# 制备角度和时效处理对激光选区熔化 18Ni300成型质量影响

### 张鹏林<sup>1</sup> 杨天雨<sup>1</sup> 尹燕<sup>1</sup> 刘文朝<sup>1</sup> 张瑞华<sup>2</sup>

(1.兰州理工大学省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点试验室,兰州730050;2.广东省阳江市五金刀剪产业技术研究院,广东阳江529533)

摘要 采用激光选区熔化技术制备 18Ni300 试样,通过 SPSS( Statistical Product and Service Solutions)统计软件 以及多种性能检测设备,着重研究激光选取熔化制备角度对尺寸、粗糙度以及致密度的影响关系。并对制备试样 进行时效强化处理,研究时效强化对成型质量的影响。试验结果表明,无论采用什么制备角度,制备试样与原设计 尺寸相比均出现缩小;在宽度方向上,随着制备角度的增加,尺寸呈上升趋势;厚度方向、尺寸呈下降趋势;粗糙度 呈先增加后减小的趋势;而致密度呈现先减小后增大趋势。将试样进行时效强化热处理后,尺寸没有发生较大变 化,而热处理后的粗糙度和致密度有明显的下降趋势。

# 关键词: 激光选区熔化 制备角度 时效强化 成型质量 中图分类号: TG455

#### 0 前言

激光选区熔化(Selective Laser Melting, SLM) 技术 是金属增材制造领域一个重要的分支。其制造原理是 采用高能束激光快速熔化凝固金属粉末的方法达到材 料堆积的目的<sup>[1-4]</sup>。其过程是通过专用软件对零件进 行切片分层,获得各截面的轮廓数据,生成激光路径文 件,从而控制激光扫描轨迹,经过逐层铺粉逐层熔化凝 固的堆积方式,制造三维实体零件<sup>[5]</sup>。

影响 SLM 成型部件的因素很多,国内外针对"参数-性能"的研究已做了很多,主要是通过对激光功率、 扫描速度、扫描间距等参数的控制来改变 SLM 过程中 的能量输入<sup>[6-7]</sup>,而使得试件达到合格的致密度要求。 然而针对各角度制备零件质量的影响研究鲜有报道。 SLM 技术的一大优势在于其强悍的复杂零件制造能 力,可以迅速生产出具有各种复杂空间结构的零件。 不过,针对这个优势的最大难点在于 SLM 零件具有各 向异性的问题。基于 R.Casati<sup>[8]</sup> 对缺陷的有关研究表 明,SLM 垂直制造产生的缺陷比水平制造产生的 缺陷多,原因与层间结合性能有关,可见制备角度会对

收稿日期: 2018-05-15

零件的性能有很大影响,因此要实现复杂零件制备的前提是掌握制备角度对零件成型质量的影响规律。对此,文中着重研究 SLM 制备方向与零件性能之间的关系。该次试验采用的原材料是 18Ni300 时效钢粉末,由于此种材料具有优良的打印性能,许多学者对 18Ni300 进行打印试验<sup>[9-17]</sup>,经时效强化后,材料的强度得到大幅度的提高<sup>[17]</sup>。因此文中还对其进行了时效强化后处理,研究了热处理前后材料性能的变化,为今后 18Ni300 在 SLM 技术的应用提供理论依据。

#### 1 试验设备、材料及方法

### 1.1 试验设备、材料

文中材料采用的激光选区熔化成型设备为 M280, 该设备的精密光学部件由平面聚焦透镜和高速扫描器 组成,激光器采用 500 W 连续光纤激光器,光斑直径约 为 0.1 mm,激光器光束质量因子 M<sub>2</sub><1.2,此设备最小 铺层厚度为 0.1 mm,基板材料为 304 不锈钢,尺寸大小 为 280 mm×280 mm。成形工艺参数见表 1。

