

分类号: TG665
密 级: 公开

单位代码: 10363
学 号: 2200140123

GH3536 合金选区激光熔化成形工艺及性能研究

Study on process and properties of selective laser melting forming of GH3536 alloy

学 生 姓 名: _____周陈巍_____

校 内 导 师: _____余小鲁_____

校 外 导 师: _____刘 桐_____

专 业 学 位 类 别: _____材料与化工_____

研究方向 (领域): _____增材制造_____

论文答辩日期: 2024 年 5 月

安徽工程大学学位论文原创性声明

本人郑重声明：我恪守学术道德，崇尚严谨学风。所呈交的学位论文，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已明确注明和引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品及成果的内容。论文为本人亲自撰写，我对所写的内容负责，并完全意识到本声明的法律后果由本人承担。

学位论文作者签名：周陈婉

日期：2024 年 5 月 29 日

安徽工程大学学位论文版权使用授权书

学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅或借阅。本人授权安徽工程大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

保密 ☐，在 _____ 年解密后适用本版权书。

本学位论文属于

不保密 ☐。

学位论文作者签名：周陈婉
日期：2024 年 5 月 29 日

指导教师签名：余小鲁
日期：2024 年 5 月 29 日

GH3536 合金选区激光熔化成形工艺及性能研究

摘 要

GH3536 高温合金是一种可以长时间工作，耐高温耐腐蚀、抗氧化的优秀高温合金，基体为 Ni，固溶元素有 Fe、Cr、W、Mo 等，因其优异的性能被广泛应用于航天航空发动机、船舶工业以及特殊环境（高温、腐蚀，摩擦等）中。航空航天发动机部件大多结构复杂，内部具有多种内流道，而内流道的表面精度又影响工作过程中的流体通量。针对这种复杂结构，锻造、焊接和铸造等传统的加工方式需使用模具，而模具的制作难以成形且需要很高的制作成本，模具制作完成后若没有得到预期结果，重新制造模具还会造成原料的浪费。激光选区熔化（SLM）技术具有制造速度快，可控性好，易修改等特点，常被用于结构复杂的高温合金零件的特异化制造中。但是，由于 SLM 过程具有快速熔化快速冷却的特性，镍基高温合金基于自身高热膨胀系数，容易在内部产生较大残余应力导致出现细小的微裂纹。本文以 GH3536 合金作为 SLM 成形材料，在不同工艺参数下对合金的 SLM 态的表面缺陷进行研究，主要探究其微观组织形貌与力学性能，并通过固溶热处理对 SLM 态缺陷进行改善，研究不同热处理温度下热处理态 GH3536 合金的力学性能，主要内容如下。

选取 5×4 共 20 组不同 SLM 工艺参数的 GH3536 高温合金，对其孔隙率、微裂纹的变化进行探讨，对不同工艺参数下的合金硬度进行研究，得到本文最佳成形参数，在本文最佳成形参数下观察 SLM 成形 GH3536 高温合金的微观组织，分析其力学性能。SLM 成形 GH3536 合金时，激光功率过低会导致输入的激光能量不足以充分熔化 GH3536 合金粉末，从而形成了较多孔洞与微裂纹，随着能量密度的升高，零件的微裂纹有了明显减小迹象，并且在合适的工艺参数下孔洞可以达到基本消除，致密度得到提高。GH3536 合金熔池中包含等轴晶和柱状晶，等轴晶在熔池中均匀分布，柱状晶垂直与熔池边界呈逆温度梯度方向生长。得到本实验工艺参数最好的一组试样后对 SLM 态合金进行固溶热处理，在 800°C 、 1000°C 、 1200°C 下进行 1h 热处理，之后对热处理态 GH3536 合金的微观组织形貌进行分析，并对其进行力学性能对比实验，研究在常温和不同固溶温度下的 GH3536 合金的拉伸性能和摩擦磨损性能的变化。通过分析可以知道， 1200°C 热处理后的 GH3536 合金在拉伸性能和摩擦磨损性能上均有不同程度的提高，主要原因在于经过 1200°C 热处理后，组织中柱状晶基本转化为等轴晶，均匀化程度提高。

关键词：GH3536 合金，激光选区熔化，显微组织，硬度，拉伸性能，摩擦磨损性能，热处理

Study on process and properties of selective laser melting forming of GH3536 alloy

ABSTRACT

GH3536 superalloy is an excellent superalloy with long working hours, high temperature resistance, corrosion resistance and oxidation resistance, The matrix is Ni, Solid solution elements are Fe, Cr, W, Mo, etc, because of its excellent performance is widely used in aerospace engines, Marine industry and special environment (high temperature, corrosion, friction, etc.). Most of the components of aerospace engines are complex in structure and have a variety of internal flow channels, and the surface accuracy of the internal flow channels affects the fluid flux in the working process. For this complex structure, traditional processing methods such as forging, welding and casting need to use molds, and the production of molds is difficult to form and requires high production costs. If the expected results are not obtained after the completion of mold production, re-manufacturing molds will also cause waste of raw materials. Laser selective melting (SLM) technology has the characteristics of fast manufacturing speed, good controllability and easy modification, and is often used in the special manufacturing of superalloy parts with complex structure. However, because SLM process has the characteristics of rapid melting and rapid cooling, nickel-based superalloys are easy to produce large residual stress in the internal due to its high thermal expansion coefficient, resulting in fine micro-cracks. In

this paper, GH3536 alloy is used as SLM forming material, and the surface defects in SLM state of the alloy are studied under different process parameters, mainly to explore its microstructure and mechanical properties. The defects in SLM state were improved by solution heat treatment, and the mechanical properties of GH3536 alloy at different heat treatment temperatures were studied. The main contents are as follows.

A total of 20 groups of 5×4 GH3536 superalloys with different SLM process parameters were selected to discuss the changes of their porosity and micro-cracks, and the alloy hardness under different process parameters was studied to obtain the best forming parameters in this paper, the microstructure of GH3536 superalloy formed by SLM was observed and its mechanical properties were analyzed under the optimum forming parameters. When SLM is forming GH3536 alloy, too low laser power will cause that the input laser energy is not enough to fully melt the GH3536 alloy powder, thus forming more holes and micro-cracks, with the increase of energy density, the micro-cracks of the parts have obvious signs of reduction, and the holes can be basically eliminated under appropriate process parameters, and the density is improved. The molten pool of GH3536 alloy contains equiaxed crystals and columnar crystals. The equiaxed crystals are uniformly distributed in the molten pool, and the columnar crystals grow in the direction of inverse temperature gradient perpendicular to the molten pool boundary. After obtaining a group of samples with the best technological parameters in this experiment, solid solution heat treatment of SLM alloy was carried out at 800, 1000, 1200 degree Celsius for 1h heat treatment, after that, the microstructure of heat-treated GH3536 alloy was analyzed, and the mechanical properties of GH3536 alloy were compared, and the changes

of tensile properties and friction wear properties of GH3536 alloy were studied at room temperature and different solution temperatures. It can be seen from the analysis that the tensile properties and friction and wear properties of GH3536 alloy after heat treatment at 1200 degree Celsius are improved in different degrees, The main reason is that after heat treatment at 1200 degree Celsius, the columnar crystals in the structure are basically transformed into equiaxial crystals, and the homogenization degree is improved.

Keyword:GH3536 alloy, laser selective melting, microstructure, hardness, tensile property, Friction and wear property, heat treatment

目录

摘 要.....	I
ABSTRACT.....	III
第 1 章 绪论.....	1
1.1 引言.....	1
1.2 镍基高温合金研究现状.....	2
1.2.1 镍基高温合金发展历程.....	2
1.2.2 镍基高温合金主要强化机制.....	3
1.2.3 镍基高温合金物相组织生成及作用.....	5
1.3 GH3536 合金简介.....	6
1.4 SLM 成形 GH3536 合金研究现状.....	7
1.4.1 SLM 激光选区熔化技术简介.....	7
1.4.2 国内外 SLM 成形 GH3536 合金的研究进展.....	10
1.5 课题主要研究内容.....	11
第 2 章 实验方法及材料.....	13
2.1 实验方案.....	13
2.1.1 实验原材料.....	13
2.1.2 实验技术路线图.....	13
2.2 材料制备工艺过程.....	14
2.2.1 GH3536 粉末检测.....	14
2.2.2 SLM 打印 GH3536 合金.....	14
2.2.3 试样制备过程.....	15
2.3 物相组织分析.....	16
2.4 力学性能测试.....	16
第 3 章 SLM 态 GH3536 合金相组成及性能研究.....	18
3.1 引言.....	18
3.2 实验过程.....	18

3.3 结果与讨论.....	19
3.3.1 工艺参数对合金表面形貌的影响.....	19
3.3.2 物相分析.....	21
3.3.3 金相组织分析.....	23
3.3.4 力学性能分析.....	25
3.4 本章小结.....	29
第 4 章 热处理态 GH3536 合金组织及性能研究.....	31
4.1 引言.....	31
4.2 微观结构表征.....	31
4.3 硬度分析.....	32
4.4 室温拉伸性能.....	33
4.4.1 抗拉强度分析.....	33
4.4.2 合金拉伸断口分析.....	35
4.5 室温摩擦磨损性能.....	36
4.5.1 热处理对摩擦系数的影响.....	36
4.5.2 热处理对磨痕与磨损率的影响.....	38
4.5.3 热处理对磨损机理的影响.....	40
4.5.4 载荷对摩擦系数的影响.....	42
4.5.5 载荷对磨痕与磨损率的影响.....	44
4.5.6 载荷对磨损机理的影响.....	45
4.6 本章小结.....	46
结论.....	49
攻读硕士学位期间主要研究成果.....	51
参考文献.....	52
致谢.....	56

第 1 章 绪论

1.1 引言

高温合金是一种可以长时间工作在 600°C 以上高温环境的且具有很好金属稳定性的优质金属，以其良好的高温塑性和优异的抗疲劳性能、抗氧化性能及耐腐蚀性在市场上被称做“超合金”。自 1956 年我国首次炼制高温合金以来，高温合金现已经应用于各行各业，其中在航空航天领域的应用尤为重要^[1]。据统计，航空航天领域应用高温合金作为发动机高温部件原材料的应用比重已经达到 60% 左右^[2]。

高温合金种类繁多，由基体种类大致可分为镍基、钴基和铁基三类^[3]，钴元素是一种稀有元素，无法大量投入生产，又因钴元素是一种战略性物资，而我国钴元素储量仅占世界 1% 左右，铁基高温合金的组织不稳定，在高温环境下难以长时间工作，由此镍基高温合金在高温合金领域占据重要地位^[4]。

航空航天领域在近年发展迅速，由此对航空领域动力室的高温部件要求越来越高，部件向着更加复杂化、薄壁化、一体化的趋势发展。以航天高性能火箭发动机为例^[5]，其部件一直在高热、高载荷等工作环境中工作，现阶段的发动机热端部件的工作温度一般在 900°C 左右，最高工作温度可达到 1100°C 以上，大部分的高温合金无法完成如此艰巨的任务，因此长期再高温环境下工作的发动机零件对材料的耐高温耐腐蚀及高温稳定性的需求加大了，镍基高温合金成为大多数高温领域使用的合金。但是，镍基高温合金本身具有较好的耐高温、抗拉伸、耐磨损的特性^[6]，使用传统铸锻焊制造镍基高温合金零件较为复杂，传统的铸锻焊要制造大型薄壁的复杂零件，首先需要制造模具，模具的制造工艺流程长、设计难、损耗高，且在使用时发现问题难以更改，此时需要一种新型制造技术来改变现状^[7]。

近年来，随着科技的进步，制造业需要降低模型制造的成本问题，一种新型制造技术：增材制造技术应运而生，并开始快速发展。增材制造是一种快速成型技术，涉及材料、机械、计算机等多种学科，该技术基于数字模型，通过

逐层打印的方式来实现复杂部件的构造，将材料与结构融入到制造中，极大缩减了模型制造成本^[8]。激光选区熔化（SLM）是增材制造技术的一种，其原理是使用金属粉末通过逐层打印制造出力学性能优异及结构复杂的金属零件^[9]。未来高温环境下结构复杂零部件生产趋势由传统铸锻焊向 SLM 成形镍基高温合金技术转变，SLM 技术能够推动航天航空，核工厂，医疗器械等众多领域的发展^[10]。

1.2 镍基高温合金研究现状

1.2.1 镍基高温合金发展历程

镍基高温合金是一种奥氏体合金，其基体元素为 Ni，固溶元素有 Mo、W、Cr、Al、Ti、B、Nb、Re 等多种元素。镍基高温合金具有优异的抗腐蚀、耐高温、抗氧化等性能，在高温合金应用市场中比钴基、铁基更受欢迎，且镍基高温合金组织较为稳定，可长时间工作，长期工作温度大致在 650~ 900℃之间。短期工作温度可达 1200℃以上^[11]。

目前镍基高温合金的主要应用方向在航空航天领域，一般都被用作如发动机等长期高温环境下的零件。图 1-1 为镍基高温合金在航空涡轮发动机中的应用情况，主要应用部位在整个涡轮发动机后半部分部件，如燃烧室、涡轮盘、涡轮叶片、涡轮进气导管等部位，这是依赖于镍基高温合金的高温稳定性，可以在高温环境下长时间服役^[12]。

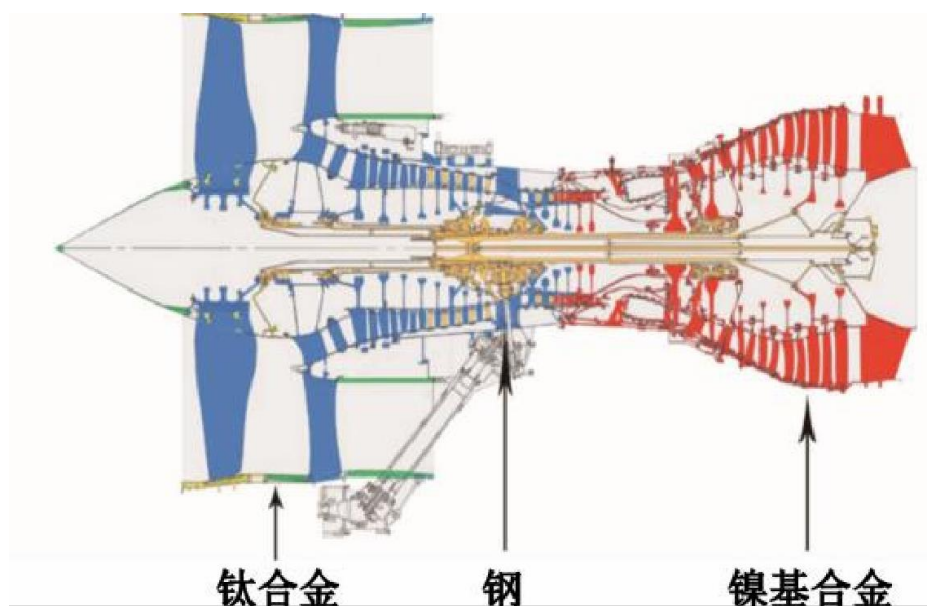


图 1-1 镍基高温合金在涡轮发动机中的应用情况

1.2.2 镍基高温合金主要强化机制

固溶强化、细晶强化、析出强化和位错强化是镍基高温合金的四种主要强化机制^[13]。固溶强化是指融入固溶体中的溶质原子基体发生晶格畸变，畸变后的晶格使得位错运动受到阻碍，合金强度因此得到提高的强化机制；细晶强化是指通过不同方式使得合金内部晶粒变细小，金属强度增大的强化机制；析出强化是指固溶体在过饱和情况下，溶质原子在基体中呈现弥散分布使合金强度提高的强化机制；位错强化是指提高合金位错密度从而使得位错运动受到阻碍，合金强度增大的强化机制^[14]。各种强化机制使得镍基高温合金服役温度不局限于 600℃ 环境，在 920℃ 甚至更高的环境中保持金属稳定性，并同时具有优异的塑性、硬度、抗疲劳性、耐腐蚀性等。

固溶强化是镍基高温合金中应用最多的强化机制，主要强化方式是通过在合金基体中掺入一些原子半径比 Ni 原子大的元素，通过固溶体原子晶格畸变的方式提高合金强度。镍基高温合金的基体为奥氏体，加入的固溶元素为 Fe、Cr、W、Mo、Re、Co 等，它们的原子半径大致为 Ni 原子的 101%~110%。大原子元素固溶入 Ni 奥氏体基体中可使得基体出现晶格畸变的现象，从而提高镍基高温合金的力学性能^[15]。

固溶入镍基高温合金的各种元素中，Mo 和 W 元素的晶格常数远大于 Ni

元素，在它们固溶入基体后 Ni 的晶格会发生剧烈的晶格畸变现象，进而显著提高合金强度^[16]。合金中 W 和 Mo 元素含量过低时，应力场强过低，晶格变化不明显，掺入的 W 和 Mo 元素过多时，镍基高温合金中会析出大量有害的 μ 相，该相会导致合金耐高温性能和合金稳定性出现显著降低^[17]。在镍基高温合金中对合金各项性能影响最大的元素是 Cr 元素，这是由于 Cr 元素在固溶入基体后能在引起晶格畸变的同时形成稳定的硬质间金属化合物，基本为 γ' 相，该相可有效加强合金的高温强度，其颗粒大小和分布位置还会对合金塑性有很大影响。Cr 元素在高温下还会发生氧化反应，形成一层能够阻碍氧、硫等腐蚀介质的渗透，减少合金的氧化速率和腐蚀程度的致密氧化物，使合金具有较高的抗腐蚀和抗氧化性能^[18]。常见的固溶元素还有晶格与基体 Ni 相近的元素，如 Co 和 Fe，这两种元素的晶格常数与 Ni 元素相近，差距在 3%~4% 左右，Co 和 Fe 元素在固溶入合金后可有效降低堆垛层错能，从而对镍基高温合金的蠕变强度进行增强^[19]。

细晶强化也是一种重要的合金强化方式。在镍基高温合金成型时其内部存在结构相同而取向不同晶粒之间的界面，这种界面被称为晶界，晶界是一种不利于性能的组织，其内部存在大量合金缺陷，如孔洞、位错和溶质原子偏析等。因此，在经受极限拉应力时，镍基高温合金易发生沿晶断裂^[20, 21]。细晶强化的强化机理是使得高温合金晶界发生增强，经过细晶强化后合金晶粒粒度变小，金属强度从而得到提高。镍基高温合金的细晶强化主要方式是通过向镍基高温合金中加入 C、La、Y、Ca、Mg 等微合金化元素，使得合金发生微合金化。在高温条件下，合金中的 Mn、Cr、Si 和 Cu 等元素微合金化能够形成稳定的统一细小的析出物，防止晶界滑移与晶粒的长大现象，使得合金的强度和塑性得到改善^[22]。

镍基高温合金的析出强化又被成为沉淀强化，一般发生在高温环境中，在高温环境下固溶体会析出二次相弥散分布于基体中，从而使得镍基高温合金的强度得到极大提高，硬度得到增强。析出相和基体之间存在内应力，所以析出相尺寸越小，强度越高^[23, 24]。

镍基高温合金的晶体中存在着大量且不同形式的位错，在其中加入的微合

金化元素（例如 C、B、Mg、Zr、Hf、Ca、Y、La、Ce 等）会影响位错的生成、滑移和交错。大量的位错会在其发生滑移、蠕变时相互堵塞，形成应力界面，从而增加合金的强度和塑性变形能力^[25]。

1.2.3 镍基高温合金物相组织生成及作用

镍基高温合金中含有多种合金元素，各类合金元素之间通过复杂的交互作用，形成了众多的析出相，如沉淀强化相、间隙相和拓扑密堆相（TCP）等。合金的晶体性能很大程度上受这些析出相影响^[26]。

