

分类号: TG146.21

学校代码: 10363

密 级: 公开

学 号: 2220210110



安徽工程大学

Anhui Polytechnic University

硕士学位论文

题 目

选区激光熔化 Al-Mg-Si-Sc-Zr 力学
性能及强韧化机制研究

论 文 作 者

周驰

指 导 教 师

龙建周 讲师

学 科 (专 业)

材料科学与工程

研 究 方 向

增材制造

论文提交日期: 2025 年 05 月 15 日

分类号：TG146.21

学校代码：10363

密 级：公开

学 号：2220210110

安徽工程大学硕士学位论文

选区激光熔化 Al-Mg-Si-Sc-Zr 力学性能及强韧化机制研究

Mechanical properties and strengthening and toughening
mechanism of Al-Mg-Si-Sc-Zr alloy prepared by selective laser
melting

学生姓名： 周驰

指导教师： 龙建周 讲师

专 业： 材料科学与工程

研究方向： 增材制造

论文答辩日期： 2025 年 05 月 10 日

安徽工程大学学位论文原创性声明

本人郑重声明：我恪守学术道德，崇尚严谨学风。所呈交的学位论文，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已明确注明和引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品及成果的内容。论文为本人亲自撰写，我对所写的内容负责，并完全意识到本声明的法律后果由本人承担。

学位论文作者签名：



日期： 2025 年 05 月 15 日

安徽工程大学学位论文版权使用授权书

学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅或借阅。本人授权安徽工程大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

保密 ☐，在 _____ 年解密后适用本版权书。

本学位论文属于

不保密 ☒。

学位论文作者签名：

周 弛

日期：2025 年 05 月 15 日

指导教师签名：

周 弛

日期：2025 年 05 月 15 日

选区激光熔化 Al-Mg-Si-Sc-Zr 力学性能及强韧化机制研究

摘 要

轻量化是交通运输、航空航天等领域重要的发展方向。选区激光熔化铝合金具有结构轻量化和材料轻量化的双重优势,设计、开发和制备选区激光熔化适用的新型高强铝合金受到了较为广泛的关注。本论文以商业处的中等强度 Al-Mg-Sc-Zr 为出发点,提出利用高 Mg 元素含量和 Si 元素协同作用,实现高强度的可打印 Al-Mg-Si-Sc-Zr 合金。以选区激光融化技术为成型方法,验证了高 Mg 含量的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 合金的成型效果,系统研究了成型工艺、微观结构、室温拉伸性能、热处理工艺、热处理对微观结构和拉伸性能的影响,测试了 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 高温拉伸性能,利用阶梯蠕变实验分析了合金高温变形机制。

1、利用 SLM 可制备高 Mg 含量全致密、无裂纹的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 块体合金。合金微观结构为等轴超细晶+柱状粗晶构成的混合结构,等轴超细晶尺寸约 550 nm。柱状粗晶尺寸超过 1 微米,内部包含胞状结构。等轴晶和胞状结构内部含有纳米尺寸 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒,晶界和胞界上含有有长条状的 Mg_2Si 相。

2、具有高 Mg 含量的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 展现出优异的拉伸性能,屈服强度和均匀伸长率分别达到 412 ± 8 MPa 和 $15.6\% \pm 0.6\%$ 。与 SLM Al-Mg-Sc-Zr 相比,其屈服强度提高了 40%,均匀延伸率基本不损失,其优异的强塑性匹配超过了 SLM 制备态 Al-Mn、Al-Cu、Al-Si 等合金。通过推导发现,SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 拉伸均匀延伸率与脆性相 Mg_2Si 体积分数 $f^{1/4}$ 成反比,推导出的模型可准确预测含脆性 Mg_2Si 相的 SLM Al-Mg-Sc-Zr-Si 塑性变形能力。

3、区别于传统铝合金的固溶+时效处理工艺,SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 不能进行固溶处理,只能直接时效。时效温度提高(300-400 °C 范围内),Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 显微硬度基本不变化。时效时间延长,显微硬度先升高后降低,最佳时效工艺为 300 °C、8 h。时效处理引起 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 明显强化,屈服强度和抗拉强度分别可达 500 MPa 和 550 MPa,相比于 SLM 态样品分别提升 113 MPa 和 77 MPa,但同时时效塑性变形能力降低,均匀延伸率平均

降低 5.7%。时效态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金表现出优异的综合性能，具有较好的结构轻量化应用前景。

4、SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在经历 300 °C、8 h 时效处理后，内部晶粒尺寸、 α -Al 晶体学取向统计结果、主要析出相种类没发生明显变化。但时效时 β -Mg₂Si 由多边长条形转变为圆球形，尺寸减小到约 50 nm。 α -Al 基体中产生 Mg 元素偏聚区，并且 Al₃(Sc,Zr)相数量明显增多。时效强化主要是 Mg₂Si 相的变化、Mg 元素偏聚和 Al₃(Sc,Zr)引起的，三者综合作用可提升 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的屈服强度超过 130 MPa。但 Mg₂Si 相中 Mg 的偏聚同样引起界面结合能力降低，增大沿晶断裂倾向，导致塑性变形能力和均匀延伸率降低。

5、高温拉伸时 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 出现软化现象。实验温度越高，拉伸强度越低，但断裂延伸率先减小后增大。SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 展现出优异的高温拉伸性能，明显超过 SLM Al-12Si、Al-6Ni、Al-10Ce、6063-T5、6061-T6 等常见铝合金。高温强度软化程度随能量密度增大，能量密度越大，升温软化程度越明显。189 J/mm³ 的样品软化速度约 3.4 MPa/K，67 J/mm³ 的样品软化速度约 2.2 MPa/K。

6、恒温阶梯蠕变实验发现 473 K 时，SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 应力指数为 7~9，423 K 时为 11~12，表明 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温变形主要是位错交滑移过程控制。恒应力阶梯蠕变实验发现温度小于 445 K 时，SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 变形激活能约 0~30 kJ/mol，温度大于 445 K 时，迅速增大到 139~526 kJ/mol。

关键词：选区激光熔化，铝合金，强韧化机制，时效处理，高温拉伸性能

Mechanical properties and strengthening-toughening mechanism of Al-Mg-Si-Sc-Zr alloy prepared by selective laser melting

ABSTRACT

Lightweighting is an important development direction in transportation, aerospace and other fields. Selective laser melting (SLM) of aluminum alloys has the dual advantages of structural lightweighting and material lightweighting. The design, development and preparation of new high-strength aluminum alloys suitable for SLM have received considerable attention. This paper takes the commercially available medium-strength Al-Mg-Sc-Zr as the starting point and proposes to achieve high-strength printable Al-Mg-Si-Sc-Zr alloys by utilizing the synergistic effect of high Mg content and Si content. Using SLM as the forming method, the forming effect of the Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si alloy with high Mg content was verified. The forming process, microstructure, room-temperature tensile properties, heat treatment process, and the influence of heat treatment on microstructure and tensile properties were systematically studied. The high-temperature mechanical properties of SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si were tested, and the high-temperature deformation mechanism of the alloy was analyzed by step creep experiments, providing experimental and theoretical references for lightweighting in transportation, aerospace and other fields.

1. SLM can be used to prepare fully dense and crack-free Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si bulk alloys with high Mg content. As the laser energy density increases, the internal structure of the alloy gradually changes from unmelted voids to fully dense and defect-free to micro-pores. The microstructure of the alloy is a mixed structure of equiaxed ultrafine grains and columnar coarse grains, with the equiaxed ultrafine grains having a size of approximately 550 nm. The columnar coarse grains are over 1 micron in size and contain cellular structures. Both the equiaxed grains and the cellular structures contain nano-sized $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ particles, and the grain boundaries and cell boundaries contain elongated Mg_2Si phases.

2. The Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si alloy with high Mg content exhibits excellent tensile properties, with a yield strength of 412 ± 8 MPa and a uniform elongation of $15.6\% \pm 0.6\%$. Compared with SLM Al-Mg-Sc-Zr, its yield strength is increased by 40%, and the uniform elongation is basically not lost. Its excellent strength-ductility matching exceeds that of SLM-processed Al-Mn, Al-Cu, and Al-Si alloys. Through derivation, it

was found that the uniform elongation of SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si is inversely proportional to the volume fraction of the brittle phase Mg_2Si to the power of $1/4$. The derived model can accurately predict the plastic deformation ability of SLM Al-Mg-Sc-Zr-Si alloys containing the brittle Mg_2Si phase.

3. Unlike the traditional solution treatment + aging process for aluminum alloys, SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr cannot undergo solution treatment and can only be directly aged. When the aging temperature increases (within the range of 300-400 °C), the microhardness of Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr remains basically unchanged. When the aging time is prolonged, the microhardness first increases and then decreases, with the optimal aging process being 300 °C for 8 hours. Aging treatment significantly strengthens SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr, with the yield strength and tensile strength reaching 500 MPa and 550 MPa, respectively, which are 113 MPa and 77 MPa higher than those of the as-built SLM samples. However, the plastic deformation ability decreases simultaneously, with the average uniform elongation decreasing by 5.7%. The aged Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr alloy exhibits excellent comprehensive performance and has good application prospects for structural lightweighting.

4. After aging treatment at 300 °C for 8 hours, the internal grain size, statistical results of the crystallographic orientation of α -Al, and the main precipitated phase types of SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr do not change significantly. However, during aging, the β - Mg_2Si phase changes from elongated to spherical, with a size reduction to approximately 50 nm. Mg element segregation zones are formed in the α -Al matrix, and the number of $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ phases increases significantly. The strengthening of aging is mainly attributed to the changes in the Mg_2Si phase, the segregation of Mg elements, and the $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ phase. The combined effect of these three factors can increase the yield strength of Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr by more than 130 MPa. However, the segregation of Mg in the Mg_2Si phase also leads to a decrease in the interfacial bonding strength, an increase in the tendency of intergranular fracture, and a reduction in the plastic deformation capacity and uniform elongation.

5. During high-temperature tensile tests, SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr shows a softening phenomenon. The higher the test temperature, the lower the tensile strength, but the elongation at break first decreases and then increases. SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr exhibits excellent high-temperature tensile properties, significantly surpassing common aluminum alloys such as SLM Al-12Si, Al-6Ni, Al-10Ce, 6063-T5,

and 6061-T6. The degree of high-temperature strength softening increases with the increase in energy density. The higher the energy density, the more obvious the softening with temperature rise. The softening rate of the sample with an energy density of 189 J/mm^3 is approximately 3.4 MPa/K , while that of the sample with an energy density of 67 J/mm^3 is about 2.2 MPa/K .

6. The isothermal step creep experiments reveal that at 473 K , the stress exponent of SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr is 7 to 9, and at 423 K , it is 11 to 12, indicating that the high-temperature deformation of SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr is mainly controlled by the dislocation cross-slip process. The constant stress step creep experiments show that when the temperature is less than 445 K , the activation energy for deformation of SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr is approximately 0 to 30 kJ/mol , and when the temperature is greater than 445 K , it rapidly increases to 139 to 526 kJ/mol .

Zhou Chi(Materials Science and Engineering)

Supervised by Long Jianzhou

KEY WORDS: selective laser melting, aluminum alloy, strengthening mechanism, aging treatment, high temperature mechanical property

目 录

摘 要.....	I
ABSTRACT.....	III
第 1 章 绪论	1
1.1 研究背景.....	1
1.2 铝合金选区激光熔化.....	2
1.3 SLM 铝合金设计	5
1.3.1 Al-Si 合金	5
1.3.2 Al-Mg 合金	6
1.3.3 Al-Cu 合金.....	7
1.3.4 Al-Zn 合金	8
1.4 SLM 铝合金力学性能	10
1.4.1 拉伸性能.....	10
1.4.2 疲劳断裂性能.....	13
1.4.3 高温性能.....	15
1.5 本文研究内容.....	16
第二章 实验材料及方法.....	18
2.1 实验材料及制备方法.....	18
2.2 热处理方案.....	18
2.3 力学性能测试.....	19
2.3.1 显微硬度.....	19
2.3.2 室温及高温拉伸.....	19
2.3.3 高温蠕变.....	20
2.4 微观结构分析.....	21
2.4.1 X 射线衍射.....	21
2.4.2 金相显微分析.....	21
2.4.3 扫描电镜分析.....	21
2.4.4 透射电镜分析.....	21
第三章 室温拉伸性能及强韧化机制.....	23
3.1 SLM 成型影响	23
3.2 SLM 态微观结构	25
3.3 室温拉伸性能.....	28
3.4 分析及讨论.....	30
3.5 本章小结.....	32

第 4 章 时效处理及强化机制.....	34
4.1 热处理工艺分析.....	34
4.2 时效态拉伸性能.....	36
4.3 时效态微观结构.....	39
4.4 分析讨论.....	43
4.5 本章小结.....	46
第五章 高温拉伸性能及变形机制.....	48
5.1 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温拉伸性能.....	48
5.2 高温拉伸断裂特征.....	51
5.3 高温变形机制分析.....	52
5.4 分析及讨论.....	57
5.5 本章小结.....	58
第六章 全文结论.....	60
参考文献.....	62
攻读硕士学位期间取得的研究成果.....	71
致 谢.....	72

第 1 章 绪论

1.1 研究背景

随着科技水平及生产力的不断发展,生产生活过程向自然界排放的废弃物呈快速增长态势,全球气候变暖已成为最具破坏力的环境问题之一。根据世界气象组织的报告,2023 年是有记录以来最热的年份,全球平均温度较工业化前(1850-1900 年)偏高 $1.45\pm 0.12\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。气候变暖的重要原因是二氧化碳等温室气体的排放。自工业革命以来,人类通过燃烧化石燃料(如煤、石油和天然气)以及改变土地使用方式,导致大气中二氧化碳浓度急剧上升。2023 年,全球温室气体排放量创下历史新高,每年排放的二氧化碳高达 540 亿吨。

为应对挑战,各国纷纷提出了多种政策和措施以减少温室气体排放。这些措施包括开发绿色能源,如太阳能、风能和水能等可再生能源,以逐步替代传统化石燃料。在交通运输、航空航天领域,运载工具轻量化是具体措施之一。

采用轻量化新型材料和结构是实现运载工具轻量化的途径之一。铝合金质量轻、比强度高、耐蚀性好,并且可以通过添加 Li、Mg 等轻元素提高强度,降低密度。利用铝合金材料代替钢铁材料是交通、运输工具轻量化的重要发展方向。统计表明,应用铝合金使汽车减重约 30%,飞机中铝合金用量接近 70%。铝合金属于典型的应用广泛轻质金属,更高强铝合金仍在持续研发中。

结构轻量化是实现运载工具减重的第二条途径。伴随着大规模计算技术的发展,拓扑优化设计展现出良好的结构轻量化前景。拓扑优化是在给定材料变形特征下,对设计方案进行反复迭代,确定满足约束条件、达到目标的最优化方案。众多拓扑优化设计案例表明,采用拓扑结构可实现单个零件减重 50%。

但拓扑结构设计对零部件加工制造提出了新的挑战。传统的材料成型方法存在脱模过程,产品结构具有对称性、方向性等的限制。拓扑优化设计结构复杂,往往大量交叉桁架、镂空结构等,导致其无法通过传统成型方法加工制造。尽管可以通过拓扑优化方法设计出高性能、轻量化的结构,但由于受到可加工制造性的限制,设计师不得不舍弃部分最优化方案^[1, 2]。

近年来,增材制造技术很好地解决了上述难题。通过逐层成型、层层堆积的方法,增材制造技术无需借助模具,消除了模具对零部件结构的限制,适合制造

具有复杂拓扑结构的零部件。增材制造技术与拓扑优化设计相结合是实现结构轻量化的重要途径。截至目前，典型的金属材料增材制造技术包括选区激光熔化、电弧熔丝增材制造、粘接剂喷射打印等。选区激光熔化成型的尺寸精度高，材料性能好，是倍受关注的增材制造技术之一。鉴于铝合金及选区激光熔化技术在轻量化方面的巨大前景，选区激光熔化铝合金近年来受到广泛的研究。

1.2 铝合金选区激光熔化

选区激光熔化（Selective Laser Melting, SLM）技术是一种基于激光熔化粉末的增材制造工艺。该技术通过高能激光束逐点熔化铺层粉末，冷却实现单层成型，逐层堆叠，最终获得三维零件。SLM 技术以三维数字模型为依据，直接控制成型过程。不依赖模具，制造出传统铸造、锻造及焊接等工艺难以实现的复杂结构^[1]。

SLM 快速熔化与凝固、逐层堆积以及复杂的热循环特性，导致零件微观结构在晶粒形貌、组织形态、微观缺陷等方面与传统工艺存在显著差异。这些微观结构特征对零部件材料理化特性具有决定性影响，为新型高性能铝合金的设计开发提供了新的路径。

SLM 成形质量受到多工艺参数的制约，其中影响显著的参数包括激光功率、扫描速度、扫描路径、扫描间距、层厚以及基板预热等。激光功率、扫描速度、扫描间距和层厚是 SLM 工艺中最为关键的参数组合，直接决定粉末熔化程度和熔池形态。例如，影响熔池深度与宽度比，进而影响枝晶形态和晶粒尺寸。基板预热通过调节温度梯度，影响样品的微观结构形态。扫描路径对温度梯度、表面球化、热开裂等因素具有综合影响，对微观结构的影响机制较为复杂。SLM 快速熔化和凝固过程能够细化晶粒尺寸，改善材料的力学性能^[3]。

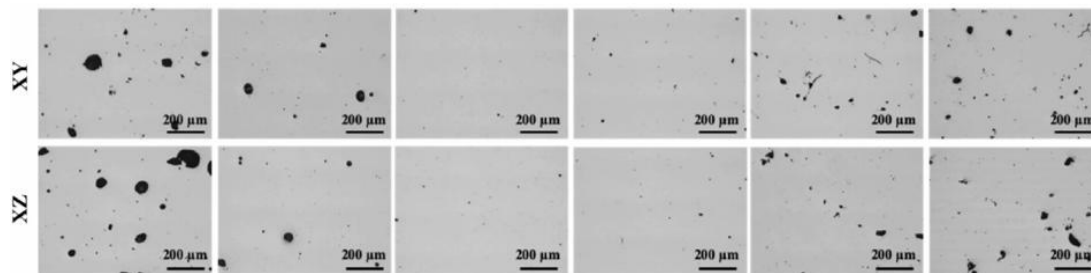


图 1-1：选区激光融化制备样品内部缺陷形貌

SLM 工艺参数对微观结构的影响是多方面的，且相互关联。SLM 铝合金工

艺参数与微观结构之间的关系获得广泛的关注和研究。Oko 等人发现选区激光熔化 7075 铝合金孔分为匙孔和冶金孔, 在 100 W 低功率下, 匙孔占主导, 孔的数量及尺寸随扫描速度和间距的增大而增大。150 W 下, 冶金孔占主导^[4]。Read 认为孔隙缺陷主要来源于熔化和熔池的不完整性, 高激光功率和低扫描速度结合可以促进熔化, 降低孔隙率^[5]。Zhou 等系统研究了激光功率及扫描速度对 Al-Zn-Mg 和 Al-Zn-Mg-Sc-Zr 打印质量的影响, 发现 350 W 时, 400 mm/s 产生圆形孔洞缺陷, 800-1200 mm/s 生裂纹缺陷, 1400 mm/s 时产生裂纹和不规则孔洞缺陷。而 Al-Zn-Mg-Sc-Zr 800-1200 mm/s 时无裂纹和孔洞^[6]。Kempen 发现 A360 铝合金 SLM 成型存在最优线能量输入量, 熔池较为稳定, 得致密度最高^[7]。目前普遍认为, 低能量密度时, 孔洞主要是由于熔化不完全。高能量密度时, 孔洞主要是挥发元素的蒸汽或熔池不稳定引入的气孔。

激光功率、扫描速度、扫描间距、铺层厚度及基板预热温度等通过影响熔池热力学行为, 共同作用于材料的凝固组织特征^[8]。其中, 激光功率与基板预热温度作为主要热输入参数, 共同决定熔池温度梯度、冷却速度, 进而决定凝固组织晶体学去向, 特征尺寸等。

SLM 凝固时, 金属基体与熔池交界处的固液界面上首先发生形核。随着熔池温度降低, 晶核向熔池中逐渐长大。熔池-基体界面法线方向温度梯度最大, 晶核生长速度最快。面心立方结构的铝合金容易沿<001>方向优先生长^[9]。当晶体<001>取向与最大热梯度方向一致时, 其生长速度最快。取向偏离<001>方向的晶粒因生长速率较低而被逐渐淘汰, 最终形成沿构建方向显著择优的<001>柱状晶组织。温度梯度越大, 择优生长选择性作用越强。温度梯度越小, 择优取向性低, 随机性增大。因而, 通过工艺参数对温度梯度的控制有望影响 SLM 铝合金晶体取向分布特征^[10]。

除了择优取向分布, SLM 工艺参数通过影响温度梯度 G 和生长速度 R , 决定凝固方式和组织特征尺寸。生长速度 R 取决于稳定 SLM 阶段扫描速度 v 与 $\cos\theta$ (θ 扫描方向与晶粒生长方向的夹角) 的乘积。温度梯度与生长速度比值 G/R 决定凝固模式。比值减小, 凝固模式由平面凝固到胞状、柱状枝晶和等轴枝晶依次转变。温度梯度和凝固速率的乘积 $G \times R$ 为冷却速率, 决定微观结构特征尺寸, 包括枝晶间距、晶粒尺寸。温度梯度和生长速度对微观组织的综合影响如图 1-2 所示^[11]。

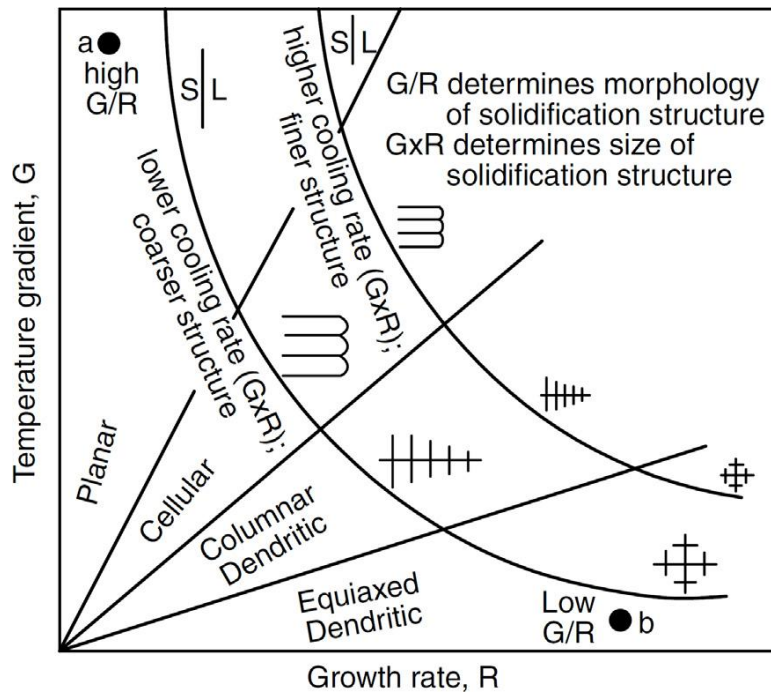


图 1-2: 温度梯度和生长速度对凝固组织形貌和特征结构尺寸的影响^[11]

温度梯度 G 和生长速度 R 的影响因素很多，激光功率、扫描速度、扫描间距、铺层厚度及基板预热温度等工艺参数对二者均有影响。目前发现，多因素综合作用下的打印能量密度 Q 是主要的直接因素。一般来说能量密度越大，熔池越大，温度梯度越小。能量密度越大，温度降低缓慢，生长速度越小^[11]。这些工艺参数的影响得到直接实验证据的支持。Yang 等人在 SLM Al-Mg-Sc-Zr 中发现，扫描速度由 1600 mm/s 降低到 800 mm/s 时，晶粒尺寸由 0.8 μm 增大到了 1.5 μm ^[12]。Zhou 利用分析了不同工艺参数制备的 SLM Al-Zn-Mg-Sc-Zr，发现当扫描速度相同时，激光功率变化会引起组织形态改变。能量密度越大，等轴晶比例增大，柱状晶比例减小，分析认为这是温度梯度作用结果^[6]。Liu 等人建立了 SLM 热传输模型，有限元模拟发现熔池边缘至芯部温度梯度 G 逐渐减小，凝固速度 R 逐渐增大，冷却速度 $G \times R$ 逐渐增大， G/R 逐渐减小。并发现采用 SLM 在 200 W 激光功率和 200-1000 mm/s 扫描速度下制备的 AlSi10Mg，其微观结构由熔池外层的粗大柱状晶转变为中心的较小的等轴晶粒，与有限元模拟结果和凝固图理论分析结果相一致^[13]。

调控工艺参数不仅用于控制 SLM 铝合金微观结构进而控制其力学行为和使用性能，而且可以用于调控打印材料内部的热裂纹，例如提高能量密度来抑制热裂纹。目前这种现象存在两种可能机理，一种机理认为是晶粒形态的作用，另一种机理认为是熔体特性的作用。Yang 等人认为提高能量密度，促进粗大柱状

晶转变为等轴晶，可以分散凝固收缩热应力，甚至促使其相互抵消，从而抑制热裂纹^[12]。而 Zhang 等人则认为高能量密度时可以产生更高的熔体温度，降低其黏度，提高液相铺展能力，从而促进层间和道间结合。同时液相停留时间长，更好的在枝晶间流动，促进凝固补缩，抑制热裂纹^[14]。

1.3 SLM 铝合金设计

1.3.1 Al-Si 合金

Si 元素是铝合金常用的强化元素之一。添加 Si 元素，合金液的流动性显著提升，Al-Si 合金是一类重要的铝合金体系，尤其用于液态成型工艺。Al-Si 合金成型工艺性好，但其由于合金中的初生 Si 呈块状或板条状，基体的连续性被割裂，导致力学性能较低。SLM 极快的冷却速度 (10^{-5} K/s) 可以细化晶粒尺寸，抑制初生 Si 粗化，提高 Al-Si 合金的力学性能^[15]。

SLM Al-Si 合金的研究较为深入，获得了一定的商业化应用。由于 Al-Si 共晶合金中 Si 含量约 12.6%，而共晶成分合金凝固温度区间小，热裂倾向小，因而目前选区激光熔化 Al-Si 合金集中于 Si 含量 12% 附近，包括 AlSi12^[16]、AlSi10Mg^[17]、AlSi7Mg^[15] 等。SLM Al-Si 合金的微观组织研究包括打印工艺参数、热处理制度及 Si 元素的含量等对等轴晶-柱状晶双峰结构、Si 形态及的影响。

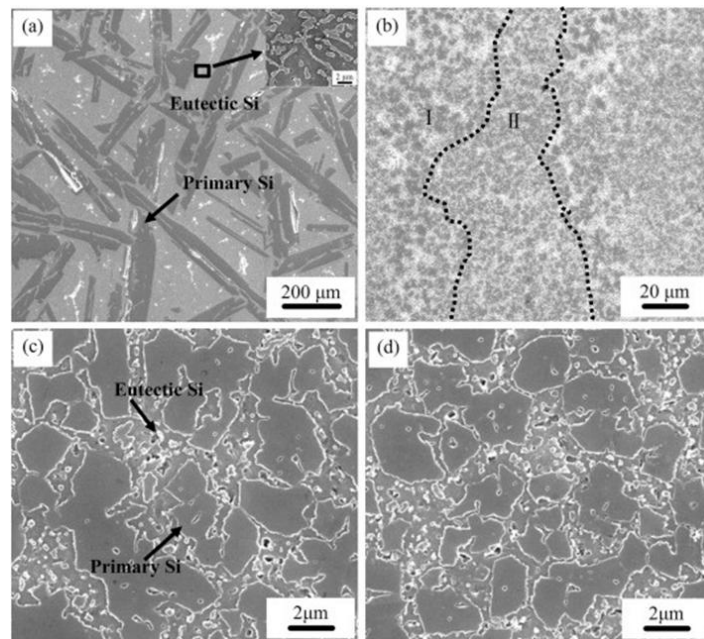


图 1-3: 铸态和 SLM Al-50Si 合金的微观结构 (a) 铸态合金; (b) SLM 合金; (c) 图 (b) 中第一部分; (d) 图 (b) 中的第二部分^[18]

受益于 SLM 特有的超高凝固速度 (10^5 K/s), SLM Al-Si 合金微观结构表现为超细等轴晶和柱状晶构成的双峰结构。超细等轴晶约 $0.5-1\ \mu\text{m}$, 晶界上有断续分布的 Si 相。柱状晶宽度约 $10\ \mu\text{m}$, 内部为网状 Si 包围的胞状亚结构, 如图 1-3 所示。与铸造态 Al-Si 合金相比, 选区激光熔化 Al-Si 合金, 晶粒尺寸明显减小。Si 相的由板条或块状转变为细小、断续的网状、棒状或椭球状。热处理不能进一步改善 SLM AlSi10Mg 的微观组织, 不同热处理制度下, AlSi10Mg 的微观组织差异不明显^[17]; 随着 Si 含量在铝合金中的含量增多, Jia 等人发现 SLM Al-50Si 合金中产生大量的块状初生及共晶 Si, 但二者尺寸仍远小于铸态合金中的对应相^[18]。

