

# Al-Mn-Sc 合金的选区激光熔化工艺优化及室温与高温力学性能研究

熊孝经<sup>1</sup>, 吴晓鹏<sup>1, 2</sup>, 张 唯<sup>3</sup>, 汤华平<sup>1</sup>

(1. 季华实验室, 广东佛山 528200; 2. 东北大学, 辽宁沈阳 110819;

3. 广东峰华卓立股份有限公司, 广东佛山528200)

**摘要:** 通过探究能量密度对Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr (wt.%)合金致密度的影响, 优化其成形工艺, 并进一步分析该合金在时效过程中组织变化及其室温与高温力学性能。结果表明: 随着能量密度增大, 合金致密度先增后减。当能量密度为77.6 J/mm<sup>3</sup>时, 即激光功率275 W、扫描速率985 mm/s、扫描间距0.12 mm、层厚0.03 mm, 可获得致密的、缺陷少的合金材料。沉积态合金显微组织由等轴晶和柱状晶组成, 周围分布着细小富Mn相; 300 °C/5 h时效后, 晶内析出大量纳米Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)相。同时, 时效后合金表现出优异的室温与高温力学性能, 其室温屈服强度、抗拉强度和伸长率分别是500 MPa、536 MPa和12.3%, 高温(250 °C)屈服强度、抗拉强度和伸长率分别为224 MPa、299 MPa和11.5%。

**关键词:** 选区激光熔化; Al-Mn-Sc; 高温力学性能

## 作者简介:

熊孝经(1985-), 男, 工程师, 硕士, 研究方向为铝合金及3D打印成形。电话: 18261524388, E-mail: 239439135@qq.com

## 通讯作者:

汤华平, 男, 助理研究员, 博士。E-mail: tanghp@jihualab.ac.cn

中图分类号: TG132.3

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2024)

05-0626-06

## 基金项目:

季华实验室自立项目“航空级高强度铝合金粉末研制及低成本合金制粉技术研发(X200171TM200)”。

## 收稿日期:

2023-10-16 收到初稿,

2024-01-12 收到修订稿。

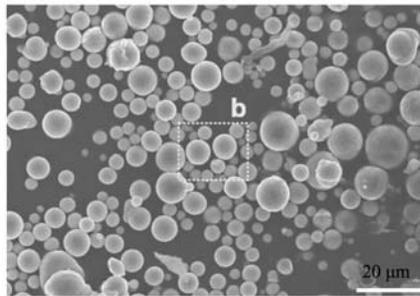
金属增材制造技术(Additive Manufacturing, AM)是基于快速成形发展起来的先进制造技术, 由于可以有效地缩短产品的研制周期, 被广泛应用于航天航空、医学等领域。目前主流增材制造技术有激光近净成形、选区激光熔化(Selective Laser Melting, SLM)和电子束熔融<sup>[1-3]</sup>。SLM技术是基于粉末床铺粉的激光增材制造技术, 可实现复杂内部流道等传统成形技术难以实现的复杂薄壁精密构件制造, 具有成形精度高、表面质量好与力学性能优异等优点<sup>[4-5]</sup>。同时, 铝合金具有较高的比强度和耐腐蚀性能, 是交通运输、航空航天领域常用的一种轻质结构材料, SLM技术可实现复杂铝合金构件的自由实体成形, 在高性能复杂铝合金构件增材制造中有重要应用前景。

