

激光与光电子学进展

激光选区熔化成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的微观组织及力学性能

陈琨^{1*}, 马佳威¹, 齐硕¹, 冯振宇¹, 周良道², 沈培良²¹中国民航大学安全科学与工程学院, 天津 300300;²上海飞机设计院, 上海 201210

摘要 高强铝合金因其优异的比强度和塑性在航空航天领域得到广泛应用,近年来快速发展的增材制造技术为制备高强铝合金提供了新的方法。为此,利用激光选区熔化(SLM)成形技术制备了 Al-Mg-Sc-Zr 合金。通过 X 射线计算机断层扫描技术、光学显微镜、扫描电子显微镜、电子背散射衍射(EBSD)和室温拉伸试验对合金的微观组织和力学性能进行表征和研究。研究表明:SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的成形质量较好,孔隙率仅为 0.0013%,最大孔隙尺寸为 126 μm 。合金的微观组织分为粗晶区和细晶区,熔池内部为粗晶区,熔池边界为细晶区。熔池边界处的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒为 Al 晶粒析出提供了大量形核位点,使得晶粒细化效果显著。试验得到平均晶粒尺寸为 3 μm ,在更小的 EBSD 扫描步长下测得细晶区的平均晶粒仅为 0.6 μm 。SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的拉伸性能优异,各向异性较小。横向试样的拉伸强度略高,其屈服强度、抗拉强度和伸长率分别达到 465 MPa、508.2 MPa 和 14.07%。SLM 快速冷却的特性和添入的 Sc、Zr 元素使 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金拥有良好的成形质量、细化的晶粒组织和纳米尺寸的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒,由此产生的细晶强化和沉淀强化是拉伸性能的主要强化机制。

关键词 材料; 激光选区熔化成形; Al-Mg-Sc-Zr; 微观组织; 拉伸性能; 细晶强化

中图分类号 TG146.2

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP202259.2116001

Microstructures and Mechanical Properties of Al-Mg-Sc-Zr Alloy Formed by Selective Laser Melting

Chen Kun^{1*}, Ma Jiawei¹, Qi shuo¹, Feng Zhenyu¹, Zhou Liangdao², Shen Peiliang²¹College of Safety Science and Engineering, Civil Aviation University of China, Tianjin 300300, China;²Shanghai Aircraft Design and Research Institute, Shanghai 201210, China

Abstract High-strength aluminum alloys are widely used in the aerospace industry owing to their excellent specific strength and plasticity. Additive manufacturing technology, which has developed rapidly in recent years, provides a new method for preparing high-strength aluminum alloys. Here, the Al-Mg-Sc-Zr alloy is prepared using selective laser melting (SLM). The microstructure and mechanical properties of the alloy are characterized and studied by X-ray computed tomography, optical microscope, scanning electron microscope, electron backscatter diffraction (EBSD), and a tensile test at room temperature. The results indicate that the forming quality of the Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM is good, the porosity is only 0.0013%, and the maximum pore size is 126 μm . The microstructure of the alloy comprises coarse- and fine-grained regions: the inside of the melt pool is a coarse-grained region, while the boundary of the melt pool is a fine-grained region. The $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ particles at the boundary of the melt pool provide numerous nucleation sites for the precipitation of Al grains, resulting in a remarkable grain refinement effect. The average grain size is 3 μm , and the average grain size in the fine-grained region is only 0.6 μm under the smaller scanning step of EBSD. The Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM has excellent tensile properties and low anisotropy. The tensile strength of the horizontal specimen is slightly higher, and its yield strength, tensile strength, and elongation rate reach 465 MPa, 508.2 MPa, and 14.07%, respectively. The characteristic of rapid cooling of SLM and the Sc and Zr elements enables the Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM to have good forming quality, refined grain structure, and nanosized $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ particles. The resulting fine grain

收稿日期: 2021-08-31; 修回日期: 2021-10-08; 录用日期: 2021-10-27

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFB1106300)

通信作者: *cknuaa@gmail.com

strengthening and precipitation strengthening are the main strengthening mechanisms of the alloy's tensile properties.

Key words materials; laser selective melting; Al-Mg-Sc-Zr; microstructure; tensile properties; fine grain strengthening

1 引言

航空航天领域对结构减重的要求越来越高,轻量化复杂结构的制造需求使得传统制造技术面临严峻挑战。近年来,增材制造技术发展迅速,为复杂结构成形制造提供了新的方法。金属增材制造技术具有高自由度、高制造精度和快速近净成形等优势,有望满足航空航天领域装备制造的要求^[1-2]。

金属增材制造技术根据原材料不同可以分为粉末烧结增材制造技术和丝材、线材熔化粘结增材制造技术两种,其中粉末烧结增材制造技术的成形精度较高,而丝材、线材熔化粘结增材制造技术的制造速度较快。激光选区熔化(SLM)成形技术属于一种粉末烧结增材制造技术,利用高能激光熔化处于松散状态的粉末薄层(厚度通常为 20~50 μm),然后基于粉床逐层精细铺粉、激光逐层熔凝堆积的方式,成形任意复杂形状的高致密度构件^[3]。SLM 技术成形精度高,对特殊复杂结构(如悬垂结构、薄壁结构、复杂曲面、空间点阵等)制造的适用程度高,其发展方向是实现中小型复杂构件直接精密净成形^[1]。目前,SLM 技术主要使用的材料有以钛合金、铝合金为代表的轻质高强合金和以镍基高温合金为代表的高温合金。

铝合金具有密度低、比强度高、导电、导热、耐腐蚀性好等优点,被广泛应用在航空航天及其他领域。但由于铝合金具有激光吸收率低、热导率大、易氧化等特性,SLM 成形铝合金易出现孔洞、裂纹、氧化物夹杂等缺陷^[4-5]。目前,SLM 在铝合金上的应用多集中在 Al-Si 系合金,拥有优秀的铸造和焊接性能, Si 元素的存在可以避免出现热裂纹,使其成形性能较好。邹田春等^[6-7]通过 SLM 成形了致密度最高为 99.8% 的 AlSi7Mg 合金,沉积态试样的抗拉强度和屈服强度分别达到了 435.78 MPa 和 299.23 MPa,并通过向 AlSi7Mg 粉末中加入 SiC 进一步提高了材料的抗拉强度, SiC/AlSi7Mg 复合材料的抗拉强度达到了 452 MPa。褚夫众等^[8]对 SLM 成形 Al-Si 系合金缺陷的形成机制和缺陷对力学性能的影响进行了总结,研究表明,缺陷不利于铝合金材料的拉伸性能和疲劳性能提升。Wang 等^[9]通过原位 X 射线计算机断层扫描研究了 AlSi10Mg 合金预置通孔缺陷对拉伸性能的影响,结果表明,缺陷会对合金的拉伸性能产生明显削弱作用。Rao 等^[10]的研究表明,如果 SLM 的工艺参数未得到充分优化,则 SLM 成形 Al-7Si-0.6Mg 合金会出现较大尺寸的缺陷,这些缺陷会极大地影响合金的机械性能。以上研究表明,尽管 Al-Si 系合金优秀的铸造和焊接性能减弱了其在 SLM 成形过程中产生缺陷的趋势,但 SLM 成形 Al-

