激光选区熔化成形 S-04 钢的组织及性能

靖冠乙1 魏恺文1,2 王泽敏1 殷 杰1 曾晓雁1

1华中科技大学武汉光电国家实验室,湖北武汉 430074

2华中科技大学光学与电子信息学院,湖北 武汉 430074

摘要 采用激光选区熔化技术成形 S-04 钢试样,研究了热处理前后成形试样的显微组织及力学性能。结果表明, 成形试样的致密度最高可达 99.791%,热处理前后试样均由 α'马氏体和少量 γ 残余奥氏体构成;热处理前试样具 有激光选区熔化技术特有的多层堆积特征,热处理后该特征消失且试样物相主要为束状马氏体;热处理后试样的 室温力学性能优于热处理前试样。

关键词 激光技术;激光选区熔化成形;S-04 马氏体时效不锈钢;微观组织;力学性能 中图分类号 TN249 **文献标识码** A doi: 10.3788/LOP53.111404

Microstructure and Mechanical Property of S-04 Steel by Selective Laser Melting

Jing Guanyi¹ Wei Kaiwen^{1,2} Wang Zemin¹ Yin Jie¹ Zeng Xiaoyan¹

¹ Wuhan National Laboratory for Optoelectronics, Huazhong University of Science and Technology,

Wuhan, Hubei 430074, China

² School of Optical and Electronic Information, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan, Hubei 430074, China

Abstract Selective laser melting (SLM) technology is used to fabricate S-04 specimens, and their microstructures and mechanical properties before and after heat-treatment are researched. The results show that the density of S-04 molded sample can be up to 99.791% and the specimens before and after heat-treatment are both composed of α' martensite and a little residual γ austenite. The untreated specimen possess a multi-layer stacked character peculiar to the SLM technique, whereas after heat-treatment, this character disappears and the main specimen phase is bunchy martensite. The mechanical property at room temperature of heat-treated specimens is better than that of non-heat-treated ones.

Key words laser technology; selective laser melting; S-04 maraging stainless steel; microstructure; mechanical property

OCIS codes 140.3390; 160.3900; 350.3850

1引言

S-04 钢是一种性能优异的马氏体时效不锈钢,其具有优异的低温、超低温性能和优良的耐腐蚀、抗氧化性能,广泛用于多种航天发动机关键构件的制造^[1-2]。目前,S-04 钢零件主要通过铸造工艺成形。然而,S-04 钢熔点较高且收缩性较大,必须使用较高的浇注温度完成铸造,这使得铸件容易出现表面粘砂、缩松、裂纹和晶粒粗大等一系列问题^[3]。此外,利用 S-04 钢制造的航天发动机构件常具有薄壁、深腔、内流道、悬空和曲

收稿日期: 2016-07-05; 收到修改稿日期: 2016-07-18; 网络出版日期: 2016-10-21

基金项目:国家 863 计划(2013AA031606)

作者简介:靖冠乙(1993—),男,博士研究生,主要从事激光选区熔化成形技术方面的研究。

E-mail: gyjing@hust.edu.cn

导师简介:王泽敏(1974—),男,博士,教授,博士生导师,主要从事激光选区熔化成形方面的研究。 E-mail: zmwang@ hust.edu.cn(通信联系人) 面等复杂结构特征,较难甚至无法通过现有的铸造工艺来制造这些零件。与此同时,航空业对低成本、高柔性化、短周期、高精度制造的要求越来越高。因此,针对复杂形状 S-04 马氏体不锈钢零部件的成形要求,探索一种能够兼顾形状、精度、性能和效率要求的 S-04 马氏体不锈钢零部件先进加工技术显得格外重要。

