



热处理对静轴肩搅拌摩擦增材制造 2024 铝合金组织的影响

傅徐荣^{1,4}, 邢 丽², 黄春平³, 刘奋成³, 柯黎明^{1,3}

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 西安 710072;

2. 浙江巴顿焊接技术研究院, 杭州 311200;

3. 南昌航空大学 轻合金加工科学与技术国防重点学科实验室, 南昌 330063;

4. 中国商飞上海飞机制造有限公司, 上海 200436)

摘 要: 采用静轴肩搅拌摩擦增材制造方法制备了 2024 铝合金增材块体, 对块体进行了后续热处理, 用 OM 观察了显微组织, 用 XRD 及 TEM 分析了第二相含量及形貌特征。结合显微硬度, 分析了热处理对增材块体组织及性能的影响。结果表明: 增材态块体组织为再结晶的细小等轴晶, 沿增材厚度方向由底部向顶部晶粒尺寸逐渐减小, 第二相含量逐渐增多, 显微硬度逐渐增大, 最大硬度值为 99 HV, 平均硬度值为 86.5 HV。经热处理后, 增材块体中重新析出大量 S' 相, 析出过程为 $\alpha(\text{Al}) \rightarrow S'(\text{Al}_2\text{CuMg})$; 第二相呈棒状和椭球状, 弥散分布于 $\alpha(\text{Al})$ 基体中, 新析出的 S' 相与基体呈共格关系; 增材块体的显微硬度明显增大, 且沿厚度方向分布均匀, 平均硬度值达 135 HV。显微硬度明显增大的原因是热处理使增材块体中析出了细小的第二相, 产生了第二相强化。

关键词: 热处理; 静轴肩 FSAM; 铝合金; 显微组织; 第二相

文章编号: 1004-0609(2022)-06-1550-11

中图分类号: TG113

文献标志码: A

引文格式: 傅徐荣, 邢 丽, 黄春平, 等. 热处理对静轴肩搅拌摩擦增材制造 2024 铝合金组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(6): 1550–1560. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40196

FU Xu-rong, XING Li, HUANG Chun-ping, et al. Effect of heat-treatment on microstructure of 2024 aluminum alloy by stationary shoulder friction stir additive manufacturing[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(6): 1550–1560. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40196

目前, 常用的金属增材制造技术主要包括激光选区熔化^[1-6]、电子束熔化^[7-8]、电弧送丝增材制造^[9-11]等, 不同增材制造技术原理相似, 其过程主要是利用不同热源对金属材料进行逐层熔化和凝固^[12]。然而, 传统熔化增材制造技术在轻合金特别是铝及铝合金的增材制造方面研究较少^[13]。其原因主要在于, 现有的增材制造技术其成形过程都伴随着材料的熔化和凝固, 期间经历了复杂的物理、化

学过程, 而铝合金对激光有强烈的反射, 使激光加工的效率大大降低; 另外, 铝合金的热导率高、热膨胀系数大, 使得增材制造时成形零件的变形很大, 限制了目前熔化增材制造技术在铝合金中的应用。

近年来, 基于搅拌摩擦焊原理发展而来的搅拌摩擦增材制造方法(Friction stir additive manufacturing, FSAM)在铝合金等轻合金的增材制造中独具优势,

基金项目: 江西省高校科技落地计划资助项目(KJLD12074); 国家自然科学基金资助项目(51364037, 51465044)

收稿日期: 2021-04-06; 修订日期: 2021-09-29

通信作者: 邢 丽, 教授; 电话: 13576103681; E-mail: xingli_59@126.com

得到国内外学者的广泛关注^[14-16]。WANG等^[17]将FSAM方法与冷喷涂技术结合应用于块体纯铝的增材制造,研究发现增材试样组织为再结晶后细小的等轴晶粒,平均晶粒尺寸为4.4 μm ,增材试样抗拉强度和伸长率分别为87 MPa和60.3%。PALANIVEL等^[18]采用FSAM方法对WE43镁合金进行增材制造,研究发现在工艺参数为搅拌棒转速1400 r/min、行走速度102 mm/min下,可以制备出较高性能的镁合金部件,增材试样抗拉强度和伸长率分别为400 MPa和17%。需要指出的是,采用FSAM方法获得的增材块体在增材区两侧存在一定宽度的轴肩影响区,从而导致材料的利用率较低,很难实现近净成形增材制造。

静轴肩FSAM方法是在FSAM的基础上演变而来的一种近净成形增材制造,增材时轴肩固定,仅搅拌棒旋转。该方法不仅具有FSAM的优势,而且消除了FSAM增材块体两侧的轴肩影响区,从而提高了块体的增材率,降低了材料浪费。傅徐荣等^[19]采用静轴肩FSAM方法进行了2024铝合金的近净成形增材制造,研究了增材块体的组织及性能特征,结果表明铝合金增材块体组织为再结晶的细小等轴晶,晶粒尺寸由底部向顶部逐渐减小,增材块体在FSAM过程中发生了过时效,第二相重溶,导致增材块体的显微硬度低于基材的,且显微硬度沿增材厚度方向存在梯度变化。关于FSAM增材块体沿厚度方向上的组织及性能不均匀性,在其他文献中也有报道,MAO等^[20]等采用FSAM方法进行了7075铝合金增材制造,并对增材组织及性能进行了研究,结果表明增材的显微组织及第二相沿增材厚度方向上存在差异,增材的显微硬度沿增材厚度方向上发生显著变化,增材顶部硬度值最大,为115 HV。可见,可热处理强化铝合金经FSAM后,普遍存在组织软化的问题,并且FSAM获得的增材态块体组织及性能沿厚度方向存在梯度变化,需对增材的组织及性能进行改善。

2024铝合金作为可热处理强化铝合金,进行时效可以显著提高合金的强度、硬度,是强化材料的一种重要途径。QI等^[21]研究了后续热处理对电弧填丝增材制造2024铝合金组织及性能的影响,结果表明固溶+自然时效处理可以显著改善电弧填丝

