

# 激光选区熔化成形 S136 模具钢热处理组织和性能研究

朱学超<sup>1)</sup>✉，魏青松<sup>2)</sup>，孙春华<sup>1)</sup>

1) 苏州市职业大学机电工程学院，苏州 215104      2) 华中科技大学材料成形与模具技术国家重点实验室，武汉 430074

✉通信作者，E-mail: jssvczxc@163.com

**摘要** 激光选区熔化是非平衡凝固过程，成形过程会产生热应力及组织应力，造成金属零件开裂、变形等缺陷，后期热处理是改善激光选区熔化金属零件微观组织和提升性能的有效手段。本文研究了后期热处理参数（热处理温度、保温时间及冷却方式）对激光选区熔化成形的 S136 模具钢零件微观组织和性能的影响。结果表明：最优化热处理参数为 1050 °C，保温 30 min，水冷。在最优化热处理工艺下 S136 模具钢试样洛氏硬度达到 HRC 53.7，比热处理之前提高了 8.6%，洛氏硬度标准差比热处理之前降低了 37.14%，硬度均匀性得到显著改善；试样的耐磨损性、最大显微硬度和最大弹性模量比热处理前分别提升 33.5%、3.3% 和 8.6%；试样的熔池形态鳞状形貌结构消失，碳化物相 CrFe<sub>7</sub>C<sub>0.45</sub> 溶解，组织均匀，基本呈现各向同性特征。

**关键词** 激光选区熔化；热处理；硬度；耐磨损性；微观组织

**分类号** TN249

## Study on microstructures and properties of S136 die steel formed by selective laser melting after heat treatment

ZHU Xue-chao<sup>1)</sup>✉, WEI Qing-song<sup>2)</sup>, SUN Chun-hua<sup>1)</sup>

1) School of Mechanic and Electronic Engineering, Suzhou Vocational University, Suzhou 215104, China

2) State Key Laboratory of Material Processing and Die & Mould Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China

✉Corresponding author, E-mail: jssvczxc@163.com

**ABSTRACT** Selective laser melting (SLM) is a non-equilibrium solidification process and can cause the thermal and structural stress, resulting in the cracking and deformation of metal parts. Post-heat treatment is an important way to improve the microstructures and properties of SLM metal parts. The effects of post-heat treatment parameters on microstructures and properties of S136 die steel formed by SLM were investigated in this paper, including heat treatment temperature, holding time, and cooling mode. In the results, the optimal heat treatment parameters are found as 1050 °C, 30 min, and water cooling. Rockwell hardness is found up to HRC 53.7, increasing by 8.6% than that of as-formed sample. The uniformity of hardness is greatly improved as the standard deviation of Rockwell hardness decreased by 37.14%. The wear resistance, maximum micro-hardness, and maximum elastic modulus of heat treated sample are increased by 33.5%, 3.3% and 8.6%, respectively. The scaly structure morphology of molten pool is disappeared, CrFe<sub>7</sub>C<sub>0.45</sub> carbide is dissolved, and the uniform and isotropic microstructures are present.

收稿日期：2018-05-19

基金项目：国家自然科学基金资助项目（51375189）；国家高技术研究发展计划资助项目（2015AA042501）

DOI: 10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.2019.02.001; <http://journals.ustb.edu.cn>

**KEY WORDS** selective laser melting; heat treatment; hardness; wear resistance; microstructures

激光选区熔化技术(selective laser melting, SLM)作为增材制造最具前景的研究方向之一,具有制造精度高(可达0.05 mm)、表面质量好、材料利用率高和工艺简单等特点,能快速直接成型具有复杂形状且几近完全致密的轻量化金属零件<sup>[1]</sup>,在医疗、汽车、模具、航空航天等领域都得到应用<sup>[2-4]</sup>。激光选区熔化技术能够快速成形金属模具<sup>[5-6]</sup>,可以缩短模具制造工艺流程,加快研发与制造过程<sup>[7]</sup>。SLM技术可用于制造高强高温模具材料,制备具有随形冷却水道的高性能模具镶块,摆脱了交叉钻孔的限制<sup>[8]</sup>。随形冷却水道的形状随着注塑制品的外形变化而不再呈直线状,使注塑制品得到均匀冷却,冷却时间和制品变形量降低<sup>[9-13]</sup>。

目前,商用SLM成形金属模具用材料仅有18Ni300(马氏体时效钢MS1)金属粉末,远不能满足模具工业生产发展的需求<sup>[14]</sup>。S136模具钢属马氏体不锈钢,机械加工性能好,抛光性能佳、耐蚀性和耐磨性好、强度高,被各种塑料模具广泛应用。激光选区熔化技术成形模具零件的晶粒结构微小、生长取向复杂,存在裂纹、孔隙等结构问题及塑性低、耐疲劳性能弱及各向异性等性能缺陷<sup>[15]</sup>,与传统铸造、锻造等工艺成形零件的宏观、微观组织性能有明显差别。后续热处理可以改善SLM成形件的微观组织,消除成形件残余热应力,提升工件组织均匀性和力学性能,满足塑料模具对材料的要求,提高产品质量和模具使用寿命。本文研究了热处理温度、保温时间、冷却方式等后期热处理参数对激光选区熔化成形S136模具钢成形件显微组织和力学性能的影响,为S136模具钢粉在SLM成形模具的应用提供技术基础。

