

激光与光电子学进展

SLM 成形参数对 18Ni-300 模具钢致密度的影响

吴仔洋^{1,2}, 孙振忠^{1*}, 王皓亮¹, 宋成浩¹, 劳长石², 林路平²¹东莞理工学院机械工程学院, 广东 东莞 523808;²深圳大学机电与控制工程学院, 广东 深圳 518061

摘要 为研究选区激光熔融(SLM)技术成形试样的工艺参数对试样致密度及微观孔洞的影响规律,设计了正交试验方案对 SLM 成形的 18Ni-300 马氏体时效钢进行分析和讨论。从 SLM 成形工艺参数的三个维度(激光功率、扫描速度和扫描间距)出发,基于灰度理论研究了成形件的致密度,得到致密度与体能量密度的对应关系,并对材料的微观孔洞进行分析。结果表明:当体能量密度在 30~50 J/mm³时,材料致密度偏低,且在该范围内提高体能量密度能极大提升材料的致密度,将体能量密度保持在 50~150 J/mm³能得到较高致密度的试样;随着致密度的提升,试样内部的孔洞逐渐变小,形状也变得规则,当致密度达到 99% 后,会得到形状规则的微小孔洞;改变工艺参数范围可以得到合适致密度的试样。

关键词 材料; 18Ni-300 马氏体时效钢; 致密度; 能量密度; 微观孔洞

中图分类号 TG142.1

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP202259.1716001

Effect of SLM Forming Parameters on Relative-Density of 18Ni-300 Die Steel

Wu Ziyang^{1,2}, Sun Zhenzhong^{1*}, Wang Haoliang¹, Song Chenghao¹,Lao Changshi², Lin Luping²¹College of Mechanical Engineering, Dongguan University of Technology, Dongguan 523808, Guangdong, China;²College of Mechatronics and Control Engineering, Shenzhen University, Shenzhen 518061, Guangdong, China

Abstract This study investigates the effect of process parameters on the relative density and microscopic pores of samples formed using selective laser melting (SLM) technology. To analyze and discuss the 18Ni-300 maraging steel, an orthogonal experimental scheme is designed. With the three-dimensional SLM forming process parameters (laser power, scanning speed, and hatch spacing), the relative density of printed parts is studied and analyzed based on the gray theory, the corresponding relationship between the relative density and volume energy density is obtained, and the microstructure and holes of the material are analyzed. The results show that when the volume energy density is 30–50 J/mm³, the relative density is low. In addition, increasing the volume energy density within this range can significantly improve the relative density of the material and keeping the volume energy density at 50–150 J/mm³ can achieve high relative density. With increasing relative density, the holes in the sample gradually becomes smaller and its shape becomes regular. When the relative density reaches 99%, the tiny holes with a regular shape are obtained. The samples with high or low density can be obtained by changing the range of process parameters.

Key words materials; 18Ni-300 maraging steel; relative-density; energy density; microscopic pore

1 引言

当前我国高端模具供不应求,高精度和复杂程度的模具生产困难,这些都制约着模具制造行业的发展^[1]。相比传统制造技术,基于层层加工的增材制造技术(3D 打印)具有可自由设计、生产周期短等优势,引起了学术界和工业界的广泛关注^[2-3]。增材制造技

术有诸多传统制造技术无法媲美的优点,如自由设计和制造、功能集成优势、个性化定制和快速制造、材料和资源利用率高、无污染^[4-5]。

选区激光熔融(SLM)技术^[6-7]属于增材制造技术的一种,是典型的金属增材制造方法,其基本原理是在选区激光烧结(SLS)^[8]技术的基础上发展而来的^[9]。利用高能激光束使金属粉末熔化后迅速凝固,然后自

收稿日期: 2021-12-01; 修回日期: 2021-12-09; 录用日期: 2021-12-24

基金项目: 广东省科技计划(2017B090911015)

