ti, Ta, Nb)C 和金属间化合物  $Ni_3(Al, Ti)$  等沉淀物富集析出,从而使合金的机械性能和耐腐蚀性能得到强化以适应高温高压的恶劣环境,因而被长期应用于船舶及工业燃气轮机的涡轮耐热腐蚀性零部件的制造<sup>[21]</sup>。

(4) IN625 是一种以铌、钼元素为主要强化元素的固溶强化型镍基高温合金,因其在复杂腐蚀氧化的环境下具有优异的抗腐蚀性和抗氧化性、在高温环境下具有良好的高温力学性能,故和 IN718 材料一同被广泛地应用于航空航天、海洋应用等领域重要零部件产品的生产制造<sup>[22-23]</sup>。IN625 合金在 600℃ 下浸润于熔融  $NaCl-CaCl_2-MgCl_2$  盐中 21 天,其中的含量较多的 Cr 和 Mo 元素与腐蚀物形成紧凑的保护层,表现出比哈氏合金更加优秀的抗腐蚀性能,在试验中始终保持着高稳定性<sup>[24]</sup>。

(5) IN718 是一种富含 Cr 和 Fe 元素的沉淀强化型镍基合金<sup>[25]</sup>。IN718 组织以奥氏体( $\gamma$  相)为基体相,强化相包括在 620℃ 左右析出的主要的强化相  $\gamma'$  相和在 700℃ 左右析出另一基本强化相  $\gamma''$  相,组织中还包括少量经高温处理后产生的  $\delta$  相、碳氧化物以及对零件有害的 Laves 相<sup>[26]</sup>。经过等温锻造后的 IN718 拉伸样件在 650℃ 的高温条件下进行拉伸试验,其抗拉强度可达 1180MPa,屈服强度 1040MPa,拉伸率为 30%<sup>[27]</sup>,被应用于喷气式发动机涡轮盘的制造生产。

适用于激光选区熔化技术的高温镍基合金材料具有高熔点、强度高、耐腐蚀、抗氧化性强的显著特点,通过 SLM 制造有效实现了镍基合金成形的经济性与高效率。上述材料所制成的粉末均能满足选区激光熔化技术的制造要求,基本近球状,同时结合其中多种合金元素后,粉末材料具有良好的润湿性和自溶性,易于直接成形制造,降低了其他高温镍基合金成形过程中存在的翘曲、空隙问题。此外,粉末大小适中,降低了能量输入要求及球化现象出现的可能性。材料成形件在不同的合金元素的固溶/沉淀强化作用下均具有优异的力学性能以及使用寿命,其中强化相  $\gamma'$  相沉淀析出促使合金在高温状态下的机械性能与耐腐蚀、抗氧化性能得到大幅度提高,因此广泛应用于高温腐蚀性强的恶劣场所如涡轮发动机、强腐蚀性化学反应容器等。

### 2 研究开发中的高温合金材料

镍基高温合金的材料种类众多,其中仍有较多合金的 SLM 试验与成形性能有待试验人员进行尝试。以下列举了几种典型的正在研发中的高温镍基合金材料(各材料的元素组成见表 2)。

K536 是一种能长期服役于高温氧化环境中,并具有与哈氏合金相似性质的固溶强化型镍基高温合金,因含有 Cr 和 Fe 元素而使其具有出色的耐腐蚀性和抗氧化性, Xu 等<sup>[28,32]</sup>对 SLM K536 合金零件拉伸强度和疲劳行为进行了初步的研究后发现,

表1 主要的镍基高温合金材料的化学组成(质量分数)

合金	Ni	Ti	Mo	Cr	Fe	C	Nb	W	Al	Co	其他
K4202 <sup>[12]</sup>	余量	2.80	5.0	20	4.0	0.08	—	5.0	1.5	—	1.13
Hastelloy X <sup>[13]</sup>	余量	—	9.0	21.5	18.8	0.06	—	0.82	—	1.16	1.87
IN738LC <sup>[14]</sup>	余量	3.46	1.82	16	0.07	0.11	0.99	2.58	3.4	8.64	1.59
IN625 <sup>[15]</sup>	余量	0.03	8.80	21.50	0.96	21.50	3.71	—	0.02	—	1.06
IN718 <sup>[16]</sup>	余量	0.99	3.12	19.12	17.61	0.030	5.22	—	0.60	0.029	0.002

表2 研发中镍基高温合金材料的化学组成(质量分数) %

合金	Ni	Fe	Ti	Mo	Ta	Al	Cr	Co	C	W	其他
K536 <sup>[28]</sup>	余量	20.0	0.0001	9.0	—	—	21.0	2.50	0.10	1.00	1.66
GH4169 <sup>[29]</sup>	余量	18.86	1.03	3.05	0.005	0.49	18.64	0.1	0.032	—	7.395
CMSX486 <sup>[30]</sup>	余量	—	0.7	0.7	4.5	5.7	5	9.3	0.07	8.60	4.22
CM247LC <sup>[31]</sup>	余量	—	0.73	0.54	3.2	5.62	8.31	9.15	0.07	9.40	1.31

SLM K536 合金零件试样的拉伸性能具有明显的各向异性,其 $X$ 取向下的零件试样的UTS和屈服强度高于 $Z$ 取向,而其疲劳性能的各向异性并不显著。

GH4169 是一种能在广泛温度范围内均保持高性能的沉淀硬化型镍基变形合金,拥有同IN718相似的合金元素组成与高温力学性能。GH4169 合金其稳定的高强度持久蠕变性能和疲劳性能需要通过微量元素的种类和用量进行仔细调配<sup>[29]</sup>。尹燕等<sup>[33]</sup>对SLM成形后的GH4169 零件进行微观组织分析之后发现,其微观组织主要以细长条状的胞状结晶组织为主。

CMSX486 合金是一种以C、B、Hf、Zr为强化元素的单晶高温镍基合金。因其在900℃以上的温度下具有优异的抗热腐蚀性而广泛应用于高温高压作用下的先进燃气轮机部件的制造<sup>[34]</sup>。Carter等<sup>[30]</sup>利用响应面法式的DOE设计方法和ANOVA技术拟合工艺参数对CMSX486成形过程中的裂痕密度和孔隙率的影响后发现,开裂密度只与激光功率、扫描速度、扫描间距之间的相互作用有关,使用低激光功率、高扫描速度和大扫描间隔可有效减少裂痕密度,而通过低扫描速度和小扫描间隔的高激光功率可有效降低合金的孔隙率。

CM247LC是在镍基高温合金MAR M 247的基础上通过化学改性手段优化而得到的固溶强化型合金,该材料对有害元素S、Si具有更细微的控制,应用于定向凝固制造涡轮叶片<sup>[35]</sup>。Wang等<sup>[31]</sup>对CM247LC成

形样品进行微观组织分析后发现,样品的纵向截面主要由柱状 $\gamma$ 晶粒组成,大部分晶胞向扫描轨迹的中间延伸,部分是等轴晶;而在凝固过程中Hf、Ta、W、Ti在晶界和晶胞之间富集析出沉淀物,限制了位错的流动性导致SLM成形件的残余应力增加,这易导致合金零件内部的开裂。

### SLM成形高温镍基合金微观组织特征、组织缺陷

选区激光熔化成形镍基高温合金零件的金属微观组织样貌及其内部组织缺陷较传统锻造、铸造工艺有较明显的差别。通过观察合金微观组织组成、检测合金缺陷的变化,进而选用合适的后处理改善和稳定合金的微观结构,这对提高镍基高温合

金零件的高温性能和使用寿命具有重要的意义。

左蔚等<sup>[36]</sup>对K4202合金的SLM成形件进行显微组织观察后发现,与其他合金相同的是成形的K4202合金微观组织为外延生长的柱状枝晶,呈 $[001]$ 方向生长,但在层与层之间的组织中发现了层带结构,如图1(a)<sup>[36]</sup>所示,枝晶和等轴晶粒分布在沉积组织的最顶部如图1(b)所示。此外,合金中的 $\gamma'$ 相由于高凝固速率和冷却速率的作用具有更高的形成率。

Zhang等<sup>[13]</sup>通过对激光功率和扫描速度的调整,以最佳参数进行Hastelloy X合金的快速成形后发现,在柱状枝晶周围可以观察到明显的熔池边界,但随着柱状晶转变为等轴晶后,熔池边界和其树突形态逐步消失,如图2<sup>[13]</sup>所示,其中明显的熔池边界和亚稳态的枝晶树突对合金的稳定性有较大的影响。在对其样品的微观组织进行观察的时候还发现了其中存在的缺陷,如孔洞和未熔金属粉末,其主要原因可归结为在高速凝固的过程中气体和部分未熔粉末