沉淀强化相即几何密堆相（GCP），该相主要包括 γ' 和 γ'' 相，这两种相与 FCC- γ 基体存在晶格错配现象，该现象可提高合金的力学性能，其晶体结构如图 1-2 所示^[27,28]。图 1-2 为 γ -Ni 基体、 γ' -Ni₃Al 相与 γ'' -Ni₃Nb 相的结构图， γ' -Ni₃Al 相与 γ -Ni 基体具有共格结构，均由 Ni 原子占据面心，是典型的面心立方（FCC）结构，只是 γ' -Ni₃Al 相相比 γ -Ni 基体由 Ni 原子占据晶格顶角变为 Al 原子占据晶格顶角。镍基高温合金的 γ' 相的一般状态为颗粒状，我们通过固溶与时效热处理改善 γ' 析出相的生成与分布，旨在提高合金的高温强度^[29, 30]。 γ'' -Ni₃Nb 相具有 DO₂₂ 体心四方结构，晶体结构近似于两个 γ -Ni 基体堆叠形成，由 Ni 原子占据四方结构的面心、体心与晶格顶角变为由 Ni 原子占据面心，Nb 原子占据体心与顶角，是含 Nb 型镍基高温合金（如 Inconel625, Inconel718）的主要强化相，晶体结构多数为片层状，与 γ' 相相比， γ'' 相与 γ 相基体具有更高的错配度，对镍基高温合金的力学性能增强有更显著的效果。然而 γ'' 相的结构不像 γ' 相与 γ 相为正方体结构，在高温状态下结构不稳定，在进行长期时效处理后会转变为结构稳定的 δ -Ni₃Nb 脆性相而失去同基体的共格关系，会使得合金降低冲击韧性和持久强度，因此 700℃ 以上高温环境不合适 γ'' 相合金服役^[31]。

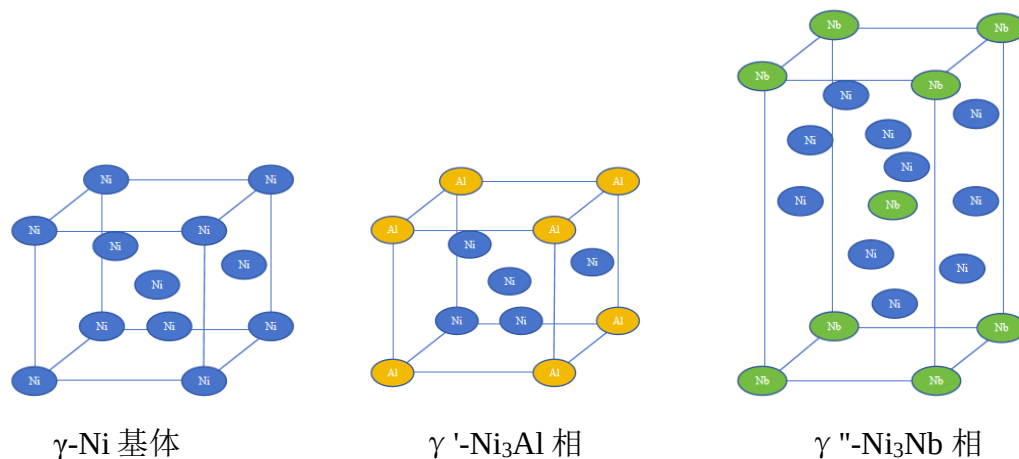


图 1-2 γ -Ni 基体与 γ' -Ni₃Al 相、 γ'' -Ni₃Nb 相的晶体结构

镍基高温合金中的间隙相大多为 MC、M₂₃C₆、M₁₂C、M₆C 等碳化物，他们各自具有不同的形态与特征。某些碳化物是从金相中直接析出的，有另一些碳化物由高温热处理的时效过程中析出，它们析出位置一般在晶界附近，具有面心立方结构，析出方式一般为热处理析出，晶格常数在 0.418~0.668 nm 之间，析出碳化物虽然在第一程度上可以起到强化晶界的作用，但在晶界处聚集太多碳化物对力学性能的影响是负面的，容易出现性能下降。易在 Nb 和 Ti 等元素含量高的合金中析出的是 MC，在 Mo、Cr 和 W 等元素的合金中的是 M₆C 和 M₂₃C₆，碳化物的类型并非固定，而是可以互相转变的，例如在热处理的过程中碳化物可能发生转变，M₆C 型碳化物在长期时效下易转化成 M₂₃C₆ 型碳化物，该种碳化物对力学性能不利，在热处理过程中需要注意防止其生成^[32,33,34]。

拓扑密堆相（TCP）是镍基高温合金经过了长期时效作用，从基体中析出的相，主要包含为一些结构复杂的 σ 相，Laves 相等。拓扑密堆相的出现对合金性能具有不利影响，这是由于该相与基体相交界处容易出现合金缺陷，会降低合金性能。在实际应用中需要考虑如何降低拓扑密堆相的析出从而提高合金力学性能^[35, 36]。

1.3 GH3536 合金简介

GH3536 合金是一种以 Ni 元素为基体，由 Cr、Fe、Co、M、Al、Si、Wo 等多种元素固溶强化的镍基高温合金，国际牌号为 Hastelloy X。GH3536 合金

在 900℃ 温度下有良好的高温抗氧化性和抗腐蚀性，这使得该合金具备在 900℃ 下持续服役的能力，并且在长期服役时能保持较好的持久稳定性和蠕变性能。GH3536 合金的熔点高达 1300 多度，并且在高温环境下具有良好的拉伸性能，这使得该合金可以在 1100℃ 以下短时工作，是一种制造高温环境下零件的优秀合金，现阶段该合金最常见的应用在航空航天领域的发动机燃烧室和核工厂零部件等需要长期高温环境服役的部件。GH3536 合金在热处理态下的微观组织表现为 γ 奥氏体基体和少量的固溶物，基本形态为碳化物，热处理态下合金会析出这些碳化物，要合理控制元素成分，碳化物的析出不宜过多，否则会导致力学性能的恶化^[37, 38]。GH3536 合金有着良好的高温加工性能，传统的铸锻焊手段锻造该合金时需要达到 1200℃ 左右的温度。由于成本及精密度等因素，一种新型技术：激光选区熔化技术（SLM）进入大众视野，SLM 技术可以对 GH3536 镍基高温合金进行精准制造与模型试错，精密度与成本控制较之前的传统铸锻焊有了很大提升^[39]。

1.4 SLM 成形 GH3536 合金研究现状

1.4.1 SLM 激光选区熔化技术简介

激光选区熔化技术（SLM）是种类多样的增材制造方式中主流的一种，主要研究金属的无模具打印成形，也是金属增材制造领域中发展最为迅速，应用前景最广的技术之一^[40]。SLM 技术首先创立一个三维立体模型，通过激光对金属粉末进行逐层熔化与凝固，一层层堆叠最终使金属粉末沉积成型成结构紧凑，性能优秀的金属合金零部件。激光选区熔化技术最大的优势在于突破传统铸锻焊需要模具的限制，改为三维模型设计，SLM 制造首先使用计算机确认零件尺寸，导入设计好的 STL 格式的三维数模，计算机上对其进行加支撑、切片、填充等数据处理，最后使用 SLM 机器进行沉积成型，逐层堆叠出所需要的金属零件从而实现无模具制造精密零件^[41]，SLM 技术原理如图 1-3 所示。SLM 技术的出现颠覆了传统加工理念，其能在无模具无夹具的情况下依靠数字模型，将材料经过一个步骤（层层堆叠）成形，在条件允许的情况下，SLM 技术甚至可以成形出极端复杂的多曲面零件，为核工厂、航空航天、医疗器械等领域带来了

新的工艺^[42]。与传统的铸锻焊相比，SLM 技术有以下优势：

（1）制造复杂零件能力强

相比于传统加工技术的模具制造，SLM 技术先由计算机设计整体构造，通过逐层激光熔化，片层堆叠制造的制造方式，可以成形出模具很难成形的复杂零部件，例如人造骨的空心结构，航空发动机空间曲面多孔结构等。

（2）零件制造精准度高

对比于传统加工技术的模具制造，SLM 增材制造成形零件精度可达到 50~100 μm ，远远高于传统铸锻焊的成形精度，SLM 成形的零件组织固溶度高、晶粒细小、无宏观偏析，零件制造的精准度较传统模具制造有了很大提高。

（3）零件生产周期短成本低

相比于其他传统加工技术，SLM 无需模具，在后续更改部件细节时只需要更改三维数字模型即可，无需复杂的工艺流程，极大缩短了零部件生产周期，打印完成后剩余金属粉末进入粉料缸回收，材料利用率可接近 100%，极大减少了零部件生产成本^[43,44,45,46]。

近些年来国内外 SLM 成形镍基高温合金技术在各领域的应用已遍地开花，最热门的航空航天领域，马斯克的 SpaceX 公司研究成果走在领域最前沿，已经利用此技术开发商业化的火箭燃烧室、航天发动机、涡轮叶片、涡轮进气导管等各种镍基高温合金零部件。镍基高温合金以其优异的性能被航空航天发动机领域青睐，随着未来 SLM 技术的突破，制造领域必然迎来重大革新^[47]。

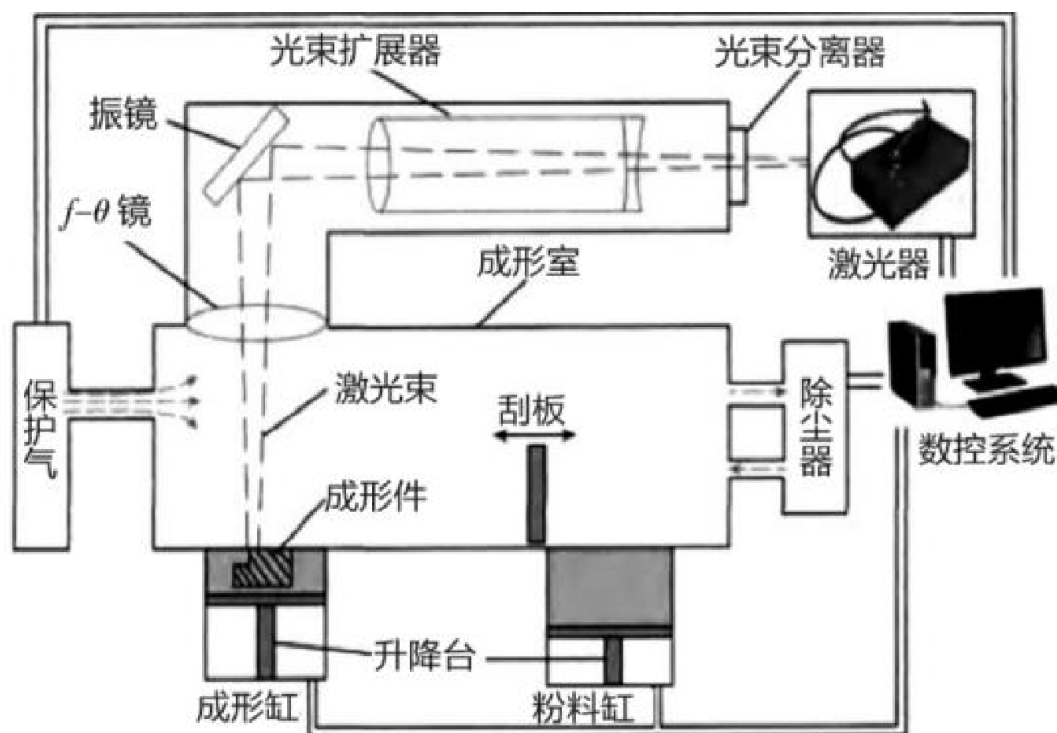


图 1-3 选区激光熔化技术原理图

SLM 技术为航空航天、医疗等领域提供了极大的便利，在核工业上的应用也日益增多。但是，SLM 选区激光熔化技术所服务的大部分为尖端行业，目前其发展迅速，但还不够完善，实际运用生产中依旧存在诸多问题：

（1）三维数字模型的建造涉及软件编程技术，目前还没有一种非常完善的专为 SLM 设计服务的模型设计软件。

（2）SLM 成形零件基本是以金属粉末作为原料，但是粉末材料的制备需要大型雾化机，无法普及。

（3）SLM 成形零件时粉末材料易出现外力因素干扰，导致精确度下降。

（4）SLM 增材制造过程急冷急热，温度变化巨大。金属在冷却时过快的冷却速率会使得材料由于残余应力出现一些合金缺陷，例如表面孔洞，微裂痕等，这些缺陷会恶化合金力学性能。

（5）高精度的激光还不能广泛应用于市场，量产成型的部件精度达不到一些高精尖行业的应用标准，需要进一步提高精度以达到完美应用。

（6）SLM 制造需要激光在平整台面上按设定好的路径层层堆叠，这就导致 SLM 制造无法成型极大尺寸的零部件^[48,49,50,51,52]。

1.4.2 国内外 SLM 成形 GH3536 合金的研究进展

GH3536 合金是镍基高温合金的一种，镍基高温合金中最典型的激光立体成形合金为 Inconel718 合金，Choi 等人^[53]利用 SLM 技术制备了 Inconel718 试样，并对该合金的微观组织进行分析。研究发现该合金沉积态组织大部分为柱状晶粒，且大致分布于熔池中心位置并沿沉积方向外延生长，这是由于 SLM 过程中的沉积方向受到温度梯度方向影响，在激光束扫描过后，柱状晶粒会沿温度梯度方向外延生长。冷却后发现熔池边缘上晶粒形态为等轴晶，但其生长方向无序，不像柱状晶外延生长，这是由于在激光进行第二层熔化时，上层已经冷却凝固的熔池又会被重新熔化，特别在熔池边缘位置极易发生熔化，由于晶粒的择优生长取向特性，晶粒生长方向会随激光带来热量方向的变化而变化。熔池边缘还会有多种元素聚集，形成杂质，更易形成不规则的等轴晶。

SLM 成形的镍基高温合金零件或多或少会出现力学性能缺陷，为提高合金的性能，大多时候会对其进行后处理操作。当下较常见的高温合金后处理方法是固溶热处理、热等静压热处理以及时效热处理。不同的缺陷需要不同的后处理来改善，选择合适的后处理工艺可以有效的改善合金的组织成形缺陷，提高成形件的性能。黄文普^[54]等研究发现激光选区熔化成形 K4202 合金经固溶+时效热处理后表面熔池形貌消失，其柱状晶变为等轴晶，碳化物被析出，他们还在对 SLM 成形 Inconel 718 合金在不同温度（980 °C~1280 °C）下进行固溶处理，如图 1-4 所示，研究结果表明随着固溶温度的升高，熔池边界逐渐溶解，晶粒呈弥散分布，熔池在 1080 °C 时完全消失。当固溶温度高于 1030 °C 时，试样开始发生部分区域再结晶，原有的柱状晶有一部分再结晶转化为等轴晶。当固溶温度进一步升高到 1130 °C 时，试样组织由柱状晶完全转化为等轴晶。在固溶温度进一步升高，达到 1280 °C 时，试样开始发生初熔现象。张永志等人^[55]对 SLM 成形的 GH3536（Hastelloy X）合金试样进行热等静压处理，研究了 GH3536 合金 SLM 态下不同方向上微观组织的不同特征。结果表明合金成形面和横向面上的微观组织中均存在一定量的细晶区，这是主要因为晶粒之间的取向差较大所导致的。Takaichi^[56]等人对 GH3536 合金在扫描角度分别为 0°、45°、90° 时和 750°C/6h、900°C/6h、1050°C/6h、1150°C/6h 固溶温度下做了一

个 3×4 的热处理对照实验。研究发现在 6 小时的时效处理下所用试样的柱状晶粒均转化为等轴晶，且这些等轴晶具有随机取向性，这是 GH3536 镍基高温合金的再结晶现象。均匀且弥散分布的等轴晶粒对合金强度起到优化作用。

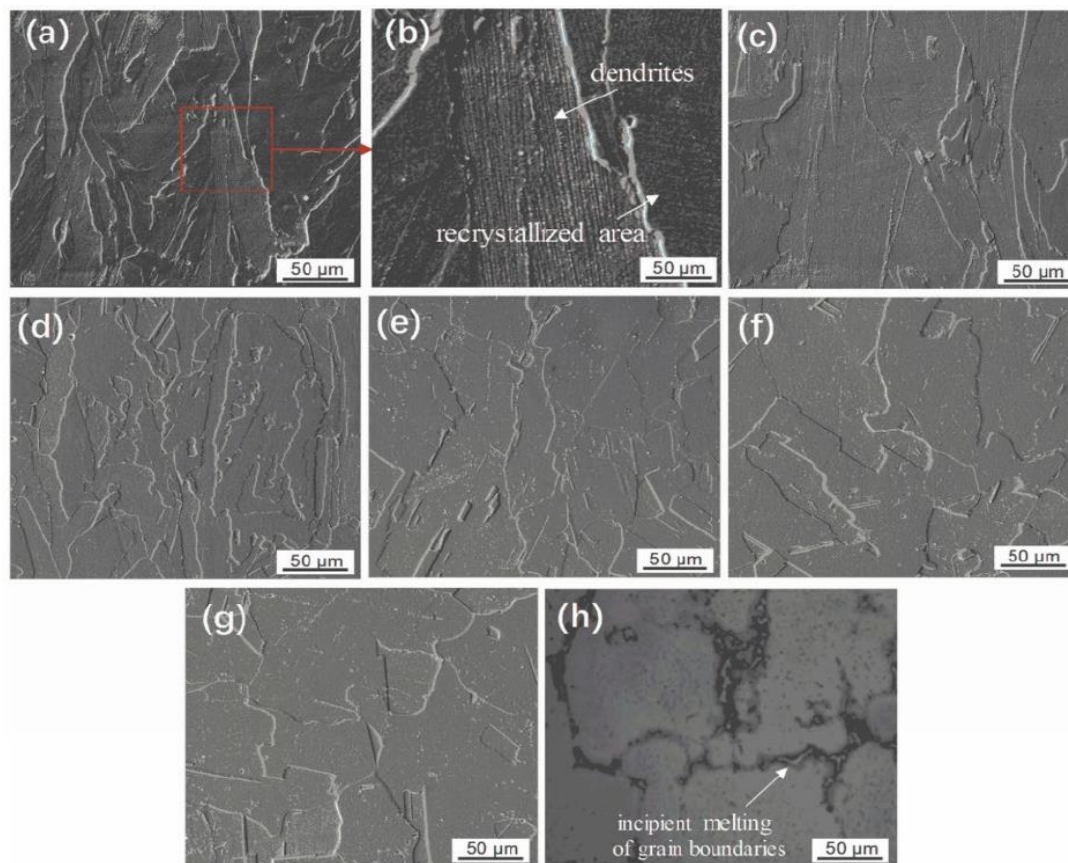


图 1-4 SLM 成形 Inconel 718 合金 SLM 态和热处理态微观组织：(a)SLM 态；(b) 980 °C；
(c) 1030 °C；(d) 1080 °C；(e) 1130 °C；(f) 1180 °C；(g) 1230 °C；(h) 1280 °C

1.5 课题主要研究内容

本文以 GH3536 镍基高温合金作为研究对象，主要研究在相同扫描间距与层厚下，不同的激光功率与扫描速度对 SLM 成形试样孔隙率、表面微观组织形貌以及硬度的影响下，把孔隙率小、表面缺陷少、硬度高作为择优标准，根据能量密度的计算分析孔隙率变化，再通过不同工艺参数下硬度的变化得到本实验 GH3536 高温合金最佳成形参数，并对本实验最佳参数成形试样进行 OM 显微镜和 SEM 电镜观察，本实验研究有利于未来 SLM 成形 GH3536 合金工艺参数优化发展。再对最优工艺参数下的 GH3536 合金进行固溶热处理，分析比较

不同固溶温度下合金的拉伸性能与摩擦磨损性能的变化，主要研究内容如下：

(1) GH3536 合金制备与组织分析

探究相同扫描间距与层厚下，不同的激光功率与扫描速度对 SLM 成形试样孔隙率、表面微观组织形貌以及硬度的影响，根据能量密度的计算分析孔隙率变化，再通过不同工艺参数下硬度的变化选出 GH3536 高温合金最佳成形参数。对在最佳成形参数下 SLM 成形的合金组织进行微观组织观察与分析，再对最佳成形参数试样进行不同温度的固溶处理，并对析出相与力学性能进行分析。

(2) SLM 态 GH3536 合金室温拉伸性能分析

测试 SLM 最佳成形参数下的 GH3536 高温合金在室温条件的拉伸性能，分析不同工艺参数对室温拉伸性能的影响，主要方式是通过观察室温拉伸实验断口的微观组织形貌，分析不同工艺参数下合金拉伸方式与微观组织的变化。

(3) 热处理态 GH3536 合金室温拉伸性能和摩擦磨损性能分析

研究热处理态 GH3536 高温合金在常温下的拉伸性能与摩擦磨损性能，测试计算在常温与不同固溶温度热处理操作对合金屈强比与摩擦系数与磨损率的改变，观察拉伸断口与磨痕表面形貌，分析固溶温度对拉伸性能与摩擦磨损性能的影响。

