

热处理对激光选区熔化成形316不锈钢组织与拉伸性能的影响

丁 利 李怀学 王玉岱 黄志涛

中航工业北京航空制造工程研究所高能束流加工技术重点实验室, 北京 100024

摘要 研究了激光选区熔化成形316不锈钢沉积态、400 ℃/3 h退火态、900 ℃/3 h退火态以及热等静压态(HIP)的组织与拉伸性能。结果表明,沉积态组织主要由呈外延生长的柱状晶组成。沉积态试样经400 ℃/3 h退火后,组织变化不明显,横向和纵向的强度略有提高,纵向延伸率明显提高,横向延伸率有所降低;经900 ℃/3 h退火后,粗大柱状晶分裂为较为细长的柱状晶,横向和纵向延伸率在强度有所降低的情况下得到了明显提高,拉伸强度与延伸率达到锻件水平;经热等静压后,粗大柱状晶分裂为细小的柱状晶,有等轴化的趋势,横向和纵向的强度有明显的降低,横向延伸率略有升高,纵向延伸率显著提高,拉伸强度与延伸率达到锻件水平;4种状态相比较,900 ℃/3 h退火态的拉伸强度和延伸率匹配度最佳。

关键词 激光光学; 激光选区熔化; 316不锈钢; 热处理; 组织; 拉伸性能

中图分类号 TG456.7

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201542.0406003

Heat Treatment on Microstructure and Tensile Strength of 316 Stainless Steel by Selective Laser Melting

Ding Li Li Huaixue Wang Yudai Huang Zhitao

Science and Technology on Power Beam Processes Laboratory, AVIC Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024, China

Abstract The organization and tensile properties of as-deposited, 400 ℃/3 h annealing, 900 ℃/3 h annealing state and hot isostatic pressing (HIP) of 316 stainless steel by selective laser melting are studied. The results show that the deposited organization is mainly composed of columnar crystals grown epitaxially. The organization of the as-deposited sample after 400 ℃/3 h annealing doesn't change significantly, the transverse and longitudinal strength increase slightly and the longitudinal elongation improves significantly; the coarse columnar crystals after 900 ℃/3 h annealing split into more slender columnar crystals. In the case of strength reducing, the transverse and longitudinal elongation improve significantly and the tensile strength and elongation attain the forging level; after HIP, the coarse columnar crystals split into small columnar crystals and tend to equiaxial. The lateral and longitudinal strength decrease significantly, while the lateral and longitudinal elongation increase, the tensile strength and elongation attain the forging level. By comparing of the four states, the tensile strength and elongation after 900 ℃/3 h anneal match the best.

Key words laser optics; selective laser melting; 316 stainless steel; heat treatment; organization; tensile strength

OCIS codes 140.3390; 140.3580; 160.3900

1 引言

316不锈钢是一种成形性好、制备简单、来源广泛、成本低廉的奥氏体不锈钢,其特点是力学性能好,结构强度高,有良好的耐蚀性和耐大气腐蚀性,在医疗领域和工业领域有广泛应用。316不锈钢适用于制造复杂结构的零件,例如牙冠、牙桥以及手术手板等复杂结构的零件。

收稿日期: 2014-11-25; 收到修改稿日期: 2014-12-14

基金项目: 北京市科技专项工作基金(Z131104002813103)

作者简介: 丁 利(1985—),男,硕士,工程师,主要从事激光选区熔化成型技术以及激光快速成型设备光路系统集成比等方面的研究。E-mail: wsshtddl@126.com

采用传统技术制造 316 不锈钢复杂结构的零件需要开模,影响了产品的研发周期,增加了研发成本;而相对于传统加工技术,激光选区熔化(SLM)成形技术作为一种新型增材制造技术,无需模具便可成形出净尺寸复杂结构件,致密度接近 100%,力学性能达到锻件标准,具有反应快速、成形时间短及材料利用率高等优点^[1-4]。因此,该项技术为 316 不锈钢复杂结构零件的快速制造提供了一种新的技术途径。