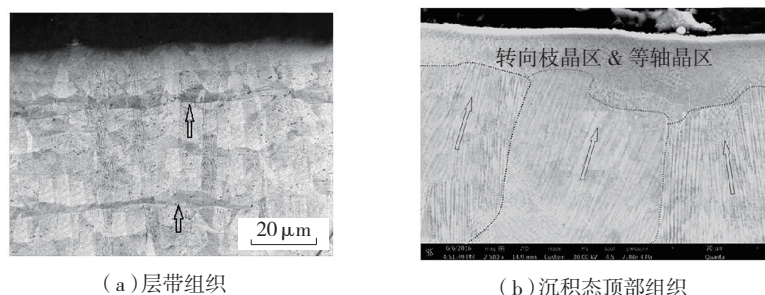


图1 K4202合金沉积态显微照片

Fig.1 SLM microstructure of K4202 superalloy

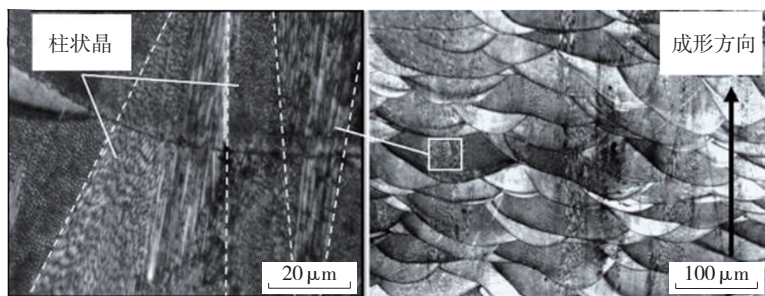


图2 经SLM后Hastelloy X 微观组织图

Fig.2 SLM microstructure of Hastelloy X superalloy

无法从熔融物质逸出,凝固后便形成明显缺陷。

Tomus 等<sup>[37]</sup>在对不同 Si 和 C 含量的哈氏合金进行成形制造时发现,在成形合金内部产生的热裂纹和冷脆裂纹(见图 3,图中虚线箭头指枝晶改变方向时形成的晶界;实线箭头指的是熔池边界)与合金冷却时收缩产生的内应力有关,同时与 Si、C 含量有较大的关系。在热循环影响的单独作用下合金表现出微小的微裂纹形成率,最主要的原因是其热撕裂敏感性,而在低含量的 Si 和 C 作用下合金的热撕裂敏感性明显下降,因而合金的微裂痕形成率明显降低。

Rickenbacher 等<sup>[38]</sup>对 IN738LC 成形件进行初步研究后发现,晶粒主要沿轴向生长为明显的柱状结构,其尺寸( $<100\mu\text{m}$ )小于传统铸造的成形样件。Cloots 等<sup>[39]</sup>发现在优化 IN738LC 的成形质量的过程中,通过显微分析后发现成形样件中的树枝晶由主干枝晶和分支组成,其生长方向靠近 $[100]$ 或 $[001]$ 方向排列;样件中存在的微裂纹横向于扫描方向形成(图 4),均为凝固过程中因高温梯度变化而产生,而其根本的原因可归结为元素镉在晶界处的富集偏析所致;而裂纹密度和孔隙率之间存在显著的反比关系,即在降低裂纹密度的过程中会使孔隙率提高。

张洁等<sup>[40]</sup>通过调整 SLM 成形 IN625 的系统参数至最佳后,成形后在垂直方向和水平方向上截面组织分别为柱状组织和胞状组织,由 $\gamma$ 基体和脆性 Laves 相构成;在对 IN625 合金的成形横截面上微裂痕的研究中发现在微裂痕周边聚集了大量白色 Laves 相(图 5),并且微裂痕主要发生在晶界的位置,易形成应力集中;而其外因可归结为高温梯度引起的热残余应力<sup>[39]</sup>。

Choi 等<sup>[41]</sup>以 800mm/s 的激光扫描速率进行 SLM 的 IN718 试样制造,

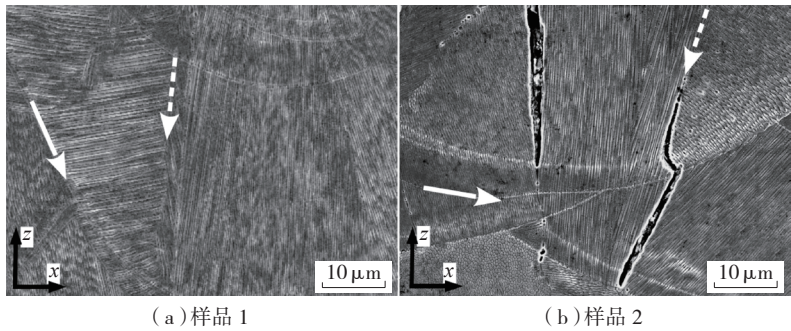
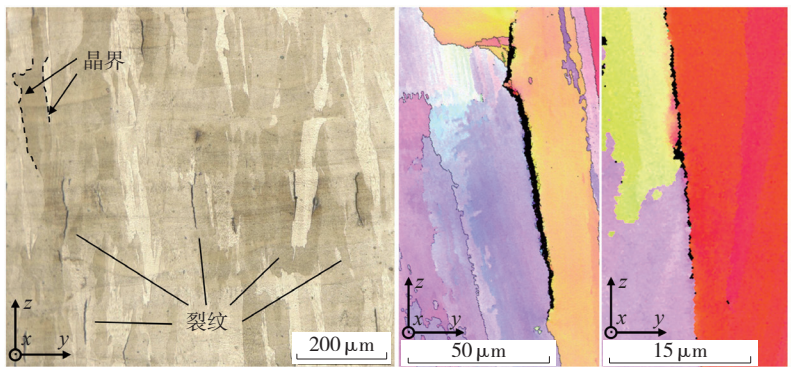
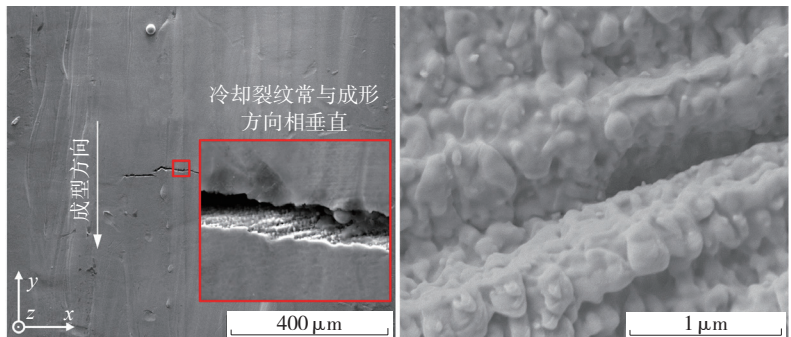


图3 Z方向上合金凝固熔池边界及其微裂纹SEM图

Fig.3 Alloy solidification pool boundary and micro-cracks in the Z direction SEM image



(a) 裂纹沿着建造方向沿着大角度晶界传播 (b) 裂纹附近的晶体学分析



(c) 位于熔池表面的裂纹的 SEM 照片 (d) 开裂处的树枝状结

图4 IN738LC微裂痕形成演变图

Fig.4 Images of microcrack formation and evolution of IN738LC alloy

通过 EBSD 观察 SLM 零件的 3 向腐蚀截面,发现其微观结构由所有平面的等轴晶粒和柱状晶粒的混合物组成(图 6),在熔池组织的中间部位为直径 10~30 $\mu\text{m}$  的柱状晶粒,其中长柱状晶粒的生长方向与熔池冷却的方向基本相同,这与熔池凝固过程中的热流方向和凝固冷却温度梯度有关;在熔池边界位置上存在有平均尺寸为 10 $\mu\text{m}$  的等轴晶粒,具有多种晶体取向(图 7),造成这种情况的原因可能有:(1)扫描过程中熔池边界

区域出现重熔现象,使得晶粒生长方向随复合热流方向变化而发生改变;(2)粉末中的杂质集中到熔池边界,使晶粒生长为异向的等轴晶小颗粒。

Popovich 等<sup>[42]</sup>用 950W 激光源处理 IN718 粉末后发现,大柱状晶粒的晶轴长度接近其 100 $\mu\text{m}$  的最大层厚度,这表明晶粒的生长具有明显的外延性,并且其生长沿“Z”轴方向,符合热流方向变化。在实际应用过程中,金属零件的晶粒取向影响着机械零件的疲劳强度和显微硬度等