原材料为粒径范围在15~85 μm的18Ni300时效

表 1 18Ni300 激光选区熔化成型工艺参数

激光功率	扫描速度	扫描间隙	层厚	光斑补偿
P/W	v/( mm • s <sup>-1</sup> )	s/mm	h/mm	c/mm
410	1 900	0.07	0.04	0.1

2018年第9期 31

基金项目: 阳江市五金刀剪产业技术研究院新型机构初创期建设补助 (611229498090);广东省高端刀剪增材制造(3D 打印)工程 技术研究中心(509153168061)。

# · 好 搞 生产应用 Production Theme

钢粉末,化学成分见表2,金属粉末采用气雾化工艺生产,球形度较好。

1.2 试验方法

试验统一采用 S 形正交扫描策略, S 形扫描策略过 程是每完成两层的制备, 激光扫描方向旋转 90°, 相比 于 zigzag 型扫描, S 形扫描可以有效降低零件的残余应 力,抑制翘曲变形,同时细化晶粒组织<sup>[18]</sup>。文中对零件 进行了 0°, 22.5°, 45°, 67.5°, 90°五种方向的制造。如 图 1 所示。

表 2 18Ni300 时效钢粉末化学成分(%)

С	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Fe
≤0.03	17.4	8.68	4.90	0.68	0.11	余量



(a) magic 切片软件效果图



(b) 实际成型效果图 1 制造示意图和成型效果图

每种角度完成 8 个试样的制备,其中 4 个试样用 来时效强化(1 h 830 ℃固溶处理+5 h 480 ℃高温时效 处理),剩余 4 个完成制备后不做任何处理。由于文中 涉及到了悬垂结构,所以对极限悬垂角度进行了计算。 悬垂部分长度计算公式:

$$a = h \cdot \cot\theta \tag{1}$$

式中: *h* 为单层厚度; *θ* 为该轮廓与水平面所形成的夹 角<sup>[19]</sup>,如图 2 所示。

θ越小意味着层与层悬空部分 a 越大,为了稳定成型悬垂面, a 必须小于光斑, 当 a 小于光斑 1/2 时,所对

应的临界角被称为可靠最小临界角度。文中设计层厚 h=40 μm,光斑直径100 μm,通过式(1)算出可靠最小 临界角度 θ = 38.66°。可见 22.5°的试验设计小于可靠 最小临界角,因此文中设计了支撑结构以保证制造的 正常进行。



图 2 悬垂面切片原理示意图

粗糙度试验采用便携式粗糙度检测仪,原理是利 用针尖曲率半径为 2 μm 左右的金刚石触针沿被测表 面缓慢滑行,金刚石触针的上下位移量由电学式长度 传感器转换为电信号,经放大、滤波后自动计算出轮廓 算术平均偏差 R<sub>a</sub>。测量位置为长度方向上悬垂面的粗 糙度,每个试样测量 6 次后取平均值。

致密性是衡量 3D 打印零件质量的一个重要指标。 采用阿基米德原理的浮力法测试成形件的密度,见式(2)

$$\rho = \frac{m_{\rm air} \cdot m_{\rm H_2O}}{m_{\rm air} - m_{\rm H_2O}} \tag{2}$$

式中: 空气中测得成形件的质量 *m*<sub>air</sub>; 测得样品在水中 的质量 *m*<sub>H20</sub>, 可得测试件的致密度。SLM 存在稳定性 差的问题,因此文中设计了多个试样,降低偶然误差的 影响,因此在尺寸及致密度测试过程中统计了大量的 数据。为了有效对数据进行统计,文中采用 SPSS 软件 对试验数据进行统计分析。

#### 2 结果与讨论

#### 2.1 尺寸变化

图 3 为设计试样尺寸,完成 40 个试样的制备后对 宽度进行测量,发现宽度平均值为 7.36 mm,与实际值 相比减小 8%。宽度方向尺寸的减小与光斑补偿设定 有很大关系,激光光斑中心的行走轨迹并非实际工件 的轮廓,而是向制作实体区域偏移半个扫描线宽得到 的轮廓,这个偏移距离既是光斑补偿量,试验才用了较 大的光斑补偿量,因此扫描轨迹相比于实体轮廓出现 过小问题。同时粉末与粉末之间存在间歇,在 SLM 过 程中,粉末熔化后熔化液体会相互吸引团聚,粉末与粉 末之间的间隙会被液体填充,最后凝固下来形成无间

