

热处理对选区激光熔化 Ti-6Al-4V 组织及力学性能的影响

马超, 王磊, 付小强

(上海飞机制造有限公司, 上海 200436)

摘要: 通过研究选区激光熔化 Ti-6Al-4V 合金件不同热处理制度下组织结构转变规律, 揭示其热处理工艺—组织结构—力学性能内在联系。结果表明: 在 600~700 °C 范围内, 合金中 α' 马氏体未完全分解, 形成 α' 和 $\alpha+\beta$ 混合组织, 合金的强度较高, 延伸率偏低; 温度升高至 800~900 °C 时, α' 马氏体完全转变为稳定的 $\alpha+\beta$ 层片组织结构; 热等静压后, 合金亚稳 α' 马氏体完全转变为 $\alpha+\beta$ 层, 局部区域出现粗化; 随着热处理温度的升高, 相对于沉积态, 合金的屈服强度和抗拉强度逐渐降低, 断后延伸率逐渐增加; 结合微观组织晶粒的长大行为, 沉积钛合金退火温度、时间选择 800 °C、2 h 为宜。

关键词: Ti-6Al-4V; 选区激光熔化; 热处理; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TF823 **文献标志码:** A **文章编号:** 1004-7638(2019)04-0051-08

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2019.04.010

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



听语音
与作者互动
聊科研

Effects of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Manufactured by Selective Laser Melting

Ma Chao, Wang Lei, Fu Xiaoqiang

(Shanghai Aircraft Manufacturing Co., Ltd., Shanghai 200436, China)

Abstract: The microstructure of Ti-6Al-4V alloy fabricated by selective laser melting was studied at different heat treatment conditions to reveal the internal relation during the heat treatment process, microstructure and mechanical properties. The results show that at 600~700 °C α' martensite in the alloy is not completely decomposed to form a mixed microstructure of α' and $\alpha+\beta$, resulting in a high strength and low elongation for the alloy. When the temperature increases to 800~900 °C, α' martensite in the alloy can be fully transformed into steady lamellar $\alpha+\beta$. After hot isostatic pressure, the metastable α' martensite is completely converted to lamellar $\alpha+\beta$ and some local areas in the alloy are coarsened. With increase of the heat treatment temperature, the yield strength and tensile strength of the alloy are gradually decreased coupled with gradual increase of the specific elongation, compared with the deposition state. The optimum annealing temperature and holding time of the as-fabricated samples are determined at 800 °C for 2 h in combination with the growth behavior of grains.

Key words: Ti-6Al-4V, selective laser melting, heat treatment, microstructure, mechanical properties

0 引言

钛合金因其具有密度低、比强度高、高耐腐蚀、

高耐磨损等优点, 是航空航天和医疗领域最常选用的先进金属材料, 甚至在注重成本的汽车行业也可以找到应用^[1]。传统方法难以制备航空航天以及医

收稿日期: 2019-05-22

基金项目: 上海飞机制造有限公司宽体客机工艺研发与验证项目; 上海市国际科技合作基金项目(15520701400)。

作者简介: 马超(1983—), 男, 硕士, 工程师, 主要从事金属增材制造工艺研究。E-mail: tyutmmmm@163.com。

疗领域所需结构复杂的定制化钛合金零件,而增材制造技术对结构复杂度不敏感,适合小批量生产^[4]。增材制造技术是通过数字化技术,依据 3D 模型将材料连接以制作零件或实体的过程,相对于减材制造它通常是逐层累加的过程,可实现许多过去难以制造的复杂结构零件的成形,大大减少加工工序,缩短加工周期,并且可以实现产品结构的一体化、轻量化,被视为“一项将要改变世界的技术”^[5]。目前,增材制造产品在国内外航空领域均得到了广泛应用,是否应用增材制造产品以及应用数量已成为衡量航空器水平的重要指标之一。

选区激光熔化技术是在金属粉末选择性烧结的基础上发展起来的金属直接精密成形技术^[4-5]。作为金属增材制造的一种,选区激光熔化是通过材料逐层添加制造三维零部件构件的数字化制造新技术。铺粉刮板由右向左运动在成形基板表面铺上一定厚度的金属粉末材料,激光束通过振镜系统控制在粉面上按所需要的扫描路径运动,选区熔化金属粉末成形;一层扫描完成后,成形缸下降和铺粉厚度相同的高度,铺粉刮板从左向右回到原点,准备下一次的铺粉。成形基板上升一定高度,开始下一次铺

粉加工。该技术优势在于成形精度高,成形后零件的外形一般不需后续机械加工,只需要经抛光或简单表面处理就可直接使用,具有大幅减少制造工序、缩短生产周期、节省材料及成本等特点。

