

DOI: 10.16410/j.issn1000-8365.2022.2290

选区激光熔化成形 Al-Si-Mg-Zr 合金的 微观组织与力学性能

宰春风¹, 耿遥祥¹, 罗金杰^{1,2}, 于江¹, 张志杰¹, 鞠洪博¹, 许俊华¹

(1. 江苏科技大学材料科学与工程学院, 江苏镇江 212003; 2. 昆山国力电子科技有限公司, 江苏昆山 215333)

摘要: 本文以高 Mg 含量 Al-Si-Mg 合金为基础, 通过引入 Zr 作为晶粒细化剂, 设计并制备了选区激光熔化 (SLM) 成形 Al-8.0Si-2.56Mg-0.41Zr 合金, 系统研究了不同激光扫描速度对合金粉末成形性以及不同时效处理条件对 SLM 成形样品微观组织和力学性能的影响。结果表明, 样品的 SLM 成形性良好, 最大相对密度约为 99.5%。样品由分布于熔池边界的细小等轴晶和熔池内部的柱状晶构成, 样品的晶粒尺寸明显小于 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金。成形态样品的硬度最大值为 (173±2) HV。当时效温度 ≤ 200 °C 时, 样品的 Vickers 硬度随时效温度的增加而逐渐增大; 当时效温度 ≥ 250 °C 时, 样品的硬度迅速降低。样品在 150 °C 下的等温时效处理结果表明, 随着时效时间的增加, 样品的硬度和压缩屈服强度逐渐增大, 当时效处理时间为 12 h 时, 样品的硬度和压缩屈服强度具有最大值, 分别为 (194±2) HV 和 (512±4) MPa。

关键词: 选区激光熔化; Al-Si-Mg-Zr 合金; 热处理; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.2; TG166.3

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2022)11-0975-09

Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si-Mg-Zr Alloy Fabricated by Selective Laser Melting

ZAI Chunfeng¹, GENG Yaoxiang¹, LUO Jinjie^{1,2}, YU Jiang¹, ZHANG Zhijie¹, JU Hongbo¹, XU Junhua¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, China; 2. Kunshan Guoli Electronic Technology Co., Ltd., Kunshan 215333, China)

Abstract: Based on a high Mg-content Al-Si-Mg alloy, a Zr-modified Al-8.0Si-2.56Mg-0.41Zr alloy was designed and prepared by selective laser melting (SLM) in this paper. The effects of different laser scanning speeds on the formability of alloy powder and different aging treatment conditions on the microstructure and mechanical properties of SLM-formed samples were systematically studied. The results show that the alloy exhibits good SLM formability with a maximum relative density of approximately 99.5%. The sample is composed of fine equiaxed crystals distributed at the boundary of the molten pool and columnar crystals inside the molten pool. The grain size of the sample is significantly smaller than that of the selective laser melted Al-Si-Mg alloy. The maximum hardness of the SLM-formed samples is (173±2) HV. When the aging temperature is less than or equal to 200 °C, the Vickers hardness of the sample increases with increasing aging temperature; when the aging temperature is over or equal to 250 °C, the hardness of the sample decreases rapidly. The hardness and compressive yield strength of the sample gradually increase with prolonged aging time at 150 °C. The sample after aging treatment at 150 °C for 12 h shows the maximum hardness and compressive yield strength, which are (194±2) HV and (512±4) MPa, respectively.

Key words: selective laser melting; Al-Si-Mg-Zr alloy; heat treatment; microstructure; mechanical property

航空航天等高端装备中多功能构件的结构往往极其复杂, 在应用传统方法加工时一般需要多道

工序, 加工成本高昂, 并且受到加工方法的限制, 阻碍了工业设计的自由度^[1-4]。选区激光熔化(selective laser melting, SLM)是一种集数字、激光和材料等多学科于一体的新型高端制造技术, 可实现复杂金属零部件的整体直接成形, 有效缩短了复杂零件的制造时间和成本, 大幅提升了工业设计的自由度^[5-7]。铝合金具有密度小、比强度高、导电导热性好、耐腐蚀性能优异和易于加工成形等特点, 被广泛应用于航空航天、交通运输和生物医药等领域^[8]。SLM 成形共

收稿日期: 2022-09-28

基金项目: 国家自然科学基金(51801079, 52001140)

作者简介: 宰春风(1996—), 硕士, 研究方向: 选区激光熔化成形铝合金及复合材料。电话: 15705502613,

Email: 15705502613@163.com

通讯作者: 耿遥祥(1986—), 副教授, 博士, 研究方向: 选区激光熔化成形铝合金及复合材料。电话: 13952871355,

Email: yaoxiangeng@163.com

晶/亚共晶 Al-Si 和 Al-Si-Mg 合金是目前获得商业应用的主要铝合金体系,相比于传统铸造 Al-Si 系合金,SLM 成形 Al-Si-Mg 合金的强度和塑性均获得明显提升,但该类 SLM 成形铝合金的成分主要基于传统铸造合金成分($Mg \leq 0.75\%$,质量分数),强度仍低于传统 2xxx 和 7xxx 系高强铝合金^[9-14]。

增加 Mg 含量是提升 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金强度的有效手段。Zhang 等^[15]探究了热处理对 SLM 成形 Al-3.5Si-2.5Mg 合金力学性能的影响。结果表明,成形态合金的屈服强度(yield strength, YS)和极限抗拉强度(ultimate tensile strength, UTS)分别为 406、501 MPa,伸长率为 8.6%;经直接时效处理后,由于 Mg_2Si 和 Si 纳米析出相数量增多,样品的 YS 和伸长率分别提升至 417 MPa 和 11.0%,明显优于传统 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金。Kimura 等^[16]以 Al-4Si 合金为基础,系统研究了 Mg 含量(0~2.5%)的变化对合金成形性、组织和力学性能的影响。结果表明,随 Mg 含量的增加,样品的相对密度降低,晶粒尺寸减小,强度逐渐上升,伸长率逐渐下降;当 Mg 含量为 2%时,样品在不同沉积方向上的 YS 在 225~275 MPa 之间,最大 UTS 为 425 MPa,且仍然持有 12%~14% 的伸长率。Geng 等^[17-19]在传统 A357 铸造铝合金成分的基础上,探索了高 Mg 含量 Al-Si-Mg 合金的 SLM 成形性、组织和力学性能。结果表明,当 Mg 含量为 1.4%时,样品具有优异的 SLM 成形性和较宽的加工工艺窗口,晶粒尺寸略小于传统 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金,经低温(150 °C 和 200 °C)时效退火后,由于 β'' 相的时效析出,SLM 成形样品的强度获得较大幅度提升,样品的 UTS、YS 和伸长率分别在 522~546 MPa、370~446 MPa 和 2.3%~5.8% 之间变化,其强度为目前报道的 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金中的最大值;当 Mg 含量增加到 3.0%时,SLM 成形样品的最大 Vickers 硬度和压缩屈服强度分别为 (211±4) HV 和 (526±12) MPa,经 150 °C 时效处理后,样品的最大 Vickers 硬度和压缩屈服强度分别提高到 (221±2) HV 和 (577±5) MPa。但该合金在 SLM 成形过程中固溶了大量 Mg 元素,导致样品具有明显的脆性(几乎无压缩塑性),并且 SLM 成形的大部分样品存在明显的冷裂纹^[20]。

