

电子束选区熔化制备 TC4 合金热处理后组织性能研究

李洪全¹ 孙宝福¹ 徐博翰² 莫力林³

(1.桂林理工大学机械与控制工程学院; 2.佛山桃园先进制造研究院; 3.桂林狮达技术股份有限公司)

摘 要 利用 Arcam A2X 型真空 3D 打印机,通过电子束选区熔化技术(EBSM),采用去内部应力退火、再结晶完全退火、固溶、时效 4 种热处理工艺对 EBSM 成形件进行热处理,研究不同热处理工艺对其成形性能与显微组织的影响。结果表明,经过 4 种热处理工艺的 EBSM 打印试样力学性能都得到了不同程度的提升,其中再结晶退火处理后,试样的抗拉强度提升最大,时效处理提升材料的塑性最明显;4 种热处理工艺处理试样的断口均呈韧性断裂。

关键词 电子束选区熔化;Ti-6Al-4V;热处理;力学性能

中图分类号 TG166.5;TG146.23

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.08.010

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Microstructure and Properties of TC4 Alloy Prepared by Electron Beam Selective Melting after Heat Treatment

Li Hongquan¹, Sun Baofu¹, Xu Bohan², Mo Lilin³

(1.College of Mechanical and Control Engineering, Guilin University of Technology;

2.Foshan Taoyuan Advanced Manufacturing Research Institute; 3.Guilin Shida Technology Co., Ltd.)

Abstract: The TC4 alloy samples were prepared by using Arcam A2X vacuum 3D printer and electron beam selective melting technology, and different heat treatment processes including stress relief annealing, recrystallization annealing, solution and aging, were conducted on EBSM molded parts, and the effects of different heat treatment processes on molding properties and microstructure were observed. The results reveal that after different heat treatment processes, the mechanical properties of EBSM printed specimens are improved obviously, among which recrystallization annealing treatment can improve the tensile strength greatly, and aging treatment can improve the plasticity greatly. The fracture morphology of specimens by different heat treatment processes presents ductile fracture.

Key Words: Electron Beam Slective Melting, Ti-6Al-4V, Heat Treatment, Mechanical Property

电子束选区熔化增材制造技术(Electron Beam Selective Melting,EBSM)具有电子束热量密度高、能量利用率高、加工速度快、成形过程无污染的特点^[1],与快速成形技术结合起来,在人体植入物、航空航天小批量

零件、医疗器械等快速制造方面具有独特的优势。EBSM 技术制备 TC4 合金时,由于其冷却速率过快导致 TC4 成形试样的内部存在残余应力且组织结构细小,但是由于逐层打印且粉末床温度较高,试样在打印过程

收稿日期:2022-11-26;修改稿收到日期:2022-12-27

基金项目:广西创新驱动发展专项资金资助项目(桂科 AA18242046)

第一作者简介:李洪全,男,1997 年出生,硕士研究生,广西桂林(541004),E-mail: 15133851249@qq.com

通信作者:孙宝福,男,1970 年出生,副教授,广西桂林(541004),E-mail: 1204605467@qq.com

引用格式:李洪全,孙宝福,徐博翰,等. 电子束选区熔化制备 TC4 合金热处理后组织性能研究[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(8):1 065-1 070.

LI H Q, SUN B F, XU B H, et al. Microstructure and properties of TC4 alloy prepared by electron beam selective melting after heat treatment[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(8):1 065-1 070.

[24] CLAVES S R, ELIAS D L, MISIOLEK W Z. Analysis of the intermetallic phase transformation occurring during homogenization of 6xxx aluminum alloys[J]. Materials Science Forum, 2002, 396-402(2): 667-674.

[25] ALLEN C M, KUMAR S, CARROLL L, et al. Electron beam surface melting of model 1200 Al alloys[J]. Materials Science & Engineering, 2001, A(304-306): 604-607.

[26] 刘辉丽,丁幸宇,徐龙辉. Mg₂Si 含量对 6061 铝合金组织和力学性

能的影响[J]. 南方金属, 2019(4):1-4.

[27] GOODS S H, BROWN L M. The nucleation of cavities by plastic deformation[J]. Acta Metall., 1979, 27(1): 1-15.

[28] WESTERMANN I, PEDERSEN K O, FURU T, et al. Effects of particles and solutes on strength, work-hardening and ductile fracture of aluminium alloys[J]. Mechanics of Materials, 2014, 79: 58-72.