与钛合金、钴合金、镍合金和不锈钢等相比, SLM成形铝合金体系研究相对少, 主要是因为铝合金粉末对激光的反射率较高, 并且铝合金粉末在熔化后表面容易发生氧化, 导致SLM成形铝合金存在巨大挑战。目前SLM成形铝合金主要以Al-Si系合金为主, 如AlSi10Mg、Al-12Si, 因为Al-Si系共晶和近共晶成分在熔融状态下具有良好的流动性, 热裂倾向较小<sup>[6]</sup>。然而Al-Si系合金的力学性能较低, 屈服强度低于350 MPa, 伸长率低于6%, 且表现出较强的各向异性<sup>[7-8]</sup>。传统高强铝合金(2系、7系)是航空领域应用最多的材料, 其凝固区间较宽, 热裂倾向较严重, 无法应用于航空业快速发展的3D打印技术。研究表明, 铝合金中掺入微量的稀土元素钪(Sc)可以细化铝基晶粒, 提高合金的强韧性和成形性。近年来, 以Sc合金化为基础, 选区激光熔化Al-Mn-Sc和Al-Mg-Sc系合金被开发出来, 它们以Sc和Zr为主要添加元素, 形成的初生Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)相对显微组织有强烈细化效果, 时效析出纳米级Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)具有显著强化效应, 使合金具有良好成形性和优异的室温力学性能<sup>[9-10]</sup>。然而, 一些零件需要在较高环境温度下服役, 对铝合金的高温性能也提出了更高要求。现阶段Al-Mn-Sc合金的微观组织演变与强韧化机理研究较多, 而与其高温性能相关的研究还较少。

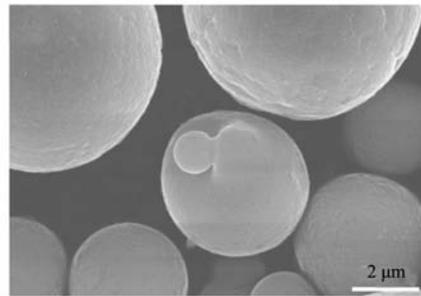
因此, 本文基于Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr (wt.%)合金, 探究能量密度对该合金致密度的影响, 优化成形工艺, 获得致密缺陷少的合金材料; 研究该合金经时效后的显微组织及其室温、250 ℃高温拉伸性能, 分析其断裂方式。通过以上研究将为航空航天用3D打印高强铝合金的应用提供有利参考。

## 1 试验材料与方法

选用纯铝、纯Mg、Al-20Mn、Al-2Sc和Al-10Zr



(a) 低倍



(b) 高倍

图1 Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr合金粉末形貌

Fig. 1 Morphology of the Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr alloy powders

表1 金属粉末化学成分

Table 1 Chemical composition of the powders  $w_B/\%$

Al	Mn	Mg	Sc	Zr	Fe	Si
余量	4.48	1.39	0.61	0.17	0.12	0.04

优化, 主要是实体填充参数, 包括激光功率 ( $P$ )、扫描速度 ( $v$ ) 和扫描间距 ( $H$ ), 层厚 ( $t$ ) 保持为 0.03 mm, 基板温度为 100 ℃。参数窗口为: 激光功率 250~350 W, 扫描速度 927~1 273 mm/s, 扫描间距 0.08~0.13 μm, 工艺参数见表 2, 并计算了激光能量密度 ( $E$ ), 其计算公式如式 (1) [11]:

$$E = P / (Hvt) \quad (1)$$

采用表 2 中的工艺参数打印方块试样, 其尺寸为 10 mm × 10 mm × 10 mm, 对方块试样表面进行磨抛, 采用排水法对方块试样的实际密度进行测试, 与理论密度相比, 从而获得方块试样的致密度, 其中 Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr 合金的理论密度为 2.80 g/cm<sup>3</sup>。

通过比较致密度与激光能量密度的关系及组织缺陷观察, 确定合金最佳的工艺参数, 即激光功率 275 W、扫描速率 985 mm/s、扫描间距 0.12 mm、层厚 0.03 mm, Al 基板预热温度为 100 ℃。为研究该合金组织与力学能, 制备金相试样与拉伸样品。试样打印完成后, 用线切割从基板上切下来。金相试样需要先将样品进行打磨和抛光, 然后再使用 Keller 试剂对样品进行腐蚀, 腐蚀时间为 5~10 s, 腐蚀后用较快的速度

