

激光定向能量沉积纯镍的成形性与组织性能

张文奇, 尹媛, 冯岩, 李庆棠, 徐东宏

北京新风航天装备有限公司 北京 100854

摘要: 纯镍因其优异的耐蚀性、抗氧化性、高导热性和高温稳定性, 广泛应用于航空航天、军事和航海等领域。采用激光定向能量沉积 (LDED) 技术, 在不同激光功率下利用纯镍金属粉末制备块体试样, 并对其成形性和组织性能进行了表征。结果显示: 在试验条件下, 纯镍的LDED成形性良好, 600~1200W激光功率范围内, 相对密度均超过99.9%; 当800W激光功率时, 相对密度达到最高, 为最佳工艺参数。此时, 试样呈现典型的粗大柱状晶组织, 平均抗拉强度为 (371.59 ± 49.86) MPa, 平均断后伸长率为 $32.64\% \pm 3.16\%$ 。热膨胀系数随温度升高而增加, 100℃和500℃时的热膨胀系数分别为 $(10.75 \pm 0.77) \times 10^{-6}/\text{K}$ 和 $(17.13 \pm 0.76) \times 10^{-6}/\text{K}$ 。本研究成果为激光增材制造高质量纯镍零件提供了重要的工艺参考。

关键词: 激光定向能量沉积; 纯镍; 力学性能; 热膨胀性

Formability, microstructure and properties of pure nickel fabricated via laser directed energy deposition

ZHANG Wenqi, YIN Yuan, FENG Yan, LI Qingtang, XU Donghong

Beijing Xinfeng Aerospace Equipment Co., Ltd., Beijing 100854, China

Abstract: Pure nickel exhibits excellent corrosion and oxidation resistance, high thermal conductivity, and high-temperature stability, making it widely used in industries such as aerospace, military, and marine. This study employs Laser Directed Energy Deposition (LDED) technology to prepare bulk samples of pure nickel powder under different laser power settings, and characterizes their formability and microstructural properties. The results show that, under the experimental conditions, the formability of pure nickel via LDED is good, with relative densities exceeding 99.9% in the laser power range of 600W to 1200W. At a laser power of 800W, the relative density reaches its maximum, indicating the optimal processing parameters. At this point, the samples exhibit a typical coarse columnar grain structure, with an average tensile strength of (371.59 ± 49.86) MPa and an average elongation at break of $32.64\% \pm 3.16\%$. The coefficient of thermal expansion increases with temperature, measuring $(10.75 \pm 0.77) \times 10^{-6}/\text{K}$ at 100℃ and $(17.13 \pm 0.76) \times 10^{-6}/\text{K}$ at 500℃. The findings of this study provide important process references for the high-quality additive manufacturing of pure nickel components.

Keywords: laser directed energy deposition; pure nickel; mechanical properties; thermal expansion

1 序言

纯镍在大多数介质中具有优良的耐蚀性, 在强酸、强碱环境下均不会发生剧烈反应^[1, 2]。此外, 纯镍还具有优异的抗氧化性、高导热性、良好的磁性

和高温稳定性, 并且其熔点较高、力学性能良好, 在冷热状态下都有较好的压力加工性, 是极端环境下工作的首选材料之一。目前, 纯镍广泛应用于航空航天、石油、化工、航海和军事等行业中的换热

容器、压力容器、蒸发器等关键装备^[3-5]。

铸造、锻造和焊接等传统的制造方法制造纯镍部件时，通常依赖于减材加工和多道工序，这些方法在处理复杂部件时可能面临局限性。例如，铸造过程中可能出现缺陷，如气孔和夹杂物；焊接时则可能导致热影响区的性能下降。随着部件结构复杂性的进一步发展，传统工艺无法满足对工业部件制造的高要求^[6, 7]，因此亟需新兴技术的应用。近年来，增材制造（Additive Manufacturing, AM）提供了一种经济的方法来克服这些限制，AM不仅可以制造三维复杂形状的部件，而且工期短、成本低^[8]。激光增材制造是以激光作为增材制造的能量源，以粉末材料、丝/线材为原料通过层层叠加直接成形三维零件的技术。基于送粉的激光定向能量沉积（LDED）成形技术是以粉末材料作为原料的激光增材制造技术的典型工艺之一，特别适合快速制造各种金属零件，具有冶金良好、晶粒尺寸细小、稀释度可控的优点^[9-11]。

