

选区激光熔化成形 TC4 合金退火态力学性能及组织的研究

郝锦曦 刘玉德 石文天 李佳宜 张 萌
(北京工商大学人工智能学院)

摘 要 研究了退火处理对选区激光熔化技术(SLM)制备的 TC4 钛合金的力学性能及显微组织影响。结果表明,选区激光熔化成形的 TC4 合金试样主要由针状 α' 相组成,随着退火温度升高,逐渐分解成 $\alpha+\beta$ 相,且由魏氏组织向网篮组织转化,伸长率逐渐增大,屈服强度下降,拉伸断口呈韧性断裂特征。综合比较,800 ℃×90 min 退火处理后合金具有较好的力学性能,抗拉强度为 902.43 MPa,伸长率为2.38%。

关键词 选区激光熔化;TC4 钛合金;退火处理;力学性能;显微组织

中图分类号 TP311;TG146.23

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.05.018

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Mechanical Properties and Microstructure of TC4 Samples Formed by
Selective Laser Melting after Annealing Treatment

Hao Jinxi, Liu Yude, Shi Wentian, Li Jiayi, Zhang Meng

(School of Artificial Intelligence, Beijing Technology and Business University)

Abstract: The mechanical properties and microstructure of TC4 titanium alloy prepared by selective laser melting (SLM) after annealing treatment were investigated. The results show that the TC4 sample formed by selective laser melting is mainly composed of acicular α' phase. With the increase of annealing temperature, α' is gradually decomposed into $\alpha+\beta$ phase, and gradually transformed from Widmannstätten structure to basket structure. The elongation is increased gradually with decreases of the yield strength, and the tensile fracture presents ductile fracture. The results show that the alloy present the satisfied mechanical properties with annealing at 800 ℃ for 90 min, with a tensile strength of 902.43 MPa and elongation of 2.38%.

Key Words: Selective Laser Melting, TC4 Titanium Alloy, Annealing Treatment, Mechanical Properties, Microstructure

TC4 钛合金由于强度高、耐腐蚀性强和断裂韧度高,因此广泛用于生物医学和航空航天工业等领域^[1~4]。然而,由于使用传统减材方法制备钛合金构件存在锻造设备大、材料利用率低,并且难以制造复杂形状与结构的零件等一系列问题,传统钛合金制造技术在一定程度上限制了 TC4 钛合金的应用^[5]。而基于数字模型的增材制造(AM)技术通过逐层打印来生产实体零件的方式,很好的解决了这一难题^[6]。与传统的等材、减材制造不同,增材制造是一种根据 3D 模型数据逐层制造零件的方法,是一种“自下而上”的手段。选区激光熔化技术(SLM)属于增材制造技术之一,并且是金属零件制造中的研究重点^[7~10]。选区激光熔化技术具有快速性、高灵活性和高集成度等优点,在制造后通

过适当的热处理工艺可以释放 SLM 工艺中的残余应力,获得具有更加优良性能的成形零件^[11,12]。XU W 等^[13]研究表明,使用 SLM 工艺与锻造形成的 TC4 钛合金零件相比,SLM 成形零件力学性能较差。WU S Q 等^[14]在热处理温度下建立了相应的微观组织和硬度规律。结果表明,热处理可以有效地改善 SLM 形成的 TC4 钛合金的硬度和拉伸性能。张成等^[15]研究发现,经 700 ℃×1.5h/空冷退火处理后可以有效提升 SLM 成形 TC4 钛合金试样的力学性能,其抗拉强度与未退火处理试样相比提高了 17%。因此,本课题采用高功率脉冲式激光器 SLM 成形 TC4 钛合金试样,并对其进行退火处理,研究了退火处理对合金微观组织、断口形貌和力学性能,为制备高性能 TC4 钛合金提供新的途

收稿日期:2021-01-20;修改稿收到日期:2021-02-08

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51975006)

第一作者简介:郝锦曦,女,1997 年出生,硕士研究生,北京(100048),E-mail:hao_jinxi@163.com

通信作者:刘玉德,男,1963 年出生,教授,北京(100048),E-mail:liu_yude@163.com

引用格式:郝锦曦,刘玉德,石文天,等. 选区激光熔化成形 TC4 合金退火态力学性能及组织的研究[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(5):607-610.
HAO J X, LIU Y D, SHI W T, et al. Mechanical properties and microstructure of TC4 samples formed by selective laser melting after annealing treatment[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(5):607-610.