在传统 2xxx 和 7xxx 铝合金中添加 Zr 等合金化元素是改善其 SLM 成形性和力学性能的有效手段。Zhang 等^[21]利用 SLM 技术制备了 Al-Cu-Mg 和 Al-Cu-Mg-Zr 合金构件,发现由于合金化元素 Zr 的加入使样品的晶粒尺寸明显细化,获得的 SLM 成形 Al-Cu-Mg-Zr 样品无裂纹,其 YS 和 UTS 分别为

(446±4.3) MPa 和 (451±3.6) MPa,伸长率为 2.67%±1.1%,成形性和力学性能均获得明显提升。Nie 等^[22]研究了不同 Zr 含量(0~2.5%)对 SLM 成形 Al-4.24Cu-1.97Mg-0.56Mn 合金成形性、组织及力学性能的影响。结果表明,Zr 元素的加入明显降低了合金的裂纹敏感性,随 Zr 含量的不断增加,样品裂纹逐渐减少,相对密度不断增加,晶粒尺寸不断细化。当 Zr 含量为 2%时,样品的晶粒达到细化极限,此时合金具有最大 UTS 和 YS,分别为 493.3、464.06 MPa,伸长率为 4.76%±1.03%。Martin 等^[23]研究了不同 Zr 含量对 SLM 成形 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金的显微组织和力学性能的影响。结果表明,初生的 Al_3Zr 作为异质形核点抑制了合金中晶粒的生长,降低了合金的裂纹敏感性。当 Zr 含量为 1.5%时,合金无裂纹,相对密度为 99.0%±0.1%,经热处理后,硬度高达 (223±3) HV,高于 T6 条件下的传统 7075 铝合金 (185±5) HV。Lei 等^[24]研究了能量密度对 SLM 成形 Sc 和 Zr 改性 7075 铝合金的微观组织和显微硬度的影响。合金经过 Sc 和 Zr 改性后,由于初生的 $Al_3(Sc, Zr)$ 作为异质形核点,使 7075 合金晶粒细化明显,在能量密度为 375 J/mm³ 时,样品几乎全致密,平均晶粒尺寸仅为 0.78 μm,远小于未添加 Sc 和 Zr 改性 7075 铝合金的晶粒尺寸(10~20 μm),另外,合金的硬度也随着晶粒尺寸的减小而增大。

基于此,本工作针对 SLM 成形高强 AlSiMg3 合金成形性差和塑性低的缺点,通过引入 Zr 合金化元素作为晶粒细化剂,制备 SLM 成形 Al-8.0Si-2.56Mg-0.41Zr 合金,系统研究了工艺参数对 SLM 成形 Al-8.0Si-2.56Mg-0.41Zr 合金的成形性及时效处理条件对合金微观组织和力学性能的影响。

1 实验材料与方法

本研究所用合金粉末由真空气雾化法(vacuum induction gas atomization, VIGA)制备。由等离子体扫描光谱仪(ICP)测试获得粉末样品的化学成分为 Al-8.0Si-2.56Mg-0.41Zr。筛取直径为 15~53 μm 的合金粉末在 Ar 保护下进行 SLM 实验,所用设备为 EPM250 型 SLM 成形设备。样品的 SLM 成形工艺参数为激光功率 190 W,铺粉厚度 30 μm,光斑直径 100 μm,扫描间距 100 μm,相位角 67°,扫描速度 800~1 200 mm/s。样品的成形尺寸为 35 mm×15 mm×15 mm。样品的实际密度由阿基米德排水法进行测量。采用日本岛津 XRD-600 测试 SLM 成形样品晶体结构,测试所用参数为波长 $\lambda=0.154\ 06\ \text{nm}$,扫描区间 2θ 为 20°~90°,扫描速率 4 (°)/min。应用 Ax-

ioskop2-MAT 型光学显微镜(OM)和 JSM-6480 型扫描电子显微镜(SEM)观察 SLM 成形样品的表面形貌和显微组织。利用马弗炉对样品做热处理。由 Oxford Nordlys Max2 型的电子背散射衍射(EBSD)测试并分析样品的晶粒尺寸和织构。样品的 Vickers 硬度由型号为 HRS-150 的半自动硬度计测量,加载载荷为 300 g,保载时间为 15 s。样品的压缩性能由型号为 CMT5205 的万能试验机进行测试,压缩速率为 0.18 mm/min,所测圆棒样品高度为 6 mm,直径为 3 mm。

2 实验结果及讨论

2.1 扫描速度对样品 SLM 成形性的影响

图 1 为不同激光扫描速度下获得的 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品的金相组织照片。由图 1 可知,样品具有典型的“鱼鳞状”熔池结构^[25]。当激光扫描速度为 800、900 mm/s 时,样品的熔池中仅存在少量的冶金孔洞(图 1(a~b)),随着激光扫描速度的增加,样

品中开始出现形状不规则的未熔合孔洞(图 1(c~d)),孔洞的数量也随着激光扫描速度的增加而逐渐增多,但样品中不存在宏/微观裂纹等其他缺陷。冶金孔洞的形成主要是由于高激光能量密度的注入,导致熔池的温度升高,粉末中的水蒸气经高温分解后产生的 H_2 和金属蒸气较多,在熔体快速凝固过程中这些气体未来得及溢出留存在样品中^[26-27]。未熔合孔的产生主要是由于在较高的激光扫描速度下,熔池不稳定性增加,熔池上表面球化现象逐渐加剧,同时,低激光能量的输入也使得熔池温度相对较低,导致熔池内熔融液体表面张力增大,在进行下一层金属沉积的过程中,熔体无法完全填充上一层熔池上表面大尺寸球化颗粒底部的孔隙,从而在两熔池的边界形成不规则形状或一侧是弧形的未熔合孔(图 1(c~d))^[28-29]。图 2 为 SLM 成形样品的相对密度(即为合金实际密度与理论密度的比值)随激光扫描速度的变化关系曲线。样品的相对密度随激光扫描