本文采用LDED技术制造纯镍块体试样，系统研究了激光功率这一主要工艺参数对LDED成形纯镍试样相对密度的影响，以确定优化的工艺区间和最佳工艺参数。对最佳工艺参数试样进行了微观组织、力学性能和热膨胀性能的分析。研究成果为LDED技术在高质量成形纯镍零件方面提供了重要的工艺参考，为航空航天、航海、军事等行业纯镍关键零件的制造提供一种新方法。

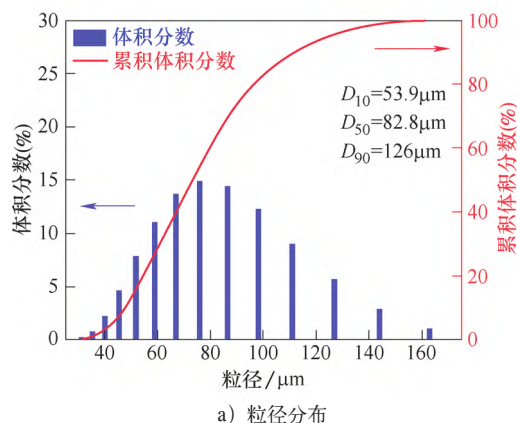
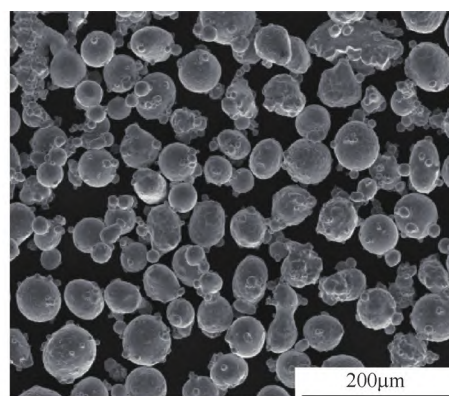
2 试验材料和方法

2.1 试验材料

试验所使用纯镍粉末的粒径为45~106 μm 、平均粒度 $D_{50}=82.8\mu\text{m}$ 的球形纯镍粉末（ $w_{\text{Ni}}=99.9\%$ ），粉末由成都科万智能科技有限公司采用雾化制粉工艺制备，其粒径分布和粉末形貌如图1所示。试验所用的粉末均重复使用，每次开始试验前将粉末用200目的标准筛网处理，然后在干燥箱内100 $^{\circ}\text{C}$ 干燥2~3h，试验前让粉末冷却至室温。本试验使用的基板为轧制态316L不锈钢基板，尺寸为150mm $\times$ 60mm $\times$ 10mm，基板试验前经喷砂处理、酒精清洁及吹气清洁。

2.2 试验装备

LDED试验所用设备为自行研发的HUST-Laser-



b) 形貌

图1 试验使用粉末的粒径分布和形貌

DED-2000A型LDED增材制造系统，主要由光纤激光器、KUKA机器人、双筒送粉器和三维工作台组成^[12]。激光器为武汉锐科生产的RFL-C2000H型，最大功率2000W，光纤芯径50 μm ，波长（1080 $\pm$ 5）nm，光束质量（BPP）<1.5。机器人采用德国KUKA KR20-R1810，负责激光与工件的相对运动。送粉器为武汉飞能达FED-SFQ012，送粉精度 $\pm 1\%$ ，适用于粒度20~200 μm 的金属粉末。在LDED过程中，使用惰性气体保护沉积试样，确保其不被氧化。试验设备如图2所示。

LDED成形试验示意如图3a所示，试验过程中为防止高铜合金基板反射激光损坏光学系统，在QCr0.8高铜合金基板上成形第一层时，将沉积头倾斜15 $^{\circ}$ 。图3b所示为坐标轴定义和扫描策略示意，定义X方向为基板长度方向和扫描方向，Y方向为基板宽度方向和搭接方向，Z方向为基板厚度方向和沉积方向；使用的扫描策略为沿X+方向的单向光栅式扫描策略，搭接方向为Y+，沿沉积方向的层间相位角为0 $^{\circ}$ 。