由于微观组织的特殊性,选区激光熔化钛合金零件通常具有高强度、低韧性的特点,而合理的热处理方法能够在稍微降低其强度的基础上大幅提高零件韧性^[6-7]。笔者通过光学金相分析研究 Ti-6Al-4V 钛合金不同热处理制度下组织结构转变规律,通过屈服强度、抗拉强度、断后延伸率、显微组织评价不同热处理工艺下材料强度和塑性匹配程度,并揭示热处理工艺—组织结构—力学性能内在联系。

1 试验材料与方法

试验材料采用电极感应熔炼雾化生产的 Ti-6Al-4V 粉末,粉末粒度分布及形貌见图 1,粉末化学成分见表 1。粒径分布测试结果表明:粉末 $D_{10}=28.44\ \mu\text{m}$, $D_{30}=38.69\ \mu\text{m}$, $D_{50}=46.37\ \mu\text{m}$,粉末平均直径 $47.62\ \mu\text{m}$ 。粉末形貌图片表明,钛合金粉末球形度较好,且粉末中卫星球很少,粉末均匀一致。

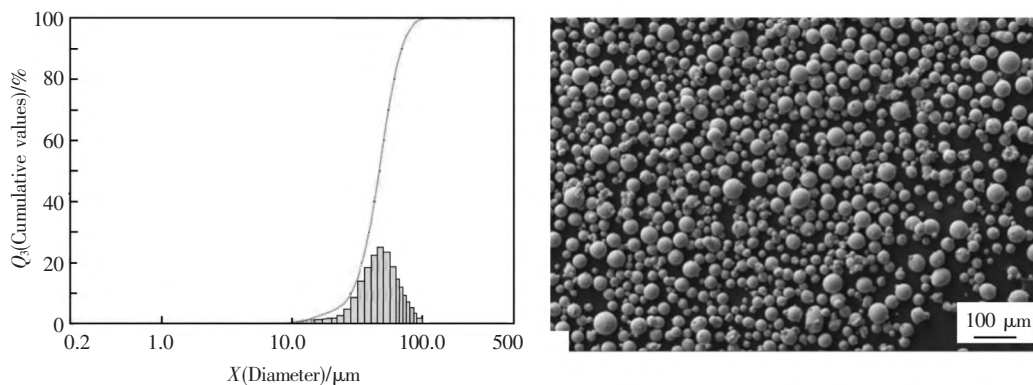


图 1 Ti-6Al-4V 粉末粒度分布
Fig.1 Particle size distribution of Ti-6Al-4V powder

表 1 Ti-6Al-4V 粉末化学成分(质量分数)
Table 1 Chemical compositions of Ti-6Al-4V powder(mass fraction)

	Ti	Al	V	Fe	Si	C	O	N	H
余量		6.02	3.96	0.05	0.011	0.012	0.136 2	0.007 8	0.001 6

试验设备采用 EOS M280 选区激光熔化设备,如图 2 所示,成型尺寸 $250\ \text{mm}\times 250\ \text{mm}\times 325\ \text{mm}$,激光发射器类型为 Yb-fibre 激光发射器(400 W),光学系统为 F-theta-lens,最高扫描速度为 $7\ \text{m/s}$,烧结

层厚: $20\sim 100\ \mu\text{m}$ 。对于钛合金,推荐的 EOS M280 设备工艺参数如下:激光功率 280 W,扫描速度为 $1\ 200\ \text{mm/s}$,扫描间距为 $0.14\ \text{mm}$ 。