中间合金, 根据设计合金成分 Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr (wt.%) 进行配料与熔炼, 在真空气雾化设备上雾化制粉, 对收得的粉末进行粒度分级, 获得选区激光熔化可用的粒径的粉末, 即粒径分布在 10~63 μm 之间, 相应的 D10、D50 和 D90 分别是 9.1 μm、29.7 μm 和 58.6 μm。图 1 是金属粉末的形貌, 从图中可以看出, 粉末球形度较高, 仅有少量卫星粉。进一步测定了金属粉末的化学成分, 结果见表 1。

在 EOS M290 打印机上进行铝合金的工艺参数

表 2 选区激光熔化工艺参数设计

Table 2 Designing process parameters for selective laser melting

序号	激光功率/W	扫描速度/(mm·s <sup>-1</sup> )	扫描间距/mm	层厚/mm	能量密度/(J·mm <sup>-3</sup> )
1	275	1 100	0.10	0.03	83.3
2	350	1 100	0.10	0.03	106.1
3	313	1 273	0.10	0.03	81.8
4	313	1 158	0.12	0.03	77.4
5	200	1 100	0.10	0.03	60.6
6	238	927	0.10	0.03	85.4
7	238	1 042	0.08	0.03	90.8
8	313	927	0.10	0.03	112.4
9	313	1 042	0.08	0.03	119.4
10	238	1 273	0.10	0.03	62.2
11	275	1 215	0.08	0.03	90.1
12	238	1 158	0.12	0.03	58.8
13	275	985	0.12	0.03	77.6
14	238	1 042	0.12	0.03	63.4
15	275	1 273	0.10	0.03	72.0
16	313	1 273	0.12	0.03	68.3

清洗样品表面, 最后用酒精洗净并且吹干。利用光学显微镜 (OM, Olympus AX8971)、扫描电子显微镜 (SEM, Quanta 400 FEG) 和透射电镜 (TEM, FEI

Titan Themis 200) 进行显微组织表征。TEM样品制备过程见文献[7]。值得注意的是, 本文将直接打印成形的铝合金样品称为沉积态样品, 经过时效热处理的铝合金样品称为时效态样品。沉积态样品经300 °C保温5 h的直接时效处理后, 按照国标GB/T 228.1制备室温拉伸试样, 并在万能拉伸机上以1 mm/min的拉伸速率进行室温力学性能测试, 每组样品测试重复三次, 取平均值作为测量结果。高温拉伸试样需在两端加工螺纹, 高温拉伸试验过程中, 设定升温速度为10 °C/min, 保温20 min后, 以1 mm/min的拉伸速率进行拉伸试验, 每组样品测试重复三次, 取平均值作为测量结果。拉伸试验结束后, 对断口进行SEM观察。

## 2 试验结果及讨论

### 2.1 工艺参数优化

图2是沉积态样品的致密度与激光能量密度之间的关系。从图中可以看出, 当激光能量密度在50~95 J/mm<sup>3</sup>的范围内时, 方块试样可以成形, 样品致密度随激光能量密度的提高先增加后降低。当能量密度过高, 超过95 J/mm<sup>3</sup>, 试样变形较严重, 与刮刀碰撞, 导致方块试样不能成形。

选取典型激光能量密度成形样品, 能量密度为58.8、77.6、90.8和119.4 J/mm<sup>3</sup>分别对应11、13、6和9号样品, 进行组织缺陷观察, 结果如图3。组织缺陷观察结果表明: 随着激光能量密度增大, 合金内部缺陷

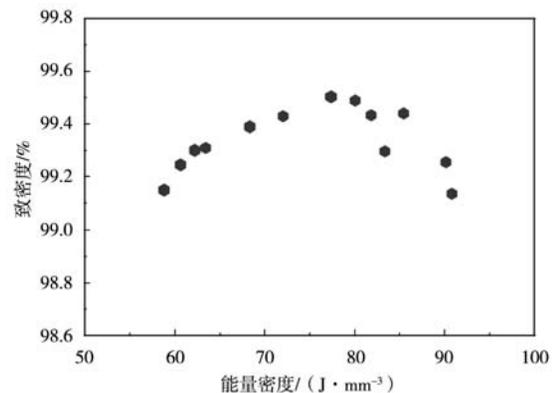


图2 沉积态合金致密度与能量密度的关系

Fig. 2 Relationship between relative density and energy density of as-deposited alloy

