DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.07.007

选区激光熔化成型 18Ni300 钢显微组织与性能研究

陈　帅,陶凤和,贾长治
(陆军工程大学 石家庄校区,河北 石家庄 050003)

摘　要:采用选区激光熔化技术制备了 18Ni300 钢试样,分析了激光线能量密度对相对致密度和显微硬度的影响规律,研究了显微组织与性能的内在联系。结果表明,试样熔池中心区域为均匀的胞状组织,过渡区为细小的胞状组织,热影响区为粗大的胞状或扁状组织。同一激光线能量密度下,过渡区显微硬度高于熔池中心区域显微硬度。随激光线能量密度的降低,试样孔隙缺陷增加、显微组织不均匀,导致其相对致密度和显微硬度降低;当激光线能量密度过大时,显微组织粗大,其相对致密度和显微硬度降低;当 η=543 J·m^{-1} 时,显微组织均匀,相对致密度最高,达到 99.76%,显微硬度值最高,熔池中心区域和过渡区分别为 351 HV 和 355 HV。

关键词:选区激光熔化;18Ni300 钢;显微组织;性能

中图分类号:TG113　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2019)07-0657-05

Study on Microstructure and Properties of 18Ni300 Steel Fabricated by Selective Laser Melting

CHEN Shuai, TAO Fenghe, JIA Changzhi
(Shijiazhuang Branch, Army Engineering University, Shijiazhuang 050003, China)

Abstract: The 18Ni300 steel samples were fabricated by selective laser melting (SLM) technique. The influence of laser energy density on relative density and microhardness was analyzed, and the internal relationship between microstructure and properties was investigated. The results show that the central area of molten pool is a uniform cell structure, the transition zone is a small cell structure, and the heat affected zone is a coarse cell structure or a flat structure. The microhardness of the transition zone is higher than that of the central zone under the same laser energy density. With the decrease of the laser line energy density, the pore defects of the sample increase and the microstructure is not uniform, resulting in the decrease of its relative density and microhardness. When the laser line energy density is too large, the microstructure is too coarse, and the relative density and microhardness will decrease. When the laser line energy density η is 543 J·m^{-1}, the microstructure is uniform and the relative density is the highest, reaching 99.76%, and the microhardness is the highest. The central area and transition area of the molten pool are 351 HV and 355 HV, respectively.

Key words: selective laser melting; 18Ni300 steel; microstructure; property

18Ni300 是一种低碳马氏体时效钢,其强度、韧性和耐磨性优于常规钢种,广泛应用于汽车、医疗和机械工业中的零部件[1]。由于上述领域的零部件尺寸较小,且形状复杂,采用传统加工方式生产该类零件存在制造周期长、生产成本高等问题。而金属增材制造技术可有效弥补传统加工方式时的不足,尤其适用于单个或小批量零部件的快速制造。选区激光熔化(selective laser melting, SLM)技术是金属增材制造技术中最具发展潜力的技术之一,该技术采用离散/堆积的原理,利用高能激光束实现金属零部件的快速成型[2]。SLM 技术工艺参数较多,而不合理工艺参数下的成型件显微组织不均匀,且成型件中易出现孔隙、裂纹和球化等缺陷,严重降低了成型件的使用寿命。目前,程博[3]等研究了 SLM 工艺参数中激光功率和扫描速度对 18Ni300 钢成型件表面质量、相对致密度和硬度的影响规律。张鹏林[4]等分析了 SLM 制备角度对 18Ni300 钢成型件尺寸、粗糙度和致密度的影响,研究了时效强化对成型质量的影响。Kempen K[5]等研究了 SLM 成型过程中扫描速率和扫描间距对 18Ni300 钢成型件质量的影响。由于 SLM 成型包含复杂的热传递和热积累过程,已凝固区域在后续热循环过程中会发生组织的转变,从而导致成型件各区域显微组织和性能的差

收稿日期:2019-03-05
作者简介:陈　帅(1991-),河北石家庄人,博士生.研究方向:金属零件快速成型.电话:18631199366,
E-mail:chenshuai680707@163.com

异。而目前有关 SLM 成型 18Ni300 钢的显微组织特征及其对性能的影响还有待深入研究。本文采用 SLM 技术成型 18Ni300 钢试样，分析工艺参数对成型件性能的影响规律，研究显微组织形成机制及后续热循环作用下显微组织的演变机理。从而为优化 SLM 成型 18Ni300 钢成型工艺，提高成型件使用寿命提供依据。

