

SLM 成形 17-4PH 高强钢组织与性能研究

王海霖¹ 赵占勇¹ 白培康¹ 李晓峰¹ 李建民² 张 威² 苗华军²
[1.中北大学材料科学与工程学院; 2.太原钢铁(集团)有限公司技术中心]

摘 要 采用选择性激光熔化(SLM)成形技术制备了 17-4PH 高强钢,研究了激光功率和扫描间距对其组织和性能的影响,确定了最佳工艺参数,对试样组织进行表征同时对拉伸性能和断裂机制进行研究。结果表明,在激光功率为 165 W 时,由于激光能量密度低,粉末吸收能量较少,导致粉末存在未熔化区域;随着激光功率增加到 205 W 时,粉末吸收能量增多,导致出现球化现象,试样气孔增多;扫描间距对孔隙缺陷影响比扫描功率小。激光功率为 185 W 和扫描间距为 110 μm 时,试样气孔少,硬度(HV)达到 370。17-4PH 高强钢 SLM 成形微观组织主要由马氏体和奥氏体组成,沉淀硬化相为 ε-Cu,提高了材料的硬度;断口韧窝形状大小相似且尺寸较小,表明试样有较高的强度和良好的韧性。

关键词 17-4PH 高强钢;选择性激光熔化;微观组织;力学性能

中图分类号 TB331;TG143 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.12.022 **开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



Microstructure and Properties of SLM Formed 17-4PH High Strength Steel

Wang Hailin¹, Zhao Zhanyong¹, Bai Peikang¹, Li Xiaofeng¹, Li Jianmin², Zhang Wei², Miao Huajun²
[1.School of Materials Science and Engineering, North University of China;
2.Technology Center of Taiyuan Iron & Steel (Group) Co., Ltd.]

Abstract: Selective laser melting(SLM) was adopted to form 17-4PH high strength steel. The effects of laser power and scanning intervals on the microstructure and properties of the specimens were investigated to determine optimum technological parameters. The microstructure, tensile properties and fracture mechanism of the optimized specimens were analyzed. The results indicate that the low energy density of the laser leads to the unfused region due to the low energy absorption energy when the laser power is 165 W. When the laser power is increased to 205 W, the absorbed energy of the powder is increased, resulting in the spheroidization and increased porosity. The scanning interval has a poorer effect on pore defects than scanning power. When the laser power is 185 W and scanning spacing is 110 μm, the porosity distribution is reduced and the hardness value reaches 370 HV. The microstructure of 17-4PH high strength steel prepared by SLM is mainly composed of martensite and austenite with precipitation hardening phase of ε-Cu, which improves the hardness of the material. The shape of fracture dimples of tensile specimens is similar with small size, providing higher strength and good toughness.

Key Words: 17-4PH Stainless Steel, Selective Laser Melting, Microstructural Features, Mechanical Properties

17-4PH 高强钢为超低碳钢,依靠析出第二相使材料产生强化作用^[1],作为一种具有高强度和强耐腐蚀性的不锈钢材料,在医疗器械、化工、汽车制造、军工、航空

航天及核工业等方面有着广泛的应用。由于材料只能在低于 300 ℃ 下长期服役^[2,3],对于其性能要求更高,以及其沉淀硬化而产生的高硬度使得加工困难,传统的

收稿日期:2021-06-10;修改稿收到日期:2021-07-15
基金项目:山西省科技重大专项资助项目(20181101009)
第一作者简介:王海霖,女,1996 年出生,硕士研究生,太原(030051),E-mail:whj671424473@qq.com
通信作者:赵占勇,男,1986 年出生,副教授,太原(030051),E-mail:zhaozy@nuc.edu.cn
引用格式:王海霖,赵占勇,白培康,等. SLM 成形 17-4PH 高强钢组织与性能研究[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(12):1 559-1 563.
WANG H L, ZHAO Z Y, BAI P K, et al. Microstructure and properties of SLM formed 17-4PH high strength steel[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(12):1 559-1 563.

[12] 吴静,肖大武,李英雷,等.NiTi 形状记忆合金动态压缩力学行为的实验研究[A].中国力学学会爆炸力学实验技术专业组.第六届全国爆炸力学实验技术学术会议论文集[C].合肥,2010.

