

激光熔化沉积法制备 2A50 铝合金热处理工艺

赵宇辉^{1,2,3}, 孙力博^{1,2,4}, 赵吉宾^{1,2}, 王志国^{1,2}, 何振丰^{1,2}, 贺晨^{1,2}

(1. 中国科学院 沈阳自动化研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国科学院 机器人与智能制造创新研究院, 辽宁 沈阳 110169)

(3. 中国科学院大学, 北京 100049)

(4. 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110870)

摘要: 基于激光熔化沉积技术进行了高强度锻造型 2A50 铝合金增材制造实验, 为了提高增材构件的综合力学性能, 开展了增材制造高强度铝合金的热处理工艺研究。结合 X 射线衍射分析仪 (XRD)、扫描电子显微镜 (SEM)、显微硬度仪以及拉伸试验等检测手段, 研究了不同热处理工艺参数对增材试样微观组织及力学性能的影响规律。结果表明: 沉积态试样具有明显的柱状树枝晶结构, 热处理后粗大柱状树枝晶发生断裂, 晶粒开始球化并在晶界处形成均匀分布的块状第二相; 在优化的热处理工艺条件下 (540 °C/1 h+150 °C/16 h), 结合溶质元素的固溶强化与第二相的析出强化作用, 增材试样的屈服强度、抗拉强度、显微维氏硬度的平均值分别由沉积态的 85、207、889.55 MPa 提高至热处理后的 245、321、1344.56 MPa。

关键词: 2A50 铝合金; 激光熔化沉积; 热处理工艺; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG146.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)07-2578-07

时效硬化型 2A50 合金是一种可热处理强化的高强度锻造型铝合金, 由于其密度小、比强度高、耐腐蚀性强等优势广泛应用于国防军工和航空航天领域。随着航空零部件轻量化及结构功能一体化的提出, 仅仅依靠锻造工艺已无法满足复杂形状铝合金零部件的高效制造。增材制造 (additive manufacturing, AM) 也称 3D 打印, 是融合了计算机辅助设计、材料加工与成型技术、以数字模型文件为基础, 通过软件与数控系统将专用的金属材料、非金属材料以及医用生物材料, 按照挤压、烧结、熔融、光固化、喷射等方式逐层堆积, 制造出实体物品的制造技术^[1,2]。与传统制造技术相比, 激光熔化沉积 (laser melting deposition, LMD) 技术具有柔性高、无模具、周期短、不受零件结构限制等优点而被广泛应用于制造结构复杂、近净成形的高强铝合金零部件^[3-5]。由于 2A50 铝合金粉末具有流动性较差、对激光吸收率低、反射率高、热导率高、强氧化性等特点, 沉积成形部件的孔隙率较高, 无法发挥增材制造快速凝固的技术优势, 显著降低了零部件的综合力学性能, 因此, 通过后续热处理

来提高增材构件的力学性能就显得尤为重要^[6-10]。

目前提高金属材料力学性能的方法有第二相粒子强化、后续热处理等方法^[11,12]。第二相粒子的添加一直都是研究的热点, 但这种方法也有一个很突出的缺点, 就是无法实现粒子与粉末完全均匀混合、无法控制第二相粒子在熔池中的运动行为以及第二相粒子的热力学稳定性^[13-15]。相比之下, 热处理对于性能稳定提高的优势得到了较好的体现。目前热处理对激光增材制造构件组织性能方面的研究认为, 热处理后增材制造试样的力学性能均有大幅度的提高, 说明增材制造过程极高的冷却速率, 显著提高了溶质元素的过饱和和固溶程度, 增加了后续时效过程第二相析出数量的同时, 减小了析出相的尺寸^[16-19]。目前, 关于选区激光熔化制备的 Al-Si 系铸造铝合金的热处理工艺研究已经较为成熟, 但是其强度相对较低, 无法满足航空航天对零部件高强度的要求。而高强度的 2A50 铝合金作为航空航天使用较为广泛的金属材料, 其增材制造构件的应用前景广阔, 逐渐得到人们的重视和广泛关注。

综上所述, 为了显著提升高强度锻造型铝合金增

收稿日期: 2021-07-05

基金项目: 国家重点研发计划(2017YFB1104003); 中央引导地方科技发展专项资金(2021JH6/10500119); 国家自然科学基金(51805526); 广东省基础与应用基础研究基金(2020B1515120027)

作者简介: 赵宇辉, 男, 1983 年生, 博士, 副研究员, 中国科学院沈阳自动化研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-83601252, E-mail: yhzhaosia.cn