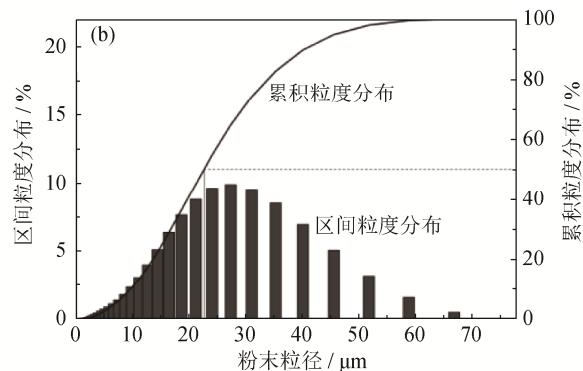
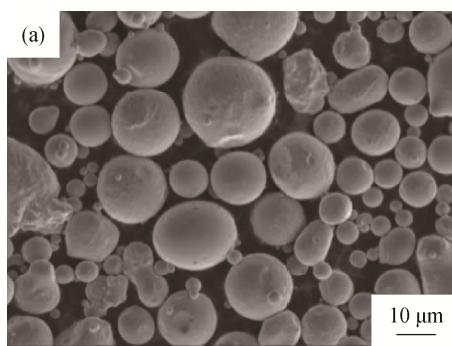


图1 S136粉末微观形貌(a)与粉末粒径分布(b)

Fig.1 Microstructures (a) and size distribution (b) of S136 powders

## 1 实验材料及方法

### 1.1 实验材料

实验原料为气雾化S136模具钢粉,粉末化学组成如表1所示,粉末微观形貌及粒径分布如图1所示,该粉末呈大小不等的规则球形或近球形,粒径大小分散,平均粒径为27 μm,具有较好流动性和铺粉性能,为SLM成形较致密的制件提供了必要条件。使用华中科技大学快速制造中心自主研发的金属3D打印机HRPM-II进行试验成形,3D打印机配有200 W连续模式光纤激光器和三维动态聚焦振镜,光斑直径50~100 μm,扫描速度为10~1000 mm/s,铺粉厚度20~80 μm,成形腔大小为250 mm×250 mm×450 mm,双缸下送粉,铺粉辊移动铺粉。根据前期工艺参数优化试验得到的最佳成形参数组合选取成形参数见表2。实验用试样如图2所示,其中硬度和显微组织测试用试样尺寸为20 mm×20 mm×10 mm,共计4个,如图2(a)所示,摩擦磨损测试用试样尺寸为φ6 mm×12 mm,共计3个,如图2(b)所示。

### 1.2 热处理工艺

S136模具钢奥氏体化温度范围在1050~1100 °C左右,因此选择后续热处理温度范围为850~1150 °C,温度间隔100 °C;在1050 °C时保温时间选取10~50 min,其他温度保温30 min;冷却方式包括60 °C水冷和空冷,试样热处理制度如表3所示。

表1 S136模具钢粉化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of S136 die steel powders %

C	Cr	Mn	Si	V	Fe
0.34	14.64	<0.81	<0.55	0.35	余量

表 2 3D 打印成形实验参数

Table 2 Experimental parameters of 3D printing forming

扫描功率, $P / \text{W}$	扫描速度, $V / (\text{mm} \cdot \text{s}^{-1})$	扫描间距, $S / \text{mm}$	铺粉厚度, $H / \text{mm}$
140	550	0.08	0.02

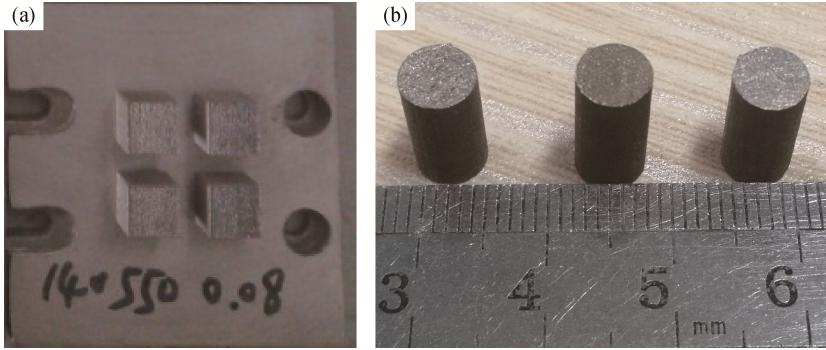


图 2 热处理测试用试样: (a) 硬度和显微组织测试用试样; (b) 摩擦磨损试验用试样

Fig.2 Test parts of heat treatment: (a) used in hardness and microstructures tests; (b) used in friction wear test

表 3 SLM 成形 S136 模具钢试样后续热处理制度

Table 3 Heat treatment process of S136 die steel samples formed by SLM

试样编号	加热温度 / °C	保温时间 / min	冷却方式
1#	850	30	水冷, 空冷
2#	950	30	水冷, 空冷
3#	1050	30	水冷, 空冷
4#	1150	30	水冷, 空冷
5#	1050	10	水冷, 空冷
6#	1050	20	水冷, 空冷
7#	1050	40	水冷, 空冷
8#	1050	50	水冷, 空冷

