

热处理对选区激光熔化 TC4 合金微观组织及力学性能的影响规律研究

冯恩昊¹, 陈蓉^{2,3}, 邸士雄⁴, 周占伟⁵, 殷晓刚¹, 康楠^{6*}, 林鑫^{2,3}

¹西安高压电器研究院股份有限公司, 陕西 西安 710077;

²凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072;

³金属高性能增材制造与创新设计工业和信息化部重点实验室, 陕西 西安 710072;

⁴中国航发湖南动力机械研究所, 湖南 株洲 412002;

⁵北京卫星制造厂有限公司, 北京 100094;

⁶巴黎高科国立高等工艺美术学院 MSMP 实验室, 法国 巴黎 51000

摘要 激光增材制造过程中的快速冷却, 导致成形零件一般具有较高的残余应力与亚稳态结构。因此, 优化热处理工艺对提高成形零件的使用性能至关重要。研究了选区激光熔化(SLM)TC4 钛合金经不同热处理(退火、固溶、固溶时效)后的显微组织演化规律及拉伸性能特征。在实验过程中, 首先对致密度优良的 SLM TC4 钛合金进行了不同制度的热处理, 再分别对不同状态的样块进行宏观和微观结构、力学性能及断口组织的表征。实验结果表明, 沉积态的 SLM TC4 钛合金显微组织主要为粗大的 β 相柱状晶, 柱状晶内部为大量的、细小的 α' 相针状马氏体和 α 相板条间少量的 β 相颗粒。退火态 α' 相针状马氏体分解, 重新形核长大为 α 相和 β 相。固溶态 α 相发生粗化后呈短棒状。固溶时效处理样品时, 其显微组织为呈弥散分布的较均匀的 $(\alpha+\beta)$ 相, 其中 α 相粗化为板条状, β 相分布在 α 相周围。沉积态 SLM TC4 钛合金的强度最大, 延伸率最低。沉积态和热处理态 SLM TC4 钛合金均没有织构。沉积态 SLM TC4 钛合金的抗拉强度为 1238.75 MPa, 屈服强度为 1080.00 MPa, 断后延伸率为 8.85%。综合分析得到, 三种热处理态 SLM TC4 钛合金的抗拉强度、屈服强度均有所下降, 而断后延伸率有所提高。SLM TC4 钛合金分别经过三种热处理后, 其断裂方式从沉积态的韧性-脆性混合断裂转变为韧性断裂。

关键词 激光技术; 热处理; TC4 合金; 选区激光熔化; 微观组织; 力学性能

中图分类号 TG665 文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL231575

1 引言

TC4 合金, 又称 Ti64 合金, 属于 $\alpha+\beta$ 型钛合金, 即在 Ti 元素基体上增加了质量分数为 6% 的铝元素和质量分数为 4% 的钒元素。TC4 合金具有良好的焊接性能与综合力学性能, 是所有钛合金中应用最为广泛的材料^[1], 其使用量占有所有钛合金使用量的 50% 以上^[2]。

钛合金具有较高的化学活性, 其在传统铸造过程中, 存在比较严重的元素挥发现象。相较铸造 TC4 钛合金而言, 锻造钛合金一般具有更好的塑性和更高的疲劳强度。但是锻造成形所需的模具造价昂贵, 且锻造钛合金的后处理往往需要进行大量的机械加工, 而 TC4 钛合金的切削性能相对较差、机械加工成本很高。目前钛合金大量应用于航空航天、汽车制造等领域, 零件设计向着轻量化、形状复杂化发展, 铸造、锻造等传统材料加工方式难以满足一些复杂的设计需求,

而且机械加工成本较高^[3-8]。

近年来, 增材制造(AM)技术作为一种新型的材料加工技术受到了研究者的关注。增材制造技术又称为 3D 打印技术, 是一种逐层堆叠的材料加工技术。该技术通过对三维模型进行切片处理, 并对三维模型进行降维处理, 在成形过程中再升维加工, 由点到面、由面成体, 最终实现零件的整体加工。该种技术在成形过程中几乎不受零件复杂程度的影响, 能够解放零件设计在传统制造中的禁锢^[9]。增材制造技术可实现零件的一体化成形, 并在去除零件装配等过程中常见的结构薄弱点方面具有显著作用^[10]。

选区激光熔化(SLM)技术是目前在金属增材制造领域中应用范围最广且产品化、市场化最成熟的一种增材制造技术^[11]。该技术具有设计生产周期短、制造精度高、适合小批量生产等特点, 且能够在建模完成后快速进行实验和优化, 有效改善结构设计及提升工艺优化效率^[12-14]。SLM 技术利用激光自身能量密度

收稿日期: 2023-12-25; 修回日期: 2024-02-28; 录用日期: 2024-02-29; 网络首发日期: 2024-03-13

通信作者: *nan.kang@ensam.eu

高、作用范围小的优点,在微小熔池前沿形成极大的温度梯度,使得成形的零件微观结构极其细小,强度较高^[15-19]。选区激光熔化技术还可以解决传统铸造和锻造 TC4 钛合金元素挥发性强、机械加工成本高等问题,提供了一种高质量、短周期的快速成形途径^[20]。

由于选区激光熔化技术具有快速熔凝的特点^[21],选区激光熔化 TC4 钛合金容易产生并积累热应力,这极易引起工件内部的变形、开裂。通过制定合适的热处理制度可以释放工件内部的残余应力,从而改善零件成形质量。适当的热处理制度可以调控 TC4 钛合金的微观结构,有助于获得性能满足使用需求的 TC4 钛合金及其显微组织。

针对选区激光熔化 TC4 钛合金的热处理已有很多研究,梁晓康等^[22]针对 SLM TC4 钛合金进行了退火热处理研究。其研究证明 750 °C、保温 90 min 空冷后的退火态 SLM TC4 钛合金的抗拉强度、屈服强度会略低于沉积态,延伸率由 5.5%~7.0% 提升至 11.0%~13.0%。李庆棠等^[23]研究了退火温度对 SLM TC4 钛合金相组织结构的影响。其研究证明保温时间的长短对 β 相的数量并无影响,在退火温度高于 850 °C 的条件下, β 相的含量减少,而低于该温度时则无明显变化。经对比研究发现,SLM TC4 钛合金在 650 °C 的温度下保温 3 h 后具有最佳的力学性能。Zhao 等^[24]对 SLM TC4 钛合金进行不同的热处理之后,发现在 893 °C 以下的温度条件下进行热处理时,SLM TC4 钛合金的显微组织硬度会随着温度升高而逐渐降低;而在 893 °C 以上的温度条件下进行热处理时,SLM TC4 钛合金的显微组织硬度会随着温度升高而逐渐升高。欧洲比利时鲁汶大学冶金与材料工程系的 Vrancken 等^[25]研究了不同热处理制度对采用 SLM 技术成形的 TC4 钛合

金零件力学性能的影响,将采用 SLM 技术制备的 TC4 钛合金于 850 °C 保温 2 h,随炉冷却后,其延伸率从 7.36% 提高至 12.84%。宋静雯等^[26]针对不同热处理下的 SLM TC4 钛合金的高温拉伸性能进行了研究,其研究表明当热处理温度在 500 °C 以下时,沉积态试样的力学性能优于固溶+时效态和退火态;当热处理温度高于 500 °C 时,采用 SLM 技术成形的 TC4 钛合金的抗拉强度则从 834 MPa 迅速下降至 562 MPa,低于固溶+时效态,但仍高于退火态 TC4 钛合金的抗拉强度。采用 SLM 技术成形的 TC4 钛合金处于 500 °C 以上的环境温度时,马氏体逐渐转变为平衡态的 α 相,组织形态由针状转变为片层状,晶界数量减少,材料抗变形能力下降,抗拉强度迅速降低。

通过热处理的方式对 SLM TC4 钛合金进行组织调控,调控结果对于目前的工业生产具有参考作用。目前大部分的研究都集中在通过热处理来强化 SLM TC4 钛合金的力学性能上,尚未有工作能够系统地研究、总结多种热处理制度对采用 SLM 技术成形的 TC4 钛合金微观组织和拉伸性能的影响规律。本文研究了退火、固溶、固溶+时效等多种工艺对采用 SLM 技术成形 TC4 钛合金微观组织的影响及其力学性能的影响规律,阐明采用 SLM 技术成形 TC4 钛合金非稳态组织在不同的热环境下的组织演化机制,为 SLM TC4 钛合金构件的热处理制度选择提供参考。

2 实验方法

2.1 试样制备及设备系统

TC4 钛合金粉末采用气雾化法所制的预合金粉末,粉末尺寸直径为 15~53 μm ,具有良好的流动性,其主要元素组成如表 1 所示,粉末形貌如图 1 所示。

表 1 TC4 钛合金粉末的化学成分

Table 1 Composition of TC4 titanium alloy powder

Element	Al	V	Fe	C	N	H	O	Ti
Mass fraction / %	6.30	3.50	0.20	0.05	0.02	0.01	0.10	Bal.