先减少后增多。当能量密度较低时, 合金内部存在较多微孔和未熔合颗粒, 如图3a所示; 当能量密度过高, 合金内部出现较多孔洞, 如图3c-d所示; 当激光能量密度为77.6 J/mm<sup>3</sup>时, 合金显微组织较致密, 内部孔洞缺陷较少, 如图3b所示。

综合上述研究, 当激光能量密度在50~95 J/mm<sup>3</sup>的范围内变化时, 沉积态样品的致密度随激光能量密度的提高先增加后降低, 当激光能量密度为77.6 J/mm<sup>3</sup>时, 试样的致密度较高, 达到99.5%, 且具有较少的组织缺陷, 由此确定在该能量密度条件下, 具有较好的成形性, 其相应的成形工艺参数为激光功率275 W、扫描速率985 mm/s、扫描间距0.12 mm、层厚0.03 mm。

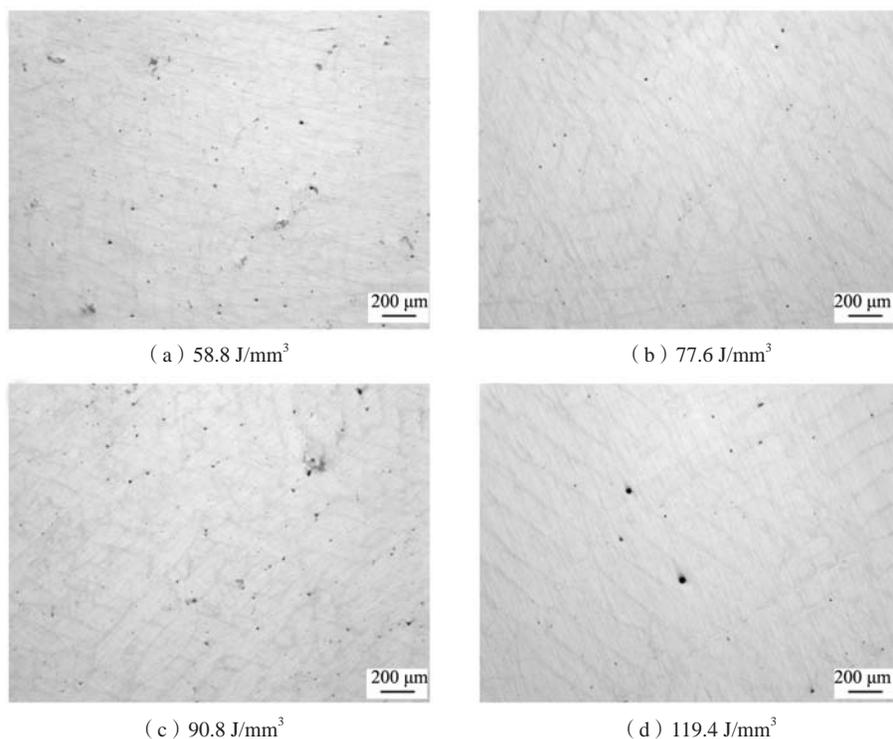


图3 不同工艺条件下沉积态合金的组织缺陷分布

Fig. 3 Defect distribution of as-deposited alloy under different energy density

## 2.2 微观组织

对成形工艺优化后的合金样品进行显微组织观察，图4是沉积态合金相显微组织。从图中可以看出，纵向试样可以观察到典型的鱼鳞状熔池形貌，如图4a所示。横向试样的扫描电子显微镜观测组织如图4b所示，从图中可以观察到清晰的熔池局部不同微观结构，熔池边缘由细小等轴晶组成，熔池心部由柱状晶组成，值得注意的是在晶界附近，分布着较多的第

