

激光选区熔化工艺及热处理对稀土改性 Al-Mn 合金性能的影响

柯林达¹ 许伟春² 杜磊¹ 赖彩芳¹ 肖美立¹ 陈超然³ 李宝辉¹ 王江³

(1.上海航天精密机械研究所上海金属材料近净成形工程技术研究中心; 2.上海航天技术研究院;
3.上海大学省部共建高品质特殊钢冶金与制备国家重点实验室)

摘要 分析了激光选区熔化(SLM)成形不同工艺参数对稀土改性 Al-Mn 合金致密度的影响,从而得到最佳工艺参数,在此基础上研究热处理工艺对 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金力学性能的影响。结果表明,过高的激光能量密度造成元素气化,使得成形件内部产生残余球形孔洞,过低的能量密度引起搭接不良,使得成形件内部形成不规则孔洞。将能量密度优化为 52.6 J/mm³时,成形件内部缺陷减少,成形致密度提高至 99.8%。SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金熔池内呈现两种不同的晶粒形态,熔池底部为等轴晶,而熔池中心为柱状晶。热处理之后,合金拉伸性能和显微硬度明显提升。经 300 ℃保温 4 h 后,Al-Mn-Sc-Zr 合金获得优异的拉伸性能,其抗拉强度可达 576 MPa,且伸长率为 11%。沉积态 Al-Mn-Sc-Zr 合金的显微硬度为 131.2 HV_{0.2},经 280 ℃保温 6 h 后,显微硬度(HV_{0.2})可提高至 178.3。

关键词 激光选区熔化;工艺参数;热处理;Al-Mn 合金;力学性能

中图分类号 TG146.21;TG156 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.07.005

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effect of Selective Laser Melted Process and Heat Treatment on the Properties of Rare Earth Modified Al-Mn Alloy

Ke Linda¹, Xu Weichun², Du Lei¹, Lai Caifang¹, Xiao Meili¹, Chen Chaoran³, Li Baohui¹, Wang Jiang³

(1.Shanghai Engineering Technology Research Center for Near-net Forming of Metal Materials, Shanghai Aerospace Precision Machinery Institute; 2.Shanghai Academy of Spaceflight Technology;
3.State Key Laboratory of High Quality Special Steel Metallurgy and Preparation, the Province and the Ministry, Shanghai University)

Abstract: The effects of different selective laser melting (SLM) parameters on relative density of SLM-processed rare earth modified Al-Mn alloy were investigated and the optimum parameters were presented. On this basis, the influence of heat treatment on mechanical properties of SLM-formed Al-Mn-Sc-Zr alloy was explored. The results indicate that a excessive applied laser energy density (E) leads to the spherical pores inclusion inside, which is attributed to the constituent evaporation. A low E results in the limited overlap ratio, leading to the formation of irregular pores. When E is optimized to 52.6 J/mm³, the internal defects of SLM-processed parts are reduced with improved densification level of 99.8%. Two kinds of grain morphology can be observed in the molten pool: equiaxed grains generated at the bottom and columnar grains at the center. Tensile properties and micro-hardness of the alloy can be improved effectively by heat treatment. After annealing at 300 ℃ for 4 h, specimens exhibit excellent tensile properties, where tensile strength reaches 756 MPa and elongation is 11%. The micro-hardness of the as-deposited specimens are 131.2 HV_{0.2} whereas that annealed at 280 ℃ for 6 h is 178.3 HV_{0.2}.

Key Words: Selective Laser Melting, Process Parameters, Heat Treatment, Al-Mn Alloy, Mechanical Properties

选区激光熔化(Selective Laser Melting, SLM)作为一种增材制造技术,可直接成形高精度、高性能的复

收稿日期:2021-04-17
基金项目:国家重点研发计划重点专项资助项目(2018YFB1106000);省部共建高品质特殊钢冶金与制备国家重点实验室、上海市钢铁冶金新技术开发应用重点实验室开放课题资助项目(SKLASS 2020-08);上海市科学技术委员会资助项目(19DZ2270200)
第一作者简介:柯林达,男,1986 年出生,高级工程师,上海(201600),E-mail:kelinda_casc@163.com
引用格式:柯林达,许伟春,杜磊,等. 激光选区熔化工艺及热处理对稀土改性 Al-Mn 合金性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(7):817-820.
KE L D, XU W C, DU L, et al. Effect of selective laser melted process and heat treatment on the properties of rare earth modified Al-Mn alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(7):817-820.

