DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2020.11.002

原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 激光选区熔化及其高温性能研究

夏存娟,廉　清,陈映言,王浩伟
(上海交通大学 材料科学与工程学院,上海 200240)

摘　要:采用激光选区熔化(SLM)制备得到原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料,探索 TiB_2 颗粒对其微观组织和高温力学性能的影响。结果表明,TiB_2 颗粒均匀分布在基体中,Si 呈细小的网格状弥散分布;晶粒大多为细小的等轴晶,没有明显择优取向,平均晶粒尺寸为 1.4 μm。在 350 ℃高温拉伸条件下,SLM 成形 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料真实抗拉强度为 123.0 MPa,断后伸长率为 28.0%;变形机制主要为晶界滑动,并伴随着少量的位错滑动和攀移。

关键词:激光选区熔化(SLM);TiB_2;铝基复合材料;AlSi10Mg;高温性能

中图分类号:TB331　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2020)11-1011-05

Selective Laser Melting of In-situ TiB_2 Reinforced AlSi10Mg Composite and Its High Temperature Properties

XIA Cunjuan, LIAN Qing, CHEN Yingyan, WANG Haowei
(School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The in-situ TiB_2-AlSi10Mg composite was prepared by laser selective melting (SLM), and the effect of TiB_2 particles on the microstructure and mechanical properties at high temperature was investigated. The results show that TiB_2 particles are uniformly distributed in the matrix and Si is distributed in a fine gridded manner. The grains are mostly fine equiaxed grains with no obvious preferred orientation, and the average grain size is 1.4 μm. At 350 ℃, the real tensile strength of SLM formed TiB_2-AlSi10Mg composite was 123.0 MPa, and the elongation after fracture is 28.0%. The deformation mechanism is mainly grain boundary sliding accompanied by a small amount of dislocation sliding and climbing.

Key words: selective laser melting(SLM); TiB_2; Aluminum matrix composite; AlSi10Mg; high temperature properties

国防军工、航空航天等高端装备领域的快速发展,对复杂结构设计和材料力学性能提出了更高的要求,需要将先进制造技术和高性能材料相结合才能更好地满足应用需求。激光选区熔化(SLM)是一种快速成型技术,它通过预先铺粉,激光按照设定轨迹选择性扫描的方式成形,具有成形精度高、产品致密度好、表面质量好等优点,在不锈钢、钛合金、铝合金、镍基高温合金等材料上得到了一定的应用[1]。原位自生 TiB_2 颗粒增强铝基复合材料,是通过熔体内的化学反应原位生成 TiB_2 颗粒,使得 TiB_2 颗粒形貌规整且与基体界面结合良好,具有密度小、强度高、综合性能优异等特点[2-4]。文献表明,TiB_2 颗粒可以提高材料的激光吸收率,利用 SLM 技术将 TiB_2 颗粒增强铝基复合材料粉末烧结成形,能够制备得到轻质高强韧铝合金[5-7],有望在高端装备领域获得广泛的应用。

然而,大多数材料在高温条件下性能大幅度下降,导致材料发生变形甚至断裂失效,难以满足高温环境的使用需求。以铸造 AlSi12 合金为例,室温下抗拉强度为 287 MPa,当温度为 200 ℃时抗拉强度为 225 MPa,当温度进一步提高至 350 ℃时抗拉强度仅为 88 MPa[8]。因此,研究 SLM 成形 TiB_2 颗粒增强铝基复合材料的高温性能很有必要。

本文采用 SLM 制备得到原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料,对其微观组织和高温性能展开了研究,探索该材料的塑性变形机制,并分析 TiB_2 颗粒对组织和性能的影响机理。

1　试验材料及方法

本试验使用的原材料为混合盐法制备得到的原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料,通过真空气雾化技术将其制成球形粉末,随后筛分留下粒径分布在 15~53 μm 的粉末。测得粉末的化学成分如下(ICP,Thermo iCAP7000):

收稿日期:2020-09-24

作者简介:夏存娟(1982-),女,上海人,博士,助理研究员.主要从事金属基复合材料.电话:021-34202540,
E-mail:xiacunjuan@sjtu.edu.cn

表1 原位自生TiB_2–AlSi10Mg复合材料粉末化学成分 w(%)
Tab.1 Chemical compositions of in–situ TiB_2 reinforced AlSi10Mg composite powder

