热处理工艺对铸造 / 激光增材制造复合制备 Ti-6AI-4V 合金组织和性能的影响

薛松海^{1,2},李重阳¹,李雪辰³,刘鸿羽¹,刘时兵¹,曲玉福¹,刘田雨¹

(1. 沈阳铸造研究所有限公司,高端装备轻合金铸造技术国家重点实验室,辽宁沈阳 110022;2. 机械科学研究总院 海西(福建)分院有限公司,福建福州 365050;3. 陆军装备部驻沈阳地区第三军代室,辽宁沈阳 110031)

> **摘要:**研究了热处理工艺对复合制备Ti-6Al-4V合金组织和性能的影响。结果表明,制备的Ti-6Al-4V试样有3个典型区域,分别为激光增材制造区、铸造基底区和铸造/激光增材制造冶金 结合区;激光增材制造区由网篮组织构成,铸造基底区由魏氏组织构成,而铸造/激光增材制 造结合区微观组织取决于热处理工艺;铸态和固溶态呈魏氏组织,而固溶时效和热等静压+固 溶时效态呈网篮组织。固溶时效态由于组织均匀性较高、析出次生α相,从而使得合金不但 具有较高的强度(915 MPa),而且具有较高的伸长率(11%)。

关键词:铸造/激光增材制造复合制造;Ti-6Al-4V;热处理工艺;微观组织;力学性能

钛合金由于具有较低的密度、较高的强度、良好的耐腐蚀以及耐高温等性能, 近年来被广泛用于航空航天、石油化工、生物医疗等领域。复杂钛合金构件通过铸 造成形,主要包括石墨型铸造、熔模精密铸造和金属型铸造等^[1-2]。然而,由于铸造 成形过程需要制备型壳,从而增加了生产成本以及生产周期。另外,受限于铸型的 复杂程度,传统铸造成形钛合金构件复杂度较低,无法满足日益发展航空航天等领 域的需求。与传统铸造方法相比,金属增材制造(又称3D打印)是以数字模型为 基础,在高能量激光束(或电子束、离子束、电弧)的作用下,将金属粉末或丝材 逐层沉积而形成三维零件的技术。在过去的十年中,金属增材制造因其零件近净成 形、可成形复杂结构零件、制造周期短等优点被广泛关注^[3]。

在金属增材制造过程中,当构件成形完成后,作为支撑结构的基底部分需通 过线切割进行切除,从而降低了生产效率。将基底进行设计,使其成为零件的一部 分,这种基于增材制造的特殊工艺被称为复合制备工艺^[4]。由于复合制备工艺可以 快速成形大且复杂的构件,目前已经引起了广泛的关注。Wang等人^[4]研究了复合制 备不锈钢的显微组织和力学性能,结果表明,基底热影响区的晶粒发生了明显的长 大,从而降低了合金的塑性。Zhu等人^[5]研究了复合制备钛合金的显微组织和力学性 能,结果表明,尽管拉伸断裂发生在基底区,但复合制备合金的伸长率仍然达到了7%。

TC4(Ti-6Al-4V)是在金属增材制造技术中应用最为广泛、工艺成熟度最高的 合金^[6]。为了提高增材制造TC4合金的综合性能,学者们对金属增材制造后续热处理 工艺进行了详细的研究^[7:9]。Vrancken等人^[10]将增材制造TC4合金进行850℃退火2h, 随后随炉冷却,使合金的伸长率从7%提高到13%。Ren等人^[11]将合金在920℃固溶2h 后,在550℃时效4h,使伸长率提升到18%。Zhao等人^[12]首先将合金在亚临界温度区 (980℃)退火1h,为了保证合金的强度,随后在920℃固溶2h后,在550℃时效4h, 最终使得合金的伸长率提高到25%。另外,刘莹莹等^[13]对激光立体成形Ti₃Al/TC11 过渡材料的界面处的热处理工艺进行了研究,结果表明初始沉积态两种材料存在较 大的组织差异,经过960℃固溶1h后空冷,随后700℃时效7h处理后,形貌差异显 著降低。北京航空航天大学将激光沉积技术与不锈钢锻件相结合,并对复合成形材

作者简介:

薛松海(1978-),男,博 士研究生,主要从事于钛 合金成形及工艺研究。电 话:13940060269,E-mall: srifxsh@163.com

中图分类号:TG146.23 文献标识码:A 文章编号:1001-4977(2021) 07-0800-06

基金项目:

国家重点研发计划(2018YFB 1106000,2018YFB1106002); 辽宁省"兴辽英才计划" (XLYC1808030);沈阳 市科技计划(Z19-1-003)。 收稿日期: 2021-03-10收到初稿, 2021-05-11收到修订稿。 料进行性能检测,发现热影响区的组织要优于锻造基体,拉伸试棒的断裂位置均出现在锻造基体区域。何 波等^[14]使用激光沉积技术,对钛合金(TC4/TC11)过 渡件进行不同工艺的热处理,当合金在970℃固溶1 h 后空冷,随后在550℃时效4 h空冷,结果表明,两侧 组织逐渐变得均匀,过度线消失,硬度值之间的差异 也逐渐减小。

本文结合激光熔覆技术,在铸态TC4基体上进行同 种合金成分的增材制造,研究热处理工艺对TC4合金铸 态和沉积态界面处组织和性能的影响。

1 试验方法

通过水冷铜坩埚、真空磁悬浮熔炼法制备Ti-6Al-4V(质量分数)合金铸锭5 kg, 且熔炼过程中利用高 纯Ar气进行保护,熔炼三次保证成分的均匀性。根据 DSC,表明其相变点为980 ℃。将熔炼的Ti-6Al-4V合 金经热等静压处理后作为基底,其尺寸为100×40× 50 mm³。通过激光熔覆沉积技术在基底上进行TC4成 形,工艺参数为:激光功率为6~7 kW,扫描速率为 800~1 200 mm/min,搭接率为40%~50%,光斑直径 为6~7 mm, Z轴抬升量为1 mm。图1为铸造/激光增材 制造复合制备Ti-6Al-4V合金试样。

表1为铸造基底区与激光增材制造区Ti-6Al-4V合 金化学成分分析结果。由表1可知,相比于其他合金 元素,铸造区和激光增材制造区内Al元素含量相差较 大,这一方面是由于铸态基体与增材粉末非同源材料 而产生的成分偏差;另一方面,相比于铸造,增材区 输入的激光能量较大而导致Al元素烧损较多。

表1 铸造/激光增材制造Ti-6Al-4V合金不同位置化学成分 Table 1 Chemical composition of different positions of Ti-6Al-4V Alloy Fabricated by casting / laser additive w_B/%

位置	Al	V	Fe	Ν	Н	0	Ti
铸造区	6.47	4.12	0.11	0.013	0.002 9	0.14	余量
增材区	6.22	4.12	0.13	0.013	0.003 9	0.14	余量



图1 铸造/激光增材制造复合制备Ti-6Al-4V合金试样 Fig. 1 Ti-6Al-4V alloy sample prepared by casting / laser additive manufacturing

试验采用4种状态的试样:铸态试样、固溶处理试 样、固溶及时效处理试样、热等静压+固溶时效处理试 样。其中,固溶处理试样的条件为950℃保温1h后空 冷;固溶及时效处理试样的条件为930℃保温1h后空 冷,随后在550℃保温2h后空冷;热等静压+固溶时效 处理试样的条件为930℃下以150 MPa的压力保温4h 后,930℃保温1h后空冷,随后在550℃保温2h后 空冷。

试样经热处理后采用GX51OLYMPUS型金相显微 镜(OM)观察微观组织。采用WS-2005型维氏硬度计 测试各试样的维氏硬度,载荷为1kg,保载时间为15s。 分别对每个试样的增材区、铸态区和增材/铸态结合区 进行测试,每个位置测试5次,并取它们的平均值作为 该区域的维氏硬度值。使用INSTRON5982 电子万能 试验机对加工后的标准拉伸试棒进行常温拉伸,试样 尺寸如图2所示,为标准Φ6 mm拉伸试棒,试样的高度 方向垂直于沉积方向,结合面处位于拉伸试棒中间位 置,每组试验取两组数据。采用ZEISS ΣIGMA扫描电 子显微镜对拉伸断口进行形貌观察。

