

DOI: 10.11973/jxgccl202202007

电子束选区熔化成形 TC4 合金的显微组织及硬度

童邵辉¹, 李 东², 梁孟强¹, 丁 婷¹, 冷星环¹

(上海工程技术大学 1. 工程实训中心, 2. 材料工程学院, 上海 201620)

摘要: 采用电子束选区熔化成形技术制备不同尺寸($\phi 8\text{ mm} \times 25\text{ mm}$, $\phi 25\text{ mm} \times 8\text{ mm}$) TC4 合金试样, 研究了 2 种试样在粉末堆积方向的显微组织及硬度变化。结果表明: 尺寸 $\phi 8\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ 试样的显微组织主要由原始 β 柱状晶界处的针状 α 集束组织和晶内针状 α 相互交错形成的网篮状魏氏组织组成, 原始 β 柱状晶主轴平行于堆积方向并且贯穿各熔合层, 残余 β 相弥散分布在 α 相基体中; 尺寸 $\phi 25\text{ mm} \times 8\text{ mm}$ 试样顶部组织由针状 α' 相组成, 中部组织中 α' 相受热分解为 α 相和 β 相, α 相宽度较大, 底部组织中条状 α 相贯穿原始 β 晶粒形成集束, 残余 β 相在 α 相基体中呈连续网状分布; 具有较大长宽比针状 α 相或 α' 相部位的显微硬度比具有较小长宽比条状和片状 α 相或 α' 相的硬度高。

关键词: 电子束选区熔化; TC4 钛合金; 显微组织; 显微硬度

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

文章编号: 1000-3738(2022)02-0043-05

Microstructure and Hardness of Electron Beam Selective Melting Formed TC4 Titanium Alloy

TONG Shaohui¹, LI Dong², LIANG Mengqiang¹, DING Ting¹, LENG Xinghuan¹

(1. The Engineering Training Center, 2. School of Materials Engineering, Shanghai University of Engineering Science, Shanghai 201620, China)

Abstract: The TC4 alloy samples with different dimension ($\phi 8\text{ mm} \times 25\text{ mm}$, $\phi 25\text{ mm} \times 8\text{ mm}$) were fabricated by electron beam selective melting forming technique. The evolution of microstructure and hardness along the powder deposition direction was studied. The results show that the microstructure of the sample with dimension of $\phi 8\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ was composed of acicular α clusters at prior β columnar grain boundaries and net-basket-shaped widmanstatten structures formed by interlaced acicular α phase in grains. The axis of prior β columnar grains was parallel to the direction of powder deposition and grew through every deposition layer. The residual β phase dispersed among α phase matrix. The top microstructure of the sample with dimension of $\phi 25\text{ mm} \times 8\text{ mm}$ consisted of acicular α' phases. The acicular α' phase in the middle microstructure was decomposed into α phase and β phase, and the width of α phase was relatively large. The strip α phase in the bottom microstructure grew through prior β grains to form clusters. The residual β phase dispersed in the continuous network among α phase matrix. The microhardness of the part with acicular α or α' phase of large length-width ratios was higher than that with strip and lamellar α or α' phase of small length-width ratios.

Key words: electron beam selective melting; TC4 titanium alloy; microstructure; microhardness

0 引言

钛合金因具有密度小、比强度高、耐腐蚀性好等优点而广泛应用于航空航天、医疗器械等行业。在

航空航天领域, 航天器的轻量化设计和生产已成为世界航空业发展的趋势, 而钛合金质轻而高强的特性可满足航天材料的要求。但是钛合金硬度很高, 在切削时易导致刀具磨损并产生高热量, 这不仅会缩短刀具寿命, 而且会严重影响钛合金零件的成形精度^[1]。增材制造技术可制备和成形传统制造技术难加工的材料和零件^[2]。目前, 增材制造领域的研

收稿日期: 2020-07-09; 修订日期: 2021-06-01

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51605276)

