

热处理对激光选区熔化 18Ni300 马氏体时效钢 微观组织和力学性能的影响

向超^{1,2*}, 张涛¹, 吴文伟³, 邹志航¹, 孙勇飞³, 刘金鹏¹, 徐小蕾¹, 韩恩厚^{1,4**}

¹广东腐蚀科学与技术创新研究院, 广东 广州 510530;

²中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016;

³广州大学物理与材料科学学院, 广东 广州 510006;

⁴华南理工大学材料科学与工程学院, 广东 广州 510641

摘要 使用电子万能材料试验机对不同热处理后的 18Ni300 马氏体时效钢进行拉伸试验, 并通过 X 射线衍射 (XRD) 分析了不同热处理后马氏体及奥氏体的含量, 研究了 18Ni300 钢在不同热处理过程中的组织演变、力学性能以及二者的关系, 对比了其在不同热处理后的综合力学性能, 从而筛选出了最佳热处理工艺。结果表明, 热处理后试样的熔道逐渐消失, 马氏体组织特征更加明显, 硬度从 34.1 HRC 上升到 52~54 HRC, 抗拉强度从 1174 MPa 上升到 2000 MPa 以上。490 °C 直接时效 6 h 后实现了较好的强韧组合, 这与组织内生成的强化相 (逆转奥氏体) 的含量密切相关。XRD 测试结果表明, 490 °C 直接时效后, 试样内部具有最高的逆转奥氏体含量 (体积分数约为 6.9%), 这些细小的逆转奥氏体分布在马氏体边界和内部, 在一定程度上改善了 18Ni300 钢的韧性。

关键词 激光技术; 激光选区熔化; 18Ni300 马氏体时效钢; 逆转奥氏体; 热处理; 拉伸性能

中图分类号 TG142.1

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL231183

1 引言

增材制造 (AM) 技术不需要传统的工具和夹具以及多道加工工序, 可以快速精密地制造出任意复杂形状的零件, 实现零件的“自由制造”, 同时缩短了加工周期, 而且产品结构越复杂, 其制造优势越显著^[1]。激光选区熔化 (SLM) 是增材制造技术中非常有前景的一种成形工艺^[2], 由于其成形件致密性好并且具有冶金结合组织及尺寸精度较高的特点, 在国内外备受关注。该技术由德国 Froounholfer 研究院于 1995 年首次提出, 现已初步形成了一定的产业规模^[3-4]。在航天领域, SLM 技术主要用于航天发动机等各种复杂金属零部件的成形; 在汽车制造领域, SLM 技术被应用于热交换器等各种复杂金属构件的制造; 在模具制造领域, SLM 技术主要用于成形带有内流道的复杂随形冷却的模具^[4-5]; 在医疗领域, SLM 技术用于人体骨骼植入物、口腔义齿等的成形以及骨骼修复。目前, SLM 制造行业正处于快速发展阶段, 可用于 SLM 制造的金属材料及工艺研发都取得了一定成果。

马氏体时效钢以其高强度、高韧性以及优良的工

艺性能被广泛应用于航空航天、模具等领域, 其中 18Ni300 马氏体时效钢是一种高合金低碳超高强度钢, 具有高强韧性、良好的焊接性能和冷热加工性能等特点^[6]。采用 SLM 制造 18Ni300 马氏体时效钢不仅可以一步成形, 不会被复杂形状所限制, 还省去了后续加工环节, 而且成形态样品的力学性能接近锻件^[7-10]。研究人员在金属材料的增材制造方面做了许多基础性工作, 如: 李时春等^[11]总结了增材制造成形件的微观组织结构特征, 发现晶粒形态主要有胞状晶、柱状晶、树枝晶和等轴晶等; Mao 等^[12]研究了 SLM 工艺参数对 18Ni300 马氏体时效钢致密度、显微组织演变、纳米析出行为和力学性能的影响, 并建立了工艺参数和致密度之间的关系模型, 该模型可以有效预测出最优加工参数组合; 董福元等^[13]研究了热处理对 SLM 18Ni300 马氏体时效钢力学性能的影响, 结果发现时效或固溶+时效处理试样出现了强度增大、韧性下降的现象, 但他们没有阐释微观组织演变和力学性能之间的关系; Mei 等^[8]研究了激光-粉末床熔合 (L-PBF) 18Ni300 马氏体时效钢的微观组织随时效温度的变化, 结果显示, 490 °C 时效时, 密集析出的 Ni₃Ti 颗粒主要通过 Orowan 机制产生峰值强度。但是, 目前人们

收稿日期: 2023-09-08; 修回日期: 2023-10-09; 录用日期: 2023-11-03; 网络首发日期: 2023-11-20

基金项目: 广东腐蚀科学与技术创新研究院青年创新基金 (E1551601)

通信作者: *cxiang@icost.ac.cn; **ehhan@icost.ac.cn

对增材制造金属材料热处理的研究还不完善,大多只是在传统热处理方法中选取某一个热处理制度对样件进行处理,对比研究其与打印态样品的组织和性能,而且时效温度基本上在 480~500 °C 范围内选取,探究欠时效、峰时效、过时效的影响,对最佳热处理制度及样件韧性改善还缺乏系统性探究。此外,马氏体不锈钢在回火过程中会发生一种逆转变。马氏体不锈钢在 M_s 点(马氏体转变的起始温度)到 A_{c1} 点(奥氏体转变的起始温度)之间进行回火或时效处理时,马氏体组织会直接切变成奥氏体,这种奥氏体在室温甚至更低的温度下都能够稳定存在。为将该奥氏体与马氏体形成时受空间限制被挤压、分割而留下的残余奥氏体区分开来,依据其形成特点,将其称为“逆转奥氏体”^[13-14]。刘振宝等^[14]研究了马氏体时效不锈钢中逆转奥氏体的析出与长大行为,结果表明:超高强度马氏体不锈钢时效后强度显著上升;薄膜状逆转奥氏体沿马氏体板条界非连续析出;一定数量和尺寸的逆转奥氏体对改善钢的韧性起着重要作用,是超高强度马氏体不锈钢强度很高又能保持良好韧性的主要原因。

综上可知:SLM 成形 18Ni300 马氏体钢的时效温度在 480~500 °C 之间;时效过程中会析出强化相(主要是 Ni_3Ti 和 Ni_3Mo),强化相能够提高钢的强度和硬度,同时,马氏体边界或原奥氏体边界会形成细小的逆转奥氏体,逆转奥氏体的形成可在一定程度上改善钢的塑韧性。因此,笔者系统研究了时效温度(480~500 °C)、固溶温度(820~880 °C)对 18Ni300 马氏体时效钢微观组织及力学性能的影响规律,重点分析了逆转奥氏体对 SLM 18Ni300 马氏体时效钢强度和塑性的影响,阐明了工艺、组织、性能之间的关系,给出了最