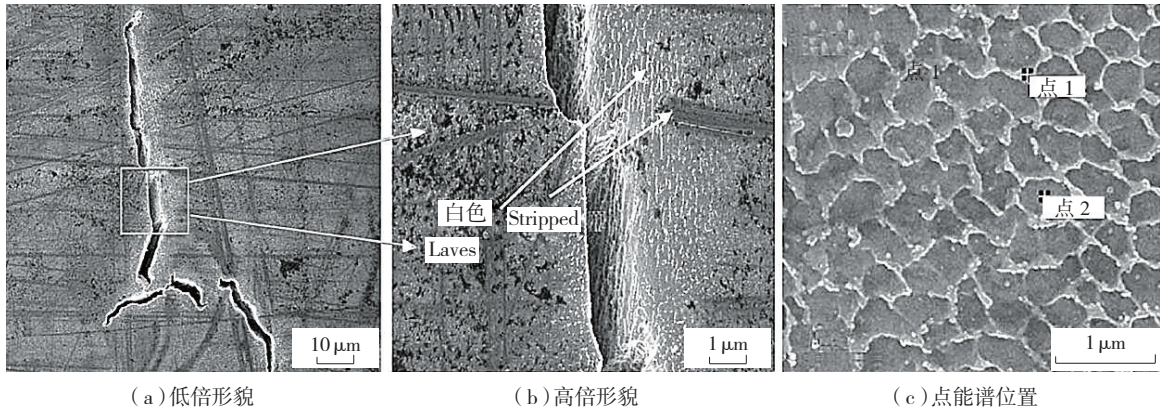


图5 IN625裂纹表面形貌图

Fig.5 SEM Images of IN625 crack surface morphology

重要性能。Brynk 等<sup>[43]</sup>向 In718 合金中添加不同质量分数的金属元素 Re,并观察分析了经 SLM 后成形的“梳妆”结构零件的微观组织,进行了疲劳性能的试验研究后发现, Re

的适量添加能使 IN718 零件经热处理后的树枝状晶粒更细,但是过量的 Re 会导致有害相 Laves 相和碳化物的增加(图 8),难溶部分的 Re 附近形成了许多位错,经 FCG 试验后发

现经热处理后易在 Re 附近形成微观裂纹并逐渐发展成裂纹网络,不利于零件的疲劳强度。Chlebus 等<sup>[44]</sup>在分析 IN718 零件经 SLM 制造后的微观相分布时发现,在熔池固化的过程中金属元素 Nb 和 Mo 会发生微观偏聚,一部分形成脆性金属间化合物  $\delta$ -Ni3Nb 相和 Laves 相,另一部分离散在枝晶结构间,这种微观偏析已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内应力,影响金属零件的使用。

传统铸造工艺成形的高温镍基合金组织由  $\gamma$  和  $\gamma'$  组成,形貌以粗大的枝状晶状结构为主,平均尺寸约为  $40\mu\text{m}$  左右,在晶间弥散形成不规则的  $\gamma/\gamma'$  共晶组织和少量 MC 碳化物结构,具有较大的合金成分偏析现象<sup>[45-46]</sup>,缺乏碳化物的钉扎作用和  $\gamma'$  强化相的有效阻碍,位错

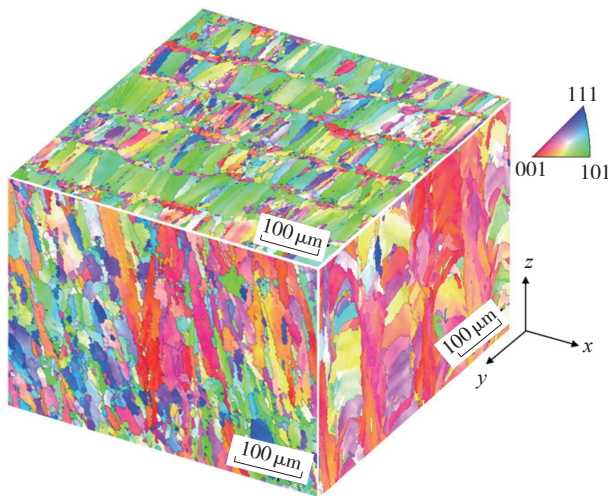


图6 3个互相垂直平面(XY, YZ和XZ)的SLM样件EBSD图(激光扫描速率800mm/s)

Fig.6 Densification and microstructural investigation of IN718 parts fabricated by selective laser melting

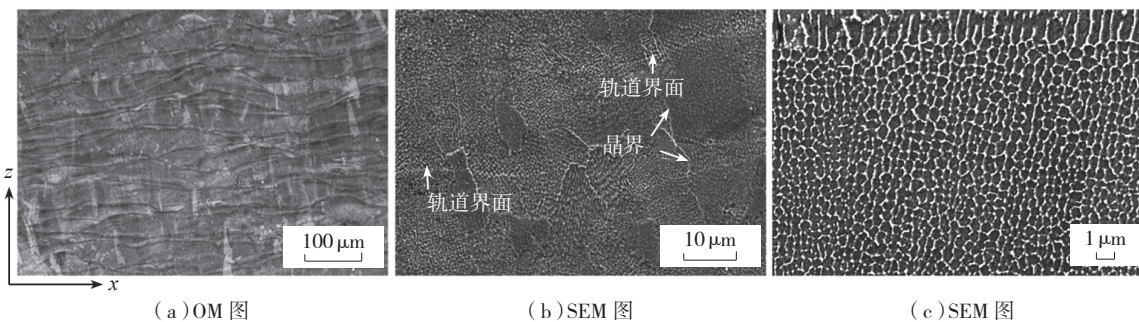


图7 XZ平面下的SLM IN718样件微观组织SEM图(激光扫描速率800mm/s)

Fig.7 SEM micrographs of SLM IN718 samples at a laser scanning speed of 800 mm/s

滑移现象极易发生,合金的热稳定性较差<sup>[47]</sup>,由于铸造过程中常有膨胀现象,成形样件内部不可避免会有较大裂纹和气孔形成;铸造成形后需要通过锻压消除颗粒晶界和压碎枝晶使晶粒得以细化为等轴晶结构,此时晶粒尺寸约为10 $\mu\text{m}$ ,同SLM净成形合金晶粒大小相近<sup>[48]</sup>。经SLM制造形成的样件组织以等轴晶和枝状晶为主,晶粒方向基本为[001](Z轴方向),常具有明显的外延性特征,通过向成形粉末添加Re、Si、Nb、Mo等合金元素可有效消除内部微裂纹与其附近存在的脆性Laves相和 $\delta\text{-Ni}_3\text{Nb}$ 相<sup>[44]</sup>,提高成形件的致密度与组织形态。

## 高温合金热处理及性能

### 1 热处理方式及原理

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相以及合金内部存在的微裂纹等缺陷和宏观方面零件的残余内应力,选用合适的热处理工艺在一定程度上决定了零件最终的组织形态和性能。

固溶强化和时效强化是绝大部分镍基高温合金采用的强化方式,固溶强化基本原理是通过将加热温度控制在一个不致使合金熔化的合适的范围内,促进含合金元素的溶质原子充分地溶解在固溶体中,从而促使固溶体内产生晶格畸变,增大位错运动阻力,提高合金固溶体的强度;时效强化的本质是通过时效处理使过

饱和固溶体中的合金元素以细小的沉淀物颗粒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,该富集区形成的沉淀相能有效阻止位错和晶界的运动,提高合金强度<sup>[49]</sup>。常见镍基高温合金的热处理方式有1010~1070 $^{\circ}\text{C}$ 固溶+时效处理、950~980 $^{\circ}\text{C}$ 固溶+时效处理、720 $^{\circ}\text{C}$ 直接时效处理、均匀化处理等<sup>[16]</sup>。

### 2 组织及性能变化

由SLM制造的镍基高温合金零件晶粒主要包括柱状晶粒和部分等轴晶粒,其基本相组成包括强化相 $\gamma$ 、 $\gamma'$ 相、Laves相和部分MC碳化物,而枝晶间脆性相Laves相的大量存在以及强化相 $\gamma'$ 和 $\gamma''$ 相的缺失,导致了SLM直接成形件在力学性能和蠕变性能上远低于航天锻件的标准<sup>[50]</sup>。经过热处理后的高温镍基合金的力学性能得到极大改善(经

热处理后的各种高温镍基合金的材料力学性能见表3)。

黄文普等<sup>[57]</sup>发现经过固溶+时效热处理和时效处理即HT1和HT2后的K4202合金SLM成形件内枝晶消失,晶粒重新形核长大,呈现不规则晶粒尺寸大小,在其晶界和晶内均析出金属碳化物(图9),对晶界的滑移起钉扎作用,提高晶界强度;对HT1和HT2后试样进行显微硬度测试后发现其硬度达377HV和387HV明显高于SLM成形态的283HV,拉伸强度指标也大幅提高但延伸率明显下降。左蔚等<sup>[51]</sup>发现经直接时效处理的K4202合金性能相较于其他热处理可获得更佳优异的力学性能,其中拉伸性能得到大幅提高,抗拉强度达1320.6MPa,比沉积态提高了近43%。