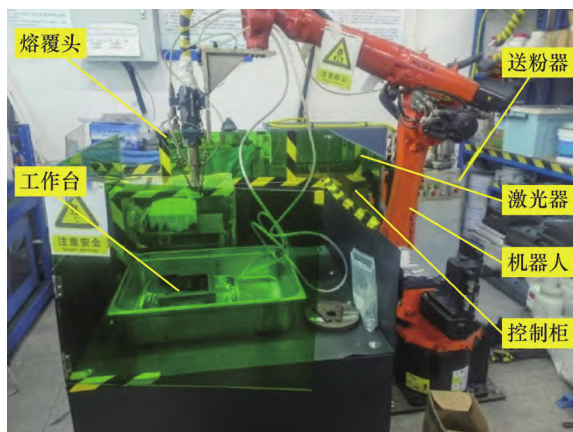
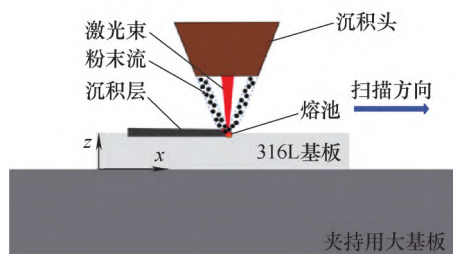
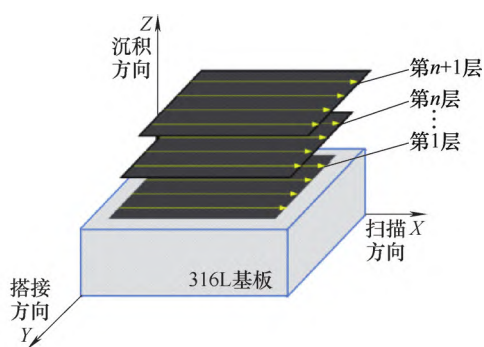


图2 LDED成形设备



a) 试验时沉积头的状态



b) 扫描策略

图3 LDED试验方法示意

根据之前使用自行研发设备的试验经验^[12-14], 在试验过程中, 采用纯度为99.99%的氩气作为粉末载气以输送粉末和保护熔池, 气体流量为10L/min。结合相关试验经验^[15]以及文献调研^[16], 在LDED过程中, 试样成形质量受到激光功率、扫描速度、送粉量、扫描间距、离焦量等影响。其中, 在试验条件下, 激光功率的影响最为直观和重要, 扫描速度和送粉量经过单道试验优化。因此, 本文中固定的工艺条件为: 扫描速度10mm/s、扫描间距0.6mm。其他工艺参数见表1, 其中, 试验中主要变化的工艺参数为激光功率, 以激光功率作为衡量标准, 表征工艺区间; 使用的离焦量均为正离焦, 当离焦量为

50mm时, 激光光斑的直径约为600 μ m。

表1 部分LDED成形工艺参数

激光功率/W	离焦量/mm	层厚/mm	送粉量/(g/min)
400~1200	50	0.1	7.0

LDED成形纯镍试样宏观照片如图4所示。所成形不同工艺参数金相试样尺寸为40mm $\times$ 12mm $\times$ 6mm; 所成形热膨胀试样尺寸为25mm $\times$ 25mm $\times$ 8mm; 所成形拉伸试样尺寸为90mm $\times$ 12mm $\times$ 6mm。

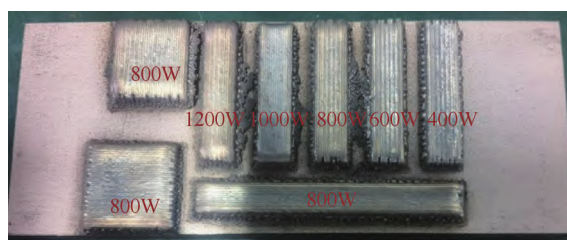


图4 LDED成形纯镍试样宏观照片

2.3 表征方法

LDED成形块体后, 每个试样使用金相切割机切割出两个横截面进行金相分析, 沿YOZ面切割。切割出的YOZ截面试样金相使用标准金相制备流程抛光处理, 然后使用光学显微镜进行金相拍照。获取金相照片后, 使用Image-Pro Plus 6.0软件对试样进行相对密度统计, 每个试样至少测量10幅金相图片, 并取其平均值作为试样的相对密度, 统计方法如ZHANG等^[17]研究。

