

激光重熔对激光粉末床熔合制备Ti-6Al-4V合金 热稳定性的影响机制研究^①

詹宇星, 杨 扬

(中南大学材料科学与工程学院, 湖南长沙 410083)

摘要: 研究了激光重熔(LR)对激光粉末床熔合(LPBF)制备Ti-6Al-4V合金的组织性能和热稳定性的影响。结果表明,LR处理后,LRed-Ti-6Al-4V钛合金样品内 α' 相热稳定性显著提升, β -Ti相出现的温度点由500℃升至700℃。热处理后,LPBF-Ti-6Al-4V钛合金内晶粒持续生长,700℃以上出现明显的“短棒状”和“粗层片状”特征;而LRed-Ti-6Al-4V样品表层熔化区内晶粒仍维持等轴特征,700℃以上的熔化区和热影响区内呈现较为均匀细小的针状组织。两组样品的表面显微硬度值随温度升高而不断降低,并且分别在700℃和850℃显著下降, β -Ti晶粒的迅速粗化是引起硬度下降的主要原因。

关键词: 增材制造; 3D打印; 激光粉末床熔合; 激光重熔; Ti-6Al-4V; 退火热处理; 热稳定性

中图分类号: TG156

文献标识码: A

doi: 10.3969/j.issn.0253-6099.2024.03.029

文章编号: 0253-6099(2024)03-0135-05

Effect of Laser Remelting on Thermal Stability of Ti-6Al-4V Alloy Prepared by Laser Powder Bed Fusion

ZHAN Yuxing, YANG Yang

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, Hunan, China)

Abstract: The effect of laser remelting (LR) on the microstructure property and thermal stability of Ti-6Al-4V alloy prepared by laser powder bed fusion (LPBF) was investigated. The results show that after LR treatment, the thermal stability of the α' phase within the LRed-Ti-6Al-4V titanium alloy samples is significantly improved, and the temperature at which β -Ti phase appears is up from 500 °C to 700 °C. After heat treatment, the grains in LPBF-Ti-6Al-4V titanium alloy grow continuously, and obviously appear to be “short bar-like” and “coarse lamellar” at the temperature above 700 °C; while the grains in the melting zone of the surface layer of the LRed-Ti-6Al-4V sample are still maintain equiaxial, and the relatively uniform and fine needle-like microstructure are observed in the melting zone and heat affected zone above 700 °C. The surface microhardness of those two groups of samples decreases with the increased temperature, especially significant at 700 °C and 850 °C respectively. It is found that the rapid coarsening of β -Ti grains is the main reason for the falling down of hardness.

Key words: additive manufacturing; 3D printing; laser powder bed fusion (LPBF); laser remelting (LR); Ti-6Al-4V; annealing heat treatment; thermal stability

Ti-6Al-4V合金具有比强度高、延展性和耐腐蚀性优良等特性,广泛应用于航空航天和海洋船舶等领域。采用传统加工工艺制备Ti-6Al-4V合金,能耗高、材料损耗大^[1-3];目前采用增材制造技术制备Ti-6Al-4V合金已经成为研究热点。激光粉末床熔合(LPBF)是一

种典型的增材制造工艺,该技术采用高能激光束对金属粉末进行照射扫描,使其熔化后快速凝固,采用“逐层叠加”的方式进行成型制备^[4],结合计算机编程技术可以实现精准高效的生产制造^[5-6],完成复杂零件的快速批量成型^[7]。但由于LPBF过程中存在极大的冷

① 收稿日期: 2023-11-21

基金项目: 国家自然科学基金(51871243, 51574290)

作者简介: 詹宇星(2001—),女,湖南长沙人,硕士研究生,主要研究方向为增材制造钛合金。E-mail:xyzax13333@163.com

通信作者: 杨 扬(1963—),男,湖南常德人,博士,教授,主要研究方向为材料动态行为。E-mail:yangyanggroup@163.com

速($>10^4$ K/s),会导致部件内部存在明显的组织结构问题^[8],使其在高温环境下呈现不稳定的综合性能。本文采用激光重熔(LR)技术作为 LPBF-Ti-6Al-4V 打印样的辅助后处理工艺^[9-12],探讨激光重熔处理对增材制造钛合金热稳定性的作用机制。