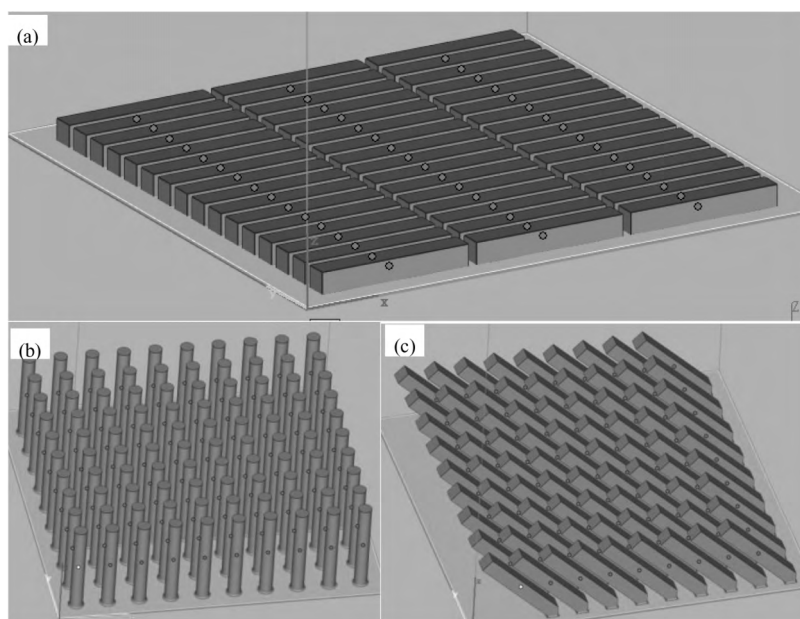
成形后的试验件在真空热处理炉中进行 $600\sim$

900 °C 退火,真空度为 10^{-4} Pa,为确定不同温度下保温时间对晶粒生长的影响,保温时间选择 2、4、6 h。热等静压的温度为 950 °C、压力为 150 MPa、保温保压时间为 4 h,对比直接沉积态组织性能,研究热等静压处理对 Ti-6Al-4V 合金组织性能的影响。将增材制造金相试样从中部切开,按照图 3 所示平行沉积方向(H)、垂直沉积方向(V)和斜向 45°方向(D)分别取样,依次经水磨、机械抛光、使用 HF : HNO₃ : H₂O = 1 : 2 : 7 的溶液进行腐蚀,在光学显微镜下观察沉积态、热处理后的微观组织。拉伸试验件按 ASTM E8M 中规定,采用圆棒试验件,具体试样尺寸规格如图 4 所示,力学性能在 Zwick 万能试验机上进行。



图 2 德国产选区激光熔化设备 EOS M280

Fig.2 German selective laser melting equipment EOS M280



(a)平行沉积方向 H;(b)垂直沉积方向 V;(c)斜向 45°方向 D

图 3 试验件摆放示意

Fig.3 Schematic diagram for placement of the samples

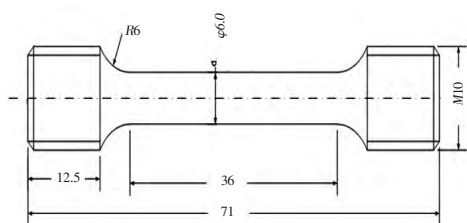


图 4 拉伸试样

Fig.4 Tensile specimen

2 试验结果与讨论

2.1 选区激光熔化 Ti-6Al-4V 显微组织

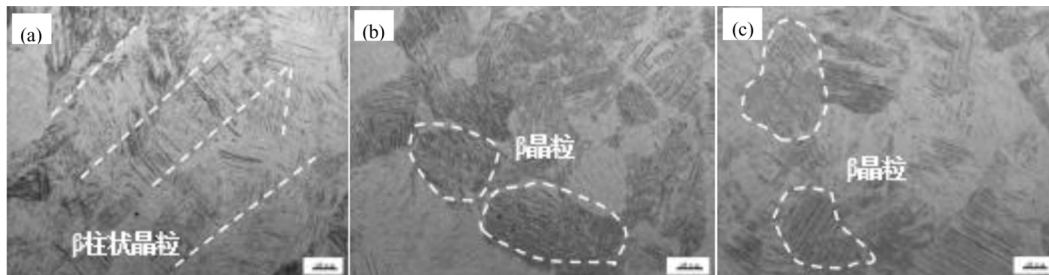
图 5 为直接沉积态钛合金试样平行沉积方向

(H),垂直沉积方向(V)和斜向 45°方向(D)的金相显微组织。从图 5 可以看出,沉积态合金微观组织内部主要为针状的马氏体。Ahmed T 等人研究了不同冷却速度对 Ti-6Al-4V 钛合金相变的影响,得到了不同冷却速度下获得的组织,研究发现冷速为 410~525 °C/s 时,只发生马氏体转变;冷速为 20~410 °C/s 时,发生块状转变,为马氏体 α' 和块状 α 的混合组织。选区激光熔化成形时冷却速度很高(约 $10^4 \sim 10^5$ K/s),因此,直接沉积态在快速冷却过程中会形成非扩散型细针 α' 马氏体。

从图 5 可以看出:沿平行沉积方向(H) β 柱状

晶较为明显,柱状晶粒的宽度约为 $100 \sim 200 \mu\text{m}$,高度达到几百微米不等。这些柱状晶是初生 β 相晶粒沿热流方向穿过多个沉积层外延;垂直沉积方向(V)及斜向 45° 方向(D)的显微组织形态与平行沉积方向(H)存在明显的差异,初生 β 晶粒呈现不规

则的多边形,针状马氏体更为细小,原始 β 晶粒大小 $50 \sim 70 \mu\text{m}$,与激光光斑直径相当。由此可以看出,选区激光熔化成形 Ti-6Al-4V 的显微组织存在明显的各向差异,这种各向差异有可能引起材料的各向异性。