1.3.2 Al-Mg 合金

镁是铝合金中常用的强化元素之一, Al-Mg 合金耐腐蚀性、可焊性好, 密度低, 在航空航天、海洋船舶和轨道交通等领域得到了广泛应用。Al-Mg 合金的固溶度随温度变化显著, 降温时, Mg 元素主要以 β 相 (Mg_2Al_3 和 Mg_5Al_8) 的形式析出。单纯添加 Mg 的铝合金强度较低, 例如 Al-6Mg 合金板材, 其屈服强度仅约为 180 MPa, 难以满足高强度应用的需求^[19]。

为了提高 Al-Mg 合金强度, 前苏联科学家开展了大量研究, 发现添加微量钪 (Sc) 元素可以显著改善合金的性能。研究表明, Sc 元素的加入不仅能够提高合金的强度, 还能增强其塑韧性, 并提高再结晶温度。基于此, 苏联航空材料研究所和轻合金材料研究所开发了一系列 Al-Mg-Sc 成分合金材料。Sc 元素价格高昂, Al-Mg-Sc 合金的强韧性低于后来发展的 Al-Zn-Mg-Cu 合金, 因此 Al-Mg-Sc 合金并未实现规模化商业应用^[20]。

随着选区激光熔化技术的快速发展, 高性能铝合金材料的需求日益增加, 开发新型 SLM 铝合金成为研究热点。在此背景下, 法国空中客车公司开发出 Scalmalloy@合金 (Al-4Mg-0.6Sc-0.3Zr-0.5Mn), 屈服强度达到约 300 MPa, 均匀延伸率为 15-20%^[21], 力学性能已接近传统 7 系变形铝合金的水平, 受到研究领域和商业领域的广泛关注。SLM Al-Mg-Sc-Zr 合金表现出典型的双峰晶粒结构, 即等轴超细晶+粗大柱状晶的混合组织。熔池的边界区域主要由等轴晶组成, 而内部则以柱状晶为主。这种独特的组织特征对合金的力学性能产生了重要影响。

Yang 等发现可以调控实现 SLM Al-Mg-Sc-Zr 合金中柱状晶和等轴晶间的转

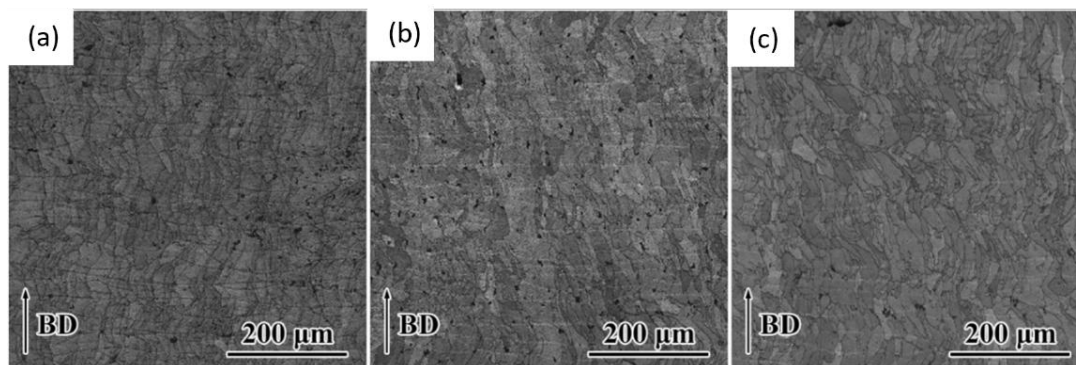
变^[12]。Jia 等基于析出动力学理论，对等轴晶-柱状晶转变机制进行了深入研究，系统探讨了 Al_6Mn 和 Al_3Sc 的伪延迟形核和生长行为，并揭示了 Sc 原子在局部形成的团簇对 Al_3Sc 相伪延迟形核的影响机制^[18]。受到 Al-Mg-Sc-Zr 合金的启发，一系列 SLM 铝合金材料相继被开发出来，包括 Al-Mn-Mg-Sc-Zr^[22]、Al-Mg-Si-Sc-Zr^[23, 24]。这些材料的性能相比于 Al-Mg-Sc-Zr 进一步提升，屈服强度甚至达到了 600 MPa，超过传统变形铝合金。

1.3.3 Al-Cu 合金

与 Mg 类似，Cu 元素在共晶温度(548 °C)时在铝中固溶度较大 (5.7%)，但在室温下几乎不互溶。高固溶度差导致 Cu 元素在 Al 合金中主要以沉淀相的形式析出，常见的沉淀相包括 $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ 和 $\eta_2\text{-AlCu}$ ^[25]。这些沉淀相具有较高的剪切强度，对位错运动的阻碍能力较强，因此 Cu 元素在 Al 合金中表现出显著的强化效果，形成了高强度的 Al-Cu 系合金。Cu 的加入也带来了一些问题。一方面，Cu 的加入降低了铝合金的流动性，增大了凝固温度区间，使得枝晶倾向增大，进而容易导致凝固热裂纹的形成^[26]。

为降低 Al-Cu 合金的热裂倾向，消除 SLM 打印裂纹，研究者们开展一系列相关研究。基于修正后的 Rosenthal 方程和 Feurer 准则，Hu 等人建立 SLM 工艺与凝固裂纹之间的模型，发现 Al-Cu-Mg-Mn 存在临界扫描速度，并且扫描间距可影响 SLM 开裂倾向^[27]。Deng 等人研究了 SLM 工艺对 2214 铝铜合金致密度和微观结构的影响，发现采用栅栏基体和较小的扫描间距有利于提高合金致密度，有效消除裂纹，提高材料强度^[28]。

Zhang 等基于裂纹敏感性指数和生长限制因子，发现 Ti 的引入能够有效促进晶粒细化，促进柱状晶向等轴晶转变，主要归因于 Al_3Ti 沉淀提供的异质形核作用，开发出 SLM 钛改性 Al-Cu-Mg 合金^[29]。在此基础上，Ghoncheh 等人发现，添加 Ti 后 Al-Cu-Mg-Ag-Ti-B 微观组织为完全细小的等轴晶。通过建立时间-温度耦合晶粒生长模型，研究揭示了 Ti 不仅能促进异质形核，还能抑制晶粒长大，获得完全细小的等轴晶结构^[30]。Mair 等利用 SLM 技术制备了 Ti 改性的 Al-Cu-Ti-Ag-Mg 合金，微观结构系统研究后发现只有当熔池内部的热过冷和成分过冷超过 Al_3Ti 上异质形核所需的过冷度时，才能形成细小等轴晶结构。为优化 SLM 工艺参数以抑制裂纹形成提供了理论依据^[31]。

图 1-4: SLM 制备 Al-Cu 合金的微观组织^[32]

Zr 对 Al-Cu 合金的改性效果受到广泛关注。Schuster 等发现添加 Zr 元素，可获得致密且无裂纹的 SLM Al-Cu-Mg 合金，主要归因于 Al_3Zr 相诱导的晶粒异质形核作用^[33]。Michi 等人对 SLM Al-8.6Cu-0.5Mn-0.9Zr 热处理微观结构演变进行研究，发现经过时效处理后，合金中可析出大量的 Al_3Zr 相，表明 Zr 不仅能抑制热裂纹，而且能通过析出 Al_3Zr 实现强化^[34]。此外，微量 Zr 元素的添加可显著提升 Al-Cu-Mn-Zr 合金体系的高温显微组织稳定性，主要原因是 Zr 原子通过降低界面错配度和界面能，有效抑制了 θ' 相在高温条件下的粗化倾向，为设计具有优异高温性能的 SLM 铝合金提供了重要依据^[35]。

1.3.4 Al-Zn 合金

Al-Zn 合金一般含有 Zn、Mg、Cu 等元素，合金强度及硬度极高，是航空航天领域重要的轻量化材料。Zn 在 Al 中的固溶度随温度变化显著，382 °C 时高达 84%，室温下仅约 2%。固溶度差异导致合金冷却过程中发生脱溶析出行为，形成 β -Zn 相、 η 相 (MgZn_2)、T 相 ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$)、S 相 (Al_2CuMg) 等。由于其很高的强度和硬度，SLM Al-Zn 系受到了广泛的研究，尤其是 Al-Zn-Mg-Cu 合金。研究发现 Al-Zn-Mg-Cu 固相线温度低，凝固温度区间大，热裂倾向和应力腐蚀倾向大，SLM 工艺性差^[36]。随着 Zn 含量的增加，Al-Zn-Mg-Cu 的热裂倾向先升高后降低，当 Zn 含量为 9 wt.% 时，热裂倾向最大^[37]。并且添加 Cu、Mg 元素增加了沉淀相与基体的共格程度，也增加热裂倾向^[38]。

研究者们探索了多种合金元素的调控作用来消除热裂纹，包括 Si、Nb、Zr、Ti 等。Montero 等人将 7075 粉末与 Si 粉末混合打印，发现 Si 大于 2 wt.% 时，SLM 成型试样中的热裂纹消失^[36]。Otani 等进一步研究发现，对于 SLM 成形的 7075 铝合金，5 wt.% 的 Si 含量具有最优的综合性能，而过高的 Si 含量会导致材

料脆性增加^[39]。Casati 等的研究揭示了 Si 元素的双重作用机制，不仅能够有效抑制热裂纹的形成，还能在直接时效过程中促进纳米级强化相的析出，使合金硬度提高^[40]。最新研究表明，多元复合添加可进一步优化合金性能。Li 等人研究发现 Si+Zr 元素的协同作用消除了 Al-Zn-Mg-Cu-Si-Zr 中的裂纹，Si 元素均匀固溶分布于基体中，Zr 元素细化了晶粒尺寸^[41]。尽管现有研究已证实 Si 元素能够通过提高熔体流动性和促进凝固补缩来抑制 SLM 过程中的热裂纹，但其作用机制仍存在以下亟待解决的科学问题：（1）Si 元素在快速凝固过程中的扩散动力学行为尚不明确；（2）Si 含量对析出相演变规律的影响机制缺乏系统研究；（3）Si 与其他微合金化元素的交互作用机制有待深入探索。这些问题的解决将为开发高性能可打印铝合金提供重要的理论指导^[42]。

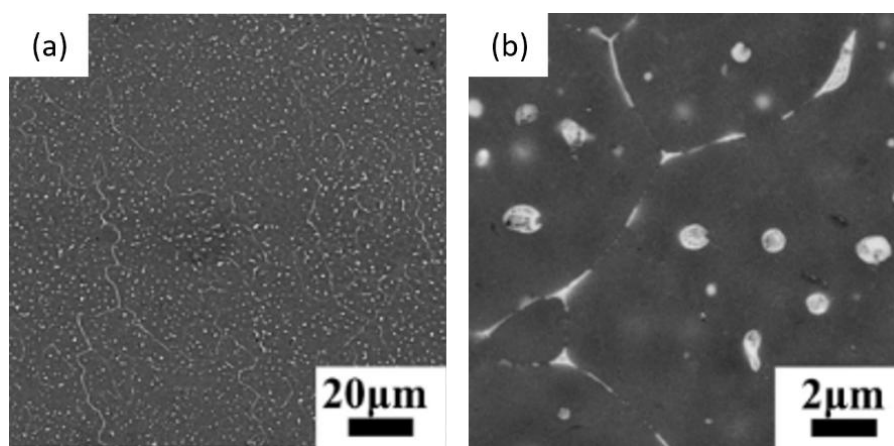


图 1-5：SLM 制备 Al-Zn-Mg-Cu 合金的微观组织^[43]

Zhu 等人利用选区激光熔化成型 7075 合金粉+微米 Nb 粉混合，发现 Nb 能起到孕育处理的作用，合金中裂纹长度明显减小，但裂纹宽度增大，同时观察到 Zn、Mg 等元素烧损率提高^[44]。进一步研究表明，预合金化处理可以有效的解决机械混合法的局限。Xiao 等系统研究了 1.5 wt.%Nb 预合金化对 Al-Zn-Mg-Cu 合金 SLM 成形的影响，发现晶粒尺寸由 18.8 μm 降低到了 1.9 μm ，认为主要是由于形成的初生 Al_3Nb 相与 Al 基体晶格匹配性高，促进晶粒细化和缺陷消除^[45]。除 Nb 元素外，其他微合金化元素也展现出良好的改性效果。Martin 等利用 ZrH 颗粒修饰 7075 合金粉末，显著改善了合金的成形质量和力学性能，使其力学性能与锻造 7075 合金相当^[46]。

目前普遍认为，在 Al-Zn-Mg-Cu 合金体系中添加 Nb、Ti、Zr 等合金元素，其主要功能是作为变质剂和晶粒细化剂，降低凝固后晶粒的尺寸。相较于未添加这些元素时所形成的粗大柱状晶，等轴小晶粒能够显著增加晶界数量，减小单个

晶界的长度，并以取向各异的短小晶界替代连续的长直晶界。这一微观结构的改变，使得凝固过程中产生的宏观尺度热应力得以分散为方向各异的微观应力。不同位置和方向的微观应力相互抵消，从而有效减小了材料的热裂倾向^[47]。这与 Si 元素在 Al-Zn-Mg-Cu 合金中的作用机理存在显著差异。

1.4 SLM 铝合金力学性能

1.4.1 拉伸性能

由于 SLM 超快的冷却速度促进微观结构细化，包括晶粒尺寸、析出相尺寸等，SLM 铝合金强度普遍高于传统技术制备的铝合金。典型的屈服强度-断裂延伸率、抗拉强度-断裂延伸率匹配关系如图 1.6 所示。一般来说 SLM Al-Si 合金屈服强度约 250-300 MPa，抗拉强度约 350-450 MPa，断裂延伸率 3%-10%^[48-52]。随着成分的差异，Al-Cu 合金屈服强度在 250-550 MPa 的较大范围内变动，抗拉强度为 350-600 MPa，断裂延伸率 5%-15%^[31, 53-57]。Mn 在 Al 合金中强化效果明显，SLM 打印态 Al-Mn 合金，屈服强度约 450 MPa，抗拉强度 450-500 MPa，断裂延伸率达到 15%-20%^[58-60]。Al-Mg 合金强度低，但塑性好，屈服强度 200-250 MPa，抗拉强度约 300 MPa，对应的断裂延伸率达到 20%-30%^[21, 54, 61-65]。打印态 Al-Zn 合金具有中等强度，屈服强度约 350 MPa，抗拉强度约 400-500 MPa，但其延伸率仅 5%，明显低于打印态 Al-Mg、Al-Mn 等材料^[66]。

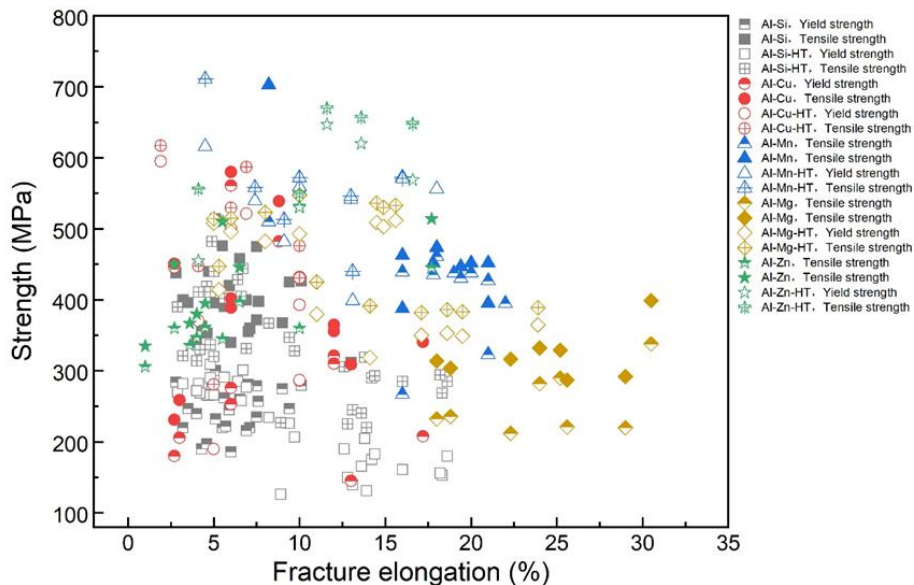


图 1-6: 打印态 Al-Si^[48-52]、Al-Cu^[31, 53-57]、Al-Mn^[58-60]、Al-Mg^[21, 54, 61-65]、Al-Zn^[66]的屈服强度-断裂延伸率、抗拉强度-断裂延伸率汇总

SLM 铝合金拉伸性能受到多种因素的影响,包括 SLM 工艺参数引起的微观结构变化、微合金化、拉伸测试方向、后续热处理工艺等。

传统铸造 Al-Si 合金因 Si 相引起的应力集中和应变局域化效应,其力学性能存在显著局限,屈服强度约 150-200 MPa,抗拉强度 250 MPa,均匀延伸率 5%。而采用 SLM Al-Si 合金表现出显著强韧化,例如 AlSi10Mg 的屈服强度达到约 300 MPa,较传统铸造合金提升约 100%^[67],AlSi12 合金经过 SLM 成型后的屈服强度约 186-300 MPa,比对应铸态合金高 104 MPa^[51]。SLM 的超快冷却速度抑制了析出相的粗化,促使 Si 元素以过饱和固溶原子、纳米级析出相和连续共晶硅网络形式协同强化基体。Si 含量对 SLM 成型 Al-Si 合金微观结构和力学性能具有显著影响。添加少量 (1-2 wt.%) Si 时,熔池凝固过程中易形成微裂纹并引发早期断裂。增大 Si 含量,共晶硅网络结构趋于完整,其三维互锁效应显著提升材料承载能力。实验证实,优化后的网状 Si 相可有效阻碍位错运动并延缓应变局域化,实现强度与塑性的协同提升^[68]。

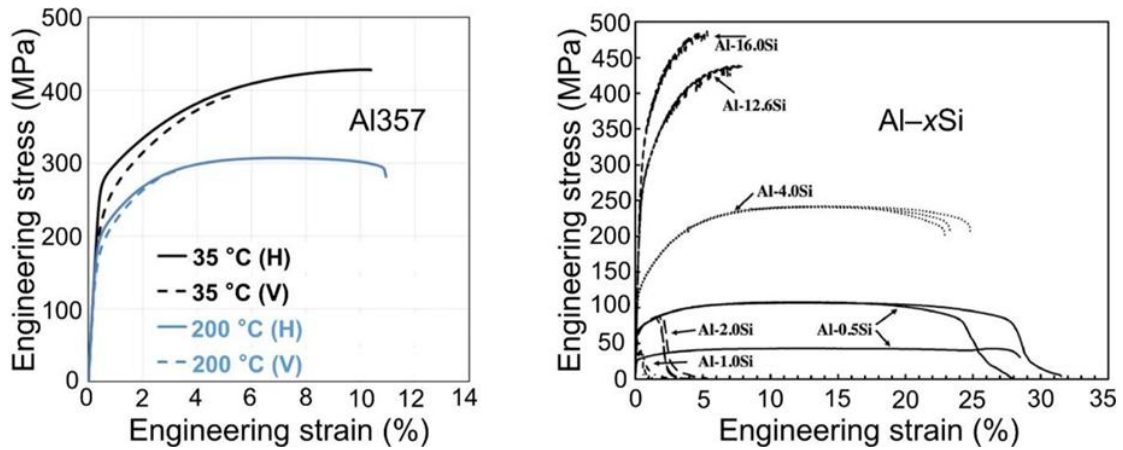


图 1-7: (a) Al357 在 35°C、200°C 下水平和竖直试样的应力应变曲线^[69]; (b) 二元 Al-Si 合金的应力应变曲线^[68]

通过精确调控 SLM 铝合金的微观组织与成分设计,可实现显著力学性能提升,如具有变质处理或异质形核作用的元素。例如,添加 2 wt.%的 Zr 元素以后 SLM 成型的 Al-4.47Cu-1.95Mg-0.55Mn 合金屈服强度由 253 MPa 提高到 446 MPa^[62]。在 Al5083 合金体系中添加 0.7 wt.%Zr,屈服强度可以达到 318 MPa,远高于锻造合金的 200 MPa^[70]。时效强化作为 SLM 铝合金后处理的关键技术,在 Sc/Zr 共参杂体系中展现出显著效果,时效处理析出第二相颗粒,产生沉淀强化效果,例如 Sc、Zr 改性铝合金析出 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 。SLM 成型 Al-Mn-Sc 合金直接时效热处理后屈服强度从 438 MPa 提升到了 550 MPa^[59]。Sc、Zr 改性处理使得 Al-

Mg 合金变成可热处理强化,直接时效处理后 Al-Mg-Sc-Zr 屈服强度由 338 MPa, 提升到 512 MPa^[71]。除了 Sc、Zr 微合金化外, Er 也可以起到变质和晶粒细化作用。添加 0.6 wt.%的 Er 可以促进在 A357 晶粒细化, 屈服强度由 257 MPa 提升到 296 MPa。Mg 元素能起到固溶强化效果, 添加 1.4 wt.%Mg 时, Al-8Si 屈服强度由 300 MPa, 提高到 341 MPa。

SLM 制备工艺参数是决定打印态铝合金拉伸性能的重要因素。Liu 等发现扫描间距由 80 μm 增大到 120 μm , AlSi10Mg 均匀延伸率由 7.2%增高到 9.8%^[72]。Rao 等研究表明基板预热温度由 35 $^{\circ}\text{C}$ 提高到 200 $^{\circ}\text{C}$, 引起 A357 抗拉强度由 425 MPa 降低到 310 MPa, 均匀延伸率从 10%降低到 6%^[69]。

另一方面, SLM 铝合金的拉伸性能各向异性源于其独特的柱状晶外延生长特性与熔池边界的跨尺度耦合作用。大量研究表明水平方向样品的屈服强度和抗拉强度高于垂直方向的样品^[73]。典型的例子是 A357, 水平方向屈服强度 279.6 MPa, 高于垂直方向的 232.2 MPa^[69]。这可能是由于水平方向样品比垂直方向样品中熔池边界体积含量低, 熔池边界区域存在孔洞、热应力和热影响区, 成为力学性能的薄弱环节。然而也有实验发现 AlSi10Mg 水平方向屈服强度 260 MPa, 低于垂直方向屈服强度 300 MPa^[74]。关于 SLM 铝合金性能取向效应, 不同的研究结果之间存在一定的差异, 其微观机制仍不完全清楚。

打印后热处理也是调控 SLM 铝合金拉伸性能常用的方法, 其对微观结构具有明显影响, 具体的影响包括几个方面。直接时效处理可调控沉淀相的尺寸和体积分数, 在较大范围内改变材料的力学性能。另一种处理方式是 T6 热处理, 即固溶+人工时效处理, 但 T6 处理后往往导致打印态胞状结构消失, Si 相颗粒较为粗大, 处理后的屈服强度和抗拉强度低于打印态^[75]。

Geng 等人发现直接时效可促进析出 β'' 相, 200 $^{\circ}\text{C}$ 时效 2 小时, 屈服强度从 341 $\pm$ 14 MPa 提升到 446 $\pm$ 5 MPa。300 $^{\circ}\text{C}$ 、400 $^{\circ}\text{C}$ 时效造成 Si、Mg 的脱溶和沉淀相长大, 降低屈服强度, 但延伸率显著增加 (19.2 $\pm$ 1.1%)^[76]。随着时效温度升高, 由于固溶强化、位错强化及沉淀强化效果降低, Si 相粗化, AlSi10Mg 屈服强度逐渐降低。Opprecht 等人发现对于 Zr 改性的 Al6061, 直接时效热处理比 STA 更能有效的提高屈服强度。因为 STA 处理温度高、时间长, 导致晶粒及第二相颗粒明显长大^[77]。即使采用直接时效热处理, 时效温度高, 时效时间长也将导致强化相粗化, 降低屈服强度。SLM 铝合金热处理工艺需要仔细设计, 才能获得

优异的力学性能。

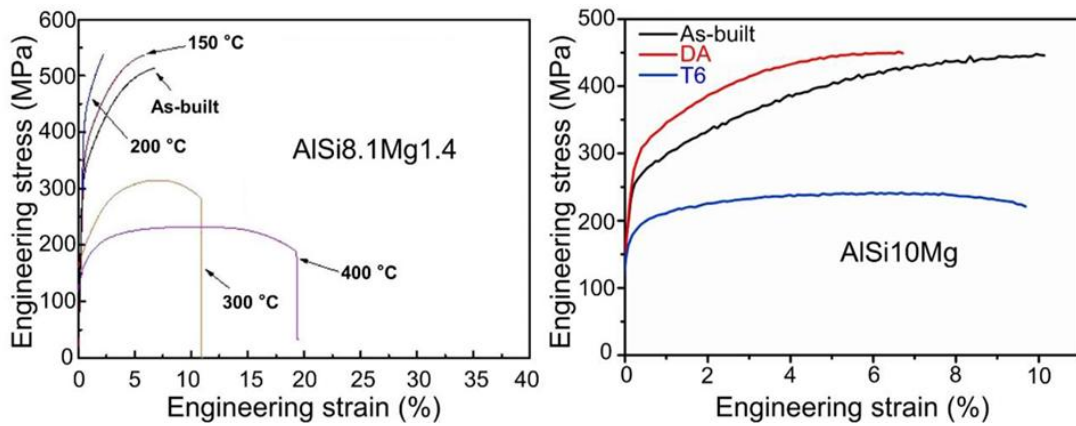


图 1-8: (a) 不同时效温度下 AlSi8.1Mg1.4 合金的应力应变曲线^[76]; (b) AlSi10Mg 在原始态、DA 和 T6 处理下的应力应变曲线^[75]

1.4.2 疲劳断裂性能

疲劳断裂是引起金属材料零部件失效的三大方式之一，疲劳性能研究对工程材料至关重要。大量研究表明 SLM 铝合金的疲劳性能通常低于传统成型工艺合金，主要是由于 SLM 铝合金内部存在许多常见的缺陷，包括孔洞、裂纹、未熔合等^[78]。如果控制，甚至消除内部打印缺陷，SLM 金属有望表现出超高的疲劳性能，为提高 SLM 铝合金疲劳性能指明了方向^[79]。

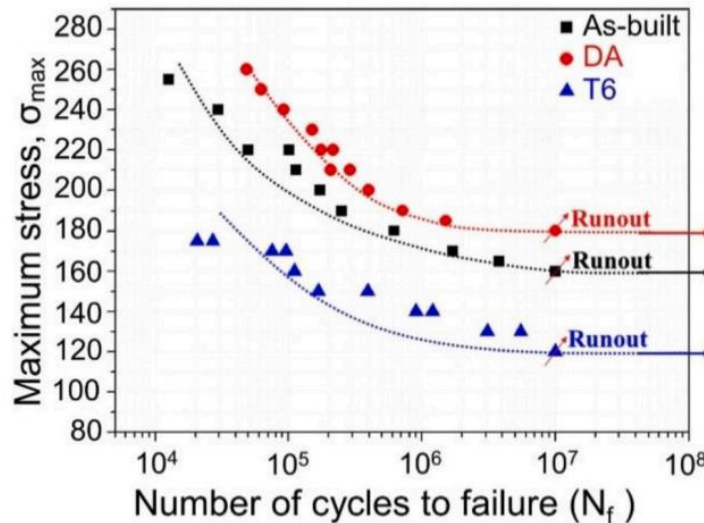


图 1-9: SLM 成型 AlSi10Mg 不同状态下最大循环应力与循环次数的关系^[75]

研究表明 SLM Al-Si 的高周疲劳性能与测试方向密切相关。以 AlSi10Mg 合金为例，0°（构建角度）疲劳强度达到 153 MPa，45°和 90°方向分别降低至 137 MPa 和 112 MPa。可能是由于 0°的层间未融合缺陷面积比 45°和 90°方向低，熔

池边界体积分数高^[75]。

高周疲劳性能对测试方向和微观结构的变化非常敏感。通过热处理能有效改变 SLM 铝合金微观结构，调控其高周疲劳强度。直接时效处理可以在 Al-Si 合金中析出细小 Si 颗粒，但不改变其胞状结构的形态，提高高周疲劳性能。但 T6 处理后的 Al-Si 合金胞状结构消失，Si 颗粒粗化，导致疲劳性能急剧降低。He 等人研究了 Sc/Zr 改性的 SLM Al5024 疲劳及动态应变时效行为，发现打印态、热等静压态和过时效状态合金在 10^7 的疲劳极限分别为 75 MPa、105 MPa 和 90 MPa^[63]，如图 1-10 所示。SLM Al-Mg-Sc-Zr 疲劳强度具有明显的各向异性，水平方向样品疲劳强度为 100.5 MPa 远高于垂直方向样品的 57 MPa，可能是由于样品中的未熔合缺陷在垂直方向样品中引起更大的应力集中^[80]。

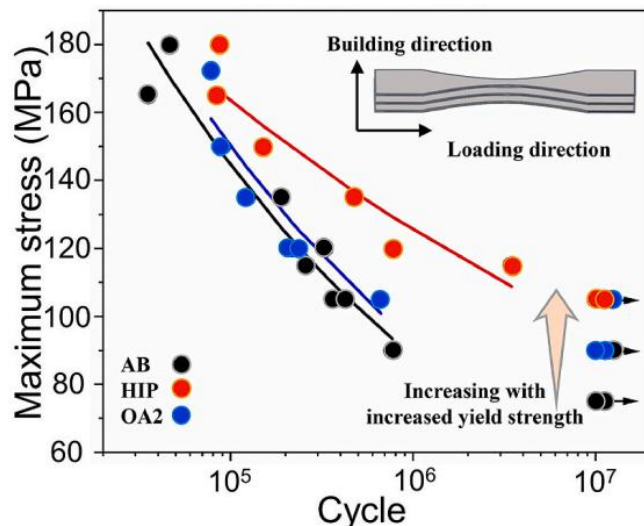


图 1-10: AB、HIP、OA2 样品的疲劳寿命比较;插图是疲劳试样示意图说明了本研究中使用的样品方向^[63]