1 实验

LPBF 过程使用无锡飞而康公司生产的 Ti-6Al-4V 粉末作为原料。Ti-6Al-4V 粉末呈球状,颗粒中值尺寸为 33.0 μm 。

LPBF 制备过程在恒定气压的高纯度氩气保护下进行,采用往复平行旋转扫描策略,激光束的扫描方向每次旋转 67° 。设定激光功率(P)为 225 W,粉末层厚度(t)为 30 μm ,扫描速率(v_s)为 1 000 mm/s,扫描间距(h)为 0.12 mm,焦距为 2 mm。样品制备完成后,在 2 h 内将基材缓慢冷却至室温。所得样品命名为 LPBF-Ti-6Al-4V。相应的能量密度由式(1)计算^[13],得到 LPBF 过程中单位体积能量密度(VEDE)为 62.5 J/mm^3 。

$$VED = \frac{P}{v_s t h} \quad (1)$$

LR 过程采用往复 S 形扫描策略,选用氩气为保护气氛。设定激光功率(P)为 1 kW,扫描速率(v)为 20 mm/s,光斑直径(ξ)为 4 mm,搭接率为 50%。所得样品命名为 LRed-Ti-6Al-4V。由式(2)^[14]计算得到 LR 实验中能量密度(E)为 12.5 J/mm^3 。

$$E = \frac{P}{v \xi} \quad (2)$$

对 2 组样品进行保温 2 h 的退火热处理,设置退火温度分别为 500, 600, 700 及 850 $^\circ\text{C}$,然后炉冷至室温。对热处理前后所有样品进行 XRD 测试,选用 Cu-K α 进行扫描,扫描速度为 $8^\circ/\text{min}$ 。使用 Jade 软件对 X 射线衍射所得数据进行物相定性分析。各试样在经过研磨抛光后,使用 Kroll 试剂作为腐蚀液,腐蚀 55 s,对样品进行金相组织观察。使用 HV-1000Z 型数字显微维氏硬度计测量硬度,设定外加载荷为 0.2 kg (1.96 N)、加载时间为 15 s,每次打 6 个点,计算硬度平均值。测量热处理前后 LPBF-Ti-6Al-4V 样品的表面硬度和 LRed-Ti-6Al-4V 样品的表层显微硬度。

2 实验结果

2.1 物相成分分析

图 1 为 LPBF-Ti-6Al-4V 和 LRed-Ti-6Al-4V 样品热处理前的 XRD 图像。由图 1 可知,2 组样品的 X 射线衍

射图谱都以 α (α') 相为主,均没有出现明显的 β 峰。由 Bragg 定律计算可以得出,LPBF-Ti-6Al-4V 样品的晶格参数 a 和 c 分别为 $(0.292\ 803\ 3 \pm 0.000\ 12) \text{ nm}$ 和 $(0.466\ 507\ 3 \pm 0.000\ 21) \text{ nm}$,LRed-Ti-6Al-4V 样品的晶格参数 a 和 c 分别为 $(0.294\ 318\ 6 \pm 0.000\ 15) \text{ nm}$ 和 $(0.469\ 857\ 3 \pm 0.000\ 20) \text{ nm}$ 。将计算结果与 PDF 卡片 (No44-1294) 中 α (α') 相的晶格参数 ($a = 0.292 \text{ nm}$, $c = 0.463 \text{ nm}$) 对比,晶格参数基本保持一致,可以认为这 2 组样品中都是 α (α') 相。由于 LPBF 和 LR 过程都伴随着快速升温熔化-急速冷却凝固特征, β -Ti 主要发生非扩散型相变转变为 α' 相^[15-16],因此认为 2 组样品的物相成分都是 α' -Ti。

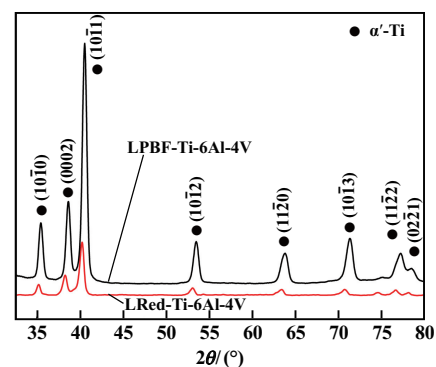
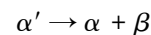


