



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115446331 B

(45) 授权公告日 2024. 03. 05

(21) 申请号 202211153022.2

(22) 申请日 2022.09.21

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 115446331 A

(43) 申请公布日 2022.12.09

(73) 专利权人 华北理工大学
地址 063000 河北省唐山市曹妃甸新城渤海大道21号

(72) 发明人 赵定国 孙鑫 任建彪 王亚超
王书桓 倪国龙

(74) 专利代理机构 北京慕达星云知识产权代理
事务所(特殊普通合伙)
11465
专利代理师 符继超

(51) Int.Cl.
B22F 10/28 (2021.01)
B22F 9/04 (2006.01)
C22C 38/02 (2006.01)
C22C 38/22 (2006.01)
C22C 38/38 (2006.01)
C22C 38/44 (2006.01)
C22C 38/58 (2006.01)
B33Y 10/00 (2015.01)
B33Y 70/00 (2020.01)

(56) 对比文件

CN 101134244 A, 2008.03.05
CN 102400030 A, 2012.04.04
CN 105618776 A, 2016.06.01
CN 105983782 A, 2016.10.05
CN 106756485 A, 2017.05.31
CN 110181069 A, 2019.08.30
CN 110475895 A, 2019.11.19
CN 110587078 A, 2019.12.20
CN 113388709 A, 2021.09.14
CN 114406403 A, 2022.04.29
CN 114990420 A, 2022.09.02
CN 115401216 A, 2022.11.29
KR 20140021785 A, 2014.02.20
KR 20190072307 A, 2019.06.25
US 5204056 A, 1993.04.20
WO 2018107314 A1, 2018.06.21
CN 103451508 A, 2013.12.18
CN 103484746 A, 2014.01.01
CN 114182161 A, 2022.03.15
CN 114523125 A, 2022.05.24
CN 114734044 A, 2022.07.12 (续)

审查员 杨红泽

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

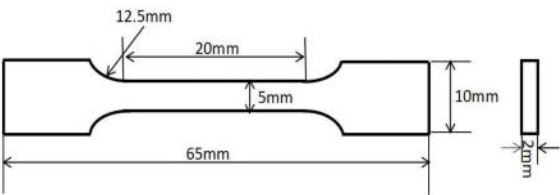
(54) 发明名称

一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法步骤为:按照目标产品化学成分组成配置混粉原料;将混粉原料放入球磨机内球磨混合,得到过配粉体;将混合好的过配粉体放入激光3D打印机粉仓内;将激光3D打印机腔室内抽真空,然后充入氮气,基板预热后开始打印;待打印完成后将试样取出,即为高氮不锈钢。过配粉体选区激光熔化法通过配粉的

方式得到高氮打印粉体,保证制品中氮的含量,降低了制备高氮钢打印粉体成本;反应过程无需增加反应压力,降低了打印反应成本,提高了安全性;通过调整混粉原料元素含量,可以制备多种高氮钢打印粉体,增加了高氮钢3D打印提可行性。



CN 115446331 B

[转续页]

[接上页]

(56) 对比文件

蒋国昌.《钢铁冶金及材料制备新技术》.北京:冶金工业出版社,2006,163.

房菲.高氮奥氏体不锈钢氮含量影响因素研究及预测.《上海金属》.2018,64-68.

Svyazhin A.G.Dissolution and precipitation fo excess phase in high-nitrogen steels.《Materials Science Forum》.2010,3026-3031.

1. 一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 按照目标产品化学成分组成配置混粉原料;目标产品化学成分质量百分比组成为: $C \leq 0.1\%$, $Cr 18 \sim 23\%$, $N 0.8 \sim 2.0\%$, $Mn 8 \sim 12\%$, $Mo 2 \sim 3.5\%$, $Ni < 0.01\%$, $Si < 0.1\%$, $P < 0.01\%$, $S < 0.01\%$, 余量为Fe;通过纯金属过配法配置过配粉体,根据氮逸出率实验精准计算氮的溢出量,保证打印后氮的含量,为得到氮含量1%制品,采用过配比为1.4配粉,配置氮含量1.4%过配粉体;混粉原料包括铁粉、氮化铬、铬粉、锰粉和钼粉;铁粉、铬粉和钼粉为球形粉体,所述氮化铬和锰粉为不规则粉体;