但是由于激光选区熔化成形技术涉及复杂的冶金过程,金属粉末在高速移动的激光束扫描下,瞬间熔化、凝固、冷却,成形件内部不可避免产生较大的残余应力,而且容易产生气孔和熔合不良等缺陷,从而影响样件的组织形貌和力学性能,而热处理是调控激光选区熔化成形件的组织形貌和力学性能的重要手段^[5-7]。目前,已经有很多学者对激光选区熔化成形 316 不锈钢展开了研究:潘琰峰等^[8]分析了激光选区熔化成形 316 不锈钢粉末球化效应产生的原因,讨论了工艺参数对激光选区熔化成形 316 不锈钢的影响;李鹏等^[9]制备出 316 不锈钢空间网格状多孔结构,并研究了激光选区熔化成形 316 不锈钢的成形机制及工艺参数对多孔结构特征的影响规律;Tolosa 等^[10]研究了不同扫描策略下激光选区熔化成形 316 不锈钢的力学性能。但是对于激光选区熔化成形 316 不锈钢的热处理研究还未见报道。

基于以上认识,本文针对 316 不锈钢,研究不同热处理制度对组织和室温拉伸性能的影响规律,为 316 激光熔化成形件组织控制和力学性能优化奠定基础。

2 实 验

2.1 实验条件

本实验采用中航工业制造所自行研制的 LSF-M360 激光快速成形设备。该设备采用英国 IPG 公司制造的 200 W 光纤激光器,波长为 1064 nm,成形舱室的最大成形尺寸为 350 mm×350 mm×450 mm。采用振镜式扫描方式,最大扫描速度达 7000 mm/s,单层铺粉厚度为 20~100 μm。为防止成形件在成形过程中发生氧化,在实验过程中充入氮气作为惰性保护气体。

实验所采用基板的材质为不锈钢,在使用前先用细砂纸打磨基板表面,再用工业乙醇进行清洗,使基板表面平整无油污,从而保证激光快速成形过程不受基板的表面情况影响。实验使用的 316 不锈钢粉末是气雾化方法制备的,如图 1 所示,粒度在 300~600 目(对应粒径 23~48 μm),其化学成分如表 1 所示。实验前在真空干燥箱烘干 12 h,以消除粉末吸潮对成形质量可能带来的影响。

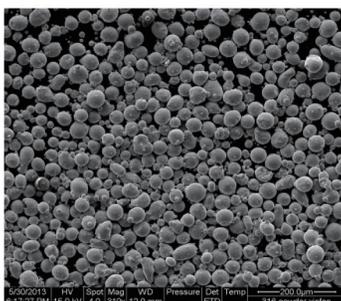


图 1 316 不锈钢粉末的微观形貌

Fig.1 Microstructure of 316 stainless steel powder

表 1 316 不锈钢粉末化学成分

Table 1 Chemical components of 316 stainless steel powder

Element	Si	Cr	Ni	Mn	Mo	C	O	Fe
Mass fraction /%	0.74	17.2	12.54	1.47	2.51	0.052	0.059	Bal.

2.2 实验方法

表 2 为 316 不锈钢激光快速成形过程所使用的工艺参数。

本实验成形板状试样,其规格为 3 mm×80 mm×80 mm,成形后对其表面进行打磨露出金属光泽。试样分为 4 组,分别为激光快速成形原始沉积态、去应力退火态、高温退火态和热等静压(HIP)态。热处理制度如表 3 所示。

表 2 316 不锈钢激光快速成形工艺参数

Table 2 Technological parameters of 316 stainless steel by SLM processing

Laser power /W	Scanning speed /(mm·s ⁻¹)	Overlap rate	Layer thickness /μm
160~190	300~600	35%	20~50

表 3 激光快速成形 316 不锈钢试样热处理过程

Table 3 Heat treatment of 316 stainless steel specimen by SLM processing

Number	Heat treatment process	Cooling way
1	400 °C/3 h	Furnace cooling
2	900 °C/3 h	Furnace cooling
3	920 °C/3 h	HIP (140 MPa)