杂构件,且后续加工量少,在航空航天等领域具有广阔的应用前景,近年来得到广泛关注与快速发展^[1]。

目前,国内外学者已开展涵盖钛合金^[2]、铝合金^[3]、高温合金^[4]、不锈钢^[5]等多种材料的 SLM 成形工艺研究。SLM 成形铝基材料研究主要聚焦于 Al-Si 系、Al-Cu 系以及 Al-Zn-Mg 系。其中,Al-Cu 系以及 Al-Zn-Mg 系合金的 SLM 成形工艺性较差,成形过程中裂纹倾向严重。Al-Si 系合金 SLM 成形工艺性能最好,然而其力学性能低于 Al-Cu 系以及 Al-Zn-Mg 系合金,极大地制约了 Al-Si 系合金在航空航天领域的应用前景。KARG M 等^[6]对比了 2024 和 2022 铝合金的成形性,发现 2024 铝合金能够获得高达 99.9% 的致密度,其工艺窗口较宽,但是热裂纹无法消除,成形难度大于 2022 铝合金。KAUFMANN N 等^[7]通过在 7075 合金中添加 4% 的粒径小于 10 μm 的 Si,成功实现了 7075 铝合金的无裂纹成形,但是其致密度不理想。除 2XXX 和 7XXX 高强铝合金之外,其他系列的铝合金的 SLM 成形研究也成为关注重点。空客公司针对航空航天铝合金零件增材制造的需求,开发出一种增材制造专用高强铝合金粉末材料 Scam alloy,其抗拉强度和屈服强度分别可达 520 MPa、480 MPa,伸长率可达 8%^[8]。

本课题利用 SLM 技术在不同工艺参数下制备新型稀土改性 Al-Mn 合金试样,研究了不同工艺参数下成形试样的致密性及孔洞形成机理,分析了 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金内部的显微组织特征,探讨了热处理工艺对 Al-Mn-Sc-Zr 合金拉伸性能与显微硬度的影响,以实现 SLM 成形工艺优化以及力学性能调控。

1 试验材料与设备

1.1 试验材料

采用气雾化制备 Al-Mn-Sc-Zr 合金粉末,通过机械筛分获得粒径为 15~53 μm 的颗粒,粉末形貌见图 1。使用前置于真空干燥箱内进行加热干燥处理,加热温度为 200 ℃,保温时间为 2~3 h。成形试验基板选用 45 mm 厚的 2A14 铝板,表面经吹砂处理后用酒精擦拭干净。

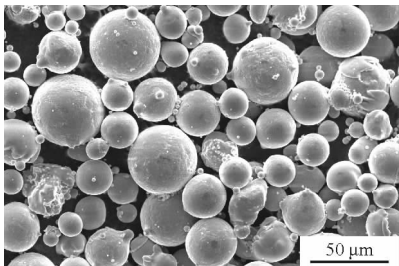


图 1 Al-Mn-Sc-Zr 合金粉末形貌

Fig.1 Powder morphology of Al-Mn-Sc-Zr alloy

1.2 试验过程

采用 BLT-S300 成形设备,最大成形尺寸为 250 mm×250 mm×400 mm。激光器为 IPG400 W 光纤激光器,采用振镜式扫描。试验过程中通入高纯氩气作为惰性保护气氛。引入激光能量密度 E ,其表达式为:

$$E = \frac{P}{HDv} \tag{1}$$

式中, P 为激光功率; H 为扫描间距; D 为粉层厚度; v 为扫描速度。表 1 为 4 组 SLM 成形试样工艺参数。

表 1 试样成形工艺参数

Tab.1 Forming process parameters of specimens				
P/W	$v/$ (mm·s ⁻¹)	$D/$ μm	$H/$ μm	$E/$ (J·mm ⁻³)
410	900	30	190	79.9
390	1 300	30	190	52.6
390	1 500	30	190	45.6
370	1 500	30	190	43.3

对 SLM 成形试样在空气循环炉中进行时效处理,热处理工艺参数为 300 ℃保温 4 h 和 280 ℃保温 6 h。

1.3 试样的表征与分析

采用 Kroll 试剂腐蚀试样后,在 LECIA DMR 金相显微镜下观察显微组织。采用 HVS-1000A 显微维氏硬度计测试试样硬度。采用 XYA 105C 型微机控制电子万能试验机测试室温拉伸性能。