作者简介: 童邵辉(1992—), 男, 上海人, 实验师, 硕士

究重点倾向于电子束选区熔化成形(EBSM)技术,因为电子束作用深度大,相对于激光具有较高的能量利用率、功率密度和材料吸收率,且其环境为真空,无氧、氮等元素污染等问题^[3],同时成形件经历反复加热和冷却后具有低残余应力的特点^[4]。电子束选区熔化成形技术基于离散与堆积的成形原理,通过计算机将零件模型按一定厚度进行分层和切片,并离散成二维截面轮廓信息的扫描路径,电子束在计算机控制的电磁偏转线圈作用下按照二维截面数据对金属粉体进行逐层熔化堆积,最终得到所需的三维零件^[5]。电子束选区熔化成形技术能够成形结构复杂和性能优异的零件,而且具有加工材料种类多、柔性高、可实现无模成形等特点,在航空航天、汽车制造和生物医疗器械等领域具有良好的应用前景^[6]。

目前对电子束选区熔化成形技术的研究主要集中在工艺参数对成形件组织和性能的影响方面。SCHWERDTFEGGER 等^[7]研究发现,较低的扫描速度可提高电子束的热输入,在电子束电流较低条件下可消除成形组织出现的孔洞缺陷,提高组织致密性。BAUEREIB 等^[8]研究发现,成形件组织致密性随着电子束功率增加而提高。WANG 等^[9]研究发现,在电子束扫描速度为 $214 \sim 689 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ 范围内,电子束选区熔化成形 TC4 钛合金的弹性模量和硬度与电子束扫描速度成正比。徐蔚等^[10]研究发现,在电子束选区熔化成形 Ti-6Al-4V 合金显微组织中, α 相体积分数随着熔覆面积的增加逐渐增加,尺寸明显粗化,成形件的硬度在 $368 \sim 450 \text{ HV}$,并且随着熔覆面积的增加而增大。目前,有关电子束选区熔化技术制备不同形状试样沿粉末堆积方向显微组织和硬度的对比研究鲜有报道。作者采用 Arcam Q10 型电子束选区熔化成形设备制备了不同尺寸圆柱体 TC4 合金试样,对比分析了不同试样在粉末堆积方向的组织演变和显微硬度。

1 试样制备与试验方法

试验材料为球形 TC4 合金粉末,粉末的粒径范围为 $25 \sim 100 \mu\text{m}$,其化学成分如表 1 所示。基板为 316L 不锈钢板,尺寸为 $80 \text{ mm} \times 80 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 。成形前将基板预热至 700°C ,以提高粉末层黏性,防止粉末溃散。预热完成后采用 Arcam Q10 型真空电子束增材制造设备在真空环境中制备尺寸分别为 $\phi 8 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ 、 $\phi 25 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$ 的 2 种圆柱体试样(分别记作试样 1 和试样 2),电子束以弓字方式

扫描熔化粉末层,扫描完一层粉末后,工作台旋转 90° ^[11],使相邻两层扫描线相互垂直,电子束电流为 $15 \sim 28 \text{ mA}$,扫描速度为 $4 \sim 530 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$,聚焦电流为 32 mA ,层厚为 $60 \mu\text{m}$ 。

表 1 TC4 合金粉末的化学成分

元素	Al	Fe	V	C	O	N	H	Ti
质量分数	6.1	0.20	4.05	0.02	0.15	0.01	0.002	余

沿粉末堆积方向将试样 1 均分为顶部、上部、下部、底部 4 个试样,在试样 2 中心沿轴向(粉末堆积方向)截取直径为 8 mm 的圆柱体试样,并将该圆柱体试样均分为顶部、中部、底部 3 个试样,具体取样位置如图 1 所示。采用 PANalytical Xpert' PRO 型 X 射线衍射仪(XRD)进行物相分析,采用铜靶, $K\alpha$ 射线,扫描速率为 $4^\circ \cdot \text{min}^{-1}$,扫描范围为 $10^\circ \sim 100^\circ$ 。试样经打磨、抛光,用 Kroll 试剂(HF 、 HNO_3 、 H_2O 的体积比为 $1:2:50$)腐蚀 8 s 后,采用 KEYENCE Z100 型超景深光学显微镜和 Hitachi S-3400N 型扫描电子显微镜(SEM)对轴向显微组织进行观察。采用 HXD-1000TMC/LCD 型显微硬度计对硬度进行测试,载荷为 0.98 N ,保载时间为 15 s 。

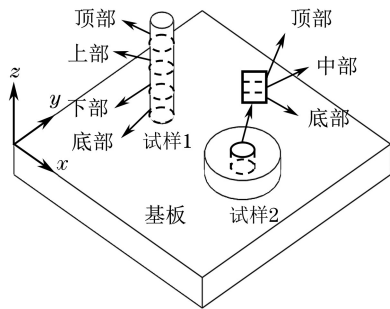


图 1 电子束选区熔化成形 TC4 合金的取样位置示意

Fig. 1 Schematic of sampling positions of electron beam selective melting formed TC4 alloy