材构件的综合力学性能，在不同热处理工艺制度条件下，通过对比分析微观组织和力学性能的演变，获得基于激光增材制造件的最优热处理工艺制度，为激光增材制造锻造铝合金零件的后续强化提供一定的工艺参考。

1 实 验

实验采用北京有色金属研究总院雾化法生产的 2A50 铝合金粉末，粉末粒径为 50~150 μm，粉末形貌如图 1 所示。实验前对粉末进行真空烘干，烘干温度为 160 °C，烘干时间为 2 h，将 Φ120 mm×20 mm 的 AlSi10Mg 基板用砂纸打磨后进行超声波清洗以去除表面的氧化膜和污渍。

LMD 实验在中国科学院沈阳自动化研究所第 4 代激光增材制造系统上进行。工艺参数如下：激光功率 3000 W、扫描速率 3 mm/s、送粉速率 1.6 g/min、载气流量 3.3 L/min、扫描方式为双向扫描、光斑直径 4 mm。在该工艺参数下沉积出每层 3 道共 44 层的薄壁铝合金试样，沉积试样如图 2a 所示。随后对沉积后试样进行超声波清洗，去除表面残留的未熔粉末。

将激光熔化沉积后的试样分为 2 组。将第 1 组试样进行 1#时效处理试验，研究不同时效时间对组织性能的影响规律，即在 540 °C 条件下保温 1 h 后在 150 °C 分别时效 4、8、16、24 h，在空气中冷却；将第 2 组试样分别进行 2#、3#、4#不同固溶温度的 T6 处理，即固溶加时效的处理方式。实验中需要注意的是在固溶处理时采用试样到温入炉，出炉后水淬至室温；时效处理也采用试样到温入炉，出炉后水冷至室温。热处理工艺参数如表 1 所示，工艺路线图如图 3 所示（其中 SHT: solution heat treatment; AA: artificial aging）。

采用差示扫描量热仪（TGA-DSC）进行固溶温度的测试，试样质量 15~30 mg，使用乙醇对样品进行超声

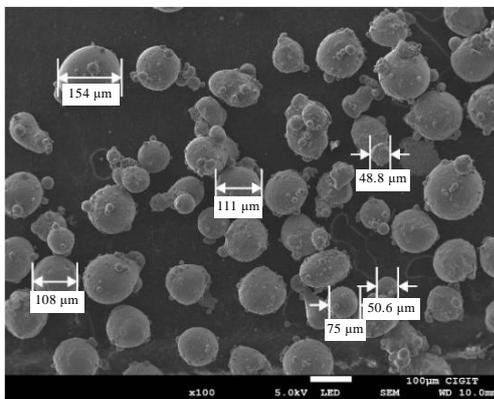


图 1 2A50 铝合金粉形貌

Fig.1 Morphology of 2A50 aluminum alloy powder

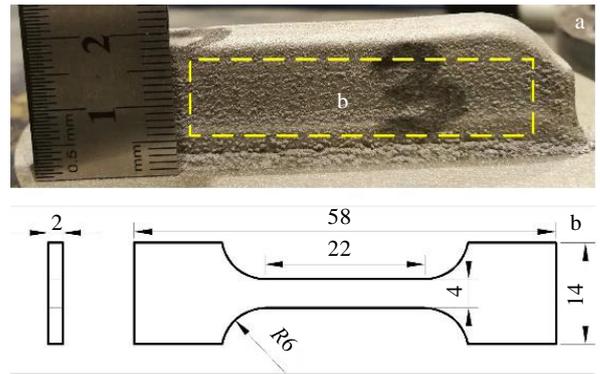


图 2 热处理测试的拉伸试样

Fig.2 Tensile specimen for heat treatment test: (a) specimen prepared by LMD; (b) tensile specimen

波清洗，升温速率为 5 °C/min，升温范围为 30~700 °C，试验全程均在氩气氛围下进行，流量为 50 mL/min，并使用纯铝作为参照样。将抛光好的试样，经 Keller 试剂（95 mL H₂O, 2.5 mL HNO₃, 1.5 mL HCl, 1.0 mL HF）腐蚀 15 s 后拍摄金相照片。采用光学显微镜（Zeiss Vert.A1）和扫描电子显微镜（Zeiss EVO 10）进行微观组织观察。采用 X 射线衍射分析仪（PANalytical X'Pert PRO）进行物相分析。采用显微硬度仪（Future-tech FM-310）进行试样硬度测量，载重 200 g，加载时间为 15 s。拉伸试样尺寸与如图 2b 所示，使用 INSTRON 5982 万能试验机进行拉伸实验，拉伸速率为 0.1 mm/min，并使用扫描电子显微镜观察断口形貌。

