

粘结剂喷射3D打印GH4099的工艺优化及组织性能研究

程韬潜¹, 陈凌², 苏兆江¹, 李保永³, 陈维平¹, 付志强¹

(1. 华南理工大学 广东省金属新材料制备与成形重点实验室, 广东 广州 510641)

(2. 中国稀土集团研究院, 广东 深圳 518000)

(3. 北京航星机器制造有限公司, 北京 100013)

摘要: 针对GH4099合金复杂构件对成形精度与服役性能的高要求, 本工作开展了基于粘结剂喷射3D打印(binder jetting 3D printing, BJ3DP)的成形工艺优化与组织性能研究。通过正交试验分析层厚、粘结剂饱和度、铺粉速度及干燥时间对生坯表面质量的影响, 明确粘结剂饱和度为主控因素, 优化参数显著提升了成形均匀性与尺寸稳定性。进一步探究了烧结温度对组织与性能的调控作用, 研究发现1345 °C条件下相对密度达98.4%, 组织致密, 析出大量共格的L1₂型Ni₃(Al,Ti)相, 在该条件下表现出了最佳的力学性能, 抗拉强度和屈服强度分别为669和590 MPa。研究建立了BJ3DP成形参数与烧结制度协同调控GH4099组织-性能的作用机制, 为实现高性能镍基合金复杂构件提供了新思路和理论支撑。

关键词: 粘结剂喷射3D打印; GH4099; 微观组织; 力学性能

中图法分类号: TG132.3⁷3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)02-0419-10

1 引言

GH4099合金作为一种典型的时效强化型镍基高温合金, 其主要强化机制源于L1₂有序结构的Ni₃(Al,Ti)析出相, 使其在高温环境下具有优异的强度、蠕变抗力和热稳定性, 即使在1000 °C以上仍能保持良好的力学性能。该合金同时具备良好的高温抗氧化性和耐腐蚀性, 因而被广泛应用于航空航天领域的高温构件, 如燃气涡轮叶片、燃烧室衬套和喷嘴导向器等^[1-2]。然而, 随着航空航天领域先进装备对零部件几何复杂性、结构集成度及服役性能要求的不断提升, 传统的铸造与加工工艺已经难以满足实际需求^[3]。增材制造(additive manufacturing, AM)技术作为一种基于逐层堆积的近净成形工艺, 展现出在复杂构件快速制造、材料梯度调控和结构设计自由度方面的独特优势, 为高性能合金部件的制造提供了全新的解决方案^[4-6]。

近年来, 大量研发人员围绕GH4099合金的增材制造技术开展了深入研究, 探索其在复杂构件成形中的可行性与工艺适应性^[7-8]。然而, 熔融型增材制造工艺普遍存在高热输入与剧烈热循环问题, 易诱发残余应力集中、组织各向异性显著及热裂纹等冶金缺陷^[9], 虽可通过后续热处理、热等静压等手段改善性能^[10-11]但会增加生产

制造成本。研究表明, 采用定向能量沉积(directed energy deposition, DED)工艺制备的GH4099合金构件表现出明显的组织各向异性, 且力学性能沿构建方向下降^[12]。Hu等人指出, DED过程中形成的不均匀微观组织结构可能导致缺陷积聚, 进而降低零件的服役可靠性^[13]。在激光选区熔化(selective laser melting, SLM)工艺中, 也观察到类似问题。Zhang等人研究了SLM成形GH4099合金在沉积状态下的微观组织及其力学性能, 发现构件在不同方向上存在显著的力学性能差异, 呈现出强烈的各向异性特征^[14]。因此, 开发热输入低、应力控制能力强、组织各向同性优良的新型增材路径, 已成为提升GH4099构件综合性能的关键方向。粘结剂喷射3D打印技术(binder jetting 3D printing, BJ3DP)作为一种无熔池增材工艺, 因打印过程中无高能束流加热, 具备热应力低、裂纹敏感性小、成形各向同性好等优势, 在高性能金属构件制造中显示出广阔应用前景^[15-17]。目前, 该技术已成功应用于多种合金体系, 包括不锈钢、镍基、铜基及钛合金^[18-21], 并在粉末行为调控、烧结致密化机制及组织性能优化方面取得积极进展^[19,22-23]。尽管如此, 针对GH4099合金的BJ3DP成形尚缺乏系统研究, 关键参数

收稿日期: 2025-09-04

基金项目: 国家重点研发计划(2024YFB4608600); 广东省科学技术厅国际科技合作项目(2023A0505050154)

作者简介: 程韬潜, 男, 1995年生, 博士生, 华南理工大学, 广东 广州 510641, E-mail: taoqian.cheng@outlook.com

设计、成形质量控制与性能演化机制尚不明确。基于此,本工作围绕 GH4099 合金开展 BJ3DP 增材制造研究,重点分析成形参数对生坯表面质量的影响,并通过优化烧结工艺提升组织致密性与力学性能,为 GH4099 合金在新型增材制造路径中的工程应用提供理论依据与技术支撑。

2 实验

2.1 实验材料

本研究所采用的金属粉末为粒径范围在 15~53 μm 的 GH4099 合金粉末,由西安欧中材料科技股份有限公司提供。该粉末通过旋转电极法制备,粉末的典型形貌及粒径分布如图 1 所示。其中,图 1a 显示了粉末的表面形貌,可见其整体呈规则球形,球形度较好,且未观察到明显的卫星粉或破碎颗粒;图 1b 为粒径分布曲线, D_{10} 、 D_{50} 和 D_{90} 分别为 29.4、40.0 和 55.6 μm, 粒径分布集中,符合增材制造对金属粉末的粒度要求。GH4099 粉末的物理性能见表 1。流动性测试结果为 11.8 s/50 g, 松装密度为 4.88 g/cm³, 振实密度为 5.15 g/cm³, 粉末的真密度依据 GB/T 5162-2006 标准测试,结果为 8.70 g/cm³, 说明该粉末致密性较高、流动性良好,适用于粘结剂喷射增材制造工艺。粉末的化学成分分析结果见表 2。与 GH4099 合金的国家标准成分范围对比可知,各元素含量均在允许范围内,符合相关标准规范的技术要求,具备后续成形实验的基础条件。