Si 系合金中仍会存在严重影响其机械性能的缺陷,限制了 SLM 成形 Al-Si 系合金在航空航天领域的应用范围。

铝钎合金是苏联时期提出的一种拥有优异力学性能的铝合金,其优异的力学性能来源于大量纳米尺寸 Al_3Sc 颗粒造成的沉淀强化,以及晶粒细化带来的细晶强化^[11]。研究表明,加入一定量的 Zr 不但不会影响铝钎合金的性能,而且会因形成更加稳定的 $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ 而获得更好的力学性能^[12]。空客集团创新公司的 Schmidtke 等^[13]在 2011 年首次尝试使用 SLM 制造 Al-Mg-Sc-Zr 合金并且证明了 SLM 制造 Al-Mg-Sc-Zr 合金的可行性, Scalmalloy[®] 也是第一款专门面向 SLM 设计的铝合金。近年来,国内外众多学者对 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金进行了研究。Spierings 等^[14-17]研究了不同工艺参数和热处理条件对 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金微观组织的影响,结果表明,SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金由熔池内部的粗柱状晶和熔池边界的细等轴晶组成,扫描速度增加会导致细晶区晶粒尺寸减小,热处理后粗晶区的晶粒尺寸会有明显的增大。Wang 等^[18]通过 SLM、放电等离子烧结(SPS)和铸造三种方法分别制备了 AlMgScZrMn 合金,研究发现,相较于 SPS 成形试样和铸造试样,SLM 成形试样的拉伸性能更好,通过对微观组织的观察研究发现,SLM 试样拥有良好的成形质量,具有粗细晶区、第二相颗粒弥散分布和整体晶粒尺寸更小等特点,其力学性能优于另外两种方法制备的试样。Li 等^[19]通过 SLM 制备了高镁含量的 Al-6.2Mg-0.36Sc-0.09Zr 合金,研究发现,由于镁含量高,合金表面存在微裂纹,并且在微裂纹和扫描轨迹界面处存在大量氧化物,合金的成形质量较差。Bi 等^[20-21]研究了 SLM 成形 Al-14.1Mg-0.47Si-0.31Sc-0.17Zr 合金的微观组织和力学性能,结果表明,细晶强化、固溶强化和沉淀强化是合金拉伸强度提升的主要原因。程志瑶^[22]研究了 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的制造工艺,结果表明,不同工艺参数下合金的微观组织形貌相似,工艺参数更多影响了合金内部的缺陷数目及分布,从而影响合金性能。陈金汉^[23]研究了 SLM 成形高 Sc、Zr 含量的 Al-4.55Mg-0.47Sc-0.31Zr 合金和 SLM 成形高 Mg 含量的 Al-14.4Mg-0.33Sc-0.19Zr 合金的微观组织和力学性能,结果表明,通过增加 Sc、Zr 元素含量,Al-Mg-Sc-Zr 合金力学性能的提升更为明显。其得到的 Al-Mg-Sc-Zr 合金的最高致密度仅为 97.8%。目前,关于 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金内部缺陷表征的研究较少,关于高成形质量、高强度的 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的公开研究报告也较少。

本文通过 SLM 成形了高成形质量的 Al-Mg-Sc-Zr 合金试样,利用 X 射线计算机断层扫描(CT)技术对其

孔隙率和孔隙缺陷进行表征,采用扫描电子显微镜(SEM)和电子背散射衍射(EBSD)等检测方法对合金的微观组织进行了表征研究,并结合室温拉伸试验结果,讨论了合金的微观组织对拉伸性能的强化机理。该研究结果为进一步优化 SLM 成形高强铝合金的力学性能提供了参考。

2 试验材料与方法

2.1 试样制备

SLM 成形使用的 Al-Mg-Sc-Zr 合金粉末的形貌如图 1 所示,其化学成分见表 1,粉末粒度分布见表 2, DV(10)、DV(50)和 DV(90)分别表示体积分布中 10%、50% 和 90% 所对应的粒度, DV(50)即为平均粒度。SLM 成形使用的设备型号是西安铂力特生产的搭配 500 W 光纤激光源的 BLT-S310。SLM 成形过程中,激光功率为 250 W,扫描速度为 900 mm/s,扫描间距为 0.17 mm,铺粉层厚为 0.03 mm。成形过程在 Ar 气保护环境下进行,以防止试样被氧化。扫描方式采用“之”字形扫描策略,两个连续层之间扫描方向旋转

67°,如图 2 所示。

SLM 成形块状试样坯,在完成热处理后,从块状试样坯中通过线切割取样,取平行于基板的试样为横向试样,取平行于沉积方向的试样为纵向试样。在室温下对拉伸试样根据 ASTM E8/E8M 进行机械加工,试样尺寸如图 3 所示。

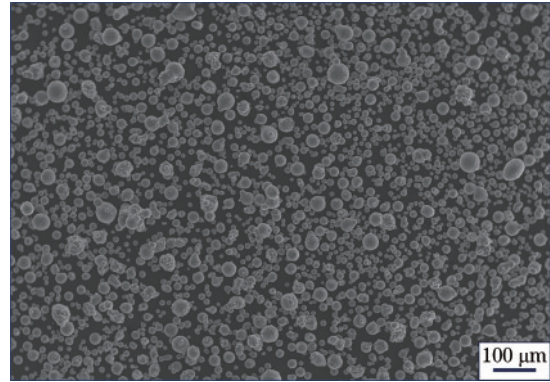


图 1 Al-Mg-Sc-Zr 合金粉末的微观形貌
Fig. 1 Morphology of Al-Mg-Sc-Zr alloy powders

表 1 Al-Mg-Sc-Zr 合金粉末的化学成分
Table 1 Chemical composition of Al-Mg-Sc-Zr alloy powders