[13] 施绍裘,陈江瑛,董新龙,等.钛镍形状记忆合金冲击变形后形状记忆效应的研究[J].爆炸与冲击,2001,21(3):168-172.

[14] BELYAEV S, PETROV A, RAZOV A, et al. Mechanical properties of titanium nickelide at high strain rate loading[J]. Materials Science & Engineering, 2004, A378(1/2):122-124.

(编辑:刘卫)

高温加工工艺已经不能满足零件的加工,如铸造缺陷问题,给后续变形加工和热处理造成的难度较大,以及焊接的复杂零件易产生应力集中,因此采用选择性激光熔化(SLM)成形技术来解决成形问题。

SLM 成形技术利用激光束的热作用快速熔化冷却金属粉末,克服了传统技术制造具有复杂形状金属零件的难题^[4~6],但 SLM 成形热循环过程导致残余应力、形成裂纹、成形过程中发生飞溅,以及气孔的形成对力学性能或成形零件的表面粗糙度产生不利影响,同时在制造过程中存在各向异性、孔隙和分层等问题^[7~10]。近年来,通过对 SLM 成形参数(激光功率、扫描速度、扫描间距、层厚、构建方向、保护气氛等)的研究,提高 SLM 成形零件的整体性能成为研究者的重要目标^[11~13]。RASHID R 等^[14]研究了单次扫描和双扫描两种不同扫描策略对 SLM 成形 17-4PH 高强钢相对密度、显微组织和硬度的影响,发现双扫描策略成形的试样比单扫描的具有更高的密度和硬度。由于每层扫描两次,可以消除层间的气孔孔隙、提高致密度,在第二次扫描时残余奥氏体转变为马氏体。MURR L E 等^[2]研究了在 Ar 或 N₂气氛中通过 SLM 成形制造的 17-4PH 高强钢,发现 SLM 成形使用 Ar 保护气氛成形的试样产生的均为马氏体组织。戴世民等^[15]研究了工艺参数对 SLM 成形 17-4PH 高强钢的相对密度、尺寸精度和表面粗糙度的影响,发现随扫描速度的增加,相对密度先提高后减小,随激光功率增加和层厚减小,相对密度和尺寸偏差增大。当扫描间距较小时,随扫描速度增加,表面粗糙度先增加后减小,当扫描间距较大时,随扫描速度增加,表面粗糙度先减小后趋于稳定。HU Z H 等^[16]研究了 SLM 工艺参数对密度、缺陷和硬度的影响,发现扫描速度和层厚对密度有显著影响,扫描间距的影响取决于扫描速度,其对硬度也有影响。LASHGARI H R 等^[11]研究了六角扫描和同心扫描、垂直扫描和水平扫描以及单扫描和双扫描对组织、摩擦性能和腐蚀的影响,发现六边形扫描策略的耐磨性和耐腐蚀性能优于同心扫描策略。

本课题利用选择性激光熔化成形技术制备 17-4PH 高强钢,研究激光功率和扫描间距对试样组织和性能的影响,确定工艺参数,随后对成形试样显微组织进行表征和内部组织分析,以及拉伸性能和断裂机制的研究。

1 试验方法

使用的 17-4PH 高强钢粉体的主要化学成分(质量分数):Cr 为 14.10%,Ni 为 3.94%,Cu 为 5.64%,Si 为 0.47%,Mn 为 0.37%,Nb 为 0.21%,C 为 0.07%,余量为 Fe。对 17-4PH 不锈钢粉末进行筛选,过滤出粉末

中的杂质,将过滤后的粉末放入烘干箱中进行干燥处理,经过干燥后的金属粉末中无水分。

使用三维 M150 型选择性激光熔化成形设备,其搭载 200 W/500 W 水冷光纤激光器,激光波长为 106~1 090 nm,成形室内用氩气保护。对影响成形的工艺参数进行优化设计,影响选择性激光熔化成形试样的因素有激光功率、扫描间距、扫描速度、曝光时间、层厚等。试验中固定扫描速率 v 为 620 mm/s 和层厚 δ 为 30 μm ,选择不同激光功率 P 、扫描间距 d 进行研究,具体见表 1。

表 1 17-4PH 高强钢 SLM 成形工艺参数
Tab.1 SLM forming process parameters of 17-4PH high strength steel

