● 试验研究 Experimental Research ●

DOI：10.16410/j.issn1000-8365.2021.09.001

选区激光熔化 AZ91D 镁合金的组织与性能

徐春杰[1,2]，华心雨[1]，马 东[1]，张凯军[1]，李珍娇[1]，程 茜[1]，屠 涛[2,3]，
田 军[2,3]，张忠明[1,2]，Dan Shechtman[1,2]

（1. 西安理工大学 材料科学与工程学院，陕西 西安 710048；2 西安谢赫特曼诺奖新材料研究院，陕西 西安 710048；3 镁高镁诺奖（铜川）新材料有限公司，陕西 铜川 727031）

摘 要：采用选区激光熔化技术制备了 AZ91D 镁合金，利用光学显微镜、扫描电镜和显微硬度计等研究了选区激光熔化 AZ91D 镁合金的组织与性能，并与传统铸造工艺进行了对比。结果表明，选区激光熔化制备的镁合金比常规铸造工艺所获得的晶粒更细小，显微硬度更高。同时，选区激光熔化工艺可以大幅提升 AZ91D 镁合金的抗拉强度与伸长率，性能指标远超传统铸件。

关键词：镁合金；选区激光熔化；增材制造；微观组织；力学性能

中图分类号：TG146.2 **文献标识码**：A **文章编号**：1000-8365（2021）09-0749-05

Study on Microstructure and Properties of Selective Laser Melted (SLM) Magnesium Alloy AZ91D

XU Chunjie[1,2], HUA Xinyu[1], MA Dong[1], ZHANG Kaijun[1], LI Zhenjiao[1], CHENG Xi[1], TU Tao[2,3], TIAN Jun[2,3], ZHANG Zhongming[1,2], Dan Shechtman[1,2]

(1.School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China; 2.Xi'an Shechtman Nobel Prize New Materials Institute, Xi'an 710048, China; 3. Meigaomei Nobel Prize (Tongchuan) New Materials Co., Ltd., Tongchuan 727031, China)

Abstract: The AZ91D magnesium alloy was prepared by selective laser melting technology (SLM). The microstructure and properties of SLM-AZ91D magnesium alloy were studied by means of optical microscope, scanning electron microscope and microhardness tester, and compared with the traditional casting process. The results show that the SLM-AZ91D magnesium alloy is finer grain and has higher microhardness than the traditional as-cast process. At the same time, the tensile strength and elongation percentage of AZ91D magnesium alloy can be greatly improved by SLM process, which is much higher than that of traditional casting parts.

Key words: magnesium alloy; selective laser melting (SLM); additive manufacturing (AM); microstructure; mechanical properties

镁合金因其高比强度、低密度和优异的电磁屏蔽能力而被广泛应用于汽车、航空航天等领域[1]。AZ91D 合金是工业上使用最广泛的铸造镁合金，通常采用压铸工艺成形[2]。但是，在铸造成形过程中易产生热裂、缩松和气孔等缺陷[3]，影响镁合金成形性能。另外，镁是 HCP 结构，室温可加工性能较差[4]，加工效率低，难以通过塑形成形制造形状复杂的零件，这限制镁合金的适用性。

选区激光熔化（Selective laser melting, SLM）技术是基于分层叠加原理，利用高能量激光束将金属粉末完全熔化，层层叠加成形，可以制备任意结构复杂的零件[5]。将 SLM 技术应用于镁合金，可以获得结构复杂、性能优异的镁合金工件。然而，镁的熔点仅为 648.9 ℃，沸点较低，仅为 1 090 ℃，易沸腾，蒸汽压比较低，易汽化，同氧的亲和力比较强。因此，在激光作用于镁及镁合金粉的过程中，有可能导致构成合金的元素蒸发[6]。在适当的激光参数条件下（扫描速度 v=20 mm/s，激光功率 P=15 W），镁粉和铝粉完全熔化并混合在一起，可以获得细小的等轴晶组织[7]。采用 SLM 技术，激光功率 P 和扫描速度 v 是决定镁合金性能的重要因素[8]。然而，国内外对镁及

