

高 Mg 含量 Al-Mg-Sc-Zr 合金选区激光熔化成形性及力学性能

耿遥祥, 唐浩, 罗金杰, 许俊华, 李洁, 鞠洪博, 喻利花, 张志杰

(江苏科技大学 材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212003)

摘要: 基于宽粒径分布粉末 (2~46 μm), 应用选区激光熔化 (SLM) 技术制备了高 Mg 含量 Al-14.4Mg-0.33Sc-0.19Zr 铝合金。系统研究了不同工艺参数和时效处理条件对合金 SLM 成形性、组织和力学性能的影响。结果表明, 高激光功率可有效降低细粉飞溅对样品成形性的干扰, SLM 成形样品的最大相对密度为 98.6%。样品显微组织由熔池边界细小等轴晶和熔池内部粗大晶粒构成, Mg 含量的增加降低了样品织构和柱状晶的含量。经不同温度时效处理后, SLM 成形样品的硬度先增加后降低, 在 350 $^{\circ}\text{C}$ 时具有最大值。SLM 成形样品在 350 $^{\circ}\text{C}$ 时效处理时, 硬度和压缩屈服强度均随时效时间的增加出现双峰值现象, 时效 1 h 后样品的硬度(HV)和屈服强度均达到最大值, 分别为(1670 $\pm$ 30) MPa 和(457 $\pm$ 10) MPa, 延伸率为(27 $\pm$ 3)%。样品经 350 $^{\circ}\text{C}$ 长时间时效处理后, 由于第二相粒子的粗化, 导致样品的硬度和强度有所降低。本研究通过保留铝合金粉末的细粉区, 有效提升了粉末的利用率, 降低了原料成本, 获得了成形性和力学性能较优的高 Mg 含量 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金。

关键词: 选区激光熔化; Al-Mg-Sc-Zr 铝合金; 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(2021)03-0939-09

随着先进交通运输和航空航天技术的发展, 工业领域对高性能复杂形状金属结构件或结构功能一体件的需求日益增加^[1]。在应用如铸造、锻造、轧制和挤压等传统方法制备复杂几何形状零部件时, 往往需要多道工序, 耗时、耗材且加工成本高昂, 甚至出现无法加工的情况, 严重限制了工业设计的自由度^[2]。3D 打印也称增材制造 (additive manufacturing, AM), 是将计算机中生成零件的三维 CAD 模型进行分层切片处理, 将零件的三维形状转化为一系列的二维轮廓信息, 在计算机控制下沿特定路径逐层沉积材料, 最终实现零件的近净成形^[3]。3D 打印技术具有材料浪费少和基本不受几何形状约束的特点, 可经济、高效的制造复杂零件, 特别适用于零件的小批量生产和个性化定制^[4,5]。

目前, 金属3D打印技术主要包含以激光立体成形 (laser solid forming, LSF) 技术为代表的同步送粉 (送丝) 高能束 (激光、电子束、电弧等) 熔覆成形技术和以选区激光 (电子束) 熔化技术 (selective laser melting, SLM) 为代表的粉末床成形技术2个方向^[6]。由于SLM

技术具有制造零件精度高和后处理简单等特点, 广泛应用于复杂金属结构件的生产^[7]。在SLM成形过程中, 可实现熔体的快速凝固 (冷却速度为 $10^5\sim 10^6$ K/s), 从而使零件获得精细的非平衡凝固组织, 增加力学性能^[8,9]。同时, 该过程还可获得远超合金元素正常溶解度极限的过饱和固溶体, 从而为优化合金的微观组织和力学性能提供契机^[10]。当前, SLM技术已经广泛应用于Ti合金^[11]、Ni基高温合金^[12]和不锈钢^[13]等合金体系。由于铝合金粉末具有激光反射率高、表面氧化皮坚硬、分散性差和导热率高等特点, 使得铝合金的SLM研究起步较晚^[14]。当前SLM成形所用铝合金主要集中在Al-Si或Al-Si-Mg等传统铸造合金体系^[15,16], 但这些合金的强度还无法与传统锻造高强铝合金相比。同时, 由于SLM技术中合金熔体具有微区定向凝固的工艺特性, 导致SLM成形Al-Si-Mg合金织构明显, 存在力学性能各向异性, 尽管通过后期的时效处理可以将其消除, 但此时样品的强度降低明显^[17]。

2xxx和7xxx系铝合金是航空航天等领域常用合金体系^[14], 然而高浓度的合金化元素和宽的凝固区间使

收稿日期: 2020-03-18

基金项目: 国家重点研发计划 (2016YFB1100103); 国家自然科学基金 (51801079); 江苏省自然科学基金青年基金 (BK20180985, BK20180987); 江苏省高等学校自然科学研究面上项目 (18KJB430011); 镇江市海洋功能薄膜材料高新技术研究重点实验室开放课题 (ZHZ2019001)

作者简介: 耿遥祥, 男, 1986 年生, 博士, 副教授, 江苏科技大学材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212003, 电话: 0511-84401184, E-mail: yaoliangeng@163.com

得这些合金在SLM制备的过程中容易出现裂纹等缺陷,力学性能还无法与相应的铸件或锻件相比,甚至低于SLM成形Al-Si-Mg合金^[18]。5xxx系铝合金是以Mg为主要合金元素的合金体系,属于不可热处理强化铝合金,具有优异的力学、耐腐蚀和焊接性能。添加Sc和Zr元素对Al-Mg合金进行改性,可有效细化晶粒,实现纳米共格Al₃(Sc, Zr)粒子的析出,进而有效增加合金的强度和塑性^[19]。SLM成形Al-Mg-Sc-Zr铝合金具有细小等轴晶和较粗柱状晶2类组织,具备高强度、大塑性和低各向异性的特点,力学性能明显优于SLM成形Al-Si-Mg合金。基于SLM工艺熔体急冷的技术特性,研究者们通过增加Sc和Zr合金元素的含量,设计了SLM专用Al-Mg-Sc-Zr^[20](Scalmalloy[®])和Al-Mn-Sc-Zr合金^[21],这些合金的力学性能与锻造7xxx系铝合金相当,尤其是Al-Mn-Sc-Zr合金经300℃时效处理后的最大屈服强度(YS)可达560 MPa,为现有报道SLM成形铝合金屈服强度的最高值。然而,这些高Sc含量铝合金价格昂贵,不利于商业应用。Croteau等人^[14]报道了不含Sc的Al-Mg-Zr合金,尽管该SLM成形铝合金中Zr的含量达到1.57% (质量分数,下同),但铝合金中Zr的强化效果明显低于Sc元素,合金的YS和抗拉强度(UTS)均低于400 MPa。因此,如何降低含Sc铝合金的SLM生产成本是需要解决的难题。

