

热处理对 LMD TC4 组织、力学性能及各向异性的影响

王普强¹, 王豫跃¹, 吴梦杰², 窦振¹, 张安峰^{2*}

¹西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049;

²西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室, 陕西 西安 710054

摘要 采用光学显微镜、扫描电子显微镜、能谱仪、X 射线衍射仪、拉伸试验机研究了热处理工艺对激光熔化沉积 (LMD) TC4 合金微观组织、力学性能及各向异性的影响。结果表明: 由于激光能量密度较大, 沉积态合金的微观组织为细小的 $\alpha+\beta$ 片层及晶界处的魏氏 α 集束组织, 晶界连续, 强度最高, 塑性与硬度最低, 塑性的各向异性最大; 在单重固溶时效体系中, 随着固溶温度升高, 初生 α 板条不断粗化, 晶界断裂程度加剧, 硬度不断增加; 固溶时效+退火后初生 α 相的含量最高, 塑性最高, 但强度最低, 硬度居中; 在双重固溶时效体系中, 随着第二重固溶温度升高, 初生 α 板条进一步粗化, 晶界断裂程度加剧, 硬度呈下降趋势。经 980 °C/1 h/空冷+550 °C/4 h/空冷+980 °C/1 h/空冷+550 °C/4 h/空冷处理后, 晶界基本全部断裂, 硬度较低, 强塑性匹配较好, 塑性的各向异性最小。

关键词 激光技术; 激光熔化沉积; TC4 合金; 热处理; 微观组织; 力学性能; 各向异性

中图分类号 TG146.2+3; TG166.5

文献标志码 A

doi: 10.3788/CJL202148.1002116

1 引言

Ti-6Al-4V(TC4)钛合金具有优异的耐蚀性, 且其比强度和屈强比较高^[1], 在航空航天、航海与生物医疗^[2-4]等领域被广泛应用。但是对于形状复杂的结构件, 采用传统加工工艺进行制造时, 不仅工艺繁琐复杂, 而且材料的利用率低, 制造成本很高。经济性好、制造周期短和性能优异是未来 TC4 合金零件制造行业发展的必然趋势^[5]。激光增材制造 TC4 合金构件兼具成本低、周期短、性能好等优势^[6]。TC4 合金为双相合金, 主要由在高温下稳定存在的 β 相和常温下稳定存在的 α 相两相组成^[7], 其微观组织主要包括魏氏组织、网篮组织、双态组织和等轴组织。在激光增材制造过程中, 随着激光能量密度的增加, 晶内微观组织从 α' 马氏体向魏氏 α 集束转变。不同的微观组织形态、尺寸、相比及分布对合金的性能影响较大。由于增材过程层层累加的特性, 沉积方向的温度梯度非常大^[8], β 柱状晶沿沉积

方向定向生长, 同时柱状晶晶界存在连续的 α 相, 因此合金力学性能 (尤其是塑性) 的各向异性较大^[9-10]。采用合适的热处理工艺对激光熔化沉积 (LMD) TC4 合金零件进行组织结构优化, 可以有效改善和提升零件的力学性能, 降低其各向异性。当在 T_{β} ($\alpha \rightarrow \beta$ 转变温度, 约为 $995 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$) 以上进行热处理 (超临界热处理^[11]) 时, 在此温度下保温一定时间后柱状晶会转变为粗大的等轴晶, 导致材料的组织、性能发生恶化; 当在低于 T_{β} 的温度下进行热处理 (亚临界热处理^[12]) 时, 柱状晶形态依然存在。Zhang 等^[13] 研究了热处理对激光增材制造 TC4 合金各向异性的影响, 他们认为对 TC4 合金进行高温亚临界热处理可以有效降低各向异性。Kumar 等^[14-15] 的研究表明: 选区激光熔化 (SLM) TC4 合金中的各向异性对裂纹扩展速率有明显影响; 当激光扫描层间旋转角为 90° 时, 各向异性最为明显; 通过调控打印工艺参数并配合亚临界双步热处理可以有效降低 SLM TC4 合金力学性能的各向异性。Tao

收稿日期: 2020-09-07; 修回日期: 2020-10-21; 录用日期: 2020-12-11

基金项目: 国家重点研发计划(2016YFB1100102)、国家自然科学基金(51775417)

*E-mail: zhangaf@mail.xjtu.edu.cn

等^[10]发现,随着退火温度升高,SLM TC4 合金力学性能的各向异性呈下降趋势,对其进行热等静压处理后,各向异性最小。Dhansay 等^[16]通过热等静压和亚临界高温退火热处理使 SLM TC4 合金在平行于沉积方向和垂直于沉积方向上的断裂韧性的各向异性基本消除。李静等^[17]、张霜银^[1]、Fan 等^[18]、何波等^[19]、Vrancken 等^[11]发现固溶时效处理后合金的强塑性匹配最佳,因此本文重点研究了固溶时效

对 LMD TC4 合金微观组织、力学性能及其各向异性的影响,结果表明,双重固溶时效后合金的强塑性匹配较好,塑性的各向异性最小。

2 试验材料及方法

试验材料选用等离子旋转电极法制备的 TC4 合金粉末,粉末颗粒的直径为 50~150 μm ,化学成分如表 1 所示。

表 1 TC4 合金粉末的化学成分

Table 1 Chemical composition of TC4 alloy powder

Element	Fe	N	O	C	H	Al	V	Ti
Mass fraction /%	0.076	0.011	0.14	0.0069	0.0017	6.32	4.06	Bal.

采用激光增材制造系统成形 TC4 合金块体,激光功率为 3200 W,扫描速度为 700 mm/min,光斑直径为 5 mm,送粉量为 6~10 g/min,Z 轴提升量 $\Delta Z=0.5$ mm,搭接率为 50%。试验前将粉末在真空干燥箱中于 120 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h。由于钛合金在高温下极易被氧化,因此成形过程在纯度为 99.9% 的氩气保护下进行,激光扫描路径为垂直交叉往复形式,沉积出的合金块体尺寸为 200 mm \times 160 mm \times 100 mm。采用线切割在沉积块体中部分别沿平行于沉积方向(V)和垂直于沉积方向(H)切取尺寸为 48 mm \times 8 mm \times 8 mm 的拉伸试样,每个方向各取 5 个试样,研究热处理对其微观组织和拉伸性能的影响。在石英管式炉内对试样进行热处理,热处理过程中采用氩气作为保护气。热处理工艺如表 2 所示,固溶时效处理过程中的冷却方式均选用空冷(AC),退火热处理过程中的冷却方式均选用炉冷(FC)。

采用 KEYENCE VH-600 型光学显微镜(OM)

表 2 LMD TC4 合金的热处理工艺

Table 2 Heat treatment processes of laser melting deposited TC4 alloy

No.	Heat treatment process
HT1	920 $^{\circ}\text{C}$ /1 h/AC+550 $^{\circ}\text{C}$ /4 h/AC
HT2	950 $^{\circ}\text{C}$ /1 h/AC+550 $^{\circ}\text{C}$ /4 h/AC
HT3	980 $^{\circ}\text{C}$ /1 h/AC+550 $^{\circ}\text{C}$ /4 h/AC
HT4	980 $^{\circ}\text{C}$ /2 h/AC+550 $^{\circ}\text{C}$ /4 h/AC
HT5	HT3 process+ HT3 process
HT6	HT3 process+ HT2 process
HT7	HT3 process+ HT1 process
HT8	HT3 process+800 $^{\circ}\text{C}$ /2 h/FC

