

# 选区激光熔化 Al-Mg-Sc-Zr 合金成形性及力学性能

陈金汉, 耿遥祥, 侯裕, 唐浩, 罗金杰, 喻利花, 许俊华, 鞠洪博

(江苏科技大学 材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212003)

**摘要:** 通过选区激光熔化(SLM)技术制备 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金, 系统研究了不同工艺参数对铝合金粉末成形性以及不同时效处理条件对 SLM 成形样品组织和力学性能的影响。结果表明, 在高激光功率和低激光扫描速度下, SLM 成形样品的致密度较高。沿样品沉积方向可观察到熔池层层堆叠的显微组织, 熔池边界和熔池内部均存在细小纳米颗粒。经不同温度时效处理后, 样品的硬度和压缩屈服强度先增加后降低。SLM 成形样品经 400 °C 时效处理 3 h 后屈服强度达到最大值(469±4) MPa。

**关键词:** 选区激光熔化; Al-Mg-Sc-Zr 合金; 时效处理; 显微组织; 力学性能

**中图分类号:** TG146.21

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2020)11-3882-08

随着现代制造业对产品性能要求的不断提高, 产品结构和功能的复杂化和一体化已经成为未来的发展趋势。而应用传统技术加工和制备复杂金属零件的局限性日益凸显, 加工成本也大幅提高<sup>[1-3]</sup>。选区激光熔化(selective laser melting, SLM)技术是激光增材制造(laser additive manufacturing, LAM)技术的一种, 可生产高精度和致密的复杂金属零部件, 零件成形后处理工艺简单, 可大幅缩短生产周期<sup>[4,5]</sup>。目前, SLM 技术已得到了学术界和制造界的广泛研究。

Al-Mg 系铝合金具有良好的加工硬化性, 出色的耐腐蚀和焊接性能。广泛应用于汽车、船舶、建筑和航空航天等领域<sup>[6-8]</sup>。在应用过程中, 往往需要向 Al-Mg 合金中添加合金元素来提升其综合性能<sup>[9-11]</sup>。加入适量 Sc 和 Zr 元素可细化 Al-Mg 合金晶粒<sup>[12]</sup>, 提高其再结晶温度, 改善材料的耐腐蚀性能<sup>[13]</sup>。同时, Al-Mg-Sc-Zr 合金经适当固溶和时效处理后, 会形成与 Al 基体共格的纳米 Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)粒子, 增加材料的力学性能<sup>[14]</sup>。然而, 铝合金在铸造成形过程中冷速较慢, Sc 和 Zr 元素在 Al 基体中的固溶度受限 (Sc 和 Zr 在铝中的极限固溶度分别为 0.32%和 0.28%, 质量分数), 无法实现合金力学性能的持续提升<sup>[15,16]</sup>。SLM 技术在加工成形过程中熔池冷却速度极快 ( $10^3\sim 10^6$  K/s<sup>[17]</sup>), 可有效提升 Sc 和 Zr 元素在 Al 中的固溶度。因此, 基于 SLM 技术, 可向 Al-Mg 合金中添大量的 Sc 和 Zr 元素来提升合金的力学性能。当前, 高 Sc 和 Zr 含量 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金的 SLM 研究已成为热点。

蒙纳士大学的 Shi<sup>[18]</sup>等人应用 SLM 技术制备了 Al-3.40Mg-1.08Sc-0.23Zr 合金, 发现在高激光能量密度下获得样品的成形性较好, 而在低激光能量密度下获得样品的力学性能较优, 因此在应用 SLM 技术制备铝合金的过程中要综合考量样品的成形性和力学性能。Spierings<sup>[19-21]</sup>等人应用 SLM 技术制备了 Al-Mg-0.66Sc-0.42Zr-0.49Mn 铝合金。结果表明, SLM 成形态样品主要由熔池边界的细小等轴晶和熔池内部的粗大柱状晶构成, Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)纳米颗粒作为等轴晶的异质形核点, 主要分布于熔池边界, 而熔池内部 Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)粒子较少。经时效处理后, 柱状晶内部开始有大量 Al<sub>3</sub>Sc 粒子析出, 从而大幅提升 Al-Mg-Sc-Zr 合金的力学性能。Croteau<sup>[22]</sup>等人研究了 SLM 成形 Al-3.66Mg-(1.18~1.57)Zr 合金的力学性能。结果表明, Zr 含量的增加可有效增加合金的强度, 同时保持较高的延伸率 (约 25%), 时效处理后, 由于熔池内部 Al<sub>3</sub>Zr 粒子的析出使得样品的力学性能进一步提升, 但是, 由于该合金中缺乏 Sc 元素, 虽然合金中 Zr 的浓度较高, 但其强度明显低于 SLM 成形含 Sc 铝合金。蒙纳士增材制造中心的 Jia<sup>[23]</sup>等人研究了 Al-4.52Mn-1.32Mg-0.79Sc-0.74Zr 合金的 SLM 成形性和力学性能。结果表明, 合金中 Mn 含量的提升可有效增加合金的成形性和力学性能, 所获得合金经适当时效处理后, 其拉伸屈服强度可达 560 MPa, 为现有 SLM 成形铝合金的最高值。

