



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113649594 B

(45) 授权公告日 2022. 08. 19

(21) 申请号 202110931512.X

(22) 申请日 2021.08.13

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 113649594 A

(43) 申请公布日 2021.11.16

(73) 专利权人 东北大学  
地址 110819 辽宁省沈阳市和平区文化路  
三巷11号

专利权人 中国科学院金属研究所  
中国科学院沈阳自动化研究所  
沈阳睿贤智能装备科技有限公司

(72) 发明人 梁京 林子杨 刘常升 陈岁元  
郭洋 张宏伟 汤广全 田坤  
赵宇辉

(74) 专利代理机构 大连东方专利代理有限责任  
公司 21212  
专利代理师 赵淑梅 李馨

(51) Int.Cl.  
B22F 10/28 (2021.01)  
B22F 10/64 (2021.01)  
B33Y 10/00 (2015.01)  
B33Y 40/20 (2020.01)

(56) 对比文件  
CN 108480642 A, 2018.09.04  
CN 108480642 A, 2018.09.04  
CN 109500393 A, 2019.03.22  
CN 107214336 A, 2017.09.29  
CN 107498054 A, 2017.12.22  
WO 2015096980 A1, 2015.07.02

审查员 樊正国

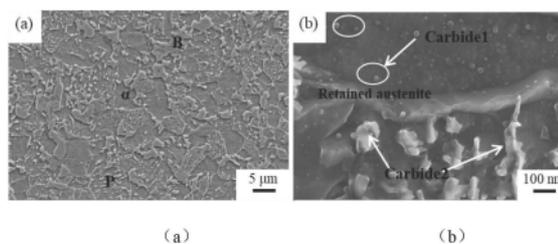
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

## (54) 发明名称

一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法

## (57) 摘要

本发明提供一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法,具体步骤如下:(1)选区激光熔化:根据成形状态、样品表面平整度、气孔和裂纹对选区激光熔化技术进行工艺优化,确定工艺参数后使用粒径20-80 μm的球形24CrNiMo合金钢粉末进行选区激光熔化,制得成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品;(2)热等静压:确定成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品的相转变点温度、缺陷问题和致密度,确定热等静压工艺参数将成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品进行热等静压处理,所述工艺参数为:780-830℃保温1-4h,压力100-200MPa,缓冷5-15℃/min。利用激光增材制造的制备周期短、生产成本低、便于制备梯度成分样品、易于提升材料性能等优势制备24CrNiMo高性能合金钢的成形态样品,并通过热等静压后处理改善组织、致密度和韧性。



1. 一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法,其特征在于:具体步骤如下:

(1) 选区激光熔化:根据成形状态、样品表面平整度、气孔和裂纹对选区激光熔化技术进行工艺优化,确定工艺参数后使用平均粒径为 $46.3\mu\text{m}$ 的球形24CrNiMo合金钢粉末进行选区激光熔化,制得成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品;

所述选区激光熔化采用激光器,所述激光器使用EOS M290金属材料3D打印机,激光功率320 W,激光扫描速度950 mm/s,扫描间距110  $\mu\text{m}$ ,激光光斑直径75  $\mu\text{m}$ ,成形室氩气保护,含氧量0.05%;

所述成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品的显微组织为:HAZ区中1-5  $\mu\text{m}$ 板条贝氏体、粒状贝氏体和100-300 nm板条回火马氏体,AS区中100-300 nm针状贝氏体及 $<1\mu\text{m}$ 的板条马氏体;

(2) 热等静压:确定成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品的相转变点温度、缺陷问题和致密度,根据以上条件确定热等静压工艺参数将成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品进行热等静压处理,所述工艺参数为:800 $^{\circ}\text{C}$ 保温2h,压力120MPa,缓冷10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

2. 根据权利要求1所述的激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法,其特征在于:所述成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品尺寸为100mm $\times$ 20mm $\times$ 15mm,致密度 $>98\%$ 。

3. 根据权利要求1所述的激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法,其特征在于:所述成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品致密度98.9%,平均显微硬度458.2HV,抗拉强度1370MPa,延伸率11.2%,屈强比93.4%,显微组织分为AS区和HAZ区,AS区主要为200nm针状贝氏体及板条马氏体;HAZ区则主要为1 $\mu\text{m}$ 板条贝氏体、粒状贝氏体和200nm板条回火马氏体。