### 1.3 微观组织和物理性能测试

使用 SX2-4-13 型高温马弗炉对测试件进行热处理, 设备最大功率 6 kW, 最高加热至 1300 °C。采用美国 Wilson 公司 600MRD 型数字洛氏硬度计测试试样洛氏硬度, 施加 1471 N 载荷和保持 4 s 时间。用砂纸对热处理后的试样进行打磨去除悬浮颗粒并使其表面光亮, 在成形件 XY 平面和 XZ 平面分别测量 3 个点, 将 3 个测试值的平均值作为该面的洛氏硬度, 两个面洛氏硬度的平均值作为该热处理制度试样的洛氏硬度, 使用标准差考察各热处理工艺硬度均匀性。采用美国 Hysitron 公司的 TI750 型纳米压痕测试仪 (Berkovich 50 nm 型三角锥针头) 测试试样显微硬度和弹性模量, 最大载荷 800 mN, 加载时间 5 s, 保压时间 2 s, 卸载时间 5 s, 用酒精擦拭抛光后的成形试样, 实现对微熔池的轻腐蚀。使用 MG-2000B 型摩擦试验机进行耐磨性实验, 试验载荷为 200 N, 转速为 3200 r/min, 摩擦时间为 2 min,

摩擦盘硬度为 HRC 64, 每组试样测试三次。耐磨损实验前后试样质量差即为摩擦磨损量, 摩擦磨损量越小说明材料耐磨损性能越好。使用 4XCE 型光学显微镜观测金相显微组织。使用日本 SHIMADZU 公司的 PCXRD-7000 型 X-射线衍射仪进行物相分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 热处理对成形件硬度和耐磨损的影响

热处理温度对试样硬度的影响如图 3 (a) 所示, 可以看出, 试样硬度随着热处理温度的升高而增加, 在 1050 °C 保温淬火后硬度达到最大值 (HRC 53.7), 比热处理前 SLM 成形件的硬度 (HRC 49.45) 提高了 8.6%, 随着热处理温度继续升高, 硬度呈下降趋势。在同样温度下, 空冷试样硬度比水冷试样硬度低, 这是由于水冷方式冷却速度较快, 使得马氏体充分转变, 提高了成形件的硬度。同时还可以看出, 除 1050 °C 热处理的成形件外, 其他热处理成形件的硬度都低于热处理前 SLM 成形件的硬度, 原因在于经 850 和 950 °C 热处理, S136 模具钢奥氏体化无法完成, 因此淬火过程中马氏体转变也不会发生, 而且热处理有利于  $\alpha$ -Fe 长大, 使得测试件残余应力得以消除, 造成测试件硬度降低。1150 °C 热处理淬火产生巨大的应力使测试件开裂 (图 3 (c)), 从而使测试件的硬度比热处理前降低。图 3 (b) 为热处理温度对测试件硬度标准差的影响, 可以看出, 测试件硬度标准差在热处理后得到改善, 其中 1050 °C 热处理前硬度标准差为 HRC 1.4, 热处理后硬度标准差为 HRC 0.88, 下降了 37.14%, 硬度和硬度均匀性得到显著改善。