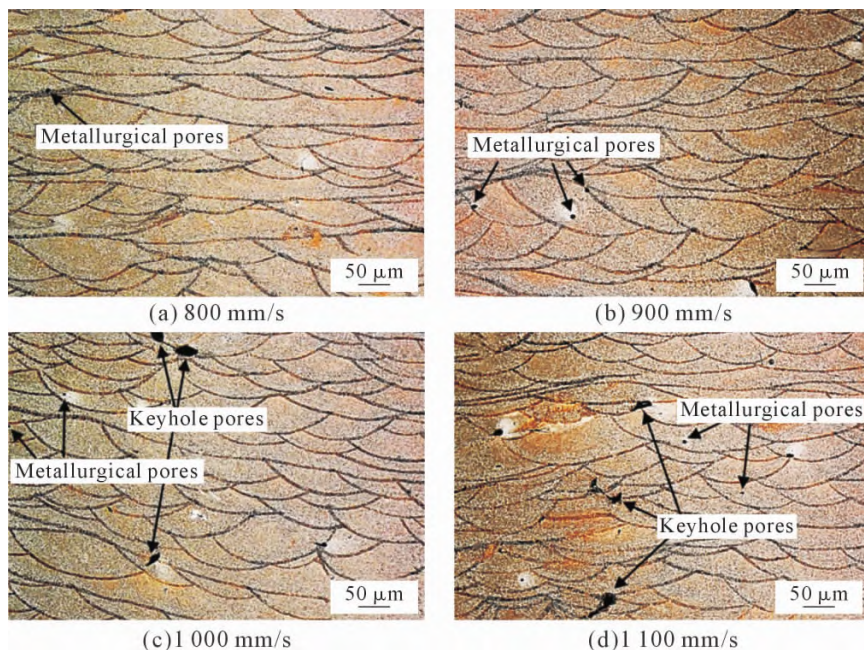


图 1 不同激光扫描速度下 SLM 成形样品金相组织照片

Fig.1 OM images of SLM-formed samples at different laser scanning speeds

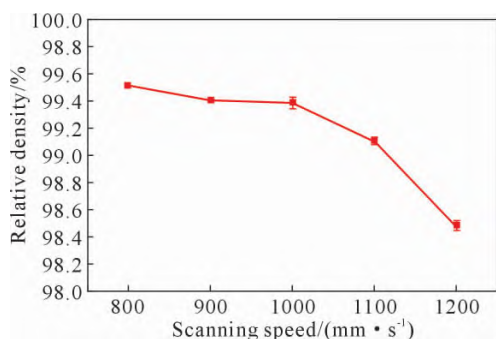


图 2 SLM 成形样品相对密度随激光扫描速度的变化关系曲线
Fig.2 Evolution of the relative density of SLM-formed samples with different laser scanning speeds

速度的增加呈现逐渐下降的趋势,与图 1 中金相分析结果一致,即随激光扫描速度的增加,样品中的缺陷逐渐增多,样品的相对密度逐渐降低。当激光扫描速度为 800 mm/s 时,样品具有最高的相对密度,约为 99.5%,表现出良好的 SLM 成形性。

2.2 SLM 成形样品的显微组织和硬度

2.2.1 SLM 成形样品的显微组织和相结构

图 3 为 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品的 EBSD 分析结果。从图 3(a)可知,样品由熔池边缘细小的等轴晶和熔池中心沿着沉积方向生长的柱状晶构成。经统计,样品的平均晶粒尺寸约为 3 μm (图 3(b)),

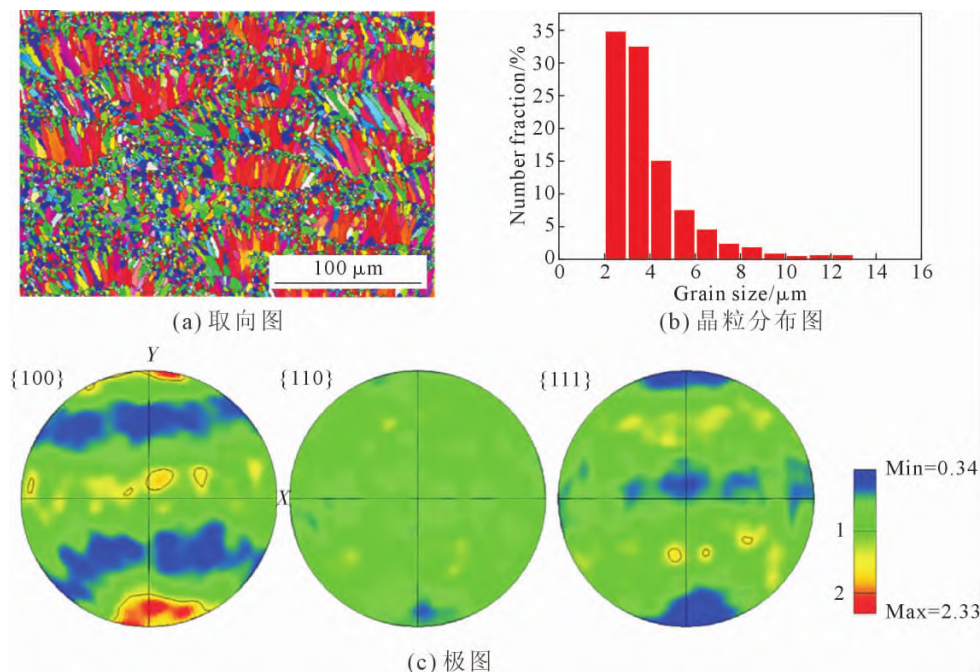


图3 SLM成形 Al-Si-Mg-Zr 样品的 EBSD 分析结果
Fig.3 EBSD analysis of the SLM-formed Al-Si-Mg-Zr sample

明显小于 SLM 成形 AlSiMg3 合金 (平均晶粒尺寸 $\sim 5 \mu\text{m}$) 和其他 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金 (平均晶粒尺寸 $\sim 10 \mu\text{m}$)^[17,30], 并且样品中含有较多的等轴晶, 其晶粒尺寸和晶粒分布与 SLM 成形 Al- (Mg, Mn)- (Sc, Zr) 和 Zr 改性的 2xxx 和 7xxx 铝合金类似^[31-33]。SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 合金具有较小的晶粒尺寸主要是由于合金熔体凝固时, 初生 Al_3Zr 纳米粒子成为 $\alpha\text{-Al}$ 的理想形核点, 从而在熔池边界产生大量细小等轴晶, 降低了合金的平均晶粒尺寸^[20], 这些等轴晶的形成也有效缓解了 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 合金中由于高 Mg 含量带来的高应力, 从而避免了合金在成形过程中裂纹的产生, 增加了样品的成形性^[22]。熔池内部柱状晶的形成主要由于随着熔池中熔体凝固的进行, 剩余熔体中 Zr 元素浓度降低, 冷速增大, Al_3Zr 粒子无法析出, 使剩余熔体沿热梯度方向凝固生长, 由图 3(c) 可知, 在 $\langle 100 \rangle$ 方向的图中存在小区域的红色 (深色) 部分, 故形成了具有 $\langle 100 \rangle$ 织构的柱状晶粒^[25,34]。本研究获得样品织构的最大值为 2.33,