收稿日期：2021-08-20

基金项目：陕西省高等学校学科创新引智基地项目（S2021-ZC-GXYZ-0011），陕西省技术创新引导专项（基金）科技成果转移与推广计划–百项科技成果转化行动项目（2021CGBX-32），西安市高校重大科技创新平台及科技成果就地转化项目（20GXSF0003），2021 国家级大学生创新创业训练计划（G202110700078）

作者简介：徐春杰（1971—），河南淅川人，博士，教授. 研究方向：镁合金强韧化及增材制造.电话：13119153059，Email: xuchunjie@gmail.com

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

镁合金 SLM 技术制备的研究仍处于起步探索阶段，相关研究尚未成熟。由此可见，有限的可加工材料、不成熟的工艺条件和冶金缺陷是镁合金的 SLM 过程中需要面对和解决的问题。因此，有必要探索 SLM 技术工艺参数（激光功率、扫描速度、扫描间距、铺粉层厚等）与组织和性能的关系，以揭示材料制备与控制的一般规律和作用机理。另外，在镁合金粉末特性、工艺参数、尺寸精度、组织、性能和成形机理等方面还有广阔的研究空间。

本文作者对 SLM 制备的 AZ91D 镁合金的组织及性能进行研究，并与传统铸造工艺进行对比，以期建立 SLM 制备工艺与组织和力学性能之间的内在关系，扩大 SLM 制备工艺在镁合金领域的应用。

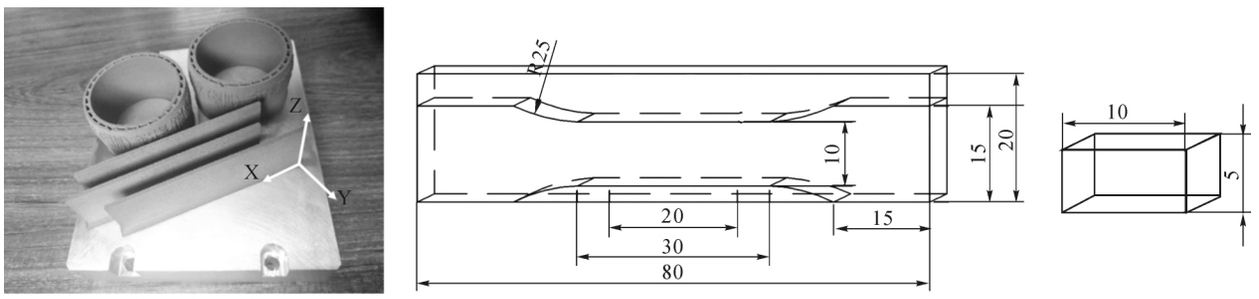
1　试验材料与方法

选用名义尺寸为 ϕ47 μm（直径≤ϕ47 μ m 的粉占比 93.6%）的雾化 AZ91D 镁合金粉，采用 SLM 工艺进行增材制造，记为 SLM-AZ91D。AZ91D 镁合金粉的实测化学成分见表 1，松装密度为 0.98×10^3 kg/m^3。

实验选用 S210 型激光选区熔化金属 3D 打印设备，其最大成形尺寸为 105 mm×105 mm×200 mm，分层厚度为 20~60 μm，光束质量 M^2<1.1，光学结构为 F-θ 镜头，系统含氧量≤100×10^{-4}%。工件及试样制备过程中激光功率为 60 W、扫描速度 600 mm/s、扫描间距 70 μm、铺粉层厚 50 μm，激光直径 0.1 mm，扫描路径为“之”字形，打印过程中持续通氩气保护。采用 SLM 工艺在 AZ31B 镁合金基材上制备了 SLM-AZ91D 镁合金工件及板型试样，其中板型试样的尺寸为 80 mm×20 mm×2 mm，定义板型试样长、高和厚方向分别为 X、Z 和 Y 向，取样位置与试样加工尺寸如图 1 所示。使用 4XC 型光学显微镜和 VEGA3 XMU 型扫描电子显微镜对试样显微组织进行分析；利用“阿基米德排水法”检测 SLM-AZ91D 镁合金试样的密度，检测 3 次取平均值；使用 HVS-1000 显微硬度计检测硬度，载荷 5 N，保压时间 15 s，每个样品检测 5 点取均值；使用 HT-2402 型计算机伺服控制材料实验机进行拉伸实验，拉伸速度为 1.0 mm/min；使用 CS310 型电化学工作站分析试样电化学性能。