收稿日期: 2019-11-05

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2016YFB1100103); 江苏省自然科学基金青年基金项目 (BK20180985); 江苏省高等学校自然科学研究面上项目 (18KJB430011)

作者简介: 陈金汉, 男, 1995 年生, 硕士生, 江苏科技大学材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212003, E-mail: 563133281@qq.com

综上，目前学术界对 SLM 成形高 Sc、Zr 含量 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金有了一定的研究，但国内关于该类铝合金 SLM 研究的报道较少。本研究制备了较高 Sc、Zr 含量( $Sc+Zr = 0.78\%$ ，质量分数)的 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金粉末，探索了 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金的 SLM 成形性和力学性能。

## 1 实验

通过  $N_2$  雾化法制备 Al-4.55Mg-0.47Sc-0.31Zr-0.68Fe-1.53Cu-0.53Cr 铝合金粉末。使用 Winner 2006A 型激光粒度分析仪测量粉末样品的粒径分布。由 Icp2060t 型等离子体扫描光谱仪(ICP)测试粉末样品的成分。以 ProX DMP 300 型 SLM 设备制备样品，样品成形尺寸为：长 24 mm×16 mm×20 mm。样品的 SLM 成形工艺参数为：激光功率 200 和 250 W，扫描速度 500~1400 mm/s，光斑直径 75  $\mu m$ ，扫描间距 75  $\mu m$ ，铺粉厚度 20  $\mu m$ ，相位角 90°，成形样品照片见图 1。通过阿基米德排水法测试样品的密度（理论密度为 2.82  $g/cm^3$ ）。使用 Axioskop2-MAT 光学显微镜(OM)和 JSM-6480 扫描电子显微镜(SEM)观察粉末和 SLM 成形样品的表面形貌和微观组织。使用 HXS-1000TAC 硬度测量仪测量样品的 Vickers 硬度，测量载荷为 300 g，保载时间为 15 s。使用 CMT5205 万能试验机测试样品的压缩性能，样品为长 6 mm、直径 3 mm 的圆棒，压缩速率为 0.18 mm/min。

## 2 结果与讨论

### 2.1 粉末样品形态

图 2 为 Al-Mg-Sc-Zr 合金粉末的 SEM 表面形貌照片和 OM 截面照片。从图 2a 中可以看出，粉末的球形度良好，可保证其在 SLM 加工过程中铺粉的顺利进行<sup>[24]</sup>。从图 2b 可以看出，粉末中空心粉的数量较少，较少的空心粉可以提高 SLM 成形样品的致密度。粒径测量

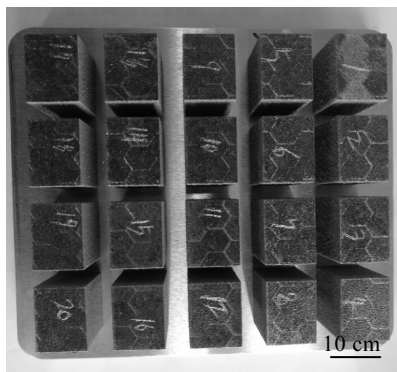


图 1 SLM制备样品照片

Fig.1 Photograph of SLM-formed samples

结果表明，粉末粒径分布特征值  $D_{v10}$ 、 $D_{v50}$  和  $D_{v90}$  分别为 24.1、35.3 和 58.9  $\mu m$ （图 3），符合设备要求。

### 2.2 工艺参数对 SLM 成形样品上表面形貌的影响

图 4 和图 5 分别给出了激光功率为 200 和 250 W，不同激光扫描速度下 SLM 成形样品的上表面形貌。从图 4 中可知，当激光功率为 200 W，扫描速度  $\geq 700$  mm/s 时，样品上表面开始出现球化现象。这是由于激光扫描速度的提高，降低了激光能量密度，导致粉末所接收的激光能量不足，熔池中液态金属的粘度较高，铺展性较差，容易在样品表面产生球化现象<sup>[25,26]</sup>。大尺寸的球化的产生也可能是由于激光能量密度的不足，使得大颗粒粉末不能完全融化，随后又有金属液附着凝固在未融化的粉末上，从而导致大直径金属球的产生<sup>[27]</sup>。由图 5 可知，激光功率为 250 W 时，由于较高的激光能量密度，只有当扫描速度  $\geq 900$  mm/s 时样品表面才开始出现少量球化现象。球化的产生会导致凝固层表面粗糙，降低零件的密度和质量。