使用GeminiSEM300场发射扫描电子显微镜进行元素分布和组织结构分析, 以获取试样的晶粒分布、晶粒尺寸、晶体取向以及相组成和分布等信息。其配备有Oxford X-Max50型能谱仪 (Energy Diffraction Spectrometer, EDS) 和Aztec Nordlys Max3型高速电子背散射衍射分析系统 (Electron Back-Scattered Diffraction, EBSD), EBSD扫描步长为5 μ m。在进行EBSD分析之前, 使用Gatan PECS II 685精密刻蚀镀膜仪对待测试样进行抛光处理。获取测试数据后, 使用AZtecCrystal软件对EBSD数据进行分析。

使用Zwick Z020型万能材料试验机测试试样的常温静态拉伸性能。拉伸试样尺寸如图5所示, 试样经2000目砂纸处理并用酒精清洁, 拉伸速率为1mm/min。每种试样测试3个, 取平均值。使用美国

TA仪器公司制造的TMA Q400EM型静态热机械分析仪测试试样的热膨胀系数,热膨胀系数试样横截面为 $2\text{mm} \times 2\text{mm}$,长度为 $3 \sim 10\text{mm}$ 的长方体。

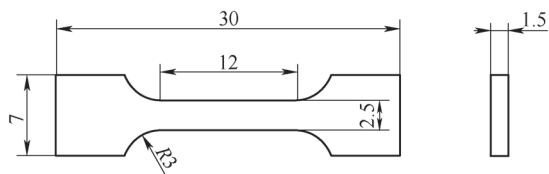


图5 拉伸试样尺寸

3 结果与分析

3.1 致密度

图6所示为不同激光功率下LDED成形纯镍试样的典型金相形貌。从图6中可看出,整体上在 $400 \sim$

1200W 的激光功率下,纯镍表现出较好的成形性,未出现明显的孔洞和裂纹等缺陷。然而,在 400W 和 1200W 的激光功率下,观察到一些细小的孔洞缺陷,这可能与较低的功率导致的熔化不充分有关。当激光功率升至 1400W 时,成形过程中产生的烟尘显著增多,导致未能成功成形块体试样。

图7所示为不同激光功率下LDED成形纯镍试样的相对密度的统计结果。从图7中可以看出, 400W 的激光功率下,相对密度最小,为 99.85% ;在 $600 \sim 1200\text{W}$ 激光功率范围内,纯镍试样的相对密度均 $>99.9\%$,其中 800W 时,相对密度最高,为 99.99% 。由此可见,纯镍致密无缺陷LDED成形工艺范围很宽。相对密度优于YUE等^[18]通过激光选区熔化成形获得最高 99.16% 的相对密度。