采用体积比配比为 3:1 的硫酸铜+王水腐蚀剂进行金相腐蚀,利用 OLYMPUS BX41M 光学金相显微镜(OM)对沉积态和热处理后的试样进行显微组织分析,利用 HITACHI S570 扫描电镜(SEM)进行断口观察。所有拉伸性能测试采用 ZWICK 电子万能实验机进行。

3 结果与讨论

3.1 激光选区熔化 316 不锈钢沉积态显微组织和缺陷特征

3.1.1 沉积态组织特征

图 2 为激光选区熔化成形 316 不锈钢沉积态的显微组织。由图 2(a)可见,其组织主要由呈外延生长的粗大柱状晶组成,单个柱状晶贯穿几层甚至几十层不等。激光选区熔化成形是一个快速凝固的过程,熔池的凝固是从固相基底开始向液相熔池进行,前一层凝固层成为下一层的固相基底,越靠近成形底部的位置,温度梯度越大,热量将沿朝凝固基体方向散失,从而使激光选区熔化成形的柱状晶呈现典型的外延生长特点。激光选区熔化成形所具有的这种外延生长特性,也使得成形件的微观组织在很大程度上被基材的晶体取向所影响。随着激光束的推移,金属熔液的热传导方向垂直于凝固前缘,也垂直于周围已凝固层^[11-15]。宏观组织呈现黑白交替生长的现象是由于组织内的结晶取向不同所致。

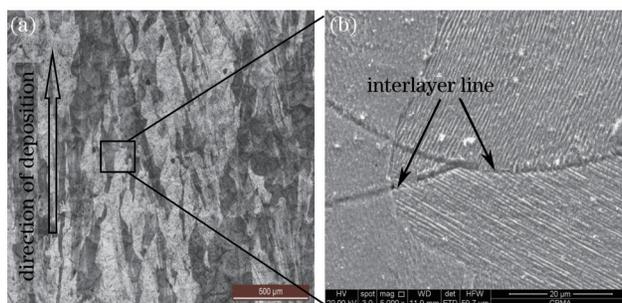


图 2 激光选区熔化成形 316 不锈钢沉积态金相组织。(a) 外延柱状晶生长(OM); (b) 熔合线(SEM)

Fig.2 As-deposited microstructure of 316 stainless steel by SLM processing. (a) Epitaxial columnar cellular growth (OM); (b) interlayer line (SEM)

由图 2(b),还可以看出单道熔合线的剖面呈弧形^[16],从整体上看熔合线如鱼鳞状,熔池叠加特征非常明显。其形成原因与激光的高斯模式有关系。光斑中心激光强度最高、熔化较深,而两侧能量较弱、熔化较浅,使得熔合线呈现弧状。层与层间结合具有明显的冶金结合特性,说明各层组织之间是以冶金结合的方式结合在一起的,这不仅保证了各层之间的结合强度,还保证了外延组织在生长方向上的连续性^[11]。

3.1.2 沉积态缺陷特征

图 3 为 316 不锈钢激光选区熔化成形后沉积态缺陷特征图。由图可见,激光选区熔化 316 不锈钢沉积层的典型缺陷分为熔合不良缺陷和气孔缺陷。图 3(a)为激光选区熔化 316 不锈钢沉积态中的熔合不良缺陷。其形状为曲线长条状,长度为 100~200 μm,宽度约为 2~10 μm。产生这类缺陷主要是由于成形过程中能量输入不足或者搭接率、重熔率不足从而使相邻两沉积层或沉积道未完全熔合在一起所致;图 3(b)为激光选区熔化 316 不锈钢沉积态中的气孔缺陷。气孔形状多为球形,典型尺寸为 10~60 μm。产生这类缺陷的主要

