

电子束选区熔化 Ti-6Al-4V 合金的 显微组织与疲劳性能

陈 玮^{1,2,3,4}, 陈哲源^{1,2,3,4}, 由 洋¹, 李金山⁵

(1. 北京航空制造工程研究所, 北京 100024)

(2. 高能束流加工技术重点实验室, 北京 100024)

(3. 高能束流金属增量制造技术与装备北京市重点实验室, 北京 100024)

(4. 增材制造航空科技重点实验室, 北京 100024)

(5. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

摘 要: 采用电子束选区熔化成型技术制备了 Ti-6Al-4V 合金试样, 研究了成型态与热等静压态合金试样的显微组织、拉伸及高周疲劳性能。结果表明, 成型态的组织为沿沉积方向生长的柱状晶; 柱状晶内部以魏氏组织为主, 也有 α/β 片层组织存在。成型态材料的抗拉强度并未受到少量气孔及未熔合缺陷的影响, 其强度和延伸率达到了 ASTM 标准。热等静压消除了材料内部缺陷, 但显微组织发生粗化, 材料抗拉强度下降约 5%, 但延伸率提高了约 35%。热等静压后 Ti-6Al-4V 合金的高周疲劳性能得到显著改善, 在 1×10^7 寿命, $R=0.1$ 的测试条件下, 疲劳极限达到 600 MPa。根据断口信息分析了典型试样的裂纹萌生与扩展行为, 大多数试样的裂纹源位于表面, 材料拉伸性能分散性较大是疲劳寿命不稳定的主要原因之一。

关键词: 增材制造; Ti-6Al-4V; 显微组织; 高周疲劳; 断口分析

中图分类号: TG146.2³

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)S1-025-06

作为制造飞机和发动机结构件的主要材料之一, 钛合金加工成本高、周期长, 很大程度上限制了它更广泛的应用。增材制造(additive manufacturing)作为一种周期短、工序少、低成本、净成型的技术, 其成型构件力学性能优良, 具有重大的科研价值和经济效益^[1,2]。电子束选区熔化(electron beam selective melting, EBSM)技术是其主要研究方向之一, 其应用范围相当广泛, 尤其对于难熔、难加工材料, 包括钛合金、钛基金属间化合物、不锈钢、钴铬合金、镍合金等, 其制品能实现高度复杂性并达到较高的力学性能。采用 EBSM 技术成型钛合金零件省时、省料, 对航空制造企业吸引力巨大^[3-5]。

在过去的几年里, 国内外很多大学、研究机构、企业针对 EBSM 制造的 Ti-6Al-4V 合金进行了大量研究, 旨在建立原材料-成型工艺-显微组织-力学性能之间的关系, 确定加工工艺窗口并改善性能稳定性^[6-11]。Murr 等^[8]发现, 沿试样堆积方向, 靠近顶端的组织较为粗大, α 片层厚度随试样直径的减小而减小。Al-Bermani 等^[9]发现, 随着底板预热温度的提高, 成

型 Ti-6Al-4V 合金的显微组织会逐渐粗化。Tan 等^[11]证实成型态材料为 α/β 组织, 无 α' 马氏体存在, 成型试样的硬度、屈服与抗拉强度沿堆积方向从底部向顶部逐渐升高, 而塑性逐渐降低。本实验针对 EBSM 成型 Ti-6Al-4V 合金, 研究了热等静压对材料显微组织的影响, 并对其拉伸以及高周疲劳性能进行了评估, 通过对疲劳断口的微观分析, 探讨了 EBSM Ti-6Al-4V 合金高周疲劳断裂行为与机理。

1 实 验

本实验采用气体雾化法制备的 Ti-6Al-4V 粉末为原材料(图 1), 其化学成分如表 1 所示。粉末的粒度范围为 50~100 μm , 其 d_{10} , d_{50} , d_{90} 分别为 50.6, 72.7, 104.2 μm 。由图 1 可见, Ti-6Al-4V 粉末显示出魏氏组织, β 晶粒直径约为 30 μm , 晶界 α 相清晰可见。这种显微组织是由于雾化过程中的高冷速造成的。

采用 ArcamTM A2X 设备成型 Ti-6Al-4V 试棒, 其长轴沿堆积方向。设备工作过程为: 铺粉器铺放 50 μm 厚度的 Ti-6Al-4V 粉末, 电子束扫描并熔化粉末材料,

收稿日期: 2016-12-30

作者简介: 陈 玮, 男, 1982 年生, 博士, 高级工程师, 北京航空制造工程研究所, 北京 100024, 电话: 010-85701493, E-mail: werner_nju@163.com