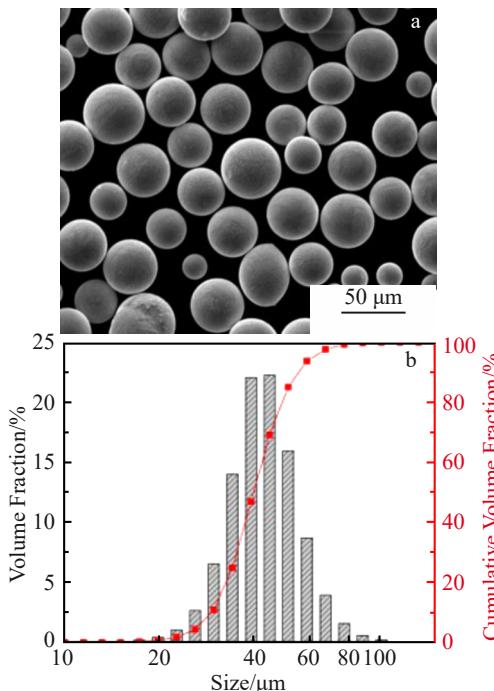


图 1 GH4099 粉末形貌和粒度分布

Fig.1 SEM image (a) and particle size distribution (b) of the GH4099 powder

表 1 GH4099 粉末性质

Table 1 Characteristics of the GH4099 powder

Hall flow rate/ s·(50 g) ⁻¹	Apparent packing factor/g·cm ⁻³	Tap density/ g·cm ⁻³	True density/ g·cm ⁻³
11.8	4.88	5.15	8.70

表 2 GH4099 粉末化学成分

Table 2 Chemical composition of the GH4099 powder (wt%)

Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ni
18.37	6.55	5.96	4.03	2.10	1.21	Bal.

2.2 正交试验设计

本研究采用美国 ExOne 公司生产的 Innovent+ 多功能打印设备对 GH4099 粉末进行成形。该设备通过一个反向旋转的粗铺粉辊与精细辊协同完成单层铺粉,然后喷头根据切片图层信息选择性喷射水性粘结剂(型号 BA005)至粉末床,继而打印平台下降、进行下一层铺粉与粘结剂喷射,如此循环,直至三维结构构件打印完成。

为系统探究打印工艺参数对 GH4099 粉末成形生坯表面质量的影响,本研究设计了四因素三水平正交实验方案。选取的 4 个主要参数包括:层厚、粘结剂饱和度、铺粉速度和干燥时间。打印试样尺寸为 10 mm×8 mm×6 mm (X×Y×Z),所有试样在相同设备与环境条件下完成打印。正交试验设计因素与水平设置见表 3。

打印完成后,将粉仓置于真空干燥箱中,于 180 °C 下保温 4 h 进行固化处理,去除多余粉末后获得完整生坯。为评估不同打印参数对成形质量的影响,采用三维轮廓仪对生坯表面粗糙度进行测试与分析,并据此筛选出最优工艺参数。基于优化结果打印大尺寸生坯样件 (20 mm×50 mm×10 mm, X×Y×Z),用于后续烧结致密化研究。烧结实验在上海晨华有限公司生产的钼丝真空炉中进行,设定烧结温度分别为 1335、1340 和 1345 °C, 保温时间均为 4 h, 旨在探讨不同温度对组织致密化与性能演化的影响。烧结程序如图 2 所示:首先在 450 °C 保温 2 h 以完成脱脂过程,随后升温至目标温度并保温 4 h, 实现组织致密化。

为系统研究烧结样品的微观组织特征,采用 Phenom ProX 型背散射扫描电子显微镜(backscattered

表 3 GH4099 粘结剂喷射 3D 打印参数设计

Table 3 Parameters used in the binder jetting 3D printing process of GH4099 powder

Printing parameter	Range	Level 1	Level 2	Level 3
Layer thickness/μm	50~100	50	75	100
Binder saturation/%	30~70	30	50	70
Roller traverse speed/mm·s ⁻¹	2.5~10	2.5	5	10
Drying time/s	2.5~10	5	10	20

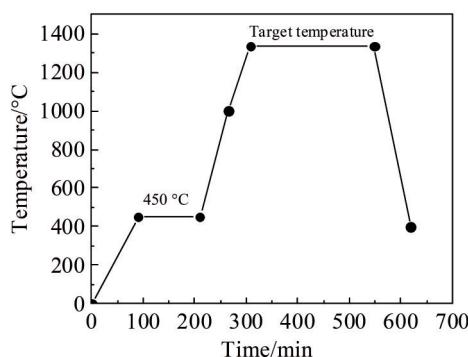


图2 生坯烧结程序

Fig.2 Sintering procedure for green samples

electron scanning electron microscope, BSE-SEM)进行表面形貌及组织结构观察,并利用FEI Talos F200X型场发射透射电子显微镜(field emission transmission electron microscope, FE-TEM)开展高分辨微区组织与相分析。力学性能测试方面,采用MTS系列万能材料试验机,在室温条件下对致密化后的样品进行单轴拉伸试验。试验过程中施加的应变速率控制为 10^{-3} s^{-1} 。

3 结果与讨论

3.1 打印参数优化

根据前文表3所列四因素三水平正交设计方案,开展了L9(3^4)正交实验,具体参数组合如表4所示。按照各组参数对GH4099粉末进行粘结剂喷射打印,获得9组生

表4 GH4099粉末的L9(3^4)正交实验表Table 4 L9(3^4) orthogonal array table of the GH4099 powder

Experiment	Layer thickness/ μm	Binder saturation/%	Roller traverse speed/ $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	Drying time/s
1	50	30	2.5	5
2	50	50	5	10
3	50	70	10	20
4	75	30	5	20
5	75	50	10	5
6	75	70	2.5	10
7	100	30	10	10
8	100	50	2.5	20
9	100	70	5	5

坯试样,其宏观形貌如图3所示。从图3可见,各组试样在宏观成形质量方面存在明显差异。其中,1号样品底部出现推粉现象;2号与3号样品的成形锐度不足,表现为部分棱角轮廓模糊,边界不清晰;4号样品表面存在明显空洞,且棱角缺失严重,反映其打印参数组合对成形稳定性不利。相比之下,5号和6号样品的成形锐度较好,整体轮廓完整,但局部仍可观察到轻微棱角缺失。7号样品表观质量较差,棱角严重缺失,表面不平整,显示其参数组合成形适应性较差。8号样品锐度有所提升,但棱角部位仍存在缺陷。总体来看,9号样品成形质量最佳,具有良好的轮廓清晰度与棱角完整性,显示出较高的打印适配性与参数协调性。

