

doi: 10.3969/j.issn.0490-6756.2019.04.017

选区激光熔化铜合金纳米力学性能实验研究

易力力¹, 毛忠发², 张正文¹

(1. 重庆大学 机械传动国家重点实验室, 重庆 400044)
(2. 汕头大学 智能制造技术教育部重点实验室, 汕头 515063)

摘 要: 针对选区激光熔化铜合金成形微观力学性能, 采用正交实验设计方法, 研究了不同工艺参数(激光功率、扫描速度、扫描间距)对成形样件纳米压痕硬度的影响. 通过方差分析, 得出了不同工艺参数对其纳米硬度影响程度, 从而为选区激光熔化成形工艺提高零件表面微观力学性能提供理论指导.

关键词: 激光熔化; 增材制造; 纳米压痕; 铜合金; 硬度

中图分类号: TN204 **文献标识码:** A **文章编号:** 0490-6756(2019)04-0689-06

The experimental research of nano-mechanical property for copper alloy during selective laser melting

YI Li-Li¹, MAO Zhong-Fa², ZHANG Zheng-Wen¹

(1. Machinery Transmission National Key Laboratory, Chongqing University, Chongqing 400044, China;
2. Intelligent Manufacturing Key Laboratory of Ministry of Education, Shantou University, Shantou 515063, China)

Abstract: In view of the micro-mechanical property of copper alloy fabricated by selective laser melting (SLM), the effects of different processing parameters (laser power, scanning speed and scanning space) on the nanoindentation hardness were researched according to the orthogonal experimental design test method. Based on the analysis of variance, the impact degree of diverse processing parameters on the nanohardness was obtained, which could provide a theoretical direction for improving the micro-mechanical property of parts during SLM.

Keywords: Laser melting; Additive manufacturing; Nanoindentation; Copper alloy; Hardness

1 引 言

选区激光熔化(Selective laser melting, SLM)技术作为一种增材制造技术,被看作最具成形复杂金属零件能力的一种制造技术^[1]. 其主要成形特点是基于三维零件模型的切片数据,利用微小高斯激光热源选择性熔化粉末层,通过点到线到面的方式,逐层叠加制造形成最终零件^[2]. 微小激光热源成形特点使 SLM 技术能成形传统加工方法无法加工的微米级零件,而粉末逐层叠加制造特点则有

利于成形高度复杂的内部结构的零件. 此外,SLM 成形技术还具有短的市场响应周期(需求—设计—成形—交付)、非常高的材料利用率(未熔粉末可重复使用)、无需工装夹具、高的设计自由度、无环境污染、成形性能堪比锻件等优点^[3-5]. 因此,该成形技术已受到各个领域的密切关注. 目前,该技术已有大量的研究,主要有针对致密度、孔隙、表面粗糙度的工艺优化研究(如工艺参数、扫描策略等)^[6, 7]、成形机理研究(如微观组织演变、织构及相成分、热变形等)^[8-10]、轻量化设计研究(如多孔

结构设计、拓扑优化、支撑设计等)^[11, 12]以及针对各个领域应用需求的力学性能研究(如拉伸/压缩力学性能、高温力学性能、摩擦性能、疲劳性能等)^[13-15]。然而,SLM 技术成形零件的力学性能研究主要集中在宏观力学性能方面,微观力学性能研究仍然非常有限。

