DOI: 10.16410/j.issn1000-8365.2020.11.002

原位自生 TiB₂-AlSi10Mg 激光选区熔化及 其高温性能研究

夏存娟,廉 清,陈映言,王浩伟

(上海交通大学材料科学与工程学院,上海 200240)

摘 要:采用激光选区熔化(SLM)制备得到原位自生 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料,探索 TiB₂ 颗粒对其微观组织和高 温力学性能的影响。结果表明,TiB₂ 颗粒均匀分布在基体中,Si 呈细小的网格状弥散分布;晶粒大多为细小的等轴晶,没 有明显择优取向,平均晶粒尺寸为 1.4 μm。在 350 ℃高温拉伸条件下,SLM 成形 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料真实抗拉强 度为 123.0 MPa,断后伸长率为 28.0%;变形机制主要为晶界滑动,并伴随着少量的位错滑动和攀移。

关键词:激光选区熔化(SLM);TiB2;铝基复合材料;AlSi10Mg;高温性能

文献标识码:A

中图分类号: TB331

文章编号:1000-8365(2020)11-1011-05

Selective Laser Melting of In-situ TiB₂ Reinforced AlSi10Mg Composite and Its High Temperature Properties

XIA Cunjuan, LIAN Qing, CHEN Yingyan, WANG Haowei

(School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The in-situ TiB₂-AlSi10Mg composite was prepared by laser selective melting (SLM), and the effect of TiB₂ particles on the microstructure and mechanical properties at high temperature was investigated. The results show that TiB₂ particles are uniformly distributed in the matrix and Si is distributed in a fine gridded manner. The grains are mostly fine equiaxed grains with no obvious preferred orientation, and the average grain size is 1.4 μ m. At 350 °C, the real tensile strength of SLM formed TiB₂-AlSi10Mg composite was 123.0 MPa, and the elongation after fracture is 28.0%. The deformation mechanism is mainly grain boundary sliding accompanied by a small amount of dislocation sliding and climbing.

Key words: selective laser melting(SLM); TiB₂; Aluminum matrix composite; AlSi10Mg; high temperature properties

国防军工、航空航天等高端装备领域的快速发展,对复杂结构设计和材料力学性能提出了更高的要求,需要将先进制造技术和高性能材料相结合才能更好地满足应用需求。激光选区熔化(SLM)是一种快速成型技术,它通过预先铺粉,激光按照设定轨迹选择性扫描的方式成形,具有成形精度高、产品致密度好、表面质量好等优点,在不锈钢、钛合金、铝合金、镍基高温合金等材料上得到了一定的应用^[1]。原位自生 TiB₂颗粒增强铝基复合材料,是通过熔体内的化学反应原位生成 TiB₂颗粒形貌规整且与基体界面结合良好,具有密度小、强度高、综合性能优异等特点^[24]。文献表明,TiB₂颗粒可以提高材料的激光吸收率,利用 SLM 技术将 TiB₂颗粒增强铝基复合材料粉末烧结成形,能够制备得到轻质高强韧铝合金^[57],有望在高端装备领

收稿日期: 2020-09-24

作者简介:夏存娟(1982-),女,上海人,博士,助理研究员.主要 从事金属基复合材料.电话:021-34202540, E-mail:xiacunjuan@sjtu.edu.cn 域获得广泛的应用。

然而,大多数材料在高温条件下性能大幅度下降,导致材料发生变形甚至断裂失效,难以满足高温 环境的使用需求。以铸造 AlSi12 合金为例,室温下 抗拉强度为 287 MPa,当温度为 200 ℃时抗拉强度 为 225 MPa,当温度进一步提高至 350 ℃时抗拉强 度仅为 88 MPa^[8]。因此,研究 SLM 成形 TiB₂ 颗粒增 强铝基复合材料的高温性能很有必要。

本文采用 SLM 制备得到原位自生 TiB₂-Al-Si10Mg 复合材料,对其微观组织和高温性能展开了 研究,探索该材料的塑性变形机制,并分析 TiB₂ 颗 粒对组织和性能的影响机理。

