

引用格式：崔小杰, 王亚超, 任建彪, 等. 能量密度对高氮不锈钢选区激光熔化成形质量的影响[J]. 热加工工艺, 2024, 53(1): 23-28.

DOI: 10.14158/j.cnki.1001-3814.20212872

http://www.rjggy.net rjggy@vip.163.com

焊接技术及其自动化

能量密度对高氮不锈钢选区激光熔化成形质量的影响

崔小杰, 王亚超, 任建彪, 孙鑫, 赵定国, 王书桓

(华北理工大学 冶金与能源学院, 河北 唐山 063210)

摘 要: 固定扫描层厚 0.02 mm, 扫描间隔 0.11 mm, 采用不同激光功率 (100~300 W)、扫描速度 (200~1000 mm/s) 进行了高氮不锈钢的选区激光熔化成形试验, 研究了能量密度对选区激光熔化成形质量的影响。结果表明, 在低扫描速度 (200 mm/s) 下, 试样的相对致密度与激光功率成反比; 在高激光功率 (300 W) 下, 相对致密度与扫描速度成正比; 在 45.45~681.82 J/mm³ 区间, 随激光能量密度的增加相对致密度呈先上升后下降的趋势, 在 136.36~443.18 J/mm³ 区间, 随激光能量密度的增加显微硬度减小, 当能量密度为 136.36 J/mm³ 时, 试样相对致密度最佳, 为 98.85%, 显微硬度最高, 为 409 HV0.3。各工艺参数下的试样内部未出现大尺寸裂纹缺陷, 内部缺陷主要是未熔粉体、微气孔及球化颗粒; 在 200 W 激光功率下, 试样内部缺陷数量及种类随着扫描速度的降低而增大; 在 1000 mm/s 扫描速度下, 试样内部缺陷数量及种类随激光功率增大而减小。

关键词: 选区激光熔化; 高氮不锈钢; 相对致密度; 显微硬度

中图分类号: TG456.7

文献标识码: A

文章编号: 1001-3814(2024)01-0023-06

Effect of Energy Density on Selective Laser Melting Quality of High Nitrogen Stainless Steel

CUI Xiaojie, WANG Yachao, REN Jianbiao, SUN Xin, ZHAO Dingguo, WANG Shuhuan

(College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China)

Abstract: Under the scanning layer thickness of 0.02 mm, scanning spacing of 0.11 mm, the selective laser melting tests of high nitrogen stainless steel was carried out at different laser power of 100-300 W and scanning speed of 200-1000 mm/s. And the effect of process parameters on the selective laser melting quality of the high nitrogen stainless steel was studied. The results show that under the low scanning speed of 200 mm/s, the relative density of the sample is inversely proportional to the laser power, and under the high laser power of 300 W, the relative density of the sample is proportional to the scanning speed. In the range of 45.45-681.82 J/mm³, the relative density increases first and then decreases with the increase of laser energy density. In the range of 136.36-443.18 J/mm³, the microhardness decreases with the increase of laser energy density. When the energy density is 136.36 J/mm³, the relative density of the sample is the best of 98.85%, and the microhardness is the highest of 409HV0.3. There are no large-scale crack defects in the sample under various parameters. The internal defects are mainly unfused powder, micro pores, and balling particles. Under the laser power of 200 W, the number and type of internal defects in the sample increase with the decrease of scanning speed. Under the scanning speed of 1000 mm/s, the number and type of internal defects in the sample decrease with the increase of laser power.