略小于 SLM 成形 AlSiMg3 合金^[17]。SLM 成形样品的 SEM 分析结果表明, 样品主要由暗色不规则形状 $\alpha\text{-Al}$ 基体和亮色网格状的富 Si 组织组成^[35], 且 $\alpha\text{-Al}$ 基体中分布有少量的纳米颗粒 (图 4(a~b))。按亚结构的不同, SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品的组织可分为组织细化区、组织粗化区和热影响区 (图 4(a))^[36]。组织细化区位于熔池内部, 其形成源于 SLM 成形固有的高冷却速度, 使得亚结构细小^[37]; 组织粗化区位于熔池边界处, 其形成是因为 SLM 成形过程中, 上一层与下层已沉积部分重叠发生热传递, 使得已沉积样品再次熔化凝固, 由于冷速较慢, 造成该区亚结构粗化^[38]; 热影响区紧邻组织粗化区, 该处重叠输入的热量已无法二次熔化沉积样品, 但高温使网格状富 Si 组织发生分解^[39]。SLM 成形样品的 XRD 分析结果表明, 不同激光扫描速度下获得的样品中均包含 $\alpha\text{-Al}$ 、Si、 Mg_2Si 和未知相, 如图 5 所示。根据 Geng 等^[19]的报道结果, 该未知相可能是分布于网格状富 Si 组织中的 Al-Si-Mg 亚稳相。

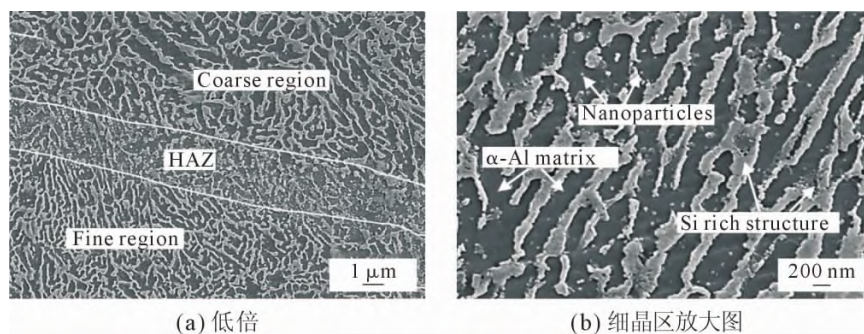


图4 SLM成形 Al-Si-Mg-Zr 合金 SEM 组织图
Fig.4 Longitudinal section SEM images of the SLM-formed Al-Si-Mg-Zr sample

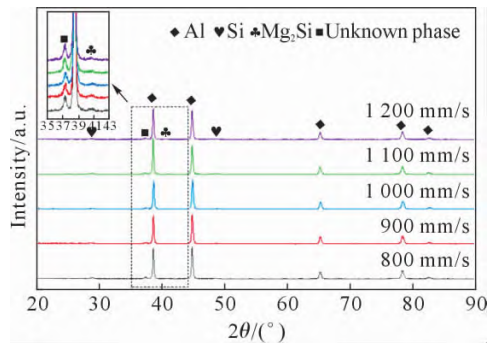


图5 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品在不同激光扫描速度下的 XRD 图谱

Fig.5 XRD patterns of Al-Si-Mg-Zr samples formed at different laser scanning speeds

2.2.2 硬度

图6为SLM成形Al-Si-Mg-Zr样品的Vickers硬度随激光扫描速度的变化关系曲线。由图6可知,样品的硬度随激光扫描速度的增加整体呈现上升的趋势,当激光扫描速度为1200 mm/s时,SLM成形样品的硬度具有最大值,为 (173 ± 2) HV。这主要是由于SLM成形过程中,高的激光扫描速度必然导致熔体高的冷却速度,使得固溶在 α -Al基体内的合金元素含量增加,样品的固溶强化作用增强^[40];此外,熔体的高冷却速率会增加凝固过程中的过冷度,从而增加熔体凝固的形核点,进而有效细化晶粒,提高合金的细晶强化效果^[41],最终使在高激光扫描速度下获得的样品具有较高的硬度。

2.3 时效处理对 SLM 成形样品组织和力学性能的影响

2.3.1 显微组织和相结构

图7为SLM成形Al-Si-Mg-Zr样品在不同温

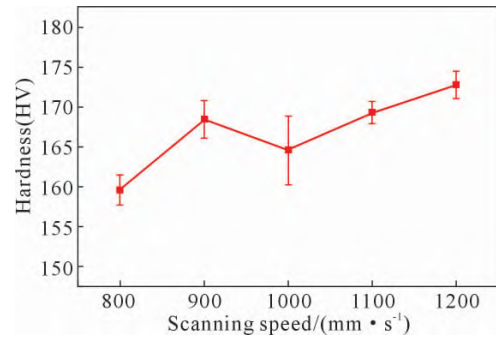


图6 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品 Vickers 硬度随激光扫描速度的变化关系曲线

Fig.6 Variation in Vickers hardness of SLM-formed Al-Si-Mg-Zr samples with different laser scanning speeds

度下时效处理2 h后的SEM图像。由图7可知,当时效温度为150、200 °C时,样品 α -Al基体中纳米颗粒的数量明显增多(图7(a-b)),并且200 °C时效样品中的纳米颗粒的数量多于150 °C时效样品;当时效温度增加到250 °C时,网格状富Si组织发生分解, α -Al基体中的纳米颗粒的尺寸发生明显粗化(图7(c));之后随着时效温度的增加,纳米颗粒不断聚集长大(图7(d-e))。对于传统SLM成形Al-Si-Mg合金,由于合金中的Mg元素主要聚集于网格状富Si组织中,而 α -Al基体中Mg含量较低,样品经直接低温时效处理后, α -Al基体中过固溶的Si元素相较于Mg具有更高沉淀析出驱动力,因此其时效析出相主要为纳米Si颗粒^[42]。随着SLM成形Al-Si-Mg合金中Mg元素含量的增加,其 α -Al基体中Mg的含量也随之增加,而 α -Al基体中Si元素的固溶量保持不变^[17,43],合金 α -Al基体中Mg元素的析出动力学增加,从而为合金中Mg₂Si相的析出创造了条件。在