在通过气雾化方法制备合金粉末的过程中,粉末粒径分布较宽(0~300 μm)。而在SLM成形过程中,由于加工工艺的限制,往往需要筛选20~60 μm或15~53 μm的合金粉末进行样品的制备^[22]。小粒径(<15 μm)粉末的筛除降低了粉末原料的收得率,增加了原料成本,尤其是对于原料成本高昂的含Sc铝合金更加明显。因此,有必要探索宽粒径分布(0~53 μm)Al-Mg-Sc-Zr铝合金的SLM成形性和力学性能。此外,在当前研究的Al-Mg-Sc-Zr合金成分中,Mg含量往往较低(<7%)^[23]。SLM成形过程中高的熔体冷却速度也可以增加Mg元素在铝合金中的固溶度,在提升铝合金固溶强化效果的同时,降低合金的密度。因此,有必要基于SLM工艺熔体快速冷却的技术特性,对高Mg含量Al-Mg-Sc-Zr合金进行研究。

在前期研究中,作者基于SLM技术特性,设计了成形性和力学性能优异的SLM专用Al-Si-Mg合金^[24,25],而SLM专用高Mg含量Al-Mg-Sc-Zr铝合金的研究有待开展。基于此,本研究将Al-Mg-Sc-Zr铝合金中Mg的含量提升至接近Mg元素在Al中的极限固溶度(17.4%),选取为14.4%,探索了宽粒径分布(2~46 μm)和高Mg含量Al-Mg-Sc-Zr铝合金的SLM成形性和力学性能。

1 实验

采用真空感应熔炼气雾化设备(VIGA)制备Al-Mg-Sc-Zr铝合金粉末样品,所用原料为:纯Al(99.99%)、纯Mg(99.95%)、Al-2Sc中间合金(99.5%)和Al-5Zr中间合金(99.5%)。采用300目(粒度53 μm)不锈钢网筛取铝合金粉末备用。粉末样品的粒径分布由LS-909型激光粒度仪测试获得。由Icp2060t型等离子体扫描光谱仪(ICP)测试粉末样品的成分,测试获得粉末样品的成分(质量分数)为:Al-14.4Mg-0.33Sc-0.19Zr-0.08Fe-0.04Si。由BLT-S310设备在氩气保护下对铝合金粉末进行SLM成形,成形腔内氧含量≤100 μg/g。样品的SLM成形工艺参数为:激光功率分别为200和370 W,激光扫描速度为500~1300 mm/s(间隔100 mm/s),光斑直径为100 μm,激光扫描间距为100 μm,铺粉层厚为30 μm,相位角为67°,成形样品尺寸为:长100 mm、宽10 mm、高15 mm,成形样品照片及扫描策略见图1。制备完成后,将以激光功率为370 W,扫描速度为1300 mm/s时获得的SLM成形样品分别在100~500℃下(间隔50℃)时效处理1 h和在350℃下时效处理0.5~12 h(间隔为0.5或1 h)。通过阿基米德排水法测量SLM成形样品的密度,样品的相对密度由测量密度/理论密度获得。样品的理论密度通过以下公式进行计算^[26]:

$$D = 1 / (Al\% / D_{Al} + Mg\% / D_{Mg} + Sc\% / D_{Sc} + Zr\% / D_{Zr} + Fe\% / D_{Fe} + Si\% / D_{Si}) \quad (1)$$

式(1)中, D 为合金的密度,Al%、Mg%、Sc%、Zr%、Fe%和Si%分别为Al、Mg、Sc、Zr、Fe和Si元素的质量分数, D_{Al} 、 D_{Mg} 、 D_{Sc} 、 D_{Zr} 、 D_{Fe} 和 D_{Si} 分别为Al、Mg、Sc、Zr、Fe和Si单质的密度。依据公式(1)计算获得本研究Al-Mg-Sc-Zr合金的理论密度为:2.51 g/cm³。

采用Axio vert Alm型金相显微镜(OM)和SM-6480型扫描电子显微镜(SEM, 200 kV)观察粉末和SLM成形样品的形貌和显微组织。采用电子背散射衍射(EBSD)分析样品的晶粒大小和取向关系。应用Bruker D8 Focus X射线衍射仪(XRD, Cu K α , $\lambda = 0.15406$ nm,扫描速度为4°/min)鉴定SLM成形样品的物相。应用HRS-150型显微硬度仪测试样品的Vickers硬度,载荷为300 g,保压时间为15 s。采用CMT5205型微机控制电子万能试验机测试样品的压缩性能,压缩速度为0.17 mm/min,压缩实验所用棒状样品直径为3 mm,轴向长度为6 mm,两端面平行且垂直于轴向。所有测试样品均在原始SLM成形样品表面以下2 mm取样,以保证所测试样品具有代表性。