P/W	$d/\mu\text{m}$	$\delta/\mu\text{m}$	$v/(\text{mm} \cdot \text{s}^{-1})$
165、185、205	90、110、130	30	620

拉伸试验采用 Instron 3382 型拉伸机,在大气和室温下进行,应变速率为 1 mm/min,将试样切割为片状骨头样,见图 1。硬度检测用 HVS-1000 型显微硬度计,压头为金刚石,施加载荷为 0.5 N,保持 15 s;用 Zeiss 金相显微镜(OM)对成形试样的金相组织进行观察,试样采用砂纸逐级打磨至表面无明显划痕,随后采用 2.5 μm 和 1.5 μm 金刚石抛光液在抛光机上抛光。采用 TESCAN-LYRA3 型场发射扫描电镜(SEM)对成形试样进行微观组织表征。采用配比为 4 g CuSO₄+20 mL HCl+20 mL 去离子水进行腐蚀,时间为 25~30 s。

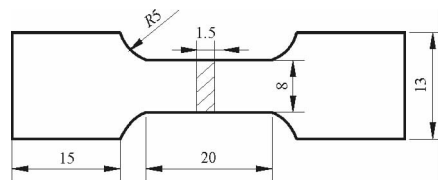


图 1 拉伸试样

Fig.1 Schematic diagram of tensile specimen

2 试验结果分析

2.1 17-4PH 高强钢 SLM 成形工艺参数优化

2.1.1 激光功率对气孔分布的影响

图 2 是激光扫描速率为 620 mm·s⁻¹,扫描间距为 110 μm ,扫描层厚为 30 μm ,在不同功率下试样的气孔分布。可以看出,孔隙不全是球形,还有不规则形状的,以及沿着平面拉长的形状。在激光功率为 185 W 时,试样表面孔隙最少,表面缺陷最少(见图 2b)。当激光功率为 165 W 时,气孔最多(见图 2a),这是因为激光功率较小时,激光能量密度低,粉末吸收能量较少,导致粉末存在未熔化区域,试样气孔增多;随着功率继续增加

到 205 W 时,粉末吸收能量增多(见图 2c),冷却速度降低,导致粉末球形化形成缺陷,试样气孔反而增多。

随着激光功率逐渐增大,能量密度也会逐渐变大,充足的激光束能量会使金属粉末充分熔化,金属层内的

液相流动性提高,这有利于金属颗粒之间接触面的凝固,会使材料孔洞减少、致密度明显提高。然而,当激光功率继续增大,激光束能量吸收过多会导致粉末过熔,形成缺陷。

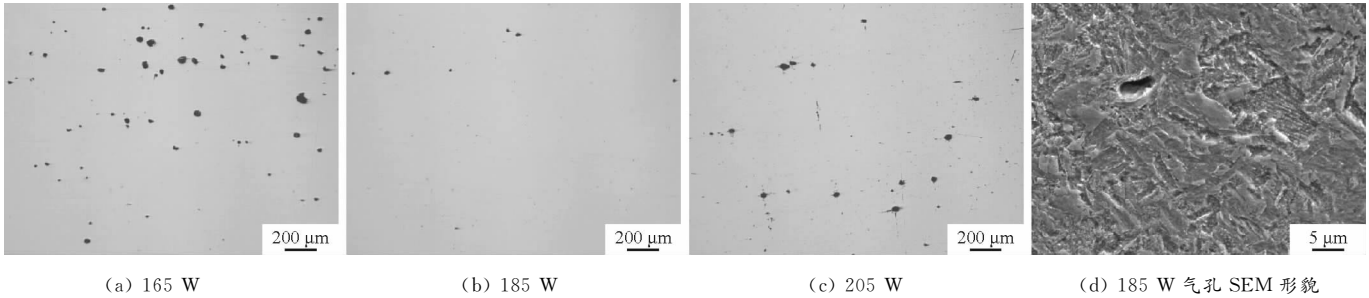


图 2 激光扫描速率为 $620\text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$,扫描间距为 $110\text{ }\mu\text{m}$,扫描层厚为 $30\text{ }\mu\text{m}$,在不同功率下气孔分布

Fig.2 Distribution of pores under different laser powers at scanning rate of $620\text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ and interval of $110\text{ }\mu\text{m}$ and layer thickness

