



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110681869 B

(45) 授权公告日 2021.08.03

(21) 申请号 201910992966.0

B22F 3/24 (2006.01)

(22) 申请日 2019.10.15

G22C 23/06 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

G22C 1/04 (2006.01)

申请公布号 CN 110681869 A

G22F 1/06 (2006.01)

B33Y 10/00 (2015.01)

(43) 申请公布日 2020.01.14

(73) 专利权人 上海交通大学

地址 200240 上海市闵行区东川路800号

(72) 发明人 吴玉娟 邓庆琛 彭立明 罗远航

宿宁 常治宇 薛晓瑜

(74) 专利代理机构 上海汉声知识产权代理有限公司

公司 31236

代理人 胡晶

(56) 对比文件

孙婉婷. 高压扭转变形Mg-Gd-Y-Zn-Zr合金的显微组织和力学性能.《中国博士学位论文全文数据库(电子期刊)》.2019,

侯秀丽.Mg-Gd-Y-Nd-Zn(Zr)系变形合金组织与力学性能研究.《中国博士学位论文全文数据库(电子期刊)》.2012,

审查员 张艺

(51) Int. Cl.

B22F 9/08 (2006.01)

B22F 3/105 (2006.01)

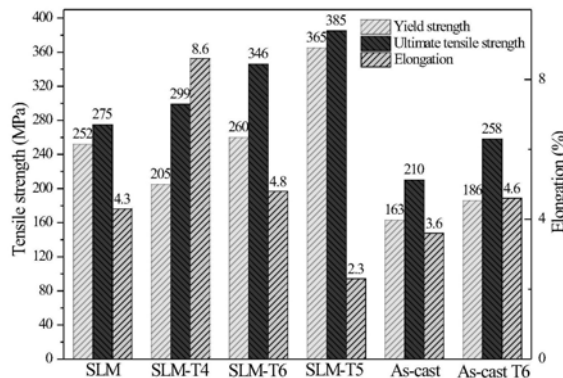
权利要求书1页 说明书10页 附图2页

(54) 发明名称

选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,包含如下步骤:A、通过气雾化的方法制备出Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末;B、将Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末进行选区激光熔化成型得到高强韧镁稀土合金;C、将步骤B制得的镁稀土合金进行热处理:固溶+时效处理或直接进行时效处理,即可。本发明通过调控选区激光熔化的工艺参数(激光功率、扫描速度、扫描间距、光斑直径、层厚、层间转角、基板预热温度、分区宽度和搭接区宽度)和后续热处理的工艺参数(温度和时间)来调控合金的微观组织和力学性能,首次使用选区激光熔化工艺制备出高强韧Mg-RE-(Zn)-Zr合金。



1. 一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,其特征在于,所述方法包含如下步骤:

A、通过气雾化的方法制备出Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末;

B、将Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末进行选区激光熔化成型得到高强韧镁稀土合金;

C、将步骤B制得的镁稀土合金进行热处理:固溶+时效处理或直接进行时效处理,即可;

步骤A中,所述Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末中包含如下重量百分数的各元素:RE10~20%、Zn0~2%、Zr0~0.5%、余量为Mg和不可避免的杂质,其中杂质的总量小于0.02%;所述RE包括Gd;

步骤B中,所述选区激光熔化成型采用的激光相关参数如下:激光功率为80~160W,扫描速度为100~1000mm/s,扫描间距为50~100 $\mu$ m,光斑直径为65~150 $\mu$ m;

步骤B中,选用200~300目、300~500目或500目以上的Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末进行选区激光熔化成型;

步骤B中,所述选区激光熔化成型采用的激光扫描策略如下:分区岛状扫描策略,分区宽度为3~6mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.1~0.3mm,层间转角为70~75°;

步骤B中,所述选区激光熔化成型采用的其他工艺参数如下:层厚为20~40 $\mu$ m,基板预热温度为25~200℃。

2. 根据权利要求1所述的一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,其特征在于:步骤B中,所述Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末进行选区激光熔化成型之前先在100~200℃下干燥处理1~5h。

3. 根据权利要求1所述的一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,其特征在于:步骤B中,所述选区激光熔化成型在惰性气体氩气保护下进行,成型过程中成型舱室内氧和水蒸气含量均低于100ppm。

4. 根据权利要求1所述的一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,其特征在于:步骤C中,所述固溶处理的温度为450~520℃,时间为15min~2h。

5. 根据权利要求1所述的一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,其特征在于:步骤C中,所述时效处理的温度为175~225℃,时间为0~512h。

## 选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及有色金属合金制备的技术领域,具体为一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法。

### 背景技术

[0002] 镁合金作为最轻的金属结构材料,具有密度低、比强度和比刚度高等优点,在轨道交通、航空航天和3C产品等领域有着非常广阔的应用前景。目前市场上商业化的镁合金主要包括Mg-Al系和Mg-Zn系两大类,但是这些镁合金的绝对强度较低和塑性较差,因此限制了进一步扩大镁合金的应用范围。Mg-RE系镁合金具有优异的固溶强化和时效硬化效应,为开发高强韧镁合金带来了巨大可能。此外,往Mg-RE系合金中添加Zn元素,不仅能够调控该合金系的时效析出组织,而且在适当的加入量以及工艺条件下会引入长周期堆垛有序结构(LPSO结构),大量研究表明LPSO结构可以进一步提高合金的强度和塑性。添加微量的Zr元素主要是提供异质形核质点以细化晶粒。