断裂韧性表征了材料对裂纹扩展的抵抗能力，也是工程材料的最重要的评价指标之一，材料的断裂韧性受强度和塑性的综合作用。SLM 铝合金断裂韧性受打印工艺的影响明显，包括层厚、扫描间距、扫描策略、取样方向和裂纹取向等^[81]。打印工艺调控的熔池形貌及微观结构，控制裂纹扩展行为和断裂韧性。当熔池结构使裂纹扩展路径更加曲折时，裂纹萌生韧性和裂纹扩展抗力将提高。系统研究发现，SLM Al-Si 合金的断裂韧性约 $40\text{-}60 \text{ MPam}^{-1/2}$ ，是铸造合金的 3-4 倍^[72]。这是由于枝晶间析出的 Si 相和胞状亚结构，阻碍裂纹扩展，使裂纹扩展路径更加曲折。Wang 等人发现 SLM Al-Mg-Sc-Zr 的断裂韧性也具有各向异性，垂直方向裂纹扩展路径较为平直，导致其 K_{IC} 为 $23.2 \text{ MPam}^{1/2}$ 低于水平方向的 25.4

MPam^{1/2}[64]。

1.4.3 高温性能

随着航空制造技术的快速发展,飞行器蒙皮、内部桁架等关键部件在高速巡航及高超声速飞行工况下面临显著的热负荷挑战。研究表明,常规巡航时铝合金构件局部温度可达 150 °C,而高超声速条件下热端区域温度甚至突破 200 °C^[82]。SLM 快速凝固特性可实现铝合金微观组织调控,但其高温性能及变形机制等方面的认识仍比较有限。为了满足日益增长的高温铝合金应用需求,亟待开展 SLM 铝合金高温性能研究^[83]。

提升铝合金高温性能的核心策略在于引入具有高热稳定性的强化相,通过抑制位错运动与晶界迁移实现高温强度保持。第一种热稳定相与铝合金基体保持共格关系,在高温条件下能长期维持纳米级弥散分布,抵抗快速粗化或溶解,保持高温强度^[84]。第二种热稳定相是高熔点金属间化合物,例如 Al-Fe、Al-Ni, Al-Cr、Al-Mn,这类金属间化合物熔点高、扩散系数低,可钉扎晶界并阻碍位错攀移^[85]。第三类是耐高温的氧化物陶瓷颗粒,如 Al₂O₃、TiB₂ 显著提升材料抗高温软化能力^[83]。引入上述一种或多种热稳定强化相,是 SLM 高温铝合金的主要设计思路。

Al-Si 合金体系是最早的耐热铝合金研究焦点,但其在高温下强度衰减明显,主要是由于缺乏高热稳定性强化相。当温度从室温升至 200 °C 时,SLM 成形 Al-12Si 合金的屈服强度由 138 MPa 下降至 114 MPa (降幅 17.4%),而 AlSi10Mg 合金的屈服强度则由 204 MPa 锐减至 70 MPa (降幅 65.7%)。这种力学性能的急剧下降源于共晶硅相的粗化及位错钉扎效应的失效,严重制约了 SLM 成形 Al-Si 合金在高温环境下的工程应用潜力。

基于 Al₃Sc、Al₃Zr 相的高温稳定性优势,Sc/Zr 微合金化促成多体系 SLM 铝合金,包括 Al-Mg-Sc-Zr^[86]、Al-Zn-Mg-Sc-Zr^[87]、Al-Mn-Sc^[88]等。此类合金高温力学性能演化机制仍缺乏系统性研究。初步的研究发现 260 °C 时,打印态和时效态 Al-Mg-Zr 合金屈服强度仅有 87 MPa 和 24 MPa^[89]。其中时效态强度骤降主要归因于 Al₃(Sc,Zr)析出相的晶界粗化与共格性丧失,显著削弱其对晶界滑移的钉扎效应。

含过渡族合金元素的合金体系因其独特的热稳定性强化机制成为研究热点。

受到快速凝固技术的启发,高体积分数金属间化合物铝合金逐渐被开发出来,例如 Al-Ce^[90]、Al-Fe^[91]、Al-Ni^[92]、Al-Cr^[93]、Al-Mn^[94]等。这些体系通过过渡族元素和 Al 形成的金属间化合物(如 Al₃Fe, Al₃Zr)钉扎晶界、阻碍位错,实现高温下的力学性能的增强。

名古屋大学的 Takata 团队制备 SLM Al-Fe 耐热铝合金,展现出独特的纳米共晶结构及优异的室温拉伸性能,300 °C热暴露 1000 h 后,强度没有明显降低,表明该合金具有稳定的高温力学性能,其热稳定性来源于金属间化合物相的低粗速率与晶界钉扎效应^[95]。M.T. Pérez-Prado 研究发现 SLM Al-5Fe-6Cr 合金中的沉淀相在熔池中和晶界上非均匀分布形成二十面体的金属间化合物相,200 °C时其屈服强度高达 344 MPa,300 °C时达到 273 MPa,是有报道的最高屈服强度^[85]。Chen 等人制备出 SLM Al-5.7Ni 共晶合金,微观结构包含大量弥散分布的纳米尺寸的 Al₃Ni 颗粒,与基体呈共格关系,300 °C的抗拉强度仍超过 140 MPa^[96]。

虽然借助过渡金属 Fe、Ni、Mn,目前开发出部分 Al-Ni 系^[92],Al-Fe 系^[91],Al-Mn 系^[94]及 Al-Cr 系^[93]高温铝合金材料。然而,可规模化商用的增材制造耐热铝合金材料仍有限,难以满足高温工况的迫切需求。后续工作通过借鉴铸造耐热合金的成分设计原理,结合快速凝固特性进行体系优化,有望突破材料体系限制。

1.5 本文研究内容

目前,选区激光熔化铝合金获得了较为广泛的研究,形成了多种较为成熟的成分体系。添加 Sc、Zr 等变质元素,Al-Mg-Sc-Zr 产生异质形核,促使粗大柱状晶粒转变为细小等轴晶粒,消除了裂纹缺陷,屈服强度达到 300 MPa。为实现进一步强化,提高 Al-Mg-Sc-Zr 中 Mg 元素含量,同时加入 Si 元素,可获得 Al-Mg-Si-Sc-Zr 合金。研究表明 Al-Mg-Si-Sc-Zr 合金打印后内部无热裂纹,Al-8Mg-1.3Si-0.5Mn-0.5Sc-0.3Zr 屈服强度达到了 445 MPa,抗拉强度达到约 500 MPa,均匀延伸率保持 10.4%^[23]。Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 屈服强度达到了 412 MPa,抗拉强度约 475 MPa,均匀延伸率超过 15%^[97]。Al-Mg-Si-Sc-Zr 表现出优异的强塑性匹配性和良好的工程应用前景。该体系通过固溶强化、细晶强化与纳米析出协同作用,兼具高强度和良好成型性,为航空航天轻量化构件提供极具潜力的材料解决方案。

相比于其他成分系 SLM 铝合金,关于 Al-Mg-Si-Sc-Zr 的研究存在以下几方

面待完善之处。首先，与多数 SLM 铝合金相似，Al-Mg-Si-Sc-Zr 强化机制包括细晶强化、固溶强化和第二相强化，这些强化机制在文献中已经获得了详细的定量分析。优异的塑性变形能力，可以避免和减弱材料内部产生应力集中的程度，避免结构材料的快速断裂，然而至今未有研究关注该类铝合金优异的塑性变形能力的控制机制。其次，SLM 制备 Al-Si、Al-Cu 和 Al-Zn 合金的热处理已经获得了较为广泛的研究，包括固溶和时效过程中 Si 相、Cu 和 Zn 等固溶原子析出和演变行为，但过固溶 Mg、Si 原子析出行为及其对力学性能的影响仍未进行系统研究。最后，Al-Mg-Si-Sc-Zr 高温力学性能和蠕变行为的研究还未开展。鉴于上述要点，本论文以 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 为研究对象，进行如下相关内容研究：

（1）Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 塑性机制研究。分析 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金的微观结构，确定其拉伸塑性变形的影响因素，建立单向拉伸塑性模型，利用模型衡量各因素的作用，预测拉伸塑性随材料、工艺的变化规律。

（2）Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 热处理行为研究。对 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 进行固溶和时效处理，研究处理过程 Mg、Si 过固溶原子析出行为和力学性能变化规律，分析固溶和时效处理对力学性能影响的作用机理。

（3）Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温性能研究。对打印态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金进行高温拉伸和蠕变实验，研究高温条件下合金单向变形和蠕变变形行为，分析环境温度和应力水平对合金微观结构的影响，确定高温性能的影响因素和作用机理，揭示 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温强化机制和高温蠕变机制。

第二章 实验材料及方法

2.1 实验材料及制备方法

本论文中采用江西宝航新材料有限公司生产的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 和 Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr 粉末，粉末粒径为 15~53 μm ，平均粒径约 23.6 μm ，采用气雾化方法制备而来，其化学成分如表 2-1 所示。

表 2-1 本论文采用的合金粉末化学成分

	Mg	Si	Sc	Zr	Mn	Zn	Cu	Al
Al-Mg-Si-Sc-Zr	7.66	0.62	0.57	0.29	0.035	0.036	0.031	Bal.
Al-Mg-Sc-Zr	4.12	0.036	0.55	0.26	0.045	0.034	0.039	Bal.

选区激光熔化制备在德国 SLM Solutions 公司制造的小型金属 3D 打印机 SLM 125 上进行，打印获得尺寸 $15\times 15\times 15\text{ mm}^3$ 的立方块状样品，如图 2-1 所示。SLM 打印速度 540-1800 mm/s，激光功率 370 W，扫描间距 100 μm ，层厚 30 μm ，层间转角 67° ，激光光斑尺寸 120 μm ，预热温度 100 $^\circ\text{C}$ ，采用高纯 Ar 气保护，打印过程保持氧元素含量小于 50 ppm。采用 7050 铝合金材质基板，使用前基板采用磨床磨平，表面粗糙度 $R_a=1.6\text{ }\mu\text{m}$ ，丙酮+酒精清洗去除表面油污。打印后采用电火花线切割将立方块样品从基板切除。

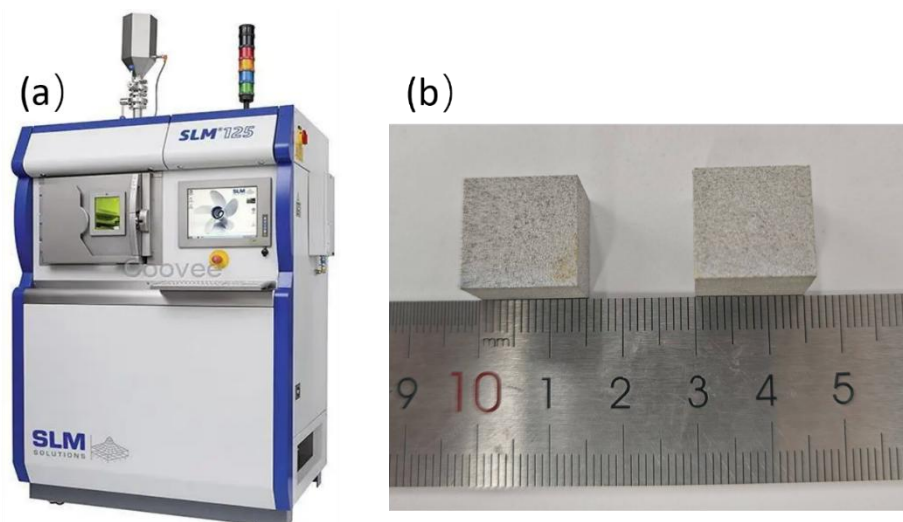


图 2-1: (a) 德国 SLM 125 机器; (b) 选区激光熔化打印样品

2.2 热处理方案

采用合肥科晶 KSL-1200 型号厢式电阻炉，对 SLM 样品进行时效处理。时

效处理温度为 300 °C-400 °C，保温时间分别为 1 h、2 h、4 h、6 h、8 h、12 h。保温后取出样品，在空气中冷却到室温。热处理炉升温速度慢、时间长，时效处理时，将炉温升至目标温度后，通过专用夹钳将放有样品的坩埚放入炉中，加热保温。

2.3 力学性能测试

2.3.1 显微硬度

使用迈格仪器 SmartVickers 1000Z 测量 SLM 状态和时效处理样品的显微维氏硬度。显微硬度测量具体参数如下。采用 100 g 试验载荷，保压时间是定为 10 s，确保压痕形成的稳定性。每种类型的样品重复测量 10 次，取平均值作为对应样品的显微硬度。获得的显微硬度压痕尺寸约 20-30 μm ，重复测量时相邻压痕尺寸大于 350 μm 。采用电火花线切割制备显微硬度测试样品，切割后样品进行机械抛光和研磨处理，最后抛光采用 0.5 μm 粒径的碳化硅抛光膏。

2.3.2 室温及高温拉伸

SLM 打印态和时效态样品室温及高温拉伸测试在岛津 AGS-10KNXD 拉伸实验机上进行。该实验机最大载荷 10 KN，载荷测量精度 0.1 N。使用拉伸机配套的南京睿泽 RVX-112 光学引伸计测量拉伸应变，如图 2-2（a）所示。采用电火花线切割加工的狗骨形板状拉伸样品，样品的尺寸如图 2-2（b）所示。测试前，样品进行研磨去除切割影响层。

采用喷漆法，在样品标距段的两端产生标记点。拉伸过程中，光学引伸计摄像头连续高速拍摄标距段图像，通过像素计算两端标记点之间的距离，进而计算标距长度的变化和工程应变。同时，软件读取应力传感器数值，根据样品初始截面积，计算工程应力，绘制拉伸工程应力应变曲线。

单向拉伸采用恒应变速率控制，应变速率为 10^{-3} s^{-1} 。拉伸过程中，每 10%应变变量，程序软件自动更新标记点追踪图像，采用载荷下降阈值作为拉伸断裂判定标准，阈值为载荷下降到最大值的 80%。高温拉伸测试温度为 200 °C、150 °C 和 100 °C。采用拉伸机配套的南京睿泽环境温度实验箱控制拉伸测试温度，如下图所示 2-2（c）所示，其温度控制误差为 $\pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

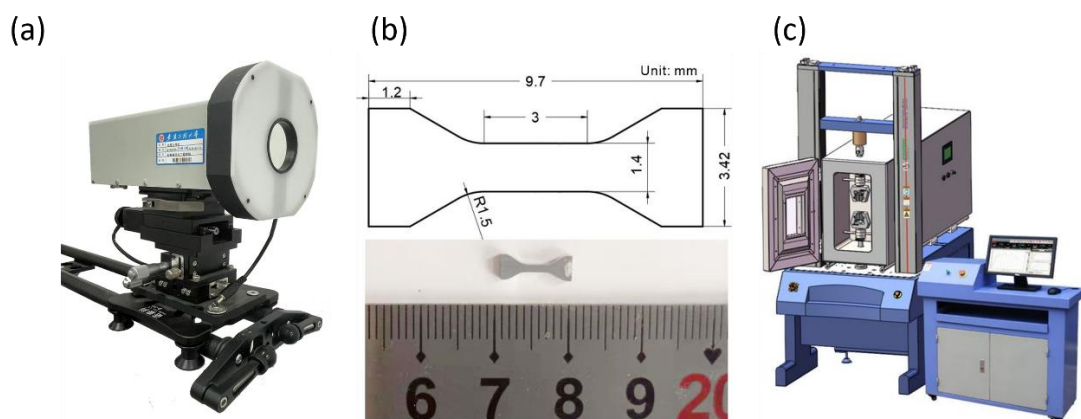


图 2-2: (a) 南京睿泽 RVX-112 光学引伸计; (b) 狗骨头拉伸样品尺寸; (c) 拉伸机配套环境温度试验箱

2.3.3 高温蠕变

高温蠕变实验基于岛津 AGS-10KNXD 电子万能试验机上进行, 利用环境温度试验箱控制蠕变温度。实验采用 Lo Piccolo 等人发明的阶梯蠕变实验方法^[98], 进行两类蠕变实验。一类固定实验温度, 逐渐增大蠕变应力, 称为恒温阶梯蠕变。另一类固定蠕变应力, 逐渐升高蠕变温度, 称为恒应力阶梯蠕变。恒温阶梯蠕变温度为 150 °C 和 200 °C, 应力范围为 100-300 MPa。恒应力阶梯蠕变应力为 130 MPa 和 150 MPa, 蠕变温度为 150-200 °C。应变测量仍采用 RVX-112 光学引伸计, 实时采集标距段蠕变变形量, 数据采集频率设定为 1 Hz, 满足蠕变速率动态跟踪需求。

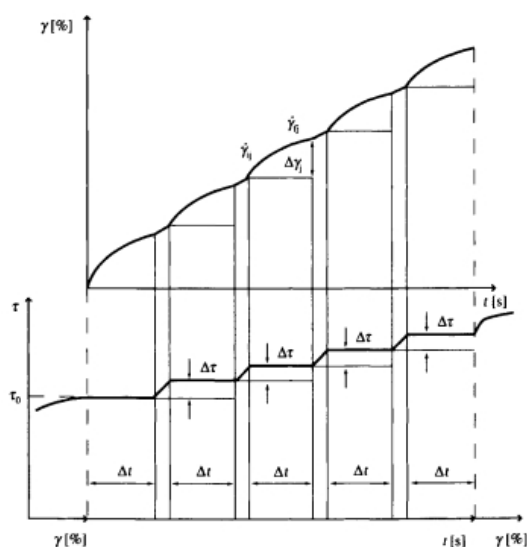


图 2-3: 重复蠕变示意图, 下图表示瞬态过程中试样所受的应力随时间的变化, 上图显示相应的蠕变应变

2.4 微观结构分析

2.4.1 X 射线衍射

利用 X 射线衍射 (X-ray diffraction, XRD), 分析了 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 的相组成, XRD 衍射在 Bruker D8 Advanced diffractometer 衍射仪上进行。采用 Cu-K α 辐射, $\lambda=0.15406$ nm, 电压 40 kV, 电流 40 mA, 扫描范围为 20-100°, 步长为 0.02°, 扫描速率 3 °/min。

2.4.2 金相显微分析

使用基恩士 VHX-5000 超景深显微镜拍摄制备样品的金相组织, 利用电火花线切割方法制备金相样品, 切割后的样品利用酚醛树脂热镶嵌, 镶嵌温度 120 °C, 加热时间 10 min。镶嵌的样品进行机械研磨抛光, 后进行腐蚀。腐蚀液为凯勒试剂, 成分为 1 mlHF+2.5 mlHNO₃+1.5 mlHCl+95 ml 水, 腐蚀时间 5-10 s。

2.4.3 扫描电镜分析

采用扫描电子显微镜 FEI Nova Nano430 对制备的样品进行微观结构分析, 对拉伸、蠕变样品断口进行分析, 加速电压 15 kV。微观结构分析采用电子通道衬度模式, 断口分析采用二次电子模式。采用电火花线切割方法制备微观结构分析样品, 切割后的样品进行机械研磨和抛光, 之后进行电解抛光处理。抛光液为 10%高氯酸酒精 (10 ml 浓高氯酸+90 ml 酒精), 抛光采用 16 V 恒电压控制, 抛光时间约 20 s。抛光后采用蒸馏水和酒精清洗, 吹干。断口分析则利用拉伸、蠕变断裂后的样品直接分析, 断口不做处理, 已保持原始断裂形貌。

该扫描电镜配备了电子背散射衍射 (Electron Back Scattering Diffraction, EBSD) 附件, 用于分析制备样品的晶体取向和织构。EBSD 分析步长为 0.2 μ m, 加速电压 18 kV, 电子束斑 6.0, 工作距离 9.8 mm, 样品倾转角 70°, 信号采集探头与样品表面距离 166 mm。EBSD 样品制备过程与扫描电镜微观结构分析样品相同。

2.4.4 透射电镜分析

利用 FEI TecnaiG2 F20 对 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 样品进行高倍透射电子显微分析, 该透射电镜装备了 Bruker XFlash 5030、高角环形暗场像附件、4K*4K

Gatan Oneview 快速相机，用于样品元素分析和相分布分析。透射电子显微镜加速电压 200 kV，信息分辨率优于 0.14 nm，STEM 分辨率：优于 0.2 nm，最小电子束斑尺寸为 0.2 nm。透射电子显微镜样品。样品用 2000#SiC 纸机械研磨至 60 μm 厚，打孔至 $\Phi 3\text{ mm}$ 圆盘，然后在 Gatan 691 上进行离子束薄化，减薄过程中利用液氮持续冷却。

第三章 室温拉伸性能及强韧化机制

传统 SLM Al-Mg-Sc-Zr 屈服强度约 300 MPa, 难以满足高强铝合金的应用需求。提高 Mg、Si 等元素含量是设计开发更高强度 SLM 铝合金的可能途径。目前, 关于 Al-Mg-Si-Sc-Zr 合金已有初步报道, 其微观结构强化机制已经获得了详细的定量分析, 然而至今未有研究关注该类铝合金塑性变形能力控制机制的报道。

本章实验利用 Solutions 125 打印机制备了 Mg 含量达到 7.5 wt.%、Si 含量 0.6 wt.% 的 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr, 系统研究了制备工艺对材料内部微观结构的影响规律, 包括微观组织形貌、晶粒形态、第二相类型及分布, 对制备的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 综合拉伸性能进行了实验, 分析了 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金的微观结构与其拉伸塑性变形的影响关系, 建立了单向拉伸塑性模型, 利用模型衡量各因素的作用, 预测拉伸塑性随材料、工艺的变化规律。实验结果有望对 SLM 高强铝合金成分和性能设计提供一定的理论和实验参考。

3.1 SLM 成型影响

为了探究适用于选区激光融化 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的最佳工作窗口, 本实验研究了不同扫描速度对 SLM 制备的 Al-Mg-Si-Sc-Zr 原始态成型质量以及微观组织的影响。结合微观结构表征以及力学性能分析了选区激光融化 Al-Mg-Si-Sc-Zr 合金工艺参数对其的影响, 为选区激光融化高强度铝合金的实际应用奠定基础。

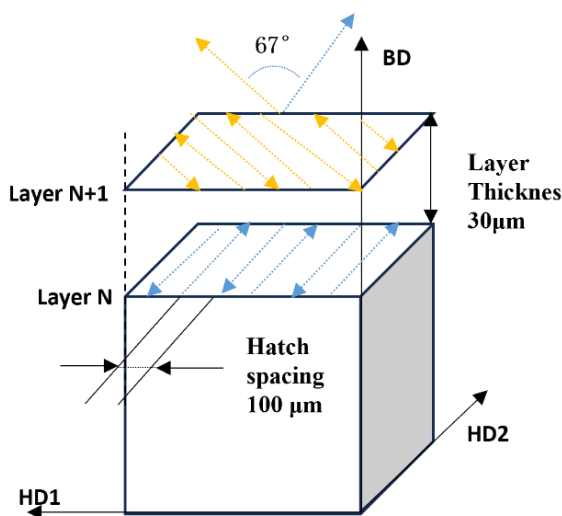


图 3-1: SLM 成型工艺图

选取 SLM 打印激光功率 370 W，扫描间距 100 μm ，层厚 30 μm ，层间转角 67°，激光光斑尺寸 120 μm ，扫描速度在 650 mm/s-2500 mm/s。探究成型工艺参数对成型质量、微观结构以及力学性能。SLM 成型工艺示意图如图 3-1 所示。

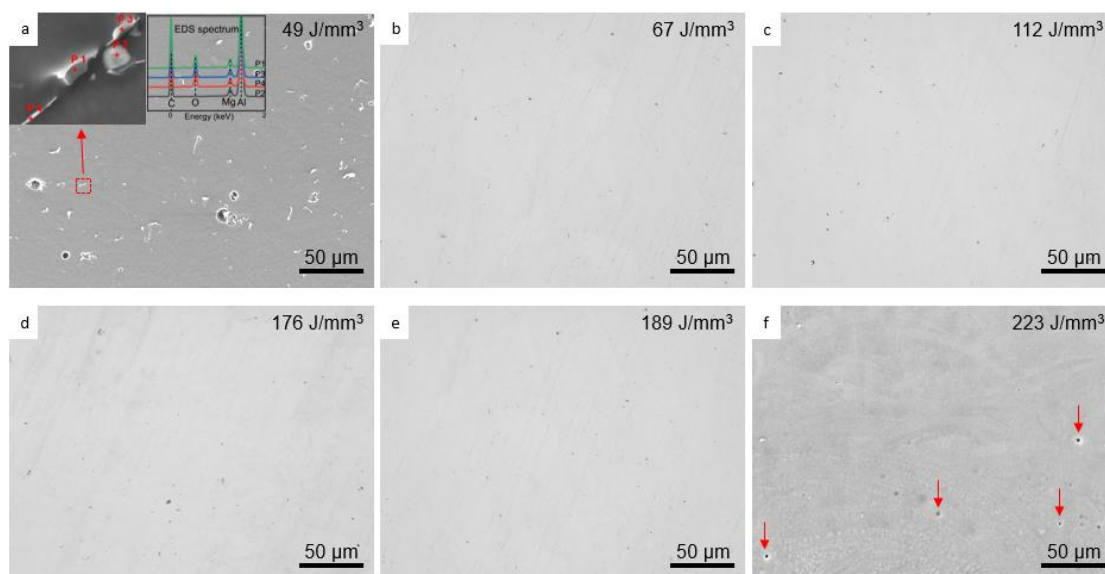


图 3-2: 不同激光能量密度的表面形貌

由于铝合金不同合金的材料特性，导致铝合金在选区激光融化过程中更容易产生气孔、热裂纹、氧化物等缺陷，相比较于其他材料，铝合金的选区激光融化成型更加难以控制。图 3-2 给出了不同激光能量密度的表面形貌。

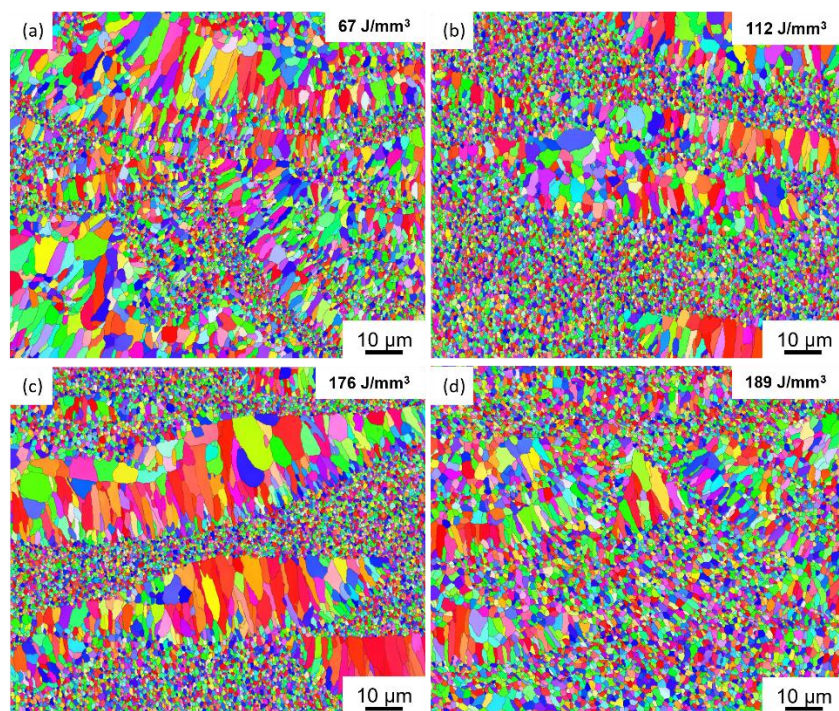


图 3-3: 选区激光融合金试样沿垂直方向 EBSD 结果 (a) 激光能量密度 67 J/mm³; (b) 激光能量密度 112 J/mm³; (c) 激光能量密度 176 J/mm³; (d) 激光能量密度 189 J/mm³

根据表面形貌结果来看,在较低的能量密度也就是较快的扫描速度下,表面有些许缺陷,这是一种激光飞溅物,并且表面还有孔隙的存在。经过 EDS 线扫分析该夹杂物为铝的氧化物。经分析飞溅物在飞溅过程中冷却,由于激光能量密度较低难以在重熔时将其完全融化,形成了如图所示的夹杂物。在 67 J/mm^3 - 189 J/mm^3 的能量密度下,表面成型质量良好没有较明显的气孔以及缺陷。在较高能量密度下如能量密度为 223 J/mm^3 时表面出现些许气孔,该类气孔主要为冶金气孔,气孔大多为较规则的圆形,结合材料特性可知该气孔可能由一些元素如 Mg,在激光打印时能量密度过高挥发导致。

成型质量的优劣主要由能量密度的大小决定,根据成型质量选择 67 J/mm^3 - 189 J/mm^3 四个样品准备 EBSD 试样,分析微观结构组成。EBSD 结果如图 3-3 所示,四个能量密度的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 微观结构均由细小的等轴晶粒和粗大的柱状晶粒组成。通过软件分析等轴晶和柱状晶所占比例,结果显示,随着激光能量密度的增加柱状晶所占比例减小,相应的等轴晶所占比例增加。在能量密度为 67 J/mm^3 时等轴晶所占比例仅为 35%,但激光能量密度增加到 189 J/mm^3 时等轴晶所占比例增加到 70%。