激光选区熔化(SLM)成形技术是较具潜力的增材制造技术之一。该技术基于离散/堆积原则,以金属 粉末为原料直接成形致密度接近100%、尺寸精度高、表面质量良好的复杂金属零件^[4-6]。已有许多研究者 开展了关于马氏体不锈钢的SLM成形的研究。2011年,Averyanova等^[7]研究了粉末性质对SLM成形 17-4PH马氏体不锈钢组织和性能的影响,并实现了对成形件力学性能的调控。2012年,Murr等^[8]研究了 成形气氛对SLM成形17-4PH不锈钢组织和性能的影响,并发现了成形气氛对成形件物相构成具有较大影 响。2014年,Casalino等^[9]成功获得了SLM成形18Ni300马氏体时效钢零件的参数窗口,并研究了成形件 的显微组织及性能。上述研究表明,采用SLM成形S-04马氏体不锈钢构件是可行的。由于成分差异,S-04 钢的激光熔池冶金行为可能与上述马氏体不锈钢有所不同,故有必要针对S-04 钢的SLM成形进行系统性 的参数优化。马氏体不锈钢零部件一般需要通过固溶强化和时效强化处理后才可投入实际应用,研究标准 热处理制度对SLM成形 S-04 钢组织及性能的影响也具有重要意义。

本文选用 S-04 马氏体时效不锈钢为研究对象,通过单因素工艺实验获得了 SLM 成形该材料的优化参数,探究了标准热处理对成形试样显微组织和力学性能的影响机制,为利用 SLM 进行 S-04 马氏体时效不锈 钢复杂构件的工业化生产提供了一定参考。

2 实验材料、设备与方法

采用气雾化 S-04 钢粉末作为 SLM 成形原料,其化学成分见表 1,形貌和粒径分布如图 1 所示。



表 1 S-04 钢粉末的化学成分 Table 1 Chemical compositions of S-04 steel powders

图 1 S-04 钢粉末。(a)扫描电子显微镜照片;(b)粒径分布 Fig. 1 S-04 steel powders.(a) SEM image;(b) particle size distribution

Particle size /µm

选用华中科技大学自主研发的 NRD-250 激光选区熔化设备作为实验平台。该设备有效成形尺寸为 250 mm×250 mm×320 mm,其装配了一台光纤激光器(IPG-YLR-400,IPG 公司,德国),激光器参数为:光 斑直径 100 µm,波长 1070 nm,最大输出功率 400 W。为保证沉积效率,并兼顾激光器寿命,故采用较高的 激光功率 360 W。实验所用 S-04 钢粉末的平均粒度为 39 µm,为保证铺粉质量,同时兼顾成形精度,故选择 40 µm 这一略大于粉末平均粒径的切片厚度。根据基础实验结果,选用厚度为 300 mm 的 Q235 钢板作为 基板,并在其表面采用表 2 所示的参数成形一系列尺寸为 10 mm×10 mm×10 mm 的块体试样。所有试样 成形时均采用图 2 所示的激光扫描方式,即相邻粉末层激光扫描方向按逆时针变换 90°。为了便于表征试 样,定义垂直于沉积方向的平面为水平面,平行于沉积方向的平面为竖直面。在成形过程中,通过在设备中 通入氩气来控制成形区域氧的质量分数低于 5×10⁻⁵,以避免 S-04 钢试样氧化。

SLM 加工结束后,使用电火花切割将 S-04 钢试样与基板分离,并以试样水平表面形貌和致密度作为指

激光与光电子学进展

标来优化 SLM 参数。通过超景深显微系统(VHX-1000,KEYENCE,日本)表征试样水平表面形貌。通过 图像法测量试样致密度,其过程可概括为:1)对试样水平面、竖直面进行预磨与抛光后,在两个面上各随机 选取 10 处统计区域,利用光学显微镜(OM,AE2000Met,麦克奥迪公司,中国)在 50 倍放大倍数下拍摄对应 区域的金相照片;2)使用 Image-Pro Plus 软件对上述金相照片进行二值化处理,进而统计出各区域气孔面 积分数;3)对试样水平面与竖直面各区域气孔面积分数取平均值,即得到试样致密度。

Table 2	SLM	process	parameters
---------	-----	---------	------------

Parameter	Value		
Laser power P /W	360		
Scanning velocity V /(mm/s)	600-1500		
Stepwidth /(mm/s)	100		
Scanning interval $H \ /mm$	0.08,0.1,0.12		
Layer thickness D /mm	0.04		