2 结果与讨论

2.1 DSC 曲线分析

沉积态 2A50 铝合金的 DSC 曲线如图 4 所示，由图可见，曲线分别在 542 和 656 °C 附近出现了吸热峰。铝合金的熔点约为 650 °C，因此 656 °C 峰是铝合金熔化的吸热峰。而曲线在 540 °C 附近产生吸热峰表明在该温度范围有结晶相的熔化现象，即非平衡低熔点共晶相的熔化温度。

表 1 热处理工艺参数

Table 1 Parameters of heat treatment process	
No.	Heat-treatment process
1#	540 °C/1 h+150 °C/4, 8, 16, 24 h
2#	520 °C/1 h+150 °C/16 h
3#	540 °C/1 h+150 °C/16 h
4#	560 °C/1 h+150 °C/16 h

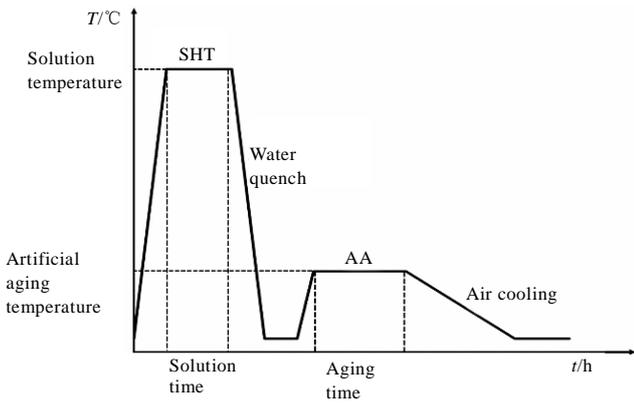


图 3 LMD 2A50 铝合金的热处理工艺路线

Fig.3 Heat treatment process route of LMD 2A50 aluminum alloy

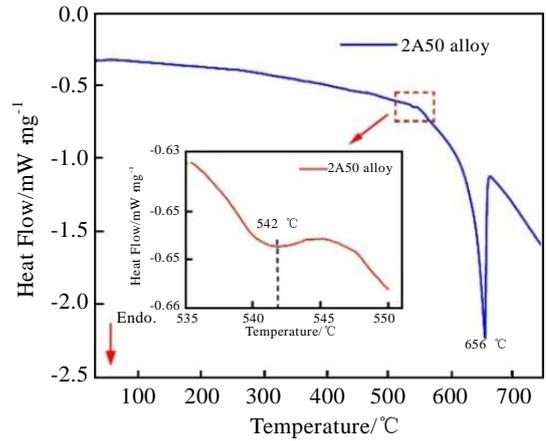


图 4 激光熔化沉积 2A50 铝合金 DSC 曲线

Fig.4 DSC curve of the 2A50 aluminum alloy prepared by LMD

2.2 固溶处理对微观组织的影响

图 5a~5c 为激光熔化沉积态试样的微观组织，图 5a 所示为激光熔化沉积 2A50 铝合金块体试样的宏观金相组织，结合图 5b 可以看到，激光熔化沉积后的微观组织主要分为 2 个区域，其中区域 A 为重熔区域，即层与层之间的激光重复扫描的区域，区域 B 内主要为柱状晶组织，这是因为激光熔化沉积时，熔池底部温度梯度较高而冷却速度较小，枝晶会沿着最大散热方向的相反方向优先生长，形成垂直于前一沉积层表面的柱状晶组织。图 5c 为放大后的 B 区域，可以更清晰从图中观察到该区域的微观组织由较亮的第二

相和较深色的 α -Al 基体组成，并且第二相沿着柱状树枝晶界处分布，长度较长并且连续，数量较多。图 5d~5f 分别为在固溶温度为 520, 540, 560 °C 处理后试样的扫描电镜组织。从图中可以看出经过固溶处理后原本微观组织中的柱状树枝晶由连续状变为断续链状，最后消失，整个微观组织变均匀，随着固溶温度的提高，晶界处的第二相逐渐发生分解并回溶入基体，晶界处第二相的数量逐渐减少，并伴有第二相球化的现象，随着固溶温度提高，球化现象变强。结合图 4 中 DSC 的检测结果，非平衡共晶相的溶解温度约为