径,为优化和改善 3D 打印钛合金的性能提供参考。

1 试验方法与设备

试验材料为 Ti-6Al-4V(TC4)粉末,其化学成分见表 1。TC4 粉末的 SEM 形貌见图 1。

表 1 Ti-6Al-4V 粉末化学成分

Tab.1 Chemical composition of the Ti-6Al-4V powder %							
w _B							
Al	V	Fe	C	N	O	H	Ti
6.22	3.96	0.25	0.04	0.03	0.14	0.01	余量

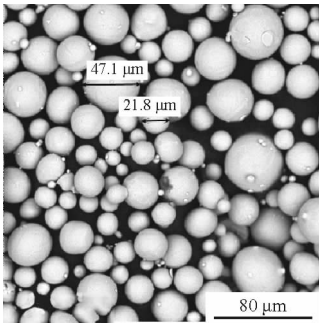


图 1 Ti-6Al-4V 粉末的微观形貌

Fig.1 Microstructure of Ti-6Al-4V powder

试验设备为 Renishaw AM400 激光熔化(Laser melting)3D 打印机,其最大成形件尺寸为 250 mm×250 mm×300 mm,保护气体为 99.99%的氩气。打印工艺参数:激光功率为 400W,层厚为 50 μm,扫描间距为 60 μm,扫描线速度为 600 mm/s,成形过程示意图 2。成形后在 KSL-1100X-L 箱式炉中分别进行 550、650、750、800、850 °C 退火,退火时间为 90 min,再空冷(AC)。用 Instron5966 力学拉伸机进行拉伸测试。利用 XQ-1 型金相试样镶嵌机镶嵌金相试样,用 ZMP-2000 金相磨抛机打磨抛光试样,再用 HNO₃、HCl、HF、H₂O 体积比为 2.5 : 1.5 : 1 : 95 的 Kroll 腐蚀液进行腐蚀,用 Phenom XL 台式扫描电镜进行显微组织观察;采用 Instron5966 型电子万能材料试验机进行拉伸试验,拉伸速度为 0.6 mm/min,拉伸试样尺寸见图 3。

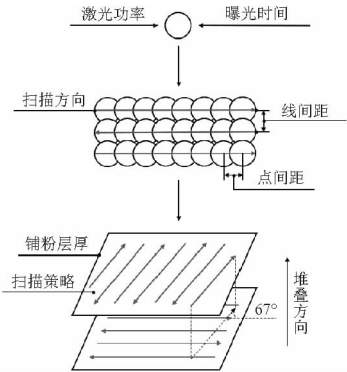


图 2 试样 SLM 成形过程

Fig.2 SLM forming process of the sample

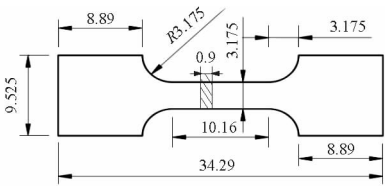


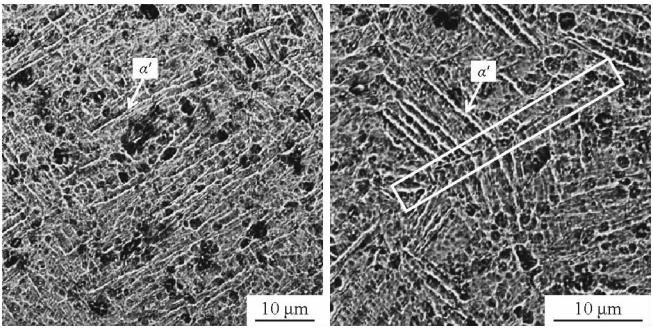
图 3 拉伸试样

Fig.3 Schematic diagram of tensile specimen

2 试验结果与分析

2.1 沉积态 SLM 试样微观组织分析

TC4 钛合金为 $\alpha + \beta$ 型钛合金,在锻造后,组织为转变 β 基体上分布等轴 α 相的典型等轴组织^[16]。图 4 为 SLM 成形 TC4 钛合金样件沉积态组织形貌。与锻造 TC4 不同的是,沉积态试样形貌主要呈现魏氏体组织特征,魏氏体存在晶界镶边,同时有大量互相平行的针状 α' 马氏体构成。由于沉积层经过 10⁴ K/s 的高冷却速率,因此,在单层 TC4 钛合金的形成过程中,激光束熔融预沉积的粉末床并形成液体熔池^[17]。随着熔池冷却到室温,在 β 相中固化,并当热量散失,形成棒状 β 晶粒。最后,在 SLM 工艺形成的典型高冷却速率作用下, β 相完全转变为针状 α' 马氏体相。