图 2 SLM 实验所用激光扫描方式

Fig. 2 Laser scanning strategy used in SLM experiment

通过上述方法对 SLM 成形 S-04 钢的过程进行优化后,在最优工艺参数下按照 ASTM E-8 标准^[10]设计 的 S-04 钢拉伸试样尺寸如图 3 所示。为验证 S-04 钢的标准热处理工艺对成形件显微组织、力学性能的影 响,参照图 4 所示的 S-04 钢标准热处理流程^[1],对实验最优参数下成形的 S-04 钢块体和拉伸试样毛坯进行 热处理。热处理共分为三个阶段:第一阶段将试样在 1130 ℃高温中保温 3 h,接着空冷,对其进行固溶处理, 该处理方法可提高试样的塑性和韧性;第二阶段将试样置于一70 ℃低温中 2 h,该冷处理方式可减少试样组 织中的残余奥氏体,降低淬火应力,提高试样稳定性;第三阶段采用 400 ℃保温 3 h 并结合空冷的方式对试 样进行时效处理,以进一步消除试样内应力。



Fig. 4 Heat-treated process of S-04 steel specimen

111404-3

使用王水对 SLM 成形的 S-04 钢试样及热处理后试样的水平面和竖直面进行 10~20 s 的金相侵蚀,并 采用 OM 和扫描电子显微镜(SEM,QUANTA200,FEI 公司,美国)观察其显微组织。使用 X 射线衍射仪 (XRD,D/max-2500,Rigaku 公司,日本)对热处理前后的 S-04 钢试样进行物相分析,测试面均选择试样的 水平面。采用显微硬度计(HVS-1000,莱华仪器厂,中国)对热处理前后 S-04 钢试样的水平面和竖直面进行 显微硬度测量,测量过程中,载荷和保压时间分别为 0.98 N 和 20 s;对于试样每一个面,分别随机选取相互 间距不小于 0.1 mm 的 30 个测试点。利用材料高温持久性能试验机(AG-IC100,岛津公司,日本)对热处理 前后的 S-04 钢试样进行室温拉伸实验,加载速度为 2 mm/min。利用 SEM 观察热处理前后 S-04 钢拉伸试 样的断口形貌。

3 实验结果与分析

3.1 SLM 成形 S-04 钢的参数优化

激光选区熔化参数对 S-04 钢块体试样表面形貌的影响规律如图 5 所示。从图 5(a)可以看到,S-04 钢试样的表面形貌可分为三种类型:1) 在区域 A 中,较小的扫描间距与较慢的扫描速度相结合的方式产生了极高的激光能量密度,致使 SLM 过程中 S-04 钢熔池温度过高,诱发了剧烈对流^[5],形成图 5(b)、(c)所示的 崎岖表面;2) 在区域 B 中,扫描间距与扫描速度的相对提升,激光能量密度的下降保证了 SLM 过程的平稳 进行,试样获得图 5(d)、(e)所示的较为平坦的表面;3) 在区域 C 中,扫描间距与扫描速度的进一步增大使



图 5 S-04 钢块体试样的表面形貌。(a)SLM 参数对表面形貌的影响;(b)(c)区域 A 形貌图及三维合成图; (d)(e)区域 B 形貌图及三维合成图;(f)(g)区域 C 形貌图及三维合成图

Fig. 5 Surface morphology of S-04 steel block specimens. (a) Influence of SLM parameters on surface morphology;(b)(c) morphology at zone A and corresponding 3D synthetic image; (d) (e) morphology at zone B and corresponding 3D synthetic image;(b)(c) morphology at zone C and corresponding 3D synthetic image

得熔池温度随着激光能量密度的继续减弱而过度下降,导致熔池难以完全润湿基板和已成形的 S-04 钢块体,诱发了球化现象^[11-12],试样表面产生图 5(f)、(g)所示的球形颗粒。