在微尺度领域,由于受到材料尺寸的限制,且如果该材料同时处于多场耦合工作条件下,将导致其力学测试非常困难。材料的力学测试是一项重要的内容,包括硬度、弹性模量、塑性应变,薄膜界面结合强度以及材料疲劳特性^[16]。纳米压痕是一种先进的微尺度力学测量技术。它是通过测量作用在压针上的载荷和压入样品表面的深度来获得材料的载荷-位移曲线。其压入深度一般控制在微/纳米尺度,测试仪器的位移传感器具有优于 1 nm 的分辨率,因此,纳米压痕仪技术是在微纳米尺度下测试 SLM 微区成形样件原位力学性能的一种有效方法。目前,SLM 成形样件的纳米力学性能的研究主要有:Gu 等人^[9]研究了不同扫描速度下成形纯钛样件的纳米硬度,发现 SLM 成形样件纳米硬度优于传统粉末冶金技术成形样件硬度,同时也研究了镍基颗粒增强铜合金的纳米力学性能,发现镍基加强相明显高于基体相;Aboulkhair 等人^[17]研究了 SLM 成形 AlSi10Mg 单道纳米硬度和化学成分之间的关系,发现纳米硬度主要取决于元素的分布及含量;Zhang 等人^[18]研究了电化学腐蚀对 SLM 成形镍合金 718 表面纳米硬度和弹性模量的影响,发现电化学腐蚀能释放表面残余应力以及溶解第二相,从而降低了零件表面纳米硬度和弹性模量。然而,仍然没有相关研究对 SLM 工艺参数与其纳米力学性能的关系进行系统的阐述。本文主要通过正交设计实验方法,对选区激光熔化铜合金的纳米力学性能进行实验研究,揭示 SLM 成形样件纳米力学性能随工艺参数变化的演变规律。

2 实 验

2.1 实验材料与设备

本实验研究采用的材料为二元铜锡合金(Cu-15Sn)气雾化粉末,其化学成分质量分数为 Sn: 14.55%,杂质≤0.2%,其余为铜。该粉末粒径范围为 23~53 μm,平均粒径为 33 μm,其粒径分布如图 1 所示。粉末材料具有较好的球形度,且具有较好的流动性,有利于粉末的铺展;大粒径和小粒

径粉末呈现均匀分布,有利于提高粉末的松装密度,其扫描电镜(SEM)形貌如图 2 所示。

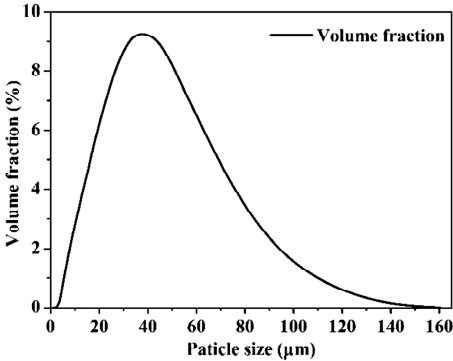


图 1 粉末粒径分布
Fig. 1 Distribution of powder size

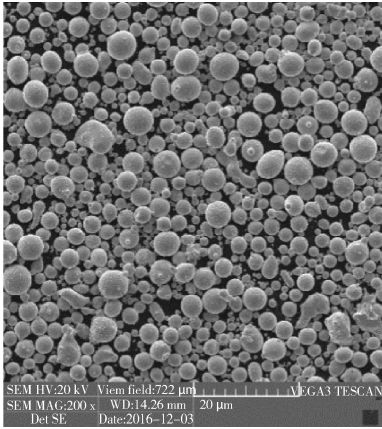


图 2 粉末 SEM 形貌
Fig. 2 Powder SEM morphology

采用的选区激光熔化设备为德国 EOS 公司商用设备 EOSINT M280,用于实验样件的制备。该设备由激光光学系统、自动粉末供给系统、惰性气体循环系统以及电气控制系统组成。其中光学系统配备最大功率为 200 W 的 IPG 单模连续波光纤激光器,光斑直径为 100 μm,用于提供粉末熔化成形的能量。扫描振镜实现激光最大移动扫描速度达 7 m/s,最大成形范围为 250 mm×250 mm×325 mm。自动粉末供给系统主要实现粉末的自动供给与均匀铺展,而惰性气体循环系统主要为成形过程提供近似无氧环境,避免零件成形过程发生氧化以及对成形过程产生的烟尘及时过滤。

采用的纳米力学性能测试的设备为美国 Hysitron 原位纳米力学测试系统 TI-950。该系统集成了超高灵敏度纳米力学电容传感器和三维压电陶瓷扫描器,能用同一传感器以静电力加载的方式实现具有超高灵敏度的纳米压痕硬度计弹性模量实

验. 同时, 该系统包含三维高精定位平台, Per-
formech™ 先进控制单元、彩色光学可变焦 CCD
摄像系统、主动电子减震台等, 充分保证实验的准
确性及重复性.

