

热处理对增材制造 Ti-6Al-4V 合金组织及性能的影响

杜中祥¹ 王心彧¹ 李慕勤¹ 胡 明¹ 宿玉成¹ 李述军² 侯文韬²
(1.佳木斯大学材料科学与工程学院; 2.中国科学院金属研究所)

摘 要 采用电子束选区熔化(EBM)技术制备了 Ti-6Al-4V 合金试样,研究了不同热处理工艺对其显微组织和力学性能的影响。结果表明,将 EBM 制备的钛合金试样在 800~950 ℃下退火 40 min 后,试样主要由 α 相和少量 β 相组成;退火温度的变化对 β 相体积分数影响不大。随着退火温度升高,试样中的 α 片层明显变粗,导致 EBM 试样的强度降低,延展性增加。另外,残余应力减小,材料塑性提高,从而导致断裂韧性以及疲劳性能增强。对于 EBM 法制备的 Ti-6Al-4V 合金,可以通过热处理工艺改善其力学性能,达到强度与塑性的平衡。

关键词 电子束选区熔化;Ti-6Al-4V 合金;热处理;显微组织;力学性能

中图分类号 TG146.2⁺5;TG166.5 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2022.09.007

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of Heat Treatment on the Microstructure and Properties of Additive Manufacturing Ti-6Al-4V Alloy

Du Zhongxiang¹, Wang Xinyu¹, Li Muqin¹, Hu Ming¹, Su Yucheng¹, Li Shujun², Hou Wentao²
(1.School of Materials Science and Engineering, Jiamusi University;
2.Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences)

Abstract: The effects of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated by electron beam melting were investigated. The results indicate that the EBM Ti-6Al-4V alloy mainly consists of α phase and small amount of β phase after heat treatment at 800~950 ℃ for 40 min. The volume fraction of β phase is hardly affected by the annealing temperature. The α lamella is coarsened with the increase of heat treatment temperature, resulting in the decrease of strength and increase of plasticity of EBM Ti-6Al-4V alloy. The residual stress is reduced and the plasticity of the material is improved, leading to the enhanced fracture toughness and fatigue properties. Mechanical properties of EBM Ti-6Al-4V alloy can be improved by heat treatment to achieve a balance between strength and plasticity.

Key Words: Electron Beam Melting, Ti-6Al-4V Alloy, Heat Treatment, Microstructure, Mechanical Properties

电子束选区熔化技术(Electron beam melting, EBM)所制备的钛合金的力学性能与微观组织形貌有着密切联系。常见的钛合金显微组织有等轴组织、双态组织、网篮组织以及魏氏组织^[1~3]。热处理工艺可以改

收稿日期:2022-03-06
基金项目:国家自然科学基金资助项目(51871220, 51631007);辽宁省自然科学基金计划资助项目(LACT-007);重点实验室装备预先研究基金资助项目(6142A03-2020-07)
第一作者简介:杜中祥,男,1996 年出生,硕士研究生,黑龙江佳木斯(154007),E-mail:815646904@qq.com
通信作者:李述军,男,1975 年出生,研究员,沈阳(110016),E-mail:shjli@imr.ac.cn
引用格式:杜中祥,王心彧,李慕勤,等. 热处理对增材制造 Ti-6Al-4V 合金组织及性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2022,42(9):1 086-1 090.
DU Z X, WANG X Y, LI M Q, et al. Effects of heat treatment on the microstructure and properties of additive manufacturing Ti-6Al-4V alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2022, 42(9):1 086-1 090.

[16] 邱云基, 申梦清, 牛晓峰, 等. 选区激光熔化 316L 粉末过程数值模拟研究[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(9): 1 092-1 096.

[17] WU Y C, SAN C H, CHANG C H, et al. Numerical modeling of melt-pool behavior in selective laser melting with random powder distribution and experimental validation[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2018, 254: 72-78.

[18] DAI D H, GU D D. Tailoring surface quality through mass and momentum transfer modeling using a volume of fluid method in selective laser melting of TiC/AlSi10Mg powder[J]. International Journal of Machine Tools & Manufacture, 2015, 88: 95-107.