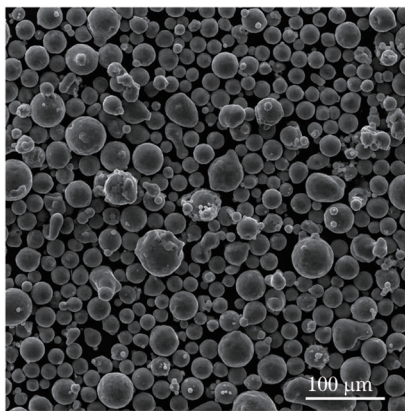


图 1 TC4 钛合金粉末形貌

Fig. 1 Morphology of TC4 titanium alloy powder

TC4 钛合金试样是使用 BLT-S310 设备进行选区激光熔化成形实验得到的。该设备成形尺寸为 250 mm×250 mm×400 mm,激光器峰值功率为 500 W,采用双向铺粉以提升铺粉质量,并通过减少铺粉时间来提高成形效率。

2.2 热处理

采用 HT-XA-BLT-VGQ80-02 高压气淬真空炉对经过优化工艺处理后的致密 SLM TC4 钛合金试样进行热处理,具体的热处理制度如下:

1) 退火处理:升温至 $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$,保温 4 h \pm 12 min,在氩气保护室内冷却(试样编号为 A1、D1、E1、F1、G1)。

2) 固溶处理:升温至 $(920 \pm 10)^\circ\text{C}$,保温 2 h \pm

12 min, 在氩气保护室内冷却(试样编号为 A3、D3、E3、F3、G3)。

3) 固溶+时效处理: 升温至 $(920 \pm 10)^\circ\text{C}$, 保温 $2 \text{ h} \pm 12 \text{ min}$, 在氩气保护室内冷却。时效处理: 升温至 540°C , 保温 4 h, 在氩气保护室内冷却(试样编号为 A2、D2、E2、F2、G2)。

2.3 微观组织表征

使用 DK7732 线切割机切割沉积态以及热处理态金相试样, 每种状态金属试样为边长 2 mm 的立方体, 每组 3 个, 一共 4 组, 共计 12 个。使用 Struers-citopress-20 镶样机进行镶样, 并使用 Struers-tegrapol-25 磨样机对试样进行打磨, 使用不同砂纸进行粗磨、细磨, 再使用由二氧化硅和双氧水按照 7:3 的比例混合调制的抛光液进行抛光。使用 Kroll 试剂 [1 mL HF (质量分数为 40%) + 3 mL HNO_3 (质量分数为 68%) + 50 mL H_2O] 对试样进行腐蚀, 通过光学显微镜(OM)和 Tescan Mira3 场发射电镜对试样微观组织进行观察, 通过扫描电子显微镜(SEM)针对试样进行

电子背散射衍射(EBSD)测试。

2.4 拉伸性能测试

将采用 SLM 技术制备的 TC4 钛合金沉积态、退火态、热处理态试样进行标准力学试样加工; 利用 Instron 电子万能实验机对试样进行拉伸实验, 获得采用 SLM 技术制备的 TC4 钛合金沉积态、退火态、热处理态试样的抗拉强度、屈服强度、延伸率等力学数据; 通过 SEM 对拉伸断口进行形貌分析。

3 实验结果与讨论

3.1 致密度分析

图 2 为采用 SLM 技术成形的 TC4 钛合金在沉积态、退火态、固溶态、固溶+时效态下的 OM 冶金质量金相照片。如图 2 所示, 四种状态下的 TC4 钛合金致密度基本相当, 在成形过程中, 快速熔凝导致熔池不稳定使气泡来不及逃逸, 最终引起气孔的产生, 退火、固溶、固溶+时效热处理制度并未显著改良 SLM TC4 钛合金的冶金质量。

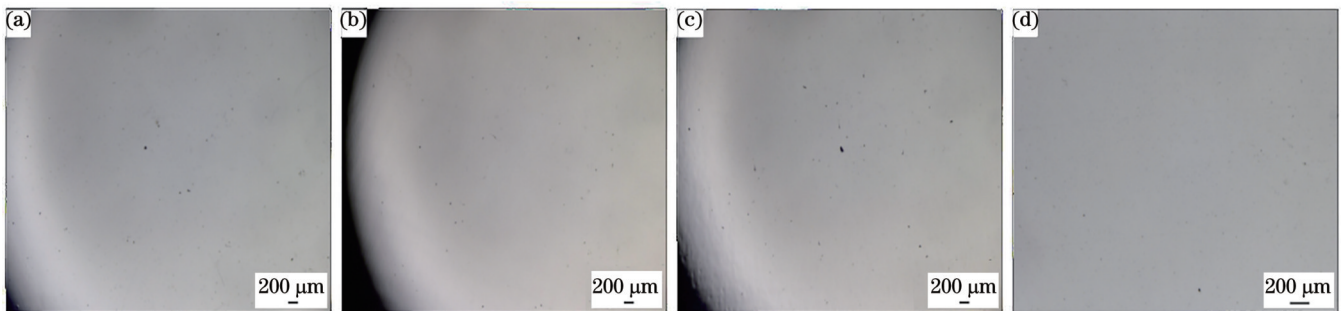


图 2 SLM TC4 钛合金的 OM 图片。(a) 沉积态; (b) 退火态; (c) 固溶态; (d) 固溶+时效态

Fig. 2 OM images of SLM TC4 titanium alloy. (a) As-deposited state; (b) annealed state; (c) solution state; (d) solution and aging state

3.2 SLM TC4 钛合金沉积态及热处理态的宏观组织分析

为表征 SLM TC4 钛合金沉积态随热处理制度变化的宏观组织演化, 将经过不同热处理后的试样制样, 并对试样进行光镜下的宏观组织分析。

图 3 为 SLM TC4 钛合金在平行和垂直于沉积方

向上不同放大倍数的光镜金相照片。如图 3 所示, 在这两个方向上, SLM TC4 钛合金沉积态组织形貌较为相似, 组织主要为细针状 α' 马氏体, 马氏体均匀分布, β 相比较少。由此可见, SLM TC4 钛合金的微观组织分布较为均匀, 工艺较为成熟, 该结果同李怀学等^[27]的研究结果基本相同。

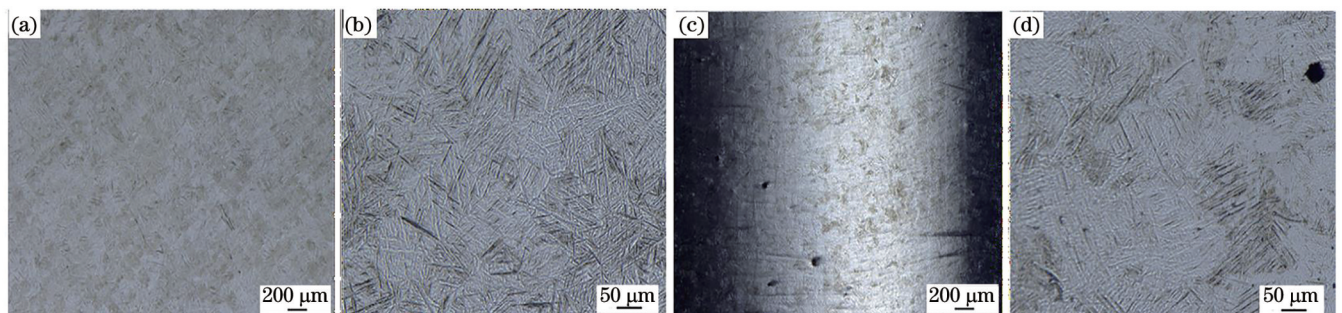


图 3 不同放大倍数下 SLM TC4 钛合金试样的金相照片。(a) 100 倍(平行于沉积方向); (b) 500 倍(平行于沉积方向); (c) 100 倍(垂直于沉积方向); (d) 500 倍(垂直于沉积方向)

Fig. 3 Metallographic photographs of SLM TC4 titanium alloy sample at different magnifications. (a) 100 times (parallel to deposition direction); (b) 500 times (parallel to deposition direction); (c) 100 times (perpendicular to deposition direction); (d) 500 times (perpendicular to deposition direction)

图 4 为 SLM TC4 钛合金在氩气保护环境下升温至 $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$ 保温 4 h 后冷却获得的热处理态光镜组织照片。如图 4(a)~(b) 所示, SLM TC4 钛合金经 800°C 保温 4 h 退火处理后, 微观组织仍为 $(\alpha + \beta)$ 相, 部分区域的 α 相发生球化, 逐渐转变为网篮组织, 大部分的 α 相不发生转变。与沉积态试样相比, 他们在形态上没有明显差异, 但是经退火处理后的试样 α 相发生了粗化, 尺寸增大, 局部晶粒沿着相同的方向簇聚成束。图 4(c)~(d) 为 SLM TC4 钛合金在 920°C 下固溶 2 h 炉冷 (氩气保护) 后的固溶态光镜组织照片。经过 920°C 固溶处理后, SLM TC4 钛合金试样内部形成