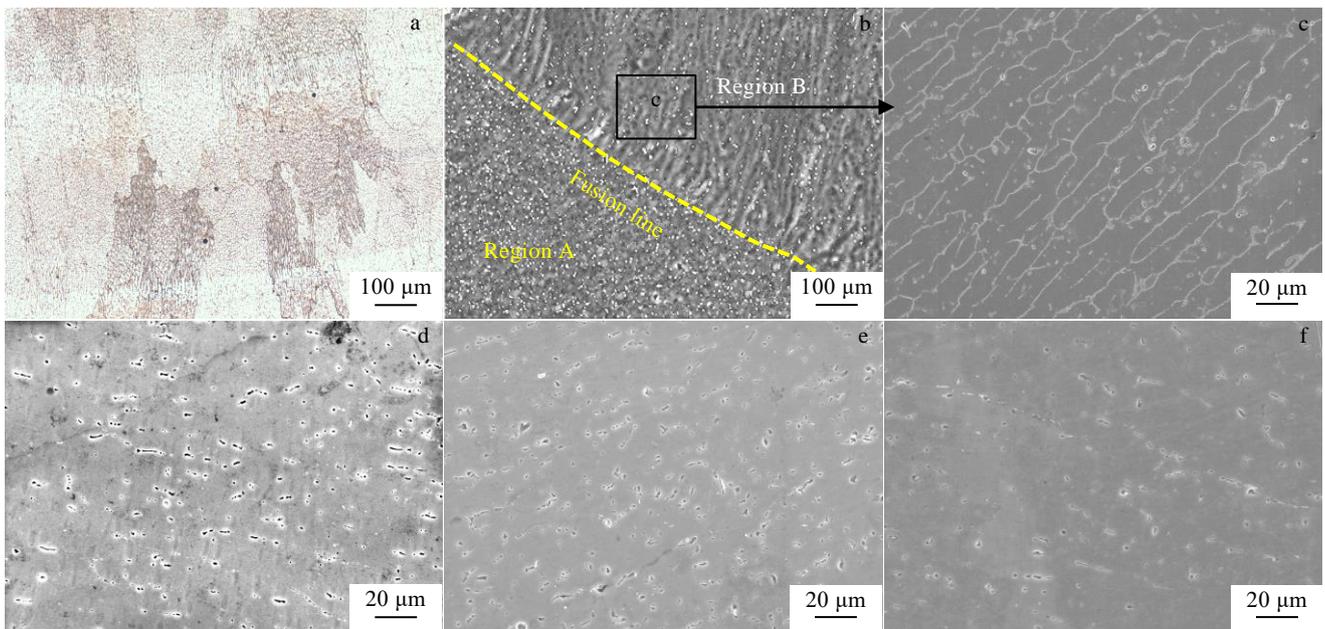


图 5 激光熔化沉积 2A50 铝合金试样 OM 及 SEM 微观组织

Fig.5 Microstructures of LMD 2A50 aluminum alloys by OM (a) and SEM (b~f): (a, b) as-deposited; (c) enlarged view of region B in Fig.5b; solid solution treated at 520 °C (d), 540 °C (e), and 560 °C (f)

542 °C, 因此在提高固溶强化效果的同时避免过烧, 固溶温度设定为 540 °C 较好。

图 6 为 LMD 2A50 铝合金和 540 °C 固溶处理后试样的 EDS 面扫描图。如图 6a 所示, 沉积态合金结晶相呈链状连续分布于晶界上, 其中相对应的图谱显示第二相主要含有 Cu、Si、Mg 等合金元素, 为 Al-Cu-Mg-Si 相; 通过图 6b 可以观察到, 固溶处理后晶界处部分第二相发生分解与回溶, 由连续分布的链状结晶相转变成断续分布的块状结晶相, 而且第二相的尺寸也由沉积态的 10~20 μm 缩短至热处理后的小于 5 μm。同时可以明显地观察到晶界处 Cu 元素的富集程度减弱, Mg 和 Si 元素的富集增强, 推测是有部分 Mg₂Si 相的析出与长大; 热处理过程中发生了第二相的转变, 具体的结晶相的类型与组成还需要结合后面 XRD 的检测结果。

2.3 固溶处理对组成相的影响

为了研究不同热处理工艺条件下试样中结晶相成分与类型的变化, 对试样进行了 X 射线衍射分析, 结果如图 7 所示 (其中, SHA: solution heat treatment+artificial aging)。可以从图谱结果上看到, 3 种不同固溶温度的热处理后试样的结晶相类型均为 α-Al、Mg₂Si、Al_{1.9}CuMg_{4.1}Si_{3.3}。