1 试验材料、设备和方法

试验采用气雾化生产的 18Ni300 马氏体时效钢粉末，图 1 为该粉末的微观形貌。18Ni300 钢粉末松装密度为 4.69 g/cm^3，粉末流动性为 13.5 s/50 g，粒径分布范围为 30~45 μm，其化学成分列于表 1。

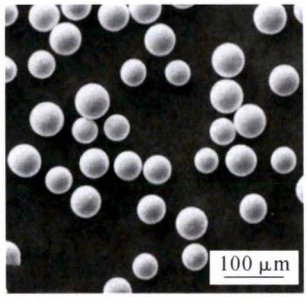


图 1 18Ni300 钢粉末微观形貌
Fig.1 Micromorphology of 18Ni300 steel powder

表 1 18Ni300 钢粉末的化学成分 w(%)
Tab.1 Chemical composition of 18Ni300 steel powder

Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Mn	Si	Cr	Cu	Fe
18.54	9.15	4.96	0.68	0.10	0.02	0.08	0.06	0.23	0.40	余量

试验采用 Dimetal-50 SLM 成型设备，该成型设备由光路系统、机械系统、软件系统等组成。设备内置 200 W SPI 光纤激光器，激光器波长为 1 070 nm。成型室可成型的最大尺寸为 50 mm×50 mm×50 mm，成型过程中向成型室内充入高纯 Ar 气进行保护，成型室内氧含量低于 0.1%。

采用 45 钢基板，试验前利用无水乙醇清洁基板表面。试验选择 S 型正交扫描方式，铺粉层厚为 25 μm，扫描间距为 70 μm，激光功率 P=190 W，扫描速度分别为 300、350、400 和 450 mm/s，成型 4 个 10 mm×10 mm×5 mm 块状试样，如图 2 所示。定义激光线能量密度为 η，相应的 η 分别为 633、543、475 和 422 J·m^{-1}。采用线切割方法将试样切割下来，再利用丙酮溶液进行超声清洗。然后对试样进行打磨、抛光，最后采用体积分数为 4%的硝酸酒精进行腐蚀。

根据阿基米德原理，采用排水法测量试样的相对致密度。再采用场发射扫描电镜观察试样腐蚀后的显微组织。然后采用显微硬度计测量试样的显微硬度，试验加载载荷为 200 g，加载时间为 15 s。最后利用 Image-Pro Plus 图像软件计算扫描电镜下试样的晶粒尺寸大小。

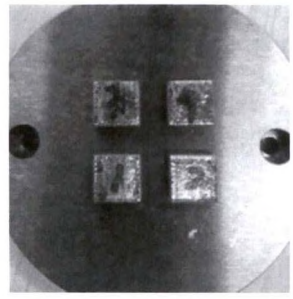


图 2 SLM 成型块状试样
Fig.2 Block samples by SLM

2 试验结果与讨论

2.1 相对致密度

SLM 成型工艺参数不合理、金属粉末粒径不均匀、设备成型室氧含量高等因素容易导致成型件内部孔隙、球化、裂纹等缺陷的形成，从而降低成型件的致密度。成型件的相对致密度可反映出其内部缺陷的数量，缺陷数量较多将大大降低成型件的疲劳强度、抗拉强度等力学性能，从而降低成型件的使用寿命。本文采用阿基米德原理测量 SLM 成型件的相对致密度，相对致密度 R 为：

$$R=\frac{\rho_m}{\rho}\times100\%=\frac{A\rho_0}{(B-C)\rho}\times100\% \quad (1)$$

式中，ρ_m 为 SLM 成型 18Ni300 钢试样的实测密度，ρ 为 18Ni300 钢的密度 (8.02 g/cm^3)，A 为试样在空气中的质量，B 为试样封蜡后在空气中的质量，C 为试样封蜡后在水中的质量，ρ_0 为蒸馏水密度 (0.998 g/cm^3)。

对 SLM 成型试样的相对致密度进行 5 次测量后计算平均值，结果如图 3 所示。可以看出，相对致密度随激光线能量密度 η 的增加呈先增加后降低的趋势。当 η=543 J·m^{-1} 时，相对致密度 R 最高为 99.76%；当 η=422 J·m^{-1} 时，相对致密度 R 最低为