第 2 章 实验方法及材料

2.1 实验方案

2.1.1 实验原材料

本章实验材料采用的 GH3536 合金粉末，其化学成分见表 2-1。

表 2-1 GH3536 主要合金元素组成

c	w	Fe	Mo	Cr	Al	Ti	Cu	Mn	Si	P	S	O
0.05	0.2~	17~2	8~10	20.5	≤0.5	≤0.1	≤0.5	≤0.3	≤0.0	≤0.0	≤0.0	≤0.0
~0.1	1	0		~23		5			25	25	15	2
5												

图 2-1 为 GH3536 合金粉末的显微形貌，绝大部分为球形粉末，球型度较好，有少量为椭球形，一部分粉末球体上附着细小的颗粒形成卫星球。使用粉末粒度检测仪，检测出 GH3536 粉末平均粒径为 39.5μm，该粉末符合金属增材制造的一般要求^[57]。

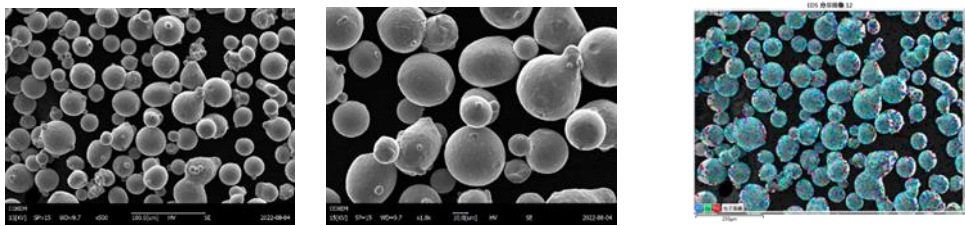


图 2-1 GH3536 粉末形貌图

2.1.2 实验技术路线图

本论文实验路线如图 2-2 所示。选择 GH3536 合金为实验合金，分别对其进行孔隙率和硬度的探究，得出本实验最优工艺参数，对最优参数进行微观组织形貌及力学性能的研究，最优参数试样经过不同温度的固溶热处理后，再对其进行微观组织形貌与力学性能的分析研究，得出本实验最优热处理温度，为之后的研究提供工艺参数与后处理方式的思路。

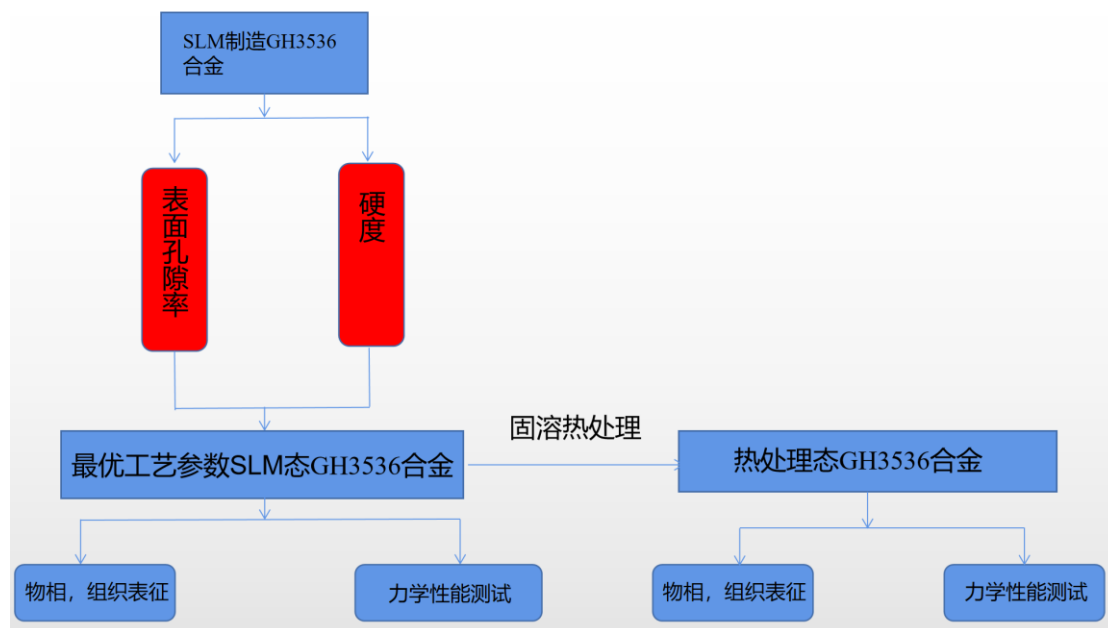


图 2-2 实验路线图

2.2 材料制备工艺过程

2.2.1 GH3536 粉末检测

由于增材制造对粉末粒度有较高要求，本实验使用江苏威拉里公司雾化设备生产的 GH3536 合金粉末，使用粉末粒度检测仪，检测出实验 GH3536 粉末平均粒径在 $39.5\mu\text{m}$ 。该粉末符合镍基合金的 SLM 基本打印要求，再使用 SEM 显微镜观察粉末外显微形貌，发现粉末绝大部分为球形粉末，球型度较好，还有少部分粉末形状为椭球形，部分粉末有突起，这是球体上附着小颗粒形成了卫星球^[58]，对实验影响不大，在进行 SLM 制造前将 GH3536 高温合金粉末放至 100°C 真空干燥箱进行真空干燥处理，防止湿度过高，这是由于湿度过高会导致打印时粉末不能充分熔化，将干燥后的粉末装瓶，用于后续实验。

2.2.2 SLM 打印 GH3536 合金

SLM 实验设备采用德国 EOS 公司的金属 3D 打印机 EOS M280 激光选区熔化设备，如图 2-3 所示。打印步骤如下：

(1) 在计算机设备在设置好需要打印块体外形，导出数据，在 SLM 设备中切片打印，将 GH3536 粉末放入打印粉槽。

(2) 用惰性气体（例如氩气）填充打印仓，直到仓内氧气含量降低至 200pp 以下，以最大程度地减少金属粉末的氧化，

(3) 放入 45 钢基板，螺丝固定，将其加热到最佳打印温度。首先在平台上用刮刀铺一层金属粉末以用作第一次选区熔化，打印好第一层后刮刀再次刮一层金属粉末，用激光将第二层与第一层金属粉末熔化在一起，完成一层打印，之后逐层重复打印，直到完整打印出所需零部件。

(4) 零件打印完成后，关闭 SLM 机器，将平台多余的粉末扫入回收缸中，清扫零件表面粉末后可发现，经过热处理后，SLM 成形零件与基板融合，需冷却一段时间以消除残余应力。

(5) 使用线切割仪器切割块体。



图 2-3 EOS 280 激光立体成形系统

2.2.3 试样制备过程

GH3536 高温合金在 SLM 打印后使用线切割机制备不同工艺参数的各实验试样，并进行表面打磨与抛光处理。如图 2-4 所示，采用 10 mm×10 mm×10 mm 标准规格金相块进行腐蚀后用于 XRD 物相分析、OM、SEM 观察和硬度检测的试样。采用 60mm×10mm×1.5mm 国标尺寸片状拉伸棒用于拉伸性能表征。采用 20 mm×20 mm×3 mm 的正方形摩擦磨损实验块体用于摩擦磨损实验。

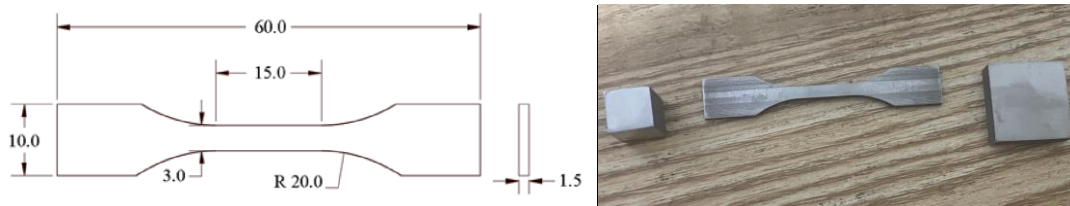


图 2-4 SLM 制备试样

2.3 物相组织分析

(1) 物相分析

采用 X 射线衍射仪 (XRD) 进行合金粉末与块体物相分析, 靶材材料为 Cu, 扫描角度由 10° 至 95° , 电流设 40 mA, 电压设 40 kV, 扫描速率设 $4^{\circ}/\text{min}$ 。

实验块体开始前需打磨表面, 依次使用 240 目, 320 目, 500 目, 1000 目, 1500 目, 2000 目的砂纸磨制金相试样, 磨制工作直到表面基本光滑平整, 防止出现误差。

(2) 组织成分分析

使用 DSX-1000 型超景深光学显微镜和 S-4800 型扫描电子显微镜对试样的组织进行宏观与微观观察。

实验前 SLM 成形后成将试样切割取下, 用砂纸打磨至 3000 目, 磨至试样直达金相表面基本平整光滑后使用抛光膏进行抛光操作, 由于本实验为高温合金, 抛光时间一般为 $10\sim 20\text{min}$, 直至试样表面变为光滑、无痕的镜面。之后采用王水试剂对合金试样进行腐蚀, 由于王水腐蚀性很强, 为防止其组织碳化, 腐蚀时间约设为 $2\sim 5\text{s}$ 。

2.4 力学性能测试

(1) 维氏硬度测试

维氏硬度测试采用美国威尔逊公司的 HV-1102 型维氏硬度计, 打点方式采用四点式, 每个试样打 5 个点, 防止实验误差。施加压力设 100 mN, 速度设 5 mN/s。

(2) 拉伸性能测试

使用直拉型拉伸实验仪器进行拉伸实验。试样需在 1500 目至 2000 目砂纸打磨后放入实验仪器, 保证误差范围。

(3) 摩擦磨损性能测试

摩擦磨损实验采用 HT-1000 型号的摩擦磨损实验机进行, 温度为常温环境, 载荷设置 5 N 与 10N 对比实验, 转速设 220 r/min, 摩擦半径设 4 mm, 摩擦副

为 S_3N_4 陶瓷球。实验完成后采用三维形貌扫描仪扫描磨痕，计算磨痕截面面积，分析磨损形式。磨损率 W ($10^{-3}\mu m^3/\mu m$) 计算公式如式 (2-1) 所示，磨痕截面面积与磨痕周长乘积即为磨损量 ΔV 的值^[59]。

$$W = \frac{\Delta V}{P \cdot 2\pi r R t} \quad (2-1)$$

上式 ΔV 为磨损量 (mm^3)； P 为载荷 (N)； r 为磨痕半径 (m)； R 为转速 (r/min)； t 为磨损时间 (min)。

第 3 章 SLM 态 GH3536 合金物相分析及显微组织观察

3.1 引言

目前, SLM 成形 GH3536 高温合金由于其良好的高温塑性被广泛使用于航空航天, 核工厂的高温零部件中, 但不同的应用场景需要合金有不同的性能, 不同的工艺参数会对合金性能有不同的影响。本章研究在不同工艺参数下合金孔隙率与硬度下表面形貌的变化, 得到本实验最优工艺参数, 对最优工艺参数试样进行显微组织的检测与分析。讨论了孔洞与微裂纹成形原因和改善方法, 能量密度与工艺参数之间的关系, 硬度与工艺参数之间的关系及试样在不同工艺参数下室温拉伸性能的变化。

3.2 实验过程

本实验材料选用由江苏威拉里新材料公司制备的 GH3536 粉末, 经检测粉末平均粒径为 $39.5\mu\text{m}$, 达到激光选区熔化的要求。使用的 SLM 成形设备型号为德国 EOS 公司生产的 EOS M280 型金属粉末 SLM 设备。本章实验采用的工艺参数为: 扫描间距 h 为 $100\mu\text{m}$, 铺粉层厚 d 为 $50\mu\text{m}$, 基板预热温度 T 为 100°C , 扫描策略为单层扫描, 层间旋转角度为 67° , 扫描速度 v 为 $750\sim 1150\text{ mm/s}$, 激光功率 P 为 $240\sim 360\text{ W}$ 。成形试样尺寸为 $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 金相块体, 扫描策略及实验用块体如下图所示。

在 SLM 实验前将 GH3536 镍基高温合金粉末加入 100°C 真空干燥箱进行真空干燥处理。SLM 成形过程中需保持氧含量在 200 ppm 以下, 通入氩气并监测氧含量防止实验过程中氧含量过高生成氧化物。

SLM 实验采用 EOS M280 激光选区熔化设备, 基板采用 45 钢基板, 实验方案采用 5×4 工艺参数的方案, 设定不同的激光功率与扫描速度, 在相同的扫描间距和层厚下制备 GH3536 合金试样, 共得到 20 组不同工艺参数合金试样, 并观察试样在不同激光功率与扫描速率下硬度的变化, 本实验使用工艺参数及其计算后的能量密度见表 3-1。

表 3-1 不同工艺参数下 GH3536 的能量密度

序号	激光功率(w)	扫描速度 (mm·s ⁻¹)	扫描间距 (μm)	层厚(μm)	能量密度 (J/mm ³)
1	240	750	90	30	118
2	240	950	90	30	94
3	240	1150	90	30	77
4	240	1350	90	30	66
5	270	750	90	30	133
6	270	950	90	30	105
7	270	1150	90	30	87
8	270	1350	90	30	74
9	300	750	90	30	148
10	300	950	90	30	116
11	300	1150	90	30	96
12	300	1350	90	30	82
13	330	750	90	30	163
14	330	950	90	30	128
15	330	1150	90	30	106
16	330	1350	90	30	91
17	360	750	90	30	178
18	360	950	90	30	140
19	360	1150	90	30	116
20	360	1350	90	30	98

SLM 成形后将试样切割取下，依次使用 240 目，500 目，800 目，1000 目，1200 目，1500 目，2000 目砂纸打磨金相试样，磨至试样基本平整光滑后进行抛光，抛光时间一般为 4~6min，抛光过程并保持湿润，直至试样表面达到光滑、无痕的镜面。使用 DSX-1000 型超景深光学显微镜对 SLM 态合金表面形貌进行对比分析并测量维氏硬度，工具使用美国威尔逊公司的 HV-1102 型维氏硬度计，打点方式采用四点式，每个试样打 5 个点，取硬度平均值。最后对比得出本实验最优工艺参数。

采用王水试剂对最优工艺参数的合金试样进行腐蚀，由于王水腐蚀性很强，为防止其组织碳化，腐蚀时间约设为 2~5s。使用超景深 OM 显微镜对腐蚀后的熔池进行观察，再使用日本日立公司的 S-4800 型扫描电子显微镜(SEM)对内部晶粒进行观察分析。

3.3 结果和讨论

3.3.1 工艺参数对合金表面形貌的影响

采用不同工艺参数打印 GH3536 合金，共得到 20 组 GH3536 合金表面形貌，显微镜下不同工艺参数 SLM 成形 GH3536 合金试样形貌图如图 3-1。

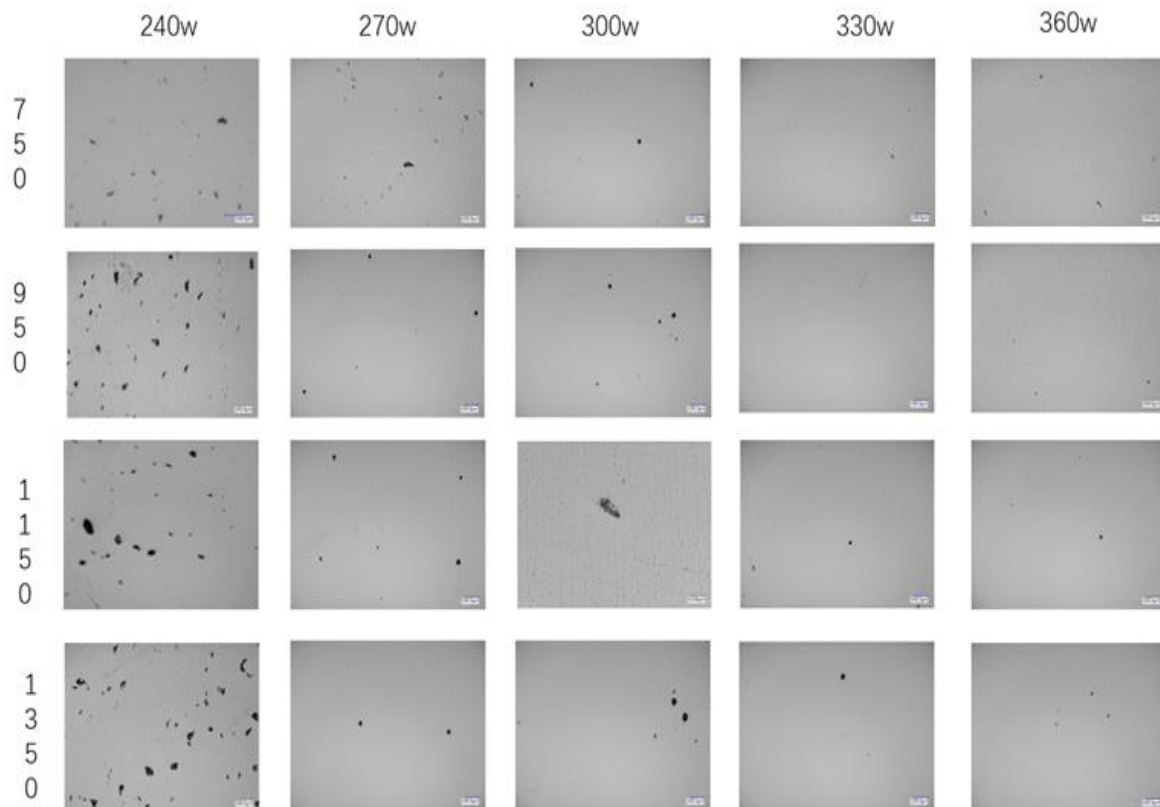


图 3-1 SLM 成形 GH3536 合金试样的表面形貌

从图 3-1 可以看出，当激光功率为 240w 时，表面孔洞较多较大，形状不规则并有少量的微裂纹，这是因为激光功率过低，GH3536 合金粉末 SLM 过程中不能被充分熔化，从而形成了较多缺陷。随着激光功率的逐渐升高，由图 3-1 可以看到激光功率 270w 以上激光功率的块体表面孔洞较 240w 时有了明显减少现象，可以引入另外一个物理量：将扫描速度 v 、激光功率 p 、层厚 d 、扫描间距 h 这些工艺参数组合成能量密度 φ 来表现， φ 与 p 呈正比关系，与 d 、 h 和 v 呈反比关系，各组工艺参数的能量密度如表 3-1 所示：

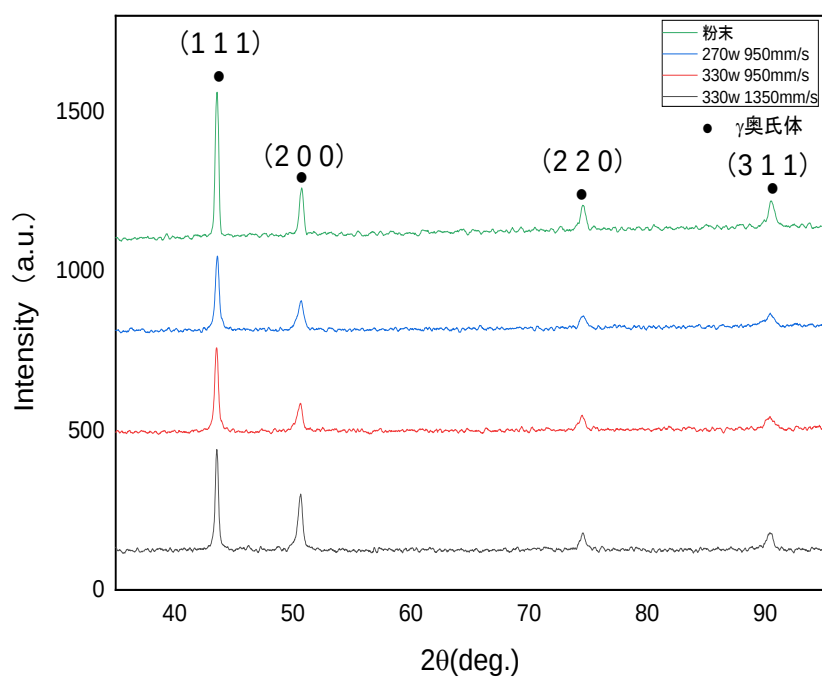
$$\varphi = \frac{p}{vdh} \quad (3-1)$$

从图 3-1 可以看出，随着能量密度的逐渐增加，SLM 成形 GH3536 合金试样的表面缺陷呈现先减少后增多的趋势。在激光功率为 330w，扫描速度为 950mm/s 时，由公式(3-1)可得其能量密度为 128J/mm³，通过观察该试样表面形貌可知表面无孔洞，仅有少量微裂纹产生，由此推测在激光功率为 330w，扫描速度为 950mm/s 下是 GH3536 合金较为合适的 SLM 成形工艺参数，之后随着能量密度的上升，又出现了部分孔洞和未熔缺陷，这是因为能量密度过高，未