2 试验结果与讨论

2.1 物相组成

TC4 合金为 $\alpha + \beta$ 双相钛合金, α -Ti 的晶体结构为密排六方结构, β -Ti 为体心立方结构,二者具有 Burgers 关系。由图 2 可知,电子束选区熔化成形 TC4 合金试样均出现了 α -Ti 和 β -Ti 相衍射峰,试样 1 底部组织中 β -Ti 的衍射峰强度较大。电子束选区熔化是一个急热急冷的过程,熔池先凝固形成 β 相,随后在快冷过程中转变为亚稳态的细针状 α' 马氏体组织,后续受热循环作用, α' 马氏体分解形成 $\alpha + \beta$ 相。试样底部经历了次数较多的热循环过

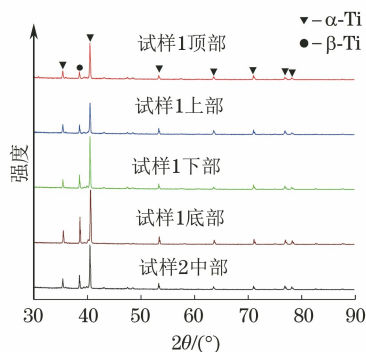


图2 不同试样不同位置的 XRD 谱

Fig. 2 XRD patterns of different positions of different samples

程,同时在基板的预热作用下更多的 α' 相分解为 α 相和 β 相,因此 β -Ti 相衍射峰强度增加。

2.2 显微组织

由图 3 可以看出:试样 1 轴向显微组织中原始 β 柱状晶贯穿各熔合层,这是因为电子束轰击合金粉形成熔池,熔池中液相温度随着距固液界面距离增大而升高,温度梯度的方向平行于粉末堆积方向,满足柱状晶的生长条件,在凝固过程中固液界面以近平面状的方式沿粉末堆积方向推进形成定向生长

的 β 柱状晶;试样上部、下部与底部组织中原始 β 柱状晶界存在集束魏氏组织,由原始 β 柱状晶界处析出的针状 α 相以相同位向且相互平行地向晶内生长形成,同时部分针状 α 相在晶内互相交织,形成网篮状魏氏组织;试样 1 底部贴近基板,基板的保温作用导致 β 相的原子具有较大的扩散系数,使得原始 β 柱状晶粗化,因此在组织中无法显示出原始 β 柱状晶的晶界,而只能看到柱状晶内部的网篮状魏氏组织;试样 1 顶部冷却速率较大,合金发生非平衡凝固形成的 β 相转变为细长针状 α' 过饱和马氏体,由于未经历后续热循环, α' 马氏体得以保留,且 α' 相的长宽比较大。由图 4 可以看出,试样 1 顶部针状 α' 马氏体晶界处析出细小的 β 相,以不同位向相互交错的细长杆状和点状 β 相在晶界处密集分布。试样 1 上部和下部组织中存在于 α 相界和其针间的残余 β 相受热以及钒、铁等 β 稳定元素的影响而长大,导致 α 相界破碎, α 相的长度缩短。试样 1 底部经历多次热循环作用,同时在基板的保温作用下,冷却速率较低,部分针状 α 相在长度方向上相互融合,长宽比较大。