2 试验结果与分析

2.1 热处理工艺对微观组织的影响

图3为热处理工艺对铸造/激光增材制造复合制备 Ti-6Al-4V合金微观组织的影响。其中,图3a、d、g和 i为激光增材制造区域内微观组织变化。由图可知,激 光增材制造区域内微观组织由网篮组织构成,但初生 α 相板条宽度有所差异。沉积态的初生 α 相板条宽度 为 $0.5~2 \mu m$,如图3a所示。当合金在 $\alpha + \beta$ 两相区固溶 时,由于固溶温度较高而粗化了初生α相。另外,固 溶温度接近于 β 相转变温度,使得部分初生 α 相转变 为β相。在随后的空冷过程中,由于冷却速度较快, 残留β相含量增加,且在β基体中析出了针状次生α 相,如图3d所示。当合金经固溶时效处理后,初生α 相板条宽度增加到6~7 μm,次生α相含量增加且其晶 粒发生长大,导致了初生α板条被截断,从而降低了 初生α相的长宽比,如图3g所示。当合金经过热等静 压处理后,初生 α 板条在恒定温度和压力的作用下, 使其长宽比减小。在随后的固溶时效处理后,析出的



图2 拉伸试棒示意图 Fig. 2 Schematic diagram of tensile test bar

801

802 有估 FOUNDRY 有色合金

次生α相含量增加, 晶粒进一步发生长大。

图3b、e、h和k为铸造区域内微观组织变化。由 图可知,铸造区域内微观组织由魏氏组织构成。沉积 态的晶界 α 相较为完整,在晶界 α 相两侧为不同取向 的片层集束,如图3b所示。当合金经固溶处理后,晶 界 α 相发生部分熔断,片层集束进一步长大,厚度增 加,晶界熔断处片层交错分布,如图3e所示。当合金 经固溶时效处理后, α 相进一步析出,且取向各异而 形成了许多尺寸较小 α 集束,晶界 α 相完整,如图3h 所示。当合金经热等静压处理后,晶界 α 相在恒温恒 压的作用下破碎,使其形态转变为等轴状,在固溶时 效处理时,板条状 α 相与等轴状 α 相相互限制,形成 大尺寸 α 集束区,如图3k所示。 图3c、f、i和l为铸造/激光增材制造结合区域内微 观组织变化。由图3c可知,结合区的组织与激光增材 制造区域内沉积态的组织存在明显分界线。当合金经 固溶处理后,结合区初生α相发生长大,原界面处密 集排列的板条α相被打断,如图3f所示。当合金经固溶 时效处理后,结合区与基底和激光增材制造区域内的 微观组织差异性较小。另外,在结合区,初生α相被 次生α相截断,长宽比降低且部分α相融合长大,从 而形成了部分等轴晶,如图3i所示。当合金经热等静压 +固溶时效处理后,在恒温恒压的作用下,层状α相被 破碎,固溶时效使结合区组织转变为网篮状组织,其 间仍分布有少量铸态区平行的板条α相。



(a)铸态,激光增材制造区;(b)铸态,铸造区;(c)铸态,铸造/激光增材制造结合区
(d)固溶态,激光增材制造区;(e)固溶态,铸造区;(f)固溶态,铸造/激光增材制造结合区
(g)固溶时效态,激光增材制造区;(h)固溶时效态,铸造区;(i)固溶时效态,铸造/激光增材制造结合区
(j)热等静压+固溶时效态,激光增材制造区;(k)热等静压+固溶时效态,铸造区;(1)热等静压+固溶时效态,铸造/激光增材制造结合区
图3 热处理工艺对铸造/激光增材制造复合制备Ti-6Al-4V合金微观组织的影响
Fig. 3 Effect of heat treatment process on Microstructure of Ti-6Al-4V alloy prepared by casting/laser additive manufacturing

2.2 热处理工艺对力学性能的影响

不同状态下试样显微硬度取样区域如图4所示, 分别在三个区域五点取值。图5为热处理工艺对铸造 /激光增材制造复合制备Ti-6Al-4V合金维氏硬度的影 响。由图可知,在激光增材制造区内,维氏硬度分别 为HV 313(铸态)、HV 364(固溶)、HV 406(固溶 时效)、HV 299(热等静压+固溶时效),呈现出先增 加后降低的现象。铸造/激光增材制造结合区和铸造区 内维氏硬度变化与激光增材制造区内相同。在结合区 内,维氏硬度从铸态的HV338增加到固溶条件下的HV 350、 固溶时效条件下的HV 461, 热等静压+固溶时效条件下 的维氏硬度较低, 仅为HV 294。在铸造区内, 维氏硬 度从铸态的HV 348增加到固溶条件下的HV 353、固溶 时效条件下的HV 390, 热等静压+固溶时效条件下的维 氏硬度较低, 仅为HV 310。相比于铸态, 固溶时效条 件下由于析出次生 α 相,相对于初生 α 相,次生 α 相 较硬而难以变形,阻碍位错运动的能力更强,从而提 高了合金的强度。热等静压+固溶时效条件下晶粒尺寸 较大,根据霍尔-佩奇[15]公式:



图4 显微硬度取样示意图 Fig. 4 Schematic diagram of microhardness sampling



图5 热处理工艺对铸造/激光增材制造复合制备Ti-6Al-4V合金维 氏硬度的影响



式中: σ_y 为屈服强度, d为晶粒尺寸, σ_0 和k为材料本 身属性。因此, 热等静压+固溶时效试样的强度较低。

图6为热处理工艺对铸造/激光增材制造复合制备 Ti-6Al-4V合金拉伸性能的影响。由图可知,铸态、固 溶、固溶时效、热等静压+固溶时效试样的抗拉强度分 别为909 MPa、867 MPa、915 MPa和821 MPa,铸态、 固溶和固溶时效试样的屈服强度相近,分别为798 MPa、 797 MPa和798 MPa,而热等静压+固溶时效试样的屈服 强度较低,为737 MPa。铸态、固溶和热等静压+固溶 时效试样的伸长率相近,分别为6%、4.5%和5%,而固 溶时效试样的伸长率较高,达到了11%。

图7为拉伸试棒断口位置示意图。可以看出,断 裂位置趋于一致性,即均位于铸态区一侧,意味着激 光增材制造区强度要明显优于铸造基体。值得注意的 是,此时铸态区与增材区的结合处并未发生开裂,反 映了高的界面结合强度。事实上,根据图3可知,铸态 区组织一般为魏氏组织,其晶粒尺寸较为粗大,α片 层较厚,因此展现出的强度较差;相反,增材区组织 由细小的网篮状结构组成,具有更多的α/β界面以阻 止位错滑移,因此具有更高的强度。固溶时效试样的



图6 热处理工艺对铸造/激光增材制造复合制备Ti-6Al-4V合金拉 伸性能的影响

Fig. 6 Effect of heat treatment process on tensile properties of Ti-6Al-4V Alloy fabricated by casting / laser additive manufacturing



图7 拉伸试棒取样及断口位置示意图 Fig.7 Schematic diagram of tensile test bar sampling and fracture location

804 病世 FOUNDRY 有色合金

强度较高是因为在时效过程中会析出次生α相,相对 于初生α相,次生α相较硬而难以变形,阻碍位错运 动的能力更强,从而提高了合金的强度。热等静压+固 溶时效试样的强度较低是因为在热等静压过程中晶粒 会继续长大,铸态区大尺寸的α集束区形成的魏氏组 织,力学性能具有明显的方向性,从而降低了合金的 强度。固溶时效试样伸长率的提高取决于铸造/激光增 材制造结合区域内微观组织。相对于魏氏组织,网篮 组织的伸长率较高,且大量等轴晶的存在,阻碍了位 错的滑移,因此固溶时效试样达到较高的伸长率。然 而,由于热等静压+固溶时效试样的α晶粒过分长大, 显著降低合金的伸长率。

2.3 热处理工艺对断口形貌的影响

图8为热处理工艺对铸造/激光增材制造复合制备 Ti-6Al-4V合金断口形貌的影响。由图可知,铸态、固 溶态和热等静压+固溶时效态试样呈脆性断裂,断口可 以明显观察到微裂纹、解理面的存在,从而导致伸长 率较低。固溶时效态试样呈延性断裂,断口可以明显 观察到韧窝的存在,从而导致伸长率较高。



图8 热处理工艺对铸造/激光增材制造复合制备Ti-6Al-4V合金断口形貌的影响

Fig. 8 Effect of heat treatment process on fracture morphology of Ti-6Al-4V alloy prepared by casting / laser additive manufacturing

3 结论

(1)铸造/激光增材制造复合制备Ti-6Al-4V合金 不同区域微观组织存在差异,激光增材制造区由网篮 组织构成,铸造区由魏氏组织构成,铸造/激光增材制 造结合区则取决于热处理工艺,铸态和固溶态呈魏氏 组织,而固溶时效态和热等静压+固溶时效态呈网篮 组织; (2)热处理工艺可以调控铸造/激光增材制造结合 区微观组织结构,通过固溶时效可以使结合区内的魏 氏组织转变为网篮组织,从而提高了合金的伸长率;

(3)相比于铸态、固溶态和热等静压+固溶时效态,固溶时效态试样的强度和伸长率均达到最大值, 其中屈服强度达798 MPa,抗拉强度达915 MPa,伸长 率达11%

