

doi: 10.12068/j.issn.1005-3026.2018.08.014

激光快速成型 TC4 合金显微组织及力学性能

刘 静, 刘逸婷

(东北大学 理学院, 辽宁 沈阳 110819)

摘 要: 采用金相显微镜、扫描电镜、电子拉伸机等,研究了激光快速成型 TC4 合金沉积态在平行沉积方向和垂直沉积方向的组织 and 力学性能. 结果表明:激光快速成型 TC4 合金沉积态宏观组织沿沉积方向生长的粗大 β 柱状晶呈明暗相间的条带状结构,具备典型的魏氏组织特征;垂直沉积方向的强度比平行沉积方向的强度高,但塑性低;合金断口为韧窝状断口,垂直沉积方向的断口韧窝尺寸比平行沉积方向的小.

关键词: 激光快速成型;TC4 合金;显微组织;力学性能

中图分类号: TB331

文献标志码: A

文章编号: 1005-3026(2018)08-1132-05

Microstructures and Mechanical Properties of Laser Rapid Prototyping Deposited TC4 Alloy

LIU Jing, LIU Yi-ting

(School of Sciences, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: LIU Jing, E-mail: liu_sy20022002@163.com)

Abstract: Microstructures and mechanical properties of laser rapid prototyping deposited TC4 alloy in the parallel and vertical directions were studied by metallographic microscope, scanning electron microscopy and electronic tensile testing machine. The results showed that the β grains growing in the deposited direction are coarse and columnar, which shows a bright and dark strip structure and is typical Widmanstatten structure. The strength vertical to deposition direction is higher than that parallel with deposition direction, but the plasticity is low. The fracture of the alloy is dimple fracture, and the size of the dimples on the fracture vertical to deposition direction is smaller than that parallel with deposition direction.

Key words: laser rapid prototyping; TC4 alloy; microstructure; mechanical property

近年来钛合金激光快速成型及其后续处理工艺受到越来越多研究者的关注^[1-8]. 激光快速成型时,材料受到激光热源瞬间高能加热及快速冷却的作用,使得成型件的组织特征不同于常规的两相钛合金铸造组织或焊接组织. 在激光快速成型中存在复杂的相变过程,导致成型件具有不同的显微组织,同时也会有很多缺陷产生,如组织性能各向异性、孔洞和裂纹等,其中各向异性对激光快速成型件服役性能影响很大. 大量的研究表明^[9-14],激光快速成型工件在沿着沉积方向上强度低,塑性高,具有明显的方向性.

本文利用金相显微镜和扫描电镜进行组织观察,利用拉伸机进行力学性能测试和断口分析,研

究了激光快速成型 TC4 合金沉积态在平行沉积方向和垂直沉积方向的组织 and 力学性能,为激光快速成型的深入研究提供实验依据.

1 实 验

实验使用的激光快速成型 TC4 合金采用无坩埚感应气体雾化法制备的合金粉末,粉末粒度为 45 ~ 160 μm . 成型前对粉末进行真空烘干处理,在 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h 以去除粉末中所吸附的水分. 采用等离子体发射光谱法(ICP-OES)测量化学元素,化学成分(质量分数,%)为: Al 5.97, V 3.90, Fe 0.04, Si 0.01, C 0.02,

N 0.01, H 0.003, O 0.06.

成型实验通过同轴送粉方法制备激光快速成型 TC4 试板, 试板尺寸为 170 mm × 170 mm × 35 mm, 打印基板材料是具有等轴 α 相的热轧 TC4 钛合金板材。

利用 ZEISS Axiover 200MAT 光学显微镜观察金相组织, 利用岛津 SSX-500 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察显微组织, 利用 AG-X250KN 拉伸试验机检测合金的室温拉伸力学性能, 利用日本理学 X 射线衍射仪对合金进行物相分析。

2 结果与讨论

2.1 激光快速成型 TC4 合金沉积态显微组织

2.1.1 熔覆层的层带形貌

图 1 为激光快速成型 TC4 合金沉积态的金相显微组织。可以看出, 显微组织呈明显的外延生长特性, 即平行于沉积方向呈粗大柱状晶, 在成型样品边缘的柱状晶生长方向与沉积方向夹角约 15° 。柱状晶尺寸为 $5 \sim 10 \mu\text{m}$, 长度跨越几个到十几个沉积层厚度。平行于沉积方向, 由左至右, 依次为沿沉积方向不规则的柱状晶和生长方向一致的粗大柱状晶。