Element	Al	Mg	Sc	Zr	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Si	Zn
Mass fraction /%	Bal.	4.64	0.68	0.29	<0.01	<0.01	0.12	0.65	0.023	0.069	<0.01

表 2 Al-Mg-Sc-Zr 合金粉末的粒度分布

Table 2 Particle size distribution of Al-Mg-Sc-Zr alloy powders

Particle size	DV(10)	DV(50)	DV(90)
Particle size distribution /μm	23.546	37.716	59.899

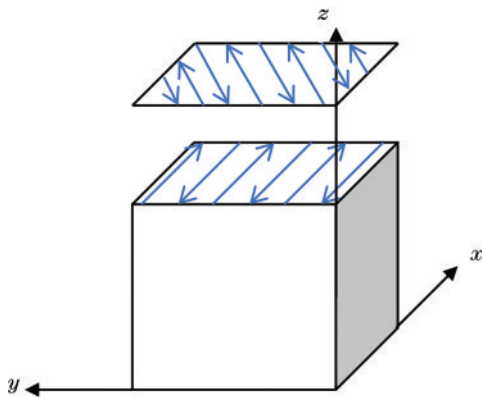


图 2 SLM 扫描策略示意图(z 方向为沉积方向)

Fig. 2 Schematic diagram of SLM scanning strategy (z-direction is the deposition direction)

2.2 微观组织表征及力学性能试验

SLM 成形铝合金试样易出现孔隙缺陷,而孔隙缺陷的存在会对试样的力学性能造成不利影响,因此,孔隙率是评价 SLM 成形质量的重要指标。表征孔隙缺陷和测量孔隙率的常用方法有金相切片法、阿基米德法和 X 射线 CT 扫描法,这三种检测方法各有利弊。

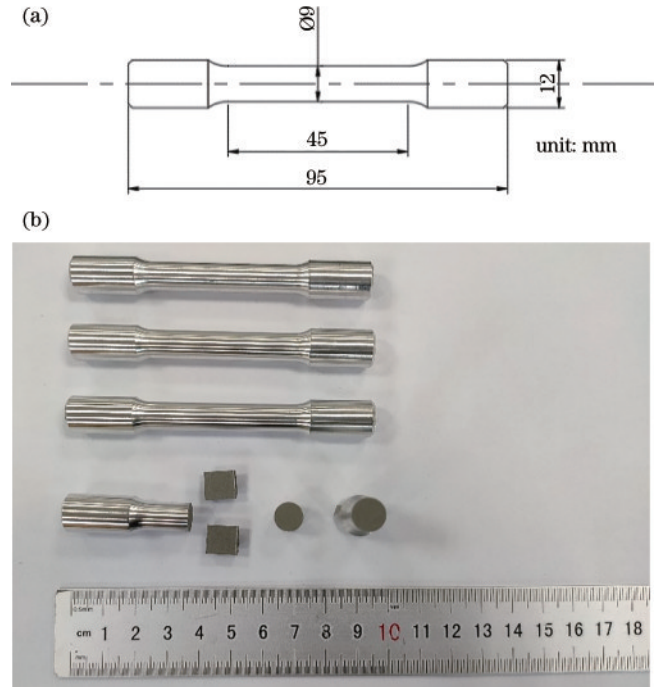


图 3 拉伸试验。(a) 拉伸试样尺寸示意图; (b) SLM 成形试样照片

Fig. 3 Tensile test. (a) Schematic diagram of tensile specimen size; (b) photo of SLM forming specimen

金相切片法能够获得清晰的孔隙缺陷二维图像,但所获得的二维图像仅是缺陷的其中一个截面,而无法获

取缺陷的完整三维(3D)形貌,并且需要大量的重复观察试验才能得到较为准确的孔隙率,工作量较大。阿基米德法虽然较为简单易行,但是由于SLM过程中可能存在元素的损耗,无法确定SLM成形合金的真实元素组成,阿基米德法得到的孔隙率结果并不准确,并且阿基米德法也无法获得孔隙缺陷的形貌特征。X射线CT扫描法是一种无损检测方法,不仅不必对试样进行切割等破坏性处理,而且可以较便捷地得到试样的孔隙率、孔隙形貌和孔隙分布,总体来说,该方法较为合适。本文选用X射线CT扫描法进行孔隙率的表征。所采用的X射线CT扫描设备为德国YXLON FF35CT,其搭配的探测器型号为Varian P2530,射线源至探测器距离为600 mm,射线源至样品距离为20 mm,最大扫描分辨率为0.005 mm。由于X射线的穿透能力和样品尺寸相关,为了获得较好的检测效果,对直径5 mm圆柱体进行X射线CT扫描检测。

对用于微观组织观察的试样进行切割和热镶嵌,使用SiC砂纸(粒度为500~2500目)进行机械研磨,然后使用粒度为0.5 μm 的金刚石抛光剂进行最终表面抛光。随后使用Keller试剂(2.5 mL HNO_3 、1.5 mL HCl 、1 mL HF 、95 mL H_2O)进行金相腐蚀,腐蚀时间

为90 s。采用ZESSI AXIO Scope A1光学显微镜(OM)和Zeiss Sigma 300扫描电子显微镜进行试样微观组织形貌的观察。利用电子背散射衍射对试样的晶粒尺寸进行表征,所采用的设备为Oxford SYMMETRY,配套的分析软件为Channel 5。

采用日本MATSUZAWA MMT-X7型显微硬度计测量SLM成形Al-Mg-Sc-Zr合金的显微硬度,利用砂纸打磨并抛光试样,试验加载力为300 gf(1 gf=0.0098 N),加载时间为10 s,每个试样测试9个点取平均值。采用美国INSTRON 5982万能试验机进行室温拉伸试验,拉伸试验的试验加载控制模式设置为拉伸应变控制模式。为保护引伸计不在断裂时被破坏,拉伸速率分为两个阶段,阶段一的拉伸速率设置为每秒0.025%,阶段二的拉伸速率设置为每秒1%,应变切换点设置为1%。在横向试样和纵向试样中各取3根进行拉伸试验,拉伸试验结束后通过扫描电镜对拉伸断口进行观察。

3 结果与讨论

3.1 缺陷分析

X射线CT扫描得到的孔隙三维重构图,如图4(a)