原因是在成形过程中熔池中的气体在快速凝固的短时间内来不及逸出,或是激光能量过大产生金属蒸汽而产生气孔。

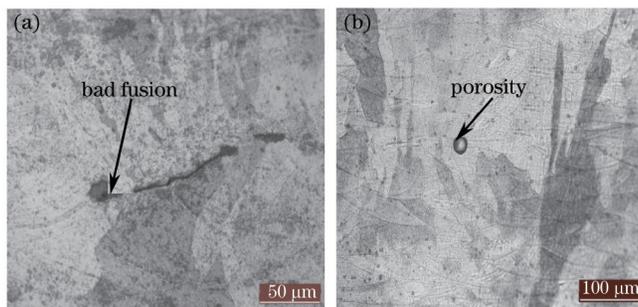


图3 激光选区熔化316不锈钢沉积态缺陷。(a) 熔合不良; (b) 气孔

Fig.3 As-deposited defects of 316 stainless steel by SLM processing. (a) Bad fusion; (b) porosity

3.2 热处理对激光选区熔化成形316不锈钢组织的影响

3.2.1 退火对激光选区熔化316不锈钢组织的影响

图4为激光选区熔化成形316不锈钢沉积态在不同退火温度下的低倍显微组织形貌图。由图4可见,两种退火状态的显微组织均为沿沉积方向生长的柱状晶,沉积态显微组织由粗大柱状晶和小晶粒组成,小晶粒有向柱状晶发展的趋势,熔池叠加特征非常明显;沉积态经400℃/3h退火后,粗大柱状晶比较完整,熔池叠加特征仍很明显,整体上来看没有明显的变化;沉积态经900℃/3h退火后,部分粗大柱状晶演变为较为细长的柱状晶,黑白柱状晶呈较为均匀的间隔分布,且难以观察到明显的熔池叠加特征。两种退火态相比较,900℃/3h退火态的柱状晶更为细长,长宽比最大。

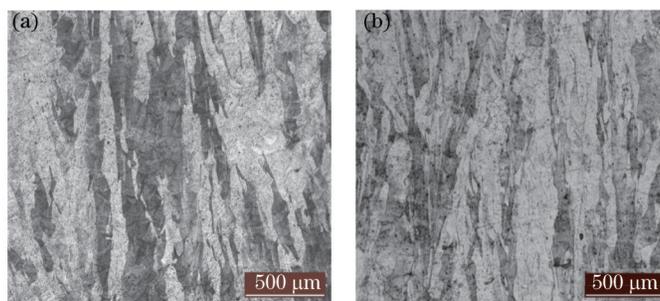


图4 激光选区熔化316不锈钢不同退火制度下的组织形貌。(a) 400℃/3 h; (b) 900℃/3 h

Fig.4 Microstructure of 316 stainless steel by SLM processing at different heat-treated conditions. (a) 400℃/3 h; (b) 900℃/3 h

3.2.2 热等静压对激光选区熔化316不锈钢组织的影响

图5所示为激光选区熔化沉积316不锈钢热等静压后的显微组织形貌图。从图5(a)可以看出,热等静压态的组织由细长柱状晶和小晶粒组成。与沉积态比较,热等静压态组织由粗大柱状晶演变为细小柱状晶,长宽尺寸均有减小,并有等轴化的趋势,熔池叠加特征已不明显;与退火态相比,柱状晶更为细小。

在缺陷方面,热等静压态熔合不良缺陷没有明显的变化,而气孔有一定的减少,气孔率由沉积态的1.1%

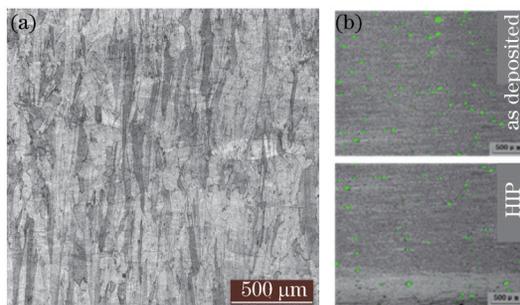


图5 激光选区熔化316不锈钢热等静压下的组织形貌。(a) 微观结构; (b) 气孔

Fig.5 Microstructure of 316 stainless steel by SLM processing at HIP treatment. (a) Macrostructure; (b) porosity