Tomus等<sup>[52]</sup>通过研究HT及HIT等热处理方式对哈氏合金

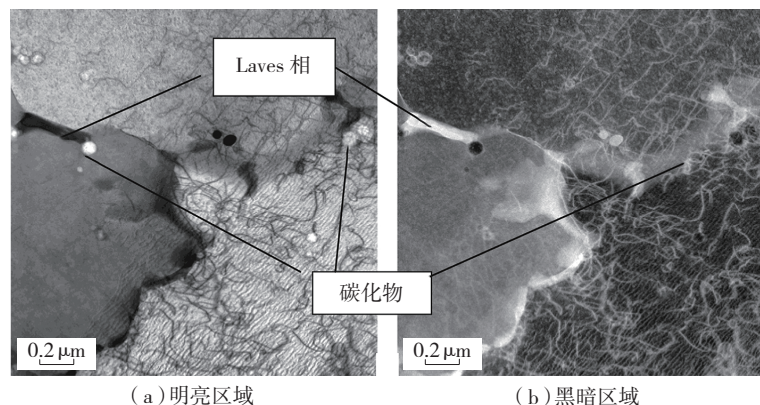


图8 含6%Re的IN718 微观组织在Z方向上的TEM图  
Fig.8 TEM images with Z-contrast of NHT IN718 with 6% Re microstructure

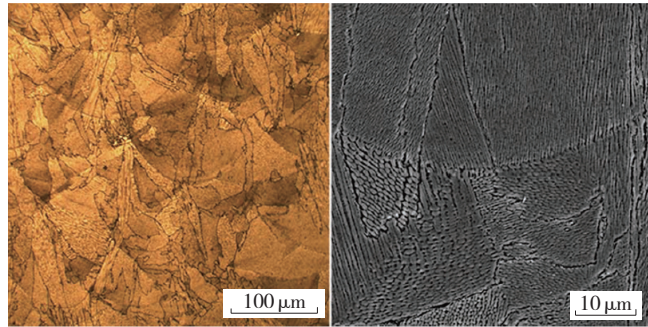
表3 经热处理后的各种高温镍基合金的材料力学性能

材料	SLM 成形			HIP			固溶处理			固溶 + 时效处理		
	屈服强度 / MPa	抗拉强度 / MPa	延伸率 / %	屈服强度 / MPa	抗拉强度 / MPa	延伸率 / %	屈服强度 / MPa	抗拉强度 / MPa	延伸率 / %	屈服强度 / MPa	抗拉强度 / MPa	延伸率 / %
K4202 <sup>[51]</sup>	722	948	19	—	—	—	901	1224	27.3	878	1264	18.3
Hastelloy X <sup>[52]</sup>	630 ± 10	700 ± 10	8 ± 1	440 ± 10	800 ± 10	40 ± 1	400 ± 10	660 ± 10	21 ± 1	—	—	—
IN738LC <sup>[14,38]</sup>	786 ± 4	1162 ± 35	11 ± 2	932 ± 4	1350 ± 22	14 ± 1	—	—	—	981 ± 12	1450 ± 16	14 ± 1
IN625 <sup>[53-54]</sup>	700 ± 40	1011 ± 30	36 ± 5	420	940	59	386	910	54.4	480	950	53
IN718 <sup>[55-56]</sup>	668 ± 16	1011 ± 27	22 ± 2	645 ± 6	1025 ± 14	38 ± 1	875 ± 11	1153 ± 4	17 ± 2	723 ± 55	1117 ± 45	16 ± 3

Hastelloy-X 的组织及其性能影响后发现,在热处理的作用后熔池边界 MPB 消失,微观组织中枝状晶发生溶解并呈现均匀化(图 10),等轴晶形成,熔池边界和碳化物的演变对样件的力学性能产生了重要的影响:经 HT 后的零件屈服强度比 SLM 成形件降低了 200MPa 左右,低至 400MPa 左右,这与亚晶界的位错重新排列有关;经 HT 后的 UTS 在 HIP 加工后增加至 800MPa 同 SLM 成形件基本持平,延伸率相比 SLM 成形件明显提高了 15% 左右。

Geiger 等<sup>[58]</sup>发现通过对于 IN738LC 成形件进行再结晶热处理后,热处理试样的晶粒尺寸相较净成形试样更加细小,表层的晶粒组织更加均匀(图 11);其织构强度和杨氏模量的各向异性显著降低且杨氏模量提高了近 40GPa,这主要与重结晶和退火孪晶的形成、新的晶体取向有关。

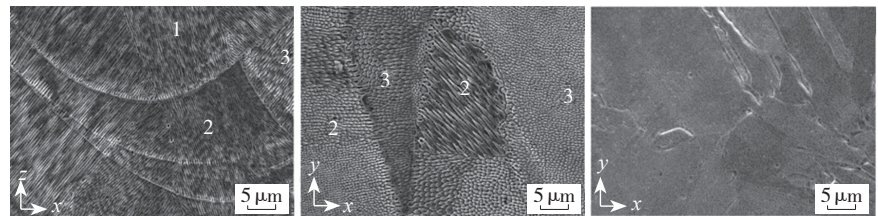
闫岸如等<sup>[59]</sup>通过对 SLM IN718 合金样件进行固溶+时效处理后发现,经过热处理后的微观组织由外延生长的树枝转变为等轴晶(图 12),且经 1065℃ 固溶强化后的合金晶粒尺寸小于 980℃ 固溶处理后的合金晶粒,前者的高温拉伸性能和持久性亦高于后者,其主要原因与  $\gamma'$  相和  $\gamma''$  相的沉淀强化、脆性 Laves 相的完全溶解有关;Ströbner 等<sup>[60]</sup>发现经过均匀化处理后的 IN718 成形件同锻造材料的性能相当,并且合金具有更为均匀的晶粒分布。邓晓阳等<sup>[61]</sup>发现经固溶处理后合金的枝状晶变成了等轴晶粒,再经时效处理后晶粒长大,合金内开始析出富含 Ni 和 Nb 的针状和短棒状析出相  $\delta$  相,对晶界具有钉扎作用,能有效抑制晶粒的长大,但随固溶温度的升高, $\delta$  相析出量减少,故致使部分晶粒出现异常长大;在双时效处理过程中析出圆盘状析出相  $\gamma''$  相和黑点状析出相  $\gamma'$  相,对合金性能具有明显强化



(a) OM 图像 (b) SEM 图像

图9 HT2试样纵截面显微组织的OM和SEM图像

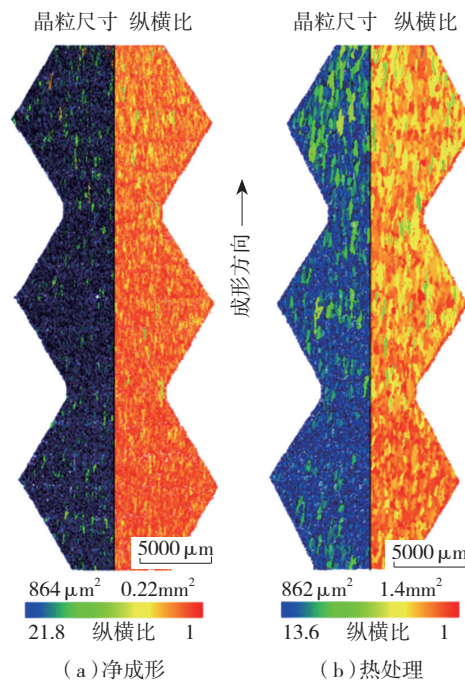
Fig.9 OM and SEM images of HT2 sample on vertical section



(a) SLM 样品垂直方向 (b) SLM 样品水平方向 (c) 经 HT 后枝晶溶解

图10 Hastelloy X 合金样品微观组织SEM图

Fig.10 SEM images of Hastelloy X microstructure



(a) 净成形 (b) 热处理

注:根据样品在净成形和完全热处理状态下存在颗粒的最佳拟合椭圆的晶粒尺寸和纵横比进行着色;在晶粒尺寸图中取向大于 $7^\circ$ 的晶界被绘成黑色, $\Sigma 3$ 孪晶边界被着色为白色。

图11 SLM成形态和完全热处理状态下晶粒最佳拟合椭圆的粒径和长宽比

Fig.11 Map colored according to the grain size and the aspect ratio of the best fit ellipse of the grains present in the samples in as-built condition and in fully heat treated condition

性能。

经均匀化热处理后,SLM 成形件的组织逐步均匀化,外延生长的枝

状晶结构转变为细小的等轴晶粒,由于温度梯度以及热流分布不均所产生的熔池边界破碎消失,组织中富含

Ni 和 Nb 的针状和短棒状析出相  $\delta$  相逐步析出,有效地实现了晶界的钉扎作用,进一步限制了晶粒的长大;经固溶和时效处理后,  $\gamma'$  相和  $\gamma''$  相的沉淀析出强化,脆性 Laves 相完全溶解, MC 碳化物增加,样件的性能因此得到充分改善;从不同的研究中表明,经热处理后的成形件各项力学性能包括屈服强度、抗拉强度、硬度等均能达到或超过锻件标准,屈服强度相较于净成形件提高了 5%~20% 不等,抗拉强度最高可达 28%<sup>[14,38,49,55-56]</sup>,整体性能要求基本满足航空航天样件标准。