佳的热处理制度。本研究对 18Ni300 马氏体时效钢的实际应用具有一定的指导意义。

2 试验材料及方法

2.1 试验材料

试验所用 18Ni300 粉末由江苏威拉里新材料科技有限公司提供,其成分见表 1,粉末形貌见图 1(a),粉末的球形度较好,有少量卫星粉。粉末粒度分布图见图 1(b),粉末粒径主要分布在 15~53 μm 之间。使用湖南华曙高科技有限责任公司生产的 FS273M 打印设备,成形时的激光功率为 290 W,扫描间距为 0.1 mm,扫描速度为 900 mm/s,铺粉层厚为 50 μm 。拉伸棒成形尺寸为 $\varnothing 13 \text{ mm} \times 80 \text{ mm}$,拉伸试样加工示意图如图 2 所示。

表 1 18Ni300 马氏体时效钢的化学成分

Table 1 Chemical composition of 18Ni300 maraging steel

Element	Mass fraction / %
Ni	17.6
Co	8.75
Mo	4.69
Ti	0.71
Al	0.11
Si	0.068
Mn	0.01
Cr	0.005
C	0.0053
O	0.0252
N	0.0026
Fe	Bal.

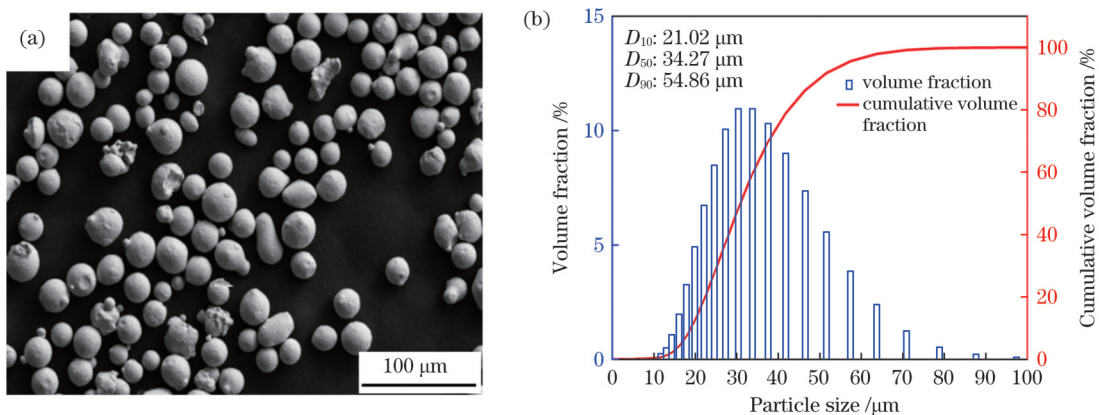


图 1 18Ni300 粉末的形貌和粒径分布图。(a)形貌;(b)粒径分布图

Fig. 1 Morphology and particle size distribution of 18Ni300 powder. (a) Morphology; (b) particle size distribution

2.2 组织结构观察与性能测试

热处理采用上海瑞晶机械设备有限公司生产的 RGQ1400-50 高温气氛马弗炉,直接时效(DA)处理工艺分别为 480 °C × 6 h、490 °C × 6 h、500 °C × 6 h;固溶+时效(SA)处理工艺分别为 820 °C × 1.5 h +

490 °C × 6 h、850 °C × 1.5 h + 490 °C × 6 h、880 °C × 1.5 h + 490 °C × 6 h。表 2 为打印态(PS)试样及其详细的热处理工艺,显微组织的表征以打印态、时效态(490 °C × 6 h)、固溶时效态(850 °C × 1.5 h + 490 °C × 6 h)试样为代表。使用德国 ZEISS 公司生产的 Axio

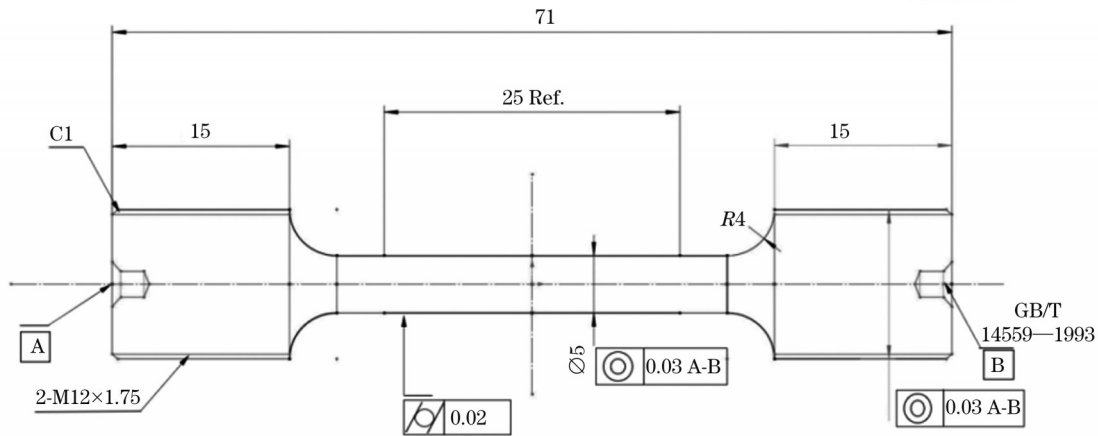


图 2 18Ni300 拉伸试样的尺寸和形状

Fig. 2 Dimension and shape of 18Ni300 tensile specimen

表 2 SLM 成形 18Ni300 马氏体时效钢的热处理工艺

Table 2 Heat treatment process of SLM formed 18Ni300 maraging steel

Sample No.	Treatment	Heating temperature / $^{\circ}\text{C}$	Insulation time /h	Cooling method
1	PS	None	None	None
2	DA1	480	6	Furnace cooling
3	DA2	490	6	Furnace cooling
4	DA3	500	6	Furnace cooling
5	SA1	820	1.5	Air cooling
		490	6	Furnace cooling
6	SA2	850	1.5	Air cooling
		490	6	Furnace cooling
7	SA3	880	1.5	Air cooling
		490	6	Furnace cooling