表1　AZ91D镁合金粉末实测化学成分 *w*(%)
Tab.1 Measured chemical composition of AZ91D magnesium alloy powder

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Ni	Be	Mg
9.08	0.65	0.23	0.038	0.003	0.002 1	0.000 98	0.000 82	Bal.



(a)SLM-AZ91D宏观形貌　(b)拉伸试样　(c)显微组织试样

图 1 SLM-AZ91D 零件及试样取样位置与尺寸

Fig.1 Macro-morphology of SLM-AZ91D alloy parts and sampling location and dimensions of specimens

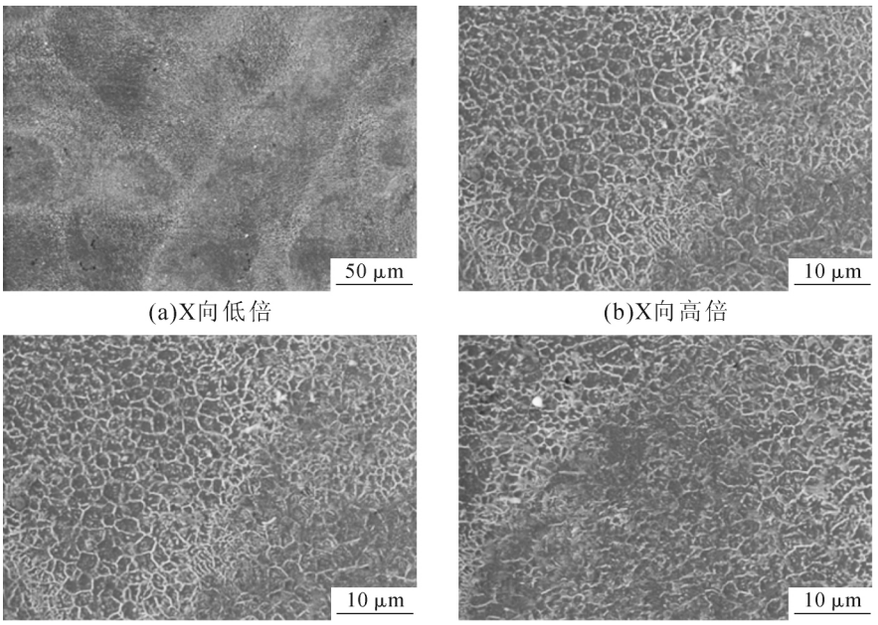
2　试验结果及讨论

2.1　宏观形貌与显微组织

SLM-AZ91D 工件及板型试样与基板熔合良好，工件表面光滑，尺寸精度高，无开裂和变形，如图 1(a)所示。图 2 和图 3 分别为 SLM-AZ91D 合金和文献[9]铸态 AZ91D 合金试样的 SEM 形貌，对比可见，SLM-AZ91D 合金组织比较均匀，基体为 α-Mg 固溶体，晶界和晶内有少量 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相，另外存在少量黑色孔洞。由于 SLM 扫射的路径为“之”字型，因此，沿高度 Z 方向存在明显的鱼鳞状熔道，如图 2(c)所示。铸态 AZ91D 合金中 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相主要呈网状沿晶界分布，晶粒尺寸约为 20~30 μm。由于 SLM 成形单道输入能量低，而冷却速度快，因此 SLM-AZ91D 组织非常细小，约为 3~5 μm，远小于铸造晶粒。另外，由于冷却速度快，存在溶质截留效应，Al 元素在 AZ91D 合金基体中的固溶度提高。同时，SLM 制备过程中由于 Mg 元素可能汽化和烧损，组织中的 Al 元素含量呈增加趋势。因此，β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相含量及 α-Mg 基体中 Al 元素的固溶量均可能高于普通凝固成形的 AZ91D 合金，这也有助于 SLM-AZ91D 的组织细化[10]。