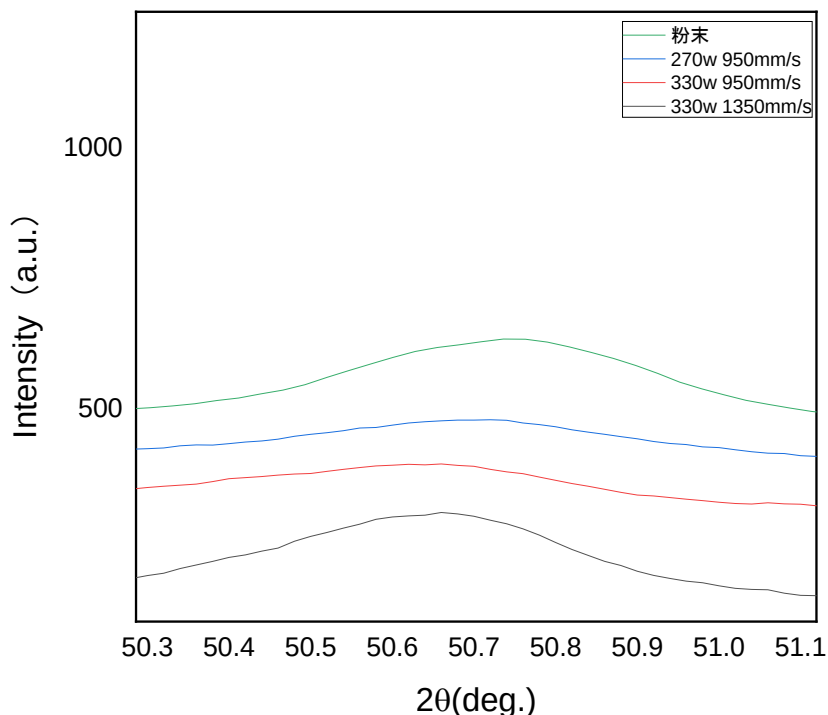
熔金属颗粒与已熔金属液体混杂包裹形成杂质，能量过高还会使金属颗粒在未完全熔化时发生飞溅现象，导致下一层激光熔覆时形成孔洞，微裂纹等缺陷。

3.3.2 物相分析

为探究不同工艺参数下晶面间距和晶格常数的变化，对粉末态及不同参数下的 GH3536 合金进行 XRD 表征，图 3-2 为 GH3536 镍基高温合金粉末在不同扫描速率下的 XRD 图谱。由图 3-2(a) 可示，SLM 成形 GH3536 合金的物相为 γ -Ni。



(a) 35°~95°范围



(b) 50°~51.1°缩放范围

图 3-2 GH3536 合金粉末 SLM 成形 GH3536 试样的 XRD 图谱

由图 3-2(a)可以看出 GH3536 合金的四个衍射峰分别为(111)、(200)、(220)、(311)，查看资料可知该结构为面心立方(FCC)晶格结构 γ 奥氏体的镍基高温合金衍射图谱，依据布拉格衍射方程，衍射角的大小与晶面间距间呈反比关系：

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3-2)$$

上式中， d 代表晶面间距； λ 代表衍射波波长； θ 代表衍射角度； n 为常数。Ni 在室温下的晶格常数 a 为 0.36468nm，晶面间距和晶格常数的关系满足如下公式：

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (3-3)$$

公式 (3-3) 中 a 代表晶格常数； d 代表晶面间距； h 、 k 、 l 为常数，代表晶面指数。

由公式(3-2)可知衍射角变大，其晶面间距逐渐减小，这是由于 SLM 的扫描速率较快导致单位面积的合金粉末在进行急速熔化和急速凝固的过程。由图 3-2(b)可以看出，SLM 态 GH3536 合金块体与 GH3536 粉末态相比其衍射角向左

偏移，即衍射角变小，由公式(3-2)可知晶面间距 d 变大，这是因为 GH3536 合金粉末在 SLM 成形过程中经历了快速冷却，期间 Mo、Cr、W 等原子固溶进了奥氏体 Ni 基体中，又由于在 SLM 成形过程中，极大的温度梯度变化和多次激光重熔现象使得合金内部残留有过大的热应力导致 Ni 在 SLM 成形时出现了晶格的畸变。

由图 3-2(b)可知，随着激光功率由 330w 减小至 270w，扫描速度由 950mm/s 增大至 1350mm/s 时，衍射角均向右偏移，晶面间距变小，由公式(3-3)可知晶格常数 a 与晶面间距 d 之间呈现正比关系，晶面间距减小，基体 Ni 的晶格常数也相应减小，这是由于固溶进的 Cr、Mo、W 原子半径与基体 Ni 的原子半径相差较大，导致 Ni 的晶格常数 a 减小。

3.3.3 金相组织分析

为了解 SLM 成形 GH3536 高温合金的微观组织，对 SLM 成形面表面使用王水进行腐蚀，再使用 OM 光学显微镜和 SEM 电子显微镜进行微观组织观察，首先为观察 GH3536 表面形貌，使用 OM 光学显微镜分别对合金的成形方向与打印方向的合金宏观组织进行观察。图 3-3 为成形方向 GH3536 高温合金的金相组织，图 3-4 为扫描方向 GH3536 高温合金的金相组织。

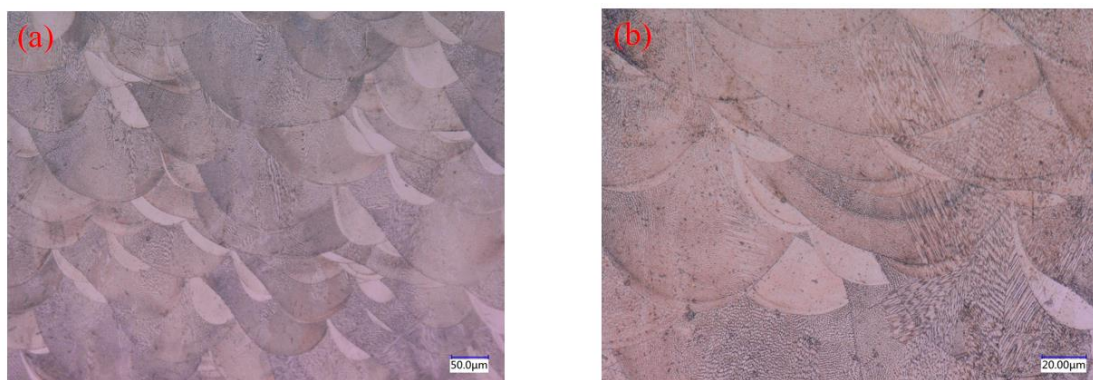


图 3-3 OM 显微镜下成形方向 GH3536 高温合金的金相组织

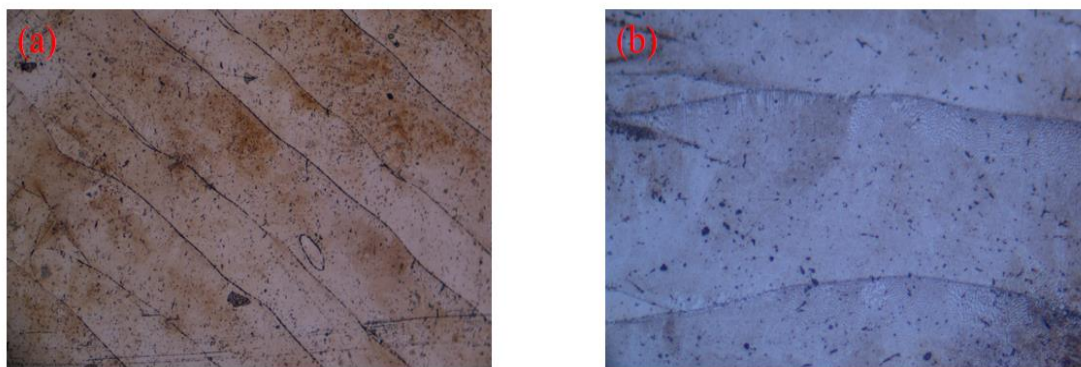


图 3-4 OM 显微镜下扫描方向 GH3536 高温合金的金相组织

由图 3-3 (a) 可以看出 SLM 成形方向组织呈不规则鱼鳞状，熔池高度约 $100\mu\text{m}$ 、深度约 $160\mu\text{m}$ ，出现鱼鳞状熔池是因为 SLM 打印方式具有逐层堆叠的特点，层层交错打印，相互堆叠，并呈一定角度交叉分布。形成这种现象的主要原因在成形过程中激光的扫描路径呈 67° 旋转扫描，这种扫描路径可以有效保证层与层之间的结合强度。由图 3-3 (b) 可以看出 GH3536 成形方向熔池内部组织由两种不同晶粒构成。

由图 3-4 (a) 可以看出 SLM 扫描方向组织呈不规则孔道状，这些孔道被称为熔道，这是由激光扫描过后，高温熔化金属所留下的产物，GH3536 合金的 SLM 栅格状熔道的大小较为均匀，具有良好的成形性。将之放大后由图 3-4 (b) 可以看出 GH3536 扫描方向的熔道也由两种不同晶粒构成。

为进一步探究组织内晶粒的构成，使用 SEM 对成形方向 GH3536 合金进行微观组织观察，图 3-5 为在激光功率为 330W ，扫描速度为 950mm/s 下成形出的 GH3536 合金试样成形面的 SEM 图。

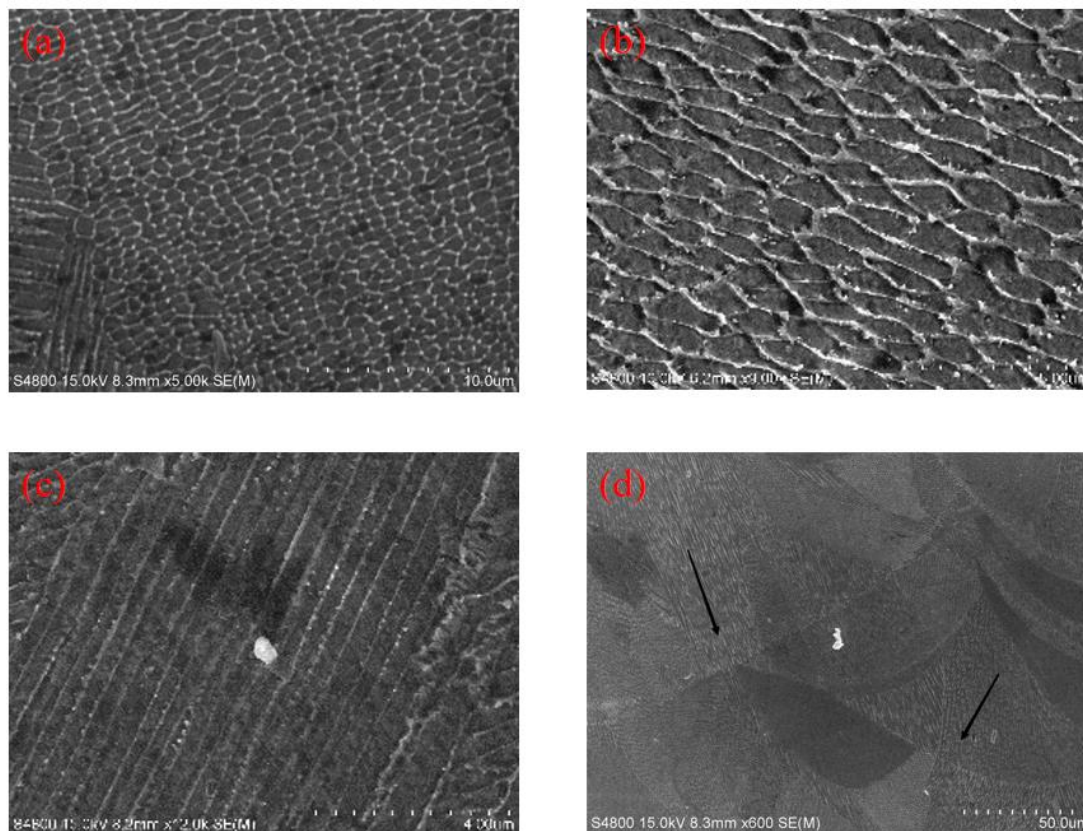


图 3-5 GH3536 高温合金 SEM 图

(a)SEM 图 (b)等轴晶形貌 (c)柱状晶形貌 (d) 晶粒生长方向

为更直观的观察 GH3536 合金熔池内部形貌，使用 SEM 设备观察合金微观晶粒结构。由图 3-5(a)可以看出，GH3536 高温合金内部晶粒分别由等轴晶与柱状晶构成，图 3-5(b)为 GH3536 等轴晶微观组织图，其形貌呈现网状结构，图 3-5(c)为试样柱状晶微观组织图，其形貌呈现柱状结构。由图 3-5(d)可以看出，等轴晶大多生长在熔池内部，而柱状晶垂直与熔池边界呈逆温度梯度方向生长，SLM 成形过程中熔池内部组织只照射单次激光，而熔池边界的重熔区（经过多次扫描）则照射二次激光，合金组织经历了两次热循环，使得晶粒生长完全，晶粒尺寸大于熔池内部。

3.3.4 力学性能分析

本节对 SLM 成形的 GH3536 高温合金进行硬度实验和室温拉伸实验，图 3-6 为扫描速度、激光功率与能量密度对 SLM 成形 GH3536 合金维氏硬度的影响。

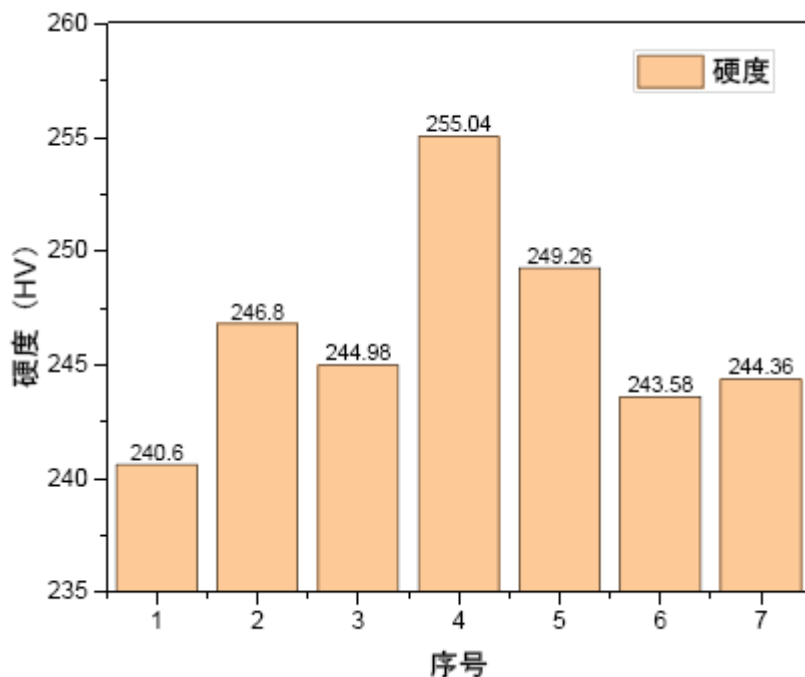


图 3-6 不同工艺参数下 GH3536 合金的维氏硬度

- 1:240w 1350mm/s 66J/mm³
 2:240w 950mm/s 94J/mm³
 3:330w 1150mm/s 105J/mm³
 4:330w 950mm/s 128J/mm³
 5:270w 750mm/s 133J/mm³
 6:300w 750mm/s 148J/mm³
 7:360w 750mm/s 178J/mm³

由图 3-6 可知，GH3536 合金硬度整体上随能量密度的增大整体呈现先增大后减小的趋势。由序号 1 可知，激光功率较低时，由公式 (3-1) 可知输入激光的能量密度也较低，导致合金粉末不能充分熔化，完全熔化的金属液体中夹杂着未完全熔化的合金粉末，形成一个个小孔洞，这些孔洞影响材料的成形性能，导致合金硬度下降。SLM 成形镍基高温合金的主要强化机制有两个，分别为细晶强化与固溶强化。当激光功率较大，扫描速率较低，即能量密度过大时，由于热影响的作用，使得经过细化的晶粒又变得粗大起来，细晶强化效果减弱，从而导致了硬度的降低。由图 3-6 可知，当激光功率为 330W，扫描速度为 950mm/s 时，维氏硬度达到最大值，数值为 255.04HV。

为探究扫描速度、激光功率与能量密度对 SLM 成形 GH3536 合金室温拉伸性能的影响，本节选取表 3-1 的序号 8、14 与 17 试样，8 号试样激光功率为 270w，扫描速度为 1350mm/s，能量密度为 74J/mm³，14 号试样激光功率为

330w，扫描速度为 950mm/s，能量密度为 128J/mm³，17 号试样激光功率为 360w，扫描速度为 750mm/s，能量密度为 178J/mm³，对它们进行室温拉伸实验，图 3-7 为 SLM 态不同工艺参数下的 GH3536 合金应力-应变曲线图。

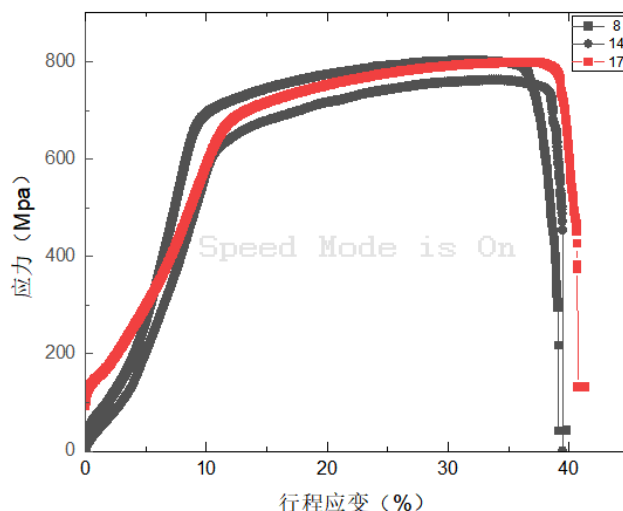


图 3-7 SLM 态不同工艺参数下的 GH3536 合金应力-应变曲线图

如图 3-7 所示，8 号试样延伸率最低，14 号与 17 号较 8 号延伸率均有增大，这是由于 8 号试样能量密度过低，内部存在未熔缺陷，14 号和 17 号试样已熔化完全，而 14 号与 17 号试样进入屈服阶段的应力较低，屈服强度低于 8 号试样，且 14 号试样峰值明显低于 8 号与 17 号试样，其抗拉强度较低。所以，14 号试样具有较优异的塑性。

为探究微观下 GH3536 合金拉伸性能，对不同工艺参数下 SLM 态 GH3536 合金试样在室温下的拉伸断口进行 SEM 扫描，得到拉伸断口形貌图，GH3536 合金在室温下的拉伸断口 SEM 形貌图如图 3-8 所示。