[19] ZHANG W X, HOU W Y, DEIKE L, et al. Understanding the Rayleigh instability in humping phenomenon during laser powder bed fusion process[J]. International Journal of Extreme Manufacturing, 2022, 4(1): 015 201.

(编辑:彭瑾)

变钛合金中 α 相和 β 相比例、形态和相界面,从而影响力学性能^[4]。目前有关热处理对增材制造钛合金显微组织和力学性能等研究的报道较多。李文贤等^[5]研究了热处理制度对选择性激光熔化成形技术(SLM)成形 Ti-6Al-4V 钛合金显微组织和力学性能的影响。结果表明,激光成形试样的组织主要由呈外延生长的粗大柱状晶组成,原始柱状 β 晶粒的显微组织由大量的针状 α' 相组成;随退火温度升高,条状 α 相的宽度先增加后降低,强度降低,塑性增加;在 $(\alpha + \beta)$ 两相区固溶时,随固溶温度升高, α 相的长宽比增加,间距减小, α 束集变大,强度升高,塑性降低;在 800 °C 保温 2 h 炉冷的试样综合力学性能较好;卓君^[6]采用等离子弧熔丝增材制造成形 Ti-6Al-4V 钛合金结构件,研究了不同温度固溶时效热处理条件下 Ti-6Al-4V 钛合金组织与力学性能的变化。结果表明,当固溶温度超过 920 °C 时, Ti-6Al-4V 合金的微观组织由网篮组织转变为针状组织,抗拉强度和显微硬度呈增高趋势,伸长率较沉积态略有下降;刘逸婷等^[7]用激光快速成形方法制备了 Ti-6Al-4V 合金,研究了不同热处理制度对激光快速成形 Ti-6Al-4V 合金的显微组织和室温拉伸力学性能的影响。发现热处理过程中针状马氏体向板条 α 相转变,随着热处理温度升高,板条 α 相逐渐粗化。激光快速成形制造的 Ti-6Al-4V 合金的力学性能表现出明显的各向异性,热处理未明显减弱其各向异性。

虽然国内外已经针对增材制备 Ti-6Al-4V 合金组织性能开展了大量研究,但关于热处理制度对于电子束选区熔化工艺制备的 Ti-6Al-4V 影响的研究报道还很少。因此,本课题通过电子束选区熔化技术制备出 Ti-6Al-4V 合金,研究了热处理对其组织和力学性能的影响,并对其内在机制进行了探讨。

1 试验材料和方法

原料为 Ti-6Al-4V ELI 医疗(外科植入)合金粉末,粉末颗粒呈近似球形,平均粒径约为 50 μm , Ti-6Al-4V 合金粉末的化学成分见表 1。

表 1 Ti-6Al-4V ELI 合金粉末的化学成分

Tab.1 Chemical composition of Ti-6Al-4V ELI alloy powder %

ω_B							
Al	V	Fe	C	N	H	O	Ti
6.41	3.95	0.19	0.014	0.008 8	0.003 6	0.078	余量

利用 Arcam (A1) 型电子束选区熔化金属成形 (EBM) 设备沿垂直基板方向(Z 方向)制备出直径为 10 mm 的棒材,热处理工艺见表 2。根据 ASTM 拉伸试验,将热处理圆柱体加工拉伸试样(见图 1),在 Instron8872 型力学性能试验机上进行,拉伸速率为 0.5

mm/min。在 InstronE1000 上对原始态以及热处理态 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金试样进行室温疲劳试验以及断裂韧性试验,频率为 10 Hz,应力比为 0.1。