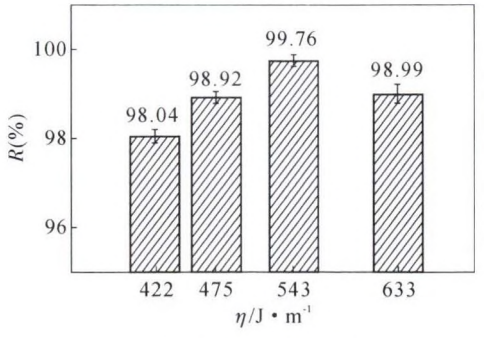


图 3 相对致密度结果
Fig.3 Results of relative density

98.04%。

SLM 成型过程中形成液相量的多少对试样致密度产生很大影响。液相动力粘度 μ 与液相温度 T 的关系可表示为[6]：

$$\mu=\frac{16\gamma}{15}\sqrt{\frac{m}{k_B T}} \tag{2}$$

式中，μ 为液相的动力粘度值，m 为原子的质量，γ 为液相的表面张力值，k_B 为玻尔兹曼常数，T 为液相的温度值。

当激光线能量密度较低时，金属粉末吸收的能量不足导致液相量相对较少，且液相温度较低。较低的液相温度增加了液相的动力粘度，降低了熔体的润湿性和流动性，导致成型试样相对致密度较低。随着激光线能量密度的升高，液相量增加，液相温度升高，动力粘度降低，熔体的流动性、铺展能力和稳定性达到最佳状态，此时形成熔道的连续性、一致性和搭接质量较好，成型试样的相对致密度较高。但当激光线能量密度过高时，液相易发生气化，从而产生圆形气孔、变形和开裂等问题，降低成型试样的相对致密度。

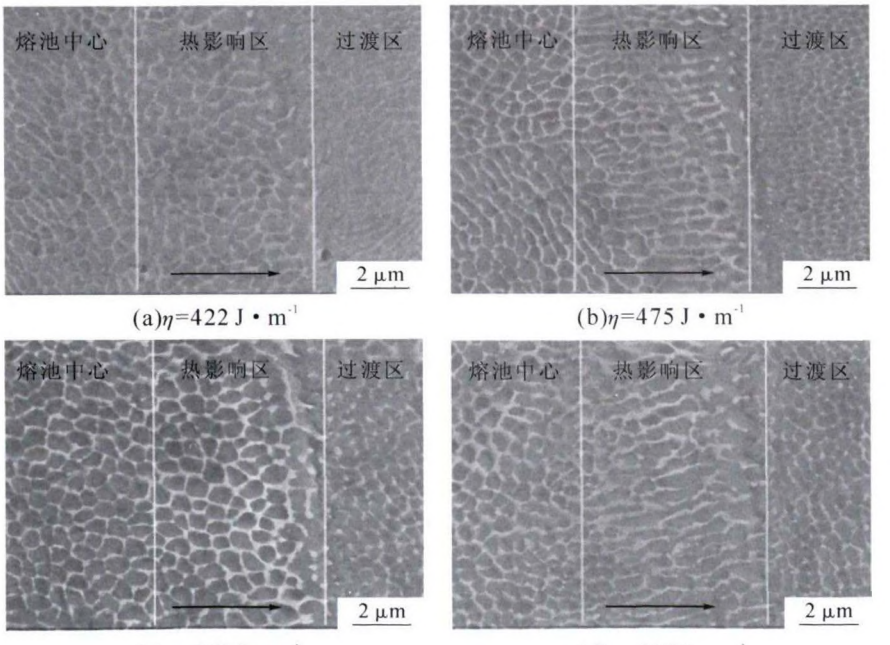
2.2　显微组织

SLM 是一个快速熔化 / 凝固的冶金过程，极高的冷却速度使 SLM 成型件的微观组织与传统加工制造件的微观组织存在显著差异。SLM 成型试样的显微组织如图 4 所示，图中箭头方向为成型方向。由图 4 可知，熔池中心与边界区域的显微组织存在差异，熔池中心区域为相对均匀的胞状组织。而熔池边界处存在不同的区域，包括热影响区和过渡区，其中热影响区为不规则的胞状或扁状组织，且晶粒尺寸较大；过渡区为胞状组织，且晶粒尺寸较小。