(编辑:栗万仲)

中相当于进行了退火处理,其内部组织变得均匀,残余应力也有所消除。但试样内部存在的孔洞和缺陷无法消除,使其性能降低,而热处理工艺可以在保证零件尺寸不变的前提下,改善组织结构和力学性能。

为此,本研究针对 EBSM 技术制备的 TC4 合金试件,采用去应力退火、再结晶完全退火、固溶、时效 4 种热处理工艺,研究分析不同处理工艺对其成形性能与显微组织的影响,旨在为其应用提供参考。

1 试验材料及方法

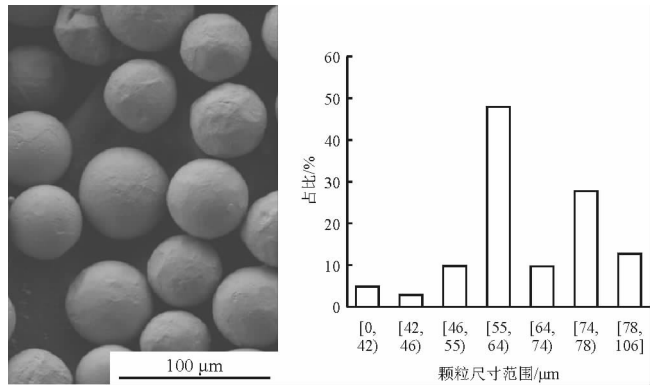
1.1 试验材料

试验使用的材料是进口的 Ti-6Al-4V ELI 钛合金球形粉末。与其他 TC4 球形粉末相比,Ti-6Al-4V ELI 中 O、N、C 和 Fe 的含量较低,粉末的间隙更低、更加致密,从而提高了 Ti-6Al-4V ELI 材料的延展性和断裂韧度,其化学成分见表 1。

表 1 Ti-6Al-4V ELI 合金粉末的化学成分

w _B							
Al	V	C	Fe	O	N	H	Ti
6	4	1.2	0.014	0.03	0.06	0.01	余量

TC4 ELI 合金粉末形貌及颗粒分布图见图 1。



(a) 粉末形貌 (b) 颗粒粒径分布

图 1 TC4 ELI 合金粉末形貌及颗粒分布图

Fig.1 Morphology and particle distribution of TC4 ELI alloy powder

从图 1a 可以看到粉末呈规则球形,大小不一且伴有少量卫星粉。从图 1b 中可以发现该粉末颗粒尺寸在 45~100 μm 之间,主要集中在 55~64 μm 和 74~78 μm 区间,保证了粉末的安全处理。

1.2 试验设备及参数

试验所用设备为 Arcam A2X 电子束增材制造设备,其内部结构示意图见图 2,左侧为操作平台以及观察系统,右侧最上方为电子束部分,由灯丝、聚焦线圈和偏转线圈组成;下面左右两边各一个取粉仓,中间部分

为隔热罩,里面为加工成形平台;下方为底板运动平台,构成了设备的硬件部分^[2]。成形零件的最大尺寸为 200 mm×200 mm×380 mm,束斑直径为 0.1 mm。零件成形精度在±0.3 mm,最高扫描速度可以达到1 500 mm/s,铺粉的厚度通常设置为 0.05 mm。其主要成形参数见表 2。

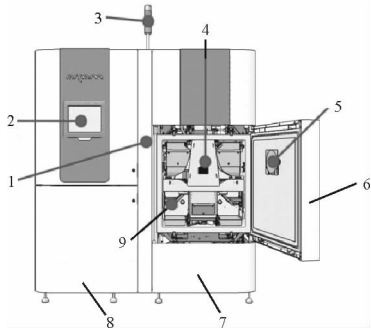


图 2 Arcam A2X 型增材制造设备

Fig.2 Arcam A2X type additive manufacturing equipment

- 1.触摸层 2.报警器 3.急停装置 4.固定部件 5.可折部件
6.观察窗口 7.舱门室 8.控制柜 9.舱室柜

表 2 A2X 电子束选区熔化成型设备主要参数

Tab.2 Main parameters of A2X electron beam selective

melting equipment				
加工尺寸/ mm	表面粗糙度 (垂直方向和 水平方向)/ μm	电子束 功率/ W	电子束 斑尺寸/ mm	电子束扫 描速度/ ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)
200×200× 380	Ra 25 Ra 35	50~3 000 (连续可调)	(FWHM)0.2~1.0 (连续可调)	8
电子束斑 数目/个	真空 度/Pa	供电 电源	质量/ kg	尺寸/ mm
约 100	<0.001	3×400 V, 32 A,7 kW	1 420	1 850×900×2 200