通信作者: *sunzz@dgut.edu.cn

下而上逐层成形实体零件^[10-11],成形的零件复杂度高、工艺简单,特别适合形成具有复杂冷却水路的高性能模具零件。马氏体时效钢是以无碳或超低碳铁镍马氏体为基体,通过时效强化作用产生的高强度和高韧性钢种^[12]。增材制造随形冷却模具是马氏体时效钢在传统制造业的一大典型应用,但现阶段对模具增材制造的研究主要集中在铸造模具和注塑模具等方面,受机械力学性能的限制,针对锻模和挤压模具的增材制造应用相对较少^[13]。夏玉峰等^[14]利用增材制造技术对失效的热锻模具进行修复,推动了该项技术的发展。人们对用 SLM 技术制造的 18Ni-300 马氏体时效钢材料进行分析,但缺乏对该材料致密度的系统性研究,如马氏体时效钢在增材制造技术应用过程中极易出现孔隙,使材料的延伸率有所降低,这也是后续需要突破的一个难点^[15]。研究成形工艺参数、改善工艺可以提高成形件的致密度,从而提升其力学性能。同时,致密度低的试样有利于增加材料的透气性,提高注塑成型制件的质量,因此研究致密度较低的马氏体时效钢也具有重要意义,但若不能及时排出注塑生产过程中产生的气体,也会对注塑成型制件的质量产生影响。

本文从三个主要成形工艺参数出发,采用正交试验方法,基于灰色理论系统地研究工艺参数与致密度的关系,得到不同成形工艺参数范围内致密度对应的体能量密度范围与变化规律,并从微观组织上分析不同工艺参数组合下的孔洞形状和大小。试验结果表明,该研究可通过控制成形参数、计算试样的体能量密度实现致密度可控,得到所需致密度的 SLM 制件。

2 试验方法

试验研究的 SLM 工艺参数包括激光功率、扫描速度和扫描间距。所有样品的制作均使用 EOS M290 金属 3D 打印机,铺粉层的厚度为 40 μm,打印策略为正交层错扫描方式,金属粉末采用真空熔炼氩气雾化的 18Ni-300 马氏体时效钢粉,粒度范围为 15~53 μm,颗粒平均粒径约为 33 μm。

首先,确定打印方案并打印成形件。采用三因素九水平正交表 L63(9³)设计正交试验,选定的成形参数:激光功率 P 的取值范围为 150~350 W,增量为 25 W;扫描速度 v 的取值范围为 500~1300 mm/s,增量为 100 mm/s;扫描间距 h 的取值范围为 0.06~0.12 mm,增量为 0.01 mm。

然后,进行致密度测量,测试方法依据国际标准 ASTM B962-8 使用阿基米德原理的压实或烧结粉末冶金 (PM) 产品密度的标准试验方法,得到的试样致密度可表示为

$$R_d = \frac{m_1 \rho_w}{m_1 - m_2} \times \frac{1}{D} \times 100\%, \quad (1)$$

式中: m_1 为试样在空气中的质量; m_2 为试样在水中的

湿重; D 为试样的理论密度,试验中取 8.1 g/cm³; ρ_w 为水的密度,单位为 g/cm³。体能量密度是指在打印过程中,单位体积上金属粉末从激光器获得的能量,单位为 J/mm³,可表示为

$$Q = \frac{P}{vhd}, \quad (2)$$

式中: P 为激光器的激光功率,单位为 W; v 为激光的扫描速度,单位为 mm/s; h 为激光扫描间距,单位为 mm; d 为铺粉层厚,试验中取 40 μm。

3 结果与讨论

3.1 致密度的计算结果分析

根据正交试验方案打印出的正方体成形试样如图 1 所示。试样通过支撑体粘在基板上,用线切割机将样品切割下来,然后按照国际标准测量每个试样的致密度。图 2 为所有试样在三维立体空间(由激光功率、扫描速度、扫描间距组成)中的致密度分布情况。可以发现,这些试样均匀分布在空间中:形状较大的点表示试样致密度大于 99% 的高致密度工艺参数组合,共 9 个试样;形状较小的点表示致密度小于 97% 的低致密