2.1.2 扫描间距对气孔分布的影响

图 3 是激光功率为 185 W,激光扫描速率为 $620\text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$,扫描层厚为 $30\text{ }\mu\text{m}$,在不同描间距下的试样气孔分布。可以看出,整体气孔分布变少,说明扫描间

距对孔隙缺陷影响较小。在扫描间距为 $110\text{ }\mu\text{m}$ 时,试样表面孔隙最少,表面缺陷最少(见图 3b)。在金属层被激光扫描时,金属粉末液相之间需要搭接。当扫描间距从 $110\text{ }\mu\text{m}$ 提高到 $130\text{ }\mu\text{m}$ 时,会使扫描面上扫描轨

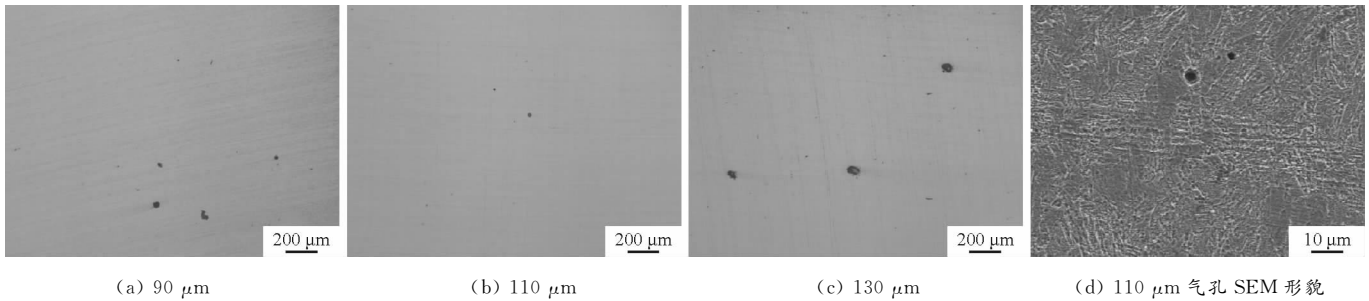


图 3 激光功率为 185 W,激光扫描速率为 $620\text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$,扫描层厚为 $30\text{ }\mu\text{m}$,在不同描间距下的试样气孔分布

Fig.3 Distribution of pores at different scanning intervals with powers of 185 W and scanning rate of $620\text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ and layer thickness of $30\text{ }\mu\text{m}$

迹间搭接距离变大。

2.1.3 激光功率和扫描间距对硬度的影响

图 4 为不同激光功率下和不同扫描间距下试样硬度分布。从图 4a 可以看出,在功率为 165 W 时,激光能量密度最低,气孔最多,导致密度降低,最终试样硬度下降。扫描间距对孔隙缺陷影响较小,但是金属层被激

光扫描时,金属粉末液相之间需要搭接;由图 4b 可知,扫描间距为 $90\text{ }\mu\text{m}$ 时,能量密度增大,试样存在过熔状态,导致硬度降低;扫描间距为 $130\text{ }\mu\text{m}$ 时,扫描面上扫描轨迹间搭接距离变大,能量密度降低,残余奥氏体含量会增多,也导致硬度降低。在功率为 185 W 和扫描间距为 $110\text{ }\mu\text{m}$ 下气孔数量减少,孔隙率降低,密度增加,基体硬度变大,因此硬度升高,而且因基体内部沉淀析出 $\epsilon\text{-Cu}$ 以及一些碳化物沉淀相,可进一步提高试样的硬度。

最终确定 SLM 成形工艺参数:激光功率为 185 W,扫描间距为 $110\text{ }\mu\text{m}$,扫描速度为 620 mm/s ,扫描层厚为 $30\text{ }\mu\text{m}$,激光能量密度为 $90.42\text{ J} \cdot \text{mm}^{-3}$ 。

2.2 17-4PH 高强钢 SLM 成形的微观组织

图 5 为 17-4PH 高强钢 SLM 成形试样的微观组织。可以看出,成形的 17-4PH 高强钢体现了各向异性,在横截面没有明显晶界,横截面晶粒细小、均匀分布,见图 5a;从图 5b 看出,虚线内纵截面有明显的熔池