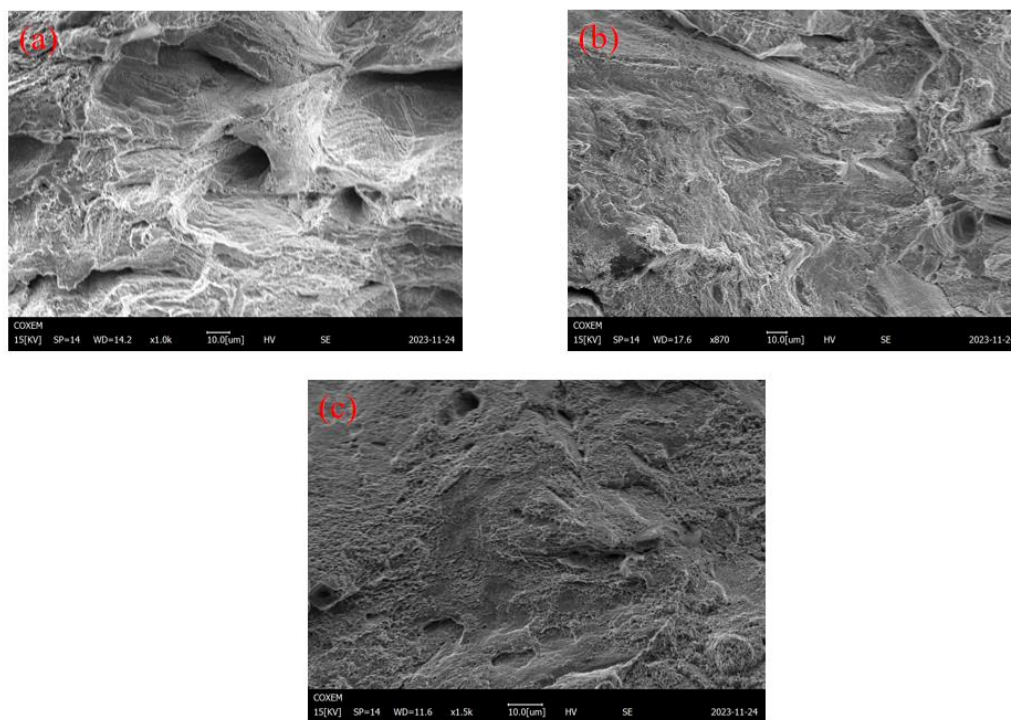


图 3-8 SLM 态 GH3536 试样在室温下的拉伸断口 SEM 形貌图

(a) 8 号试样 能量密度 74J/mm^3 (b) 14 号试样 能量密度 128J/mm^3

(c) 17 号试样 能量密度 178J/mm^3

如图 3-8 所示，SLM 态 GH3536 合金在室温拉伸后断口形貌呈现河流状，表面凹凸不平且有许多孔洞与裂缝，这是由于内部组织分布不均匀，内部具有较多缺陷，为更直观看内部微观组织，进行高倍 SEM 组织观察，图 3-9 为 GH3536 试样拉伸断口高倍 SEM 形貌图。

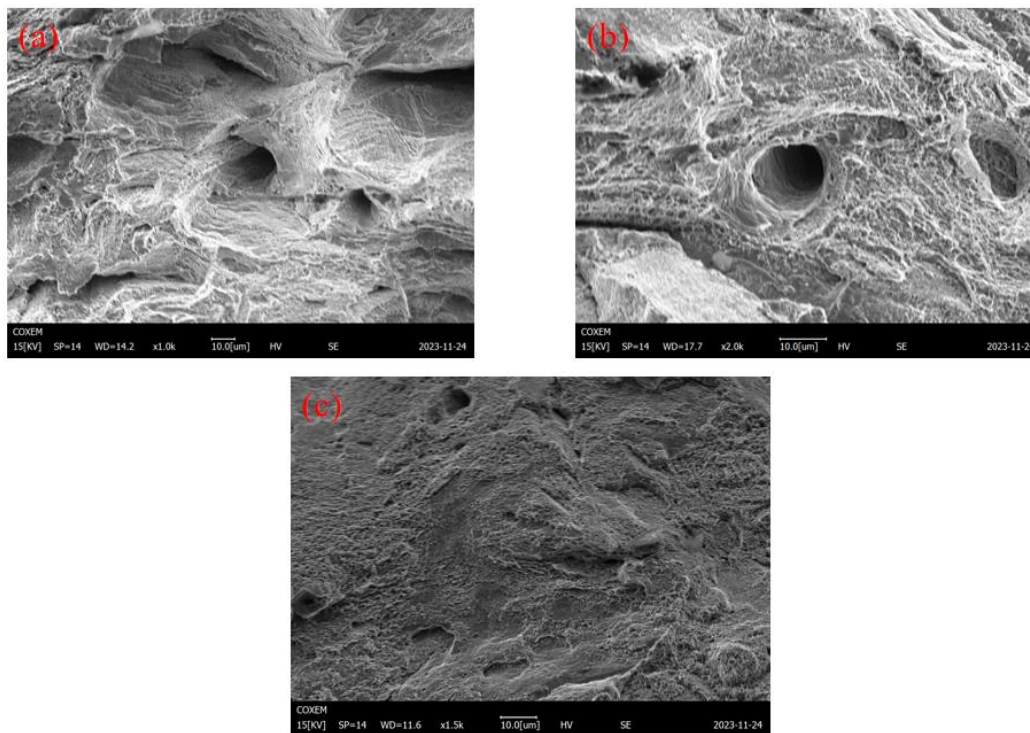


图 3-9 SLM 态 GH3536 试样在室温下的拉伸断口 SEM 微观形貌图

(a) 8 号试样 能量密度 74J/mm^3 (b) 14 号试样 能量密度 128J/mm^3

(c) 17 号试样 能量密度 178J/mm^3

由图 3-9 可以看出，所有状态试样断口中均可以观察到明显的圆形微小坑洞均匀分布与断口表面，这些微小坑洞是等轴型韧窝，这表明所有试样均为韧性断裂。韧窝组织较深并且具有明显的取向性，且 14 号试样与 17 号试样韧窝较 8 号试样变得更小，表面平整度随能量密度的升高变的越来越平整，这表明 14 号与 17 号试样较 8 号试样具有更优异的塑性。

3.4 本章小结

本章使用 GH3536 合金为原材料，采用 SLM 激光选区熔化方式，以不同工艺参数制备了 5×4 组参数不同的 SLM 态 GH3536 合金，分析了不同工艺参数对该合金的表面形貌、物相结构、微观金相组织及力学性能的影响，得出以下结论：

(1) SLM 成形 GH3536 合金时, 激光功率过低会导致输入的激光能量不足以充分熔化 GH3536 合金粉末, 形成较多缺陷, 随着能量密度升高时, 零件的孔隙率减小, 致密度得到提高。

(2) 经过 SLM 成形的 GH3536 合金与 GH3536 合金粉末相比, 衍射峰向左偏移, 晶面间距变大。这是由晶格的畸变导致的, 原因是在 SLM 成形过程中, 温度梯度和重熔现象使合金内部残留热应力巨大。激光功率为 330w, 扫描速度为 950mm/s 是本实验表面形貌最优的工艺参数。

(3) 能量密度较低时, 内部存在未熔缺陷, 缺陷的多少影响到材料成形性。能量密度较高时, 细晶强化的强化效果降低导致硬度的降低, 在激光功率为 330W, 扫描速度为 950mm/s 时, 能量密度为 128J/mm^3 , 维氏硬度达到最优, 为 255.04 HV。

(4) SLM 成形 GH3536 合金时, 沿成形方向组织呈不规则鱼鳞状排布熔池, 并相互堆叠。显微组织由等轴晶和柱状晶构成, 等轴晶在熔池内部生长, 柱状晶从熔池边界向温度梯度相反的方向生长。这是由于 SLM 成形过程中熔池内部组织只受到激光的一次照射, 熔池边界经过二次照射, 形成重熔区, 多次热量吸收使得晶粒得到足够生长, 晶粒尺寸大于内部晶粒。

(5) GH3536 合金随能量密度的增大硬度变化整体上呈现先增大后减小的趋势, 能量密度为 128J/mm^3 与能量密度为 178J/mm^3 的试样具有较优异的合金塑性。

第 4 章 热处理态 GH3536 合金微观结构和性能研究

4.1 引言

SLM 成形 GH3536 高温合金较之传统铸锻焊工艺具有诸多优点，但 SLM 成形方式也存在缺陷。SLM 过程是一种急速加热和快速冷却的过程，其激光扫描后熔化和冷却并不平衡，中间会产生较大温度差，与其他传统工艺相比，SLM 过程会出现较多的表面缺陷，需要后处理来改善。本章采用 800℃、1000℃、及 1200℃环境对 GH3536 试样进行一小时固溶热处理，分析热处理温度对 SLM 态合金的组织形貌的影响，观察热处理后试样的形貌改变，并对热处理之后 GH3536 合金的硬度、拉伸性能及磨擦磨损性能的变化进行分析。

4.2 微观结构表征

SLM 制备 GH3536 合金成形较快，精度很高，但 SLM 成形的零件存在一些缺陷，如表面缺陷、塑性不足和各向异性，这些不足使 SLM 成形的 GH3536 合金应用收到限制，使用热处理方式可以有效改善由 SLM 制备的各种不足之处。图 4-1 为在常温、800℃、1000℃、1200℃热处理温度下固溶 1h 的固溶态合金组织形貌。观察可发现熔池与熔道的表面形貌特征均被消除，晶界显现出来。由图 4-1 (b) 可知，800℃下热处理 1h 后，由于元素扩散和残余应力减小导致再结晶的发生，沉积态的熔池边界消失，晶界显现出来，这个状态下的晶界杂乱而细长，形态分布不均匀，其微观组织中的大部分晶粒形态为柱状晶，还有一些数量较少的新形态晶粒，这是由于合金组织再结晶生成的，由图 4-1 (c) 可知，1000℃下热处理 1h 后，晶界较 800℃时均匀化程度加深，此时柱状晶部分转化为等轴晶，晶粒得到进一步细化，新型的晶粒数量也有所增加，再结晶程度加深。由图 4-1 (d) 可知，1200℃下热处理 1h 后，晶界变的规整，均匀化程度大大提升，其微观组织呈现弥散分布，大部分晶粒形态由柱状晶变为等轴晶，新生成的再结晶晶粒也显著增多。

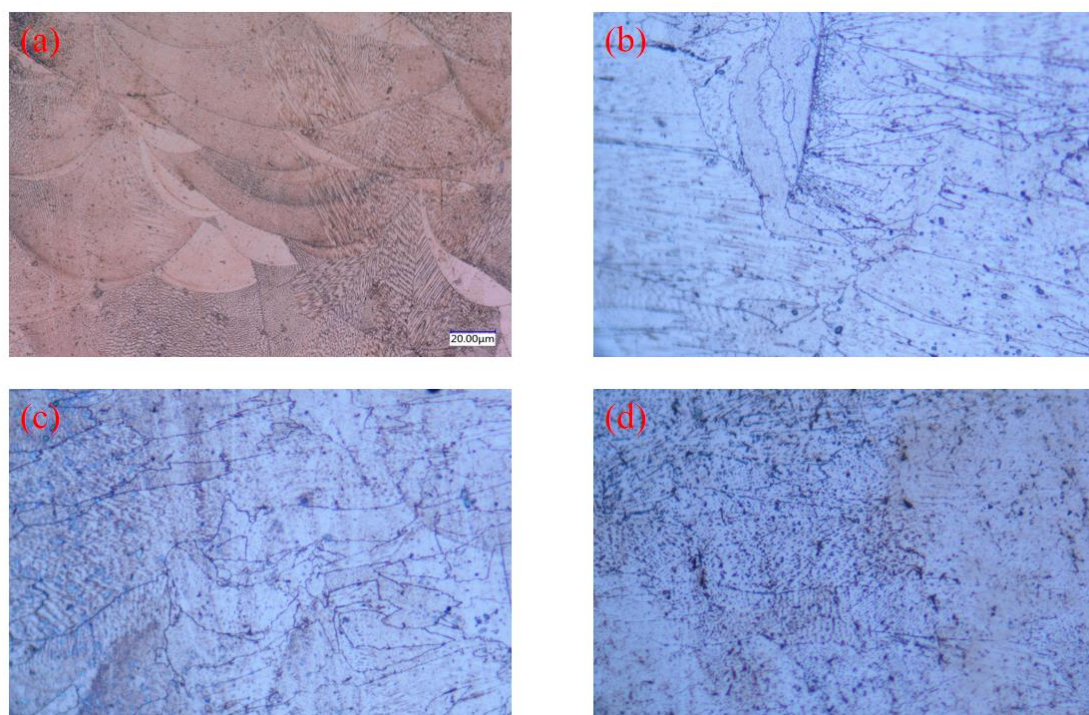


图 4-1 不同热处理温度下的合金组织形貌
(a) 常温 (b) 800℃ (c) 1000℃ (d) 1200℃

4.3 硬度分析

根据 GH3536 合金适用方向，本章对常温与不同热处理温度下的 GH3536 合金进行维氏硬度的材料表征，图 4-2 为常温、800℃、1000℃、1200℃下 SLM 成形 GH3536 合金的维氏硬度。

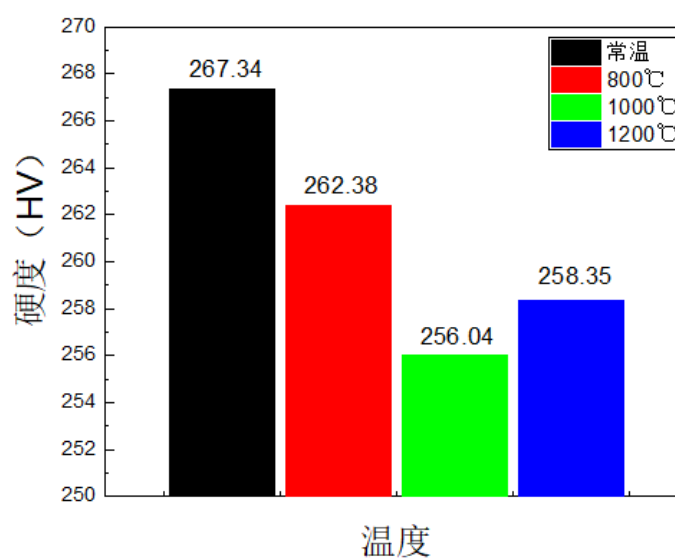


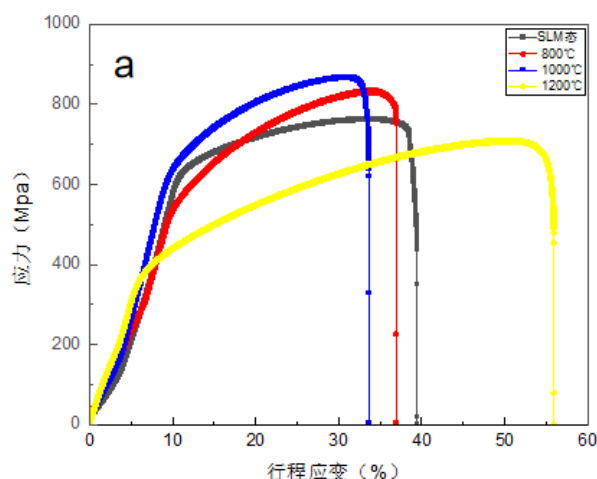
图 4-2 不同热处理温度下 SLM 成形 GH3536 合金的维氏硬度

由图 4-2 可知, 热处理后的 GH3536 合金硬度整体呈现减小趋势。经过热处理后硬度变小, 在 800℃ 进行 1h 热处理后, 硬度由 267.34HV 降低到 262.38HV, 这是由于经热处理之后, GH3536 合金的晶粒较之于沉积态发生了晶粒长大的现象, 细晶强化效果减弱, 且经过热处理后的合金在冷却过程中会保留部分残余应力, 这又会导致产生微裂纹, 合金的硬度从而发生降低。温度升高至 1000℃ 后, 硬度呈现进一步减小趋势, 但在 1200℃/1h 的热处理之后, 硬度较 1000℃ 热处理的合金发生增大, 这是由于此时柱状晶基本转化为等轴晶, 组织均匀化程度进一步提高, 在微观上晶粒各向异性降低, 这使得硬度得到了提高。

4.4 室温拉伸性能

4.4.1 抗拉强度分析

根据 GH3536 合金在不同条件下的使用情况, 本章选取本实验最优工艺参数打印拉伸试样, 并在 800℃、1000℃ 和 1200℃ 温度条件下对试样进行固溶热处理操作, 并用 SLM 态和不同热处理温度下的 GH3536 合金试样做对照, 对它们分别进行室温拉伸实验, 图 4-3 为 SLM 态和不同热处理温度下的合金应力-应变曲线图。



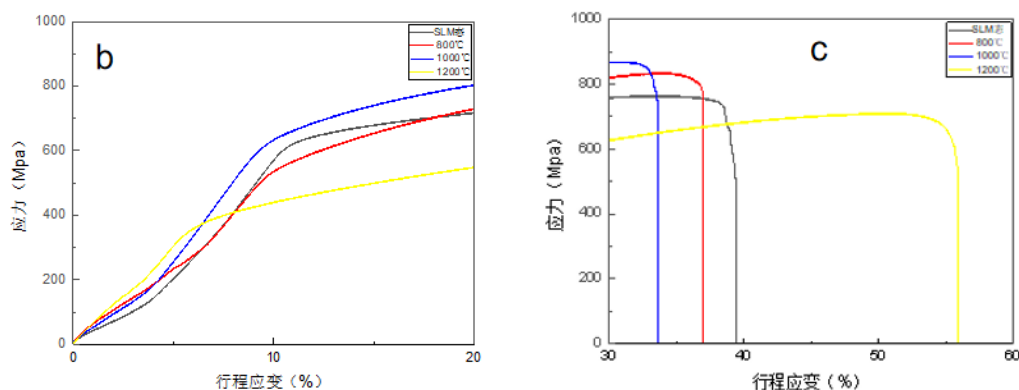


图 4-3 SLM 态和不同热处理温度下的合金应力-应变曲线图

(a) 0%~60% (b) 0%~10% (c) 30%~60%

由图 4-3 (a) 可知，固溶温度在 800℃和 1000℃时，延伸率较 SLM 态呈现出降低趋势，这可能是由于部分柱状晶转化为等轴晶，并生成新晶粒，内部组织杂乱导致的。在 1200℃时，GH3536 高温合金延伸率有了明显增大，这是由于合金的柱状晶全部转化为等轴晶，晶体呈弥散分布，大大加强了合金的延伸性。由图 4-3 (b) 可测出合金屈服强度，由图 4-3(c)可测出合金抗拉强度。由表 4-1 可知，SLM 态合金屈服强度与抗拉强度均高于热处理后的合金，800℃和 1000℃热处理态合金的屈服强度和抗拉强度接近，而 1200℃热处理态合金屈服强度有了明显降低，抗拉强度有小幅降低。由公式 4-1 可计算出 SLM 态和热处理态的屈强比，计算后可知 SLM 态合金的屈强比为 0.66，800℃和 1000℃热处理态合金的屈强比均为 0.55 左右，1200℃热处理态 GH3536 合金的屈强比较之 SLM 态及 800℃和 1000℃热处理态合金要低的多，为 0.42，而合金的屈强比越低，其合金塑性越好，由此可知在 1200℃下固溶的 GH3536 高温合金拥有优异的塑性。

$$\text{屈强比} = \frac{\text{屈服强度}}{\text{抗拉强度}} \quad (4-1)$$

表 4-1 SLM 态和不同热处理温度下的合金拉伸性能

	SLM 态	800℃	1000℃	1200℃
屈服强度/MPa	502.49	456.37	487.23	294.26
抗拉强度/MPa	757.28	827.65	864.26	704.80
屈强比	0.66	0.55	0.56	0.42