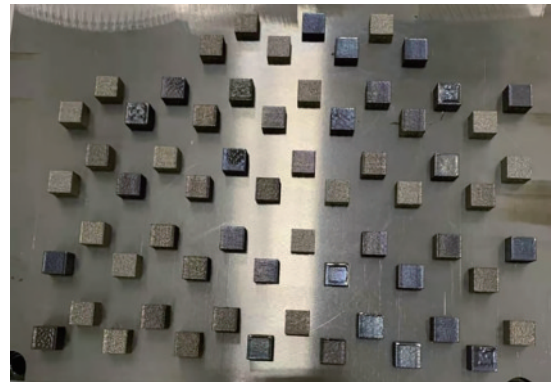


图 1 成形试样

Fig. 1 Forming sample

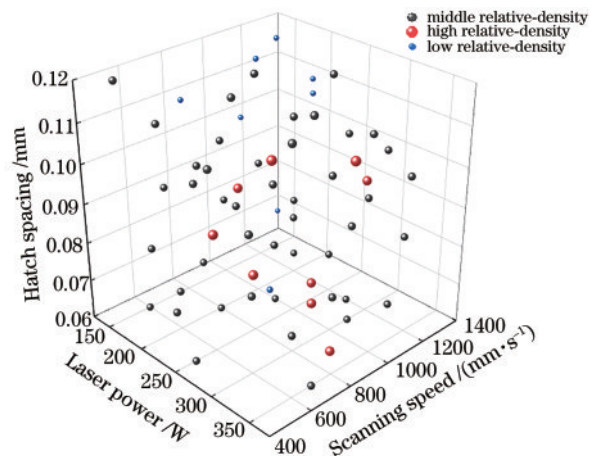


图 2 三维空间中试样的致密度分布

Fig. 2 Relative-density distribution of the sample in three-dimensional space

度工艺参数组合,共 8 个试样;其余试样均为致密度在 97%~99% 之间的工艺参数组合。图 3(a)为试样在激光功率和扫描间距组成的平面内的投影。可以发现:高致密度的试样大部分分布在激光功率 250 W 以上以及扫描间距 0.09 mm 以下的参数范围中,如图中右下角的矩形框区域;低致密度试样大部分分布在扫描间距 0.10 mm 以上以及激光功率 225 W 以下的参数范围中,如图中左上角的矩形框区域。图 3(b)为试样在扫描速度和扫描间距组成的平面内的投影。可以发现:扫

描速度大于 1000 mm/s 时,致密度在 97% 以下的试样明显更多,如图中右上角的矩形框区域;大部分致密度在 99% 以上的试样均分布在扫描速度 1000 mm/s 以下的范围中,如图中左下角的矩形框区域。这表明:若想得到高致密度的试样,激光功率应选择 250 W 以上,扫描速度应选择在 1000 mm/s 以下,扫描间距不应超过 0.09 mm;反之,若想得到致密度较低、透气性较好的试样,激光功率的取值范围应为 150~225 W,扫描速度应大于 1000 mm/s,扫描间距应大于 0.09 mm。

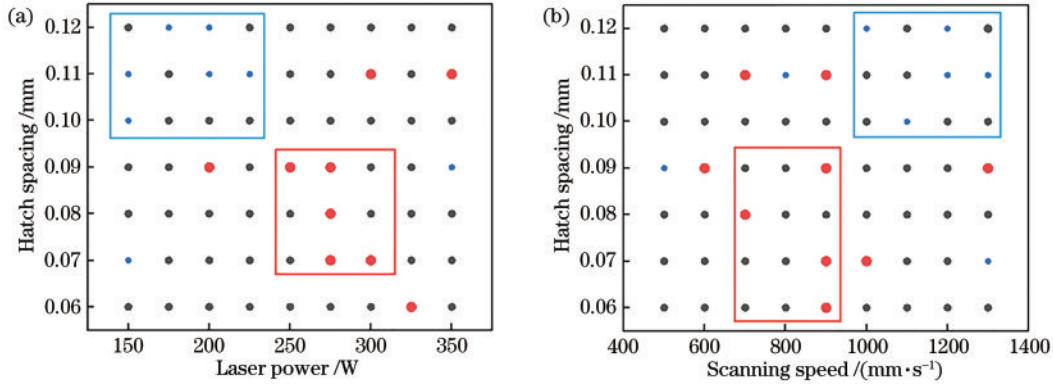


图 3 试样在三维空间中的平面投影。(a)激光功率和扫描间距;(b)扫描速度和扫描间距

Fig. 3 Plane projection of the sample in three-dimensional space. (a) Laser power and hatch spacing; (b) scanning speed and hatch spacing

3.2 灰度理论分析

根据正交试验方法增材制造的样品测量致密度结果,基于灰色系统理论对样品致密度进行灰色关联度分析,以量化各工艺参数对致密度的影响程度。首先,采用望大特性的计算公式对致密度进行归一化处理,可表示为

$$y_i(n) = \frac{x_i(n) - \min[x_i(n)]}{\max[x_i(n)] - \min[x_i(n)]}, \quad (3)$$