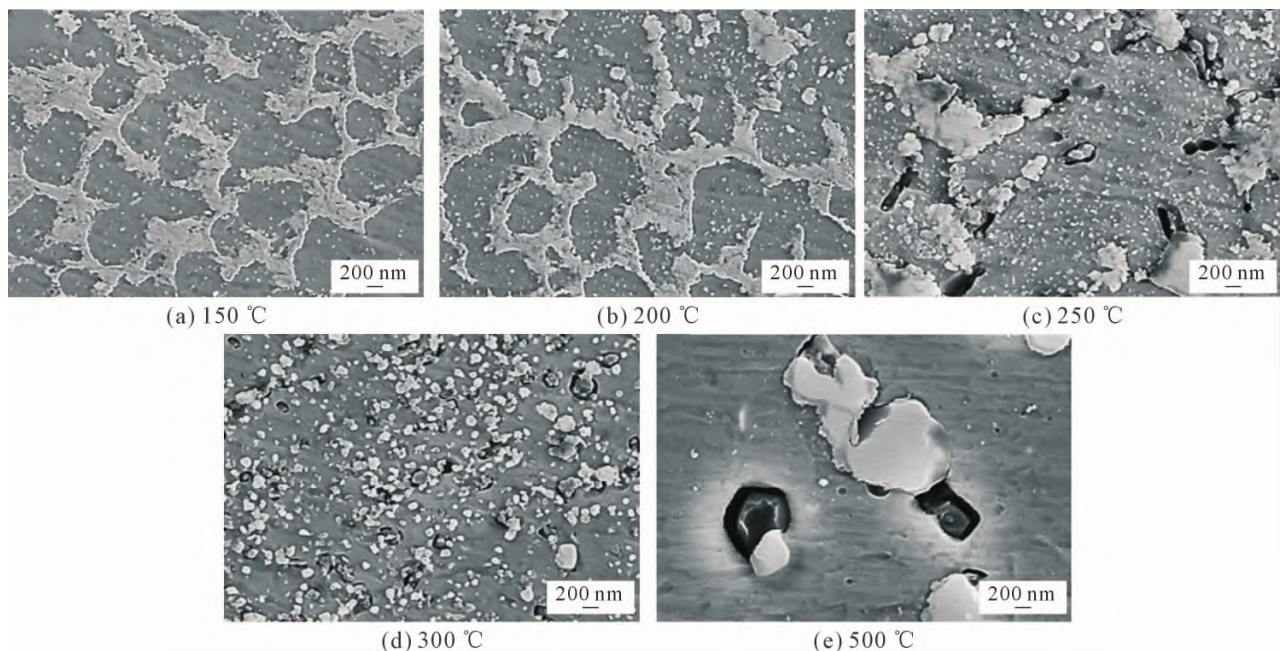


图7 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品经不同温度时效处理2 h后的SEM图像

Fig.7 SEM images of SLM-formed Al-Si-Mg-Zr samples after aging at different temperatures for 2 h

前期报道的 SLM 成形高 Mg 含量 AlSi8.2Mg1.4、Al-Si3.5Mg2.5 和 AlSi8.7Mg3 中也证实了 α -Al 基体中 Si 和 $\text{Mg}_2\text{Si}/\text{Mg}_2\text{Si}$ 前驱体相的时效析出^[15,17,19]。因此可以推断,本研究获得的 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 合金经 150、200 °C 时效处理后 α -Al 基体中的析出相为 Si 和 $\text{Mg}_2\text{Si}/\text{Mg}_2\text{Si}$ 前驱体相。不同温度时效处理样品的 XRD 测试结果表明,随着时效温度的增加,样品中未知亚稳相的衍射峰强度逐渐减弱,在时效温度为 250 °C 时消失,表明该亚稳相随着网格状富 Si 组织的分解而发生完全分解;另外,如图 8 所示,当时效温度 ≥ 250 °C 时, Mg_2Si 相的衍射峰强度逐渐增加,宽度逐渐变窄,表明 Mg_2Si 相逐渐增多,晶粒尺寸逐渐增大^[44]。

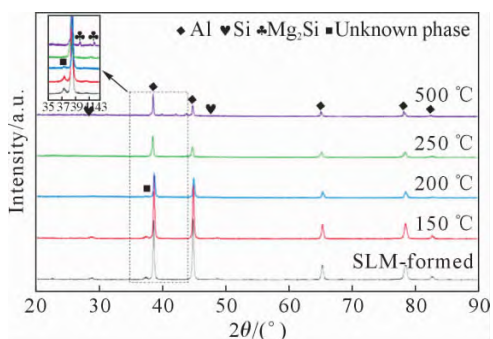


图 8 SLM 成形样品经不同温度时效处理 2 h 后的 XRD 图谱
Fig.8 XRD patterns of SLM-formed samples after aging at different temperatures for 2 h

图 9 为 SLM 成形样品经 500 °C 时效处理 2 h 后的 EDS 面成分分析。由图 9 可知, α -Al 基体中嵌入的块状析出相主要为 Si 颗粒(图 9(c)), 其内部可能固溶少量 Mg 元素^[45]。另外,在部分 Si 元素聚集

的区域存在明显 Mg 元素的偏聚, Mg 元素的偏聚范围在几微米到几十微米之间(图 9(d)), 结合样品的 XRD 图谱, 表明样品中有 Mg_2Si 相的析出; Zr 元素在样品中的分布相对均匀(图 9(e))。

图 10 为 SLM 成形样品经 150 °C 等温时效处理不同时间后的 SEM 图像。结果表明, 相比于成型态样品, 150 °C 时效处理样品中 α -Al 基体内纳米颗粒的数量明显增多, 并且随着时效时间的延长, 纳米颗粒的数量逐渐增多。XRD 测试结果表明, 样品经 150 °C 时效处理, 其相构成没有发生明显变化(图 11)。

2.3.2 力学性能

图 12 为 SLM 成形样品经不同温度和时间时效处理后的硬度变化结果。由图 12 可知, 随着时效温度的增加, 样品的 Vickers 硬度先增大后降低, 当时效温度为 200 °C 时, 样品的硬度具有最大值, 为 (188 ± 3) HV。当时效温度 ≥ 250 °C 时, 样品的硬度随时效温度的增加而迅速降低, 当时效温度增加到 500 °C 时, 样品的硬度值降为 (60 ± 1) HV, 如图 12(a) 所示。这主要是由于高温时效过程中网格富 Si 组织分解和纳米粒子粗化所致^[17,46]。样品经 150 °C 时效处理不同时间后的硬度测量结果表明, 随着时效时间的延长, 样品的硬度逐渐增大, 当时效时间为 12 h 后, 样品的硬度具有最大值, 为 (194 ± 2) HV, 如图 12(b) 所示。

图 13 为 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品经 150 °C 等温时效处理不同时间后的压缩应力-应变曲线和压缩屈服强度总结结果。通过分析样品的应力-应变曲线可知, 样品经 150 °C 时效处理后其屈服强度和抗压强度均获得明显提升, 所有样品的压缩塑性均

