

# 热处理对激光粉末床熔融 ZrO<sub>2</sub>-GNPs/2024Al 复合材料显微组织及力学性能的影响

毛 丰<sup>1</sup>, 姚 森<sup>2</sup>, 胡睿婷<sup>2</sup>, 张晏泽<sup>3</sup>, 余浩诚<sup>2</sup>, 陈逾辉<sup>2</sup>, 陈 祯<sup>2</sup>

(1. 龙门实验室,河南 洛阳 471000)

(2. 西安交通大学,陕西 西安 710049)

(3. 西安科技大学,陕西 西安 710054)

**摘要:** 采用激光粉末床熔融 (laser powder bed fusion, LPBF) 工艺制备 1wt%ZrO<sub>2</sub>-0.2wt%GNPs/2024Al 复合材料, 研究沉积态及热处理 (475 °C 固溶处理 1 h+140 °C 时效处理 12 h) 后复合材料的物相组成、微观组织的演变并揭示材料力学性能的变化。相比沉积态的样品, 在 475 °C/1 h+140 °C/12 h 热处理制度下材料显微硬度提升最大, 试样中析出的第二相主要为条状的 Al<sub>2</sub>Cu 和方状的 Al<sub>2</sub>CuMg, 抗拉强度和屈服强度分别从 382 和 269 MPa 提高到 624 和 522 MPa, 但延伸率从 16% 降至 5.6%。强度提升主要归因于热处理引起的位错和载荷传递强化效应, 其影响远大于热处理导致的第二相粗化和晶粒增大效应。而塑性下降主要是由于粗大的 Al<sub>2</sub>Cu 和 Al<sub>2</sub>CuMg 第二相易于断裂, 且易于从 Al 基体中脱离, 从而导致局部剪切带和空隙的过早形成。

**关键词:** 激光粉末床熔融; ZrO<sub>2</sub>+GNPs/2024Al 复合材料; 热处理; 微观组织

中图法分类号: TB333

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)02-0429-06

## 1 引言

铝基复合材料得益于高比强度、耐磨耐腐蚀性好、耐高温等优良特性, 在航空航天、医疗、汽车制造等领域得到了广泛的应用并展现出巨大的发展潜力<sup>[1-3]</sup>。2024Al 合金作为 Al-Cu-Mg 系典型高强高硬铝合金, 因其高强度、抗疲劳性和良好的切削加工性能, 在航空航天领域应用十分广泛, 常用于加工和创建复杂的形状, 例如机翼蒙皮和翼梁、机身框架、直升机旋翼轮毂等<sup>[4]</sup>。为满足日益提高的工程要求, 激光粉末床熔融 (laser powder bed fusion, LPBF) 作为一种快速成型技术可实现复杂结构部件的整体成形, 相比传统制造手段具有独特的优势<sup>[5]</sup>。然而 LPBF 过程由于局部高输入能量产生较大温度梯度, 从而导致高残余应力引起材料开裂和变形<sup>[6-7]</sup>。

通过在 Al 合金粉末中添加增强体或形核剂制备复合材料来提高铝合金性能是目前研究的主流方向<sup>[8-9]</sup>, 通过建立显微组织与力学性能的关系, 同时优化制造过程的工艺参数以获得高性能材料。Sun<sup>[10]</sup>等人引入 TiB<sub>2</sub> 纳米颗粒解决难打印高强铝合金成形问题, 量化纳米颗粒含量与晶粒细化效率及性能微观组织的关系。Wan<sup>[11]</sup>等人采用 SiC 纳米颗粒增强铝基材料, 原位生成 Si 和 Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>