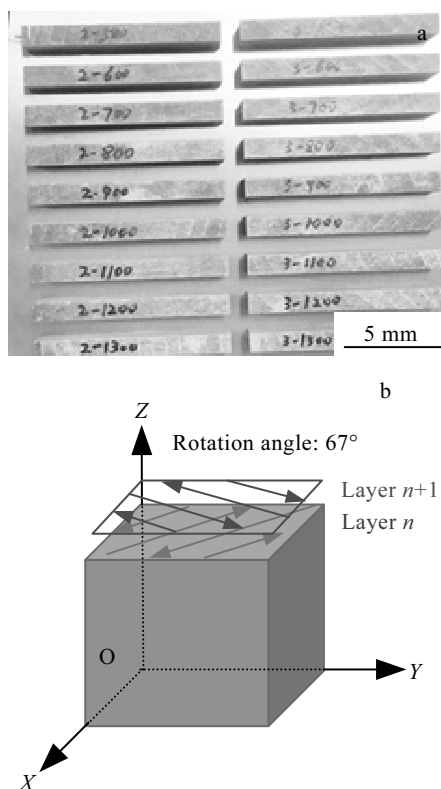


图1 SLM成形Al-Mg-Sc-Zr样品照片和扫描策略

Fig.1 Photograph (a) and scanning strategy (b) of SLM-formed Al-Mg-Sc-Zr samples

2 结果与讨论

2.1 粉末样品形态

图2为Al-Mg-Sc-Zr粉末样品的表面SEM形貌和截面OM照片。从图2中可知,样品以小粒径粉末为主,表现为规则球形,部分小颗粒粉末有粘结现象。虽然小粒径粉末的存在会降低粉末的流动性^[27],但本研究获得的Al-Mg-Sc-Zr粉末球形度较好,在SLM成形的过程中并未影响设备的正常铺粉。通过观察粉末样品的截面照片可知,只有在极少数的大颗粒样品中存在孔洞(图2b),空心粉数量较少。粒径测量结果表明,粉末粒径分布特征值 D_{10} 、 D_{50} 和 D_{90} 分别为7.1、15.7和27.9 μm ,粉末整体粒径分布在2~46 μm 之间(图3),而常用SLM成形铝合金粉末粒径分布特征值 D_{50} 和 D_{90} 分别约为29和56 μm ^[28],表明本研究Al-Mg-Sc-Zr粉末中小粒径粉末的比例较多,可有效提升粉末的利用率。

2.2 粉末样品的成形性

图4和图5分别给出了激光功率为200和370 W,不同激光扫描速度下SLM成形样品(XOY面)的金相照片。从中可知,当激光功率为200 W,扫描速度 ≤ 900 mm/s时,SLM成形样品内部存在大量不规则“钥匙孔”

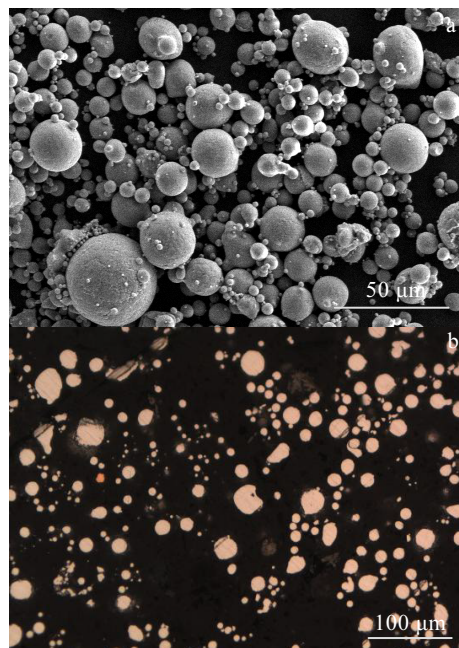


图2 Al-Mg-Sc-Zr粉末样品表面SEM形貌和剖面金相照片

Fig.2 SEM morphology (a) and cross section optical micrograph (b) of Al-Mg-Sc-Zr powders

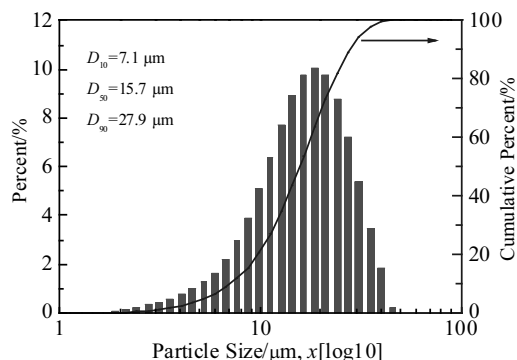


图3 Al-Mg-Sc-Zr粉末的粒径分布

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

状孔洞和裂纹,这主要是由于粉末样品中包含较多小颗粒粉末,在SLM成形的过程中,该区域附近的气路将基板缝隙中的细粉吹起并重新落回到基板上,导致该区域基板上的粉末厚度大于真实铺粉厚度,此时激光无法熔透合金粉末,未熔合金粉末残留在样品中形成空洞和裂纹^[4,5]。同时,由于粉末未完全熔化。相邻熔道间熔体很难实现良好搭接,在样品金相照片中无法观察到明显的熔池边界。当激光扫描速度 >900 mm/s时,由于飞溅粉末干扰减弱,即使是在高激光扫描速度下,也可将合金粉末完全熔化,此时,SLM成形样品熔池边界清晰可见,呈现出典型的激光扫描痕迹,样品中孔洞和裂纹等缺陷明显降低。当激光功率

为370 W时,虽然在低激光扫描速度区样品同样受到飞溅粉末的干扰,但此时激光能量密度较高,可有效将合金粉末熔化,因此,只有当激光扫描速度为500 mm/s时,SLM成形样品中存在大量不规则孔洞,之后随着激光扫描速度的增大,样品中孔洞的数量逐渐降低。此外,由于本研究中所制备Al-Mg-Sc-Zr合金含有较多的Mg元素,不同工艺参数下Mg元素的挥发及氧

化程度的不同都会对SLM成形样品孔洞的产生有所影响;同时,不同工艺参数下激光与金属粉末作用程度不同,也会影响粉末的熔化行为,进而影响到样品的孔洞数量和分布。由于在SLM成形过程中,不同区域样品受飞溅粉末的影响不同,因此,在本研究中很难建立工艺参数与样品孔洞及致密度的关联。样品中孔洞的产生也是多种因素叠加的结果。