SLM-AZ91D 试样的 X 向和 Z 向均可见少量孔洞缺陷，如图 2 所示。其中，形状不规则且尺寸较大的孔缺陷以冶金缺陷为主，这是由于能量输入不足

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net



(a)X向低倍　(b)X向高倍

(c)Z向低倍　(d)Z向高倍

图 2 SLM-AZ91D SEM 形貌

Fig.2 SEM images of SLM-AZ91D alloy

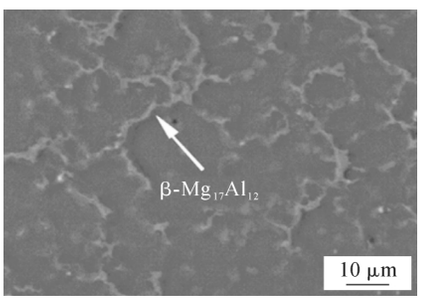
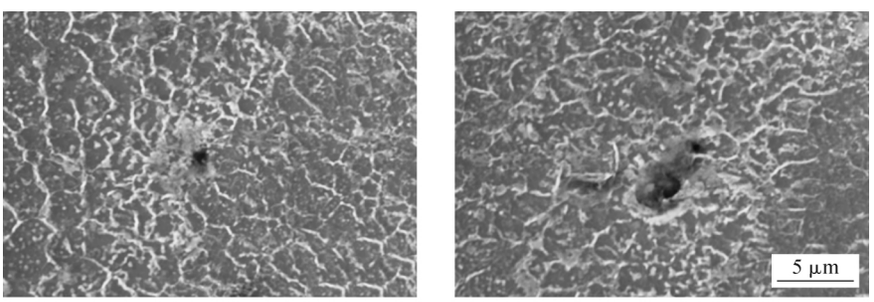


图 3 铸态 AZ91D SEM 形貌

Fig.3 SEM images of as-cast AZ91D alloy

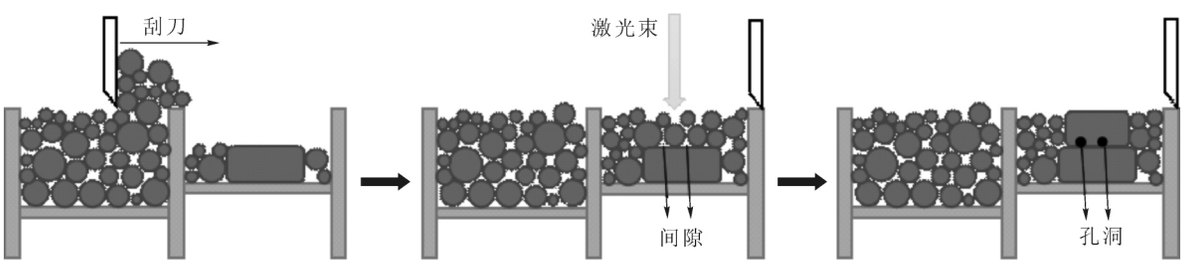
或工艺方案不合理,导致加工过程中 AZ91D 合金粉完全熔化或熔池与基体间冶金结合不良造成的;形状为球形且尺寸较小的孔洞缺陷以气孔为主, 如图 4 所示,这是由于在扫描过程中冷却速度过快,保护氩气或 Mg 元素汽化形成的 Mg 蒸汽混入熔池而来不及逸出形成的。另外,在铺粉过程中 AZ91D 合金粉尺寸分布不匀,有些位置未铺上,存在较大间隙,如图 5 所示。由于激光能量的穿透能力有限,能量很难传递到未熔合区域的合金粉,因此,易形成孔洞