液态熔池凝固过程中，熔池边界处的热量主要通过已凝固金属进行传导。由于晶粒的生长方向与热流的方向相反，且沿垂直于熔池边界的方向具有最大的温度梯度，故晶粒倾向于沿垂直于熔池边界的方向生长。同时，已凝固的金属为后续熔池提供了异质形核的基底，增大了熔池边界处过渡区的形核率[7]。因此，过渡区为胞状组织，且晶粒尺寸细小。

激光束在逐道、逐层熔化金属粉末的过程中，已凝固金属会受到持续作用和周期性变化的复杂热作用。在激光束熔化当前材料时，材料吸收的部分热量将迅速传递到已凝固熔道及下层金属中，从而改变已凝固金属的温度分布，这个过程称为后续热循环[8]。后续热循环对已凝固的熔道起到了回火的作用，因此热影响区的晶粒尺寸变大。

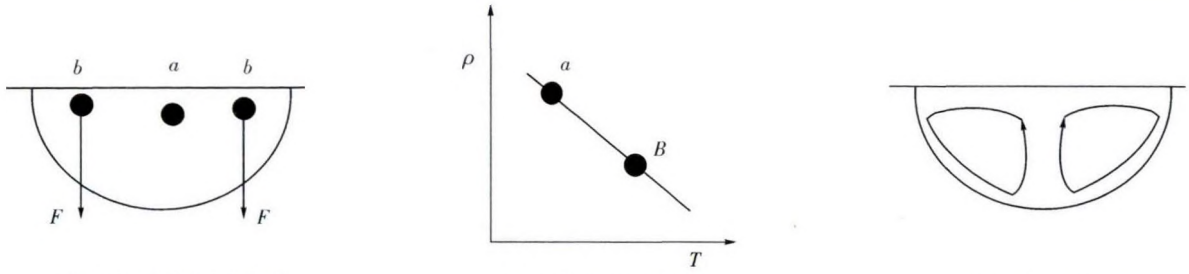
能量呈高斯分布的激光束导致熔池中产生流体流动的驱动力，主要包括浮力和表面张力梯度引起的剪切应力[9]。浮力的产生如图 5 所示，液态金属的密度 ρ 随着温度 T 的增加而减小，所以液态金属沿熔池边界下降、沿熔池轴线上升。表面张力梯度引起的剪切应力如图 6 所示，SLM 过程熔池表面产生温度梯度，液态金属的表面张力 γ 随着温度 T 的增加而降低，这导致液态金属从熔池表面中心流向熔池边界、在熔池表面下方返回。由于流体流动的驱动力可造成定向生长晶粒的破碎，形成新晶粒形成所需的晶核，因此熔池中心区域形成了均匀的胞状组织[10]。



(a)η=422 J·m^{-1}　(b)η=475 J·m^{-1}　(c)η=543 J·m^{-1}　(d)η=633 J·m^{-1}

图 4　扫描电镜下试样显微组织

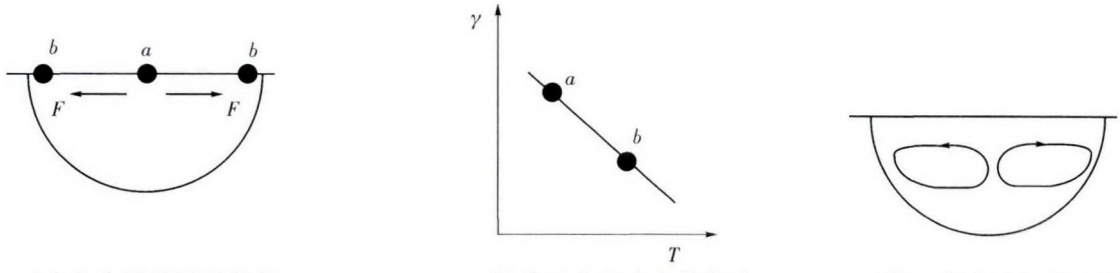
Fig.4　SEM images of samples



(a)液态金属的运动趋势　(b)温度对密度的影响　(c)浮力引起的对流

图 5 浮力产生示意图

Fig.5 Diagram of buoyancy generation



(a)液态金属的运动趋势　(b)温度对表面张力的影响　(c)剪切应力引起的对流

图 6 剪切应力产生示意图

Fig.6 Schematic diagram of shear stress generation

由图 4 可知，当 η=422 J·m^{-1} 时，试样孔隙数量较多，晶粒尺寸和分布不均匀；当 η=475 J·m^{-1} 时，试样孔隙数量明显减少，但晶粒尺寸和分布不均匀；当 η=543 J·m^{-1} 时，试样不存在缺陷，各区域晶粒尺寸均匀、形状规则；当 η=633 J·m^{-1} 时，试样不存在缺陷，但热影响区晶粒尺寸较大、形状不规则，且热影响区较宽。