(a) 组织形貌 (b) 相互平行的针状 α' 马氏体

图 4 SLM 成形 TC4 试样沉积态显微组织

Fig.4 The microstructure of as-deposited TC4 sample formed by SLM

2.2 退火后 SLM TC4 样件显微组织分析

图 5 为 SLM 成形 TC4 钛合金试样经不同温度退火处理 90 min(AC)后的组织形貌。可以看出,在 550、650 °C 退火处理试样与沉积态试样组织变化不大,主要由针状马氏体 α' 相构成,但其含量略微减少,少量 α' 相分解出了细长条状 α 相和弥散 β 相,650 °C 退火处理后析出更多的 $\alpha + \beta$ 相;在 750 °C 退火处理时,温度升高,针状马氏体 α' 相在高温时大量分解,大量的长条状 α 相和 β 相出现, β 相开始聚集长大,组织为魏氏体与网篮组织的混合物,网篮组织形貌为网篮交错编排的条状 α 相分布于 β 相基体上;800 °C 退火处理时针状马氏体 α' 相已基本消失, β 相开始聚集长大,聚集成短棒状试

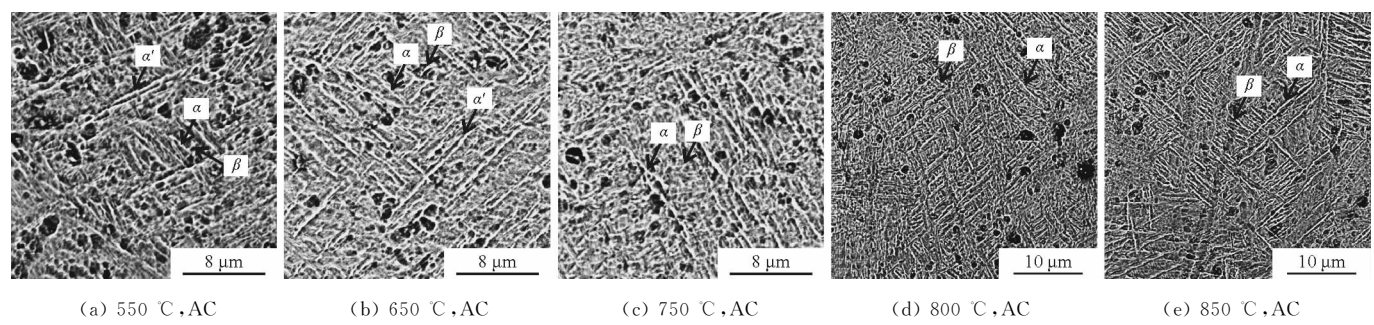


图 5 SLM 成形 TC4 试样经不同温度退火处理 90 min 后的显微组织

Fig.5 Microstructures of TC4 samples formed by SLM annealed at different temperatures

样;当退火温度到达 850 °C 时,分解的 α 相和 β 相分别进一步长大,长度及宽度都分别增大,组织已成为完全的网篮组织。

2.3 力学性能分析

图 6 为 SLM 成形 TC4 沉积试样与退火态试样的力学性能。SLM 成形 TC4 沉积态试样的抗拉强度为 981.4 MPa,伸长率为 1.358%,抗拉强度强于锻造的,但伸长率低于锻造的(TC4 锻件抗拉强度 ≥ 895 MPa,伸长率 $\geq 10\%$)。可以看出,在 550 °C 退火处理相较于沉积态的力学性能基本一样,因为其显微组织主要为针状马氏体 α' 相构成,相较于锻造 TC4 的 $\alpha + \beta$ 相的网篮组织,具有更低的伸长率;650 °C 退火处理后的试样,抗拉强度下降但伸长率增加,原因是在 650 °C 退火处理使得更多的 α' 相分解出 α 相和 β 相, β 相为 bcc 结构,具有 12 个滑移系,相较于 α' 相的具有 3 个滑移系的 hcp 结构,伸长率有所增大^[18];而 α' 相含量的减少及 β 相含量的增加破坏了组织的稳定性及平衡性,导致了抗拉强度下降。退火温度升高至 750 °C 时,合金伸长率明显升高, α' 相大量破碎,大量针状 α' 相转化为长条状 α 相,为伸长率大幅增加的主要原因;退火温度达 800 °C 及 850 °C 时, α' 相已完全分解,形貌完全转化为网篮组织,伸长率进一步增加,而 850 °C 退火处理样件抗拉强度却大幅下降,主要是因为温度较高, α 相及 β 相较为粗大,使得试样的抗拉强度较低。综合来看,在 800 °C 退火处理相