(a)X向　(b)Z向

图 4 激光选区熔化 AZ91D 镁合金中的气孔缺陷

Fig.4 Blow hole defect in the SLM alloy AZ91D



(a)铺粉　(b)SLM　(c)熔合后

图 5 铺粉示意图

Fig.5 Schematic diagram of powder-laying

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

和未熔合缺陷，影响工件的致密度。经检测，SLM-AZ91D 的实际密度为 1.796 8×10³ kg/m³，AZ91D 合金的理论密度为 1.82 ×10³ kg/m³，即 SLM-AZ91D 的致密度为 98.73 %。由此可见，组织中存在孔洞等缺陷是影响致密度的直接原因，但是通过后处理，如热等静压工艺有可能减少孔洞缺陷，提高致密度。

2.2 力学性能

图 6 为 SLM-AZ91D 拉伸曲线，可见其拉伸性能指标远高于常规铸造 AZ91D 合金的性能指标（抗拉强度 200 MPa、伸长率 3.5%）[11]。经检测，SLM-AZ91D 试样 X 向维氏硬度为 94.06 HV_5、Z 向为 90.70 HV5，平均硬度达到 92.38 HV5，其维氏硬度远超常规铸造的 AZ91D 合金的 50 HV[11]。这是由于在 SLM 过程中熔敷速度快，快速凝固作用使组织更细小，细晶强化作用更显著；同时，由于 Mg 元素的挥发倾向，合金中的 Al 元素相对含量呈上升趋势，快速凝固作用的溶质截留效应使固溶强化效果更显著；另外，SLM 过程中的微熔池冷却速率远高于普通铸造镁合金，在冷却过程中 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相来不及长大变粗，以较细小尺寸分布于晶界，有利于强化晶界。而在后处理时有可能 Al 元素从过饱和的 α-Mg 基体中弥散析出 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相，表现出弥散强化效应。因此，SLM-AZ91D 合金的硬度更高。然而，β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相在 Mg-Al 系合金中所起的第二相强化作用效果较弱，其数量的增减对 AZ91D 合金硬度的提升并无较大贡献。由于 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相较 α-Mg 基体硬而脆，二者界面处易形成应力集中，可能影响材料硬度。同时，试样内部微小孔隙及其他缺陷造成材料不完整，其大小和数量在一定程度上也影响合金的显微硬度。

图 7 为 SLM-AZ91D 拉伸断口形貌，拉伸断口表现出韧脆性断裂特征，同时存在少量韧窝和河流状花样。这种断裂方式主要与合金中 α-Mg 基体和 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相有关，较软的 α-Mg 基体导致韧性断裂

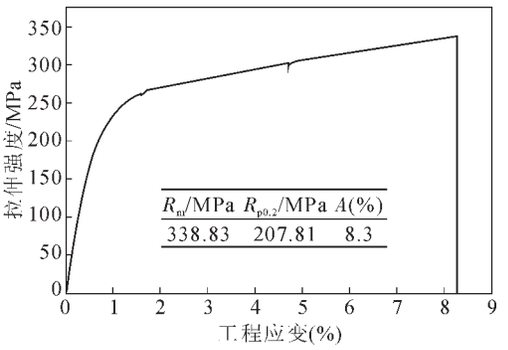


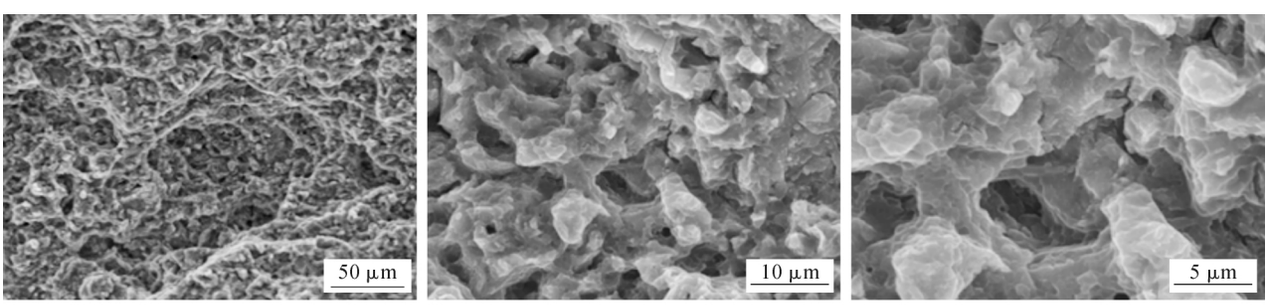
图 6 SLM-AZ91D 拉伸曲线
Fig.6 Tensile curve of SLM-AZ91D alloy