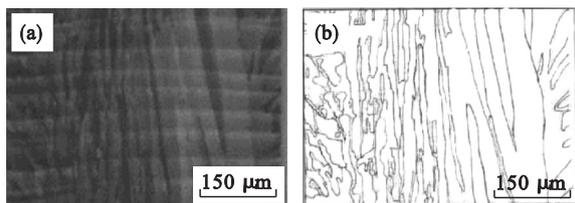


图 1 激光快速成型 TC4 合金沉积态金相显微组织

Fig. 1 Microstructure of as-deposited laser rapid prototyping TC4 alloy

(a) —层带结构; (b) — β 柱状晶。

柱状晶的产生主要是由于两方面原因: 第一, 由于沉积过程中较高的温度梯度, 同轴送粉成型过程中, 激光将输送到光斑处的粉末熔化形成熔池, 熔池中小熔体在基体的冷却作用下凝固, 形成材料沉积, 熔池底部的温度梯度最高, 绝大部分热量以热传导的方式通过基材沿垂直向下的方向散失; 第二, 由于移动熔池的固有强外延生长特性, 激光快速成型是一个非平衡快速凝固的过程, 基于激光熔池本身的传热特征, 熔池小熔体将在熔池底部同质材料上逆着热流方向外延生长。而在凝固过程中液态金属与固相基底始终保持接触, 在晶体长大过程中, 晶体凝固生长并排出溶质, 凝固前沿固-液界面溶质浓度升高, 产生小的成分

过冷区, 在固-液界面上偶然凸起, 进入过冷液体中长大, 但因过冷区窄, 凸出距离不大, 不产生侧向分枝, 发展不成枝晶, 从而形成胞状界面。随着凝固过程的进行, 胞晶单向凝固长大成为沿沉积高度方向的柱状晶。上述过程循环往复, 最终形成如图 1b 所示的沿沉积高度方向贯穿多个沉积层外延生长的粗大 β 柱状晶组织。

另外, 从图 1a 中还可以看到, 激光快速成型 TC4 合金白色明亮条带为重熔区组织, 在垂直沉积方向处呈明显的明暗相间的典型的层带状结构, 层带状结构使得各层熔覆层清晰可辨。其原因是: 在激光离开熔池后, 快冷形成新的沉积层, 熔池本身是以前一层沉积层为基底, 并会把前一层沉积层的顶部重新熔化, 熔池与未被熔化的上一沉积层重叠, 即重熔区。每一层的重熔均使激光快速成型快速冷却形成的初生针状 α 相发生粗化, 并且排列比较杂乱, 由于晶体取向不同, 所以出现明显的层带状结构。

2.1.2 沉积态典型显微组织

图 2 为激光快速成型沉积态高倍组织照片。由图 2 可见, 初生晶粒的组织为细小的 α 板条及一定体积分数的 β 相。激光快速成型过程冷却速度较快, 组织是在 β 相基体上分布的快速冷却形成并呈正交分布的片状或针状马氏体组织。

在激光快速成型过程中, 马氏体相在不同的区域有不同的形态, 同时它们的形成机制也有所不同。合金自 β 相区快速冷却, 共形成三种形态的马氏体相, 分别为①在 β 晶粒之间析出的 α' 相, 称为晶界 α'_{GB} 相; ②晶界 α 相外延生长析出相, 即二次 α'_{WGB} 相; ③ β 晶粒内部析出的针状 α' 相, 呈网篮状分布。