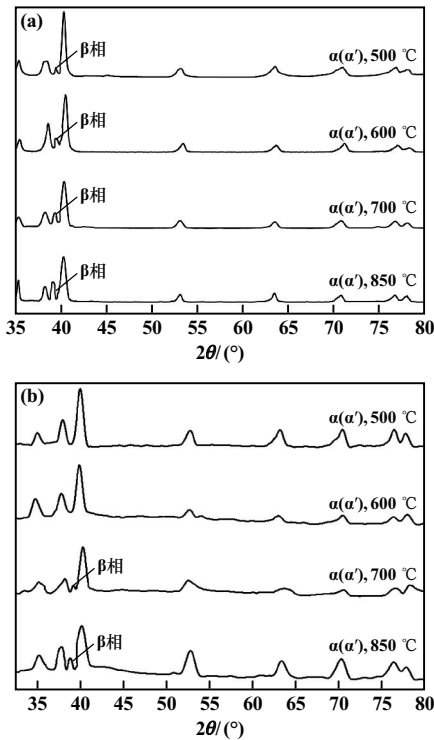
图 1 样品热处理前 XRD 图像

图 2 是 2 组样品经过退火热处理后的 XRD 图像,对应的样品内 β 相、 α (α') 相衍射峰强度见表 1。由图 2 可以看出,所有样品衍射图像中主要的 α (α') 相衍射峰所在位置并未发生太大变化。已知在 500 $^\circ\text{C}$ 以上,增材制造过程产生的亚稳相 α' 马氏体会发生分解^[17]:



结合 α - β 双相转变知识可知, α 相转变为 β 相的温度点大概在 950 $^\circ\text{C}$ 左右^[18],而本次实验设定的温度范围为 500~850 $^\circ\text{C}$,并未到达 α - β 相变的温度点。因此认为本次退火热处理实验中主要发生 α' 相的分解反应,新产生的 β 相对应 XRD 图谱上出现的 β 峰。综合分析微观组织形貌和 XRD 图谱,LPBF-Ti-6Al-4V 样品经过 500 $^\circ\text{C}$ 保温处理后出现 β -Ti 相,而 LRed-Ti-6Al-4V 钛合金样品在 700 $^\circ\text{C}$ 时才开始出现 β -Ti 相;同时由表 1 可以看到,以 (10 $\bar{1}$ 1) 衍射峰作为标准,相同温度下 LPBF-Ti-6Al-4V 样品 β 相的相对峰高均明显高于 LRed-Ti-6Al-4V 样品,说明 LPBF-Ti-6Al-4V 样品发生 α' 分解所需要的温度更低,且在相同温度下 α' 相分解的程度更大。即在无氧受热环境下,LRed-Ti-6Al-4V 合金能更好地保留原有的 α' 相成分,说明 LRed-Ti-6Al-4V 样品内 α' 相的