[0003] 选区激光熔化(SLM)是目前比较有前景的激光辅助增材制造方法之一,能够逐层沉积任意复杂形状的金属部件,可实现传统铸造难以实现甚至不能实现的高质量复杂部件制备,非常适合小批量、复杂构件的个性化定制。另一方面,快速扫描激光束产生微小熔池和热影响区,且极高的冷却速率( $10^4\sim 10^6\text{K/s}$ )可导致微观组织的细化和固溶度的扩大,从而产生显著的细晶强化和固溶强化效应,使得SLM制备的构件的力学性能显著高于铸件,接近锻件的性能,故SLM有助于改善航空航天、汽车工业等所需部件的性能。随着环境与能源问题的日益突出,镁合金的SLM技术将是调控镁合金组织性能,并开发出高性能镁合金及部件的非常有前景的方法之一。

[0004] 目前,国内外针对镁合金的SLM工艺研究仅有少量报道,涉及纯Mg、Mg-Al系、Mg-Zn系,但是还未见Mg-RE(含Gd)系合金的SLM报道。Mg-RE(含Gd)系合金的室温和高温拉伸性能、抗蠕变性能、刚度等都明显优于上述已报道合金,同时该合金的导热系数、凝固温度区间、热膨胀系数、凝固收缩率等参数有别于上述已报道合金,故上述已报道合金的SLM工艺参数并不适合Mg-RE(含Gd)系合金,需要开发适合Mg-RE(含Gd)系合金的SLM工艺参数。此外,采用SLM技术制备的Mg-RE(含Gd)系合金晶粒和第二相都细小,第二相面积分数小, $\alpha$ -Mg基体内的固溶度高,能够产生显著的细晶强化和固溶强化效应,微观组织形态和力学性能都优于传统重力铸造方式。因此,如果将选区激光熔化工艺用于Mg-RE-(Zn)-Zr合金的制备上,并且找到适合Mg-RE-(Zn)-Zr合金的成型工艺及后续热处理工艺,有望研发出高强韧的镁稀土合金,并为航空航天、汽车等领域镁合金部件提供理论支持。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于补全现有Mg-RE-(Zn)-Zr合金在选区激光熔化制备领域的空白,提供一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,克服传统铸造镁合金晶粒和共晶相粗大、成分偏析、易产生疏松、缩孔、夹杂等缺陷及力学性能较差的关键

问题。通过气雾化的方法制备出Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末,选用一种高效灵活的增材制造手段——选区激光熔化技术来制备高强韧镁稀土合金,并通过优化后续热处理工艺(T6或T5)进一步提高合金的力学性能。

[0006] 本发明的SLM工艺参数是发明人前期大量实验总结的结果,例如,激光功率选取80~160W,是因为更高的激光功率会产生严重的镁粉蒸发飞溅现象而影响成型过程稳定性和更低的功率无法实现镁合金的层间冶金结合;激光扫描速率选取100~1000mm/s是和激光功率相匹配的以得到镁合金SLM成型所需的激光能量密度,分区岛状扫描策略也是首次应用于Mg-RE-(Zn)-Zr合金以减小成型过程的热应力而减弱开裂现象,对SLM态的Mg-RE-(Zn)-Zr合金进行后续热处理也是首例,因为文献报道的纯Mg、Mg-Al系和Mg-Zn系等合金都不具有Mg-RE-(Zn)-Zr合金这样出众的时效硬化潜力。综上,本发明的SLM工艺参数和后续热处理工艺参数都是针对Mg-RE-(Zn)-Zr这一特定合金成分而专门设计的,属于首次研究应用。

[0007] 本发明制得一种镁稀土合金中晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布的一种新形貌,制备的SLM态Mg-RE-(Zn)-Zr合金组织具有 $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀且过饱和、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布、无孔洞和未熔合缺陷的特点,T6和T5态Mg-RE-(Zn)-Zr合金组织具有密集细小弥散分布的棱柱面析出相的特点,此外,含Zn合金还会产生基面层错或LPSO相,与棱柱面时效析出相产生复合强韧化的作用。

[0008] 本发明旨在调整气雾化制粉工艺制备出具有合适粒径分布的特定成分的镁稀土合金球形粉末,并通过调整选区激光熔化的工艺参数和后续热处理工艺参数来调控镁稀土合金的晶粒大小、晶界 $\beta$ 相的数量与形态、时效析出相的大小和数量以制备出强度和塑性都优于传统重力铸造的高强韧镁稀土合金。

[0009] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的:

[0010] 本发明提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,所述方法包含如下步骤:

[0011] A、通过气雾化的方法制备出Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末;

[0012] B、将Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末进行选区激光熔化成型得到晶粒细小(1~3 $\mu$ m)、组织均匀、高致密度的高强韧镁稀土合金;

[0013] C、将步骤B制得的镁合金进行热处理以进一步改善力学性能:固溶+时效处理(T6)或直接进行时效处理(T5),即可。

[0014] 优选地,步骤A中,所述特定成分镁稀土合金球形粉末中包含如下重量百分数的各元素:RE10~20%、Zn0~2%、Zr0~0.5%、余量为Mg和不可避免的杂质,其中杂质的总量小于0.02%;所述RE包括Gd,还可添加Y等其他稀土元素。