1 试验材料及方法

本试验使用的原材料为混合盐法制备得到的原 位自生 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料,通过真空气雾化 技术将其制成球形粉末,随后筛分留下粒径分布在 15~53 μm 的粉末。测得粉末的化学成分如下(ICP, Thermo iCAP7000):

表1 原位自生TiB₂-AlSi10Mg复合材料粉末化学成分 w(%) Tab.1 Chemical compositions of in-situ TiB₂ reinforced AlSi10Mg composite powder

Ti	В	Si	Mg	Fe	Al
4.48	1.96	9.37	0.41	0.01	余量

将上述粉末通过激光选区熔化(SLM)成形得 到样品。SLM 试验在 3D Systems 公司 ProX DMP 200 设备上进行,优化后的工艺参数为激光功率 210 W,扫描速度 1 000 mm/s,扫描间距 0.1 mm,层 厚 30 μm,成形过程在氩气保护气氛下进行。

采用扫描电子显微镜(SEM, TESCAN MAIA3) 对成形样品的微观组织进行表征。成形样品先经过 SiC 砂纸(砂纸型号依次为 400、800、1 200、2 500)打 磨,再使用金刚石悬浮液(金刚石粒径依次为 5.0、 1.5、0.5 μm)抛光,最后用 Keller 试剂(1vol.%HF+ 1.5vol.%HCl+2.5vol.%HNO₃+95vol.%H₂O)腐蚀 15 s, 制备得到 SEM 样品。

进一步地,采用该电镜配有的电子背散射衍射 (EBSD,BRUKER e-FlashHR)探测器对成形样品的 晶粒尺寸和织构分布进行分析。成形样品经过上述 打磨和抛光后,在三离子束切割仪 (Leica EM TIC 3X)上进行平面抛光以消除表面残余应力层。平面 抛光分3步进行:先是旋转样品至10.5°,使用6kV 电压抛光15min;然后旋转样品至4.5°,使用5.5kV 电压抛光45min;最后保持样品在4.5°,使用4.5kV

高温拉伸试验在 CMT 5105 试验机上进行,拉伸片尺寸如图 1,试验温度为 350 ℃,拉伸速率为横梁位移控制 1 mm/min。试验结束后取下拉伸片拼接在一起,手动测量标定段的长度,计算得到断后伸长率。





2 结果及分析

2.1 物相分析

原位自生 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料粉末和激光 选区熔化(SLM)成形样品的 X 射线衍射(XRD)图 谱见图 2。XRD 结果显示,无论是粉末还是 SLM 试



图 2 原位自生 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料 XRD 图谱 Fig.2 XRD patterns of in-situ TiB₂ reinforced AlSi10Mg composite

样,主要存在 α-Al 相、Si 相以及 TiB₂,其中 Si 相对 应的峰不太明显。这是因为真空气雾化制粉以及 SLM 成形过程的冷却速度都非常快,细小的 Si 相 . 弥散分布在基体之中,导致衍射峰强度降低。

2.2 组织表征

为了表征 SLM 成形原位自生 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料微观组织,对试样进行扫描电子显微镜 (SEM)观察,如图 3 所示。图 3 中深灰色基底为 Al 相,浅灰色网格状为共晶 Si 相,均匀分布的颗粒为 增强相 TiB₂。SEM 结果显示,亚微米级别的 TiB₂颗 粒均匀分布在基体中,在局部区域出现少量团簇,如 图 3(a)所示;在网格状结构内也存在少量的纳米级 别的 TiB₂颗粒,如图 3(b)所示。这是因为 TiB₂颗粒 与铝基体存在良好的共格关系^[5],在熔池凝固过程 中部分纳米级别的 TiB₂颗粒会成为非均匀形核的 形核质点,而较大的 TiB₂颗粒则容易被固 - 液界面 推动至晶界处。