和 TESCAN MIRA 3 LMH 型场发射扫描电镜(SEM)对微观组织及断口进行观察,采用 Kroll 试剂(采用体积分数为 1:3:50 的 HF、HNO₃、H₂O 配制而成)对金相试样进行腐蚀。采用能谱仪对试样中的元素含量进行定性表征,并对试样进行 X 射线衍射(XRD)测试。采用 HXD-1000TMC/LCD 型显微硬度计对不同试样的显微硬度进行测试,加载载荷为 1.96 N,持续时间为 15 s,每个试样取 10 个点,将 10 个点的平均值作为最终的显微硬度值。

3 试验数据分析

3.1 沉积态合金的显微组织

图 1 所示为沉积态 LMD TC4 试样横截面与纵截面的显微组织。如图 1(a)所示,纵截面显微组织表现为粗大的柱状晶。这是由于在激光增材制造过程中,熔覆下一层时会使得上一凝固层的晶粒上部熔化,从而使得晶粒会随着下一层的熔覆进行外延生长;同时,TC4 合金中 β 相的自扩散系数较大,晶粒的生长激活能较小^[20],导致激光增材制造 TC4 沉积态试样内部组织为沿着沉积方向贯穿多个熔覆层呈外延生长的粗大的 β 柱状晶。在激光熔覆过程中进行下一层熔覆时,对于前一熔覆层来说相当于进行了一次回火处理,熔池热影响区的 α 板条在热作用下发生粗化^[21];又由于柱状晶内的 α 板条具有择优取向特征,因此相邻柱状晶呈现明暗交替生长的现象,形成了如图 1(a)所示的层带组织。本试验选用的激光功率较大,合金在层层累加沉积过程中的热积累较明显,导致冷却速度小于马氏体形成的临界冷却速度,因而沉积态晶内为 $\alpha+\beta$ 片层组织,部分晶界上并排生长着魏氏 α 集束,同时有少量等轴初生 α 相存在,如图 1(c)所示。选取 5 张不同区域的显微组织图

片,利用 Image J 染色处理并统计 α 相的比例,统计后求平均值,得到初生 α 相的面积分数约为 91%。

沉积态 LMD TC4 合金的横截面组织为等轴

晶,如图 1(d)所示,晶内的组织形态与柱状晶内的组织形态相近, α 板条宽度约为 $0.7 \mu\text{m}$,晶界上分布着连续的初生 α 相,如图 1(e)所示。

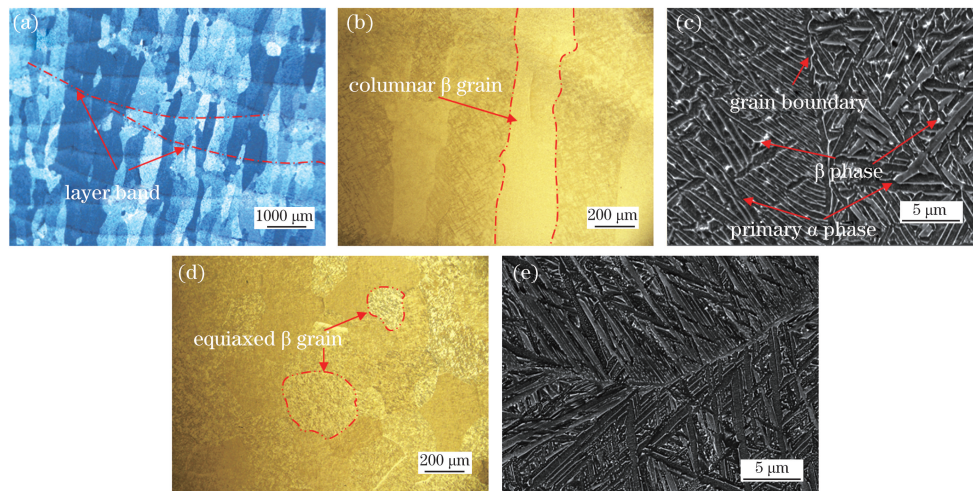


图 1 沉积态 LMD TC4 合金的显微组织。(a)(b)(c) 平行于沉积方向;(d)(e) 垂直于沉积方向

Fig. 1 Microstructures of laser melting deposited TC4 alloy. (a)(b)(c) Parallel to deposition direction; (d)(e) perpendicular to deposition direction

分别选取试样横截面及纵截面显微组织图片各 5 张,统计 50 个柱状晶的尺寸,结果表明,尺寸范围为 $150 \sim 500 \mu\text{m}$;统计 50 个等轴晶的直径,直径范围为 $150 \sim 500 \mu\text{m}$ 。由于在凝固过程中 α 变体存在选择机制, $\beta(\text{BCC, body centered cubic}) \rightarrow \alpha(\text{HCP, hexagonal closepacked})$ 转变时满足伯格取向关系 $\{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha}$ 和 $\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$,因此 α 片层朝特定方向分布^[22]。

3.2 热处理对显微组织的影响

图 2 为 TC4 合金经单重固溶时效处理后的显微组织。如图 2(a)、(b)所示,经 HT1 热处理后,初生 α 相的体积分数降至 75%左右,转变 β 基体中析出了直径约为 $0.1 \mu\text{m}$ 的细小二次 α 相,将 β 相截断成散点状, α 板条宽度增加至 $2 \mu\text{m}$ 左右,连续的晶界 α 相部分断裂。如图 2(c)、(d)所示,经 HT2 热处理后,初生 α 板条的宽度增加到 $3.5 \mu\text{m}$,晶界 α 相的断裂程度进一步增加。由图 2(e)、(f)可以看出:经 HT3 热处理后,初生 α 相的体积分数下降至 65%左右, α 板条宽度粗化至约 $4 \mu\text{m}$,长宽比降低至 10 左右,晶界上的绝大部分连续 α 相断开。随着固溶温度升高,更多的晶界 α 相转变为 β 相,空冷后 β 相保留至室温, α 板条在保温过程中长大,晶界 α 相周围的 α 板条会刺穿晶界 α 相生长;高温下原连续的晶界 α 相内部分区域的 V 元素偏聚,在后期时效过程中由于温度较低,元素扩散动力不足,时效处理后 V 元素偏聚区域的 β 相保留至室温;高温下 α