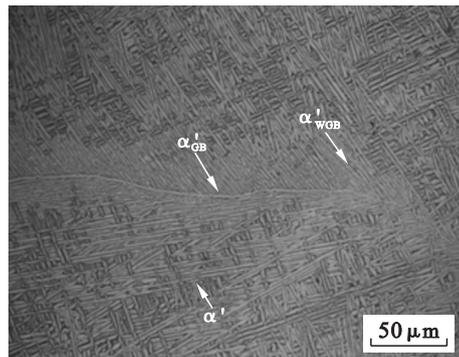


图 2 激光快速成型 TC4 合金微观组织

Fig. 2 Microstructure of as-deposited laser rapid prototyping TC4 alloy

在成型过程中, 由于较大的过冷度且 α' 相转变析出时间较短, 所以 α' 相在各个部分的析出并不均匀, α' 相会在较容易形核的地方形核, 如晶

界。 α' 相首先在 β/β 晶界形成,并在晶界上长大,形成连续的晶界 α'_{GB} 相。在快速冷却下,二次 α'_{WGB} 相在已经成形的 α'_{GB} 上外延生长。由于二次 α'_{WGB} 相是在初生 α'_{GB} 相外延生长,所以在 β 晶粒内部外延生长的二次 α'_{WGB} 相的数量与晶界 α' 相的数量有关。除此之外,二次 α'_{WGB} 相的数量也与转变温度有很大的关系。在较大的过冷度下,成型过程中可以产生更多的晶界 α'_{GB} 相的形核点,由此可以产生更多的二次 α'_{WGB} 相。

β 晶粒内部析出的网篮状分布的针状 α' 相(以下简称针状 α' 相)的生长机制与晶界 α'_{GB} 相和二次 α'_{WGB} 相比较相似。针状 α' 相的析出主要是由于较大的过冷度(强形核驱动力),针状 α' 相和二次 α' 相几乎是在同一时间形成。结合宏观显微组织的层带结构分析,针状 α' 相总是首先在每个沉积层的上部析出。这些针状 α' 相与接下来的下一个沉积层的 β 转变过程有关。在形核过程中 α' 相的析出顺序为晶界 α' 相,二次 α' 相, β 晶粒内部的针状 α' 相。

总体来看,激光快速成型沉积态合金组织具备魏氏组织特征,其显微组织中 β 晶粒边界完整清晰,晶界 α' 相连续,晶内 α' 相呈片状或板条状规则排列。常规下,冷却速度越快,得到的 α 片越窄。当冷却速度很高时,可得到针状马氏体 α' 相。

2.2 激光快速成型 TC4 合金沉积态拉伸力学性能

TC4 沉积态室温静载力学性能如表 1 所示。垂直沉积方向的试样屈服强度达到 775 MPa,抗拉强度为 868 MPa;而平行沉积方向的试样屈服强度达到 732 MPa,抗拉强度达到 820 MPa。

表 1 激光快速成型合金沉积态室温拉伸力学性能
Table 1 Tensile properties of as-deposited laser rapid prototyping TC4 alloy at room temperature

方向	$R_{p0.2}/\text{MPa}$	R_{pm}/MPa	$A/\%$	$Z/\%$
垂直沉积方向	775	868	10.8	35.6
平行沉积方向	732	820	13.5	45

注: $R_{p0.2}$ 为屈服强度, R_{pm} 为抗拉强度, A 为延伸率, Z 为断面收缩率。

激光快速成型沉积态的合金在垂直沉积方向上的强度比平行沉积方向的强度高,屈服强度和抗拉强度相差约 40 MPa;垂直沉积方向上的塑性比平行沉积方向的塑性低,延伸率低 20%,断面收缩率亦低 20%。说明激光快速成型态在拉伸力学性能方面具有各向异性的特点。

激光快速成型合金在力学性能上的各向异性可以通过组织的各向异性来解释。由于成型件中

的 β 晶粒沿沉积方向生长,成型件在垂直沉积方向上分布更多的晶界和晶界 α' 相。不同形态的初始 β 晶粒可能会产生不同数量的晶界 α' 相,在拉伸力学性能测试过程中应力作用于这些分布在垂直沉积方向的晶界 α' 相上。作用在垂直于材料沉积方向的应力会使相邻的 β 晶粒分开。因此,试样在垂直沉积方向上的延伸率较低,主要是由于连续的晶界 α' 相和初始 β 晶粒的择优取向。另外,激光快速成型合金的断裂很容易发生在晶界 α' 相处,这也是其塑性下降的原因。

