

β 热处理对 SEBM Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料 显微组织和力学性能的影响

樊永霞, 张学哲, 贾亮

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用电子束选区熔化(SEBM)技术制备 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料, 研究 β 热处理(1100 °C/2 h/FC)对其显微组织与力学性能的影响。结果表明, 经 β 热处理后, Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的显微组织由原始 β 柱状晶转变为等轴晶, 针状马氏体 α' 相以及 $\alpha + \beta$ 细片层组织转变为相互平行的 $\alpha + \beta$ 粗片层组织, 且 α 片层平均厚度由 0.8 μm 增加至 7.4 μm 。此外, Ti-6Al-4V Diamond 压缩应变增加, 最大可达 13.1%, 但强度降低; 热处理对点阵材料的模量影响较小。点阵材料的结构与材料具有独立性, 热处理不会改变 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料强度、模量与相对密度的指数关系。

关键词: 电子束选区熔化; Ti-6Al-4V 合金; Diamond 点阵材料; β 热处理

中图分类号: TG166.5; TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2022)03-017-05

Microstructure and Mechanical Properties of β Heat-treated Ti-6Al-4V Diamond Lattice Prepared by SEBM

Fan Yongxia, Zhang Xuezhe, Jia Liang

(Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: Ti-6Al-4V Diamond lattice materials were manufactured using selective electron beam melting (SEBM). The microstructure and mechanical properties of the as-built and β heat-treated (1100 °C/2 h/FC) Ti-6Al-4V Diamond lattice materials have been investigated. The results show that original β columnar crystal transforms to equiaxed crystal, acicular martensite α' phase and fine lamellar $\alpha + \beta$ phase transform to paralleled coarse lamellar $\alpha + \beta$ phase after heat treatment. Most importantly, α lath average thickness increases from 0.8 μm to 7.4 μm after heat treatment. And the compressive strain of Ti-6Al-4V diamond lattice materials increases to 13.1%, but the strength decreases after heat treatment. The heat treatment has slight effect on the modulus of Ti-6Al-4V Diamond lattice materials. The structure and material of Diamond lattice materials is independent, and heat treatment can not change the exponential relationship of the strength-relative density and the modulus-relative density of Ti-6Al-4V Diamond lattice materials.

Key words: selective electron beam melting; Ti-6Al-4V alloy; Diamond lattice materials; β heat treatment

随着金属增材制造(AM)技术的发展, 特别是电子束选区熔化(selective electron beam melting, SEBM)和激光选区熔化(selective laser melting, SLM)工艺的发展, 使得具有不同结构特征的点阵材

料得以制造并广泛应用^[1,2]。其中, 三周期极小曲面(triply periodic minimal surface, TPMS)片状点阵材料因其独特的曲面结构, 成为近几年点阵材料结构研究的热点。基于 TPMS 结构设计的点阵材料性能优于传统的桁架点阵材料^[3,4]。金刚石(Diamond)是 TPMS 结构的一种, 具有较高的比表面积以及光滑滑曲面。

收稿日期: 2021-11-09

基金项目: 国家自然科学基金项目(51829401)

通信作者: 樊永霞(1992—), 女, 助理工程师。

Ti-6Al-4V 合金是金属增材制造技术使用最多的金属材料之一^[5-7], 以 Diamond 结构设计的 Ti-6Al-4V 点阵材料具有很高的强度^[8,9]。然而, 不论是 SEBM 或是 SLM 技术制备的沉积态 (As-built, AB) Ti-6Al-4V 点阵材料, 其细小结构的显微组织中都含有硬而脆的亚稳 α' 马氏体相, 而非完全 $\alpha + \beta$ 相, 这种非平衡的细小 α' 马氏体相具有高强度、低塑性的特点, 导致点阵材料的塑性较差^[10], 严重影响其稳定性、安全性和使用寿命。通过结构优化、表面光滑处理以及热处理 (heat-treated, HT) 等方法可以提高点阵材料的塑性, 其中最有效的方法为热处理, 相关研究也较多^[10]。Galarraga 等^[11] 采用 SEBM 技术成形 Ti-6Al-4V 块体材料, 研究了 β 相区 1100 °C 热处理后的冷却方式对其组织及性能的影响。结果表明, 经过 β 相区 1100 °C 热处理并炉冷后, α' 马氏体相转变为 α 相, 材料塑性显著提高。另外, 经 β 相区热处理后, 柱状晶转变为等轴晶, 材料塑性增加。Yang 等^[12] 研究了不同热处理工艺对 SEBM 成形 Ti-6Al-4V 点阵材料塑性以及强度的影响。结果表明, β 相区热处理不仅消除了 Ti-6Al-4V 点阵材料的亚稳 α' 相, 而且增加了 α 片层厚度, 显著提高了点阵材料的塑性。