32 2018 年第 9 期

隙的固相结构,宏观的表现就是零件产生一定量的收 缩。适当调节光斑补偿量,选择一定封装密度的粉末 可以控制此问题的产生。



图 3 设计尺寸

图 4a 为倾斜角与宽度之间的变化图,可以发现随着倾斜角的增加,宽度逐渐变大。金属在熔化凝固过程中热量主要是由熔融金属向已完成的实体传输,最后由基板导出。由于材料存在一定的热延迟,传导不是瞬间完成,因此实体位置存在能量累积。当激光扫描次数越多,实体结构的热累积就越大,此时实体容易吸收周边粉末产生粉末粘连现象<sup>[19-20]</sup>。高角度相比于低角度成型,其打印层数增加,激光热作用过程累积的热量更多,因此发生更多的粉末粘连现象,从而使得宽度方向尺寸变大。

图 4b 为倾斜角度与厚度之间的关系图,由于 0°和 22.5°取样时线切割过程成为新的干扰量,所以只对 45°,67.5°和 90°进行统计。从图可以看出,高角度打印 厚度较为稳定,与设计值较为接近,随着角度减小,厚 度变化越来越不稳定,而且呈逐渐增加的趋势。当制 备角度较大,悬垂面较小或者没有悬垂面时,金属粉末 熔化后直接凝固在实体表面。其中,实体表面是已完 成堆积凝固的金属,对新熔化的金属起到一个支撑的 作用,可保证堆叠过程的正常进行。当角度较小时,悬 垂面面积增加,悬垂位置的粉末受激光作用后熔化,由 于缺少实体结构的支撑,在高能束激光的作用下,粉末 会被打穿,如图 5 所示。如果将激光穿透粉体的距离 近似比作熔池深度,可以得出以下公式:

$$\Delta \delta = \Delta p \cdot \cos\theta \tag{3}$$

其中, $\Delta\delta$ 为厚度增加量; $\Delta p$ 为激光穿透深度; $\theta$ 为设计倾斜角度。 $\Delta p$ 与很多因素有关,其中激光能量,曝光时间和粉末性质影响最大,文中激光能量固定,曝光时间由扫描速度决定,可以通过对光斑开始接到结束接触的时间差来近似计算(约为 5.26×10<sup>-5</sup> s),粉末性质主要是指粉末对激光能量的反射系数、吸收系数、投射系数<sup>[21]</sup>,它们与粉末的化学组成、粉末粒径及粉末形状等因素有关。如果将激光功率、曝光时间,粉末性质作为

恒定值,那么 $\Delta p$ 将是一个常数。所以 $\Delta \delta$ 变化规律符 合三角函数 cos 的变化规律。

图 4a 的 95% 置信区间和预测区间较为发散,说明 数据不够集中,表现出较差的稳定性。图 4b 的 95%置 信区间和预测区间则较为集中。这说明 SLM 过程在厚 度方向上的精度要高,容易控制,而水平方向上的精度 控制难度较大,需要对光斑补偿量以及激光焦点进行 反复修正,并在零件的设计过程中,水平方向的尺寸要 相应增加,为后续加工过程提供足够的加工余量。



图 4 试样尺寸随倾斜角度的变化规律



图 5 激光作用悬垂面示意图

试样完成时效强化后处理,尺寸和厚度并未出现 较大的波动,通过 SPSS 软件方差分析可知,有无热处 理对尺寸和厚度对应的 F 值分别为:0.03,0.02,显著性 分别为:0.863,0.890,显著性远远大于 0.05(95%的置 信区间)。而制备角度的 F 值分别为:13.665,186.578, 显著性都为 0.000,小于 0.05 置信区间。可见时效强化 过程对尺寸没有太大影响,而制备角度对厚度和尺寸 影响显著。