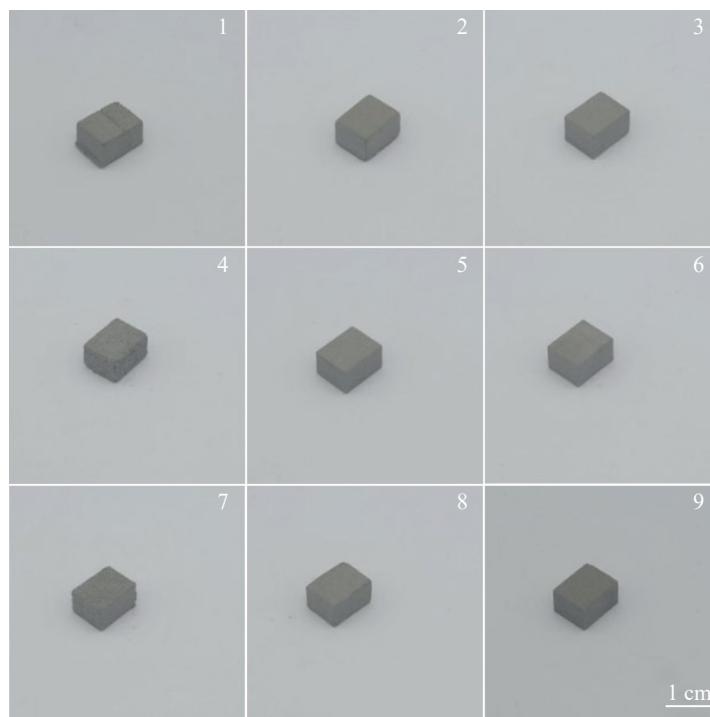


图3 GH4099生坯宏观形貌

Fig.3 Macro-images of GH4099 green samples

为定量分析各参数对 GH4099 生坯表面质量的影响,采用三维轮廓仪对所得样品在 XY、XZ 及 YZ 3 个方向截面进行表面粗糙度测试。每一截面选取三个随机位置进行测量,并计算其平均值以表征该方向表面粗糙度水平。图 4 展示了部分典型样品的三维表面形貌图及轮廓线信息,其中 R_a 表示平均表面粗糙度, R_z 为最大峰谷差值。所有样品三向粗糙度测试结果的统计均值如表 5 所示。从表 5 结果可知,1 号、4 号与 7 号样品的 R_a 与 R_z 值均显著高于其他组,表面粗糙度最大,整体表观质量较差。结合参数配置分析可知,该 3 组样品共同特征为粘结剂饱和度设置较低,表明在 BJ3DP 过程中,粘结剂饱和度对生坯表面成形稳定性和颗粒间结合能力具有显著影

响。相较之下,其余样品粗糙度较低,表面更加均匀平整,与前述宏观形貌观察结果高度一致,验证了适宜工艺参数组合在提升成形表面质量方面的重要作用。

为系统分析打印工艺参数对 GH4099 合金生坯表面质量的影响规律,本工作采用四因素三水平的正交实验设计 L9(3⁴),在保证试验代表性的同时,有效降低实验成本并提升效率。该方法可在有限的试验次数内全面考察多因素的主效应,有助于明确关键参数对成形质量的主导作用机制。

本研究以层厚、粘结剂饱和度、铺粉速度和干燥时间为控制变量,选取生坯表面平均粗糙度作为响应指标。粗糙度测试采用三维轮廓仪在样品的 XY、XZ 及 YZ 3 个

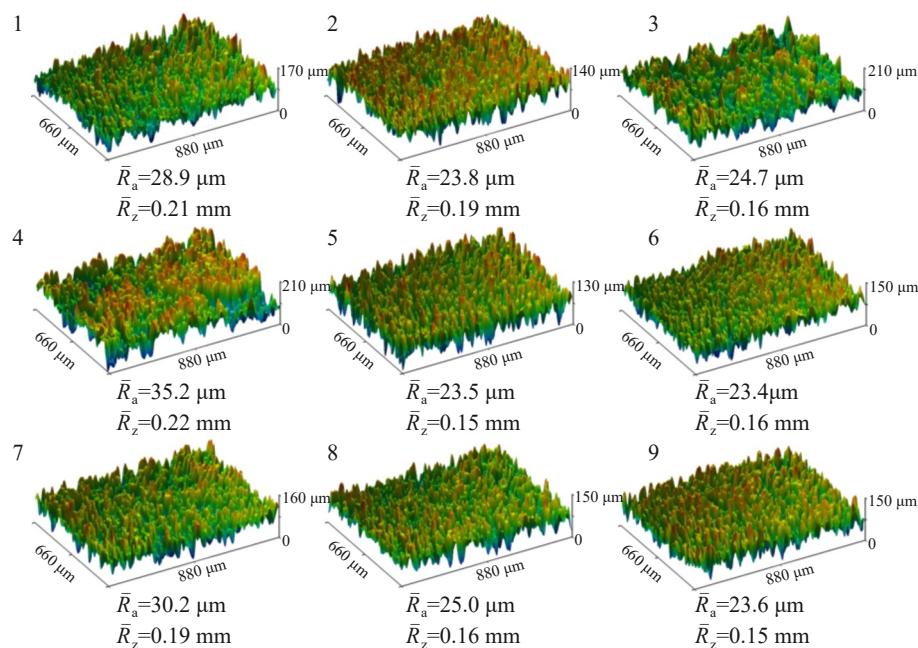


图 4 粗粉生坯表面三维轮廓

Fig.4 3D surface morphologies of green samples

表 5 GH4099 生坯的表面粗糙度 k_i 和 R 值

Table 5 Surface roughness, k_i and R values for the GH4099 green samples

Experiment	Layer thickness/μm	Binder saturation/%	Roller traverse speed/mm·s ⁻¹	Drying time/s	Surface roughness/μm
1	50	30	2.5	5	28.9
2	50	50	5	10	23.8
3	50	70	10	20	24.7
4	75	30	5	20	35.2
5	75	50	10	5	23.5
6	75	70	2.5	10	23.4
7	100	30	10	10	30.2
8	100	50	2.5	20	25.0
9	100	70	5	5	23.6
k_1	25.800	31.433	25.767	25.333	-
k_2	27.367	24.100	27.533	25.800	-
k_3	26.267	23.900	26.133	28.300	-
R	1.567	7.533	1.766	2.967	-

