

DOI: 10.7512/j.issn.1001-2303.2025.02.02

保护气氛对激光增材制造 316L 不锈钢 组织和性能的影响

顾玉芬, 陈计澎, 李 广*, 石 珂

兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050

摘 要: 研究不同保护气氛对增材制造不锈钢组织和力学性能的影响机制, 为优化 316L 不锈钢的激光增材制造工艺提供理论依据。采用高速激光熔丝增材制造技术, 分别在纯氩气和纯氮气保护气氛下制备 316L 不锈钢试样。通过扫描电子显微镜 (SEM)、背散射衍射 (EBSD) 和 X 射线衍射 (XRD) 等手段对试样的微观组织进行表征, 分析晶粒尺寸、晶粒取向及物相组成。利用拉伸试验机对试样进行力学性能测试, 并断口形貌分析。研究结果表明, 氩气和氮气保护气氛下, 316L 不锈钢的组织主要为奥氏体, 少量铁素体分布在奥氏体晶界处。氮气保护气氛下的晶粒尺寸 (平均 59 μm) 较氩气保护气氛下的晶粒尺寸 (平均 66 μm) 更小, 且氧化物夹杂颗粒的尺寸也有所减小。氮气作为强烈的奥氏体形成元素, 促进了奥氏体的形核, 起到了细化晶粒的作用。力学性能测试显示, 氮气保护气氛下的试样抗拉强度 (602.9 MPa) 和屈服强度 (220.5 MPa) 均高于氩气保护气氛下的试样 (分别为 549.5 MPa 和 201.3 MPa), 且断后延伸率也有所提高。断口分析表明, 两种气氛下的断裂类型均为韧性断裂, 氮气保护气氛下的氧化物夹杂尺寸更小, 从而提高了激光熔丝增材制造 316L 不锈钢的强度和塑性。

关键词: 激光增材制造; 316L 不锈钢; 细化晶粒; 保护气氛

中图分类号: TG456.7 文献标识码: A 文章编号: 1001-2303(2025)02-0018-07

Effect of Protective Atmosphere on Microstructure and Properties of 316L Stainless Steel Fabricated by Laser Additive Manufacturing

GU Yufen, CHEN Jipeng, LI Guang*, SHI Yu

State Key Laboratory of Advanced Processing and Reuse of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China

Abstract: This study investigates the influence of different protective atmospheres (argon and nitrogen) on the microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel fabricated by laser wire additive manufacturing, aiming to optimize the laser additive manufacturing process for 316L stainless steel. High-speed laser wire additive manufacturing technology was employed to prepare 316L stainless steel specimens under pure argon and pure nitrogen atmospheres. The microstructure, including grain size, orientation, and phase composition, was characterized using scanning electron microscopy (SEM), electron backscatter diffraction (EBSD), and X-ray diffraction (XRD). Mechanical properties were evaluated using tensile testing, and fracture morphology was analyzed. The results show that the microstructure of 316L stainless steel under both argon and nitrogen atmospheres is primarily austenitic, with a small amount of ferrite distributed at the austenite grain boundaries. The average grain size under nitrogen atmosphere (59 μm) is smaller than that under argon atmosphere (66 μm), and the size of oxide inclusions is also reduced. Nitrogen, as a strong austenite-forming element, promotes austenite nucleation and refines the grains. Tensile tests reveal that the specimens under nitrogen atmosphere exhibit higher tensile strength (602.9 MPa) and yield strength (220.5 MPa) compared to those under argon atmosphere (549.5 MPa and 201.3 MPa, respec-

收稿日期: 2024-04-28 修回日期: 2024-05-07

基金项目: 中央引导地方科技发展资金项目 (23ZYQA308); 甘肃省科技重大专项 (22ZD6GA008); 甘肃省自然科学基金 (21JR7RA233); 甘肃省高等学校产业支撑计划 (GJC2022-38)

作者简介: 顾玉芬 (1975—), 女, 教授, 硕士研究生导师, 主要从事材料焊接性研究。E-mail: guyf@lut.edu.cn。

通讯作者: 李 广, 男, 副研究员, 主要从事激光增材制造及修复再制造研究。E-mail: liguang@lut.edu.cn。

tively), along with improved elongation. Fracture analysis indicates that both atmospheres result in ductile fracture, with smaller oxide inclusions under nitrogen atmosphere, thereby enhancing the strength and plasticity of the laser wire additive manufactured 316L stainless steel.