为进一步确定 SLM 成形 S-04 钢的工艺参数,对区域 B 中块体试样的致密度进行统计。如图 6 所示,表面质量良好的试样均具有较高的致密度。当采用 360 W 激光功率、0.04 mm 切片厚度、0.10 mm 扫描间距和 800 mm/s 扫描速度时,S-04 钢试样致密度达到最高值 99.791%。因此,可以确定该组参数为 SLM 成形 S-04 钢实验的最优参数组合。



图 6 扫描速度及扫描间距对 S-04 钢试样致密度的影响

Fig. 6 Influences of scanning velocity and scanning interval on density of S-04 steel specimen

3.2 热处理前后 S-04 试样的显微组织分析

在实验最优参数下,S-04 钢块体试样热处理前后的 XRD 谱线如图 7 所示。结合文献[13-14]可知,热处 理前后试样的物相组成相同,主要物相均为 α'马氏体,次要物相为 γ 残余奥氏体。在 SLM 成形 S-04 钢试样 过程中,激光加热作用的时间较短,金属粉末熔化形成的熔池较小,熔池冷却速度较大,为非稳态 α'马氏体 组织的形成创造了条件。α'马氏体的比体积大于 γ 奥氏体^[15],当初生 α'马氏体占据大部分结晶空间时,尚 未转变的 γ 奥氏体无法继续形成 α'马氏体,只能保留在初生 α'马氏体间隙中成为残余奥氏体。S-04 钢试样 中 α'相与 γ 相的 X 射线主衍射峰强度比在热处理前为 7.34,热处理后为 7.52;S-04 钢试样中 α'相与 γ 相的 X 射线次衍射峰强度比在热处理前为 2.26,热处理后为 3.79。不难发现,热处理后的数值均较热处理前高。 结合试样显微组织的 SEM 形貌可知,热处理工艺能够减少成形件中残余奥氏体的含量。这是由于固溶处 理使得经非扩散相变形成的奥氏体发生回复和再结晶,降低了奥氏体缺陷密度并促使其向马氏体转变^[16]。





Fig. 7 XRD patterns of S-04 steel specimens before and after heat-treatment

在实验最优参数下,成形的 S-04 钢试样经热处理前后的显微组织分别如图 8、9 所示。由图 8(a)、(b)可 知,成形态试样呈现 SLM 特有的多层堆积特征,在成形态试样的水平面上可观察到呈 90°交错的激光熔覆 线条,在试样竖直面上可观察到呈半椭圆形的熔池。尽管试样致密度达到 99.791%,但试样上相邻沉积层间 少量的未熔合缝隙及气孔仍可被观察到。此外,由图 8(b)可以发现,熔池的深度存在一定波动,因此图 8(a) 中试样水平面上激光熔覆线条的宽度也在不断发生变化。图 8(c)、(d)是成形态试样的 SEM 照片,可以看 到细长板条状 α'马氏体束平行排列,并呈现明显的表面浮突状,残余 γ 奥氏体分布于板条状 α'马氏体束之 间。图 9(a)、(b)为最优参数下成形 S-04 钢试样经热处理后的金相组织。在热处理过程中,试样组织发生 了固相扩散和再结晶,试样成分及组织变得更为均匀,多层堆积特征已经消失。热处理后试样的 SEM 照片 如图 9(c)、(d)所示。由图可知,热处理后试样的 α'马氏体仍保持板条状,其宽度与成形态 α'马氏体无较大 差异,但数量明显增多,表面浮突更加明显;热处理后试样的 γ 残余奥氏体数量显著下降。这些结果与 XRD 测试结果相符合。此外,与成形态 S-04 钢相比,热处理后的试样包含了一定数量的弥散分布于 α'马氏体晶 界处和 γ 残余奥氏体内部的细小二次相,这是研究所采用的标准热处理环节中的时效过程造成的。



图 8 最优实验参数下 S-04 钢试样的照片。(a)水平面和(b)竖直面上的 OM 照片;(c)水平面和(d)竖直面上的 SEM 照片 Fig. 8 Micrographs of S-04 steel specimens under the optimal experimental parameters. OM images on (a) horizontal and (b) vertical sections; SEM images on (c) horizontal and (d) vertical sections