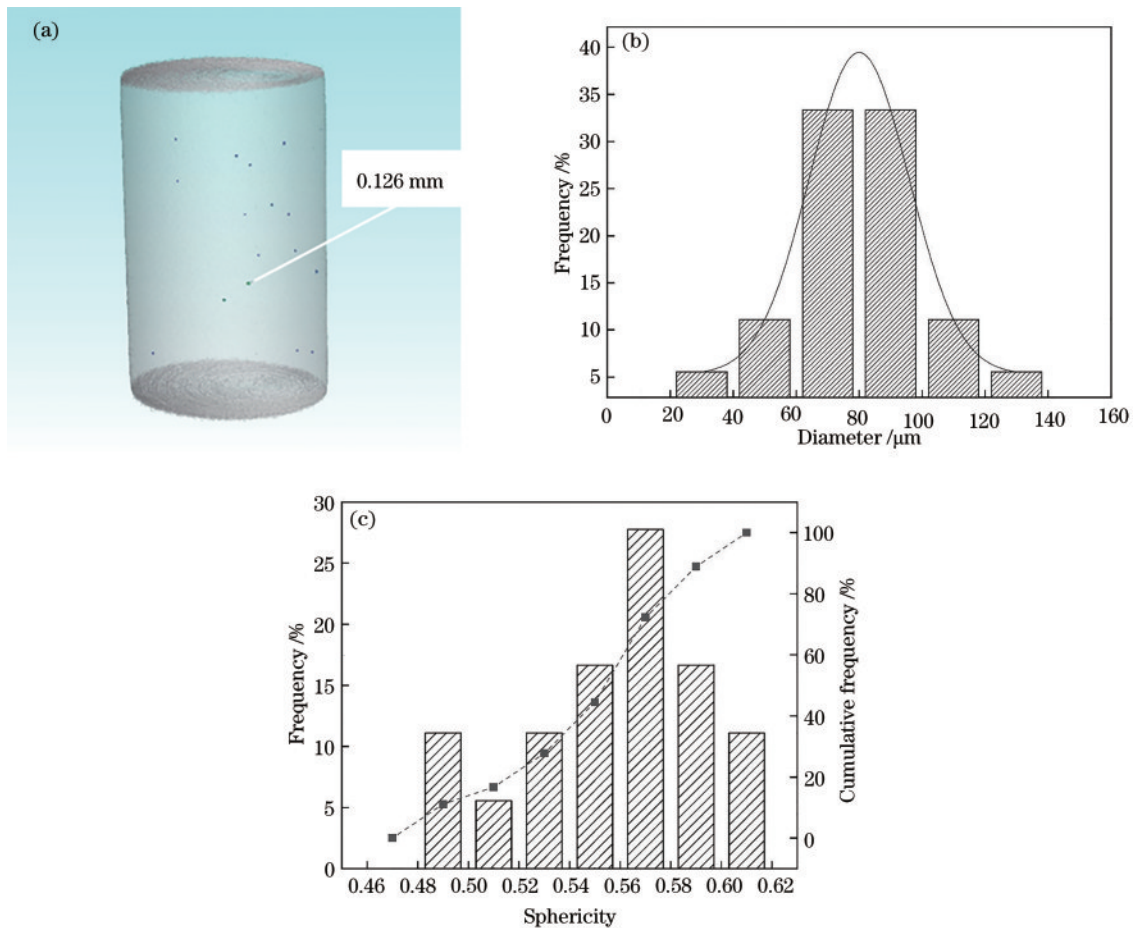


图4 X-CT检测结果。(a)缺陷三维重构图像;(b)孔隙缺陷尺寸的频率分布图;(c)孔隙缺陷球形的频率分布图

Fig. 4 X-CT test results. (a) 3D reconstructed image of defects; (b) frequency distribution of pore defect size; (c) frequency distribution of pore defect sphericity

所示。可以看到,SLM成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金试样的孔隙缺陷没有出现明显的聚集情况。在进行 X 射线 CT 扫描的圆柱段内检测到 18 个孔隙缺陷,孔隙率仅为 0.0013%,孔隙缺陷的等效直径范围为 31~126 μm ,平均等效直径为 79 μm ,最大孔隙缺陷等效直径为 126 μm 。相较于其他文献中 SLM 成形的铝合金的成形质量^[8,10,24],本文通过 SLM 成形的 Al-Mg-Sc-Zr 合金试样的成形质量较好。在缺陷尺寸较小、缺陷数量较少的情况下,缺陷对合金力学性能的影响较小,合金的晶粒组织是影响合金力学性能的主要原因。

图 4(b)为孔隙缺陷尺寸的频率分布图,其频率分布符合正态分布。可以看到,合金的孔隙缺陷尺寸聚集在 60~100 μm ,仅有较少的孔隙缺陷尺寸大于 100 μm 。较低的孔隙率水平和较小的孔隙尺寸是保障 SLM 成形合金力学性能的基础。图 4(c)为孔隙缺陷球形度的频率分布图。孔隙缺陷球形度的定义为与孔隙体积相同的球体表面积和其表面积之比,表示为

$$\phi = \frac{\sqrt[3]{36\pi V^2}}{S}, \quad (1)$$

式中:V 是孔隙缺陷的体积;S 是孔隙缺陷的表面积。由图 4(c)可知,球形度在 0.5~0.6 之间时,孔隙缺陷约占 78%,说明孔隙缺陷的尺寸较为规则。

3.2 微观组织分析

图 5 为 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金试样中两个相互垂直的截面在光学显微镜下的微观组织形貌,图 5(a)是纵截面的微观组织,图 5(b)是横截面的微观组织。在纵截面上观察到鱼鳞状堆叠的熔池形貌,在横截面上观察到以 67° 夹角交错的熔道形貌,这种微观组织形貌是 SLM 的成形方式造成的。SLM 成形过程中激光逐层扫描沉积的特性导致沿沉积方向层层堆叠的鱼鳞状熔池形貌,这也是 SLM 成形合金在纵截面上典型的微观组织形貌。SLM 成形过程中两个连续层间的扫描方向旋转 67° 导致在垂直于沉积方向的横截面上出现了以 67° 夹角交错的熔道形貌。这种非均匀的微观组织形貌可以减少合金力学性能的各向异性。