增材制造2024铝合金的性能,且随着固溶温度的升高,合金的显微硬度、拉伸性能和伸长率均呈现出上升的趋势。邢丽等^[22]对旋转摩擦加工7075铝合金材料进行后续热处理,研究发现经热处理后,第二相重新析出,材料的性能得到提升。目前,针对FSAM加工后铝合金组织及性能的强化研究还鲜有报道。本文作者通过对静轴肩FSAM方法制备的2024铝合金增材块体进行后续热处理,用OM及SEM观察试样的显微组织,用XRD及TEM分析试样的第二相含量及形貌特征,结合显微硬度,研究热处理对静轴肩FSAM制备的2024铝合金增材块体组织及性能的影响。

1 实验

基材为东北轻合金公司生产的2024-T4态铝合金,该合金含Cu 3.8%、Mg 1.2%、Fe和Si分别0.5%,其余为Al。用静轴肩FSAM制备2024铝合金增材块体,增材工艺参数为搅拌棒旋转速度600 r/min,行走速度30 mm/min,下压量约为0.1 mm,无倾角,增材16层获得厚度40 mm的块体增材试样。图1所示为静轴肩FSAM示意图,Z为增材厚度方向。

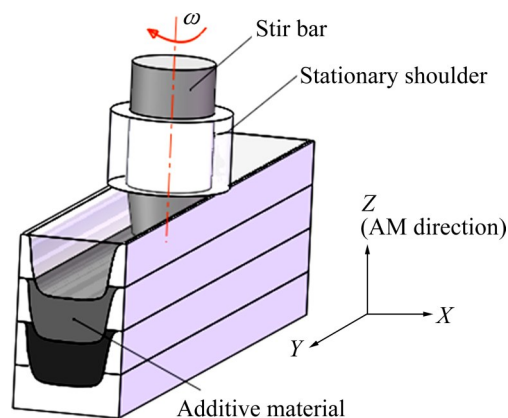


图1 静轴肩FSAM示意图

Fig. 1 Schematic diagram of stationary shoulder FSAM

对增材块体进行(490 $^{\circ}\text{C}$, 2 h, 固溶)+(190 $^{\circ}\text{C}$, 8 h, 人工时效)热处理。图2所示为金相和透射电镜取样示意图,在增材块体中部位置横截面(Z-X面)上截取热处理前后金相试样,用1%HF+5%HCl+2.5% HNO_3 +95% H_2O (体积分数,%)Keller试剂对试

样进行腐蚀, 腐蚀时间 15~20 s, 用 ZEISS Axio Scope A1 型金相显微镜观察显微组织, 根据金属平均晶粒度测定标准 GB/T 6394—2002^[23], 用直线截距法测定晶粒尺寸。用 Bruker D8 advance 型 X 射线衍射仪测定增材中的物相, 采用 EVA 软件分析物相的相对含量。

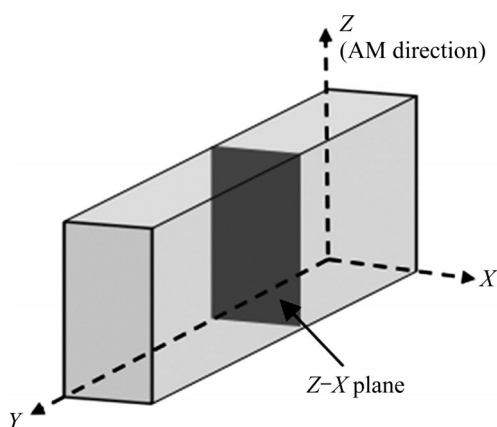


图2 金相及透射电镜取样示意图

Fig. 2 Schematic diagram of OM and TEM sampling location

用精密切割机在增材块体中部位置横截面(Z-X面)上截取直径约 3 mm、厚度约 0.2 mm 的透射电镜试样, 经机械打磨至厚度 50~60 μm , 采用 Struers Tenupol-5 型双喷减薄仪对试样进行减薄, 双喷液为 70%CH₃OH+30%HNO₃(体积分数, %)。用 TalosF200X 型透射电镜观察增材试样中的第二相, 并对第二相进行高分辨 TEM 分析, 研究热处理后增材试样中第二相形貌及其与基体的取向关系。

用 Qness Q10A 型显微硬度计沿增材块体厚度方向(Z轴)测量显微硬度的分布, 测试点间距为 1 mm, 载荷 0.98 N, 加载时间 30 s, 分析组织变化对显微硬度的影响。

2 结果与讨论

2.1 热处理对铝合金增材显微组织的影响

图3所示为 2024-T4 态铝合金基材的显微组织, 基材晶粒沿轧制方向呈板条状, 测量得到晶粒尺寸约 91 μm 。图4所示为热处理前后增材不同区域横截面的显微组织, 其中图4(a)~(c)所示分别为热处理前增材顶部、中部和底部的显微组织, 图4(d)~(f)所示分别为与之对应的热处理后的显微组织。由

图4可见, 热处理前增材组织呈细小的等轴晶, 热处理后增材组织呈粗大的块状晶, 晶粒尺寸明显长大。表1所示为测量得到的增材晶粒尺寸。热处理前增材底部、中部和顶部的晶粒尺寸分别为 12.1 μm 、10.6 μm 和 8.2 μm , 平均晶粒尺寸为 10.3 μm , 相对基材减小, 由增材底部向顶部逐渐减小。热处理后增材底部、中部和顶部的晶粒尺寸分别为 43.1 μm 、42.7 μm 、42.3 μm , 平均晶粒尺寸为 42.5 μm , 相对热处理前明显长大, 沿厚度方向趋于均匀。