(a)平行沉积方向 H;(b)垂直沉积方向 V;(c)斜向 45° 方向 D

图5 选区激光熔化沉积态 Ti-6Al-4V 金相组织照片

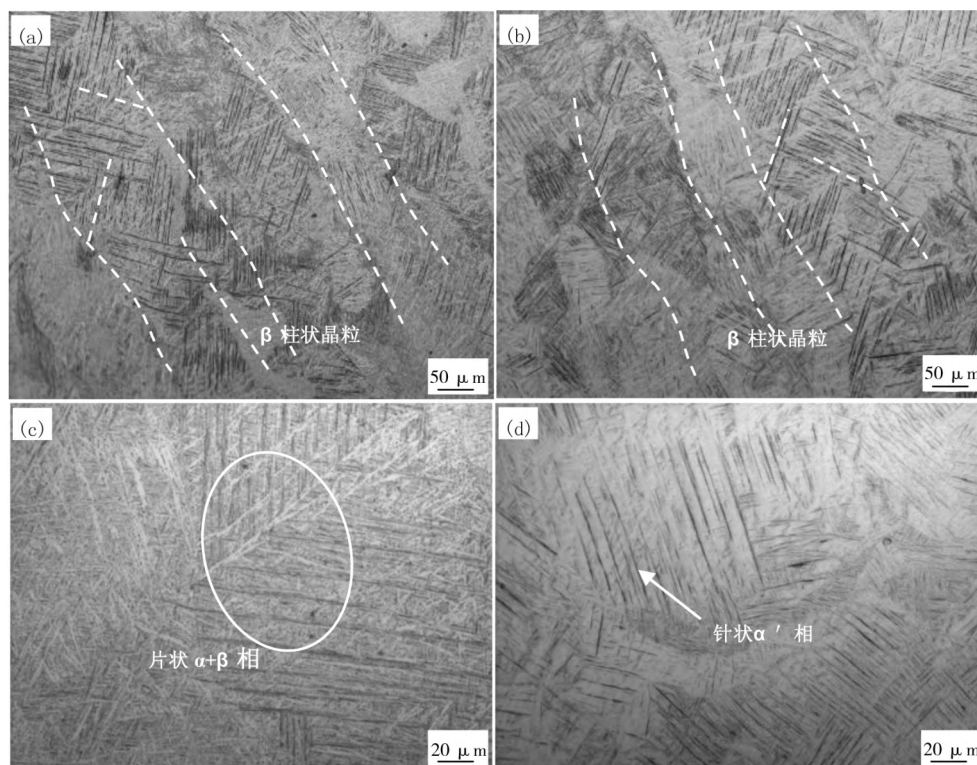
Fig.5 Metallographic photographs of Ti-6Al-4V of deposition state by selective laser melting

2.2 退火温度对选区激光熔化 Ti-6Al-4V 显微组织的影响

图6为对选区激光熔化 Ti-6Al-4V 试样 600°C 、 700°C 真空退火后的金相组织照片。

从图6可以看出:经过 600°C 、 700°C 热处理后,原始存在的水平方向的 β 柱状晶仍被保留下来,

加热后由于元素扩散和加热温度较低,组织内部存在 α' 相转变为 $\alpha + \beta$ 两相,但 α 相层片不连续,说明转变不够连续, α' 转变不完全,晶内同时存在针状 α' 相、 α 相和 β 相。通常 α' 相沿 β 柱状晶边界形成, α 相在晶粒边界形核,均与 β 相形成一定的位向关系。



(a)、(c) 600°C ; (b)、(d) 700°C

图6 Ti-6Al-4V 不同退火温度下的金相组织

Fig.6 Metallographic structure of Ti-6Al-4V at different annealing temperatures

退火温度升高至 800 °C 时,亚稳 α' 组织进一步分解,形成 α 和取向相同连续稳定的 $\alpha+\beta$ 层状结构(见图 7a)。 β 相在马氏体边界和内部亚组织处产生不均匀形核, α' 相逐渐转变为该加热温度下与 β 相处于平衡状态的 α 相。温度升高组织内部晶粒不断长大,晶粒尺寸相较于成型态有小幅提高。此时大部分 α 相以针状 α 片层或 α 丛形式存在,针状 α 片层组织具有较大的长宽比,局部区域 α 相长宽比较小。当退火温度达到 900 °C

时,此时的 α 相和 β 转变组织因生长的各向异性而被破碎,被长宽比较大、生长速度较快的 α 相所截断,由原来的层片状变为短棒状,整体呈网篮组织特征(见图 7b)。900 °C 时,在 α 片层间可明显发现 β 转变组织增多,由于 α 相的各向异性生长,大部分 α 相被截断,部分出现 α 相短粗片丛。此时针状 α 相宽度变大,在 β 晶粒边界短棒状处 α 相。为了定量分析退火温度对选区激光熔化 Ti-6Al-4V 显微组织的影响。