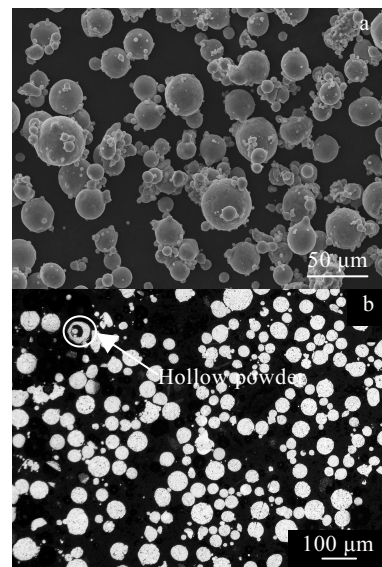


图 2 Al-Mg-Sc-Zr 粉末样品的 SEM 表面形貌和剖面金相照片

Fig.2 SEM (a) and OM (b) images of Al-Mg-Sc-Zr powders

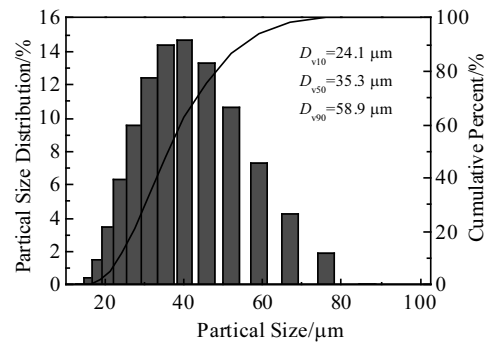


图 3 Al-Mg-Sc-Zr 粉末的粒径分布

Fig.3 Particle size distribution of Al-Mg-Sc-Zr powders



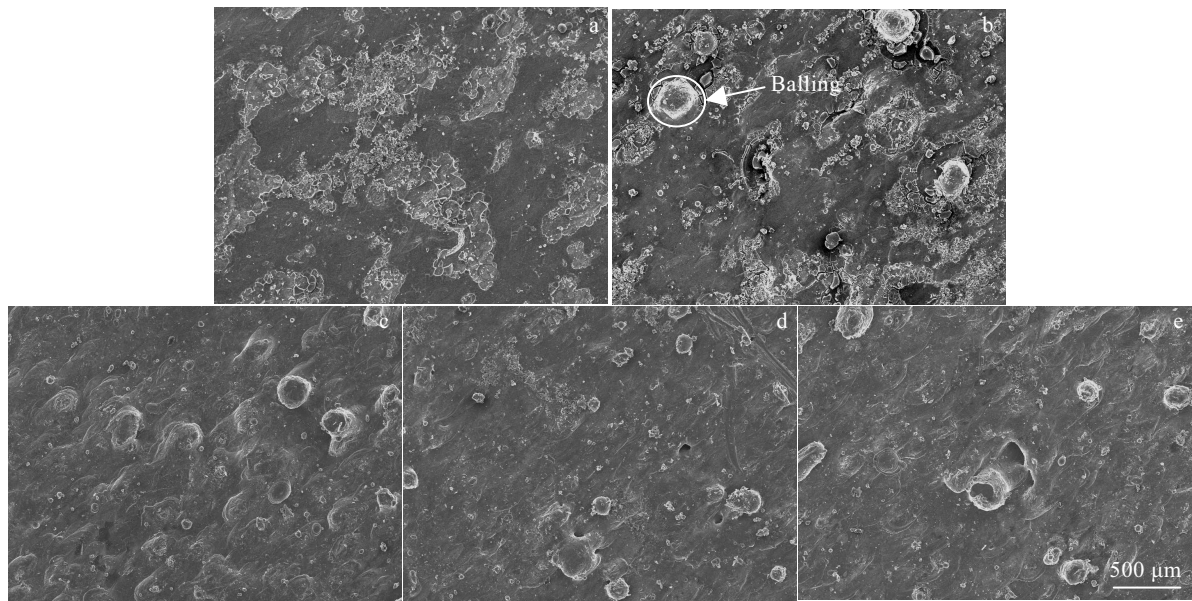


图 4 激光功率为 200 W 时不同激光扫描速度下样品的上表面 SEM 形貌

Fig.4 SEM images of upper surface of SLM-formed samples under laser power of 200 W with different scanning speeds: (a) 500 mm/s, (b) 700 mm/s, (c) 900 mm/s, (d) 1100 mm/s, and (e) 1400 mm/s