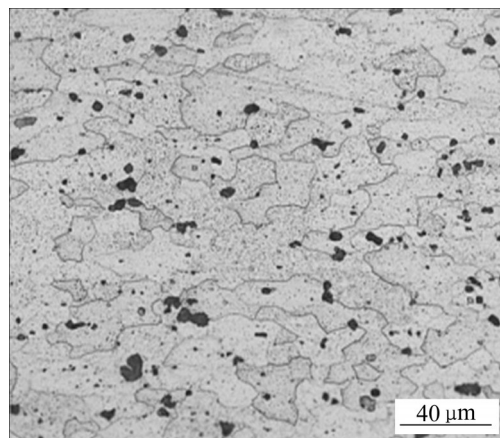


图3 2024-T4 铝合金基材显微组织

Fig. 3 Microstructure of 2024-T4 aluminum alloy

上述结果表明, 热处理前增材的组织为细小的等轴晶, 晶粒尺寸相对基材明显减小, 且增材底部的晶粒尺寸相对顶部增大, 沿增材厚度方向由底部向顶部逐渐减小。热处理后增材的组织为粗大的块状晶, 晶粒尺寸相对热处理前明显长大, 且沿厚度方向尺寸更均匀。

由文献[19]分析得到, 增材组织相对基材的变化是由于 FSAM 过程中, 搅拌棒对材料的摩擦作用, 使材料温度升高, 在摩擦热和机械作用下发生塑性变形, 铝合金在热和塑性变形的作用下, 发生动态再结晶形成了细小等轴晶, 而增材晶粒尺寸在厚度方向上的梯度变化是由于增材从底部向顶部逐层增加的过程中, 增材底部经历的加热次数比顶部多, 再结晶后的铝合金在热作用下发生了晶粒长大, 再次加热次数增加, 晶粒尺寸增大。

热处理后的增材组织相对热处理前发生明显长大则是由于增材晶粒在热处理加热和保温过程中, 晶粒发生长大。晶粒长大是界面迁移的过程, 以界面曲率为驱动力, 弯曲界面向其曲率中心的方向移

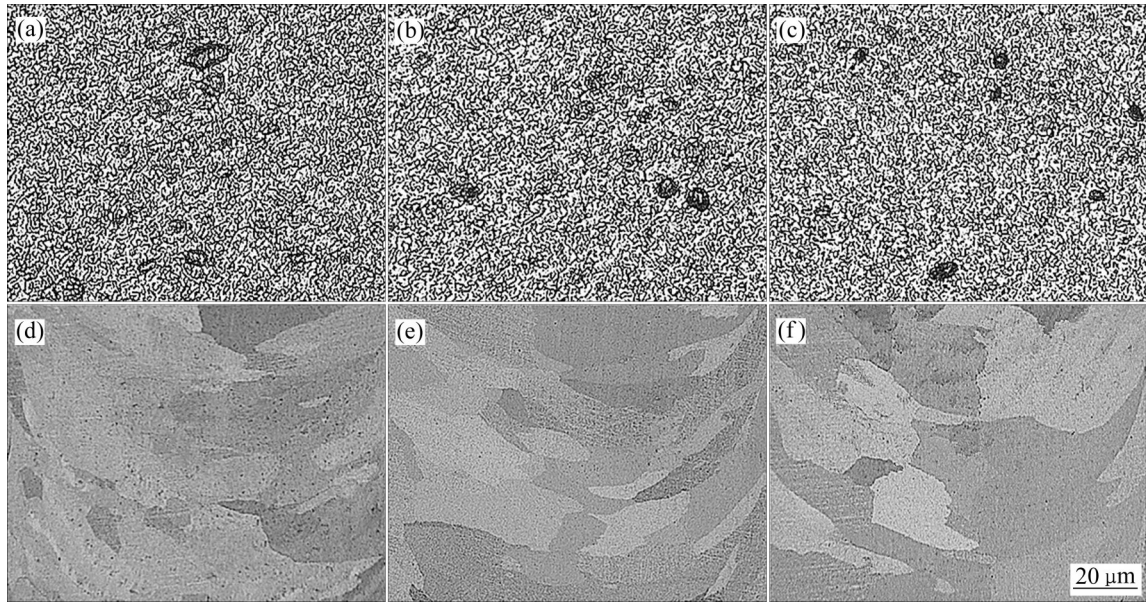


图4 热处理前后增材不同区域的显微组织

Fig. 4 Microstructures in different areas of AM before and after heat treatment: (a)–(c) Represent top, middle and bottom of AM before heat treatment; (d)–(e) Represent top, middle and bottom of AM after heat treatment

表1 热处理前后增材不同区域晶粒尺寸的变化

Table 1 Grain size changes in different areas of AM before and after heat treatment

| State | Size/ μm | | | |
|-------|---------------------|--------|------|-----------------|
| | Bottom | Middle | Top | Average |
| AM | 12.1 | 10.6 | 8.2 | 10.3 |
| AM+HT | 42.5 | 42.7 | 42.3 | 42.5 \uparrow |

AM: Additive materials; AM+HT: After heat treatment, AM

动, 以减少曲率, 降低能量, 随着热处理过程中温度升高, 界面迁移速度加快, 从而导致晶粒长大^[24]。

2.2 热处理对铝合金增材中第二相的影响

图5所示为热处理前后增材不同区域的XRD谱。图中曲线A~C分别指热处理前增材顶部、中部和底部的测试结果, 曲线D~F分别为与之对应的热处理后的测试结果。可见, 增材组织由基体($\alpha(\text{Al})$)、夹杂相(Fe_3Si)和第二相(Al_2CuMg)组成, 其中第二相(Al_2CuMg)为2024铝合金中的强化相。

表2所示为采用EVA软件分析图5结果得到的各相在增材中的相对含量, 2024铝合金基材中的第二相相对含量为2.1%, 热处理前增材底部、中部和顶部分别为0.5%、0.8%和1.2%, 增材中的第二

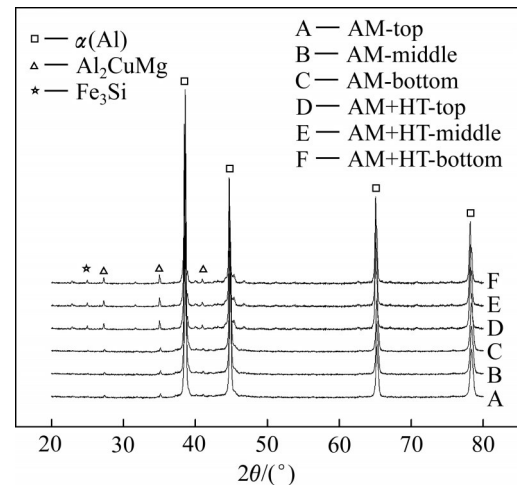


图5 热处理前后增材不同区域的XRD谱

Fig. 5 XRD patterns in different areas of AM before and after heat treatment

相含量相对基材减少, 增材底部中的第二相含量相对顶部减少。热处理后增材底部、中部和顶部分别为8.6%、8.9%和8.5%, 相对热处理前明显增多, 且沿厚度方向的含量差别不大。