1.3 试样制备

依据 GB 6397-86 以及使用试验时万能试验机拉伸的需求尺寸,制备出 TC4 拉伸试样,尺寸见图 3。

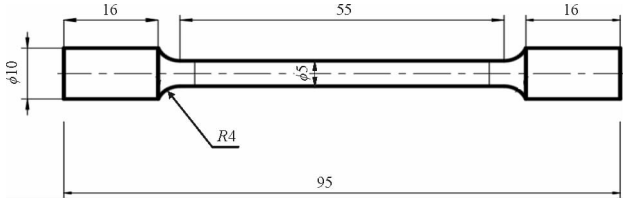


图 3 拉伸试验圆棒试样

Fig.3 Round bar specimen for tonsile test

1.4 热处理工艺

将电子束选区熔化制备好的热处理竖向打印试样放入 KSL-1700X 型高温马弗炉进行热处理,热处理工艺见表 3。升温速率均为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,对电子束选区熔化制备的 TC4 合金试样进行去应力退火、再结晶退火(完全退火)、固溶时效处理。

表 3 EBSM 成形 TC4 热处理工艺

Tab.3 Heat treatment process for EBSM forming TC4				
热处理工艺	热处理方式	温度/℃	保温时间/min	冷却方式
1	去应力退火	600	180	保温 3 h 后空冷
2	再结晶退火	850	120	随炉冷却至 600 ℃ 后空冷
3	时效处理	500	360	空冷
4	固溶处理	900	60	水冷

1.5 试验方案

电子束加速电压为 60 kV，聚焦电流强度为 20 mA，铺粉厚度为 0.05 mm，用电流强度为 30 mA 的束流对成型板材进行预热，扫描速率为 1 200 mm/s，预热时间为 25 min，成材板的温度为 730 ℃，对粉末进行预热。用 10 mA 的束流对已经预热好的粉末层进行逐层熔化，扫描速度为 3 000 mm/s。分别将 EBSM 竖向打印的 TC4 试样进行 4 种热处理，利用 WDW-100 电子万能试验机进行室温拉伸，设置拉伸速率为 0.003 mm/s。利用线切割机沿着断后拉伸试样的横截面切成合适尺寸的金相试样。随后依次用 400、600、800、1000、1200、1500、2000 和 3000 号的砂纸进行粗磨，再通过抛光机进行机械抛光，采用 Kroll 溶液（HF、HNO₃、H₂O 体积比为 2：4：94）腐蚀试样 5 s 后用酒精擦拭，在徕卡倒置金相显微镜和 S-4800 扫描电镜下进行组织观察^[3]。采用 S-4800 型场发射扫描电镜观察试样断口形貌。

2 试验结果与分析

2.1 金相组织分析

图 4 为初始试样的金相组织。从图 4a 可以看到，组织中存在等轴 α 和片层 β 转变的双态组织以及 β 晶界，在试样上还存在气孔和孔洞缺陷，这是由于粉末层未能完全熔合导致。从图 4b 可以看到，组织中存在 β 晶界被破坏形成的网篮组织和片层 α 组织，针状马氏体形成是由于在打印过程中 β 相以较快的冷却速度冷却，以非扩散转变成 α 相，这种显微组织是 $\alpha + \beta$ 合金