二相，它们形成近网状结构。

Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr合金经300 °C时效5 h后，采用TEM时效态合金的组织进行观察，结果如图5所示。从图5a可以看出，合金的显微组织由细等轴晶区和柱状晶区组成，细等轴晶的尺寸约为0.5  $\mu\text{m}$ ，柱状晶宽度约1  $\mu\text{m}$ ，长度大于10  $\mu\text{m}$ ，且在晶界附近依然保留着第二相，如图5b所示。研究结果表明：这些第二相主要是富Mn相<sup>[12]</sup>。合金在快速凝固过程中，由于

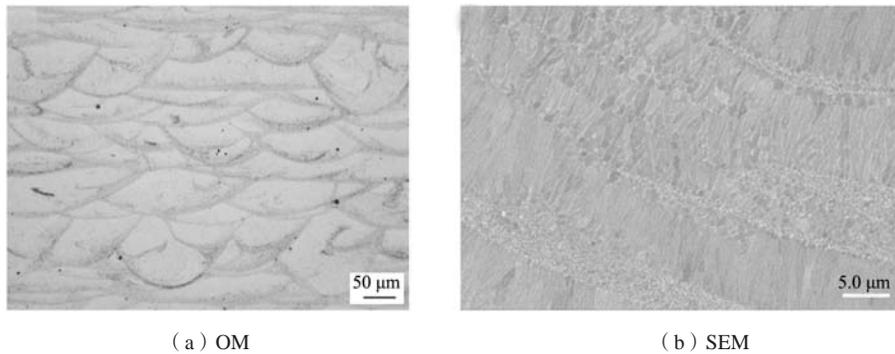


图4 沉积态合金的显微组织  
Fig. 4 The microstructure of the as-deposited alloy

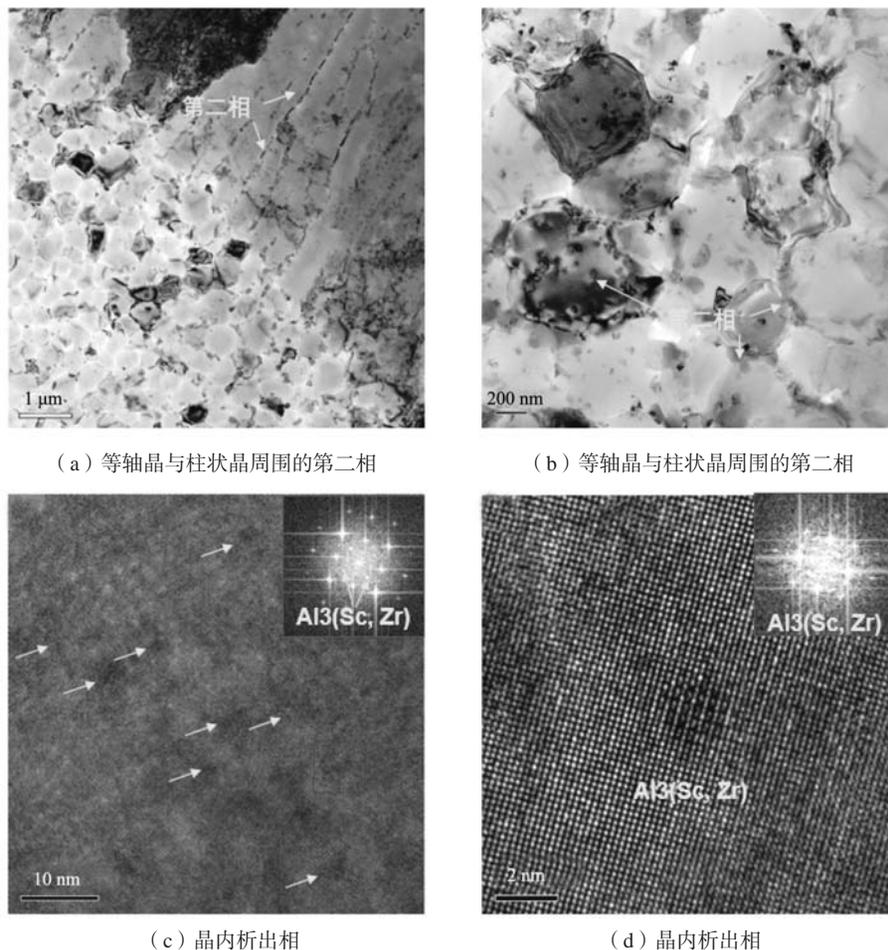


图5 时效态合金的显微组织  
Fig. 5 The microstructure of the aged alloys

$\alpha$ -Al晶粒的形核与长大, Mn元素逐渐富集, 并最终在晶界处形成富Mn相。进一步地, 对铝基体内的微观结构进行HRTEM观察, 如图5c-d所示, 在铝基体内发现大量的纳米析出相, 其对应的衍射花样结果表明它们为 $Al_3(Sc, Zr)$ 相, 与文献报道一致<sup>[9-10]</sup>。这些析出相的形成将产生显著地时效强化效应, 大大提高合金的强度。