板条内部的位错开动阻力减小,发生重排,在连续的晶界 α 相内形成位错壁和位错胞^[23]。在上述三种机制的共同作用下,原连续的晶界 α 相的断裂程度进一步增加,同时,时效后亚稳 β 相中析出了细小的二次 α 相。可以看出,在单重固溶时效体系中,随着固溶温度升高, α 相的尺寸均匀化程度不断提高。这主要是因为随着固溶温度从 $920 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 升至 $980 \text{ }^{\circ}\text{C}$,初生 α 相含量不断降低,初生 α 板条沿长轴方向生长的阻力小于沿宽度方向生长的阻力,更高的温度使初生 α 板条的长度增加得更快,但 α 板条沿长度方向增加时彼此之间会相互截断,同时高温下 α 板条内部的位错会发生重排;此外,随着温度升高,更多的 α 相转变为 β 相,V 原子扩散加剧,产生偏聚,导致时效处理后部分 α 板条断裂,因而 α 相的尺寸均匀化程度有所增加。由图 2(f)可知,经 HT3 热处理后, α 板条的断裂分为沿板条长轴方向断裂和垂直于长轴方向断裂两种方式。由图 2(g)、(h)可知,经 HT4 热处理后,初生 α 板条的宽度进一步增加至 $5 \mu\text{m}$ 左右,尺寸均匀化程度进一步增加,晶界基本全部断裂。由于单重固溶时效热处理采用的是相同的时效处理,因而时效后转变 β 基体中析出的二次相尺寸都比较细小。

图 3 为经 HT5~HT7 双重固溶时效处理后的显微组织形貌。由图 3(a)、(b)可知,经 HT5 热处理后,初生 α 相的体积分数下降至 40%左右,连续晶界基本全部断开,如图 3(b)中箭头所指, α 板条边缘有脱离母相的趋势, α 板条的最大宽度约为

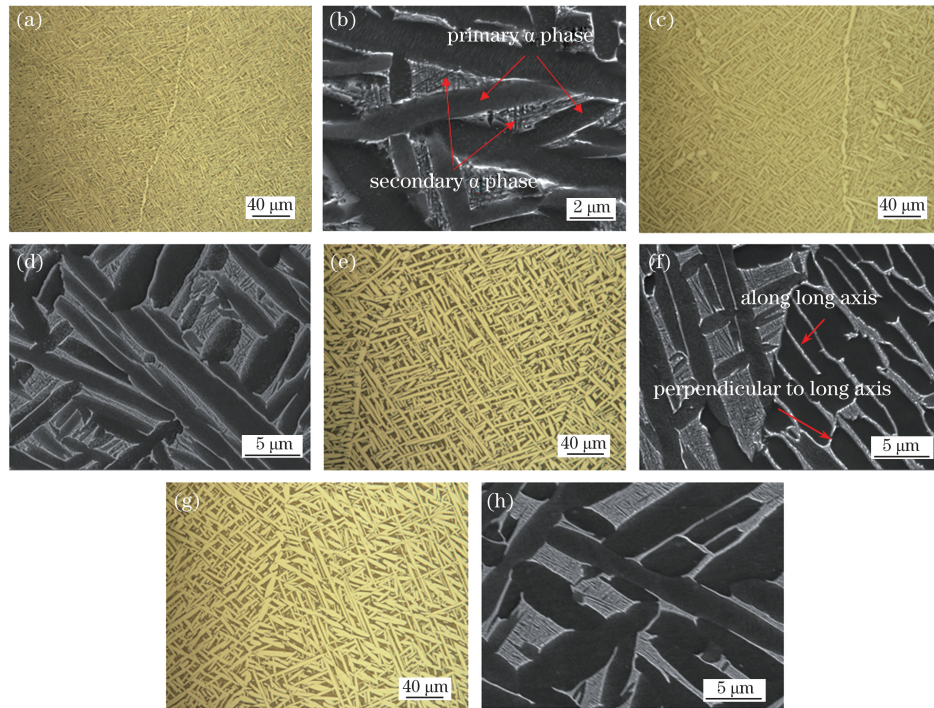


图 2 单重固溶时效处理后 LMD TC4 合金的显微组织。(a)(b) HT1; (c)(d) HT2; (e)(f) HT3; (g)(h) HT4
 Fig. 2 Microstructures of laser melting deposited TC4 alloy after single solution aging treatment. (a)(b) HT1; (c)(d) HT2; (e)(f) HT3; (g)(h) HT4

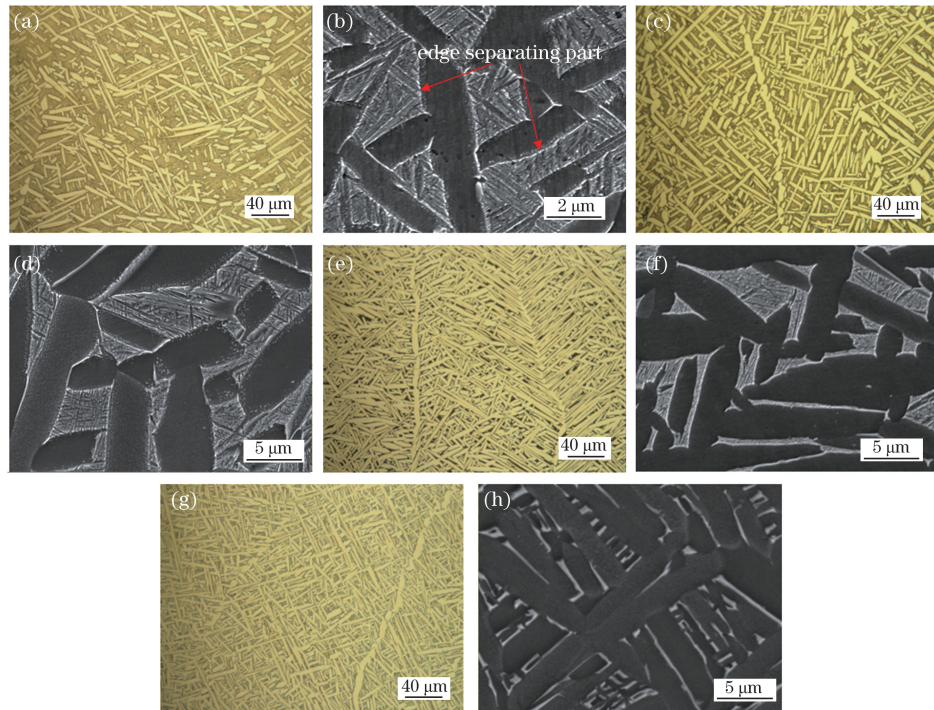


图 3 双重固溶时效及固溶时效+退火处理后 LMD TC4 合金的显微组织。(a)(b) HT5; (c)(d) HT6; (e)(f) HT7; (g)(h) HT8

Fig. 3 Microstructures of laser melting deposited TC4 alloy after double solution aging and solution aging + annealing treatment. (a)(b) HT5; (c)(d) HT6; (e)(f) HT7; (g)(h) HT8