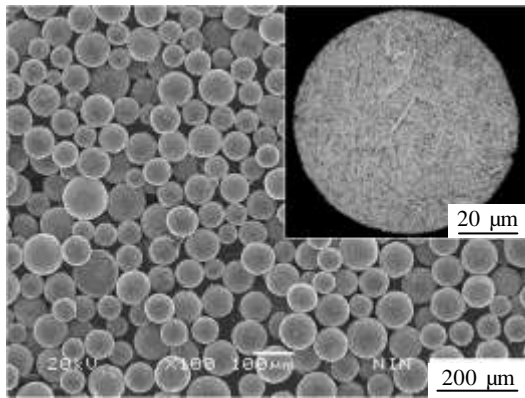


图 1 气体雾化 Ti-6Al-4V 粉末形貌

Fig.1 Morphology of gas-atomized Ti-6Al-4V powder

表 1 Ti-6Al-4V 粉末与成型态试样的化学成分

Table 1 Chemical composition of Ti-6Al-4V powder and as-built sample (ω/%)

Sample	Al	V	O	C	N	H	Ti
Powder	6.53	4.11	0.18	0.01	0.01	0.003	Bal.
As-built	6.06	4.08	0.17	0.01	0.20	0.002	Bal.

扫描完成后成型台下降,铺粉器重新铺放新一层粉末,这个逐层铺粉-熔化的过程反复进行直到 Ti-6Al-4V 试棒成型完毕。整个成型过程中成型腔内温度保持在 730 °C。部分试棒在 910 °C/100 MPa 条件下热等静压 2 h,与成型态试棒进行显微组织与力学性能对比。

金相试样采用传统方法制备,并采用光学显微镜 (Leica DMI 5000M) 与扫描电子显微镜 SEM-EDS (Zeiss Supra-55) 观察显微组织与力学测试断口。根据 GBT 228.1-2010 制备室温拉伸试样,拉伸测试应变速率为 0.001/s。根据 GBT 3075-2008 制备的光滑圆柱轴向拉拉疲劳试样如图 2 所示。高周疲劳试验采用应力控制方式,应力比 $R=0.1$,加载频率 100 Hz,疲劳寿命超出 1×10^7 则终止试验。

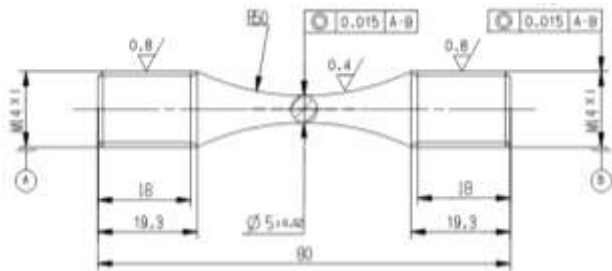


图 2 室温拉拉疲劳测试试样

Fig.2 Samples for fatigue test

2 结果及分析

2.1 显微组织

成型态 Ti-6Al-4V 试样化学成分如表 1 所示。成型后 Al 含量有 0.5% 左右的烧损,氧含量基本不变。

成型态材料的显微组织如图 3 所示。由于层层堆积的工艺过程,材料在沿堆积方向(z)与垂直堆积方向展现出不同的显微组织,但在层间没有发现明显界面。图 4 为成型态和热等静压态材料的显微组织。从图 4a 中可见,高度可达毫米级的柱状晶沿堆积方向(z 向)外延生长,它们之间被晶界 α 相隔开。在每一个 β 晶粒内部,魏氏组织占主导地位,同时有少量的 α/β 集束(图 4b)。EBSM 实际上是一个微区铸造过程,但其冷却速度极快,熔池凝固过程中,周围松散的粉末可看做是隔热层,电子束为热源,基板为热沉,因此凝固过程沿着 z 向发生。在第 n 层粉末熔化的过程中,之前的第 $n-1$ 层粉末也被部分熔化,形成了外延生长的条件^[12],这导致了沿堆积方向生长的柱状晶。这种外延生长导致的柱状晶在其它增材制造方法制备的材料中也有发现,如激光选区熔化法^[13,14]与激光直接沉积法^[15,16]。在成型态材料的显微组织中发现了少量零散气孔,其尺寸在 50 μm 以下,这是由于气体雾化粉末中部分空心粉造成的。材料经热等静压后显微组织仍由魏氏组织和部分 α/β 片层组成,但发生了明显粗化(图 4c, 4d)。

2.2 拉伸性能

成型态与热等静压态 Ti-6Al-4V 合金试样的拉伸性能如表 2 所示。成型态材料的平均抗拉强度和延伸率均达到 ASTM 标准。事实上,在 18 个拉伸测试试样中仅有 1 个延伸率为 10% 以下,如图 5 所示,断口