式中: $x_i(n)$ 为参考序列; $y_i(n)$ 为对比序列; i 为试验组数。

归一化处理的实质就是对试验数据进行无量纲化

处理,以便对致密度进行对比和分析。对数据进行归一化处理后即可进行灰色关联系数(GRC)的计算,可表示为

$$\lambda [x_i(n), y_i(n)] = \frac{\Delta_{\min} + \xi \cdot \Delta_{\max}}{\Delta(n) + \xi \cdot \Delta_{\max}}, \quad (4)$$

式中: $\Delta(n)$ 为参考序列和比较序列之差的绝对值,又称为偏差序列; Δ_{\max} 为偏差序列的最大值; Δ_{\min} 为偏差序列的最小值; ξ 为分辨系数,一般取为 0.5。

因响应目标仅致密度一个指标,故灰色关联系数(GRC)即为灰色关联度(GRG),根据灰色关联度的计算结果对使用不同参数打印的试样致密度进行分析。各工艺参数与灰色关联度的关系如图 4 所示,其中,灰

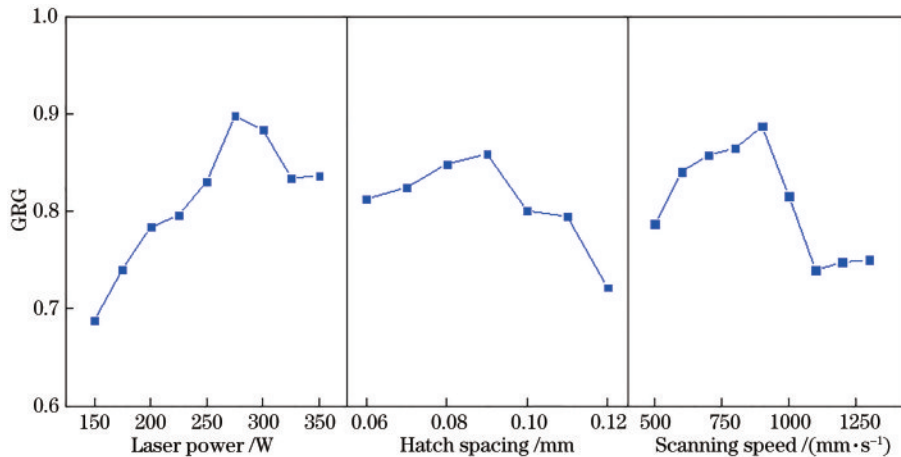


图 4 各工艺参数对致密度的影响

Fig. 4 Influence of various process parameters on relative-density

色关联度越大,表示试样致密度越高。可以发现,随着激光功率、扫描间距及扫描速度的逐渐增大,试样致密度均呈先增大后减小的趋势,且激光功率的变化最明显,即试样致密度的波动幅度随激光功率的增加变化最大,随扫描间距的增加变化最小。三个工艺参数中,激光功率对试样致密度的影响最大,扫描速度次之,扫描间距对致密度的影响最小。在激光功率为 275 W、扫描间距为 0.09 mm、扫描速度为 900 mm/s 处可取得灰色关联度最大的点,即该点的致密度最高。

3.3 致密度与体能量密度

分析完试样的致密度后,计算其体能量密度并分析致密度与体能量密度之间的关系,得到不同参数组合试样的体能量密度与致密度的关系如图 5 所示。可以发现:当成形试样的体能量密度较低时,试样相对密度也低,体能量密度从 30 J/mm^3 增加到 50 J/mm^3 时,试样致密度从 88% 增加到了 98%,增加了 10%。该范围内的体能量密度过低,输入金属粉末的激光能量严重不足,产生许多球化颗粒,液相无法正常填充球化颗粒间的缝隙,随后在球化颗粒间产生气孔或凹坑,导致试样致密度降低,此时,随着体能量密度的增加试样致密度迅速增加。当体能量密度增加到一定程度后,试样致密度提升到 98% 左右,继续增加体能量密度,试样致密度无明显提升,并在一定范围内波动。试样致密度在体能量密度为 $50 \sim 130 \text{ J/mm}^3$ 范围时在 97%~99% 之间上下波动,呈现锯齿状分布。当体能量密度继续增大,超过 150 J/mm^3 后,试样致密度又开始逐渐降低。综上所述,试样体能量密度保持在 $50 \sim 150 \text{ J/mm}^3$ 时能得到相对较高的致密度,将试样的体能量密度设定在 $30 \sim 50 \text{ J/mm}^3$ 范围可得到致密度在 88%~98% 范围内的试样。