[0015] 更优选地,所述镁稀土合金球形粉末中,Zr含量为0.3~0.5%。

[0016] 优选地,步骤B中,选用200~300目(平均粒径为61 $\mu$ m)、300~500目(平均粒径为42 $\mu$ m)或500目以上(平均粒径为34 $\mu$ m)的Mg-RE-(Zn)-Zr合金球形粉末进行选区激光熔化成型。若粉末的粒径过大,将不适合成型。

[0017] 本发明通过调控选区激光熔化的激光功率、扫描速度、扫描间距、光斑直径、层厚、层间转角、基板预热温度、分区宽度、搭接区宽度和后续热处理工艺的温度和时间来调控合金的组织,同现有的镁合金成型方式相比,该方法具有加工效率高、加工精度高、产品的组

织可调控、冷却速度快导致组织均匀细小等优点,从而大幅度提升力学性能。

[0018] 优选地,步骤B中,步骤A制得的球形粉末进行选区激光熔化成型之前要在真空干燥箱中进100~200℃,1~5h的干燥处理以去除粉末中的水蒸气和改善粉末团聚结块现象以增强粉末的流动性。

[0019] 优选地,步骤B中,所述选区激光熔化成型采用的激光相关参数如下:激光功率为80~160W,扫描速度为100~1000mm/s,扫描间距为50~100μm,光斑直径为65~150μm。

[0020] 优选地,步骤B中,所述选区激光熔化成型采用的激光扫描策略如下:分区岛状扫描策略以减小热应力集中,分区宽度为3~6mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.1~0.3mm以提高成型零件的致密度从而提高力学性能,层间转角为70~75°以减弱制得构件力学性能的各向异性。

[0021] 优选地,步骤B中,所述选区激光熔化成型采用的其他工艺参数如下:层厚为20~40μm以保证层间的冶金结合,基板预热温度为25~200℃以减小成型的过程的温度梯度从而减小热应力。

[0022] 优选地,步骤B中,所述选区激光熔化成型在惰性气体氩气保护下进行以避免氧化,成型过程中成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm。

[0023] 优选地,步骤C中,所述固溶处理的温度为450~520℃,时间为15min~2h。

[0024] 优选地,步骤C中,所述时效处理的温度为175~225℃,时间为0~512h。

[0025] 更优选地,所述时效处理的温度为200℃,时间为64h。

[0026] 本发明还提供了一种根据前述方法制备的高强韧镁稀土合金,所述镁稀土合金为Mg-RE-(Zn)-Zr合金。

[0027] 优选地,所述Mg-RE-(Zn)-Zr合金中包含如下重量百分数的各元素:RE10~20%、Zn0~2%、Zr0~0.5%、余量为Mg和不可避免的杂质,其中杂质的总量小于0.02%,所述RE一定包含Gd,还可添加Y等其他稀土元素。

[0028] 与现有技术相比,本发明具有如下的有益效果:

[0029] 1、本发明选区激光熔化过程成型周期短,可直接成型任意复杂形状零件,成型零件致密度高,产品稳定性好,重复性高。

[0030] 2、本发明选区激光熔化过程在氩气保护下进行,避免粉末剧烈氧化。

[0031] 3、本发明制备的产品组织得到改善: $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀且过饱和、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布、纳米级基面层错、无孔洞和未熔合缺陷。

[0032] 4、本发明制备的SLM态产品具有良好的力学性能:Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr(wt.%)合金SLM态的室温拉伸屈服强度为252MPa,抗拉强度为275MPa,延伸率为4.3%,强度和塑性都优于同样成分合金半连续铸造态的室温拉伸性能(屈服强度为163MPa,抗拉强度210MPa,延伸率为3.6%),相比于半连续铸造态,SLM态屈服强度提升54.6%,抗拉强度提升31.0%,延伸率提升19.4%。

[0033] 5、本发明制备的SLM态产品经过后续热处理后力学性能进一步提升:进行固溶+时效热处理后,T6态的室温拉伸屈服强度高达260MPa,抗拉强度为346MPa,延伸率为4.8%,显著优于半连续铸造T6态的室温拉伸性能(屈服强度为186MPa,抗拉强度258MPa,延伸率为4.6%),相比于半连续铸造T6态,SLM-T6态屈服强度提升39.8%,抗拉强度提升34.1%,延伸率提升4.3%;直接进行时效处理后合金的强度大幅度提升但塑性较差,T5态的室温拉伸

屈服强度高达382MPa,抗拉强度为385MPa,延伸率为0.4%,相比于SLM态,SLM-T5态屈服强度提升51.6%,抗拉强度提升40%,延伸率下降90.7%。

### 附图说明

[0034] 通过阅读参照以下附图对非限制性实施例所作的详细描述,本发明的其它特征、目的和优点将会变得更加明显:

[0035] 图1是本发明实施例1制备的SLM态Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr (wt.%)合金的OM组织图(a)和SEM组织图(b);

[0036] 图2是本发明实施例1和对比例1制备的Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr (wt.%)合金不同状态的室温拉伸性能对比图;

[0037] 图3是本发明对比例1制备的半连续铸造态Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr (wt.%)合金的OM组织图(a)和SEM组织图(b)。