### 2.3 室温与高温力学性能

对时效态合金的室温(25℃)与高温(250℃)力学性能进行测试, 获得该合金的室温与高温屈服强度、拉伸强度和断裂伸长率, 测试结果如图6所示。结果表明: 室温下, 时效态合金抗拉强度达到536.3 MPa,

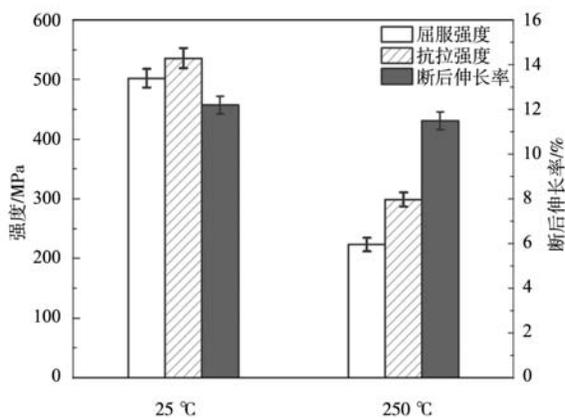


图6 时效态合金的室温与高温拉伸性能

Fig. 6 The tensile properties of the alloy aged at room temperature and 250 °C

屈服强度为502.3 MPa, 断裂伸长率为12.3%; 当温度升高至250℃时, 合金的拉伸性能依然保持了较高水平, 其抗拉强度、屈服强度和伸长率分别为299.1 MPa、223.5 MPa和11.5%。由此看来, 时效态合金不仅具有优异的室温力学性能, 而且具有良好的高温力学性能。

进一步地采用SEM观测了室温与高温拉伸试样的断口形貌, 结果如图7所示。从图7a-b可以看出, 室温试样断口可以看到较多的撕裂棱, 细晶区的撕裂棱密集, 柱状晶区区主要是沿晶开裂, 保存着较为完整的柱状晶形貌。从图7c-d可以看出, 高温试样断口由大量较浅的韧窝和撕裂棱组成, 表明合金呈韧性断裂, 其塑性较好。合金室温与高温拉伸断口形貌不同的原因, 可能与不同温度下合金的强化机制变化有关。在室温条件下, 铝基体中有大量的纳米析出相, 产生显著时效强化, 强化了基体, 相对而言, 晶界是较薄弱位置, 裂纹沿晶界扩展; 在高温条件下, 析出强化效应大大削弱, 晶界中的富Mn相具有耐热性, 使得晶界比基体更强, 拉伸过程优先在铝基体中形成韧窝, 并扩展与断裂。同时也可以看到断口中含有少量未熔合的粉末颗粒(图7c-d), 这些缺陷的存在会引起裂纹萌生和扩展, 导致材料提前失效, 降低合金塑性。