了交错排列的网篮组织, 在 β 相基体上分布着片状交叉排列的 α 相。在固溶处理中, SLM TC4 钛合金试样中 β 相的含量增多, α 相继续粗化, 晶粒宽度增加。图 4(e)~(f) 为 SLM TC4 钛合金经 920°C 固溶 2 h 炉冷、 540°C 时效 4 h 热处理后的金相照片, 此时 SLM TC4 钛合金内部的整体组织为均匀弥散分布的 $(\alpha + \beta)$ 相, 且 α 相发生明显的粗化。此时的 α 相板条宽度在三种热处理状态和沉积态中达到最大, β 相的晶界更加明显, 这是因为时效阶段释放了固溶处理产生的畸变能, 长达 4 h 的保温阶段和较低的温度环境 (540°C) 也为 α 相的长大和粗化提供了条件。

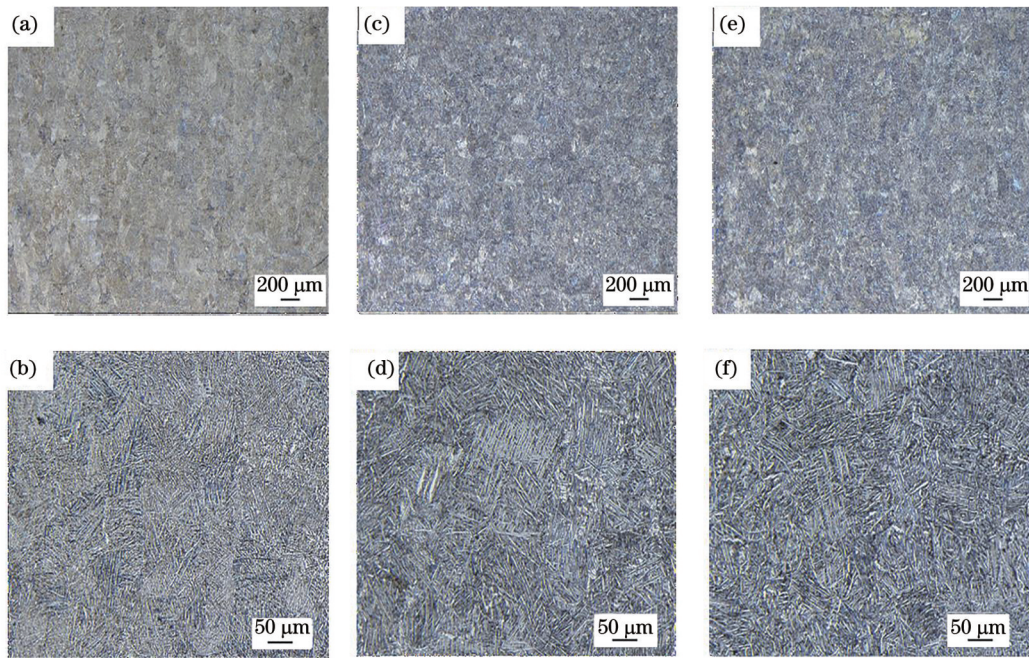


图 4 不同放大倍数下 SLM TC4 钛合金试样的 OM 组织照片。(a) 100 倍 (退火态); (b) 500 倍 (退火态); (c) 100 倍 (固溶态); (d) 500 倍 (固溶态); (e) 100 倍 (固溶+时效态); (f) 500 倍 (固溶+时效态)

Fig. 4 OM tissue photos of SLM TC4 titanium alloy sample at different magnifications. (a) 100 times (annealed state); (b) 500 times (annealed state); (c) 100 times (solution state); (d) 500 times (solution state); (e) 100 times (solid solution and aging state); (f) 500 times (solid solution and aging state)

3.3 SLM TC4 钛合金沉积态及热处理态的微观组织

为了表征沉积态及热处理态微观组织的形貌, 对 SLM TC4 钛合金进行了扫描电镜分析。图 5 展示了 SLM TC4 钛合金在经过不同热处理下的显微组织演化。

图 5(a)~(b) 为沉积态 SLM TC4 钛合金的 SEM 显微组织照片: 沉积态 SLM TC4 的显微组织主要由大量、细小的 α' 相针状马氏体和板条状 α 相间少量的 β 相颗粒构成, 且针状马氏体互相呈 30° 、 60° 、 90° 夹角, 呈现为树枝晶状组织。由于选区激光熔化成形为快速熔凝技术, 熔池前沿具有极大的温度梯度, 熔池冷却速度为 $10^6 \sim 10^8 \text{ K/s}$ ^[28-29]。这使熔池凝固前沿形成较大的过冷, 出现固溶体溶质浓度起伏和能量起伏, 从而形成枝晶组织。图 5(c)~(d) 为在不同放

大倍数下 SLM TC4 钛合金经 800°C 保温 4 h 后的退火态 SEM 组织图: 退火态的 SLM TC4 钛合金显微组织仍为 $(\alpha + \beta)$ 相, 但退火态组织中 α 相组织发生粗化, 由针状转为板条状, 相同方向上的 α 相出现聚集并形成束, 同时 α 相间析出了颗粒状的 β 相, 在退火过程中, 亚稳态 α' 相针状马氏体发生分解, 重新形核、长大为 α 相和 β 相。图 5(e)~(f) 为 SLM TC4 钛合金经 920°C 固溶 2 h 后的 SEM 显微组织图片: TC4 钛合金经固溶处理后呈交错排布的网篮组织, α 相发生粗化, 由细针状转变为短棒状, 相组织短小, 形成板条状的 α 相, 而 β 相组织数量增多且排列较为整齐。这是由于加热温度接近 β 相的相变温度, β 相溶解度增加, α 相的稳定元素 Al 逐渐融入到 β 相基体中, α 相逐渐向 β 相转变, 导致 α 相含量减少、 β 相含量

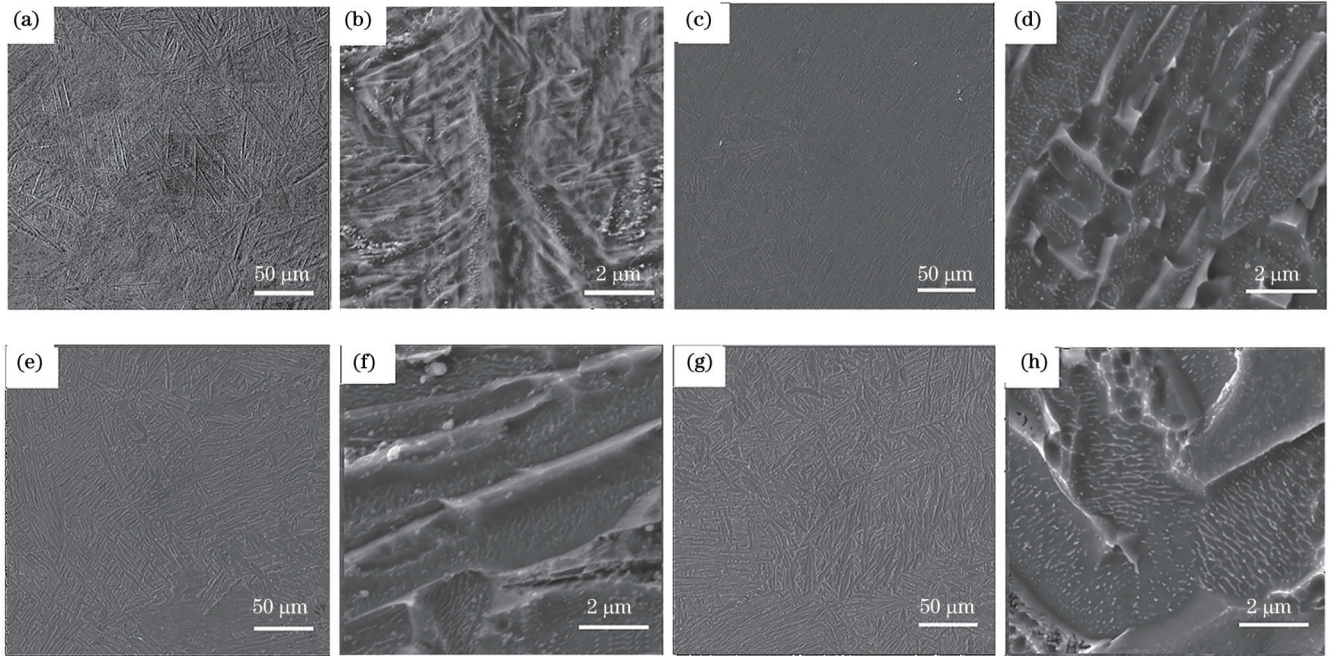


图5 不同放大倍数下 SLM TC4 钛合金试样的 SEM 照片。(a) 1000 倍(沉积态);(b) 30000 倍(沉积态);(c) 1000 倍(退火态);(d) 30000 倍(退火态);(e) 1000 倍(固溶态);(f) 30000 倍(固溶态);(g) 1000 倍(固溶+时效态);(h) 30000 倍(固溶+时效态)
Fig. 5 SEM photos of SLM TC4 titanium alloy sample at different magnifications. (a) 1000 times (as-deposited state); (b) 30000 times (as-deposited state); (c) 1000 times (annealed state); (d) 30000 times (annealed state); (e) 1000 times (solution state); (f) 30000 times (solution state); (g) 1000 times (solid solution and aging state); (h) 30000 times (solid solution and aging state)