Ti	B	Si	Mg	Fe	Al
4.48	1.96	9.37	0.41	0.01	余量

将上述粉末通过激光选区熔化(SLM)成形得到样品。SLM 试验在 3D Systems 公司 ProX DMP 200 设备上进行，优化后的工艺参数为激光功率 210 W,扫描速度 1 000 mm/s,扫描间距 0.1 mm,层厚 30 μm,成形过程在氩气保护气氛下进行。

采用扫描电子显微镜(SEM,TESCAN MAIA3)对成形样品的微观组织进行表征。成形样品先经过 SiC 砂纸(砂纸型号依次为 400、800、1 200、2 500)打磨,再使用金刚石悬浮液(金刚石粒径依次为 5.0、1.5、0.5 μm)抛光,最后用 Keller 试剂(1vol.%HF+1.5vol.%HCl+2.5vol.%HNO_3+95vol.%H_2O) 腐蚀 15 s,制备得到 SEM 样品。

进一步地,采用该电镜配有的电子背散射衍射(EBSD,BRUKER e-FlashHR)探测器对成形样品的晶粒尺寸和织构分布进行分析。成形样品经过上述打磨和抛光后，在三离子束切割仪 (Leica EM TIC 3X)上进行平面抛光以消除表面残余应力层。平面抛光分 3 步进行:先是旋转样品至 10.5°,使用 6 kV 电压抛光 15 min;然后旋转样品至 4.5°,使用 5.5 kV 电压抛光 45 min; 最后保持样品在 4.5°, 使用 4.5 kV 电压抛光 15 min,制备得到 EBSD 样品。

高温拉伸试验在 CMT 5105 试验机上进行,拉伸片尺寸如图 1,试验温度为 350 ℃,拉伸速率为横梁位移控制 1 mm/min。试验结束后取下拉伸片拼接在一起,手动测量标定段的长度,计算得到断后伸长率。

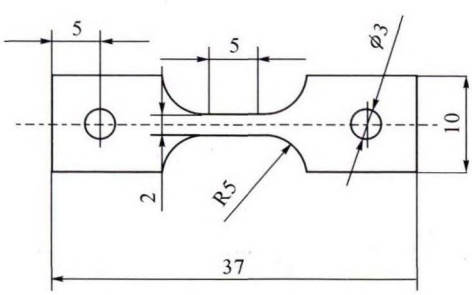


图 1 高温拉伸试样尺寸图(单位:mm)
Fig.1 The sample size of high temperature tensile test

2 结果及分析

2.1 物相分析

原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料粉末和激光选区熔化(SLM)成形样品的 X 射线衍射(XRD)图谱见图 2。XRD 结果显示,无论是粉末还是 SLM 试样,主要存在 α-Al 相、Si 相以及 TiB_2,其中 Si 相对应的峰不太明显。这是因为真空气雾化制粉以及 SLM 成形过程的冷却速度都非常快，细小的 Si 相弥散分布在基体之中,导致衍射峰强度降低。

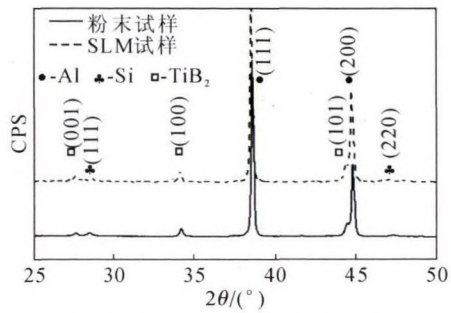


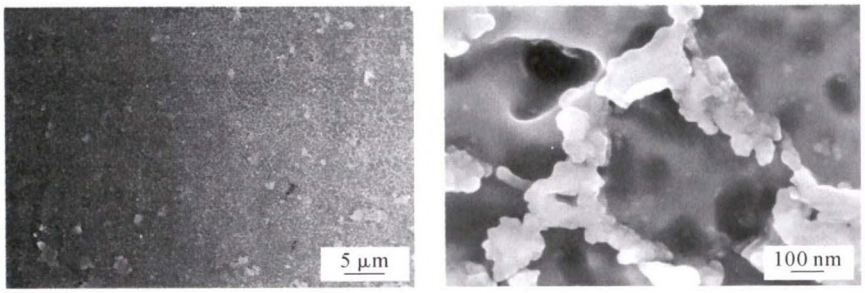
图 2 原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料 XRD 图谱
Fig.2 XRD patterns of in-situ TiB_2 reinforced AlSi10Mg composite