### 具体实施方式

[0038] 下面结合具体实施例对本发明进行详细说明。以下实施例将有助于本领域的技术人员进一步理解本发明,但不以任何形式限制本发明。应当指出的是,对本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变化和改进。这些都属于本发明的保护范围。

#### [0039] 实施例1

[0040] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,具体采用以下步骤:

[0041] 1)通过气雾化的方法制备出Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr (wt.%)合金粉末,并对合金粉末进行筛分,选用300~500目(平均粒径为42 $\mu$ m)的粉末进行选区激光熔化成型。

[0042] 2)将粉末在真空干燥箱中进200 $^{\circ}$ C/5h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉床内,并预热基板到200 $^{\circ}$ C,通入保护气体氩气进行气体循环,待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0043] 3)选区激光熔化成型采用的激光功率为80W,扫描速度为500mm/s,扫描间距为100 $\mu$ m,光斑直径为100 $\mu$ m,层厚为30 $\mu$ m,层间转角为73 $^{\circ}$ ,扫描策略为分区岛状扫描策略,分区宽度为5mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.2mm。

[0044] 4)将上述3)制备的SLM态镁合金进行T4处理:在空气电阻炉中进行,并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护,采取单步固溶处理:480 $^{\circ}$ C下固溶1h,随后在20 $^{\circ}$ C冷水中淬火。

[0045] 5)将上述4)制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理,采取单步时效处理:时效温度为200 $^{\circ}$ C,时间为64h,随后在20 $^{\circ}$ C冷水中淬火。

[0046] 6)将上述3)制备的SLM态镁合金进行T5处理:在恒温油浴炉中进行,采取单步时效处理:时效温度为200 $^{\circ}$ C,时间为64h,随后在20 $^{\circ}$ C冷水中淬火。

[0047] 7)将上述3)、4)、5)、6)制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验,拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机,拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0048] 所得合金SLM态的组织如图1所示:呈现典型的快速凝固的特点, $\alpha$ -Mg基体晶粒细

小均匀(1~3 $\mu\text{m}$ )、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布。Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr (wt.%)合金(SLM、SLM-T4、SLM-T6、SLM-T5)不同状态的室温拉伸性能如图2所示,SLM态的室温拉伸屈服强度为252MPa,抗拉强度为275MPa,延伸率为4.3%;进行固溶+时效热处理后强度和塑性都提升,T6态的室温拉伸屈服强度高达260MPa,抗拉强度为346MPa,延伸率为4.8%;直接进行时效处理后合金的强度大幅度提升但塑性较差,T5态的室温拉伸屈服强度高达365MPa,抗拉强度为385MPa,延伸率为2.3%。

#### [0049] 实施例2

[0050] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,具体采用以下步骤:

[0051] 1)通过气雾化的方法制备出Mg-14.92Gd-0.30Zr (wt.%)合金粉末,并对合金粉末进行筛分,选用300~500目(平均粒径为42 $\mu\text{m}$ )的粉末进行选区激光熔化成型。

[0052] 2)将粉末在真空干燥箱中进200 $^{\circ}\text{C}$ /5h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉床内,并预热基板到150 $^{\circ}\text{C}$ ,通入保护气体氩气进行气体循环,待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0053] 3)选区激光熔化成型采用的激光功率为80W,扫描速度为100mm/s,扫描间距为100 $\mu\text{m}$ ,光斑直径为100 $\mu\text{m}$ ,层厚为2 $\mu\text{m}$ ,层间转角为70 $^{\circ}$ ,扫描策略为分区岛状扫描策略,分区宽度为4mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.3mm。

[0054] 4)将上述3)制备的SLM态镁合金进行T4处理:在空气电阻炉中进行,并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护,采取单步固溶处理:520 $^{\circ}\text{C}$ 下固溶15min,随后在20 $^{\circ}\text{C}$ 冷水中淬火。

[0055] 5)将上述4)制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理,采取单步时效处理:时效温度为200 $^{\circ}\text{C}$ ,时间为64h,随后在20 $^{\circ}\text{C}$ 冷水中淬火。

[0056] 6)将上述3)制备的SLM态镁合金进行T5处理:在恒温油浴炉中进行,采取单步时效处理:时效温度为200 $^{\circ}\text{C}$ ,时间为64h,随后在20 $^{\circ}\text{C}$ 冷水中淬火。

[0057] 7)将上述3)、4)、5)、6)制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验,拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机,拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0058] 所得SLM态合金呈现典型的快速凝固细小晶粒的特点, $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀(1~3 $\mu\text{m}$ )、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布。SLM态的室温拉伸屈服强度为306MPa,抗拉强度为310MPa,延伸率为0.7%;T6态的室温拉伸屈服强度高达308MPa,抗拉强度为337MPa,延伸率为0.3%;T5态的室温拉伸屈服强度高达340MPa,抗拉强度为343MPa,延伸率为0.4%。

#### [0059] 实施例3

[0060] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,具体采用以下步骤:

[0061] 1)通过气雾化的方法制备出Mg-19.89Gd (wt.%)合金粉末,并对合金粉末进行筛分,选用500目以上(平均粒径为34 $\mu\text{m}$ )的粉末进行选区激光熔化成型。

[0062] 2)将粉末在真空干燥箱中进150 $^{\circ}\text{C}$ /4h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉床内,并预热基板到100 $^{\circ}\text{C}$ ,通入保护气体氩气进行气体循环,待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0063] 3)选区激光熔化成型采用的激光功率为160W,扫描速度为1000mm/s,扫描间距为