纳米相, 生成的 Si 和 Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 都位于 Al 晶粒内部, 这些晶粒内的纳米相可有效地增强复合材料强度, 添加纳米颗粒后强度和延展性分别提高 53% 和 19%。Mair<sup>[12]</sup>等人在 2024Al 粉末中添加了 2wt% 的 CaB<sub>6</sub> 纳米颗粒诱导柱状晶向等轴晶转变, 成形试样的抗拉强度、屈服强度和延伸率分别达到了 391±22 MPa、348±16 MPa 和 12.6%±0.6%。分析发现, 性能的提升归因于 Al 和 CaB<sub>6</sub> 的晶格常数相似, 有助于 Al 在 CaB<sub>6</sub> 上形核。Sun<sup>[13]</sup>等人将纳米 ZrO<sub>2</sub> 颗粒掺入 AlSi10Mg 合金中, 通过预分散和机械混合的方法, 纳米 ZrO<sub>2</sub> 颗粒可以均匀地分散在 AlSi10Mg 粉末上。复合材料的抗拉强度提高了 30~55 MPa, 伸长率提高了 3%~5%。Wang<sup>[14]</sup>等人通过高能球磨制备 Ti+B<sub>4</sub>C/AA7075 复合粉末, 其抗拉强度从 200.05 MPa 提高到 336.93 MPa。Wei<sup>[15]</sup>等人采用 LPBF 法制备了石墨烯纳米片 (GNPs) 和 ZrO<sub>2</sub> 纳米颗粒单相增强和混合增强 AlSi10Mg 复合材料, 研究了引入单一和混杂增强材料对合金组织和拉伸性能的影响。相比于未增强的纯铝材料, 添加增强颗粒的铝基复合材料因其良好的结合界面和特殊的微观结构和可加工性可显著提高材料的硬度、抗拉强度等机械性能<sup>[16-17]</sup>。

由于 LPBF 成形过程快热快冷的特性, 试样内部温

收稿日期: 2025-06-09

基金项目: 国家重点研发计划(2023YFB4606400); 龙门实验室前沿探索课题(LMQYTSKT003)

作者简介: 毛 丰,男,1990年生,博士,龙门实验室,河南 洛阳 471000,E-mail: maofeng718@163.com

度梯度大、内部残余应力集中造成试样力学性能较差,易产生热裂纹、孔隙等缺陷<sup>[18-19]</sup>。因此常采用热处理手段来调控 LPBF 成形试样的显微组织和力学性能。Wang 等人<sup>[20]</sup>采用 LPBF 工艺制备了 Al-3.5Cu-1.5Mg-1Si 合金,相比于打印态,T6 热处理后试样呈现出更加均匀的微观结构,且抗拉强度和屈服强度均有明显提升。Zheng 等人<sup>[21]</sup>研究了不同热处理工艺对 LPBF 工艺制备的 AlSi10Mg 合金显微组织、力学性能和腐蚀行为的影响。结果表明:热处理后直接时效处理后得到材料的强度和耐腐蚀性优于固溶处理和固溶+时效处理,主要原因在于固溶处理和固溶+时效处理后样品呈现出与直接时效处理不同的微观结构,直接时效处理后样品呈现出由连续 Si 网络包围的  $\alpha$ -Al 基体的微观结构,使得材料强度和耐腐蚀性高于 T4 和 T6 热处理后样品。Zhu 等人<sup>[22]</sup>研究发现:Al-Zn-Mg-Cu-Sc-Zr 合金在热处理后获得晶粒尺寸多峰分布的双纳米析出相结构,其屈服强度可达到 647 MPa,同时获得强度和延展性的出色组合,对于制备轻量化高强度的机械零部件具有重要意义。前期研究已表明添加增强相对铝合金进行改性对材料使用性能的提高产生积极影响,同时基于前人研究,可以得出,热处理是 LPBF 成形重要的后处理工艺,但目前对于 LPBF 成形双相增强复合材料热处理引起的微观结构演变尚未完全了解。

因此,本实验以传统铸造 2024Al 的热处理工艺作为参考,对 LPBF 成形的 1wt% $ZrO_2$ -0.2wt%GNPs/2024Al 复合材料样品进行热处理工艺参数优化,详细研究热处理前后样品的微观组织和性能,以期为 LPBF 成形的高强铝合金开发的热处理工艺及材料微观结构和力学性能提供有价值的参考。

## 2 实验

本实验所用材料为中航迈特有限公司提供 2024Al 合金粉末,其化学成分见表 1。图 1a 所示粉末球形度良

表 1 2024Al 粉末化学成分  
Table 1 Chemical composition of 2024Al powder (wt%)

Cu	Mg	Mn	Ti	Zn	Al
4.70	1.62	0.51	0.03	0.055	Bal.