共晶 Si 呈细小的网格状均匀分布在基体中,这 与传统铸造 Al-Si 合金中 Si 的形貌完全不一样。这 是因为在平衡凝固条件下 Si 在 Al 基体中的固溶度 非常低(1.65%,577℃),因此熔体在缓慢冷却过程 中大量的共晶 Si 在晶界处析出,形成粗针状⁽⁹⁾;而 SLM 冷却速度非常快,Si 以细小的网格状弥散分 布。从图 3(a)中还能看出,Si 网格的尺寸有所不同, 有的区域 Si 网格约为 1~2 µm,而有的区域 Si 网格 仅为 200~1 µm,这与所处的熔池位置有关。

为了进一步研究 SLM 成形原位自生 TiB₂-Al-Si10Mg 复合材料的晶粒形貌、尺寸以及织构分布, 对 SLM 样品进行电子背散射衍射(EBSD)分析。经 Channel5 软件处理,结果如图 4 所示,其中图 4(a) 为反极图(IPF),黑色代表 TiB₂颗粒,不同灰度代表 Al 基体中该点的晶体学取向;图 4(b)为织构分布, 灰度值代表该取向的织构强度。EBSD 图谱显示,晶 粒大多为细小的等轴晶,晶体取向基本呈现随机分 布,没有发现明显的择优取向。而 SLM 成形 Al-











Si10Mg 合金中通常存在明显的择优取向,晶粒倾向 于沿 <001>方向生长^[10],这是由于分布在基体中的 TiB₂颗粒取向随机,与颗粒成平行关系的 Al 晶粒 也随机分布;且由于颗粒的钉扎作用阻碍了晶粒沿 热流方向生长,从而削弱了晶粒的择优取向。

由于 EBSD 分辨率有限,通过筛选去掉尺寸在 0.2 μm 以下的晶粒,将剩余1938 个晶粒的尺寸分 布绘制成图,如图 5 所示。结果显示,绝大部分 (86.2%)的晶粒尺寸均在 3.0 μm 以下,其中超细晶 (尺寸<1.0 μm)数量占比为 47.1%,平均晶粒尺寸为 1.4 μm。导致晶粒细小的因素主要有两个:首先, SLM 成形过程冷却速度非常快,过冷度增大,形核 驱动力增加,导致晶粒细化;其次,TiB₂颗粒作为形 核质点增加了形核率,且由于颗粒的钉扎作用阻碍



晶粒长大,使得晶粒进一步细化。

2.3 高温性能研究

对 SLM 成形原位自生 TiB₂-AlSi10Mg 复合材 料进行高温拉伸,试验温度为 350 ℃,拉伸速率为横 梁位移控制 1 mm/min,拉伸结果如图 6 所示。其中, 图 6(a)为系统的载荷-位移曲线,假设高温拉伸过 程中材料变形只发生在直线标定段,将载荷-位移 曲线换算得到等效的应力-应变曲线,如图 6(b)所 示。由于在高温拉伸过程中材料的变形量较大,截面 收缩不能忽略,因此通过下列公式将工程应力应变 σ - ε 曲线换算为真实应力应变 σ_{T} - ε_{T} 曲线:

$$\sigma_{\mathrm{T}} = \sigma(1 + \varepsilon) \tag{1}$$

$$\varepsilon_{\mathrm{T}} = \ln(1 + \varepsilon)$$
 (2)

高温拉伸结果显示,在 350 ℃下 SLM 成形 TiB₂-AlSi10Mg复合材料工程抗拉强度为 112.5 MPa, 真实抗拉强度为 123.0 MPa,通过手动测得断后伸 长率为 28.0%。

为了进一步研究 SLM 成形原位自生 TiB₂-Al-Si10Mg 复合材料高温拉伸断裂机制,对高温拉伸断口形貌进行 SEM 观察,如图 7 所示。从图 7(a)中可以观察到尺寸较大的孔,进一步放大可以看到大量 聚集的空洞,没有明显的韧窝组织,如图 7(b)所示, 这与常温拉伸断口的形貌完全不一样。这是因为在 常温拉伸条件下,材料变形机制主要是位错滑移,伴 随着少量的位错攀移,空穴形核后在滑移作用下发 生长大、聚合,导致裂纹萌生、扩展、失稳,最终试样