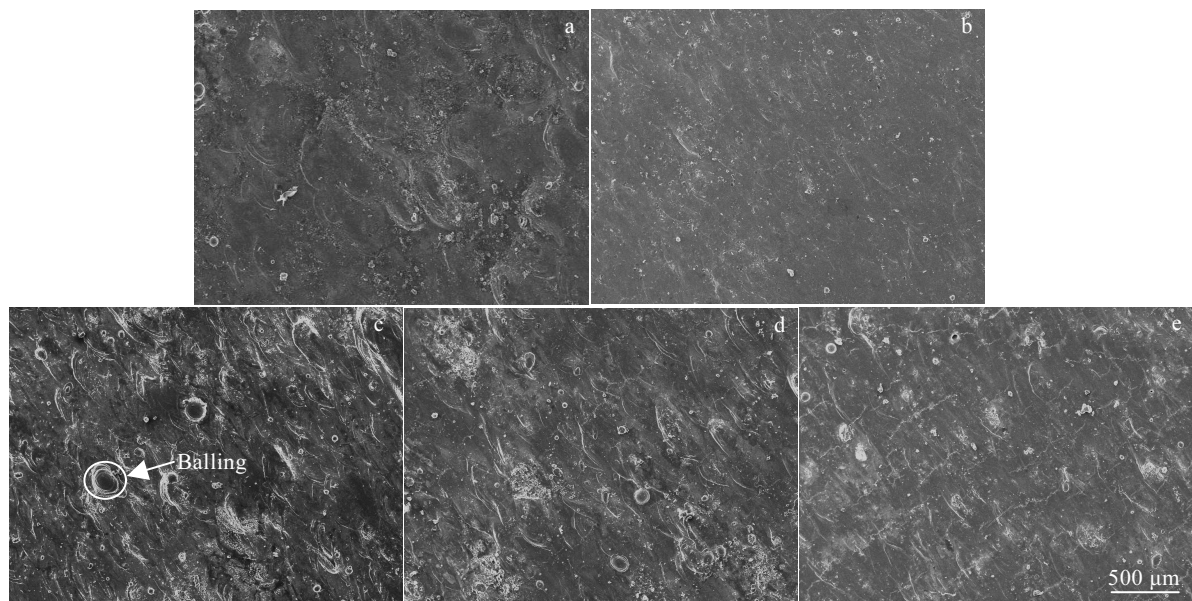


图 5 激光功率为 250 W 时不同激光扫描速度下样品的 SEM 上表面形貌

Fig.5 SEM images of upper surface of SLM-formed samples under laser power of 250 W with different scanning speeds: (a) 500 mm/s, (b) 700 mm/s, (c) 900 mm/s, (d) 1100 mm/s, and (e) 1400 mm/s

### 2.3 工艺参数对 SLM 样品成形性的影响

图 6 和图 7 给出了激光功率分别为 200 和 250 W, 不同激光扫描速度下 SLM 成形样品的金相组织照片。当激光功率为 200 W, 扫描速度为 500 mm/s 时, 样品中只含有少量的孔洞, 随着激光扫描速度的增大, 样品

中出现裂纹, 并且样品中孔洞和裂纹的数量逐渐增多。这是因为随着扫描速度的增大, 熔体的冷却速度进一步加大, 使合金中产生了更多的内应力, 最终导致样品中裂纹的产生<sup>[27,28]</sup>。样品中孔洞的产生与图 4 和图 5 中样品上表面的球化现象相对应。如果球化现象在某一层产

生，将会产生连锁反应，在下一层产生大量的球化和孔洞<sup>[29]</sup>。从图 7 可以看出，当激光功率提升至 250 W 时，样品中的孔洞和裂纹相对较少。图 8 给出了不同激光功率下 SLM 成形样品的相对密度随扫描速度的变化关系曲线。从图 8 中可知，样品的相对密度随激光扫描速度的增加呈现出下降的趋势，激光功率为 250 W 时，获得样品的致密度较高，最大为 95%。

### 2.4 SLM 成形样品的显微组织

图 9a 和 9b 为 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 样品低倍 OM 和 SEM 显微组织照片。由图 9a 可知，熔池沿沉积方向呈现层层堆叠的“鱼鳞”状结构。由图 9b 可知，熔池边缘部分呈现白亮色，而熔池内部则表现为暗色。图 9c 和 9d 分别给出了样品熔池边界和熔池内部组织的高倍 SEM 照片。从图中可知，在熔池边界和内部均