## 3 结论

基于Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr合金, 优化了该合金的选区激光熔化成形工艺, 并研究了该合金在时效过程中组织变化及其室温与高温力学性能, 并分析

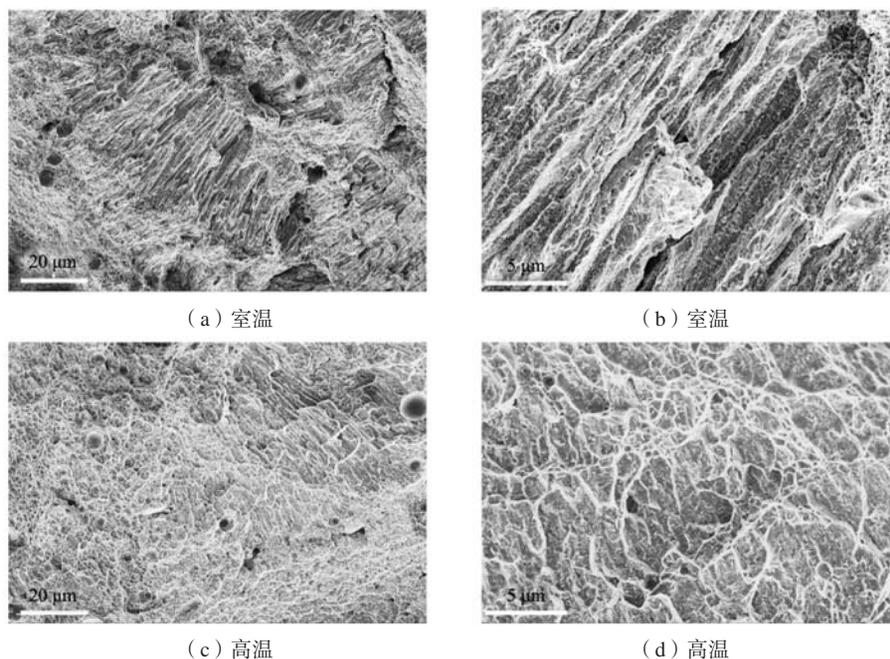


图7 不同温度下合金拉伸断口形貌

Fig. 7 Tensile fracture morphology of the alloy at various temperatures

其断裂方式。

(1) 随着能量密度增大,致密度先增后减。当能量密度为 $77.6 \text{ J/mm}^3$ 时,即激光功率 $275 \text{ W}$ 、扫描速率 $985 \text{ mm/s}$ 、扫描间距 $0.12 \text{ mm}$ 、层厚 $0.03 \text{ mm}$ ,可获得致密缺陷少的合金材料。

(2) 沉积态合金显微组织由细等轴晶和长柱状晶组成,晶界处分布着细小富Mn相;经 $300 \text{ }^\circ\text{C}/5 \text{ h}$ 时效处

理后,铝基体中产生大量纳米析出相 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 。

(3) 时效态合金表现出优异的室温与高温力学性能,其室温屈服强度、抗拉强度和伸长率分别是 $500 \text{ MPa}$ 、 $536 \text{ MPa}$ 和 $12.3\%$ ,高温( $250 \text{ }^\circ\text{C}$ )屈服强度、抗拉强度和伸长率分别为 $224 \text{ MPa}$ 、 $299 \text{ MPa}$ 和 $11.5\%$ ;室温与高温条件下,合金均以韧性断裂方式为主。