4. 根据权利要求1所述的激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法,其特征在于:进行热等静压后24CrNiMo合金钢材料样品致密度99.5%,平均显微硬度385.5HV,抗拉强度1100MPa,延伸率15.3%,屈强比67.6%,显微组织为5-10 $\mu\text{m}$ 的多边形铁素体,其中存在100nm的球形碳化物,还有存在100-300 nm的断续颗粒碳化物的粒状珠光体、3-5 $\mu\text{m}$ 的块状贝氏体和残余奥氏体。

## 一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及增材制造技术领域,具体涉及一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法。

### 背景技术

[0002] 列车运行的速度和载重日前正在不断提升,现运行速度可达380km/h,载重大于60吨,所以对列车制动盘稳定组织和强韧性提出了更高的要求。制动盘作为高速列车安全制动的关键零部件,其芯部散热筋需要较高的强韧性,而表面部分要求高的硬度和耐磨性。传统的铸造、锻造等制造过程存在制备工艺过程复杂、材料的利用率低等问题;在加工过程中易受外力、热处理残余应力作用而产生变形;在高寒区域苛刻服役环境中易发生开裂和失效。传统制造工艺在制备精度和形状要求较高的材料时难度大、成本高,因此,研制一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法克服以上问题,选区激光熔化技术适用于投入生产,后续进行热等静压处理可以进一步改善组织,提高性能。

### 发明内容

[0003] 针对现有技术的不足,本发明提出一种激光增材制造24CrNiMo高性能合金钢材料的热等静压方法。利用激光增材制造的制备周期短、生产成本低、便于制备梯度成分样品、易于提升材料性能等优势制备24CrNiMo高性能合金钢的成形态样品,并通过热等静压后处理改善组织、致密度和韧性。

[0004] 本发明的技术方案是这样实现的:

[0005] 一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法,具体步骤如下:

[0006] (1) 选区激光熔化:根据成形状态、样品表面平整度、气孔和裂纹对选区激光熔化技术进行工艺优化,确定工艺参数后使用粒径20-80 $\mu\text{m}$ 的球形24CrNiMo合金钢粉末进行选区激光熔化,制得成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品;

[0007] (2) 热等静压:确定成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品的相转变点温度、缺陷问题和致密度,根据以上条件确定热等静压工艺参数将成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品进行热等静压处理,所述工艺参数为:780-830 $^{\circ}\text{C}$ 保温1-4h,压力100-200MPa,缓冷5-15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

[0008] 优选地,所述24CrNiMo合金粉末为使用气雾法制备的平均粒径为46.3 $\mu\text{m}$ 的24CrNiMo合金粉末。

[0009] 优选地,所述选区激光熔化工艺为:激光功率300-340W,激光扫描速度900-1000mm/s,扫描间距100-120 $\mu\text{m}$ ,激光光斑直径70-80 $\mu\text{m}$ ,以氩气为保护气体。

[0010] 优选地,所述选区激光熔化采用激光器,所述激光器使用EOS M290金属材料3D打印机,激光功率320W,激光扫描速度950mm/s,扫描间距110 $\mu\text{m}$ ,激光光斑直径75 $\mu\text{m}$ ,成形室氩气保护,含氧量0.05%。

[0011] 优选地,所述成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品尺寸为100mm $\times$ 20mm $\times$ 15mm,致密度 $>$ 98%。

[0012] 优选地,所述成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品的显微组织为:HAZ区中1-5 $\mu$ m板条贝氏体、粒状贝氏体和100-300nm板条回火马氏体,AS区中100-300nm针状贝氏体及<1 $\mu$ m的板条马氏体。

[0013] 优选地,所述成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品致密度98.9%,平均显微硬度458.2HV,抗拉强度1370MPa,延伸率11.2%,屈强比93.4%,显微组织分为AS区和HAZ区,AS区主要为200nm针状贝氏体及板条马氏体;HAZ区则主要为1 $\mu$ m板条贝氏体、粒状贝氏体和200nm板条回火马氏体。

[0014] 优选地,所述热等静压工艺参数为:800 $^{\circ}$ C保温2h,压力120MPa,缓冷10 $^{\circ}$ C/min。

[0015] 优选地,进行热等静压后处理的24CrNiMo合金钢材料样品致密度>98%,样品组织为5-10 $\mu$ m的多边形铁素体,其中存在<100nm的球形碳化物、存在100-300nm颗粒碳化物的粒状珠光体、3-5 $\mu$ m的块状贝氏体和残余奥氏体。