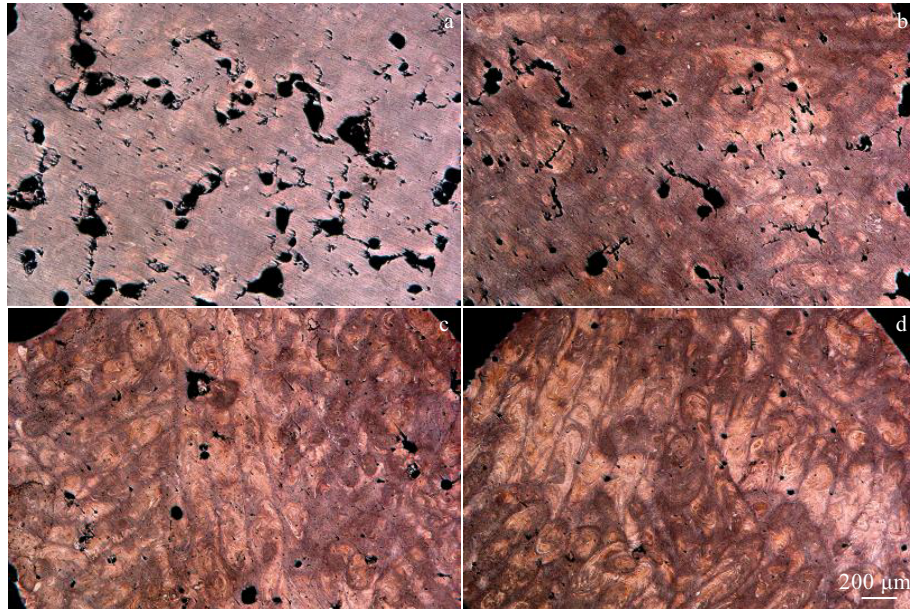


图 4 激光功率为200 W时不同激光扫描速度下获得SLM成形样品的OM照片

Fig.4 OM images of SLM-formed samples under laser power of 200 W with different scanning speeds: (a) 500 mm/s, (b) 900 mm/s, (c) 1100 mm/s, and (d) 1300 mm/s

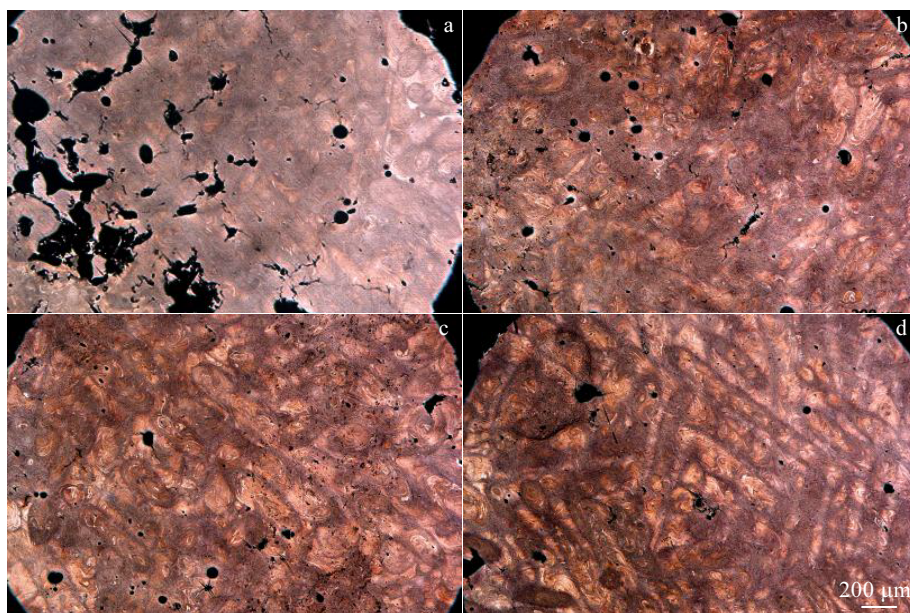


图 5 激光功率为370 W时不同激光扫描速度下获得SLM成形样品的OM照片

Fig.5 OM images of SLM-formed samples under laser power of 370 W with different scanning speeds: (a) 500 mm/s, (b) 600 mm/s, (c) 1100 mm/s, and (d) 1300 mm/s

图6给出了SLM成形样品的相对密度随激光扫描速度的变化关系曲线。从图6中可知,样品的相对密度随激光扫描速度的增加而逐渐升高。在相同激光扫描速度下,激光功率为370 W时获得样品的相对密度明显高于200 W时获得样品的相对密度,当激光功率分别为200和370 W,扫描速度为1300 mm/s时,样品的相对密度各自具有最大值,分别为97.0%和98.6%,这一结果与样品的孔洞分布基本一致。激光能量密度(E)是影响样品致密度的重要因素,它控制着粉末的熔化程度、熔池的动力学行为和凝固特征及样品中缺陷的形成机制。 E 通常由单位体积内入射的激光能量表示^[10]:

$$E = \frac{P}{vht} \quad (2)$$

式中, P 为激光功率, v 为激光扫描速度, h 为激光扫描间距, t 为铺粉厚度。通过公式(2)计算获得激光功率为200和370 W,扫描速度为1300 mm/s时激光的 E 值分别为51.3和94.9 J/mm³。Shi等人^[4]给出Al-Mg-Sc-Zr合金粉末完全熔化的最小能量输出为60~70 J/mm³,通过观察图4d可知,激光功率为200 W,扫描速度为1300 mm/s时,SLM成形样品致密,只存在少量圆形孔洞,表明粉末熔化完全,此时激光的 E 值为51.3 J/mm³,远小于Shi等人的报道结果。这主要是由于本研究中Al-Mg-Sc-Zr合金粉末Mg的含量较高,有效降低了合金的熔点,并增加了粉末的激光吸收率,从而降低了粉末熔化的能量密度阈值。