图6所示为热处理前后增材不同区域中第二相的TEM像。图6(a)所示为基材中的第二相形貌, 呈棒状, 均匀分布于 $\alpha(\text{Al})$ 基体中。图6(b)和(c)所示分别为热处理前增材顶部和底部中的第二相形貌, 第二相含量相对基材减少, 其形状由棒状转变为椭

表2 热处理前后增材不同区域中相组成的相对含量

Table 2 Relative content of phase in different areas of AM before and after heat treatment

| State | Relative mass fraction/% | | | | | | | | |
|-------|--------------------------|------------------------|--------------------------|---------------------|------------------------|------------------------|---------------------|------------------------|--------------------------|
| | Bottom | | | Middle | | | Top | | |
| | $\alpha(\text{Al})$ | Fe_3Si | Al_2CuMg | $\alpha(\text{Al})$ | Fe_3Si | Fe_3Si | $\alpha(\text{Al})$ | Fe_3Si | Al_2CuMg |
| AM | 95.8 | 3.7 | 0.5 | 95.6 | 3.6 | 0.8 | 95.4 | 3.4 | 1.2 |
| AM+HT | 88.7 | 2.7 | 8.6 \uparrow | 88.4 | 2.7 | 8.9 \uparrow | 88.9 | 2.6 | 8.5 \uparrow |

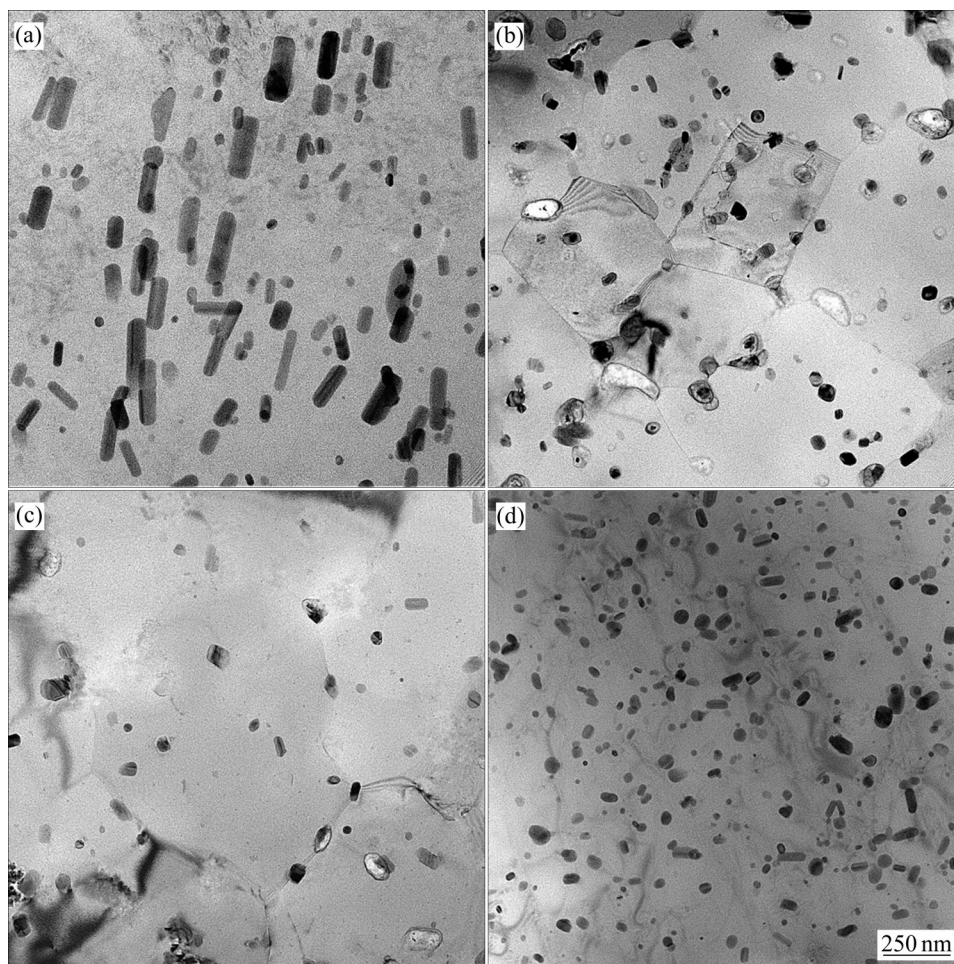


图6 热处理前后增材不同区域中第二相的TEM像

Fig. 6 TEM images of precipitates in different areas of AM before and after heat treatment: (a) BM; (b) AM-top; (c) AM-bottom; (d) AM+HT

球状，尺寸减小，且增材底部中的第二相含量相对顶部减少。图6(d)所示为热处理后增材中的第二相形貌，呈棒状和椭球状，第二相含量相对热处理前明显增多，且第二相尺寸细小，呈弥散分布。

表3所示为测量得到的热处理前后增材不同区域中第二相的平均尺寸。可见基材中的棒状第二相直径约为116.7 nm，长度约为446.6 nm，热处理前增材顶部和底部中的椭球状第二相长轴分别约为81.3 nm和128.6 nm，增材底部中的第二相尺寸相

对顶部增大。热处理后增材中的椭球状第二相长轴约为72.1 nm；棒状第二相的直径约为80.3 nm，长度约为153.9 nm，第二相尺寸细小。

上述结果表明，热处理前增材中的第二相含量相对基材减少，其形状由棒状转变为椭球状，尺寸减小，且增材底部中的第二相含量相对顶部减少，尺寸增大。热处理后增材中的第二相呈棒状和椭球状，含量相对热处理前明显增多，尺寸细小，呈弥散分布。