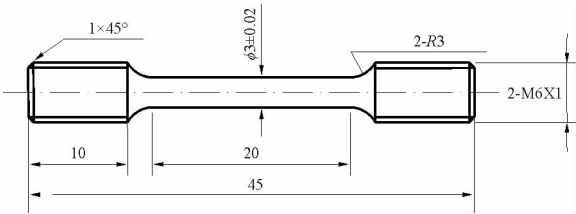


图 1 拉伸试样尺寸
Fig.1 Dimension of tensile specimen

表 2 热处理工艺设计

Tab.2 Design of heat treatment process

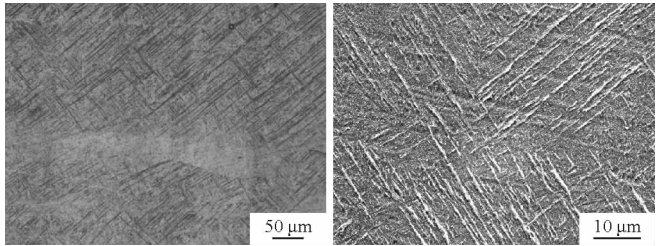
试样编号	固溶温度/°C	保温时间/min	冷却方式	时效温度/°C	时效时间/h	冷却方式
A	800	40	炉冷	—	—	—
B	850	40	炉冷	—	—	—
C	900	40	炉冷	—	—	—
D	950	40	炉冷	—	—	—
E	1 050	40	炉冷	—	—	—

热处理后,经过镶样、磨样、抛光、腐蚀制备成金相试样,腐蚀剂采用 HF : HNO₃ : H₂O 体积比为 8 : 15 : 77 的混合溶液。分别采用布鲁克 D8 Advance X 射线衍射仪对试样进行物相检测分析;采用 DM2000X 型金相显微镜观察试样组织形貌;采用 JSM-6360LV 扫描电镜观察其组织。采用 HMV-2T 显微硬度测量仪测量其显微硬度,加载载荷为 1 N,保载时间为 10 s。

2 试验结果与分析

2.1 原始打印态组织

在 EBM 制备过程,熔化的 Ti-6Al-4V 合金在凝固过程中冷却速率较快,制得合金为针状组织,以 α' 马氏体相为主体,见图 2。 α' 片层组织之间存在片层很薄的 β 相。对于 EBM 制备的 Ti-6Al-4V 构件,其组织与构件尺寸密切相关。随着构件尺寸减小,其组织由 $\alpha + \beta$ 相向针状 α' 马氏体相转变^[8]。



(a) OM (b) SEM
图 2 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金 OM 和 SEM 形貌
Fig.2 OM and SEM morphologies of EBM fabricated Ti-6Al-4V alloy

2.2 热处理对 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金相组成的影响

不同状态试样的 XRD 检测结果见图 3。可以看出,电子束选区熔化制备的 Ti-6Al-4V 合金主要含 α 相, β 相含量较低。LOPATA S L 等^[9]以及 HAO Y L 等^[10]研究表明, β 相与 α 相衍射峰峰值比可以用来描述