好,尺寸均匀。采用真空均质法制备了 1wt% $ZrO_2$ -0.2wt%GNPs/2024Al 复合粉末,采用 3 段变速旋转方式进行混粉,即 1500 r/min 旋转 20 s,2500 r/min 旋转 30 s,1000 r/min 旋转 15 s。其表面形貌如图 1b 所示,其粒径分布图如图 1c 所示。LPBF 实验采用自主研发的 LPBF 设备(RC100-N2),成形过程在氩气保护下进行,成形腔内氧含量可控制在 100  $\mu\text{L/L}$  范围内。实验成形复合材料的工艺参数为:激光功率 160 W,扫描速度 80 mm/s,扫描间距 90  $\mu\text{m}$ ,铺粉层厚 30  $\mu\text{m}$ 。

为了识别相组成,使用 X 射线衍射仪(XRD)对样品进行物相分析,使用扫描电子显微镜(SEM)表征样品微观结构,并使用能量衍射光谱仪(EDS)分析样品元素分布,采用透射电子显微镜(TEM)对样品结构和界面结合进行表征。为了评估材料拉伸性能,采用万能拉伸试验机进行拉伸试验,拉伸速率选用 1 mm/min。

## 3 结果与讨论

### 3.1 热处理工艺

为优化热处理参数并节约实验成本,本研究选择宏观硬度指标代表不同热处理参数对材料综合力学性能的影响,采用型号为 HM-200 的显微维氏硬度计测量试样的硬度。采用变量控制方法分别进行热处理实验,按照表 2 拟定的热处理工艺方案,不同参数对样品显微硬度的影响如图 2 所示。图 2a 所示为不同固溶温度下样品的显微硬度变化规律。可以发现,随着固溶温度的升高,样品的显微硬度呈现先增大后减小的趋势。图 2b 所示为不同固溶时间对样品显微硬度的影响。当固溶时间为 1 h 时试样硬度达到最高 146.47 HV,选取 475 °C/1 h 为固溶工艺参数。图 2c 为复合材料样品在不同温度下时效

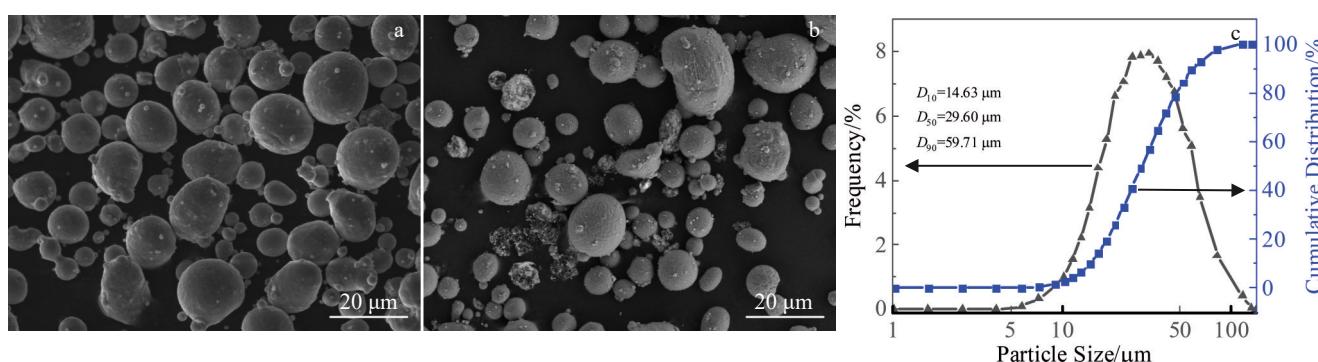


图 1 2024Al 合金粉末和复合粉末形貌及粉径分布

Fig.1 Morphologies of 2024Al powder (a) and 1wt% $ZrO_2$ -0.2wt%GNPs/2024Al composite powder (b); particle size distribution of composite powder (c)