主截面上分别选取3个随机区域进行测量,所得数据取平均值作为对应样品的表面粗糙度评价依据。为评估各因素水平对表面质量的影响程度,采用极差分析法(range analysis)。首先,根据每一因素在各水平下的试验结果计算平均响应值 k_i ,其计算公式如下:

$$k_i = K_i / S \quad (1)$$

式中, K_i 为该因素某一水平下所有重复实验结果的总和, $S=3$ 为该水平在试验中出现的次数。随后,依据以下公式计算极差:

$$R = \max\{k_1, k_2, k_3\} - \min\{k_1, k_2, k_3\} \quad (2)$$

R 值越大,表明该因素对表面粗糙度的影响越显著,反之则表明其影响较弱。通过对各因素的 R 值进行对比分析,可确定其对打印成形质量的主次影响顺序,从而为GH4099合金粘结剂喷射成形工艺参数的优化提供理论支撑与实验依据。

根据表5所列的四因素三水平正交试验统计结果,进一步计算得出各因素在不同水平下的平均响应值及对应极差值,并据此绘制图5与图6,以直观展示各参数对生坯表面粗糙度的影响趋势与作用强度。图5显示了各打印参数在不同水平下对应的粗糙度均值,图6则呈现了各因素在三水平间的极差值,以反映其对成形表面质量的敏感性。由图5可见, k_i 值越小表明该水平条件下生坯表面粗糙度越低,表面质量更优。结合表5与图5数据分析结果可知,在本研究设定的参数范围内,获得表面粗

糙度最优的理论参数组合为:层厚50 μm、粘结剂饱和度70%、铺粉速度2.5 mm/s、干燥时间5 s。进一步对比图6中的极差值可发现,粘结剂饱和度对应 R 值最大,表明其对生坯表面粗糙度的影响最为显著;其次为铺粉速度与干燥时间,层厚因素的 R 值最小,表明其在当前参数范围内对粗糙度的影响相对较弱。

综上所述,粘结剂饱和度是影响GH4099合金BJ3DP打印生坯表面质量的主导因素,而层厚的作用则相对次要。上述分析结果可为后续工艺优化及质量控制策略提供重要参考依据。

对实验结果进行极差分析后,为验证各因素对实验结果影响的显著性,对实验结果进行方差分析。方差分析的结果如表6所示。在方差分析中,一般认为 $P>0.05$ 时影响不显著, $P<0.05$ 时影响显著,且当 $P<0.01$ 时影响极显著。通过对实验数据的处理及分析计算,可以得出,粘结剂饱和度对生坯表面粗糙度影响极显著。

一般而言,打印生坯的表面粗糙度主要受粉末的物理特性以及打印工艺参数的共同影响。其中,粉末粒径是决定粗糙度的重要因素之一,已有研究表明,粒径较小的粉末有利于获得更低的表面粗糙度^[24-25]。本研究中所采用的GH4099粉末具有较高球形度和良好流动性,但粒径范围较宽(15~53 μm),其中仍存在一定比例的大颗粒及局部团聚颗粒。这类颗粒在铺粉过程中易引起局部堆积不均与铺粉层波动,进而影响铺粉致密度和后续粘

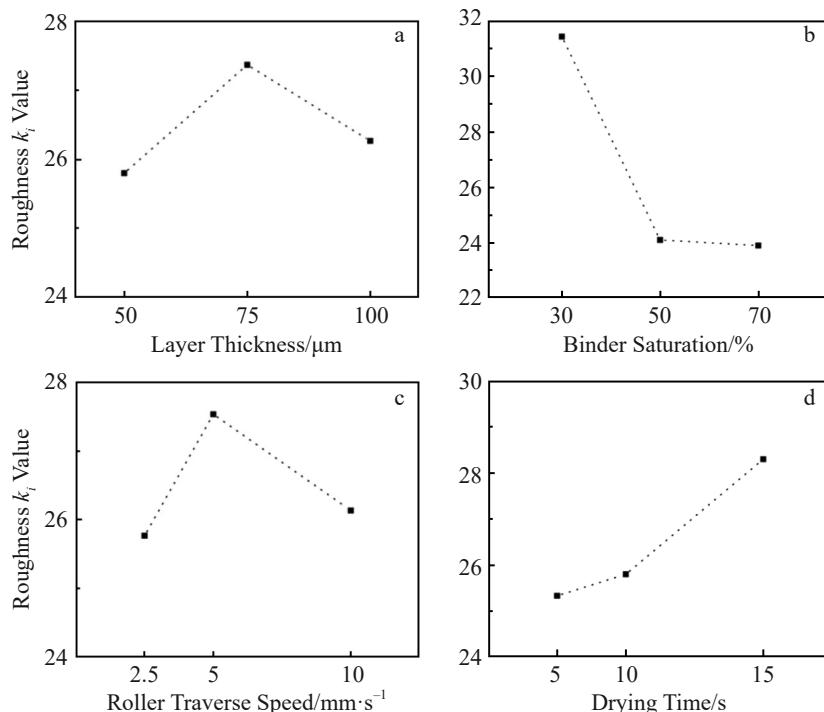


图5 不同因素对样品表面粗糙度的影响

Fig.5 Influence of different factors on the surface roughness of samples: (a) layer thickness, (b) binder saturation, (c) roller traverse speed, (d) drying time

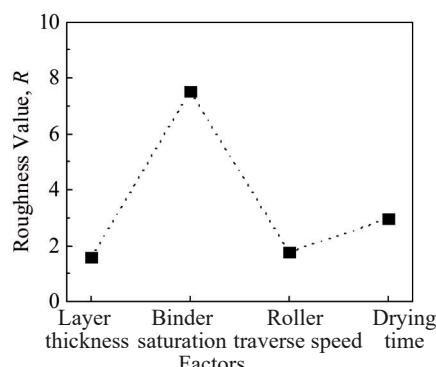


图6 GH4099粉末各因素对表面粗糙度影响极差R值
Fig.6 R value of surface roughness from different factors

结剂的均匀渗透,从而对生坯表面形成微尺度不规则波动,导致粗糙度升高。由于粉末类型与物理性能在实验过程中保持一致,因此生坯表面粗糙度的变化主要归因于工艺参数的调整。根据正交试验结果,粘结剂饱和度被识别为影响表面粗糙度的主要因素。其作用机理可归因于粘结剂在粉末床内部的润湿与填充行为。较高的饱和度有助于提高粘结剂在粉末间隙中的填充程度,从而增强颗粒间的黏结强度并抑制孔隙的形成,有效改善表面平整性与结构完整性^[20]。此外,粘结剂分布均匀性也可在一定程度上缓解由大颗粒和团聚粒子带来的局部成形不稳定问题。层厚作为典型的打印控制参数,在多数研究中被认为对表面质量有显著影响。然而在本研究