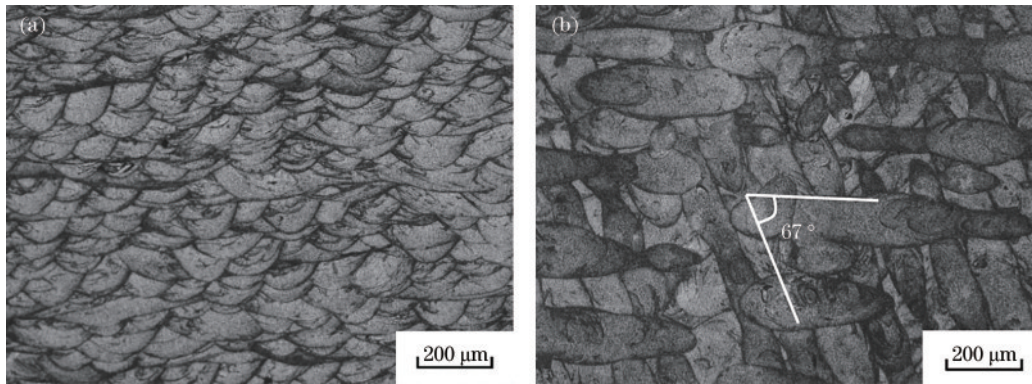


图 5 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的 OM 图。(a)纵截面;(b)横截面

Fig. 5 OM images of Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM. (a) Vertical plane; (b) horizontal plane

图 6 为 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金微观组织的 SEM 图,从图 6(a)可以观察到熔池内部存在较粗大的柱状晶,熔池边界处存在大量的黑色腐蚀坑。图 6(b)是熔池边界处的高倍显微图像,在腐蚀坑的内部和周围可以观察到白色的纳米析出相颗粒,根据文献^[25]

推测其为纳米 $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ 颗粒。在合适的工艺参数下,熔池的温度演变使 $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ 颗粒能够较好地析出,并且 $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ 颗粒具有较好的热稳定性^[26],得以在熔池多次重复熔化凝固的过程中稳定地保存沉积下来,在熔池边界处形成富集。

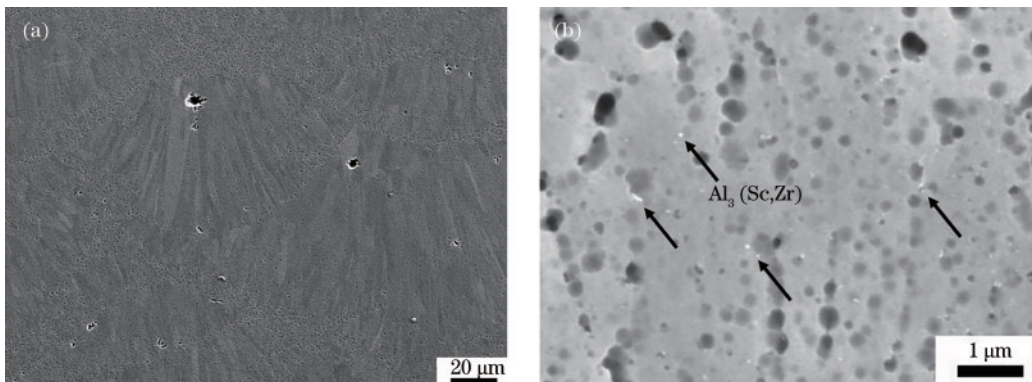


图 6 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的 SEM 图。(a)整个熔池;(b)熔池边界

Fig. 6 SEM images of Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM. (a) Entire melt pool; (b) melt pool boundary

图 7 为 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金微观组织的 EBSD 反极图 (IPF) 和晶粒尺寸分布图。从图 7(a) 可以清楚地观察到合金的微观组织分为粗晶区和细晶区。熔池内部的晶粒为沿沉积方向生长的柱状晶, 其中最长的柱状晶的长轴长度为 $37.75 \mu\text{m}$, 这个值明显小于传统制造工艺制备的铝合金 $100\sim 300 \mu\text{m}$ 的平均晶粒尺寸^[27]。图 7(c) 为 EBSD 得到的图 7(a) 中晶粒尺寸的分布图, 可以看出图 7(a) 区域的平均晶粒尺寸为 $3 \mu\text{m}$, 这个测量值是在 EBSD 扫描步长无法识别到面积小于 $2.5 \mu\text{m}^2$ 晶粒的情况下得到的。由柱状晶构成的粗晶区的形成原因是 SLM 过程中激光能量的直接输入导致熔池内部的热梯度很高, 热量沿沉积方向向熔池下方传导, 熔池内部的晶粒沿着热传导方向长大, 形成了熔池内部以沿沉积方向柱状晶为主的粗晶区。SLM 过程中熔池的冷却速率高^[1,28-29], 而冷却速率和晶粒尺寸成反比, 因此柱状晶的晶粒尺寸远小于传统铸造铝合金的晶粒尺寸。

为了进一步观察熔池边界细晶区的晶粒尺寸, 在更小步长下对细晶区进行了 EBSD 观察, 如图 7(b) 所示, 细晶区内为众多亚微米等轴晶。细晶区的晶粒尺寸分布如图 7(d) 所示, 细晶区中 87.2% 的晶粒尺寸

小于 $1 \mu\text{m}$, 平均晶粒尺寸仅为 $0.6 \mu\text{m}$ 。

SLM 过程中较高的冷却速率和熔池边界弥散的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒是熔池边界处形成超细晶区的主要原因。一方面, 由于 SLM 冷却速率高的特性, 熔池边界处的热传导较快, 热量不易聚集在熔池边界处, 有利于晶粒的细化。另一方面, 当 SLM 的工艺参数合适时, $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒会在 SLM 过程中析出, 并跟随熔池内部的流动出现在熔池底部, 正如在熔池边界观察到的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒一样。室温下 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 的晶格常数为 4.103×10^{-10} ^[17], FCC 铝的晶格常数为 4.049×10^{-10} ^[17], $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒的晶格类型和晶格常数与 Al 基体的差别很小, $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒是 Al 理想的形核位点。弥散分布在熔池边界处的纳米尺寸 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒为 Al 晶粒的析出提供了大量形核位点, 众多 Al 晶粒在 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒处形核长大, 并且在接触到相邻晶粒后停止生长, 形成了众多超细等轴晶组成的细晶区。位于晶界处的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒还会钉扎晶界, 阻止晶粒在后续 SLM 过程和热处理过程中受热传导影响而生长, 起到抑制再结晶的作用, 提升了合金组织的热稳定性, 使熔池边界处的超细晶区得以保存。