(2) 将混粉原料放入球磨机内球磨混合,得到过配粉体;

(3) 将混合好的过配粉体放入激光3D打印机粉仓内;

(4) 将激光3D打印机腔室内抽真空,然后充入氮气,反应过程无需增加反应压力,基板预热至145-150℃后开始打印;所述激光3D打印机的打印参数为:激光功率为200w~300W,扫描速度为1000mm/s,扫描间隔为0.08mm,粉层厚度为0.03mm;

(5) 待打印完成后将试样取出,即为高氮不锈钢。

2. 据权利要求1所述一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法,其特征在于,所述混粉原料的粒度为15~53 μm 。

3. 根据权利要求1所述一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法,其特征在于,步骤(2)中所述球磨机的球磨转速为400-420r/min,球磨时间为4-5h。

一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及钢铁冶金技术领域,具体的说涉及一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法。

背景技术

[0002] 高氮不锈钢凭借其具有在多种腐蚀介质中优秀的耐腐蚀性能、良好的综合力学性能和优良的加工性能,被认为是最有发展前景的新型工程材料之一。在生物能源行业、航空航天、石油化工行业、海洋工程、生物医用等多方领域获得了广泛的应用。目前,国内外用于制备高氮钢的方法有:氮气加压熔炼法、粉末冶金法和表面渗氮法;氮气加压熔炼法是制备高氮钢的方法中产品质量优异,但因其较高的高压制造成本、装备复杂等受到限制。

[0003] 金属增材制造技术是一种以数字化模型为基础,通过高能热源加工粉体材料快速逐层堆积成型的制备加工技术,近30年来世界制造技术领域的一次重大突破,被视为推动人类第三次工业革命的新技术。选区激光熔化技术(SLM)是金属增材制造的一个重要分支,SLM工艺是高功率激光与金属粉体材料发生高速熔化凝固并选区逐层叠加交互作用的一个工艺过程。

[0004] 选区激光熔化应用于制备高氮不锈钢因打印过程中氮元素溢出而无法直接得到氮含量达标的高氮不锈钢,通常采用增压方式抑制氮溢出,但常规3D打印设备不具备增压功能。大气压力下氮在液态钢中的溶解度很低,高氮钢的传统冶炼不像其它钢那样容易进行,同样SLM工艺在常压下使用常规含氮金属粉体也难以直接生产出高氮不锈钢。

[0005] 因此,提供一种高N含量粉体用于3D打印高氮不锈钢的方法,解决常压下打印出的钢中氮含量较低的问题是本领域技术人员亟需解决的技术问题。

发明内容

[0006] 有鉴于此,本发明粉工艺和选区激光熔化技术基础上,提供一种采用纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法。

[0007] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0008] 一种纯金属过配粉体选区激光熔化制备高氮不锈钢的方法,包括以下步骤:

[0009] (1) 按照目标产品化学成分组成配置混粉原料;

[0010] (2) 将混粉原料放入球磨机内球磨混合,得到过配粉体;

[0011] (3) 将混合好的过配粉体放入激光3D打印机粉仓内;

[0012] (4) 将激光3D打印机腔室内抽真空,然后充入氮气,基板预热至145-150℃后开始打印;

[0013] (5) 待打印完成后将试样取出,即为高氮不锈钢。

[0014] 进一步,步骤(1)中所述目标产品化学成分质量百分比组成为: $C \leq 0.1\%$, $Cr \ 18 \sim 23\%$, $N \ 0.8 \sim 2.0\%$, $Mn \ 8 \sim 12\%$, $Mo \ 2 \sim 3.5\%$, $Ni < 0.01\%$, $Si < 0.1\%$, $P < 0.01\%$, $S < 0.01\%$,余量为Fe。