Key words: selective laser melting; high nitrogen stainless steel; relative density; microhardness

收稿日期: 2021-10-22

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51774139, 52074128); 河北省自然科学基金项目 (E2020209014); 河北省自然科学基金重点资助项目 (E2019209597)

作者简介: 崔小杰 (1984-), 女, 河北沧州人, 博士生, 主要从事纯净钢冶炼及夹杂物控制、金属增材制造技术研究;

E-mail: cuixiaojie99@163.com

通讯作者: 赵定国 (1981-), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事纯净钢冶炼及夹杂物控制、金属增材制造技术研究;

E-mail: gyyzhao@163.com

高氮不锈钢具有优异的力学性能和良好的耐腐蚀性能, 并能改善不锈钢的相容性, 被广泛应用于航空、医学、海洋工程及石油化工等领域^[1-2]。选区激光熔化技术 (SLM) 作为增材制造技术的一个重要分支^[3], 最大特点是金属粉末直接熔化凝固形成冶金结合, 克服了 SLS 工艺中二次烧结造成的金属部件致密度低、力学性能较差等缺点。使用选区激光熔化技术生产金属制品是近年来制造业的热点。

目前已开发多种用于 SLM 成形的粉体材料, 如

钛基合金、镍基合金、铁基合金及高熵合金等^[4-5]。不同种类的金属材料存在性能差异,导致 SLM 成形时有不同的工艺参数组合,因此有许多科研工作者对 SLM 成形金属材料的成形参数进行了相关研究。赵定国等^[6]通过数学模拟方法研究了不锈钢选区激光熔化微熔池的形成过程,结果表明,可通过合理配比激光功率和光斑直径,使粉体材料得到充分熔化且减小成型缺陷,从而提升成型件质量。吕金建、刘畅等^[7-8]分析了激光能量密度对 SLM 成形 316L 不锈钢的影响。袁美霞等^[9]研究了扫描间隔和扫描速度对 SLM 成形 Ti6Al4V 的影响,表明表面质量与扫描间隔成反比。徐勇勇等^[10]探究了工艺参数对 SLM 成形 Al0.5CoCrFeNi 高熵合金成形的影响,综合考虑相对致密度,并避免元素严重过烧,优化了 SLM 成形工艺参数。李伟等^[11]研究了扫描速度对 TC4 钛合金致密度的影响,得出 125 W 激光功率、0.08 mm 扫描间距、0.02 μm 铺粉层厚,扫描速度在 705~905 mm/s 范围时,致密度均可达到 99.5%。而对于采用 SLM 技术成形高氮不锈钢报道较少。本文以相对致密性及显微硬度为评价指标,通过调控选区激光熔化工艺参数,研究了其对高氮不锈钢成形质量的影响。

1 选区激光熔化实验方法

1.1 实验材料及设备

本实验采用气雾化法制备的含氮不锈钢金属粉体,粒径范围为 15~53 μm,振实密度为 4.9 g/cm³,松装密度为 4.2 g/cm³。实验粉体基本为球形,也存在部分粉体表面呈卫星状的现象,化学成分如表 1 所示。采用 EOS M290 激光选区熔化设备,该设备主要由铺粉系统、光纤激光器、控制系统、成形系统及气体循环系统组成,可以进行不锈钢、钛合金、铜合金、铁镍合金和铝合金等材料的成形。EOS M290 设备参数如表 2 所示。

表 1 高氮不锈钢粉体的化学成分(质量分数,%)

Tab.1 Chemical composition of high nitrogen stainless steel powder (wt%)

Si	Cr	N	Mn	Mo	Ni	C	O	S	P	Fe
0.96	18.06	0.32	11.11	3.13	0.006	0.069	0.062	0.004	0.012	余量

1.2 实验方案及结果

通过控制变量法研究不同工艺参数对成形试样致密度的影响规律,成形示意图如图 1 所示。沉积方

表 2 EOS M290 设备参数
Tab.2 EOS M290 equipment parameters

激光波长 /nm	扫描层厚 /μm	最大扫描速度 /(mm·s ⁻¹)	最大输出功率 /W	最大成形尺寸 /mm
1060~1080	20~100	7000	400	250×250×325