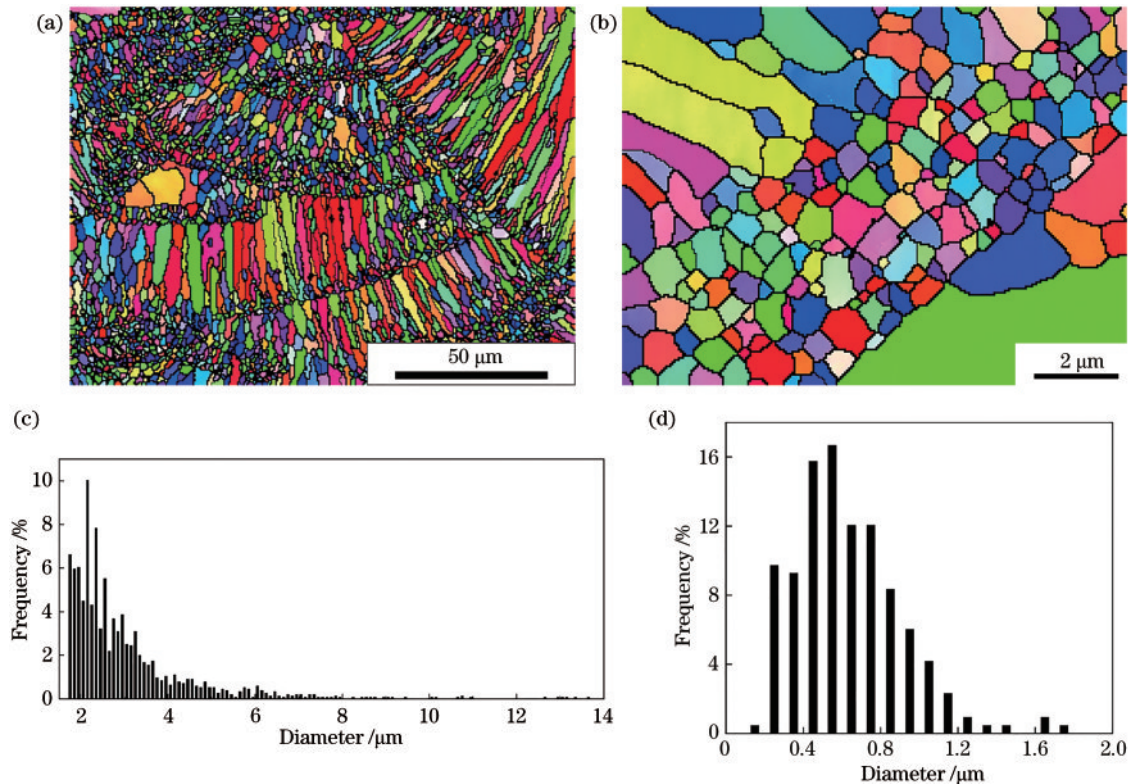


图 7 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的 EBSD 结果。(a) 熔池的 EBSD IPF; (b) 熔池边界细晶区的 EBSD IPF; (c) 整个熔池的晶粒尺寸分布; (d) 熔池边界细晶区的晶粒尺寸分布

Fig. 7 EBSD results of Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM. (a) EBSD IPF of melt pool; (b) EBSD IPF of fine grain region at melt pool boundary; (c) grain size distribution throughout the melt pool; (d) grain size distribution of fine grain region at melt pool boundary

3.3 力学性能及断口形貌观察

SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金纵向试样横截面的

显微硬度为 159.25HV , 横向试样的显微硬度为 157.34HV , 合金显微硬度的各向异性较小。

室温下测得 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金试样的拉伸性能如表 4 所示。合金拉伸性能的各向异性较小,这主要归功于细化的晶粒组织,大量的超细等轴晶粒没有明显的方向性,同时熔池内部柱状晶的方向也是分散的。此外,两个连续层间扫描角度旋转 67° 的成形策略也减弱了合金力学性能的各向异性。在 SLM

成形合金的纵横两个方向中,横向试样的拉伸强度略高于纵向试样,原因可能是 SLM 逐层扫描成形的过程中在层与层之间容易出现层间缺陷,这种层间缺陷会给合金的力学性能带来较为明显的危害,而横向试样的扫描层数较少,出现层间缺陷的可能性较小,组织较为紧密,使得其拉伸性能略好。

表 4 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的室温拉伸性能

Table 4 Tensile properties of Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM at room temperature

Direction	Yield strength /MPa	Tensile strength /MPa	Elongation /%
Longitudinal specimen	454.6	495.6	14.81
Transverse specimen	465.0	508.2	14.07

相较于 SLM 成形 Al-Si 系合金 300~450 MPa 的抗拉强度^[29-30],SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的拉伸强度更加优异。其优异的拉伸强度主要归功于细晶强化和沉淀强化的共同作用,同时由于其超细的晶粒组织和较少的孔隙缺陷,合金拥有较好的塑性和伸长率。

晶粒尺寸细化对材料强度性能的提升可以用 Hall-Petch 公式表示为

$$\sigma_{GB} = \sigma_0 + kd^{-1/2}, \quad (2)$$

式中: σ_{GB} 为材料的屈服强度; σ_0 为阻碍位错运动的抗力; k 为 Hall-Petch 系数,是判定晶界阻碍滑移的系数; d 为晶粒尺寸。根据 Hall-Petch 关系,合金的平均晶粒尺寸 d 越小,单位体积内的晶界就越多,阻碍位错运动的效果就越显著,合金的屈服强度就越高,细晶强化的效果越明显。根据 3.2 节中 EBSD 的测试结果可知,SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的平均晶粒尺寸为 $3 \mu\text{m}$,在更小步长下测得熔池边界处细晶区的平均晶粒尺寸仅为 $0.6 \mu\text{m}$,合金的晶粒尺寸总体较小,细晶强化对合金拉伸强度提升的贡献显著。