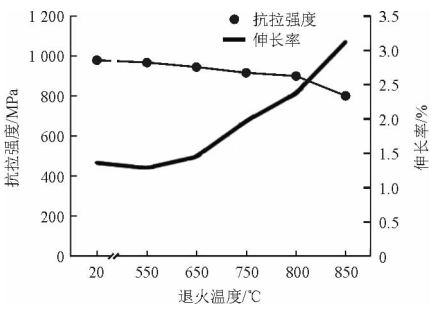


图 6 不同温度退火处理 90 min+空冷后 TC4 试样的力学性能

Fig.6 Mechanical properties of TC4 samples annealed at different temperatures for 90 min and air cooling

较于沉积态试样力学性能更优,抗拉强度为 902.43 MPa,伸长率为 2.38%。

2.4 拉伸断面分析

图 7 为 SLM 成形 TC4 沉积态样件与退火态试样

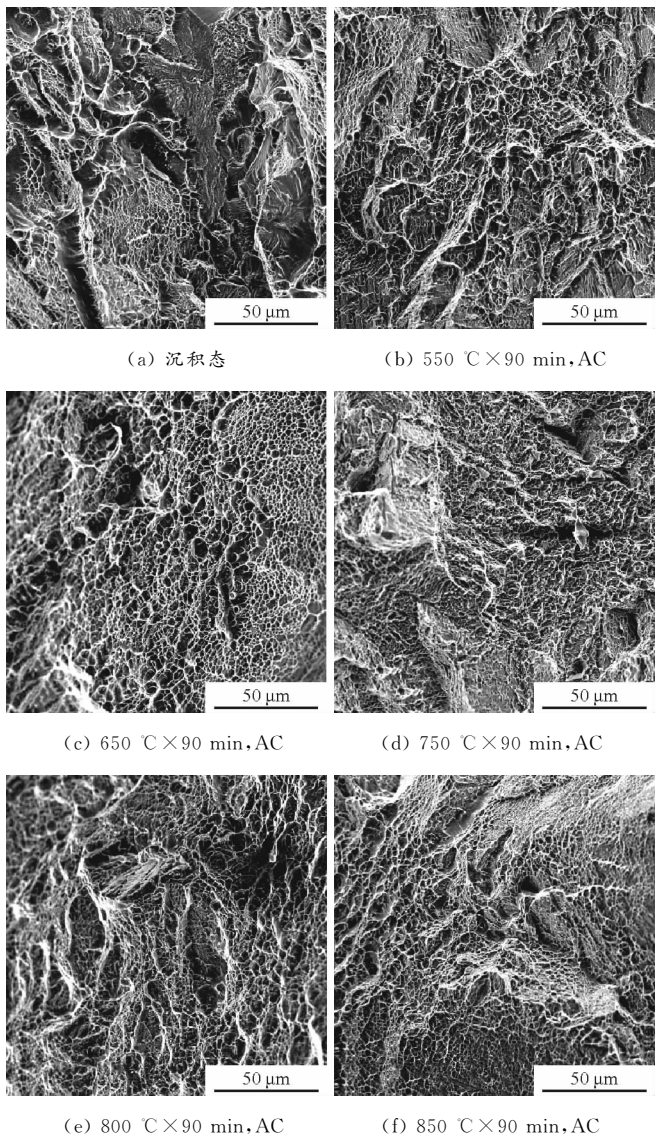


图 7 SLM 成形 TC4 试样沉积态及退火处理后的拉伸断面形貌

Fig.7 Tensile fracture morphology of TC4 sample formed by SLM at as-annealed and as-annealed slate

拉伸断口形貌。可以看出,沉积态试样具有大韧窝和明显台阶状拉伸断痕,兼具韧性断裂与脆性断裂的特征,为混合断裂。退火处理后的试样皆为深而密的韧窝,大韧窝中间夹杂着小韧窝,属于韧性断裂。其主要原因是进行退火处理后,样件显微组织由 α' 相逐渐分解为 $\alpha+\beta$ 相,形貌也由魏氏体组织向网篮组织转化,网篮组织发生断裂时的韧性较好,使得拉伸过程中位错的滑移距离变大,位错应力增大,裂纹堆积的应力增大,表现为韧性断裂,也表明退火后 SLM 成形 TC4 样件的综合力学性能优于沉积态的。

3 结 论

(1) SLM 成形 TC4 试样沉积态显微组织主要为针状马氏体 α' 相,随着退火温度增加, α' 相逐渐转化为 $\alpha+\beta$ 相,且组织逐渐由魏氏体组织向网篮组织转化。