图 9 最优实验参数下 S-04 试样热处理后的照片。(a)水平面和(b)竖直面上的 OM 照片; (c)水平面和(d)竖直面上的 SEM 照片

Fig. 9 Micrographs of heat-treated S-04 steel specimens under the optimal experimental parameters. OM images on (a) horizontal and (b) vertical sections; SEM images on (c) horizontal and (d) vertical sections

3.3 热处理前后 S-04 钢试样的力学性能分析

在实验最优参数下, S-04 钢试样及其热处理后的显微硬度分布如图 10 所示。可以看出,成形态试样水 平面和竖直面的显微硬度值分布均匀;显微硬度并未表现出明显的各向异性,维氏硬度平均值为 304。热处 理试样水平面和竖直面的显微硬度值波动增大,这可能与研究所采用的标准热处理环节中的时效过程有关。 在时效过程中,第二相粒子倾向于沿板条马氏体晶界形成,致使马氏体晶界处的硬度较马氏体晶粒内部大。 因为热处理减少了试样的残余γ奥氏体并增加了 α′马氏体,热处理后试样显微硬度值明显高于成形态试样, 维氏硬度平均值达到 386。



图 10 成形态 S-04 钢试样及其热处理后的显微硬度分布。(a)水平面上;(b) 竖直面上 Fig. 10 Microhardness distribution of S-04 steel specimens before and after heat-treatment. (a) On horizontal section; (b) on vertical section

表 3 列出了热处理前后实验最优参数下成形 S-04 钢试样的拉伸性能,其中断后延伸率可表征试样的塑性。热处理前后 S-04 钢拉伸试样的应力-应变曲线如图 11 所示,由图可知热处理后成形件的常温拉伸性能 较成形态 S-04 钢试样高。热处理增加了 S-04 钢试样 α′马氏体的含量,促进了第二相粒子的析出,消除了试 样的残余应力,使试样强度和塑性得到了提高^[17]。



	表 3	热处理前后 S-	04 钢试样的	」拉伸性能		
Table 3	Tensile performa	ance of S-04 stee	l specimens	before and	after	heat-treatment



Fig. 11 Stress-strain curves of S-04 steel tensile specimens (a) before and (b) after heat-treatment

图 12 为热处理前后 S-04 钢试样室温下拉伸的 SEM 断口形貌,可以看出两种试样的断裂机制均为韧性 断裂。其中成形态拉伸试样断口处存在分布较离散的圆形韧窝,深度较浅。相比之下,热处理后试样断口处 的圆形韧窝深度更大,且分布更密集。这极有可能是热处理过程中试样组织弥散细化以及细小而分布均匀 的二次相粒子析出提高了 S-04 钢试样的塑性导致的^[17]。另外,成形态和热处理拉伸试样断口处可以看到 少量空隙,这可能是 SLM 成形 S-04 钢拉伸试样时扫描线长较大造成的。较大的扫描线长会增大相邻扫描 线间的时间间隔,使前道扫描熔覆线冷却时间较长,从而使得后道扫描熔覆线热能量散失较快,因此后道熔 池变小,进而造成熔池搭接不良形成空隙。这些空隙的存在降低了成形零件的力学性能,不同尺寸、不同扫 描线长的优化参数窗有待进一步研究。



图 12 S-04 钢拉伸试样热处理(a)前、(b)后的的断口形貌 Fig. 12 Fracture morphologies of S-04 steel tensile specimens (a) before and (b) after heat-treatment

4 结 论

通过实验获得了 SLM 成形 S-04 钢零件的最优工艺参数为:激光功率 360 W,切片厚度 40 μm,扫描间 距 0.10 mm,扫描速度 800 mm/s。在该最优参数下获得的成形件致密度为 99.791%,且热处理前后 S-04 钢 试样的物相组成相同。成形态 S-04 钢试样呈现 SLM 特有的多层堆积特征,但热处理后多层堆积特征消失; 成形态 S-04 钢试样的板条状 α'马氏体束呈平行排列,具有明显的表面浮突状,板条状 α'马氏体之间分布着 残余 γ 奥氏体;热处理后试样的 α'马氏体仍保持板条状,但数量明显增多,表面浮突更加明显。在实验最优 2003,15(6): 38-41.