50 $\mu\text{m}$ ,光斑直径为65 $\mu\text{m}$ ,层厚为40 $\mu\text{m}$ ,层间转角为75°,扫描策略为分区岛状扫描策略,分区宽度为3mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.1mm。

[0064] 4) 将上述3) 制备的SLM态镁合金进行T4处理:在空气电阻炉中进行,并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护,采取单步固溶处理:520℃下固溶2h,随后在20℃冷水中淬火。

[0065] 5) 将上述4) 制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理,采取单步时效处理:时效温度为175℃,时间为512h,随后在20℃冷水中淬火。

[0066] 6) 将上述3) 制备的SLM态镁合金进行T5处理:在恒温油浴炉中进行,采取单步时效处理:时效温度为175℃,时间为512h,随后在20℃冷水中淬火。

[0067] 7) 将上述3)、4)、5)、6) 制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验,拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机,拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0068] 所得SLM态合金呈现典型的快速凝固细小晶粒的特点, $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀(1~3 $\mu\text{m}$ )、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布。SLM态的室温拉伸屈服强度为358MPa,抗拉强度为362MPa,延伸率为0.7%;T6态的室温拉伸屈服强度高达365MPa,抗拉强度为374MPa,延伸率为0.5%;T5态的室温拉伸屈服强度高达410MPa,抗拉强度为418MPa,延伸率为0.3%。

#### [0069] 实施例4

[0070] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,具体采用以下步骤:

[0071] 1) 通过气雾化的方法制备出Mg-14.92Gd-0.30Zr(wt.%)合金粉末,并对合金粉末进行筛分,选用200~300目(平均粒径为61 $\mu\text{m}$ )的粉末进行选区激光熔化成型。

[0072] 2) 将粉末在真空干燥箱中进100℃/1h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉床内,并预热基板到180℃,通入保护气体氩气进行气体循环,待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0073] 3) 选区激光熔化成型采用的激光功率为120W,扫描速度为300mm/s,扫描间距为100 $\mu\text{m}$ ,光斑直径为90 $\mu\text{m}$ ,层厚为30 $\mu\text{m}$ ,层间转角为71°,扫描策略为分区岛状扫描策略,分区宽度为6mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.2mm。

[0074] 4) 将上述3) 制备的SLM态镁合金进行T4处理:在空气电阻炉中进行,并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护,采取单步固溶处理:520℃下固溶0.5h,随后在20℃冷水中淬火。

[0075] 5) 将上述4) 制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理,采取单步时效处理:时效温度为200℃,时间为64h,随后在20℃冷水中淬火。

[0076] 6) 将上述3) 制备的SLM态镁合金进行T5处理:在恒温油浴炉中进行,采取单步时效处理:时效温度为200℃,时间为64h,随后在20℃冷水中淬火。

[0077] 7) 将上述3)、4)、5)、6) 制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验,拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机,拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0078] 所得合金SLM态的组织呈现典型的快速凝固的特点, $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀(1~3 $\mu\text{m}$ )、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布。SLM态的室温拉伸屈服强度为245MPa,抗拉强度为246MPa,延伸率为0.1%;T6态的室温拉伸屈服强度高达296MPa,抗拉强度为365MPa,延伸率为0.4%;T5态的室温拉伸屈服强度高达302MPa,抗拉强度为363MPa,延伸率为0.3%。

### [0079] 实施例5

[0080] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法，具体采用以下步骤：

[0081] 1) 通过气雾化的方法制备出Mg-14.24Gd-0.76Zn-0.32Zr (wt.%)合金粉末，并对合金粉末进行筛分，选用200~300目(平均粒径为61 $\mu$ m)的粉末进行选区激光熔化成型。

[0082] 2) 将粉末在真空干燥箱中进100 $^{\circ}$ C/4h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉床内，并预热基板到130 $^{\circ}$ C，通入保护气体氩气进行气体循环，待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0083] 3) 选区激光熔化成型采用的激光功率为160W，扫描速度为700mm/s，扫描间距为70 $\mu$ m，光斑直径为100 $\mu$ m，层厚为20 $\mu$ m，层间转角为74 $^{\circ}$ ，扫描策略为分区岛状扫描策略，分区宽度为4mm，不同分区之间的搭接区宽度为0.2mm。

[0084] 4) 将上述3)制备的SLM态镁合金进行T4处理：在空气电阻炉中进行，并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护，采取单步固溶处理：520 $^{\circ}$ C下固溶2h，随后在20 $^{\circ}$ C冷水中淬火。

[0085] 5) 将上述4)制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理，采取单步时效处理：时效温度为200 $^{\circ}$ C，时间为64h，随后在20 $^{\circ}$ C冷水中淬火。

[0086] 6) 将上述3)制备的SLM态镁合金进行T5处理：在恒温油浴炉中进行，采取单步时效处理：时效温度为200 $^{\circ}$ C，时间为64h，随后在20 $^{\circ}$ C冷水中淬火。

[0087] 7) 将上述3)、4)、5)、6)制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验，拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机，拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0088] 所得合金SLM态的组织呈现典型的快速凝固的特点， $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀(1~3 $\mu$ m)、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布。SLM态的室温拉伸屈服强度为353MPa，抗拉强度为388MPa，延伸率为1.4%；T6态的室温拉伸屈服强度高达315MPa，抗拉强度为393MPa，延伸率为3.0%；T5态的室温拉伸屈服强度高达374MPa，抗拉强度为396MPa，延伸率为0.9%。