2.2 实验样品制备

为了探索不同工艺参数对铜合金选区激光熔
化成形样品纳米力学性能的影响规律, 本实验采用
了全因子正交实验设计方法进行样品的制备, 因子
变量主要考虑了激光功率、扫描速度以及扫描间距
三种工艺参数, 每个工艺参数设为两个水平值, 共
设计 8 组实验工艺参数, 每组工艺参数对应一个试
样, 响应值则为选区激光熔化铜合金纳米硬度值.
为缩小其他因素对该试验的影响, 保持其他所有因
子均为固定值, 确保所有实验组条件一致. 工艺参
数组设计如表 1 所示.

表 1 铜合金选区激光熔化成形工艺参数		
Tab. 1 Processing parameters of selective laser melting of copper alloys		
工艺参数	水平值 1	水平值 2
激光功率	165 W	195 W
扫描速度	100 mm/s	300 mm/s
扫描间距	100 μm	200 μm
粉末层厚	40 μm	
预热温度	40 ℃	
气氛环境	氧含量≤1.3%	

在样品制备过程中, 采用了交叉栅格式扫描策
略, 如图 3 所示. 该扫描策略已被证明是一个提高
选区激光熔化成形样品致密度的扫描策略^[19], 在
本实验中能减小因孔隙带来的纳米力学性能测量
误差. 所有样品成形尺寸为 5 mm×5 mm×5 mm.

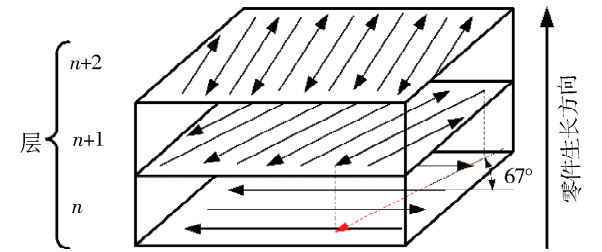


图 3 铜合金选区激光熔化成形扫描策略
Fig. 3 Scanning strategy for selective laser melting
of copper alloys

2.3 纳米压痕实验

在完成样品 SLM 成形后, 进行线切割处理.

选用的纳米力学测试系统最大纵向位移为 80 μm,
对测量的零件表面粗糙度非常敏感, 因此, 在进行
纳米力学测试前, 对样品进行抛光处理. 每个样品
均测量至少 5 个点, 求其平均值作为最终样品纳米
硬度测量值. 图 4 为在激光功率 165 W、扫描速度
100 mm/s、扫描间距 100 mm 参数下选区激光熔
化铜合金样品整个纳米压痕测试加载卸载过程中
的载荷-位移曲线及压痕示意图^[20]. 采用最大载
荷 6000 μN 进行加载, 加载函数为线性加载 30 s,
保持最大载荷加载 5 s, 线性卸载 30 s. 根据硬度
定义公式^[21]有:

$$H = \frac{P_{\max}}{A} (A = 26.43h_c^2) \tag{1}$$

式中, P_{\max} 为最大加载力, A 为接触投影面积, h_c 为
接触深度.