Imager M2m 光学显微镜 (OM) 采集金相照片, 采用 4% 硝酸酒精溶液进行金相刻蚀, 并利用光学显微镜自带的软件对抛光试样进行致密度测试。X 射线衍射 (XRD) 测试采用德国布鲁克公司生产的 D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪进行 (Cu K_{α} , 波长 $\lambda = 0.15418 \text{ nm}$), 测试方法: 采用波长为 0.15418 nm 的 Cu K_{α} 射线, 在 40 kV 加速电压和 40 mA 加速电流下对试样进行扫描, 扫描范围 2θ 为 $20^{\circ} \sim 100^{\circ}$, 扫描速度为 $2 (^{\circ})/\text{min}$; 得到 XRD 图谱后, 参照 YB/T 5338—2019 《钢中奥氏体定量测定 X 射线衍射仪法》测定马氏体和奥氏体含量, 这里选用积分面积作为衍射强度, 采用 Jade 6.5 软件统计相应的峰面积得到衍射强度。微观组织观察采用美国 Thermo Fisher Scientific 公司生产的 Apreo 2S 扫描电镜 (SEM, 配备 OXFORD EBSD 探头), 实验电压为 10 kV , 加速电压为 0.2 nA , 电子背散射衍射 (EBSD) 扫描步长为 $1.5 \mu\text{m}$ 。采用美国 INSTRON 公司生产的 68TM-10 电子万能材料试验机, 依据国标 GB/T 228.1—2021 《金属材料拉伸试验 第 1 部分: 室温试验方法》中的 A1 方法进行拉

伸试验。试样标距为 25 mm , 拉伸应变速率分为两段: 第一段, 屈服前, 应变速率为 0.00025 s^{-1} ; 第二段, 屈服后, 应变速率为 0.0067 s^{-1} , 直至拉断。使用德国 QATM 生产的 Qness 3000CS (Evo) 多功能布洛氏硬度计, 依据国标 GB/T 230.1—2018 《金属材料 洛氏硬度试验 第 1 部分: 试验方法》进行硬度测量。

3 结果与分析

3.1 热处理对微观组织的影响

打印态及不同热处理态 18Ni300 马氏体时效钢的显微组织如图 3 所示。图 3(a)~(c) 为 OM 照片, 图 3(d)~(f) 为 SEM 照片。由图 3(a) 可知: 打印态组织中熔道呈鱼鳞状交叉分布, 上层熔道与下层熔道之间层层交叠、搭接, 熔道之间紧密结合; 熔道中间存在马氏体组织但并不明显^[15], SLM 样品中并没有观察到明显的微孔或缺陷。用金相法统计其致密度为 99.99% , 表明已经达到了几乎完全致密的结构^[16]。时效处理后的 OM 组织如图 3(b) 所示。与打印态组织相比, 时效态组织熔道边界逐渐模糊, 组织由分布不均匀的板条状马氏体组成, 而且有轻微的重叠痕迹。固溶+时效处理后的 OM 组织如图 3(c) 所示, 熔道基本消失不见, 马氏体更加清晰, 而且马氏体在固溶+时效处理后得到细化, 变为更加细小的针状组织^[17]。

由图 3(d) 所示的打印态试样的 SEM 图可知, 打印态试样的组织中存在长条形柱状组织及蜂窝形胞状组织。时效处理后的组织如图 3(e) 所示, 胞状组织的边界部分溶解, 且有孤岛状第二相生成。固溶+时效处理后的组织如图 3(f) 所示, 胞状组织边界基本消失, 马氏体浮凸显现。SLM 制造 18Ni300 马氏体时效钢的微观组织之所以有这样的变化, 是因为打印态的组织中存在较大的残余应力, 而胞状组织的边界和熔道本质上是高的位错墙, 热处理后这些位错发生对消, 胞状组织和熔道消失不见^[8]。

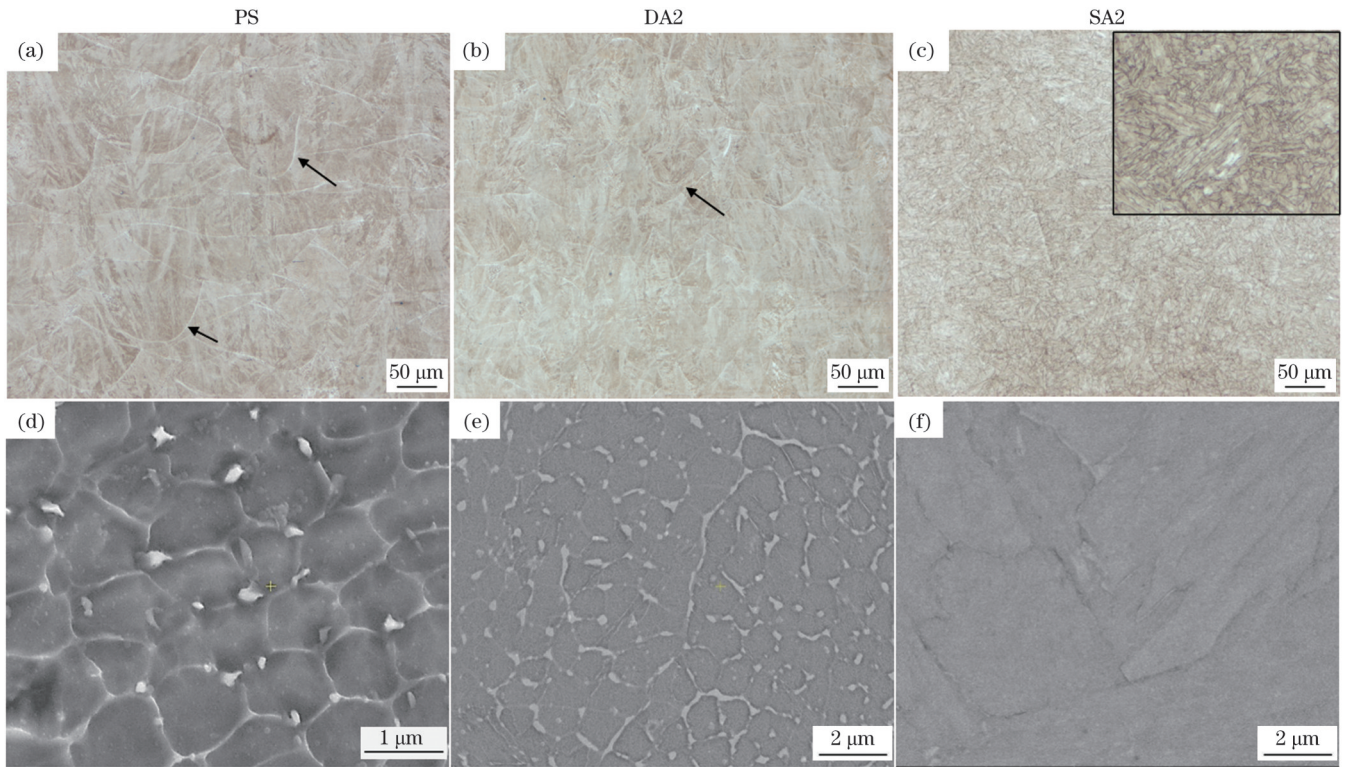


图 3 不同状态 18Ni300 钢的微观组织。(a)~(c)OM 图;(d)~(f)SEM 图

Fig. 3 Microstructures of 18Ni300 steel in different states. (a)~(c) OM images; (d)~(f) SEM images