参数下,S-04钢试样热处理后的平均显微硬度及力学性能均有提升;热处理前后 S-04钢拉伸试样的断裂机制均为韧性断裂。

参考文献

1 Ding Yali. Strengthening mechanism of S-04 maraging stainless steel[D]. Beijing: Central Iron & Steel Research Institute, 2002: 1-7.

丁雅莉. S-04 钢强韧化机理的研究[D]. 北京:钢铁研究总院, 2002: 1-7.

- 2 Ding Yali, Su Jie, Chen Jiayan, et al. Thermodynamic calculation of precipitates and optimization of strengthening technology of maraging stainless steel S-04[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2003,15(6): 38-41.
 丁雅莉,苏杰,陈嘉砚,等. S-04 马氏体时效不锈钢析出相的热力学计算及强化工艺的优化[J].钢铁研究学报,
- 3 郭建明,夏建忠.高强度马氏体不锈钢铸件的铸造[J].铸造设备与工艺,2010(2):32-33.
- 4 Li Huaixue, Gong Shuili, Sun Fan, et al. Development and application of laser additive manufacturing for metal component[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2012(20): 26-31.
- 李怀学, 巩水利, 孙 帆, 等. 金属零件激光增材制造技术的发展及应用[J]. 航空制造技术, 2012(20): 26-31.
- 5 Wei K W, Gao M, Wang Z W, *et al*. Effect of energy input on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted AZ91D magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 611: 212-222.
- 6 Ma M M, Wang Z M, Gao M, et al. Layer thickness dependence of performance in high-power selective laser melting of 1Cr18Ni9Ti stainless steel[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2015, 215: 142-150.
- 7 Averyanova M, Bertrand P, Verquin B. Studying the influence of initial powder characteristics on the properties of final parts manufactured by the selective laser melting technology[J]. Virtual and Physical Prototyping, 2011, 6(4): 1-9.
- 8 Murr L E, Martinez E, Hernandez J, *et al*. Microstructures and properties of 17-4 PH stainless steel fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2012, 1(3): 167-177.
- 9 Casalino G, Campanelli S L, Contuzzi N, et al. Experimental investigation and statistical optimisation of the selective laser melting process of a maraging steel[J]. Optics and Laser Technology, 2015, 65: 151-158.
- 10 ASTM Committee E28 on Mechanical Testing. Standard test methods for tension testing of metallic materials[S]. West Conshohocken: ASTM International, 2016: 3-4[2016-08-01].
- 11 Yadroitsev I, Smurov I. Selective laser melting technology: From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape[C]. Physics Procedia, 2010, 5: 551-560.
- 12 Li R D, Liu J H, Shi Y S, et al. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2012, 59(9-12): 1025-1035.
- 13 Zhao R W, Liu T Q, Zhao X Q. Effect of Q-P-T process on the microstructure and mechanical properties of 300 M steel [C]. Materials Science Forum, 2013, 749: 287-293.
- 14 Wang Di, Yang Yongqiang, He Xingrong, et al. Fiber laser selective melting of 316 L 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.
- Cui Zhongqi, Tan Yaochun. Metallography and heat treatment[M]. Beijing: China Machine Press, 2007: 248-258.
 崔忠圻, 覃耀春. 金属学与热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2007: 248-258.
- Gui Bingchang, Yang Zhuoyue, Jiang Yehua, et al. Effect of solution temperature on mechanical properties of corrosion-resistant maraging steel[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2012, 24(7): 45-48.
 桂兵昌,杨卓越,蒋业华,等.固溶处理温度对耐蚀马氏体时效钢力学性能的影响[J].钢铁研究学报, 2012, 24(7): 45-48.
- 17 Decker R F, Eash J T, Goldman A J. 18% nickel maraging steel[J]. ASM Transactions Quarterly, 1962, 55: 58.