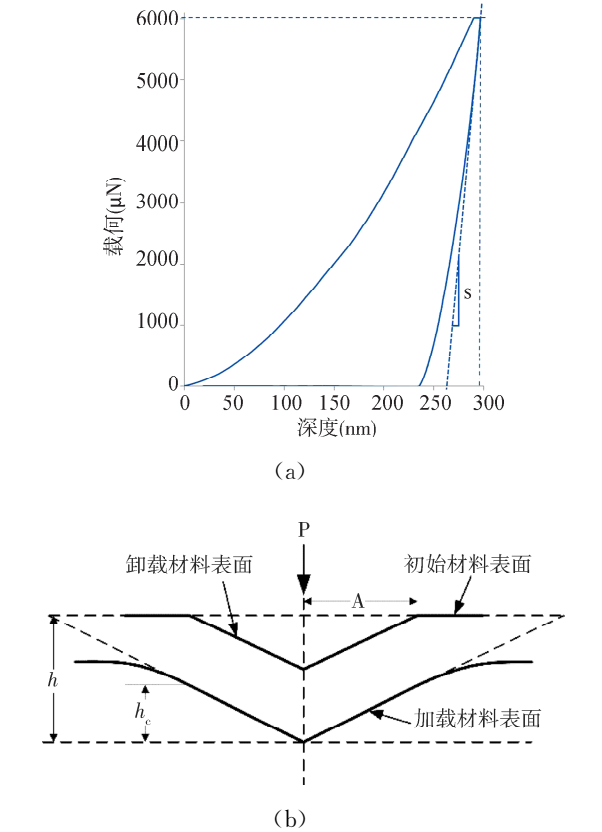


图 4 (a) 纳米压痕测试载荷-位移曲线；(b) 压痕示意图
Fig. 4 (a) Load-displacement curve of nanoindentation
test; (b) indentation schematic diagram

3 实验结果与讨论

根据公式(1), 纳米压痕实验测试结果如表 2
所示. 为了减少测试过程中仪器引入误差, 纳米硬
度测试采用随机序进行, 如表 2 中运行序所示.

表 2 不同工艺参数的选区激光熔化铜合金样件的纳米硬度

Tab. 2 Nanohardness of selective laser melted copper alloy samples with different process parameters

标准序	运行序	激光工艺参数		测量结果	
		激光功率 (W)	扫描速度 (mm/s)	扫描间距 (μm)	纳米硬度 (GPa)
1	3	165	100	100	2.71
2	1	195	100	100	2.74
3	2	165	300	100	3.12
4	10	195	300	100	2.81
5	8	165	100	200	2.79
6	5	195	100	200	2.78
7	4	165	300	200	2.94
8	11	195	300	200	2.83
9	9	180	200	150	2.83
10	6	180	200	150	2.79
11	7	180	200	150	2.86

根据表 2 中纳米硬度测试结果,可以得出影响纳米硬度的各个因子的主效应图,如图 5 所示. 可以看出,随着功率的增加,纳米硬度呈下降趋势,而随着扫描速度、扫描间距的增加,纳米硬度呈上升趋势,因此,可以得出选区激光熔化成形零件表面纳米硬度与成形工艺参数有关.

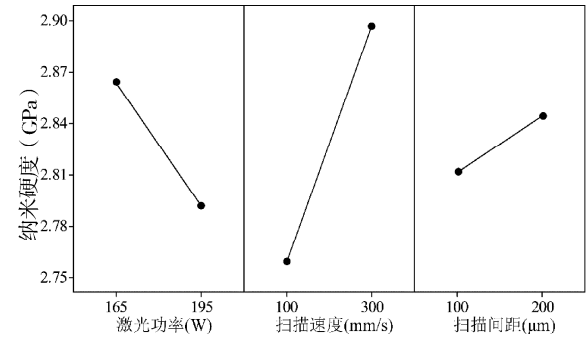


图 5 纳米硬度各因子主效应图
Fig. 5 Main effect diagrams of nanohardness factors

通过进一步拟合主效应因子和二阶交互效应项,可以得出影响纳米硬度各因子项的标准化效应帕累托图,如图 6 所示. 在显著水平 $\alpha=0.05$ 的情况下,从图 6 可以判断出激光功率、扫描速度以及它们的交互因子是显著因子,在 SLM 成形过程对纳米硬度影响显著.

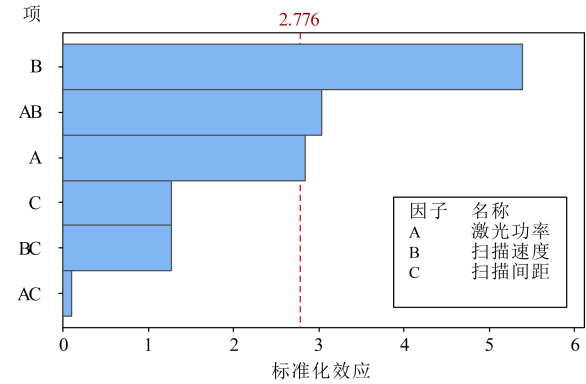


图 6 标准化效应的帕累托图
Fig. 6 Pareto diagram of standardization effect

结合纳米硬度测试结果及各影响因子进行方差分析,分析结果如表 3 所示. 从表 3 可以看出,主效应影响因子中,扫描速度的 P 值为 $0.006 < 0.01$,即表示扫描速度对纳米硬度影响高度显著. 在弯曲项中, P 值为 0.816,说明选定的模型没有明显的弯曲,且在失拟项中, P 值为 0.554,证明选定的模型没有明显地失拟.