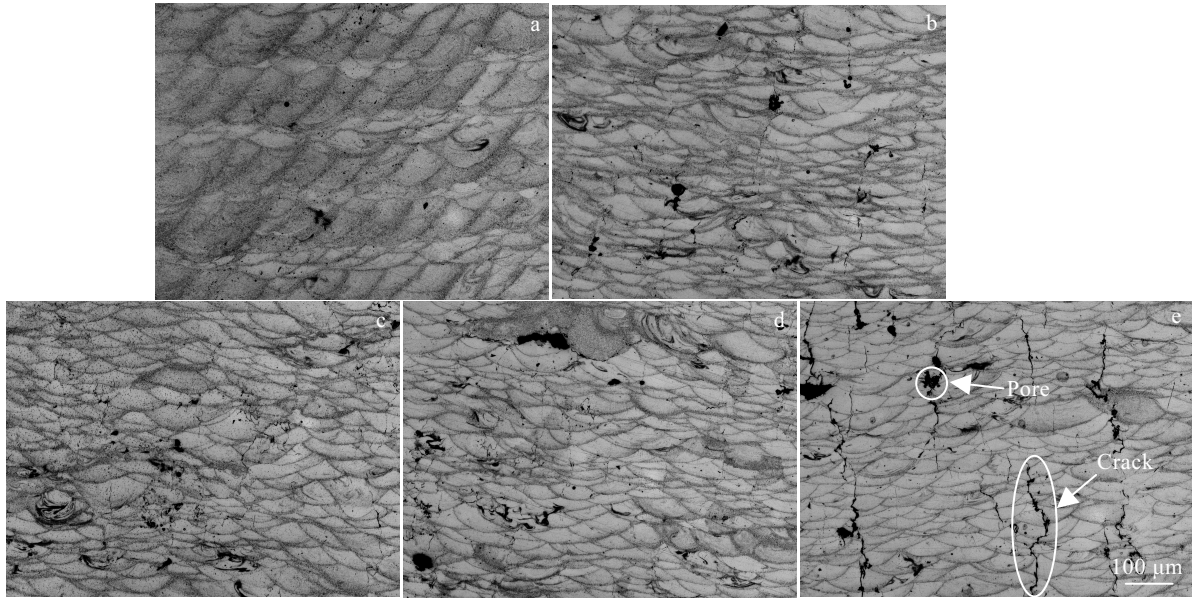


图 6 激光功率为 200 W 时 SLM 成形样品截面金相组织照片

Fig.6 OM images of SLM-formed samples in vertical section under a laser power of 200 W with different scanning speeds: (a) 500 mm/s, (b) 700 mm/s, (c) 900 mm/s, (d) 1100 mm/s, and (e) 1400 mm/s

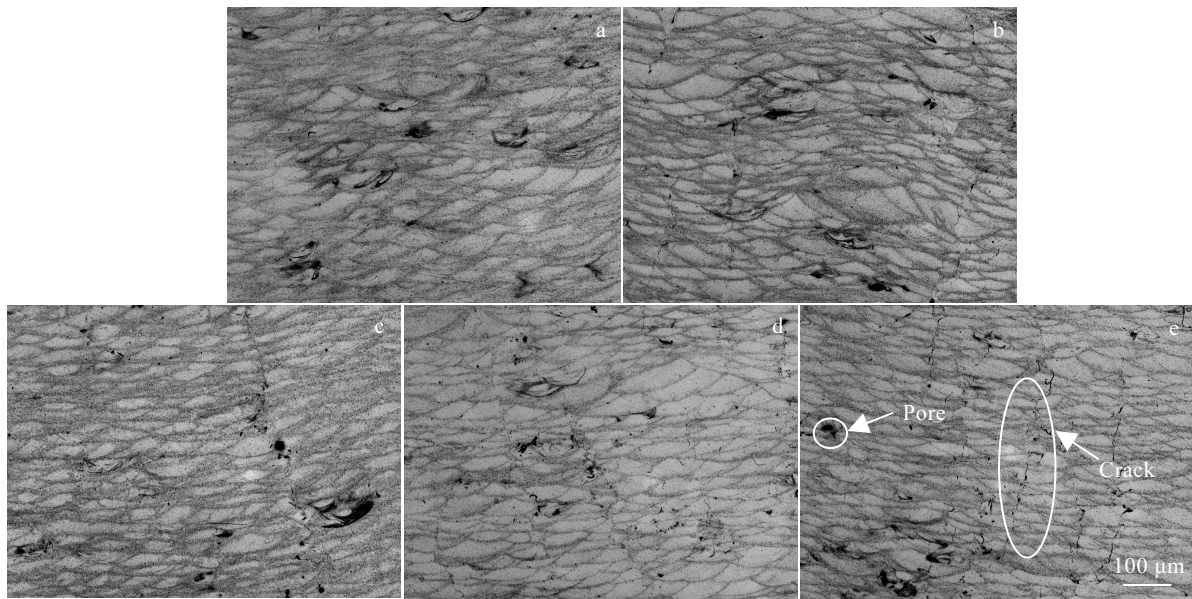


图 7 激光功率为 250 W 时成形样品截面金相组织照片

Fig.7 OM images SLM-formed samples in vertical section under a laser power of 250 W with different scanning speeds: (a) 500 mm/s, (b) 700 mm/s, (c) 900 mm/s, (d) 1100 mm/s, and (e) 1400 mm/s

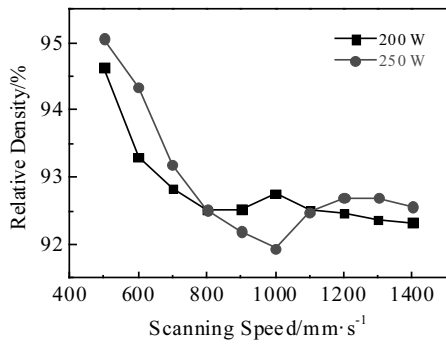


图 8 SLM 成形样品的相对密度随激光能量和激光扫描速度的变化关系曲线

Fig.8 Relative densities of SLM-formed samples regarding laser power and scanning speed

观察到白色纳米沉淀物，这与 Spierings 等人在 Al-Mg-Sc-Zr 合金中观察到的 Al<sub>3</sub>(Zr, Sc)沉淀物十分相似<sup>[20]</sup>。熔池边界处存在细小等轴晶，尺寸为 1~2 μm，熔池内部组织均匀，没有观察到明显的晶界，依据 Spierings<sup>[21]</sup>等人的报道，熔池内部应为粗大的柱状晶带。