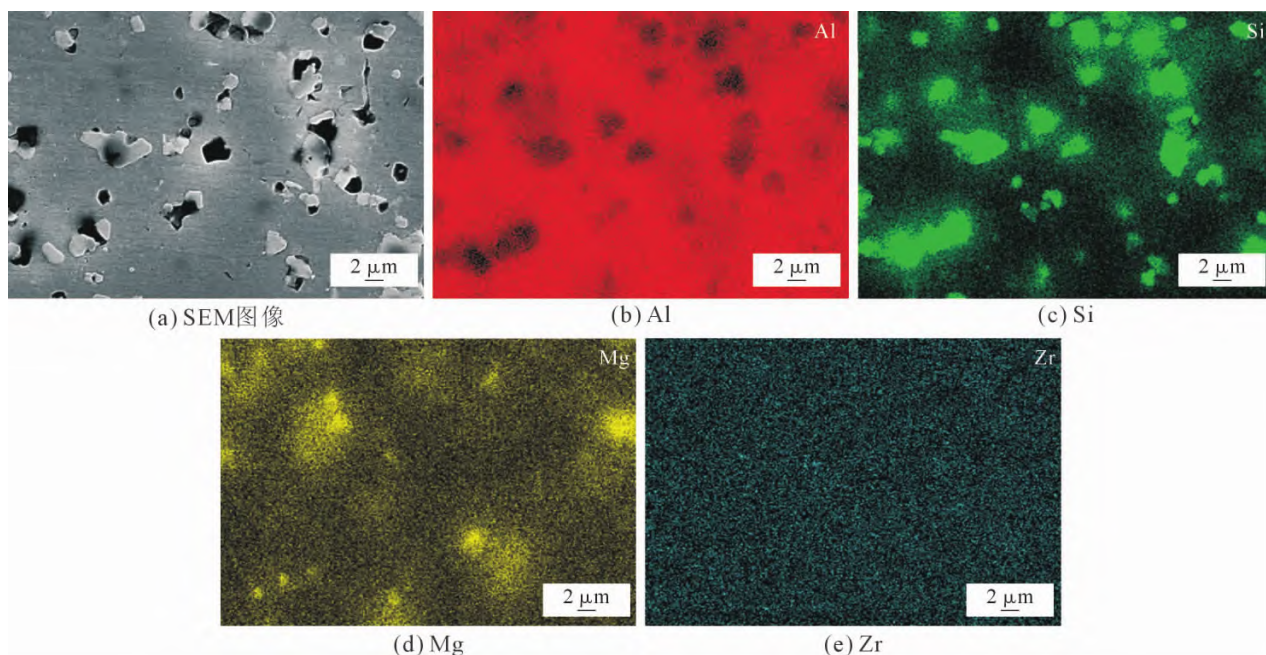


图 9 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品经 500 °C 时效处理 2 h 后的 SEM 图及相应 EDS 面成分分析
Fig.9 SEM image of the SLM-formed Al-Si-Mg-Zr samples after aging at 500 °C for 2 h and the corresponding EDS mapping

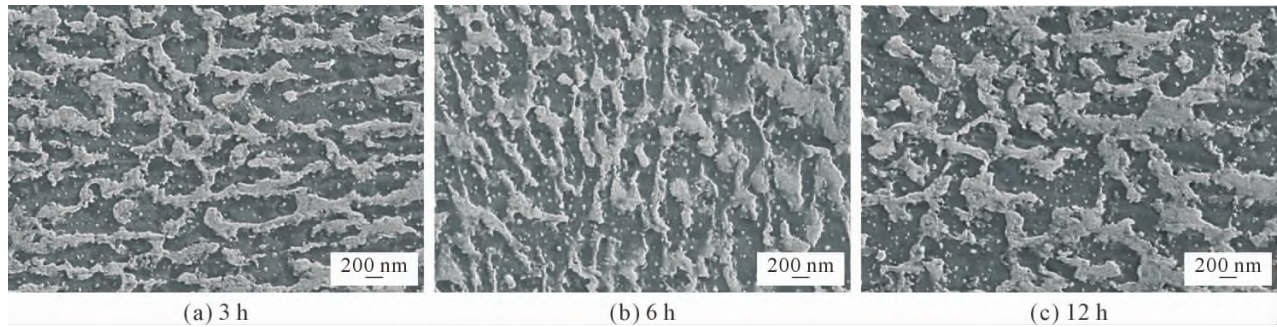


图 10 SLM 成形样品经 150 °C 时效处理不同时间后的 SEM 图像

Fig.10 SEM images of SLM-formed samples after aging at 150 °C for different time

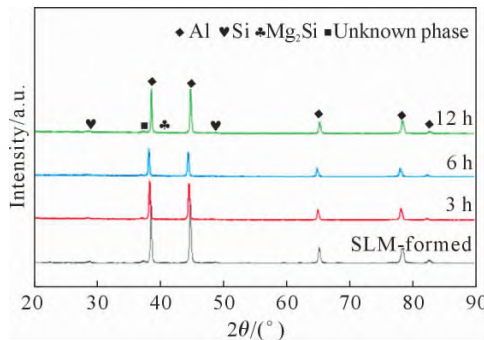


图 11 SLM 成形样品经 150 °C 时效处理不同时间后的 XRD 图谱

Fig.11 XRD patterns of SLM-formed samples after aging at 150 °C for different time

保持在 15% 以上(图 13(a))。与 SLM 成形 AlSiMg3 相比,本研究获得的 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 合金的压缩伸长率获得明显提升^[17],这主要是由于 Zr 的合金化有效细化了 SLM 成形高 Mg 含量 Al-Si-Mg 合金的晶粒尺寸,使得合金在塑性变形过程中均匀变形能力增强,减小了应力集中,从而增加了合金的塑性变形能力^[47]。图 13(b)给出了 SLM 成形 Al-Si-Mg-Zr 样品经 150 °C 等温时效处理后的压缩屈服强度结果。由图 13(b)可知,SLM 成形态样品的压缩屈服强度为 (365 ± 30) MPa,经 150 °C 时效处理不同时间后,样品的压缩屈服强度均获得有效提升。其中,当样品时效处理 12 h 后,压缩屈服强度达到最大值,为

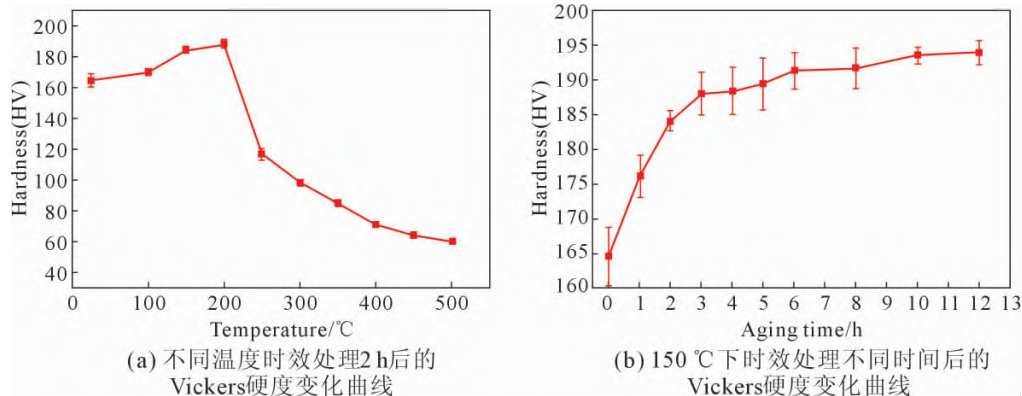


图 12 SLM 成形样品经不同时效处理后的 Vickers 硬度变化关系曲线

Fig.12 Vickers hardness of SLM-formed samples after aging under different conditions