增加。由于 $920\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低于 β 相的转变温度 $980\text{ }^{\circ}\text{C}$, α 相的转变不完全, 发生了粗化现象。图 5(g)~(h) 为 SLM TC4 钛合金经 $920\text{ }^{\circ}\text{C}$ 固溶 2 h, $540\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时效 4 h 后的固溶+时效态 SEM 显微组织图片: SLM TC4 钛合金经过固溶时效处理后, TC4 钛合金的内部组织由弥散分布、整体较为均匀的 ($\alpha+\beta$) 相组成, 其中 α 相逐渐粗化为板条状, 尺寸达到四种状态(沉积态、退火态、固溶态、固溶+时效态)下的最大, 约为 $4\text{ }\mu\text{m}$, 晶粒间总体呈交错分布, β 相颗粒分布在板条状 α 相间。

3.4 SLM TC4 钛合金微观相组织含量及取向分析

3.4.1 相含量图

图 6 为 SLM TC4 钛合金在不同状态下的相含量分布图。图 6(a)~(d) 分别展示了沉积态、退火态、固溶态和固溶+时效态 SLM TC4 钛合金的 α 相、 β 相的分布, 图 6(e) 为在不同状态下 SLM TC4 钛合金的相组织含量对比柱状图。如图 6(e) 所示, SLM TC4 钛合金经过固溶+时效处理后, α 相含量会有所下降。而在三种热处理态(退火态、固溶态、固溶+时效态)中 β 相分布在 α 相晶粒的晶界处, 这是由于在热处理过程中发生了两相的再结晶, α 相发生粗化。经过热处理后, SLM TC4 钛合金试样中的 α 相含量降低, β 相含量有所上升。与沉积态相比, 退火处理后的 SLM TC4 钛合金试样的 α 相含量由 94.87% 降至 90.08% , β 相含量由 5.13% 提升至 9.92% ; 固溶+时

效处理后的 SLM TC4 钛合金试样中的 α 相含量降至 91.84% , β 相含量提升至 8.16% ; 固溶处理后的 SLM TC4 钛合金试样中 α 相含量下降幅度最大, 降至 88.23% 。

3.4.2 反极图

图 7 为在不同状态下的 SLM TC4 钛合金的 EBSD 晶粒取向图, 图 7(a)~(d) 分别为沉积态、退火态、固溶态、固溶+时效态 SLM TC4 钛合金的晶粒取向图, 图 7(e) 为 SLM TC4 钛合金 α 相和 β 相的取向参考图。由图 8 可得, β 相组织周围分布着细针状的 α' 相马氏体。 α 相与 β 相之间呈 60° 夹角排列, 在 β 相的周围 α 相呈现部分择优取向, 但是在晶粒之间不存在织构, 所以整体上没有织构。SLM TC4 钛合金经过 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温 4 h 后, 退火态的 SLM TC4 钛合金晶粒出现细化, 这是因为在退火过程中发生的再结晶使晶粒细化, 整体并没有出现择优取向; 而经过固溶、固溶+时效处理后, α 相粗化, 因此整体组织不存在织构。

3.4.3 KAM 图

图 8(a)~(d) 分别为不同状态下的 SLM TC4 钛合金 KAM (Kernel average misorientation) 图。由图 8 可知, 晶粒取向差异主要发生在晶粒间的交界处, SLM TC4 钛合金经过退火处理后, 晶粒发生细化, 位错分布更加均匀; SLM TC4 钛合金经过固溶处理后, α 相组织发生粗化, 其位错集中分布在晶界处; SLM

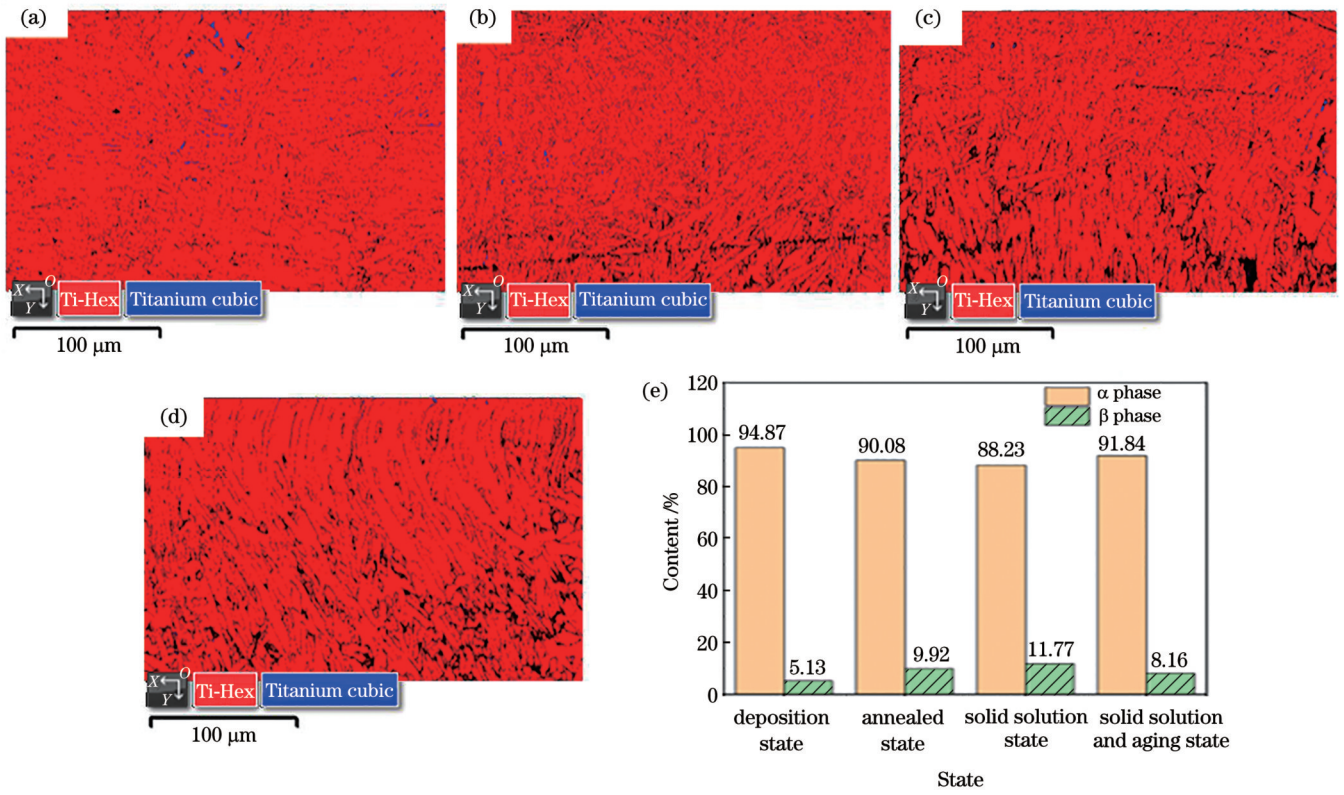


图6 SLM TC4钛合金在不同状态下的相含量分布图。(a)沉积态;(b)退火态;(c)固溶态;(d)固溶+时效态;(e) α 相、 β 相的相组织含量对比柱状图

Fig. 6 Phase content distribution of SLM TC4 titanium alloy in different states. (a) Deposition state; (b) annealed state; (c) solid solution state; (d) solid solution and aging state; (e) α and β phases content comparison histogram