表6 GH4099生坯表面粗糙度的方差分析
Table 6 ANOVA of printing parameters for the GH4099 green samples

Source of variance	Sum of squares of deviations	Degree of freedom	Equal square	F value	P value
Layer thickness	11.5117	2	5.7558	0.3339	0.7204
Binder saturation	331.34	2	165.67	9.6098	0.0014
Roller traverse speed	14.6850	2	7.3425	0.4259	0.6595
Drying time	45.2522	2	22.6263	1.3124	0.2937
Error	310.3145	18	17.2397	-	-

设定的参数窗口内,层厚对粗糙度的影响程度相对较低,其原因主要在于所使用的GH4099粉末具备优异的球形度与较低的卫星粉比例,在铺粉过程中表现出良好的流动性和堆积均匀性。此外,打印系统配备的粗辊-精辊双辊协同铺粉机构,有效提高了粉末层的致密性与一致性,从而削弱了层厚变化对表面粗糙度的影响敏感性。综合极差分析结果,最终优化打印参数确定为:层厚50 μm、粘结剂饱和度70%、铺粉速度2.5 mm/s、干燥时间5 s。在此参数条件下制备的大尺寸GH4099生坯如图7所示,经三维轮廓仪测定,其表面平均粗糙度为23.1 μm,峰谷粗糙度亦较优化前样品显著降低,说明所得参数可有效提升打印成形质量。后续所有烧结实验均基于该参数组合制备生坯样品。

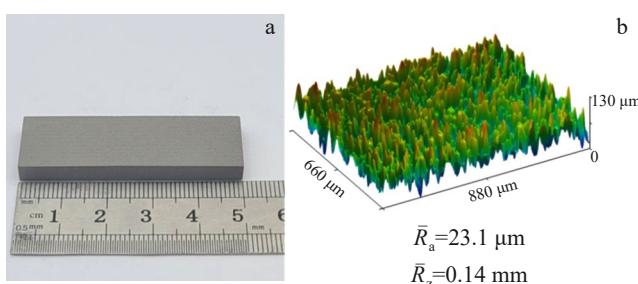


图7 生坯大块样品宏观形貌及其三维轮廓
Fig.7 Macroscopic morphology of large green parts (a) and 3D surface morphologies of green samples (b)

3.2 微观组织

为探究烧结温度对GH4099生坯组织致密化行为的影响,选取1335、1340和1345 °C 3个典型温度区间,在真空中对优化工艺打印所得生坯样件进行等时(4 h)烧结处理,对各温度条件下的样品开展X射线衍射(XRD)分析,如图8所示。发现所有样品的XRD图谱均显示出面心立方(fcc)结构的主要衍射峰,包括(111)、(200)、(220)、(311)和(222)晶面,且未发现明显的新相衍射峰出现,说明在当前烧结制度下,GH4099合金的基体相稳定,未发生明显的结构相变。

烧结后样品的微观组织形貌如图9所示。如图9a所示,1335 °C条件下烧结样品内部残留大量不规则孔洞,

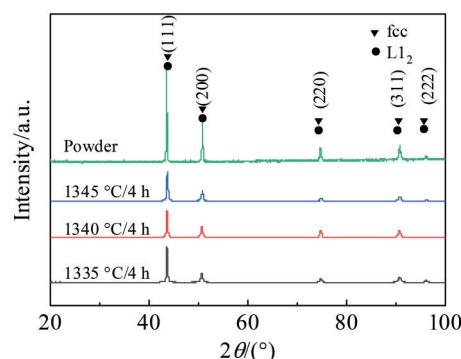


图8 粉末及烧结样品的XRD图谱
Fig.8 XRD patterns of the powder and sintered samples

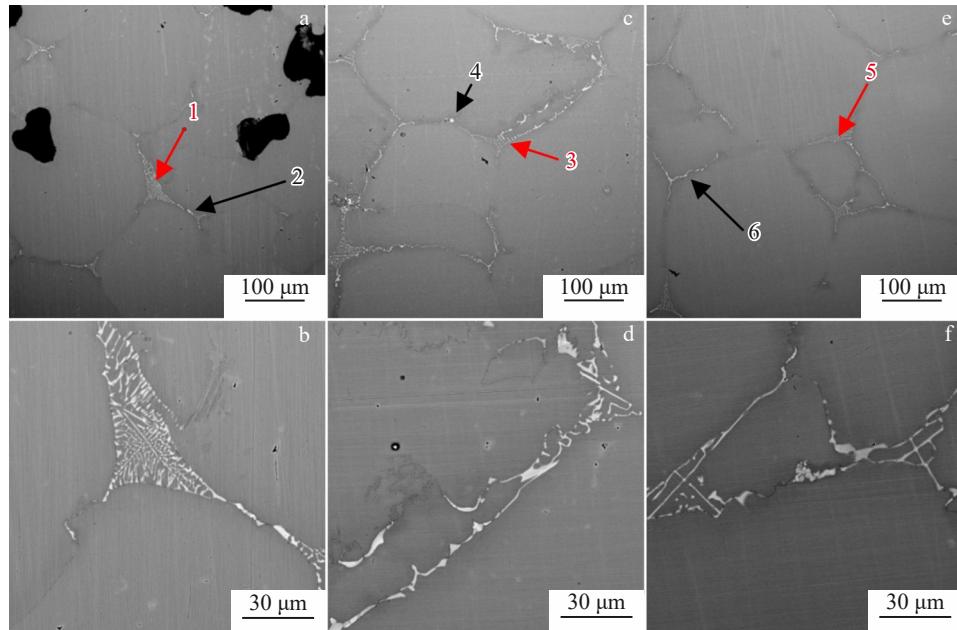


图9 生坯在不同烧结温度下背散射图片

Fig.9 BSE images of the samples sintered at different temperatures: (a, b) 1335 °C, (c, d) 1340 °C, and (e, f) 1345 °C