2.2 组织表征

为了表征 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料微观组织，对试样进行扫描电子显微镜(SEM)观察,如图 3 所示。图 3 中深灰色基底为 Al 相,浅灰色网格状为共晶 Si 相,均匀分布的颗粒为增强相 TiB_2。SEM 结果显示,亚微米级别的 TiB_2 颗粒均匀分布在基体中,在局部区域出现少量团簇,如图 3(a)所示;在网格状结构内也存在少量的纳米级别的 TiB_2 颗粒,如图 3(b)所示。这是因为 TiB_2 颗粒与铝基体存在良好的共格关系[5],在熔池凝固过程中部分纳米级别的 TiB_2 颗粒会成为非均匀形核的形核质点,而较大的 TiB_2 颗粒则容易被固 - 液界面推动至晶界处。

共晶 Si 呈细小的网格状均匀分布在基体中,这与传统铸造 Al-Si 合金中 Si 的形貌完全不一样。这是因为在平衡凝固条件下 Si 在 Al 基体中的固溶度非常低(1.65%,577 ℃),因此熔体在缓慢冷却过程中大量的共晶 Si 在晶界处析出，形成粗针状 [9];而 SLM 冷却速度非常快,Si 以细小的网格状弥散分布。从图 3(a)中还能看出,Si 网格的尺寸有所不同,有的区域 Si 网格约为 1~2 μm,而有的区域 Si 网格仅为 200~1 μm,这与所处的熔池位置有关。

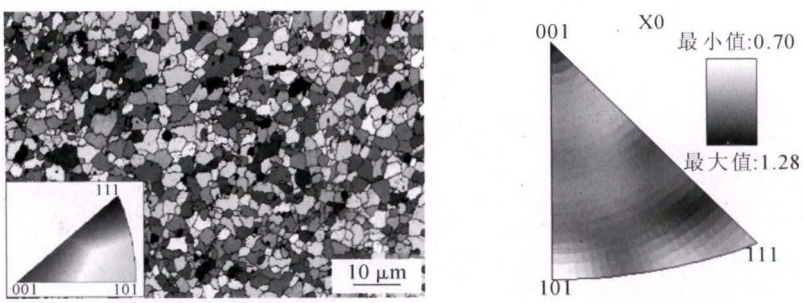
为了进一步研究 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料的晶粒形貌、尺寸以及织构分布,对 SLM 样品进行电子背散射衍射(EBSD)分析。经 Channel5 软件处理,结果如图 4 所示,其中图 4(a)为反极图(IPF),黑色代表 TiB_2 颗粒,不同灰度代表 Al 基体中该点的晶体学取向;图 4(b)为织构分布,灰度值代表该取向的织构强度。EBSD 图谱显示,晶粒大多为细小的等轴晶，晶体取向基本呈现随机分布，没有发现明显的择优取向。而 SLM 成形 Al-



(a)低倍图　　(b)高倍图

图 3 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料 SEM 像

Fig.3 SEM images of in-situ TiB_2 reinforced AlSi10Mg composite by SLM



(a)IPF图　　(b)织构分布

图 4 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料 EBSD 图谱

Fig.4 EBSD patterns of in-situ TiB_2 reinforced AlSi10Mg composite by SLM

Si10Mg 合金中通常存在明显的择优取向，晶粒倾向于沿 <001> 方向生长[10]，这是由于分布在基体中的 TiB_2 颗粒取向随机，与颗粒成平行关系的 Al 晶粒也随机分布；且由于颗粒的钉扎作用阻碍了晶粒沿热流方向生长，从而削弱了晶粒的择优取向。

由于 EBSD 分辨率有限，通过筛选去掉尺寸在 0.2 μm 以下的晶粒，将剩余 1 938 个晶粒的尺寸分布绘制成图，如图 5 所示。结果显示，绝大部分(86.2%)的晶粒尺寸均在 3.0 μm 以下，其中超细晶(尺寸<1.0 μm)数量占比为 47.1%，平均晶粒尺寸为 1.4 μm。导致晶粒细小的因素主要有两个：首先，SLM 成形过程冷却速度非常快，过冷度增大，形核驱动力增加，导致晶粒细化；其次，TiB_2 颗粒作为形核质点增加了形核率，且由于颗粒的钉扎作用阻碍晶粒长大，使得晶粒进一步细化。