表3 热处理前后增材不同区域中第二相尺寸的变化

Table 3 Precipitates size changes in different areas of AM before and after heat treatment

| State | Location | Rod | Elliptical |
|-------|----------|------------------------------|----------------|
| BM | — | 116.7(d_1), 446.6(l) | — |
| AM | Top | — | 81.3(d_2) |
| | Bottom | — | 128.6(d_2) |
| AM+HT | — | 80.3(d_1), 153.9(l) | 72.1(d_2) |

d_1 and l represent rod diameter and length; d_2 represents long axis of elliptical

2.3 热处理对增材中第二相与基体取向关系的影响

图7所示为热处理前后增材不同区域中第二相的HRTEM像。图7(a)所示为基材中棒状第二相的HRTEM像, 图7(b)和(c)所示分别为热处理前增材

顶部和底部中第二相的HRTEM像, 图7(d)所示为经热处理后增材中第二相的HRTEM像。采用Digital Micrograph软件计算得 $\alpha(\text{Al})$ 基体的晶面间距为0.2037 nm, 与PDF卡片中 $\alpha(\text{Al})(200)$ 面的晶面间距0.2024 nm相近; 基材中棒状第二相晶面间距为0.2123 nm, 与PDF卡片中 S 相(023)面的晶面间距0.2119 nm相近。热处理前增材顶部和底部中第二相的晶面间距分别为0.2306 nm和0.3569 nm, 与PDF卡片中 S 相(131)面的晶面间距0.2311 nm和(002)面的晶面间距0.3570 nm相近。经热处理后, 增材中第二相的晶面间距为0.2003 nm, 与PDF卡片中 S 相(132)面的晶面间距0.2016 nm相近。

表4所示为用界面错配度公式^[24] $\delta = \frac{d_2 - d_1}{d_2}(d_1$

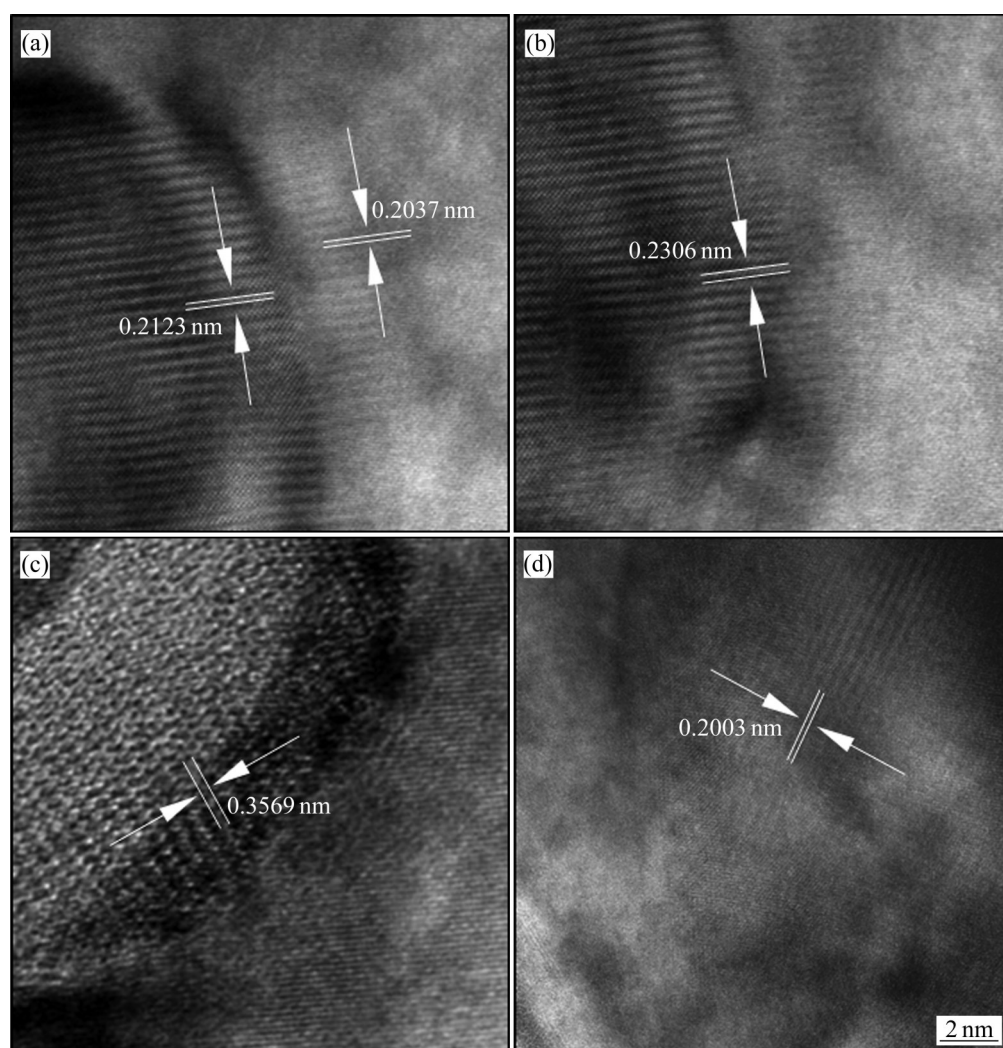


图7 热处理前后增材不同区域中第二相的HRTEM像

Fig. 7 HRTEM images of precipitates in different areas of AM before and after heat treatment: (a) BM; (b) AM-top; (c) AM-bottom; (d) AM+HT

和 d_2 为界面两侧物相的晶面间距)计算得到的热处理前后增材不同区域中第二相与基体的界面错配度,其中当错配度 $\delta < 0.05$ 时,第二相与基体呈共格关系,当 $0.05 \leq \delta \leq 0.25$ 时,第二相与基体呈半共格关系,当 $\delta > 0.25$ 时,第二相与基体呈非共格关系。由表4可见基材中的第二相与 $\alpha(\text{Al})$ 界面错配度为0.04,第二相与基体呈共格关系。热处理前增材顶部中的第二相与 $\alpha(\text{Al})$ 界面错配度为0.12,增材底部中的第二相与 $\alpha(\text{Al})$ 界面错配度为0.43,增材底部中的第二相与基体呈非共格关系,增材顶部中的第二相与基体呈半共格关系。热处理后增材中的第二相与 $\alpha(\text{Al})$ 界面错配度为0.02,第二相与基体呈共格关系。