#### 2.2 微观形貌变化

由于 SLM 过程是层层堆积的过程,因此采用倾斜 角度制造时,会出现阶梯状结构,如图 6 所示。为了对 阶梯进行定量的测定,采用粗糙度为指标对试样的上 表面进行测量。图 7 是粗糙度随角度的变化规律,可 以看出随着角度的增加粗糙度呈先增加后减小的变化 规律。在 *R*<sub>a</sub> 的计算过程中,需要求得轮廓平均算术偏 差值,轮廓的平均算术偏差值 *R*<sub>a</sub> 就是在一定测量长度 *L* 范围内,轮廓上各点至中线距离绝对值的平均算术偏 差

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^1 |y| \,\mathrm{d}x \tag{4}$$

SLM 在制备倾斜面时产生的台阶结构是粗糙度上 升的主要原因,如图 6 所示,将每一层中心点连接成一 条线作为中心线(图 6 中的实线),虚线上的点作为离 中心线最远的点,有最远距离  $|y| = \frac{h}{2} \cdot \cos\theta$ 。可以看 出,相比与较小的角度,大角度在一个测量长度 L 范围 内有更多的层数,更多的层数意味着更多的波动,更多 的波动意味着有更多距离中心线较远的点会增加。尽 管  $\cos\theta$  会在一定程度上减小 |y| (振幅)的值,但是从 三角函数图形可以知道,小于 45°范围时,  $\cos\theta$  变化不 剧烈,因此 |y|的减小量可以忽略,所以出现由小变大 的趋势。随着角度进一步增加, $\cos\theta$ 对 |y|的影响越 来越大, |y| 越来越小,测试时的波动规律变成高频率 低振幅,使得  $R_a$  降低。







试样完成时效强化后处理,粗糙度有一定的下降 趋势,方差分析见表 3。可见,热处理对粗糙度具有显 著影响,其显著性值小于 0.05。同时热处理与非热处 理标准差结果为:热处理 2.04,非热处理为 2.67,这说 明热处理后的试样数据较集中,受角度因素影响不剧 烈。原因有两点:①热处理时效强化时,试样经历了 *M* →*A*→*M* 的过程,残余应力得到了释放,同时加热过程 使得材料进入塑性状态,这使得膨胀过程有效降低了 台阶现象,悬垂面上的层与层连接位置变得平缓,表现 出来的就是粗糙度降低;②时效过程中材料表面出现 一定厚度的脆性氧化层,造成脱碳,这使得台阶现象变 模糊,从而影响粗糙度的值。

## 2.3 致密度的变化

图 8 是致密度随角度变化规律,随着角度的增加 致密度呈先减小后增大的变化趋势。当角度从 90°逐 渐往下降的时候悬垂面逐渐增加。如前文所述,悬垂 面的增加势必导致更多区域缺少实体支撑。由于 SLM 所用的激光光斑很小,扫描速度很快,使得熔池尺寸仅 在 100~200 µm 之间, 在这样的空间尺度下, 熔池的重 力影响可以忽略,表面张力以及热毛细现象成为主导。 而激光能量密度集中,热输入小的特性使得熔化凝固 瞬间发生,在这样的时间尺度下,温度梯度极高10000 K/mm<sup>[22]</sup>,偏离平衡态更加显著,熔池处于一个非平衡 状态。因此激光熔池不平衡不均匀的特性在极快的凝 固过程中会被保留下来,尤其是熔池缺少周围实体约 束时,内部强大的对流使得熔池形态变得极不稳定,当 熔池凝固后,内部出现大量气孔和缺陷。因此悬垂面 位置的凝固层存在疏松多孔的性质。这也就是为什么 随着角度降低,悬垂面增加,致密度下降。从图8中还 可以看出,22.5°时致密度出现上升趋势,与悬垂面越 大致密度越低的结论相违背。其原因是文中对22.5°