表2 热处理方案表

Table 2 Scheme of heat treatment

Number	Heat treatment scheme	Cooling mode	Optimal parameter
1	The formed specimens were subjected to solution treatment at 460, 475, 490, 505, 520, 535 and 550 °C for 1 h	Air cooling	475 °C
2	At the optimal solution temperature, the solutions were carried out for 0.5, 1, 1.5 and 2 h	Air cooling	1 h
3	After the optimal solution treatment, artificial aging was carried out for 12 h at 110, 140, 170 and 200 °C	Air cooling	140 °C
4	After the optimal solution treatment, artificial aging was carried out for 3, 6, 9, 12, 15 and 18 h at the optimal aging temperature	Air cooling	12 h

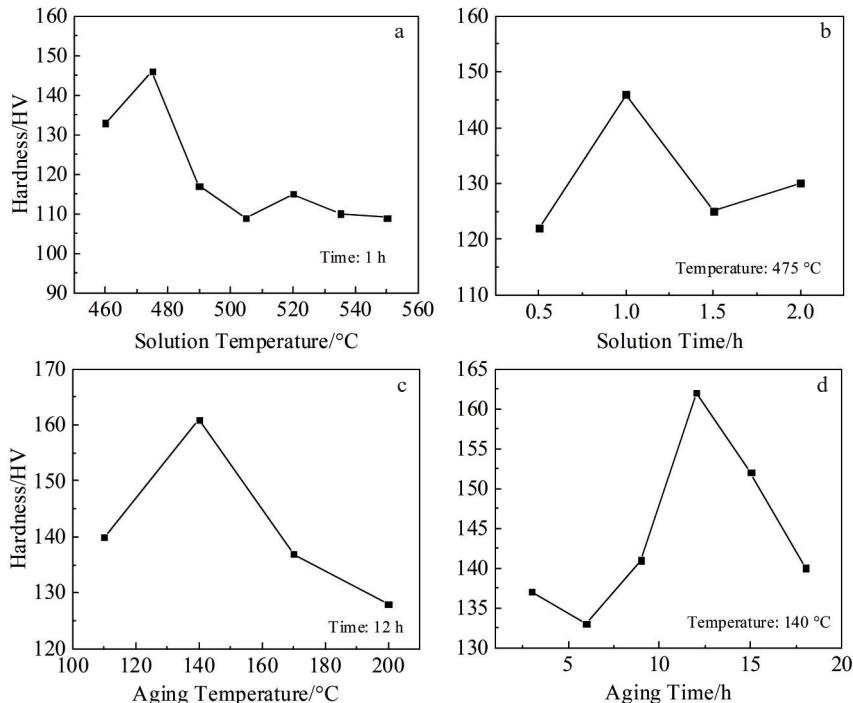


图2 不同热处理参数对样品显微硬度的影响

Fig.2 Vickers hardness of sample for different temperatures and time: (a) effect of solution temperature, (b) effect of solution time, (c) effect of aging temperature, and (d) effect of aging time

12 h 后的显微硬度变化曲线,可以发现,随着温度的升高,样品的显微硬度呈现先增大后减小的趋势。图2d为140 °C下时效不同时间后的显微硬度曲线,12 h时硬度为160.86 HV。根据固溶硬度曲线和时效硬度曲线变化规律确定最佳热处理工艺参数,分析曲线图获取最合适的固溶温度为475 °C、固溶时间1 h,并在此基础上获取最合适的时效温度140 °C和时效时间12 h。

### 3.2 相分析

为确定热处理前后的物相转变,通过XRD对沉积态和热处理态试样组织进行分析,结果如图3所示。在XRD图谱中,沉积态样品经热处理后,出现Al<sub>2</sub>CuMg衍射峰,这表明LPBF成形过程中快速冷却,Mg在α-Al中的溶解度急剧降低,导致Mg无法析出并过饱和于α-Al