热稳定性更高。



(a) LPBF-Ti-6Al-4V 样品; (b) LRed-Ti-6Al-4V 样品
图2 2组样品不同温度下热处理后的XRD图像

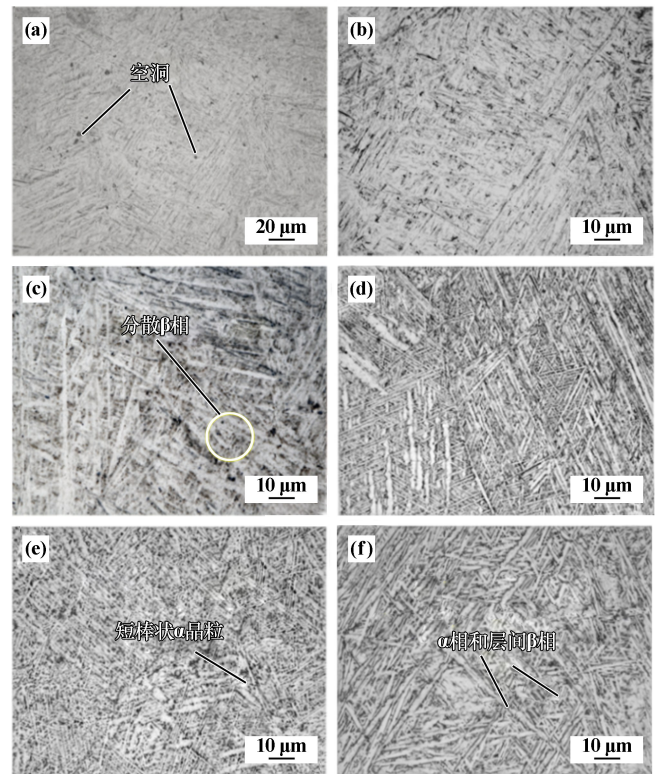
表1 2组样品内β相、α(α')相衍射峰强度

样品名称	退火温度/°C	β相峰强度	α(α')相峰强度
LPBF-Ti-6Al-4V	500 °C	251	1 154
	600 °C	739	1 591
	700 °C	864	1 766
	850 °C	418	646
LRed-Ti-6Al-4V	500 °C	—	—
	600 °C	—	—
	700 °C	105	1 249
	850 °C	291	1 460

2.2 金相组织观察

图3为热处理前后LPBF-Ti-6Al-4V合金的金相组织。从图3(a)~(b)可以看出,LPBF-Ti-6Al-4V样品内呈现明显的α'柱状晶特征,归因为LPBF过程具有极大的冷却速率($>10^4$ K/s),导致β相来不及转变为α相,而是通过非扩散相变的方式转变为α'相马氏体^[19]。LPBF-Ti-6Al-4V样品内部出现明显的不规则孔隙,推测是熔合成型过程中激光束的移动速度很快,导致每层合金粉末未能发生完全熔合;同时LPBF-Ti-6Al-4V样品内存在一定的孔洞缺陷,这是由于LPBF过程中激光扫描速率较大,在光束聚焦下粉末熔化产生大量金属蒸气,熔池内极大的冷却速率会造成蒸气挥发性的减弱,致使其无法在成型前扩散排出,在试样内部

以气泡孔洞形式存在^[20]。从图3(c)~(f)可以看出,经过退火热处理后,样品内晶粒不断长大。在较低退火温度下(500 °C, 600 °C),合金内部马氏体逐渐粗化,纵横比不断减小,且出现弥散分布的细小β相晶粒;退火温度达到700 °C时,部分位置的α(α')相板条马氏体被其他板条α相或新长大的β相晶粒截断分割,进而呈现“短棒状”特征;退火温度达到850 °C时,LPBF-Ti-6Al-4V样品内呈现大尺寸层片状α相和层间β相交织排布的特征。由于LPBF过程具有高冷却速率特征,LPBF-Ti-6Al-4V样品组织结构具有显著各向异性,经过退火热处理后样品各向异性特征更明显,原始β晶界处的α'马氏体大多以相互平行、相近取向的生长方式形成集束生长的粗大板条组织,这种强择优取向组织会对样品整体性能造成不利影响。