降到0.8%,图5(b)中绿色部分为气孔。这主要是因为热等静压本身是一个致密化和均匀化的高温高压过程,从而使材料更为致密。

3.3 热处理对激光选区熔化成形316不锈钢拉伸性能的影响

分别制备出每种状态横向和纵向各3个板状拉伸试样,在ZWICK电子万能实验机上进行拉伸强度实验,实验结果如图6所示。从图6性能数据可以看出,4种状态拉伸强度超过锻件标准,而相对应的延伸率都接近或超过锻件标准。相对于沉积态,400℃/3h退火态的强度略有提高,纵向延伸率提高了30%,横向延伸率有所降低;900℃/3h退火态的强度有一定的降低,特别是屈服强度降低了100MPa左右,而延伸率有明显的提高;热等静压态的强度也有大幅度的降低,纵向延伸率提高了约57%,而横向延伸率略有提高。通过图6中4种状态的力学性能比较可知,900℃/3h退火态的强度与延伸率匹配更佳。

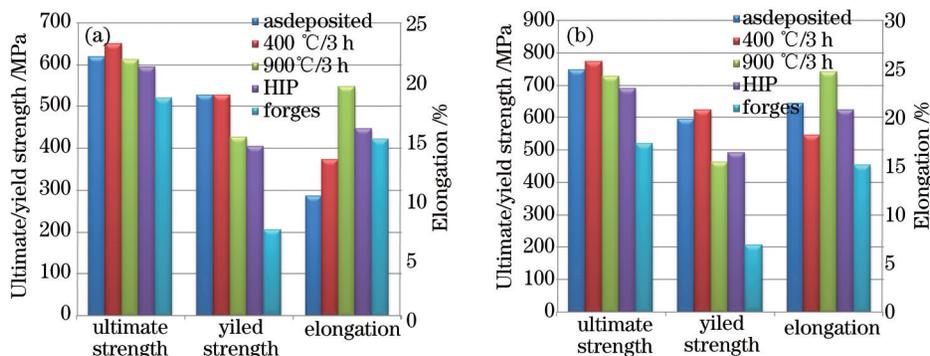


图6 激光选区熔化316不锈钢室温力学性能。(a)纵向;(b)横向

Fig.6 Room temperature tensile properties of 316 stainless steel by SLM processing. (a) Vertical; (b) horizontal

从图6中还可以看出,所有状态的纵向强度和延伸率都低于横向,这说明激光选区熔化316不锈钢沉积态存在各向异性,而且通过这三种热处理后各向异性仍然存在,这与柱状晶生长方向有关。而4种状态相比较,热等静压态的各向异性差异最小,其横纵向拉伸强度差值和塑性差值分别为94.57MPa和4.77%,其他三种状态横纵向拉伸强度差值都大于116.06MPa,而塑性差值都大于4.85%,这可能与部分柱状晶等轴化趋势有关。

图7为激光选区熔化成形316不锈钢不同状态下的纵向室温拉伸断口形貌。从图7可以看出,4种状态试样的拉伸断口均存在韧窝,韧窝的存在表明试样在断裂前发生了一定的延伸形变。