表4 热处理前后增材不同区域中第二相与基体的取向关系

Table 4 Relationship between precipitates and matrix in different areas of AM before and after heat treatment

| State | Location | Lattice misfit, δ | Relationship |
|-------|----------|--------------------------|---------------|
| BM | — | 0.04 | Coherent |
| AM | Top | 0.12 | Semi-coherent |
| | Bottom | 0.43 | In-coherent |
| AM+HT | — | 0.02 | Coherent |

上述结果表明,基材中的第二相与基体呈共格关系,FSAM加工得到增材中的第二相与基体的取向关系自顶部至底部由半共格转变为非共格关系,其中增材顶部中大部分第二相与基体呈半共格关系,增材底部中大部分第二相与基体呈非共格关系。热处理后增材中的第二相与基体呈共格关系。

由文献[19]分析得到,增材中的第二相相对基材发生变化是由于FSAM加工对材料产生热和塑性变形的作用,在热和塑性变形作用下,增材中的第二相相对基材发生重溶,且原基材中大部分与基体呈共格的第二相转变为半共格;而增材中第二相沿厚度方向上的梯度变化是由于先形成的增材组织经历后续增材层的再次加热,导致增材底部经历的加热次数比顶部多,第二相进一步重溶,且累积的热量使得这些半共格第二相转变为非共格。

热处理后增材中的第二相相对热处理前数量增多,尺寸减小,且第二相与基体恢复共格关系是由于2024铝合金增材在热处理过程中经历了时效过

程,时效过程为 $\alpha(\text{Al}) \rightarrow S'(\text{Al}_2\text{CuMg})$ 。若只考虑化学自由能变化(ΔG_v),则从过饱和固溶体 $\alpha(\text{Al})$ 直接析出S相驱动力最大,应该首先析出。但过渡沉淀相在晶体学上往往与基体更接近,二者之间形成低能量的共格界面,因此所需要的形核功较小,更易于形核和析出,或者说,与直接形成平衡相相比,合金在热处理过程中形成过渡相,其自由能降低的更快^[24]。因此2024铝合金静轴肩FSAM增材块体经热处理后,重新析出大量 S' 相,弥散分布于 $\alpha(\text{Al})$ 基体中,新析出的 S' 相与基体呈共格关系。

2.4 增材的显微硬度

图8所示为增材沿厚度方向上的显微硬度分布。由图8可见,热处理前增材的显微硬度值由底部向顶部逐渐增大,增材顶部的硬度值为99 HV,低于T4态基材的,增材底部的硬度值仅为74 HV。热处理后增材的显微硬度相对热处理前明显增大,且沿厚度方向上变化不大,平均硬度值达135 HV,但仍低于T4态基材的。

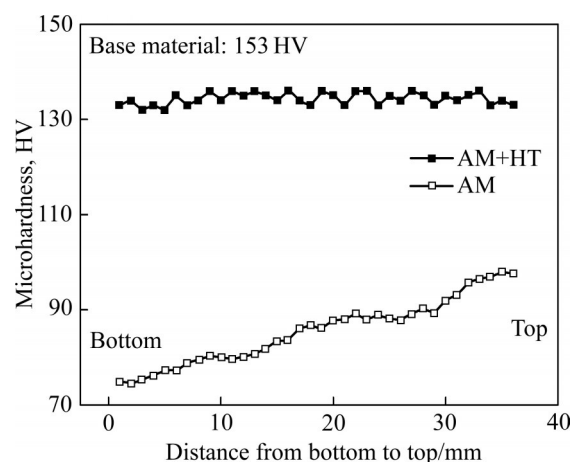


图8 沿增材厚度方向的显微硬度分布

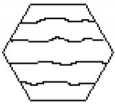

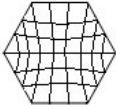
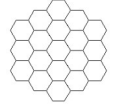

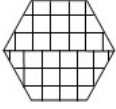
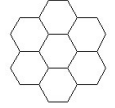

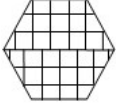
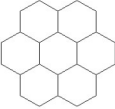

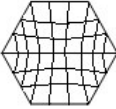
Fig. 8 Microhardness distribution along thickness direction of AM

表5所示为2024铝合金静轴肩FSAM增材热处理前后的组织演变及显微硬度,表中列出了显微组织、第二相变化及第二相与基体取向关系3个因素对增材组织及性能的影响。

由表5可见,基材组织沿轧制方向呈板条状,基材中第二相呈棒状、第二相与基体的取向关系呈共格关系,显微硬度达153 HV。经FSAM加工后,增材组织发生了再结晶,由粗大的板条晶转变为细

表5 热处理前后增材组织演变示意图

Table 5 Schematic diagram of microstructure evolution of AM before and after heat treatment

| State | Location | Grain morphology | Precipitates fraction/% | Precipitates morphology | Relationship | Microhardness, HV |
|-------|----------|--|-------------------------|--|--|-------------------|
| BM | — |  Lath grain | 2.1 |  Rod |  Coherent | 153 |
| AM | Top |  Equiaxed grain | 1.2 |  Elliptical |  Semi-coherent | 99 ↓ |
| | Bottom |  Equiaxed grain | 0.5 |  Elliptical |  Semi-coherent | 74 ↓ |
| AM+HT | — |  Equiaxed grain | 8.7 |  Rod+Elliptical |  Coherent | 135 ↑ |