2.5 时效条件对 SLM 成形样品力学性能的影响

图 10a 和 10b 分别为 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 样品在 200~500 °C 下时效处理 1 h 和在 400 °C 下时效处理 0~12 h 后的 Vickers 硬度随时效温度和时效时间的变化关系曲线。由图 10a 可知，当时效温度超过 200 °C 时，样品的硬度开始增大，在 400 °C 时，样品的硬度 (HV) 达到最大值(1600±10) MPa，相比于未时效处理样品提升了约 33%，之后，随着时效温度的升高，样品的硬度迅速降低。在 400 °C 保温过程中，样品的硬度随时效时间的延长，先略有增大后有所降低，最终维持在 1600 MPa 左右(见图 10b)。

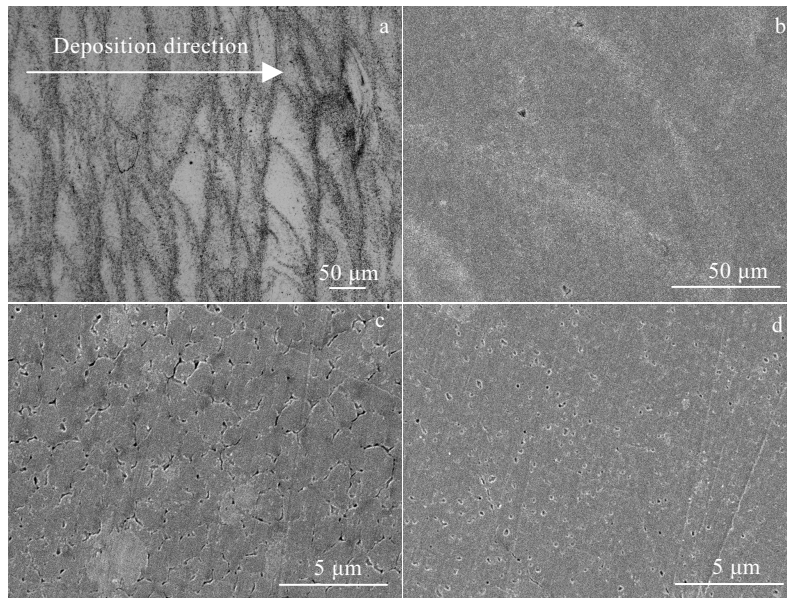


图 9 SLM 成形样品的 OM 和 SEM 微观组织照片及对应为熔池边界和熔池内部放大照片

Fig.9 OM (a) and SEM (b) images of SLM-formed samples; corresponding enlarged SEM images of molten pool boundary (c) and molten pool (d)

图 11a 为 SLM 成形样品在经过不同温度时效处理 1 h 后的压缩应力-应变曲线，通过曲线可得出样品的压缩屈服强度，结果见图 11b。样品的屈服强度随时效温度的变化趋势与样品硬度的变化趋势大致相同。样品在 400 °C 时效后的压缩屈服强度达到最大值(438±16) MPa，相较于未经时效处理样品(341±6 MPa)提升了约 28.4%，并且压缩塑性明显提高。图 12 为 SLM 成形态样品和样品经 400 °C 时效处理 1 h 后的熔池内部 SEM 组织照片。从图 12 中可知，相较于 SLM 成形态

样品，时效处理样品组织内部存在大量白亮色纳米颗粒，依据 Spierings<sup>[21]</sup>等人的报道结果，纳米颗粒应为共格析出的 Al<sub>3</sub>Sc 粒子，这些纳米颗粒的析出起到第二相强化的作用，有效的增加了合金的硬度和强度。当时效温度提升至 500 °C 时，样品的屈服强度下降到 (334±5) MPa，这可能与 Al<sub>3</sub>Sc 粒子粗化及共格失效有关<sup>[21]</sup>。图 13a 和 13b 分别给出了样品在 400 °C 下时效处理不同时间后的压缩应力-应变曲线和屈服强度随时效时间变化曲线。随着时效时间的延长，样品的压

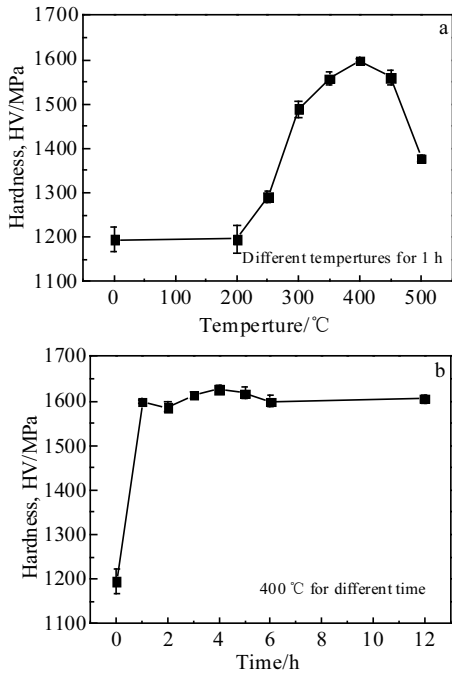


图 10 SLM 成形样品的硬度随时效温度和时效时间的变化关系曲线

Fig.10 Evolution of the Vickers hardness of the SLM-formed samples annealed at different temperatures for 1 h (a) and at 400 °C for different time (b)