3.2 SLM 态微观结构

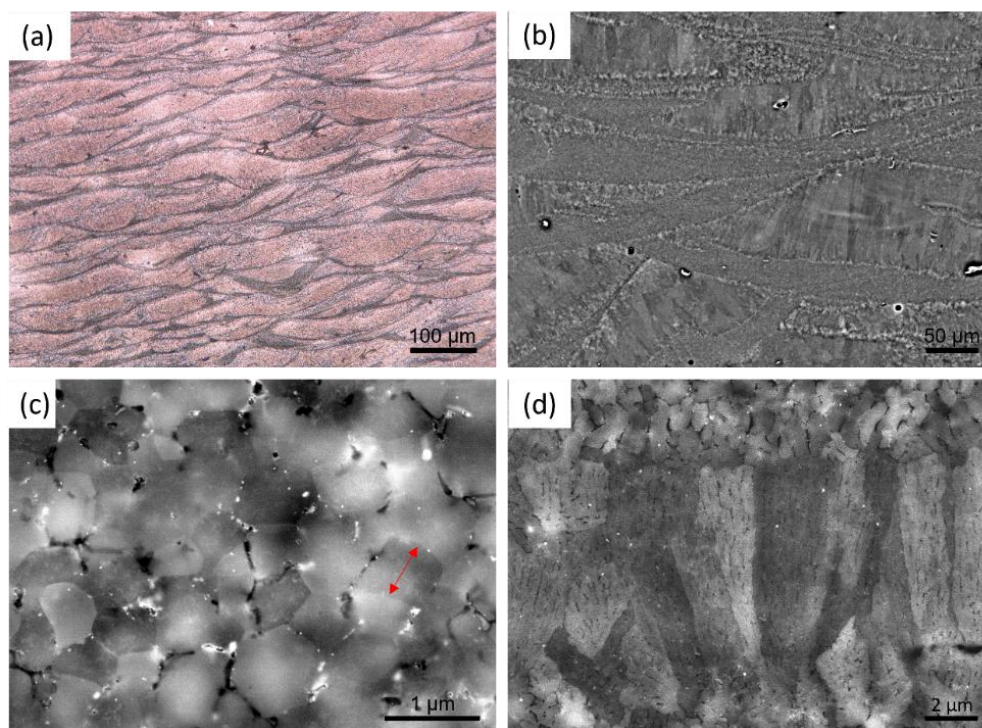


图 3-4: SLM 样品 (a) 金相图; (b) SEM 图; (c) 等轴晶区高倍图; (d) 柱状晶区高倍图

基于选区激光融化的成型原理，打印态 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 表现出独特的微观结构。金相及扫描电镜图像如图 3-4 (a) 所示，微观结构表现出沿水平方向弯曲、交叉的灰黑条带形貌，竖直方向表现出堆叠的熔池状形貌。在扫描电镜下发现其微观组织由柱状晶和等轴晶交替排列。

选区成型质量及微观结构组成较为合适的 176 J/mm^3 能量密度的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品进行详细的取向特征分析。通过拍摄 EBSD 和绘制反极图分析，可得样品由典型的等轴晶和柱状晶组成，对混合结构进行了等轴晶和柱状晶的分离统计晶粒尺寸。等轴晶晶粒尺寸较为集中通常小于 1 微米，柱状晶则集中在 0.5-2 微米之间，如图 3-5 所示。通过反极图可得该铝合金等轴晶部分取向基本随机分布，没有明显的择优取向。柱状晶部分则有较为明显的丝织构特征，为 (100) 方向垂直于基板的丝织构。

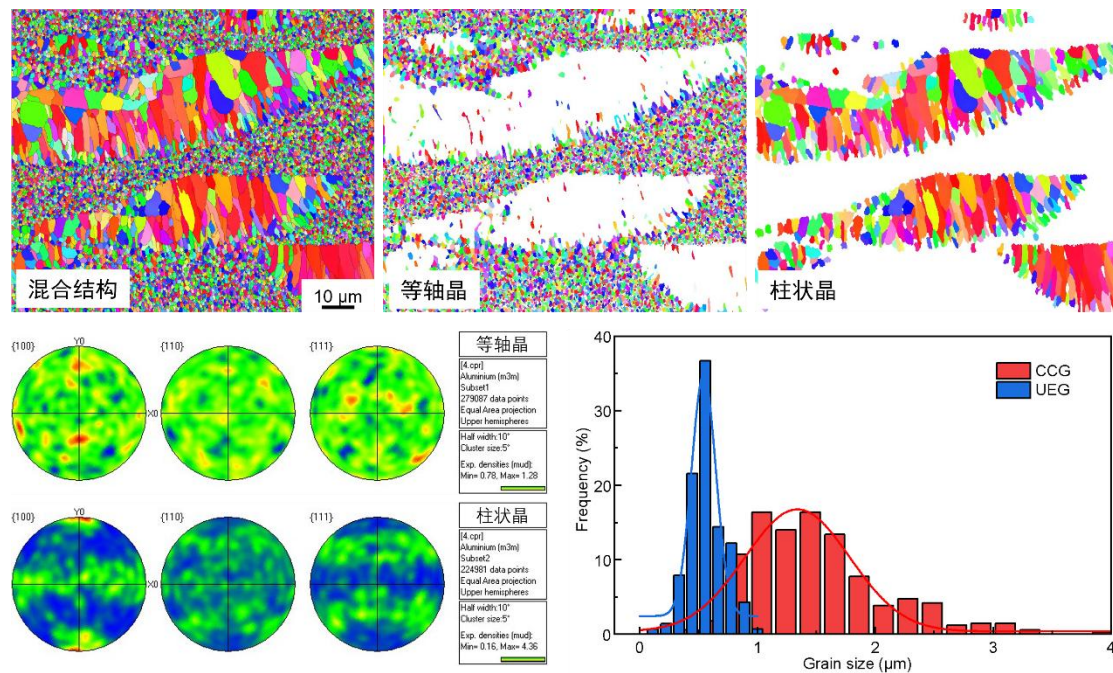


图 3-5: 激光能量密度 176 J/mm^3 的 EBSD 图、反极图及晶粒尺寸统计图

采用 Pandat 软件将 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 和 Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr 的凝固路径进行了对比,如图 3-6 所示。Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 降温凝固时, 762°C 开始发生液固转变反应 $L \rightarrow L' + \text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$, 析出 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 。 628°C 时发生凝固反应 $L' \rightarrow \alpha\text{-Al} + L''$, 形成主要的基体相。 573°C 时发生共晶反应 $L'' \rightarrow \beta\text{-Mg}_2\text{Si} + \alpha\text{-Al}$, 液相转变为基体和 Mg_2Si 。 295°C 时发生固相反应, 在基体 $\alpha\text{-Al}$ 固溶体中析出 AlMg 金属间化合物相。

上述软件采用的是遵从 Scheil 方程的非平衡凝固条件。这类非平衡凝固中,

溶质原子在固相中无扩散，在液相中均匀混合。这与实际 SLM 过程会存在很大的差异。首先 SLM 过程中，固液界面原子分配是非平衡的。SLM 高速凝固会导致溶质捕获现象，在很多 SLM 合金中已经被证明。其次 SLM 固液界面前沿的液相中，溶质原子也缺乏足够的时间达到扩散均匀。因而计算出的凝固路径只能作为定性参考。

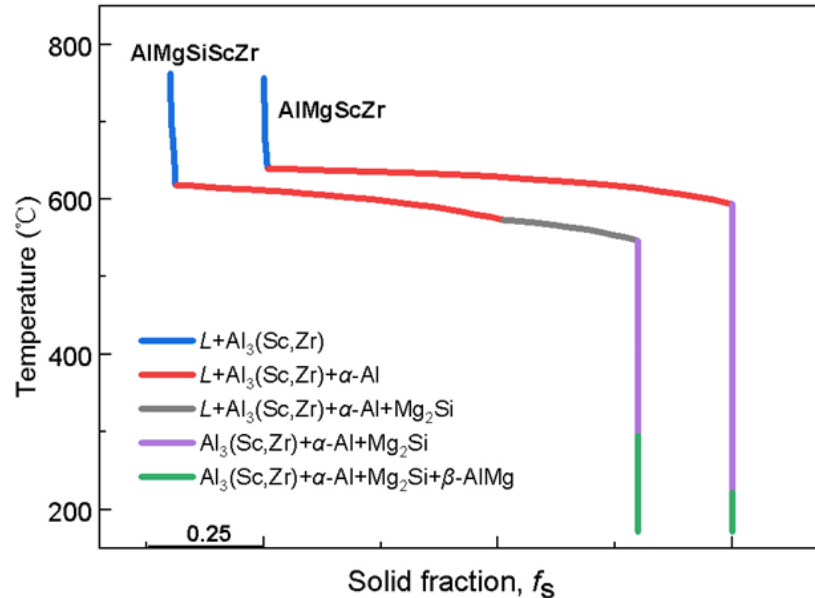


图 3-6: Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 和 Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr 的凝固路径

为了更为清晰的研究该样品特定的微观结构，对样品进行了 STEM 研究。如下图所示为等轴晶区域高角度环形暗场拍摄结果及 EDS 面扫结果。等轴晶晶粒清晰可见、晶界十分清晰。并且 HAADF 图像表明等轴晶区域处存在两种第二相，已在图像上标记，分别是分布于晶界处的椭圆形或棒状的第二相和弥散分布在晶内第二相，尺寸为别为一百纳米和几十纳米。EDS 面扫结果显示了 Al、Si、Mg、Sc、Zr 元素的分布图，晶界处的第二相主要为 Mg 和 Si 两种元素，晶内的第二相则主要为 Sc 和 Zr 这两种元素，剩余区域各种元素几乎均匀分布。Mg 和 Si 有较稳定的化学结构，Mg 是二价金属，容易失去电子形成+2 价金属阳离子，而 Si 是四价非金属，易接受电子形成较为稳定的四配位结构。由于电子结构的互补性使得 Mg 元素和 Si 元素可以形成稳定的化学键。

在选区激光融化的过程中，由于反复的快速融化和冷却，合金中的 Mg 和 Si 元素容易在晶界处发生偏析。高温下 Mg 和 Si 形成 Mg_2Si 相，在快速冷却时该相优先在晶界处析出，这主要是因为晶界提供了更多的能量和空间来降低系统的总能量。在合金粉末中添加 Sc 和 Zr 能够细化合金的晶粒有助于减少缺陷，主要

原因是因为 Sc 和 Zr 在合金中形成 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 纳米颗粒, 这些纳米颗粒与铝基体有极小的晶格配错度, 可以作为有效的异质形核点。并且由于选区激光融化工艺具有极高的冷却速率, 在合金凝固过程中 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 纳米颗粒在熔池内部迅速析出并作为形核异点。且由于熔池内部存在显著的温度梯度, 在熔池中心区域, 温度较高, $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒可能会部分融化。在熔池边界区域, 温度较低, $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒更容易保持稳定。在以上这些条件下, 铝基体在这些纳米颗粒上竞争生长, 形成细小的等轴晶。

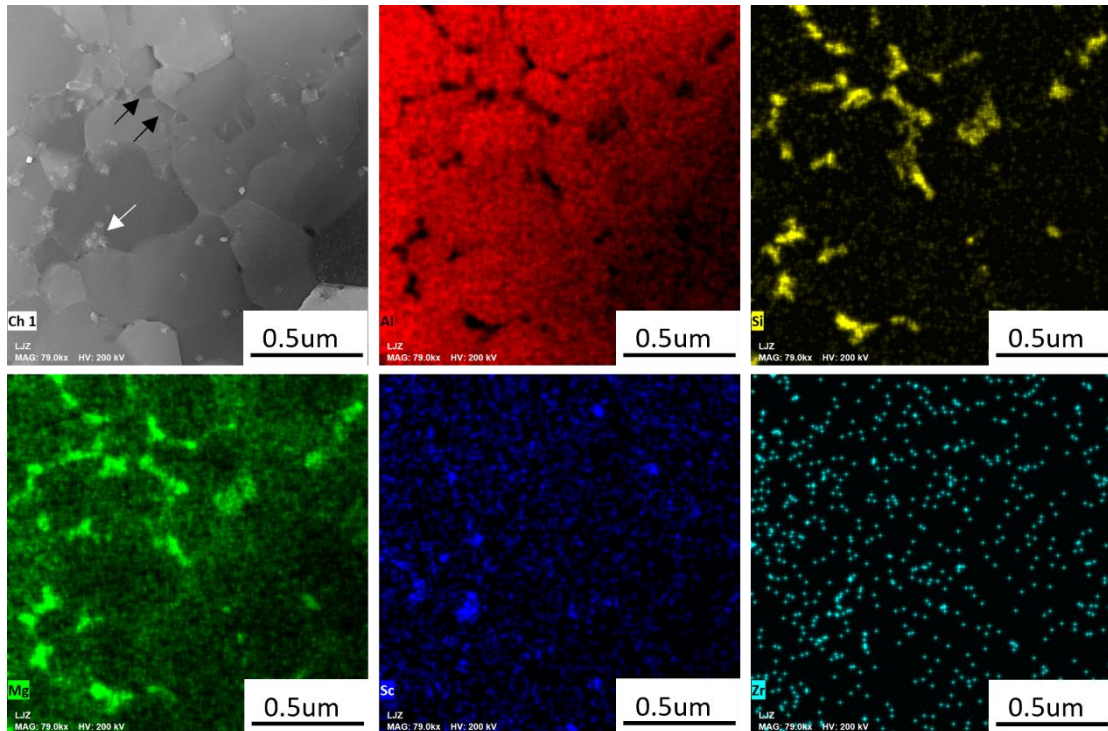


图 3-7: 激光能量密度 176 J/mm^3 样品 HAADF 像及 EDS 面扫图像

3.3 室温拉伸性能

如图 3-8 所示为 SLM $\text{Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si}$ 和 $\text{Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr}$ 的室温拉伸工程应力-应变曲线和应变硬化率曲线。常规的 $\text{Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr}$ 合金室温拉伸表现出典型的弹性变形阶段、塑性变形阶段和颈缩阶段, 没有明显的屈服点。 $\text{Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si}$ 与 $\text{Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr}$ 拉伸变形过程相似, 经过初始阶段的弹性变形后, 即发生明显应变硬化现象, 拉伸应力随着工程应变铸件增大, 直至到达最大流动应力对应的抗拉强度点。

将 $\text{Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si}$ 与 $\text{Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr}$ 进行拉伸性能指标的对比, 结果发现高 Mg 含量的 176 J/mm^3 SLM $\text{Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si}$ 合金屈服

强度为 412 ± 8 MPa, 比 Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr 的屈服强度 (300 ± 5 MPa) 高出 112 MPa。SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 的均匀延伸率达到 $15.6 \pm 0.6\%$, 与 Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr 的均匀延伸率 ($15.8 \pm 0.2\%$) 相当。高 Mg 含量的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 合金屈服强度明显提升的同时, 均匀延伸率并没有明显的降低。

根据应力应变曲线可以观察到 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 拉伸过程具有锯齿状的变形行为, 这一锯齿状波动现象被称作 Portevin-le Chatelier(PLC)效应, 铝镁合金的一个显著特征, 是一种在特定温度和加载速度下的不稳定塑性变形现象。PLC 效应的原因普遍认为是动态应变时效机制 (Dynamic Strain Ageing, DSA), 这种机制代表着溶质原子与位错之间的相互影响, 在铝镁合金中, 当可动位错在运动过程中被晶体中的障碍所阻拦时, 溶质原子 Mg 将通过扩散的方式向其偏聚, 并形成溶质原子气团将可动位错钉扎。在外加应力的作用下, 可动位错将通过热激活的方式越过障碍, 继续向前运动, 这个脱钉过程在宏观上表现为应力的瞬间降低。可动位错与溶质原子之间反复的钉扎和拖钉过程就形成了应力应变曲线上的锯齿状波动。

由工程应力应变曲线可获得加工硬化率曲线, 如图 3-8 (b) 所示。由加工硬化率曲线发现, 塑性变形阶段 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 的应变硬化率随着应变逐渐变小 (下图的应变硬化率 II 阶段), 颈缩点, 即真应力应变曲线与应变硬化率曲线的交点出现在 II 阶段结尾时刻。这意味着 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 样品中没有明显的缺陷, 否则内部缺陷会导致应变硬化率在颈缩之前陡然下降。

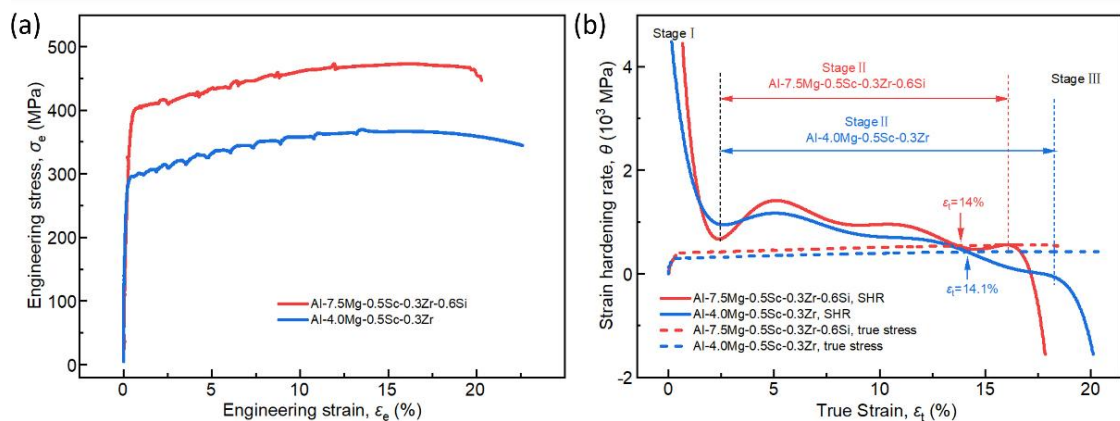


图 3-8: (a) 拉伸工程应力应变曲线; (b) 加工硬化率曲线

如图 3-9 中总结了 SLM 铝合金的屈服强度和均匀延伸率的匹配关系。Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 具有较好的强塑性匹配, 超过了 Al-Si、Al-Mg-Sc-Zr, 甚至是时效硬化过后的 Al-Cu 和 Al-Mn。考虑到材料密度的时候, Al-7.5Mg-0.6Si-

0.5Sc-0.3Zr 的比屈服强度为 153 J/g, 这超过了大多数的选区激光融化金属, 例如 17-4 PH SS、316L SS、钛合金、Inconel 738、和 Inconel 718, 综上所述, Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr SLM 打印态具有良好的比强度和塑性协同作用, 在轻量化结构中具有很大的潜力。

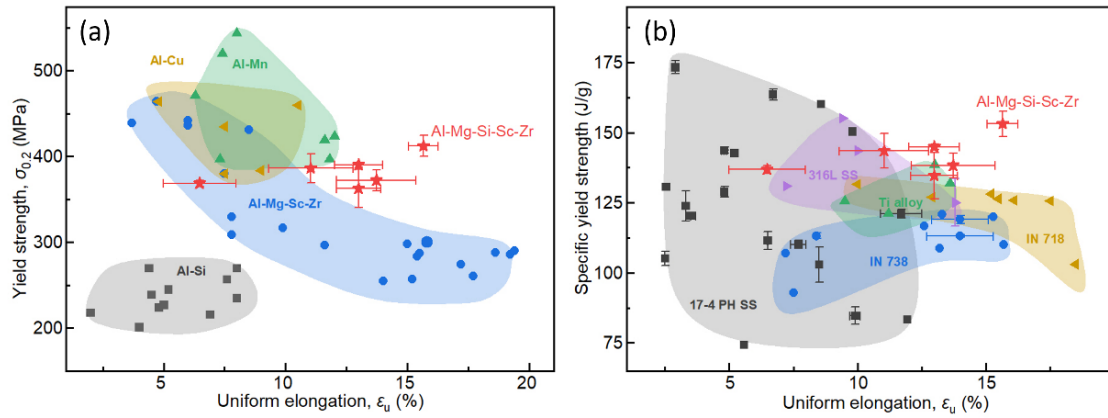


图 3-9: (a) Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr、Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr、Al-Si、Al-Mg-Sc-Zr、Al-Cu、Al-Mn 的屈服强度和均匀延伸率总结; (b) SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si、17-4 PH SS、316L SS、Ti 合金、Inconel 738 和 Inconel 718 的比屈服强度和均匀伸长率总结

将不同能量密度 ($49\text{--}223\text{ J/mm}^3$) 制备的高 Mg 含量的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金分别进行拉伸实验, 获得拉伸性能 (屈服强度、抗拉强度、均匀延伸率) 随能量密度变化的关系。发现随着扫描速度的减小, 能量密度逐渐增大, SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的屈服强度、抗拉强度整体上有所提升, 但均匀延伸率先增大后减小。结合本章 3.1 节能量密度对内部缺陷和微观结构的影响, 认为能量密度较低时 ($49\text{--}67\text{ J/mm}^3$), SLM 缺陷对拉伸性能起决定性作用。由于制备能量密度不, 样品内部存在未熔合、空洞缺陷, 导致能量密度越低, 拉伸性能越差。能量密度充足时, 样品缺陷较少, 样品微观结构决定其力学性能。如激光能量密度为 $85\text{--}176\text{ J/mm}^3$ 时, 呈现出较优越的性能, 抗拉强度和屈服强度缓慢上升, 均匀延伸率缓慢下降。当激光能量密度超过 176 J/mm^3 时, 样品内部出现空洞, 导致拉伸性能降低。

3.4 分析及讨论

本章本研究设计并采用 SLM 制备了一种新型 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 合金, 它表现出显著改善的强度-延性协同作用。在之前的研究中, 对添加 Mg 和 Si 进行了深入的分析和讨论^[23, 97], 这里将不再重复。除了优异的强度, Al-7.5Mg-

0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 高塑性，优异的强度和高塑性使其可展现出优异的韧性，保证工程结构服役过程的可靠性。由于相关强化机制已经研究、分析讨论的非常清楚，本章将主要讨论 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 优异均匀延伸率的机制。

如图 3-10 所示，假设 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 中柱状粗晶横截面为六边形，其宽度为 λ 。前述微观结构表征表明柱状晶晶界上分布有 Mg_2Si ，假设 Mg_2Si 的宽度为 w ，则 Mg_2Si 体积分数 f 与柱状晶宽度 λ 和 Mg_2Si 宽度 w 关系可以用下式（3-1）表示：

$$w = (1 - \sqrt{1-f})\lambda \quad (3-1)$$

金属塑性变形时，位错增殖将引起应变硬化。相反，孔洞的形成和扩展将引起样品软化（几何软化），导致流变应力降低^[57]。这两种机制决定了变形的金属样品表观应变硬化行为，如图 3-8 所示意。提升样品单向拉伸均匀延伸率主要包括提高位错增殖密度或延缓内部孔洞形核和扩展。

SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 中， Mg_2Si 相可以起到强化作用，但也增加了晶界附近拉伸变形塑性应变不相容性，成为空洞易于形核位置。假设拉伸变形空洞形成的临界应变为 ε_c 。临界应变的主要影响因素是脆性析出相的尺寸^[99,100]，二者间相互关系如式（3-2）所示：

$$\varepsilon_c = \left(\frac{Gb + G_c b_c}{1.67E_c r_c} \right)^{1/2} \quad (3-2)$$

式中， G 、 G_c 、 b 、 b_c 、 E_c 分别为基体的剪切模量、析出物的剪切模量、基体的 Burgers 矢量、析出物的 Burgers 矢量、析出相的杨氏模量， w 表示脆性析出相的体积分数。

由于空洞形成后将迅速导致几何软化，这种几何软化远大于位错增殖引入的应变硬化，导致孔洞形成后，表观应变硬化率将不再上升（如图 3-8 所示），均匀延伸率达到最大，因而临界应变 ε_c 通常与均匀伸长率 ε_u 相当^[100]。将式（3-1）和式（3-2）相结合，并用均匀伸长率 ε_u 代替临界应变 ε_c ，可以将 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 的均匀伸长率 ε_u 与 Mg_2Si 的体积分数关联。二者关系如式 3-3 所示：

$$\varepsilon_u \approx \left(\frac{Gb + G_c b_c}{1.67E_c (1 - \sqrt{1-f})\lambda} \right)^{1/2} = \frac{c}{\sqrt{1 - \sqrt{1-f}}} \quad (3-3)$$

上式描述了均匀伸长率随 Mg_2Si 含量的变化，如图 3-10 所示。将 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 均匀延伸率与 Mg_2Si 含量关系，以及文献中已有报道的

数据作于上图中，发现式 (3-2) 可以准确的描述已有数据，表明这种模型关系在解释合金均匀延伸率方面是有效的。

当 Mg_2Si 的体积分数从 3.9% (Liu 等人报道的 Al-8Mg-1.3Si-0.5Mn-0.5Sc-0.3Zr^[101]) 降低到 1.74 % (本文的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si) 时，均匀伸长率可从 10.4% 增加到 15.7%。这与 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 的实测值 ($\epsilon_u=15.6\%$) 相符合，说明 Mg_2Si 是决定 SLM Al-Mg-Si-Sc-Zr 均匀伸长率的决定性因素，通过探索合理的 Mg、Si 含量比，有望设计出具有更加优异强塑性、强韧性的 SLM Al-Mg-Si-Sc-Zr 合金。

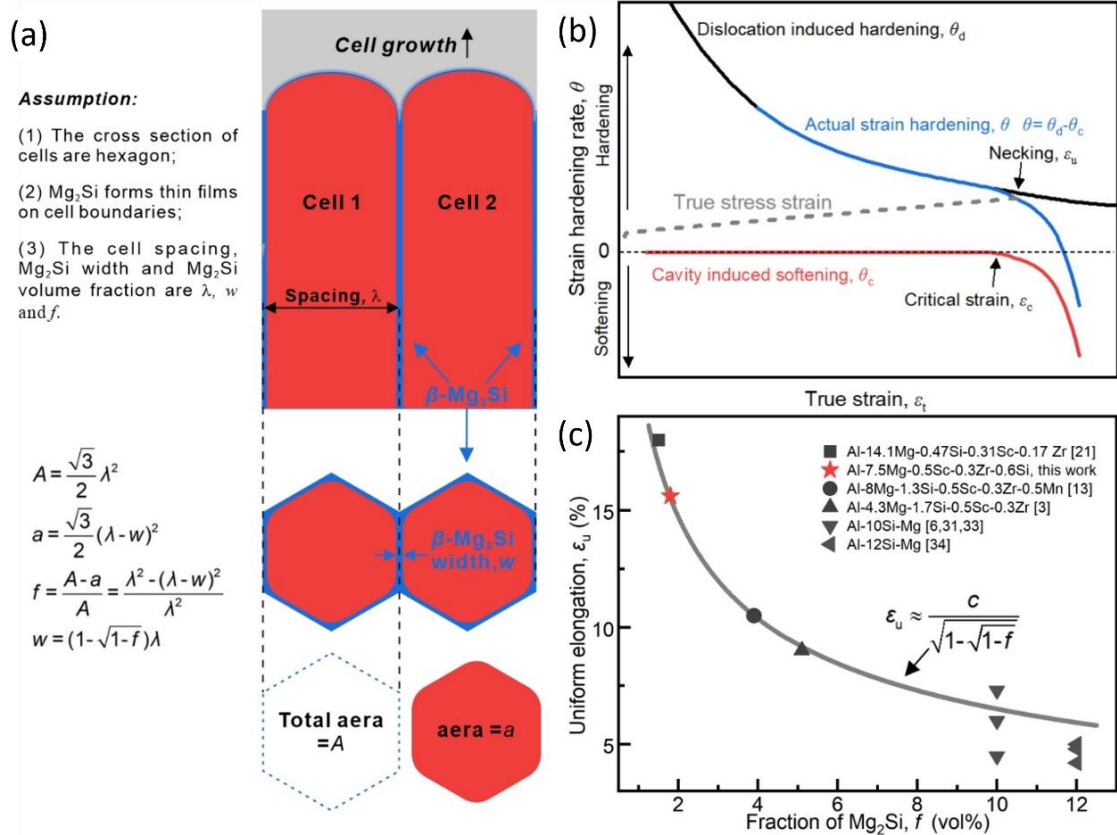


图 3-10: (a) Mg_2Si 宽度 w 与其体积分数 f 的关系示意图; (b) 拉伸韧性金属应变硬化曲线起源示意图; (c) SLM AlMg-Si 合金的拉伸均匀伸长率与 Mg_2Si 体积分数的相关性

3.5 本章小结

本文设计并制备了新型无缺陷 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si，系统研究了 SLM 激光能量密度对合金内部缺陷和微观结构的影响规律，室温拉伸实验分析了制备状态合金的力学性能，提出描述合金拉伸均匀延伸率的模型，主要结论如下：

1、利用 SLM 可制备高 Mg 含量的块体 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 合金。随着激光能量密度的增加，合金内部按未熔合空洞、全致密无缺陷、微气孔的顺序逐渐变化。67-176 J/mm³ 能量密度范围内可获得全致密、无裂纹的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 样品。

2、SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 微观结构为等轴超细晶+柱状粗晶构成的混合结构，等轴超细晶尺寸约 550 nm。柱状粗晶尺寸超过 1 微米，内部包含胞状结构。等轴晶和胞状结构内部含有纳米尺寸 Al₃(Sc, Zr)颗粒，晶界和胞界上还有长条状的 Mg₂Si 相