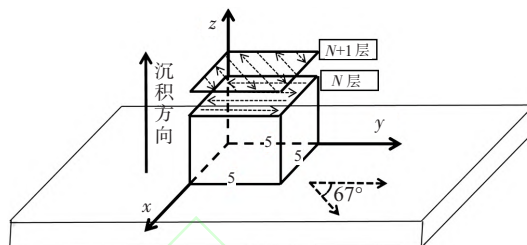


图 1 SLM 成形示意图
Fig.1 SLM forming diagram

向 x - z 面为叠加层截面, x - y 面为扫描层截面。以不同的激光功率及扫描速度为变量,固定扫描层厚 0.02 mm,扫描间隔 0.11 mm,扫描旋转角度 67°及回形扫描方式,成形尺寸为 5 mm×5 mm×5 mm。

分别选取激光功率 100、150、200 和 300 W,扫描速度 200、500 和 1000 mm/s 进行单因素实验,以研究激光功率、扫描速度和体能量密度等参数对高氮不锈钢致密度的影响。体能量密度 E_v 见式(1):

$$E_v = \frac{P}{vhd} \quad (1)$$

式中: P 为激光功率 (W); v 为激光扫描速度 (mm/s); h 为激光扫描间距 (mm); d 为粉末层厚度 (mm)。

实验方案分 12 组,每组重复试样为 3 个,试样成形结果如图 2 所示(彩图见电子版,下同)。图中第 1~4 组为扫描速度 1000 mm/s、四种激光功率(100、150、200 和 300 W)下的样品形貌,对应的能量密度分别为 45.46、68.18、90.91、136.36 J/mm³,随激光功率的增加,表面出现凹陷;第 5~8 组为扫描速度 500 mm/s、四种激光功率下的样品形貌,对应的能量密度分别为 90.91、136.36、181.82、272.73 J/mm³,可

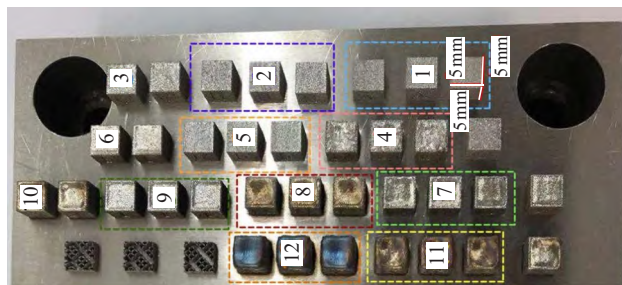


图 2 选区激光熔化成形试样
Fig.2 Samples formed by selective laser melting

见随激光功率的增加,表面出现凹陷,并且颜色变黄;第9~12组为扫描速度200 mm/s、四种激光功率下的样品形貌,对应的能量密度分别为227.27、340.91、454.55、681.82 J/mm³,随激光功率的增加,表面均有凹陷且深度逐渐增大,颜色由黄变蓝。

相对致密度是评价SLM试样质量较直接且重要的指标,相对致密度检测基于阿基米德排水法,为保证测量准确性,多次测量后取平均值。采用维氏硬度计测试不同激光能量密度下试样的硬度值,以2.94 N试验力将金刚石方形锥压入器压入其表面,不同工艺参数下成形的样品分别测量9次,取平均值做最终硬度值。

2 高氮不锈钢成形质量结果分析

2.1 工艺参数对致密度的影响

不同工艺参数下成形试样的致密度如图3所示。当固定扫描速度为200 mm/s时,在低激光功率100 W下成形的高氮不锈钢试样的相对致密度最高,为97.94%,试样相对致密度随着激光功率的增加明显下降,当激光功率为300 W时,试样的相对致密度降低至95.92%。当固定扫描速度为500 mm/s时,在激光功率100 W下成形的试样相对致密度为97.01%,试样的相对致密度随激光功率的增加呈先增加后降低的趋势。当固定扫描速度为1000 mm/s时,低激光功率100 W下成形试样的相对致密度仅为92.43%,试样的相对致密度随着激光功率的增加而增加,在激光功率300 W时达到峰值,为98.85%。