表 3 纳米硬度及各影响因子方差分析结果

Tab. 3 Analysis of variance of nano-hardness and its influencing factors

来源	自由度	Adj SS	Adj MS	F 值	P 值
模型	6	0.064575	0.010763	8.3	0.030
主效应	3	0.050437	0.016812	12.96	0.016
激光功率 (A)	1	0.010513	0.010513	8.10	0.047
扫描速度 (B)	1	0.037812	0.037812	29.15	0.006
扫描间距 (C)	1	0.002112	0.002112	1.63	0.271
2 因子交互作用	3	0.014137	0.004712	3.63	0.122
AB	1	0.012013	0.012013	9.26	0.038
AC	1	0.000013	0.000013	0.01	0.927
BC	1	0.002112	0.002112	1.63	0.271
误差	4	0.005189	0.001297		
弯曲	1	0.000109	0.000109	0.06	0.816
失拟	1	0.001013	0.001013	0.50	0.554
纯误差	2	0.004067	0.002033		
合计	10	0.069764			

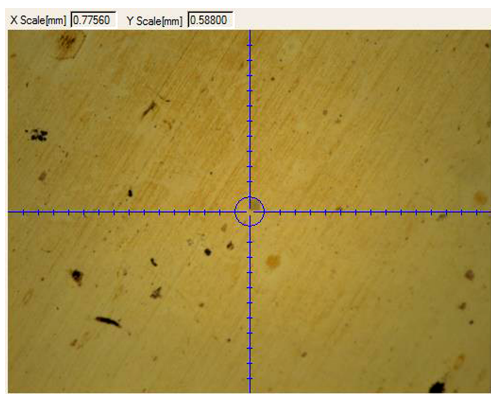
在激光功率 165 W、扫描间距 100 mm 工艺参数下,扫描速度分别为 100 和 300 mm/s,选区激光熔化铜合金样件的 SEM 如图 7 所示. 因为扫描速度直接影响成形过程中凝固速度,扫描速度越大,凝固越快,过冷度则越大,因而试样 3 较试样 1 零件组织更为细密. 根据霍尔-佩奇原理^[22],组织细

化,材料强度及硬度均会提高。同时,激光功率对纳米硬度影响具有显著作用,同样可解释为对成形过程中温度场的影响,激光功率越高,则维持熔化

状态越长,凝固速度越慢,从而影响其组织形核与生长,进而影响其纳米力学性能。



(a)



(b)

图 7 样件 SEM 图: (a)扫描速度 100 mm/s; (b)扫描速度 300 mm/s

Fig. 7 Sample SEM diagram: (a) scanning speed 100 mm/s; (b) scanning speed 300 mm/s

4 结 论

本文通过正交实验设计分析了选区激光熔化成形工艺参数与其成形样件纳米力学性能的关系,发现激光功率和扫描速度以及它们的相互作用效应对成形样件纳米硬度影响显著,尤其扫描速度对纳米硬度影响具有高度显著作用。因此,在满足实际应用需求的情况下,为提高零件表面纳米力学性能,可优先调整扫描速度。

参考文献:

- [1] Kamran Mumtaz NH. Selective laser melting of Inconel 625 using pulse shaping [J]. *Rapid Prototyping J*, 2010, 16: 248.
- [2] Ventura A P, Wade C A, Pawlikowski G, *et al.* Mechanical properties and microstructural characterization of Cu-4.3 Pct Sn fabricated by selective laser melting [J]. *Metall Mater Trans A*, 2016, 48: 178.
- [3] Thijs L, Verhaeghe F, Craeghs T, *et al.* A study of the micro structural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V [J]. *Acta Mater*, 2010, 58: 3303.
- [4] Gu D D, Meiners W, Wissenbach K, *et al.* Laser additive manufacturing of metallic components; materials, processes and mechanisms [J]. *Int Mater Rev*, 2013, 57: 133.
- [5] Kruth J P, Mercelis P, Van Vaerenbergh J, *et al.*

- Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting [J]. *Rapid Prototyping J*, 2005, 11: 26.
- [6] Strano G, Hao L, Everson R M, *et al.* Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting [J]. *J Mater Process Technol*, 2013, 213: 589.
- [7] Leary M. Surface roughness optimisation for selective laser melting (SLM) [M]// Brandt M. *Laser additive manufacturing*. [S. l.]: Woodhead Publishing, 2017: 99.
- [8] Li C, White R, Fang X Y, *et al.* Microstructure evolution characteristics of inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment [J]. *Mater Sci Eng: A*, 2017, 705: 20.
- [9] Gu D D, Hagedorn Y C, Meiners W, *et al.* Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium [J]. *Acta Mater*, 2012, 60: 3849.
- [10] Huang Y C, Chang S Y, Chang C H. Effect of residual stresses on mechanical properties and interface adhesion strength of SiN thin films [J]. *Thin Solid Films*, 2009, 517: 4857.
- [11] Hao L, Raymont D, Yan C Z, *et al.* Design and additive manufacturing of cellular lattice structures [C]//Bartolo P J, *et al.* *Innovative developments in virtual and physical prototyping*. London: Taylor & Francis Group, 2012: 249.

[12] Calignano F. Design optimization of supports for overhanging structures in aluminum and titanium alloys by selective laser melting [J]. *Mater Des*, 2014, 64: 203.

[13] Attar H, Prashanth K G, Chaubey A K, *et al*. Comparison of wear properties of commercially pure titanium prepared by selective laser melting and casting processes [J]. *Mater Lett*, 2015, 142: 38.

[14] Zhou Y, Wen S F, Song B, *et al*. A novel titanium alloy manufactured by selective laser melting: microstructure, high temperature oxidation resistance [J]. *Mater Des*, 2016, 89: 1199.

[15] Van Hooreweder B, Apers Y, Lietaert K, *et al*. Improving the fatigue performance of porous metallic biomaterials produced by selective laser melting [J]. *Acta Biomater*, 2017, 47: 193.

[16] 靳巧玲, 李国禄, 王海斗, 等. 纳米压痕技术在材料力学测试中的应用[J]. *表面技术* 2015, 44: 127.

[17] Aboulkhair N T, Everitt N M, Ashcroft I, *et al*. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting [J]. *Addit Manuf*, 2014, 1-4: 77.

[18] Zhang B C, Lee X H, Bai J M, *et al*. Study of selective laser melting (SLM) Inconel 718 part surface improvement by electrochemical polishing [J]. *Mater Des*, 2017, 116: 531.

[19] Mao Z, Zhang D, Wei P, *et al*. Manufacturing feasibility and forming properties of Cu-4Sn in selective laser melting [J]. *Materials*, 2017, 10: 333.

[20] Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments [J]. *J Mater Res*, 1992, 7: 1564.

[21] Uzun O, Kölemen U, Çelebi S, *et al*. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique [J]. *J Eur Ceram Soc*, 2005, 25: 969.

[22] Scudino S, Liu G, Sakaliyska M, *et al*. Powder metallurgy of Al-based metal matrix composites reinforced with β -Al₃Mg₂ intermetallic particles: analysis and modeling of mechanical properties [J]. *Acta Mater*, 2009, 57: 4529.

引用本文格式:

中 文: 易力力,毛忠发,张正文. 选区激光熔化铜合金纳米力学性能实验研究[J]. *四川大学学报: 自然科学版*, 2019, 56: 689.

英 文: Yi L L, Mao Z F, Zhang Z W. The experimental research of nano-mechanical property for copper alloy during selective laser melting [J]. *J Sichuan Univ: Nat Sci Ed*, 2019, 56: 689.