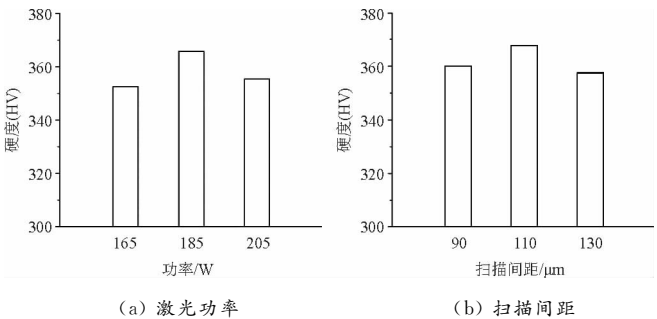


图 4 不同激光功率和不同扫描间距下试样的硬度

Fig.4 Hardness distribution under different laser powers and different scanning intervals

且呈层间带状。试样的主要组织结构为马氏体,为 bcc 结构,马氏体是 SLM 成形过程中快速熔化和冷却造成的,并随着热流在熔池中形成柱状结构,在纵截面可以看出一些柱状马氏体是平行于建构方向,有些垂直于构

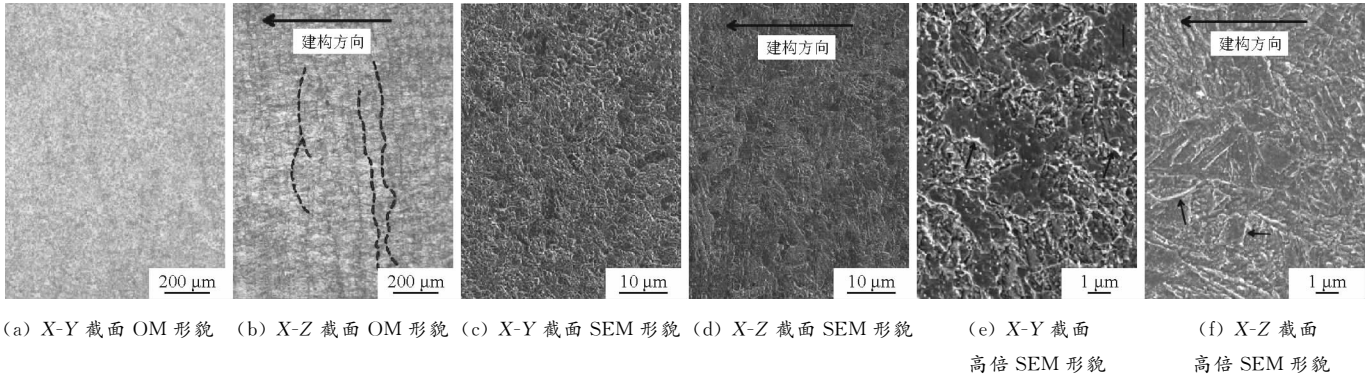


图 5 SLM 成形 17-4PH 高强钢的微观组织
Fig.5 Microstructure of SLM formed 17-4PH high strength steel

奥氏体的存在使试样的延展性得到提高。
17-4PH 是一种马氏体沉淀硬化高强钢,靠沉淀析出 ϵ -Cu 以及一些碳化物来强化,从 SEM 中可以看到,在晶界和晶粒内部弥散分布的球状沉淀相颗粒(见图 5 中的白色粒子),在 SLM 快速加热冷却的过程,Cr、Cu 等元素可能会溶入基体但来不及大量析出,因此在室温下马氏体板条间有一些细小的第二相。

图 6 为 17-4PH 高强钢析出相 EDS。可以看出,析出相多为球状。表 2 为颗粒的主要成分。由表 2 可知,颗粒为 Cr 的碳化物,还有少量 Cu 析出, ϵ -Cu 多为纳米级颗粒,一般情况下 ϵ -Cu 沉淀物主要在时效过程中形成,而在 SLM 成形过程中激光扫描产生的热传递引起