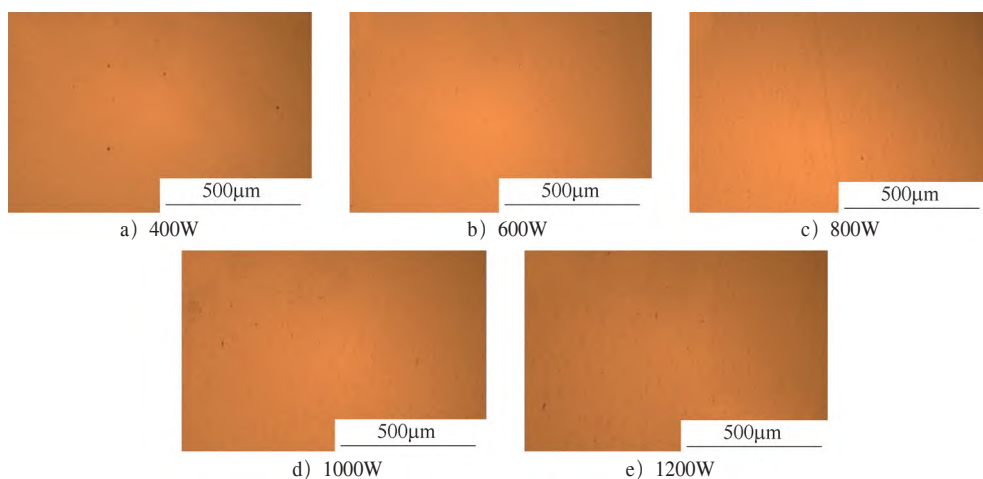


图6 不同激光功率时的典型金相形貌

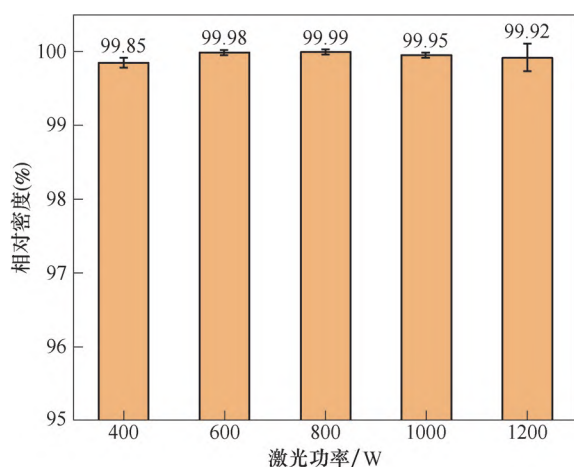


图7 不同激光功率下LDED成形试样的相对密度

3.2 微观组织

采用前文相对密度最高的激光功率 800W 制造纯

镍试样表征块体,进行微观组织分析和性能表征。图8所示为 800W 纯镍试样的EBSD和EDS结果。从图8中可以看出,本试验条件下,LDED成形纯镍试样的组织主要为沿 Z 方向生长的粗大柱状晶,Ni元素分布较为均匀。这表明在该激光功率下,纯镍的凝固过程得到了有效控制,导致了均匀的晶体生长,这是因为LDED快速成形过程中的凝固速率较高^[15]。均匀的Ni元素分布显示出良好的扩散和混合效果,有助于提升材料的力学性能。此外,柱状晶结构通常与较高的强度和韧性相关,为未来在航空航天等高性能应用提供了良好的基础。