Keywords: Laser additive manufacturing; 316L stainless steel; refined grain; protective atmosphere

引用格式:顾玉芬,陈计澎,李广,等. 保护气氛对激光增材制造316L不锈钢组织和性能的影响[J]. 电焊机,2025,55(2):18-24.

Citation: GU Yufen, CHEN Jipeng, LI Guang, et al. Effect of Protective Atmosphere on Microstructure and Properties of 316L Stainless Steel Fabricated by Laser Additive Manufacturing[J]. Electric Welding Machine, 2025, 55(2): 18-24.

0 引言

增材(AM)制造技术是通过分层叠加的方式,将数字模型直接转化为实体的一种增材制造方式。金属材料的增材制造是利用高能束将材料分层的一种增材制造方式^[1-4]。金属材料的增材制造依据原料的形态,可分为丝材和粉材,其中丝材的利用率较高而且不受真空限制,其本质上是熔池快速凝固的过程,其高温度梯度和极快的冷却速率能够使成形件获得多尺度的组织特征以及优异的力学性能^[5]。激光增材制造技术(Laser additive manufacturing technology)是通过高能激光束在基体上创建的熔池上逐层沉积加工过的金属粉末或丝材制造金属构件^[6],因其设备操作简单、生产成本低、熔覆效率高的优点而备受关注。

316L奥氏体不锈钢是一种含有质量分数16.5%~18.5%铬以及少量的镍、钼、锰等合金元素的奥氏体不锈钢,是目前应用最广泛的钢种之一^[7-8]。因其含有较高含量的Cr,会在其表面生成致密的氧化膜,从而具备优异的腐蚀性能和抗氧化性能,被广泛应用于核电站、石油钻井平台和海洋设备等领域中。但锻造、铸造等传统工艺制备的316L不锈钢晶粒粗大、力学性能较差、工序复杂且制备复杂结构零件难度较大。

利用激光增材制造技术制备的316L不锈钢力学性能良好,无需二次加工且可快速完成复杂结构零件的制备。目前,关于激光增材制造316L不锈钢的研究已有不少报道,大多数研究集中于工艺参数、热处理制度对于微观凝固组织及力学性能的影响^[9]。Cherry等人^[10]研究了工艺参数对激光选区熔化316L零件力学性能的影响,观察到硬度随能量密度的增加而增加,直到一定的极限(约120 J/mm³),

然后降低。ELANGESWARAN^[11]等人对激光增材制造成形316L不锈钢分别进行1 060 °C完全退火处理和1 155 °C热等静压处理,发现316L不锈钢中的胞状亚结构消失,其疲劳强度大大下降,但其塑性得到了改善。增材制造不锈钢过程中使用的保护气体也是一个能够显著影响材料凝固和性能的工艺参数。通常,增材制造过程中使用的保护气体为氩气或者氮气。氩气是一种惰性气体,而氮气是一种可以解离的分子气体。溶解在钢中的氮元素通常以间隙原子形式存在于面心立方(FCC)晶格的八面体位置,是一种有效的奥氏体稳定剂^[12]。氮气还可以溶解在熔融金属中,与活性金属,如铬、钛、钒等形成氮化物^[13]。Li等^[14]分别在纯氩气和纯氮气作为保护气氛下,通过增材制造技术制备了5356铝合金。结果发现,与纯氩气相比,氮气对涂层的形成和显微硬度有显著影响。

本文分别使用氩气和氮气作为保护气体,通过高速激光熔丝增材制造技术制备316L奥氏体不锈钢,分析不同保护气体对增材制造316L不锈钢组织以及拉伸性能的影响。这将有助于深入理解保护气氛对增材制造316L不锈钢的强化机制,并为进一步调控316L不锈钢的微观组织和力学性能提供理论基础。