## 高温镍基合金 SLM 研究热点及关键科学问题

### 1 复合材料增强性能

在众多影响高温镍基合金成形质量的因素中,材料自身的可成形性与性能极限很大程度上限制了成形件的性能强化提高。因此,通过在镍基高温合金中添加不同的化学物质如碳化物、硼化物等形成复合材料以获得更加优异的材料硬度、抗氧化性、机械性能等<sup>[62]</sup>,从而使成形零件能够适应更为复杂的工况环境。

Yao 等<sup>[63]</sup>对纳米复合物 IN718/TiC 成形零件进行性能及微观组织测试后发现,纳米复合材料 IN718/TiC 成形件的拉伸强度较纯 IN718 零件高出 130MPa 左右,抗拉强度较后者高出 90MPa 左右,其原因同未熔融的纳米 TiC 颗粒的晶粒细化和位错钉扎作用有关。Zhang 等<sup>[64]</sup>发现向 IN625 中添加 TiB<sub>2</sub> 之后,原先的柱状晶粒转变为细小的树枝状,样件中的微裂纹密度下降,颗粒表面形成细小的机带结构,促使成形件的硬度和弹性模量均高于净 IN625 成形件,实现了 IN625 成形件的强化作用。选用新的硼化物、碳化物等增强高温镍基合金材料的机械性能,改善其微观组织仍需研究人员进一步深入探索。

### 2 高端分析测试方法

高温镍基合金的净成形机理和相组成析出状态分析是深入探讨成形性能和质量的基础。在成形过程中运用新的分析测试方法测定低熔点合金元素的分布、新相的形成及分布、裂纹形成与扩展机理等,实现测试试验的便捷性和准确性。

Cao 等<sup>[65]</sup>利用 HRTEM 等技术对  $\gamma$  奥氏体相基体的显微结构进行分析时发现,在  $\gamma$  型奥氏体基体中形成了圆盘状和立方形  $\gamma''$ ,圆形  $\gamma'$  沉淀,平均尺寸为 10~50nm,而在暗场成形观察下发现  $\gamma$  奥氏体相基体存在的亚结构为  $\gamma'$  和  $\gamma''$  相的

3 个变体,包括有较粗针状  $\gamma''$  相的 [100] [010] 变体、板状和球状的  $\delta$  相析出物(图 13<sup>[65]</sup>)。Perevoshchikova 等<sup>[14]</sup>首次将 Doehlert 设计方法应用于 SLM 参数优化试验中,仅用 14 次设计试验后所得的最佳参数与阿基米德方法和图像分析法所得的最佳参数基本一致,证实了 Doehlert 设计方法在 SLM 参数优化中的可行性。Cheng 等<sup>[66]</sup>利用近红外热像仪对不同 SLM 机器中镍基高温合金粉末熔池的尺寸和变化进行测定和分析后发现,熔池尺寸为平均长度 (360 ± 11)  $\mu\text{m}$ ,平均宽度 (210 ± 13)

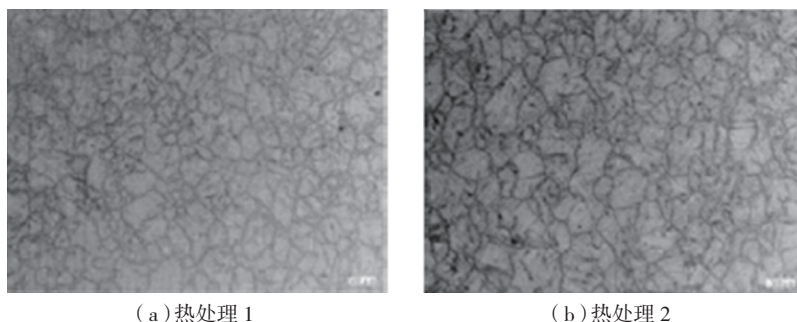


图12 不同热处理状态下的光镜照片

Fig.12 Microstructure of SLMed parts at different heat treatment states showed by OM

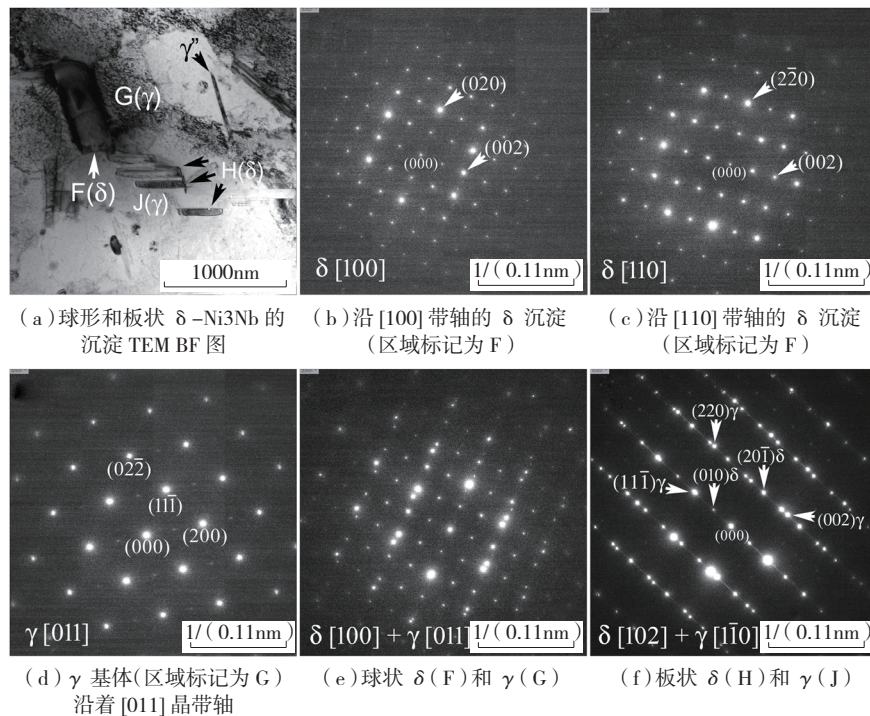


图13  $\gamma$  沉淀和  $\delta$  沉淀TEM图与SAED分析图

Fig.13 TEM image and SAED patterns of  $\gamma$  precipitation and  $\delta$  precipitation

$\mu\text{m}$ , 说明了熔池测量的可行性。

通过新监测手段进行测定 Laves 相和 MC 碳化物的分布区域和分布面积, 选择最佳的热处理方式和时间改善 SLM 制造镍基高温合金零件中的组织结构, 消除有害相, 以提高高温力学性能和表面粗糙度, 以使成形件更适合于高温高压强腐蚀工作环境。

### 3 高温蠕变疲劳行为分析

高温蠕变行为分析以及高周疲劳行为测试是航空航天零件测试的关键内容。作为航天发动机重要零部件的制造来源之一(图 14), 高温镍基合金成形零件在高温下的蠕变行为和长周期疲劳强度测试的结果以及其最终的断裂失效原因分析决定了其是否能在复杂工况下稳定地运行工作。

Kanagarajah 等<sup>[67]</sup>对 IN939 SLM 成形件进行室温下的高周疲劳测试, 其疲劳寿命显著高于铸造状态下的疲劳性能, 但经过时效处理后的成形样件表现出较低的疲劳寿命, 这同加工过程中的孔隙率有直接的关系, 对 IN939 的性能测试仍需研究人员进一步深入探索。Koutiri 等<sup>[68]</sup>通过不断调整激光功率密度等常规参数和零件倾斜角, 轮廓扫描方式等特殊参数以使零件在达到最佳致密度的基础上最大程度减少扫描过程中飞溅污染物的形成和影响, 其中在加工参数比 VED 值处于最佳位置(轮廓参数为  $93\text{J}/\text{mm}^3$ , 阴影参数为  $87\text{J}/\text{mm}^3$ ), 恒定形成角为  $10^\circ$  时, 零件的平均表面粗糙度和孔隙率都能达到较为理想的状态, 以适用于疲劳试验的测试; 在对疲劳测试的断裂表面分析中发现样件失效的原因归结于加工过程中直径约为  $150\mu\text{m}$  的飞溅物散落于粉末中(图 15<sup>[68]</sup>), 后嵌入零件内部形成孔洞缺陷。通过新技术手段对样件加工过程中飞溅物的形成与消除进行深入研究, 对提高高温镍基合金样件的疲劳强度及蠕

变特性具有重要意义。

### 4 微观结构形成与演化规律

微孔隙和微裂缝的演化规律: 在合适的加工参数下, 减少组织中存在的微孔隙和微裂缝, 提高致密度是改善组织性能的重要手段, 同时高温状态下微裂缝的存在也易形成应力集中, 而残余应力的作用又促使裂纹增大, 使零件使用效率降低<sup>[69]</sup>。因此, 应该从理论和试验过程中探索微孔隙和微裂缝的演化规律, 在实际加工过程中消除微孔隙和微裂缝的消