以上相关热处理研究均是针对传统桁架结构的点阵材料, 材料强度整体较低。本实验以采用 SEBM 技术成形的高强度 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料为研究对象, 对其进行 β 相区热处理, 对比分析沉积态和热处理态 Diamond 点阵材料的显微组织及力学性能, 以期改善 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的塑性。

1 实验

1.1 材料与制备方法

Diamond 点阵材料规格为 40 mm × 40 mm × 40 mm, 含有 125 个单胞, 单胞大小为 8 mm × 8 mm × 8 mm, 结构示意图见图 1。通过改变曲面厚度设计出相对密度分别为 0.20、0.25、0.30、0.35 的 4 种 Diamond 结构。采用颗粒直径为 45 ~ 106 μm 的气雾化 Ti-6Al-4V 球形粉末, 利用瑞典 Arcam A2 型号的电子束选区熔化设备成形 Diamond 点阵材料。打印层厚为 50 μm , 束斑直径为 200 μm , 打印获得的沉积态 Diamond 样品如图 2 所示。

1.2 热处理

对沉积态 Diamond 样品进行 1100 °C/2 h/FC 真

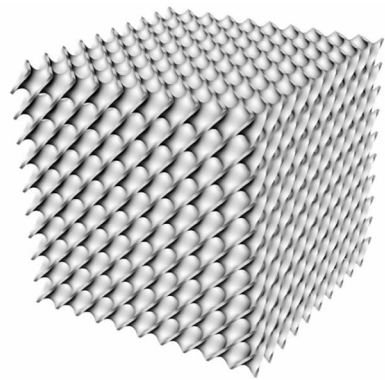


图 1 Diamond 点阵材料结构示意图

Fig. 1 Schematic diagram of Diamond lattice structure

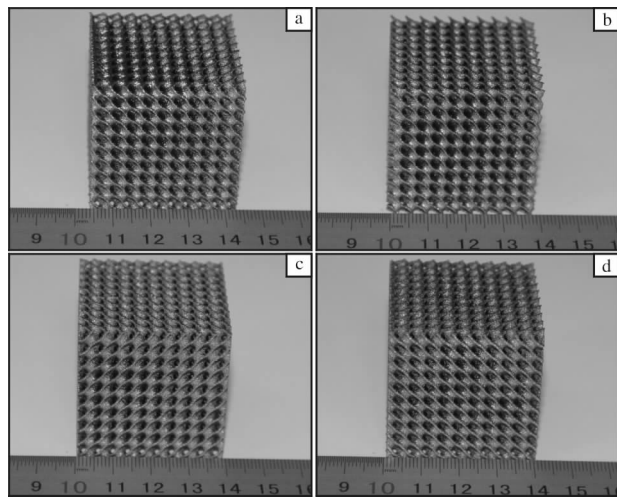


图 2 不同设计相对密度的沉积态 Diamond 样品照片

Fig. 2 Photos of as-built Diamond specimens with different design relative densities: (a) 0.20; (b) 0.25; (c) 0.30; (d) 0.35

空退火处理。该退火温度高于 Ti-6Al-4V 合金的 β 相转变温度 ($T_{\beta} \approx 995$ °C)。

热处理设备为 VPS-50 真空烧结炉, 控温精度为 ± 10 °C, 升温速率为 10 °C/min, 真空度为 5.0×10^{-2} Pa。

1.3 检测方法

采用比重法测量 Diamond 样品的实际密度, 计算其相对密度 (实际密度/Ti-6Al-4V 合金密度)。分别采用 Axio Vert A1 Stemi 2000 型金相显微镜 (OM) 和 JSM-6700 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察沉积态和热处理态样品的显微组织。采用 WEW-600 万能试验机测试试样的压缩性能, 压缩速率为 10^{-3} s⁻¹, 压缩后获得应力-应变曲线。根据 GB/T 31930—2015 从应力-应变曲线上获取抗压强度、模量以及压缩应

变。其中,抗压强度为应力-应变曲线第1应力峰值,此处的应变对应压缩应变(代表点阵材料的塑性),模量取曲线弹性段斜率。

2 结果与讨论

2.1 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料显微组织

采用比重法测得不同点阵样品的相对密度分别为0.21、0.22、0.26、0.30(分别对应设计相对密度0.20、0.25、0.30、0.35)。其中,相对密度为0.3的沉积态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料显微组织如图