2.3 SLM成形样品的显微组织

图7给出了在激光功率为370 W,扫描速度为1300 mm/s时获得SLM成形样品(YOZ面)的OM照片和EBSD分析结果。从中可知,合金熔体在凝固

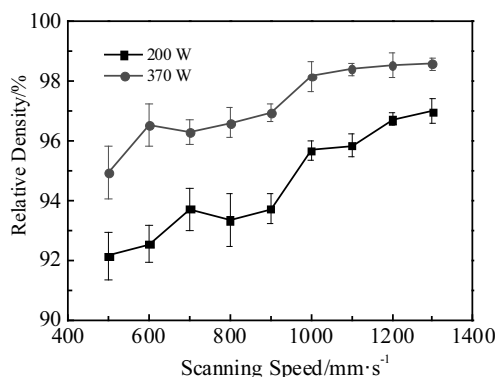


图6 SLM成形样品的相对密度随激光能量和激光扫描速度的变化关系曲线

Fig.6 Relative density of SLM-formed samples regarding laser power and scanning speed

的过程中形成了连续扇形图案,扇形边缘暗色组织对应为熔池边界(图7a)。通过EBSD分析可知,熔池边界为相互连接的细小等轴晶区,熔池内部晶粒较为粗大,有少量沿热梯度向熔池顶部中心凝固的柱状晶粒带(图7b)^[14],大部分晶粒尺寸<5 μm(图7c)。Griffiths等人^[28]描述了SLM成形Al-Mg-Zr合金中这一组织形成的原因,即:由于熔池边界冷却速度较慢,当合金熔体凝固时,Al₃Zr首先在熔体中析出沉淀,这些纳米粒子作为α-Al的晶粒的形核中心,产生强烈的晶粒细化效果,细小随机取向等轴晶的存在也是SLM成形Al-Mg-Sc-Zr铝合金具有良好SLM成形性和低力学各向异性的主要原因^[29];随着凝固的进行,熔体冷却速度增大,由于熔体内Zr元素浓度降低及Al₃Zr粒子析出动力学受限,熔池内部熔体中不再有Al₃Zr粒子析出,在没有形核剂的情况下,熔池内部熔体延冷却方向形成择优取向(<100>)的粗大柱状晶粒。而在本研究的高Mg含量Al-Mg-Sc-Zr铝合金中,熔池内部柱状晶沿<100>的组织较弱(图7d),且柱状晶含量较少,表明Mg含量的增加可有效抑制SLM成形Al-Mg-Sc-Zr铝合金中组织和柱状晶的产生,从而进一步降低合金的各向异性。

2.4 不同时效处理条件对SLM成形样品结构和力学性能的影响

对于传统铸造Al-Mg-Sc-Zr铝合金,需要通过固溶、淬火及后期的时效处理改善其力学性能^[30]。由于SLM成形过程具有熔体急冷的技术特性,对于SLM成形Al-Mg-Sc-Zr铝合金,只需对其进行时效处理即可改善其力学性能^[20]。

2.4.1 不同时效处理温度对SLM成形样品晶体结构的影响

图8给出了不同时效处理条件下SLM成形样品的XRD图谱。从中可知,SLM成形和时效处理样品均由α-Al和Al₁₂Mg₁₇相构成,由于Al₃(Sc, Zr)晶体相的特征衍射峰与α-Al的衍射峰重叠,因此,样品中也可能包含Al₃(Sc, Zr)相^[26,29]。随着时效温度的升高,样品XRD图谱中α-Al晶体衍射峰先向高角度移动后再向低角度移动。在低温时效处理过程中,熔池内部固溶于α-Al基体中的Sc和Zr元素容易与Al元素形成Al₃(Sc, Zr)粒子^[31],由于Sc和Zr的原子半径较大,其析出会降低α-Al的晶格常数,从而使得α-Al晶体衍射峰向高角度移动。而在高温时效处理时,由于合金化元素在Al基体中的固溶度增加,Al₃(Sc, Zr)和Al₁₂Mg₁₇相中的Sc、Zr和Mg大尺寸原子再次回溶至α-Al晶体中,当样品从退火炉中取出时,由于样品尺寸较小,冷却速度较快,部分回溶于α-Al中的合金化元素来不及析出,依然固溶于α-Al晶体中,增大了α-Al的晶格常数,使得α-Al晶体衍射峰向低角度移动。

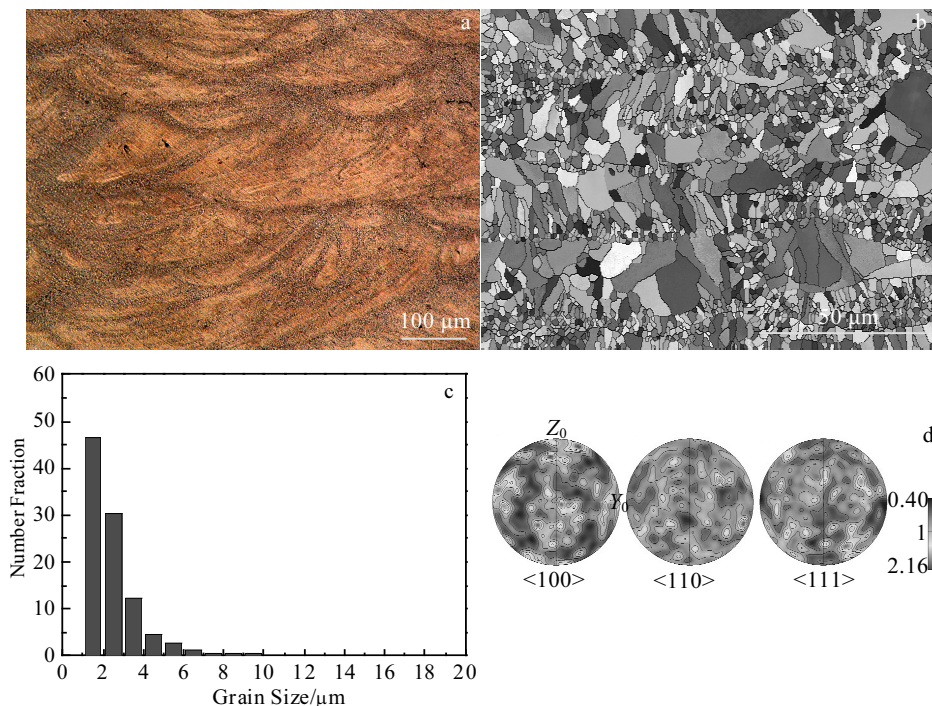


图7 SLM成形Al-Mg-Sc-Zr样品的OM照片、EBSD微观组织、粒径分布和极图

Fig.7 OM image (a), EBSD microstructure (b), grain size distribution (c) and pole figures (d) of SLM-formed samples