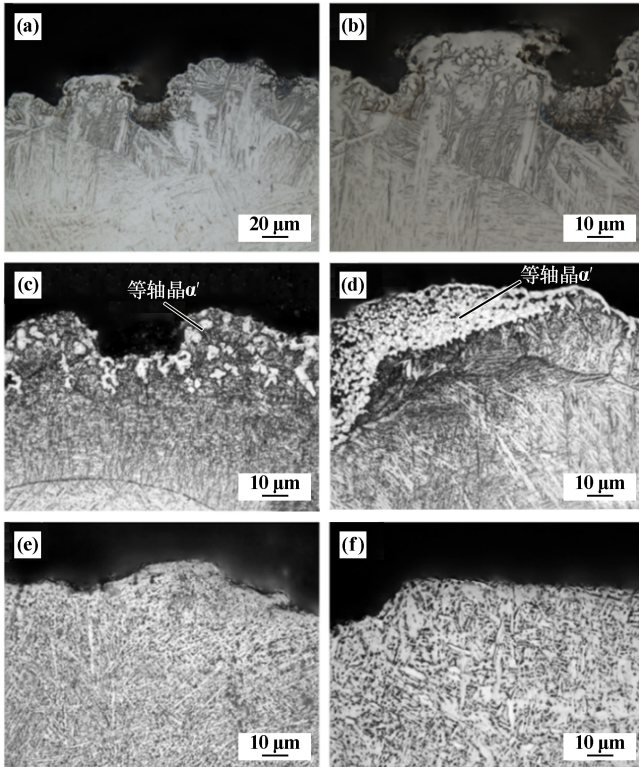


(a), (b) 热处理前; (c) 500 °C 热处理后; (d) 600 °C 热处理后; (e) 700 °C 热处理后; (f) 850 °C 热处理后

图3 LPBF-Ti-6Al-4V合金热处理前后显微组织形貌

图4为LRed-Ti-6Al-4V样品热处理前后的金相组织。如图4(a)~(b)所示,LRed-Ti-6Al-4V合金表层约150 μm深度范围内晶粒组织发生改变,并且出现组织分层。重熔层组织由熔化区的等轴晶粒(约60~70 μm)以及热影响区的精细针状晶粒(约80~90 μm)构成。较LPBF-Ti-6Al-4V样品,LRed-Ti-6Al-4V样品表层组织中孔洞间隙问题得到明显改善,说明激光重熔形成

的新熔池能够更好地填补原有的成型缺陷,能有效提升样品表层组织的致密度、优化合金表层成型质量。较低退火温度下(500 °C, 600 °C), LRed-Ti-6Al-4V 样品表层等轴晶粒趋于向针状形态转变,在晶粒尺寸上仍保持原有水平,并未发生显著粗化,稍深处的马氏体晶粒呈现高纵横比的针状特征;热处理温度 700 °C 以上时, LRed-Ti-6Al-4V 样品表层的等轴晶粒完全转化为纵横比更大的针状晶粒,重熔层呈现均匀且较为精细的针状晶粒组织,并以针状形态持续生长。



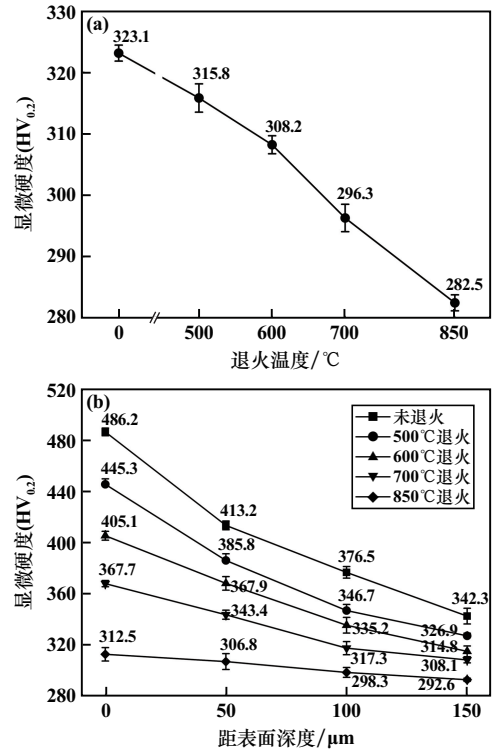
(a), (b) 热处理前; (c) 500 °C 热处理后; (d) 600 °C 热处理后;
(e) 700 °C 热处理后; (f) 850 °C 热处理后

图4 LRed-Ti-6Al-4V 合金热处理前后显微组织形貌

2.3 硬度测试结果

采用维氏硬度计对热处理前后打印样品进行硬度测定,退火热处理前后 LPBF-Ti-6Al-4V 样品的显微硬度如图 5(a) 所示。随着退火温度升高, LPBF-Ti-6Al-4V 合金显微硬度呈现持续降低趋势。退火前样品显微硬度为 323.1HV_{0.2}, 当退火温度升至 850 °C 时, 表面显微硬度降至 282.5HV_{0.2}。

退火热处理前后 LRed-Ti-6Al-4V 样品的显微硬度如图 5(b) 所示。激光重熔后钛合金的显微硬度变化趋势与重熔处理前保持一致。且在相同处理条件下, LRed-Ti-6Al-4V 样品表层 0~150 μm 内的显微硬度均高于 LPBF-Ti-6Al-4V 样品。