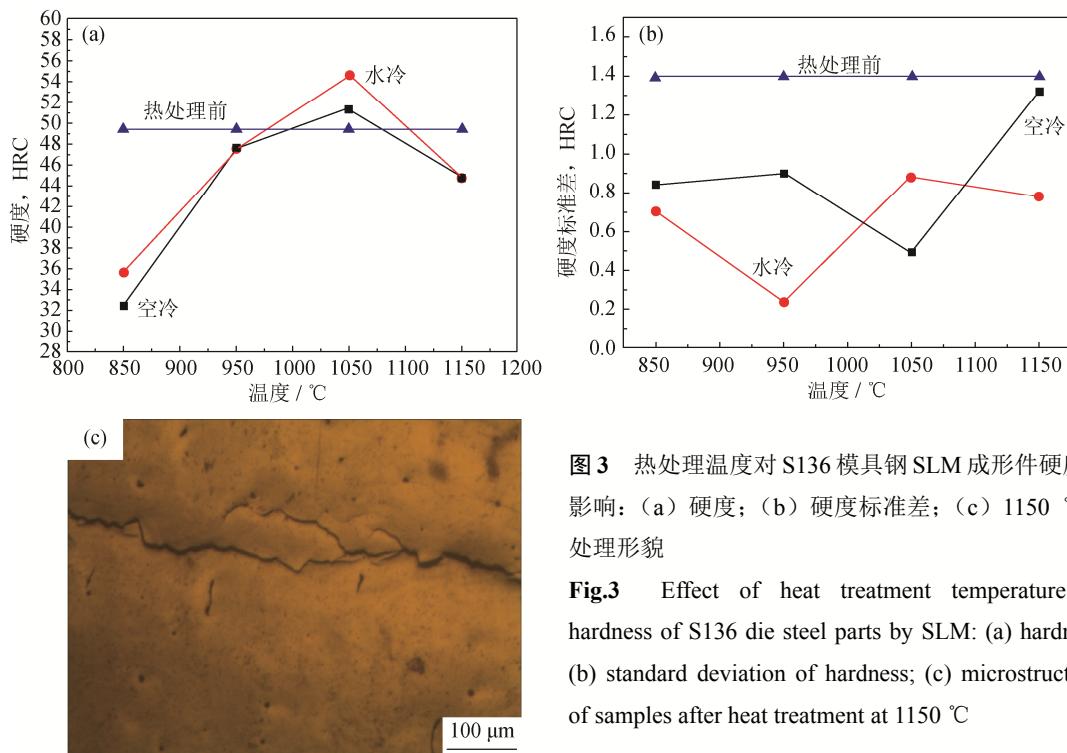


图3 热处理温度对S136模具钢SLM成形件硬度的影响: (a) 硬度; (b) 硬度标准差; (c) 1150 °C热处理形貌

Fig.3 Effect of heat treatment temperature on hardness of S136 die steel parts by SLM: (a) hardness; (b) standard deviation of hardness; (c) microstructures of samples after heat treatment at 1150 °C

保温时间对成形件硬度和硬度标准差(硬度均匀性)的影响如图4所示。可以看出,随保温时间的增加,热处理成形件硬度总体上先增加后减少,在保温30 min时达到最大值,这是因为随着保温时间的增加使S136模具钢充分奥氏体化,马氏体在淬火过程中转化充分,成形件硬度升高。但继续增加保温时间,会使奥氏体长大、CrFe<sub>7</sub>C<sub>0.45</sub>相完全溶解,导致淬火后马氏体晶粒粗大从而降低硬度,如图3(c)所示水冷产生的裂纹同样也使试样的硬度显著降低。图4(b)为保温时间对成形件硬度标准差(均匀性)的影响,可以看出,水冷试样随保温时间增

加硬度标准差先下降后增加,在保温30 min时达到最小值,硬度和硬度均匀性得到显著改善,而保温时间对空冷试样的硬度标准差(均匀性)影响较为复杂,硬度的标准差波动较大。

排除几组硬度较低的试样(1#、5#、8#),对热处理前后试样进行摩擦磨损实验,结果如图5所示。可以看出,3#试样(1050 °C, 30 min, 水冷)的摩擦磨损量最小,因此磨损性能最好,测试结果与成形件的硬度相一致。成形件硬度越大,耐磨性也越好,磨损量由热处理之前0.0346 g减少到0.0230 g,耐磨性能提高33.5%。

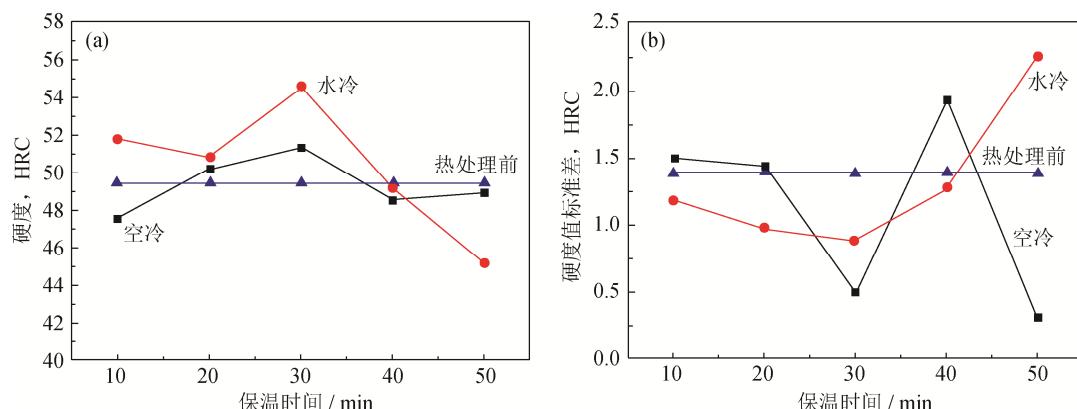


图4 保温时间对S136模具钢SLM成形件硬度的影响: (a) 硬度; (b) 硬度标准差

Fig.4 Effect of holding time on hardness of S136 die steel parts by SLM: (a) hardness; (b) standard deviation of hardness