孔隙结构分布较为明显,表明低温下材料的烧结颈尚未充分生长,致密化程度有限。随着烧结温度升高至1340与1345 °C,样品中孔洞数量显著减少,仅观察到零星分布的小孔隙,且孔洞尺度有所减小,显著提升了材料的致密度。密度测试采用阿基米德排液法进行,所得相对密度分别为90.9%、98.1%和98.4%,与扫描电镜图像中孔隙演变趋势保持一致,表明温度在推动致密过程、抑制气孔闭合方面具有关键作用。除致密度变化外,3个烧结温度下样品中均可观察到沿晶界分布的第二相析出物,其电子衬度存在显著差异。为进一步明确其化学组成,选取代表性析出相区域进行能谱分析(EDS),结果见图9中标注的点1~6。分析显示,衬度较低的灰色相(点1、3、5)以Cr元素富集为主,可能与Cr富化析出相关;而衬度较高的亮色相(点2、4、6)则富集Mo和W元素,推测为Mo、W固溶或金属间化合物形式的富集区。上述析出物

多分布于晶粒边界处,表明在高温烧结过程中,元素迁移与偏析作用显著,形成多元合金体系中的晶界富集结构。随着烧结温度的升高, GH4099 合金生坯的致密化程度显著提升,孔隙有效消除,且元素在晶界的富集促使第二相析出;同时,合金基体仍保持 fcc 结构稳定性。综合孔隙率控制与组织均匀性等因素,1345 °C 为本研究中实现高致密度和组织稳定性的最优烧结温度。

为深入分析GH4099合金烧结组织中第二相的显微结构特征,对1345 °C条件下烧结样品进行了透射电镜(TEM)观察,其结果如图10所示。图10a为暗场像及对应的选区电子衍射(SAED)图谱。暗场像中可清晰观察到大量均匀分布的类方形析出相,呈现明显的亮度差异,尺寸在100~200 nm之间,形貌规整、排列有序,表明该析出相在烧结过程中具有良好的形核与生长一致性。SAED图谱对应于[001]晶带轴方向,晶斑清晰,除主衍射

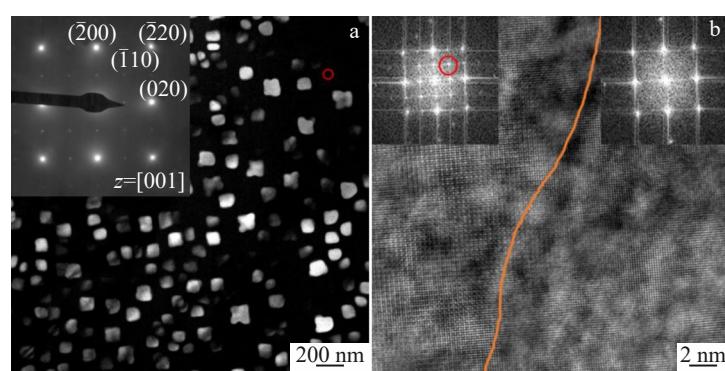


图10 1345 °C/4 h烧结样品的TEM照片

Fig.10 TEM images of the sample sintered at 1345 °C for 4 h: (a) dark field TEM image and SAED pattern, (b) HR-TEM image and the corresponding FFT patterns

斑外,在[001]晶向对应的SAED斑点出现了超晶格斑点,表明存在具有有序结构的第二相。进一步在图10b中对析出相与基体的界面区域进行高分辨成像及快速傅里叶变换(FFT)分析,结果显示析出相晶格与基体保持良好的共格关系,FFT图中的超晶格斑点特征明确,表明该析出相具有典型的L₁₂结构。该结构通常为Ni₃(Al,Ti)型析出相,属于面心立方基体上的有序固溶体。为进一步验证析出相的化学成分,图11展示了该区域的HAADF-STEM图像及对应的能谱元素分布图。从HAADF图中可再次观察到方形析出相清晰可辨,空间分布一致。结合元素面扫描结果可知,Al和Ti元素主要富集于析出相中,而Ni、Cr、Co元素则在基体中分布更为均匀。Fe、Mo、W元素在析出相与基体中分布均匀,未呈现显著偏析行为。通过透射电镜形貌、晶体结构和元素分布分析,在1345℃烧结条件下,GH4099合金中形成了大量弥散分布的Ni₃(Al,Ti)类L₁₂有序析出相^[26]。这些纳米析出物与fcc基体保持共格,有助于在高温环境中有效阻碍位错运动,从而显著提高合金的高温力学性能与组织稳定性。

在透射电镜视场下,1345℃样品中还观察到另一种

尺寸较大,数量较少的相,其形状规则,如图12所示。该类相表现出明显的元素富集特征,主要富含Ti、W、Mo以及C元素。通过对元素分布的分析可知,该相内部Ti元素含量较高,W与Mo亦有显著分布,表明该相为由多种过渡金属元素与碳形成的复合碳化物。结合已有文献报道及碳源可能性分析,可推测该相主要由TiC及(W,Mo,Ti)C固溶体构成^[23,27]。此类相的形成可能与烧结过程中残余粘结剂热解不完全所释放的碳元素在高温条件下与Ti、W、Mo等元素反应所致。通过高频红外碳硫分析仪对样品中的残碳量进行分析测试,测试结果为C含量为0.16wt%,这超出GH4099合金规定值0.08wt%一倍。尽管该类相在材料中分布不广,但其尺寸较大、成分复杂,可能在局部区域引起应力集中,对材料的力学性能产生一定影响。

3.3 力学性能

为评估烧结温度对GH4099合金力学性能的影响,对不同温度下烧结4 h后的样品进行室温拉伸试验。应力-应变曲线如图13所示,主要力学性能指标列于表7。结果表明,随着烧结温度的升高,材料的力学性能逐步改