1 试验方法与设备

本试验中使用的高速激光熔丝增材制造设备如图1所示。高速激光熔丝增材试验具体步骤为:(1)将基材304奥氏体不锈钢钢管表面的氧化物和油污去除干净,并将其固定在激光增材设备搭载的试验平台上;(2)通过控制平台调整焊丝与激光斑点落在基材上的位置,调整焊丝角度为45°,并将焊

丝前端与激光斑点中心对齐。不要使焊丝完全接触基材,避免形成闭合回路;(3)在激光增材制造系统的控制面板输入正确的工艺参数,再打开热丝机将热丝电流调至合适参数,开始试验;(4)每完成一层熔覆,将焊丝位置抬高一个熔覆层的高度,直至试件成形。采用高速激光熔丝增材制造技术制备在纯氩气和纯氮气不同保护气氛下的增材试样,以进行组织及力学性能研究。

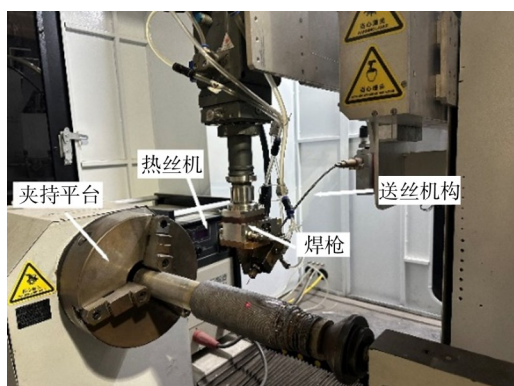


图1 高速激光熔丝增材制造设备

Fig. 1 High-speed laser fuse additive manufacturing equipment diagram

试验使用的焊丝为奥氏体不锈钢ER316LSi焊丝,直径为1.2 mm,焊丝主要化学成分如表1所示。通过单层多道增材的成形与表面形貌选择出增材的最优工艺参数。参数为:激光功率2 000 W,热丝电流80 A,熔覆速度42 mm/s,送丝速度50 mm/s,选用的工艺参数如表2所示。保护气成分为纯Ar和纯N₂,保护气体流量为17 L/min。每熔覆完一层增材,采用手持红外测温枪控制层间温度。

表1 316L焊丝化学成分(质量分数,%)

Table 1 Chemical composition of 316L welding wire (wt. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
<0.03	0.65~1.00	1.0~2.5	<0.03	<0.03	18~20	11~14	2.0~3.0	Bal.

表2 激光增材制造工艺参数

Table 2 Laser additive manufacturing process parameters

焊丝直径/mm	激光功率/W	热丝电流/A	熔覆速度/(mm·s ⁻¹)
1.2	2 000	80	42
送丝速度/(mm·s ⁻¹)	保护气流/(L·min ⁻¹)	层间温度/℃	气体成分
50	17	200	Ar/N ₂

拉伸试验采用AGS-X 300kN电子万能试验机,拉伸试样根据GB/T228.1—2021制备,在大气和室温环境下进行试验,拉伸试验共开展6组(氮气

气氛下的增材试件3组,氩气气氛下的增材试件3组,结果分别取平均值),其尺寸如图2所示。应变速率为1 mm/min,夹持引伸计。采用扫描电子显微镜(SEM)对拉伸试样断口进行分析,研究其断裂机理。

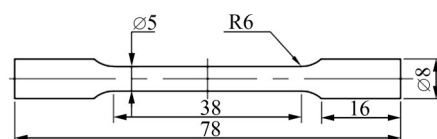


图2 拉伸试样尺寸

Fig. 2 Size diagram of tensile specimen

采用扫描电子显微镜(SEM)分别对氮气和氩气保护气氛下的高速激光熔丝增材成形的试样进行微观组织形貌的表征,SEM搭载背散射衍射(EBSD)探头并采用HKL Nordlys Channel 5软件对晶粒取向信息进行自动处理和分析。使用X射线衍射(XRD)和EDS来确定样品中存在的物相。SEM表征样品使用砂纸由粗到细打磨至表面无明显划痕,随后采取机械抛光方式获得光洁表面。样品经机械抛光后采用盐酸:硝酸=3:1的王水溶液进行擦拭腐蚀,腐蚀时间15 s,以进行显微组织的观测和表征。为了消除机械抛光过程中产生的应力,需将EBSD样品在机械抛磨后采用10%的高氯酸酒精溶液进行电解抛光。