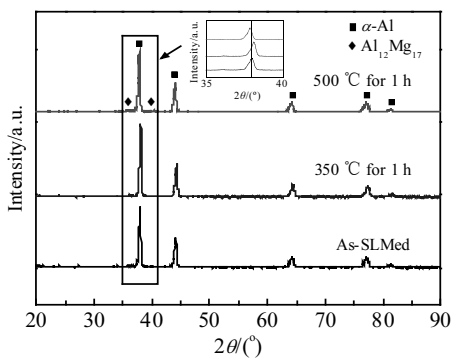


图 8 SLM成形样品经不同温度时效处理后的XRD图谱

Fig.8 XRD patterns of SLM-formed samples after different aging treatments

2.4.2 不同时效处理条件对SLM成形样品力学性能的影响

图 9 给出了 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 样品在 100~500 °C 下时效处理 1 h 和在 350 °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。从图 9 中可知，未时效处理样品的 Vickers 硬度为 (1400±30) MPa，当 SLM 成形样品的时效温度超过 150 °C 后，样品的硬度开始迅速上升，当时效温度为 350 °C 时，样品的硬度达到最大值 (1670±30) MPa，相比于未时效处理样品提升了~19%

(图 9a)。SLM 成形样品在 350 °C 下时效处理不同时间后，其硬度值先增大后降低，之后又经历小幅上升和下降过程，时效时间为 1 h 时，样品的硬度具有最大值，当时效时间超过 5 h 后，样品的硬度值基本维持在~1570 MPa。本研究获得的 SLM 成形高 Mg 含量 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金的 Vickers 硬度远高于相同 Sc 和 Zr 含量的 SLM 成形态和传统铸态及变形态 Al-Mg-Sc-Zr 铝合金(提升~50%)^[23,32]。

图 10a 为 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 样品在 350 °C 下时效处理不同时间后的压缩应力-应变曲线。根据图 10a 可获得样品的压缩屈服强度和延伸率，结果见图 10b。从图 10 中可知，随着时效时间的增加，样品压缩屈服强度的变化趋势与样品 Vickers 硬度的变化趋势一致，样品压缩延伸率的变化趋势与压缩屈服强度的变化趋势相反。未时效处理样品的压缩屈服强度和延伸率分别为 (377±5) MPa 和 (31±2)%。样品经 350 °C 时效处理 1 h 后具有最大压缩屈服强度 (457±10) MPa，其延伸率为 (27±3)%。对比 Li 等^[23]的报道结果，本研究获得 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 样品的压缩屈服强度提升了~150 MPa，延伸率与之相当。这可能主要是因为 Mg 原子的原子尺寸和剪切模量与 Al 有较大差别，当合金中 Mg 元素增加后，大量的 Mg 元素固溶于 α-Al 基体后会产生局部应变场，从而阻止位错自由移动，提高材料的屈服强度和变形能力^[33]。

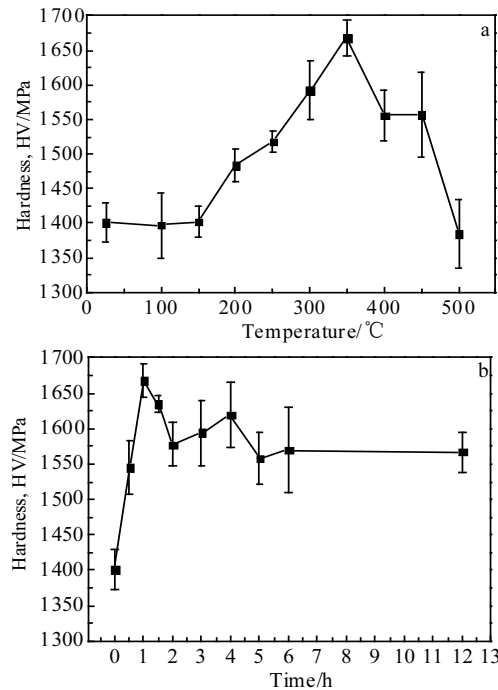


图9 SLM成形样品的硬度随时效温度和时间的变化曲线

Fig.9 Evolution of the Vickers hardness of the SLM-formed samples annealed at different temperatures for 1 h (a) and at 350 °C for different time (b)

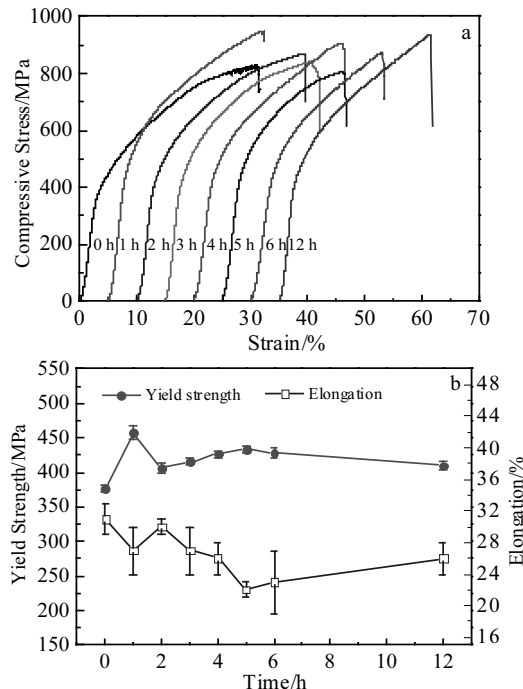


图10 SLM成形样品在350 °C下经不同时效处理时间后的压缩曲线和力学性能

Fig.10 Compressive behaviour of SLM-formed sample after heat treatment at 350 °C for different time (a); curves of yield strength and elongation vs time (b)