3.2 热处理对逆转奥氏体的影响

为了测量打印态和热处理态 18Ni300 钢组织中马氏体和奥氏体的体积分数,进行了 XRD 试验,得到的衍射图谱如图 4 所示。马氏体和奥氏体的含量计算结果见表 3。打印态试样主要由 α 相和少量 γ 相组成,这部分 γ 相为残余奥氏体^[16,18]。时效处理后, γ 相含量明显上升,表明在时效过程中生成了一定量的逆转奥氏

体,此时的 γ 相为残余奥氏体(体积分数为 0.8%) + 逆转奥氏体。固溶 + 时效处理后, γ 相的含量下降并且趋近于 0,说明固溶处理后的冷却过程使得大部分残余奥氏体转化为马氏体组织,而在随后的时效过程中并没有明显产生逆转奥氏体。SLM 制备的 18Ni300 钢在经过 490 °C 直接时效处理后,逆转奥氏体的含量最高(体积分数达到了 6.9%)。

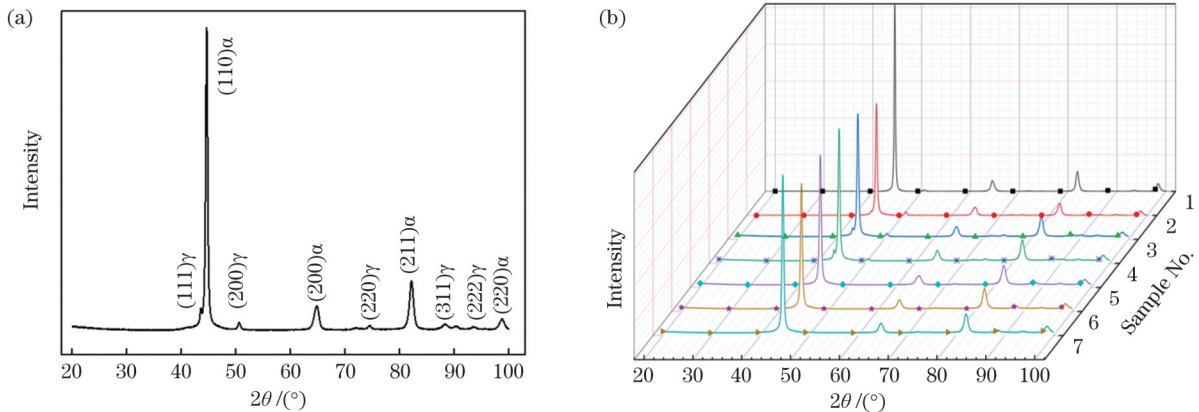


图 4 不同状态 18Ni300 钢的 XRD 衍射图谱。(a)DA2 态;(b)不同状态

Fig. 4 XRD patterns of 18Ni300 steel in different states. (a) DA2 state; (b) different states

图 5 所示为不同状态 18Ni300 马氏体时效钢的 EBSD 图,其中图 5(a)~(c)为反极图(IPF),图 5(d)~(f)为相分布图。由反极图可知,各个状态试样中的晶粒大小不均匀,打印态和时效态试样的晶粒取向在 [111] 方向上较少,固溶 + 时效处理后晶粒取向在 [111] 方向上有所增加。相分布图中的黄色部分为体

心立方(BCC)结构的马氏体,红色部分为面心立方(FCC)结构的奥氏体。从图 5(d)、(f)中可以明显看出,打印态和固溶时效态试样中的奥氏体含量很少,几乎看不到奥氏体相的存在。在图 5(e)所示时效态试样中可以明显看到红色的逆转奥氏体,而且奥氏体的尺寸非常细小,分布不均匀,逆转奥氏体主要分布在马

表 3 不同热处理后 18Ni300 马氏体时效钢中 α 和 γ 相的体积分数及硬度值统计表Table 3 Volume fraction of α and γ phases and hardness of 18Ni300 maraging steel after different heat treatments

Sample No.	Treatment	Volume fraction of α phase / %	Volume fraction of γ phase / %	Rockwell hardness / HRC
1	PS	99.2	0.8	34.1
2	DA1	94.9	5.1	52.8
3	DA2	92.3	7.7	51.7
4	DA3	93.6	6.4	52.7
5	SA1	99.8	0.2	53.3
6	SA2	99.7	0.3	53.5
7	SA3	99.9	0.1	53.3

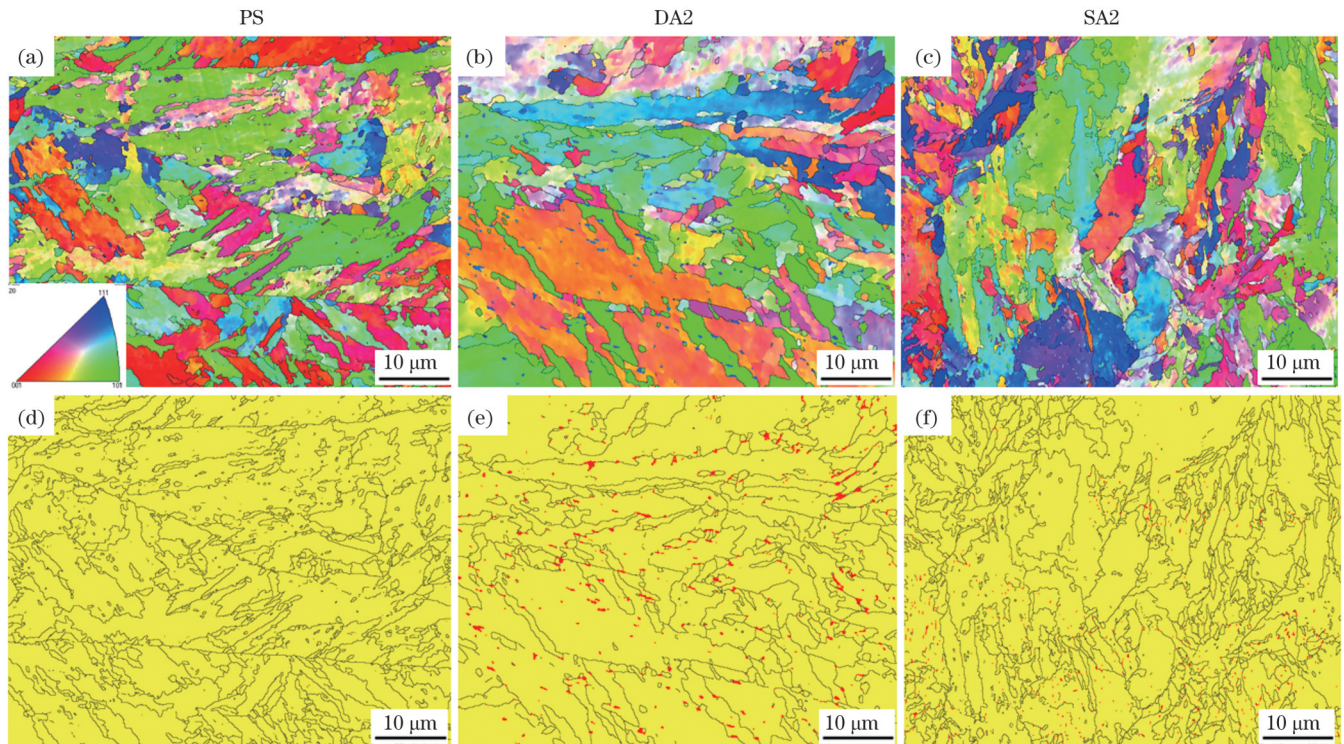


图 5 不同状态 18Ni300 马氏体时效钢的 EBSD 图。(a)~(c)IPF;(d)~(f)相分布图

Fig. 5 EBSD diagrams of 18Ni300 maraging in different states. (a)~(c) Inverse pole figures (IPFs); (d)~(f) phase distributions