[0015] 采用上述进一步方案的有益效果在于:本发明上述方案中过配粉体选区激光熔化法关键在于两个方面,一、通过纯金属过配法配置适量的过配粉体,根据氮逸出率实验精准计算氮的溢出量,保证打印后氮的含量,为得到氮含量1%制品,本发明采用过配比为1.4配粉,配置氮含量1.4%过配粉体;二、制定合理的选区激光熔化凝固工艺,减少氮的偏析。为获得精确的氮含量,保证氮在钢中均匀分布,对选区激光熔化过程中氮的溢出率进行了计算,从而得到过配粉体成分。通过实验法得到合理地选区激光熔化工艺。

[0016] 进一步,所述混粉原料包括铁粉、氮化铬、铬粉、锰粉和钼粉。

[0017] 更进一步,所述铁粉、铬粉和钼粉为球形粉体,所述氮化铬和锰粉为不规则粉体。

[0018] 所述铁粉、氮化铬、铬粉、锰粉和钼粉的纯度均 $\geq 99.0\%$ 。

[0019] 采用上述进一步方案的有益效果在于:本发明通过提高过配粉体目标产品化学成分质量百分比精确度,避免杂质引入。

[0020] 更进一步,所述混粉原料的粒度为 $15 \sim 53\mu\text{m}$ 。

[0021] 采用上述进一步方案的有益效果在于:由于过配粉体选区激光熔化法依赖于过配法制备粉体和选区激光熔化法,对粉体粒径和流动性有一定要求,此粒度为选区激光熔化最佳粒度。

[0022] 进一步,步骤(2)中所述转球磨机的球磨转速为 $400 \sim 420\text{r/min}$,球磨时间为 $4 \sim 5\text{h}$ 。

[0023] 采用上述进一步方案的有益效果在于:上述操作可使粉末充分混合均匀,增强过配粉体流动性和粉体均匀性,减少打印偏析。

[0024] 进一步,步骤(4)中所述激光3D打印机的打印参数为:激光功率为 $200\text{W} \sim 300\text{W}$,扫描速度为 1000mm/s ,扫描间隔为 0.08mm ,粉层厚度为 0.03mm 。

[0025] 本发明的有益效果在于:本发明采用过配粉体选区激光熔化方法进行制备,以锰、氮代镍,降低成本,提高选区激光熔化法制备高氮钢的氮含量和氮含量的可控性,有效提高不锈钢材料的耐点蚀、耐应力腐蚀等性能,具有较高的屈服和拉伸强度。

[0026] 本发明利用混粉和选区激光熔化方法高氮钢,在常规3D打印条件下制备高氮不锈钢,能有效提高复杂零部件的氮含量。

[0027] 与其他高氮钢制备工艺相比,过配粉体选区激光熔化法通过配粉的方式得到高氮打印粉体,保证制品中氮的含量,降低了制备高氮钢打印粉体成本;反应过程无需增加反应压力,降低了打印反应成本,提高了安全性;通过调整混粉原料元素含量,可以制备多种高氮钢打印粉体,增加了高氮钢3D打印提可行性。

附图说明

[0028] 图1为本发明提供的拉伸试样尺寸示意图;

[0029] 图2为本发明提供的成型实物图。

具体实施方式

[0030] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0031] 实施例1

[0032] (1) 高氮不锈钢粉体目标化学成分,如表1所示;

[0033] 表1目标化学成分元素配比(质量%)

Cr	N	Mn	Mo	Fe
18~19	1.4~1.5	11~12	3~3.5	Bal

[0035] (2) 根据目标化学成分配备过配粉体。

[0036] 将Fe、CrN、Mn、Cr、Mo金属粉体按所需钢中成份进行质量配比称重,每100克过配粉体Fe:CrN:Mn:Cr:Mo=66:10:11:10:3。

[0037] (3) 将配比称重好的各种粉体先进行初步混合,使用行星式球磨机对其充分混匀,时长为4h,球磨机转速400r/min,得到过配粉体。粉体成分如下表2:

[0038] 表2高氮无镍不锈钢粉体化学成分(质量%)

Si	Cr	N	Mn	Mo	Ni	C	O	S	P	Fe
0.04	18.64	1.472	9.06	3.23	0.006	0.069	0.002	0.005	0.03	Bal

[0040] (4) 将过配粉体放入选区激光融化实验设备分仓中,设置基板预热为150℃,保护气氛为氮气。选区激光熔化块体和拉伸件成形工艺参数如表3示,块体成形尺寸为5×5×5mm。拉伸试样尺寸如图1所示。成型实物图如图2所示。