5 μm。双重固溶时效处理后形成的二次 α 相由时效时在转变 β 基体中析出的二次 α 相、初生 α 板条

断裂形成的二次 α 相两部分组成,二次固溶时效后转变 β 基体中析出的二次 α 相粗化至 0.2 μm 左右,

而初生 α 板条断裂产生的二次 α 相尺寸在 $0.25 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 范围内。随着加热温度升高,溶质原子扩散速率加快,元素扩散得更加剧烈,在 α 相转变为 β 相的过程中,原 α 相中高浓度的 Al 元素会扩散到初生 β 相中,而初生 β 相中高浓度的 V 元素会扩散到新生成的 β 相中去,相界处的 Al 元素会扩散到初生 α 相中心以及相邻的 β 相,V 元素则从 α 相中心以及 β 相中扩散到 α/β 相界面^[24];而在降温过程中,由于部分新生成的 β 相中的 V 元素含量不足以将 β 相稳定到室温,因此发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变,相变过程中新 β 相中的 V 元素从其中心向初生 β 相扩散,导致降温时新生成的 α 相自中心至边界 V 元素浓度有所升高,空冷后边界部分区域的 β 相由于 V 原子的富集而保留至室温。同时,由于在 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变过程中,原 α 板条中部分区域的 Al 元素含量降低,而 V 元素含量升高,因此降温过程中原 α 板条无法完全析出,空冷后 V 元素富集区的 β 相被保留至室温,原 α 板条被 β 相截断。最终在多次相变过程中,由于“位错重排”“ α 板条外延生长”“升降温过程中元素扩散”三者的共同作用, α 板条断裂。根据片层粗化及片层终止转化理论,部分 α 相产生球化现象^[25]。

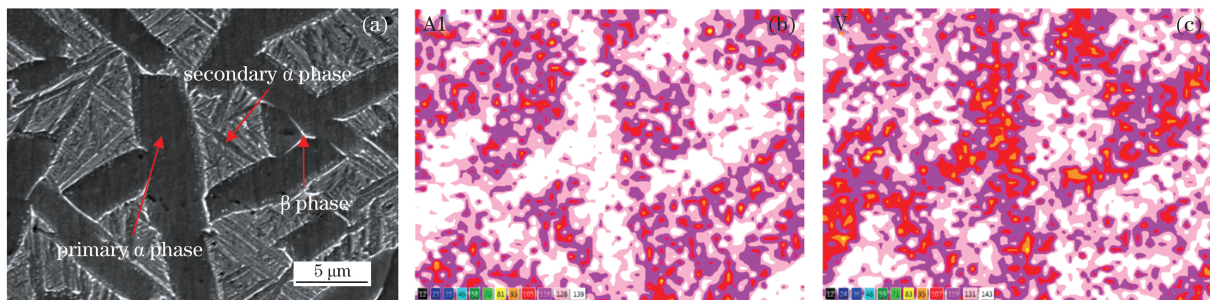


图 4 经 HT5 热处理后 LMD TC4 合金的元素面扫描分布图。(a)SEM 图;(b)Al 元素面扫描;(c)V 元素面扫描

Fig. 4 Element mapping of laser melting deposited TC4 alloy after HT5 heat treatment. (a) SEM image; (b) Al element mapping; (c) V element mapping

3.3 XRD 物相分析

图 5 为在不同处理状态下试样的 XRD 谱,可以发现,热处理态试样的衍射峰相比沉积态试样均稍向左偏移。这是因为激光熔化沉积过程中的冷速较快,V、Al 溶质原子大量溶于合金晶格间隙,导致沉积态合金的晶格点阵收缩,晶面间距减小,而热处理态合金晶格间隙中的溶质原子由于在高温下发生了扩散,晶格间隙中的溶质原子含量降低,点阵收缩程度减小,晶面间距有所增加,因此衍射峰发生了不同程度的左移^[6]。

3.4 热处理对显微硬度的影响

图 6 和图 7 分别给出了不同热处理工艺下试样

由图 3(c)、(d)可以看出,经 HT6 热处理后,由于第二重固溶温度有所下降,连续晶界断裂程度降低,板条宽度粗化至约 $5 \mu\text{m}$ 。由图 3(e)、(f)可以看出,经 HT7 热处理后,第二重固溶温度进一步下降,连续晶界断裂程度进一步降低,板条宽度约为 $4 \mu\text{m}$ 。由图 3(g)、(h)可以看出,与 HT3 相比,经 HT8 热处理后,初生 α 板条宽度只增加了 $0.15 \mu\text{m}$ 左右,但二次 α 相的宽度由 $0.1 \mu\text{m}$ 左右粗化至约 $0.9 \mu\text{m}$ 。这主要是因为固溶时效后进行 $800 \text{ }^\circ\text{C}/2 \text{ h}/\text{FC}$ 的退火过程中, α 板条之间弥散分布的 β 相以及二次 α 相的存在,在一定程度上抑制了初生 α 板条的长大,而在退火的炉冷过程中,残留亚稳态 β 相重新转变为 α 相,同时时效后产生的二次 α 相具有足够的时间发生粗化聚集长大。

图 4 为经 HT5 热处理后合金的元素面扫描分布图。由元素面扫描结果可知:Al 元素在 α 相内富集,而 V 元素在 β 相内富集;自 α 板条轴中心到边缘,Al 元素含量有所下降,V 元素含量逐渐增加。图 3(b)中箭头所指初生 α 板条边缘脱离母相的现象主要是由 α 相边缘的 Al 元素含量较低而 V 元素含量较高造成的。

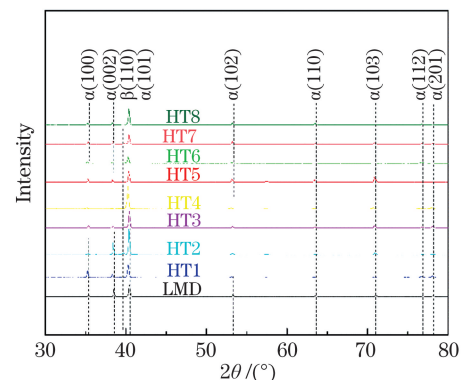


图 5 不同状态下 LMD TC4 试样的 XRD 谱

Fig. 5 XRD patterns of laser melting deposited TC4 samples in different states

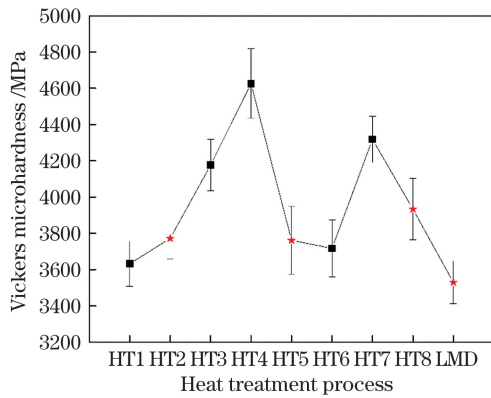


图 6 不同状态下 LMD TC4 试样的维氏显微硬度值
Fig. 6 Vickers microhardness of laser melting deposited TC4 alloy samples in different states

的维氏显微硬度值和显微硬度压痕照片。对于单重固溶时效 (HT1~HT3), 随着固溶温度升高, 初生 α 板条及二次相不断粗化, 位错密度不断增加, 而 α 相为密排六方结构, 滑移系较少, 比 β 相更难发生塑性变形, 同时 α 板条粗化后板条之间的 β 相分布得更加不均匀, 彼此之间的协调变形能力变差, 位错运动阻力增大, 因此硬度值不断增加。随着固溶时间延长, HT4 热处理后 [如图 7(d) 所示] 初生 α 板条进一