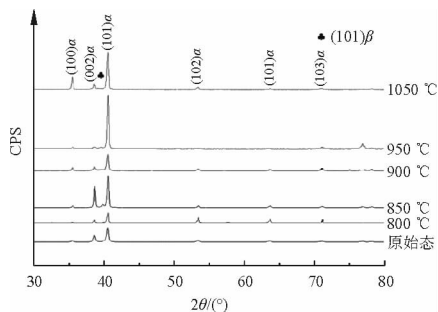


图 3 不同状态 Ti-6Al-4V 的 XRD 衍射图谱

Fig.3 XRD patterns of Ti-6Al-4V alloy in different states

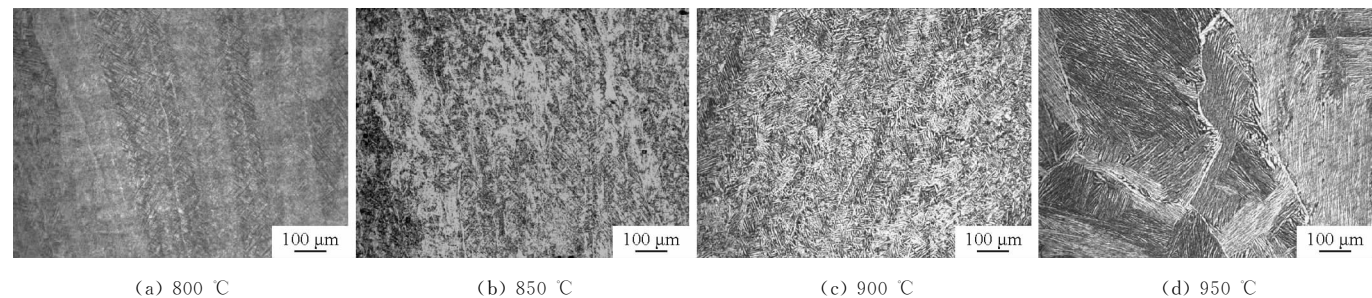


图 4 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金不同温度退火 40 min 后的 OM 显微组织

Fig.4 OM microstructure of EBM fabricated Ti-6Al-4V alloy annealed at different temperatures for 40 min

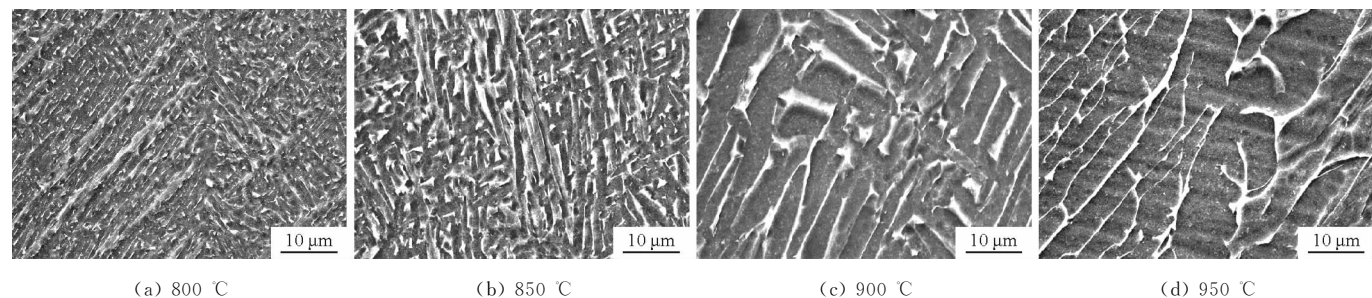


图 5 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金不同温度退火 40 min 后的 SEM 显微组织

Fig.5 SEM microstructure of EBM fabricated Ti-6Al-4V alloy annealed at different temperatures for 40 min

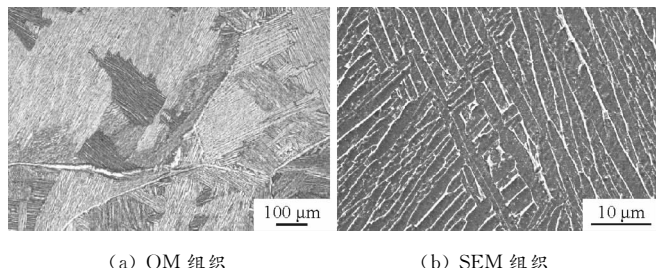
升到 850 °C, α 片层厚度逐渐增大。退火温度为 900 °C 时的合金组织中,多为成短粗状的 α 片层,主要是由保温过程中形成的 β 相在炉冷过程中转变而成的。冷却速度较低,生成的片层较厚,这些片层生长受到由马氏体转变成的粗大 α 片层间距限制,从而多呈短粗状。当退火温度从 900 °C 升至 950 °C 时,在接近 β 相区保温,在原始 β 晶粒内部得到粗大片层 α 相组织,原始 β 晶粒晶界处有细长晶界 α 相生成(见图 4 和图 5)。

图 6 为电子束增材制造的 Ti-6Al-4V 合金在 β 相区保温 40 min 后炉冷的显微组织。可以看出,在 β 相区保温,炉冷后得到魏氏组织。由于其冷却速度慢, β

β 相的体积分数随退火温度的变化。检测分析结果中的 $(101)\beta$ 与 $(101)\alpha$ 峰值的比值表明,不同退火温度对 β 相的体积分数影响不大。