中,而热处理后,固溶体脱溶后形成了Al<sub>2</sub>CuMg相。同时热处理后Al<sub>2</sub>Cu峰强度相比于沉积态试样时显著增强,这是因为经过固溶处理后,大量Al<sub>2</sub>Cu等第二相回溶至基体中,随后通过人工时效更多第二相(如Al<sub>2</sub>Cu、Al<sub>2</sub>CuMg)析出,对材料力学性能产生积极影响。另外,在打印态中检测到Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>衍射峰,说明GNPs与Al基体发生反应生成了Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>。在最优热处理工艺下试样中Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>峰位置出现变化,这是因为ZrO<sub>2</sub>和GNPs促进碳原子在铝基体中的扩散和分布,导致析出的Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>晶体结构更加稳定,从而导致峰位置的移动,这也表明析出的Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>相更加均匀、细小,那么它与位错的交互作用就会增强,能够更有效地阻碍位错运动,提高材料的强度。Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>的形成不仅提高了GNPs和α-Al之间的界面结合度,还增强

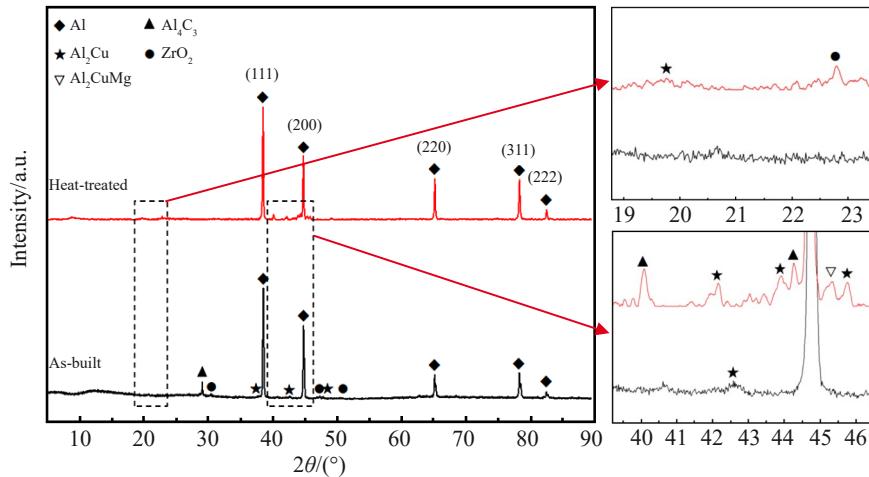


图3 沉积态和热处理态复合材料的XRD图谱  
Fig.3 XRD patterns of as-deposited and heat-treated composites

了钉扎效果。这种综合效果有助于提高材料的力学性能和稳定性。

### 3.3 微观结构表征

为进一步探讨样品中析出相的形貌及第二相与基体之间的界面,对热处理态试样进行了TEM检测分析,如图4所示。同时对两种形貌的析出相进行EDS能谱检测,结果如表3所示。图4为热处理态样品析出相高倍TEM明场相照片,图4a、4b表示板条状形貌Al<sub>2</sub>Cu相沿着[111]晶带轴的高分辨率图像和衍射花样,图4c、4d表示块状Al<sub>2</sub>CuMg相沿着[512]晶带轴的高分辨率图像和

衍射花样。可以观察到Al<sub>2</sub>CuMg的晶胞指数为0.209 nm,而Al基体的晶胞指数为0.201 nm,错配度仅为3.9%。说明Al<sub>2</sub>CuMg与Al基体结合良好,表现为较好的共格界面,这表明Al<sub>2</sub>CuMg相的析出在一定程度上可以提高合金的硬度和强度。

### 3.4 复合材料力学性能及断口形貌

图5为沉积态样品和热处理态样品拉伸应力-应变曲线,经热处理后,沉积态试样的拉伸性能显著提高,抗拉强度和屈服强度分别从382和269 MPa提升到624和522 MPa,但延伸率明显下降,从16%降至5.6%。热处理