步粗化, 但初生 α 相含量下降幅度不大, 因此硬度值进一步增大。

经 HT5 双重固溶时效处理后的试样如图 7(e) 所示, 初生 α 相的体积分数降低至 40% 左右, 与经 HT3 单重临界高温固溶时效处理的合金相比, 硬度有所下降。与 HT5 相比, HT6 的第二重固溶温度稍微有所下降, 因此经 HT6 处理的合金的硬度与经 HT5 处理的合金硬度相比变化不是很大; 而 HT7 热处理的第二重固溶温度更低, 相比于 HT5 与 HT6, 初生 α 相的体积分数更高, 且初生 α 板条尺寸与 HT6 接近, 因此经 HT7 处理的合金的硬度在双重固溶时效热处理合金中是最高的。经 HT8 热处理的合金中的 α 相体积分数最多, 同时二次 α 相聚集长大, 发生粗化, 导致伸长率提升得最大, 硬度也较高, 但由于退火后内应力被消除, 位错密度下降, 硬度相比 HT3 处理的合金有所下降。沉积态试样的硬度在所有试样中是最低的, 这是因为在激光熔覆沉积过程中 α 相的含量虽然很高, 但是由于其尺寸很小, 且 α 相之间的 β 相分布得较为均匀, α 板条与 β 相之间的协同变形能力较强, 因此硬度最低。

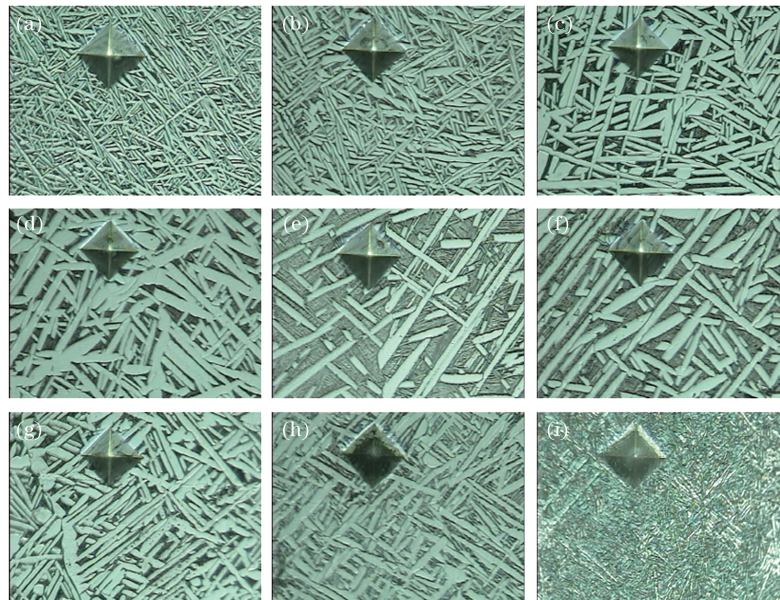


图 7 不同状态下 LMD TC4 试样的维氏硬度压痕照片 (400 \times)。 (a) HT1; (b) HT2; (c) HT3; (d) HT4; (e) HT5; (f) HT6; (g) HT7; (h) HT8; (i) LMD

Fig. 7 Vickers hardness indentation photos of laser melting deposited TC4 specimens in different states (400 \times). (a) HT1; (b) HT2; (c) HT3; (d) HT4; (e) HT5; (f) HT6; (g) HT7; (h) HT8; (i) laser melting deposition

3.5 热处理对拉伸性能的影响

根据测得的显微硬度值, 在三类热处理工艺中分别各取一种硬度较为适中的热处理方法对拉伸试样进行热处理, 然后进行拉伸试验。表 3 所示为经

过不同热处理的试样的拉伸力学性能, 可以发现, 沿 V 方向拉伸的试样的屈服强度均低于沿 H 方向拉伸的, 而伸长率的变化趋势则正好相反。这是因为在增材制造过程中, 粗大的 β 柱状晶沿沉积方向外

延生长,因此沿 V 方向拉伸时更易发生塑性变形,而当沿 H 方向(垂直于柱状晶方向)拉伸时,连续晶界会阻碍位错运动,从而导致与沿 V 方向拉伸相比,强度较高,塑性较低。

由表 3 中的数据可知:沉积态试样的强度最高,抗拉强度可达到 1065 MPa 以上,但其塑性最低;随着加热峰值温度升高,强度呈下降趋势,塑性增加。经 HT2 热处理后,沿 H 方向拉伸的试样,其塑性提升得并不太明显,这是因为在 950 °C 的固溶温度下,虽然连续晶界发生了一定程度的破碎,但破碎的程度仍然较低,连续晶界对位错运动的阻碍作用依然较为明显,由于时效强化作用,强度下降的幅度较小,塑性有所提升。经 HT8 热

处理后的试样的塑性最好,但强度损失最大,这主要是因为高温固溶时效后,随着 α 板条发生粗化以及晶界断裂程度的增加,强度有所降低,塑性有所提升,而在进一步的退火后,二次 α 相发生粗化,导致二次相强化机制消失,同时内应力消除,因此塑性提升的幅度较大,而强度的损失较为严重。经 HT5 热处理后的试样无论是强度还是塑性的各向异性在 4 组试样中均是最小的,并且其在 H 方向的伸长率相比 HT8 热处理后的降低了 2.6%。这主要是因为 HT5 试样的连续晶界基本完全断裂,导致塑性的各向异性降低,但由于初生 α 相的含量较低,而二次相含量较高,因此塑性的提升幅度低于 HT8 试样。

表 3 不同状态下 LMD TC4 拉伸试样的力学性能

(D 表示拉伸方向, σ_b 表示抗拉强度, σ_s 表示屈服强度, A 表示各向异性, E 表示伸长率, R 表示断面收缩率)

Table 3 Mechanical properties of laser melting deposited TC4 alloy tensile specimens in different states (D means tensile direction, σ_b means ultimate tensile strength, σ_s means yield strength, A means anisotropy, E means elongation, and R means rate of reduction in area)

Treatment	D	σ_b		σ_s		E		R	
		Mean /MPa	A /%	Mean /MPa	A /%	Mean /%	A /%	Mean /%	A /%
LMD	H	1065.2	0.1	965.6	2.1	10.6	31.2	29.8	32.3
	V	1066.0		945.4		15.4		44.0	
HT2	H	1024.0	2.4	928.0	5.1	12.8	25.1	33.7	36.5
	V	999.0		881.0		17.1		53.0	
HT5	H	990.4	0.5	882.2	3.9	14.9	11.3	36.0	8.6
	V	995.2		847.6		16.8		39.4	
HT8	H	967.4	1.1	875.2	6.2	15.3	15.9	38.8	16.0
	V	956.6		821.8		18.2		46.2	
GB/T 25137—2010	—	895.0	—	828.0	—	10.0	—	25.0	—

图 8 为不同热处理下试样的拉伸断口形貌,可以看出:不同处理状态下的试样断口上均存在不同程度的杯锥状特征,且 V 方向断口的颈缩程度明显高于 H 方向,同时 V 方向断口中心纤维区的韧窝数量及深度均较 H 方向大。图 8(d)为沉积态试样沿 H 方向拉伸后,拉伸断口纤维区的显微形貌,韧窝数量少且深度小。图 8(i)~(l)为经 HT5 双重固溶时效后的断口形貌,可以看出:韧窝尺寸较大,且大韧窝中含有小韧窝;伸长率越大,颈缩越明显,同时中心纤维区的韧窝越深,深度越大。图 8(m)~(p)为经 HT8 热处理后的断口形貌,沿 V 方向拉伸的试样在所有试样中的颈缩最明显,同时断口中心纤维区的韧窝大而深,大韧窝里面含有小韧窝,韧性