3、具有高 Mg 含量的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 展现出优异的拉伸性能，屈服强度和均匀伸长率分别达到 412±8 MPa 和 15.6%±0.6%。与 SLM Al-Mg-Sc-Zr 相比，其屈服强度提高了 40%，均匀延伸率基本不损失。SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 强塑性匹配超过了 SLM 制备态 Al-Mn、Al-Cu、Al-Si 等合金。

4、推导了描述 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 塑性变形能力的数学模型，发现拉伸均匀延伸率与脆性相 Mg₂Si 体积分数 $f^{1/4}$ 成反比，模型预测与实测结果及文献报道结果高度符合。

第 4 章 时效处理及强化机制

尽管添加 Mg、Si 等元素后,打印态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金屈服强度可达到约 400 MPa,抗拉强度约 450 MPa,但距离目前先进的锻造铝合金仍有差距,例如热成型制备的 Al-7.9Zn-2.4Cu-1.8Mg 室温屈服强度达到 700 MPa,抗拉强度达到 743 MPa^[102]。进一步开发 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金的强化技术,对于扩展在工程中的应用具有重要促进作用。

位错强化、晶界强化、固溶强化及第二相强化是铝合金中常用的四类强化方法。四种方法中,晶界和第二相在基体中引起的晶格畸变场和应力场最大,强化效果最明显。Al 合金晶粒细化只能通过大塑性变形实现,但 SLM 打印的复杂结构零件无法进行大塑性变形,因而 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 进一步强化只能考虑第二相强化。室温下,Al 基体中 Mg 的固溶度小于 1 wt.%,Si 几乎不固溶^[103]。本论文制备的 SLM 铝合金中,Mg 和 Si 的浓度达到 7.5 wt.%和 0.6 wt.%,即使考虑已形成的 Mg₂Si,基体中 Mg 的含量仍旧远超过其室温溶解度。SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 中过固溶的 Mg 处于热力学不稳定状态,可能发生自然时效,从基体中脱溶析出,转变为平衡状态状态。为了实现 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的进一步强化,考虑对其进行人工时效处理,促进过固溶的溶质原子析出为第二相,结构转变到平衡状态。这也是高强度 Al 合金材料常用的强化处理方式。

本章中探索了 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 可能的热处理方式,确定了最佳时效工艺参数。拉伸实验表明经时效处理对 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 强化效果明显,其屈服强度和抗拉强度分别提升了约 100 MPa。利用 XRD、扫描和透射电子显微镜分析了,时效后材料的微观结构,对可能的时效强化机制进行了分析讨论。

4.1 热处理工艺分析

铝合金常用的热处理工艺是固溶+时效处理,为了确定本论文适用的热处理工艺,首先利用热力学计算软件 pandat 分析了 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 凝固过程相析出行为。如图 4-1 所示为 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 和对照材料 Al-4g-0.5Sc-0.3Zr 中析出相与温度关系图线。Al-4g-0.5Sc-0.3Zr 凝固时依次析出 Al₃(Sc、

Zr)、 α -Al 和 β -AlMg，三者析出温度分别为 756 °C、639 °C 和 222 °C，室温条件下三者体积分数分别为 1.56 vol%、88.06 vol% 和 10.38 vol%。

添加 Mg 和 Si 元素后，Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 中的相析出行为发生了一定的变化。762 °C 时析出 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 相，其固相含量随温度降低缓慢增加，600 °C 以后析出量基本不再增加，室温下 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 含量约 1.55 vol%。628 °C 时开始析出基体相 α -Al，其固相含量随温度降低迅速增加，546 °C 时固相含量达到峰值 97.05 vol%。573 °C 时开始析出新相 Mg_2Si ，析出温度区间较窄，495 °C 时固相含量基本达到峰值 1.6 vol%，随后直至降温到室温，其含量均保持不变。295 °C 时开始析出 β -AlMg，其含量随温度降低逐渐增大，室温 20 °C 时，含量增加到 17.6 vol%。伴随 β -AlMg 的析出，基体 α -Al 含量逐渐减小，室温时其含量减少到 79.2 vol%，表明该温度区间内发生的是 α -Al 固溶体中析出 β -AlMg 的固相转变。

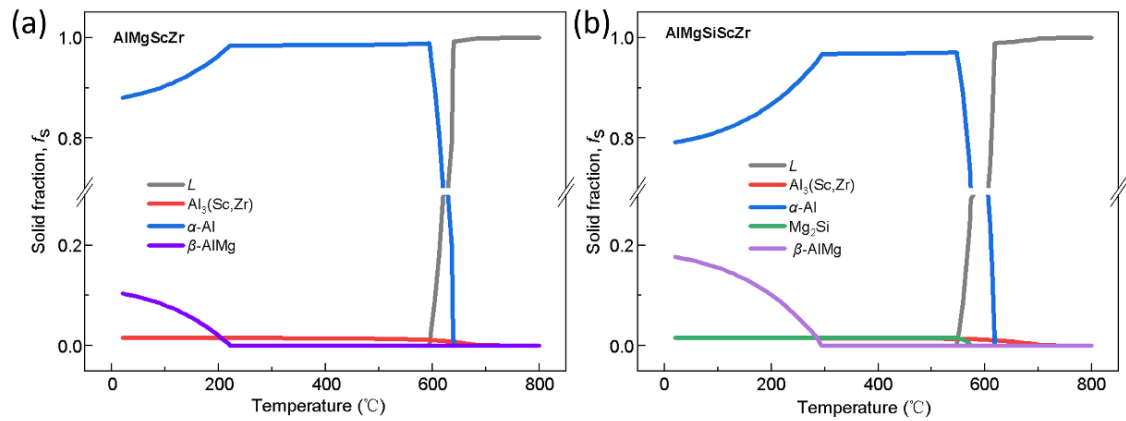


图 4-1: (a) SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr; (b) SLM Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr 相转变与温度关系图线

上述相析出图线是利用 Pandat 软件 Scheil 模型计算获得的，虽然其适用于非平衡凝固，但模型仅假设溶质在固相中无扩散，在液相中均匀混合。对于固液两相界面处的溶质分布，Scheil 模型仍然采用平衡分配，与 SLM 高冷却速度下界面处的固相溶质捕获行为不相符，这可能是 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品中没观察到 β -AlMg 相的主要原因，也说明样品中 Mg 原子处于不平衡状态。通过时效处理，促进 β -AlMg 析出，是可能的强化方式。

一般来说铝合金在时效处理前，常进行固溶处理，促进粗大先析出相的溶解。图 4-1 的相转变曲线表明 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 中的先析出相 Mg_2Si 的析出溶解温度达到了 573 °C，而液相从 546 °C 就开始迅速增加。573 °C 时，液相体积分数已经达到 28.5 vol%。表明利用固溶处理，促进 Mg_2Si 中溶质 Mg 溶

解是不可行的。SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 只能采用直接时效处理。

4.2 时效态拉伸性能

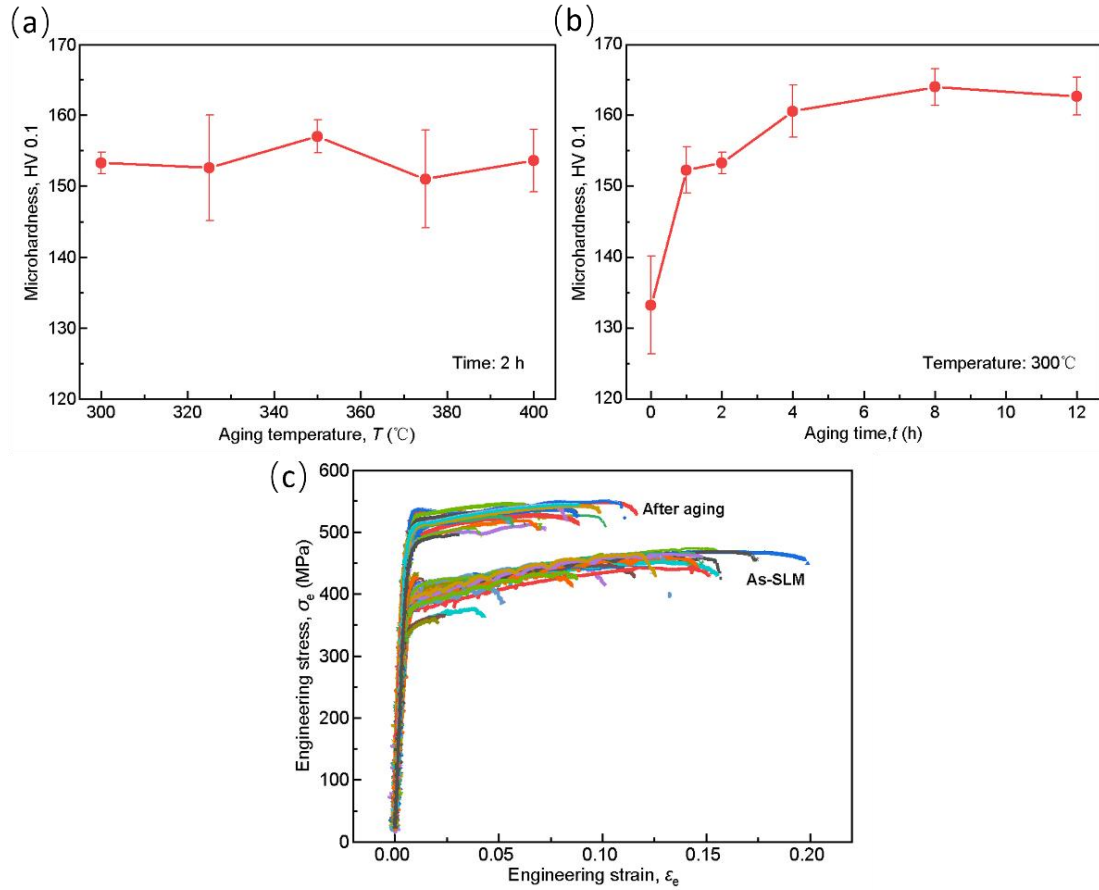


图 4-2: (a) (b) 激光能量密度为 176 J/mm^3 的 AlMgSiScZr 试样维氏硬度随温度和时间的变化趋势; (c) 试样时效处理前后力学曲线汇总

如图 4-2 (a) (b) 所示为 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 时效后显微硬度随时效温度和时效时间变化关系。在 300-400 °C 范围进行 2 h 时效处理后, 样品的显微硬度在 151-157 范围内波动, 不同时效温度获得的样品硬度基本相同。选择时效温度 300 °C, 时效时间 0-12 h, 探究时效时间对显微硬度的影响。发现随着时效时间的延长, 样品显微硬度先增加后降低。经过 8 h 处理的样品, 显微硬度最高, 达到 163 ± 3 , 远高于 SLM 态样品的 133 ± 7 , 提高了 23%。300 °C、8 h 时效处理后, 样品显微硬度最高, 后续研究中均采用此种时效工艺。

如图 4-2 (c) 所示为不同工艺的 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品时效处理后, 拉伸工程应力应变曲线及拉伸性能变化规律。拉伸过程中, 时效样品经过初始阶段的弹性变形后, 便进入塑性变形阶段, 流变应力随着变形增加逐渐增

大。5%-10%工程应变范围内，时效样品表现出最大流变应力，部分样品最大流变应力达到约 550 MPa。随后样品流变应力随应变增大逐渐减小，直至发生瞬时断裂。与时效前的 As-SLM 样品相比，时效后的样品屈服强度和抗拉强度提升超过 100 MPa，但均匀延伸率也明显降低，符合金属材料常见的强度-塑性倒置关系规律。细致分析发现，时效前样品拉伸曲线表现出明显的锯齿效应，但时效后拉伸曲线中的锯齿效应基本消失，具体原因将在后续内容分析讨论。

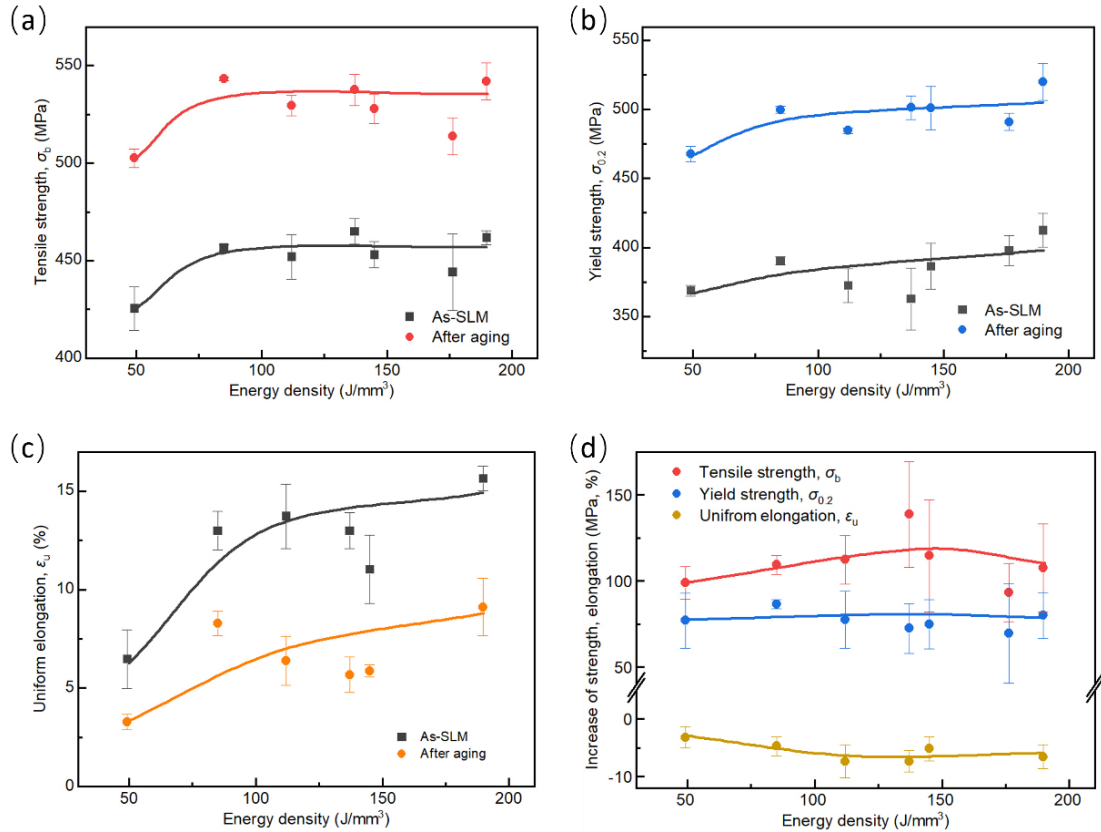


图 4-3: (a) (b) (c) 时效处理前后抗拉强度、屈服强度、均匀延伸率随能量密度变化曲线；
(d) 时效增加强度随能量密度变化曲线

根据拉伸工程应力应变曲线，获得不同 SLM 工艺的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 时效处理后拉伸性能（包括屈服强度、抗拉强度、均匀延伸率），获得拉伸性能与 SLM 能量密度关系，如图 4-3 所示。在能量密度 50-190 J/mm³ 范围内，随着能量密度增加，时效后抗拉强度先迅速增大，后基本保持稳定。50 J/mm³ 样品时效态抗拉强度为 502 ± 5 MPa, 稳定态抗拉强度约 532 MPa。屈服强度变化趋势与抗拉强度类似，50 J/mm³ 的时效态样品屈服强度约 468 ± 6 MPa, 稳定态屈服强度约 501 MPa。时效态均匀延伸率随着能量密度的增加始终在缓慢增加，例如 50 J/mm³ 时均匀延伸率为 $3.3 \pm 0.4\%$ ，190 J/mm³ 时增加到 $9.1 \pm 1.5\%$ 。

如图 4-3 (d) 所示, 与 SLM 态相比, 时效处理引起材料明显强化, 屈服强度和抗拉强度分别提升了约 113 MPa 和 77 MPa。并且对不同 SLM 激光能量密度的样品, 该强化效果在均保持稳定, 表明直接时效处理对不同工艺的 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 均具有普遍的强化效果。但时效处理也降低了 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的塑性变形能力, 拉伸均匀延伸率平均降低约 5.7%。

强塑性关系图是衡量金属综合力学性能的主要方式之一。图 4-4 (a) 为时效态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 屈服强度-均匀延伸率关系图及比强度-均匀延伸率关系图。作为对比图中也包含了 SLM 态的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr、Al-Si、Al-Mg-Sc-Zr、Al-Cu 及 Al-Mn 等常见的选区激光熔化铝合金材料。时效态材料屈服强度-均匀延伸率匹配比 SLM 制备态、Al-Si、Al-Mg-Sc-Zr、Al-Cu 合金整体上移, 表现出更优异的强塑性匹配性能, 例如 190 J/mm³ 时的时效态样品, 屈服强度 520 MPa、均匀延伸率 9.1%, 优异的强塑性匹配超过了目前大部分锻造 7 系铝合金样品。

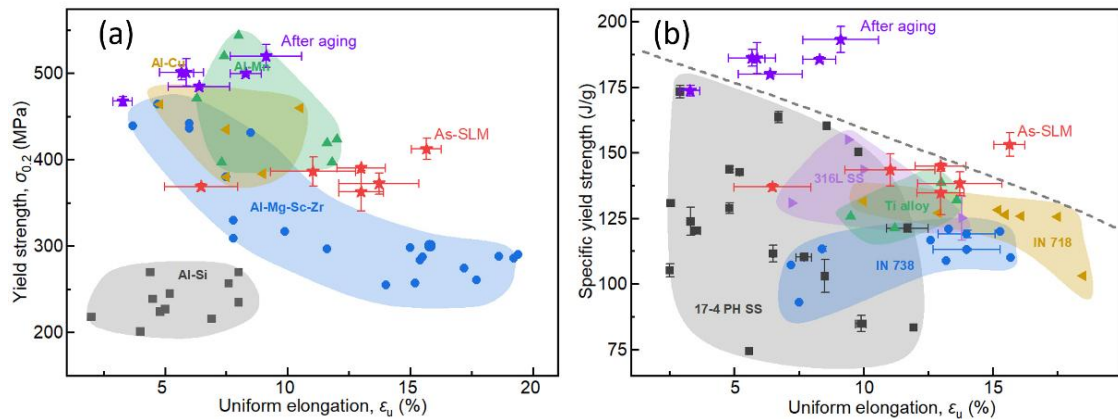


图 4-4: (a) 时效前后 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr、Al-4Mg-0.5Sc-0.3Zr、Al-Si、Al-Mg-Sc-Zr、Al-Cu、Al-Mn 的屈服强度和均匀延伸率总结; (b) 时效前后 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si、17-4 PH SS、316L SS、Ti 合金、Inconel 738 和 Inconel 718 的比屈服强度和均匀伸长率总结

由于铝合金具有天然的低密度优势, 本实验中采用 Mg、Si 等轻质元素强化, 二者综合作用, 使得本 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 具有明显的低密度、轻量化优势。材料轻量化效果可采用比强度衡量, Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 比强度-均匀延伸率关系如图 4-4 (b) 所示。时效态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 比强度超过了目前常见的选区激光熔化金属, 包括 316L 不锈钢、Ti 合金、17-4 PH 钢等材料。同时时效态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 保持一定的塑性变形能力, 为抵抗瞬间脆性断裂预留一定裕度。高比强度及良好塑性变形能力使得时效处理 SLM Al-

7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在轻量化结构件方面展现出广阔应用前景。

4.3 时效态微观结构

为了确定时效处理引起力学性能变化的原因,对时效态样品微观结构进行了深入分析。如图 4-5 所示为 300 °C、8 h 时效处理前后 X 射线衍射图谱。SLM 态样品 XRD 图表现出主要基体相 α -Al 和 β -Mg₂Si 的衍射峰。时效后, X 射线衍射峰位置和相对强度没有发生明显变化,表明时效后样品中主要组成相没有发生明显变化,包括相种类、含量及统计晶体学去向。深入分析发现,时效后 α -Al 相衍射峰比原始态更高也更窄,尤其是高指数镜面间距对应的衍射峰,如 (220)、(222) 两组衍射峰,如图 4-5 局部放大图所示。

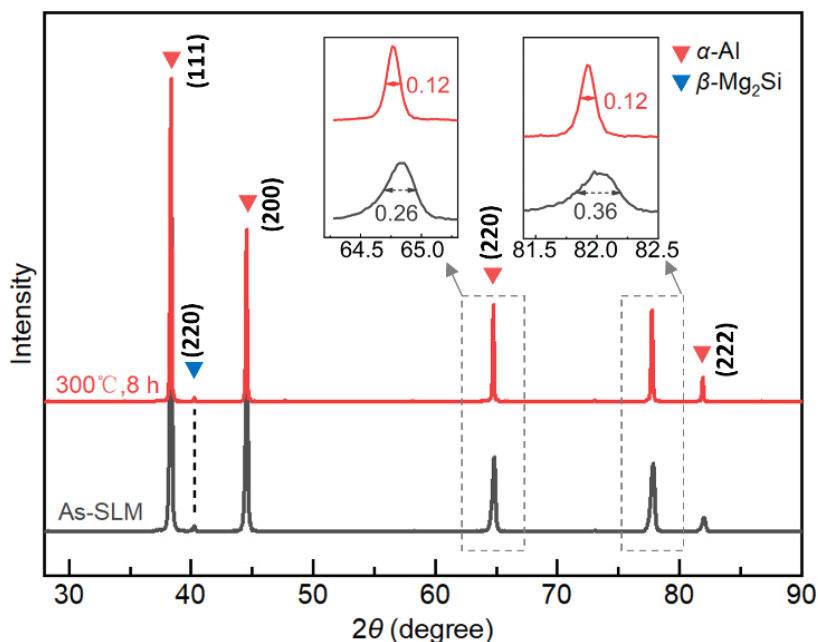


图 4-5: 时效处理前后 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr XRD 图线

无缺陷的理想晶体, X 射线衍射只发生在固定的角度, 衍射峰为直线, 没有宽度。产生缺陷后, 局部原子排列改变, 晶面间距增大或减小, 局部衍射角度变大或减小, 叠加到整体衍射峰中, 引起衍射峰变宽。根据上述理论, 可推断 α -Al 衍射峰锐化的主要原因可能是时效引起样品回复, 内部位错密度降低。通常温度超过 0.3 T_m 时, 金属内部开始发生回复。0.5 T_m 时, 显著回复, 开始再结晶。 α -Al 熔点为 879.15 K, 时效温度 300 °C (573.15 K), 远超过 0.3~0.5 T_m 。回复导致位错密度显著降低, 引起衍射峰变窄, 锐化。

图 4-6 为时效处理前后 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品微观结构扫描

电子显微镜电子通道衬度成像结果对比。扫描结果显示，时效处理样品仍旧保持了等轴超细晶+柱状粗晶的混合组织。统计显示等轴超细晶的尺寸为 $0.58 \pm 0.21 \mu\text{m}$ ，与 SLM 态时晶粒尺寸基本相同。相比于 SLM 态样品，时效后析出相发生变化，等轴晶区域晶内和晶间白色点状析出相更多。电子通道衬度对原子序数敏感，高原子序数相电子散射截面大，获得信号更强，在扫描图像中表现的更加明亮。根据 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 中元素组成，可推断时效析出后更多的白色相可能是 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 。除了可能的 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相增多以外，扫描电镜图像中未发现其他的时效样品微观结构的明显变化。

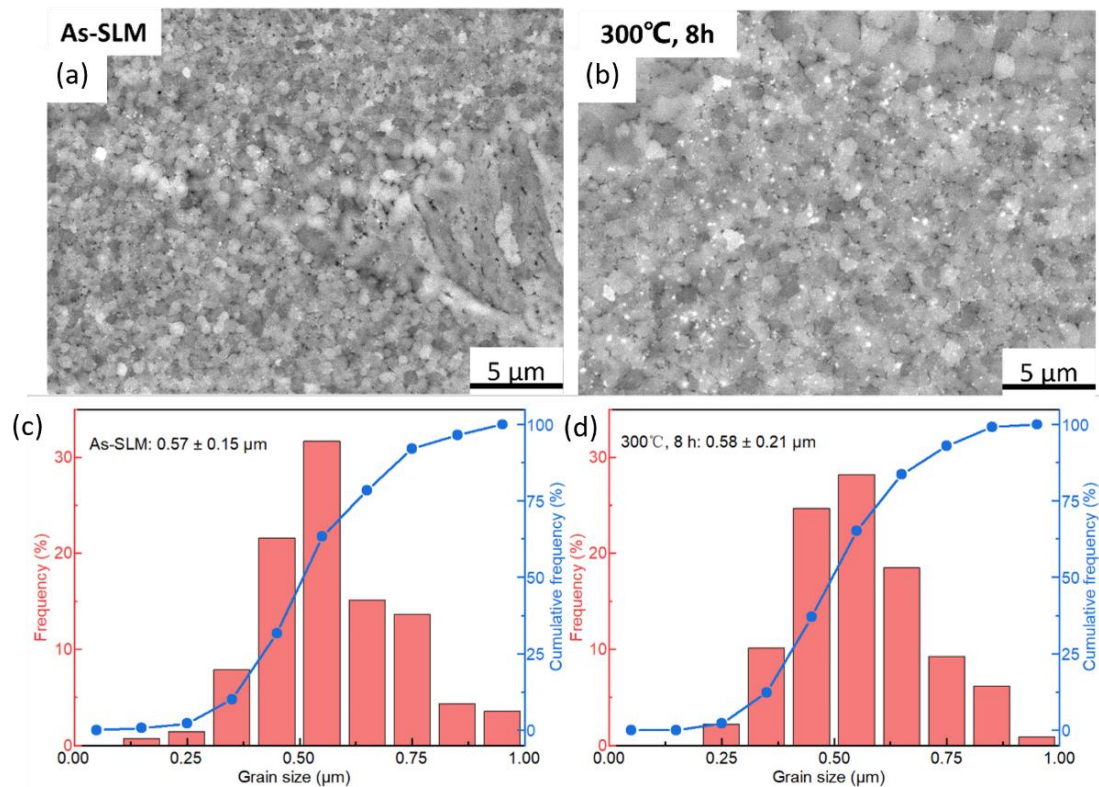


图 4-6：时效前后 SEM 图以及晶粒尺寸分析

如图 4-7 所示，为时效处理前后 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 微观结构透射电镜显微图像。SLM 态样品部分等轴超细晶晶界附近和柱状粗晶内部存在大量的位错缠结，导致对应的晶界和晶内模糊不清楚。时效后样品微观结构普遍变得清晰。等轴细晶区晶界上的位错基本消失，晶内干净，可以看到大量的黑暗的点状析出相，其尺寸远小于 50 nm ，如图 4-7 时效态等轴晶中蓝色箭头所示。在晶界上可以看到灰暗、模糊的更大尺寸的团块状相，如图 4-7 时效态等轴晶中红色箭头所示。该灰色相尺寸可达到 100 nm ，其衬度与周围晶粒相当，导致其难以清楚分辨。

时效态样品柱状粗晶区微观结构变化更加明显。SLM 态下的晶内位错缠绕普遍完全消失不见，晶内区域干净。存在大量的析出相。部分析出相呈点状，尺寸很小，如图 4-7 时效态柱状晶中蓝色箭头所示。部分析出相呈椭圆状，尺寸达到百纳米，如图 4-7 时效态柱状晶中红色箭头所示。尺寸对比可知这种大尺寸的椭圆相与等轴超细晶区域晶界上的相可能属于同一类。小尺寸点状相对应于等轴超细晶区域的点状析出相。时效处理后，样品等轴超细晶和柱状粗晶位错消失可能主要是由于时效过程中发生了回复，这与 XRD 衍射中看到的衍射峰宽度变窄相一致，对力学性能的影响将在后面小节中进行分析讨论。

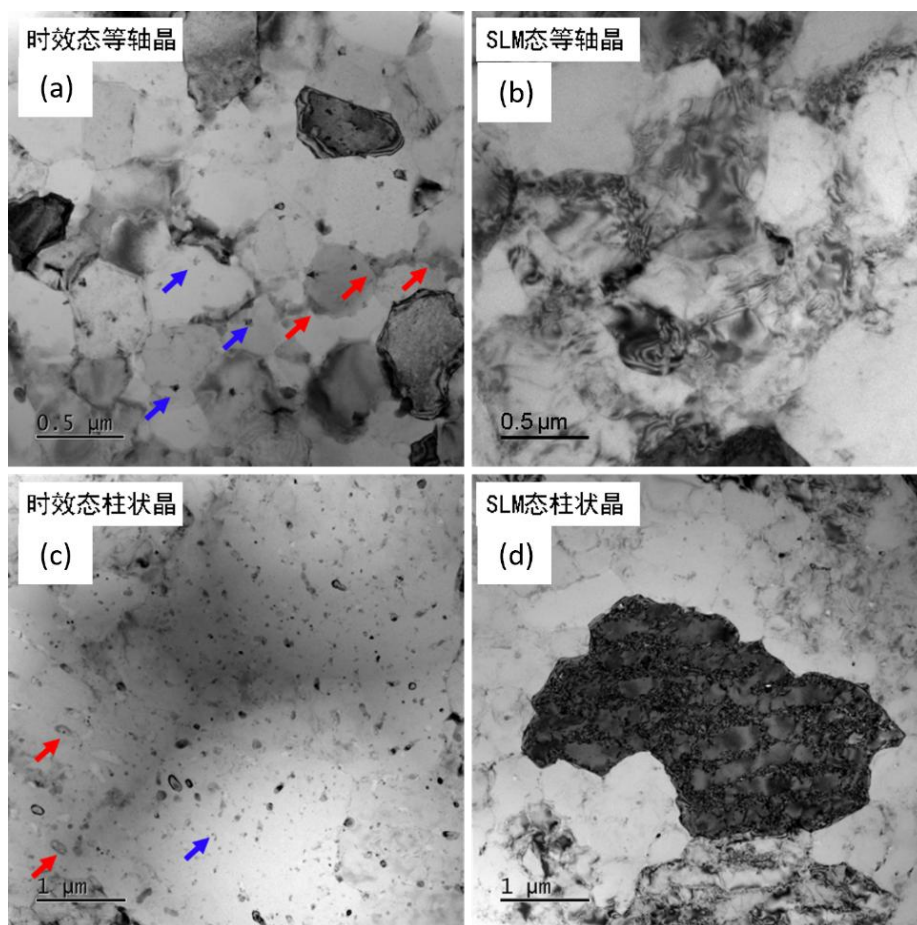


图 4-7: 时效前后 SLM 制备 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 试样微观结构透射电镜显微图像