[0016] 优选地,进行热等静压后24CrNiMo合金钢材料样品致密度99.5%,平均显微硬度385.5HV,抗拉强度1100MPa,延伸率15.3%,屈强比67.6%。显微组织为5-10 $\mu$ m的多边形铁素体,其中存在100nm左右的球形碳化物,还有存在100-300nm的断续颗粒碳化物的粒状珠光体、3-5 $\mu$ m的块状贝氏体和残余奥氏体。

[0017] 本发明具有以下有益效果:由于选区激光熔化技术具有一次近终成形、制备梯度成分的样品和成分可调等优势,可以降低新产品的生产周期和研发时间,提高产品的性能。由于选区激光熔化技术具备加工复杂结构件的能力,因此更适合制备内部需要支撑结构,尺寸精度要求高的高速列车制动盘。但是选区激光熔化技术应用过程中,制备的样品粉末层间和激光束熔道间这些搭接处易产生缺陷。热等静压可以在高温高压作用后使气孔、疏松等缺陷形成冶金闭合,组织均匀致密,有效提高组织综合力学性能,缩短生产周期,节约成本。本发明在选区激光熔化制备24CrNiMo合金钢后采用热等静压处理,实现复杂结构的高速列车制动盘的加工,后续加工余量小,周期短,节约材料,降低成本。在选区激光熔化制备24CrNiMo合金钢样品的基础上进行热等静压处理,改善了以气孔为主的缺陷,提高了材料的致密度和韧性,降低了屈强比,使材料获得优异的综合性能,更好地应用于高速列车制动盘。本发明通过研究激光增材制造24CrNiMo合金钢的固态相变,晶粒尺寸对微观组织结构及韧性的影响,调整热等静压的温度、压力、时间、冷却速度等,提供一种热等静压工艺参数,以平衡合金钢组织,提高其韧性,改善其综合性能。

[0018] 本发明通过对选区激光熔化制备出的24CrNiMo合金钢进行后续热等静压处理获得其良好的综合性能。选区激光熔化制备的24CrNiMo合金钢(SLM 24CrNiMo)其成形态和热等静压后获得的组织和性能有很大区别,因此通过控制SLM制备的24CrNiMo合金钢热等静压态样品的相组成、显微组织及致密度,优化出对SLM制备的24CrNiMo合金钢进行热等静压后处理工艺参数,为制备高性能高速列车制动盘芯部材料提供一种优异的24CrNiMo合金钢选区激光熔化+热等静压工艺流程。

[0019] 本发明所述选区激光熔化步骤为:使用粒径20-80 $\mu$ m的球形24CrNiMo合金钢粉末,在EOS M290金属材料3D打印机上,以氩气为保护气体,用300-340W的激光功率,900-1000mm/s的激光扫描速度,100-120 $\mu$ m的扫描间距,70-80 $\mu$ m的激光光斑直径进行选区激光熔化制备样品。SLM 24CrNiMo合金钢致密度>98%,其显微组织为:HAZ区中1-5 $\mu$ m板条贝氏体、粒状贝氏体和100-300nm板条回火马氏体,AS区中100-300nm针状贝氏体及<1 $\mu$ m的板条

马氏体,组织较为细小,对提升性能有很大帮助。

[0020] 综合不同参数下热等静压后SLM 24CrNiMo合金钢样品显微组织和性能变化规律,最终确定其最佳的热等静压工艺为:工作压力100-200MPa,压力介质为高纯氩气,在780-830℃保温1-4h,以5-15℃/min冷却至200-300℃开始泄压。经热等静压处理后SLM 24CrNiMo合金钢显微组织为:5-10 $\mu$ m的多边形铁素体,其中存在<100nm的球形碳化物、存在100-300nm颗粒碳化物的粒状珠光体、3-5 $\mu$ m的块状贝氏体和残余奥氏体。其致密度>99%,抗拉强度达到1100MPa级别,延伸率达到15%~20%,屈强比降至60%~70%。本申请中通过以上工艺制备的材料组织中存在两种纳米级碳化物,其中一种存在于性能较好的粒状珠光体中。纳米级碳化物对合金钢的强度硬度作用明显,而粒状珠光体可以更好地提升材料的韧性,在合金钢中是一种不可多得的特殊组织。而可以显著提升性能的纳米级碳化物是选区激光熔化制备24CrNiMo合金钢后选择合适的参数进行热等静压得到,其中制备过程和后处理过程缺一不可。在材料选择上需要筛选合适成分的合金钢,技术上难以调整选区激光熔化制备材料的参数,以获得合适形状和尺寸的贝氏体及马氏体。在热等静压后处理方面,冷却温度和时间对纳米级碳化物和其他组织的形成影响很大,而此参数需要在数次调试后获得,是需要克服的技术难点。