试样孔隙缺陷的微观形貌如图 7 所示。由于粉床为多孔结构，内部必然存在惰性气体。在 SLM 成型过程中，部分未及时逸出的气体凝固于试样中将形成孔隙[11]。如图 7(a)所示，该孔隙尺寸较小，形状近似球形。当液态金属粘度较高、润湿性较差或强流体对量使气体团聚时将形成较大的孔隙，如图 7(b)所示。

Baroody E M 等人研究了气泡的形成机制，给出了气泡合并后单位体积内气泡数量的表达式[12]：

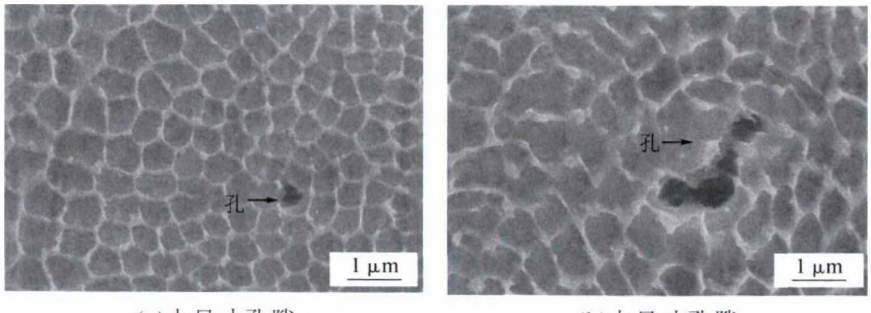
$$\frac{N}{N_0}=\left[0.87\left(\frac{N_0mkT}{\sigma}\right)^{1/2}Ct+1\right]^{-2} \tag{3}$$

式中，N 为合并后单位体积内气泡的数量，N_0 为初始单位体积内气泡的数量，m 为单位体积内气体原子数，k 为基体的导热系数，T 为温度，σ 为表面张力，C 为恒压下的比热，t 为熔化时间。因此，随扫描速度的降低，熔化时间 t 增加，熔化温度 T 升高，表面张力 σ 降低，孔隙数量 N 降低。

2.3 显微硬度

不同激光线能量密度 η 下熔池中心区域和过渡区的显微硬度平均值如图 8 所示。由图 8 可知，随着 η 的增加，试样的显微硬度表现为先增加后降低的趋势。当 η=543 J·m^{-1} 时，试样熔池中心区域显微硬度值最高为 351 HV，过渡区显微硬度值最高为 355 HV。

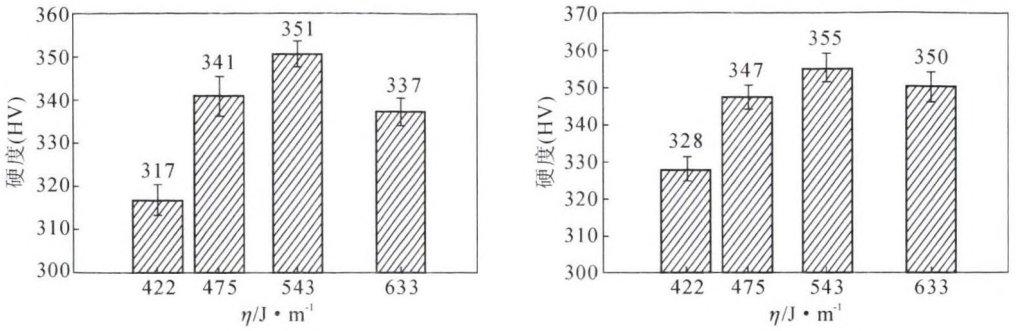
当 η 较低时，试样孔隙缺陷较多，且晶粒尺寸不



(a)小尺寸孔隙　(b)大尺寸孔隙

图 7 扫描电镜下试样孔隙缺陷

Fig.7 SEM images of pore defects of samples



(a)中心区　　(b)过渡区

图 8 试样的平均显微硬度

Fig.8 Average microhardness of samples

均匀，故显微硬度值较低；当 η=543 J·m^{-1} 时，试样不存在缺陷，且晶粒形状规则、尺寸均匀，故显微硬度值最高；当 η 过高时，试样晶粒尺寸明显增大、形状不规则，故显微硬度值降低。