### [0089] 实施例6

[0090] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法，具体采用以下步骤：

[0091] 1) 通过气雾化的方法制备出Mg-10.02Gd-0.18Zn-0.34Zr (wt.%)合金粉末，并对合金粉末进行筛分，选用200~300目(平均粒径为61 $\mu$ m)的粉末进行选区激光熔化成型。

[0092] 2) 将粉末在真空干燥箱中进100 $^{\circ}$ C/5h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉床内，并预热基板到170 $^{\circ}$ C，通入保护气体氩气进行气体循环，待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0093] 3) 选区激光熔化成型采用的激光功率为80W，扫描速度为350mm/s，扫描间距为90 $\mu$ m，光斑直径为100 $\mu$ m，层厚为30 $\mu$ m，层间转角为73 $^{\circ}$ ，扫描策略为分区岛状扫描策略，分区宽度为6mm，不同分区之间的搭接区宽度为0.3mm。

[0094] 4) 将上述3)制备的SLM态镁合金进行T4处理：在空气电阻炉中进行，并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护，采取单步固溶处理：450 $^{\circ}$ C下固溶1h，随后在20 $^{\circ}$ C冷水中淬火。

[0095] 5) 将上述4)制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理，采取单步时

效处理:时效温度为175℃,时间为128h,随后在20℃冷水中淬火。

[0096] 6) 将上述3) 制备的SLM态镁合金进行T5处理:在恒温油浴炉中进行,采取单步时效处理:时效温度为175℃,时间为128h,随后在20℃冷水中淬火。

[0097] 7) 将上述3)、4)、5)、6) 制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验,拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机,拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0098] 所得合金SLM态的组织呈现典型的快速凝固的特点, $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀(1~3  $\mu\text{m}$ )、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布。SLM态的室温拉伸屈服强度为194MPa,抗拉强度为253MPa,延伸率为6.2%;T6态的室温拉伸屈服强度高达217MPa,抗拉强度为298MPa,延伸率为4.5%;T5态的室温拉伸屈服强度高达243MPa,抗拉强度为306MPa,延伸率为3.4%。

#### [0099] 实施例7

[0100] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,具体采用以下步骤:

[0101] 1) 通过气雾化的方法制备出Mg-10.08Gd-0.37Zr (wt.%) 合金粉末,并对合金粉末进行筛分,选用500目以上(平均粒径为34 $\mu\text{m}$ )的粉末进行选区激光熔化成型。

[0102] 2) 将粉末在真空干燥箱中进100℃/3h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉床内,不预热基板使基板保持室温25℃,通入保护气体氩气进行气体循环,待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0103] 3) 选区激光熔化成型采用的激光功率为80W,扫描速度为800mm/s,扫描间距为100  $\mu\text{m}$ ,光斑直径为150 $\mu\text{m}$ ,层厚为40 $\mu\text{m}$ ,层间转角为74°,扫描策略为分区岛状扫描策略,分区宽度为6mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.3mm。

[0104] 4) 将上述3) 制备的SLM态镁合金进行T4处理:在空气电阻炉中进行,并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护,采取单步固溶处理:450℃下固溶1h,随后在20℃冷水中淬火。

[0105] 5) 将上述4) 制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理,采取单步时效处理:时效温度为175℃,时间为128h,随后在20℃冷水中淬火。

[0106] 6) 将上述3) 制备的SLM态镁合金进行T5处理:在恒温油浴炉中进行,采取单步时效处理:时效温度为175℃,时间为128h,随后在20℃冷水中淬火。

[0107] 7) 将上述3)、4)、5)、6) 制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验,拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机,拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0108] 所得合金SLM态的组织呈现典型的快速凝固的特点, $\alpha$ -Mg基体晶粒细小均匀(1~3  $\mu\text{m}$ )、晶界 $\beta$ 相含量少且细小弥散分布。SLM态的室温拉伸屈服强度为187MPa,抗拉强度为243MPa,延伸率为5.7%;T6态的室温拉伸屈服强度高达208MPa,抗拉强度为285MPa,延伸率为4.3%;T5态的室温拉伸屈服强度高达235MPa,抗拉强度为297MPa,延伸率为3.1%。

#### [0109] 实施例8

[0110] 本实施例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,具体采用以下步骤:

[0111] 1) 通过气雾化的方法制备出Mg-10Gd-3Y-1Zn-0.40Zr (wt.%) 合金粉末,并对合金粉末进行筛分,选用300~500目(平均粒径为42 $\mu\text{m}$ )的粉末进行选区激光熔化成型。

[0112] 2) 将粉末在真空干燥箱中进150℃/3h的干燥处理后装入选区激光熔化设备的粉

床内,并预热基板到200℃,通入保护气体氩气进行气体循环,待成型舱室内氧和水蒸气含量低于100ppm开始进行选区激光熔化成型。

[0113] 3) 选区激光熔化成型采用的激光功率为80W,扫描速度为300mm/s,扫描间距为100μm,光斑直径为90μm,层厚为20μm,层间转角为71°,扫描策略为分区岛状扫描策略,分区宽度为3mm,不同分区之间的搭接区宽度为0.1mm。