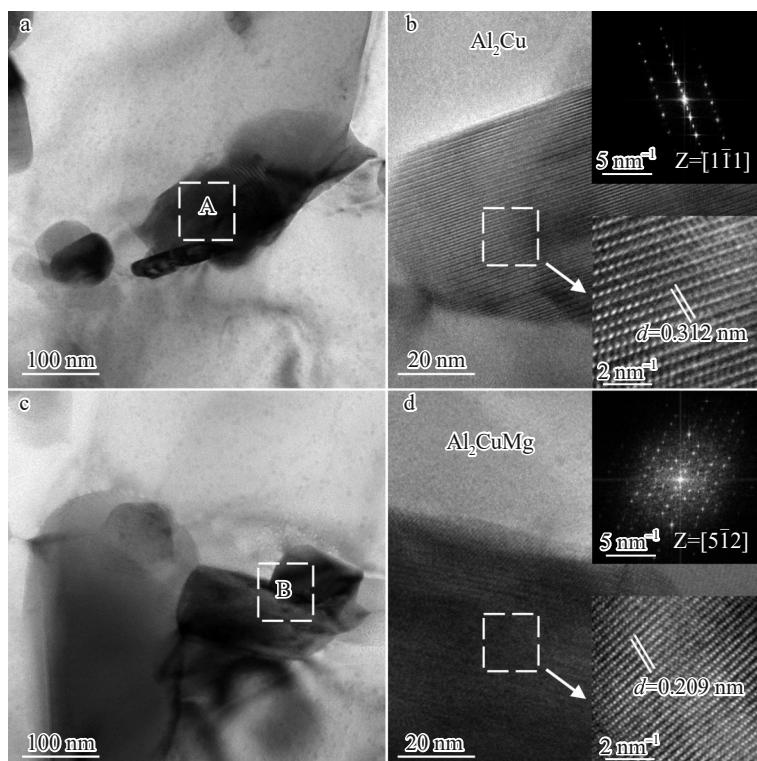


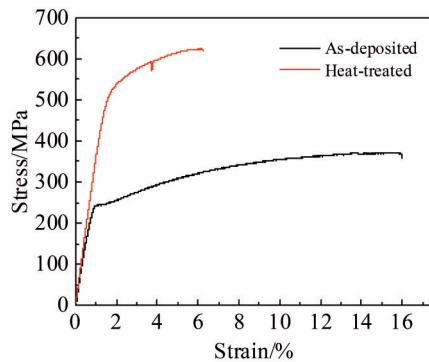
图4 热处理样品Al<sub>2</sub>Cu相和Al<sub>2</sub>CuMg相的高倍TEM照片

Fig.4 TEM images of Al<sub>2</sub>Cu phase and Al<sub>2</sub>CuMg phase in heat-treated alloy: (a, b) Al<sub>2</sub>Cu phase and (c, d) Al<sub>2</sub>CuMg phase

表3 图4中对应点的EDS结果

Table 3 EDS analysis results of the corresponding points in Fig.4  
(at%)

Point	Al	Cu	Mg	C	Zr
A	62.34	34.81	0.54	0.12	0.24
B	68.42	24.82	5.89	0.73	0.69

图5 ZrO<sub>2</sub>-GNPs/2024Al复合材料的应力-应变曲线Fig.5 Stress-strain curves of ZrO<sub>2</sub>-GNPs/2024Al composite

后样品抗拉强度和屈服强度升高,但以牺牲一定的塑性为代价。热处理后的试样中沉淀物不仅有ZrO<sub>2</sub>和GNPs,还新增了大量的Al<sub>2</sub>Cu和Al<sub>2</sub>CuMg第二相,所以试样受到拉伸载荷时,更多的沉淀相可以使载荷传递强化的效果得到明显增强。尽管经过热处理的试样出现的第二相粗化现象和晶粒粗化导致的晶界减少现象会减弱变形过程中对位错运动的阻碍进而降低材料的强度,但是载荷转移强化效果的明显增强弥补了其带来的损害,所以最终材料的性能得到了提升。而塑性的降低主要是因为粗大的Al<sub>2</sub>Cu和Al<sub>2</sub>CuMg第二相脆性较大,脆性相易成为微裂纹来源导致材料塑性降低,并且在外力的作用下容易从Al基体上脱离。另外,热处理后的试样出现了轻微的PLC(portevin-Le chatelier)效应,这说明热处理加剧了动态应变时效,对试样力学性能的稳定性会产生细微的影响。这是因为热处理提高了溶质原子的扩散速率,使得位错运动时,溶质原子能够更迅速地聚集到位错周围形成气团,位错被钉扎的时间间隔缩短,从而加剧了PLC效应。由于位错的运动不连续,应力集中可能会引发微裂纹的萌生和扩展,降低材料的韧性和抗断裂性能,使材料在使用过程中更容易发生失效。