#### 附图说明

[0021] 图1是选区激光熔化24CrNiMo的显微组织图片;(a) HAZ及AS区组织,(b) HAZ区微区组织形貌,(c) AS区微区组织形貌。

[0022] 图2是选区激光增材制造24CrNiMo热等静压处理后SEM显微组织图片;(a)  $\times 5000$ , (b)  $\times 50000$ 。

#### 具体实施方式

[0023] 为了对本发明的技术特征、目的和有益效果有更加清楚的理解,现结合具体实施例对本发明的技术方案进行以下详细说明,应理解这些实例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。

[0024] 实施例1

[0025] 本发明一种激光增材制造24CrNiMo合金钢的热等静压方法,所述方法包括如下步骤:

[0026] 步骤1:选区激光熔化步骤:

[0027] 根据合金钢粉末粒径,单道优化制备成形工艺,确定选区激光熔化的工艺参数,进行样品制备。使用气雾法制备的平均粒径为46.3 $\mu$ m的24CrNiMo合金粉末进行选区激光熔化,以氩气为保护气体。本实例所述选区激光熔化工艺为:激光功率320W,激光扫描速度950mm/s,扫描间距110 $\mu$ m,激光光斑直径75 $\mu$ m,成形室氩气保护(含氧量0.05%)。激光器使用EOS M290金属材料3D打印机。

[0028] 经检测,成形态SLM 24CrNiMo合金钢样品致密度98.9%,平均显微硬度458.2HV,抗拉强度1370MPa,延伸率11.2%,屈强比93.4%,显微组织分为AS区和HAZ区,AS区主要为200nm针状贝氏体及板条马氏体;HAZ区则主要为1 $\mu$ m板条贝氏体、粒状贝氏体和200nm板条回火马氏体。

[0029] 步骤2:热等静压步骤:

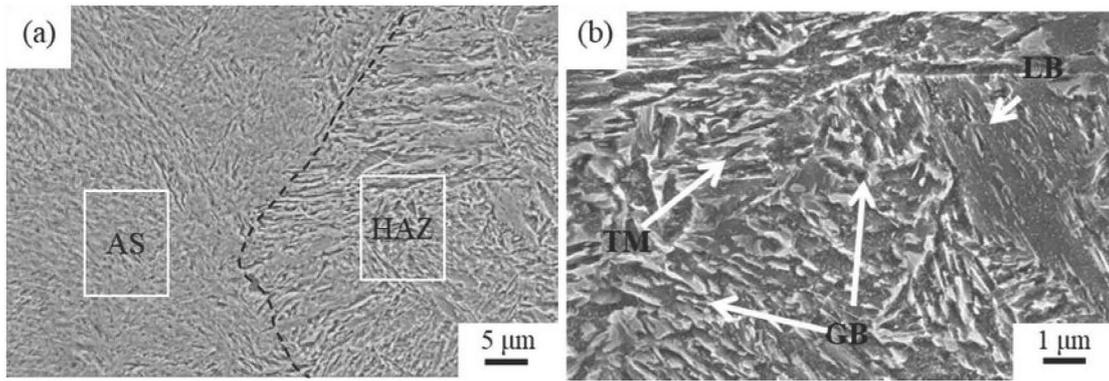
[0030] 根据成形态样品的致密度、微裂纹及晶粒尺寸情况确定热等静压工艺参数,包括加热温度、保温时间、压力、冷却速度。在选择热等静压温度时,根据合金钢的相转变点温度结合成形态的微观组织,选择在相变点以上适当的温度加热。24CrNiMo合金钢的珠光体-奥氏体临界转变温度Ac1点为740℃;铁素体-奥氏体临界转变温度Ac3点为770℃,选择在780℃-830℃即可。根据样品尺寸及成形态的晶粒大小,合理选择保温时间,使相变完成且晶粒不会过多长大。压力对于组织的影响不明显,确定在100-200MPa范围内,冷却速度在5-15℃/min。