体边界和马氏体内部。位于马氏体边界处的奥氏体形状多为沿马氏体晶界生长的长条状,而位于马氏体内部的逆转奥氏体形状不规则。由于逆转奥氏体的分布极不均匀,并且 EBSD 选区面积有限,故而 EBSD 测得的逆转奥氏体含量波动较大,逆转奥氏体的含量以 XRD 测试结果为准。

根据文献[19-20],马氏体时效钢在时效处理过程中会产生一定数量的逆转奥氏体,一般情况下,逆转奥氏体的尺寸较小,其可在不明显降低强度的情况下作为韧化相改善马氏体时效钢的韧性。图 5 所示的 EBSD 相分布图进一步证明了时效热处理最有利于逆转奥氏体的形成,逆转奥氏体的产生需要有一定的残余应力、加热温度和奥氏体化元素^[14,19],18Ni300 中的 Ni 元素可以作为主要的奥氏体化元素。时效处理时,

打印态试样中有足够的残余应力及奥氏体化元素,容易生成逆转奥氏体^[13,18]。固溶处理后,打印态钢中的残余应力基本被消除,而且试样中各元素的分布更加均匀,再次时效时难以驱动马氏体直接切变成为逆转奥氏体并保存至室温。

3.3 热处理对 18Ni300 力学性能的影响

3.3.1 对洛氏硬度的影响

图 6 为不同状态 18Ni300 马氏体时效钢的洛氏硬度图。由图可知,热处理能够大幅提升试样的硬度。结合表 3 可知:打印态试样的洛氏硬度为 34.1 HRC;经过热处理后,其洛氏硬度提高到 52~54 HRC,而且 490 °C 时效处理 6 h 后,其硬度略微降低,相比 480 °C 和 500 °C 时效是降低了 1 HRC 左右。490 °C 时效后硬度略微降低的原因可能与逆转奥氏体的含量增加有关,

因为该温度下时效处理后,试样内部逆转奥氏体的含量最多,但逆转奥氏体是强强化相^[14],时效后生成的逆转奥氏体尺寸较小,且分布在马氏体边界和马氏体内部,这部分逆转奥氏体会使硬度略微降低。经过固溶处理后,逆转奥氏体的含量接近于零,洛氏硬度基本稳定在 53.3 HRC 左右,温度的改变对硬度的影响不大。综上,逆转奥氏体对 18Ni300 马氏体时效钢硬度的影响不大。

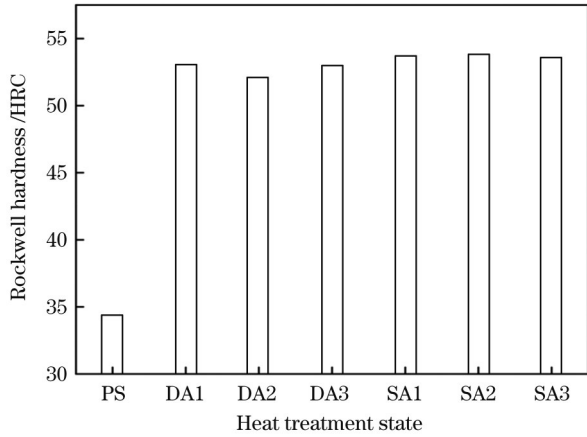


图 6 不同状态的 18Ni300 马氏体时效钢的洛氏硬度

Fig. 6 Rockwell hardness of 18Ni300 maraging in different states

表 4 不同热处理后 18Ni300 马氏体时效钢的拉伸性能

Table 4 Tensile properties of 18Ni300 maraging steel after different heat treatments

Sample No.	Treatment	Tensile strength /MPa	Yield strength /MPa	Elongation at break /%
1	PS	1174.0±10.0	1104.0±7.4	11.8±1.1
2	DA1	2024.0±4.1	1971.8±21.2	5.6±1.0
3	DA2	2012.8±5.3	1970.5±18.3	6.9±0.3
4	DA3	1988.5±6.6	1926.0±9.9	5.0±1.1
5	SA1	2126.8±11.4	2092.5±23.9	5.0±0.7
6	SA2	2065.3±1.3	1989.3±20.9	5.8±0.9
7	SA3	2059.3±10.7	1993.0±4.6	4.0±0.6

3.3.2 对拉伸性能的影响

SLM 制备的 18Ni300 马氏体时效钢在不同热处理后的拉伸性能如表 4 和图 7 所示。由图 7(a)所示的工程应力-工程应变曲线可知,经热处理后,18Ni300 钢的抗拉强度大幅提高,断后伸长率降低,SA1 态钢的抗拉强度最高,DA2 态钢的断后伸长率最高,SA2 态钢的断后伸长率最低。由表 4 及图 7(b)可知,打印态试样的抗拉强度为 1174 MPa,屈服强度为 1104 MPa,断后伸长率为 11.8%,试样具有较高的屈强比,而且所有试样的屈强比都在 90% 以上。这说明试样的主要断裂方式为脆性断裂。经过热处理后,试样的抗拉强度从 1174 MPa 上升到 2000 MPa 左右,而断后伸长率则降低了一半左右。SLM 制备的 18Ni300 经固溶+时效处理后比直接时效处理的抗拉强度提高了 2% 左右,但断后伸长率降低了 15% 左右(如 490 °C 时效后断后伸长率为 6.9%,850 °C 固溶+490 °C 时效后断后伸长率降低到 5.8%)。因此,固溶+时效处理后抗拉强度的提升不明显,但断后伸长率的下降幅度较大。造成这种变化的原因与试样内部逆转奥氏体的含量密切相关,逆转奥氏体作为强强化相分布于马氏体边界,可以在很大程度上缓冲试样内部受到的应力。时效处理后试样中有一定量的逆转奥氏体存在,故其断后伸长率