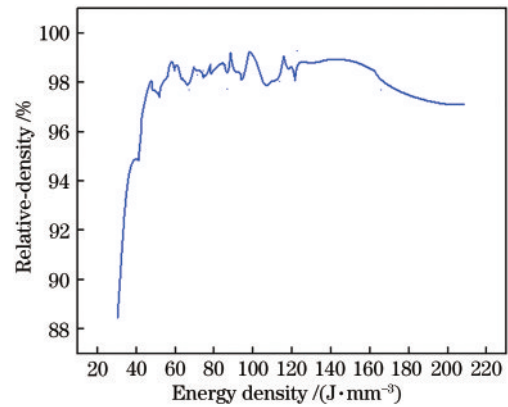


图 5 不同参数组合试样的体能量密度与致密度

Fig. 5 Volume energy density and relative-density of samples with different parameter combinations

3.4 微观孔洞

分析试样致密度与体能量密度后,对试样进行微观组织及孔洞分析,进一步研究不同工艺参数组合的体能量密度对 SLM 成形马氏体时效钢试样致密度的影响,得到不同体能量密度下的微观孔洞如图 6 所示。其中, R_d 为试样的致密度, Q 为试样的体能量密度。从图 6(a)~图 6(c) 可以发现:在试样体能量密度较低时,试样孔洞较多且尺寸较大,此时,试样的致密度也较低;当体能量密度从 33.38 J/mm^3 提升到 42.61 J/mm^3 后,试样的孔洞数量明显变少且尺寸变小,试样致密度从 88.47% 增加到了 95.77%。从图 6(d)~图 6(f) 可以发现:在试样体能量密度为 $100 \sim 120 \text{ J/mm}^3$ 时,致密度为 98%~99% 左右,影响试样致密度的主要因素不再是体能量密度,而是具体的工艺参数;当试样致密度达到 99% 后,孔洞在低倍显微镜下已很难见到,孔洞较为微小;当试样体能量密度增加到近 200 J/mm^3

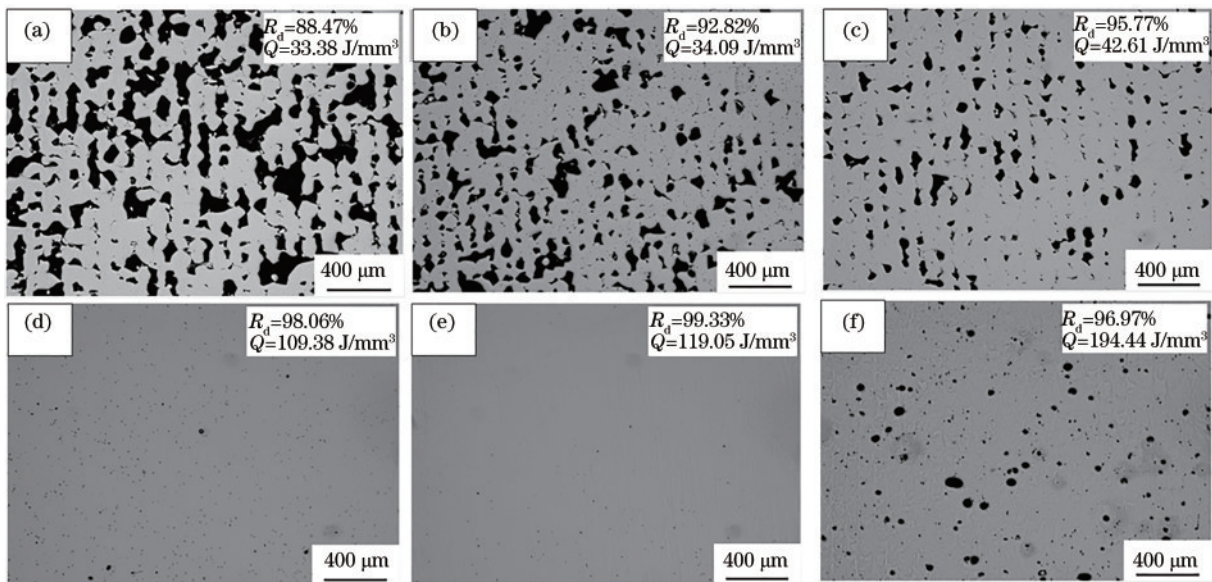


图 6 不同体能量密度下的微观孔洞图。(a)~(c)低致密度试样;(d)~(f)高致密度试样

Fig. 6 Microscopic pore diagram under different energy density. (a)~(c) Low relative-density sample; (d)~(f) high relative-density sample