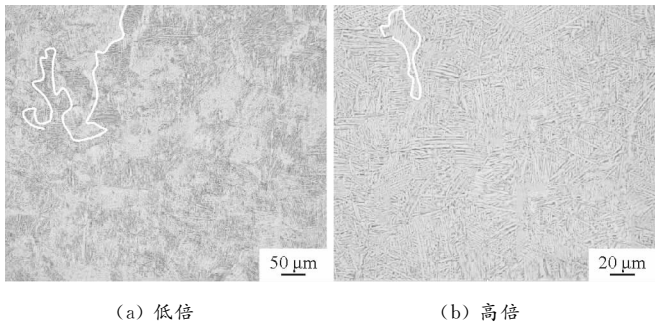


图 4 初始试样的金相组织

Fig.4 Metallographic structure of primary specimen

从较高的加工温度加工并用中等速度冷却而形成的。可以看到原始 β 晶粒晶界中有片状 α 相从 β 晶粒析出，呈细长平直、互相平行状。

图 5 为 EBSM 制备 TC4 竖试样经过去应力退火处理后的金相组织。可以看到，经过退火热处理后的金相组织由初生 β 晶界以及 α' 马氏体构成 $\alpha' + \beta$ 两相，微观组织具有明显的各向异性。经过真空退火热处理后的晶粒明显变粗，晶界也变得更加清晰。未经过热处理的试样组织呈魏氏组织状态，经 600 ℃ 去应力退火处理后的试样初生 β 晶粒内部亚稳定马氏体 α' 相并未分解，仍然呈细长针状组织。当钛合金热处理温度低于 β 转变温度较多时，容易形成等轴组织，这类组织的塑性较好，但断裂韧度和蠕变强度较差。

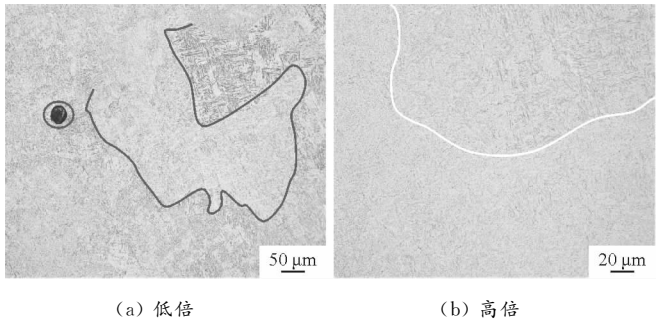


图 5 去应力退火处理合金的金相组织

Fig.5 Microstructure of the alloy after stress relief annealing

再结晶退火处理后的金相组织见图 6。可以看到原始 β 柱状晶在高温区缓慢冷却后被破碎形成的网篮组织。从图 6b 可见，粗片层 β 转变组织和由于温度缓慢下降进入 $\alpha + \beta$ 两相区时，沿着 β 晶界析出的 α 片层组织和晶界 α 变形后形成的纵横交错的网篮组织^[7]。这种组织具有较好的断裂韧度与强度，但塑性和稳定性较弱。为了提高网篮组织的塑性，可以降低在 β 区的加热温度和加热时间，从而获得更加细密的网篮组织，以达到提升塑性的目的^[8]。

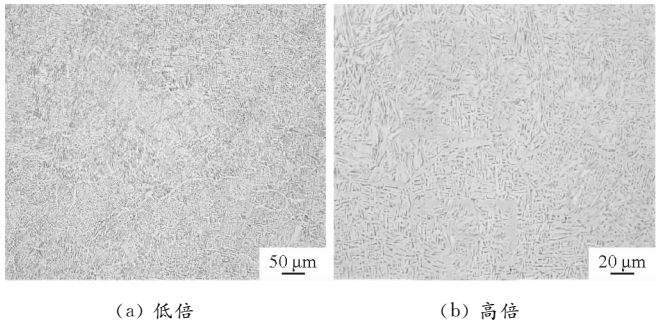
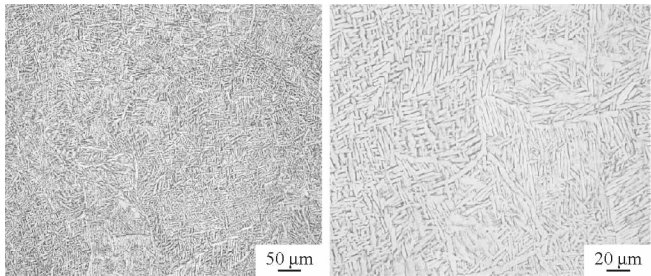


图 6 再结晶退火处理合金的金相组织

Fig.6 Microstructure of the alloy after recrystallization annealing treatment

固溶处理过后合金的金相组织见图 7。可以看到，经过 900 ℃ 固溶处理后，金相组织中初生 β 晶界已经被

明显破坏。过冷奥氏体将直接冷却进行马氏体转变,从而获得马氏体 α' 及残余 β 相组织。还可以发现,在 β 柱状晶的晶界处析出的针状马氏体以相互平行、相同位向的晶内生长方式形成 α 针状集束,同时和 β 晶界另一侧析出的马氏体 α' 在柱状晶内部相互交错,最终形成网篮状的魏氏体集束组织。