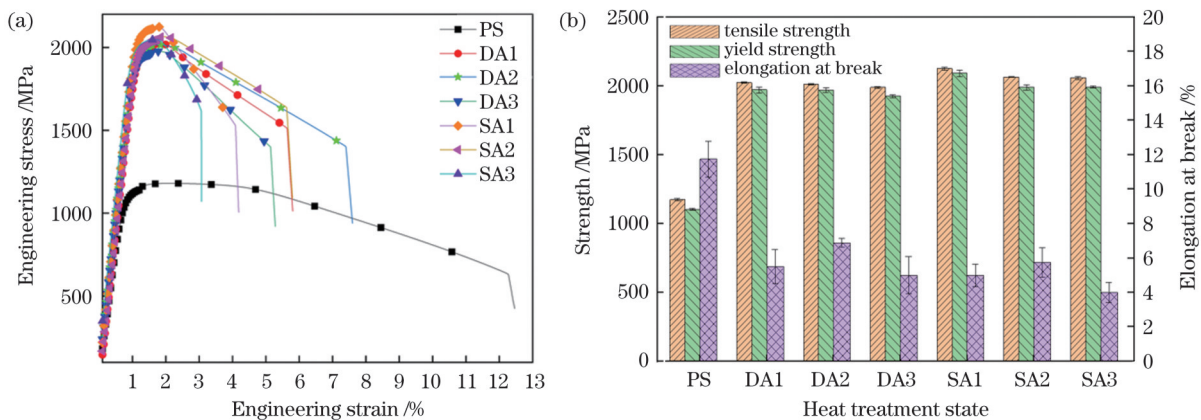


图 7 不同状态 18Ni300 马氏体时效钢的拉伸性能。(a)工程应力-工程应变曲线;(b)拉伸性能统计柱状图

Fig. 7 Tensile properties of 18Ni300 maraging steel in different states. (a) Engineering stress-engineering strain curves; (b) statistical histogram of tensile properties

较高,而强度相比固溶+时效处理试样略有下降;但固溶+时效处理后的试样中,逆转奥氏体的含量几乎为 0,所以强度稍微提高,断后伸长率大幅下降。

490 °C 直接时效处理后的试样具有最高的逆转奥氏体含量,其抗拉强度为 2012.8 MPa,高于所有直接时效处理试样的平均抗拉强度值 2008 MPa,且其断后伸长率为 6.9%,高于所有直接时效处理试样的断后伸长率。480 °C 直接时效处理后,试样的抗拉强度为 2024.0 MPa,也高于所有直接时效处理试样的平均抗拉强度值 2008 MPa,但其断后伸长率只有 5.6%,其抗拉强度比 490 °C 直接时效处理试样高了 0.56%,但断后伸长率却降低了 18.8%。因此,为了获得更大增幅的断后伸长率,即更佳的综合力学性能,选择 490 °C 直接时效处理工艺为 SLM 制备 18Ni300 马氏体时效钢的最优热处理工艺。

图 8 为逆转奥氏体含量与强韧性的关系。由图 8 可知,逆转奥氏体含量与抗拉强度、断后伸长率的关系并非简单的线性关系。当逆转奥氏体的体积分数小于 0.3% 时,断后伸长率随逆转奥氏体含量增加而增大,随后保持相对平稳,当逆转奥氏体体积分数大于 5.6% 时,断后伸长率又随逆转奥氏体含量的增加而上升。抗拉强度随逆转奥氏体含量的变化在小范围内并不规律,整体而言,逆转奥氏体的含量越多,抗拉强度越小,断后伸长率越高。但由于试样状态不同,时效处理和固溶时效处理试样内析出相和马氏体的形态均会发生变化,因此不能简单地通过奥氏体含量的变化来严格控制其强韧性。但整体而言,逆转奥氏体确实会较大幅度地提升韧性,同时较大幅度地降低强度。随着逆

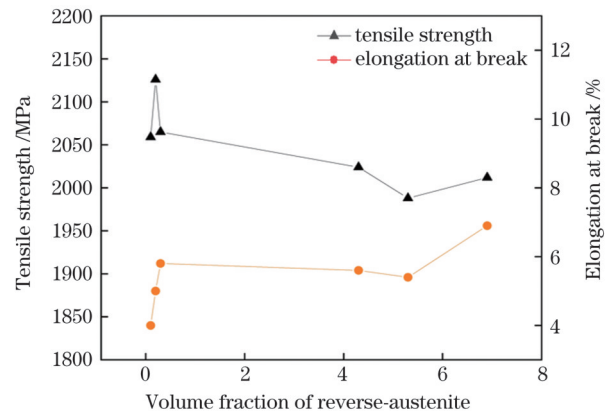


图 8 逆转奥氏体含量与强韧性的关系

Fig. 8 Relationship between reverse-austenite content and strength

转奥氏体体积分数从 0.1% 增加到 6.9%,断后伸长率提升了 72.5%,抗拉强度降低了 2.3%。

不同状态 18Ni300 试样的拉伸断口如图 9 所示,试样的断口主要由小韧窝和解理面组成,韧窝整体较浅,表明同时存在韧性断裂和脆性断裂,并以脆性断裂为主^[21]。在图 9(a)所示的打印态试样拉伸断口上可以明显看到未熔合的粉末颗粒,如箭头所指,这表明原材料在 SLM 成形过程中并没有完全熔化,还存在少量的粉末残留,这会在一定程度上降低试样的抗拉强度。打印态试样断口上的韧窝相对大而深,时效态和固溶+时效态试样断口上的韧窝相对小而浅,这也说明热处理后试样的韧性有所下降。并且,固溶+时效态试样断口上的解理面相对增多,这与拉伸试样断后伸长率的结果一致。

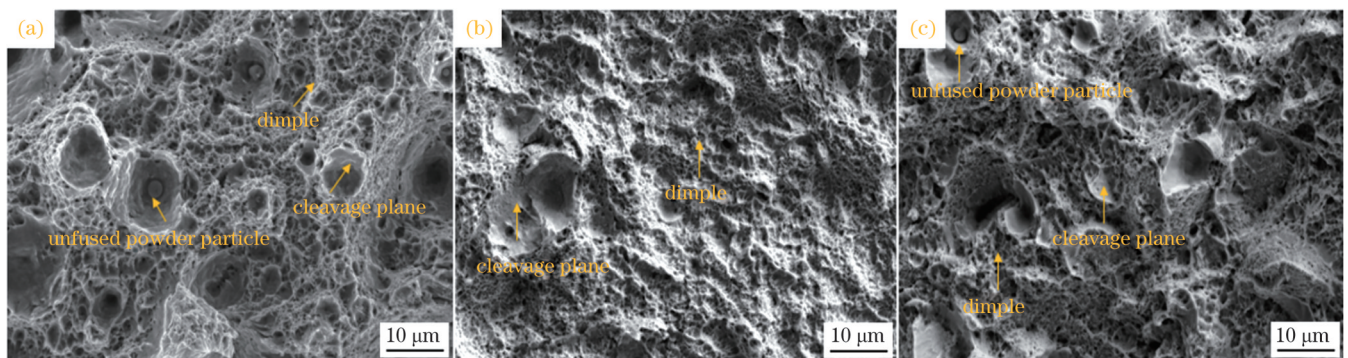


图 9 不同状态 18Ni300 马氏体时效钢的拉伸断口形貌。(a)PS;(b)DA2;(c)SA2

Fig. 9 Tensile fracture morphology of 18Ni300 maraging steel in different states. (a) PS; (b) DA2; (c) SA2