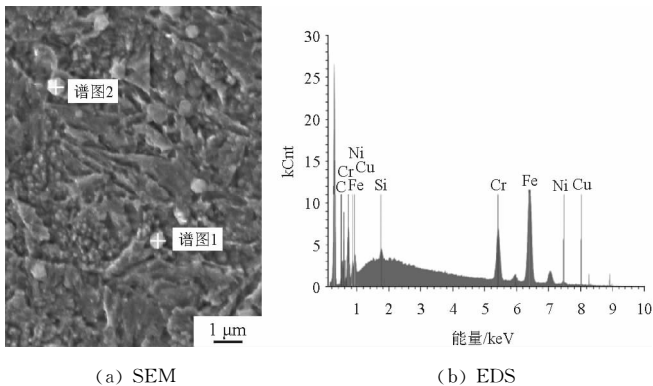


图 6 SLM 成形 17-4PH 高强钢析出相的 SEM 形貌及 EDS
Fig.6 EDS results of precipitate phase in SLM formed 17-4PH high strength steel

表 2 图 6 中谱图 2 颗粒元素质量分数

Tab.2 Element mass fraction of particle cocated at pattern 2 in Fig.6						%
w_B						
Fe	Cr	C	Cu	Ni	Si	
64.92	12.40	15.18	3.73	3.46	0.31	

建方向,呈现为等轴晶粒。还有一些残余奥氏体,由于在 SLM 成形过程中,试样经过多次热循环,有一些余热使温度可达到奥氏体相稳定范围,促进奥氏体组织的积累,而奥氏体为 fcc 结构(见图 5e 和图 5f 箭头),残余

了时效效应。
2.3 SLM 成形的 17-4PH 高强钢力学性能
图 7 为 SLM 成形的 17-4PH 高强钢的应力-应变曲线。在同一参数下对拉伸试样进行 3 次试验,取平均值,试样抗拉强度为 1 176.72 MPa,伸长率为 15.91%。

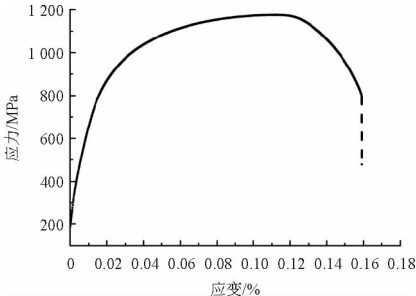


图 7 SLM 成形 17-4PH 高强钢的应力-应变曲线
Fig.7 Stress-strain curve of SLM formed 17-4PH high strength steel

图 8 为 SLM 成形的 17-4PH 高强钢试样拉伸断口

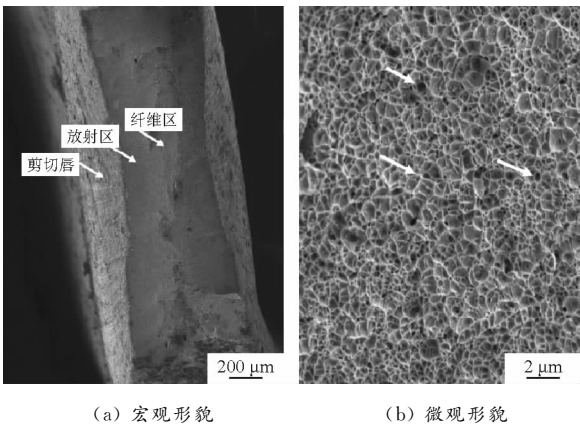


图 8 SLM 成形 17-4PH 高强钢拉伸试样 SEM 断口形貌
Fig.8 SEM fracture morphology of tensile specimens of SLM formed 17-4PH high strength steel

SEM 形貌。可以看出,拉伸断口由纤维区、放射区和剪切唇 3 个区域构成。从宏观来看,拉伸断口比较平滑,呈现了沿最大切应力方向断裂的特征。利用 SEM 对拉伸断口形貌进一步分析,发现断口的纤维区分布大量韧窝,形状大小相似,韧窝尺寸较小,试样中有第二沉淀相的存在,在拉伸时会有微孔形成(见图 8b 中白色箭头),说明 17-4PH 高强钢具有较高的强度和良好的韧性,其与组织的均匀性以及晶粒细小都有关系。组织中存在的奥氏体降低了 17-4PH 高强钢的强度,但是改善了其塑性。