[0041] 表3选区激光熔化块体成形参数

工艺参数	参数选取
激光功率(W)	200、225、250、275、300
扫描速度(mm/s)	800
扫描间隔(mm)	0.08
铺粉厚度(mm)	0.03

[0043] (5) 测试成形件氮含量

[0044] 表4选区激光熔化块体成形参数

功率/W	200	225	250	275	300
氮含量wt%	0.991	0.982	0.974	0.965	0.956

[0046] (6) 测试成形件性能

功率/W	200	225	250	275	300
抗拉强度/MPa	927.9	976.3	992.1	1001.7	961.2
屈服强度/MPa	322.9	300.9	364.4	363.8	269.5

[0048] 尽管上面已经示出和描述了本发明的实施例,可以理解的是,上述实施例是示例性的,不能理解为对本发明的限制,本领域的普通技术人员在本发明的范围内可以对上述实施例进行变化、修改、替换和变型。

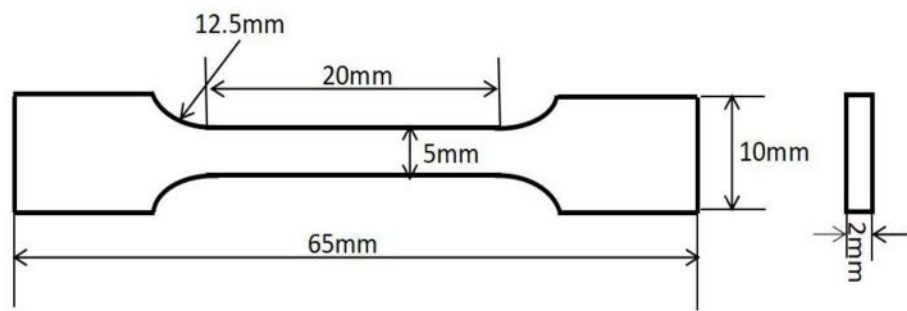


图1

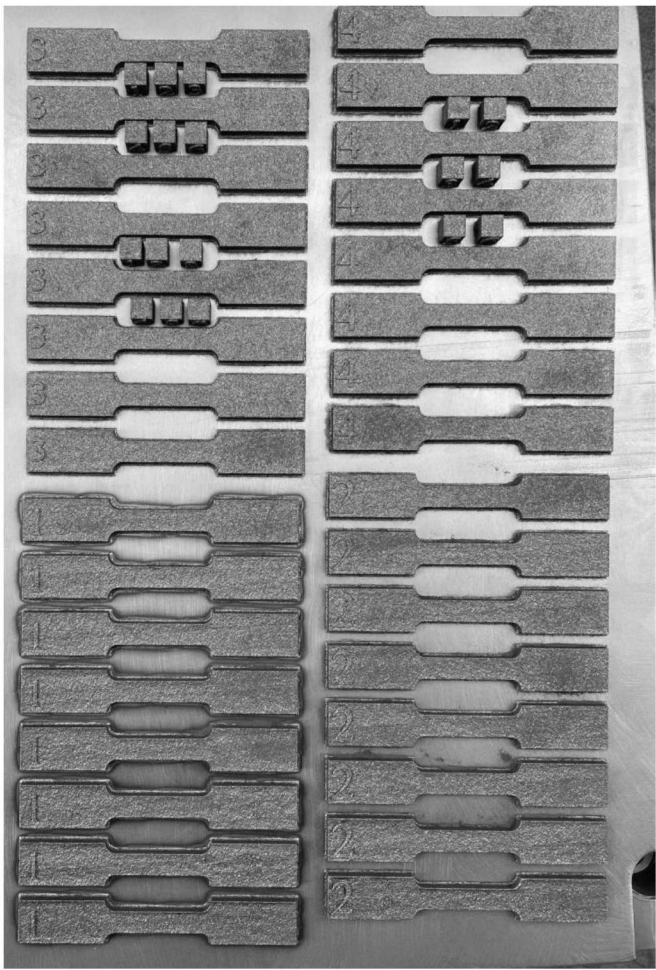


图2