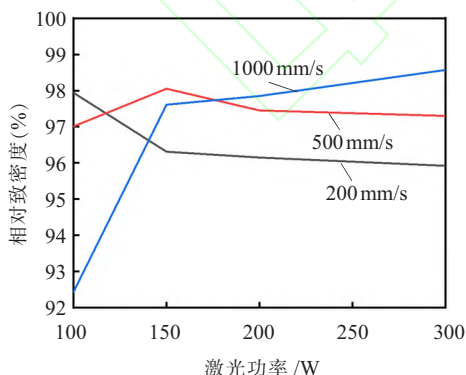


图3 不同工艺参数下成形试样的致密度
Fig.3 Density of samples formed at different process parameters

在低激光功率、高扫描速度成形(100 W、1000 mm/s)时,粉体吸收能量不足以使粉体充分熔化,高氮不锈钢试样内部存在较多未熔粉体颗粒,影响后

续铺粉平整度,导致单道与单道、层与层之间冶金结合较差,最终导致试样相对致密度较差;而以高激光功率、高扫描速度成形(300 W、1000 mm/s)时,粉体从未充分熔化到充分溶化,未熔粉体颗粒逐渐减少,试样内部冶金结合程度提高,从而使试样相对致密度增强。在低激光功率、低扫描速度(100 W、200 mm/s)成形时,粉体所吸收的能量仍可以使粉体充分熔化,减少了粉体未熔现象,保证较高的相对致密度;在高激光功率、低扫描速度成形(300 W、100 mm/s)时,单位时间内粉体吸收能量较多,导致粉体出现过熔现象,高氮不锈钢试样内部出现球化和气孔等缺陷,恶化内部冶金结合度,使相对致密度较低。

不同能量密度条件下高氮不锈钢成形试样的致密度如图4所示。高氮不锈钢试样相对致密度在92.43%~98.85%范围,当体能量密度为45.46 J/mm³时,试样相对致密度最差,为92.43%;当体能量密度为136.36 J/mm³时,试样相对致密度最佳,为98.85%。试样相对致密度随体能量密度呈先上升再下降的趋势。在体能量密度45.46~90.91 J/mm³区间,相对致密度上升趋势明显,而在90.91~136.36 J/mm³区间相对致密度上升趋势不明显,体能量密度在136.36~454.55 J/mm³区间下降趋势明显;在454.55~681.82 J/mm³区间下降趋势较平缓。

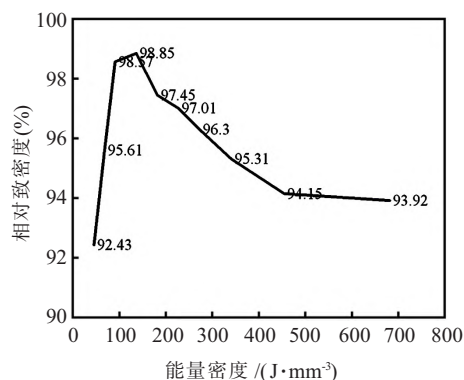


图4 不同能量密度下成形试样的致密度
Fig.4 Density of samples formed at different energy densities

在低的体能量密度下成形过程中,粉体存在未熔化现象,未熔颗粒不仅会导致下一层铺粉层平整度降低,也会降低冶金结合度,影响后续试样成形质量,加之高氮不锈钢成形过程会发生氮逸出行为,致使试样内部存在大量气孔,最终导致试样相对致密度较差。而随着体能量密度的增加,未熔化颗粒现象减少,冶金结合程度提高,成形试样的相对致密度增

大;但过高的激光能量密度照射在金属粉层,使得部分粉体直接蒸发形成大量的金属蒸汽,加之高能激光对熔池的“扰动”作用更强,造成熔池内熔体飞溅程度严重,影响后续铺粉平整度,且高激光能量密度会造成“球化”缺陷,球化缺陷也将产生不佳的冶金结合程度,降低试样的相对致密度。