3a、3b所示,其中图3a为OM照片,图3b为SEM照片。可以看出,沉积态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料显微组织为沿着沉积方向的原始粗大 β 柱状晶以及晶界初生 α 相,柱状晶内亚显微组织为针状马氏体 α' 相、 $\alpha + \beta$ 片层组织, α 片层平均厚度为 $0.8 \mu\text{m}$ 。热处理态点阵材料的组织如图3c、3d所示,其中图3c为OM照片,图3d为SEM照片。可以看出,经过热处理后 Diamond 点阵材料的显微组织为粗大 β 等轴晶,晶内为粗化的 $\alpha + \beta$ 片层集束组织。另外,从图3d可知 α 片层平均厚度为 $7.4 \mu\text{m}$ 。

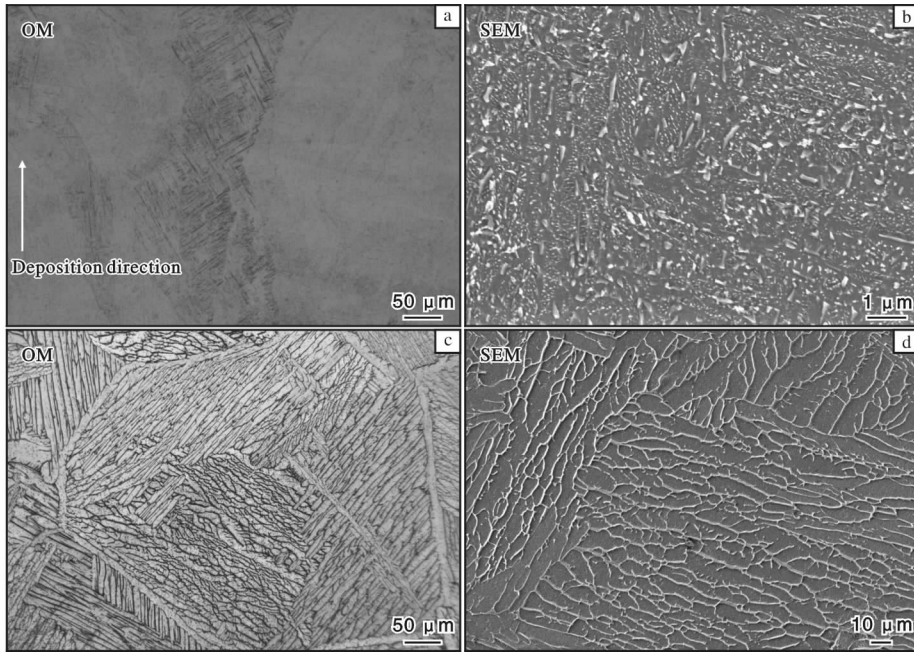


图3 沉积态及热处理态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的显微组织

Fig. 3 Microstructures of Ti-6Al-4V Diamond lattice material at different states: (a, b) as-built; (c, d) heat-treated

Ti-6Al-4V 合金的马氏体相转变温度为 $650 \text{ }^\circ\text{C}$ ^[11], 低于 β 相转变温度($995 \text{ }^\circ\text{C}$)。在 β 热处理过程中样品组织主要经历了以下相变过程:当加热至 $650 \text{ }^\circ\text{C}$ 时, α' 马氏体分解为 $\alpha + \beta$ 相;温度升高至 $995 \text{ }^\circ\text{C}$, $\alpha + \beta$ 相逐渐向 β 相转变;温度升高至 $1100 \text{ }^\circ\text{C}$,全部转变为 β 相;缓慢的冷却速率(炉冷)有利于 α 相的形核,在随后的炉冷过程中 α 相优先在 β 相界面处形核并长大,而 β 相存在于 α 板条之间,故最终为 $\alpha + \beta$ 相。综上所述,Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料热处理过程的相变为: $\alpha' + \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \beta \rightarrow \alpha + \beta$ 。

2.2 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料压缩性能

不同相对密度的 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料压缩曲线相似,以相对密度为0.30的样品为例对比沉积态及热处理态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的压缩