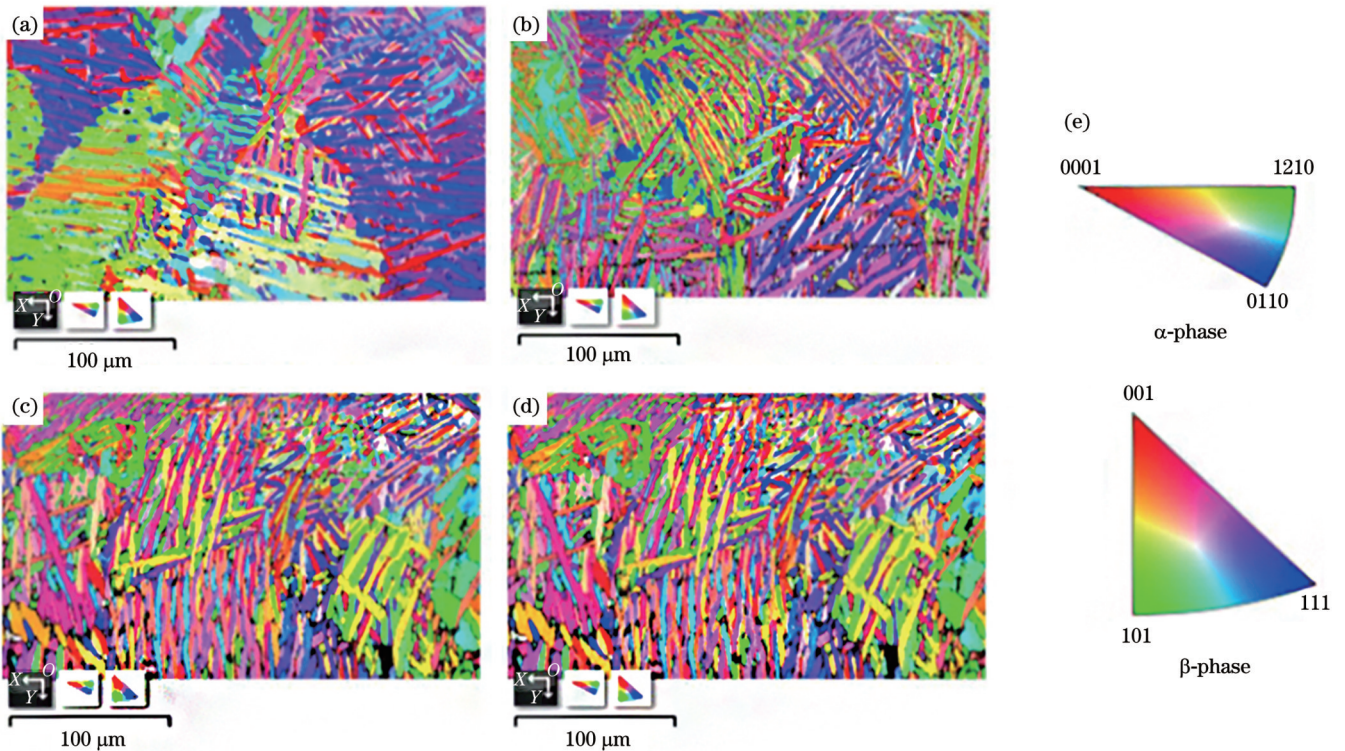


图7 不同状态下 SLM TC4 钛合金的EBSD晶粒取向图。(a)沉积态;(b)退火态;(c)固溶态;(d)固溶+时效态;(e) α 相、 β 相取向参考图

Fig. 7 EBSD grain orientation diagrams of SLM TC4 titanium alloy in different states. (a) Deposition state; (b) annealed state; (c) solid solution state; (d) solid solution and aging state; (e) α and β phases orientation reference map

TC4 钛合金经过固溶+时效处理后,位错密度更大,位错分布较为均匀。

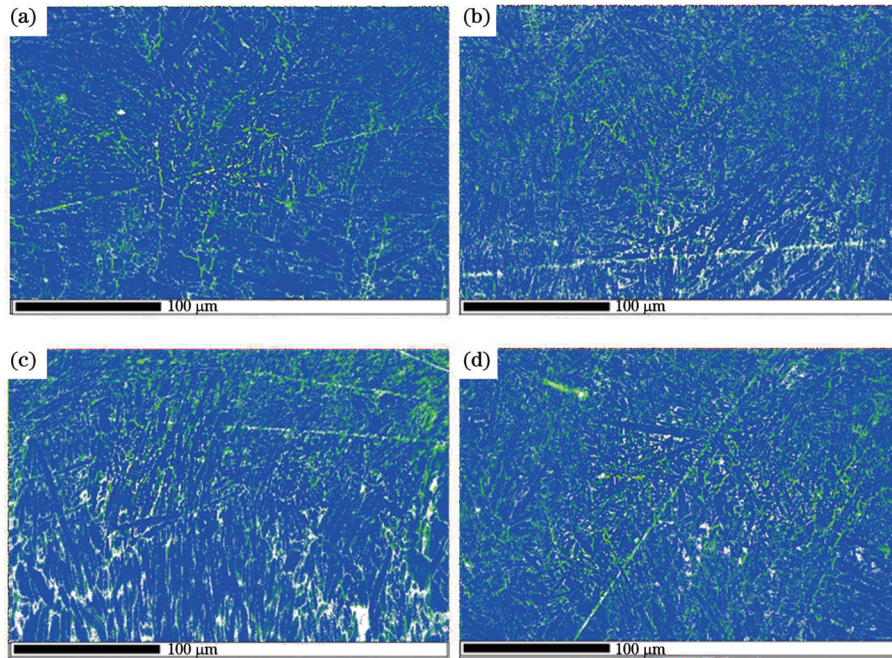


图 8 不同状态 SLM TC4 钛合金试样的 KAM 图。(a)沉积态;(b)退火态;(c)固溶态;(d)固溶+时效态

Fig. 8 KAM diagrams of SLM TC4 titanium alloy samples in different states. (a) Deposition state; (b) annealed state; (c) solid solution state; (d) solid solution and aging state

3.5 拉伸性能

3.5.1 不同状态下 SLM TC4 钛合金的拉伸性能

为了宏观表征不同状态下的 SLM TC4 钛合金显微组织,对 SLM TC4 钛合金的沉积态、退火态、固溶态、固溶+时效态的力学性能进行了测试。表 2 为不同状态下的 SLM TC4 钛合金的拉伸性能对比表,图 9 为不同状态下的 SLM TC4 钛合金的应力-应变曲线,图 10、图 11 分别为不同状态下的 SLM TC4 钛合金强度对比图和塑性对比柱状图。经过热处理后,SLM TC4 钛合金的塑性升高得较为明显,然而抗拉强度和屈服强度有所下降;沉积态的 SLM TC4 钛合金屈服强度为 1080.00 MPa、抗拉强度为 1238.75 MPa;退火处理后,SLM TC4 钛合金 α 相和 β 相区发生了再结晶,对整体组织起到了均匀化的作

用,内应力有所消除,延伸率从沉积态的 8.85% 提高至 14.34%,断面收缩率也由 30.80% 提升至 52.04%,抗拉强度与屈服强度则下降至 990.00 MPa 和 881.80 MPa;固溶+时效热处理后,SLM TC4 钛合金屈服强度降至 829.60 MPa,抗拉强度降至 954.00 MPa,延伸率提升至 15.98%,断面收缩率提升至 52.06%。SLM TC4 钛合金经过单固溶热处理后强度最低,屈服强度仅为 799.40 MPa,抗拉强度降至 928.40 MPa,塑性则介于退火态和固溶+时效态 SLM TC4 钛合金之间。这是由于试样经固溶+时效处理后获得了较为均匀的 $(\alpha + \beta)$ 相, β 相含量增多,材料强度降低, α 相晶粒进一步粗化,以及在时效阶段释放的产于固溶阶段的畸变能提高了材料的塑性。

表 2 不同状态下 SLM TC4 钛合金的力学性能

Table 2 Mechanical properties of SLM TC4 titanium alloy in different states

Sample state	Elastic modulus /GPa	Yield strength /MPa	Tensile strength /MPa	Elongation /%	Section shrinkage /%
As deposited	111.75	1080.0	1238.75	8.85	30.80
Annealed	118.18	881.8	990.00	14.34	52.04
Solid solution	116.97	799.4	928.40	15.62	54.06
Solid solution and aging	115.55	829.6	954.00	15.98	52.06