2 试验结果及讨论

2.1 试件形貌

图3为激光熔丝增材技术制备316L不锈钢的宏观形貌,表面平整无缺陷,长度约为130 mm,熔覆12层,厚度约为10 mm。

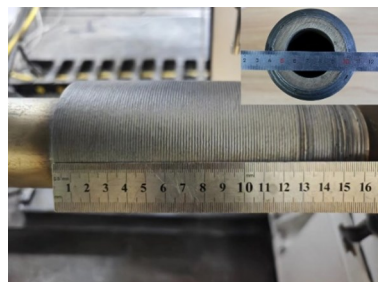


图3 激光熔丝增材制造316L不锈钢的宏观形貌

Fig. 3 Macroscopic morphology of 316L stainless steel fabricated by laser wire additive manufacturing

2.2 微观组织分析

图4是保护气氛为氩气和氮气的激光增材制造 316L 不锈钢的 SEM 图像。由图 4a、4b 可知,由于激光束的高斯能量分布,熔池边界呈现圆弧状。通常在熔池边界处温度梯度大,生长速率小,易生成垂直于边界生长的胞状晶,在熔池内部温度梯度小,生长速率大,易生成柱状晶。观察图 4c、4d,发现保护气氛为氩气时,晶粒形貌主要以板条状为主,保护气氛为氮气时,晶粒形貌为骨架状。黑色点状析出相弥散分布于奥氏体基体上,选取图 4c 的两个点状析出相进行点扫,其元素含量如表 3 所示,可以看到大量氧元素。初步判断该黑色析出相为 Cr、Mn 等元素与氧元素结合而成的氧化物夹杂,同时可以观察到氮气气氛下的析出相尺寸小于氩气气氛,这是因为氮气以在高温激光中发生部分解离^[15],氮原子进入熔池,形成间隙固溶体,从而阻碍 Cr 等元素的扩散来减少氧化物夹杂的形成。

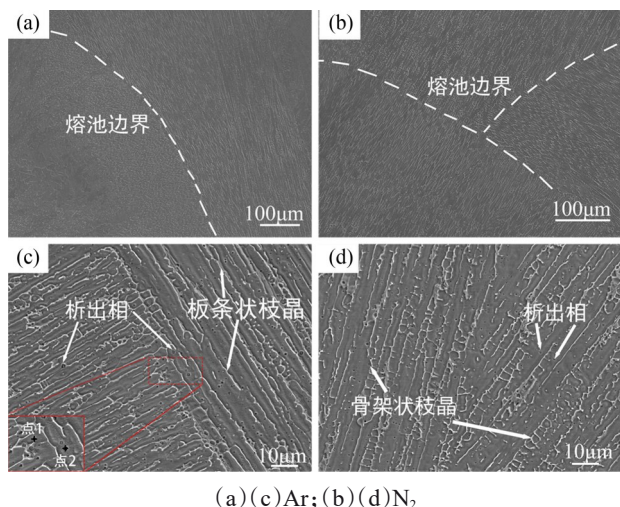


图4 不同保护气氛下的 316L 不锈钢增材试样 SEM 图像

Fig. 4 SEM images of 316L stainless steel additive specimens under different protective atmospheres

表3 EDS点扫描结果(质量分数,%)

Table 3 EDS point scan results (wt. %)

元素	O	Cr	Mn	Fe	Si
点1	21.52	11.44	21.25	25.79	9.46
点2	10.28	15.55	11.55	44.35	4.93

分别对在氩气和氮气保护气氛下的试样中间横截面区域进行EBSD分析。如图5所示,不同颜色代表奥氏体晶粒的取向。观察发现,氩气气氛下的晶粒主要向<101>方向生长,氮气气氛下的晶粒