图6显示了热处理前后ZrO<sub>2</sub>-GNPs/2024Al复合材料的室温拉伸断口形貌,可以看到沉积态样品和热处理态样品的断口处均存在大量的韧窝,断口形貌均呈现典型的韧性断裂特征。拉伸时材料内部由于应力集中在一定范围内发生塑性变形产生微孔,随着拉伸进行,微孔不断长大与合并聚集,最终发生断裂。热处理态试样的韧窝尺寸相比于沉积态试样明显增大且分布不均匀,韧窝数

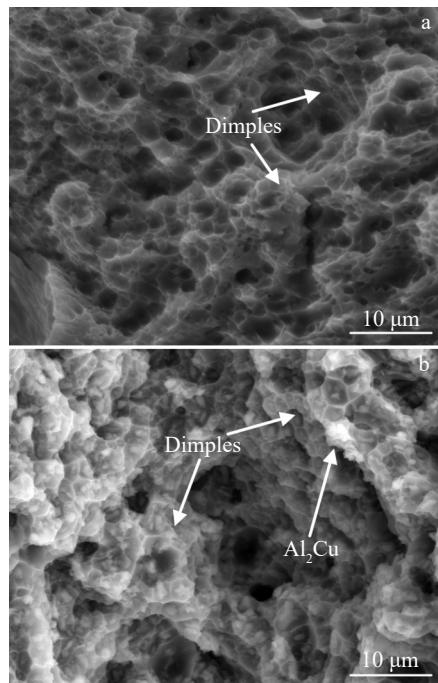


图6 沉积态和热处理态复合材料的拉伸断口形貌

Fig.6 Tensile fracture morphologies of as-deposited (a) and heat-treated (b) composites

量相比沉积态减少,从而导致塑性下降。且在韧窝末端可以发现细小的第二相颗粒,Al<sub>2</sub>Cu/α-Al共晶组织是脆性组织,沿晶界形成三维网络结构,受外力作用发生变形时极易在共晶组织处产生应力集中,可作为局部裂纹的萌生源并促进裂纹扩展,导致其周围过早的形成局部剪切带和空隙,从而使得材料塑性下降。

#### 4 结 论

1)经LPBF成形了1wt%ZrO<sub>2</sub>-0.2wt%GNPs/2024Al复合材料。热处理工艺研究表明,最佳固溶处理参数为475℃下固溶1 h,此时试样的硬度相较于沉积态试样提升最为显著,达到146.47 HV。当固溶温度过低或固溶时间不足时,第二相无法充分回溶到基体中;而固溶温度过高或固溶时间过长,则会导致合金晶粒明显粗化,降低材料强度。人工时效的最佳参数为140℃时效12 h,此时试样的硬度可达160.86 HV。

2)在经过热处理后,相比于沉积态试样,试样中出现了条状的Al<sub>2</sub>Cu和块状的Al<sub>2</sub>CuMg第二相,另外,Al<sub>2</sub>CuMg与Al基体结合良好呈现完全共格关系,且Al基体也未产生明显畸变。

3)在最优化热处理参数下,试样的拉伸性能得到了大幅提升,抗拉强度和屈服强度分别从382和269 MPa提升到624和522 MPa,但是延伸率出现了明显下降,由16%下降到5.6%。塑性的降低主要是因为粗大的Al<sub>2</sub>Cu和Al<sub>2</sub>CuMg第二相脆性较大,更容易破裂,且在外力的