应力-应变曲线,如图4所示。从图4可以看出,

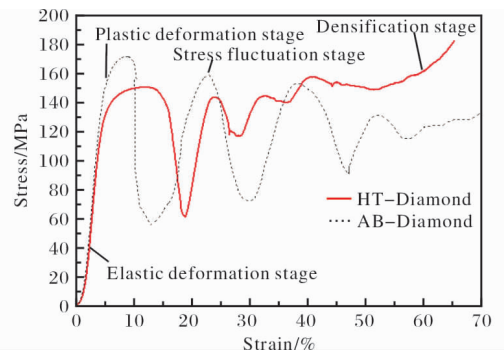


图4 沉积态及热处理态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的压缩应力-应变曲线(相对密度0.30)

Fig. 4 Stress-strain curves of AB and HT Ti-6Al-4V Diamond lattice material with relative density 0.30

热处理态样品的压缩曲线与沉积态样品的压缩曲线类似, 都经历了弹性变形阶段、塑性变形阶段、较长的应力波动阶段以及致密阶段。对比热处理前后的应力-应变曲线, 可以看出热处理态样品经过初始破坏点后曲线较沉积态样品明显缓和, 且曲线斜率明显变小, 说明经 β 相区热处理后点阵材料的塑性增强。

沉积态及热处理态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的压缩性能对比见表 1。由表 1 可知, 与沉积态样品相比, 热处理态样品的抗压强度下降, 模量变化不大, 而压缩应变增加, 最高达到 13.1%, 高于大多数金属增材制造 Ti-6Al-4V 点阵材料的压缩应变^[9]。

表 1 沉积态及热处理态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的压缩性能对比

Table 1 Comparison of compressive properties between AB and HT Ti-6Al-4V Diamond lattice material

Relative density	Compressive strength/MPa			Modulus/MPa			Compressive strain/%		
	AB	HT	Differential	AB	HT	Differential	AB	HT	Differential
0.21	117.4	103.9	-13.5	3329.1	3439.2	110.1	10.5	12.8	2.3
0.22	122.3	107.9	-14.4	3199.0	3206.8	7.8	8.9	10.0	1.1
0.26	138.7	120.3	-18.4	3899.8	3852.7	-47.1	10.1	12.4	2.3
0.30	171.9	150.6	-21.3	4461.5	4581.1	119.6	8.9	13.1	4.2

2.3 Diamond 点阵材料性能与相对密度的关系

Gibson 等^[13] 提出, 点阵材料的强度 (σ_0) 和模量 (E_0) 与其相对密度直接相关, 并可通过如下公式计算。

$$\sigma_0 = C\sigma_s(\bar{\rho})^n \quad (1)$$

$$E_0 = CE_s(\bar{\rho})^m \quad (2)$$

式中: σ_s 为实体材料屈服强度, MPa; E_s 为实体材料杨氏模量, MPa; n 、 m 为指数项; C 为常数; $\bar{\rho}$ 为

点阵材料相对密度。根据表 1 中 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的抗压强度、模量, 分别拟合得到沉积态、热处理态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料抗压强度、模量与相对密度的关系曲线, 如图 5 所示。对比图 5 沉积态、热处理态样品性能与相对密度曲线可以看出, Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料 n 值(图 5a 曲线斜率)恒定为 1.04, m 值(图 5b 曲线斜率)恒定为 0.91, 说明热

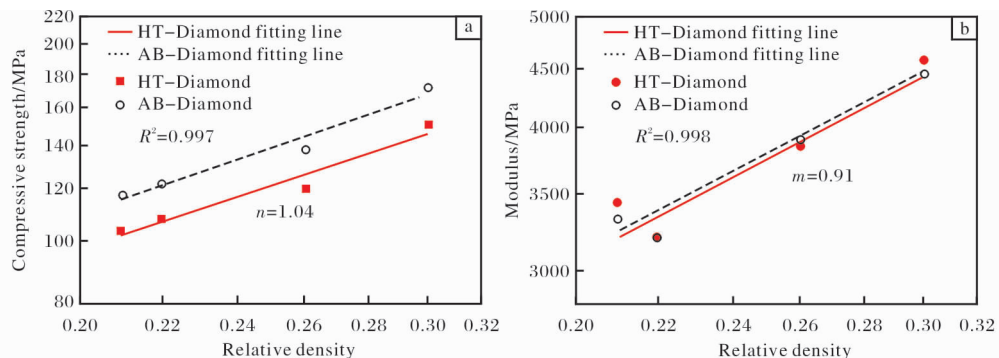


图 5 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料压缩性能与相对密度的关系曲线

Fig. 5 Relationship curves between compressive properties and relative density of Ti-6Al-4V Diamond lattice material: (a) compressive strength; (b) modulus