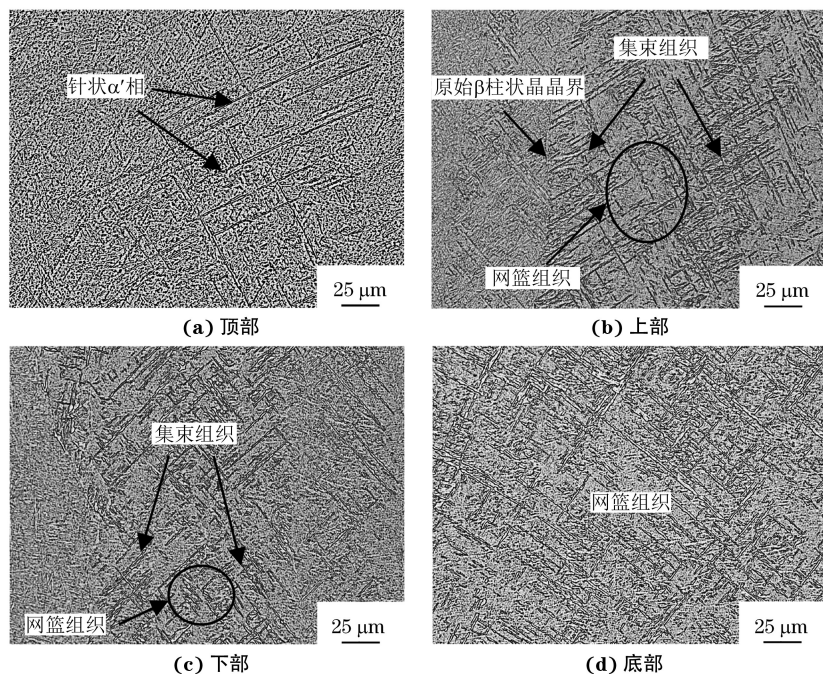


图3 试样 1 不同位置的轴向显微组织

Fig. 3 Axial microstructures of different positions of sample 1: (a) top; (b) upper; (c) lower and (d) bottom

由图 5 可以看出,试样 2 无法观察到原始 β 柱状晶,底部组织趋于晶粒状。试样顶部面积较大且直接与真空环境接触,冷却速率较大,合金发生非平衡凝固,因此顶部组织为大量致密细小的针状 α' 马氏体。由于试样 2 高度小,基板的保温作用导致试

样的纵向温度梯度不足以驱动 β 相形成定向生长的柱状晶,液相中的固液界面趋于以胞状组织的形态推进。试样中部的冷却速率较小,针状 α' 马氏体受热分解为 α 相和 β 相,相邻 α 相融合变宽,且互相平行以集束形态分布。在多次热循环以及基板的保温

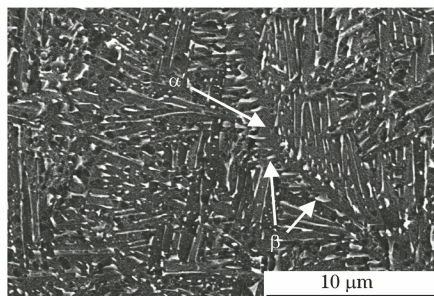


图 4 试样 1 顶部的 SEM 形貌

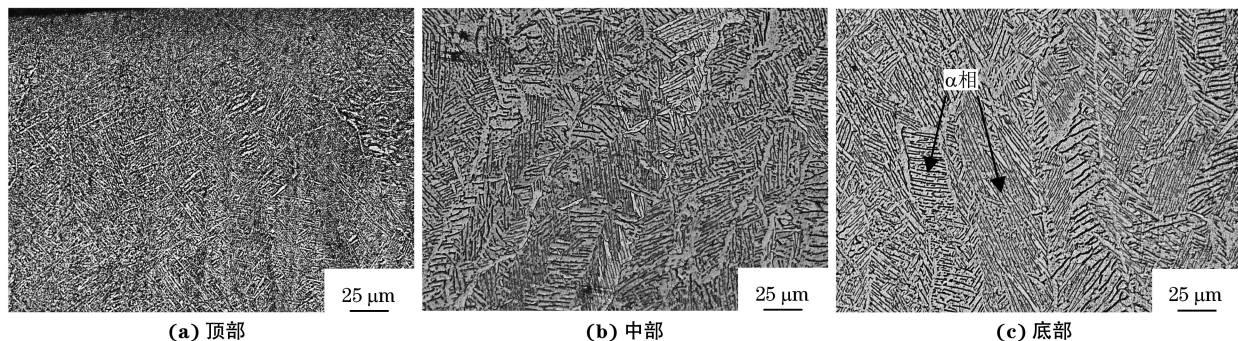
Fig. 4 SEM image of top of sample 1

作用下,试样底部的温度梯度较小, α 相晶核只能在原始 β 晶界上形成,随后晶核以相同的位向往晶内

生长,并在原始 β 晶粒内逐渐形成长条状 α 相,组织呈 $\beta/\alpha/\beta$ 三明治结构,长条状的 α 相贯穿原始 β 晶粒形成 α 相集束,且不同晶粒中集束的取向不同。由图 6 可以看出,试样 2 底部组织的 α 相片层间存在长杆状残余 β 相,且 β 相呈连续网状分布。