2.2 激光能量密度对显微硬度的影响

激光能量密度对试样显微硬度的影响如图 5 所示。不同激光能量密度常规 SLM 成形试样显微硬度在 295~409 HV0.3 范围内,在激光能量密度为 136.36 J/mm³ 时达到最大值,为 409 HV0.3;激光能量密度为 443.18 J/mm³ 时试样的显微硬度最小,为 295 HV0.3。当激光能量密度输入增加至 177.27 J/mm³ 后,试样显微硬度降低了 20 HV0.3,进一步增加激光能量密度至 443.18 J/mm³ 后,显微硬度下降趋势较明显,下降了 114 HV0.3。

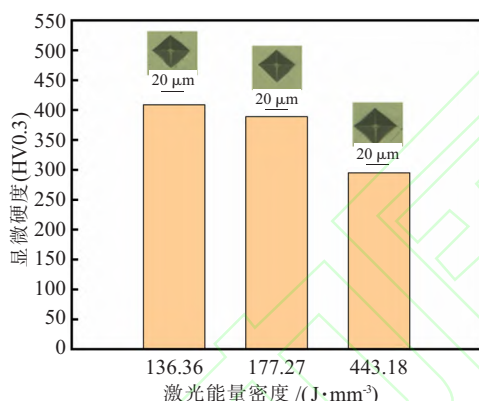


图 5 激光能量密度对试样显微硬度的影响

Fig.5 Effect of laser energy density on microhardness of samples

由图 5 还可知,在能量密度 136.36~443.18 J/mm³ 范围内,高氮不锈钢试样的显微硬度随着激光能量密度的增加而减小。其原因是试样的显微硬度与试样致密度密切相关,高激光能量密度更容易形成超高温熔池,形成金属蒸汽较多,导致一些元素消减;加之高激光能量密度下成形的试样内部缺陷较多,过多的气孔及“球化”颗粒使得试样内部组织质量变差,影响试样的显微硬度。

2.3 工艺参数对成形试样内部缺陷的影响

为更好地研究激光工艺参数对试样内部成形质量的影响,以内部缺陷尺寸定义缺陷类型,大于 15 μm 的孔洞为裂纹,8~15 μm 的孔洞为微裂纹,5~8 μm 的孔洞为气孔,1~5 μm 的孔洞为微气孔,小于 1 μm 的孔洞为超微气孔。并通过网格计算得出不同参数下的缺陷数量。

如图 6、7 所示,研究了不同激光功率对高氮不锈钢试样内部微观质量的影响,固定扫描速度 1000 mm/s。在叠加层截面及扫描层截面,当激光功率为 100 W 时,试样内部存在大量未熔粉体、微气孔及超微气孔。随着激光功率提高至 150 W 时,未熔粉体现象及超微气孔数量逐渐减少,微气孔数量增加,但出现了轻微裂纹。当激光功率为 200 W 时,内部不再有未熔粉体颗粒,超微气孔数量消失,出现较大尺寸的气孔。激光功率为 300 W 时,仅有少量微气孔,无其他明显缺陷。