2 试验结果与分析

2.1 致密化行为

图 2 为不同激光能量密度下 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金试块截面抛光腐蚀后的 OM 图像。可以发现,能量密度为成形致密度的重要影响因素。能量密度过高或过低均导致 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金致密度下降。但是,高能量密度和低能量密度下合金内部的孔洞形态具有明显差异。高能量密度下($E=79.9$ J/mm³),合金内部主要为圆形的大尺寸孔洞,而在低能量密度下,合金内部孔洞尺寸相对较小,且形状不规则。分析认为,在高能量密度下,熔池温度过高,导致熔池内低熔点元素发生严重气化,由于熔池快速凝固,导致熔池内气体无法逃逸,从而残留在熔池内形成孔洞。另外,高能量密度下,容易引起匙孔熔池,匙孔底部剧烈气化膨胀对熔池内壁产生巨大冲击,从而引起熔池内壁局部向熔池内部凹陷,周围金属熔池在重力和表面张力的协同作用下发生塌陷,造成匙孔失稳,并将匙孔底部的金属蒸气和保护气氛卷入熔池内形成气泡^[9]。 $E=52.6$ J/mm³时,试样致密度最高,达到 99.8%,且内部无明显孔洞等冶金缺陷。在低能量密度下($E=43.3$ J/mm³),

熔池尺寸较小,导致相邻熔道、相邻层间的搭接不良,从而形成不规则的孔洞。同时,在低能量密度下,扫描速

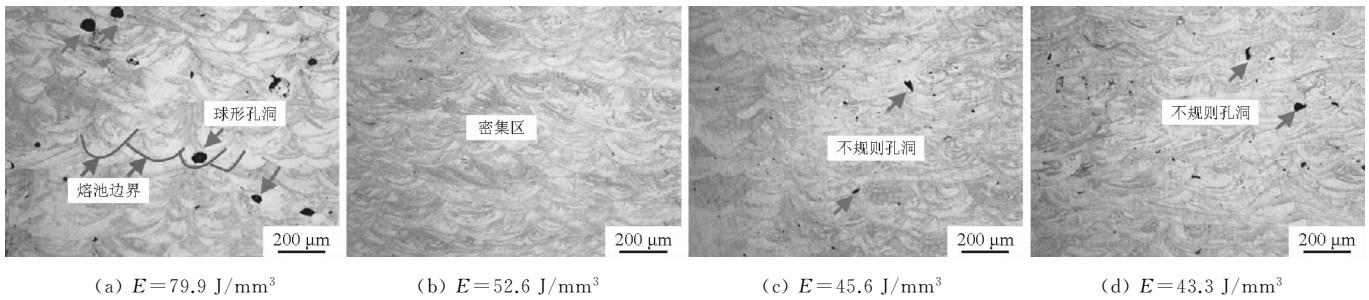


图2 不同能量密度下 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金的显微组织

Fig.2 Microstructure of SLM-formed Al-Mn-Sc-Zr alloy under various energy densities

形成。

2.2 显微组织

图3为优化工艺参数下 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金试样的 EBSD 图。由于 SLM 成形过程的快速冷却、快速凝固机制,导致合金内部晶粒细小。然而熔池单元内不同区域的热行为存在很大差异,导致熔池内部不同区域呈现不同的显微组织形态。SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金熔池边缘主要为晶粒尺度细小的等轴晶,由于熔池边缘区域的热量主要沿垂直于熔池边缘方向散失,导致熔池中心的晶粒主要为沿垂直于熔池边缘方向生长的柱状晶^[10],同时由于熔池中心散热缓慢,导致中心区域的柱状晶相对熔池边界的等轴晶出现明显粗化。

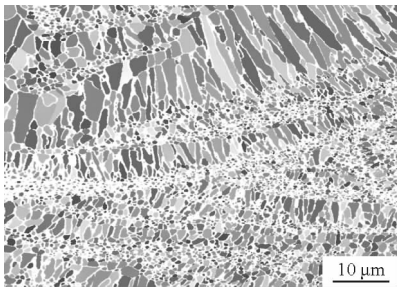


图3 Al-Mn-Sc-Zr 合金试样 EBSD 图

Fig.3 EBSD map of SLM-formed Al-Mn-Sc-Zr alloy

2.3 拉伸性能

SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金的力学性能见表2,其应力-应变曲线见图4。可以看出,SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金沉积态的抗拉强度和伸长率分别为 428 MPa 和 19.5%,强度与传统 Al-Si 系合金相近,但明显表现出更加优异的塑性。相关研究发现,热处理会促进 Al 基合金材料中稀土元素(Sc、Zr)以 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒形式析出,阻碍位错运动,进而提高基体的力学性能^[11]。由表2可知,当热处理温度为 280 °C 时,保温时间由 3 h 增加至 6 h,合金强度由 515 MPa 提升至 570 MPa,然而伸长率则由 16.0%降低至 7%。当保温时间一定时,合金强度随着热处理温度的升高而升高,塑性则降低。