4 结 论

SLM 18Ni300 马氏体时效钢打印态试样熔池清晰,组织为粗大的马氏体和少量残余奥氏体;时效处理后生成了强韧化相——逆转奥氏体;固溶+时效处理后,组织为均匀致密的板条状马氏体,无明显的奥氏体相。

490 °C 直接时效处理后可以获得最优的强韧性匹

配,此时组织中逆转奥氏体含量最高(体积分数达到了 7.7%),抗拉强度为 2012.8 MPa,断后伸长率最高(6.9%)。490 °C 直接时效处理为最优热处理工艺。

SLM 18Ni300 马氏体时效钢中细小的逆转奥氏体为强韧化相,可以在不明显降低强度的同时提升韧性。随着逆转奥氏体体积分数从 0.1% 增加到 6.9%,断后伸长率提升了 72.5%,抗拉强度降低了 2.3%。因此,逆转奥氏体的存在有利于 SLM 18Ni300 马氏体时

效钢获得优良的综合力学性能。

细小的逆转奥氏体对于提升马氏体时效钢极为重要,但 SLM 18Ni300 马氏体时效钢的强化机制主要为析出强化,且有效的析出温度区间不大,如何在保证析出足够强化相的同时增加逆转奥氏体的含量仍需进一步研究。

参 考 文 献

- [1] Lewandowski J J, Seifi M. Metal additive manufacturing: a review of mechanical properties[J]. *Annual Review of Materials Research*, 2016, 46: 151-186.
- [2] 郑志军, 毛凌燕, 董智豪. 增材制造 316L 不锈钢组织各向异性对耐蚀性能的影响[J]. *中国激光*, 2023, 50(4): 0402012.
Zheng Z J, Mao L Y, Dong Z H. Effect of microstructural anisotropy on corrosion resistance of 316L stainless steel prepared by additive manufacturing[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2023, 50(4): 0402012.
- [3] Tian X Y, Wu L L, Gu D D, et al. Roadmap for additive manufacturing: toward intellectualization and industrialization[J]. *Chinese Journal of Mechanical Engineering: Additive Manufacturing Frontiers*, 2022, 1(1): 100014.
- [4] 姜海燕, 林卫凯, 吴世彪, 等. 激光选区熔化技术的应用现状及发展趋势[J]. *机械工程与自动化*, 2019(5): 223-226.
Jiang H Y, Lin W K, Wu S B, et al. Application status and development trend of laser selective melting technology[J]. *Mechanical Engineering & Automation*, 2019(5): 223-226.
- [5] 杨永强, 吴伟辉, 来克嫻, 等. 金属零件选区激光熔化直接快速成形工艺及最新进展[J]. *航空制造技术*, 2006, 49(2): 73-76, 97.
Yang Y Q, Wu W H, Lai K X, et al. Newest progress of direct rapid prototyping of metal part by selective laser melting[J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2006, 49(2): 73-76, 97.
- [6] 周隐玉, 王飞, 薛春. 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.
Zhou Y Y, Wang F, Xue C. Microstructure and mechanical properties of 3D printing 18Ni300 die steel[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis (Physical Testing)*, 2016, 52(4): 243-246.
- [7] Guo W F, Guo C, Zhu Q. Heat treatment behavior of the 18Ni300 maraging steel additively manufactured by selective laser melting[J]. *Materials Science Forum*, 2018, 941: 2160-2166.
- [8] Mei X Y, Yan Y, Fu H D, et al. Effect of aging temperature on microstructure evolution and strengthening behavior of L-PBF 18Ni300 maraging steel[J]. *Additive Manufacturing*, 2022, 58: 103071.
- [9] 李虎, 赵伟江, 李瑞迪, 等. 增材制造马氏体时效钢的研究进展[J]. *中国激光*, 2022, 49(14): 1402102.
Li H, Zhao W J, Li R D, et al. Progress on additive manufacturing of maraging steel[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2022, 49(14): 1402102.
- [10] 管航, 王小新, 董志家, 等. 18Ni300 模具钢粉末 3D 打印工艺研究[J]. *模具技术*, 2020(2): 1-6.
Guan H, Wang X X, Dong Z J, et al. Research on 3D printing process of 18Ni300 die steel powder[J]. *Die and Mould Technology*, 2020(2): 1-6.
- [11] 李时春, 莫彬, 肖罡, 等. 金属材料的激光增材制造微观组织结构特征及其影响因素[J]. *激光与光电子学进展*, 2021, 58(1): 0100007.
Li S C, Mo B, Xiao G, et al. Microstructure characteristics and their influence factors during laser additive manufacturing of metal materials[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2021, 58(1): 0100007.
- [12] Mao Z F, Lu X D, Yang H R, et al. Processing optimization, microstructure, mechanical properties and nanoprecipitation behavior of 18Ni300 maraging steel in selective laser melting[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 830: 142334.
- [13] 董福元, 侯俊峰. 热处理对 SLM 18Ni300 马氏体时效钢力学性能的影响[J]. *真空科学与技术学报*, 2021, 41(6): 562-565.
Dong F Y, Hou J F. Effect of heat treatment on mechanical properties of SLM 18Ni300 maraging steel[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2021, 41(6): 562-565.
- [14] 刘振宝, 杨志勇, 梁剑雄, 等. 超高强度马氏体时效不锈钢中逆转变奥氏体的析出与长大行为[J]. *金属热处理*, 2010, 35(2): 11-15.
Liu Z B, Yang Z Y, Liang J X, et al. Growth behavior and precipitation of reverted austenite in ultra-high strength maraging stainless steel[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2010, 35(2): 11-15.
- [15] 金赞. 选区激光熔化 18Ni300 成形及热处理前后组织与性能的研究[D]. 兰州: 兰州理工大学, 2019: 6.
Jin Y. Research on microstructures and properties of selective laser melting 18Ni300 and heat treatment[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2019: 6.
- [16] Bai Y C, Zhao C L, Wang D, et al. Evolution mechanism of surface morphology and internal hole defect of 18Ni300 maraging steel fabricated by selective laser melting[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2022, 299: 117328.
- [17] Chen B, Huang Y, Gu T, et al. Investigation on the process and microstructure evolution during direct laser metal deposition of 18Ni300[J]. *Rapid Prototyping Journal*, 2018, 24(6): 964-972.
- [18] 许大杨, 陈婉琦, 万继方, 等. 时效温度对 SLM 18Ni300 马氏体时效钢显微组织和力学性能的影响[J]. *金属热处理*, 2023, 48(2): 144-150.
Xu D Y, Chen W Q, Wan J F, et al. Effect of aging temperature on microstructure and mechanical properties of SLM 18Ni300 maraging steel[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2023, 48(2): 144-150.
- [19] 朱静, 赵瑛伟, 潘天喜, 等. 18Ni(250 级)马氏体时效钢中的逆转变奥氏体的研究[J]. *钢铁*, 1981, 16(8): 41-45.
Zhu J, Zhao Y W, Pan T X, et al. Investigation on reverse austenite in 18Ni(250 grade) maraging steel[J]. *Iron and Steel*, 1981, 16(8): 41-45.
- [20] Casati R, Lemke J, Tuissi A, et al. Aging behaviour and mechanical performance of 18-Ni 300 steel processed by selective laser melting[J]. *Metals*, 2016, 6(9): 218.
- [21] Kempen K, Yasa E, Thijs L, et al. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted 18Ni-300 steel[J]. *Physics Procedia*, 2011, 12: 255-263.