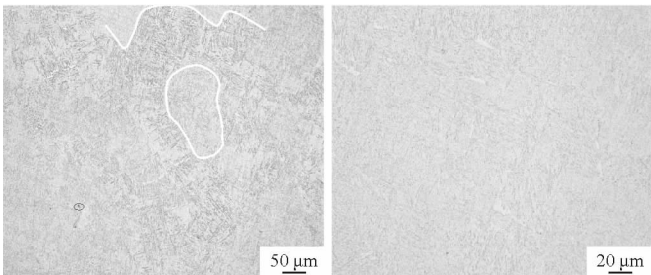
(a) 低倍 (b) 高倍

图 7 固溶处理后合金的金相组织

Fig.7 Microstructure of the alloy after solution treatment

由于温度梯度和过冷度过大,使得组织发生了非平衡凝固, α' 马氏体组织的长度和宽度也有所变大。所以这类组织导致了合金试样的强度提升不明显,且塑性较低,断面收缩率更远低于其他组织,但具有一定的抗蠕变能力以及持久强度^[9]。

因为淬火后和打印的沉积态试样中的马氏体 α' 和亚稳态 β 相不稳定,受热时会发生分解,所以需要时效处理来使马氏体 α' 和亚稳态 β 相析出针状、长条状的 α 相,以使组织达到 $\alpha + \beta$ 的稳定相,从而使合金材料的塑性得以提升。图 8 为时效处理 EBSM 制备 TC4 合金的



(a) 低倍 (b) 高倍

图 8 时效处理后合金试样的金相组织

Fig.8 Microstructure of the alloy after aging treatment

金相组织。可以发现组织表面存在些许细小孔洞缺陷,但整体组织较为平整致密,经过时效处理后的组织主要由片层 α 相、细条状 α 相以及初生 β 相组成。

2.2 力学性能分析

不同热处理工艺条件下合金试样的力学性能见表 4。可以看出,经过 4 种热处理后的试样强度都有所提升,去应力退火和时效处理后的电子束选区熔化 TC4 试样几乎达到了铸件的强度标准,再结晶退火处理的试样抗拉强度更是达到了 1 100 MPa 左右,伸长率相比成形态的也明显提高。说明合适的热处理工艺能够有效弥补增材制造堆积成形所带来的缺陷,明显改善成形试样的力学性能。

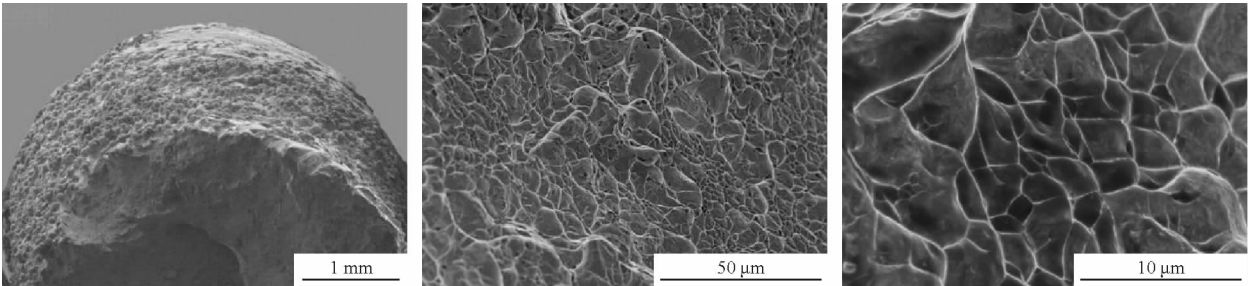
表 4 不同热处理工艺下合金试样的力学性能

Tab.4 Mechanical properties of the alloy under different heat treatment processes

工艺	热处理方式	抗拉强度/MPa	屈服强度/MPa	弹性模量/MPa	伸长率/%
1	去应力退火处理	874.56	794.46	8 728.22	12.74
2	再结晶退火处理	1 106.09	499.82	7 972.32	11.53
3	时效处理	894.83	823.83	9 276.38	13.28
4	固溶处理	777.90	738.83	9 088.50	11.68
成形态	无	756.44	744.31	9 627.91	9.72