除细晶强化外,固溶强化和沉淀强化对拉伸强度的提升也做出了重要贡献。Al-Mg-Sc-Zr 合金中的 Mg 原子会固溶到铝晶粒中,引起铝的晶格畸变,导致合金的强度增加。镁原子的固溶强化可以表示为

$$\sigma_{ss} = HC_{Mg}^n, \quad (3)$$

式中: H 为常数; C_{Mg}^n 为固溶的镁原子含量。

合金中弥散分布在基体中的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒可以钉扎位错,位错运动时会绕过析出相,形成位错环,增加位错密度,提高了试样的拉伸强度。弥散强化可以表示为

$$\sigma_{ppt} = \sqrt{3} Gb/L, \quad (4)$$

式中: G 为剪切模量; b 为柏氏矢量; L 为粒子间距。

图 8 为室温拉伸试样的断口形貌,在断口表面观察到解理台阶和从几微米到几十微米不一的韧窝,判断合金的断裂模式为韧性和脆性混合的断裂模式。在试样断口中还可以观察到少量的未熔粉末颗粒(图 8 中圈出的区域),在这些未熔合缺陷处会形成应力集中,对力学性能造成不良影响。图中出现未熔合缺陷说明 SLM 成形过程的工艺参数存在优化空间,可以通

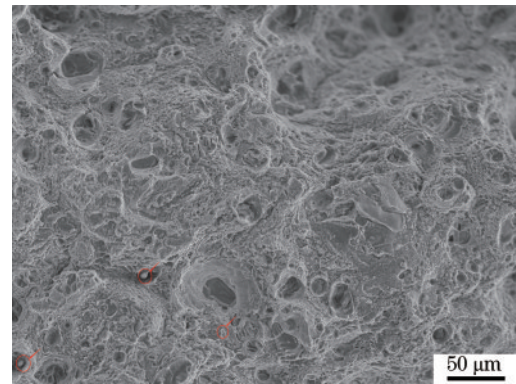


图 8 SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金拉伸断口的 SEM 形貌
Fig. 8 SEM morphology of tensile fracture of Al-Mg-Sc-Zr alloy formed by SLM

过调整工艺参数进一步提升合金的力学性能。

4 结 论

本文通过激光选区熔化技术成形了 Al-Mg-Sc-Zr 合金,通过 X 射线 CT 扫描技术对其致密度和孔隙缺陷进行了表征,并对其微观组织和力学性能进行了表征和研究,讨论了其拉伸性能的强化机理,得到以下结论:

1) SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金的成形质量较好,在 X 射线 CT 扫描的分辨率为 0.005 mm 的情况下,测得孔隙率仅为 0.0013% ,最大孔隙尺寸为 $126 \mu\text{m}$ 。Sc、Zr 元素的加入和显著的晶粒细化减弱了出现气孔和热裂纹的倾向,提高了合金的成形质量。

2) SLM 成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金在横截面上有着以 67° 交错的熔道形貌,在纵截面上有着层层堆叠的鱼鳞状熔池形貌,熔池的内部为柱状晶构成的粗晶区,熔池的边界为等轴晶构成的细晶区。通过 EBSD 测得合金的平均晶粒尺寸为 $3 \mu\text{m}$,在更小步长下测得熔池边界处细晶区的平均晶粒尺寸仅为 $0.6 \mu\text{m}$ 。在熔池边缘处,Sc、Zr 元素形成的与 Al 基体共格的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒是 Al 晶粒析出的理想形核位点,不仅对合金的晶粒细化作用做出了显著贡献,位于细晶晶界处的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒还起到了钉扎晶界、抑制再结晶的作

用。此外,SLM过程中较高的冷却速率也有效促进了合金的晶粒细化。

3) SLM成形 Al-Mg-Sc-Zr 合金具有优异的室温拉伸性能。横向试样的屈服强度为 465 MPa,抗拉强度为 508.2 MPa,伸长率为 14.07%;纵向试样的屈服强度为 454.6 MPa,抗拉强度为 495.6 MPa,伸长率为 14.81%。合金优异的力学性能主要来自于显著晶粒细化带来的细晶强化,以及 $Al_3(Sc,Zr)$ 颗粒钉扎位错带来的沉淀强化。合金拉伸性能的各向异性较小,主要原因是合金的平均晶粒尺寸较小,拥有大量无明显方向性的等轴晶。横向试样拉伸强度略高于纵向试样拉伸强度的原因可能是横向试样中的扫描层数较少,组织较为紧密。合金的断裂模式为韧性和脆性混合的断裂模式,在断口中观察到的未熔合缺陷,说明 SLM 工艺存在改善空间。