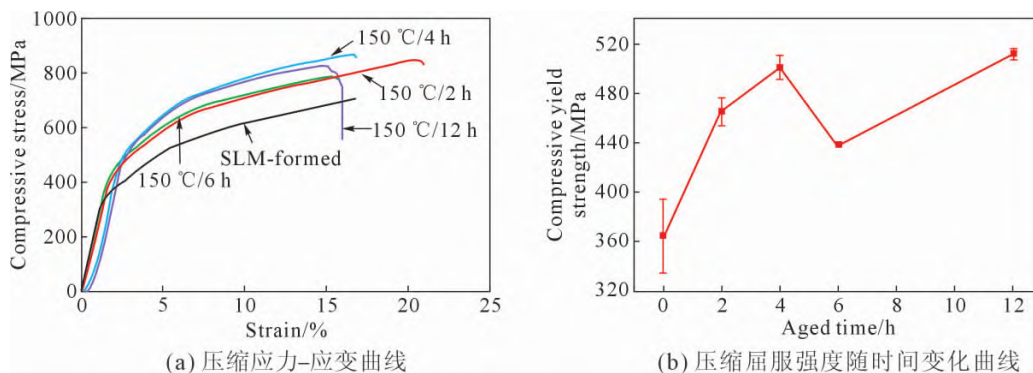


图 13 SLM 成形样品经 150 °C 时效处理不同时间后的压缩应力-应变曲线和压缩屈服强度总结

Fig.13 Compressive stress-strain curves and compressive yield strength of SLM-formed Al-Si-Mg-Zr samples after aging at 150 °C for different time

(512±4) MPa。样品经低温时效处理后,压缩屈服强度获得大幅提升的主要原因是样品 α -Al 基体内 Si 和 $\text{Mg}_2\text{Si}/\text{Mg}_2\text{Si}$ 前驱体纳米析出相的增加有效增大了样品变形过程中位错滑移阻力,提升了样品的析出强化效果^[48]。

3 结论

针对 SLM 成形 AlSiMg3 合金成形性差的缺点,通过 Zr 进行合金化,设计并制备了 SLM 成形 $\text{Al-8.0Si-2.56Mg-0.41Zr}$ 合金,系统研究了高 Mg 含量 Al-Si-Mg-Zr 合金的成形性及时效处理对 SLM 成形合金组织和力学性能的影响,获得如下结论:

(1)SLM 成形样品无宏/微观裂纹等缺陷,相对密度较高,最大值为 99.5%,成形性良好。Zr 元素的合金化明显细化了 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金的晶粒尺寸,有效提升了 Al-Si-Mg-Zr 合金的 SLM 成形性。

(2)SLM 成形样品的微观组织由分布于熔池边界的细小等轴晶和熔池内部的柱状晶构成,平均晶粒尺寸约为 3 μm 。SLM 成形样品包含 α -Al、Si、 Mg_2Si 和未知相,其 Vickers 硬度的最大值为(173±2) HV。

(3)当时效温度为 150、200 $^{\circ}\text{C}$ 时,由于 SLM 成形样品中 α -Al 基体内纳米析出相数量的增多,样品的硬度随时效温度的增加逐渐增大;当时效温度 ≥ 250 $^{\circ}\text{C}$ 时,样品中网格状富 Si 组织和未知相发生分解, α -Al 基体内纳米析出相粗化,样品的硬度迅速降低。样品在 150 $^{\circ}\text{C}$ 等温时效处理后,硬度和压缩屈服强度均有明显提升,硬度和压缩屈服强度的最大值分别为(194±2) HV 和(512±4) MPa。所有样品的压缩塑性均超过 15%,明显优于 SLM 成形 Al-SiMg3 合金。

(4)本研究通过 Zr 合金化,有效提升了 SLM 成形、高 Mg 含量 Al-Si-Mg 合金的成形性和塑性,相关合金化方法可为传统 SLM 成形 Al-Si-Mg 合金的成分改性提供指导。

参考文献:

- [1] ZHANG H, GU D D, DAI D H, et al. Influence of scanning strategy and parameter on microstructural feature, residual stress and performance of Sc and Zr modified Al-Mg alloy produced by selective laser melting[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 788: 139593.
- [2] HAJARE D M, GAJBHIYE T S. Additive manufacturing (3D printing): Recent progress on advancement of materials and challenges[J]. Materials Today: Proceedings, 2022, 58: 736-743.
- [3] 耿遥祥,唐浩,罗金杰,等.高 Mg 含量 Al-Mg-Sc-Zr 合金选区激光熔化成形性及力学性能[J].稀有金属材料与工程,2021,50(3): 939-947.
- [4] 宋波,张磊,王晓波,等.面向航空航天的增材制造超材料的研究现状及发展趋势[J].航空制造技术,2022, 65(14): 22-33.
- [5] LI R D, WANG M B, LI Z M, et al. Developing a high-strength Al-Mg-Si-Sc-Zr alloy for selective laser melting: Crack-inhibiting and multiple strengthening mechanisms[J]. Acta Materialia, 2020, 193: 83-98.
- [6] GUPTA M K, SINGLA A K, JI H S. Impact of layer rotation on micro-structure, grain size, surface integrity and mechanical behaviour of SLM Al-Si-10Mg alloy[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(5): 9506-9522.
- [7] POLLOCK T M, CLARKE A J, BABU S S. Design and tailoring of alloys for additive manufacturing[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2020, 51: 6000-6019.
- [8] THASLEEM P, KUMAR D, JOY M L, et al. Effect of heat treatment and electric discharge alloying on the lubricated tribology of Al-Si alloy fabricated by selective laser melting[J]. Wear, 2022, 494-495: 204244.
- [9] REN X L, JIANG X Q, YUAN T, et al. Microstructure and properties research of Al-Zn-Mg-Cu alloy with high strength and high elongation fabricated by wire arc additive manufacturing[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2022, 307: 117665.
- [10] CHEN Z G, HE J L, ZHANG Y Y, et al. Mechanical performance improvement of Al-Cu-Mg using various thermomechanical treatments[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 841: 142869.
- [11] YANG Y F, GENG K, LI S F, et al. Highly ductile hypereutectic Al-Si alloys fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 110: 84-95.
- [12] ASHWATH P, XAVIOR M A, BATAKO A, et al. Selective laser melting of Al-Si-10Mg alloy: Microstructural studies and mechanical properties assessment[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2022, 17: 2249-2258.
- [13] WANG Y C, WU X D, CAO L F, et al. Effect of trace Er on the microstructure and properties of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloys during heat treatments[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 792: 139807.
- [14] SHEN T, FAN C H, HU Z Y, et al. Effect of strain rate on microstructure and mechanical properties of spray-formed Al-Cu-Mg alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2022, 32(4): 1096-1104.
- [15] ZHANG X X, LUTZ A, ANDRÄ H, et al. An additively manufactured and direct-aged AlSi3.5Mg2.5 alloy with superior strength and ductility: Micromechanical mechanisms[J]. International Journal of Plasticity, 2021, 146: 103083.
- [16] KIMURA T, NAKAMOTO T, OZAKI T, et al. Microstructural formation and characterization mechanisms of selective laser melted Al-Si-Mg alloys with increasing magnesium content[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 754: 786-798.
- [17] GENG Y X, TANG H, XU J H, et al. Influence of process parameters and aging treatment on the microstructure and mechanical properties of AlSi8Mg3 alloy fabricated by selective laser melting[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2022, 29: 1770-1779.
- [18] 耿遥祥,樊世敏,简江林,等.选区激光熔化专用 AlSiMg 合金成