2.3 断口分析

图 9 为未热处理试样的断口形貌。图 9a 为竖向打印宏观断口形貌。在拉伸过程中,由于形变集中在一个局部区域,导致断口被拉伸变形严重成颈缩现象,裂纹起源于纤维区并快速延展到了放射区。当裂纹扩展到表面时,形成了韧性断裂的剪切唇,最后形成了杯锥状的断口。并且在剪切唇和放射区断口边缘等有许多未熔化圆球。从图 9b 和图 9c 中可以看到,拉伸断裂下的交互作用导致的合金断裂形成的韧窝较浅,且竖向打印断口韧窝周围有许多微孔。由于外力作用,处于平衡状态的微孔遭到破坏,滑移面上的位错作用导致微孔变得更大,试样的致密性和抗拉强度都会有所下降,同时断面收缩率小、塑性较差。



(a) 宏观断口 (b) 低倍组织 (c) 高倍组织

图 9 不同放大倍数未热处理试样的电镜断口形貌

Fig.9 Fracture morphologies of the alloy before heat treatment

图 10 为 EBSM 增材制造 TC4 合金经去应力退火处理后的拉伸断口形貌。从图 10a 可以看出,断面处被拉长变形,但断口表面呈纤维状粗糙不平,且无结晶颗粒,表面灰暗无金属光泽,断口受剪切力剪切形成韧性断口。另外,可以明显观察到同心圆区。韧性断裂的宏观断口一般由中心的纤维区和裂纹拓展形成的放射区

以及断口边缘的剪切唇区 3 个区域组成,一般放射区越大,材料的塑性越差^[4]。从图 10b 中发现,仍然有许多孔隙缺陷,大韧窝周围附着小的行星韧窝。从图 10c 可见,断口中的韧窝比 EBSM 成形的大,但与再结晶退火工艺的韧窝比又小且深,表明其塑性较好。

钛合金再结晶退火(完全退火)处理后的拉伸断口

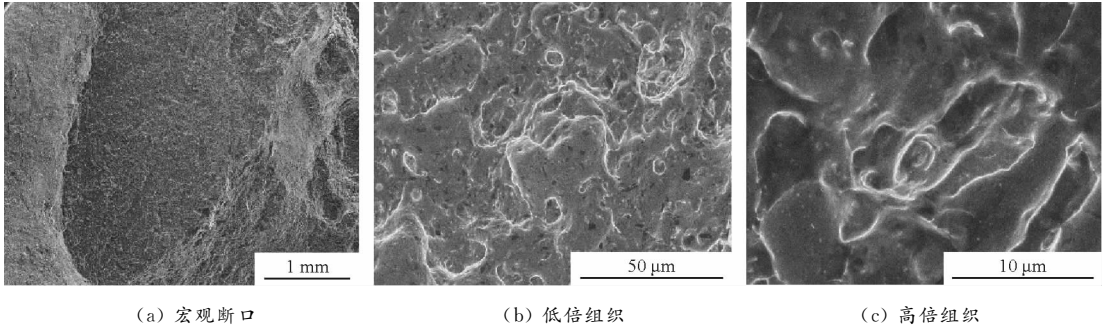


图 10 去应力退火处理后合金的断口形貌

Fig.10 Fracture morphologies of the alloy after stress relief annealing

形貌见图 11。从图 11a 可以发现,断口处存在同心圆的纤维区,断口可见拉长的现象,且在断口表面有许多小的空隙和微孔缺陷,但几乎没有未熔粉末。从图 11b 可以看到,微观断口中由许多大小不一的韧窝形成,经

过再结晶退火处理后的试样断口韧窝要比 EBSM 打印的试样大,但比去应力退火处理的试样韧窝小且更密,所以其塑性不如去应力退火处理的,但孔洞缺陷相比去应力退火的得到了一定的改善,因此抗拉强度得到了

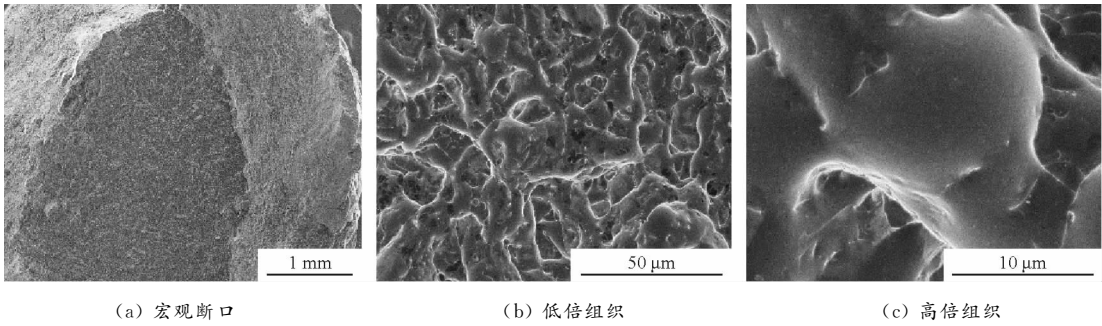


图 11 再结晶退火后合金试样的断口形貌

Fig.11 Fracture morphologies of the alloy after recrystallization annealing treatment