处理不会改变 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料抗压强度、模量与相对密度的指数关系, 点阵材料的结构与实体材料具有独立性。点阵材料性能变化是由于热处理后实体材料的性能发生了改变, 导致曲线平行移动。另外, Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的 n 值接近 1, 说明 Diamond 结构是一种以拉伸(压缩)变形为主导的结构^[14]。这类结构主要通过压缩来承担压缩载荷, 且随着密度的降低, 性能降低较为缓慢, 在低密度下仍具有较好的力学性能, 是轻质高强材料的首选结构。根据性能与相对密度的关系曲线可预测任意密度下点阵材料的性能, 为点阵材料在不同领域、不同密度条件下的应用提供有利工具。

3 结 论

(1) 沉积态 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的显微组织呈现外延生长的柱状晶形态, 亚显微组织为含有马氏体 α' 相以及细小 $\alpha + \beta$ 相。经过 1100 °C/2 h/FC 热处理后, 其显微组织由柱状晶转变为等轴晶, 马氏体 α' 相转变为 $\alpha + \beta$ 相, 晶内为 $\alpha + \beta$ 粗片层组织, α 片层平均厚度由 0.8 μm 增加至 7.4 μm 。

(2) 经 β 热处理后, Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料的模量变化较小, 强度降低, 但塑性得到改善, 最大压缩应变可达 13.1%。

(3) 点阵材料中结构与材料具有独立性, 热处理不会改变 Ti-6Al-4V Diamond 点阵材料抗压强度、模量与相对密度的指数关系。

参考文献 References

- [1] Liu S Y, Shin Y C. Additive manufacturing of Ti-6Al-4V alloy: a review[J]. *Materials & Design*, 2018, 164: 107552.
- [2] Zhang X Z, Leary M, Tang H P, et al. Selective electron beam manufactured Ti-6Al-4V lattice structures for orthopedic implant applications: current status and outstanding challenges [J]. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2018, 22(3): 75 - 99.
- [3] Bobbert F S L, Lietaert K, Eftekhari A A, et al. Additively manufactured metallic porous biomaterials based on minimal surfaces: a unique combination of topological, mechanical, and mass transport properties[J]. *Acta Biomaterialia*, 2017, 53: 572 - 584.
- [4] Yu G S, Li Z B, Li S J, et al. The select of internal architecture for porous Ti alloy scaffold: a compromise between mechanical properties and permeability[J]. *Materials & Design*, 2020, 192: 108754.
- [5] Li S J, Xu Q S, Wang Z, et al. Influence of cell shape on mechanical properties of Ti-6Al-4V meshes fabricated by electron beam melting method[J]. *Acta Biomaterialia*, 2014, 10(10): 4537 - 4547.
- [6] Zhao S, Li S J, Hou W T, et al. The influence of cell morphology on the compressive fatigue behavior of Ti-6Al-4V meshes fabricated by electron beam melting[J]. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2016, 59: 251 - 264.
- [7] Tang H P, Qian M, Liu N, et al. Effect of powder reuse times on additive manufacturing of Ti-6Al-4V by selective electron beam melting[J]. *Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 2015, 67(3): 555 - 563.
- [8] Al-Ketan O, Rowshan R, Al-Rub R A. Topology-mechanical property relationship of 3D printed strut, skeletal, and sheet based periodic metallic cellular materials [J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 19: 167 - 183.
- [9] 樊永霞, 王建, 张学哲, 等. SEBM 成形片状极小曲面点阵材料的力学性能[J]. *金属学报*, 2021, 57(7): 871 - 879.
- [10] Yuan W, Hou W T, Li S J, et al. Heat treatment enhancing the compressive fatigue properties of open-cellular Ti-6Al-4V alloy prototypes fabricated by electron beam melting [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2018, 34(7): 1123 - 1131.
- [11] Galarraga H, Warren R J, Lados D A, et al. Effects of heat treatments on microstructure and properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM) [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2017, 685(8): 417 - 428.
- [12] Yang K, Wang J, Jia L, et al. Additive manufacturing of Ti-6Al-4V lattice structures with high structural integrity under large compressive deformation[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2019, 35(2): 303 - 308.
- [13] Gibson L J, Ashby M F. *Cellular solids: structure and properties* [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1997: 175 - 235.
- [14] Ashby M F. *The properties of foams and lattices*[J]. *Philosophical Transactions Mathematical Physical & Engineering Sciences*, 2006, 364(1838): 15 - 30.