时,试样又开始出现较多且尺寸较大的孔洞,导致试样致密度降低。综上所述,过低或过高的体能量密度都会使试样在打印过程中产生较多孔洞,导致试样致密度降低,但试样的透气性能会增加,可根据需要将 SLM 成形试样的体能量密度保持在不同的范围区间得到相应致密度的试样。

为了进一步分析微观孔洞的大小及形状,在电子扫描显微镜下进行观察分析,图 7 为不同致密度试样的孔洞形状和大小情况。图 7(a)~图 7(d)为较低致密度的 SLM 马氏体时效钢试样的孔洞。可以发现,在致密度较低的情况下,试样成形过程中会产生许多尺寸很大的孔洞,且孔洞的形状也不规则,不是一般的圆形孔洞,特别是在图 7(a)中,熔化的粉末冷却凝固后形

成的基体断断续续,金属基体间的孔隙呈现沟壑状,将基体分割开。当致密度提高至 92.82% 后,可以看到零散分布的较大孔隙,形状也是很不规则,但相比图 7(a)中的试样连续性好了很多,如图 7(b)所示。当致密度继续提升到 95.77% 后,试样的孔洞尺寸仍然很大,最大尺寸在 69.7 μm 左右,但孔洞的数量却少了,如图 7(c)和图 7(d)所示。图 7(e)~图 7(h)为试样致密度为 96.97% 和 99.33% 时的孔洞大小形状及分布情况。对比图 7(c)和图 7(d)可以发现,当致密度提升到 99.33% 时,试样孔洞数量减少了很多,孔洞形状也开始变成规则的圆形或椭圆形,孔洞数量和尺寸均有所减小。从图 7(f)可以发现,孔洞直径最大值 D_{Max} 仍有 47.2 μm 。当致密度提升到 99.33% 以后,孔