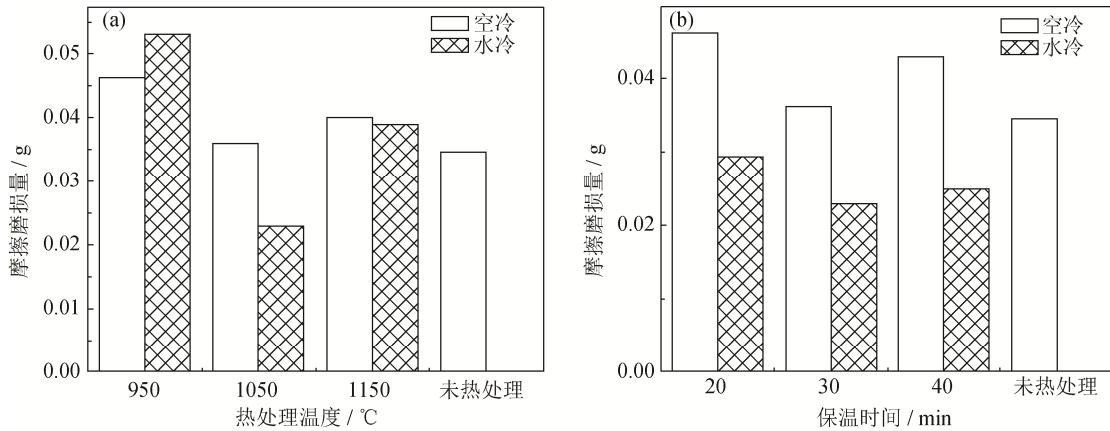


图5 热处理温度(a)和保温时间(b)对S136模具钢SLM成形件摩擦磨损性能的影响

Fig.5 Effects of heat treatment temperature (a) and holding time (b) on friction and wear properties of S136 die steel parts by SLM

## 2.2 热处理对成形件微观组织和性能的影响

图6是SLM制备的S136模具钢试件热处理前后微观组织光学显微形貌,由图6(a)可以看出,热处理前熔池由下向上堆积,纵向相邻熔池有部分区域重熔,横向相邻熔池相互搭界,熔池呈现鱼鳞状形貌结构均匀排布,熔池边界清晰。图3(c)、图6(b)和图6(c)为不同热处理温度(保温时间30 min,水冷)下的S136模具钢粉末SLM成形件轻腐蚀之后的光学显微形貌,可以看出,当850 °C

热处理时,鳞状形貌结构熔池形态基本消失,仍能观察到残存呈白亮色月牙形态的熔池边界;当1050 °C热处理时,基本观察不到熔池轮廓,组织均匀,原始SLM微熔池鱼鳞状形貌结构已经基本消失,故1050 °C热处理提高了成形件硬度和组织的均匀性;当1150 °C热处理时,观察不到熔池轮廓,但因淬火产生的巨大应力超过材料本身强度使测试件出现热裂纹,故1150 °C热处理降低了成形件硬度及硬度均匀性。

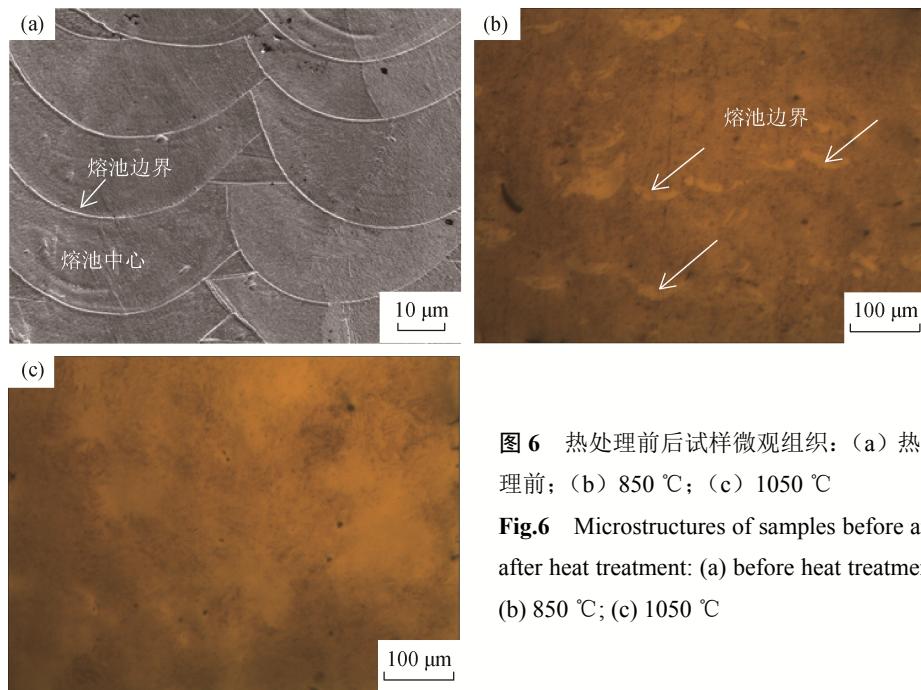


图6 热处理前后试样微观组织: (a) 热处理前; (b) 850 °C; (c) 1050 °C

Fig.6 Microstructures of samples before and after heat treatment: (a) before heat treatment; (b) 850 °C; (c) 1050 °C

鳞状形貌结构熔池形态随着热处理温度的升高而消失,是由于随温度升高物相发生溶解,含量逐渐减少造成的。图7为S136模具钢SLM成形件热

处理前和1050 °C热处理后的X射线衍射图谱,由图可以看出,当热处理温度达到奥氏体化温度后碳化物相溶解,碳化物CrFe<sub>7</sub>C<sub>0.45</sub>相消失,组织均匀化;