3.3 性能

图9所示为 800W 纯镍试样的拉伸性能和热膨胀性能。从图9a可看出,本试验条件下,LDED成形

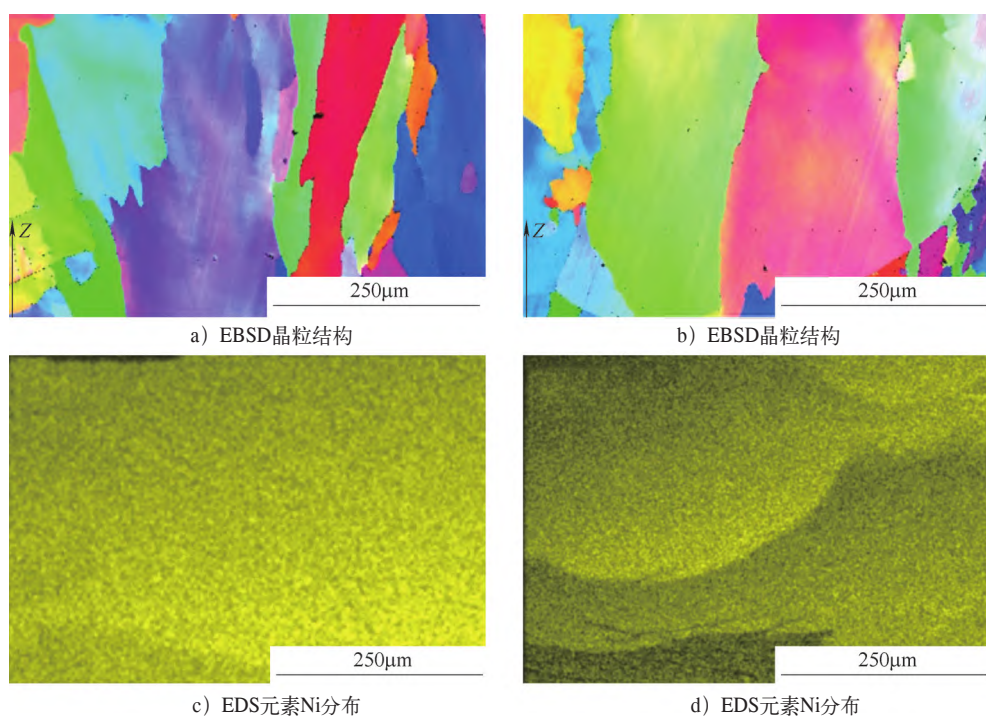


图8 800W纯镍试样的微观结构

纯镍试样的平均抗拉强度为 (371.59 ± 49.86) MPa, 平均屈服强度为 (249.22 ± 39.16) MPa, 平均断后伸长率为 $32.64\% \pm 3.16\%$ 。3个拉伸试样的抗拉性能有所差异, 这种差异可能与样品的微观结构、试样在成形过程中所受的热历史有关。抗拉强度和断后伸长率略低于传统制造方法, 而屈服强度则高于传统制造方法^[4]。这一结果可能与LDED过程中材料的微观结构特征有关, 特别是柱状晶的存在, 导致了强度的提高。尽管抗拉强度和断后伸长率相对较低, 仍然表明了LDED制备的纯镍试样具备良好的韧性, 且LDED具备自由高、快速成形、冶金结构

好等优势, 适合某些工程应用。此外, LDED工艺中的快速冷却和非平衡凝固可能对微观缺陷的形成产生影响, 进而影响材料的力学性能。下一步的研究可以通过继续优化激光参数、改进粉末特性、引入合金元素、增加外在能场等进一步提升抗拉强度和断后伸长率, 并保持性能稳定性, 从而使LDED成形的纯镍试样在性能上更接近甚至超过传统制造方法。

在热膨胀方面, 从图9b中可看出, 本试验条件下, 从LDED成形纯镍试样在100℃时的热膨胀系数为 $(10.75 \pm 0.77) \times 10^{-6}/K$, 随着温度升高,

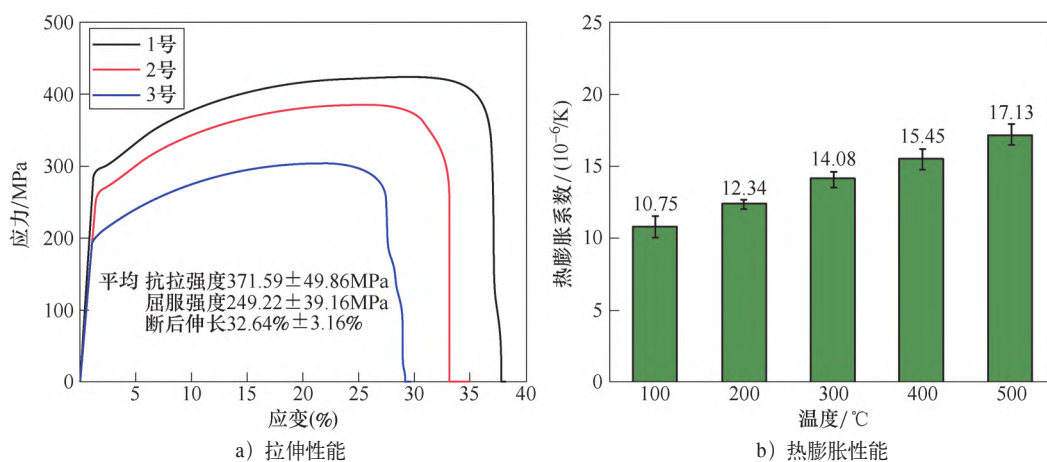


图9 800W纯镍试样性能

热膨胀系数逐渐增大, 500℃时的热膨胀系数为 $(17.13 \pm 0.76) \times 10^{-6}/\text{K}$ 。这一趋势表明, LDED成形纯镍试样的热膨胀行为与温度密切相关, 符合大多数传统方法制造金属材料的特性。随着温度的升高, 原子运动加剧, 导致材料的晶格间距增大, 从而引起热膨胀系数的增加。这种现象在实际应用中具有重要意义, 尤其是在高温环境下, 材料的热膨胀特性会影响其装配和功能表现。例如, 在液体火箭发动机中, 燃烧室的温度波动可能导致热应力的产生, 从而影响结构的可靠性。此外, LDED成形过程中材料的微观结构特征, 如晶粒大小和分布, 也可能对热膨胀系数产生影响。细晶结构通常具有更好的热稳定性和均匀性, 可能在一定程度上优化热膨胀性能。在后续研究中, 将进一步探讨不同工艺对热膨胀特性的影响, 以实现更高性能的材料设计, 确保其在极端环境下的可靠性。