对比未进行热处理的试样, 发现试样的组成相增加了 Mg₂Si 和 Al_{1.9}CuMg_{4.1}Si_{3.3} 2 种相, 结合图 6 中观察到

的 Cu 元素的富集减弱、Mg 和 Si 元素的富集增强以及仅有 Mg、Si 元素富集的现象, 推测可能是热处理的过程中合金中的 Q 相 (AlCuMgSi 四元相) 转变为了 Mg₂Si 和 Al_{1.9}CuMg_{4.1}Si_{3.3} 2 种相。这一点与 Wang^[15]在对 Al-Cu-Mg-Si 合金进行热处理时发现的结果相似。同时在与相同工艺参数未做热处理的激光熔化沉积 2A50 铝合金试样的 XRD 图谱对比时发现, 520 和 560 °C 热处理后的试样, 其 Al 相的最强峰消失, 而 540 °C 试样 Al 相的最强峰从 (111) 转变到 (200)。并且经过热处理后试样图谱中的半峰全宽并没有发生明显改变, 这说明热处理后试样的枝晶尺寸没有明显的增加。这与中南大学的研究学者在使用相同激光加工技术后进行热处理得到的结果一致^[18]。

2.4 工艺参数对显微硬度的影响

经过不同时效时间处理后合金试样的显微硬度 (HV) 如图 8 所示。由图所见, 随着时效时间的延长, 显微硬度呈先升高后降低的趋势, 在时效时间为 16 h 时试样的显微硬度值最大, 硬度值为 1344.56 MPa。从硬度曲线变化趋势来看, 固溶后合金的整个时效过程分别经历了欠时效、峰时效、过时效 3 个阶段。结合微观组织可以分析出欠时效阶段合金组织中析出相逐渐形核、长大, 从而引起晶格畸变, 显微硬度不断升高。在时效 16 h 时硬度达到最大值, 此时基体内析出了弥散分布大量的第二相, 而且此时析出相的晶格常数与

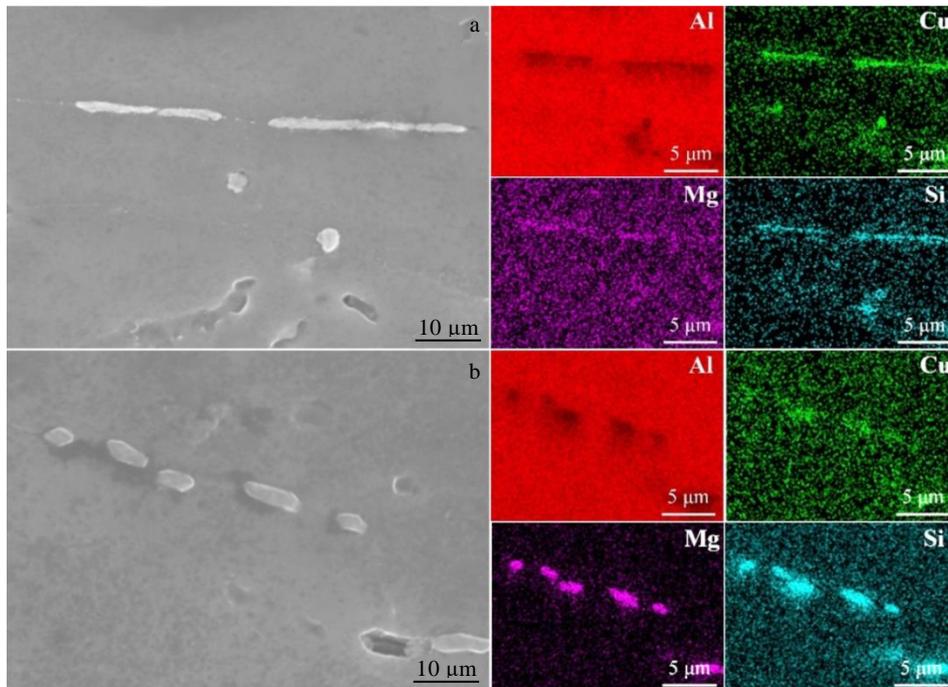


图 6 LMD 2A50 铝合金及热处理后微观形貌与 EDS 面扫描

Fig.6 Morphologies and EDS mappings of LMD 2A50 aluminum alloy: (a) as-deposited and (b) solid solution treated at 540 °C

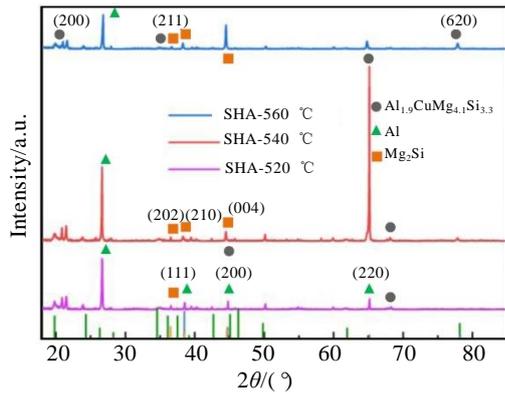


图 7 激光熔化沉积 2A50 铝合金不同热处理后的 XRD 图谱
Fig.7 XRD patterns of LMD 2A50 alloy after different heat treatments