图 4-8 为时效态样品透射电子显微镜高角环形暗场像和对应的元素分布面扫描结果。HAADF 图像可以看出其微观结构包含等轴晶和两类析出相。一类析出相较为明亮，如图中蓝色箭头所示。另一类析出相较为灰暗，如图中红色箭头所示。根据 HAADF 成像原理可知，明亮的相为高原子序数相，灰暗像为低原子序数相。EDS 面扫结果表明灰暗相主要含有 Mg 元素和少量的 Si 元素，明亮相主要含有 Sc 元素。根据元素组成和 XRD 衍射峰结果，可知灰暗相主要是 β -Mg₂Si，

明亮相主要是 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ ，表明时效态样品相组成与 SLM 态基本相近。

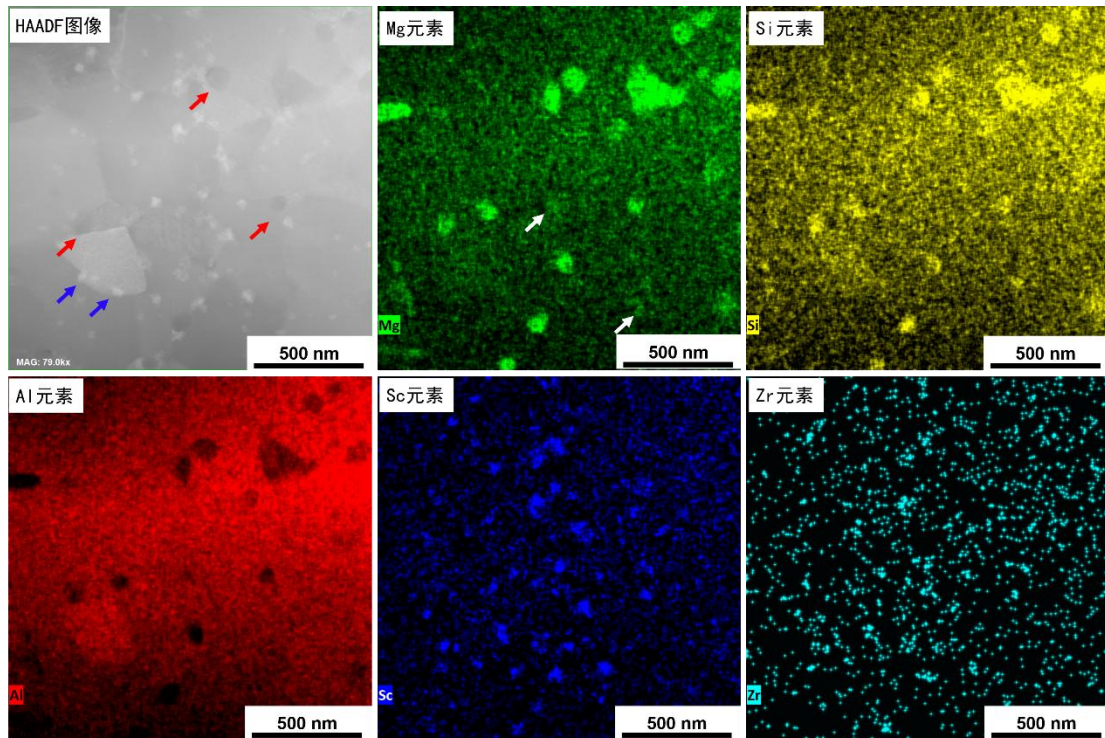


图 4-8：时效态样品透射电子显微镜高角度环形暗场像和对应的元素分布面扫描结果

与 SLM 态样品相似，时效样品中存在明显的 Mg、Si、Sc 元素聚集现象，并且 Si 聚集区域和 Mg 元素基本对应，说明时效后样品仍主要含有 Mg_2Si 和 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相，这与 XRD 衍射图谱反应的结果相一致。但细致对比发现，与 SLM 态相比（第三章元素分布面扫图 3-7），时效样品 Mg 元素聚集区形态发生很大变化，为细小的圆球形，尺寸远小于 100 nm，明显与时效前 SLM 样品中 100 nm 的多变长条形形态不同。时效后，Mg 聚集区和基体区信号强度的差别比 SLM 态更明显，说明时效后，Mg 聚集程度增大。除此之外，基体 $\alpha\text{-Al}$ 中出现了 Mg 元素浓度较高的区域，如图 4-8 中白色箭头所示。这些区域中没有对应出现 Si 的聚集。说明这些含 Mg 较多的区域，并不是 $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ 相，可能是时效析出 Mg 的偏聚区。这些偏聚区比例小，所以 XRD 图中没有明显的衍射峰。

与时效前 SLM 态类似，Si 元素聚集区与 Mg 聚集区域基本对应，但聚集区信号强度与基体 $\alpha\text{-Al}$ 信号强度差别降低，甚至聚集区和基体 $\alpha\text{-Al}$ 间没有明显的边界，表明 Si 元素的聚集程度降低，说明 $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ 相中 Mg 含量升高，Si 占比降低。对比时效前后 Sc 元素面分布扫描结果（图 4-8 与第三章元素分布面扫图 3-7），发现时效后样品中含 Sc 析出相明显增多，这与图 4-6 扫描电镜及图 4-7 透射电镜结果相一致。SLM 冷却速度高，导致制备时 Sc 元素在凝固界面前沿中发

生固相溶质捕获，而在时效过程中，向平衡态转变而析出含 Sc 的 $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ 相。

综合上述 XRD、扫描电镜、透射电镜以及 EDX 元素面扫结果可知，SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在经历 300 °C、8 h 时效处理后，内部晶粒尺寸、 α -Al 晶体学取向统计结果、主要析出相种类没发生明显变化。但时效时 β - Mg_2Si 由多边形长条形转变为圆球形，尺寸减小到约 50 nm。 α -Al 基体中产生 Mg 元素偏聚区，并且 $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ 相数量明显增多。

4.4 分析讨论

本章节通过系统的实验发现时效处理可明显提高 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 硬度，经过 300 °C、8 h 时效处理后，样品屈服强度和抗拉强度分别提高了 113 MPa 和 77 MPa。时效后 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 表现出优异的综合性能，在金属结构轻量化方面展现出广阔应用前景，后序内容将对时效引起样品力学性能变化的原因进行分析和讨论。

铝合金中常见的强化机制包括晶界强化、位错强化、固溶强化、第二相强化。本章 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr、300 °C、8 h 时效处理中等轴超细晶晶粒尺寸基本不变化。柱状粗晶晶粒尺寸大，晶界近乎平直，热处理长大的驱动力远小于等轴超细晶，时效处理后其尺寸也将保持不变。因而 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr、300 °C、8 h 时效处理后拉伸强度提升的晶粒尺寸效应可忽略。

透射电镜观察发现时效后等轴晶和柱状晶区域位错普遍消失，这将导致拉伸变形过程中新产生位错运动的阻碍降低，新位错更容易滑动，对应的拉伸流变应力和强度降低。Schoenung 等人研究发现位错对 7075 强化可用 Bailey–Hirsch 关系描述。强化效果与平均取向因子 M 、剪切模量 G 、柏氏矢量 b 、以及位错密度 $\rho^{1/2}$ 等因素有关，变形粗晶 7075 铝合金中位错强化效果大约 35 MPa^[104]。一般来说常规变形铝合金中，位错密度可以达到 10^{14} - 10^{15} m^{-2} ，而退火或时效铝合金中约 10^{12} - 10^{13} m^{-2} ，例如 Miao 等人研究发现 120 °C 时效的压缩态 7A85 铝合金，位错密度由 $3.59 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 快速降低到 $0.62 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ^[105]。本章时效中采用的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 为熔体凝固获得的，其位错密度显著低于退火或时效态，即 $\rho \ll 10^{12}$ - 10^{13} m^{-2} ，由于该合金试样位错密度较低，这部分位错即使在 300 °C、8 h 时效中完全消失，位错消失对抗拉强度的降低影响极小，几乎可以忽略不计。

固溶强化时铝合金最常见的强化方式之一，典型的固溶强化铝合金包括 3 系

Al-Mn 合金和 5 系 Al-Mg 合金。SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 中快速凝固捕获的 Mg、Si、Sc、Zr 等溶质原子，对位错产生拖拽作用，导致流变应力升高。而当流变应力超过临界值后，位错摆脱溶质的束缚，快速运动，导致含有较多 Mg 的 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 流变应力出现锯齿形状。300 °C、8 h 时效，引起明显的 Mg、Sc 等过固溶原子的沉淀析出，溶质原子（尤其是 Mg 原子）导致的间歇性拖拽效果消失，可能是时效态样品拉伸应力应变曲线锯齿流变现象消失的主要原因。溶质原子的沉淀析出会降低 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 中的固溶强化效果，导致其拉伸强度降低。

固溶强化效果主要与固溶元素的含量成正比。本论文采用的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金中，Mg 是主要的合金元素，其含量远大于其他的 Si、Sc、Zr 三种元素，因而样品中固溶强化主要由 Mg 原子贡献。Zhang 等人分析及计算表明 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 中 Mg 原子固溶强化效果约 30 MPa^[106]，则时效处理引起 Mg 脱溶析出导致屈服强度的降低应小于 30 MPa。时效前存在拉伸锯齿效应，时效后部分 Mg 原子脱溶，残留的 Mg 固溶原子不足以引起锯齿效应，脱溶的部分 Mg 原子是锯齿效应的主要贡献因素。应力应变曲线分析可知，锯齿效应对应的流变应力差值约 16 MPa（图 4-2），可以推断时效脱溶析出的这部分 Mg 原子对应的固溶强化效果与该值 16 MPa 相当，这与 Zhang 等人计算出的 Mg 原子总的强化效果为 30 MPa 相符合。根据以上分析，本论文认为时效脱溶导致的屈服强度降低值约 16 MPa。

高强度铝合金最主要的强化效果是第二相强化，这也是铝合金主要采用时效热处理进行强化的原因。根据微观结构分析结果可知 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 时效处理后主要发生三种析出相变化，包括原 Mg₂Si 相变化、Al₃(Sc,Zr)增多及 Mg 原子偏聚；由于时效提升屈服强度为 113 MPa，而位错回复和脱溶导致屈服强度降低约 10-20 MPa，可以发现析出相变化引起的强化效果高达 130 MPa，证明时效处理强化 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的有效性。这主要是由于 Mg₂Si 相尺寸减小，分布更加弥散，且形态变得规整，而 Al₃(Sc,Zr)也是铝合金的有效强化相，三种时效相变化共同作用，引起 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 屈服强度明显提升。

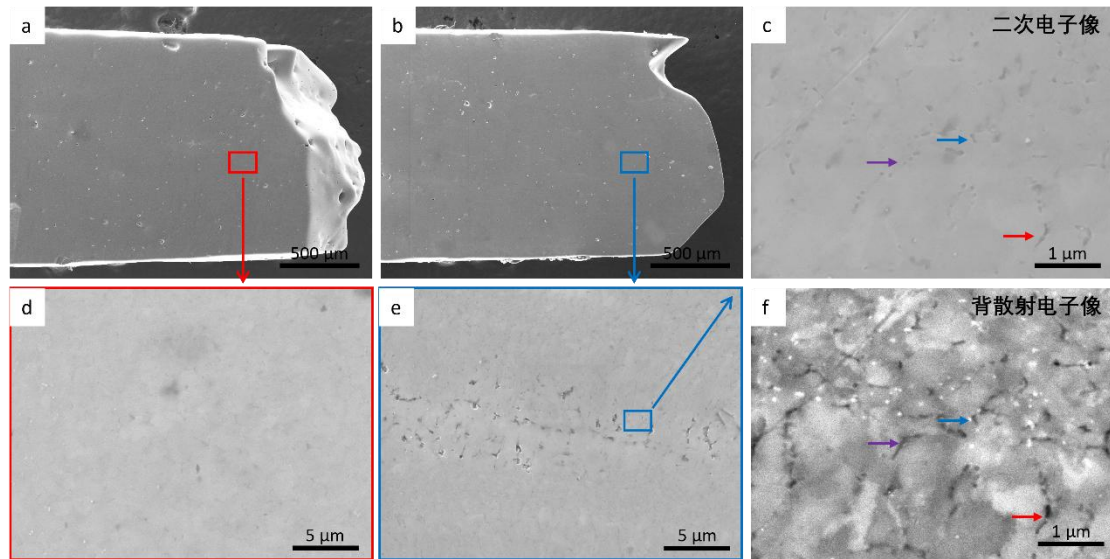


图 4-9: SEM 图 (a) 打印态室温拉伸断口侧面; (b) 热处理态室温拉伸断口侧面; (c) 图 (b) 蓝框区域内二次电子像; (d) 图 (a) 红框区域高倍图像; (e) 图 (b) 蓝框区域高倍图像; (f) 图 (b) 蓝框区域背散射电子像

虽然时效处理明显提高 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的强度, 但却损失了其均匀延伸率。拉伸断裂样品表面分析发现, SLM 态样品断口附近表面仍然比较平整, 没有明显的缺陷或孔洞形成 (图 4-9 (a)、(d))。而时效态样品断口附近表面出现明显的成片的微小孔洞 (图 4-9 (b)、(e))。高倍二次电子像结合背散射电子像, 分析发现孔洞周围伴随黑色的富 Mg 的 Mg_2Si 相。这可能是由于时效处理导致 Mg 在 Mg_2Si 相周围析出后, 引起其相界面与基体匹配性降低。而强度的提升又引起拉伸变形时位错在界面处更大的位错塞积和界面切应力。二者综合作用导致时效后 Mg_2Si 相界面变形不协调, 出现拉伸变形孔洞。

由于 Mg_2Si 往往出现在 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 等轴晶晶界和柱状晶亚晶界上, 导致在相界面处出现的拉伸孔洞、微裂纹可以沿着晶界和亚晶界迅速扩展, 导致时效后样品拉伸断口中出现更多的沿晶断裂形貌, 明显区别于 SLM 态样品的韧窝状断口形貌, 如图 4-10 所示。这种 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 时效析出行为引起的强度升高、塑性降低现象是大部分铝合金时效处理均会产生变化。只要保证时效后, 仍具有一定塑性 (例如均匀延伸率大于 6%), 就可以保证使用过程的可靠性, 而时效的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 塑性满足这一条件, 保证了其应用的可靠性。

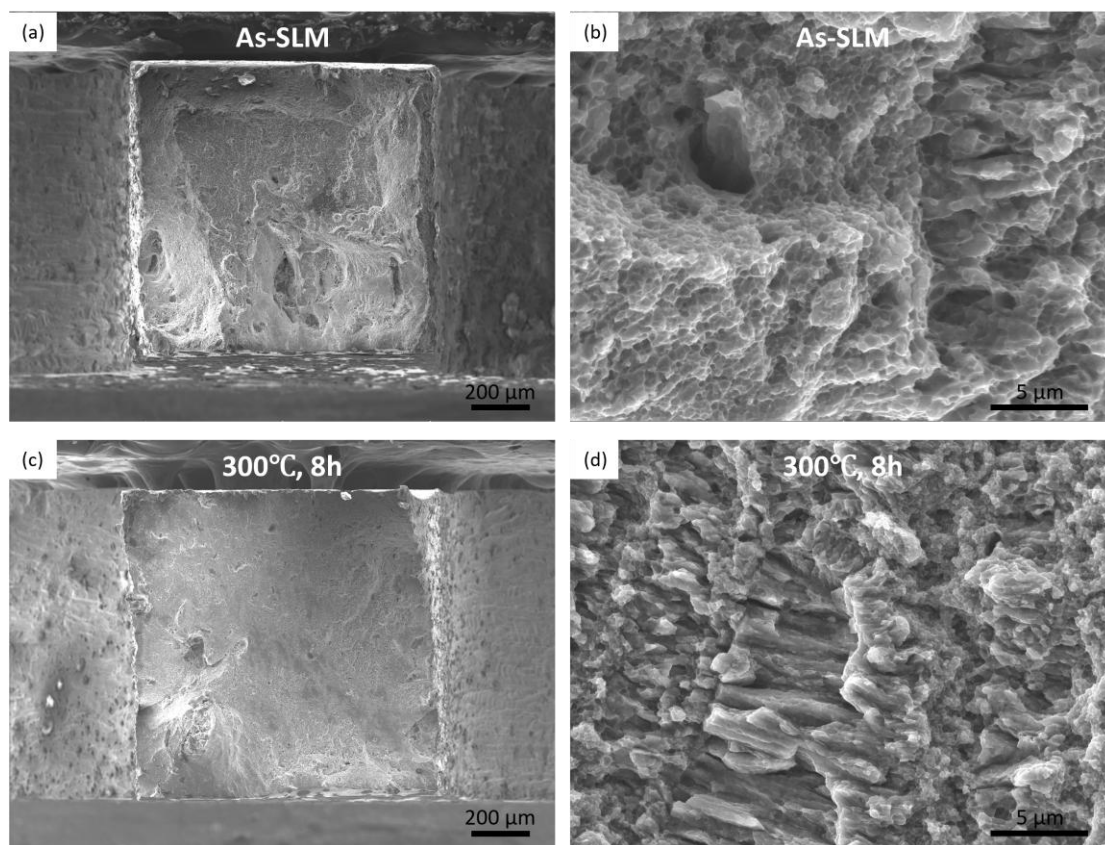


图 4-10：时效前后断口的扫描电镜图

4.5 本章小结

本章系统研究了 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 可能的热处理方式，对处理后样品拉伸性能进行了测试，分析了时效引起微观结构的变化，通过系统实验以及分析讨论可以得到以下结论。

1、区别于传统铝合金的固溶+时效处理工艺，SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 不能进行固溶处理，只能进行直接时效。时效温度提高（300-400 °C 范围内），Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 显微硬度基本不变化。时效时间延长，显微硬度先升高后降低，最佳时效工艺为 300 °C、8 h。

2、300 °C、8 h 时效处理引起 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 明显强化，屈服强度和抗拉强度分别可达 500 MPa 和 550 MPa，相比于 SLM 态样品分别提升 113 MPa 和 77 MPa，但同时时效塑性变形能力降低，均匀延伸率平均降低 5.7%。时效态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金表现出优异的综合性能，具有较好的结构轻量化应用前景。

3、SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在经历 300 °C、8 h 时效处理后，内部晶

粒尺寸、 α -Al 晶体学取向统计结果、主要析出相种类没发生明显变化。但时效时 β - Mg_2Si 由多边长条形转变为圆球形，尺寸减小到约 50 nm。 α -Al 基体中产生 Mg 元素偏聚区，并且 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相数量明显增多。

4、300 °C、8 h 时效引起的时效强化主要是 Mg_2Si 相的变化、Mg 元素偏聚和 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 引起的，三者综合作用可提升 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的屈服强度超过 130 MPa。但 Mg_2Si 相中 Mg 的偏聚同样引起界面结合能力降低，增大沿晶断裂倾向，导致塑性变形能力和均匀延伸率降低。

第五章 高温拉伸性能及变形机制

结构轻量化是交通运输、航空航天领域未来的主要发展方向，3D 打印高强铝合金技术的发展为轻量化发展提供的充足保障。轻量化后的运输工具运行温度越来越高，对相关部件的高温服役能力提出越来越高的要求。轻质结构材料在满足常温高性能要求的同时，其高温性能和耐热性成为关注的重点。能够在 300-400 °C 范围内具有高力学性能逐渐成为铝合金重点研究方向。

铝合金高温力学性能的提升一方面依赖于内部的析出相，利用耐热相钉扎位错和晶界^[107]，提高其高温强度。另一方面依赖于制备工艺创新，实现独特的微观结构，提高晶界、相界面的稳定性^[108]。金属选区激光融化技术凝固速度快，获得组织更加细小，析出相更加细小弥散，同时常常表现出超晶和柱状晶构成的混合组织^[109]。前面章节表明 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 具有典型的等轴超细晶+柱状粗晶的混合组织，在晶界和亚晶界上分布有细小的 Mg_2Si 相，晶内有 $Al_3(Sc,Zr)$ 相。其独特微观结构中的柱状晶平直晶界、晶界和亚晶界相及晶内相理论上对高温变形均具有阻碍作用，提升其高温性能。然而目前，选区激光融化铝合金高温性能研究仍未系统开展。

本章内容通过高温力学性能实验和分析技术相结合，系统研究了 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金高温拉伸变形行为和性能，对高温变形机制进行了深入分析，以期为推动 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在高温铝合金领域的应用奠定理论和实验基础。

5.1 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温拉伸性能

为了探究选区激光融化 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金在高温条件下的力学性能及变形行为，本章对不同能量密度的试样进行了不同高温下的单向拉伸实验。如图 5-1 所示，为 67-189 J/mm³ 的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品在 100 °C、150 °C、200 °C 下单向拉伸工程应力应变曲线。

100 °C 时，67-189 J/mm³ 的样品，除流动应力不同，拉伸变形过程基本相似。试样先表现出弹性变形阶段，随后出现屈服平台，流动应力变化缓慢，甚至降低。拉伸工程应变 ϵ_e 超过 5% 后，表现出应变硬化，流动应力随应变逐渐增加，直至到达曲线平台处。随后变形中，流动应力先缓慢降低，后发生瞬间断裂。该温度

下拉伸变形过程与室温下基本相同（图 4-2），但强度降低，屈服强度和抗拉强度约 400 MPa。

150 °C 拉伸时，Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品经历屈服后，出现软化行为，流变应力随着应变的增加而逐渐降低，直至发生瞬间断裂。这与样品在室温（图 4-2）和 100 °C 时的应变硬化行为完全不同。150 °C 时，样品屈服强度约 300 MPa，抗拉强度约 320 MPa，明显低于室温和 100 °C 的对应强度。

200 °C 拉伸工程应力应变曲线与 150 °C 相似，样品在达到最高流变应力（抗拉强度）以后，出现应变软化，直至发生瞬间断裂。200 °C SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的拉伸强度比 150 °C 更低，不同能量密度的样品，屈服强度约 100 MPa-200 MPa，但拉伸断裂延伸率明显高于 150 °C。

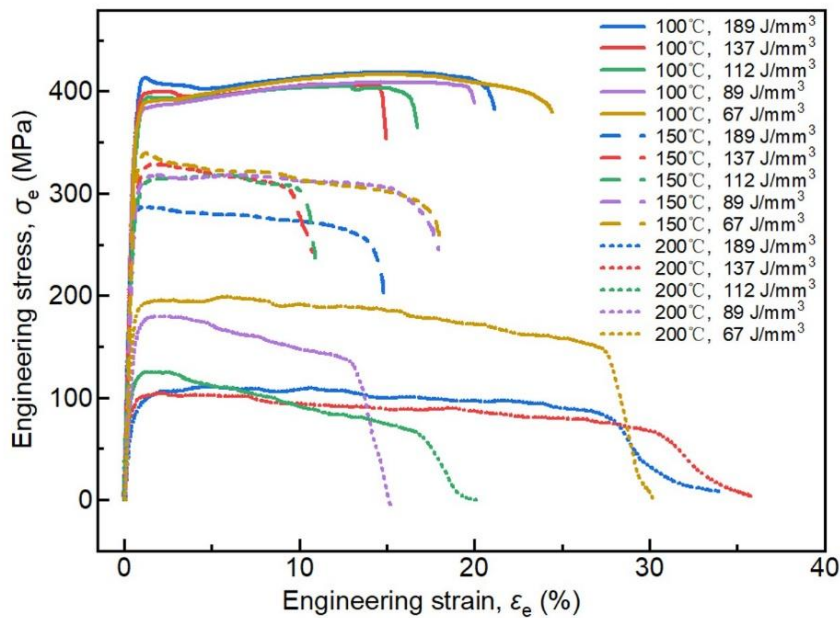


图 5-1: 不同激光能量密度 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温拉伸应力应变曲线

综合比较室温、100 °C、150 °C 和 200 °C 下 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 拉伸应力应变曲线，发现随着实验温度的升高，屈服强度和抗拉强度均减小，但断裂延伸率先减小后增大。另一方面，高温拉伸时应力应变曲线保持稳步变化，无室温时的锯齿流变现象。这可能是由于在高温状态先，固溶 Mg 原子等振动加大，无法有效拖拽位错，或者较高的温度，促进了动态回复等微观结构变化，消除位错并减少应力集中，减弱锯齿流动现象。

将 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温拉伸性能与 Al-12Si、Al-6Ni、Al-10Ce、6063-T5、6061-T6 等常见耐热铝合金的高温性能进行对比，如图 5-2 所

示。Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在高温下的性能优于其他几种合金，其 100 °C 时的屈服强度几乎是其他几种合金的两倍。例如，此温度下 67 J/mm³ 的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金，屈服强度为 398±4 MPa，而 6061-T6 屈服强度为 194 MPa，6063-T5 为 187 MPa。直到实验温度升高到 200 °C 时 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温屈服强度仍保持与其他常见铝合金相同。例如 200 °C 时，67 J/mm³ 的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金，屈服强度仍保持为 162±40 MPa，6061-T6 为 175 MPa，6063-T5 为 144 MPa，常用的 Al-6Ni 为 73 MPa，Al-10Ce 合金为 66 MPa。

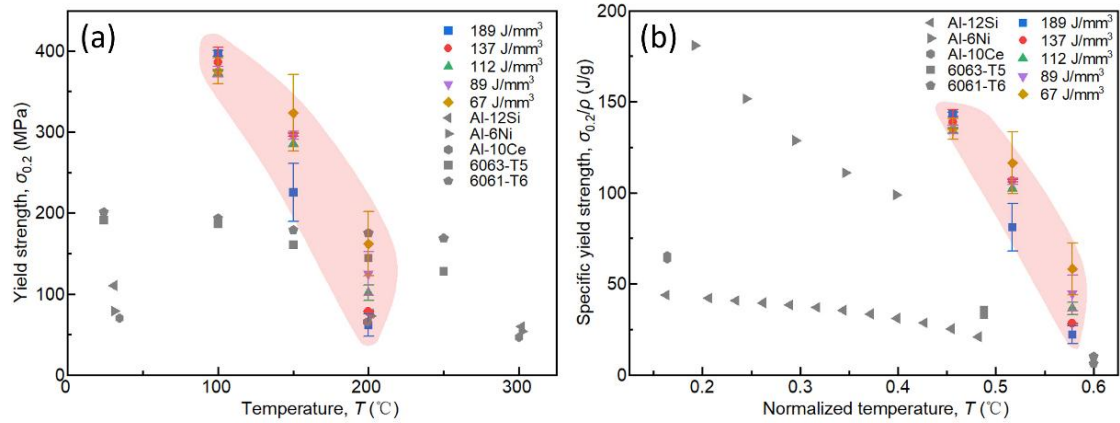


图 5-2: (a) Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr、Al-12Si、Al-6Ni、Al-10Ce、6063-T5、6061-T6 在 100 °C、150 °C、200 °C 下的屈服强度；(b) Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr、Al-12Si、Al-6Ni、Al-10Ce、6063-T5、6061-T6 归一化温度下的比屈服强度

由于添加较多的低熔点轻元素 Mg，Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的实际熔点 $T_m \approx 819$ K (546 °C) 和密度要明显低于其他常见铝合金，比如 Al-Si、Al-Ni、Al-Ce 合金等。考虑合金实际熔点和密度，提出合金比屈服强度-归一化温度关系图。

(比屈服强度为屈服强度和密度的比值，归一化温度为实验测试温度与对应合金熔点的比值。) 如图 5-2 (b) 所示显示了 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金比屈服强度-归一化温度关系。Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 明显由于其他的 Al-Si、Al-Ni、Al-Ce 等合金，尤其在 $T=0.4-0.5 T_m$ 范围内。表明本论文所设计的合金可以在轻量化的同时，具有优异的高温强度，为其高服役温度构建的轻量化提供了备选方案。

根据 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金试样高温拉伸工程应力-应变曲线，绘制出试样高温屈服强度与温度关系，如图 5-3 所示。虽然 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 具有优异的高温强度，但其随温度上升明显软化，且不同激光能量密度的样品，软化速度具有一定的差别。189 J/mm³ 的试样高温屈服强度下降最快，其

软化程度约 3.4 MPa/K。67 J/mm³ 的试样高温屈服强度下降最为缓慢其软化程度约 2.2 MPa/K。将不同能量密度，高温屈服强度随温度软化程度进行对比，发现 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温屈服强度软化程度随能量密度持续增大，制备时能量密度越大，高温屈服强度对温度变化越敏感，如图 5-3 (b) 所示。