3 结 论

- (1)SLM 成形 17-4PH 高强钢在功率为 185 W 和 110 μm 扫描间距下,气孔相对较少,密度较大,硬度较高。
- (2)SLM 成形 17-4PH 高强钢微观组织主要由马氏体和残余奥氏体组成,可观察到横纵截面组织有差别,在纵截面可以看出有明显的熔池呈层间带状。根据 EDS 分析,17-4PH 高强钢的沉淀相为 ε-Cu 以及一些碳化物,可以提高材料的硬度。
- (3)17-4PH 高强钢拉伸断口面由纤维区、放射区和剪切唇 3 个区域构成,断口韧窝形状大小相似且尺寸较小,表明试样有较高的强度和良好的韧性。

参 考 文 献

[1] 陈贝,陈惠芬,王泽民,等. 17-4PH 不锈钢的研究现状及发展趋势[J]. 上海应用技术学院学报(自然科学版), 2016, 16(1): 83-87.

[2] MURR L E, MARTINEZE, HERNANDEZ J, et al. Microstructures and properties of 17-4 PH stainless steel fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Materials Research & Technology, 2012, 1(3): 167-177.

[3] TAVARES S S M, DA SILVA F J, SCANDIAN C, et al. Microstructure and intergranular corrosion resistance of UNS S17400 (17-4PH) stainless steel[J]. Corrosion Science, 2010, 52(11): 3 835-3 839.

[4] HOLLAND S, WANG X, FANG X Y, et al. Grain boundary network evolution in Inconel 718 from selective laser melting to heat treatment[J]. Materials Science & Engineering, 2018, A(4): 125-135.

[5] MA M, WANG Z, ZENG X. A comparison on metallurgical behaviors of 316L stainless steel by selective laser melting and laser cladding deposition[J]. Materials Science & Engineering, 2017, A685: 265-273.

[6] SUN Y, HEBERT R J, AINDOW M. Effect of laser scan length on the microstructure of additively manufactured 17-4PH stainless steel thin-walled parts[J]. Additive Manufacturing, 2020, 35: 101 302.

[7] KHAIRALLAH S A, ANDERSON T A, RUBENCHIKA, et al. Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of com-

plex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones[J]. Acta Materialia, 2016, 108: 36-45.

[8] MING T A, CHRIS P, PISTORIUS A, et al. Prediction of lack-of-fusion porosity for powder bed fusion[J]. Additive Manufacturing, 2017, 14: 39-48.

[9] CHENG B, SHRESTHA S, CHOU K. Stress and deformation evaluations of scanning strategy effect in selective laser melting[J]. Additive Manufacturing, 2016, 35(5): 240-251.

[10] ZAPICO P, GIGANTO S, BARREIRO J, et al. Characterisation of 17-4PH metallic powder recycling to optimise the performance of the selective laser melting process[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(2): 1 273-1 285.

[11] LASHGARI H R, XUE Y, ONGGOWARSITO C, et al. Microstructure, tribological properties and corrosion behaviour of additively manufactured 17-4PH stainless steel: Effects of scanning pattern, build orientation, and single vs. double scan[J]. Materials Today Communications, 2020, 25: 1 035-1 043.

[12] WANG Z, XIAO Z, TSE Y, et al. Optimization of processing parameters and establishment of a relationship between microstructure and mechanical properties of SLM titanium alloy[J]. Optics & Laser Technology, 2019, 112: 159-167.

[13] RAKESH S C, RAJ A A, NADI G P, et al. Influence of working environment and built orientation on the tensile properties of selective laser melted AlSi10Mg alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2019, A750(18): 141-151.

[14] RASHID R, MASOOD A S H, RUANA D, et al. Effect of scan strategy on density and metallurgical properties of 17-4PH parts printed by selective laser melting(SLM)[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 249: 502-511.

[15] 戴世民,徐志明,胡志恒,等. SLM 成形 17-4PH 不锈钢尺寸相对密度、精度和表面粗糙度研究[J]. 光学与光电技术, 2019, 17(2): 13-19.

[16] HU Z H, ZHU H H, HU H, et al. Experimental investigation on selective laser melting of 17-4PH stainless steel[J]. Optics & Laser Technology, 2017, 87: 17-25.

(编辑:刘卫)

欢迎关注
“特种铸造”
微信公众号



● 微官网

● 行业动态

● 联系我们

● 微商城

● 铸造前沿

● 免费推广

● 本刊会议

● 经典案例

● 铸造职场

● 收录动态

● 铸造学堂

● 产品库

● 稿件系统

● 专利与发明

● 企业库