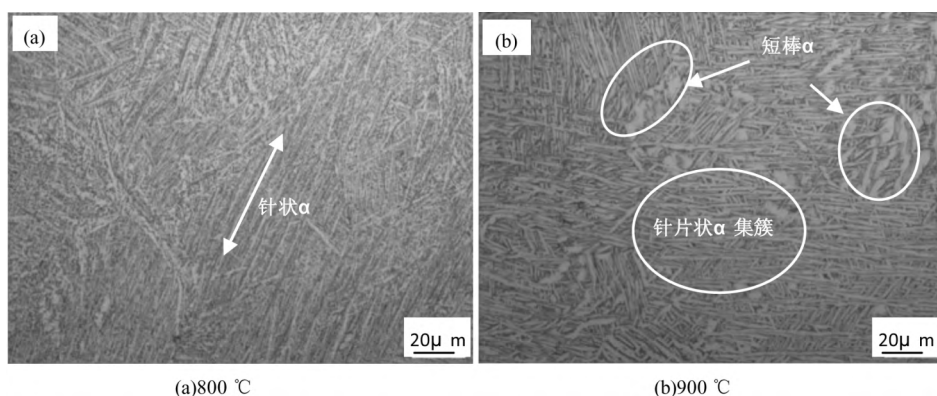


图 7 退火温度为 800、900 °C 时 Ti-6Al-4V 合金的金相组织

Fig.7 Metallographic structure of Ti-6Al-4V at annealing temperature of (a) 800 °C, (b) 900 °C

2.3 退火保温时间对选区激光熔化 Ti-6Al-4V 显微组织的影响

为了进一步确定退火过程马氏体的分解转变组织在后续过程的生长行为,避免组织粗化,进行了 800 °C 不同保温时间下 Ti-6Al-4V 合金的金相组织分析,结果如图 8 所示。

图 8(a) 显示退火保温时间为 2 h 时, α 相完全转变,形貌为细长针状,主要为片层较小的 α 团束;

当保温时间为 4 h 时(图 8b), α 相在长度方向继续生长,宽度开始增加,当生长到一定程度时,相邻方向不同的 α 相之间相互接触,在有利生长条件下的 α 相将会对阻碍其生长的 α 相进行冲击并截断,随后被截断的 α 相依然会随着退火温度的升高而逐渐长大,宽度逐渐变大(图 8c),在 β 晶粒边界处会形成短棒状的 α 相。且保温时间越长,该种形貌的 α 相数量越多。

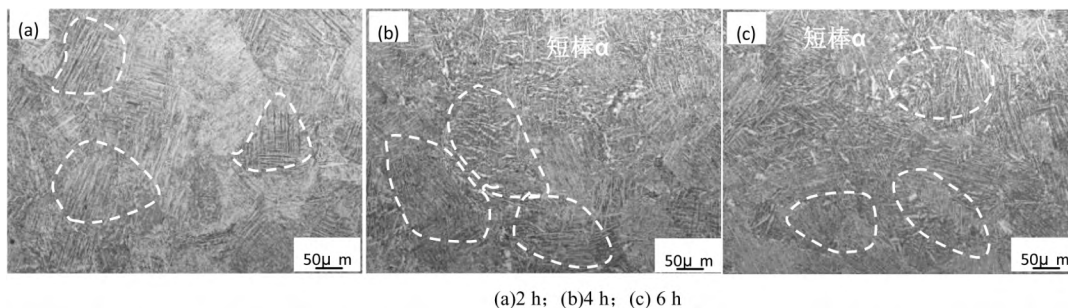


图 8 Ti-6Al-4V 不同保温时间下的金相组织

Fig.8 Metallographic structure of Ti-6Al-4V at holding time of (a) 2 h, (b) 4 h, (c) 6 h

2.4 热处理制度对选区激光熔化 Ti-6Al-4V 力学性能的影响

图 9 为不同退火温度与材料强度和断后延伸率

的影响关系。结果表明,随着退火温度的升高,材料的屈服强度和抗拉强度逐渐降低,材料的断后延伸率逐渐增加。这与温度升高合金的组织 and 相组成有着

必然的关系。退火温度的升高,亚稳针状 α' 相逐渐分解为 $\alpha+\beta$ 相,温度越高分解转变越完全,合金内部沉积过程产生的内应力下降,同时 β 相体积分数也随之增加,变形抗力下降。在600、700℃时,元素扩散速率较低,不稳定的 α' 相转变不充分,形成针状 α' 和 $\alpha+\beta$ 相的混合组织,材料的强度相对直接沉积态降低不明显,甚至在600℃时屈服强度略有升高,但此温度范围内材料的延伸率普遍较低(约为8%~12%)。温度至800、900℃时,屈服强度和抗拉强度均较沉积

态以及600、700℃退火低,且随着温度增加,强度降低明显。900℃处理材料屈服强度约850~880 MPa,800℃处理材料屈服强度较900℃处理材料屈服强度普遍高出约90 MPa(约840~970 MPa);断后延伸率结果表明材料经900℃热处理具有最好的塑性(约16%左右),材料经800℃热处理塑性较900℃略低(约15%左右)。考虑900℃材料的屈服强度降低明显,且800℃具有最好的强度塑性匹配,800℃是选区激光熔化后的最佳退火温度。