3.5.2 断口形貌分析

图 12(a)~(b)为沉积态 SLM TC4 钛合金拉伸试样的断口形貌照片。如图 12(a)~(b)所示,断口的上

下起伏较大,出现明显的剪切唇与纤维区,属于脆性-韧性混合型断口。可以观察到河流状花样及不同尺度的蜂窝状韧窝。在断口处发现有部分气孔,该气孔

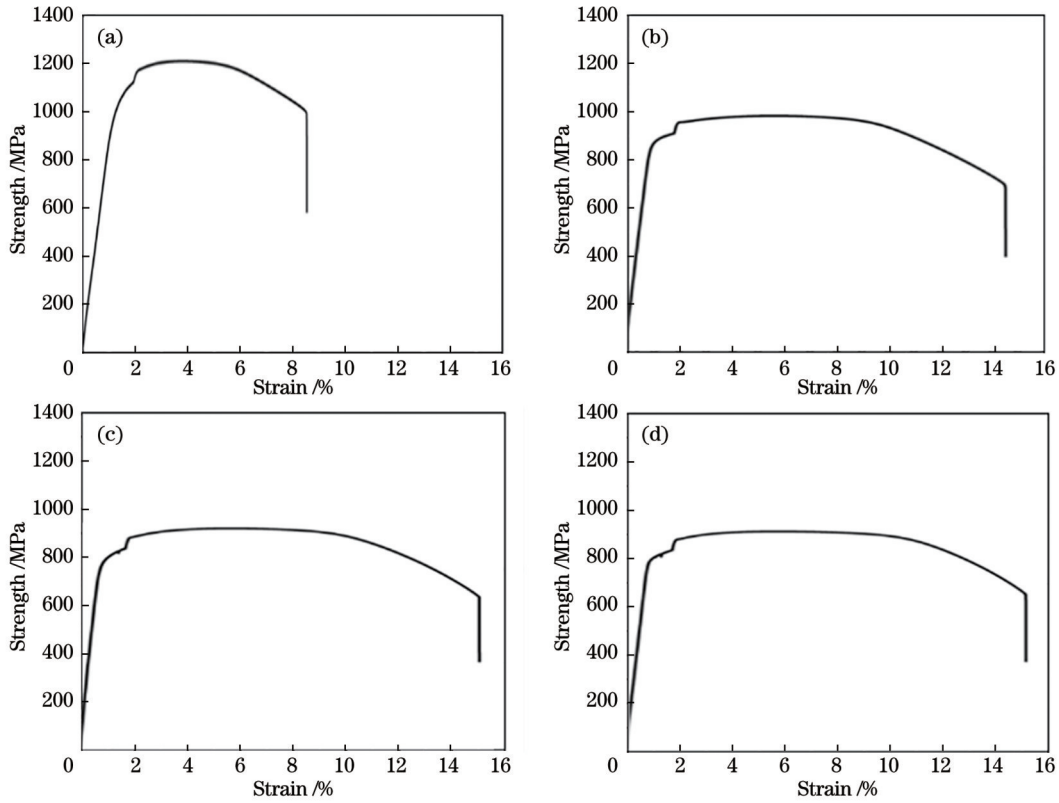


图 9 不同状态下 TC4 钛合金的拉伸应力-应变曲线。(a)沉积态;(b)退火态;(c)固溶态;(d)固溶+时效态

Fig. 9 Tensile stress-strain curves of TC4 titanium alloy in different states. (a) Deposition state; (b) annealed state; (c) solid solution state; (d) solid solution and aging state

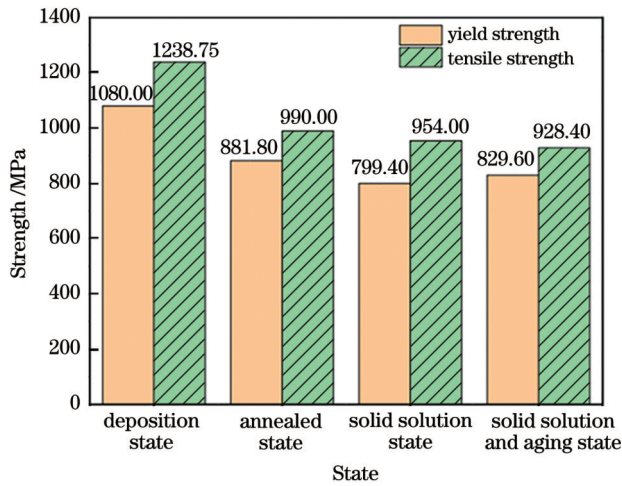


图 10 不同状态下 TC4 钛合金的屈服强度和抗拉强度对比图
Fig. 10 Comparison of yield strength and tensile strength of TC4 titanium alloy in different states

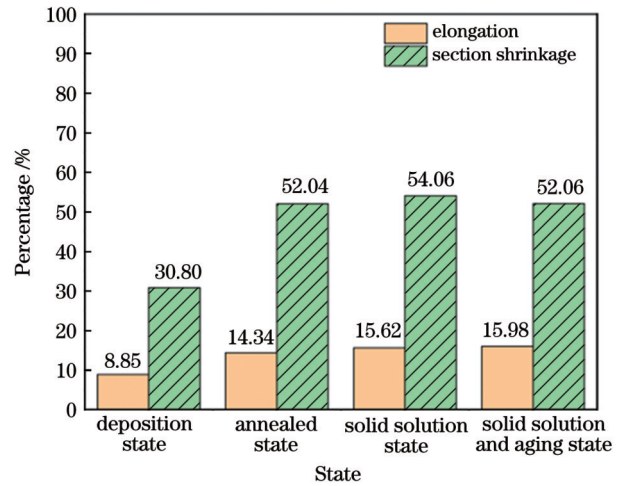


图 11 不同状态下 TC4 钛合金的塑性性能对比图
Fig. 11 Comparison of plastic properties of TC4 titanium alloy in different states

是由 SLM 成形过程中来不及逸出的保护气体形成的。图 12(c)~(d)为退火态 SLM TC4 钛合金拉伸试样的断口形貌照片: SLM TC4 钛合金经过退火处理后,断口处呈典型的韧性断裂特征,相较于沉积态 SLM TC4 钛合金拉伸试样的断口而言,韧窝的尺寸增加,深度变大,说明 SLM TC4 钛合金拉伸试样经过退火热处理后,试样的塑性得到了显著的提升。图 12(e)~(f)展示了固溶态 SLM TC4 钛合金拉伸试

样的断口形貌:固溶态的 SLM TC4 钛合金断口形貌同退火态较为相似,也属于韧性断裂,主要表现为呈蜂窝状排布的等轴韧窝,韧窝尺寸和深度较大。在断口处还发现了局部的解理断裂形貌,该种现象同固溶处理后 β 相含量的升高相关。图 12(g)~(h)为固溶+时效态 SLM TC4 钛合金拉伸试样在不同放大倍数下的断口形貌照片:试样经固溶+时效处理后,断口处表现为明显的韧性断裂特征,韧窝较深,韧窝尺

寸较为均匀,小韧窝分布在大韧窝之间,宏观力学性能表现为更高的延伸率,更好的塑性。同时,断口处

存在少量微气孔和较为明显的断裂台阶,形貌表现为曲折不连续。

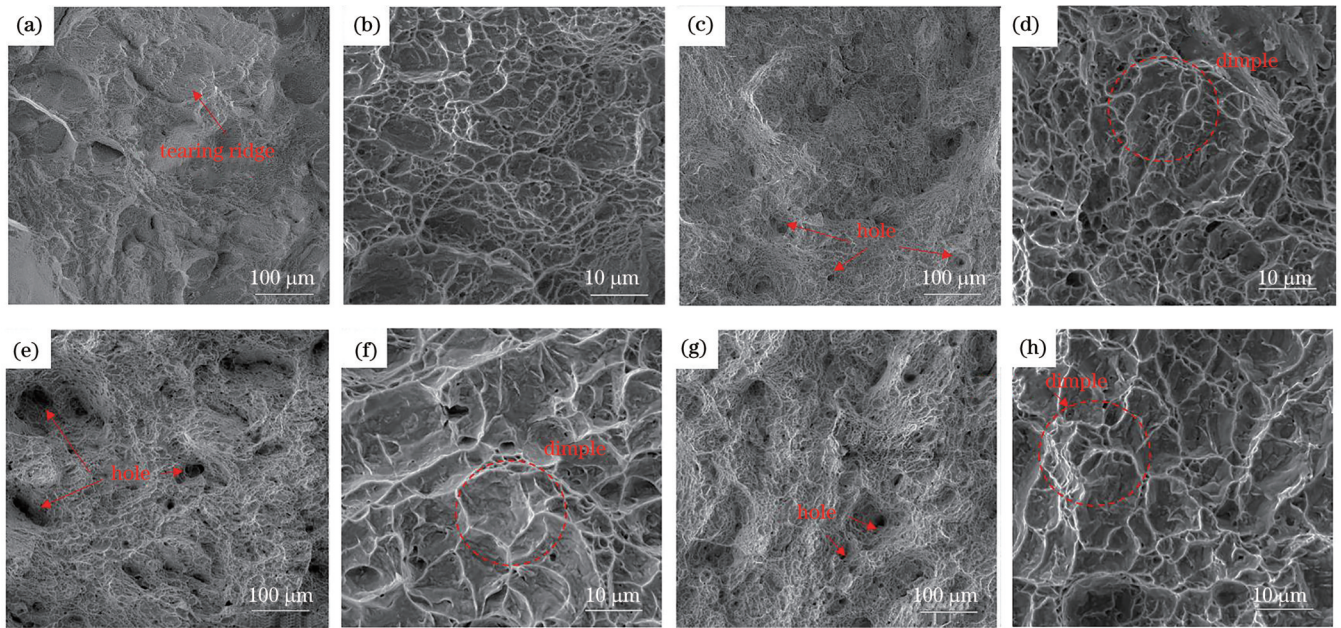


图 12 不同状态下 SLM TC4 钛合金拉伸试样的断口形貌图。(a) 500 倍(沉积态);(b) 5000 倍(沉积态);(c) 500 倍(退火态);(d) 5000 倍(退火态);(e) 500 倍(固溶态);(f) 5000 倍(固溶态);(g) 500 倍(固溶+时效态);(h) 5000 倍(固溶+时效态)