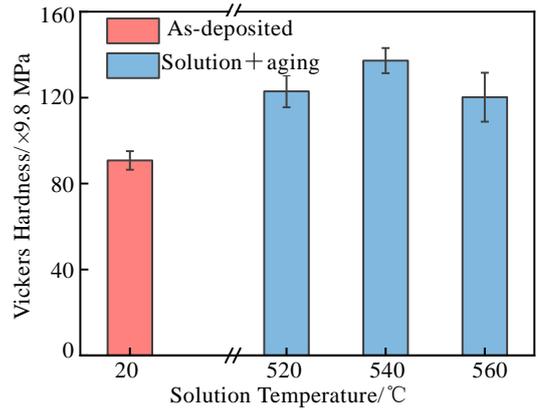


图 9 LMD 试样在不同工艺条件下的显微硬度
Fig.9 Vickers hardness of LMD specimens under different conditions

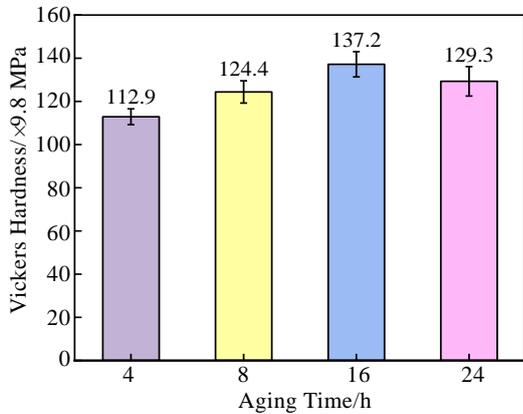


图 8 不同时效时间处理 LMD 试样的显微硬度
Fig.8 Vickers hardness of LMD specimens aged for different time

Al 基体的晶格常数相近，产生的晶格畸变也就越大，对运动的位错阻碍作用越强。当时效时间继续延长至 24 h 时，基体内的析出相尺寸进一步长大、粗化，因此硬度值有所降低。

LMD 试样在不同工艺条件下的显微硬度如图 9 所示，从图中可以看到经过 T6 处理后试样的显微硬度有大幅度的升高，T6 处理前的试样显微硬度的平均值为 889.55 MPa，经过热处理后试样的平均显微硬度均提高到了 1176 MPa 以上，提高幅度达到了 32.2%，其中平均显微硬度最大值为 1344.56 MPa，而最大提高幅度为 51.1%。同时，从图中可以看到在固溶温度为 540 °C 时试样的平均显微硬度高于 520 和 560 °C。

分析认为，热处理后显微硬度均大幅度提高但差距不大的原因主要与内部组织均匀性和沉淀强化有关。在激光熔化沉积过程中 2A50 铝合金粉末熔化后形成熔池，随后经历快速冷却过程，凝固速度非常快

且偏离平衡凝固，Cu、Mg、Si 等溶质元素大部分固溶于基体，少部分作为强化相的组成元素以共晶相的形式在晶界析出。快速凝固形成的过饱和固溶体，在时效强化后析出的沉淀相数量更多、尺寸更小，产生严重的晶格畸变，因此硬度提高。因此，当固溶温度较低为 520 °C 时，晶界处非平衡共晶相分解不完全，导致溶质元素的固溶强化效果较低；而当固溶温度较高为 560 °C 时，晶界处的低熔点结晶相产生重熔、粗化、晶粒长大明显，综合作用下导致硬度降低。

2.5 工艺参数对力学性能的影响

热处理后试样的拉伸实验结果如图 10 所示。沉积态 2A50 铝合金试样的屈服强度为 85 MPa、抗拉强度为 207 MPa，由图可见，综合力学性能较好的为 540 °C/16 h 的合金试样，屈服强度、抗拉强度、延伸率分别为 245 MPa、321 MPa、8%。同时可以观察到抗拉强度与硬度变化的趋势相同。热处理后试样性能

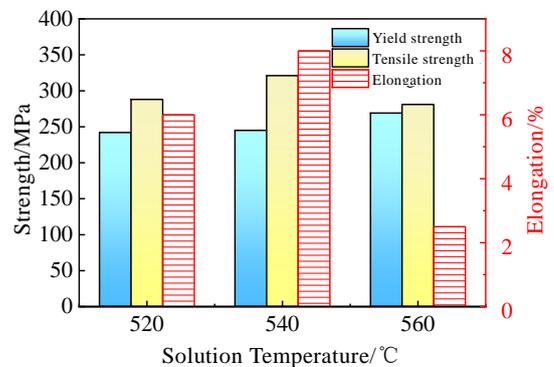


图 10 激光熔化沉积 2A50 铝合金经不同固溶温度热处理的拉伸性能
Fig.10 Tensile properties of LMD 2A50 aluminum alloy after different heat treatments at different solution temperatures