- 分设计及力学性能[J]. 金属学报, 2020, 56(6): 821-830.
- [19] GENG Y X, WANG Q, WANG Y M, et al. Microstructural evolution and strengthening mechanism of high-strength AlSi8.1Mg1.4 alloy produced by selective laser melting[J]. Materials & Design, 2022, 218: 110674.
- [20] 侯裕. 选区激光熔化专用 Al_{88.19}Si_{8.73}Mg_{3.08} 合金成形性及性能研究[D]. 镇江: 江苏科技大学, 2020.
- [21] ZHANG H, ZHU H L, NIE X J, et al. Effect of zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy[J]. Scripta Materialia, 2017, 134: 6-10.
- [22] NIE X J, ZHANG H, ZHU H L, et al. Effect of Zr content on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Zr modified Al-4.24Cu-1.97Mg-0.56Mn alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 764: 977-986.
- [23] MARTIN A, VILANOVA M, GIL E, et al. Influence of the Zr content on the processability of a high strength Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy by laser powder bed fusion[J]. Materials Characterization, 2022, 183: 111650.
- [24] LEI Z L, BI J, CHEN Y B, et al. Effect of energy density on formability, microstructure and micro-hardness of selective laser melted Sc- and Zr- modified 7075 aluminum alloy[J]. Powder Technology, 2019, 356: 594-606.
- [25] LIU T, WANG Q Q, CAI X Y, et al. Effect of laser power on microstructures and properties of Al-4.82Mg-0.75Sc-0.49Mn-0.28Zr alloy fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2022, 18: 3612-3625.
- [26] ZHANG J L, SONG B, WEI Q S, et al. A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2019, 35(2): 270-284.
- [27] GALY C, LEGUEN E, LACOSTE E, et al. Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences[J]. Additive Manufacturing, 2018, 22: 165-175.
- [28] 余开斌. 激光选区熔化成形 AlSi10Mg 合金的显微组织与力学性能研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2018.
- [29] XIA M J, GU D D, YU G Q, et al. Porosity evolution and its thermodynamic mechanism of randomly packed powder-bed during selective laser melting of Inconel 718 alloy[J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2017, 116: 96-106.
- [30] THIJS L, KEMPEN K, KRUTH J P, et al. Fine-structured aluminum products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder[J]. Acta Materialia, 2013, 61(5): 1809-1819.
- [31] TANG H, GENG Y X, BIAN S N, et al. An ultra-high strength over 700 MPa in Al-Mn-Mg-Sc-Zr alloy fabricated by selective laser melting[J]. Acta Metallurgica Sinica(English Letters), 2022, 35: 466-474.
- [32] LI P, LI R D, YANG H O, et al. Selective laser melting of Al-3.48Cu-2.03Si-0.48Sc-0.28Zr alloy: Microstructure evolution, properties and metallurgical defects[J]. Intermetallics, 2021, 129: 107008.
- [33] LI L B, LI R D, YUAN T C, et al. Microstructures and mechanical properties of Si and Zr modified Al-Zn-Mg-Cu alloy-A comparison between selective laser melting and spark plasma sintering[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 821: 153520.
- [34] GENG Y X, TANG H, XU J H, et al. Strengthening mechanisms of high-performance Al-Mn-Mg-Sc-Zr alloy fabricated by selective laser melting[J]. Science China Materials, 2021, 64(12): 3131-3137.
- [35] FENG Z, TAN H, FANG Y B, et al. Selective laser melting of TiB₂/AlSi10Mg composite: Processability, microstructure and fracture behavior [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2022, 299: 117386.
- [36] ZHANG S Z, CHEN Z, WEI P, et al. Wear properties of graphene/zirconia biphas nano-reinforced aluminium matrix composites prepared by SLM[J]. Materials Today Communications, 2022, 30: 103009.
- [37] WANG M, SONG B, WEI Q S, et al. Effects of annealing on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted AlSi7Mg alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 739: 463-472.
- [38] KIMURA T, NAKAMOTO T. Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting[J]. Materials & Design, 2016, 89: 1294-1301.
- [39] GUO Y W, WEI W, SHI W, et al. Selective laser melting of Er modified AlSi7Mg alloy: Effect of processing parameters on forming quality, microstructure and mechanical properties[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 842: 143085.
- [40] 唐浩. 选区激光熔化 Al-Mn-Mg-Sc-Zr 合金成分设计及性能研究[D]. 镇江: 江苏科技大学, 2021.
- [41] 张文奇, 朱海红, 胡志恒, 等. AlSi10Mg 的激光选区熔化成形研究[J]. 金属学报, 2017, 53(8): 918-926.
- [42] RAO J H, ZHANG Y, ZHANG K, et al. Multiple precipitation pathways in an Al-7Si-0.6Mg alloy fabricated by selective laser melting[J]. Scripta Materialia, 2019, 106: 66-69.
- [43] FOUSOVÁ M, DVORSÝ D, MICHALCOVÁ A, et al. Changes in the microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg alloy after exposure to elevated temperatures [J]. Materials Characterization, 2018, 137: 119-126.
- [44] GAO C, LIU Z, XIAO Z, et al. Effect of heat treatment on SLM-fabricated TiN/AlSi10Mg composites: Microstructural evolution and mechanical properties[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 853: 156722.
- [45] GENG Y X, WANG Y M, XU J H, et al. A high-strength AlSiMg1.4 alloy fabricated by selective laser melting [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 867: 159103.
- [46] YANG K V, ROMETSCH P, DAVIES C H J, et al. Effect of heat treatment on the microstructure and anisotropy in mechanical properties of A357 alloy produced by selective laser melting [J]. Materials & Design, 2018, 154: 275-290.
- [47] WEN X L, CHEN B, CHEN Z, et al. Structural evolution and mechanical properties of TiB₂ reinforced 2024Al composite stimulated by heat treatment [J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 847: 143290.
- [48] PONNUSAMY P, MASOOD S H, RUAN D, et al. High strain rate dynamic behaviour of AlSi12 alloy processed by selective laser melting[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2018, 97: 1023-1035.