参考文献:

- [1] 高婷,赵亮,马保飞,等.钛合金铸造技术现状及发展趋势[J].热加工工艺,2014,43(21):5-7,11.
- [2] 赵军. 钛合金石墨型铸造技术国内外发展现状及趋势 [C]//2019中国铸造活动周, 武汉, 2019.
- [3] 任永明,林鑫,黄卫东.增材制造Ti-6Al-4V合金组织及疲劳性能研究进展 [J].稀有金属材料与工程,2017,46(10):3160-3168.
- [4] WANG Y, TANG H, FANG Y, et al. Microstructure and mechanical properties of hybrid fabricated 1Cr12Ni2WMoVNb steel by laser melting deposition [J]. Chinese Journal of Aeronautics, 2013, 26 (2): 481–486.
- [5] ZHU Y, JIA L, TIAN X, et al. Microstructure and mechanical properties of hybrid fabricated Ti–6.5Al–3.5Mo–1.5Zr–0.3Si titanium alloy by laser additive manufacturing [J]. Materials Science & Engineering A, 2014, 607 (23): 427–434.
- [6] 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(04):415-422.
- [7] 蔡雨升,吉海宾,雷家峰,等.热处理对激光选区熔化TC4钛合金显微组织和力学性能的影响 [J]. 钛工业进展,2020,37(01): 9–16.
- [8] 李明东. 激光沉积制造TC4钛合金的热处理工艺研究 [D]. 沈阳:沈阳航空航天大学, 2018.
- [9] 王健,林鑫,薛爱堂,等.电弧增材制造Ti-6Al-4V钛合金在不同扫描策略下的初生β晶组织宏观形态演变 [J].稀有金属材料与工程,2020,49(3):857-861.
- [10] BEY Vrancken, LORE Thijs. Heat treatment of Ti6Al4V produced by selective laser melting: microstructure and mechanical propertie [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2012, 541: 177–185.
- [11] 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.
- [12] ZHAO Z, CHEN J, TAN H, et al. Achieving superior ductility for laser solid formed extra low interstitial Ti-6Al-4V titanium alloy through equiaxial alpha microstructure [J]. Scripta Materialia, 2018 (146) : 187–191.
- [13] 刘莹莹,姚暖,何磊,等. 热处理对激光立体成形Ti₃Al/TC11连接界面组织性能的影响 [J]. 中国科技论文,2014,9(2):234-237,242.
- [14] 何波,邢盟,孙长青,等. 热处理对激光沉积TC4/TC11组织和性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2019, 48(6): 1929-1935.
- [15] 周健. 关于金属学中细晶强化教学内容的思考 [J]. 教育教学论坛, 2017(2): 192-193.

Effect of Heat Treatment Process on Microstructure and Properties of Ti-6Al-4V Alloy Fabricated by Casting/Laser Additive Manufacturing

XUE Song-hai^{1, 2}, LI Chong-yang¹, LI Xue-chen³, LIU Hong-yu¹, LIU Shi-bing¹, QU Yu-fu¹, LIU Tian-yu¹ (1. Shenyang Research Institute of Foundry Co., Ltd., State Key Laboratory of Light Alloy Foundry Technology for High-End Equipment, Shenyang 110022, Liaoning, China; 2. Haixi (Fujian) Institute, China Academy of Machinery Science & Technology Co., Ltd., Fuzhou 365050, Fujian, China; 3. Shenyang No 3 Military Representative Office, Shenyang Military Representative Bureau, Equipment Department of Land Force, Shenyang 110031, Liaoning, China)

Abstract:

The effects of heat treatment process on the microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy prepared by casting/laser additive composite manufacturing were studied. The results show that the Ti-6Al-4V alloy sample has three typical areas, namely: laser additive manufacturing area, casting base area, and casting/laser additive manufacturing metallurgical bonding area, and the laser additive manufacturing area is composed of a mesh basket structure, the casting base area is composed of Widmanstatten structure, while the microstructure of the casting/laser additive manufacturing junction area depends on the heat treatment process. The as-cast and solid-solution states show the Widmanstatten structure; the solid solution aging and hot isostatic pressing+solid solution aging state are in net basket structure. The solid solution aging alloy, due to the higher uniformity of the structure and the precipitation of secondary α phase, not only has a higher strength (915 MPa), but also has a higher elongation (11%).

Key words:

casting/laser additive manufacturing composite manufacturing; Ti-6Al-4V; heat treatment process; microstructure; mechanical properties