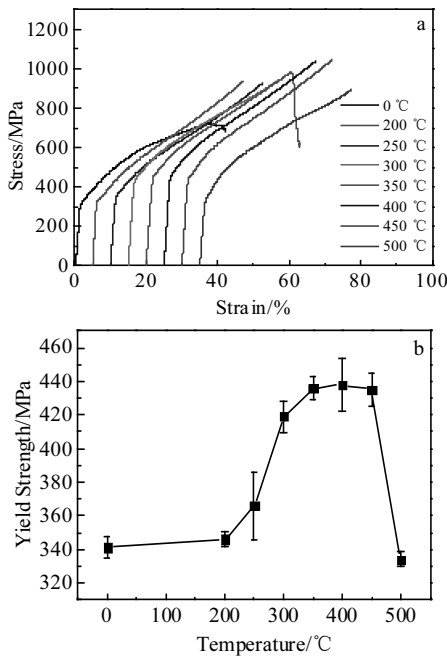


图 11 SLM 成形样品经不同温度时效处理后的压缩应力-应变曲线和屈服强度随时效温度的变化关系曲线

Fig.11 Compressive behavior of the SLM-formed samples with different aging temperatures (a) and summarized results of yield strength (b)

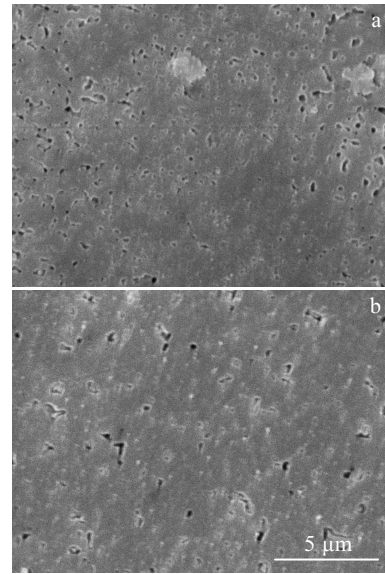


图 12 未时效处理样品和经 400 °C 时效处理 1 h 后样品的 SEM 照片

Fig.12 SEM images of SLM-formed sample (a) and the sample aged at 400 °C for 1 h (b)

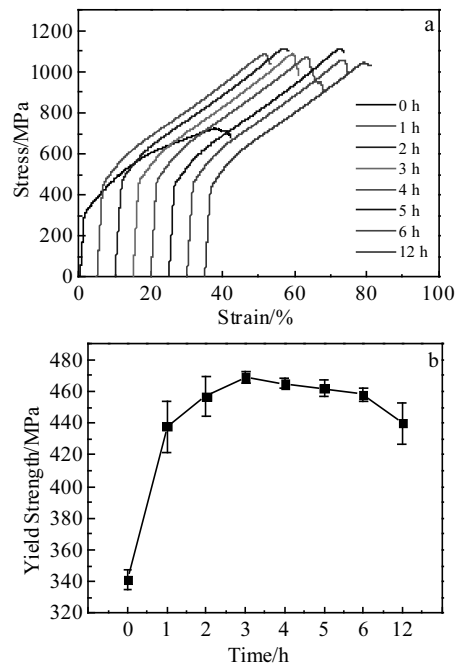


图 13 SLM 成形样品经 400 °C 时效不同时间后的压缩应力-应变曲线和屈服强度随时效时间的变化关系曲线

Fig.13 Compressive behavior of the SLM-formed samples aged at 400 °C for different time (a) and summarized results of yield strength (b)

缩屈服强度呈现先增大后减小的趋势，当时效时间为 3 h 时，样品的屈服强度达到最大值(469±4) MPa。相比于传统 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金，本研究获得的 SLM 成形铝合金的力学性能较优<sup>[30,31]</sup>。

### 3 结 论

1) 随着激光扫描速度的增加, SLM 制备样品上表面的球化现象加剧, 样品中孔洞和裂纹缺陷逐渐增多。较高的激光功率和较低的激光扫描速度可有效增加样品的致密度。

2) SLM 成形样品的显微组织由熔池边界细小的等轴晶和熔池内部粗大的柱状晶组成, 在样品熔池边界和内部均有细小纳米颗粒析出, 此时 SLM 制备样品的硬度(HV)和压缩屈服强度分别为(1190±30) MPa 和(341±6) MPa。

3) 随着时效温度的提高, 样品熔池内部纳米粒子析出量增多, SLM 成形的 Al-Mg-Sc-Zr 合金的硬度和屈服强度得到明显提高。样品最佳的时效条件为 400 °C/3 h, 此时, 样品的屈服强度达到最大值(469±4) MPa。样品经时效处理后压缩塑性均明显增加。