4 结束语

1) 在激光功率范围内, 纯镍表现出较好的成形性。在600~1200W激光功率下, 相对密度均大于99.9%; 其中, 在800W激光功率下, 纯镍的相对密度最高, 确定为最佳工艺参数。

2) 最佳工艺参数下, 获得的纯镍试样呈现典型的粗大柱状晶组织。纯镍试样的平均抗拉强度为 $(371.59 \pm 49.86) \text{ MPa}$, 平均断后伸长率为 $32.64\% \pm 3.16\%$ 。纯镍试样的热膨胀系数随温度升高而增加, 100℃时为 $(10.75 \pm 0.77) \times 10^{-6}/\text{K}$, 500℃时为 $(17.13 \pm 0.76) \times 10^{-6}/\text{K}$ 。

参考文献:

- [1] REDDY G M, RAMANA P V. Role of nickel as an interlayer in dissimilar metal friction welding of maraging steel to low alloy steel[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2012, 212 (1): 66-77.
- [2] CHEN J, SHI Y, NI C, et al. Effect of welding parameters on formation and mechanical properties of welds during laser lap welding of industrial pure Nickel Ni201[J]. Applied Laser, 2015, 35 (4): 467-471.
- [3] DINAHARAN I, PALANIVEL R, ALSWATH H M, et al. Effect of hot wire feed rate on microstructural evolution and mechanical strength of pure nickel tubes joined using gas tungsten arc welding[J]. Journal of Engineering Manufacture, 2023, 237 (11): 1650-1659.
- [4] 沈亮. 镍板焊接设备研制及工艺优化[D]. 兰州: 兰州理工大学, 2014.
- [5] 赖仕祯. 纯镍高温热压缩流变行为研究[D]. 长沙: 湖南大学, 2014.
- [6] DIVINSKI S V, REGLITZ G, RÖSNER H, et al. Ultra-fast diffusion channels in pure Ni severely deformed by equal-channel angular pressing[J]. Acta Materialia, 2011, 59 (5): 1974-1985.
- [7] LEE T, CHANG C, KAO P. The tensile behavior and deformation microstructure of cryo-rolled and annealed pure nickel[J]. Materials Science and Engineering: A, 2005, 408 (1-2): 131-135.
- [8] ZHANG H, GU D, MA C, et al. Understanding tensile and creep properties of WC reinforced nickel-based composites fabricated by selective laser melting[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 802: 140431.
- [9] 顾波. 增材制造技术国内外应用与发展趋势[J]. 金属加工 (热加工), 2022 (3): 1-16.
- [10] GU D, SHI X, POPRAWA R, et al. Material-structure-performance integrated laser-metal additive manufacturing[J]. Science, 2021, 372: 1487.
- [11] OLIVEIRA J P, LALONDE A, MA J. Processing parameters in laser powder bed fusion metal additive manufacturing[J]. Materials & Design, 2020, 193: 108762.
- [12] ZHANG B, ZHANG W, XIAO H, et al. QCr0.8 Cu alloy/S06 stainless steel bimetal structure via In718 multi-interlayer fabricated by laser powder hybrid additive manufacturing[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 24: 1034-1042.
- [13] ZHANG B, XIAO H, ZHANG W, et al. Influence of the thermal conductivity of different CuCr0.8 substrate state on the formability of laser directed energy deposition Inconel 718 single track[J]. Materials Characterization, 2023, 202: 113015.
- [14] ZHANG B, XIAO H, WANG W, et al. Influence of laser absorptivity of CuCr0.8 substrate surface state on the characteristics of laser directed energy (下转第108页)