同时 Fe-Cr 相衍射峰相对变高, 说明 Fe-Cr 相结晶度增大, 晶粒变大。

对组织均匀的试样 (1050 °C, 30 min, 水冷) 进行纳米压痕测试, 研究热处理之后的组织均匀性和显微硬度。由于热处理之后组织均匀无相界, 采用 10 μm 点距的 5×5 点阵方式进行纳米压痕测试, 测试方式如图 8 所示。将所有点的显微硬度和弹性模量平均值作为 S136 粉末 SLM 成形件热处理之后的显微硬度和弹性模量, 并与未热处理的试样对比, 试样热处理之前纳米压痕测试位置位于熔池边界、1/4 层厚和 1/2 层厚处, 每个位置选取 5 个测量点, 5 个测量点的平均值作为该位置的显微硬度和弹性模量, 测试结果如图 9 所示。热处理之后试样的显微硬度为 6.26 GPa, 比热处理之前最大显微硬度(1/2 层厚处, 6.06 GPa) 提升了 3.3%; 热处理之后试样的弹性模量为 187.67 GPa, 比热处理之前最大弹性

模量 (1/4 层厚处, 172.87 GPa) 提升了 8.6%, 热处理对材料强度均有提升。

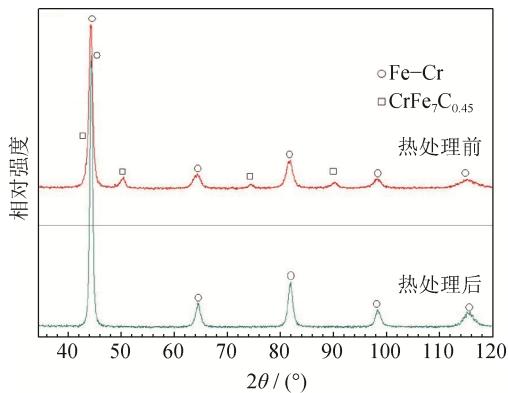


图 7 S136 模具钢 SLM 成形件热处理前后 X 射线衍射图谱  
Fig.7 X-ray diffraction patterns of S136 die steel by SLM before and after heat treatment

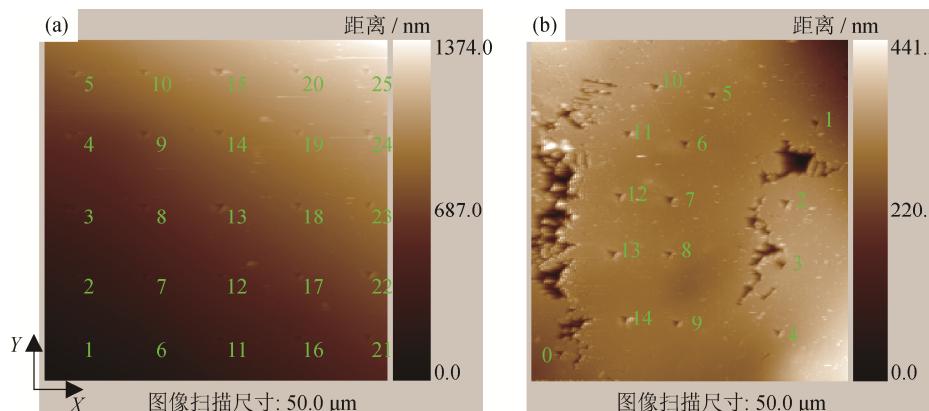


图 8 纳米压痕测试位置示意图: (a) 热处理后; (b) 热处理前

Fig.8 Schematic diagram of nano-indentation test position: (a) after heat treatment; (b) before heat treatment

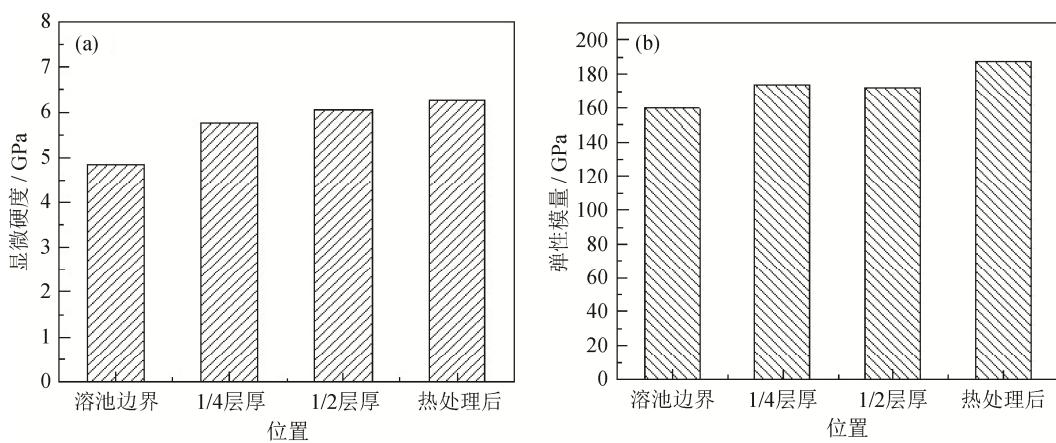


图 9 S136 模具钢 SLM 成形件热处理前后显微硬度 (a) 和弹性模量 (b)

Fig.9 Micro-hardness (a) and elastic modulus (b) of S136 die steel by SLM before and after heat treatment