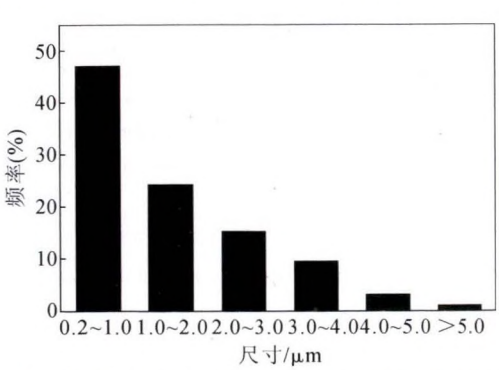


图 5 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料晶粒尺寸分布

Fig.5 The grain size distribution of in-situ TiB_2 reinforced AlSi10Mg composite by SLM

2.3 高温性能研究

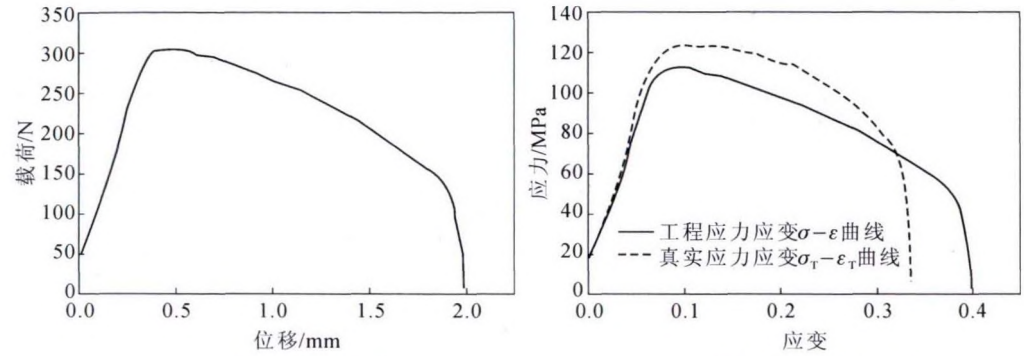
对 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料进行高温拉伸，试验温度为 350 ℃，拉伸速率为横梁位移控制 1 mm/min，拉伸结果如图 6 所示。其中，图 6(a)为系统的载荷–位移曲线，假设高温拉伸过程中材料变形只发生在直线标定段，将载荷 –位移曲线换算得到等效的应力 –应变曲线，如图 6(b)所示。由于在高温拉伸过程中材料的变形量较大，截面收缩不能忽略，因此通过下列公式将工程应力应变 σ-ε 曲线换算为真实应力应变 σ_T-ε_T 曲线：

$$\sigma_T=\sigma(1+\varepsilon) \quad (1)$$

$$\varepsilon_T=\ln(1+\varepsilon) \quad (2)$$

高温拉伸结果显示，在 350 ℃下 SLM 成形 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料工程抗拉强度为 112.5 MPa，真实抗拉强度为 123.0 MPa，通过手动测得断后伸长率为 28.0%。

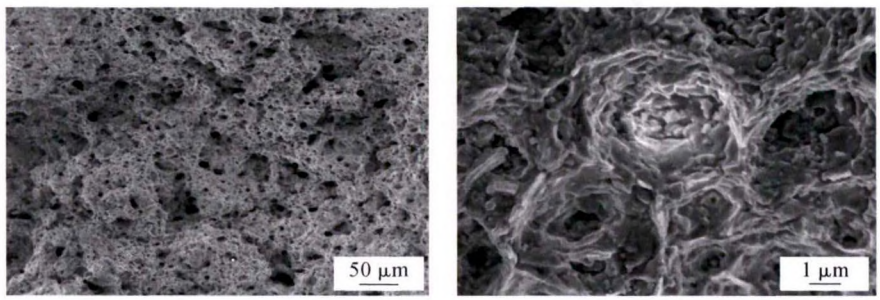
为了进一步研究 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料高温拉伸断裂机制，对高温拉伸断口形貌进行 SEM 观察，如图 7 所示。从图 7(a)中可以观察到尺寸较大的孔，进一步放大可以看到大量聚集的空洞，没有明显的韧窝组织，如图 7(b)所示，这与常温拉伸断口的形貌完全不一样。这是因为在常温拉伸条件下，材料变形机制主要是位错滑移，伴随着少量的位错攀移，空穴形核后在滑移作用下发生长大、聚合，导致裂纹萌生、扩展、失稳，最终试样