[0031] 本实例所述热等静压工艺为:800℃保温2h;压力120MPa;缓冷10℃/min。

[0032] 经检测,热等静压后样品致密度99.5%,平均显微硬度385.5HV,抗拉强度1100MPa,延伸率15.3%,屈强比67.6%。显微组织为5-10μm的多边形铁素体,其中存在100nm左右的球形碳化物,还有存在100-300nm的断续颗粒碳化物的粒状珠光体、3-5μm的块状贝氏体和残余奥氏体。经热等静压处理后的24CrNiMo合金钢屈强比降低25.8%,致密度提高0.6%,延伸率提高4.1%,具备良好的强度和塑韧性等综合力学性能。

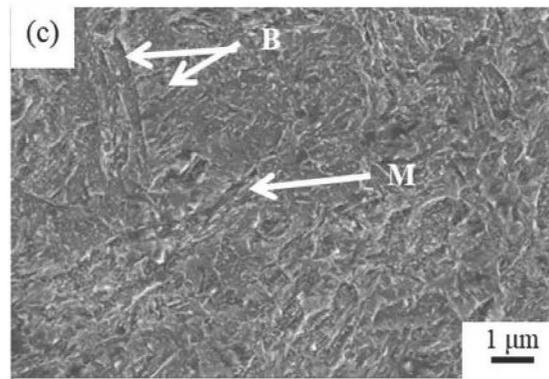
[0033] 由图1可以看出选区激光熔化24CrNiMo的成形态样品的显微组织由HAZ区的1-5μm板条贝氏体、粒状贝氏体和100-300nm板条回火马氏体和AS区的100-300nm针状贝氏体及<1μm的板条马氏体组成。由图2可以看出激光增材制造24CrNiMo热等静压处理后样品显微组织为3-5μm块状贝氏体、粒状珠光体和5-10μm的多边形铁素体,其中多边形铁素体的内部存在尺寸100nm左右的球形碳化物析出相,粒状珠光体组织中的碳化物呈现断续颗粒状,碳化物的尺寸为100-300nm。因此,以上说明本发明在选区激光熔化制备24CrNiMo合金钢样品的基础上进行热等静压处理,改善了以气孔为主的缺陷,提高了材料的致密度和韧性,降低了屈强比,使材料获得优异的综合性能,更好地应用于高速列车制动盘。

[0034] 以上实施例对本发明的产品及方法进行了详细介绍,本文中应用了具体例对本发明的主要步骤及实施方式进行了阐述,上述实施例只是帮助理解本发明的方法及核心原理。对于本领域的技术人员,依据本发明的核心原理,在具体实施中会对各条件和参数根据需要而变动,综上所述,本说明书不应理解为对本发明的限制。



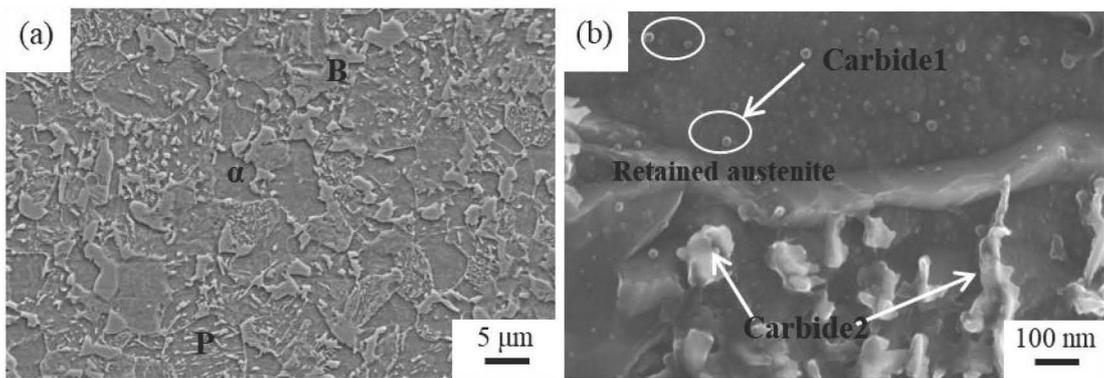
(a)

(b)



(c)

图1



(a)

(b)

图2