图 10 所示为热处理后每一列 (X 轴)、每一行 (Y 轴) 纳米压痕测试显微硬度和弹性模量, 表 4

所示为热处理前和热处理后 X 轴方向 (5 列)、Y 轴方向 (5 行) 显微硬度和弹性模量变化幅度。图 10

可以看出,  $X$  和  $Y$  轴向的显微硬度和弹性模量变化幅度很小, 故组织性能均匀且基本呈现各向同性特征, 表 4 可以看出, 热处理显著降低了试样显微硬

度和弹性模量的变化幅度, 结合微观组织和力学性能, 热处理工艺 ( $1050^{\circ}\text{C}$ ,  $30\text{ min}$ , 水冷) 使组织有效均匀化, 微观力学性能显著提升。

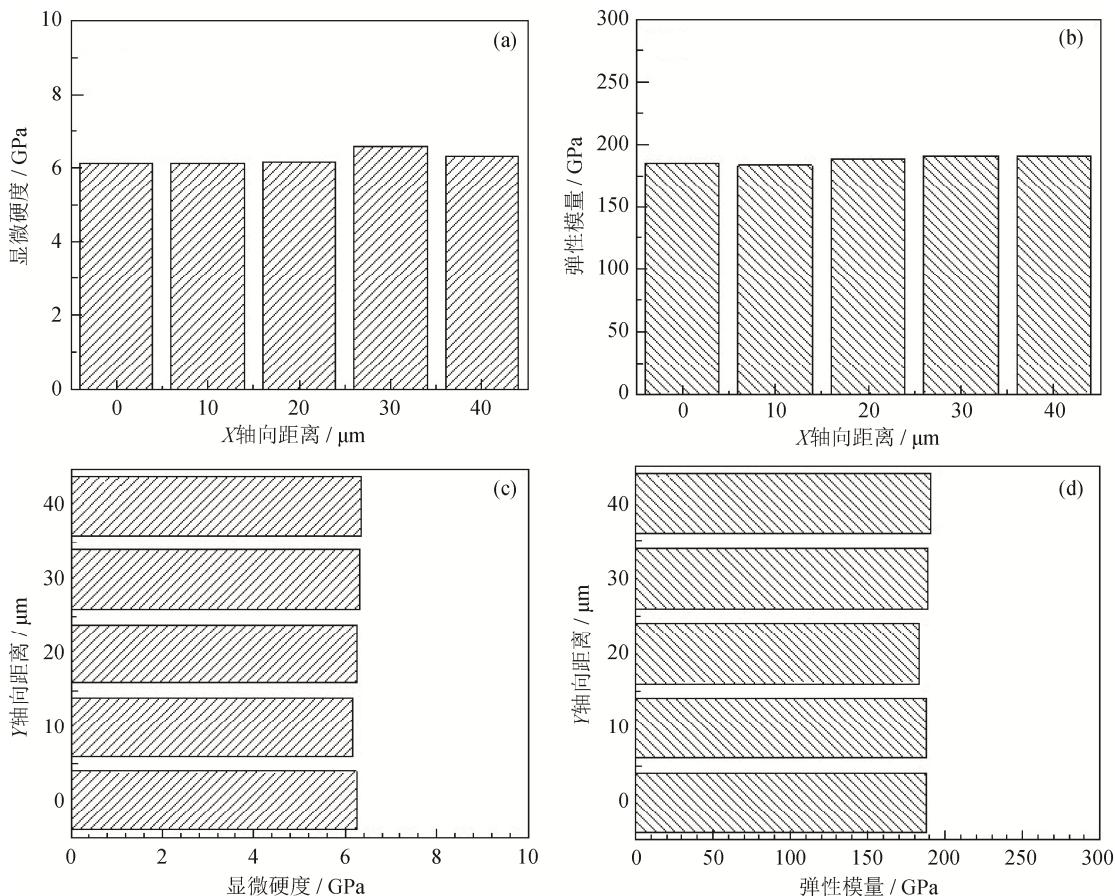


图 10 S136 模具钢 SLM 成形件热处理后显微硬度和弹性模量: (a)  $X$  轴方向显微硬度; (b)  $X$  轴方向弹性模量; (c)  $Y$  轴方向显微硬度; (d)  $Y$  轴方向弹性模量

Fig.10 Micro-hardness and elastic modulus of S136 die steel by SLM after heat treatment: (a) micro-hardness in  $X$ -axis direction; (b) elastic modulus in  $X$ -axis direction; (c) micro-hardness in  $Y$ -axis direction; (d) elastic modulus in  $Y$ -axis direction

表 4 显微硬度和弹性模量热处理前后变化幅度

Table 4 Changes on the micro-hardness and elastic modulus of S136 die steel by SLM before and after heat treatment

测试时间	位置	弹性模量变化幅度 / %	显微硬度变化幅度 / %
热处理前	熔池法向	7.15	19.87
热处理后	$X$ 轴方向 (5 列)	4.02	7.19
热处理后	$Y$ 轴方向 (5 行)	3.96	2.89

注: 变化幅度 = [(最大值 - 最小值) / 最大值] × 100%

### 3 结论

(1) S136 模具钢 SLM 成形件的最优热处理工艺为  $1050^{\circ}\text{C}$  热处理, 保温  $30\text{ min}$ , 水冷。在该工艺下试样洛氏硬度达到 HRC 53.7, 比热处理之前 (HRC 49.45) 提高了 8.6%; 试样洛氏硬度标准差