小的等轴晶, 增材底部的晶粒尺寸在热循环作用下发生长大。增材中第二相发生重溶, 由棒状转变成椭球状, 相对含量较基材明显减少; 增材底部中的第二相在热作用下进一步重溶, 尺寸增大。增材中的第二相与基体的取向关系自顶部至底部由半共格转变为非共格关系, 其中, 增材顶部中大部分第二相与基体呈半共格关系, 增材底部中大部分第二相与基体呈非共格关系。增材的显微硬度相对 T4 态基材减小, 由底部向顶部逐渐增大。经热处理后, 增材的晶粒尺寸明显变大, 呈粗大的块状晶, 沿厚度方向变化不大。增材中第二相出现析出, 呈棒状和椭球状, 第二相数量明显增多, 尺寸明显减小, 呈弥散分布。增材的显微硬度较热处理前明显增大, 但仍低于 T4 态基材的。

由文献[19]分析得到, 增材性能的变化是因为再结晶后形成的晶粒为软晶粒, 且增材中第二相在热作用下相对 T4 态基材发生重溶, 相对含量减少, 导致增材的显微硬度低于基材的; 而增材性能沿厚度方向上的梯度变化是由于先增材成形的底部材料经历的加热次数比顶部多, 其再结晶后的材料在热循环作用下发生了晶粒长大, 且第二相进一步重

溶, 相对含量减少, 增材组织发生了过时效, 最终导致增材的显微硬度由底部向顶部逐渐增大。

经热处理后, 增材性能的变化是由于热处理过程中增材组织重新析出大量 S' 相, 弥散分布于 $\alpha(\text{Al})$ 基体中, 新析出的 S' 相与基体呈共格关系, 共格应变增多, 使得增材的显微硬度比热处理前明显上升。但是, 增材的晶粒尺寸发生明显长大, 大大减弱了其热处理过程中的时效强化效果, 所以增材的显微硬度仍然低于基材的。因此, 热处理后增材显微硬度得到提升, 主要是由于热处理过程中的第二相强化起主导作用, 而热处理后的晶粒长大对第二相强化具有一定的削弱作用, 所以最终导致了增材的显微硬度未能达到 T4 态基材的硬度值。

3 结论

1) 热处理前增材块体组织为再结晶的细小等轴晶, 沿厚度方向由底部向顶部逐渐减小; 热处理后增材块体晶粒尺寸明显长大, 沿厚度方向上趋于均匀。

2) 热处理前增材块体中的第二相主要为椭球

状, 增材底部中的第二相含量相对顶部减少, 尺寸增大。热处理后增材块体中重新析出大量 S' 相, 时效过程为 $\alpha(\text{Al}) \rightarrow S'(\text{Al}_2\text{CuMg})$, 第二相呈棒状和椭球状, 弥散分布于 $\alpha(\text{Al})$ 基体中, 新析出的 S' 相与基体呈共格关系。

3) 热处理前增材块体的显微硬度值由底部向顶部逐渐增大, 增材顶部的硬度值为99 HV, 增材底部的硬度值仅为74 HV。热处理后增材块体的显微硬度明显增大, 且沿厚度方向上变化不大, 平均硬度值达135 HV, 这是由于热处理过程中的第二相强化起主导作用。

REFERENCES

- [1] JESUS J S, BORREGO L P, FERREIRA J A M, et al. Fatigue behavior of $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ alloy components manufactured by selective laser melting subjected to hot isostatic pressing and residual stress relief[J]. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 2021, 44(7): 1916–1930.
- [2] 林鑫, 黄卫东. 高性能金属构件的激光增材制造[J]. *中国科学: 信息科学*, 2015, 45(9): 1111–1126.
LIN Xin, HUANG Wei-dong. Laser additive manufacturing of high-performance metal components[J]. *Science China (Information Sciences)*, 2015, 45(9): 1111–1126.
- [3] 王华明, 张述泉, 王向明. 大型钛合金结构件激光直接制造的进展与挑战(邀请论文)[J]. *中国激光*, 2009, 36(12): 3204–3209.
WANG Hua-ming, ZHANG Shu-quan, WANG Xiang-ming. Progress and challenges of laser direct manufacturing of large titanium structural components (invited paper) [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2009, 36(12): 3204–3209.
- [4] 滕庆, 李帅, 薛鹏举, 等. 激光选区熔化Inconel 718合金高温腐蚀性能[J]. *中国有色金属学报*, 2019, 29(7): 1417–1426.
TENG Qing, LI Shuai, XUE Peng-ju, et al. High-temperature corrosion resistance of Inconel 718 fabricated by selective laser melting[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2019, 29(7): 1417–1426.
- [5] ZHU Y Y, CHEN B, TANG H B, et al. Influence of heat treatments on microstructure and mechanical properties of laser additive manufacturing Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr titanium alloy[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2018, 28(1): 36–46.
- [6] HAN L Y, WANG C S. Microstructure and properties of $\text{Ti}_{64.51}\text{Fe}_{26.40}\text{Zr}_{5.86}\text{Sn}_{2.93}\text{Y}_{0.30}$ biomedical alloy fabricated by laser additive manufacturing[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2020, 30(12): 3274–3286.
- [7] TAN X P, KOK Y, TAN Y J, et al. Graded microstructure and mechanical properties of additive manufactured Ti-6Al-4V via electron beam melting[J]. *Acta Materialia*, 2015, 97: 1–16.
- [8] 于菁, 王继杰, 倪丁瑞, 等. 电子束熔丝沉积快速成形2319铝合金的微观组织与力学性能[J]. *金属学报*, 2018, 54(12): 1725–1734.
YU Jing, WANG Ji-jie, NI Ding-rui, et al. Microstructure and mechanical properties of additive manufactured 2319 alloy by electron beam freeform fabrication[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2018, 54(12): 1725–1734.
- [9] CHATURVEDI M, SCUTELNICU E, RUSU C C, et al. Wire arc additive manufacturing: review on recent findings and challenges in industrial applications and materials characterization[J]. *Metals*, 2021, 11(6): 939.
- [10] GU J L, DING J L, WILLIAMS S W, et al. The strengthening effect of inter-layer cold working and post-deposition heat treatment on the additively manufactured Al-6.3Cu alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 651: 18–26.
- [11] 李晗嫣, 陈文革, 张飞奇, 等. 基于CAFE模拟钛合金丝材电弧增材制造凝固过程的组织演变[J]. *中国有色金属学报*, 2018, 28(9): 1775–1783.
LI Han-yan, CHEN Wen-ge, ZHANG Fei-qi, et al. Evolution of wire+arc additive manufactured titanium alloy during solidification process based on CAFE simulation[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2018, 28(9): 1775–1783.
- [12] NGO T D, KASHANI A, IMBALZANO G, et al. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2018, 143: 172–196.
- [13] 马如龙, 彭超群, 王日初, 等. 选区激光熔化铝合金的研究进展[J]. *中国有色金属学报*, 2020, 30(12): 2773–2788.
MA Ru-long, PENG Chao-qun, WANG Ri-chu, et al. Progress in selective laser melted aluminum alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2020, 30(12): 2773–2788.
- [14] LU I K, REYNOLDS A P. Innovative friction stir additive manufacturing of cast 2050 Al-Cu-Li aluminum alloy[J]. *Progress in Additive Manufacturing*, 2021, 6(3): 471–477.