4.4.2 合金拉伸断口分析

为更直观 GH3536 合金在热处理后的合金强度，对 SLM 态和不同热处理温度下的 GH3536 合金拉伸断口形貌进行 SEM 观察，结果如图 4-4 所示。

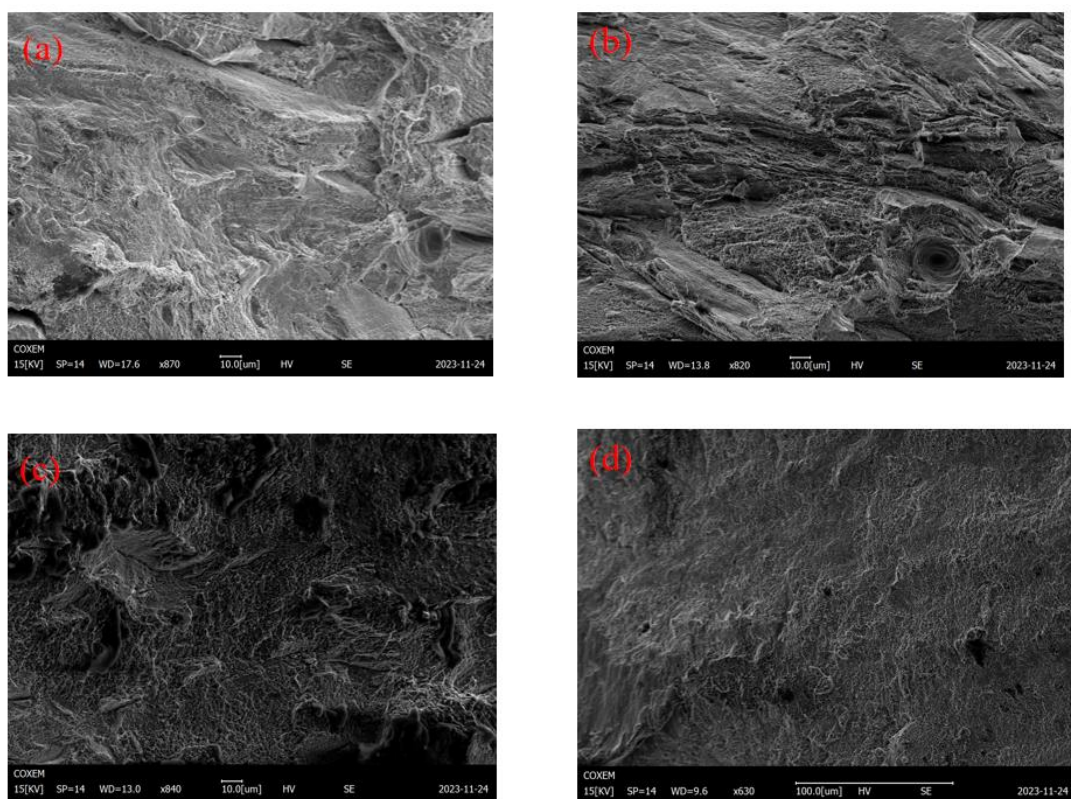


图 4-4 SLM 态和不同热处理温度下的 GH3536 合金拉伸断口形貌

(a) 常温 (b) 800℃ (c) 1000℃ (d) 1200℃

如图 4-4 所示，SLM 态 GH3536 合金试样断口组织整体呈现河流状样貌，表面凹凸不平，存在较多孔洞与裂纹，经过 800℃和 1000℃的热处理后的试样有所改善，经过 1200℃固溶热处理后，GH3536 合金试样断口组织整体样貌表面平整，孔洞与裂纹基本消失，这是由于在 1200℃的热处理之后，柱状晶基本转化为等轴晶，微观组织变得细化且均匀，断裂时较为均匀与平整。为进一步探究断口形貌，放大显微倍数观察，图 4-5 为放大后的断口形貌。

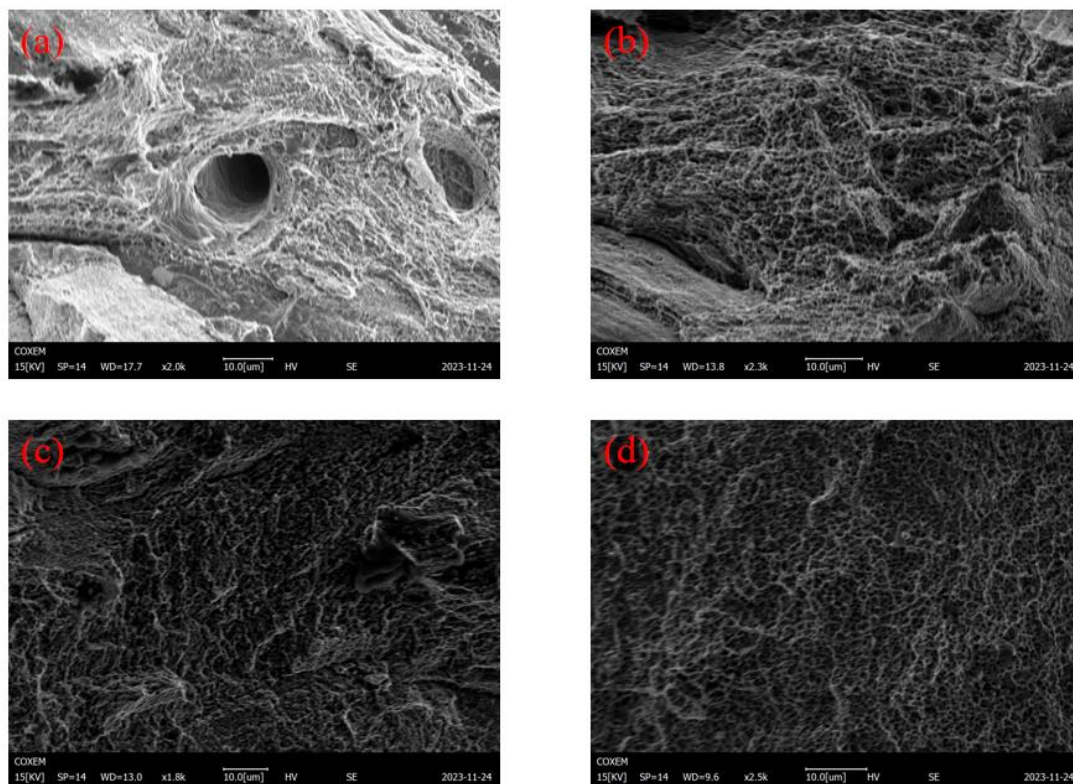


图 4-5 SLM 态和不同热处理温度下的 GH3536 合金拉伸断口微观形貌

(a) 常温 (b) 800℃ (c) 1000℃ (d) 1200℃

由图 4-5，SLM 态与热处理态试样断口中均可以观察到明显的圆形微小坑洞均匀分布与断口表面，这些微小坑洞是等轴型韧窝，由此知断裂方式均为韧性断裂。由图 (a)、(b)、(c)、(d) 可以看出，热处理态下韧窝组织较深并且具有明显的取向性的柱状枝晶结构。由图 (d) 可以看出，固溶温度为 1200℃ 时试样断口呈现均匀且规则的韧窝组织，表明合金的组织得到了均匀化。

由前文可知，合金的抗拉强度随固溶处理温度的增大而提升，这是由于 GH3536 合金的强化机制作用。随着固溶温度的升高，组织内部 Laves 相逐渐熔化，1200℃ 热处理后更多的元素进入 Ni 基体中，使得晶粒有所细化，一定程度上改善合金塑性。

4.5 室温摩擦磨损性能

4.5.1 热处理对摩擦系数的影响

根据 GH3536 合金在不同条件下的使用情况，选取本实验最优工艺参数打印摩擦磨损试样，并在 800℃、1000℃和 1200℃对试样进行 1h 固溶热处理操作，得到 SLM 态和不同热处理温度下的 GH3536 合金摩擦磨损试样，并对它们进行室温摩擦磨损实验。

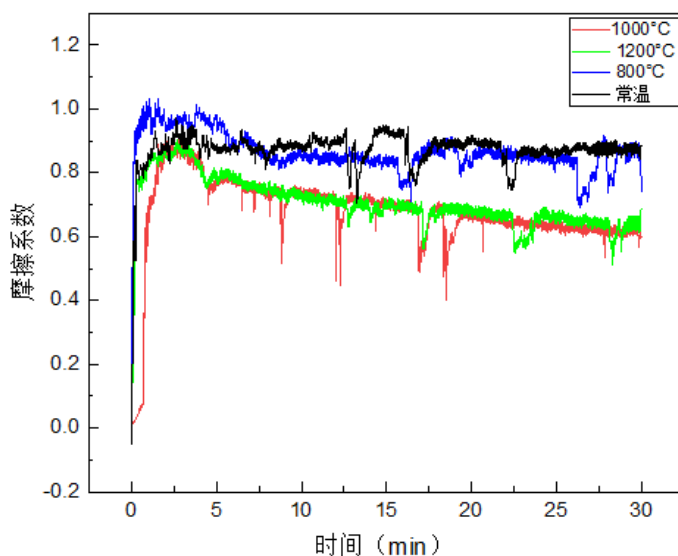


图 4-6 SLM 态与不同温度下热处理态 GH3536 合金的摩擦系数曲线

图 4-6 为 SLM 态和不同温度下热处理态的 GH3536 合金在 5N 载荷下的摩擦系数曲线，本次实验摩擦时间为 30 分钟。由图可知，在 0 到 2 分钟时，摩擦系数呈急速上升趋势。这一阶段现象的原因是摩擦副随时间压入块体表面并进行滑动，在压入过程中，摩擦副与块体接触面积不断增大，摩擦系数因此呈急速上升趋势，这一阶段为准备工作，摩擦系数没有实际意义。在 2 到 6 分钟时，摩擦系数呈现一个短时急速下降过程，这一过程是由于不断压入的摩擦副与块体摩擦产生的许多磨屑被快速磨干，接触面变的光滑的过程，在 6 分钟后摩擦磨损过程正式开始。由图 4-6 可以看出，与常温 SLM 态相比，热处理态下的 GH3536 合金试样的摩擦系数与摩擦系数波动更小，在 1000℃与 1200℃热处理后的块体相比 800℃处理后的块体摩擦系数有明显下降，为确保精确，计算出常温 SLM 态与不同温度下热处理态的平均摩擦系数。

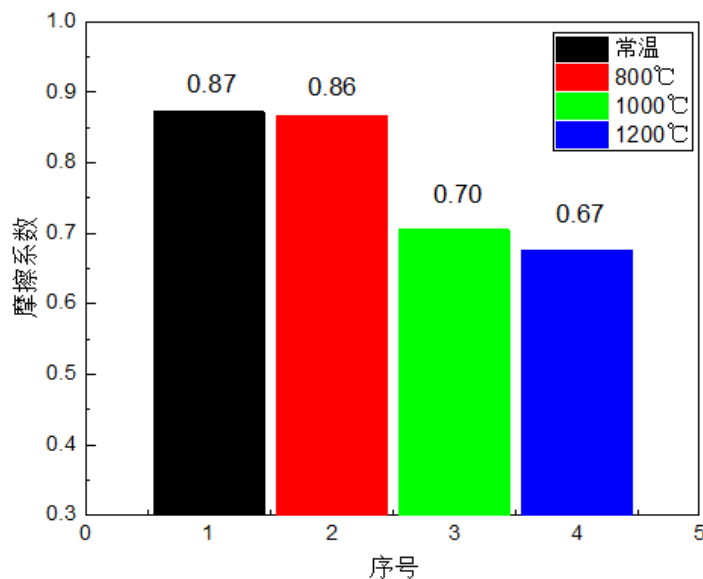


图 4-7 SLM 态与不同温度下热处理态 GH3536 合金的平均摩擦系数

由图 4-7 可知，常温 SLM 态的合金平均摩擦系数为 0.87，800℃热处理后的合金平均摩擦系数为 0.86，与 SLM 态相差不大，这表明经过 800℃热处理后 GH3536 高温合金的摩擦磨损性能并未有明显提高，这是由于温度不够使高温合金内部组织发生改变，由图 4-1 可以看出，在 800℃热处理状态下晶界杂乱而细长，分布不均匀，这导致了摩擦磨损性能不佳。由图 4-7 可知，1000℃与 1200℃的平均摩擦系数分别为 0.70 与 0.67，明显低于 SLM 态摩擦系数，所以在 1000℃与 1200℃热处理后的 GH3536 合金摩擦磨损性能有了明显提高。

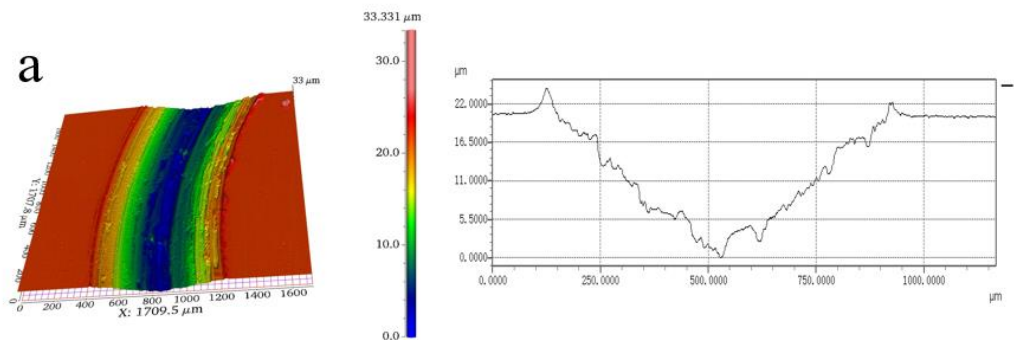
4.5.2 热处理对磨痕与磨损率的影响

为探究常温 SLM 态和热处理态下摩擦过程中的磨损率变化，本节对摩擦磨损试样进行三维形貌与二维数字轮廓分析，图 4-8 为 GH3536 高温合金的磨痕二维轮廓与三维形貌图，由图 4-8 可以观察得到不同状态下试样二维磨痕宽度与高度。表 4-2 为 SLM 态与不同温度下热处理态的磨痕尺寸与磨损率。众所周知，当时间、载荷以及温度等因素一致时，磨损量越小则代表材料耐磨性能越优异，本次实验使用三维形貌激光显微镜测得磨痕宽度深度及面积，用磨痕面积乘以磨痕长度得到磨损量，由公式 2-1 可得到磨损率 ($10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$)。

表 4-2 SLM 态与不同温度下热处理态的磨痕尺寸与磨损率

试样	宽度 (μm)	深度 (μm)	面积 (μm^2)	磨损率 ($10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$)
常温	760	21.5	8739.2	0.26
800℃	746	17.3	6439.3	0.19
1000℃	590	11.8	3706.6	0.11
1200℃	535	10.9	3087.4	0.09

由表 4-2 可知 SLM 态的 GH3536 合金的磨痕宽度为 $760\mu\text{m}$ ，深度为 $21.5\mu\text{m}$ ，磨痕的面积为 $8739.2\mu\text{m}^2$ ， 800°C 热处理温度下的热处理态 GH3536 合金的磨痕宽度为 $746\mu\text{m}$ ，深度为 $17.3\mu\text{m}$ ，磨痕的面积为 $6439.3\mu\text{m}^2$ ， 1000°C 热处理温度下的热处理态 GH3536 合金的磨痕宽度为 $590\mu\text{m}$ ，深度为 $11.8\mu\text{m}$ ，磨痕的面积为 3706.6 ， 1200°C 热处理温度下的热处理态 GH3536 合金的磨痕宽度为 $535\mu\text{m}$ ，深度为 $10.9\mu\text{m}$ ，磨痕的面积为 $3087.4\mu\text{m}^2$ ，随着热处理温度的升高，磨痕的宽度深度较 SLM 态合金变的越来越小，从而合金二维显微截面积也呈现逐渐减小趋势，经过计算 SLM 态、 800°C 、 1000°C 、 1200°C 热处理态的体积磨损率分别为 $0.26\times 10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ 、 $0.19\times 10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ 、 $0.11\times 10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ 、 $0.09\times 10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ ，比之于 SLM 态， 1200°C 热处理态的体积磨损减少的 65.4%，摩擦磨损性能得到极大增强。



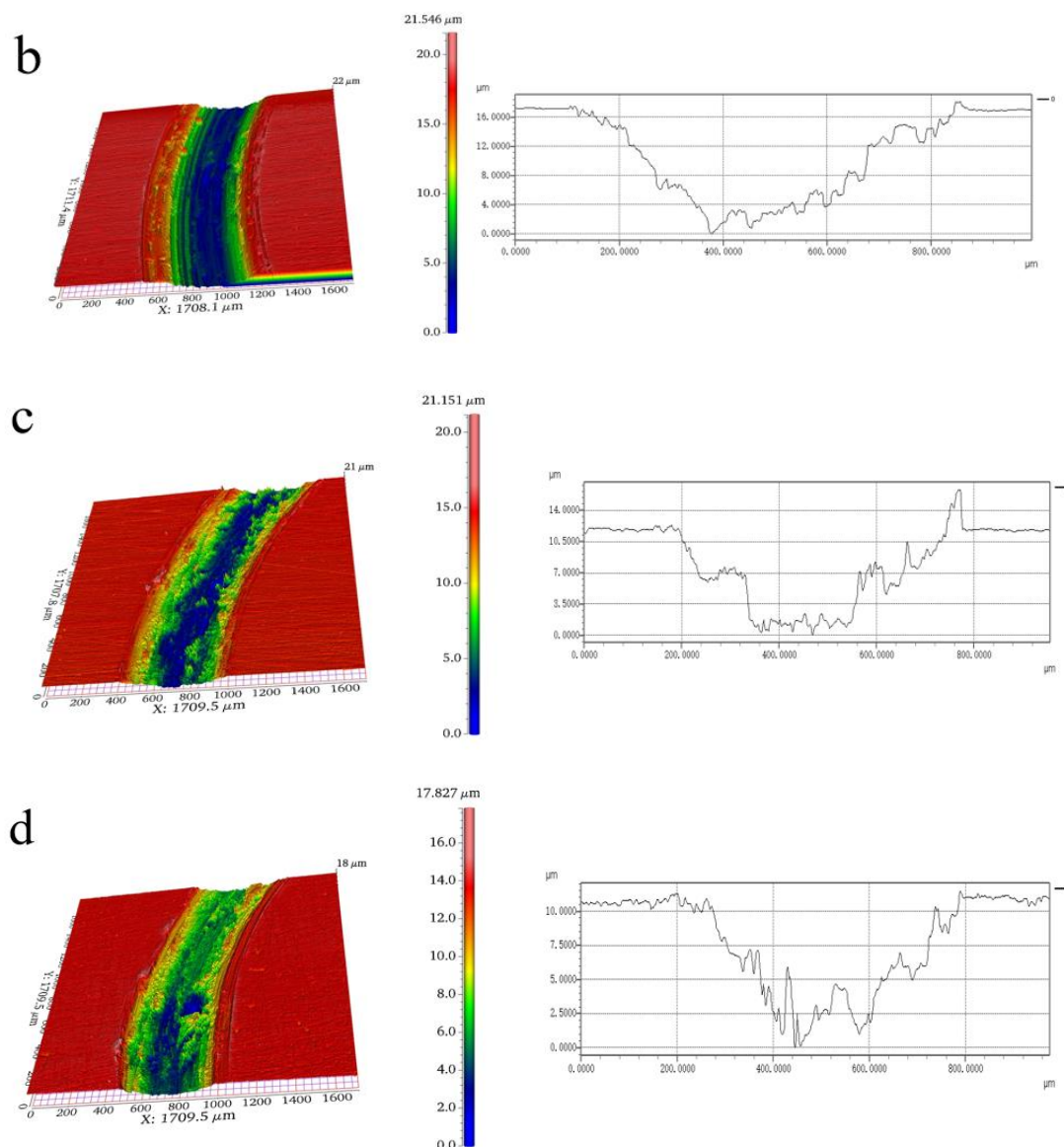


图 4-8 SLM 态与热处理态 GH3536 合金的磨痕二维轮廓与三维形貌图

(a) 常温 (b) 800℃ (c) 1000℃ (d) 1200℃

由图 4-8 可以看出，常温 SLM 态、800℃、1000℃、1200℃热处理态 GH3536 合金蓝色深度磨痕呈减少趋势，这也能说明进行热处理后，GH3536 合金的摩擦磨损性能得到增强，随着固溶热处理温度的升高，摩擦磨损性能呈上升趋势。

4.5.3 热处理对磨损机理的影响

图 4-9 为 GH3536 合金的磨痕显微形貌，观察图 4-9 (a) 可知，常温未处理的 GH3536 合金的磨痕比热处理后更宽，磨痕表面存在许多突起的组织且分

布杂乱，这些组织呈片状结构，且组织内部存在断裂，符合黏着磨损的特征。同时在磨痕内部观察到弧形沟槽，方向为摩擦方向，代表磨损方式含有磨粒磨损，不过沟槽较浅，由此可知粘着磨损为主要磨损方式，磨粒磨损为次要磨损方式。由图 4-9 (b) 可知，800℃热处理后的试样磨痕略微变窄，依旧存在较多黑色组织，此时依旧以粘着磨损为主要磨损方式，磨粒磨损为次要磨损方式。由图 4-9 (c) (d) 可知，1000℃和 1200℃热处理后的试样黑色组织分布均匀且相互之间连续，试样磨痕较常温 SLM 态与 800℃进一步变窄，但是与滑动方向一致的划痕与沟槽更加明显，这说明经过热处理后，粘着磨损效果减弱，此时依旧以粘着磨损为主要磨损方式，磨粒磨损为辅助磨损方式。