极影响, 从而提高其显微硬度等性能。

## 结论

(1) 基于粉末床激光熔化成形技术进行高温镍基合金的常用材料有 K4202、Hasteloy X、In738LC、IN625 和 IN718 等, 正待研究开发中的合金材料有 K536、GH4169、CMSX486、CM247LC 系列高温合金。

(2) 通过对比不同材料经 SLM 成形和热处理后的微观组织、缺陷形

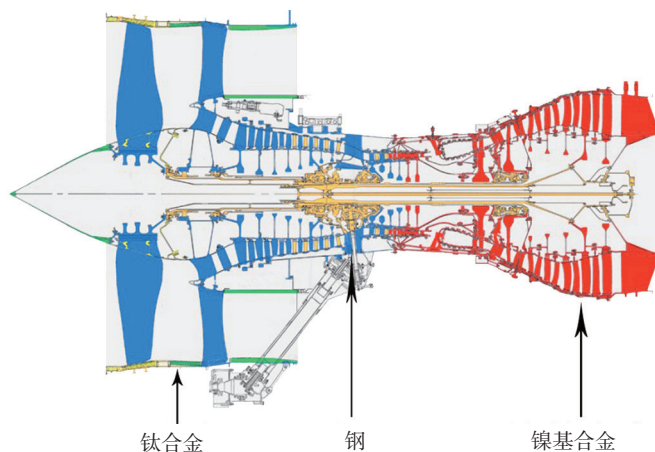


图14 高温镍基合金在涡轮发动机中的应用情况  
Fig.14 Application of Ni-based superalloy in turbine engine

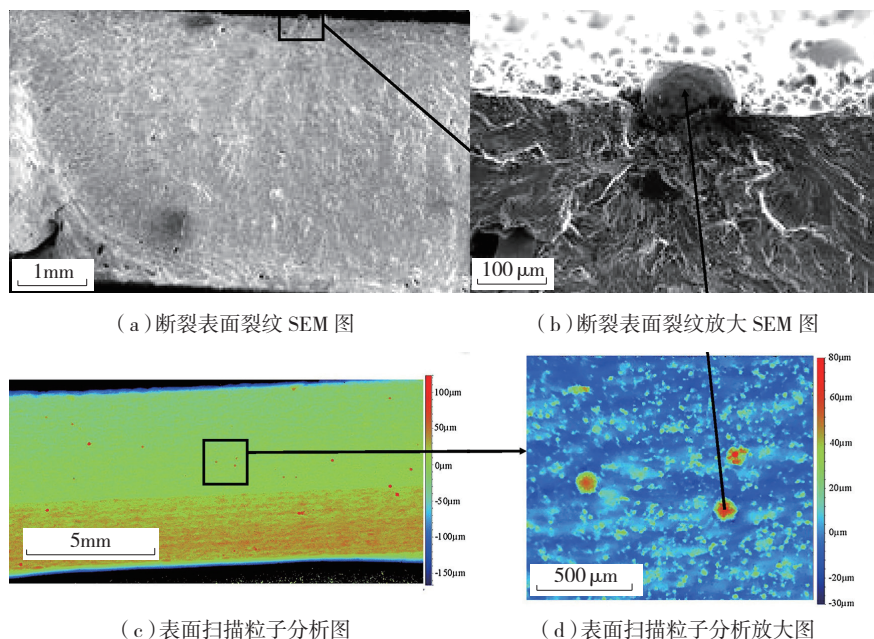


图15 疲劳失效断裂表面分析图  
Fig.15 Image of fatigue failure fracture surface and analysis

成和机械性能,阐述了 SLM 成形镍基高温合金的成形机理和热处理对组织性能改善方面的重要作用。

(3) 系统地分析了国内外对 SLM 成形镍基高温合金最新的研究进展,进一步提出了正待解决的科学问题,展望了高温镍基合金未来的研究发展趋势。

### 参考文献

[1] XIA M, GU D, YU G, et al. Selective laser melting 3D printing of Ni-based superalloy: understanding thermodynamic mechanisms[J]. Science Bulletin, 2016, 61(13): 1013-1022.

[2] 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,2014,57(19):46-49.

ZHAO Zhiguo, BO Lin, LI Li, et al. Status and progress of selective laser melting forming technology[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2014, 57(19): 46-49.

[3] ABE F, OSAKADA K, SHIOMI M. The manufacturing of hard tools from metallic powders by selective laser melting[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2001, 111(1): 210-213.

[4] 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):74-82.

DAI Donghua, GU Dongdong, LI Yali, et al. Numerical simulation of metallurgical behavior of melt pool during selective laser melting of W-Cu composite powder system[J]. Chinese Journal of Lasers, 2013, 40(11): 74-82.

[5] VRANCKEN B, THIJS L, KRUTH J P, et al. Heat treatment of Ti6Al4V produced by selective laser melting: microstructure and mechanical properties[J]. Journal of Alloys & Compounds, 2012, 541: 177-185.

[6] YADROITSEV I, SHISHKOVSKY I, BERTRAND P, et al. Manufacturing of fine-structured 3D porous filter elements by selective laser melting[J]. Applied Surface Science, 2009, 255(10): 5523-5527.

[7] 吴明阳,王博,程耀楠,等.高温合金材料特性及加工技术进展[J].哈尔滨理工大学学报,2015,20(6):24-31.

WU Mingyang, WANG Bo, CHENG Yaonan,

et al. Development of the material properties and machining technology of superalloy[J]. Journal of Harbin University of Science & Technology, 2015, 20(6): 24-31.

[8] FURRER D, FECHT H. Ni-based superalloys for turbine discs[J]. Journal of Metals, 1999, 51(1): 14-17.

[9] TROSCHE T, STRÖBNER J, VÖLKL R, et al. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting[J]. Materials Letters, 2016, 164: 428-431.

[10] NI M, CHEN C, WANG X, et al. Anisotropic tensile behavior of in situ precipitation strengthened inconel 718 fabricated by additive manufacturing[J]. Materials Science & Engineering A, 2017, 701: 344-351.

[11] 刘邦涛,孙福久,杜爽,等. IN718 镍基高温合金选择性激光熔化成形的制备及性能[J].热处理技术与装备,2015,36(5):82-84.

LIU Bangtao, SUN Fujiu, DU Shuang, et al. Preparation and properties of IN718 Ni-base high temperature alloy by selective laser melting forming[J]. Heat Treatment Technology and Equipment, 2015, 36(5): 82-84.

[12] 王建国,邵冲,赵明汉,等. K4202 镍基铸造高温合金的组织研究[J].现代制造工程,2007(9):91-93.

WANG Jianming, SHAO Chong, ZHAO Minghan, et al. Study on the microstructure of K4202 Ni-base casting superalloy[J]. Modern Manufacturing Engineering, 2007(9): 91-93.

[13] ZHANG H, FAN E X, WANG C, et al. Investigation on microstructure and mechanical behaviour of one wrought nickel-based superalloy obtained by selective laser melting process[C]//Proceedings of Shanghai 2017 Global Power and Propulsion Forum. Shanghai, 2017.

[14] PEREVOSHCHIKOVA N, RIGAUD J, SHA Y, et al. Optimisation of selective laser melting parameters for the Ni-based superalloy IN738 LC using doehler's design[J]. Rapid Prototyping Journal, 2017, 23(5): 881-892.

[15] 张洁,李帅,魏青松,等.激光选区熔化 Inconel 625 合金开裂行为及抑制研究[J].稀有金属,2015,39(11):961-966.

ZHANG Jie, LI Shuai, WEI Qingsong, et al. Cracking behavior and inhibiting process

of Inconel 625 alloy formed by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2015, 39(11): 961-966.

[16] 魏先平,郑文杰,宋志刚,等.热处理对 Inconel 718 合金组织及力学性能的影响[J].材料热处理学报,2012,33(8):53-58.

WEI Xianping, ZHENG Wenjie, SONG Zhigang, et al. Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Inconel 718 alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2012, 33(8): 53-58.

[17] 邵冲,李俊涛,吴剑涛,等. K4202 镍基铸造高温合金的研究[C]//第11届中国高温合金年会论文集.北京:冶金工业出版社,2007.

SHAO Chong, LI Juntao, WU Jiantao, et al. Study on Ni-base casting superalloy K4202[C]//The Proceedings of China Eleventh Annual Meeting of High Temperature Alloy. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2007.

[18] WANG X, DALLEMAGNE A, HOU Y, et al. Effect of thermomechanical processing on grain boundary character distribution of Hastelloy X alloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 669: 95-102.

[19] AGHAIE-KHAFRI M, GOLARZI N. Forming behavior and workability of Hastelloy X superalloy during hot deformation[J]. Materials Science & Engineering A, 2008, 486(1-2): 641-647.