2.3 激光快速成型沉积态断口观察

图 3 为沉积态 TC4 合金断口扫描照片,可见断口为韧窝状;断口形貌呈现出混合特点,均存在较浅的韧窝和韧性断裂形成的碎片,合金的断裂方式为韧窝聚集性的延性断裂。垂直沉积方向的断口韧窝尺寸比平行沉积方向的尺寸小得多,也更浅,断口起伏程度也有较大不同。而且,垂直方向的断口形貌由尺寸并不均匀的韧窝组成,韧窝尺寸差别较大,其较小尺寸韧窝呈现等轴态;平行方向的断口韧窝尺寸变化不大,比较均匀地分布于整个平面内,有一些韧窝呈现椭圆形状,这是被拉长的结果。断口形貌特征说明激光快速成型合金具有明显的各向异性。

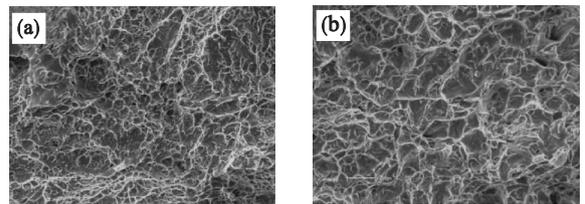


图 3 激光快速成型 TC4 合金沉积态室温拉伸断口
Fig. 3 Fracture surfaces of as-deposited laser rapid prototyping TC4

(a)—垂直沉积方向;(b)—平行沉积方向。

图 4 为断口扫描照片,由图 4a 和 4b 能够看到,在断口上分布着不同尺寸的孔洞,孔洞尺寸 3~30 μm 。在较大的孔洞中可以清晰地看到滑移线,滑移线存在于孔洞较深的位置,如图 4c 所示。这些孔洞形成的主要原因如下:

1)激光快速成型合金在成型过程中由送粉装置将粉末喷到激光光斑处,钛合金粉末熔化凝固形成沉积层。在成型过程中由于送粉装置在某些送粉量不稳定时喷出的粉末量较大,且激光光斑移动速度较快,不能将喷至光斑处的粉末全部熔化,当已熔化的粉末完全凝固后,未熔化的粉末便被包含在凝固的合金中。当尺寸较大的粉末未融化时,粉末与已融化凝固的金属之间存在一定

间隙,当间隙存在时此处的应力较为集中,当拉伸应力施加在间隙处时,容易产生微裂纹,在拉伸

应力增大时,微裂纹扩展,进而形成断裂,断裂后未熔化的粉末脱落形成断口孔洞。

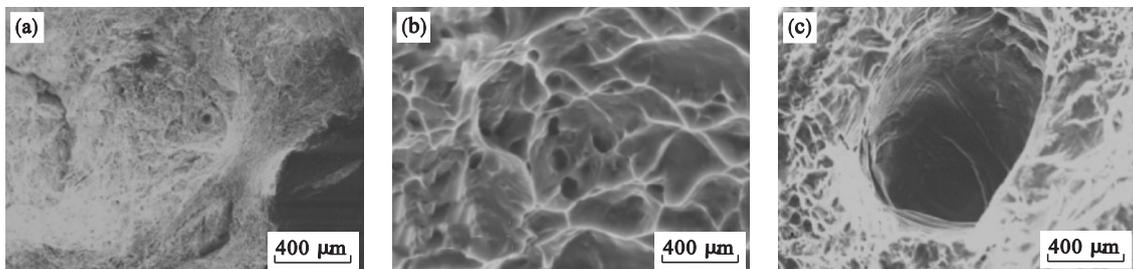


图 4 断口缺陷

Fig. 4 Defects on fracture surfaces

(a)—粉末脱落; (b)—气体析出; (c)—滑移线。

2) 当金属中存在空心粉末时,在成型过程中粉末熔化凝固后便会形成一定尺寸的微小空隙,在进行室温拉伸时,这些微小空隙相当于合金中的微裂纹,拉伸应力施加在这些微小裂纹上时,微裂纹受力扩展,最后发生断裂。因此合金在此处容易断裂,且在拉伸断口处易形成孔洞。

3) 在成型之前粉末真空度较低时,合金粉末掺杂大量气体。在成型时,由于粉末熔化凝固且激光移动速度很快,金属粉末中夹杂的气体未来得及逸出合金就已凝固成型,因此成型后的合金会有少量的气体孔洞,形成合金间隙。在进行拉伸试验时,这些微小的间隙相当于合金中的微裂纹,受力时裂纹扩展断裂。在断口上表现为断口孔洞。