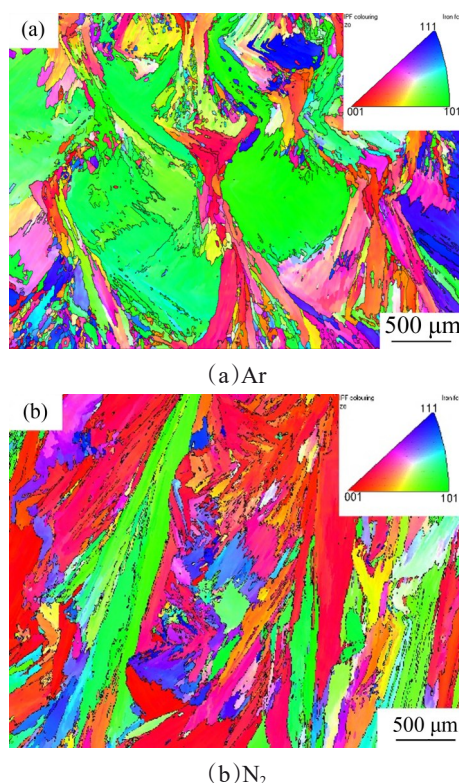


图5 不同保护气氛下的 316L 不锈钢增材试样晶粒取向图
Fig. 5 Grain orientation diagram of 316L stainless steel additive specimen under different protective atmospheres

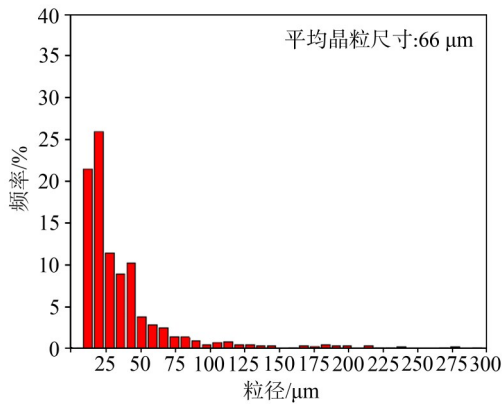
主要向着<001>方向生长。

图6为不同保护气氛下的 316L 不锈钢试件的晶粒尺寸统计图,氩气保护气氛下的平均晶粒尺寸为 66 μm,氮气保护氛围下的平均晶粒尺寸为 59 μm,表明氮气起到了细化晶粒的作用。众所周知,氮元素是强烈的奥氏体形成元素,可以促进奥氏体快速形核,生成较为细小的奥氏体晶粒。同时,氮气的比热容和热传导系数大于氩气,冷却速度增加,过冷度增大,使晶粒得到细化。

利用 XRD 对激光熔丝增材试样成形试样进行物相分析,其结果如图 7 所示。XRD 结果表明,Ar、N₂保护气氛下的增材试样均是由单一的奥氏体(γ)相组成,没有检测到铁素体,这主要与铁素体含量较低有关,与文献结果相似^[16]。对比 Ar、N₂保护气氛下所对应的 γ 衍射峰发现,N₂保护气氛下,γ 奥氏体表现出强烈的(200)面择优取向;Ar 保护气氛下,γ 奥氏体表现出强烈的(311)面择优取向。

2.3 力学性能分析

图 8 为 Ar、N₂保护气氛下的增材试样拉伸应



(a) Ar

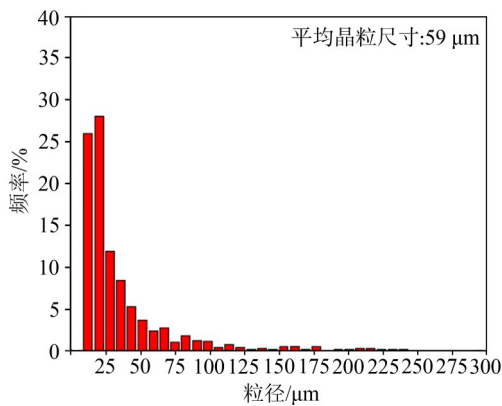
(b) N₂

图6 不同保护气氛下的316L不锈钢增材试样晶粒统计

Fig. 6 Grain statistics of 316L stainless steel additive specimens under different protective atmospheres