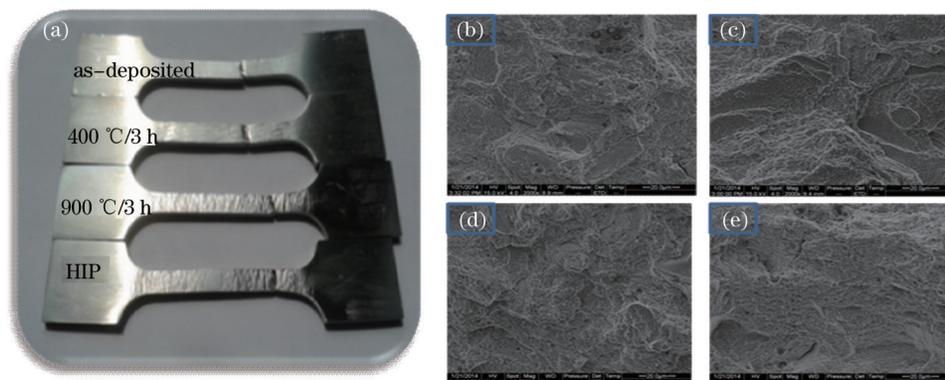


图7 激光选区熔化成形316不锈钢不同状态断口形貌。(a)实物图;(b)沉积态;(c)400℃/3h退火;(d)900℃/3h退火;(e)HIP

Fig.7 Fracture surfaces of 316 stainless steel by SLM processing at different states. (a) Photograph;

(b) as-deposited; (c) 400 °C/3 h heat-treated; (d) 900 °C/3 h heat-treated; (e) HIP

从图7中还可以看出,沉积态和400℃/3h退火态宏观拉伸断口的变形不明显,而这两种状态的微观断口是由平滑断裂小平面和少量韧窝组成,属于准解理断裂,如图7(b)、(c)所示;而相对于沉积态和400℃/3h退火态,900℃/3h退火态和热等静压态的宏观断口有明显的延伸率变形,微观断口上韧窝较多,尤其是900℃/3h退火态最多,表面起伏最大,其韧窝比其他三种状态的韧窝更深更大,而且大韧窝中还有很多小韧窝,这就反映了900℃/3h退火态拉伸强度降低但延伸率升高的特点^[17],这与图7中所列的纵向室温拉伸性能相符。

4 结 论

1) 激光选区熔化成形的316不锈钢沉积态试样的显微组织主要由贯穿多个熔覆层呈外延生长的柱状晶组成。

2) 沉积态经不同热处理制度后的微观组织柱状晶变化不同。经400℃/3h退火后,组织没有明显的变化;经900℃/3h退火后,部分粗大柱状晶分裂为很多较为细长的柱状晶,而小晶粒已经变成贯穿更多熔覆层的柱状晶;热等静压过程可以减少激光选区熔化成形316不锈钢的气孔,热等静压态组织由粗大柱状晶分裂为细小柱状晶,长宽尺寸均有减小,并有等轴化的趋势。

3) 激光选区熔化成形316不锈钢沉积态的横向拉伸性能总是高于纵向拉伸性能,表现出一定的各向异性,而且经三种热处理制度后这种各向异性仍然存在。4种状态相比较,900℃/3h退火态和热等静压态的强度与延伸率都达到锻件水平,而900℃/3h退火态的强度与延伸率匹配最佳。4种状态的微观断口均存在韧窝,900℃/3h退火态的韧窝更多更深。