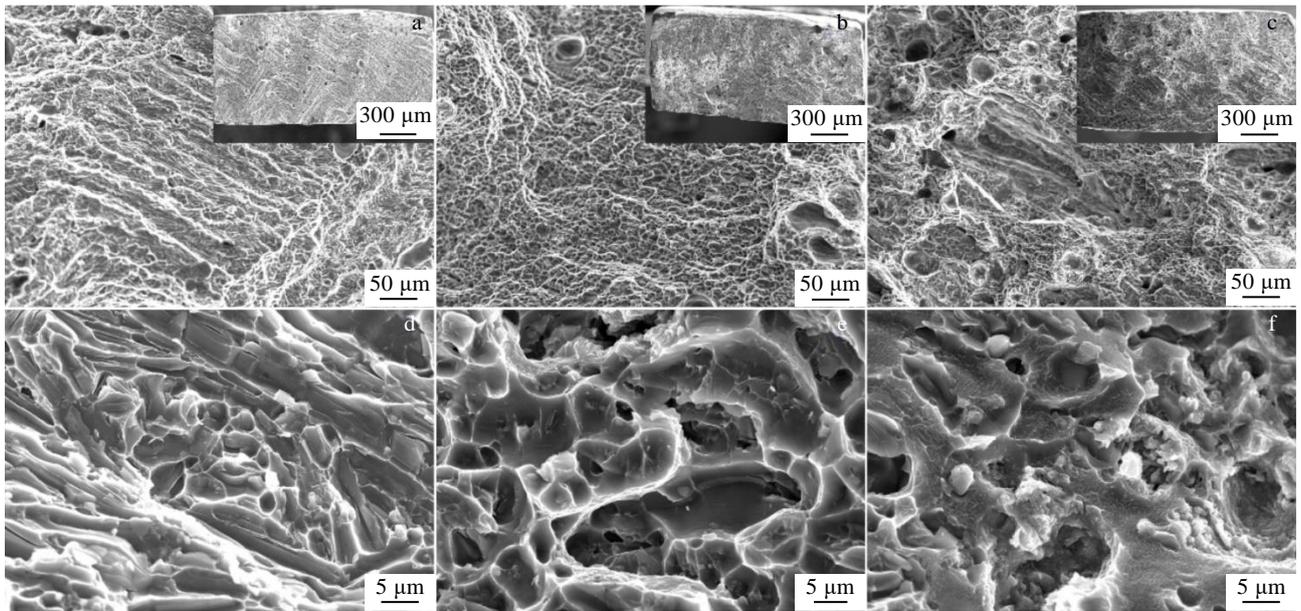


图 11 试样在不同工艺条件下室温拉伸断口形貌

Fig.11 Fracture morphologies of specimens under different conditions after tensile test at room temperature: (a, d) 520 °C/16 h, (b, e) 540 °C/16 h, and (c, f) 560 °C/16 h

得到大幅提升的原因主要与第二相的析出有关。固溶处理后形成的过饱和固溶体, 经过人工时效, 试样析出大量弥散细小的第二相粒子, 阻碍运动位错滑移, 使合金的屈服强度显著提高。与此同时, 在一定的温度范围内, 固溶温度的提高增加了过饱和固溶溶质元素的含量, 所以时效处理后, 性能明显提升。

图 11 为不同工艺条件下拉伸试样的宏微观断口形貌, 从图 11a 中可以看到试样的断口存在大量的撕裂棱, 同时在高倍数的图 11d 中可以看到韧窝和撕裂棱, 为典型的韧-脆混合型断裂模式。在图 11b 和 11e 中观察到断口试样存在大量的韧窝, 断裂机制主要为韧性断裂, 韧窝尺寸大而深, 且分布均匀, 试样的塑性较优。从图 11c 和 11f 中可以在韧窝中看到大量的第二相粒子, 在外应力作用下在这些粗颗粒与基体的结合面处首先产生微裂纹, 裂纹沿着晶界扩展, 最后导致材料的断裂。

3 结 论

1) 激光熔化沉积态试样较优的固溶处理温度为 540 °C, 较优的时效时间为 16 h, 此时材料强度与延伸率匹配良好。

2) 固溶处理对晶界处非平衡共晶相的形貌影响显著。沉积态试样结晶处共晶相呈链状连续分布, 固溶处理后晶界处共晶相发生分解、合金元素回溶, 共晶相转变为块状的、断续分布于晶界上; 热处理