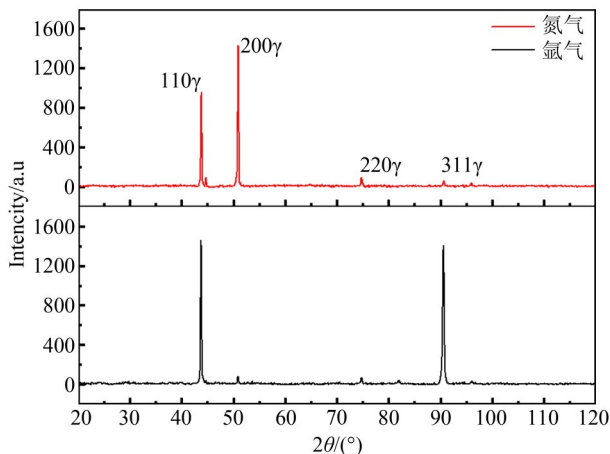


图7 不同保护气氛下的316L不锈钢增材试样XRD图谱

Fig. 7 XRD patterns of 316L stainless steel additive specimens under different protective atmospheres

力-应变曲线。两种试样的拉伸强度及延伸率如表4所示。可以看出,与氩气的增材试样相比,氮气的增材试样抗拉强度增加了53.4 MPa,屈服强度增加

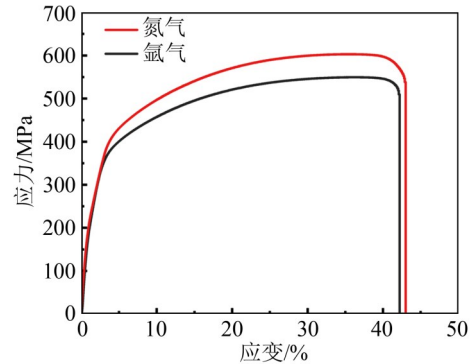


图8 不同保护气氛下的316L不锈钢增材试样应力-应变曲线图

Fig. 8 The stress-strain curve of 316L stainless steel additive specimen under different protective atmospheres

表4 不同保护气氛下的316L不锈钢增材试件的拉伸性能

Table 4 Tensile properties of 316L stainless steel additive specimens under different protective atmospheres

试样	R_m /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%
Ar	549.5 ± 17.4	201.3 ± 18.3	42.3 ± 0.6
N ₂	602.9 ± 19.1	220.5 ± 16.5	43.6 ± 1.0

了47.2 MPa,断后延伸率增加了1.3%。

如前文所述,氮气起到了细化晶粒的作用。根据Hall-Patch关系,材料的强度随着晶体尺寸的减小而增大^[17]。其次,氮气在进入熔池后,N原子以间隙固溶的方式固溶到奥氏体晶格内,形成稳定的间隙固溶体,起到固溶强化的作用^[18]。

图9为激光增材制造316L奥氏体不锈钢在不同保护气氛(Ar、N₂)下的拉伸断口SEM图像,可以明显观察到紧密排列的韧窝,在大多数韧窝中可以观察到氧化物夹杂,为典型的韧性断裂。使用Image J软件对拉伸断口的氧化物夹杂颗粒直径进行统计,结果如图10所示。保护气氛为氩气时,氧化物夹杂的直径约为0.5~1.4 μm;保护气氛为氮气时,氧化物夹杂的直径约为0.2~0.7 μm,氮气气氛下的氧化物夹杂尺寸小于氩气气氛,这与图4得出的结果一致。对于微孔洞贯通机制的韧性断裂,晶界可以作为增韧特征,在接触到边界后,通过微裂纹的偏转、分支和钝化来阻止裂纹扩展。因此,晶粒尺寸越小,晶界的数量越多,阻碍裂纹扩展的能力越强,材料的塑韧性越好;同时,氧化物夹杂作为裂纹萌生的源头,其尺寸越小数量越少,对拉伸性能越有利。