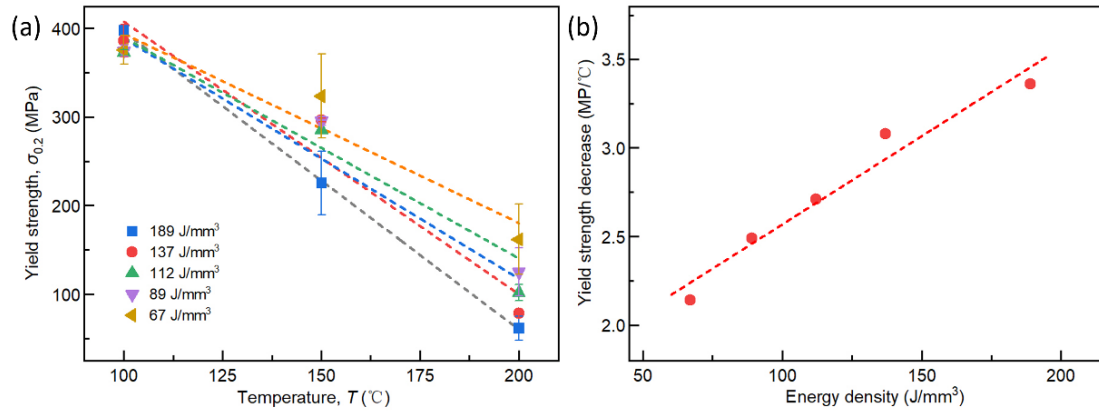


图 5-3: (a) 选区激光融化 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金不同激光能量密度高温下屈服强度汇总; (b) 选区激光融化 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金屈服强度随温度下降速率

5.2 高温拉伸断裂特征

为了探究 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金的高温拉伸变形及断裂机理，对高温拉伸试样的断口进行 SEM 扫描分析。图 5-4 为 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温拉伸断口形貌 SEM 图像。100 °C 时（图 5-4(a)、(d)），试样断口并不平整，较为粗糙，这意味着材料可能在断裂前有一定的塑性流动。并且从图中观察到断口分布着大小不同的孔洞和凹坑，可能是材料内部的气孔、夹杂物或在断裂过程中形成的空洞。从断口结构上看存在部分韧窝，且有撕裂脊的存在，该断口形貌表明 100 °C 时 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 主要发生韧性断裂。

低倍图像观察发现，150 °C 拉伸断口断口表面相比于 100 °C 时平整，断面存在长条状形貌、圆形颗粒和孔洞（如图 5-4）。高倍下的 SEM 图像能观察到较为明显的等轴晶和柱状晶区域，同时可以观察到一些微型空洞和韧窝，这可能是材料内部的气孔、夹杂物或者断裂过程中形成的。断口表面呈现一些较平坦的区域，可能是穿晶断裂产生的解理面，这种平整断口下的解理面是材料发生脆性断裂的证据。

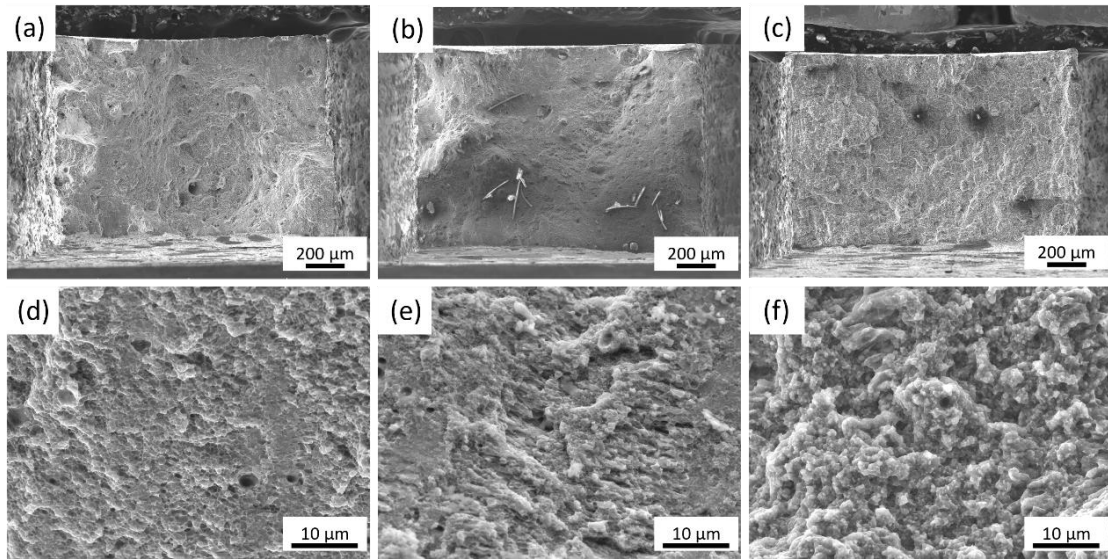


图 5-4: (a)、(d) 为选区激光融化 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金试样在实验环境温度为 100 °C 时低倍和高倍的拉伸断口; (b)、(e) 为合金试样在环境温度为 150 °C 时低倍和高倍的拉伸断口; (c)、(f) 为合金试样在环境温度为 200 °C 时低倍和高倍的拉伸断口

200 °C 时, 低倍扫描电镜图像观察到 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 断口表面极为粗糙, 存在许多不规则的纹理和凹凸不平的特征, 不同于 100 °C 下的韧窝断裂行为和 150 °C 下的脆性解理断裂特征。可能表明合金试样在 200 °C 的高温下经历了复杂的断裂过程。高倍下的断口 SEM 图像能观察到明显的颗粒状形貌, 且晶粒形态相较于室温拉伸的断口有着较大的区别, 这可能是合金试样在高温下发生了软化, 断口材料塑性流动+软化共同作用的结果。三种不同的断口, 表明 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在三个温度下高温拉伸变形机制及断裂机制存在差别。

5.3 高温变形机制分析

为了确定 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温变形机制, 借助高温蠕变实验, 分析高温下材料应力应变响应行为。蠕变过程中, 试样在高温、低应力作用下发生缓慢塑性变形, 试样的应变随着时间的延长不断增加, 应变与时间关系曲线即为蠕变曲线。如图 5-5 所示为 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品典型的蠕变曲线。150 °C 和 200 °C 下, 蠕变表现出典型的三过程阶段。初期, 应变随时间快速增加, 但应变速率(曲线斜率)随时间逐渐减小, 为初始蠕变阶段。第二阶段, 应变稳定增加, 应变速率保持稳定, 称为稳定蠕变阶段。第三阶段应变和应变速率均快速增加, 直到发生瞬间断裂, 称为加速蠕变阶段。

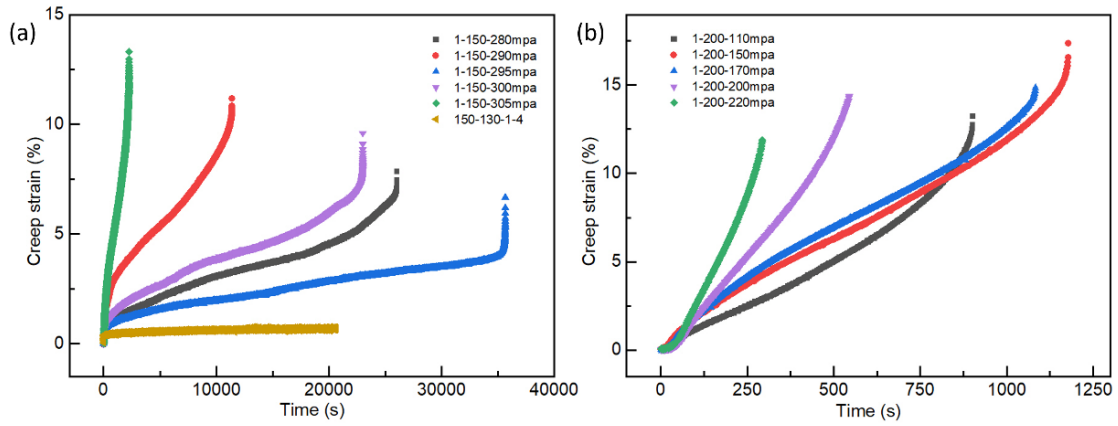


图 5-5: 激光能量密度为 67 J/mm^3 的合金试样在固定温度下不同应力区间的蠕变曲线 (a) 150 °C; (b) 200 °C

稳态蠕变阶段应变速率受原子层面变形方式、激活能、自由体积等因素的影响,反映材料变形的本征控制机制,是 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温性能分析的关键。为获得稳定蠕变速率,本章采用 Lo Piccolo 等人提出的阶梯控制实验方法(第二章图 2-3),分析 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在恒定温度和恒定应力两类条件下的应变响应行为。恒温度实验中,蠕变应力逐渐增大。恒应力实验中,蠕变温度逐渐升高。

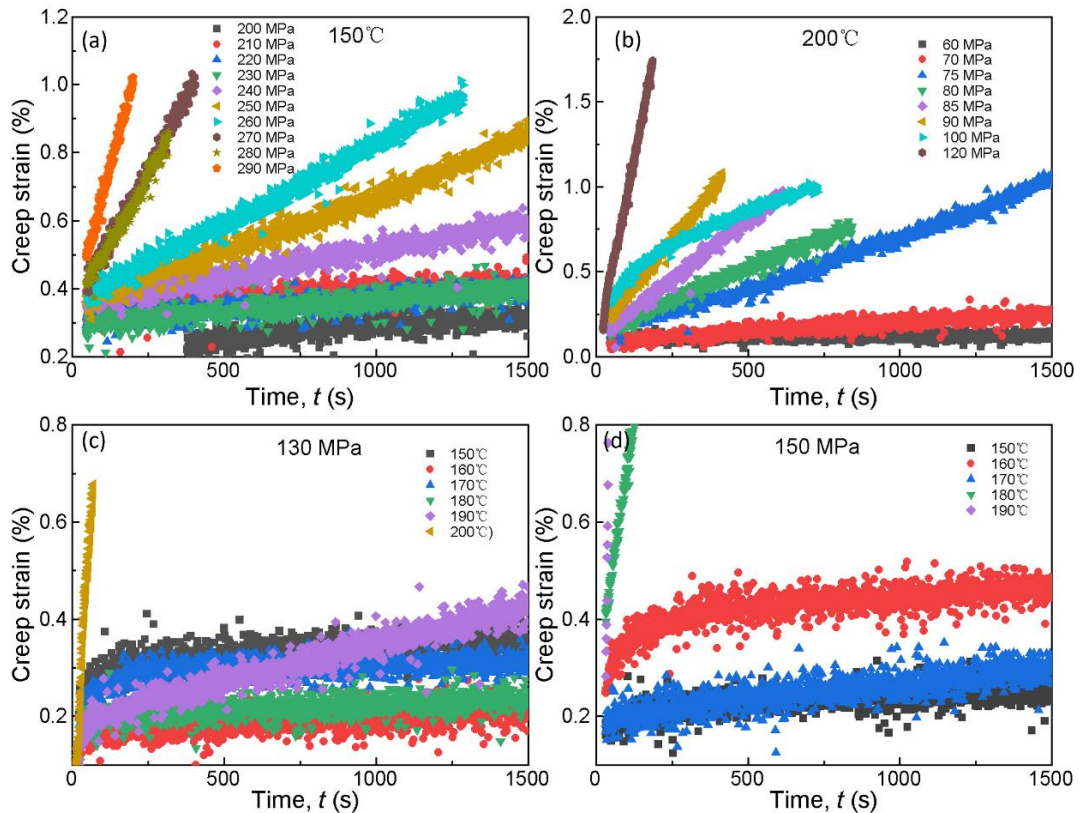


图 5-6: 激光能量密度 189 J/mm^3 的合金试样的蠕变曲线 (a) 固定温度 150 °C; (b) 固定温度 200 °C; (c) 固定应力 130 MPa; (d) 固定应力 150 MPa

如图 5-6 为 189 J/mm^3 的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品在 150°C 、 200°C 和 130 MPa 、 150 MPa 下稳态蠕变阶段应变-时间关系。在四种外界条件下，稳定蠕变阶段基本均表现为直线，应变速率保持不变。恒温度蠕变实验中，外加应力越高，稳定应变速率越大。例如 150°C 时， 200 MPa 的稳定应变速率几乎为零，应变随时间增加缓慢。 290 MPa 时，应变随时间迅速增加，应变速率远大于 200 MPa 。恒应力蠕变实验中，实验温度越高，稳定应变速率越大。例如 130 MPa 时， 150°C 的应变增加缓慢， 190°C 的应变速率明显增大， 200°C 的应变急速增加，迅速发生蠕变断裂。

如图 5-7 为 112 J/mm^3 的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品在 150°C 、 200°C 和 130 MPa 、 150 MPa 下稳态蠕变阶段应变-时间关系。稳态蠕变阶段变形特征与 189 J/mm^3 样品相似，此处不再做详细描述。

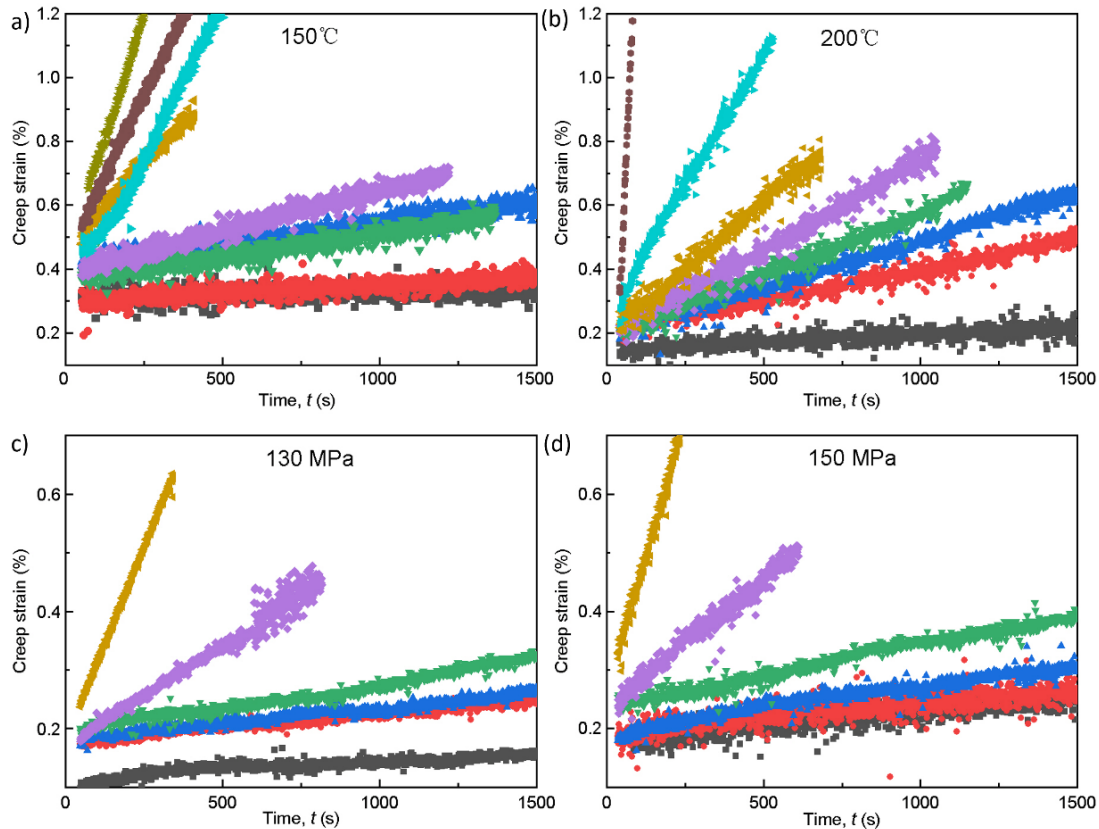


图 5-7: 激光能量密度 112 J/mm^3 的合金试样的蠕变曲线 (a) 固定温度 150°C ; (b) 固定温度 200°C ; (c) 固定应力 130 MPa ; (d) 固定应力 150 MPa

如图 5-8 为 67 J/mm^3 的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品在 150°C 、 200°C 和 130 MPa 、 150 MPa 下稳态蠕变阶段应变-时间关系。稳态蠕变阶段变形特征与上述两个能量密度的样品相似，此处不再做单独描述。

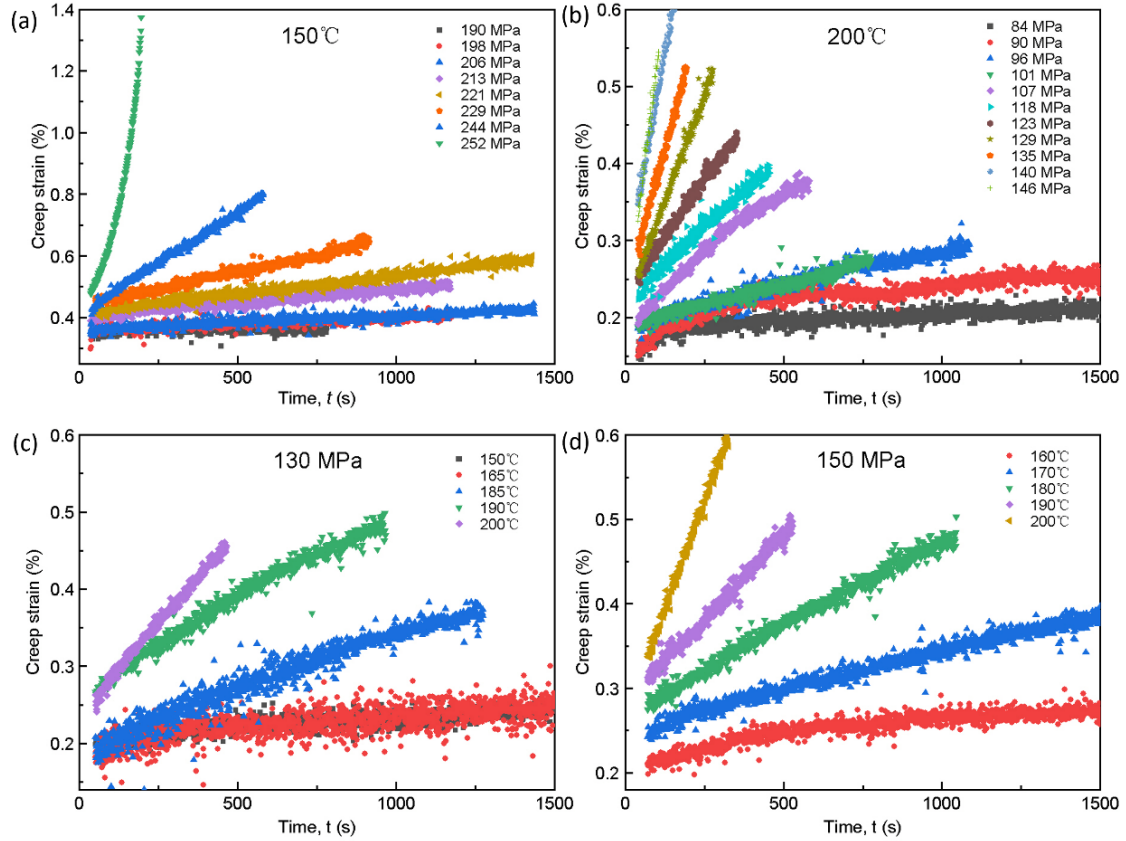


图 5-8: 激光能量密度 67 J/mm^3 的合金试样的蠕变曲线 (a) 固定温度 $150 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) 固定温度 $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$; (c) 固定应力 130 MPa ; (d) 固定应力 150 MPa

金属在高温下变形过程受自由体积、激活能和金属原子间作用势等基本物理参量控制，综合作用下的稳态蠕变速率和外应力间的关系符合经典的幂率方程

$$\dot{\epsilon} = A \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \sigma^n \quad (5-1)$$

式中， $\dot{\epsilon}$ 是蠕变速率， A 是材料常数， Q 是蠕变激活能， R 是气体常数 ($R=8.3 \text{ J/mol}$)， T 是绝对温度， n 是应力指数， σ 是外加应力。

式 (5-1) 两边取自然对数：

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n(\ln \sigma) - \frac{Q}{RT} \quad (5-2)$$

金属高温变形受外加温度和外加应力的影响，影响系数取决于具体的变形机制。由式 (5-2) 可知，一定温度下，应变速率 $\ln \dot{\epsilon}$ 与应力 $\ln \sigma$ 呈线性关系，直线的斜率表示变形应力指数 n 。一定应力下，应变速率 $\ln \dot{\epsilon}$ 与温度 T^{-1} 呈线性关系，直线的斜率与变形过程激活能 Q 有关。通过绘制高温蠕变过程 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 和 $\ln \dot{\epsilon} - T^{-1}$ 直线关系图，即可确定变形过程的激活能 Q 和应力指数 n ，进而确定变形过程微观机制。

通过如图 5-5 至 5-8 所示恒温蠕变稳态阶段进行线性拟合, 可获得各外加应力下, Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 稳定蠕变速率 $\dot{\epsilon}$, 进而获得 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 关系。采用直线拟合 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 关系, 获得应力对应温度下变形应力指数 n 。

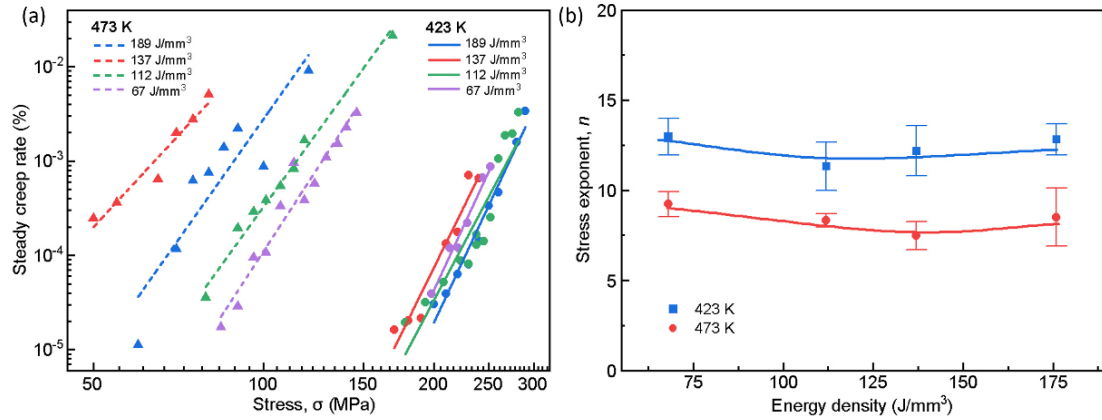


图 5-9: (a)不同激光能量密度的试样蠕变速率和应力的线性图; (b)不同激光能量密度在 150 °C 和 200 °C 下的 n 值

如图 5-9 所示为不同能量密度的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 关系及应力指数 n 随制备能量密度的变化。对所有能量密度的样品, 外应力越大, 稳定蠕变速率越大。温度越高, 稳定蠕变速率越大。相同变形温度和外应力下, 能量密度越高的样品, 稳定蠕变速率越大。拟合直线的斜率为 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的应力指数 n 。图 5-9 表明在相同变形温度下, 能量密度增加, 应力指数基本保持不变。473 K 时, 稳定的应力指数 n 约为 7~9, 423 K 时, 稳定的应力指数 n 约为 11~12。

应力指数 n 是判断材料变形过程中重要参数。对于高温变形的铝合金来说, 当 $n \leq 1$ 时, 材料的变形主要是由原子的扩散过程控制。 n 增大时, 主导变形机制依次为晶界滑移、位错攀移。当 $n > 8$ 时, 主导的变形机制转变到位错交滑移。本研究中两个温度下各能量密度的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品应力指数 n 均大于 8, 表明位错交滑移主导了其高温变形行为, 具体机制在后续章节讨论。

通过对如图 5-5 至 5-8 所示恒应力蠕变稳态阶段进行线性拟合, 可获得高温变形时, Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 稳定蠕变速率 $\dot{\epsilon}$, 进而获得 $\ln \dot{\epsilon} - T^{-1}$ 关系。采用直线拟合 $\ln \dot{\epsilon} - T^{-1}$ 关系, 获得高温条件下变形激活能 Q 。

如图 5-10 所示为不同能量密度的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr $\ln \dot{\epsilon} - T^{-1}$ 直线关系及变形激活能 Q 随制备能量密度的变化。对所有能量密度的样品, 随着变形温度的升高, 稳态蠕变速率开始基本保持不变, 后迅速增大。变形温度越高, 稳

定蠕变速率越大。低能量密度制备的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 样品稳定蠕变速率普遍比高能量密度样品低。拟合直线的斜率为 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 的变形激活能 Q 。变形激活能与样品能量密度的关系如图 5-10 所示。在温度低于 445 K 时,不同能量密度的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 激活能相当,约 0~30 kJ/mol。温度高于 445 K 时,不同能量密度的样品激活能均明显增大,并且能量密度越小,激活能越高,例如 189 J/mm³ 样品的激活能约 139 kJ/mol, 68 J/mm³ 样品的激活能高达 526 kJ/mol。

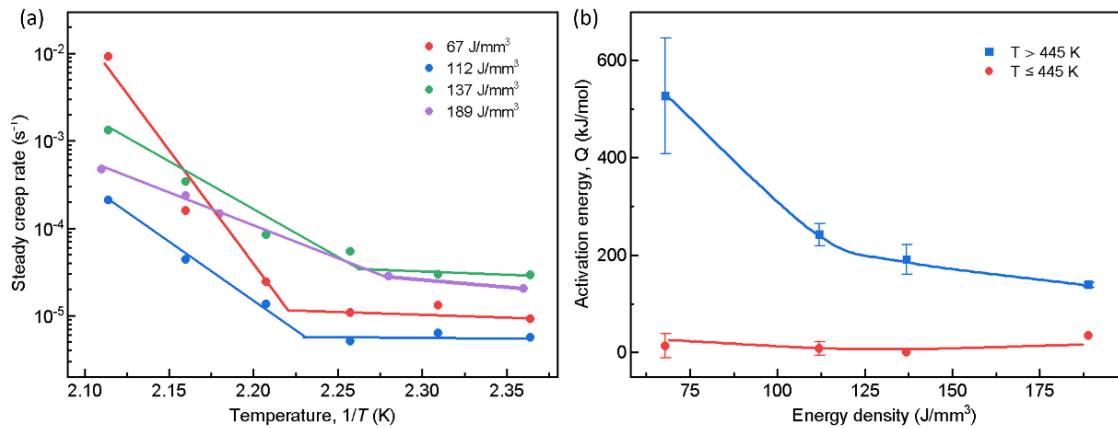


图 5-10: (a) 蠕变速率与与 $\frac{1}{T}$ 的线性图; (b) 不同激光能量密度的热激活能 Q

5.4 分析及讨论

根据上述蠕变稳态应变速率的分析,可知 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温变形主要是位错交滑移主导的,在温度小于 445 K 时,激活能较为低。温度大于 445 K 时,激活能较高。位错交滑移控制引起的应变硬化能力提升和高温条件下的大变形激活能可能是 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 展现出优异高温性能的主要原因。

金属中的位错滑移分为平面滑移和交滑移两种主要方式。平面滑移是指位错滑动过程中,不改变滑移面,持续前进。交滑移是指位错由一个滑移面转移到另外一个滑移面^[110]。层错能和短程有序是决定滑移方式的主导因素。层错能低材料,位错往往分解成两个不全位错加中间的层错,这种长长的结构导致交滑移困难,层错能高的材料更易于交滑移。Al 层错能高达 172 mJ/m²^[111],属于典型的高层错能金属材料。虽然本研究中的 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 添加 Mg,可以降低材料的层错能^[112],但需要 Mg 含量非常高,例如, Mg 含量超过 10 wt.%时,

层错能降低到 85 mJ/m^2 的中等层错能范围, 超过 $16 \text{ wt.}\%$ 时, 才能降低到 60 mJ/m^2 的底层错能范围^[113]。本实验中 Mg 含量远低于上述值, 并且由于 Mg 处于过固溶非平衡状态, Mg 原子在高温条件下将发生脱溶, 从基体 $\alpha\text{-Al}$ 固溶体中析出, 导致材料层错能难以降低。这种脱溶析出行为已在第三章时效处理部分被证明。滑移方式直接影响到位错的捕获和交互作用, 交滑移中的位错易于改变滑移面和滑移方向, 增大与其他位错相遇和缠结的概率, 为高温变形提供额外的应变硬化能力, 最终导致材料表现出更优异的高温强度。

除了交滑移的作用, 本章中 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温变形激活能高达 ($139\sim 526 \text{ kJ/mol}$), 远高于一般铝合金的激活能 (100 kJ/mol)。这可能主要得益于其独特的混合结构加晶界上的长条状 Mg_2Si 。混合结构中粗大柱状晶具有平直的晶界, 可以提高界面的稳定性, 抑制传统铝合金高温变形中的晶界迁移过程, 提高了高温变形的激活能, 是 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 主要为位错交滑移控制的原因之一。晶界和胞状结构中的长条状 Mg_2Si 是典型的位错运动障碍, 不仅可以抑制晶界迁移, 而且阻碍位错连续的平面滑移, 激活高层错能下的交滑移机制。

5.5 本章小结

本章将 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温力学性能实验测试技术和实验分析方法相结合, 系统研究了 SLM 制备态合金高温拉伸变形行为和性能, 对高温变形机制进行了深入分析。相关结论如下:

1、高温拉伸时 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 出现软化现象。 $100\sim 200^\circ\text{C}$ 范围内, 实验温度越高, 屈服强度和抗拉强度越低, 但断裂延伸率先减小后增大。SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 表现出优异的高温拉伸性能, 明显超过 SLM Al-12Si、Al-6Ni、Al-10Ce、6063-T5、6061-T6 等常见铝合金。