断裂特征最为明显。

图 9 为 LMD TC4 试样拉伸断口纵向剖面的微观组织。由于不同取向的板条对裂纹尖端前沿塑性区内的位错具有明显的阻碍作用,因此位错塞积于不同取向的 α/β 相界面。随着加载的进行,位错塞积应力越来越大,当局部应力超过 α/β 界面的结合力时,如图 9 中的箭头所示,在裂纹尖端前沿的塑性区内就会形成显微孔洞。形成的显微孔洞可以消解裂纹尖端前沿形成的应力集中,同时在加载过程中,这些显微孔洞会逐渐合并、长大,并与裂纹尖端前沿以内颈缩的方式相互连接,促进裂纹尖端向前扩展,最终在断口表面形成类似于拉伸过程中延性断裂的韧窝形貌^[23]。

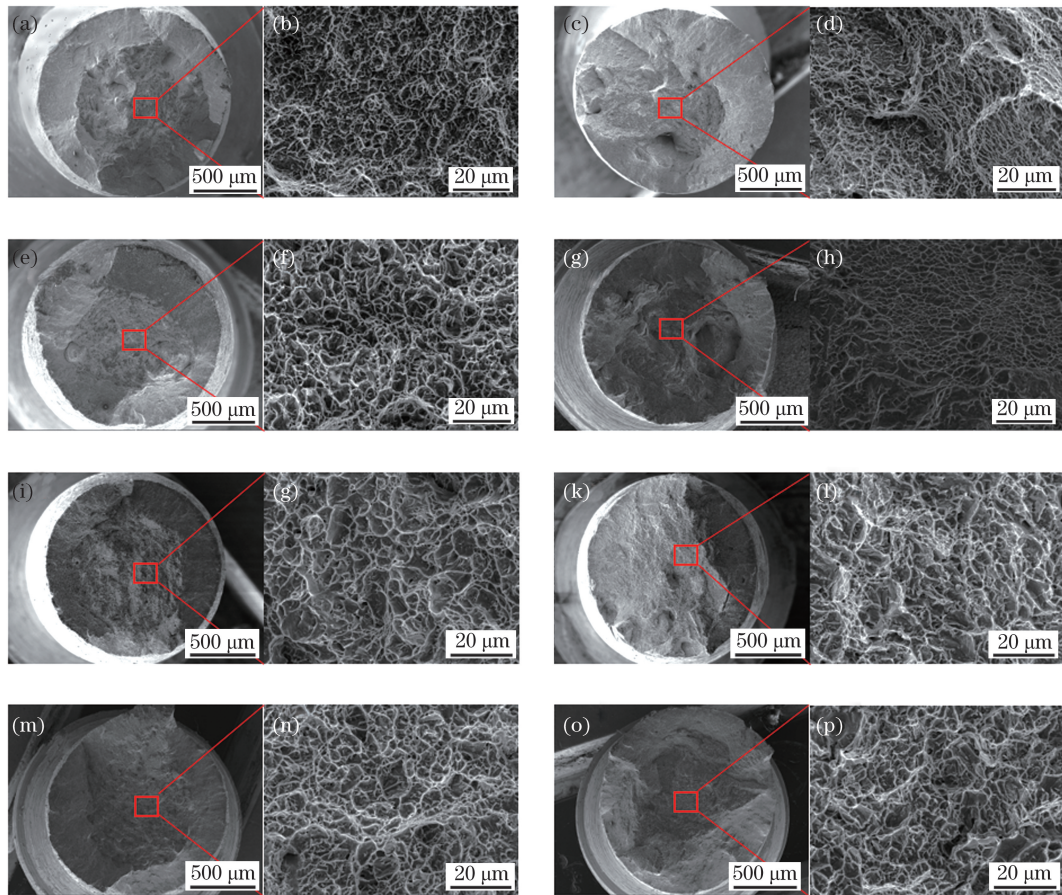


图 8 不同状态下 LMD TC4 试样的拉伸断口形貌。(a)(b) LMD-V; (c)(d) LMD-H; (e)(f) HT2-V; (g)(h) HT2-H; (i)(j) HT5-V; (k)(l) HT5-H; (m)(n) HT8-V; (o)(p) HT8-H

Fig. 8 Tensile fracture morphologies of laser melting deposited TC4 specimens in different states. (a)(b) LMD-V; (c)(d) LMD-H; (e)(f) HT2-V; (g)(h) HT2-H; (i)(j) HT5-V; (k)(l) HT5-H; (m)(n) HT8-V; (o)(p) HT8-H

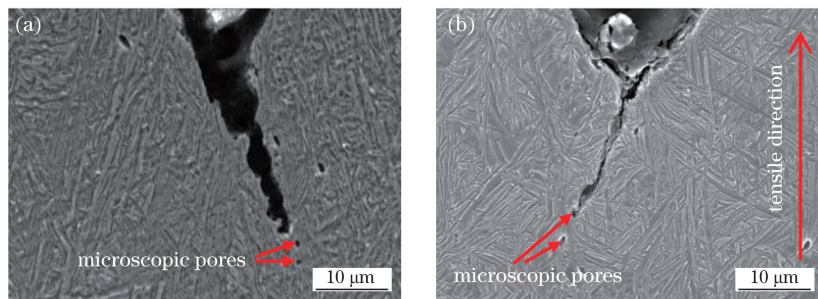


图 9 LMD TC4 拉伸试样断口纵向剖面的显微形貌。(a) LMD-V; (b) LMD-H

Fig. 9 Microscopic morphologies of the longitudinal section of the fracture of laser melting deposited TC4 tensile specimen. (a) LMD-V; (b) LMD-H

4 结 论

LMD TC4 合金的微观组织由细小的 $\alpha + \beta$ 片层、等轴初生 α 相及部分晶界处并排生长的魏氏 α 集束组成。在单重固溶时效体系中,随着固溶温度升高及保温时间延长,初生 α 板条的宽度从 $2 \mu\text{m}$

粗化至 $5 \mu\text{m}$,晶界断裂程度不断加剧;随着固溶温度升高,板条尺寸的均匀化程度提高。在双重固溶时效体系中,随着第二重固溶温度升高,初生 α 板条的宽度由 $4 \mu\text{m}$ (HT7)粗化至 $5 \mu\text{m}$ (HT5),晶界断裂程度进一步加剧(HT5 热处理后晶界基本全部断裂,初生 α 板条边缘出现脱离趋势)。相比 HT3,经