后, 合金中发生了第二相的转变, 析出了 Mg_2Si 相和 $Al_{1.9}CuMg_{4.1}Si_{3.3}$ 相。

3) 固溶时效处理后, 试样的力学性能提升显著。显微硬度 (HV) 值由 889.55 MPa 均提高至 1176 MPa 以上, 提高了 32.2%, 其中最大平均显微硬度值为 1344.56 MPa (工艺参数为 540 °C/16 h), 提高了 51.1%。与此同时, 试样的最优屈服强度和抗拉强度也由沉积态的 85 和 207 MPa、提高至 245 和 321 MPa。

参考文献 References

- [1] Wang Chenglei(王成磊), Gao Yuan(高原), Zhang Guangyao(张光耀). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(3): 812
- [2] Pang Xiaotong(庞小通), Cheng Xu(程 序), Tian Xiangjun(田象军) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(5): 1615
- [3] Gong Shuili(巩水利), Suo Hongbo(锁红波), Li Huaixue(李怀学). *Aeronautical Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2013, 13: 58
- [4] Gu Dongdong(顾冬冬), Shen Yifu(沈以赴). *Aeronautical Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2012, 8: 32
- [5] Hu Meijuan(胡美娟), Ji Linggang(吉玲康), Ma Qiurong(马秋荣) et al. *Petroleum Tubular Goods & Instruments*(石油管材与仪器)[J], 2019, 5(5): 1
- [6] Peng Qian(彭 谦), Dong Shiyun(董世运), Yan Shixing(闫世

- 兴) *et al. Materials Reports*(材料导报)[J], 2018, 32(15): 2666
- [7] Feng Qiuna(冯秋娜). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2017
- [8] Li Liqun(李俐群), Qu Jingyu(曲劲宇), Wang Xian(王宪). *Surface Technology*(表面技术)[J], 2019, 48(6): 332
- [9] Javidani M, Arreguin-Zavala J, Danovitch J. *Journal of Thermal Spray Technology*[J], 2016, 26(4): 587
- [10] Lv Fei(吕非), Tian Zongjun(田宗军), Liang Huixin(梁绘昕) *et al. Journal of South China University of Technology*(华南理工大学学报)[J], 2018, 46(10): 117
- [11] Lv F, Shen L, Liang H X *et al. Optik*[J], 2019, 179: 8
- [12] Chen Yongcheng(陈永城), Zhang Shuquan(张述泉), Wang Huaming(王华明) *et al. Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2015, 42(3): 100
- [13] Lei Z L, Bi J, Chen Y B *et al. Journal of Manufacturing Process*[J], 2020, 53: 283
- [14] Ma S M, Wang Y Q, Wang X M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 788: 139 603
- [15] Wang P, Gammer C, Brenne F *et al. Composite Part B*[J], 2018, 147: 162
- [16] Li J, Cheng X, Li Z *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 735: 408
- [17] Qi Y, Zhang H, Zhu J J *et al. Materials Characterization*[J], 2020, 165: 110 364
- [18] Ma R L, Peng C Q, Cai Z Y *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 831: 154 773
- [19] Wang P, Gammer C, Brenne F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 711: 562

Heat Treatment Process of 2A50 Aluminum Alloy Prepared by Laser Melting Deposition Method

Zhao Yuhui^{1,2,3}, Sun Libo^{1,2,4}, Zhao Jibin^{1,2}, Wang Zhiguo^{1,2}, He Zhenfeng^{1,2}, He Chen^{1,2}

(1. Shenyang Institute of Automation, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. Institutes for Robotics and Intelligent Manufacturing, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110169, China)

(3. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

(4. College of Material Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China)

Abstract: In order to improve the comprehensive mechanical properties of additive components, the heat treatment process of high strength wrought 2A50 aluminum alloy was studied based on the laser melting deposition technology. The effects of different heat treatment parameters on the microstructure and mechanical properties of additive samples were studied by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), microhardness tester and tensile test. The results show that the as deposited samples have obvious columnar dendrite structure. After heat treatment, the coarse columnar dendrites fracture, and the grains begin to spheroidize and form a uniformly distributed massive second phase at the grain boundary. Under the optimized heat treatment conditions (540 °C/1 h+150 °C/16 h), combined with the solid solution strengthening of solute elements and the precipitation strengthening of the second phase, the average values of yield strength, tensile strength and microhardness (HV) of the additive samples increase from 85, 207 and 889.55 MPa in the as deposited state to 245, 321 and 1344.56 MPa after heat treatment, respectively.

Key words: 2A50 aluminum alloy; laser melting deposition; heat treatment; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: He Chen, Ph. D., Associate Researcher, Shenyang Institute of Automation, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-83601252, E-mail: hechen@sia.cn