(a)载荷-位移曲线　(b)等效应力-应变曲线

图 6 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料高温拉伸曲线

Fig.6 High temperature tensile curves of in-situ TiB_2 reinforced AlSi10Mg composite by SLM



(a)低倍图　(b)高倍图

图 7 SLM 成形原位自生 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料高温拉伸断口

Fig.7 High temperature fracture surfaces of in-situ TiB_2reinforced AlSi10Mg composite by SLM

断裂[5]；而在高温拉伸条件下，材料变形机制主要是晶界滑动，伴随着少量的位错滑动和攀移，晶界滑动导致晶界间的分离，形成空洞，空洞聚集导致试样断裂。

TiB_2 颗粒对高温拉伸性能的影响机理可以从以下两个方面来讨论：一方面，TiB_2 颗粒起着分担基体载荷的作用，具有直接强化的效果，且 TiB_2 颗粒对位错具有钉扎作用，阻碍位错滑动和攀移，从而提高材料的高温拉伸性能；另一方面，TiB_2 颗粒的存在使得晶粒细化，导致晶界增多，使得晶界滑动更容易进行，从而影响材料的高温拉伸性能。

3 结论

本文采用激光选区熔化（SLM）制备得到 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料，探索 TiB_2 颗粒对其微观组织和高温力学性能的影响，主要结论如下：

(1)SLM 成形 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料中，TiB_2 颗粒均匀分布在基体中，在局部区域出现少量团簇，晶内也存在少量纳米级别的 TiB_2 颗粒；由于 SLM 冷却速度非常快，Si 呈细小的网格状弥散分布。

(2)SLM 成形 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料微观组织大多为细小的等轴晶，没有明显的择优取向；平均晶粒尺寸为 1.4 μm，其中超细晶数量占比 47.1%。这是由 SLM 快速冷却和 TiB_2 颗粒形核作用协同所致。

(3)在 350 ℃高温拉伸条件下，SLM 成形 TiB_2-AlSi10Mg 复合材料真实抗拉强度为 123.0 MPa，断后伸长率为 28.0%；变形机制主要为晶界滑动，并伴随着少量的位错滑动和攀移。TiB_2 颗粒影响机理包括，分担基体载荷，阻碍位错滑动和攀移，提高高温拉伸性能；细化晶粒导致晶界增多，使得晶界滑动更容易进行，影响高温拉伸性能。

参考文献：

[1] 唐光东，冯涛，段国庆，等. AlSi7Mg 合金选区激光熔化工艺及性能研究[J]. 铸造技术，2020，41(3):219-222.

[2] Tang J, Geng J, Xia C, et al. Superior Strength and Ductility of In Situ Nano TiB_2/Al-Cu-Mg Composites by Cold Rolling and Post-Aging Treatment[J]. Materials, 2019, 12(21): 3626.

[3] Liu G, Geng J, Li Y, et al. Microstructures evolution of nano TiB_2/7050Al composite during homogenization[J]. Materials Characterization, 2020, 159: 110019.

[4] Zhao B , Yang Q , Wu L , et al. Effects of nanosized particles on microstructure and mechanical properties of an aged in-situ TiB_2/Al-Cu-Li composite [J]. Materials Science and Engineering, 2019, 742(JAN.10):573-583.

[5] Li X P , Ji G , Chen Z , et al. Selective laser melting of nano-TiB_2 decorated AlSi10Mg alloy with high fracture strength and ductility

(下转第 1029 页)

究[J]. 材料工程，2012，(7): 24-28.

[3] 刘趁意，王淑云，东云鹏，等. FGH96 合金挤压过程的数值模拟与试验研究[J]. 锻压装备与制造技术，2010，45(2): 103-107.

[4] 江和甫. 对涡轮盘材料的需求及展望[J]. 燃气涡轮试验与研究，2002，15(4): 1-6.

[5] Banik A, Green K A. The mechanical property response of turbine disks produced using advanced PM processing techniques [A]. 9th International Symposium on Superalloys [C]. Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society, 2000, 69-74.