较大提升。

时效处理的 EBSM 试件电镜拉伸断口形貌见图 12。从图 12a 可见,宏观断口处无明显的拉伸变形,只有受拉伸力作用下晶粒撕裂形成的“盆地状”形貌,断口中心区域可以清晰看到同心圆区的纤维区,在断口处几

乎没有小气孔缺陷以及未熔球形粉末,说明时效处理改善了致密度,同时也提升了强度。从图 12b 和图 12c 可以看到,瞬断区存在许多互相连接、大小不一的韧窝,属于韧性断裂。韧窝的数量少、形状大,深度较浅,所以材料的塑性较好,但强度较差^[5]。

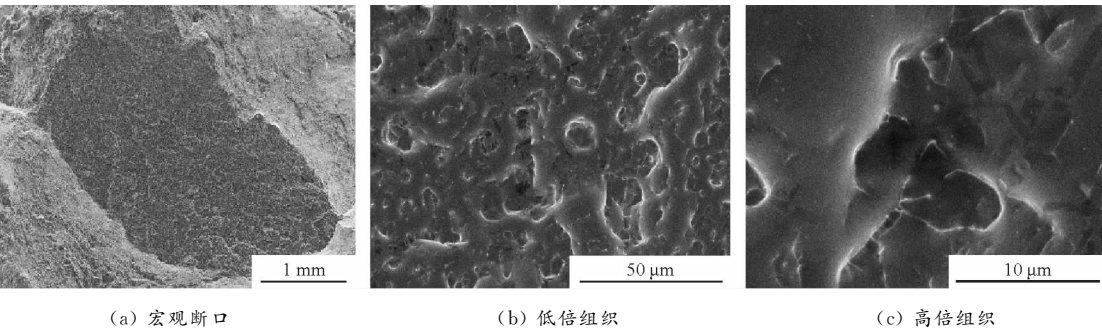


图 12 时效处理后合金试样的断口形貌

Fig.13 Fracture morphologies of the alloy after aging treatment

图 13 为经过固溶处理工艺的 EBSM 试件拉伸断口形貌。从图 13a 可以发现,固溶处理后试样与其他热处理后的断口形貌几乎一致,也是表面粗糙晶粒密布、无光泽,在断口圆棒中心区域布满了大小纤维状组

织,在剪切唇附近有许多未熔的球形 TC4 粉末。从图 13b 可以看到,在纤维区附近韧窝数量变多,等轴大韧窝的内部还分布着许多小的韧窝,是典型的韧性断裂,但是从图 13c 发现,韧窝的形貌较小且密深,所以该