(a) LPBF-Ti-6Al-4V 样品; (b) LRed-Ti-6Al-4V 样品

图5 样品不同温度热处理前后表面显微硬度

LRed-Ti-6Al-4V 样品表层 150 μm 深度范围内的硬度均高于 LPBF-Ti-6Al-4V 样品, 证明激光重熔对钛合金硬度的作用深度在 150 μm 范围内。对比 2 组样品热处理前后的表面硬度降幅, LPBF-Ti-6Al-4V 样品经 700 °C 退火处理后的表面显微硬度降幅 (3.9%) 显著高于 500 °C 以及 600 °C 退火后降幅 (2.3%, 2.4%), 而 LRed-Ti-6Al-4V 样品经 500 °C, 600 °C 以及 700 °C 退火处理后的表面显微硬度降幅都较为接近 (8.4%, 9.0% 和 9.2%), 850 °C 时硬度降幅达到 15.0%。即 2 组钛合金样品在退火过程中会出现表面显微硬度下降的明显转折点分别为 700 °C 和 850 °C。

结合 LPBF-Ti-6Al-4V 和 LRed-Ti-6Al-4V 合金样品热处理后的物相组分和组织结构变化, 对不同温度下样品的显微硬度变化曲线进行分析。由于重熔后样品表层组织发生顶部晶粒的等轴化和整体结构的精细化, 且有效改善了表层粉末熔合不足和熔池内气体逸出造成的孔洞缺陷, LRed-Ti-6Al-4V 样品表层硬度较 LPBF-Ti-6Al-4V 样品显著提升。

LPBF-Ti-6Al-4V 样品经 500 °C 退火处理即发生 α' 相的分解, 随着温度不断升高, β 相含量进一步提升。由于 β 相强度低于 α 相^[21], LPBF-Ti-6Al-4V 样品表面硬度的下降是 α' 相分解和晶粒生长共同作用的结果。退火温度 700 °C 以上时, LPBF-Ti-6Al-4V 样品出

现表面显微硬度的显著下降。双相钛合金内的 β -Ti 晶粒在 $(700 \pm 5)^\circ\text{C}$ 保温处理条件下生长速度明显加快^[22],即在 700°C 以上退火会产生显著粗化的 β -Ti 晶粒,进而引起 Ti-6Al-4V 钛合金样品显微硬度发生较大程度的降低。而 LRed-Ti-6Al-4V 样品在较低温度($500, 600^\circ\text{C}$) 下均能维持较为细小的 $\alpha(\alpha')$ 相晶粒组织,这一阶段样品显微硬度的降低主要是由熔化区内等轴晶粒的形态转变以及重熔层晶粒尺寸的增大引起的;退火温度 700°C 以上时,LRed-Ti-6Al-4V 样品内才开始产生 β 相晶粒,且重熔层晶粒组织仍维持在较为精细的尺寸范围,因此经 700°C 退火处理并不会引起 LRed-Ti-6Al-4V 样品表面显微硬度值的大幅下降。

3 结 论

1) 激光粉末床熔合和激光重熔过程都伴随有高温梯度和高冷却速率, β 相来不及向 α 相转变,而是通过非扩散型相变转变为 α' 马氏体。激光重熔处理后,Ti-6Al-4V 合金表层晶粒发生显著细化,并且有效填补了表层内的孔洞间隙,大幅提升了样品的显微硬度。

2) 对比 2 组样品热处理前后的组织结构变化,LRed-Ti-6Al-4V 样品内分解产生 β 相的温度点更高,且晶粒尺寸相对更为稳定;而 LPBF-Ti-6Al-4V 样品在 500°C 下即出现 β 相衍射峰,且加热后呈现明显的晶粒粗大和截断现象,证实激光重熔处理能有效提升 LPBF-Ti-6Al-4V 样品物相成分和晶粒尺寸的热稳定性。

3) 2 组样品的表面显微硬度值均随温度升高呈现不同程度的降低趋势,并且都存在明显下降的转折温度点,激光重熔前后钛合金的转折温度点分别为 700°C 和 850°C 。 β 相的生长以及整体晶粒的粗化是造成硬度变化的原因。

参考文献:

[1] ZHU Y, ZOU J, YANG H Y. Wear performance of metal parts fabricated by selective laser melting: a literature review [J]. Journal of Zhejiang University-SCIENCE A, 2018,19(2):95-110.