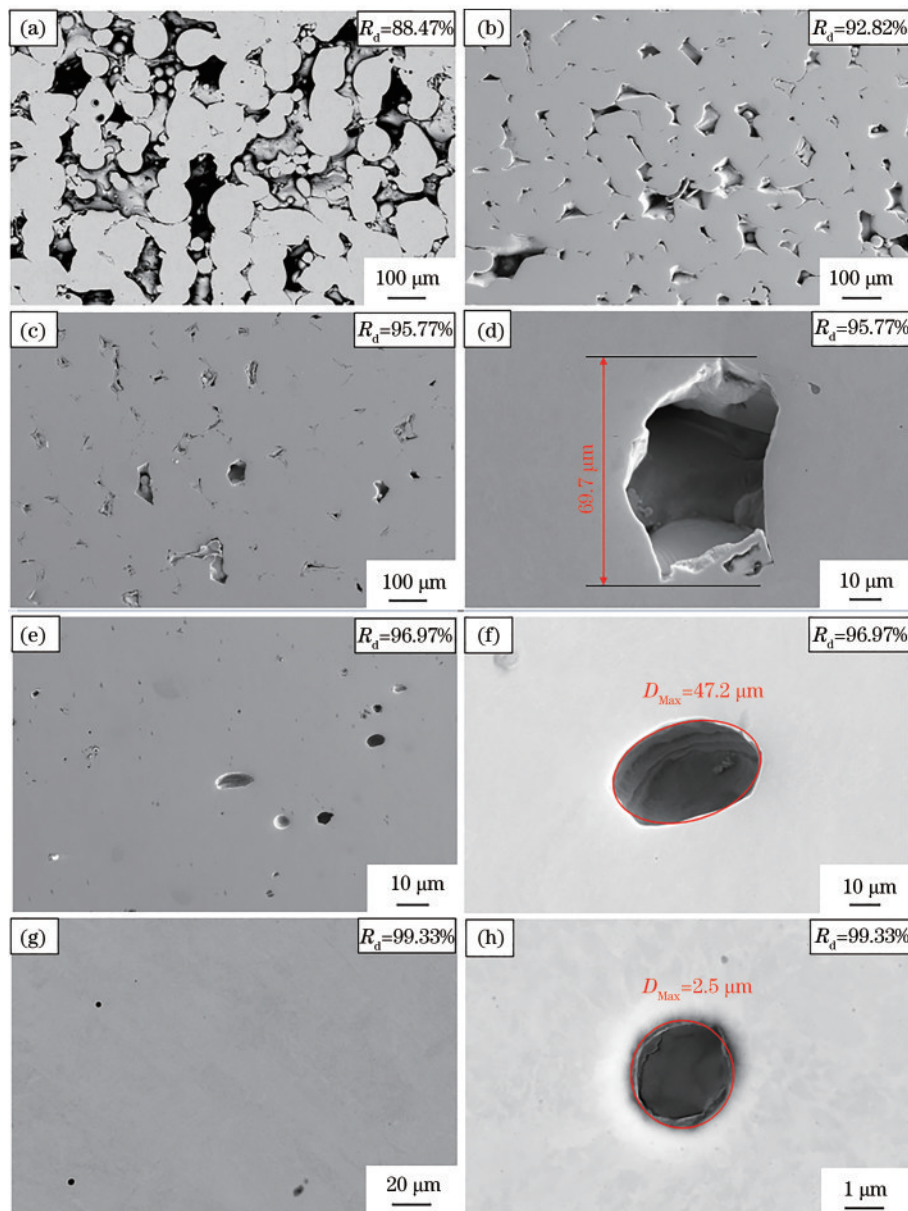


图 7 不同致密度试样的孔洞形状和大小。(a)~(d)低致密度试样;(e)~(h)高致密度试样

Fig. 7 Pore shapes and sizes of samples with different relative density. (a)~(d) Low relative-density sample; (e)~(h) high relative-density sample

洞的数量和大小进一步减小,孔洞变得极为微小,直径约为 $2.5\ \mu\text{m}$,如图 7(h)所示。

不规则大尺寸孔隙主要是由 SLM 打印过程中的球化现象产生,球化现象是 SLM 成形过程中的常见缺陷,主要由熔池润湿性差、金属液滴飞溅导致^[16]。体能量密度过低的情况下,单位体积粉末获取到的激光能量不足,金属粉末无法完全熔化,未完全融化的粉末被包裹在液相金属中,导致熔池润湿性差,形成黏度大的球体。体能量密度过高时,金属粉末会被完全熔化,但粉末摄取能量过多又会导致熔池极其不稳定,部分金属液相发生溅射,溅射过程中会冷却凝固,再落到熔池中形成球状颗粒。这两种情况都会导致 SLM 成形过程中产生严重的球化现象,这种球化颗粒聚在一起时,在颗粒之间会形成密闭的空间导致粉末无法及时进行填充,经过层层累积形成各种各样奇形怪状的大尺寸孔洞。球化现象越严重,球化颗粒就越多,孔洞数量也越多。当体能量密度适中时,产生的孔洞不再是奇形怪状,而是较为规则的球形,且尺寸也较小,原因是此时产生的孔洞也叫气孔,是打印过程中熔池内残留的保护气体造成的,由于熔池冷却速度非常快,熔池彻底凝固前气体无法排出则会在金属内部形成微小的球形或近球形孔洞,如图 7(e)~图 7(h)所示。

4 结 论

从成形参数中的激光功率、扫描速度和扫描间距三个维度出发,设计正交试验打印试样对试样致密度进行了系统性的研究,研究结果如下。

1) 随着成形工艺参数的不断增大,试样致密度都遵循先增大后减小的规律,其中激光功率对试样致密度的影响最大。将激光功率保持在 $250\sim 325\ \text{W}$ 、扫描速度保持在 $700\sim 1000\ \text{mm/s}$ 、扫描间距保持在 $0.06\sim 0.09\ \text{mm}$ 可以得到致密度较高的试样。

2) 通过灰色关联分析法得出致密度最高的工艺参数组合:激光功率为 $275\ \text{W}$;扫描间距为 $0.09\ \text{mm}$;扫描速度为 $900\ \text{mm/s}$ 。

3) 将体能量密度保持在 $50\sim 150\ \text{J/mm}^3$ 设计工艺参数组合可提高试样致密度,将其保持在 $30\sim 50\ \text{J/mm}^3$ 会得到致密度较低的试样,且在该范围内提升体能量密度会显著增大试样的致密度。