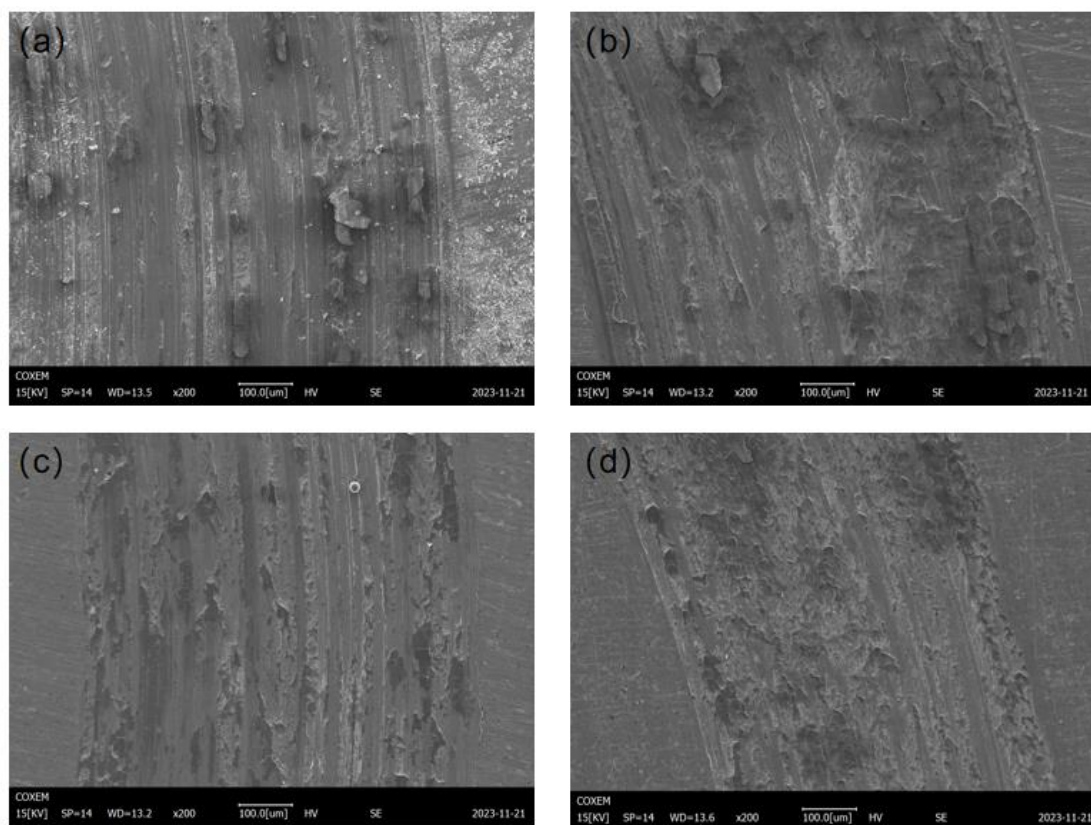


图 4-9 SLM 态与不同温度热处理态的 GH3536 合金的磨痕显微形貌

(a) 常温 (b) 800℃ (c) 1000℃ (d) 1200℃

为了进一步探究这两者的磨损机理，对图 4-9 的磨痕形貌图像进一步放大并对黑色片状物质进行 EDS 点扫得到图 4-10，由图 4-10 可知，最高峰元素为氧元素，这说明摩擦过程中还存在氧化磨损。

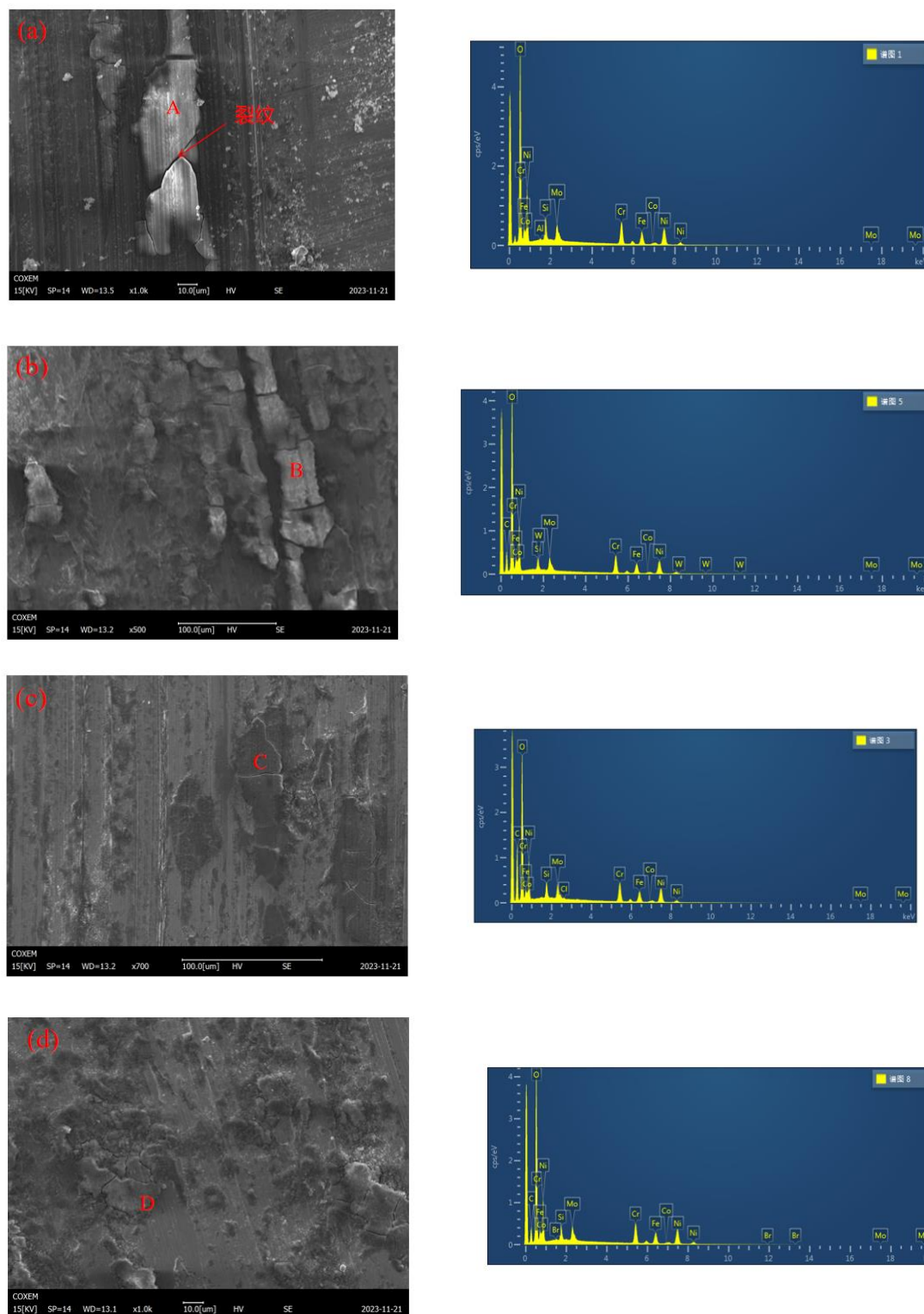


图 4-10 放大后的磨痕显微形貌与黑色物质的 EDS 点分析

(a) 常温 (b) 800℃ (c) 1000℃ (d) 1200℃

4.5.4 载荷对摩擦系数的影响

由上节得到的本次实验最佳热处理温度为 1200℃，本节对 1200℃热处理下

的 GH3536 合金试样在 5N 和 10N 两种载荷条件下进行室温摩擦磨实验。图 4-11 为常温下不同载荷的 GH3536 合金摩擦系数曲线。

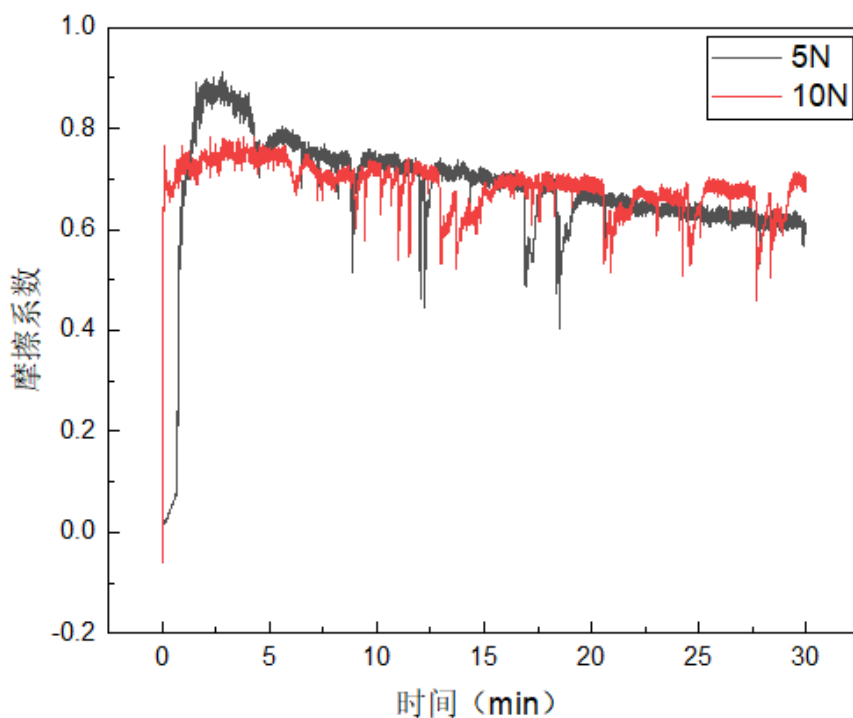


图 4-11 常温下不同载荷的 GH3536 合金摩擦系数曲线

由图 4-11 可知，10N 载荷条件下，合金的摩擦系数曲线在 0-6 分钟是并不像 5N 载荷条件下有急速升高和急速降低的过程，这是由于给摩擦副的压力增大，合金磨痕在短时间形成并快速磨平磨屑。在 6 分钟后，5N 与 10N 载荷条件下，合金摩擦系数曲线基本处于同一位置，图 4-12 为它们的平均摩擦系数，由图可知，在 5N 载荷条件下，合金试样的平均摩擦系数为 0.67，10N 载荷条件下平均摩擦系数为 0.68，10N 载荷下，GH3536 合金平均摩擦系数稍高于 5N 载荷条件。

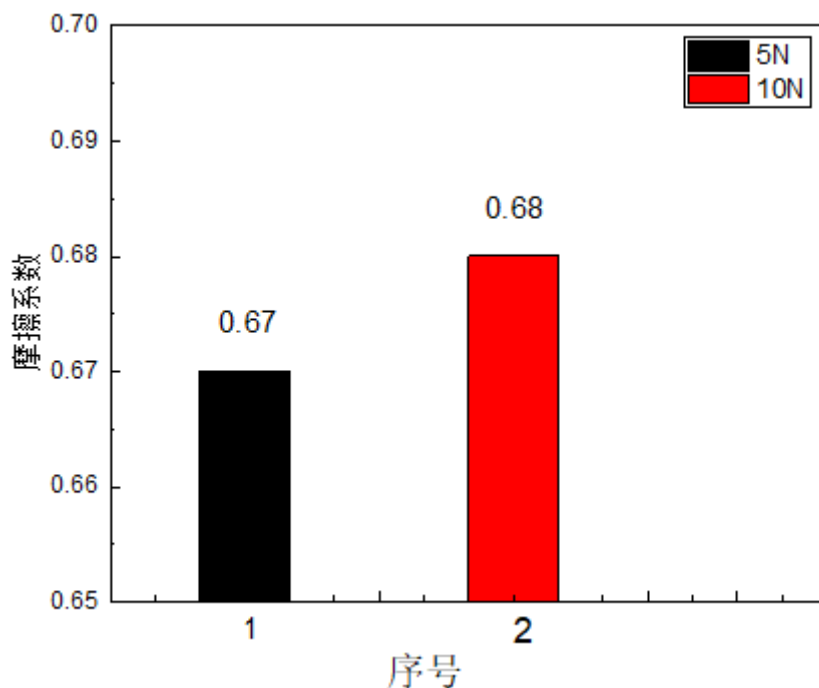


图 4-12 常温下不同载荷的平均摩擦系数

4.5.5 载荷对磨痕与磨损率的影响

为了解常温下不同载荷对磨痕形貌及磨损率的影响，使用三维形貌仪对摩擦磨损试样进行三维形貌与二维数字轮廓分析，图 4-13 为不同载荷条件下 GH3536 高温合金的磨痕二维轮廓与三维形貌图。由图 4-13 可以观察得到不同载荷条件下试样的二维磨痕宽度与高度，计算可得到体积磨损量，得到体积磨损量后使用公式 2-1 可得到各试样的磨损率 ($10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$)。表 4-3 为不同载荷下 GH3536 合金的磨痕尺寸与磨损率。

表 4-3 不同载荷下 GH3536 合金的磨痕尺寸与磨损率

试样	宽度 (μm)	深度 (μm)	面积 (μm^2)	磨损率 ($10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$)
5N	535	10.9	3087.4	0.09
10N	850	26.0	13245.4	0.39

由表 4-3 可知，在 5N 载荷条件下，GH3536 合金的磨痕宽度为 $535\mu\text{m}$ ，深度为 $10.9\mu\text{m}$ ，磨痕的面积为 $3087.4\mu\text{m}^2$ ，计算得到磨损率为 $0.09 \times 10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ 。在 10N 载荷条件下，GH3536 合金的磨痕宽度为 $850\mu\text{m}$ ，深度为 $26.0\mu\text{m}$ ，磨痕的面积为 $13245.4\mu\text{m}^2$ ，计算得到磨损率为 $0.39 \times 10^{-3}\mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ 。由此可知试样随着载荷的增加，磨痕的宽度与深度都呈增加趋势，磨损率也随之增加。在实际应

用过程中，摩擦副与试样接触表面不够光滑，在力的作用下试样表面微小突起会互相挤压产生局部应力导致变形，从而形成磨屑，施加的载荷较高时，力的作用较大，会产生较多磨屑，从而使得磨损率加大。

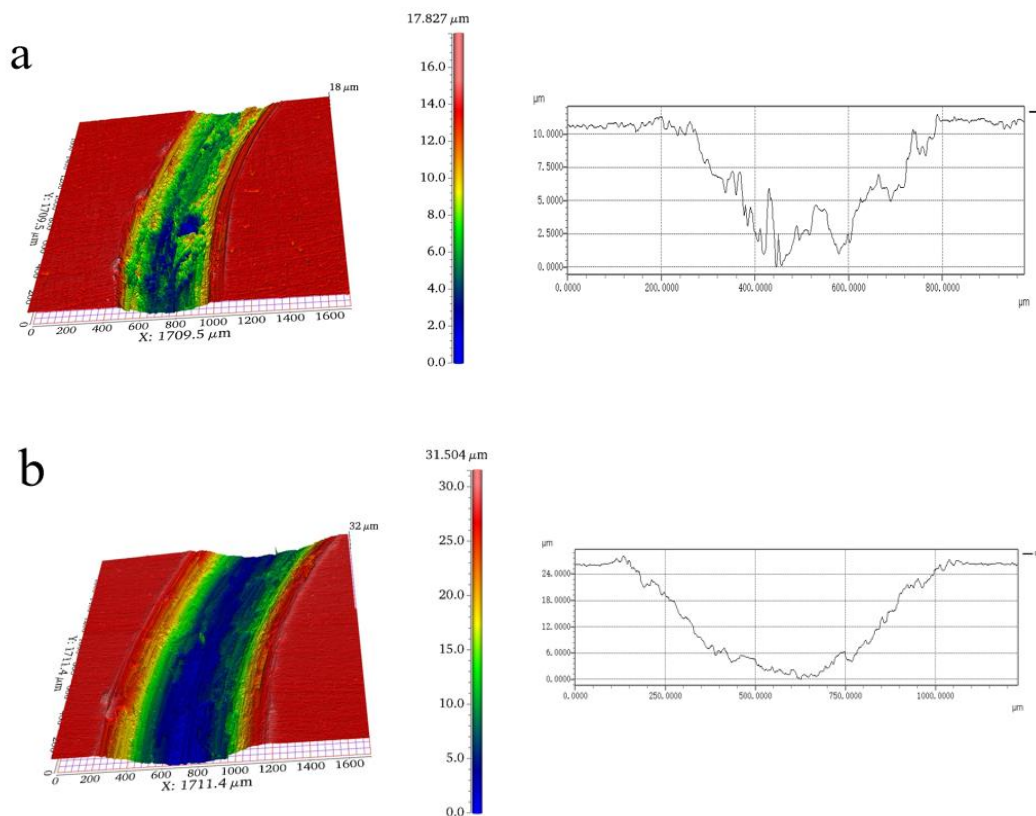


图 4-13 不同载荷条件下 GH3536 高温合金的磨痕三维形貌与二维轮廓图

(a) 5N (b) 10N

4.5.6 载荷对磨损机理的影响

图 4-14 为常温下 1200℃ 热处理后试样在不同载荷的 GH3536 合金显微形貌。由图可知，载荷为 5N 的试样磨痕宽度较窄。由图可观察到划痕且 10N 载荷条件下的划痕更加深一些。这表明两组试样皆存在少量磨粒磨损。当载荷增加至 10N 时，磨痕宽度增大，且表面片状组织变大，颗粒状组织基本消失。这些片状组织之间存在断裂，组织内部有许多裂纹，对它们进行了 EDS 分析，结果如图 4-15 所示。由图知氧元素峰值依旧很高，不同载荷条件下均发生氧化反应，这是由于在摩擦过程中产生大量热量，GH3536 合金与氧气发生反应产生大量

金属氧化物，且 10N 载荷条件下的氧化磨损更剧烈。

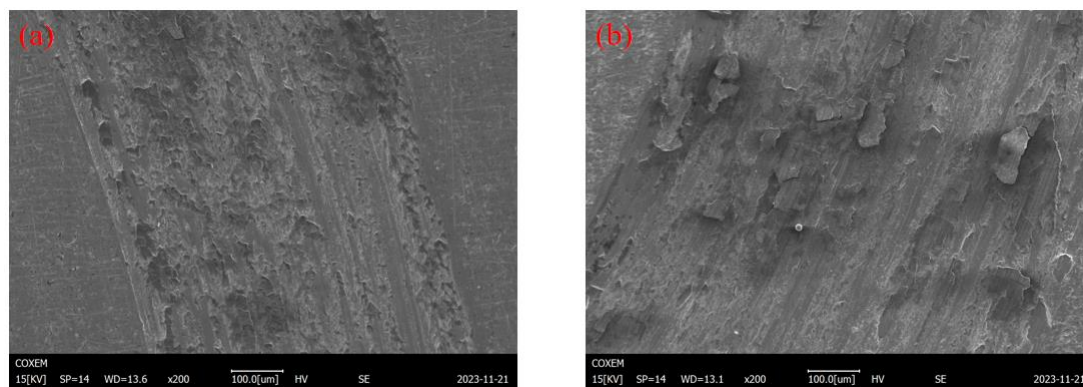


图 4-14 常温下不同载荷的 GH3536 合金显微形貌

(a) 5N (b) 10N

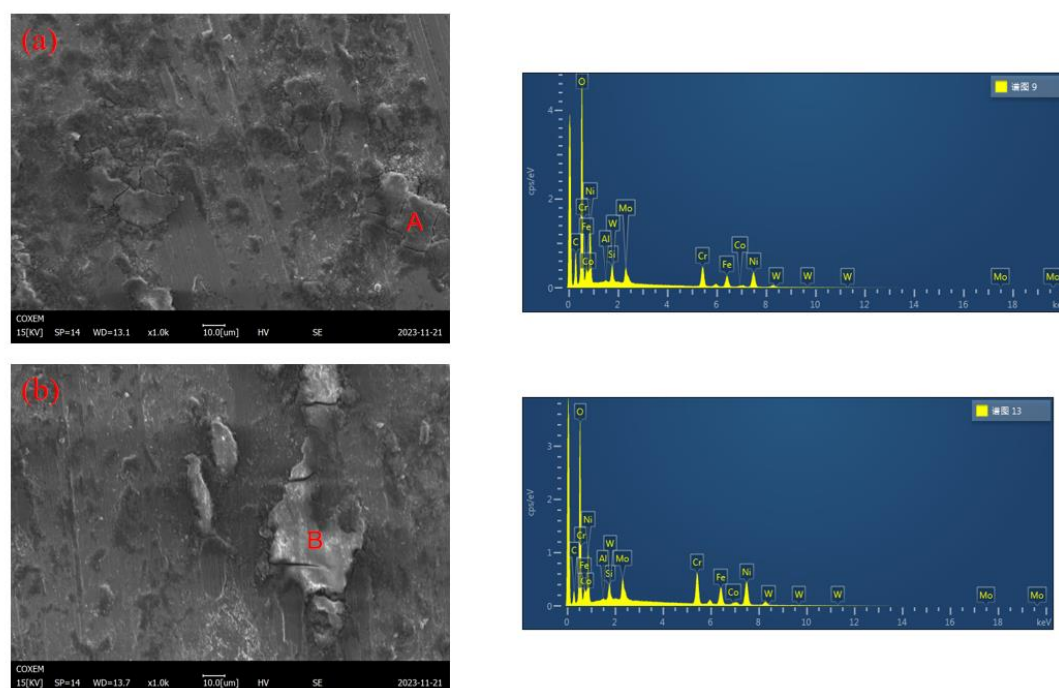


图 4-15 放大后的磨痕显微形貌与黑色物质的 EDS 点分析

(a) 5N (b) 10N

4.6 本章小结

本章在不同的热处理温度（800℃、1000℃、1200℃）下对 GH3536 合金进行热处理，通过观察常温与不同热处理温度下合金的微观组织形貌及热处理过程中的析出相分析其力学性能的改变，研究了不同热处理温度对 GH3536 合金