HT8 热处理后,二次析出相的宽度粗化至约 $0.9\ \mu\text{m}$,但初生 α 相的粗化并不明显。

XRD 谱表明,热处理后晶格间隙中固溶原子的含量降低,因此晶格畸变程度减小,导致晶面间距有所增大,所有热处理态试样的衍射峰均不同程度地向左偏移。

在单重固溶时效体系中,随着固溶温度升高及保温时间延长,硬度值不断增加,HT4 热处理后的初生 α 相进一步粗化,但其含量相比 HT3 热处理后的并无明显变化,因此硬度值最高;在双重固溶时效体系中,随着第二重固溶温度升高,硬度呈下降趋势;固溶时效+退火热处理后的合金的硬度居中。沉积态合金中 α 相的含量虽然很高,但是由于其尺寸很小,且 α 相之间的 β 相分布得较为均匀,因此 α 板条与 β 相之间的协同变形能力较强,硬度值最低。

沉积态合金的强度最高,但塑性最差,塑性的各向异性最大;随着加热峰值温度升高,强度不断下降,塑性不断提升;经 HT2 单重固溶时效处理后,合金的塑性有所提升,塑性的各向异性有所下降;经 HT8 固溶时效+退火热处理后,合金的强度损失最大,但塑性的提升幅度最大,塑性的各向异性进一步下降;经 HT5 双重固溶时效处理后,合金的强塑性匹配最佳,塑性的各向异性最小,综合力学性能最好。

参 考 文 献

- [1] Zhang S Y, Lin X, Chen J, et al. Influence of heat treatment on the microstructure and properties of Ti-6Al-4V titanium alloy by laser rapid forming [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(7): 1263-1266.
张霜银, 林鑫, 陈静, 等. 热处理对激光成形 TC4 合金组织及性能的影响 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2007, 36(7): 1263-1266.
- [2] Ren Y M, Lin X, Fu X, et al. Microstructure and deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy by high-power laser solid forming [J]. *Acta Materialia*, 2017, 132: 82-95.
- [3] Thijs L, Verhaeghe F, Craeghs T, et al. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V [J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(9): 3303-3312.
- [4] van Bael S, Vandenbroucke B, Kerckhofs G, et al. Design and production of bone scaffolds with selective laser melting [C]//TMS 2009 138th Annual Meeting & Exhibition of the Minerals, February 15-19, 2009, San Francisco, CA. San Francisco: Metals & Materials Society (TMS), 2009: 333-339.
- [5] Wang P Q, Wu M J, Wang Y Y, et al. Research development on microstructure and properties of LAM TC4 titanium alloy with different heat treatment processes [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2020, 63(10): 56-65.
王普强, 吴梦杰, 王豫跃, 等. 不同热处理工艺下激光增材制造 TC4 钛合金组织与性能研究进展 [J]. *航空制造技术*, 2020, 63(10): 56-65.
- [6] Zhang S Y. Research on microstructures and properties of Ti-6Al-4V titanium alloy in laser rapid forming processing [D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2006.
张霜银. 激光快速成形 TC4 钛合金的组织与力学性能研究 [D]. 西安: 西北工业大学, 2006.
- [7] 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.
- [8] Qi Z J, Zhang X X, Wang Y Y, et al. Effect of B on microstructure and tensile properties of laser additive manufactured TC4 alloy [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2020, 47(6): 0602002.
齐振佳, 张晓星, 王豫跃, 等. 硼对激光增材制造 TC4 微观组织及力学性能的影响 [J]. *中国激光*, 2020, 47(6): 0602002.
- [9] Huo H, Liang Z Y, Zhang A F, et al. Anisotropy of mechanical properties of laser-cladding-deposited TC4 titanium alloy containing boron [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2019, 46(12): 1202008.
霍浩, 梁朝阳, 张安峰, 等. 激光熔覆沉积含硼 TC4 钛合金力学性能的各向异性 [J]. *中国激光*, 2019, 46(12): 1202008.
- [10] Tao P, Li H X, Huang B Y, et al. Tensile behavior of Ti-6Al-4V alloy fabricated by selective laser melting: effects of microstructures and as-built surface quality [J]. *China Foundry*, 2018, 15(4): 243-252.
- [11] Vrancken B, Thijs L, Kruth J P, et al. Heat treatment of Ti6Al4V produced by selective laser melting: microstructure and mechanical properties [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, 541: 177-185.
- [12] Huang Q L, Liu X J, Yang X, et al. Specific heat treatment of selective laser melted Ti-6Al-4V for biomedical applications [J]. *Frontiers of Materials Science*, 2015, 9(4): 373-381.
- [13] Zhang X Y, Fang G, Leeflang S, et al. Effect of subtransus heat treatment on the microstructure and mechanical properties of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy [J]. *Journal of Alloys and Compounds*,

- 2018, 735: 1562-1575.
- [14] Kumar P, Ramamurty U. Microstructural optimization through heat treatment for enhancing the fracture toughness and fatigue crack growth resistance of selective laser melted Ti6Al4V alloy[J]. *Acta Materialia*, 2019, 169: 45-59.
- [15] Kumar P, Prakash O, Ramamurty U, et al. Micro- and meso-structures and their influence on mechanical properties of selectively laser melted Ti-6Al-4V[J]. *Acta Materialia*, 2018, 154: 246-260.
- [16] Dhansay N M, Tait R, Becker T, et al. Fatigue and fracture toughness of Ti-6Al-4V titanium alloy manufactured by selective laser melting [J]. *Advanced Materials Research*, 2014, 1019: 248-253.
- [17] Li J, Lin X, Qian Y H, et al. Study on microstructure and property of laser solid forming TC4 titanium alloy[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2014, 41(11): 1103010.
李静, 林鑫, 钱远宏, 等. 激光立体成形 TC4 钛合金组织和力学性能研究[J]. *中国激光*, 2014, 41(11): 1103010.
- [18] Fan Z C, Feng H W. Study on selective laser melting and heat treatment of Ti-6Al-4V alloy[J]. *Results in Physics*, 2018, 10: 660-664.
- [19] He B, Xing M, Sun C Q, et al. Effect of heat treatment on microstructure and properties of laser deposition TC4 [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2019, 48(9): 3007-3014.
何波, 邢盟, 孙长青, 等. 热处理对激光沉积 TC4 组织和性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2019, 48(9): 3007-3014.
- [20] Huang W D, Lin X, Chen J, et al. Laser solid forming [M]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University Press, 2007: 1-20.
黄卫东, 林鑫, 陈静. 激光立体成形[M]. 西安: 西北工业大学出版社, 2007: 1-20.
- [21] Lin X, Yang H O, Chen J, et al. Microstructure evolution of 316L stainless steel during laser rapid forming[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2006, 42(4): 361-368.
林鑫, 杨海欧, 陈静, 等. 激光快速成形过程中 316L 不锈钢显微组织的演变[J]. *金属学报*, 2006, 42(4): 361-368.
- [22] Li W X, Yi D Q, Liu H Q, et al. Effect of the heat treatment process on microstructure and mechanical properties of the TC4 alloy processed by selective laser melting[J]. *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*, 2017, 22(1): 70-78.
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.
- [23] Zhao Z. Intracrystalline substructures control and strength-toughness optimization of laser solid formed TC4-DT alloy [D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2018.
赵庄. 激光立体成形 TC4-DT 合金晶内亚结构及强化调控[D]. 西安: 西北工业大学, 2018.
- [24] Huang S S, Ma Y J, Zhang S L, et al. Influence of alloying elements partitioning behaviors on the microstructure and mechanical properties in $\alpha + \beta$ titanium alloy [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2019, 55(6): 741-750.
黄森森, 马英杰, 张仕林, 等. $\alpha + \beta$ 两相钛合金元素再分配行为及其对显微组织和力学性能的影响[J]. *金属学报*, 2019, 55(6): 741-750.
- [25] Qi M, Ma Y J, Huang S S, et al. Effect of solution treatment on globularization evolution of α lamellae of high strength and high toughness titanium alloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2020, 49(3): 997-1001.
齐敏, 马英杰, 黄森森, 等. 固溶热处理对两相钛合金 α 片层球化行为的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2020, 49(3): 997-1001.