4) 随着致密度的提升,试样的孔洞形状由不规则变为规则,孔洞尺寸变小、数量变少;当致密度提升至 99.33% 后,孔洞尺寸变为微米级别大小。

参 考 文 献

- [1] 李平舟. 汽车冲压模具高端技术撬动市场挺进未来[J]. 精密成形工程, 2015, 7(2): 83-88.
Li P Z. The high-end technology of automobile stamping die moves the market into the future[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2015, 7(2): 83-88.
- [2] Emmelmann C, Kranz J, Herzog D, et al. Laser additive manufacturing of metals[M]//Schmidt V, Beleggrats M R. Laser technology in biomimetics. Biological and medical physics, biomedical engineering. Heidelberg: Springer, 2013: 143-162.
- [3] Herzog D, Seyda V, Wycisk E, et al. Additive manufacturing of metals[J]. Acta Materialia, 2016, 117: 371-392.
- [4] Huang S H, Liu P, Mokasdar A, et al. Additive manufacturing and its societal impact: a literature review [J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2013, 67(5/6/7/8): 1191-1203.
- [5] Berman B. 3-D printing: the new industrial revolution[J]. Business Horizons, 2012, 55(2): 155-162.
- [6] 杨永强, 刘洋, 宋长辉. 金属零件 3D 打印技术现状及研究进展[J]. 机电工程技术, 2013, 42(4): 1-8.
Yang Y Q, Liu Y, Song C H. The status and progress of manufacturing of metal parts by 3D printing technology [J]. Mechanical & Electrical Engineering Technology, 2013, 42(4): 1-8.
- [7] 曾光, 韩志宇, 梁书锦, 等. 金属零件 3D 打印技术的应用研究[J]. 中国材料进展, 2014, 33(6): 376-382.
Zeng G, Han Z Y, Liang S J, et al. The applications and progress of manufacturing of metal parts by 3D printing technology[J]. Materials China, 2014, 33(6): 376-382.
- [8] 文世峰, 季羨泰. 激光选区烧结技术的研究现状及应用进展[J]. 苏州市职业大学学报, 2018, 29(1): 26-31, 71.
Wen S F, Ji X T. Review on research and application of selective laser sintering technology[J]. Journal of Suzhou Vocational University, 2018, 29(1): 26-31, 71.
- [9] 鲁中良, 史玉升, 刘锦辉, 等. 间接选择性激光烧结与选择性激光熔化对比研究[J]. 铸造技术, 2007, 28(11): 1436-1441.
Lu Z L, Shi Y S, Liu J H, et al. Comparisons of indirect selective laser sintering with selective laser melting[J]. Foundry Technology, 2007, 28(11): 1436-1441.
- [10] 林辉, 杨永强, 张国庆, 等. 激光选区熔化医用钴铬钼合金的摩擦性能[J]. 光学学报, 2016, 36(11): 1114003.
Lin H, Yang Y Q, Zhang G Q, et al. Tribological performance of medical CoCrMo alloy fabricated by selective laser melting[J]. Acta Optica Sinica, 2016, 36(11): 1114003.
- [11] 褚夫众, 张曦, 黄文静, 等. 选区激光熔化铝合金缺陷的形成机制和对力学性能的影响: 综述[J]. 材料导报, 2021, 35(11): 11111-11119.
Chu F Z, Zhang X, Huang W J, et al. The formation mechanism and effect on mechanical properties of defects of aluminum alloy by selective laser melting: a review[J]. Materials Reports, 2021, 35(11): 11111-11119.
- [12] 尹航, 李金许, 宿彦京, 等. 马氏体时效钢的研究现状与发展[J]. 钢铁研究学报, 2014, 26(3): 1-4, 9.
Yin H, Li J X, Su Y J, et al. Current situation and development of maraging steel[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2014, 26(3): 1-4, 9.
- [13] 刘江伟, 国凯, 王广春, 等. 金属基材料激光增材制造材料体系与发展现状[J]. 激光杂志, 2020, 41(3): 6-16.

- Liu J W, Guo K, Wang G C, et al. Materials and development states of laser additive manufactured metal-based alloys[J]. Laser Journal, 2020, 41(3): 6-16.
- [14] 夏玉峰, 滕海灏, 廖海龙, 等. 热锻模具电弧增材再制造技术研究进展[J]. 材料热处理学报, 2021, 42(8): 1-13.
- Xia Y F, Teng H H, Liao H L, et al. Research progress of wire arc additive remanufacturing technology for hot forging die[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2021, 42(8): 1-13.
- [15] 刘森. 增材制造适用材料及产品机械性能研究[J]. 科技创新与应用, 2021, 11(17): 57-59.
- Liu S. Study on mechanical properties of additive manufacturing materials and products[J]. Technology Innovation and Application, 2021, 11(17): 57-59.
- [16] Gu D D, Shen Y F. Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: metallurgical mechanisms and control methods[J]. Materials & Design, 2009, 30(8): 2903-2910.