参 考 文 献

- 1 Abe F, Osakada K, Shiomi M, *et al.*. The manufacturing of hard tools from metallic powders by selective laser melting[J]. *J Mater Process Tech*, 2001, 111(1-3): 210-213.
- 2 Kruth J P, Froyen L, Van V J, *et al.*. Selective laser melting of iron based powder[J]. *J Mater Process Tech*, 2004, 149(1-3): 616-622.
- 3 Yu Jinshui, Qiu Changjun, Zhou Ju, *et al.*. Analysis on microstructure and tensile fracture characteristic of 304 stainless steel specimens made by laser rapid forming[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2012, 49(1): 011402.
余金水, 邱长军, 周 炬, 等. 激光快速成形304不锈钢试件组织与拉伸断口特性分析[J]. *激光与光电子学进展*, 2012, 49(1): 011402.
- 4 Yang Yongqiang, Luo Ziyi, Su Xubin, *et al.*. Study on process and effective factors of stainless steel thin-wall parts manufactured by selective laser melting[J]. *Chinese J Lasers*, 2011, 38(1): 0103001.
杨永强, 罗子艺, 苏旭彬, 等. 不锈钢薄壁零件选区激光熔化制造及影响因素研究[J]. *中国激光*, 2011, 38(1): 0103001.
- 5 Zhang Jianhua, Zhao Jianfeng, Tian Zongjun, *et al.*. Experimental research on selective laser sintering of nickel-based alloy powder [J]. *China Mechanical Engineering*, 2004, 15(5): 431-434.
张建华, 赵剑峰, 田宗军, 等. 镍基合金粉末的选择性烧结试验研究[J]. *中国机械工程*, 2004, 15(5): 431-434.
- 6 Shen Yifu, Gu Dongdong, Yu Chengye, *et al.*. Simulation of temperature field in direct metal laser sintering processes[J]. *China Mechanical Engineering*, 2005, 16(1): 67-73.
沈以赴, 顾冬冬, 余承业, 等. 直接金属粉末激光烧结成形温度场模拟[J]. *中国机械工程*, 2005, 16(1): 67-73.
- 7 Yadroitsev I, Gusarov A, Yadroitsava I. Single-track formation in selective laser melting of metal powders[J]. *J Mater Process Tech*, 2010, 210(12): 1624-1631.
- 8 Pan Yanfeng, Shen Yifu, Gu Dongdong, *et al.*. Balling effect during direct laser sintering of 316 stainless steel powders[J]. *China Mechanical Engineering*, 2005, 16(17): 1573-1576.
潘琰峰, 沈以赴, 顾冬冬, 等. 316不锈钢粉末直接激光烧结的球化效应[J]. *中国机械工程*, 2005, 16(17): 1573-1576.
- 9 Li Peng, Liu Bin. Selective laser melting processing of space gridded porous 316 stainless steel[J]. *Hot Working Technology*, 2013, 42(8): 50-52.
李 鹏, 刘 斌. 空间网格状多孔316不锈钢的选区激光熔化制备[J]. *热加工工艺*, 2013, 42(8): 50-52.
- 10 Tolosa I, Garcíandía F, Zubiri F, *et al.*. Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies[J]. *Int J Adv Manuf Tech*, 2010, 51(5-8): 639-647.
- 11 Zan Lin, Chen Jing, Lin Xin, *et al.*. Research on microstructures of deposited TC21 titanium alloy by laser rapid forming[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(4): 612-616.
笄 林, 陈 静, 林 鑫, 等. 激光快速成形TC21钛合金沉积态组织研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2007, 36(4): 612-616.
- 12 Wang Di, Yang Yongqiang, He Xingrong, *et al.*. Fiber laser selective melting of 316L stainless steel powder[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2010, 22(8): 1881-1886.
王 迪, 杨永强, 何兴容, 等. 316L不锈钢粉末光纤激光选区熔化特性[J]. *强激光与粒子束*, 2010, 22(8): 1881-1886.
- 13 Zhang Shuangyin, Lin Xin, Chen Jing, *et al.*. Influence of heat treatment on the microstructure and properties of Ti-6Al-4V titanium alloy by laser rapid forming[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(7): 1263-1266.

- 张霜银, 林 鑫, 陈 静, 等. 热处理对激光成形TC4合金组织及性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(7): 1263-1266.
- 14 Lin Xin, Yang Haiou, Chen Jing, *et al.*. Microstructure evolution of 316L stainless steel during laser rapid forming[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2006, 42(4): 361-368.
- 林 鑫, 杨海鸥, 陈 静, 等. 激光快速成形过程中316L不锈钢显微组织的演变[J]. 金属学报, 2006, 42(4): 361-368.
- 15 Trivedi R, Kurz W. Solidification microstructures: a conceptual approach[J]. Acta Metal Mater, 1994, 42(1): 15-23.
- 16 Yadroitsev I, Bertrand P H, Smurov I. Parametric analysis of the selective laser melting process[J]. Applied Surface Science, 2007, 253(19): 8064-8069.
- 17 Zhang Xiaohong, Lin Xin, Chen Jing, *et al.*. Effects of heat treatment on the microstructures and mechanical properties of TA15 titanium alloys by laser solid forming[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(1): 142-147.
- 张小红, 林 鑫, 陈 静, 等. 热处理对激光立体成形TA15合金组织及力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(1): 142-147.

栏目编辑: 张浩佳