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Selective Laser Melted 18Ni300 Maraging Steel

Xiang Chao^{1,2*}, Zhang Tao¹, Wu Wenwei³, Zou Zhihang¹, Sun Yongfei³, Liu Jinpeng¹,
Xu Xiaolei¹, Han Enhou^{1,4**}

¹*Institute of Corrosion Science and Technology, Guangzhou 510530, Guangdong, China;*

²*Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, Liaoning, China;*

³*School of Physics and Materials Science, Guangzhou University, Guangzhou 510006, Guangdong, China;*

⁴*School of Materials Science and Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510641, Guangdong, China*

Abstract

Objective In recent years, significant progress has been made in preparing conformal cooling dies for die casting using additive manufacturing technology. Among these advancements, 18Ni300 maraging steel has been widely applied because of its excellent forming characteristics. Currently, most research on selective laser melting (SLM) manufacturing of 18Ni300 maraging steel has primarily focused on the changes in microstructure after a heat treatment and the influence of precipitate phases on the strength, with limited emphasis on the impact of toughness. However, toughness plays a crucial role in determining the service life and safety of the molds.

Although previous studies have explored reverse-austenite, systematic research on the toughness of 18Ni300 is currently lacking. Therefore, this study aims to systematically investigate the impact of the aging and solution temperatures on the microstructure and mechanical properties of 18Ni300 maraging steel. Additionally, it will specifically analyze the influence of reverse-austenite on the strength and plasticity of 18Ni300 maraging steel prepared using SLM technology. This study clarifies the relationship between the process, structure, and performance of 18Ni300 maraging steel, and proposes an optimal heat-treatment system. These findings offer valuable guidance for the practical application of this steel in various industries.

Methods In this study, 18Ni300 powder was used as the raw material. Experimental samples were obtained through selective laser melting (SLM) using an appropriate method. Following the formation, the samples were subjected to various heat treatments. The bulk samples were ground and polished with sandpaper, followed by etching with a 4% nitric-acid solution in alcohol. The microstructure was examined using optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM). The mechanically polished samples were additionally polished with SiO₂ and the crystal structure of the material was analyzed using electron backscatter diffraction (EBSD). X-ray diffraction (XRD) was utilized to analyze the phase composition and determine its content. Finally, tensile tests were conducted at room temperature using a universal testing machine and the corresponding fracture surfaces were observed.

Results and Discussions The morphologies of the tested samples are shown in Figure 3. The printed sample displays distinct fish-scale-like fusion pools and lath martensite structures, whereas the honeycomb-like microstructure is not discernible in the SEM image. Following the aging treatment, the boundaries of the fusion pools in the samples become indistinct, and the boundaries of the honeycomb-like microstructure in the SEM image begin to dissolve. In the solution and aging-treated samples, the boundaries of the fusion pools vanish completely, and the martensite is transformed into a more refined structure. Additionally, the honeycomb-like microstructure observed in the SEM image also completely disappears.

The XRD analysis of the samples reveals that the phase composition of the as-printed sample comprises martensite and residual austenite, whereas the aged sample consists of martensite, residual austenite, and reverse-austenite. Almost the entire microstructure of the solution- and aging-treated sample is composed of martensite. Figure 5 shows that the highest amount of reverse-austenite is observed in the aged sample. Furthermore, Table 3 indicates that the sample aged at 490 °C exhibits the highest content of reverse-austenite. The mechanical properties of the sample are closely correlated with the reverse-austenite content, as depicted in Figure 8. Notably, the sample aged at 490 °C exhibits greater toughness with only a marginal reduction in strength. However, the relationship between austenite and the strength toughness of 18Ni300 is not a simple linear correlation because of factors such as precipitates and the martensite morphology. Overall, it is evident that reverse-austenite significantly enhances the toughness and marginally decreases the strength. With an increase in the reverse-austenite content from 0.1% to 6.9%, the elongation after fracture improves by 72.5%, whereas the tensile strength decreases by 2.3%.

Conclusions The printed samples of 18Ni300 maraging steel manufactured by SLM display a distinct molten pool and a microstructure comprised of coarse martensite and a small proportion of residual austenite. Following the aging treatment, a ductile

phase called reverse-austenite is generated. After the post-solution and aging treatments, the microstructure exhibits uniform and dense plate-like martensite with no notable presence of the austenite phase. A direct aging treatment at 490 °C is considered the optimal heat-treatment process for achieving an ideal balance between strength and toughness. At this temperature, the microstructure exhibits the highest reverse-austenite content (volume fraction: 7.7%). The ultimate tensile strength is 2012.8 MPa, and the elongation after fracture reaches a peak value of 6.9%. Therefore, a direct aging treatment at 490 °C is regarded as the most optimal heat-treatment process.

The fine reverse-austenite within the maraging steel manufactured via SLM serves as a toughening phase, enhancing the toughness without significantly compromising the strength. With an increase in the reverse-austenite volume fraction from 0.1% to 6.9%, the elongation after fracture experiences a 72.5% improvement, albeit at the expense of a 2.3% decrease in the ultimate tensile strength. Thus, the reverse-austenite is advantageous for achieving exceptional overall mechanical properties in maraging steel manufactured via SLM. The fine reverse-austenite plays a pivotal role in enhancing the maraging steel. However, in the maraging steel manufactured via SLM using 18Ni300, precipitation strengthening constitutes the primary mechanism with a limited effective range of precipitation temperatures. Further research is necessary to increase the reverse-austenite content, while maintaining adequate precipitation strengthening.

Key words laser technique; selective laser melting; 18Ni300 maraging steel; reverse-austenite; heat treatment; tensile properties