(a)低倍图
 (b)高倍图
 图 7 SLM 成形原位自生 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料高温拉伸断口
 Fig.7 High temperature fracture surfaces of in-situ TiB₂reinforced AlSi10Mg composite by SLM

断裂^[5];而在高温拉伸条件下,材料变形机制主要是 晶界滑动,伴随着少量的位错滑动和攀移,晶界滑 动导致晶界间的分离,形成空洞,空洞聚集导致试 样断裂。

TiB₂颗粒对高温拉伸性能的影响机理可以从 以下两个方面来讨论:一方面,TiB₂颗粒起着分担 基体载荷的作用,具有直接强化的效果,且TiB₂颗 粒对位错具有钉扎作用,阻碍位错滑动和攀移,从 而提高材料的高温拉伸性能;另一方面,TiB₂颗粒 的存在使得晶粒细化,导致晶界增多,使得晶界滑 动更容易进行,从而影响材料的高温拉伸性能。

3 结论

本文采用激光选区熔化(SLM)制备得到 TiB₂-AlSi10Mg复合材料,探索TiB₂颗粒对其微观 组织和高温力学性能的影响,主要结论如下:

(1)SLM 成形 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料中, TiB₂ 颗粒均匀分布在基体中,在局部区域出现少量团簇,晶内也存在少量纳米级别的 TiB₂ 颗粒;由于 SLM 冷却速度非常快, Si 呈细小的网格状弥散 分布。

(2)SLM 成形 TiB₂-AlSi10Mg 复合材料微观组 织大多为细小的等轴晶,没有明显的择优取向;平 均晶粒尺寸为 1.4 μm,其中超细晶数量占比

47.1%。这是由 SLM 快速冷却和 TiB₂ 颗粒形核作用 协同所致。

(3)在 350 ℃高温拉伸条件下,SLM 成形 TiB₂-AlSi10Mg复合材料真实抗拉强度为123.0 MPa, 断后伸长率为28.0%;变形机制主要为晶界滑动,并 伴随着少量的位错滑动和攀移。TiB₂颗粒影响机理 包括,分担基体载荷,阻碍位错滑动和攀移,提高高 温拉伸性能;细化晶粒导致晶界增多,使得晶界滑动 更容易进行,影响高温拉伸性能。

参考文献:

- [1] 唐光东,冯涛,段国庆,等. AlSi7Mg 合金选区激光熔化工艺及性 能研究[J]. 铸造技术,2020,41(3):219-222.
- [2] Tang J, Geng J, Xia C, et al. Superior Strength and Ductility of In Situ Nano TiB₂/Al-Cu-Mg Composites by Cold Rolling and Post-Aging Treatment[J]. Materials, 2019, 12(21): 3626.
- [3] Liu G, Geng J, Li Y, et al. Microstructures evolution of nano TiB₂/7050Al composite during homogenization[J]. Materials Characterization, 2020, 159: 110019.
- [4] Zhao B, Yang Q, Wu L, et al. Effects of nanosized particles on microstructure and mechanical properties of an aged in-situ TiB₂/Al-Cu-Li composite [J]. Materials Science and Engineering, 2019, 742(JAN.10):573-583.
- [5] Li X P , Ji G , Chen Z , et al. Selective laser melting of nano-TiB₂ decorated AlSi10Mg alloy with high fracture strength and ductility

(下转第1029页)

究[J]. 材料工程, 2012, (7): 24-28.

- [3] 刘趁意,王淑云,东云鹏,等.FGH96 合金挤压过程的数值模拟 与试验研究[J]. 锻压装备与制造技术,2010,45(2):103-107.
- [4] 江和甫. 对涡轮盘材料的需求及展望[J]. 燃气涡轮试验与研究, 2002,15(4): 1-6.
- [5] Banik A, Green K A. The mechanical property response of turbine disks produced using advanced PM processing techniques [A]. 9th International Symposium on Superalloys [C]. Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society, 2000, 69-74.
- [6] Banik A, Lindsley B, Mourer D P, et al. Alternative processing for the production of powder metal superalloy billet [A]. Advanced Materials and Processes for Gas Turbines [C]. Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society, 2003,227-236.
- [7] Moore J B, Athey R L. Fabrication method for the high tempera-

(上接第1014页)

[J]. Acta Materialia, 2017, 129(Complete):183-193.