度过快会增加熔池的不稳定性,不稳定的液相诱发球化效应,进而影响后续的铺粉质量,导致合金内部的孔洞

热处理过程中 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒的弥散析出起到阻碍位错运动效应,提高了合金强度。但随着温度继续升高以及热处理时间的进一步延长,会诱导 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒粗化,粗大的析出相导致合金塑性下降明显。总体而言,当热处理制度为 300 °C×4 h 时,Al-Mn-Sc-Zr 合金具有良好的综合力学性能,其抗拉强度可达 560 MPa,且伸长率为 11%。

表2 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 不同状态下合金试样的力学性能

Tab.2 Tensile properties of SLM-formed Al-Mn-Sc-Zr at different states			
状态	抗拉强度/MPa	屈服强度/MPa	伸长率/%
沉积态	428	377	19.5
280 °C×2 h	515	495	16.0
280 °C×4 h	536	523	13.5
280 °C×6 h	570	558	7.0
300 °C×4 h	560	541	11.0
320 °C×4 h	576	550	8.5

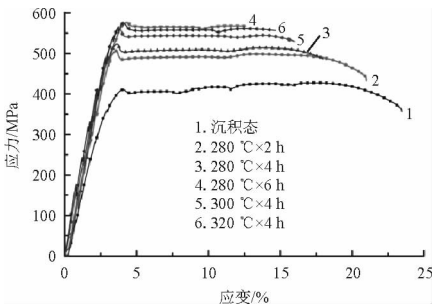


图4 不同热处理工艺下 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金的应力-应变曲线

Fig.4 Stress-strain curves of SLM-formed Al-Mn-Sc-Zr alloy under different heat treatment processes

2.4 显微硬度

不同热处理工艺下 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金的显微硬度见图5。可以发现,沉积态的 Al-Mn-Sc-Zr 合金的硬度(HV_{0.2})最低,为 131.2,合金经热处理之后,由于纳米 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒的析出强化效应,硬度明显提升。整体而言,合金经热处理之后,其硬度随着热处理温度的升高与保温时间的延长而升高。Al-Mn-Sc-Zr

合金经 $280\text{ }^{\circ}\text{C}\times 6\text{ h}$ 热处理之后,合金硬度($\text{HV}_{0.2}$)最高,达到 178.3,提升了 35.9%。

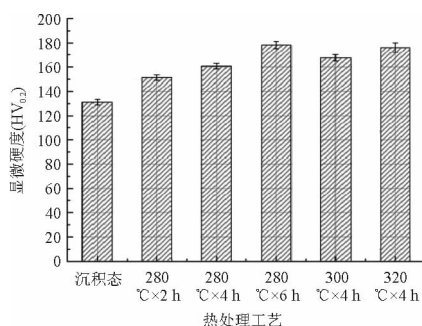


图 5 不同热处理工艺下 SLM 成形 Al-Mn-Sc-Zr 合金的显微硬度

Fig.5 Micro-hardness of SLM-formed Al-Mn-Sc-Zr alloy under different heat treatment processes

3 结 论

(1) Al-Mn-Sc-Zr 合金 SLM 成形试样的致密度与加工过程的能量密度密切相关,经优化 SLM 工艺参数,当能量密度为 52.6 J/mm^3 时,试样内部无明显冶金缺陷,且致密度可达 99.8%。

(2) 由于激光加工过程中的快速冷却作用,Al-Mn-Sc-Zr 合金晶粒细小,但熔池内部晶粒存在较大差异,熔池边缘为等轴晶,熔池中心为柱状晶。

(3) Al-Mn-Sc-Zr 合金经热处理之后,力学性能明显提升,在 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保温 4 h 后,Al-Mn-Sc-Zr 合金的抗拉强度可达 560 MPa,且伸长率为 11%。

(4) Al-Mn-Sc-Zr 合金显微硬度随热处理温度的升高以及保温时间的延长而提高,经 $280\text{ }^{\circ}\text{C}\times 6\text{ h}$ 热处理之后,硬度($\text{HV}_{0.2}$)达到 178.3。