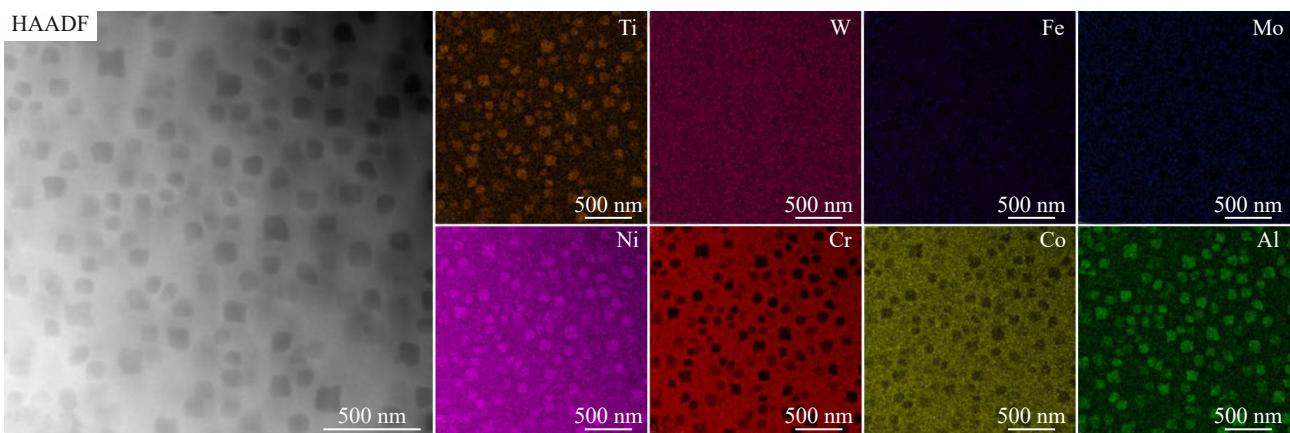


图11 1345 °C/4 h烧结样品的HAADF-STEM照片和EDS元素面分布

Fig.11 HAADF-STEM image and EDS element mapping of the sample sintered at 1345 °C for 4 h

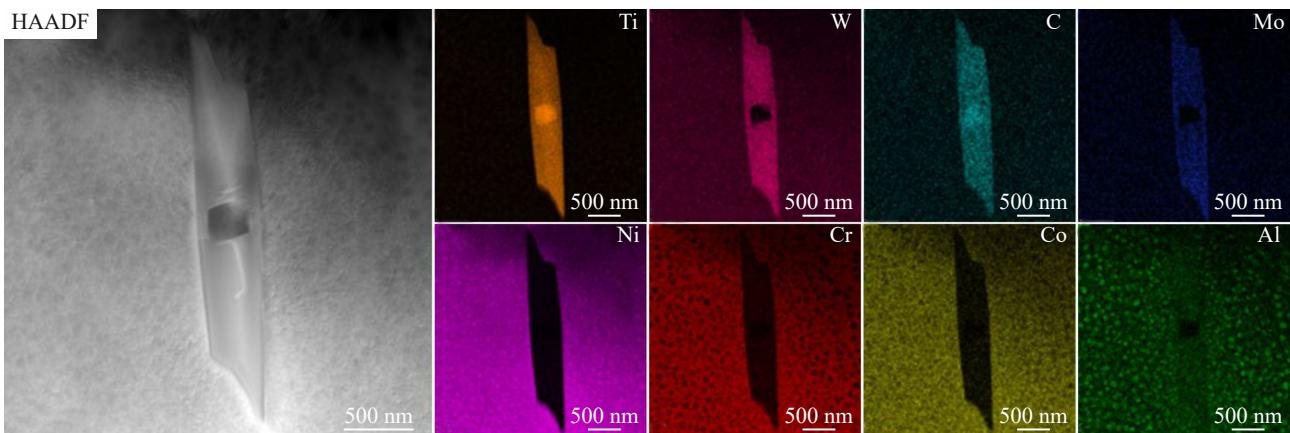


图12 1345 °C/4 h烧结样品中第二相HAADF-STEM照片和EDS元素面分布

Fig.12 HAADF-STEM image and EDS element mapping of second phase of the sample sintered at 1345 °C for 4 h

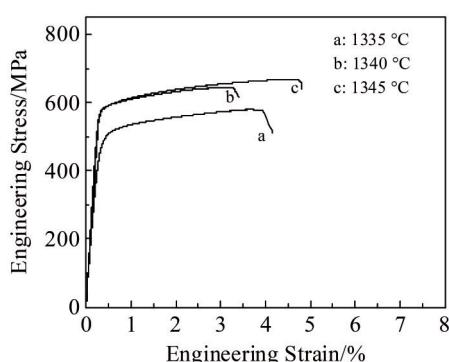


图13 不同温度下烧结样品的工程应力-工程应变曲线

Fig.13 Engineering stress-engineering strain curves of the BJ3DP samples sintered at different temperatures for 4 h

表7 不同温度烧结GH4099样品力学性能

Table 7 Mechanical properties of GH4099 samples sintered at different temperatures

Temperatures/°C	Ultimate tensile strength/MPa	Yield strength/MPa	Elongation/%
1335	599	510	3.7
1340	644	589	3.2
1345	669	590	4.2

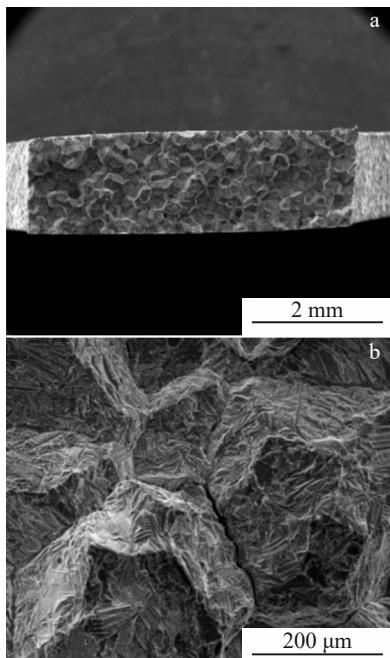


图14 1345 °C/4 h样品拉伸断口形貌

Fig.14 Tensile fracture morphologies of the sample sintered at 1345 °C for 4 h

善。具体而言,1345 °C烧结的样品表现出最佳的综合性能,其抗拉强度为669 MPa,屈服强度为590 MPa,伸长率达4.2%;在1340 °C烧结的样品抗拉强度为644 MPa,屈

服强度为589 MPa,伸长率为3.2%;而1335 °C烧结的样品表现最差,抗拉强度仅为599 MPa,屈服强度为510 MPa,伸长率为3.7%。使用DED方法制备的样品抗拉强度为722 MPa,屈服强度523 MPa,伸长率为26%,对比可知,粘结剂喷射成形样品在强度上与激光定向能量沉积样品接近,但是其伸长率明显下降^[7]。结合图9a中的显微组织分析结果可知,1335 °C烧结样品的孔隙率较高,致密化程度较低,显著削弱了其力学性能。随着温度升高,样品致密度提高,孔隙数量减少,从而提升了强度。如图14所示,1345 °C烧结的样品拉伸断口表面未见明显韧窝特征,整体呈现“冰糖状”形貌,断裂方式主要为沿晶脆性断裂。尽管高温烧结有助于提高致密度与强度,但烧结样品中的残碳量偏高,使得样品在晶界位置有第二相及碳化物的出现,脆性相的出现使得晶界弱化且出现应力集中的情况,从而限制了材料的延展性提升。因此在后续的研究过程会考虑进一步改进粘结剂成分及脱脂烧结过程,减少碳残留改善合金样品的塑性。