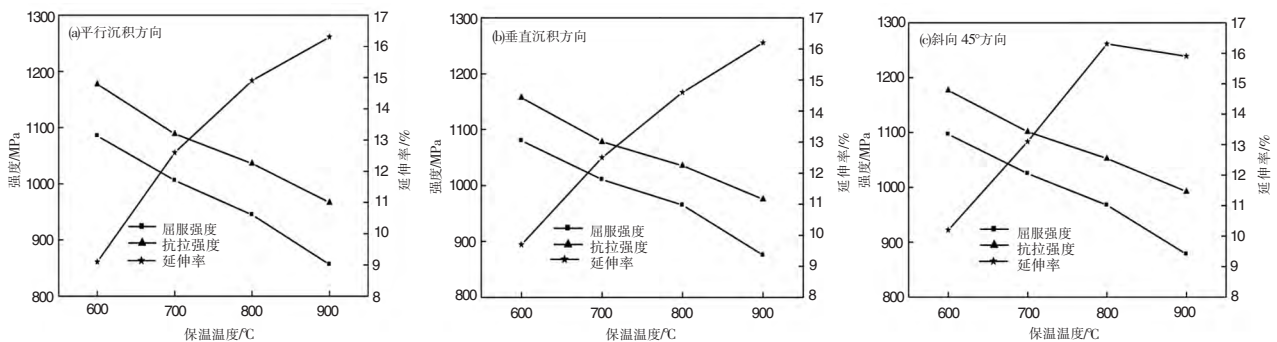


图9 不同退火温度与材料强度和延伸率关系

Fig.9 Relationship between annealing temperature and strength, elongation of Ti-6Al-4V

选择800℃作为最佳的热处理温度,为了避免在该温度下晶粒过分长大,需要设定合理的热处理保温时间。图10为800℃保温2、4、6h材料的强度和断后延伸率变化规律。从图10可以看出,随着保温时间的延长,材料的屈服强度和抗拉强度逐渐降低,但材料的断后延伸率增加不明显。材料经800℃以及2h处理后,屈服强度约为930

~970 MPa,抗拉强度约为1020~1060 MPa,断后延伸率15%左右;4h保温后屈服强度约为910~950 MPa,抗拉强度约为1010~1030 MPa,断后延伸率15%左右;6h保温后合金强度变化不明显。通过第2.3节的研究发现保温时间延长,晶粒尺寸增加,因此,应限制在此温度下的保温时间不超过2h。

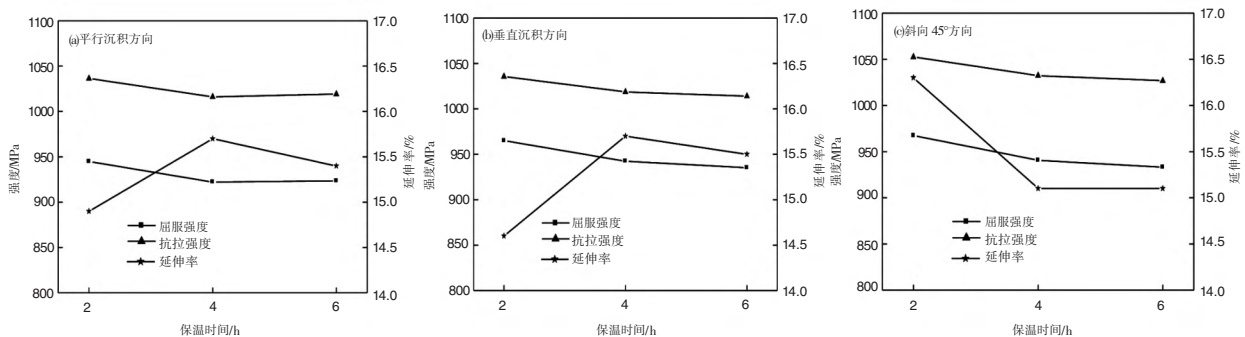


图10 不同保温时间与材料强度和延伸率关系

Fig.10 Relationship between holding time and strength, elongation of Ti-6Al-4V

2.5 热等静压沉积态 Ti-6Al-4V 组织演变的影响规律

选区激光熔化通过粉末熔化成形,由于粉末在成形过程中的收缩以及空心粉的存在,往往会产生

一定的气孔等缺陷,成形后热等静压是提升最终性能的关键。同时,热等静压还可以改善冷却速度过快形成的过冷组织或者亚稳定组织,为明确热等静压下沉积态组织的演变,对其进行了950℃,150