Fig. 12 Fracture morphologies of SLM TC4 titanium alloy tensile sample under different states. (a) 500 times (as deposited state); (b) 5000 times (as deposited state); (c) 500 times (annealed state); (d) 5000 times (annealed state); (e) 500 times (solid solution state); (f) 5000 times (solid solution state); (g) 500 times (solid solution and aging state); (h) 5000 times (solid solution and aging state)

4 结 论

系统地研究了沉积态、退火态、固溶态、固溶+时效态的 SLM TC4 钛合金的成形工艺、微观组织晶粒结构、位错密度、拉伸性能和断口形貌,阐明了不同热处理工艺下 SLM TC4 钛合金试样的组织演变机制。主要结论如下:

1) SLM TC4 钛合金较为致密,存在少许缺陷。热处理并未明显改善其冶金质量。

2) SLM TC4 钛合金成形试样由粗大的 β 柱状晶构成。柱状晶内部主要包括大量的、细小的 α' 相针状马氏体和 α 相板条间少量的 β 相颗粒。沉积态试样屈服强度平均值为 1080.00 MPa,抗拉强度为 1238.75 MPa,断后伸长率仅为 8.85%,断裂方式为韧性-脆性的混合断裂。

3) 经 800 °C、保温 4 h/AC(Air cooling)热处理后的退火态 SLM TC4 钛合金内应力降低,组织更加均匀,抗拉强度、屈服强度分别降至 990.00 MPa 和 881.80 MPa,延伸率提高至 14.34%。断口处呈现明显的韧性断裂。

4) 经 920 °C、保温 2 h 固溶处理后的固溶态 SLM TC4 钛合金显微组织为交错排布的网篮组织, α 相发生粗化呈短棒状,整体排列较为整齐。从 α 相到 β 相的转变不完全,部分 α 相发生粗化,屈服强度为

799.40 MPa,抗拉强度为 928.40 MPa,断后延伸率为 15.62%。

5) 经过 920 °C、保温 2 h/WQ(Water quenching)和 540 °C、保温 4 h/AC 的固溶+时效处理后的固溶-时效态试样,整体呈较为均匀的($\alpha+\beta$)相弥散分布,其中 α 相粗化为板条状,尺寸为 4 种状态下最大值, β 相分布在 α 相周围,屈服强度和抗拉强度分别为 829.60 MPa 和 954.00 MPa,断后延伸率可达 15.98%。试样拉伸断口为明显的韧性断裂,韧窝较深,尺寸相比于退火态更大,小韧窝穿插在大韧窝之间。

6) 沉积态和热处理态 SLM TC4 钛合金试样的整体均没有织构。位错主要分布在晶粒之间的交界处,SLM TC4 钛合金试样经过退火处理后,晶粒尺寸减小,位错密度增大;经过固溶处理后, α 相尺寸增大,位错集中分布在晶界处;固溶+时效处理后位错密度更大,分布更加均匀。

参 考 文 献

- [1] Cui C X, Hu B M, Zhao L C, et al. Titanium alloy production technology, market prospects and industry development[J]. Materials & Design, 2011, 32(3): 1684-1691.
- [2] Sha W, Malinov S. Titanium alloys: modelling of microstructure, properties and applications[M]. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2009.
- [3] 杨晶晶, 喻寒琛, 韩婕, 等. 激光选区熔化成形 TC4 合金的 β 转变温度[J]. 材料热处理学报, 2016, 37(9): 80-85.

- Yang J J, Yu H C, Han J, et al. β -transus temperature of selective laser melted TC4 alloy[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2016, 37(9): 80-85.
- [4] 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.
Zhang C, Liu Y D, Zhang M, et al. Mechanical properties and microstructure analysis of selective laser melting TC4 sample[J]. *Special Casting & Nonferrous Alloys*, 2020, 40(3): 302-306.
- [5] 张智昶, 刘世锋, 谢燕翔, 等. 选区激光熔化成形 TC4 钛合金的微观组织和力学性能[J]. *应用激光*, 2019, 39(3): 400-405.
Zhang Z C, Liu S F, Xie Y X, et al. Microstructure and mechanical properties of TC4 titanium alloy by laser additive manufacturing[J]. *Applied Laser*, 2019, 39(3): 400-405.
- [6] 许良, 张浩明, 周松, 等. 选区激光熔化成型 TC4 钛合金的拉伸性能[J]. *科学技术与工程*, 2020, 20(4): 1355-1359.
Xu L, Zhang H M, Zhou S, et al. Tensile property of selective laser melting TC4 titanium alloy[J]. *Science Technology and Engineering*, 2020, 20(4): 1355-1359.
- [7] 唐威, 樊新民, 黄洁雯, 等. 选区激光熔化成型 Ti6Al4V 钛合金的显微组织研究[J]. *中国体视学与图像分析*, 2017, 22(4): 415-422.
Tang W, Fan X M, Huang J W, et al. A study on microstructures of Ti6Al4V alloy fabricated by selective laser melting[J]. *Chinese Journal of Stereology and Image Analysis*, 2017, 22(4): 415-422.
- [8] 朱冬, 张亮, 吴文恒, 等. 激光选区熔化成形 TC4 钛合金显微组织与性能的研究进展[J]. *机械工程材料*, 2020, 44(8): 1-4, 9.
Zhu D, Zhang L, Wu W H, et al. Research progress on microstructure and properties of selective laser melted TC4 titanium alloy[J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2020, 44(8): 1-4, 9.
- [9] Gu D D, Meiners W, Wissenbach K, et al. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms[J]. *International Materials Reviews*, 2012, 57(3): 133-164.
- [10] Frazier W E. Metal additive manufacturing: a review[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2014, 23(6): 1917-1928.
- [11] 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, 34(9): 684-688, 658.
Lin X, Huang W D. High performance metal additive manufacturing technology applied in aviation field[J]. *Materials China*, 2015, 34(9): 684-688, 658.
- [12] 刘畅, 陈昌荣, 王乾廷, 等. Ti-6Al-4V 梯度多孔结构的流通性与力学性能研究[J]. *中国激光*, 2022, 49(16): 1602010.
Liu C, Chen C R, Wang Q T, et al. Flowability and mechanical properties of gradient Ti-6Al-4V porous structures[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2022, 49(16): 1602010.
- [13] 李军, 刘婷婷, 廖文和, 等. 激光选区熔化 GH3536 高温合金成形特征与缺陷研究[J]. *中国激光*, 2023, 50(12): 1202302.
Li J, Liu T T, Liao W H, et al. Forming characteristics and defects of GH3536 superalloy by selective laser melting[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2023, 50(12): 1202302.
- [14] 秦艳利, 孙博慧, 张昊, 等. 选区激光熔化铝合金及其复合材料在航空航天领域的研究进展[J]. *中国激光*, 2021, 48(14): 1402002.
Qin Y L, Sun B H, Zhang H, et al. Development of selective laser melted aluminum alloys and aluminum matrix composites in aerospace field[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(14): 1402002.
- [15] 张思远, 张友昭, 李相伟, 等. 一种激光选区熔化双金属结构的微观组织与力学性能研究[J]. *中国激光*, 2024, 51(16): 1602304.
Zhang S Y, Zhang Y Z, Li X W, et al. Microstructure and mechanical properties of bimetallic structure steel additively manufactured by selective laser melting[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2024, 51(16): 1602304.
- [16] 王蓉. 选区激光熔化 TC4 粉末成形特性及微观组织研究[D]. 西安: 西北工业大学, 2017.
Wang R. Study on the forming characteristics and microstructure of TC4 powder by selective laser melting[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2017.
- [17] Wehmöller M, Warnke P H, Zilian C, et al. Implant design and production: a new approach by selective laser melting[J]. *International Congress Series*, 2005, 1281: 690-695.
- [18] Abe F, Osakada K, Shiomi M, et al. The manufacturing of hard tools from metallic powders by selective laser melting[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 111(1/2/3): 210-213.
- [19] 马亚东. Ti6Al4V 选区激光熔化成形工艺及热处理研究[D]. 西安: 西北工业大学, 2018.
Ma Y D. Research on Ti6Al4V selective laser melting forming process and heat treatment[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2018.
- [20] 史玉生, 鲁中良, 章文献, 等. 选择性激光熔化快速成形技术与装备[J]. *中国表面工程*, 2006, 12(S1): 150-153.
Shi Y S, Lu Z L, Zhang W X, et al. The technology and equipment of selective laser melting[J]. *China Surface Engineering*, 2006, 12(S1): 150-153.
- [21] 赵彦喆, 董志, 王迪, 等. 激光增材成形纯锌的微观组织及力学性能各向异性研究(特邀)[J]. *中国激光*, 2024, 51(4): 0402301.
Zhao Y Z, Dong Z, Wang D, et al. Anisotropy in microstructure and mechanical properties of pure zinc fabricated by laser additive manufacturing (Invited)[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2024, 51(4): 0402301.
- [22] 梁晓康, 董鹏, 陈济轮, 等. 激光选区熔化成形 Ti-6Al-4V 钛合金的显微组织及性能[J]. *应用激光*, 2014, 34(2): 101-104.
Liang X K, Dong P, Chen J L, et al. Microstructure and mechanical properties of selective laser melting Ti-6Al-4V alloy[J]. *Applied Laser*, 2014, 34(2): 101-104.
- [23] 李庆棠, 陈秀思, 王方彬. 热处理对激光选区熔化钛合金组织和力学性能影响[J]. *世界有色金属*, 2019(21): 153-154.
Li Q T, Chen X S, Wang F B. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of laser deposited titanium alloys[J]. *World Nonferrous Metals*, 2019(21): 153-154.
- [24] Zhao Z Y, Li L, Bai P K, et al. The heat treatment influence on the microstructure and hardness of TC4 titanium alloy manufactured via selective laser melting[J]. *Materials*, 2018, 11(8): 1318.
- [25] 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.
- [26] 宋静雯, 方旻翰, 胡富国, 等. 激光选区熔化 TC4 钛合金高温力学性能和显微组织研究[J]. *钢铁钎焊*, 2020, 41(2): 33-37.
Song J W, Fang M H, Hu F G, et al. High temperature mechanical properties and microstructure of TC4 titanium alloy prepared by selective laser melting[J]. *Iron Steel Vanadium Titanium*, 2020, 41(2): 33-37.
- [27] 李怀学, 黄柏颖, 孙帆, 等. 激光选区熔化成形 Ti-6Al-4V 钛合金的组织与拉伸性能(英文)[J]. *稀有金属材料与工程*, 2013, 42(S2): 209-212.
Li H X, Huang B Y, Sun F, et al. Structure and tensile properties of Ti-6Al-4V titanium alloy formed by laser selective melting (English)[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2013, 42(S2): 209-212.
- [28] Qian M, Xu W, Brandt M, et al. Additive manufacturing and postprocessing of Ti-6Al-4V for superior mechanical properties[J]. *MRS Bulletin*, 2016, 41(10): 775-784.
- [29] Yang J J, Han J, Yu H C, et al. Role of molten pool mode on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy[J]. *Materials & Design*, 2016, 110: 558-570.