[20] 周同金,马秀萍,田水,等.固溶冷却速率对 IN738 LC 合金组织及性能的影响[J].金属热处理,2015,40(11):153-156.

ZHOU Tongjin, MA Xiuping, TIAN Shui, et al. Effect of solution cooling rate on microstructure and mechanical properties of IN738 LC superalloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2015, 40(11): 153-156.

[21] DANIS Y, ARVIEU C, LACOSTE E, et al. An investigation on thermal, metallurgical and mechanical states in weld cracking of Inconel 738 LC superalloy[J]. Materials & Design, 2010, 31(1): 402-416.

[22] YADROITSEV I, THIVILLON L, BERTRAND P, et al. Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder[J]. Applied Surface Science, 2007, 254(4): 980-983.

[23] DINDA G P, DASGUPTA A K, MAZUMDER J. Laser aided direct

- metal deposition of Inconel 625 superalloy: microstructural evolution and thermal stability[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2009, 509(1-2): 98-104.
- [24] LIU B, WEI X, WANG W, et al. Corrosion behavior of Ni-based alloys in molten NaCl-CaCl<sub>2</sub>-MgCl<sub>2</sub>, eutectic salt for concentrating solar power[J]. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 2017, 170: 77-86.
- [25] 席明哲, 高士友. 激光快速成形 Inconel 718 超合金拉伸力学性能研究 [J]. *中国激光*, 2012, 39(3): 68-73.
- XI Mingzhe, GAO Shiyu. Research on tensile properties of Inconel 718 superalloy fabricated by laser rapid forming process[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2012, 39(3): 68-73.
- [26] AZADIAN S, WEI L Y, WARREN R. Delta phase precipitation in Inconel 718[J]. *Materials Characterization*, 2004, 53(1): 7-16.
- [27] 宁永权, 姚泽坤, 郭鸿镇, 等. 等温锻造对 IN718 合金组织和性能的影响 [J]. *热加工工艺*, 2007, 36(21): 65-67.
- NING Yongquan, YAO Zekun, GUO Hongzhen, et al. Effect of isothermal forging on microstructure and mechanical properties of IN718 alloy[J]. *Hot Working Technology*, 2007, 36(21): 65-67.
- [28] 范强, 韩锋, 杜婷. 碳对 K536 合金冷热疲劳性能的影响 [J]. *金属材料研究*, 2012(1): 17-21.
- FAN Qiang, HAN Feng, DU Ting. Effect of carbon content on fatigue of K536 superalloy[J]. *Research on Metallic Materials*, 2012(1): 17-21.
- [29] 杜金辉, 邓群, 曲敬龙, 等. GH4169 合金盘锻件制备技术发展趋势 [J]. *钢铁研究学报*, 2011(S2): 130-133.
- DU Jinhui, DENG Qun, QU Jinglong, et al. Development trend of manufacturing technology of alloy GH4169 disk forging[J]. *Journal of Iron & Steel Research*, 2011(S2): 130-133.
- [30] CARTER L N, ESSA K, ATTALLAH M M. Optimisation of selective laser melting for a high temperature Ni-superalloy[J]. *Rapid Prototyping Journal*, 2015, 21(4): 423-432.
- [31] WANG X, CARTER L N, PANG B, et al. Microstructure and yield strength of SLM-fabricated CM247LC Ni-superalloy[J]. *Acta Materialia*, 2017, 128: 87-95.
- [32] XU R D, JIAO Z H, YU H C. Experimental evaluation of fatigue behaviors and tensile properties of selective laser melted K536 alloy at elevated temperatures[J]. *Procedia Structural Integrity*, 2017, 7: 84-91.
- [33] 尹燕, 刘鹏宇, 路超, 等. 选区激光熔化 GH4169 粉体特性及成型件组织结构的研究 [J]. *热喷涂技术*, 2017, 9(3): 56-62.
- YIN Yan, LIU Pengyu, LU Chao, et al. Study on the characteristics of GH4169 powder and the microstructure of molded parts[J]. *Thermal Spray Technology*, 2017, 9(3): 56-62.
- [34] SABELKIN V, JOSHI G, MALL S, et al. Monotonic tension and creep behavior of single crystal CMSX-486 under combustion environment[J]. *Materials Science & Engineering A: Structural Materials Properties Microstructure & Processing*, 2013, 569(4): 106-116.
- [35] HARRIS K, ERICKSON G L, SCHWERTER R E. MAR M 247 derivations - CM 247 LC DS alloy and CMSX single crystal alloys: properties & performance[C]//*Proceedings of the 5th International Symposium. on Superalloys. Champion*, 1984: 221-230.
- [36] 左蔚, 张权明, 吴文杰, 等. K4202 高温合金激光选区熔化成形微观组织研究 [J]. *火箭推进*, 2017, 43(1): 55-59.
- ZUO Wei, ZHANG Quanming, WU Wenjie, et al. Microstructure of selective laser melted nickel-based superalloy K4202[J]. *Journal of Rocket Propulsion*, 2017, 43(1): 55-59.
- [37] TOMUS D, ROMETSCH P A, HEILMAIER M, et al. Effect of minor alloying elements on crack-formation characteristics of Hastelloy-X manufactured by selective laser melting[J]. *Additive Manufacturing*, 2017, 16: 65-72.
- [38] RICKENBACHER L, ETTER T, HÖVEL S, et al. High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology[J]. *Rapid Prototyping Journal*, 2013, 19(4): 282-290.
- [39] CLOOTS M, UGGOWITZER P J, WEGENER K. Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using gaussian and doughnut profiles[J]. *Materials & Design*, 2016, 89: 770-784.
- [40] 张洁. 激光选区熔化 NI 625 合金工艺基础研究 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2015.
- ZHANG Jie. Study on foundational process of Ni 625 alloy formed by selective laser melting[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2015.
- [41] CHOI J P, SHIN G H, YANG S, et al. Densification and microstructural investigation of Inconel 718 parts fabricated by selective laser melting[J]. *Powder Technology*, 2017, 310: 60-66.
- [42] POPOVICH V A, BORISOV E V, POPOVICH A A, et al. Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties[J]. *Materials & Design*, 2017, 114: 441-449.
- [43] BRYNK T, PAKIELA Z, LUDWICHOWSKA K, et al. Fatigue crack growth rate and tensile strength of re modified Inconel 718 produced by means of selective laser melting[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 698: 289-301.
- [44] CHLEBUS E, GRUBER K, 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.
- [45] 任英磊, 金涛, 管恒荣, 等. 固溶处理对 1 种镍基单晶高温合金组织的影响 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2003, 32(4): 287-290.
- REN Yinglei, JIN Tao, GUAN Hengrong, et al. Effect of solid-solution on the microstructures of a nickel-base single crystal superalloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2003, 32(4): 287-290.
- [46] 赵双群, 谢锡善. 一种新型镍基高温合金长期时效后的组织和性能 [J]. *金属学报*, 2003, 39(4): 399-404.
- ZHAO Shuangqun, XIE Xishan. Properties and microstructure after long term aging at different temperatures for a new nickel base superalloy[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2003, 39(4): 399-404.
- [47] 余乾. 微量元素 C 和 MG 对一种镍基高温合金组织和力学性能的影响 [J]. *航空材料学报*, 2006, 26(4): 11-13.
- YU Qian. Influences of C and MG on microstructures and mechanical properties of a nickel base superalloy[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2006, 26(4): 11-13.
- [48] 国为民, 张凤戈, 张莹, 等. 镍基粉末高温合金的组织、性能与成型和热

处理工艺关系的研究[J]. 材料导报, 2003, 17(3):11-15.

GUO Weimin, ZHANG Fengge, ZHANG Ying, et al. Research on microstructure, properties and heat-treatment of nickel-base PM superalloy[J]. Materials Review, 2003, 17(3): 11-15.

[49] 王会阳, 安云岐, 李承宇, 等. 镍基高温合金材料的研究进展[J]. 材料导报, 2011(S2): 482-486.

WANG Huiyang, AN Yunqi, LI Chengyu, et al. Research progress of Ni-based superalloys[J]. Materials Review, 2011(S2): 482-486.

[50] ZHANG D Y, NIU W, CAO X Y, 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.

[51] 左蔚, 张权明, 雷玥, 等. K4202 镍基高温合金激光选区熔化成形室温拉伸性能研究[J]. 火箭推进, 2017, 43(3): 53-58.

ZUO Wei, ZHANG Quanming, LEI Yue, et al. Mechanical properties of selective laser melted and shaped K4202 nickel-based superalloy at room temperature[J]. Journal of Rocket Propulsion, 2017, 43(3): 53-58.

[52] TOMUS D, TIAN Y, ROMETSCH P A, et al. Influence of post heat treatments on anisotropy of Mechanical behaviour and microstructure of hastelloy-X parts produced by selective laser melting[J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 667: 42-53.