#### 参考文献 References

- [1] Sercombe T B, Schaffer G B. *Science*[J], 2003, 301(5637): 1225
- [2] Mallick P K. *Advanced Materials in Automotive Engineering* [M]. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012: 5
- [3] Kadolkar P B, Watkins T R, Hosson J T M D et al. *Acta Materialia*[J], 2007, 55(4): 1203
- [4] Wang D, Wu S B, Fu F et al. *Materials & Design*[J], 2017, 117: 121
- [5] Olakanmi E O, Cochrane R F, Dalgarno K W. *Progress in Materials Science*[J], 2015, 74: 401
- [6] Kendig K L, Miracle D B. *Acta Materialia*[J], 2002, 50(16): 4165
- [7] Buranova Y, Kulitskiy V, Peterlechner M et al. *Acta Materialia*[J], 2017, 124: 210
- [8] Fu L, Peng Y Y, Huang J W et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 620: 149
- [10] Verema R, Ghosh A K, Kim S et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 1995, 191(1-2): 143
- [9] Du Ting(杜挺). *Metallic Functional Materials*(金属功能材料)[J], 1996, 3(3): 81
- [10] Pisch A, Gröbner J, Schmid-Fetzer R. *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 289(1-2): 123
- [11] Gao Hongxuan(高红选), Wei Guangzhi(卫广智), Wu Jian(吴健) et al. *Nonferrous Metals* (有色金属)[J], 2014(5): 64
- [12] Bai Zhenhai(柏振海), Luo Binghui(罗兵辉), Fan Yunqiang(范云强) et al. *Materials Science and Technology*(材料科学与工艺)[J], 2002,10(3): 306
- [13] Parker B A, Zhou Z F, Nolle P. *Journal of Materials Science*[J], 1995, 30(2): 452
- [14] Schmidtke K, Palm F, Hawkins A et al. *Physics Procedia*[J], 2011, 12: 369
- [15] Rometsch P A, Hao Z, Nairn K M et al. *Scripta Materialia*[J], 2014, 87: 13
- [16] Griffiths S, Rossell M D, Croteau J et al. *Material Characterization*[J], 2018, 143: 34
- [17] Gu D D, Meiners W, Wissenbach K et al. *International Materials Reviews*[J], 2012, 57(3): 133
- [18] Shi Y J, Rometsch P, Yang K et al. *Materials Letters*[J], 2017, 196 : 347
- [19] Spierings A B, Dawson K, Kern K et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 701: 264
- [20] Spierings A B, Dawson K, Voegtlin M et al. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*[J], 2016, 65(1): 213
- [21] Spierings A B, Dawson K, Heeling T et al. *Materials & Design*[J], 2017, 115: 52
- [22] Croteau J R, Griffiths S, Rossell M D et al. *Acta Materialia* [J], 2018, 153: 35
- [23] Jia Q B, Rometsch P, Kürnsteiner P et al. *Acta Materialia*[J], 2019, 171: 108
- [24] Gong Weiyan(巩维艳), Sha Zhibo(沙治波), Wang Zhen(王震) et al. *New Technology & New Process*(新技术新工艺)[J], 2018, 372(12): 19
- [25] Li Ruidi(李瑞迪). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2010
- [26] Yap C Y, Chua C K, Dong Z L et al. *Applied Physics Reviews*[J], 2015, 2(4): 041 101
- [27] Xiao Bo(肖波). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Nanchang: Nanchang Hangkong University, 2017
- [27] Hussein A, Hao L, Yan C Z et al. *Materials & Design*[J], 2013, 52: 638
- [28] Li C, Fu C H, Guo Y B et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2016, 229: 703
- [29] Zhan J L, Song B, Wei Q S et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35: 270
- [30] Xu Guofu(徐国富), Peng Xiaoyan(彭小燕), Duan Yulu(段雨露) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2016, 26(8): 1577
- [31] Li R D, Wang M B, Yuan T C et al. *Powder Technology*[J], 2017, 319: 117

## Formation and Mechanical Properties of Al-Mg-Sc-Zr Alloy Prepared by Selective Laser Melting

Chen Jinhan, Geng Yaoxiang, Hou Yu, Tang Hao, Luo Jinjie, Yu Lihua, Xu Junhua, Ju Hongbo  
(Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, China)

**Abstract:** Al-Mg-Sc-Zr aluminum alloy was prepared by selective laser melting (SLM). The effects of different processing parameters on the formation and that of different aging conditions on mechanical properties of SLM-formed samples were investigated. The results show that the high density samples can be obtained at a high laser power and a low laser scanning speed. The layer-by-layer stacking of the molten pool can be observed along the deposition direction of the sample. The nanoparticles are observed at both the inside and boundary of molten pool. After aging treatment at different temperatures, the hardness and compressive yield strength of the sample first increase and then decrease. The maximum yield strength of (469±4) MPa is achieved after the sample is aged at 400 °C for 3 h.

**Key words:** selective laser melting; Al-Mg-Sc-Zr alloy; aging treatment; microstructure; mechanical properties

---

Corresponding author: Geng Yaoxiang, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, P. R. China, Tel: 0086-511-84401184, E-mail: yaoxianggeng@163.com