2.3 热处理对 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金组织的影响

图 4 和图 5 分别为电子束增材制造的 Ti-6Al-4V 合金在不同温度退火处理后的 OM 和 SEM 组织形貌。退火处理可以调整组织、消除残余应力及组织缺陷,减少成形试样的开裂及变形倾向^[11]。为了更好地改善 Ti-6Al-4V 试样的性能,退火温度应设定在再结晶温度(750 °C)和 β 相变温度(995 °C)范围之内,故设定退火温度为 800、850、900 和 950 °C,保温时间为 40 min,炉冷。可以看出,在 800 °C 退火后的合金中,由马氏体分解而成的 α 片层尺寸与原始组织中的 α' 马氏体片层相差不大。其中有一些粗大的 α 片层是由相同柏氏位相的马氏体片层合并生长而成。随着退火温度从 800 °C



(a) OM 组织 (b) SEM 组织

图 6 EBM Ti-6Al-4V 合金在 β 相区保温后 OM 和 SEM 显微组织

Fig.6 OM and SEM microstructure of EBM fabricated Ti-6Al-4V alloy after holding in β phase zone

相通过扩散相变产生片层较厚的 α 相。

2.4 热处理对 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金性能的影响

图 7 为退火温度对 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金试样显微硬度的影响。可以看出,随着退火温度升高,试样的显微硬度呈下降的趋势。这主要是由于退火处理后,试样中的针状马氏体转变为 α 相以及 α 相晶粒之间分散的细小的 β 相,得到了比较稳定的 $(\alpha + \beta)$ 相。表 3 为室温拉伸试验结果。可以看出,随着退火温度升高,抗拉强度下降,延展性提高。这主要是由于 α 相片层粗化引起。根据 Hall-Petch^[12] 关系:

$$\sigma_b = \sigma_{0.2} + kd^{-\frac{1}{2}} \tag{1}$$

式中, $\sigma_{0.2}$ 为屈服强度; k 为晶界对强度的影响系数; d 为晶粒的平均直径或片层平均厚度,材料的强度与其片层厚度呈反比。因此,EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金的力学性能随退火温度的升高逐渐下降。 α 片层厚度的增加,在塑性变形过程中会激活更多的滑移系,使得材料的塑性有所提高^[13,14]。此外,热处理还可导致合金组织内位错发生运动,缠结中的位错重新组合,使位错密度下降,内应力得到释放,因此强度下降、塑性提高^[15]。

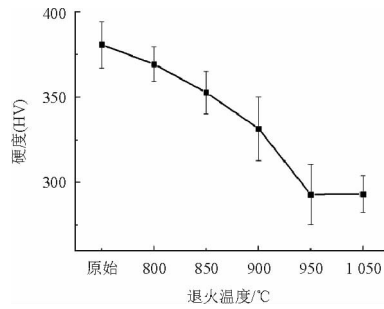


图 7 退火温度对 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金显微硬度的影响
Fig.7 Effect of annealing temperature on microhardness of EBM fabricated Ti-6Al-4V alloy

表 3 室温拉伸力学性能

试样	$\sigma_{0.2}$ /MPa	σ_b /MPa	δ /%	ψ /%
原始态	1 060.0	1 100.5	9.8	18.9
800 °C	996.2	1 057.2	11.6	31.4
850 °C	985.1	1 048.4	12.4	34.6
900 °C	974.6	1 041.6	13.2	37.5
950 °C	965.8	1 032.8	14.0	41.0

2.5 热处理对 EBM 法制备 Ti-6Al-4V 合金的室温断裂韧度的影响

断裂韧度越高其使用越安全^[16]。表 4 为断裂韧度试验结果。可以看出,经过热处理后断裂韧度增强,主要是由于原始态试样中存在残余应力,经过热处理后残余应力减小,材料塑性提高,从而导致 K_Q 增大。

通常用平面断裂韧度 K_Q 来表征金属材料抵抗裂纹失稳扩展的能力,其可以表示为:

$$K_Q = \frac{F_Q \times f\left(\frac{a}{w}\right)}{(B \times W^{0.5})} \tag{2}$$