#### 参考文献:

- [1] DEBROY T, WEI H L, ZUBACK J S, et al. Additive manufacturing of metallic components-process, structure and properties [J]. *Progress in Materials Science*, 2018, 92: 112–224.
- [2] 刘震, 尤畅, 刘世昌, 等. 增材制造钨基合金的研究进展 [J]. *铸造*, 2023, 72 (7): 781–793.
- [3] 鲍鹏飞, 尹博, 石学智. 低频机械振动对电弧增材制造低碳钢组织和力学性能的影响 [J]. *铸造*, 2023, 72 (3): 250–256.
- [4] BRANDT M. The role of lasers in additive manufacturing [J]. *Laser Additive Manufacturing*, 2017: 1–18.
- [5] HERZOG D, SEYDA V, WYCISK E, et al. Additive manufacturing of metals [J]. *Acta Materialia*, 2016, 117: 371–392.
- [6] 徐远财, 李广宇, 蒋文明, 等. Mg、Ce、Sr复合合金化对A356铝合金组织和性能的影响 [J]. *铸造*, 2023, 72 (9): 1147–1151.
- [7] TANG H, GAO C, ZHANG Y, et al. Effects of direct aging treatment on microstructure, mechanical properties and residual stress of selective laser melted AlSi10Mg alloy [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2023, 139: 198–209.
- [8] 程志瑶, 沈显峰, 王国伟. 退火工艺对选区激光熔化成形AlSi10Mg合金组织和力学性能的影响 [J]. *热加工工艺*, 2022, 51 (2): 121–125.
- [9] 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.
- [10] YANG K V, SHI Y, PALM F, et al. Columnar to equiaxed transition in Al-Mg (-Sc) -Zr alloys produced by selective laser melting [J]. *Scripta Materialia*, 2018, 145: 113–117.
- [11] 吕新蕊, 刘婷婷, 廖文和, 等. 高强铝合金7075激光粉末床熔融凝固裂纹的消除与质量控制 [J]. *中国激光*, 2022, 49 (14): 185–195.
- [12] BAYOUMY D, KWAK K, BOLL T, et al. Origin of non-uniform plasticity in a high-strength Al-Mn-Sc based alloy produced by laser powder bed fusion [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, 103: 121–133.

## Optimization of Selective Laser Melting Process for Al-Mn-Sc Alloy and Its Mechanical Properties at Room and High Temperature

XIONG Xiao-jing<sup>1</sup>, WU Xiao-peng<sup>1,2</sup>, ZHANG Wei<sup>3</sup>, TANG Hua-ping<sup>1</sup>

(1. Jihua Laboratory, Foshan 528000, Guangdong, China; 2. School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, Liaoning, China; 3. Guangdong Fenghua Zhuoli Co., Ltd., Foshan 528000, Guangdong, China)

#### Abstract:

This article examines the influence of energy density on the density of the Al-4.5Mn-1.5Mg-0.6Sc-0.2Zr alloy, introduces an improved forming methodology, and examines microstructural evolution and mechanical properties at room and high temperature. The results show that as energy density rises, the alloy density initially escalates before subsiding. When the energy density reached  $77.6 \text{ J/mm}^3$  (laser power  $275 \text{ W}$ , scanning speed  $985 \text{ mm/s}$ , scanning pitch  $0.12 \text{ mm}$ , and layer thickness  $0.03 \text{ mm}$ ), defect-free dense alloys were realized. The as-deposited microstructure consists of equiaxed grains and columnar grains, encircled by Mn-rich phases. After aging treated at  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  for  $5 \text{ h}$ , a large quantity of nano-sized  $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$  phase precipitates. Simultaneously, the aged alloy demonstrates outstanding mechanical properties, exhibiting room temperature yield strength, tensile strength, and elongation of  $502.3 \text{ MPa}$ ,  $536.3 \text{ MPa}$ , and  $12.3\%$ , respectively. At elevated temperatures ( $250 \text{ }^\circ\text{C}$ ), these remain at  $223.5 \text{ MPa}$ ,  $299.1 \text{ MPa}$ , and  $11.5\%$ , respectively.

#### Key words:

selective laser melting; Al-Mn-Sc; high temperature mechanical properties