此外,如图 4c 所示,在尺寸较大的断口孔洞中能够看到明显的滑移线。这些尺寸较大的孔洞多为在激光快速成型沉积过程中,由于金属粉末中含有气体导致拉伸断裂之后断口上露出的孔洞。通常情况下,金属晶体在切应力作用下产生滑移时,在晶体表面形成显微台阶。这是由于在拉伸过程中,金属发生塑性变形,并在有较大孔洞处发生断裂。由于孔洞尺寸较大,孔洞壁的面积较大,金属塑性变形产生在面积较大的洞壁处形成显微台阶,在扫描电镜下呈现为滑移线或滑移带。

3 结 论

1) 激光快速成型 TC4 合金沉积态宏观组织具备两个明显的特点:一是沿沉积方向生长的粗大的 β 柱状晶,二是明暗相间的条带状结构。高倍显微组织表明,沉积态合金组织具备典型的魏氏组织特征, β 晶粒边界完整清晰,存在连续晶界的 α' 相。晶粒内部是快速冷却形成的正交分布的片状或针状马氏体组织。

2) 激光快速成型沉积态的合金在垂直沉积方向上的强度比平行沉积方向的强度高,屈服强度和抗拉强度相差约 40 MPa。垂直沉积方向的塑性比平行沉积方向的塑性低,延伸率和断面收缩率均低 20%。

3) 激光快速成型合金断口为韧窝状断口,垂直沉积方向的断口韧窝尺寸比平行沉积方向的尺寸小。

参考文献:

- [1] 王华明,张凌云,李安,等. 金属材料快速凝固激光加工与成型[J]. 北京航空航天大学学报, 2004, 30(10): 962-967.
(Wang Hua-ming, Zhang Ling-yun, Li An, et al. Rapid solidification laser processing and forming of advanced aeronautical metallic materials [J]. *Journal of Beijing University of Aeronautics and Astronautics*, 2004, 30(10): 962-967.)
- [2] Song J L, Li Y T, Deng Q L, et al. Rapid prototyping manufacturing of silica sand patterns based on selective laser sintering [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2007, 187/188: 614-618.
- [3] Hollander D A, von Walter M, Wirtz T, et al. Structural, mechanical and in vitro characterization of individually structured Ti-6Al-4V produced by direct laser forming [J]. *Biomaterials*, 2006, 27(7): 955-963.
- [4] Kinemuchi Y, Mikami M, Terasaki I, et al. Rapid synthesis of thermoelectric compounds by laser melting [J]. *Materials & Design*, 2016, 106: 30-36.
- [5] Miranda R M, Lopes G, Quintino L, et al. Rapid prototyping with high power fiber lasers [J]. *Materials & Design*, 2008, 29(10): 2072-2075.
- [6] 尚晓峰,韩冬雪,于福鑫. 金属粉末激光快速成型技术及发展现状[J]. 机电产品开发与创新, 2010, 23(5): 14-16.
(Shang Xiao-feng, Han Dong-xue, Yu Fu-xin. Metal powder laser shaping technology and development status [J]. *Development & Innovation of Machinery & Electrical Products*, 2010, 23(5): 14-16.)
- [7] 黄秋实,李良琦,高彬彬. 国外金属零部件增材制造技术发展概述[J]. 国防制造技术, 2012(5): 28-31.
(Huang Qiu-shi, Li Liang-qi, Gao Bin-bin. Overview of