2.4.3 SLM成形样品时效强化机理分析

为进一步分析SLM成形样品经时效处理后强度增加的原因, 图11给出了样品经350 °C时效处理不同时间的SEM显微组织照片。从图11中可知, 对于未经时效处理样品, 仅在熔池边界(细晶区)观察到纳米尺寸白亮色纳米颗粒, 结合文献报道, 应对应 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 相^[21,31,34], 粗晶区组织衬度均匀, 仅存在经腐蚀液腐蚀后留下的小坑洞(图11a)。当样品时效1 h后, 在整个样品内部均出现 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 纳米晶粒, 晶粒内部 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 纳米晶粒尺寸细小, 晶界处较为粗大, 相比于未时效处理样品粗化明显(图11b)。进一步增加时效时间后, 无论是晶界处还是晶粒内部的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 晶粒均发生一定程度的粗化现象, 晶界处粗大的 Al_3Sc 晶粒逐渐以“项链”状分布(图11c和11d)。

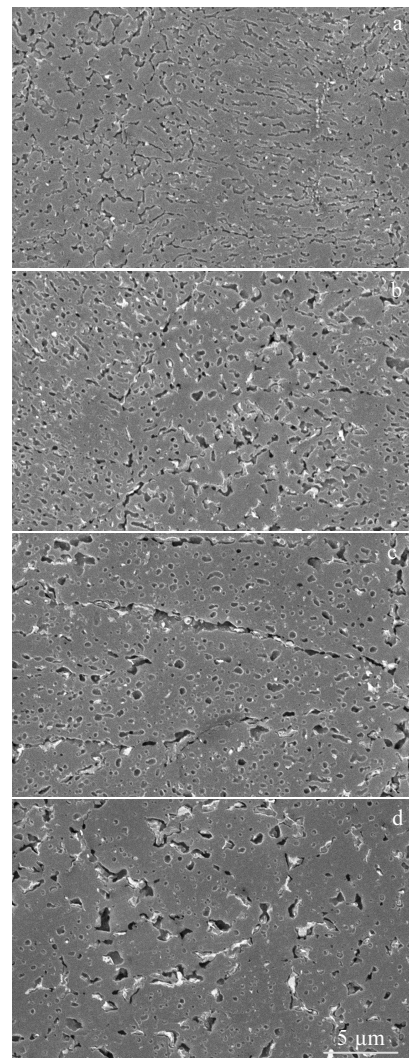


图11 SLM成形样品及样品经350 °C时效处理不同时间后的SEM照片

Fig.11 SEM images of SLM-formed sample (a) and the samples aged at 350 °C for 1 h (b), 6 h (c) and 12 h (d)

第二相粒子对合金的强化机制可分为2种：一种是剪切强化机制（穿过机制），另一种是Orowan绕过机制。当第二相粒子较小时，位错可穿过粒子进行运动；而当第二相粒子较大时，位错通常无法穿过粒子，需要环绕过粒子进行运动，即Orowan绕过机制。Ryset等人^[35]认为在Al-Sc系合金中，从穿过机制向Orowan绕过机制转变存在一个临界值，临界粒子直径4~6 nm。本研究中，Al₃(Sc, Zr)粒子的平均直径较大，超过临界值，因此强化机制为Orowan绕过机制。式(3)为Orowan机制引起的强度增量 $\Delta\sigma_{\text{Oro}}$ ^[36]：

$$\sigma_{\text{Oro}} = 0.81 \frac{MAGb}{2\pi\lambda} \ln\left(\frac{\pi d}{4b}\right) \quad (3)$$

$$\lambda = 0.4d\left(\sqrt{\pi/f_v} - 2\right) \quad (4)$$

式中， M 为Taylor因子， A 为常数， G 为Al的剪切模量， b 为铝基体的Buegers矢量， d 为第二相粒子的直径， f_v 为第二相粒子的体积分数。由此可见，第二相粒子的析出强化效果由析出粒子的尺寸及其体积分数决定，即：析出第二相粒子的尺寸越小，数目越多，则其析出强化效果越明显^[37]。在本研究中，SLM成形Al-Mg-Sc-Zr样品经350℃时效处理1 h后，样品的压缩屈服强度迅速增加，主要是因为晶粒内部大量细小共格Al₃(Sc, Zr)粒子析出，产生了明显的第二相强化效果，之后随着时效时间的增加，第二相粒子粗化及部分粒子合并，共格失效，Al₃(Sc, Zr)第二相粒子强化效果减弱，压缩屈服强度降低。当时效时间>2 h后，样品的压缩屈服强度有所回升，这一现象也可在时效处理SLM成形Al-Mg-Zr合金中观察到，可能与析出相的不连续沉淀到连续沉淀的转变有关^[14]。当时效时间超过5 h后，第二相粒子进一步粗化，压缩屈服强度开始降低。

3 结 论

1) 合金粉末的SLM成形性较好，Mg含量的增加降低了粉末完全熔化时的能量密度阈值。高激光功率可有效增加SLM成形样品的致密度，所获得样品的最高相对密度可达98.6%。但要想基于宽粒径分布粉末获得成形性优异的铝合金需要优化SLM成形设备的气路系统，避免小颗粒粉末的飞溅对样品成形性的影响。

2) SLM成形样品的微观组织由熔池边缘的细小等轴晶和熔池内部粗大晶粒构成。合金中Mg元素含量的增加，降低了合金的组织构和柱状晶的数量，并使得样品的固溶强化效果明显，其Vickers硬度和压缩屈服强度分别为(1400±30) MPa和(377±5) MPa，压缩延伸率为(31±2)%，力学性能明显优于相同Sc和Zr含量的

Al-Mg-Sc-Zr铝合金。

3) 由于熔池内部纳米粒子的析出，SLM成形Al-Mg-Sc-Zr铝合金经时效后硬度和强度得到明显提升，样品的最佳时效条件为350℃时效1 h，此时样品的硬度、压缩屈服强度和延伸率分别为(1670±30) MPa、(457±10) MPa和(27±3)%。样品在350℃时效过程中出现硬度和压缩屈服强度的双峰值现象。

4) 本研究通过保留铝合金粉末中的细粉区(<15 μm)和增加合金中Mg的含量，应用SLM技术制备了Al-Mg-Sc-Zr铝合金，所获得合金力学性能优异，并且降低了含Sc铝合金的原料成本，具有可观的应用价值。