MPa, 4 h 的处理。

图 11 是 Ti-6Al-4V 合金经选区激光熔化成形+热等静压前后的金相照片。结果显示沉积态 Ti-6Al-4V 合金原始 α 相经过热等静压后, β 柱状晶及针状 α' 相全部分解为交错分布的 $\alpha+\beta$ 网篮组织。合金在 950 °C 处于 ($\alpha+\beta$) 双相区, 受到 150 MPa 压力作用, 原始 β 晶粒边界在变形过程中有一定程度破坏, 但由于合金变形量不大, 仍保留原始的 β 晶粒形态, 仅出现少量分散分布的颗粒状晶界 α , 原始

β 晶粒内的 α 片承受变形后变短, α 束尺寸较小, 终生长成为短棒状的 α 相(图 11(a))。热等静压后局部区域 α 条的异常长大现象, 如图 11(b) 所示。这主要是由于激光循环熔化过程, 局部晶粒接收热量较多, 生长较快, 在热等静压中, 原始较大相会继续生长优势, 吞并周围的小晶粒, 出现 α 片层异常长大。由热等静压条件下 Ti-6Al-4V 合金的显微组织可以看出, 热等静压后 α 相片层宽度约 1.5 ~ 2 μm , 较成形后长大明显。

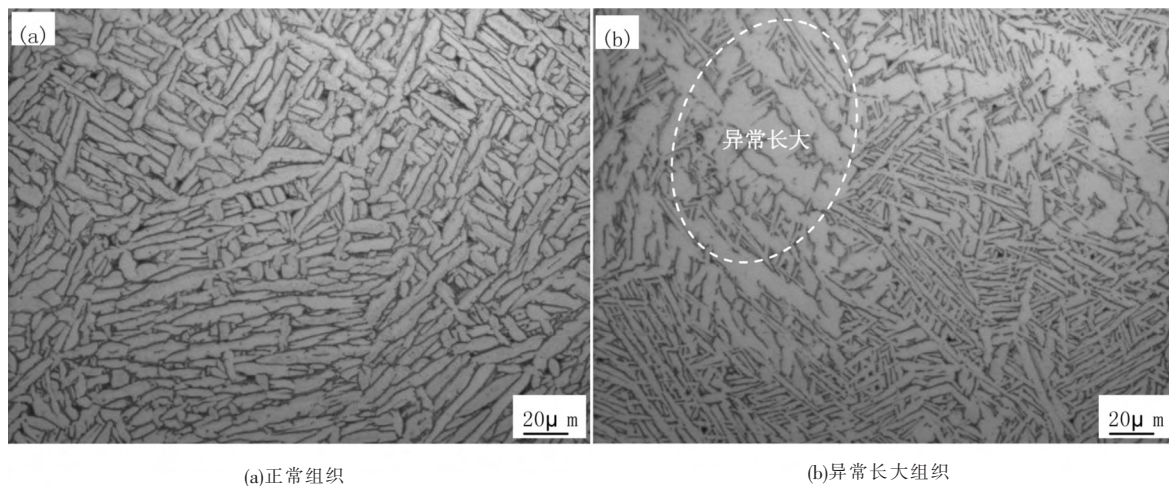


图 11 热等静压条件下 Ti-6Al-4V 的金相组织

Fig.11 Metallographic structure of Ti-6Al-4V at hot isostatic pressure

2.6 热等静压对选区激光熔化 Ti-6Al-4V 力学性能的影响

对选区激光熔化构件而言, 热等静压处理能减少或消除构件内部的缺陷, 从而提高构件的机械性能和疲劳性能。研究中选钛合金常用的热等静压温度: 950 °C、压力为 150 MPa、保温保压时间为 4 h。图 12 为沉积态合金热等静压后的力学性能变化。

从图 12 可以看出, 材料经 SLM+HIP 处理后, 屈服强度约为 860 MPa, 抗拉强度约为 970 MPa, 断后延伸率 15% ~ 18%; 材料的屈服强度和抗拉强度相较退火去应力降低明显, 材料的断后延伸率略有提升。第 2.5 节中的组织结构研究表明热等静压后 α 相片层宽度约 1.5 ~ 2 μm ; 较去应力及固溶时效层片厚度明显增加, 因此, 材料的屈服强度和抗拉强度较低明显, 同时伴随延伸率的提升。