2、 $100\sim 200^\circ\text{C}$ 范围内, SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温强度软化程度随能量密度增大, 能量密度越大, 升温软化程度越明显。 189 J/mm^3 的样品软化速度约 3.4 MPa/K , 67 J/mm^3 的样品软化速度约 2.2 MPa/K 。

3、恒温阶梯蠕变实验发现 473 K 时, SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 应力指数为 $7\sim 9$, 423 K 时为 $11\sim 12$, 表明 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 高温变形主要是位错交滑移过程控制。恒应力阶梯蠕变实验发现温度小于 445 K 时, SLM

Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 变形激活能约 0~30 kJ/mol, 温度大于 445 K 时, 迅速增大到 139~526 kJ/mol。

第六章 全文结论

本论文以选区激光融化技术为主要成型方法，系统研究了高 Mg 含量的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 合金的 SLM 成型工艺、微观结构、室温拉伸性能、热处理工艺、热处理对微观结构和拉伸性能的影响，测试了 SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 高温力学性能，利用阶梯蠕变实验分析了合金高温变形机制，获得如下结论。

1、利用 SLM 可制备高 Mg 含量全致密、无裂纹的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 块体合金。随着激光能量密度的增加，合金内部按未熔合空洞、全致密无缺陷、微气孔的顺序逐渐变化。合金微观结构为等轴超细晶+柱状粗晶构成的混合结构，等轴超细晶尺寸约 550 nm。柱状粗晶尺寸超过 1 μm ，内部包含胞状结构。等轴晶和胞状结构内部含有纳米尺寸 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒，晶界和胞界上含有有长条状的 Mg_2Si 相

2、具有高 Mg 含量的 Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 展现出优异的拉伸性能，屈服强度和均匀伸长率分别达到 $412 \pm 8 \text{ MPa}$ 和 $15.6\% \pm 0.6\%$ 。与 SLM Al-Mg-Sc-Zr 相比，其屈服强度提高了 40%，均匀延伸率基本不损失，其优异的强塑性匹配超过了 SLM 制备态 Al-Mn、Al-Cu、Al-Si 等合金。通过推导发现，SLM Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si 拉伸均匀延伸率与脆性相 Mg_2Si 体积分数 $f^{1/4}$ 成反比，推导出的模型可准确预测含脆性 Mg_2Si 相的 SLM Al-Mg-Sc-Zr-Si 塑性变形能力。

3、区别于传统铝合金的固溶+时效处理工艺，SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 不能进行固溶处理，只能直接时效。时效温度提高（300-400 $^{\circ}\text{C}$ 范围内），Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 显微硬度基本不变化。时效时间延长，显微硬度先升高后降低，最佳时效工艺为 300 $^{\circ}\text{C}$ 、8 h。时效处理引起 SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 明显强化，屈服强度和抗拉强度分别可达 500 MPa 和 550 MPa，相比于 SLM 态样品分别提升 113 MPa 和 77 MPa，但同时时效塑性变形能力降低，均匀延伸率平均降低 5.7%。时效态 Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 合金表现出优异的综合性能，具有较好的结构轻量化应用前景。

4、SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr 在经历 300 $^{\circ}\text{C}$ 、8 h 时效处理后，内部晶粒尺寸、 $\alpha\text{-Al}$ 晶体学取向统计结果、主要析出相种类没发生明显变化。但时效时 $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ 由多边长条形转变为圆球形，尺寸减小到约 50 nm。 $\alpha\text{-Al}$ 基体中产生 Mg

元素偏聚区, 并且 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相数量明显增多。时效强化主要是 Mg_2Si 相的变化、 Mg 元素偏聚和 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 引起的, 三者综合作用可提升 $\text{Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr}$ 的屈服强度超过 130 MPa。但 Mg_2Si 相中 Mg 的偏聚同样引起界面结合能力降低, 增大沿晶断裂倾向, 导致塑性变形能力和均匀延伸率降低。

5、高温拉伸时 $\text{SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr}$ 出现软化现象。实验温度越高, 拉伸强度越低, 但断裂延伸率先减小后增大。 $\text{SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr}$ 展现出优异的高温拉伸性能, 明显超过 SLM Al-12Si 、 Al-6Ni 、 Al-10Ce 、6063-T5、6061-T6 等常见铝合金。高温强度软化程度随能量密度增大, 能量密度越大, 升温软化程度越明显。 189 J/mm^3 的样品软化速度约 3.4 MPa/K , 67 J/mm^3 的样品软化速度约 2.2 MPa/K 。

6、恒温阶梯蠕变实验发现 473 K 时, $\text{SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr}$ 应力指数为 7~9, 423 K 时为 11~12, 表明 $\text{SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr}$ 高温变形主要是位错交滑移过程控制。恒应力阶梯蠕变实验发现温度小于 445 K 时, $\text{SLM Al-7.5Mg-0.6Si-0.5Sc-0.3Zr}$ 变形激活能约 0~30 kJ/mol, 温度大于 445 K 时, 迅速增大到 139~526 kJ/mol。

参考文献

- [1]Blakey-Milner B, Gradl P, Snedden G, et al. Metal additive manufacturing in aerospace: A review [J]. *Materials & Design*, 2021, 209: 110008.
- [2]Boyer R R, Cotton J D, Mohaghegh M, et al. Materials considerations for aerospace applications [J]. *MRS Bulletin*, 2015, 40(12): 1055-1066.
- [3]Li Q, Li G, Lin X, et al. Development of a high strength Zr/Sc/Hf-modified Al-Mn-Mg alloy using laser powder bed fusion: design of a heterogeneous microstructure incorporating synergistic multiple strengthening mechanisms [J]. *Additive Manufacturing*, 2022, 57: 102967.
- [4]O E O, C M, E B. Experimental investigation of the effect of processing parameters on densification, microstructure and hardness of selective laser melted 7075 aluminium alloy [J]. *Materials Research Express*, 2020, 7(3): 036512.
- [5]Noriko R, Wei W, Khamis E, et al. Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development [J]. *Materials and Design* 2014, 65: 417-424.
- [6]Zhou L, Hyer H, Thapliyal S, et al. Process-dependent composition, microstructure, and printability of Al-Zn-Mg and Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloys manufactured by laser powder bed fusion [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2020, 51(6): 3215-3227.
- [7]Kempen K. Expanding the materials palette for selective laser melting of metals, F, 2015 [C].
- [8]Zhang S, Zhang S, Li F, et al. Selective laser melting of Al-Cu-Mn-Mg alloys: processing and mechanical properties [J]. *Metals* 2023, 13(9): 1520.
- [9]Katgerman L. Principles of solidification [J]. *Materials Today*, 2011, 14(10): 502.
- [10]Thijs L, Kempen K, Kruth J-P, et al. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder [J]. *Acta Materialia*, 2013, 61(5): 1809-1819.
- [11]Kou S. Weld Metal Solidification I: Grain Structure [M]. *Welding Metallurgy*, 2003.
- [12]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.
- [13]Liu S, Zhu H, Peng G, et al. Microstructure prediction of selective laser melting AlSi10Mg using finite element analysis [J]. *Materials & Design*, 2018, 142: 319-328.
- [14]Zhang H, Zhu H, Nie X, et al. Fabrication and heat treatment of high strength Al-Cu-Mg alloy processed using selective laser melting; proceedings of the Conference on Laser 3D Manufacturing III, F, 2016 [C].
- [15]Guo Y, Wei W, Huang H, et al. Approaching an ultrafine microstructure and excellent tensile properties of a novel Er/Zr modified Al-7Si-0.6 Mg alloy fabricated by selective laser melting [J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 22: 1625-1637.

- [16]Gain A K, Zhang L. Tribological behavior of eutectic Al–12Si alloy manufactured by selective laser melting [J]. *Wear*, 2023, 522: 204679.
- [17]Pan W, Ye Z, Zhang Y, et al. Research on microstructure and properties of AlSi10Mg fabricated by selective laser melting [J]. *Materials* 2022, 15(7): 2528.
- [18]Jia Y D, Ma P, Prashanth K G, et al. Microstructure and thermal expansion behavior of Al–50Si synthesized by selective laser melting [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 699: 548-553.
- [19]杨博威. Al-Mg (-Mn-Fe) 合金连续流变挤压与拉拔变形组织性能调控研究 [D], 东北大学, 2023.
- [20]Stepanov A V, Skoltsov V I, Voronin A S, et al. Study of the mechanical properties of Al–Mg–Sc alloy specimens prepared by selective laser melting [J]. *Chemical and Petroleum Engineering*, 2022, 58(5): 523-527.
- [21]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.
- [22]Schliephake D, Bayoumy D, Seils S, et al. Mechanical behavior at elevated temperatures of an Al–Mn–Mg–Sc–Zr alloy manufactured by selective laser melting [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 831: 142032.
- [23]Li R, Wang M, Li Z, et al. Developing a high-strength Al-Mg-Si-Sc-Zr alloy for selective laser melting: Crack-inhibiting and multiple strengthening mechanisms [J]. *Acta Materialia*, 2020, 193: 83-98.
- [24]Liu H, Zhang H, Meng L, et al. Heat treatment optimization for a high strength Al–Mn–Sc alloy fabricated by selective laser melting [J]. 2023, 16(11): 4054.
- [25]Gao L, Li K, Ni S, et al. The growth mechanisms of θ' precipitate phase in an Al-Cu alloy during aging treatment [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, 61: 25-32.
- [26]俞亮, 刘永业, 赵阳. 铝合金激光增材制造材料体系研究现状 [J]. *表面技术* 2023, 52(03): 35-51.
- [27]Hu Z, Nie X, Qi Y, et al. Cracking criterion for high strength Al–Cu alloys fabricated by selective laser melting [J]. *Additive Manufacturing*, 2021, 37: 101709.
- [28]Deng J, Chen C, Zhang W, et al. Densification, microstructure, and mechanical properties of additively manufactured 2124 Al–Cu alloy by selective laser melting [J]. *Materials* 2020, 13(19): 4423.
- [29]Zhang J, Gao J, Song B, et al. A novel crack-free Ti-modified Al-Cu-Mg alloy designed for selective laser melting [J]. *Additive Manufacturing*, 2021, 38: 101829.
- [30]Ghoncheh M H, Sanjari M, Zoeram A S, et al. On the microstructure and solidification behavior of new generation additively manufactured Al-Cu-Mg-Ag-Ti-B alloys [J]. *Additive*

Manufacturing, 2021, 37: 101724.

[31]Mair P, Braun J, Kaserer L, et al. Unique microstructure evolution of a novel Ti-modified Al-Cu alloy processed using laser powder bed fusion [J]. Materials Today Communications, 2022, 31: 103353.

[32]Hu Z, Qi Y, Nie X, et al. The Portevin-Le Chatelier (PLC) effect in an Al-Cu aluminum alloy fabricated by selective laser melting [J]. Materials Characterization, 2021, 178: 111198.

[33]Schuster M, De Luca A, Mathur A, et al. Precipitation in a 2xxx series Al-Cu-Mg-Zr alloy fabricated by laser powder bed fusion [J]. Materials & Design, 2021, 211: 110131.

[34]Michi R A, Sisco K, Bahl S, et al. Microstructural evolution and strengthening mechanisms in a heat-treated additively manufactured Al-Cu-Mn-Zr alloy [J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 840: 142928.

[35]Sun T-T, Geng J-W, Bian Z-Y, et al. Enhanced thermal stability and mechanical properties of high-temperature resistant Al-Cu alloy with Zr and Mn micro-alloying [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2022, 32(1): 64-78.

[36]Montero-Sistiaga M L, Mertens R, Vrancken B, et al. Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2016, 238: 437-445.

[37]Xu Y, Zhang Z, Gao Z, et al. Effect of main elements (Zn、Mg and Cu) on the microstructure, castability and mechanical properties of 7xxx series aluminum alloys with Zr and Sc [J]. Materials Characterization, 2021, 182: 111559.

[38]Tsai K-C, Wu W-F, Chao C-G, et al. Improving electrical properties and thermal stability of (Ba,Sr)TiO₃ thin films on Cu(Mg) bottom electrodes [J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2006, 45(6S): 5495.

[39]Otani Y, Sasaki S. Effects of the addition of silicon to 7075 aluminum alloy on microstructure, mechanical properties, and selective laser melting processability [J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 777: 139079.

[40]Casati R, Coduri M, Riccio M, et al. Development of a high strength Al-Zn-Si-Mg-Cu alloy for selective laser melting [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 801: 243-253.

[41]Li L, Li R, Yuan T, et al. Microstructures and mechanical properties of Si and Zr modified Al-Zn-Mg-Cu alloy-A comparison between selective laser melting and spark plasma sintering [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 821: 153520.

[42]Wang A, Wang H, Wu Y, et al. 3D printing of aluminum alloys using laser powder deposition: a review [J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2021, 116(1): 1-37.

[43]Wang P, Li H C, Prashanth K G, et al. Selective laser melting of Al-Zn-Mg-Cu: Heat treatment, microstructure and mechanical properties [J]. Journal of Alloys and Compounds,

2017, 707: 287-290.

[44]Zhu Z, Ng F L, Seet H L, et al. Selective laser melting of micron-sized niobium functionalized Al7075 alloy: Element evaporation and grain refinement [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 834: 142595.

[45]Xiao F, Wang S, Wang Y, et al. Niobium nanoparticle-enabled grain refinement of a crack-free high strength Al-Zn-Mg-Cu alloy manufactured by selective laser melting [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 900: 163427.

[46]Martin J H, Yahata B D, Hundley J M, et al. 3D printing of high-strength aluminium alloys [J]. *Nature*, 2017, 549(7672): 365-369.

[47]朱浩文, 刘文才, 蒋志达, et al. 选区激光熔化成形铝合金材料体系研究进展 [J]. *中国有色金属学报* 2024, 34(01): 1-24.

[48]Rosenthal I, Stern A, Frage N. Strain rate sensitivity and fracture mechanism of AlSi10Mg parts produced by Selective Laser Melting [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 682: 509-517.

[49]Delahaye J, Tchuindjang J T, Lecomte-Beckers J, et al. Influence of Si precipitates on fracture mechanisms of AlSi10Mg parts processed by selective laser melting [J]. *Acta Materialia*, 2019, 175: 160-170.

[50]Zhuo L, Wang Z, Zhang H, et al. Effect of post-process heat treatment on microstructure and properties of selective laser melted AlSi10Mg alloy [J]. *Materials Letters*, 2019, 234: 196-200.

[51]Suryawanshi J, Prashanth K G, Scudino S, et al. Simultaneous enhancements of strength and toughness in an Al-12Si alloy synthesized using selective laser melting [J]. *Acta Materialia*, 2016, 115: 285-294.

[52]Rashid R, Masood S H, Ruan D, et al. Effect of energy per layer on the anisotropy of selective laser melted AlSi12 aluminium alloy [J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 22: 426-439.

[53]Zhu Z, Ng F L, Seet H L, et al. Superior mechanical properties of a selective-laser-melted AlZnMgCuScZr alloy enabled by a tunable hierarchical microstructure and dual-nanoprecipitation [J]. *Materials Today*, 2022, 52: 90-101.

[54]Nie X, Zhang H, Zhu H, et al. Effect of Zr content on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Zr modified Al-4.24Cu-1.97Mg-0.56Mn alloys [J]. 2018, 764: 977-986.

[55]Nie X, Zhang H, Zhu H, et al. On the role of Zr content into Portevin-Le Chatelier (PLC) effect of selective laser melted high strength Al-Cu-Mg-Mn alloy [J]. *Materials Letters*, 2019, 248: 5-7.

[56]Zhang H, Zhu H, Qi T, et al. Selective laser melting of high strength Al-Cu-Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties [J]. *Materials Science and Engineering:*

A, 2016, 656: 47-54.

[57]Wang Y, Lin X, Kang N, et al. Influence of post-heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Mg-Zr alloy manufactured by selective laser melting [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, 111: 35-48.

[58]Jia Q, Rometsch P, Cao S, et al. Towards a high strength aluminium alloy development methodology for selective laser melting [J]. *Materials & Design*, 2019, 174: 107775.

[59]Jia Q, Rometsch P, Kürsteiner P, et al. Selective laser melting of a high strength AlMnSc alloy: Alloy design and strengthening mechanisms [J]. *Acta Materialia*, 2019, 171: 108-118.

[60]Jia Q, Zhang F, Rometsch P, et al. Precipitation kinetics, microstructure evolution and mechanical behavior of a developed Al-Mn-Sc alloy fabricated by selective laser melting [J]. *Acta Materialia*, 2020, 193: 239-251.

[61]Churyumov A Y, Pozdniakov A V, Prosviryakov A S, et al. Microstructure and mechanical properties of a novel selective laser melted Al-Mg alloy with low Sc content [J]. *Materials Research Express*, 2019, 6(12): 126595.

[62]Zhang H, Zhu H, Nie X, et al. Effect of zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy [J]. *Scripta Materialia*, 2017, 134: 6-10.

[63]He P, Webster R F, Yakubov V, et al. Fatigue and dynamic aging behavior of a high strength Al-5024 alloy fabricated by laser powder bed fusion additive manufacturing [J]. *Acta Materialia*, 2021, 220: 117312.

[64]Wang Z, Lin X, Kang N, et al. Making selective-laser-melted high-strength Al-Mg-Sc-Zr alloy tough via ultrafine and heterogeneous microstructure [J]. *Scripta Materialia*, 2021, 203: 114052.

[65]Ma R, Peng C, Cai Z, et al. Manipulating the microstructure and tensile properties of selective laser melted Al-Mg-Sc-Zr alloy through heat treatment [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 831: 154773.

[66]Zhou L, Pan H, Hyer H, et al. Microstructure and tensile property of a novel AlZnMgScZr alloy additively manufactured by gas atomization and laser powder bed fusion [J]. *Scripta Materialia*, 2019, 158: 24-28.

[67]Chen B, Moon S K, Yao X, et al. Strength and strain hardening of a selective laser melted AlSi10Mg alloy [J]. *Scripta Materialia*, 2017, 141: 45-49.

[68]Hyer H, Zhou L, Mehta A, et al. Composition-dependent solidification cracking of aluminum-silicon alloys during laser powder bed fusion [J]. *Acta Materialia*, 2021, 208: 116698.

[69]Rao H, Giet S, Yang K, et al. The influence of processing parameters on aluminium alloy A357 manufactured by Selective Laser Melting [J]. *Materials & Design*, 2016, 109: 334-346.

[70]Zhou L, Hyer H, Park S, et al. Microstructure and mechanical properties of Zr-modified aluminum alloy 5083 manufactured by laser powder bed fusion [J]. *Additive Manufacturing*,

2019, 28: 485-496.

[71]Wang Z, Lin X, Wang J, et al. Remarkable strength-impact toughness conflict in high-strength Al-Mg-Sc-Zr alloy fabricated via laser powder bed fusion additive manufacturing [J]. Additive Manufacturing, 2022, 59: 103093.

[72]Liu Q, Wu H, Paul M J, et al. Machine-learning assisted laser powder bed fusion process optimization for AlSi10Mg: New microstructure description indices and fracture mechanisms [J]. Acta Materialia, 2020, 201: 316-328.

[73]Xiong Z H, Liu S L, Li S F, et al. Role of melt pool boundary condition in determining the mechanical properties of selective laser melting AlSi10Mg alloy [J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 740-741: 148-156.

[74]Chen S, Tan Q, Gao W, et al. Effect of heat treatment on the anisotropy in mechanical properties of selective laser melted AlSi10Mg [J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 858: 144130.

[75]Baek M-S, Kreethi R, Park T-H, et al. Influence of heat treatment on the high-cycle fatigue properties and fatigue damage mechanism of selective laser melted AlSi10Mg alloy [J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 819: 141486.

[76]Geng Y, Wang Q, Wang Y, et al. Microstructural evolution and strengthening mechanism of high-strength AlSi8.1 Mg1.4 alloy produced by selective laser melting [J]. Materials & Design, 2022, 218: 110674.

[77]Opprecht M, Roux G, Garandet J-P, et al. A study of the mechanical properties of Al6061-Zr1,2 alloy processed by laser beam melting [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2023, 32(4): 1840-1855.

[78]Aboulkhair N T, Simonelli M, Parry L, et al. 3D printing of Aluminium alloys: Additive manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting [J]. Progress in Materials Science 2019: 100578.

[79]Qu Z, Zhang Z, Liu R, et al. High fatigue resistance in a titanium alloy via near-void-free 3D printing [J]. Nature, 2024, 626(8001): 999-1004.

[80]Qin Z, Kang N, El Mansori M, et al. Anisotropic high cycle fatigue property of Sc and Zr-modified Al-Mg alloy fabricated by laser powder bed fusion [J]. Additive Manufacturing, 2022, 49: 102514.

[81]Paul M J, Liu Q, Best J P, et al. Fracture resistance of AlSi10Mg fabricated by laser powder bed fusion [J]. Acta Materialia, 2021, 211: 116869.

[82]付俊伟, 崔凯, 王江春. Al-Cu 系耐热铝合金的研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(07): 1827-1841.

[83]刘书俊, 肖文龙, 杨昌一, et al. 激光粉末床熔融增材制造耐热铝合金的研究进展[J]. 材料导报, 2024, 38(18): 175-183.

-
- [84]Yu M, Zhu B, Li N, et al. Research on microstructure and mechanical properties at elevated temperature of Al-Mg-Si-Sc-Zr alloy strengthened by Al₃(Sc, Zr) nanoprecipitates [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2024, 985: 174050.
- [85]Pérez-Prado M T, Martin A, Shi D F, et al. An Al-5Fe-6Cr alloy with outstanding high temperature mechanical behavior by laser powder bed fusion [J]. *Additive Manufacturing*, 2022, 55: 102828.
- [86]Ren Y, Dong P, Zeng Y, et al. Effect of heat treatment on properties of Al-Mg-Sc-Zr alloy printed by selective laser melting [J]. *Applied Surface Science*, 2022, 574: 151471.
- [87]Wang X, Chen C, Zhang M J R P J. Effect of laser power on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Mg-Al-Zn alloy [J]. 2020, ahead-of-print(ahead-of-print).
- [88]Jiang W, Deng Y, Guo X. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical anisotropy of selective laser melted Al-Mn-Sc alloy [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2023, 887: 145743.
- [89]Griffiths S, Croteau J R, Rossell M D, et al. Coarsening- and creep resistance of precipitation-strengthened Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting [J]. *Acta Materialia*, 2020, 188: 192-202.
- [90]Liu Y, Li Y, Wang M, et al. Review of laser powder bed fusion's microstructure and mechanical characteristics for Al-Ce alloys [J]. *Materials* 2024, 17(20): 5085.
- [91]A W W, A N T, A A S, et al. Formation of multiple intermetallic phases in a hypereutectic Al-Fe binary alloy additively manufactured by laser powder bed fusion - ScienceDirect [J]. *Intermetallics*, 2020, 125: 106892.
- [92]Suwanprecha C, Pandee P, Patakham U, et al. New generation of eutectic Al-Ni casting alloys for elevated temperature services [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, 709: 46-54.
- [93]Kimura T, Nakamoto T, Ozaki T, et al. Microstructures and mechanical properties of aluminum-transition metal binary alloys (Al-Fe, Al-Mn, and Al-Cr) processed by laser powder bed fusion [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, 872: 159680.
- [94]Maki N, Iwaoka H, Hirosawa S. Development of thermally stable powder metallurgy Al-Mn alloy extrusions and prediction of their terminal strength after prolonged service periods at high temperatures [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 793: 139813.
- [95]Qi X, Takata N, Suzuki A, et al. Change in microstructural characteristics of laser powder bed fused Al-Fe binary alloy at elevated temperature [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, 97: 38-53.
- [96]Deng J, Chen C, Liu X, et al. A high-strength heat-resistant Al-5.7Ni eutectic alloy with spherical Al₃Ni nano-particles by selective laser melting [J]. *Scripta Materialia*, 2021, 203: 114034.

- [97]Wang G, Zhang S, Liu T, et al. The intrinsically quasi-isotropic tensile properties of as-fabricated Al-Mg-Si-Sc-Zr alloy produced by selective laser melting [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, 947: 169707.
- [98]Martin J L, Piccolo B L, Bonneville J J I. Role of thermal activation in the strength anomaly of Ni3Al [J]. *Intermetallics*, 2000, 8(9): 1013-1018.
- [99]Liu G, Zhang G J, Ding X D, et al. The influences of multiscale-sized second-phase particles on ductility of aged aluminum alloys [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, 35(6): 1725-1734.
- [100]Liu G, Sun J, Nan C-W, et al. Experiment and multiscale modeling of the coupled influence of constituents and precipitates on the ductile fracture of heat-treatable aluminum alloys [J]. *Acta Materialia*, 2005, 53(12): 3459-3468.
- [101]Geng Y, Song Q, Zhang Z, et al. Quantifying early-stage precipitation strengthening of Al-Mg-Zn(-Cu) alloy by using particle size distribution [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 839: 142851.
- [102]Khan M A, Wang Y, Afifi M A, et al. Microstructure and mechanical properties of an Al-Zn-Cu-Mg alloy processed by hot forming processes followed by heat treatments [J]. *Materials Characterization*, 2019, 157: 109901.
- [103]Sauvage X, Enikeev N, Valiev R, et al. Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al-Mg alloy [J]. *Acta Materialia*, 2014, 72: 125-136.
- [104]Ma K, Wen H, Hu T, et al. Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain precipitation-strengthened aluminum alloy [J]. *Acta Materialia*, 2014, 62: 141-155.
- [105]Hu J-L, Wu X-J, Bo H, et al. Dislocation density model and microstructure of 7A85 aluminum alloy during thermal deformation [J]. *Journal of Central South University*, 2021, 28(10): 2999-3007.
- [106]张帅. 选区激光熔化高强铝合金制备及力学性能研究 [D], 安徽工程大学, 2023.
- [107]贾祥磊, 朱秀荣, 陈大辉, et al. 耐热铝合金研究进展 [J]. *兵器材料科学与工程* 2010, 33(02): 108-113.
- [108]陈汉, 伍鹏程, 张涛, et al. 耐热铝合金在航空领域中的研究进展与发展趋势 [J]. *航空材料学报* 2024, 44(06): 1-15.
- [109]高一涵, 刘刚, 孙军. 耐热铝基合金研究进展: 微观组织设计与析出策略 [J]. *金属学报* 2021, 57(02): 129-149.
- [110]Li P, Li S X, Wang Z G, et al. Fundamental factors on formation mechanism of dislocation arrangements in cyclically deformed fcc single crystals [J]. *Progress in Materials Science*, 2011, 56(3): 328-377.
- [111]刘敬勇, 卢磊, 钟政烨. 高应变速率下等径角挤压高纯粗晶铝中的形变孪晶与退火

孪晶 [J]. 材料工程 2021, 49(04): 89-94.

[112]Li B Q, Sui M L, Li B, et al. Reversible Twinning in Pure Aluminum [J]. Physical Review Letters, 2009, 102(20): 205504.

[113]董明慧, 韩培德, 张彩丽, et al. Al-Mg 合金中层错和孪晶形变能的第一性原理研究 [J]. 金属学报 2011, 47(05): 573-577.

攻读硕士学位期间取得的研究成果

[1] Jianzhou Long, Chi Zhou, Gang Wang, Shuai Zhang, Mengmeng Wang, Yuanpei Duan, Qingsong Pan, Zesheng You, Liang Song, and Zhourong Feng, A novel non-equilibrium partitioning model and the designed strong and ductile Al-7.5Mg-0.5Sc-0.3Zr-0.6Si alloy for selective laser melting, *Int. J. Miner. Metall. Mater.*,(2024).
<https://dx.doi.org/10.1007/s12613-024-3041-2> (第二作者已录用)

致 谢

行文至此，突然惊觉求学二十余载以至终章，三年的研究生生涯也已经即将结束。回首科研之路，如攀峻岭时见群星，幸得诸君提灯引路，方不至困于幽谷。支撑自己走到今天的是师长、亲友和同学的关怀与指引。在此，谨以最诚挚的文字表达我的感激之情。

首先，承蒙恩师龙建周导师不弃愚钝，自选题论证至数据推敲，从实验设计到论文润色，皆倾注心血。先生治学之严谨如琢玉昆吾，常于深夜逐行批注文章内容及标点，始终以高标准、高要求培养学生，此等师者风范终身为鉴。同时龙老师还是一个十分细心且具有耐心的老师。在研究生入学阶段，当得知自己的学生基础较为薄弱时，就贴心的定制学习计划并且时常关心我的学习效果。在空闲时间也是经常教导我许多的专业知识于技能。时常带我进行实验，手把手教学，细致入微。龙老师的学术专业能力时常让我为自己的愚笨感到惭愧。

同时，也十分感谢龙老师将我推荐到尤泽升老师的团队中。尤老师同龙老师一样都是及其负责的老师，十分幸运在求学阶段能遇到两位如此优秀的老师。在求学阶段还要感谢同门的师兄弟，忘不掉初学实验设备时师兄的敦敦教诲、忘不掉为一个课题加班加点研究讨论的我们、忘不掉因实验失败心情低落的我们在老师的鼓舞下重拾攻坚克难的勇气。

最后，将最深沉的谢意献给我的父母。

“科学没有终点，只有更远的起点。”希望我能以本论文为起点，带着师长传授的治学之道、同窗共筑的协作精神、亲人赋予的坚韧品格，继续探索世界。致谢不是终点，而是新征程的序章。