- foreign metal parts manufacturing technology development [J]. *Defense Manufacturing Technology*, 2012 (5): 28–31.)
- [8] 杨永强, 王迪, 吴伟辉. 金属零件选区激光熔化直接成型技术研究进展[J]. 中国激光, 2011, 38(6): 54–64.
(Yang Yong-qiang, Wang Di, Wu Wei-hui. Research progress of direct manufacturing of metal parts by selective laser melting[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2011, 38(6): 54–64.)
- [9] 柳建, 雷争军, 顾海清, 等. 3D 打印行业国内发展现状[J]. 制造技术与机床, 2015(3): 17–21, 25.
(Liu Jian, Lei Zheng-jun, Gu Hai-qing, et al. Domestic developing status of 3D printing in China[J]. *Manufacturing Technology & Machine Tool*, 2015(3): 17–21, 25.)
- [10] Qiu C, Ravi G A, Dance C, et al. Fabrication of large Ti-6Al-4V structures by direct laser deposition[J]. *Journal of Alloys & Compounds*, 2015, 629: 351–361.
- [11] Liu C M, Tian X J, Tang H B, et al. Microstructural characterization of laser melting deposited Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe near β titanium alloy [J]. *Journal of Alloys & Compounds*, 2013, 572: 17–24.
- [12] Carroll B E, Palmer T A, Beese A M. Anisotropic tensile behavior of Ti-6Al-4V components fabricated with directed energy deposition additive manufacturing [J]. *Acta Materialia*, 2015, 87: 309–320.
- [13] Zhu Y, Tian X, Li J, et al. The anisotropy of laser melting deposition additive manufacturing Ti-6. 5Al-3. 5Mo-1. 5Zr-0. 3Si titanium alloy[J]. *Materials & Design*, 2015, 67: 538–542.
- [14] Antonysamy A A, Meyer J, Prangnell P B. Effect of build geometry on the β -grain structure and texture in additive manufacture of Ti-6Al-4V by selective electron beam melting [J]. *Materials Characterization*, 2013, 84: 153–168.

(上接第 1131 页)

3) 随着基板上 $\{113\}\langle 110\rangle$ 与 $\{111\}\langle 110\rangle$ 体积分数比值的增加, δ 相中更容易产生非基面织构, 而非基面织构的产生更有利于镀层的塑性, 对合金化镀层的抗粉化性能有利。

参考文献:

- [1] Chakraborty A, Mondal A, Agnihotri S, et al. Investigation of a surface defect and its elimination in automotive grade galvanized steels [J]. *Engineering Failure Analysis*, 2016, 66: 455–467.
- [2] 邓永刚, 邸洪双, 胡美源, 等. 基于三点弯曲试验研究合金化镀层剥落机制[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2016, 37(1): 49–53.
(Deng Yong-gang, Di Hong-shuang, Hu Mei-yuan, et al. Exfoliation mechanism of galvanized coating by three point bend test [J]. *Journal of Northeastern University (Natural Science)*, 2016, 37(1): 49–53.)
- [3] Chakraborty A, Bhattacharjee D, Pais R, et al. Effect of galvanizing power on the texture and powdering resistance of industrially produced galvanized coating on interstitial free steel [J]. *Scripta Materialia*, 2007, 57(8): 715–718.
- [4] Bandyopadhyay N, Jha G, Singh A K, et al. Corrosion behaviour of galvanized steel sheet [J]. *Surface Coatings Technology*, 2006, 200 (14/15): 4312–4319.
- [5] 孙方义, 陈园林, 冯冠文. 合金化热镀锌汽车外板冲压脱锌分析及改进 [J]. 武钢工程职业技术学院学报, 2016, 28(1): 32–34.
(Sun Fang-yi, Chen Yuan-lin, Feng Guan-wen. Analysis and improvement of stamping dezincification for galvanized automobile external plate [J]. *Journal of Wuhan Engineering Institute*, 2016, 28(1): 32–34.)
- [6] Feliu S Jr, Pérez-Revenga M L. Correlation between the surface chemistry of annealed IF steels and the growth of a galvanneal coating [J]. *Acta Materialia*, 2005, 53 (9): 2857–2866.
- [7] Chakraborty A, Ray R K. Effect of substrate texture on the formation of ζ phase in the overlying galvanized coatings in industrially produced interstitial free steels [J]. *Scripta Materialia*, 2007, 56(8): 653–656.
- [8] Shaffer S J, Moris J W, Wenk H R. Zinc based steel coating system: metallurgy and performance [C]// Proceedings of the International Symposium, TMS Conference. Ann Arbor, 1990: 129.
- [9] Cheng F L, Aichbhaumik D. The effect of hot-dipped galvanized coating on the edge and plane strain formabilities of high strength steels [J]. *Journal of Applied Metalworking*, 1986, 4(2): 176–182.