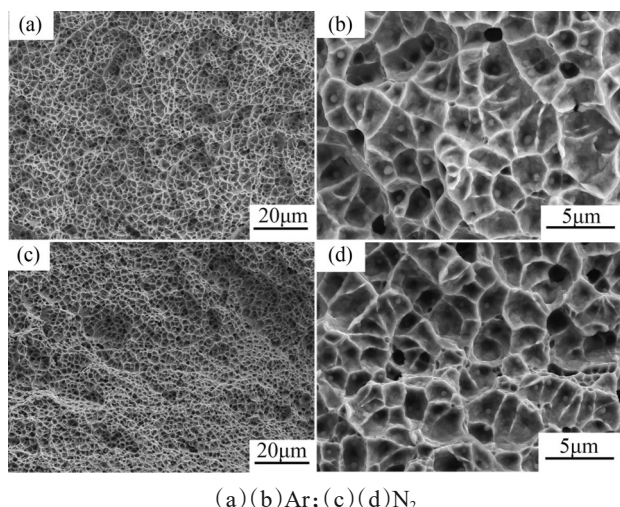


图9 不同保护气氛下 316L 不锈钢增材试件断口SEM图像
Fig. 9 Fracture SEM images of 316L stainless steel additive specimens under different protective atmospheres

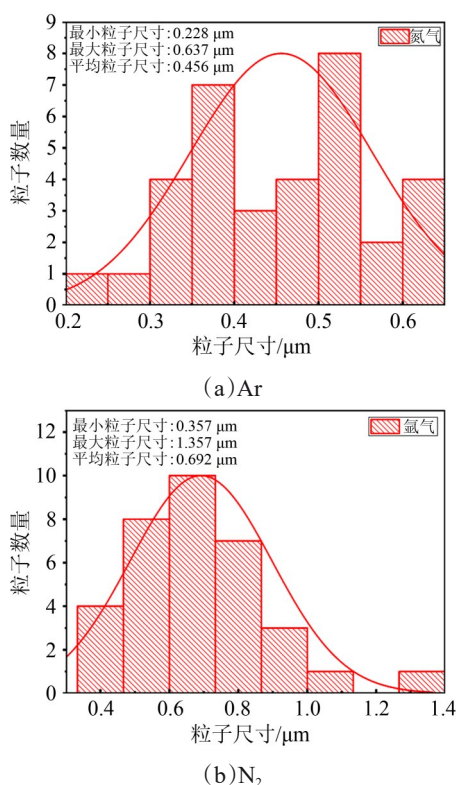


图10 不同保护气氛下的氧化物夹杂颗粒尺寸统计
Fig. 10 Statistics of particle size of oxide inclusions under different protective atmospheres

3 结论

(1)不同保护气氛下的增材制造 316L 组织主要为奥氏体,少量铁素体分布在奥氏体晶界处。氩气

保护气氛下的平均晶粒尺寸为 $66\ \mu\text{m}$,氮气保护气氛下平均晶粒尺寸为 $59\ \mu\text{m}$,氮气的加入细化了晶粒,并减少氧化物夹杂的形成。

(2)氮气和氩气保护气氛下的激光增材制造 316L 不锈钢均具有优良的强度-塑性匹配,氩气保护下的增材试件的极限抗拉强度为 $549.5\ \text{MPa}$,断后延伸率为 42.3% ;氮气保护下的增材试件的极限抗拉强度为 $602.9\ \text{MPa}$,断后延伸率为 43.6% 。

(3)不同保护气氛下的激光增材 316L 不锈钢的断裂类型均为韧性断裂。氮气保护下,氮元素作为强烈的奥氏体形核元素,促进奥氏体形核,起到细化晶粒的作用。晶粒尺寸越小,晶界数量增多,阻碍裂纹扩展的能力增强。氧化物夹杂为裂纹扩展的源,其尺寸越小数量越少,对拉伸性能越有利。

参考文献:

- [1] Ma M, Wang Z, Wang D, et al. Control of shape and performance for direct laser fabrication of precision large-scale metal parts with 316L Stainless Steel [J]. Optics & Laser Technology, 2013, 45: 209-216.
- [2] 徐亮,杨可,王秋雨,等. 热处理对电弧增材制造 316L 不锈钢组织和性能的影响[J]. 电焊机, 2020, 50(10): 29-34+126.
XU L, YANG K, WANG Q Y, et al. Effect of heat treatment on microstructure and properties of 316L stainless steel fabricated by arc additive manufacturing [J]. Electric Welding Machine, 2020, 50(10): 29-34+126.
- [3] 朱忠良,赵凯,郭立杰,等. 大型金属构件增材制造技术在航空航天制造中的应用及其发展趋势[J]. 电焊机, 2020, 50(01): 1-14+124.
ZHU Z L, ZHAO K, GUO L J, et al. The application and development trend of additive manufacturing technology for large metal components in aerospace manufacturing [J]. Electric Welding Machine, 2020, 50(01): 1-14+124.
- [4] 张兆栋,何胜斌,王奇鹏,等. 电弧增材制造工艺方法、增材焊料及后处理的研究现状[J]. 电焊机, 2021, 51(08): 1-10+176.
ZHANG Z D, HE S B, WANG Q P, et al. Research status of arc additive manufacturing process, additive solder and post-treatment [J]. Electric Welding Machine, 2021, 51(08): 1-10+176.
- [5] WANG Y M, VOISIN T, MCKEOWN J T, et al. Additively manufactured hierarchical stainless steels with