的组织与力学性能影响。

(1) SLM 成形的沉积态 GH3536 镍基高温合金的成形面有鱼鳞状的熔池形貌，扫描面有激光扫描遗留下的熔道形貌，在经过固溶热处理后，熔池与熔道的边界均消失，晶界显现出来。

(2) 800℃时熔池形貌已经消失，出现杂乱细长且形态分布不均匀的晶界，微观组织为柱状晶，1000℃时晶界开始有均匀化趋势，部分柱状晶转变为等轴晶，1200℃时，晶界变的规整，其微观组织呈现弥散分布，柱状晶完全转变为等轴晶。

(3) 800℃、1000℃、及 1200℃的不同温度的热处理对硬度均起到减弱作用，800℃到 1000℃之间降低最快，这是由于经过热处理过程，晶粒发生长大，细晶强化效果减弱，在 1200℃热处理后对比 1000℃硬度有所增强，这是由于组织各向异性的减弱。

(4) 1200℃热处理态 GH3536 合金的屈强比较之 SLM 态及 800℃和 1000℃热处理态合金要低的多，为 0.42，而合金的屈强比越低，其合金塑性越好，由此可知在 1200℃下固溶的 GH3536 高温合金拥有优异的塑性。

(5) 随着固溶温度的升高，组织内部 Laves 相逐渐熔化，1200℃热处理后更多的元素进入 Ni 基体中，使得晶粒有所细化，一定程度上改善合金塑性，在 1200℃下固溶的 GH3536 高温合金拥有优异的抗拉性能。

(6) 1000℃与 1200℃的平均摩擦系数分别为 0.70 与 0.67，明显低于 SLM 态摩擦系数，在 1000℃与 1200℃热处理后的 GH3536 合金摩擦磨损性能有了明显提高。1200℃热处理态的体积磨损率仅为 $0.09 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ ，与 SLM 态相比，1200℃热处理态的体积磨损减少的 65.4%，摩擦磨损性能得到极大增强。

(7) 在 SLM 态中，磨损方式以粘着磨损占主要地位，磨粒磨损占次要地位。经过热处理后，粘着磨损效果减弱，但此时磨损方式依旧以粘着磨损为主，磨粒磨损为次，由于不是在真空下进行实验，摩擦过程中还出现了氧化磨损。

(8) 1200℃热处理后的 GH3536 合金试样在 5N 载荷条件下，平均摩擦系数为

0.67, 10N 载荷条件下平均摩擦系数为 0.68, 10N 载荷下的平均摩擦系数稍高于 5N 载荷条件。10N 载荷条件下合金磨损率为 $0.39 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/\mu\text{m}$, 较 5N 载荷条件下的 $0.09 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ 有了很大提高。

(9) 1200℃ 热处理后的 GH3536 合金试样在载荷为 5N 条件下, 磨痕宽度较窄, 磨痕上有片状组织及颗粒状组织, 当载荷增加至 10N 时, 片状组织占比增加, 颗粒状组织占比减少, 磨损方式以黏着磨损为主要磨损方式, 还存在磨粒磨损和氧化磨损。

结论

本文通过 SLM 激光选区熔化, 选取 GH3536 镍基高温合金作为原料, 分别以不同的工艺参数制备 GH3536 合金实验块体, 拉伸试样和摩擦磨损试样, 首先对合金进行表面孔隙率和硬度分析, 观察结果得出本实验最优工艺参数试样, 通过对该试样的微观形貌, 力学性能进行系统研究, 分析 SLM 态 GH3536 合金不同工艺参数对表面形貌、微观组织和力学性能的影响。得到最佳工艺参数后, 对该参数 SLM 态 GH3536 合金进行不同温度的固溶热处理, 得到热处理态试样, 并对热处理态试样的组织, 析出相和力学性能进行比较讨论, 分析不同固溶温度对 GH3536 合金对组织和力学性能的影响规律与强化机制, 具体结论如下:

(1) SLM 成形 GH3536 合金时, 激光功率过低会导致输入的激光能量不足以充分熔化 GH3536 合金粉末, 形成较多缺陷, 随着能量密度升高时, 试样的孔隙率减小, 致密度得到提高。在 SLM 成形过程中, 在能量密度过低时, 内部存在未熔缺陷, 影响材料的成形性能。能量密度过高时, 细晶强化的强化效果降低导致硬度的降低, 由孔隙率和硬度可以得到本实验最优工艺参数为激光功率 330w, 扫描速度 950mm/s, 其能量密度为 128J/mm^3 。

(2) SLM 成形 GH3536 合金时, 成形方向组织呈不规则鱼鳞状排布熔池, 并相互堆叠, 扫描方向呈现由激光扫描遗留下的熔道, 显微组织由等轴晶和柱状晶构成。等轴晶生长在熔池内部, 柱状晶生长于熔池边界且垂直逆温度梯度方向生长, 这是由于 SLM 成形过程中熔池内部组织只受到单次激光照射, 而熔池边界经过二次激光照射, 形成重熔区, 晶粒得到充分热量, 尺寸增大。GH3536 合金硬度整体上随能量密度的增大表现为先增大后减小, 能量密度为 128J/mm^3 的试样具有较优异的合金塑性。

(3) 在经过固溶热处理后, 熔池与熔道的边界均消失, 晶界显现出来, 800°C 时晶界杂乱细长且形态分布不均匀, 显微组织为柱状晶, 1000°C 时晶界开始有均匀化趋势, 部分柱状晶转变为等轴晶, 1200°C 时, 晶界变的规整, 其显微组织呈现弥散分布, 柱状晶完全转化为等轴晶。

(4) 800℃、1000℃、及 1200℃的不同温度的热处理对硬度均起到减弱作用，这是由于经过热处理过程，晶粒发生长大，细晶强化效果减弱，在 1200℃热处理后对比 1000℃有所增强，这是由于组织各向异性的减弱。

(5) 1200℃热处理态 GH3536 合金的屈服比较之 SLM 态及 800℃和 1000℃热处理态合金要低的多，而合金的屈服比越低，其合金塑性越好，由此可知在 1200℃下固溶的 GH3536 高温合金拥有优异的塑性。

(6) 1000℃与 1200℃热处理后的 GH3536 合金摩擦磨损性能较 SLM 态和 800℃条件下有了明显提高。特别在 1200℃热处理态的体积磨损率仅为 $0.09 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3/\mu\text{m}$ ，于 SLM 态相比，1200℃热处理态的体积磨损减少的 65.4%，摩擦磨损性能得到极大增强。在 SLM 态中，磨损方式以粘着磨损占主要地位，磨粒磨损为次要磨损。经过热处理后，粘着磨损效果减弱，但此时磨损方式依旧与 SLM 态相同，主要磨损方式为粘着磨损，磨粒磨损为次要，由于不是在真空下进行实验，摩擦过程中均出现了氧化磨损。

(7) 热处理条件相同，在不同载荷条件下，磨损实验施加载荷越高，合金磨损率越大。且当载荷增加时，片状组织的占比增加，并且颗粒状组织的占比减少，不同载荷磨损方式均以黏着磨损为主要磨损方式，还存在磨粒磨损和氧化磨损。

攻读硕士学位期间主要研究成果

周陈巍，余小鲁 SLM 成形 GH3536 合金组织与硬度的研究，安徽工程大学学报
(已录用)

参考文献

- [1] 任庆国,姚志浩,董建新等.激光增材制造高温合金复合材料研究进展[J].稀有金属材料与工程,2023,52(10):3617-3629.
- [2] 祝国梁,罗桦,贺戡,等.镍基高温合金增材制造研究进展[J].材料工程,2024,52(02):1-15.
- [3] 左强. 铁镍基合金中第二相的形成与演化规律研究[D].西北工业大学,2017.
- [4] 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: 纳米与新材料专辑, 2011, 25 (2): 482-486.
- [5] 张洪瑞,詹梅,郑泽邦等.航天大型薄壁回转曲面构件成形制造技术的发展与挑战[J].机械工程学报,2022,58(20):166-185.
- [6] 王建明,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, 2007 (9): 91-93.
- [7] Tomus D, Jarvis T, Wu X, et al. Controlling the microstructure of Hastelloy-X components manufactured by Selective Laser Melting[J]. Physics Procedia, 2013, 41: 823-827.
- [8] 柳朝阳,赵备备,李兰杰,等. 金属材料 3D 打印技术研究进展 [J]. 粉末冶金工业, 2020, 30 (02): 83-89.
- [9] 邱贺方,袁晓静,罗伟蓬等.增材制造 AlCoCrFeNi_{2.1} 共晶高熵合金研究进展[J/OL].材料工程:1-16[2023-11-06].<http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1800.TB.20231024.1449.008.html>.
- [10] 韩嘉禾,文明杰,陈东平等.3D 打印铝基含能材料的研究进展[J/OL].火炸药学报:1-17[2023-11-06].<https://doi.org/10.14077/j.issn.1007-7812.202304007>.
- [11] Wang F. Mechanical property study on rapid additive layer manufacture Hastelloy® X alloy by selective laser melting technology[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2012, 58 (5): 545-551.
- [12] 李中豪,黄亮,班宜杰,等. GH4698 合金热加工图及微观组织演化 [J]. 塑性工程学报, 2024, 31 (01): 71-82.
- [13] Yutao L ,Hanguang F ,Tiejun M , et al. Strengthening mechanisms in AlCoCrFeNiMo_{0.8}-TiC composite coating based on first-principles calculations[J]. Journal of Materials Science,2023,58(33).
- [14] 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.
- [15] 任庆国,姚志浩,董建新等.激光增材制造高温合金复合材料研究进展[J].稀有金属材料与工程,2023,52(10):3617-3629.
- [16] 王刚,李俊昊,桑香港等.变形对 18CrNiMo7-6 渗碳钢显微组织与残余应力的影响[J].钢铁,2023,58(10):120-130.
- [17] 王妙全,田成刚,徐瑶等.GH4169D 高温合金锻件持久寿命的影响因素研究[J].锻压技术,2023,48(01):46-52.
- [18] 何泽年,王顺花,蒲吉斌.TiAlN/Cr、TiAlN/CrN 和 TiAlN/CrAlN 多层涂层的热盐腐蚀行为 [J].兰州理工大学学报,2023,49(04):1-10.
- [19] 刘安琪,赵飞,谭元标等.形变热处理对镍基高温合金组织和性能的影响研究进展[J/OL].热加工工艺:1-5[2023-11-06].<https://doi.org/10.14158/j.cnki.1001-3814.20223424>.

-
- [20] Mumtaz K A, Erasenthiran P, Hopkinson N. High density selective laser melting of Waspaloy®[J]. Journal of materials processing technology, 2008, 195 (1-3): 77-87.
- [21] Vandenbroucke B, Kruth J P. Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts[J]. Rapid Prototyping Journal, 2007, 13 (4): 196-203.
- [22] 李拥璇. 合金化与复合化同步强化制备 TiCp/Ti (Cr) 复合材料及其热处理工艺与性能研究[D].西安理工大学,2023.
- [23] Abe F, Osakada K, Shiomi M, et al. The manufacturing of hard tools from metallic powders by selective laser melting[J]. Journal of materials processing technology, 2001, 111 (1-3): 210-213.
- [24] Gokuldoss P K, Kolla S, Eckert J. Additive manufacturing processes: Selective laser melting, electron beam melting and binder jetting—Selection guidelines[J]. Materials, 2017, 10 (6): 672-683.
- [25] 耿硕,张冬云,李健民,等. 均匀化处理对激光选区熔化 GH3536 和 GH4169 合金组织和显微硬度的影响 [J]. 航空材料学报, 2024, 44 (01): 72-83.
- [26] 周吉天. 合金元素对奥氏体/析出相界面态影响的模拟研究[D].兰州理工大学,2023.
- [27] Yadroitsev I, Bertrand P, Smurov I. Parametric analysis of the selective laser melting process[J]. Applied surface science, 2007, 253 (19): 8064-8069.
- [28] Eysers D R, Potter A T. Industrial Additive Manufacturing: A manufacturing systems perspective[J]. Computers in Industry, 2017, 92: 208-218.
- [29] 华文娟,张建勋. 激光选区熔化成形 GH3536 高温合金缺陷及质量控制 [J]. 激光与光电子学进展, 2024, 61 (05): 351-358.
- [30] 张沛喆,樊江昆,刘栩东,等. Inconel 625 合金的室温拉伸行为研究[C]// 中国材料研究学会. 中国材料大会 2021 论文集. 西北工业大学凝固国家重点实验室,; 2021: 7.
- [31] 黄帅,曲致奇,张国会,等. 热处理对激光选区熔化 GH3536 合金高温拉伸性能的影响 [J]. 航空材料学报, 2024, 44 (01): 112-120.
- [32] 郭岩,王博涵,侯淑芳等. 改进型 617 镍基合金时效析出相[C]//中国电机工程学会.2013 年中国电机工程学会年会论文集.2013 年中国电机工程学会年会论文集,2013:7.
- [33] Trosch T, Strößner 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.
- [34] Harrison N J, Todd I, Mumtaz K. Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by Selective Laser Melting: A fundamental alloy design approach[J]. Acta Materialia, 2015, 94: 59-68.
- [35] 汪航. 镍基高温合金表层元素挥发致相变的热力学研究[C]//中国物理学会相图专业委员会.第十七届全国相图学术会议暨相图与材料设计国际研讨会会议论文集.第十七届全国相图学术会议暨相图与材料设计国际研讨会会议论文集,2015:1.
- [36] 牛雯,张冬云,高志鹏等. 固溶热处理对选区激光熔化成形 Inconel718 合金的显微组织和高温蠕变性能的影响[C]//中国机械工程学会特种加工分会.第 16 届全国特种加工学术会议论文集(下).第 16 届全国特种加工学术会议论文集(下),2015:7.
- [37] 白洁,马瑞,王亚军等.热处理对选区激光熔化制备 GH3536 镍基高温合金组织性能的影响研究[J].河北工程大学学报(自然科学版),2023,40(03):106-112.
- [38] 张大川,柳明昊,张恺.选区激光熔化成形 GH3536 合金的高温塑性[J].应用激光,2022,42(09):43-49.
- [39] 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, 463 (19): 46-49.
- [40] 廖文俊, 胡捷. 增材制造技术的现状和产业前景[J]. 装备机械, 2015 (1): 1-7.
- [41] 林志伟,栾丛丛,王郑拓等.基于 Python 的 3D 打印计算机辅助制造实验教学[J].实验科学与技术,2022,20(04):96-101.
- [42] 赵晓明, 齐元昊, 于全成, 等. AISi10Mg 铝合金 3D 打印组织与性能研究[J]. 铸造技术, 2016, 37 (11): 2402-2404.
- [43] 蔡玉华,熊俊,陈辉.激光增材制造过程监测与控制研究进展及展望[J].电焊机,2023,53(09):1-13.
- [44] Wenfeng D ,Hui W ,Liming Z , et al. Innovative Joint for Cable Dome Structure Based on Topology Optimization and Additive Manufacturing[J]. Materials,2021,14(18).
- [45] Hackney M P ,Wooldridge R . Characterisation of direct 3D sand printing process for the production of sand cast mould tools[J]. Rapid Prototyping Journal,2017,23(1).

- [46] 邱贺方,袁晓静,罗伟蓬等.增材制造 AlCoCrFeNi_{2.1} 共晶高熵合金研究进展[J/OL].材料工程:1-16[2023-11-06].<http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1800.TB.20231024.1449.008.html>.
- [47] 赵扬,杨平华,王铭振等.钛合金增材制造孔隙缺陷的无损检测研究进展[J/OL].激光技术:1-10[2023-11-06].<http://kns.cnki.net/kcms/detail/51.1125.TN.20230717.1627.002.html>.
- [48] 陈娇,罗桦,贺戩,谭庆彪,祝国梁.航天用镍基高温合金及其激光增材制造研究现状[J].精密成形工程,2023,15(01):156-169.
- [49] 姚妮娜, 彭雄厚. 3D 打印金属粉末的制备方法[J]. 四川有色金属, 2013 (04): 48-51.
- [50] 杨永强,蒋梦龙,邓澄.铜钢功能材料增材制造研究进展[J].航空制造技术,2023,66(04):14-24.
- [51] 邹烜,陈盛贵,陈秋丹,陈斌,陈坤,刘福生,李润霞.工艺参数对 SLM 成形 AlSi10Mg 合金组织与硬度的影响[J].中国铸造装备与技术,2022,57(01):74-79.
- [52] Dilberoglu U M, Gharehpapagh B, Yaman U, et al. The Role of Additive Manufacturing in the Era of Industry 4.0[J]. Procedia Manufacturing, 2017, 11: 545-554.
- [53] 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.
- [54] 黄文普. 激光选区熔化成形 GH4169 合金的组织与性能调控[D].华中科技大学,2021.
- [55] 张永志, 侯慧鹏, 彭霜, 等. 激光选区熔化 Hastelloy X 合金的显微组织与拉伸性能的各向异性[J]. 航空材料学报, 2018, 38 (6): 50-56.
- [56] Takaichi A, Kajima Y, Kittikundecha N, et al. Effect of heat treatment on the anisotropic microstructural and mechanical properties of Co–Cr–Mo alloys produced by selective laser melting[J]. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, 2020, 102: 103496.
- [57] 孙闪闪,滕庆,程坦,王基维,陈吉祥,白洁,刘志福,魏青松.热处理对激光选区熔化 GH3536 合金组织演变规律的影响研究[J].机械工程学报,2020,56(21):208-218.
- [58] 胡聿珩,彭为康,润长生,戴延丰.选区激光熔化 GH3536 合金的热处理工艺[J].金属热处理,2021,46(03):56-61.
- [59] Tan Y M, Fang H Z, Cui H Z, et al. Room and high temperature mechanical behavior of Ti–Al–Nb–Mo alloy reinforced with Ti₂AlN ceramic particles[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 797: 140098.

致 谢

时间流逝，三年的研究生生活即将步入结局，在此段校园生活即将结束之际，回首过往那个，想起了一一位位敬爱的老师，可爱的同学，他们在我学业生涯中给予了许多帮助与关心，在这里我要向他们致以最衷心的感谢。

首先要感谢我的导师余小鲁副教授，余老师的悉心指导使我能顺利的完成本篇毕业论文。从论文的选题、实验方案的拟定到论文的撰写与修改，均离不开导师的帮助。余老师和蔼可亲，学识渊博、治学严谨，在我迷茫的时刻，是导师带我走出困境，在我不知所措时，导师给了我信心，导师的恩情，学生将永远铭记。在生活中，余老师对学生亦关怀有加，放假回家时，导师都对学生的身体状况与返乡安全十分关心，让我们十分感动。

同时，在课题的研究过程中，也离不开同学们对我的帮助，他们在我遇到难题时，会用自己所学，无私的帮我克服困难，使我能攻克下所遇到的一个又一个难关。感谢材料研 20 的罗镇远、欧阳冬冬、金玉亮、王晓震，许杨等同学，他们帮助与支持让我顺利完成毕业论文，生活上亦给予了我许多帮助，愿友谊能天长地久。

特别感谢我的家人对我的支持与帮助，他们的鼓励与信任让我有勇气直面困难，今后我会用实际行动回报他们对我的付出。

最后，向所有在生活、学习与工作中给予支持与帮助的老师、朋友表示衷心感谢。