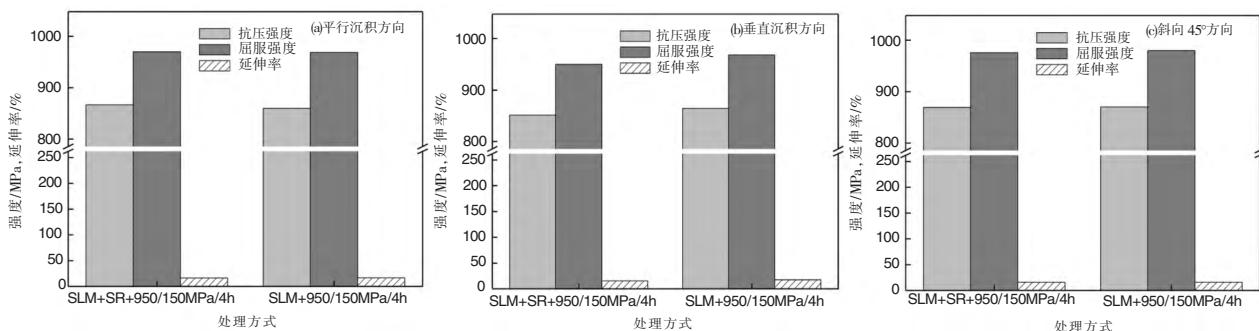


图 12 SLM+HIP, SLM+800 °C / 2 h / FC+HIP 材料强度与延伸率变化

Fig.12 Variations of strength and elongation of Ti-6Al-4V SLM+HIP, Ti-6Al-4V SLM+800 °C / 2 h / FC+HIP

3 结论

Ti-6Al-4V 选区激光熔化沉积组织,在 600~700 °C 退火时, α' 马氏体未完全分解,形成 α' 和 $\alpha+\beta$ 的混合组织;在 800~900 °C 退火时, α' 马氏体完全转变为稳定的 $\alpha+\beta$ 层片组织结构;热等静压后, α' 马氏体组织完全转变为 $\alpha+\beta$ 片层组织,局部区域出现粗化。

随着退火温度的升高,Ti-6Al-4V 选区激光熔化

沉积试样屈服强度和抗拉强度逐渐降低,断后延伸率逐渐增加;在 800 °C,不同保温时间退火后合金的力学性能随着时间增加而降低,随后保持在一定水平。结合微观组织晶粒的长大行为,建议退火温度为 800 °C,2 h。

Ti-6Al-4V 选区激光熔化沉积试样,经热等静压后,由于试样承受三向压应力,内部孔隙逐渐闭合或消失,一定程度提高了致密度,但是热等静压后试样组织相对较为粗大导致强度降低。

参考文献

- [1] Sun Zhonggang, Chen Guoqing, Zhou Wenlong, *et al.* Room temperature deformation behavior of hydrogenated TC16 titanium alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2011(2): 357-361.
(孙中刚, 陈国清, 周文龙, 等. 氢化 TC16 钛合金室温变形行为 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2011(2): 357-361.)
- [2] Lin Xin, Huang Weidong. High performance metal additive manufacturing technology applied in aviation field [J]. *Materials China*, 2015(9): 684-688.
(林鑫, 黄卫东. 应用于航空领域的金属高性能增材制造技术 [J]. *中国材料进展*, 2015(9): 684-688.)
- [3] Li Dichen, He Jiankang, Tian Xiaoyong, *et al.* Additive manufacturing: Integrated fabrication of macro/microstructures [J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2013(6): 129-135.
(李涤尘, 贺健康, 田小永, 等. 增材制造: 实现宏微结构一体化制造 [J]. *机械工程学报*, 2013(6): 129-135.)
- [4] Ding Hongyu, Sun Zhonggang, Chu Mingqiang, *et al.* Development and application of selective laser melting technology in civil aircraft [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2015(4): 102-104.
(丁红瑜, 孙中刚, 初铭强, 等. 选区激光熔化技术发展现状及在民用飞机上的应用 [J]. *航空制造技术*, 2015(4): 102-104.)
- [5] Gong Shuili, Suo Hongbo, Li Huaixue. Development and application of metal additive manufacturing technology [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2013, 433(13): 66-71.
(巩水利, 锁红波, 李怀学. 金属增材制造技术在航空领域的发展和应用 [J]. *航空制造技术*, 2013, 433(13): 66-71.)
- [6] Barriobero V P, Gussone J, Haubrich J, *et al.* Inducing stable $\alpha+\beta$ microstructures during selective laser melting of Ti-6Al-4V using in tensified intrinsic heat treatments [J]. *Materials*, 2017, 10(3): 268.
- [7] Ali H, Ma L, Ghadbeigi H, *et al.* In-situ residual stress reduction, martensitic decomposition and mechanical properties enhancement through high temperature powder bed pre-heating of selective laser melted Ti6Al4V [J]. *Materials Science & Engineering*, 2017, 695: 211-220.

编辑 杨冬梅

2019 上半年攀钢矿业钛精矿产量创历史新高

2019 上半年,攀钢矿业公司钛精矿产量完成进度计划的 107.13%,超去年同期 4.88 万 t,产品合格率 100%,稳居国内第一,创钛精矿生产以来历史新高。今年以来,该公司瞄准“打造最具竞争力的原料基础产业”战略目标,围绕生产需求,在选钛厂、兴茂公司、白马选矿厂分别开展专项技术攻关,为钛精矿稳产高产提供技术支撑;加强工序间的协同与配合,深挖产线潜力,全力释放钛精矿产能。

(来源: 铁合金在线)