2.3 硬度

由图 7 可以看出:试样 1 顶部和底部的显微硬度较大,最大硬度出现在顶部,为 406.7 HV,试样 1 的平均硬度为 354.33 HV;试样 2 的显微硬度随着距基板距离的增大而升高,平均硬度为 333.92 HV,略低于试样 1。 α' 相或 α 相的形态和尺寸对钛合金



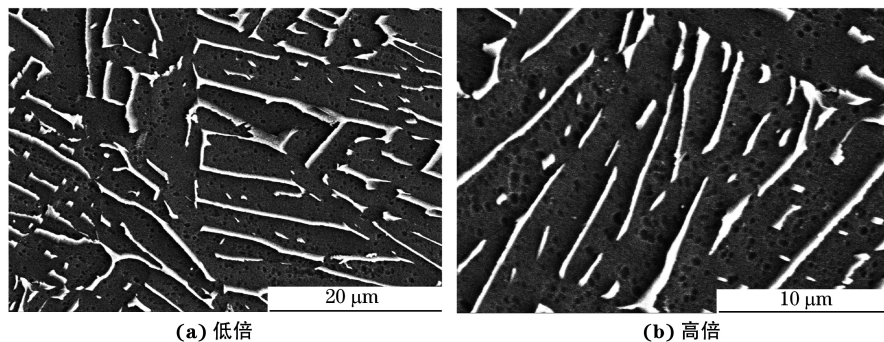
(a) 顶部

(b) 中部

(c) 底部

图 5 试样 2 不同位置的轴向显微组织

Fig. 5 Axial microstructures of different positions of sample 2: (a) top; (b) middle and (c) bottom

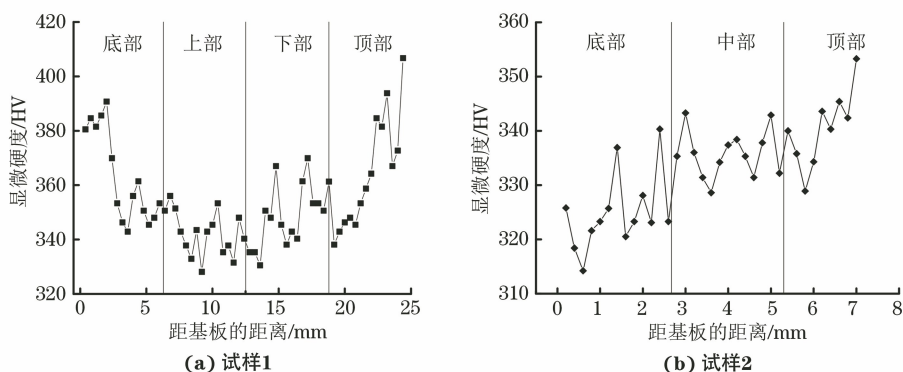


(a) 低倍

(b) 高倍

图 6 试样 2 底部的 SEM 形貌

Fig. 6 SEM morphology of bottom of sample 2: (a) at low magnification and (b) at high magnification



(a) 试样1

(b) 试样2

图 7 不同试样沿堆积方向的显微硬度分布

Fig. 7 Microhardness distribution along deposition direction of different samples: (a) sample 1 and (b) sample 2

的显微硬度有一定的影响;在施加应力条件下, α' 相或 α 相间发生滑移,在滑移过程中,当 α' 相或 α 相的长宽比及其长度较大时,与相邻 α' 相或 α 相之间滑移的路径更大,需要消耗的能量更多,滑移阻力更大,从而导致显微硬度更高^[12]。试样1顶部针状 α' 相和底部针状 α 相的长宽比大于上部与下部 α 相,因此顶部和底部的硬度高于上部与下部。从试样2顶部到底部, α'/α 相由针状变为条状和片状,其宽度逐渐增加,导致相尺寸及其间距变大,塑性增大^[13],因此该试样在粉末堆积方向的显微硬度逐渐降低;试样2底部组织趋于晶粒态,形成 α 相集束,其塑性变形能力较好^[14],因此最低显微硬度出现在底部。

3 结 论

(1) 电子束选区熔化成形尺寸 $\phi 8\text{ mm}\times 25\text{ mm}$ TC4 合金试样的显微组织主要由原 β 柱状晶界处的针状 α 集束组织和柱状晶内的针状 α 相互交错形成的网篮状魏氏组织组成,原始 β 柱状晶主轴平行于堆积方向并且贯穿各熔合层,残余 β 相弥散分布在 α 相基体中。