4 结论

1)通过四因素三水平正交试验,确定了影响GH4099粉末打印生坯表面质量的关键工艺参数。结果表明,粘结剂饱和度是最显著的影响因素,其次为铺粉速度和干燥时间,层厚对表面粗糙度影响相对较小。最佳打印参数组合为层厚50 μm、粘结剂饱和度70%、铺粉速度2.5 mm/s及干燥时间5 s,该参数下生坯具有较高的质量。

2)烧结温度对GH4099生坯的组织致密化和力学性能影响显著。随着烧结温度升高,样品孔隙率明显降低,致密度提高。烧结后GH4099样品中会形成大量细小且分布均匀的L1₂-Ni₃(Al,Ti)有序析出相,可以有效阻碍位错运动,提高合金力学性能。

3)1345 °C烧结样品表现出最佳力学性能,抗拉强度达669 MPa,屈服强度590 MPa,伸长率4.2%。高温烧结促进了致密化及强化相析出,但伴随碳化物析出导致局部应力集中,引起塑性降低。

参考文献 References

- [1] Li Wenqiang, Hu Shengpeng, Lei Yuzhen et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2020, 30: 2724
- [2] Xu Guangsheng, Wu Chuan, Liu Zhenhua et al. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*[J], 2021, 9(6): 566
- [3] Nie Yunfei, Tang Qian, Li Zhonghua et al. *Additive Manufacturing Frontiers*[J], 2024, 3: 200133
- [4] Han Changjun, Fang Qihong, Shi Yusheng et al. *Advanced Materials*[J], 2020, 32(26): 1903855
- [5] Peng Hanlin, Hu Ling, Li Liejun et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 772: 138803

- [6] Liu Y J, Li S J, Wang H L et al. *Acta Materialia*[J], 2016, 113: 56
- [7] Zhang Xinyu, Wang Shiyu, Liang Yongfeng et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2025, 933: 148283
- [8] Li Senli, Liu Jian, Zhao Han et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2025, 215: 99
- [9] Wang Nan(王楠), Li Jinguo(李金国), Liu Jide(刘纪德) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(1): 257
- [10] Wang Guan(王冠), Song Wei(宋巍), Liang Jingjing(梁静静) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(3): 787
- [11] Chen Shuang, Yang Yanhong, Guo Zhiqiang et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2024, 53(9): 2478
- [12] Lim B, Chen H S, Chen Z B et al. *Additive Manufacturing*[J], 2021, 46: 201121
- [13] Hu Y L, Lin X, Li Y L et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 800: 163
- [14] Zhang Xinyu, Liang Yongfeng, Yi Feng et al. *Journal of Materials Research and Technology*[J], 2023, 26: 6522
- [15] Lores A, Azurmendi N, Agote I et al. *Powder Metallurgy*[J], 2019, 62(5): 267
- [16] Mostafaei A, Elliott A M, Barnes J E et al. *Progress in Materials Science*[J], 2021, 119: 100707
- [17] Ziae M, Crane N B. *Additive Manufacturing*[J], 2019, 28: 781
- [18] Chen Ling, Chen Weiping, Fu Zhiqiang et al. *Advanced Engineering Materials*[J], 2023, 25(5): 2200641
- [19] Mostafaei A, Toman J, Stevens E L et al. *Acta Materialia*[J], 2017, 124: 280
- [20] Nandwana P, Elliott A M, Siddel D et al. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*[J], 2017, 21(4): 207
- [21] Kazi M R, Amanda W, Hadi M et al. *Additive Manufacturing*[J], 2023, 62: 103377
- [22] Wheat E, Vlasea M, Hinebaugh J et al. *Materials & Design*[J], 2018, 156: 167
- [23] Zheng C Y, Mostafaei A, Pierangeli R V et al. *Additive Manufacturing*[J], 2021, 47: 102276
- [24] Miyanaji H, Rahman K M, Da M et al. *Additive Manufacturing*[J], 2020, 36: 101587
- [25] Fischmann P, Schrauth F, Zanger F. *CIRP Annals*[J], 2023, 72(1): 145
- [26] Yang T, Zhao Y L, Fan L et al. *Acta Materialia*[J], 2020, 189: 47
- [27] Liu Kaiyue, Li Jinshan, Shen Jianghua et al. *Materials Characterization*[J], 2025, 225: 115212

Process Optimization, Microstructure and Properties of the GH4099 Fabricated by Binder Jetting 3D Printing

Cheng Taoqian¹, Chen Ling², Su Zhaojiang¹, Li Baoyong³, Chen Weiping¹, Fu Zhiqiang¹

(1. Guangdong Key Laboratory for Advanced Metallic Materials Processing, South China University of Technology, Guangzhou 510641, China)

(2. China Rare Earth Group Research Institute, Shenzhen 518000, China)

(3. Beijing Hangxing Machinery Manufacturing Co., Ltd, Beijing 100013, China)

Abstract: This work investigated the forming process optimization, microstructure and properties of the GH4099 alloy fabricated by binder jetting 3D printing (BJ3DP) to meet the needs of forming accuracy and service performance of complex components. The effects of layer thickness, binder saturation, roller traverse speed and drying time on the surface quality of green samples were analyzed through orthogonal experiments. The results reveal that binder saturation is the main control factor. The optimized parameters significantly improve the forming uniformity and dimensional stability. In addition, the influence of sintering temperature on microstructure and properties was also investigated. It is found that when the sintering temperature is 1345 °C, the relative density of the sample reaches 98.4%, and a large amount of coherent $L_{1_2}-Ni_3(Al,Ti)$ phase are precipitated in this sample. Under this condition, the optimum mechanical properties are obtained, i.e., tensile strength of 669 MPa and yield strength of 590 MPa. The work establishes the mechanism of the synergistic regulation of GH4099 microstructure-property by printing and sintering parameters of BJ3DP, providing new ideas and theoretical support for achieving high-performance complex components of nickel-based alloys.

Key words: binder jetting 3D printing; GH4099; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Fu Zhiqiang, Ph. D., Professor, Guangdong Key Laboratory for Advanced Metallic Materials Processing, South China University of Technology, Guangzhou 510641, P. R. China, E-mail: zhiqiangfu2019@scut.edu.cn