特征，而硬脆的 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相和微孔通过应力集中降低韧性，导致形成解理状脆性断裂特征[12]。由图 7 可见，断口的韧窝较浅，微观断口上有孔缺陷，这导致 SLM-AZ91D 塑性较差。这可能是由于较大的粉层颗粒降低了激光束的热穿透深度，因此，粉床颗粒未能有效熔化，层间的附着力降低，导致局部出现应力集中、化学成分不均匀、气孔、微裂纹和未熔合区，这些缺陷直接影响合金的抗拉力学性能[13]。

2.3 耐蚀性能

将 SLM-AZ91D 合金在 3.5%NaCl 溶液中浸泡 3 000 s 后，稳态电位为 -1.57 V，该电位仅表明材料的耐腐蚀倾向，电位越高，耐蚀倾向越好。图 8 和图 9 分别为 SLM-AZ91D 在 3.5%NaCl 溶液中的交流阻抗谱和动电位极化曲线。利用 Z-view 软件并结合等效电路图拟合 SLM-AZ91D 的交流阻抗谱，得出各电路元件的拟合值，如图 8 所示；利用 Corrview 软件通过塔菲尔外推法拟合曲线，得到电极相关数据，如图 9 所示。

自腐蚀电位越高、自腐蚀电流与自腐蚀速率越低则表明材料的耐腐蚀性越好，反之同理。SLM-AZ91D 的自腐蚀电位高于常规铸造 AZ91D 合金的 -1.52 V [14]，自腐蚀电流密度低于常规铸造 AZ91D 合金的 6.6×10⁻² A·cm⁻² [14]。这是由于 Mg 元素的烧损，Al 元素相对含量增加会导致析出更多的 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相，而该相比基体 α-Mg 更耐腐蚀[15]，从



(a)低倍　(b)高倍　(c)更高倍

图 7 SLM-AZ91D 镁合金拉伸断口扫描形貌
Fig.7 SEM images of tensile fracture of SLM-AZ91D alloy

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

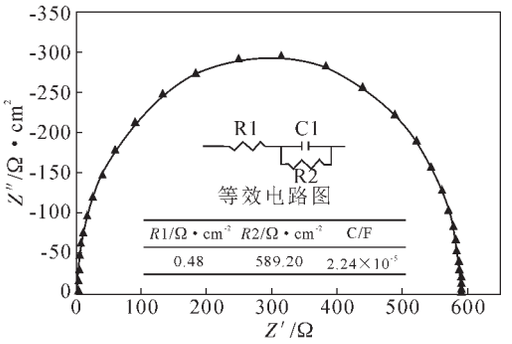


图 8 SLM-AZ91D 交流阻抗谱

Fig.8 Impedance spectroscopy of SLM-AZ91D alloy

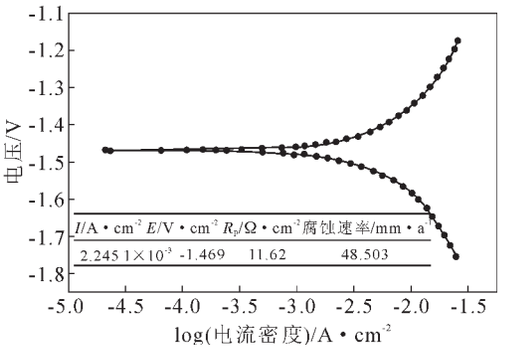


图 9 SLM-AZ91D 动电位极化曲线

Fig.9 Dynamic potential polarization curve of SLM-AZ91D

而有利于提高镁合金的耐腐蚀性能。

3 结论

(1)SLM-AZ91D 显微组织为 α-Mg 相和 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相，晶粒细小均匀,Z 方向能观察到明显的鱼鳞状熔道,合金致密度达到 98.73%。