在此观察范围内,试样内部缺陷现象随着激光功率的增加而改善。低激光功率扫描成形时,缺陷种类及数量都比较多,粉体因粒径不同,在铺粉、刮粉

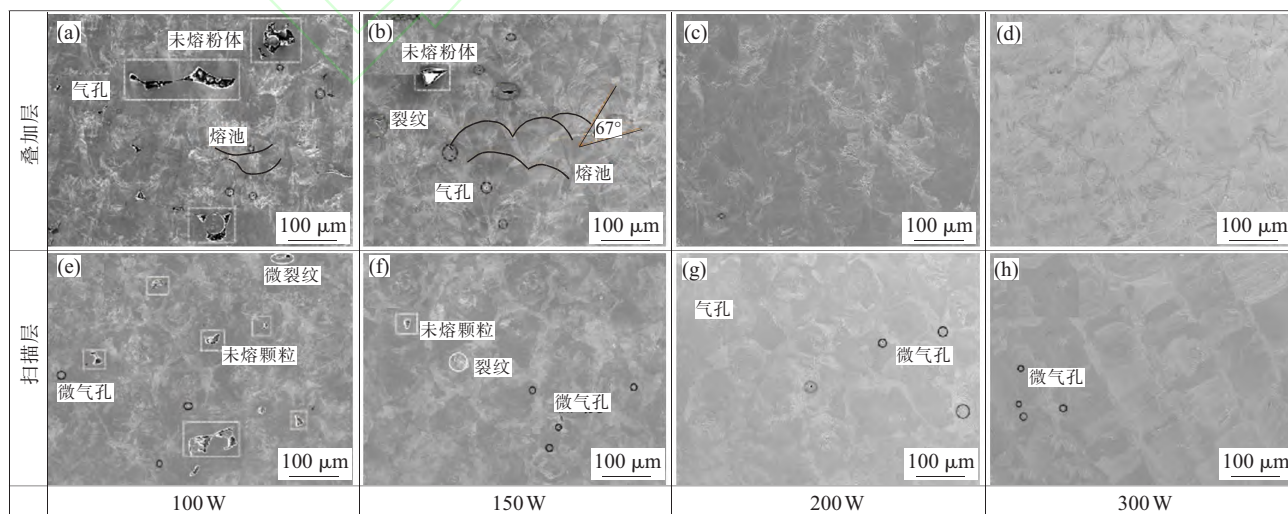


图 6 不同激光功率下试样的微观形貌

Fig.6 Microstructure of samples under different laser powers

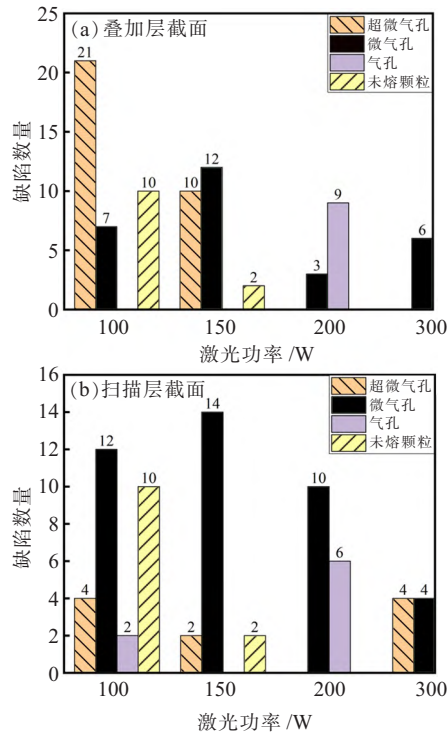


图7 不同激光功率下试样内部的缺陷数量统计
Fig.7 Statistics of internal defects of samples under different laser powers

过程中存在不可避免的填充不完全现象,加之高氮不锈钢粉体扫描成形时存在氮逸出行为,易形成微气孔及超微气孔等气孔缺陷;较低的激光能量输入

导致粉体吸收的能量不足以充分熔化,致使未熔颗粒较多,未熔粉体颗粒与已熔化的熔池不能实现良好的冶金结合,使得内部缺陷更加明显。增加激光能量输入,粉体吸收能量增多后充分熔化,消除未熔颗粒现象,但大尺寸气孔数量增多。高激光能量输入导致氮的逸出,在快速熔凝成形过程中,易形成微气孔缺陷。