Production Theme	生产应用	好	扬
------------------	------	---	---

表3 针对粗糙度主体效应检验

因变量: 粗糙度

源	修正模型	截距	角度	有无热处理	误差	总计	修正后总计
Ⅲ 类平方和	56.607	1 903.938	38.261	18.346	6.837	1 967.382	63.444
自由度	5	1	4	1	4	10	9
均方	11.321	1 903.938	9.565	18.346 1.709			
F	6.624	1 113.948	5.596	10.734			
显著性	0.045	0.000	0.062	0.031	$a \cdot R^2 = 0$	D.892(调整后 R <sup>2</sup> :	= 0.758)



图 8 倾斜角度与致密度的关系

的试样添加了支撑结构,大量悬垂面得到了实体的支 撑,熔池受到实体支撑约束后可以较为稳定地熔化凝 固,这也印证了致密度变化主要是由试样悬垂面凝固 层导致的。0°试样不存在悬垂面,因此致密度达到最 大值。同时水平制造(0°)致密度略高于垂直制造 (90°)的致密度。原因在于层与层之间容易形成孔洞 夹杂等缺陷,当设计层数增加时,试样内部的缺陷和孔 洞也会增加,这些缺陷会降低成型试样的致密度,如图 9 所示。因此在零件层数设计和零件摆放角度设计时 应注意此问题。

时效强化热处理过后,致密度也发生了变化,致 密度的方差分析见表4。可以看出,时效强化后会对致 密度产生显著影响。分析认为,试验采用的热处理炉 是非气氛保护炉,热处理过程中由于高温的作用,氧会 与金属结合,试样表面形成一层氧化层。氧化层为疏 松结构,这促使试样的整体密度发生下降。因此,零件 需用铜丝轮表面抛光后方得使用。



(a) 100 倍下微观形貌



(b) 200 倍下微观形貌

图 9 光镜显微组织照片

源	修正模型	截距	有无热处理	角度	有无热处理* 角度	误差	总计	修正后总计
Ⅲ 类平方和	0.253	2 395.052	0.044	0.177	0.033	0.080	2 395.385	0.333
自由度	9	1	1	4	4	30	40	39
均方	0.028	2 395.052	0.044	0.044	0.008	0.003		
F	10.562	899 612.971	16.409	16.600	3.062			
显著性	0.000	0.000	0.000	0.000	0.031	$a \cdot R^2 =$	0.076( 调整后 l	$R^2 = 0.688)$

表 4 针对致密度主体间效应检验

#### 3 结论

(1)制备试样与原设计相比,尺寸出现缩小,这与 光斑补偿量和粉末之间的空隙有关。随着制备角度的 增加,宽度方向上的尺寸逐渐变大,这与粉末粘连现象 有关,可以通过层数的设计来控制。

(2) 厚度方向上,随着制备角度的增加,呈减小趋势。通过几何分析得出,变化规律符合三角函数 cos 的变化规律。

(3)粗糙度结果分析表明,粗糙度的大小受阶梯结构的影响,与角度之间的关系是中间高、两头低。时效强化过程会使金属进入塑性状态,同时表面形成氧化皮,应力释放和氧化层会影响粗糙度减小阶梯效应,使表面结构平缓。

(4) 致密度分析结果表明,零件致密度发生改变主 要是受到悬垂面凝固层的影响,添加支撑,增加角度可以 有效减少悬垂面的面积,从而减少疏松层的厚度,提高零 件的致密度。缺陷位置容易出现在层与层结合处,这些 缺陷会降低致密度。时效强化后,材料密度发生下降,分 析认为是时效过程中,生成的疏松氧化层导致的。