- 铁塑性变形行为及力学性能[J]. 塑性工程学报, 2023, 30 (5) : 166-171.
- [7] 韩跃. 铌对渣浆泵高铬铸铁组织和性能影响[J]. 铸造, 2024, 73 (5) : 650-652.
- [8] 汪勇, 余申卫, 刘春溪, 等. 不同陶瓷颗粒表面处理对陶瓷/高铬铸铁复合材料微观界面的影响[J]. 热加工工艺, 2024, 53 (5) : 142-146.
- [9] 齐羿, 薛喜云, 焦斐, 等. 盘式转向节锻造工艺优化与过程模拟分析[J]. 锻压技术, 2023, 48 (9) : 32-40.
- [10] 王学亮, 王勇杰, 刘立艳, 等. 熔模铸造高铬铸铁抛丸器叶片耐磨性[J]. 山东科学, 2021, 34 (5) : 42-48.
- [11] 张效溥, 王振兴, 于延龙, 等. TiC粒度对消失模铸造高铬铸铁力学性能的影响[J]. 热加工工艺, 2022, 51 (18) : 68-71.
- [12] 张凯, 郭智, 孙东云, 等. 钼含量对高铬铸铁堆焊层组织及耐磨性的影响[J]. 钢铁, 2024, 59 (4) : 148-158.
- [13] NODIR T, NOSIR S, SHIRINKHON T, et al. Development of technology to increase resistance of high chromium cast iron[J]. The American Journal of Engineering and Technology, 2021, 3 (3) : 85-92.
- [14] 于洪军, 宋传颂馨, 程福超, 等. 不同热处理条件下亚共晶高铬铸铁的组织 and 性能[J]. 金属热处理, 2021, 46 (8) : 56-60.
- [15] LACAZE J, DAWSON S, HAZOTTE A. Cast iron: a historical and green material worthy of continuous research[J]. International Journal of Technology, 2021, 12 (6) : 1123-1138.
- [16] SMOLIK J. Hard protective layers on forging dies—development and applications[J]. coatings, 2021, 11 (4) : 376-389.
- [17] 张倩倩, 陈冲, 张聪, 等. 硼对高铬铸铁铸渗层组织和性能的影响[J]. 材料导报, 2022, 36 (4) : 182-188.
- [18] 邹延信, 聂程, 毛拥军, 等. 一种进口氧化锰矿焙烧还原与浸出试验研究[J]. 中国锰业, 2022, 40 (2) : 33-36.
- (收稿日期: 20250303)

(上接第92页)

- deposition inconel 718 single track[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 33: 1898-1909.
- [15] ZHANG B, GAO Z, XIAO H, et al. Size effects and optimization during laser directed energy deposition on high thermal conductivity copper alloys[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024. DOI: 10.1016/j.jmrt.2024.10.104.
- [16] BAX B, RAJPUT R, KELLET R, et al. Systematic evaluation of process parameter maps for laser cladding and directed energy deposition[J]. Additive Manufacturing, 2018, 21: 487-494.
- [17] ZHANG S, ZHU H, ZHANG L, et al. Microstructure and properties of high strength and high conductivity Cu-Cr alloy components fabricated by high power selective laser melting[J]. Materials Letters, 2019, 237: 306-309.
- [18] YUE T Y, ZHANG S, WANG C Y, et al. Effects of selective laser melting parameters on surface quality and densification behaviours of pure nickel[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2022, 32 (8) : 2634-2647.
- (收稿日期: 20250123)

(上接第101页)

- [21] QIN L, XU J, LIAN J, et al. A novel electrodeposited nanostructured Ni coating with grain size gradient distribution[J]. Surface and Coatings Technology, 2008, 203 (1-2) : 142-147.
- [22] CHENG Z, WAN T, LU L. Interface strain gradient enabled high strength and hardening in laminated nanotwinned Cu[J]. Acta Materialia, 2023, 256: 119138.
- [23] 辜敏, 付遍红, 杨明莉. 硫酸盐镀铜的研究进展[J]. 材料保护, 2006 (1) : 44-47, 83.
- [24] 辜敏, 李强, 鲜晓红, 等. PEG-Cl~添加剂存在下的铜电结晶过程研究[J]. 化学学报, 2007 (10) : 881-886.
- [25] LIU X, SHEN L, QIU M, et al. Jet electrodeposition of nanocrystalline nickel assisted by controllable friction[J]. Surface and Coatings Technology, 2016, 305: 231-240.
- [26] ZHOU H, HUANG C, SHA X, et al. In-situ observation of dislocation dynamics near heterostructured interfaces[J]. Materials Research Letters, 2019, 7 (9) : 376-382.
- [27] 刘颀, 朱国辉. 超细晶粒钢中晶粒尺寸对塑性的影响模型[J]. 金属学报, 2015, 51 (7) : 777-783.
- (收稿日期: 20241217)