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of TC4 Alloy by Selective Laser Melting

Feng Enhao¹, Chen Rong^{2,3}, Di Shixiong⁴, Zhou Zhanwei⁵, Yin Xiaogang¹, Kang Nan^{6*}, Lin Xin^{2,3}

¹*Xi'an High Voltage Apparatus Research Institute Co., Ltd., Xi'an 710077, Shaanxi, China;*

²*State Key Laboratory of Solidification Processing, Xi'an 710072, Shaanxi, China;*

³*Key Laboratory of Metal High Performance Additive Manufacturing and Innovative Design, MIIT, Xi'an 710072, Shaanxi, China;*

⁴*AECC Hunan Aviation Powerplant Research Institute, Zhuzhou 412002, Hunan, China;*

⁵*Beijing Satellite Manufacturing Co., Ltd., Beijing 100094, China;*

⁶*MSMP Laboratory, Arts et Métiers Institute of Technology, Paris 51000, France*

Abstract

Objective Selective laser melting (SLM) technology applied to TC4 alloys is widely used in the aerospace and aircraft industries. Heat treatment is used to regulate the microstructure of selective laser-melted (SLMed) TC4 alloys, which has important implications for current industrial production. The majority of related research has focused on strengthening the mechanical properties of SLMed TC4 alloys through heat treatment. However, no systematic studies have been conducted to determine the effects of various heat treatment systems on the microstructure and tensile properties of SLMed TC4 alloys. This study investigated the effects of annealing, solid solution treatment, solid solution + aging, and other processes on the microstructure and mechanical properties of SLMed TC4 alloys, clarified the microstructural evolution mechanism of SLMed TC4 alloys under different thermal environments, and provided a reference for selecting heat-treatment systems for SLMed TC4 alloy components.

Methods The morphology and particle size distribution of the powders are examined using scanning electron microscopy (SEM), as shown in Fig. 1. The chemical compositions of the TC4 powders is listed in Table 1. The densely SLMed TC4 alloy samples are heat-treated using an optimized process in an argon shielding chamber. Annealing, solid solution, and solid solution + aging are performed to study the effects of heat treatment. The macroscopic microstructure and fracture morphology are characterized using optical microscopy and SEM (Figs. 3–5 and 12). The grain morphology, orientation, and local misorientation of the bonding interface are characterized by electron backscatter diffraction (EBSD). The tensile tests are conducted using an electronic universal testing machine.

Results and Discussions A dense SLMed TC4 alloy is obtained under the following conditions: 300 W laser power, 1200 mm/s scanning speed, 0.1 mm scanning pitch, and 0.06 mm layer thickness; however, a few defects are observed. The heat treatment does not significantly improve the samples' metallurgical quality (Fig. 2). The SLMed TC4 alloy samples are composed of coarse β columnar crystals. The internal structure of the columnar crystals primarily includes a large amount of fine α' phase needle-like martensite and a small amount of β phase particles between the α stripes (Figs. 3, 4, and 8). The as-deposited specimens have an average yield strength of 1080.00 MPa, tensile strength of 1238.75 MPa, and 8.85% elongation after fracture (Table 2, Figs. 9–11). The fracture mode is a mixed ductile-brittle fracture (Fig. 12). The annealed SLMed TC4 alloy, heat-treated at 800 °C/4 h/AC (Air cooling), has a reduced internal stress, a more uniform microstructure, and decreased tensile and yield strength to 990.00 MPa and 881.80 MPa, respectively. The elongation increased to 14.34%. The fractures show significant ductile characteristics (Fig. 12). The microstructure of the solution-treated SLMed TC4 titanium alloy heat-treated at 920 °C/2 h reveals an interlaced basket-weave structure, with coarse α phase rods arranged in a relatively regular manner. The transformation from the α phase to the β phase is incomplete, resulting in partial α phase coarsening (Figs. 6 and 10). The yield strength is 799.40 MPa, the tensile strength is 928.40 MPa, and the elongation after the fracture is 15.62%. The solution-aged specimens heat-treated with a combination of 920 °C/2 h/WQ (Water quenching) and 540 °C/4 h/AC exhibit a relatively uniform distribution of the (α + β) phase, with coarse α phase laths and β phase distributed around them (Figs. 7 and 11). The yield and tensile strengths are 829.60 MPa and 954.00 MPa, respectively, and the elongation after fracture reached 15.98%. The specimens' tensile fractures exhibit significant ductile characteristics when compared to those in the annealed state, with deeper and larger dimples and smaller dimples interspersed within the larger ones. The as-deposited and heat-treated SLMed TC4 samples show no texture overall. The dislocation distribution is primarily concentrated near the grain boundaries. After annealing, the grain size decreases whereas the dislocation density increases. After solution treatment, the α phase size increases, and dislocations are primarily distributed at the grain boundaries. After solution treatment followed by aging, the dislocation density increases and the dislocations become more evenly distributed (Fig. 12).

Conclusions This study systematically investigates the formation process, microstructure, grain texture, dislocation density, tensile properties, and fracture morphology of SLMed TC4 alloys both in the as-deposited state and after various heat treatments. The results also clarified the microstructural evolution mechanism of SLMed TC4 samples subjected to different heat treatment processes.

Dense SLMed TC4 was obtained with a laser power of 300 W, scanning speed of 1200 mm/s, scanning pitch of 0.1 mm, and layer thickness of 0.06 mm, but there were a few defects. Heat treatment did not significantly improve the samples' metallurgical quality. The SLMed TC4 titanium alloy specimens consist of coarse β columnar crystals. The interiors of the columnar crystals primarily consist of a large amount of fine α' phase needle-shaped martensite with a small amount of β phase particles between the α strips. The average yield strength of the as-deposited specimens was 1080.00 MPa, tensile strength was 1238.75 MPa, and elongation after breakage was only 8.85%, indicating a mixed ductile-brittle fracture mode. The tensile and yield strengths of the annealed samples decreased, whereas their plasticity increased. The fracture mode changed to ductile fracture. After solid solution heat treatment, the specimens exhibit α phase coarsening and form short rods with a consistent overall arrangement. The transformation from the α phase to the β phase is incomplete, with some of the α phase coarsening. Tensile and yield strength decreased further, while plasticity increased. After solid solution aging treatment, the specimens exhibited a relatively uniform distribution of the ($\alpha+\beta$) phase, with the α phase coarsening into large laths. The β phase was distributed around the α phase and has the highest toughness. There was no texture in either the as-deposited or heat-treated specimens. The dislocation distribution was primarily focused on the interfaces between the grains. After annealing, solid-solution treatment, and solid-solution aging treatment, the dislocation density gradually increased, and the distribution became more uniform.

Key words laser technique; heat treatment; TC4 alloy; selective laser melting; microstructure; mechanical properties