[53] ALENA K, VLADIMIR B, SYLVAIN T, et al. Influence of thermo- and hip treatments on the microstructure and mechanical properties of IN625 alloy parts produced by selective laser melting: a comparative study[J]. Materials Science Forum, 2017, 879: 1008-1013.

[54] 杨启云, 吴玉道, 沙菲. 选区激光熔化成形 Inconel625 合金的显微组织及力学性能[J]. 机械工程材料, 2016, 40(6): 83-87.

YANG Qiyun, WU Yudao, SHA Fei. Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy manufactured by selective laser melting[J]. Materials for Mechanical Engineering, 2016, 40(6): 83-87.

[55] CHLEBUS E, GRUBER K, KUŹNICKA 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: 647-655.

[56] POPOVICH V A, BORISOV E V, POPOVICH A A, 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: 12-22.

[57] 黄文普, 喻寒琛, 殷杰, 等. 激光选区熔化成形 K4202 镍基铸造高温合金的组织性能[J]. 金属学报, 2016, 52(9): 1089-1095.

HUANG Wenpu, YU Hanchen, YIN jie, et al. Microstructure and mechanical properties of K4202 cast nickel base superalloy fabricated by selective laser melting[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2016, 52(9): 1089-1095.

[58] GEIGER F, KUNZE K, ETTER T. Tailoring the texture of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) by specific scanning strategies[J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 661: 240-246.

[59] 闫岸如, 杨恬恬, 王燕灵, 等. 变能量激光选区熔化成形 IN718 镍基超合金的成形工艺及高温机械性能[J]. 光学精密工程, 2015, 23(6): 1695-1704.

YAN Anru, YANG Tiantian, WANG Yanling, et al. Forming process and high-temperature mechanical properties of variable energy laser selective melting manufacturing IN718 superalloy[J]. Optics & Precision Engineering, 2015, 23(6): 1695-1704.

[60] STRÖBNER J, TEROCK M, GLATZEL U. Mechanical and microstructural investigation of nickel-based superalloy IN718 manufactured by selective laser melting (SLM) [J]. Advanced Engineering Materials, 2015, 17(8): 1099-1105.

[61] 邓晓阳, 鲁世强, WANG Yachao, 等. 热处理对 SLM 成形的 Inconel 718 合金组织的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2017, 37(8): 878-881.

DENG Xiaoyang, LU Shiqiang, WANG Yachao, et al. Effects of heat treatment on microstructures of Inconel 718 superalloy by selective laser melting[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2017, 37(8): 878-881.

[62] 石齐民, 顾冬冬, 顾荣海, 等. TiC/Inconel 718 复合材料选区激光熔化成形的热物理机制[J]. 稀有金属材料与工程, 2017(6): 1543-1550.

SHI Qimin, GU Dongdong, GU Ronghai, et al. Thermal-physical mechanisms during selective laser melting of TiC/Inconel 718 composites[J]. Rare Metal Materials & Engineering, 2017(6): 1543-1550.

[63] YAO X L, MOON S K, BING Y L, et al. Effects of heat treatment on microstructures and tensile properties of IN718/TiC nanocomposite fabricated by selective laser melting[J]. International Journal of Precision Engineering & Manufacturing, 2017, 18(12): 1693-1701.

[64] ZHANG B C, BI G J, NAI S, et al. Microhardness and microstructure evolution of TiB<sub>2</sub> reinforced Inconel 625/TiB<sub>2</sub> composite produced by selective laser melting[J]. Optics & Laser Technology, 2016, 80: 186-195.

[65] CAO G H, SUN T Y, WANG C H, et al. Investigations of  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  and  $\delta$  precipitates in heat-treated Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting[J]. Materials Characterization, 2018, 136: 398-406.

[66] CHENG B, LYDON J, COOPER K, et al. Infrared thermal imaging for melt pool analysis in SLM: a feasibility investigation[J]. Virtual & Physical Prototyping, 2018, 13(1): 8-13.

[67] KANAGARAJAH P, BRENNE F, NIENDORF T, et al. Inconel 939 processed by selective laser melting: effect of microstructure and temperature on the mechanical properties under static and cyclic loading[J]. Materials Science & Engineering A, 2013, 588(5): 188-195.

[68] KOUTIRI I, PESSARD E, PEYRE P, et al. Influence of SLM process parameters on the surface finish, porosity rate and fatigue behavior of as-built Inconel 625 parts[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 255: 536-546.

[69] BASS L, MILNER J, GNAUPEL-HEROLD T, et al. Residual stress in additive manufactured nickel alloy 625 parts[J]. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2018, 140(6): 63-74.

通讯作者: 杨永强, 博士、教授、博士生导师, 广东省增材制造协会会长、中国 3D 打印产业技术联盟副理事长, 研究方向为金属增材制造(3D 打印)技术, E-mail: meiyqiang@scut.edu.cn. (下转第 67 页)

- [10] DOBBELSTEIN H, THIELE M, GUREVICH E L, et al. Direct metal deposition of refractory high entropy alloy MoNbTaW[J]. Physics Procedia, 2016, 83: 624–633.
- [11] 王桂生, 田荣璋. 钛的应用技术[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2007.
- WANG Guisheng, TIAN Rongzhang. Applications of titanium[M]. Changsha: Central South University Press, 2007.
- [12] QI H, AZER M, RITTER A. Studies of standard heat treatment effects on microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured Inconel 718[J]. Metallurgical & Materials Transactions A, 2009, 40(10): 2410–2422.
- [13] 张凤英, 陈静, 谭华, 等. 钛合金激光快速成形过程中缺陷形成机理研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(2): 211–215.
- ZHANG Fengying, CHEN Jing, TAN Hua, et al. Study on the formation mechanism of defects in the rapid forming process of titanium alloy laser[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2007, 36(2): 211–215.
- [14] 陈志坤, 刘敏, 曾德长, 等. 激光熔覆裂纹的产生原因及消除方法探究[J]. 激光杂志, 2009, 30(1): 55–57.
- CHEN Zhikun, LIU Min, ZENG Dechang, et al. Research on formation causes and elimination methods of the laser cladding cracks[J]. Laser Journal, 2009, 30(1): 55–57.

通讯作者: 李涤尘, 博士、教授、长江学者特聘教授, 研究方向为增材制造技术、生物制造技术、增材制造应用技术等, E-mail: dcli@mail.xjtu.edu.cn。

## Study on Structure and Strength of NbMoTaTi Refractory High Entropy Alloy Fabricated by Laser Cladding Deposition

LI Qingyu<sup>1</sup>, LI Dichen<sup>1</sup>, ZHANG Hang<sup>1</sup>, ZHANG Anfeng<sup>1</sup>, LIANG Jingyi<sup>2</sup>, WANG Xinglixiang<sup>1</sup>, YAN Haoqi<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory for Manufacturing System Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China;  
2. State Key Laboratory for Mechanical Behavior Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

**[ABSTRACT]** The paper is to prepare the refractory high entropy alloy, NbMoTaTi, in aerospace industry by laser cladding deposition technology. The crystal structure of the alloy is single phase solid solution structure of BCC analyzed by X-ray diffraction. The grain size of the NbMoTaTi high entropy alloy is mostly between 2–12 $\mu\text{m}$ . The average micro-hardness is 397.6HV and the room temperature compression strength is 1301.83MPa. The high temperature compression strength under 1000 $^{\circ}\text{C}$  is only 347.28MPa because of the defects such as pores, without /incomplete melting Ta powder particles and cracks generated during the forming process of NbMoTaTi high entropy alloys, so further research is needed.

**Keywords:** Laser cladding deposition; High entropy alloy; Single phase solid solution; High temperature compression strength; Crack

(责编 铃兰)

(上接第 60 页)

## Research Progress on Selective Laser Melting of Nickel Based Superalloy

WANG Di<sup>1</sup>, QIAN Zeyu<sup>1</sup>, DOU Wenhao<sup>1</sup>, YANG Yongqiang<sup>1</sup>, LI Sheng<sup>2</sup>, BAI Yuchao<sup>1</sup>, XIAO Zefeng<sup>1</sup>  
(1. School of Mechanical and Automobile Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China;  
2. School of Metallurgy and Materials, The University of Birmingham, Birmingham B152TT, UK)

**[ABSTRACT]** High temperature nickel base alloy is one of the most important high-temperature alloy materials in the aerospace field, which has excellent fatigue resistance and creep characteristics under high temperature and high-pressure conditions. In this paper, we summarized the research progress on rapid manufacturing of high temperature nickel base alloy parts through laser powder bed fusion at home and abroad. First the authors systematically introduced several mature nickel base superalloys and that are still during development of nickel base alloy, then summarizes microstructure and defects characteristics of the SLMed nickel base alloy, and the corresponding changes of microstructure and mechanical properties after heat treatment. At last, several existing hot issues are also listed for SLM fabrication of nickel base alloy.

**Keywords:** Selective laser melting; High temperature nickel based superalloy; Microstructure; Heat treatment; Mechanical property

(责编 铃兰)