[2] 原黎明,欧阳文泰,秦秀,等. 激光冲击强化与热处理复合工艺对 Ti6Al4V 钛合金表面性能的影响[J]. 应用激光, 2023,43(9):114-122.

[3] Banerjee D, Williams J C. Perspectives on Titanium Science and Technology[J]. Acta Materialia, 2013,61(3):844-879.

[4] GONG G, YE J, CHI Y, et al. Research status of laser additive manufacturing for metal;a review [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2021,15:855-884.

[5] 杨胶溪,吴文亮,王长亮,等. 激光选区熔化技术在航空航天领域的发展现状及典型应用[J]. 航空材料学报, 2021(2):1-15.

[6] GUO Y, FANG Y, DAI G, et al. The effect of hydrogen treatment on microstructures evolution and mechanical properties of titanium alloy fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2022,890:161642.

[7] WANG P, LAO C S, CHEN Z W, et al. Microstructure and mechanical properties of Al-12Si and Al-3.5Cu-1.5Mg-1Si bimetal fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Materials Science and Technology, 2020,36:18-26.

[8] 周鑫. 激光选区熔化微尺度熔池特性与凝固微观组织[D]. 北京:清华大学, 2016.

[9] YU Z, ZHENG Y, CHEN J, et al. Effect of laser remelting processing on microstructure and mechanical properties of 17-4 PH stainless steel during laser direct metal deposition[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2020,284:116738.

[10] Palmieri F L, Wohl C J. Topographical modification of polymers and metals by laser ablation to create superhydrophobic surfaces [M]// Mittal K L, LEI Wei-Sheng. Laser Technology: Applications in Adhesion and Related Areas. 2018:1-68.

[11] WEI K, LV M, ZENG X, et al. Effect of laser remelting on deposition quality, residual stress, microstructure, and mechanical property of selective laser melting processed Ti-5Al-2.5Sn alloy[J]. Materials Characterization, 2019,150:67-77.

[12] XI W, SONG B, WANG Z, et al. Effect of laser re-melting on geometry and mechanical properties of YCF102 cladding layer[J]. Surface and Coatings Technology, 2021,408:126789.

[13] 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.

[14] Coelho J P, Abreu M A, Pires M C. High-speed laser welding of plastic films[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2000,34(4):385-395.

[15] FANG M, HU F, HAN Y, et al. Controllable mechanical anisotropy of selective laser melted Ti6Al4V: A new perspective into the effect of grain orientations and primary grain structure[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021,827:142031.

[16] ZHENG Z, JIN X, BAI Y, et al. Microstructure and anisotropic mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V alloy under different scanning strategies[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022,831:142236.

[17] XU W, Brandt M, SUN S J, et al. Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition[J]. Acta Materialia, 2015,85:74-84.

[18] Cerri E, Spigarelli S, Cabibbo M, et al. Static and dynamic precipitation phenomena in laser powder bed-fused Ti6Al4V alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023,880:145315.

[19] WANG J, ZHU R, LIU Y, et al. Understanding melt pool characteristics in laser powder bed fusion: An overview of single- and multi-track melt pools for process optimization[J]. Advanced Powder Materials, 2023,2(4):100137.

[20] WEI K, GAO M, WANG Z, et al. Effect of energy input on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted AZ91D magnesium alloy [J]. Materials Science and Engineering: A, 2014,611:212-222.

[21] LIN Z, SONG K, YU X. A review on wire and arc additive manufacturing of titanium alloy [J]. Journal of Manufacturing Processes, 2021,70:24-45.

[22] Murgau C C. Microstructure model for Ti-6Al-4V used in simulation of additive manufacturing[J]. Mater Sci Eng, 2016,20(5):055006.

引用本文: 詹宇星,杨 扬. 激光重熔对激光粉末床熔合制备 Ti-6Al-4V 合金热稳定性的影响机制研究[J]. 矿冶工程, 2024,44(3):135-139.