(2) 尺寸为 $\phi 25\text{ mm}\times 8\text{ mm}$ 试样的顶部组织由大量致密细小的针状 α' 相组成,中部组织中针状 α' 相分解为 α 相和 β 相, α 相宽度较大,底部组织中条状 α 相贯穿 β 晶粒形成集束,且不同晶粒中集束的取向不同;残余 β 相在 α 相基体中呈连续网状薄层分布。

(3) 尺寸 $\phi 8\text{ mm}\times 25\text{ mm}$ 试样的平均硬度为354.33 HV,具有较大长宽比针状 α' 相的顶部和 α 相的底部的显微硬度大于具有较小长宽比针状 α 相的上部与下部显微硬度;尺寸 $\phi 25\text{ mm}\times 8\text{ mm}$ 试样的平均硬度为333.92 HV,从顶部到底部 α 相由针状变为条状和片状,长宽比减小,显微硬度降低。

参考文献:

- [1] ARRAZOLA P J, GARAY A, IRIARTE L M, et al. Machinability of titanium alloys (Ti6Al4V and Ti555.3)[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209: 2223-2230.
- [2] NELATURI S, SHAPIRO V. Representation and analysis of additively manufactured parts[J]. Computer-Aided Design, 2015, 67: 13-23.
- [3] BAUMERS M, DICKENS P, TUCK C, et al. The cost of additive manufacturing: Machine productivity, economies of scale and technology push [J]. Technological Forecasting and

Social Change, 2016, 102: 193-201.

- [4] MURR L E, GAYTAN S M, RAMIREZ D A, et al. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2012, 28(1): 1-14.
- [5] FRAZIER W E. Metal additive manufacturing: A review[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2014, 23(6): 1917-1928.
- [6] GAO W, ZHANG Y B, RAMANUJAN D, et al. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering [J]. Computer-Aided Design, 2015, 69: 65-89.
- [7] SCHWERTDFEGER J, KÖRNER C. Selective electron beam melting of Ti-48Al-2Nb-2Cr: Microstructure and aluminium loss[J]. Intermetallics, 2014, 49: 29-35.
- [8] BAUEREIß A, SCHAROWSKY T, KÖRNER C K. Defect generation and propagation mechanism during additive manufacturing by selective beam melting [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2014, 214(11): 2522-2528.
- [9] WANG X Q, GONG X B, CHOU K. Scanning speed effect on mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy processed by electron beam additive manufacturing [J]. Procedia Manufacturing, 2015, 1: 287-295.
- [10] 徐蔚,常辉,李东旭,等. 熔覆面积对电子束选区熔化 Ti-6Al-4V 合金组织及硬度的影响[J]. 热加工工艺, 2015, 44(13): 53-56.
- XU W, CHANG H, LI D X, et al. Influence of cladding areas on microstructure and hardness of Ti-6Al-4V alloy by electron beam selective melting [J]. Hot Working Technology, 2015, 44(13): 53-56.
- [11] CAIN V, THIJS L, VAN HUMBEECK J, et al. Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting [J]. Additive Manufacturing, 2015, 5: 68-76.
- [12] 杨光,王文东,钦兰云,等. $\alpha+\beta$ 区退火对激光沉积 TA15 钛合金组织及硬度的影响[J]. 金属热处理, 2017, 42(12): 39-43.
- YANG G, WANG W D, QIN L Y, et al. Effect of $\alpha+\beta$ phase zone annealing on microstructure and microhardness of laser deposition manufactured TA15 titanium alloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2017, 42(12): 39-43.
- [13] 张胜雷,陈卓,曲寿江,等. 热处理对电子束选区熔化制备的 Ti-6Al-4V 合金组织与力学性能的影响[J]. 热加工工艺, 2018, 47(10): 226-231.
- ZHANG S L, CHEN Z, QU S J, et al. Influence of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated via electron beam selective melting [J]. Hot Working Technology, 2018, 47(10): 226-231.
- [14] 党薇,薛祥义,李金山,等. TC21 合金片层组织特征对其断裂韧性的影响[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(增刊1): 16-20.
- DANG W, XUE X Y, LI J S, et al. Influence of lamellar microstructure feature on fracture toughness of TC21 alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(S1): 16-20.