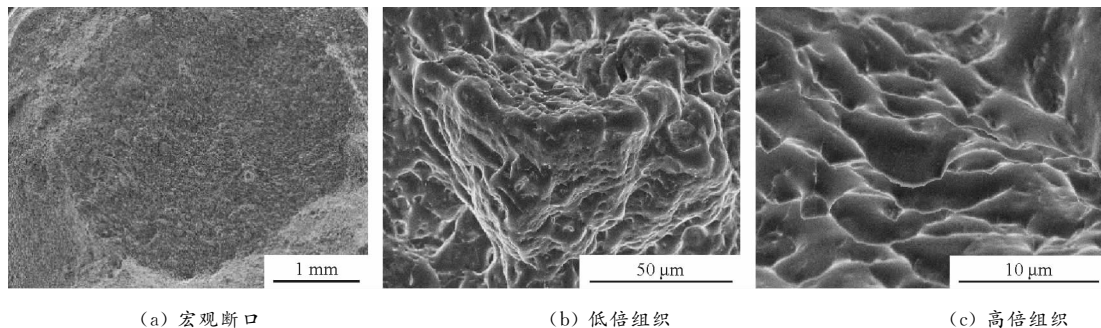


图 13 固溶处理后合金试样的断口形貌

Fig.13 Fracture morphology of the alloy after solution treatment

工艺处理后的材料塑性较差,强度提升也不明显^[6]。

3 结 论

(1)经过 4 种工艺热处理的 EBSM 成形 TC4 合金力学性能都有不同程度提升,其中采用再结晶退火处理后抗拉强度理想,而时效处理对合金塑性提升有利。

(2)再结晶退火处理后 TC4 合金的金相组织显示为等轴与网篮的双态组织,而再结晶退火处理为典型的网篮组织,马氏体 α' 相尺寸较大。

(3)4 种热处理工艺处理后 TC4 合金断裂形式表现为不同形貌程度的韧性断裂,且韧窝大小不一。

(4)固溶处理后 TC4 合金的金相组织显示为束状魏氏组织,时效处理的组织为网篮组织。

参 考 文 献

- [1] 赖奇,李俊翰,吴恩辉,等.电子束气相沉积的研究进展[J].钢铁钨钛, 2020, 41(4): 76-81.
- [2] 宁娅珊.电子束选区熔化成形大尺寸 Ti-6Al-4V 合金的性能研究[D].沈阳:东北大学, 2015.
- [3] 张慢慢.电子束与激光选区熔化法制备 Ti-6Al-4V 合金的组织与力学性能研究[D].沈阳:东北大学, 2015.
- [4] 鲁媛媛,马保飞,刘源仁.时效处理对 TC4 钛合金微观组织和力学性能的影响[J].金属热处理, 2019, 44(7): 34-38.
- [5] 董登科,陈安,李小飞,等.表面粗糙度对激光选区熔化 TC4 钛合金疲劳性能的影响[J].机械强度, 2020, 42(5): 1 094-1 098.
- [6] 龚玉兵,王善林,李娟,等.TC4 钛合金厚板电子束焊接接头的组织与性能[J].特种铸造及有色合金, 2017, 37(3): 324-329.
- [7] 童邵辉,李东,邓增辉,等.电子束快速成形 TC4 合金的组织与断裂性能[J].材料工程, 2019, 47(1): 125-130.
- [8] 赵永庆,赵永楠,张学敏,等.钛合金相变及热处理[M].长沙:中南大学出版社, 2012.
- [9] 刘莹莹,陈子勇,金头男,等.600 ℃高温钛合金发展现状与展望[J].材料导报, 2018, 32(11): 1 863-1 869.

《特种铸造及有色合金》征订启事

《特种铸造及有色合金》杂志是中国科学技术协会主管、中国机械工程学会铸造分会和武汉机械工艺研究所共同主办的全国性科技期刊,是对国内外公开发行的中文核心期刊,中国科技论文统计与分析用刊,SA、CA、MA、AJ、Scopus 等国内外权威数据库及检索系统收录期刊,并获得全国优秀科技期刊一等奖、国家期刊奖、新中国 60 年有影响力的期刊、湖北省十大有影响力的自然学术期刊等。

本刊主要报道各种(黑色和有色合金)特种铸造方法、各种有色合金及复合材料成形的理论、工艺、设备、材料、测试与控制、计算机应用等方面的科技成果、生产技术和现场经验,并报道各相关学科和交叉学科,如挤压铸造(液态模锻)、半固态加工、电子封装、高熵合金、非晶合金(金属玻璃)、焊合、粉末冶金、合金化、热处理、表面处理等方面的学术研究和最新技术信息以及上述内容的国内外发展动向、行业活动、学术会议、消息动态等。

本刊诚征国内外广告,业务范围:铸造及有色合金材料、辅助材料、铸造及相关设备、铸造生产线、测控与控制设备、仪器仪表、计算机应用软件、铸造展会等。

本刊为月刊,标准(大)16 开,邮发代号 38-109。邮发订价每期 20 元,全年 240 元,如须快递,费用另计。全国各地邮局均可订阅,也可直接向本刊编辑部邮购,本刊还提供过刊、压铸宝典和年会专刊邮购服务。

特种铸造及有色合金杂志社(武汉)有限公司

地址:武汉市江岸区九万方路 26 号

邮编:430019

电话:027-85358206,85486024

传真:027-85358127

投稿网址:www.special-cast.com

邮箱:tzzz@special-cast.com



(编辑:张正贺)