[0114] 4) 将上述3)制备的SLM态镁合金进行T4处理:在空气电阻炉中进行,并放入硫铁矿以热分解释放出的SO<sub>2</sub>气体对合金加以阻燃保护,采取单步固溶处理:500℃下固溶2h,随后在20℃冷水中淬火。

[0115] 5) 将上述4)制备的T4态镁合金在恒温油浴炉中进行人工时效T6处理,采取单步时效处理:时效温度为225℃,时间为64h,随后在20℃冷水中淬火。

[0116] 6) 将上述3)制备的SLM态镁合金进行T5处理:在恒温油浴炉中进行,采取单步时效处理:时效温度为225℃,时间为64h,随后在20℃冷水中淬火。

[0117] 7) 将上述3)、4)、5)、6)制备的SLM态、T4态、T6态、T5态镁合金进行室温拉伸实验,拉伸机为Zwick BTC—Z100型电子万能材料试验机,拉伸测试速率为0.5mm/min。

[0118] 所得SLM态合金呈现典型的快速凝固细小晶粒的特点,α-Mg基体晶粒细小均匀(1~3μm)、晶界β相含量少且细小弥散分布。SLM态的室温拉伸屈服强度为356MPa,抗拉强度为389MPa,延伸率为3.9%;T6态的室温拉伸屈服强度高达367MPa,抗拉强度为423MPa,延伸率为4.7%;T5态的室温拉伸屈服强度高达411MPa,抗拉强度为432MPa,延伸率为1.8%。

#### [0119] 对比例1

[0120] 本对比例提供了一种重力铸造制备的镁稀土合金,合金成分与实施例1基本相同,不同之处仅在于:本对比例中,采用的制备方法为重力铸造。

[0121] 本对比例制备的半连续铸造态Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr(wt.%)合金的OM组织图和SEM组织图如图3所示,晶粒大小约~50μm,晶界β相呈层片状,较为粗大,呈现典型的共晶反应特征。Mg-11.16Gd-1.72Zn-0.44Zr(wt.%)合金不同状态(As-cast、As-cast T6)的室温拉伸性能如图2所示,铸态的室温拉伸屈服强度为163MPa,抗拉强度为210MPa,延伸率为3.6%;进行固溶+时效热处理(480℃-12h+200℃-32h)后,T6态的室温拉伸屈服强度高达186MPa,抗拉强度为258MPa,延伸率为4.6%。无论是铸态还是T6态,重力铸造制备的合金的强度和塑性都低于采用选区激光熔化制备的相同状态的合金。其差别原因在于重力铸造相比于选区激光熔化的冷却速度要小很多,α-Mg基体晶粒和晶界β相粗大。

#### [0122] 对比例2

[0123] 本对比例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,与实施例1基本相同,不同之处仅在于:本对比例中,选区激光熔化成型采用的激光扫描速度为1500mm/s。

[0124] SLM态的室温拉伸屈服强度为119MPa,抗拉强度为122MPa,延伸率为0.3%,强度和塑性都显著低于实施例1制备的SLM态合金。其差别原因在于激光扫描速度过大导致激光作用时间过短,激光能量密度低不足以完全熔化所有的粉末,产生大量未熔合缺陷。

#### [0125] 对比例3

[0126] 本对比例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,与实施例1基本相同,不同之处仅在于:本对比例中,选区激光熔化成型采用的激光扫描间

距为150 $\mu\text{m}$ 。

[0127] SLM态的室温拉伸屈服强度为204MPa,抗拉强度为221MPa,延伸率为1.3%,强度和塑性都显著低于实施例1制备的SLM态合金。其差别原因在于激光扫描间距过大导致扫描道之间搭接不上,扫描道的搭接区域存在大量未熔合缺陷。

[0128] 对比例4

[0129] 本对比例提供了一种重力铸造制备的镁稀土合金,合金成分与实施例2基本相同,不同之处仅在于:本对比例中,采用的制备方法为重力铸造。

[0130] 铸态的室温拉伸屈服强度为169MPa,抗拉强度为251MPa,延伸率为5.7%;进行固溶+时效热处理(520 $^{\circ}\text{C}$ -12h+200 $^{\circ}\text{C}$ -64h)后,T6态的室温拉伸屈服强度高达232MPa,抗拉强度为296MPa,延伸率为0.6%。无论是铸态还是T6态,重力铸造制备的合金的强度都低于采用选区激光熔化制备的相同状态的合金但塑性。其差别原因在于重力铸造相比于选区激光熔化的冷却速度要小很多, $\alpha$ -Mg基体晶粒和晶界 $\beta$ 相粗大。

[0131] 对比例5

[0132] 本对比例提供了一种选区激光熔化增材制造技术制备高强韧镁稀土合金的方法,与实施例2基本相同,不同之处仅在于:本对比例中,选区激光熔化成型采用的激光功率为40W。

[0133] 成型过程中粉末发生严重的球化现象,零件发生翘曲导致破坏铺粉刮刀使成型实验被迫停止,相邻打印层之间未能实现冶金结合导致成型零件基本没有结合强度。其差别原因在于激光功率过低无法完全熔透粉末,粉末只是部分熔化,粉末与粉末之间未发生冶金结合。