[6] Banik A, Lindsley B, Mourer D P, et al. Alternative processing for the production of powder metal superalloy billet [A]. Advanced Materials and Processes for Gas Turbines [C]. Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society, 2003,227-236.

[7] Moore J B, Athey R L. Fabrication method for the high temperature alloys[P]. US Patent: 3519503, 1970-07-07.

[8] 王超渊，东赟鹏，王淑云，等. 挤压态镍基粉末高温合金热变形行为与组织研究[J]. 锻压技术，2014，39(4)：155-161.

[9] Banik A. P/M extruded billet for the forging industry[A]. 1999 Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials [C]. Princeton: Metal Powder Industries Federation，2000,93-102.

[10] 刘建涛，张义文，陶宇，等. FGH96 合金动态再结晶行为的研究[J]. 材料热处理学报，2006，27(5): 46-50.

[11] 刘趁意，王淑云，李付国. 粉末高温合金挤压变形组织及变形机理研究[J]. 锻压装备与制造技术，2009，44(1): 84-87.

[12] 朱兴林，刘东，杨艳慧，等. FGH96 合金包覆挤压过程数值模拟[J]. 航空材料研究学报，2013，33(1): 21-27.

[13] 刘趁意，王淑云，李付国. 粉末高温合金挤压变形组织及变形机理研究[J]. 锻压装备与制造技术，2009，44(1): 84-87.

(上接第 1014 页)

[J]. Acta Materialia, 2017, 129(Complete):183-193.

[6] Xiao Y K, Bian Z Y, Wu Y, et al. Effect of nano-TiB_2 particles on the anisotropy in an AlSi10Mg alloy processed by selective laser melting [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 798: 644-655.

[7] 廉清，吴一，王浩伟，等. TiB_2 增强 Al-Si 复合材料激光增材制造工艺及性能研究[J]. 热加工工艺，2017, 46(22):113-117.

[8] Han G, Zhang W, Zhang G, et al. High-temperature mechanical properties and fracture mechanisms of Al-Si piston alloy reinforced with in situ TiB_2 particles [J]. Materials Science and Engineering A, 2015, 633(may 1):161-168.

[9] Ram S C, Chattopadhyay K, Chakrabarty I. Microstructures and high temperature mechanical properties of A356-Mg_2Si functionally graded composites in as-cast and artificially aged (T6) conditions[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 805.

[10] Alghamdi F, Song X, Hadadzadeh A, et al. Post heat treatment of additive manufactured AlSi10Mg: On silicon morphology, texture and small-scale properties [J]. Materials Science and Engineering A, 2020:139296.

(上接第 1023 页)

导线性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金，2015(8):112-115.

[10] Sakai Y, H J Schneider-Muntau. Ultra-high strength, high conductivity Cu-Ag alloy wires [J]. Acta Materialia, 1997, 45 (3): 1017-1023.

[11] Sakai Y, Inoue K, Maeda H. New high-strength, high-conductivity Cu-Ag alloy sheets [J]. Acta Metallurgica Et Materialia, 1995, 43 (4):1517-1522.

[12] 刘嘉斌，张雷，孟亮. Ag 含量对纤维相强化 Cu-Ag 合金组织及性能的影响[J]. 金属学报，2006(9):937-941.

[13] 张雷. 纤维相增强 Cu-A g 合金的显微组织及力学和电学性能[D]. 杭州：浙江大学，2005.

[14] 曹军，吕长春，王福荣，等.一种竖引式真空熔炼惰性气体保护连续加料连铸机：CN201410530215.4[P]. 2014-10-10.

技术资料邮购

《铸件均衡凝固技术及应用实例》

本书由西安理工大学魏兵教授编著。共8章：1、铸铁件均衡凝固与有限补缩；2、铸铁件冒口补缩设计及应用；3、压边浇冒口系统；4、浇注系统大孔出流理论与设计；5、铸件均衡凝固工艺；6、铸钢、白口铸铁、铝、铜合金铸件的均衡凝固工艺；7、浇注系统当冒口补缩设计方法；8、铸件填充与补缩工艺定量设计实例。全书320页。

特快专递邮购价：280元。

邮购咨询：李巧凤　　电话/传真：029-83222071　　技术咨询：13609155628