(2)SLM 工艺可以大幅提升 AZ91D 镁合金的力学性能,抗拉强度、屈服强度、伸长率和硬度分别达到 338.8 MPa,207.8 MPa,8.3 %和 92.38 HV_5,拉伸试样断口表现为韧脆性断裂特征。SLM-AZ91D 力学性能高于常规凝固的 AZ91D 合金，这是由于 SLM 细晶强化及固溶强化共同作用的结果。

(3)SLM-AZ91D 的自腐蚀电流密度为 2.245 1×10^{-3} Amp/cm^2,自腐蚀速率为 48.503 mm/a。Al 相对含量的增加会导致析出更多的 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相，而该相比基体 α-Mg 更耐腐蚀，从而提高镁合金的耐腐蚀性。

参考文献:

[1] KIM J Y, BYEON J W. Quantitative relation of discontinuous and continuous Mg17Al12 precipitates with corrosion rate of AZ91D magnesium alloy [J]. Materials Characterization, 2021, 174: 111015.

[2] Xu N, Feng R N, Song Q N, et al. Influence of heterogeneous microstructures on the mechanical properties of low-temperature friction stir processed AZ91D Mg alloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2021, 809: 141004.

[3] ALLAVIKUTTY R, GUPTA P, SANTRA T S, et al. Additive manufacturing of Mg alloys for biomedical applications: Current status and challenges[J]. Current Opinion in Biomedical Engineering, 2021, 18: 100276.

[4] KIM J Y, YOO K T, BYEON J W. Tension twin-induced premature fracture mechanism of aging-treated AZ91D magnesium alloy [J]. Materials Characterization, 2021, 172: 110865.

[5] WEI K W, WANG Z M, ZENG X Y. Influence of element vaporization on formability, composition, microstructure, and mechanical performance of the selective laser melted Mg-Zn-Zr components[J]. Materials Letters, 2015, 156: 187-190.

[6] SU S F, LIN H K, HUANG J C, et al. Electron-beam welding behavior in Mg-Al-based alloys[J]. Metallurgical & Materials Transactions A, 2002, 33: 1461-1473.

[7] ZHANG B C, LIAO H L, CODDET C. Effects of processing parameters on properties of selective laser melting Mg-9%Al powder mixture[J]. Materials & Design, 2012, 34: 753-758.

[8] WU C L, ZAI W, MAN H C. Additive manufacturing of ZK60 magnesium alloy by selective laser melting: Parameter optimization, microstructure and biodegradability [J]. Materials Today Communications, 2021, 26: 101922.

[9] 雷宇,黄正华,张忠明,等. Nd 对压铸 AZ91D 合金组织与性能的影响[J]. 铸造, 2021, 70(3): 291-296.

[10] 魏恺文,王泽敏,曾晓雁. AZ91D 镁合金在激光选区熔化成形中的元素烧损[J]. 金属学报, 2016, 52(2): 184-190.

[11] 陈云,熊新红,杜艳迎,等. 挤压铸造 AZ91D 镁合金的显微组织与力学性能[J]. 特种铸造及有色合金, 2015, 35(4): 380-383.

[12] WEI K W, GAO M, WANG Z M, et al. Effect of energy input on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted AZ91D magnesium alloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2014, 611: 212-222.

[13] ZHANG W N, WANG L Z, FENG Z X, et al. Research progress on selective laser melting (SLM) of magnesium alloys: A review[J]. Optik, 2020, 207: 163842.

[14] 古东懂,韩宝军,徐洲. 稀土镧对 AZ91D 镁合金组织及耐蚀性的影响[J]. 腐蚀与防护, 2016, 37(04): 313-316.

[15] 杨明波,潘复生,李忠盛,等. Mg-Al 系耐热镁合金中的合金元素及其作用[J]. 材料导报, 2005(4): 46-49.

欢迎到当地邮政局(所)订阅 2022 年《铸造技术》杂志

国内邮发代号:52-64　国外发行号:M855　国内定价:25 元/本　海外定价:25 美元/本

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net