- [15] DU Z L, TAN M J, GUO J F. Microstructure modification of 3D printed aluminium alloys by friction stir processing[J]. Materials Science Forum, 2021, 1016: 1460–1465.
- [16] 王忻凯, 邢 丽, 徐卫平, 等. 工艺参数对铝合金搅拌摩擦增材制造成形的影响[J]. 材料工程, 2015, 43(5): 8–12.
WANG Xin-kai, XING Li, XU Wei-ping, et al. Influence of process parameters on formation of friction stir additive manufacturing on aluminum alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2015, 43(5): 8–12.
- [17] WANG W, HAN P, WANG Y H, et al. High-performance bulk pure Al prepared through cold spray-friction stir processing composite additive manufacturing[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(4): 9073–9079.
- [18] PALANIVEL S, NELATURU P, GLASS B, et al. Friction stir additive manufacturing for high structural performance through microstructural control in an Mg based WE43 alloy[J]. Materials & Design, 2015, 65: 934–952.
- [19] 傅徐荣, 邢 丽, 黄春平, 等. 静轴肩搅拌摩擦增材制造2024铝合金的组织特征[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(8): 1591–1598.
FU Xu-rong, XING Li, HUANG Chun-ping, et al. Microstructure of 2024 aluminum alloy by stationary shoulder friction stir additive manufacturing[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29(8): 1591–1598.
- [20] MAO Y Q, KE L M, HUANG C P, et al. Formation characteristic, microstructure, and mechanical performances of aluminum-based components by friction stir additive manufacturing[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2016, 83(9/10/11/12): 1637–1647.
- [21] QI Z W, CONG B Q, QI B J, et al. Properties of wire+arc additively manufactured 2024 aluminum alloy with different solution treatment temperature[J]. Materials Letters, 2018, 230: 275–278.
- [22] 邢 丽, 朱杜桥, 徐卫平, 等. 旋转摩擦挤压7075铝合金组织及第二相形貌[J]. 中国有色金属学报, 2017, 27(7): 1361–1368.
XING Li, ZHU Du-qiao, XU Wei-ping, et al. Microstructure and second phase morphology of rotational friction extruding 7075 Al alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2017, 27(7): 1361–1368.
- [23] 《理化检验-物理分册》编辑部. GB/T 6394—2017《金属平均晶粒度测定方法》即将实施[J]. 理化检验:物理分册, 2017, 53(8): 552.
Editorial department of physical and chemical inspection-physical volume. GB/T 6394—2017《Method for determination of average grain size of metals》to be implemented soon[J]. Physical and chemical inspection: physical volume, 2017, 53(8): 552.
- [24] 潘金生, 仝健民, 田民波. 材料科学基础[M]. 修订版. 北京: 清华大学出版社, 2011: 411–420.
PAN Jin-sheng, TONG Jian-min, TIAN Min-bo. Fundamentals of Materials Science[M]. Revised edition. Beijing: Tsinghua University Press, 2011: 411–420.

Effect of heat-treatment on microstructure of 2024 aluminum alloy by stationary shoulder friction stir additive manufacturing

FU Xu-rong^{1,4}, XING Li², HUANG Chun-ping³, LIU Fen-cheng³, KE Li-ming^{1,3}

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China;

2. Zhejiang EO. Paton Welding Technology Research Institute, Hangzhou 311200, China;

3. National Defense Key Disciplines Laboratory of Light Alloy Processing Science and Technology, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China;

4. COMAC Shanghai Aircraft Manufacturing Co., Ltd., Shanghai 200436, China)

Abstract: The 2024 aluminum alloy additive bulk was fabricated by the stationary shoulder friction stir additive manufacturing. Heat treatment was conducted on the additive bulk. The microstructure was observed by OM. The content and morphology of the second phase were analyzed by XRD and TEM respectively. The effect of heat treatment on microstructure and properties of the additive bulk was analyzed under the consideration of microhardness. The results show that the re-crystallized fine equiaxed grains appear in the additive bulk sample. The grain size gradually decreases from the bottom to the top. While the content of the precipitates and microhardness gradually increase from the bottom to the top. The maximum microhardness and average microhardness values are 99 HV and 86.5 HV respectively. After heat treatment, a large number of S' phases with rod and ellipsoidal shape re-precipitated, and dispersely distribute in the $\alpha(\text{Al})$ matrix, the relationship between precipitates and the matrix is coherent with each other. The process precipitation of the precipitates is $\alpha(\text{Al}) \rightarrow S'(\text{Al}_2\text{CuMg})$. More homogeneous and significantly increased microhardness are acquired, the average microhardness value is 135 HV, which should be attributed to the precipitation of a fine second phase, inducing in the precipitation strengthening.

Key words: heat treatment; stationary shoulder FSAM; aluminum alloy; microstructure characteristic; Precipitates

Foundation item: Project(KJLD12074) supported by the Science and Technology Support Plan of Jiangxi Province, China; Projects(51364037, 51465044) supported by the National Natural Science Foundation of China

Received date: 2021-04-06; **Accepted date:** 2021-09-29

Corresponding author: XING Li; Tel: +86-13576103681; E-mail: xingli_59@126.com

(编辑 龙怀中)