同时，由图 8(a)和 8(b)可知，熔池过渡区的显微硬度高于熔池中心区域的显微硬度。根据 Hall-Patch 公式，材料力学性能和晶粒尺寸的关系可表示为[13]：

$$H=H_0+Kd^{-1/2} \tag{4}$$

式中，H_0 为晶内对变形的阻力，K 为与晶体结构类型相关的常数，d 为晶粒平均直径。由式(4)可知，晶粒尺寸越小则材料的力学性能越好。因此，在同一 η 下，试样熔池过渡区的显微硬度较高。

3　结论

(1)SLM 成型试样的熔池中心为胞状组织，晶粒尺寸均匀；过渡区为胞状组织，晶粒尺寸细小；热影响区晶粒粗大，呈不规则胞状或扁状组织。

(2)随激光线能量密度 η 的增加，试样相对致密度和显微硬度表现为先升高后降低的趋势。同一 η 下，过渡区的显微硬度高于熔池中心区域的显微硬度。

(3)SLM 成型试样孔隙数量增加、显微组织不均匀使得其相对致密度和显微硬度降低。当 η=543 J·m^{-1} 时，试样显微组织均匀，相对致密度最高为 99.76%，熔池中心区域显微硬度值最高为 351 HV，熔池过渡区显微硬度值最高为 355 HV。

参考文献：

[1] 黄玉山，谭超林，马文有，等. 热处理对选区激光熔化马氏体时效钢组织和性能的影响 [J]. 材料热处理学报，2017，38(11): 59-64.

[2] 周隐玉，王飞，薛春，等. 3D 打印 18Ni300 模具钢的显微组织及力学性能[J]. 理化检验(物理分册)，2016，52(4): 243-246.

[3] 程博，张璧，白倩，等. 选区激光熔化马氏体时效钢(18Ni300)工艺参数研究[J]. 大连理工大学学报，2018，58(5): 471-478.

[4] 张鹏林，杨天雨，尹燕，等. 制备角度和时效处理对激光选区熔化 18Ni300 成型质量影响[J]. 焊接，2018(9): 31-36.

[5] Kempena K, Yasaa E, Thijsb L, et al. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel[J]. Physics Procedia, 2011(12): 255-263.

[6] Gu D D, Shen Y F. Effects of processing parameters on consolidation and microstructure of W-Cu components by DMLS[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 473(1-2): 107-115.

[7] 周尧和，胡壮麒，介万奇. 凝固技术[M]. 北京：机械工业出版社，1998.

[8] 李俊峰，魏正英，卢秉恒. 钛及钛合金激光选区熔化技术的研究进展[J]. 激光与光电子学进展，2018，55(1): 29-46.

[9] Simchi A, Pohl H. Effects of laser sintering processing parameters on the microstructure and densification of iron powder [J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 359(1-2): 119-128.

[10] 辛柯·多著. 闫久春，杨建国，张广军，译. 焊接冶金学[M].北京：高等教育出版社，2012.

[11] 彭谦，董世运，闫世兴，等. 激光熔化沉积成形缺陷及其控制方法综述[J]. 材料导报，2018，32(8): 2666-2671.

[12] 张丹青. 钨及钨合金的选择性激光熔化过程中微观组织演化研究[D]. 武汉：华中科技大学，2011.

[13] Kashyap B P, Tangri K. On the Hall-Petch relationship and substructural evolution in type 316L stainless steel [J]. Acta Metallurgica et Materialia, 1995, 43(11): 3971-3981.

精铸用

石英砂、石英粉、铝矾土、高铝砂

灵寿县德泰矿产品有限公司是一家专业从事非金属矿物的生产厂家，设备先进，技术力量雄厚。

让客户满意是我们的宗旨

化学成分

石英砂	石英粉	铝矾土	高铝砂
SiO_2≥98.7%	SiO_2≥98.7%	Al_2O_3≥55%	Al_2O_3≥52%

地　址：河北省灵寿县洞里工业区

电　话：0311-82617801(传真)，15175156717

联系人：刘喜亮