参考文献 References

- [1] Kadolkar P B, Watkins T R, De Hosson J Th M *et al. Acta Materialia*[J], 2007, 55: 1203
- [2] Sercombe T, Schaffer G. *Science*[J], 2003, 301: 1225
- [3] Tan Hua(谭 华), Zhang Fengying (张凤英), Wen Rujun(温如军) *et al. Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2011, 38(10): 1 003 003
- [4] Shi Y J, Yang K, Kairy S K *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 732: 41
- [5] Kimura T, Nakamoto T. *Materials & Design*[J], 2016, 89: 1294
- [6] Huang Weidong(黄卫东). *The Journal of New Industrialization* (新型工业化)[J], 2016, 6(3): 53
- [7] Ma P, Jia Y D, Prashanth K G *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 657: 430
- [8] Lewandowski J J, Seifi M. *Annual Review of Materials Research*[J], 2016, 46: 152
- [9] Zhang Wenqi(张文奇), Zhu Haihong(朱海红), Hu Zhiheng(胡志恒) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(8): 24
- [10] Zhang H, Zhu H H, Qi T *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 656: 47
- [11] Li W, Liu J, Zhou Y *et al. Scripta Materialia*[J], 2016, 118: 13
- [12] Tomus D, Tian Y, Rometsch P A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 667: 42
- [13] Kurzynowski T, Gruber K, Stopyra W *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 718: 64
- [14] Croteau J R, Griffiths S, Rossell M D *et al. Acta Materialia*[J], 2018, 153: 35
- [15] Zhao L, Macías J G S, Ding L P *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 764: 138 210

- [16] Prashanth K G, Scudino S, Eckert J. *Acta Materialia*[J], 2017, 126: 25
- [17] Yang K V, Rometsch P, Davies C H J *et al. Materials & Design*[J], 2018, 154: 275
- [18] Martin J H, Yahata B D, Hundley J M *et al. Nature*[J], 2017, 549: 365
- [19] Okle P, Lin J D, Zhu T Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 739: 427
- [20] Spierings A B, Dawson K, Kern K *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 701: 264
- [21] Jia Q B, Rometsch P, Kürnsteiner P *et al. Acta Materialia*[J], 2019, 171: 108
- [22] Biffi C A, Fiocchi J, Tuissi A. *Jorunal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 755: 100
- [23] Li R D, Wang M B, Yuan T C *et al. Powder Technology*[J], 2017, 319: 117
- [24] Geng Yaoxiang(耿遥祥), Fan Shimin(樊世敏), Jian Jianlin(简江林) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2020, 56(6): 821
- [25] Hou Yu(侯 裕), Geng Yaoxiang(耿遥祥), Cheng Jinhan(陈金汉) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(11): 3943
- [26] Bi J, Lei Z L, Chen Y B *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 774: 138 931
- [27] Tang Pengjun(唐鹏钧), He Xiaolei(何晓磊), Yang Bin(杨 斌) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2018, 38(1): 47
- [28] Griffiths S, Rossell M D, Croteau J *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 143: 34
- [29] Spierings A B, Dawson K, Voegtlin M *et al. CIRP Annals*[J], 2016, 65(1): 213
- [30] Wang Ying(王 迎), Pan Qinglin(潘清林), Peng Hong(彭 红) *et al. Journal of Materials Science and Engineering*(材料科学与工程学报)[J], 2012, 30(6): 913
- [31] Spierings A B, Dawson K, Uggowitzer P J *et al. Materials & Design*[J], 2018, 140: 134
- [32] Du Gang(杜 刚), Yang Wen(杨 文), Yan Desheng(闫德胜) *et al. Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2011, 47(3): 311
- [33] Varvenne C, Leyson G P M, Ghazisaeidi M *et al. Acta Materialia*[J], 2017, 124: 660
- [34] Wu H, Wen S P, Wu X L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 639: 307
- [35] Ryset J, Ryum N. *International Materials Reviews*[J], 2005, 50: 19
- [36] Zhao Q L, Holmedal B, Li Y J. *Philosophical Magazine*[J], 2013, 93: 2995
- [37] Zhang Z, Chen D L. *Scripta Materialia*[J], 2006, 54: 1321

Processability and Mechanical Properties of High Mg-content Al-Mg-Sc-Zr Alloy Produced by Selective Laser Melting

Geng Yaoxiang, Tang Hao, Luo Jinjie, Xu Junhua, Li Jie, Ju Hongbo, Yu Lihua, Zhang Zhijie
(School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, China)

Abstract: Al-14.4Mg-0.33Sc-0.19Zr aluminium alloy with wide particle size distribution powders (2~46 μm) and high Mg-content was prepared by selective laser melting (SLM). The effects of different process parameters and aging treatment on the processability, microstructure and mechanical properties of SLM-formed Al-Mg-Sc-Zr alloy were studied. Results show that the high laser power can effectively reduce the influence of fine powder splash on the processability of the samples. The maximum relative density of the sample reaches 98.6%. The microstructures of the samples are composed of fine equiaxed grains and coarse grains. The increase of Mg content in Al-Mg-Sc-Zr alloy reduces the texture and the content of columnar grains. The micro-hardness first increases and then decreases with the increases of aging temperatures. Both micro-hardness and compression yield strength show that dual-peak phenomenon appears with the increase of aging time at 350 $^{\circ}\text{C}$. The maximum micro-hardness (HV) of (1670 $\pm$ 30) MPa and compressive yield strength of (457 $\pm$ 10) MPa appear for the sample aged at 350 $^{\circ}\text{C}$ for 1 h, with an elongation of (27 $\pm$ 3)%. After aging treatment at 350 $^{\circ}\text{C}$ for a long time, the micro-hardness and compressive yield strength of the sample decrease due to coarsening of the precipitated particles. The utilization ratio of the powders is effectively improved by the increase of the particle size distribution of alloy powders, and SLM-formed high Mg-content Al-Mg-Sc-Zr alloy exhibits good processability and mechanical properties.

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