参 考 文 献

- [1] 顾冬冬,张红梅,陈洪宇,等. 航空航天高性能金属材料构件激光增材制造[J]. 中国激光, 2020, 47(5): 0500002.
Gu D D, Zhang H M, Chen H Y, et al. Laser additive manufacturing of high-performance metallic aerospace components[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(5): 0500002.
- [2] 秦艳利,孙博慧,张昊,等. 选区激光熔化铝合金及其复合材料在航空航天领域的研究进展[J]. 中国激光, 2021, 48(14): 1402002.
Qin Y L, Sun B H, Zhang H, et al. Development of selective laser melted aluminum alloys and aluminum matrix composites in aerospace field[J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(14): 1402002.
- [3] 杨永强,王迪,吴伟辉. 金属零件选区激光熔化直接成型技术研究进展[J]. 中国激光, 2011, 38(6): 0601007.
Yang Y Q, Wang D, Wu W H. Research progress of direct manufacturing of metal parts by selective laser melting [J]. Chinese Journal of Lasers, 2011, 38(6): 0601007.
- [4] 董鹏,李忠华,严振宇,等. 铝合金激光选区熔化成型技术研究现状[J]. 应用激光, 2015, 35(5): 607-611.
Dong P, Li Z H, Yan Z Y, et al. Research status of selective laser melting of aluminum alloys[J]. Applied Laser, 2015, 35(5): 607-611.
- [5] 韦雄棉,王迪,杨永强,等. 激光选区熔化钛合金多孔结构拉伸性能研究[J]. 中国激光, 2021, 48(18): 1802016.
Wei X M, Wang D, Yang Y Q, et al. Study on tensile properties of titanium alloy porous structure using selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(18): 1802016.
- [6] 邹田春,欧尧,祝贺,等. 激光选区熔化 $AlSi_7Mg$ 合金的微观组织和力学性能[J]. 材料导报, 2020, 34(10): 10098-10102.
Zou T C, Ou Y, Zhu H, et al. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted $AlSi_7Mg$ alloy[J]. Materials Reports, 2020, 34(10): 10098-10102.
- [7] 邹田春,祝贺,陈敏英,等. 激光选区熔化碳化硅增强铝基复合材料的微观组织及拉伸性能研究[J]. 中国激光, 2021, 48(10): 1002123.
Zou T C, Zhu H, Chen M Y, et al. Microstructure and tensile properties of SiC reinforced aluminum matrix composite prepared by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(10): 1002123.
- [8] 褚夫众,张曦,黄文静,等. 选区激光熔化铝合金缺陷的形成机制和对力学性能的影响:综述[J]. 材料导报, 2021, 35(11): 11111-11119.
Chu F Z, Zhang X, Huang W J, et al. The formation mechanism and effect on mechanical properties of defects of aluminum alloy by selective laser melting: a review[J]. Materials Reports, 2021, 35(11): 11111-11119.
- [9] Wang P D, Zhou H, Zhang L M, et al. *In situ* X-ray micro-computed tomography study of the damage evolution of prefabricated through-holes in SLM-Printed $AlSi_{10}Mg$ alloy under tension[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 821: 153576.
- [10] Rao J H, Zhang Y, Huang A J, et al. Improving fatigue performances of selective laser melted Al-7Si-0.6Mg alloy via defects control[J]. International Journal of Fatigue, 2019, 129: 105215.
- [11] Costa S, Puga H, Barbosa J, et al. The effect of Sc additions on the microstructure and age hardening behaviour of as cast Al-Sc alloys[J]. Materials & Design, 2012, 42: 347-352.
- [12] Kendig K L, Miracle D B. Strengthening mechanisms of an Al-Mg-Sc-Zr alloy[J]. Acta Materialia, 2002, 50(16): 4165-4175.
- [13] Schmidtke K, Palm F, Hawkins A, et al. Process and mechanical properties: applicability of a scandium modified Al-alloy for laser additive manufacturing[J]. Physics Procedia, 2011, 12: 369-374.
- [14] Spierings A B, Dawson K, Voegtlin M, et al. Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium-modified aluminium using selective laser melting[J]. CIRP Annals, 2016, 65(1): 213-216.
- [15] Spierings A B, Dawson K, Kern K, et al. SLM-processed Sc- and Zr- modified Al-Mg alloy: mechanical properties and microstructural effects of heat treatment [J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 701: 264-273.
- [16] Spierings A B, Dawson K, Heeling T, et al. Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting[J]. Materials & Design, 2017, 115: 52-63.
- [17] Spierings A B, Dawson K, Uggowitzer P J, et al. Influence of SLM scan-speed on microstructure, precipitation of Al_3Sc particles and mechanical properties in Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys[J]. Materials & Design, 2018, 140: 134-143.
- [18] Wang M B, Li R D, Yuan T C, et al. Microstructures and mechanical property of $AlMgScZrMn$ -a comparison between selective laser melting, spark plasma sintering and cast[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 756: 354-364.
- [19] Li R D, Wang M B, Yuan T C, et al. Selective laser

- melting of a novel Sc and Zr modified Al-6.2 Mg alloy: processing, microstructure, and properties[J]. Powder Technology, 2017, 319: 117-128.
- [20] Bi J, Lei Z L, Chen Y B, et al. An additively manufactured Al-14.1Mg-0.47Si-0.31Sc-0.17Zr alloy with high specific strength, good thermal stability and excellent corrosion resistance[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2021, 67: 23-35.
- [21] Bi J, Lei Z L, Chen Y B, et al. Effect of Al₃(Sc, Zr) and Mg₂Si precipitates on microstructure and tensile properties of selective laser melted Al-14.1Mg-0.47Si-0.31Sc-0.17Zr alloy[J]. Intermetallics, 2020, 123: 106822.
- [22] 程志瑶. Al-Mg-Sc-Zr 高强铝合金选区激光熔融工艺研究[D]. 北京: 中国工程物理研究院, 2020.
Cheng Z Y. Study on selective laser melting of high-strength Al-Mg-Sc-Zr aluminum alloy[D]. Beijing: China Academy of Engineering Physics, 2020.
- [23] 陈金汉. Al-Mg-Sc-Zr 铝合金的 SLM 成形及性能研究[D]. 镇江: 江苏科技大学, 2020.
Chen J H. Research on SLM forming and properties of Al-Mg-Sc-Zr aluminum alloy[D]. Zhenjiang: Jiangsu University of Science and Technology, 2020.
- [24] 段伟, 赵哲, 吉红伟, 等. 粉体性能及选区激光熔化打印工艺对 AlSi₁₀Mg 合金致密化行为的影响[J]. 材料导报, 2019, 33(10): 1685-1690.
Duan W, Zhao Z, Ji H W, et al. Effects of powder properties and selective laser melting processing on the densification behavior of AlSi₁₀Mg alloy[J]. Materials Reports, 2019, 33(10): 1685-1690.
- [25] Zhang H, Gu D D, Yang J K, et al. Selective laser melting of rare earth element Sc modified aluminum alloy: Thermodynamics of precipitation behavior and its influence on mechanical properties[J]. Additive Manufacturing, 2018, 23: 1-12.
- [26] Deng Y, Peng B, Xu G F, et al. Effects of Sc and Zr on mechanical property and microstructure of tungsten inert gas and friction stir welded aerospace high strength Al-Zn-Mg alloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 2015, 639: 500-513.
- [27] 郑洪, 林顺岩. 铝钪合金的研究与开发[J]. 铝加工, 2005(5): 43-47, 49.
Zheng H, Lin S Y. Research and development of Al-Sc alloy[J]. Aluminum Fabrication, 2005(5): 43-47, 49.
- [28] Anwar A B, Pham Q C. Selective laser melting of AlSi₁₀Mg: effects of scan direction, part placement and inert gas flow velocity on tensile strength[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 240: 388-396.
- [29] 高显鹏, 徐俊强, 周琦, 等. Ti6Al4V-10%B₄C 复合材料激光选区熔化工艺研究[J]. 中国激光, 2021, 48(14): 1402012.
Gao X P, Xu J Q, Zhou Q, et al. Effect of processing parameters on Ti6Al4V-10%B₄C composite material prepared using selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(14): 1402012.
- [30] 唐鹏钧, 闫泰起, 李沛勇, 等. 激光选区熔化 AlSi₁₀Mg 合金退火后的显微组织和断裂韧性研究[J]. 中国激光, 2021, 48(10): 1002001.
Tang P J, Yan T Q, Li P Y, et al. Microstructures and fracture toughness of annealed AlSi₁₀Mg alloy formed by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(10): 1002001.
- [31] Li W, Li S, Liu J, et al. Effect of heat treatment on AlSi₁₀Mg alloy fabricated by selective laser melting: Microstructure evolution, mechanical properties and fracture mechanism[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 663: 116-125.