- [6] Xiao Y K, Bian Z Y, Wu Y, et al. Effect of nano-TiB₂ particles on the anisotropy in an AlSi10Mg alloy processed by selective laser melting [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 798: 644-655.
- [7] 廉清,吴一,王浩伟,等. TiB₂ 增强 Al-Si 复合材料激光增材制造 工艺及性能研究[J]. 热加工工艺, 2017, 46(22):113-117.
- [8] Han G, Zhang W, Zhang G, et al. High-temperature mechanical properties and fracture mechanisms of Al-Si piston alloy reinforced with in situ TiB₂ particles [J]. Materials Science and Engi-

(上接第1023页)

技术资料邮购

导线性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2015(8):112-115.

- [10] Sakai Y, H J Schneider-Muntau. Ultra-high strength, high conductivity Cu-Ag alloy wires [J]. Acta Materialia, 1997, 45 (3): 1017-1023.
- [11] Sakai Y, Inoue K, Maeda H. New high-strength, high-conductivity Cu-Ag alloy sheets [J]. Acta Metallurgica Et Materialia, 1995, 43 (4):1517-1522.

ture alloys[P]. US Patent: 3519503, 1970-07-07.

- [8] 王超渊,东赟鹏,王淑云,等.挤压态镍基粉末高温合金热变形 行为与组织研究[J].锻压技术,2014,39(4):155-161.
- [9] Banik A. P/M extruded billet for the forging industry[A]. 1999 Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials [C]. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 2000,93-102.
- [10] 刘建涛,张义文,陶宇,等.FGH96 合金动态再结晶行为的研究 [J]. 材料热处理学报,2006,27(5):46-50.
- [11] 刘趁意,王淑云,李付国.粉末高温合金挤压变形组织及变形机 理研究[J].锻压装备与制造技术,2009,44(1): 84-87.
- [12] 朱兴林,刘东,杨艳慧,等.FGH96 合金包覆挤压过程数值模拟
 [J]. 航空材料研究学报,2013,33(1):21-27.
- [13] 刘趁意,王淑云,李付国.粉末高温合金挤压变形组织及变形机 理研究[J].锻压装备与制造技术,2009,44(1): 84-87.

neering A, 2015, 633(may 1):161-168.

- [9] Ram S C, Chattopadhyay K, Chakrabarty I. Microstructures and high temperature mechanical properties of A356-Mg₂Si functionally graded composites in as-cast and artificially aged (T6) conditions[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 805.
- [10] Alghamdi F, Song X, Hadadzadeh A, et al. Post heat treatment of additive manufactured AlSi10Mg: On silicon morphology, texture and small-scale properties [J]. Materials Science and Engineering A, 2020:139296.
- [12] 刘嘉斌,张雷,孟亮. Ag 含量对纤维相强化 Cu-Ag 合金组织及 性能的影响[J]. 金属学报, 2006(9):937-941.
- [13] 张雷. 纤维相增强 Cu-Ag合金的显微组织及力学和电学性能
 [D]. 杭州: 浙江大学, 2005.
- [14] 曹军, 吕长春, 王福荣, 等. 一种竖引式真空熔炼惰性气体保护连续加料连铸机: CN201410530215.4[P]. 2014-10-10.

《铸件均衡凝固技术及应用实例》

本书由西安理工大学魏兵教授编著。共8章:1、铸铁件均衡凝固与有限补缩;2、铸铁 件冒口补缩设计及应用;3、压边浇冒口系统;4、浇注系统大孔出流理论与设计;5、铸件 均衡凝固工艺;6、铸钢、白口铸铁、铝、铜合金铸件的均衡凝固工艺;7、浇注系统当冒 口补缩设计方法;8、铸件填充与补缩工艺定量设计实例。全书320页。 特快专递邮购价;280元。

邮购咨询: 李巧凤 电话/传真: 029-83222071

技术咨询: 13609155628