#### 参考文献

- [1] 董博伦,柏久阳,林三宝,等.激光/电弧增材制造金属的热处理工艺研究现状与发展[J].焊接,2016(4):17-22.
- [2] 潘龙威,董红刚. 焊接增材制造研究新进展[J]. 焊接, 2016(4): 27-32.
- [3] 梁行,姜云禄,陈怀宁,等. SUS301L 不锈钢激光搭接焊工 艺参数对焊缝形貌的影响[J].焊接,2017(7):23-28.
- [4] Yin Y, Pan C L, Zhang R H, et al. The effect of Ti addition on the microstructure and properties of high chromium iron-based coatings [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2018, 765: 782-790.
- [5] 胡迪・利普森,梅尔芭・库曼. 3D 打印: 从想象到现实 [M]. 北京: 中信出版社出版社, 2014: 01-98.
- [6] 赵曙明, 沈显峰, 杨家林,等. 水雾化 316L 不锈钢选区 激光熔化致密度与组织性能研究 [J]. 应用激光, 2017
  (3): 319-326.
- [7] Kamath C, El-Dasher B, Gallegos G F, et al. Density of additively-manufactured, 316L SS parts using laser powder-bed fusion at powers up to 400 W [J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2014, 74(1-4): 65-78.
- [8] Casati R, Lemke J, Vedani M. Microstructure and fracture behavior of 316L austenitic stainless steel produced by selective laser melting [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2016, 32(8): 738-744.

- [9] Kempen K, Yasa E, Thijs L, et al. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel [J]. Physics Procedia, 2011, 12(1):255-263.
- [10] Jägle E A, Choi P P, Humbeeck J V, et al. Precipitation and austenite reversion behavior of a maraging steel produced by selective laser melting [J]. Journal of Materials Research, 2014, 29(17): 2072-2079.
- [11] Zhou Y Y, Wang F, Xue C. Microstructure and mechanical properties of 3D printing 18Ni300 die steel [J]. Physical Testing & Chemical Analysis, 2016.
- [12] Demir A G, Previtali B. Investigation of remelting and preheating in SLM of 18Ni300 maraging steel as corrective and preventive measures for porosity reduction [J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2017, 93 (5-8):1-13.
- [13] Yao Y, Huang Y, Chen B, et al. Influence of processing parameters and heat treatment on the mechanical properties of 18Ni300 manufactured by laser based directed energy deposition [J]. Optics & Laser Technology, 2018, 105: 171–179.
- [14] Bai Y, Yang Y, Wang D, et al. Influence mechanism of parameters process and mechanical properties evolution mechanism of maraging steel 300 by selective laser melting [J]. Materials Science & Engineering A, 2017, 703: 116–123.
- [15] Wang C, Hu B. Neural network prediction of endurance property for 18Ni300 steel based on genetic algorithm [J]. Tool Engineering, 2016,50(4):61-64.
- [16] Kang N, Ma W, Li F, et al. Microstructure and wear properties of selective laser melted WC reinforced 18Ni – 300 steel matrix composite [J]. Vacuum, 2018, 154: 69–74.
- Guan X, Guochen Y E. Determination of 18Ni300 powder composition of maraging steel by microwave degestion with ICP-AES [J]. China Measurement & Test, 2018, 44(3): 53-56.
- [18] 杨永强,卢建斌,王迪,等. 316L 不锈钢选区激光熔化成型非水平悬垂面研究[J].材料科学与工艺,2011,19 (6):94-99.
- [19] 吴根丽. 金属悬垂特征结构件激光选区熔化成形工艺研究[D]. 南京:南京理工大学硕士学位论文, 2016.
- [20] 吴伟辉,肖冬明,杨永强,等.激光选区熔化成型过程的粉 末粘附问题分析[J].热加工工艺,2016(24):43-47.
- [21] 孙大庆. 金属粉末选区激光熔化试验研究 [D]. 北京:北京工业大学硕士学位论文, 2007.
- [22] 周鑫. 激光选区熔化微尺度熔池特性与凝固微观组织 [D].北京: 清华大学博士学位论文, 2016.
- 作者简介: 张鹏林,1996年出生,博士。主要从事无损检查新 计算、无损评价等方面的研究。