表 4 断裂韧度试验结果

Tab.4 Results of fracture toughness test

试样编号	B/mm	W/mm	F_{max}/F_Q	a/w	$K_Q/(MPa \cdot m^{0.5})$
原始 1-垂直加工方向	20.06	39.95	1.08	0.5	90.7
原始 2-垂直加工方向	20.04	39.99	1.16	0.5	90.5
原始 1-平行加工方向	20.04	39.14	1.34	0.51	96.5
原始 2-平行加工方向	20.04	39.14	1.22	0.51	99.5
热处理 1-垂直加工方向	20.08	39.19	1.26	0.51	102
热处理 2-垂直加工方向	20.00	39.23	1.43	0.51	91.8

式中, F_Q 为最大载荷; B 为试样的厚度; w 为试样的宽度; a 为初始裂纹的长度; a/w 在 0.45~0.55 的标准范围内,设定为 0.5, $f(a/w)$ 通过查询 GBT21143-2007 得到。根据式(2)可以求得不同条件下试样对应的 K_Q 值。为确定表 4 中的 K_Q 能否作为有效值,还需要对测试结果进行有效性判断,判定依据:

$$a \geq 2.5 \left(\frac{K_Q}{R_{P0.2}} \right)^2 \tag{3}$$

$$B \geq 2.5 \left(\frac{K_Q}{R_{P0.2}} \right)^2 \tag{4}$$

$$w - a \geq \left(\frac{K_Q}{R_{P0.2}} \right)^2 \tag{5}$$

结合式(3)~式(5)可得, K_Q 为有效值。

2.6 热处理对 EBM 制备 Ti-6Al-4V 合金高周疲劳性能的影响

图 8 为根据对原始态和热处理态的光滑试样进行疲劳强度测试数据作出的 S-N 曲线。可以看出,热处理后光滑试样的疲劳强度为 550 MPa,大于原始态光滑试样的疲劳强度(450 MPa),疲劳强度平均提高 100 MPa,这是因为热处理后光滑试样的残余应力减小,使整个试样的残余应力分布基本一致,抗疲劳性能得到加强^[17]。

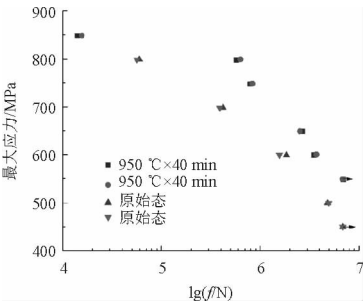


图 8 EBM 制备 Ti-6Al-4V 原始态和热处理态光滑试样的 S-N 曲线

Fig.8 S-N curves of primary and heat-treated smooth specimens of EBM fabricated Ti-6Al-4V alloy

3 结 论

(1) 电子束选区熔化制备的 Ti-6Al-4V 合金在 800~950 ℃退火的显微组织以 α 相片层为主, 片层之间有少量的 β 相。

(2) 电子束选区熔化制备 Ti-6Al-4V 合金中 β 相体积分数随退火温度变化不大; 在 800~950 ℃退火处理后, α 相片层有增厚的趋势, 且热处理温度越高, 层厚变化越明显。该 α 相片层的粗化导致试样强度下降, 塑性提高。