由热处理之前的 HRC 1.40 降低到 HRC 0.88, 降低了 37.14%, 说明硬度均匀性得到显著改善。试样磨损量由热处理之前的  $0.0346\text{ g}$  降低到  $0.0230\text{ g}$ , 耐磨性提高了 33.5%。

(2) 在最优热处理工艺下鳞状形貌结构熔池形态消失, 碳化物相  $\text{CrFe}_7\text{C}_{0.45}$  溶解,  $\text{Fe}-\text{Cr}$  相结晶度增大, 组织均匀, 基本呈现各向同性特征。最优热处理工艺试样平均显微硬度和弹性模量为  $6.26\text{ GPa}$ 、 $187.67\text{ GPa}$ , 比热处理前最大显微硬度和最大弹性模量分别提升 3.3% 和 8.6%, 微观力学性能显著提高。

### 参 考 文 献

- [1] Wang H J, Cui Z W, Sun F, et al. Superalloy GH4169 complicated components prepared by selective laser

- melting forming technique. *Powder Metall Technol*, 2016, 34(5): 368  
(王会杰, 崔照雯, 孙峰, 等. 激光选区熔化成形技术制备高温合金 GH4169 复杂构件. 粉末冶金技术, 2016, 34(5): 368)
- [2] Dong P, Chen J L. Current status of selective laser melting for aerospace applications abroad. *Aerospace Manuf Technol*, 2014(1): 1  
(董鹏, 陈济轮. 国外选区激光熔化成形技术在航空航天领域应用现状. 航天制造技术, 2014(1): 1)
- [3] Chen S, Tao F H, Jia C Z, et al. Research on selective laser melting forming process and property of H13 die steel. *Hot Working Technol*, 2017, 46(10): 162  
(陈帅, 陶凤和, 贾长治, 等. H13 模具钢选区激光熔化成型工艺及其性能研究. 热加工工艺, 2017, 46(10): 162)
- [4] Ren W, Zhang G G, Xu Y X. Performance of 4Cr13 die steel by selective laser melting. *China Pet Mach*, 2016, 44(11): 107  
(任武, 张刚刚, 徐云喜. 3D 打印选区激光熔化成形 4Cr13 模具钢及性能研究. 石油机械, 2016, 44(11): 107)
- [5] Zhang S, Wei Q S, Cheng L Y, et al. Effects of scan line spacing on pore characteristics and mechanical properties of porous Ti6Al4V implants fabricated by selective laser melting. *Mater Des*, 2014, 63: 185
- [6] Wen S F, Li S, Wei Q S, et al. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. *J Mater Process Technol*, 2014, 214(11): 2660
- [7] Wen S F, Wu X L, Zhou Y, et al. Microstructure and property of S136 mould steel fabricated by selective laser melting. *J Huazhong Univ Sci Technol Nat Sci*, 2018, 46(2): 51  
(文世峰, 吴雪良, 周燕, 等. 激光选区熔化成形 S136 模具钢的成形性能研究. 华中科技大学学报 (自然科学版), 2018, 46(2): 51)
- [8] Zhao X, Wei Q S, Song B, et al. Fabrication and characterization of AISI 420 stainless steel using selective laser melting. *Mater Manuf Process*, 2015, 30(11): 1283
- [9] Liu B, Tan J H, Wu C L. Design of injection mould with conformal cooling channel based on 3D printing. *Eng Plast Appl*, 2015, 43(10): 71  
(刘斌, 谭景焕, 吴成龙. 基于 3D 打印的随形冷却水道注塑模具设计. 工程塑料应用, 2015, 43(10): 71)
- [10] Wang Y, Yu K M, Wang C C L, et al. Automatic design of conformal cooling circuits for rapid tooling. *Comput-Aided Des*, 2011, 43(8): 1001
- [11] Dang X P, Park H S. Design of U-shape milled groove conformal cooling channels for plastic injection mold. *Int J Precis Eng Manuf*, 2011, 12(1): 73
- [12] Shan Z D, Yang L N, Rong W J, et al. The study on parts' interlayer binding during three-dimensional printing based on metal fused and deposition. *Mach Des Manuf*, 2016(8): 135  
(单忠德, 杨立宁, 戎文娟, 等. 熔融堆积 3D 打印成形金属件层间结合研究. 机械设计与制造, 2016(8): 135)
- [13] He Y. *Study on Rapid Manufacturing of Hard Injection Mold with Conformal Cooling Channels* [Dissertation]. Wuhan: Hubei University of Technology, 2012  
(何寅. 随形冷却水道注塑硬模快速制造方法研究[学位论文]. 武汉: 湖北工业大学, 2012)
- [14] Zhang X L, Qi H, Wei Q S. Experimental study of selective laser melted AlSi12. *Appl Laser*, 2013, 33(4): 391  
(张晓丽, 齐欢, 魏青松. 铝合金粉末选择性激光熔化成形工艺优化试验研究. 应用激光, 2013, 33(4): 391)
- [15] Song B, Zhao X, Li S, et al. Differences in microstructure and properties between selective laser melting and traditional manufacturing for fabrication of metal parts: A review. *Front Mech Eng*, 2015, 10(2): 111