Effects of Heat Treatment on Microstructure, Mechanical Properties, and Anisotropy of Laser Melting Deposited TC4

Wang Puqiang¹, Wang Yuyue¹, Wu Mengjie², Dou Zhen¹, Zhang Anfeng^{2*}

¹ State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, Shaanxi 710049, China;

² State Key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, Shaanxi 710054, China.

Abstract

Objective Ti-6Al-4V (TC4) titanium alloy has excellent corrosion resistance, and high specific strength and yield ratio. It is widely used in the aerospace, navigation, and biomedical industries. For structural parts with complex shapes, traditional processing techniques are complicated, resulting in low material utilization and high manufacturing costs. Laser melting deposited (LMD) TC4 alloy components have the advantages of low cost, short cycle, and high performance. TC4 titanium alloy is a dual-phase alloy, consisting of two phases: β -phase stable at high-temperature and α -phase stable at room temperature. The microstructure types consist of Widmanstätten, basket, dual-state, and equiaxed structures. Different microstructure morphology, size, phase ratio, and distribution have a significant impact on the performance of this alloy. Due to the principle of layer by layer in the laser additive manufacturing process, the temperature gradient in the deposition direction is very high, leading to the columnar grains growing along the deposition direction and continuous α -phase at the columnar grain boundaries, thereby resulting in large anisotropy of mechanical properties, especially plastic anisotropy. The structural optimization of LMD TC4 alloy through a reasonable heat treatment process can effectively improve the mechanical properties of this alloy and reduce anisotropy. Some researchers found that the matching of this alloy's strength and plasticity is best after solution-aging treatment. Thus, this study focuses on the effects of the solution-aging heat treatment process on the microstructure, mechanical properties, and anisotropy of the LMD TC4.

Methods In this study, TC4 titanium alloy powder with a particle size of 50–150 μm is used. TC4 titanium alloy block is formed by a laser additive manufacturing system. The powder is dried in a vacuum drying oven. The formation process is conducted under the protection of argon gas, and the laser scanning path is a vertical cross-reciprocating form. Use wire cutting to cut the tensile specimens in the middle of the deposition block parallel to the deposition direction (V) and perpendicular to the deposition direction (H), take five samples in each group in the H and V directions, and examine the effect of heat treatment on tensile properties. The samples were heat-treated in a quartz tube furnace under an argon atmosphere. The effects of three types of heat treatment processes on the microstructure and mechanical properties of this alloy were investigated. Air cooling (AC) was used for solution and aging, and furnace cooling (FC) was used for annealing. Use KEYENCE VH-600 optical microscope and TESCAN MIRA 3 LMH field emission scanning electron microscope to observe the microstructure and fracture. The content of the elements in the sample was qualitatively characterized by the energy dispersive spectrometer, and the sample was tested using XRD. The corrosive agent was Kroll reagent. Use HXD-1000TMC/LCD microhardness tester to measure the microhardness of different samples. The load is 1.96 N, and the duration is 15 s. Take ten points for each sample and calculate the average value.

Results and Discussions The microstructure study shows that the microstructure of LMD TC4 consists of fine $\alpha + \beta$ lamellas, primary equiaxed α -phases, and Widmanstätten α -clusters growing along the continuous grain boundaries (Fig. 1). In the single solid solution-aging system, with the increase in the solution temperature and holding time, primary α -plates are coarsened from 2 to 5 μm , and the degree of the grain boundary fracture is intensified. The degree of uniformity of the plate size increases with an increase in the solution temperature (Fig. 2). In the double solution-aging system, with the increase of the second solution temperature, the primary α -plates are coarsened from 3.5 to 5 μm , and the degree of grain boundary fracture is further intensified. After HT5, the grain boundaries totally broke off, and the edges of the primary α -plates appear to be separated. After HT8, the width of the secondary α -phase is coarsened to about 0.9 μm . However, the coarsening of the primary α -phase is not obvious (Fig. 3), and the level of hardness is in the middle. The XRD diffraction pattern showed that due to the decrease in the content of

solid solution atoms in the lattice gap after heat treatment, the degree of lattice distortion is reduced, increasing the interplanar spacing, and the diffraction peaks of all heat-treated samples offset to the left in varying degrees (Fig. 5). The hardness test result showed that in the single solid solution-aging system, the hardness value increases as the solution temperature and holding time increase. After HT4, the primary α -phase is further coarsened; however, its content does not significantly change compared to HT3. Thus, the hardness value is the highest. In the double solution-aging system, the hardness shows a downward trend with the increase in the second solution temperature. The level of hardness after solution-aging + annealing heat treatment is in the middle. Although the content of α -phase in the LMD TC4 is very high, its size is small and β -phase distribution between the α -phase is relatively uniform, the ability of cooperative deformation between the two-phase is strong; thus, the hardness value is the lowest (Figs. 6, 7). The tensile test result showed that the strength of the LMD TC4 is the highest; however, the plasticity is lowest, and the plastic anisotropy is the largest. With an increase in the heating peak temperature, the strength continues to decrease and the plasticity continues to increase. The plasticity of LMD TC4 increases after HT2, and the plastic anisotropy decreases. After HT8, the sample has the largest strength loss with the largest increase in plasticity, reducing the plastic anisotropy further. After HT5, the best matching of strength and plasticity, the smallest plastic anisotropy, and the best comprehensive performance have been obtained (Table 3).

Conclusions The results showed that due to the high laser energy density, the microstructure of LMD TC4 alloy includes tiny $\alpha + \beta$ lamellar plates and Widmanstatten α -cluster along the continuous grain boundary, and the grain boundary is relatively complete. Thus, the strength is the highest, but the hardness and plasticity are the lowest, and the plastic anisotropy is the largest. In the single solid solution-aging system, with the increase in the solid solution temperature, primary α -plate continues to coarsen, the grain boundary fracture degree and hardness increase. After solution-aging + annealing, the content of the primary α -phase is the highest, the plasticity is the highest, but the strength is the lowest, and the level of hardness is in the middle. In the double solid solution-aging system, with the increase in the second solid solution temperature, primary α -plate are further coarsened, the degree of grain boundary fracture intensifies, and the hardness shows a downward trend. After HT5, the continuous grain boundary phase totally broke off, the hardness is low, the matching of strength and plasticity is suitable, and the plastic anisotropy is minimal.

Key words laser technique; laser melting deposition; TC4 titanium alloy; heat treatment; microstructure; mechanical properties; anisotropy

OCIS codes 140.3390; 350.3390; 160.3900