如图8、9所示,研究了不同扫描速度对试样微观形貌的影响,固定激光功率200W。由图可知,当扫描速度为200mm/s时,叠加层截面试样内部缺陷主要是球化颗粒、微气孔及气孔;在扫描层截面,低扫描速度下试样的缺陷数量明显多于叠加层截面的,气孔及球化颗粒的个数均达到20个。随着扫描速度的降低,不同截面的缺陷种类均逐渐增加,而微气孔数量先减少后增加。原因是在低扫描速度下,粉体单位时间内吸收热量增多,金属粉体熔化充分,熔池温度高,甚至粉体过熔形成大量金属蒸汽,金属蒸汽的逸出使熔池发生飞溅,形成的熔道凹凸不平,影响后续铺粉平整度,使得试样内部出现凹坑及凸起。在低扫描速度下,进一步增加激光能量输入,会使上述现象更加严重,并且高热量熔池更加活跃,熔池“卷吸”周围粉体现象严重,进而导致形成的球化颗粒缺陷较多。

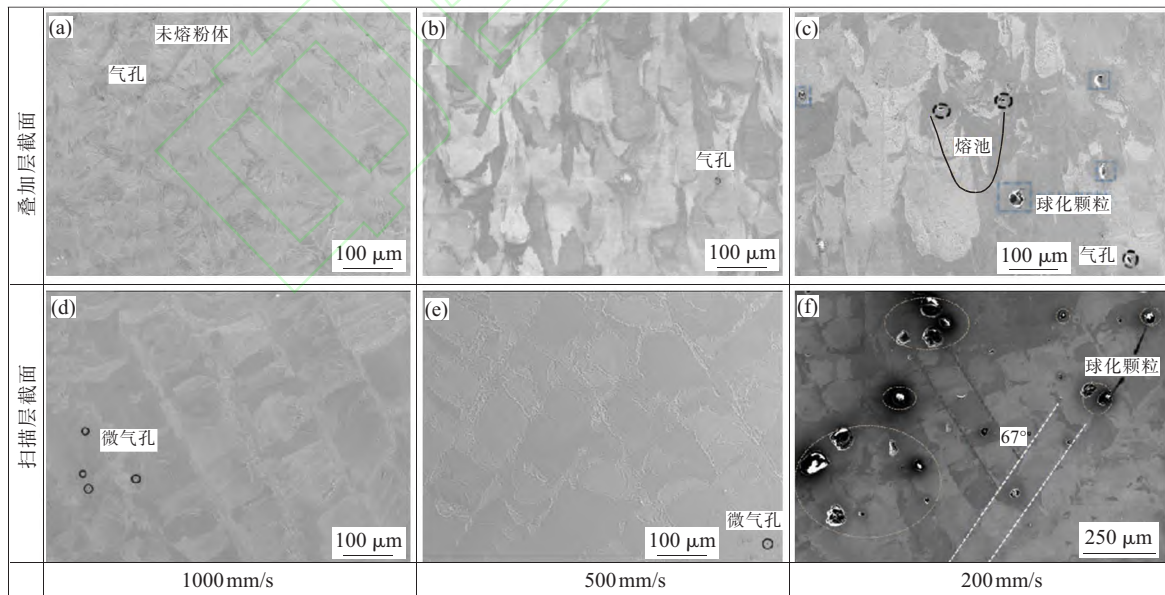


图8 不同扫描速度下试样的微观形貌
Fig.8 Microstructure of samples under different scanning speeds

综上所述,各参数下试样内部整体并未出现大尺寸裂纹,内部缺陷主要是未熔粉体、微气孔及球化颗粒;在实验的激光功率条件下,试样内部缺陷数量

及种类随扫描速度的降低呈现先减少后增加的趋势;在实验的扫描速度条件下,内部内部缺陷数量及种类与激光功率成反比,随着激光功率的增加,内部

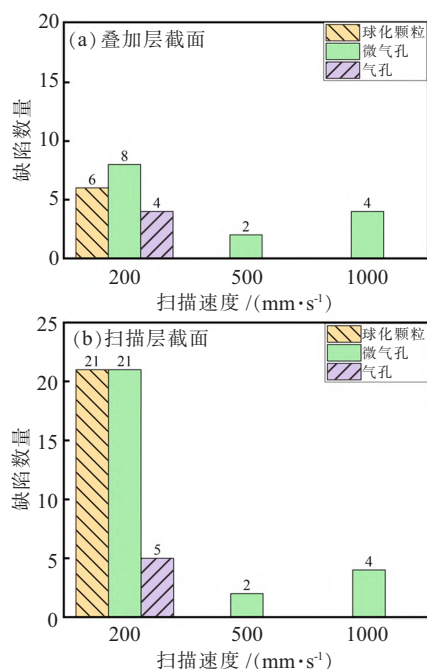


图9 不同扫描速度下试样内部缺陷数量统计
Fig.9 Statistics of internal defects of samples under different scanning speeds