参 考 文 献

- [1] 卢秉恒,李泽尘.增材制造(3D 打印)技术发展[J].机械制造及其自动化,2013,42(4):1-4.
- [2] 甘章华,梁宇,王锦林,等.热处理工艺对 TC4 钛合金组织及硬度的影响[J].金属热处理,2014,39(9):36-40.
- [3] OLAKANMI E O. Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al-Mg, and Al-Si powders; Effect of processing conditions and powder properties[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2013, 213(8): 1 387-1 405.
- [4] 王会阳,安云岐,李承宇,等.镍基高温合金材料的研究进展[J].材料导报,2011(s2):482-486.
- [5] 杨永强,罗子艺,苏旭彬,等.不锈钢薄壁零件选区激光熔化制造及影响因素研究[J].中国激光,2011,38(1):60-67.
- [6] KARG M, AHUJA B, KURYNTSEV S, et al. Processability of high strength aluminium-copper alloys AW-2022 and 2024 by laser beam melting in powder bed[A]. International Solid Freeform Symposium[C]. Austin: TX, 2014.
- [7] KAUFMANN N, IMRAN M, WISCHEROP TM, et al. Influence of process parameters on the quality of aluminum alloy EN AW 7075 using selective laser melting (SLM)[J]. Physics Procedia, 2016, 83: 918-926.
- [8] SPIERINGSA A B, DAWSONB K, KERNC K, et al. SLM-processed Sc- and Zr- modified Al-Mg alloy: Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment[J]. Materials Science & Engineering, 2017, A701: 264-273.
- [9] MATSUNAWA A. Dynamics of key hole and molten pool in high power laser welding[J]. Journal of Laser Applications, 1998, 10(6): 247-254.
- [10] RAPPAZ M. Development of microstructures in Fe-15Ni-15Cr single crystal electron beam welds[J]. Metall. Trans., 1989, A20: 1 125-1 138.
- [11] ARDELLI A J. Precipitation hardening[J]. Metall. Trans., 1985, A16: 2 131-2 165.

(编辑:彭瑾)

中国民用飞机钛合金用量年增长率约 6.5%

中国航空工业发展中心发表了《民用飞机中国市场预测 2019~2038》,报告指出,未来世界民航业仍将快速增长,而中国将成为最具活力和发展最快的民航市场。从未来发展趋势看,国民经济持续稳定增长、旅游业快速发展、城市化进程加快以及国民消费升级等因素是中国航空运输市场发展的主要动力。预计 2019~2038 年中国航空运输将保持较快的增长速度,整个期间客运周转量(RPK)年均增长率为 6.1%。

在民机制造中,钛材主要用于发动机与起落架结构,在起落架系统中有一些结构件在降落地面时受到巨大的冲击力,须用钛合金锻造,用的是 TC4(Ti-6Al-4V)合金,其成分(质量分数):Al 为 5.5%~6.8%,V 为 3.5%~4.5%,杂质含量 Fe 不高于 0.30%、C 不高于 0.10%、N 不高于 0.05%、O 不高于 0.20%,其他杂质合计不高于 0.4%、其余为 Ti。开坯锻造温度为 $950\sim 1\ 150\text{ }^{\circ}\text{C}$,以后的锻造温度约为 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$,退火变形量为 30%~70%。发动机系统选用可在较高温度下长期工作的钛合金,它在工作温度范围内有相当高的瞬时强度和持久强度。室温下有较好的加工成形性能、较高的抗蠕变性能和良好的热稳定性。在室温及高温均有良好的抗疲劳性能。民航发动机的盘、叶片、进气机匣等都是用钛合金制造的。用的典型合金有 TC4、TC6(Ti-6Al-2.5Mo-2Cr-0.5Fe-0.3Si)和 TC11(Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si)。

2020~2038 年是中国民航的大发展时期,钛材在民机制造中用量的年平均增长率可达 6.5%。在大飞机 C919 制造中,铝合金占 65%,约 14 t/架,钛合金约占 8%,约 1.73 t;前机身压板,用 TC4 合金制造,吊挂上接头与中梁、发动机连接框、普通框为 TC4 合金锻件,机头蒙皮使用一部分钛合金。ARJ21 支线客机后机身的用材为 TC4 合金退火板材,机身蒙皮为 TC4 合金,起落架一些构件为 TC4 合金锻件。

(摘自中国有色网)