[0134] 以上对本发明的具体实施例进行了描述。需要理解的是,本发明并不局限于上述特定实施方式,本领域技术人员可以在权利要求的范围内做出各种变化或修改,这并不影响本发明的实质内容。在不冲突的情况下,本申请的实施例和实施例中的特征可以任意相互组合。

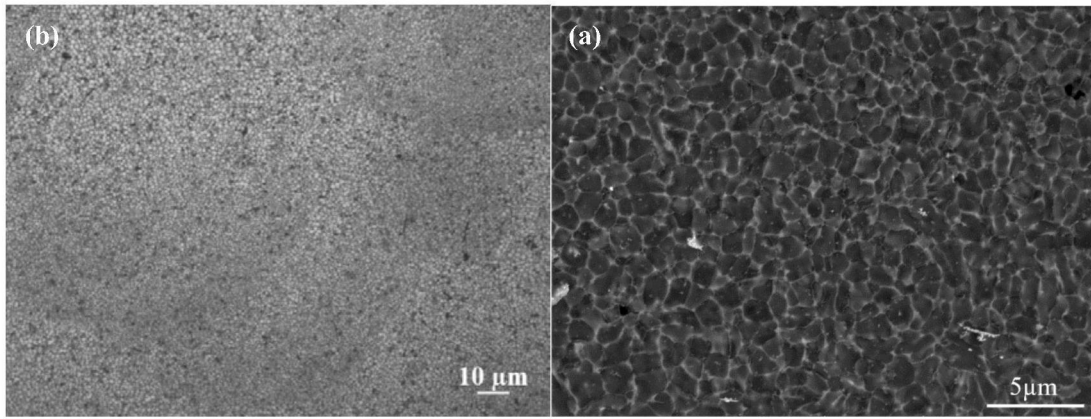


图1

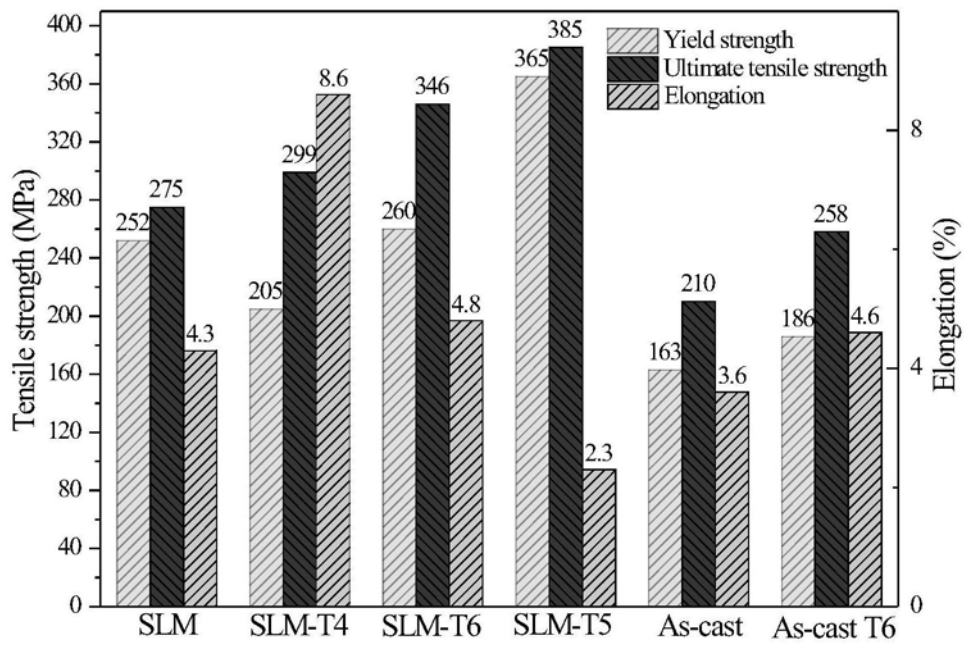


图2

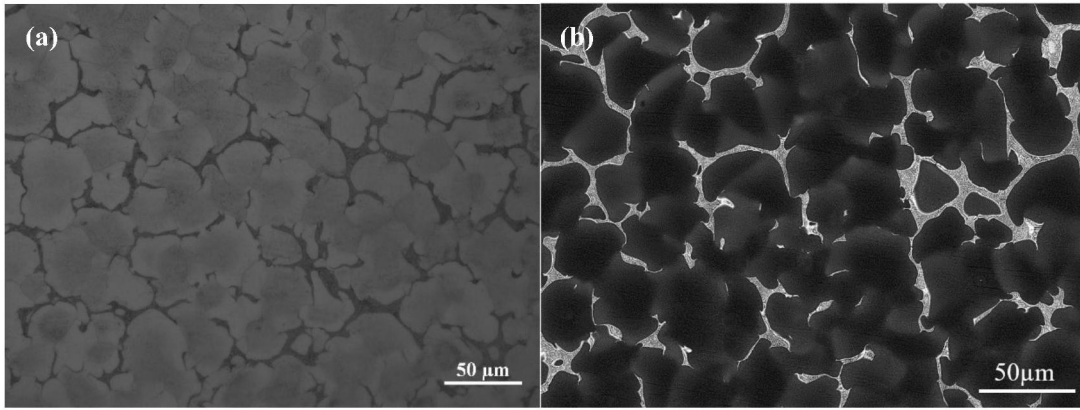


图3