缺陷明显改善。

3 结论

(1) 高氮不锈钢试样的相对致密度随激光能量密度的增加先增加后降低, 体能量密度为 45.45 J/mm^3 时, 试样相对致密度最差, 为 92.43% ; 体能量密度为 136.36 J/mm^3 时, 试样相对致密度最佳, 为 98.85% 。

(2) 在能量密度 $136.36 \sim 443.18 \text{ J/mm}^3$ 范围内, 高氮不锈钢试样的显微硬度随着激光能量的增加而减小, 当体能量密度为 136.36 J/mm^3 时, 试样显微硬度最大, 为 $409 \text{ HV}0.3$ 。

(3) 在一定激光功率条件下, 高氮不锈钢试样内部缺陷数量及种类大体随着扫描速度的降低呈现

先减少后增加的趋势; 在一定扫描速度条件下, 内部缺陷数量与激光功率成反比, 随着激光功率的增加, 内部缺陷明显改善。

参考文献:

- [1] Simmons J W. Overview: High-nitrogen alloying of stainless steels [J]. Materials Science and Engineering A, 1996, 207 (2):159-169.
- [2] Li H B, Jiang Z H, Feng H, et al. Microstructure, mechanical and corrosion properties of friction stir welded high nitrogen nickel-free austenitic stainless steel [J]. Materials & Design, 2015, 84(5):291-299.
- [3] Jia H L, Sun H, Wang H Z, et al. Scanning strategy in selective laser melting (SLM): a review[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2021, 113 (9/10):2413-2435.
- [4] 张家莲, 李发亮, 张海军. 选区激光熔化技术制备金属材料研究进展[J]. 激光与光电子学进展, 2019, 56(10):1-10.
- [5] 熊江英, 杨金龙, 张建庭, 等. 金属增材制造的研究进展[J]. 中国建材科技, 2021, 30(2):1-5.
- [6] 赵定国, 陈洋, 支保宁, 等. 选区激光熔化过程金属微熔池传热研究[J]. 热加工工艺, 2022, 51(2):76-81.
- [7] 吕金建, 贾长治, 杨建春. 激光能量密度对选区激光熔化成型质量的影响[J]. 热加工工艺, 2018, 47(20):156-159.
- [8] 刘畅, 马行驰, 马海彬. 工艺参数对 SLM 成型 316L 不锈钢致密度的影响及缺陷表现方式 [J]. 热加工工艺, 2021, 50 (12):44-49.
- [9] 袁美霞, 华明, 陈欣祎, 等. 选区激光熔化工艺参数对钛合金 Ti-6Al-4V 成形质量的影响研究[J]. 航空制造技术, 2021, 64 (17):72-77.
- [10] 徐勇勇, 孙琨, 邹增琪, 等. 选区激光熔化制备 $\text{Al}_{0.5}\text{CoCrFeNi}$ 高熵合金的工艺参数及组织性能 [J]. 西安交通大学学报, 2018, 52(1):151-157.
- [11] 李伟, 金头男, 方晓英, 等. 激光扫描速度对选区激光熔化 TC4 钛合金组织和性能的影响 [J/OL]. 热加工工艺, 2021-9-3:1-6 [2021-09-12]. <https://doi.org/10.14158/j.cnki.1001-3814.20203322>.

欢迎订阅 欢迎赐稿 欢迎刊登广告