(3) EBM 法制备的 Ti-6Al-4V 合金试样热处理后残余应力降低, 疲劳性能以及断裂韧性得到提升。

(4) 对于 EBM 法制备的 Ti-6Al-4V 合金, 可以通过热处理工艺改善其力学性能, 达到强度与塑性的平衡。

参 考 文 献

- [1] WANG G Q, CHEN Z Y, LI J W, et al. Microstructure and mechanical properties of electron beam welded titanium alloy Ti-6246[J]. Journal of Materials Science and Technology, 2018, 34(3): 570-576.
- [2] GIL F J, GINEBRA M P, MANERO J M, et al. Formation of α -Widmanstätten structure: Effects of grain size and cooling rate on the Widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy[J]. Journal of Alloy and Compound, 2001, 329(1-2): 142-152.
- [3] 辛社伟, 赵永庆, 曾卫东. 钛合金固态相变的归纳与讨论(Ⅲ)——常用检测方法[J]. 钛工业进展, 2008, 25(3): 26-33.
- [4] 刘建强. TC4 钛合金的显微组织及其抗冲击韧性[J]. 热加工工艺, 2013, 42(12): 63-66.
- [5] 李文贤, 易丹青, 刘会群, 等. 热处理制度对选择性激光熔化成形 TC4 钛合金的组织与力学性能的影响[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2017, 22(1): 70-78.
- [6] 卓君. 热处理对 3D 打印 TC4 钛合金组织与力学性能的影响[J]. 钛工业进展, 2019, 36(4): 19-23.
- [7] 刘逸婷, 吉海滨, 雷家峰, 等. 热处理对激光快速成形 TC4 构件组织与性能影响规律研究[A]. 第十六届全国钛及钛合金学术交流会[C]. 西安, 2016.
- [8] ZHAO X L, LI S J, ZHANG M, et al. Comparison of the microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting and electron beam melting[J]. Mater. Design, 2016, 95: 21-31.
- [9] LOPATA S L, KULA E B. Quantitative phase analysis in textured materials[J]. Trans. Met. Soc. AIME., 1965, 233: 288-293.
- [10] HAO Y L, YANG R, NIINOMI, M, et al. Aging response of the young's modulus and mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr for biomedical applications[J]. Metallurgical & Materials Transactions, 2003, A34: 1 007-1 012

- [11] 谭超林. 选区激光熔化成形马氏体时效钢及其复合、梯度材料研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2019.
- [12] MURR L E, ESQUIVEL E V, QUINONES S A, et al. Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti-6Al-4V biomedical prototypes compared to wrought Ti-6Al-4V[J]. Materials Characterization, 2009, 60(2): 96-105.
- [13] LÜTJERING G. Property optimization through microstructural control in titanium and aluminum alloys[J]. Materials Science & Engineering, 1999, A263(2): 117-126.
- [14] SURI S, VISWANATHAN G B, NEERAJ T, et al. Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α/β titanium alloy[J]. Acta Materialia, 1999, 47(3): 1 019-1 034.
- [15] HULL D, BACON D J. Movement of Dislocations-Chapter 3[M]. Switzerland: Elsevier, 2011.
- [16] 唐晓东, 史小云, 杜予珏. 热处理制度对 TC4 大棒材组织和性能的影响[J]. 热加工工艺, 2011, 40(20): 196-198.
- [17] 张杰, 张田仓, 陆业航, 等. TC4 钛合金线性摩擦焊接头组织及残余应力分布特征[J]. 航空制造技术, 2015(17): 127-130.

(编辑: 彭瑾)

小牛电动车采用一体化镁压铸车架

小牛电动正式发布全场景跨界机能座驾 SQI, 新发布的两轮电动自行车 SQI 开创性地应用了镁合金。这一材质较钢轻 75%、较铝合金轻 30%, 强度更高、抗震性更好, 且镁合金材质相比传统材质, 熔点更低, 能够大幅减少车辆在生产制造过程中的碳排放。

据悉, 与传统管架车不同, 两轮电动车 SQI 采用镁合金材料所打造的一体压铸成形车架, 整车无焊点全螺接, 车架外露且是镂空设计。与此同时, SQI 还搭载了镁合金轮毂电机, 采用了 17 英寸超大轮径镁合金轮毂。

随着汽车工业技术在两轮电动自行车领域的广泛应用, 两轮电动自行车不再是一辆简单的交通工具。应用镁铝材质与压铸工艺的 SQI, 在外形设计方面别具一格, 设计出众。航空级镁合金材料所打造的一体压铸成形车架让 SQI 具备极致轻量化的表现。这不仅让 SQI 拥有更加出色的续航表现, 在整车安全性方面也获得了显著提升。

据介绍, 这种车身一体化镁合金材料结构和现如今专注于打造整车新能源专属平台的一体化车身非常类似, 为提升车辆性能和整车三电系统合理布局提供了出色的解决方案。

(摘自中国有色金属报)