- high strength and ductility[J]. *Nature Materials*, 2018, 17(1):63-71.
- [6] 李时春,莫彬,肖罡,等. 激光增材制造成形质量表征与调控研究进展[J]. *材料导报*, 2022, 36(10):141-149.
- LI S C, MO B, XIAO G, et al. Research progress on characterization and control of forming quality in laser additive manufacturing[J]. *Material Report*, 2022, 36(10):141-149.
- [7] 刘源,寇浩南,何怡清,等. 增材制造 316L 不锈钢组织结构特征与硬化机理研究[J]. *材料导报*, 2024, 38(3):148-153.
- LIU Y, KOU H N, HE Y Q, et al. Study on microstructure characteristics and hardening mechanism of 316L stainless steel by additive manufacturing[J]. *Material Report*, 2024, 38(3):148-153.
- [8] HUANG H W, WANG Z B, LU J, et al. Fatigue behaviors of AISI 316L stainless steel with a gradient nanostructured surface layer[J]. *Acta Materialia*, 2015, 87:150-160.
- [9] 余晨帆,赵聪聪,张哲峰,等. 选区激光熔化 316L 不锈钢的拉伸性能[J]. *金属学报*, 2020, 56(05):683-692.
- YU C F, ZHAO C C, ZHANG Z F, et al. Tensile properties of 316L stainless steel by selective laser melting[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2020, 56(05):683-692.
- [10] Cherry J A, Davies H M, Mehmood S, et al. Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting[J]. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2015, 76:869-879.
- [11] Elangeswaran C, Cutolo A, Muralidharan G K, et al. Microstructural analysis and fatigue crack initiation modelling of additively manufactured 316L after different heat treatments[J]. *Materials & Design*, 2020, 194:108962.
- [12] Camille P, Eduard H, Pierre F, et al. Effect of argon and nitrogen atmospheres on the properties of stainless steel 316L parts produced by laser-powder bed fusion[J]. *Materials & Design*, 2019, 179:107873.
- [13] Facchini L, Vicente N, Lonardelli I, et al. Metastable austenite in 17-4 precipitation-hardening stainless steel produced by selective laser melting[J]. *Adv. Eng. Mater.*, 2010, 12:184-188.
- [14] Li S, Zhang L, Ning J, et al. Comparative study on the microstructures and properties of wire+arc additively manufactured 5356 aluminium alloy with argon and nitrogen as the shielding gas[J]. *Addit. Manuf.*, 2020, 34:101206.
- [15] Yang D Q, Huang Y, Fan J K, et al. Effect of N₂ content in shielding gas on formation quality and microstructure of high nitrogen austenitic stainless steel fabricated by wire and arc additive manufacturing[J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2021, 61:261-269.
- [16] Kang L, Chen F, Bradford M A, et al. Experimental study of mechanical properties of laser additively manufactured 316L stainless steels[J]. *Structures*, 2023, 54:221-235.
- [17] Zhong Y, Zheng Z Z, Li J J, et al. Effects of Ar-N₂-He shielding gas on microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of the Laser-MIG additive manufacturing 316L stainless steel[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2023, 312:117844.
- [18] Wang Z D, Li R, Chen M Z, et al. Enhanced wear and corrosion resistance of the laser direct metal deposited AISI 316L stainless steel by in-situ interstitial N alloying[J]. *Optics & Laser Technology*, 2024, 171:110381.