作用下容易从 Al 基体上脱离, 导致其周围过早的形成局部剪切带和空隙。

#### 参考文献 References

- [1] Zhang J L, Song B, Wei Q S et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35(2): 270
- [2] Xi L X, Ding K, Zhang H et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2022, 891: 162047
- [3] Yu W H, Sing S L, Chua C K et al. *Progress in Materials Science*[J], 2019, 104: 330
- [4] Liu Q, Wu H K, Paul M J et al. *Acta Materialia*[J], 2020, 201: 316
- [5] Blakey-Milner B, Gradl P, Snedden G et al. *Materials & Design*[J], 2021, 209: 110008
- [6] Montero-Sistiaga M L, Mertens R, Vrancken B et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2016, 238: 437
- [7] Galy C, Le G E, Lacoste E et al. *Additive Manufacturing*[J], 2018, 22: 165
- [8] Lava Kumar P, Lombardi A, Byczynski G et al. *Progress in Materials Science*[J], 2022, 128: 100948
- [9] Zhang H, Zhu H H, Nie X J et al. *Scripta Materialia*[J], 2017, 134: 6
- [10] Sun T T, Wang H Z, Gao Z Y et al. *Materials Research Letters*[J], 2022, 10(10): 656
- [11] Wan J, Geng H R, Chen B et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2023, 863: 144552
- [12] Mair P, Goettgens V S, Rainer T et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 863: 158714
- [13] Sun M, Yang Z N, Zhang J X et al. *Ceramics International*[J], 2023, 49(12): 19673
- [14] Wang J, Zhao J B, He C et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2024, 53(12): 3485
- [15] Wei P, Chen Z, Zhang S Z et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2023, 864: 144574
- [16] Tang H, Xi X Y, Gao C F et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2024, 187: 86
- [17] Wei P, Chen Z, Zhang S Z et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2023, 864: 144574
- [18] Li D M, Qin R X, Xu J X et al. *Materials Characterization*[J], 2022, 187: 111882
- [19] Rao J H, Zhang Y, Fang X et al. *Additive Manufacturing*[J], 2017, 17: 113
- [20] Wang P, Gammer C, Brenne F et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 711: 562
- [21] Zheng Y, Zhao Z H, Xiong R Z et al. *Progress in Natural Science: Materials International*[J], 2024, 34: 89
- [22] Zhu Z, Ng F L, Seet H L et al. *Materials Today*[J], 2022, 52: 90

## Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Laser Powder Bed Fused $\text{ZrO}_2$ -GNPs/2024Al Composites

Mao Feng<sup>1</sup>, Yao Sen<sup>2</sup>, Hu Ruiting<sup>2</sup>, Zhang Yanze<sup>3</sup>, Yu Haocheng<sup>2</sup>, Chen Yuhui<sup>2</sup>, Chen Zhen<sup>2</sup>

(1. Longmen Laboratory, Luoyang 471000, China)

(2. Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

(3. Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China)

**Abstract:** 1wt% $\text{ZrO}_2$ -0.2wt%GNPs/2024Al composites were prepared by laser powder bed fusion (LPBF) process. The phase composition and microstructure evolution of the as-deposited and heat-treated (475 °C solution treatment for 1 h+140 °C aging treatment for 12 h) composites were characterized to reveal the changes in mechanical properties. Results show that compared with that of the as-deposited samples, the microhardness of the composites is maximally enhanced under the heat treatment regime of 475 °C/1 h+140 °C/12 h. The second phases precipitated in the samples are mainly in the form of  $\text{Al}_2\text{Cu}$  strips and  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  plates. The tensile strength and yield strength are increased from 382 MPa and 269 MPa to 624 MPa and 522 MPa, respectively, but the elongation is decreased from 16% to 5.6%. The strength enhancement is mainly attributed to the dislocation and load transfer strengthening effects caused by heat treatment, which has a much greater influence than the coarsening of the second phase and grain growth caused by heat treatment. The decrease in plasticity is mainly due to the coarse  $\text{Al}_2\text{Cu}$  and  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  second phases which are prone to fracture and detach from the Al matrix, promoting to the premature formation of local shear bands and voids.

**Key words:** laser powder bed fusion;  $\text{ZrO}_2$ +GNPs/2024Al composites; heat treatment; microstructure

Corresponding author: Chen Zhen, Ph. D., Associate Professor, School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, P. R. China, E-mail: chenzhen2025@xjtu.edu.cn