(2) 退火可以有效提高 SLM 成形 TC4 试样的力学性能,退火温度升高,伸长率明显增加,其与显微组织 α' 相转化为 α 相和 β 相的过程,且 α 相和 β 相宽度和长度不断增大有关,800℃×90 min 退火处理试样力学性能较优,抗拉强度为 902.43 MPa,伸长率为 2.38%。

(3) SLM 成形 TC4 试样拉伸样件断口形貌呈现脆性和韧性的混合断裂,经过退火处理后,韧窝密而深,属于韧性断裂。

参 考 文 献

- [1] KIEL-JAMROZIK M, JAMROZIK W, WITKOWSKA I. The heat treatment influence on the structure and mechanical properties of Ti6Al4V alloy manufactured by SLM technology[A]//Conference on Innovations in Biomedical Engineering[C]. Springer, Cham., 2017.
- [2] 巩建强,杜文强,张璐,等.经 SLM 打印成形的 TC4 合金热处理研究[J].应用激光,2020,40(3):404-408.
- [3] ZHUANG J R, LEE Y T, HSIEH W H, et al. Determination of melt pool dimensions using DOE-FEM and RSM with process window during SLM of Ti6Al4V powder[J]. Optics & Laser Technology, 2018, 103: 59-76.
- [4] 马英怡,刘玉德,石文天,等.扫描速度对选区激光熔化 316L 不锈钢粉末成形缺陷及性能的影响[J].激光与光电子学进展,2019,56(10):210-219.
- [5] CHAO Q, HODGSON P D, BELADI H. Microstructure and texture evolution during symmetric and asymmetric rolling of a martensitic Ti-6Al-4V alloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2016, A47(1): 531-545.
- [6] FAN Z, FENG H. Study on selective laser melting and heat treatment of Ti-6Al-4V alloy[J]. Results in Physics, 2018, 10: 660-664.

- [7] 刘焕文,郑超,陈素明.热处理对激光选区熔化 AlSi10Mg 合金力学性能与组织的影响[J].特种铸造及有色合金,2020,40(5):523-525.
- [8] XU W, BRANDT M, SUN S, et al. Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition[J]. Acta Materialia, 2015, 85: 74-84.
- [9] BINGHENG L U, DICHEN L I. Development of the additive manufacturing (3D printing) technology[J]. Machine Building & Automation, 2013, 42(4): 1-4.
- [10] LI D C, HE J K, TIAN X Y, et al. Additive manufacturing: integrated fabrication of macro/micro-structures[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2013(6): 129-135.
- [11] 韩国梁,石文天,韩玉凡,等.金属材料增材制造成型结构研究进展综述[J].中国金属通报,2020(4):12-13.
- [12] 石文天,王朋,刘玉德,等.选区激光熔化成形 316L 表面质量及工艺试验研究[J].表面技术,2019,48(3):257-267.
- [13] XU W, SUN S, ELAMBASSERIL J, et al. Ti-6Al-4V additively manufactured by selective laser melting with superior mechanical properties[J]. JOM, 2015, 67(3): 668-673.
- [14] WU S Q, LU Y J, GAN Y L, et al. Microstructural evolution and microhardness of a selective-laser-melted Ti-6Al-4V alloy after post heat treatments[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 672: 643-652.
- [15] 张成,刘玉德,张萌,等.选区激光熔化 TC4 试样的力学性能及微观组织分析[J].特种铸造及有色合金,2020,40(3):302-306.
- [16] 汪波,曾卫东,彭雯雯.不同锻造工艺对 TC4 钛合金棒材显微组织与力学性能的影响[J].钛工业进展,2014,31(5):14-18.
- [17] SIMONELLI M, TSE Y Y, TUCK C. The formation of $\alpha+\beta$ microstructure in as-fabricated selective laser melting of Ti-6Al-4V [J]. Journal of Materials Research, 2014, 29(17): 2 028-2 035.
- [18] 朱加雷,王凯,马桂殿,等.TC4 钛合金激光选区熔化成形性能研究[J].应用激光,2017,37(6):793-800.

(编辑:刘卫)

欢迎关注
“特种铸造”
微信公众号



- | | | |
|--------|---------|--------|
| ● 微官网 | ● 行业动态 | ● 联系我们 |
| ● 微商城 | ● 铸造前沿 | ● 免费推广 |
| ● 本刊会议 | ● 经典案例 | ● 铸造职场 |
| ● 收录动态 | ● 铸造学堂 | ● 产品库 |
| ● 稿件系统 | ● 专利与发明 | ● 企业库 |