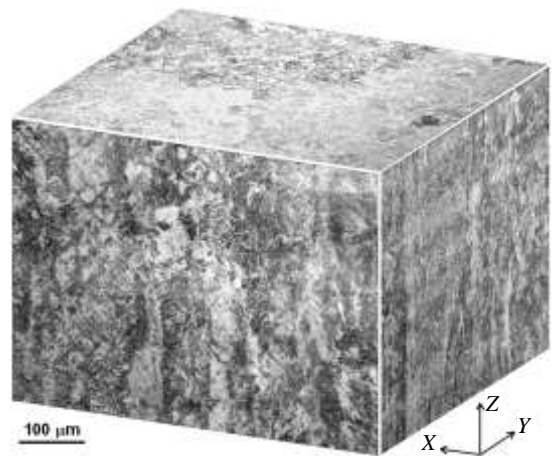


图 3 EBSM Ti-6Al-4V 成型态三维组织

Fig.3 3D microstructure of as-built EBSM Ti-6Al-4V

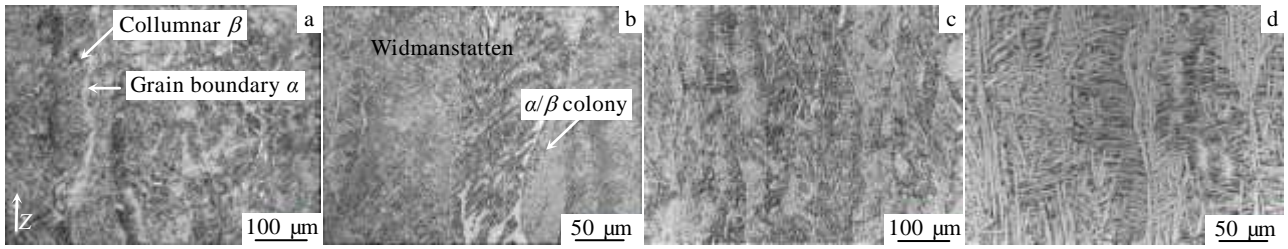


图 4 成型态和热等静压态 EBSM Ti-6Al-4V 的显微组织

Fig.4 EBSM Ti-6Al-4V microstructure: (a, b) as-built and (c, d) HIPed

不具有锥杯状特征，裂纹未从处于平面应变状态的试样中心起裂，而起始于试样边缘处尺寸约 500 μm 的未熔合缺陷处，导致了材料的延伸率大大下降（6%），但其强度仍然达到了 960 MPa。由于显微组织粗化，热等静压后材料的抗拉强度下降了约 5%，但延伸率提高了约 35%。这最可能是由于两方面因素引起：1. 热等静压消除了成型态材料中的未熔合缺陷；2. 热处理降低了显微组织中由于冷却相变产生的位错的密度，并使显微组织粗化，增加位错可动距离，因而提高了材料的延伸率。

表 2 EBSM Ti-6Al-4V 合金的室温拉伸性能

Table 2 Room temperature tensile properties of EBSM Ti-6Al-4V alloy

Sample	σ_b /MPa	$\sigma_{p0.2}$ /MPa	A /%
As-built	977±14	871±46	13.6±2.1
HIPed	918±52	861±35	18.4±1.7
ASTM Grade-5	896	827	10

2.3 疲劳性能

在 500 MPa, $R=0.1$ 条件下对 2 个成型态 Ti-6Al-4V 试样进行了轴向拉拉疲劳测试，其寿命 (N_f) 分别为 29 863 次与 60 331 次。其中 1 个试样 ($N_f=29 863$) 的断口如图 6 所示。未熔合缺陷中残留粉末仍然清晰可见，以此处为源形成了放射性的疲劳特征，缺陷产生的应力集中导致了疲劳裂纹的萌生以及迅速扩展。

热等静压后 Ti-6Al-4V 合金轴向高周疲劳 $S-N$ 曲线如图 7 所示，其疲劳性能远远高于成型态材料。图中 600 MPa 及以上每个应力水平进行了 5 个试样的测试，575 与 550 MPa 分别进行了 1 个试样的测试。EBSM Ti-6Al-4V 合金在 1×10^7 寿命下的疲劳极限为 600 MPa。在各应力水平下，材料疲劳寿命的分散性较大，例如在 750 MPa 的较高应力水平下，寿命差异仍达到 2 个数量级；650 MPa 的应力水平下，有 2 个试样的寿命超出了 1×10^7 循环，但有 1 个试样的寿命仅为 1.1×10^5 循环。由于材料高周疲劳寿命与屈服强度成正

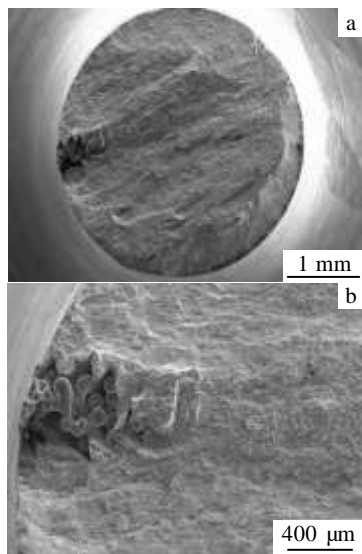


图 5 成型态 Ti-6Al-4V 拉伸断口的宏观形貌和未熔合缺陷
Fig.5 Tensile fracture surface of as-built Ti-6Al-4V: (a) overview and (b) unmelted defect

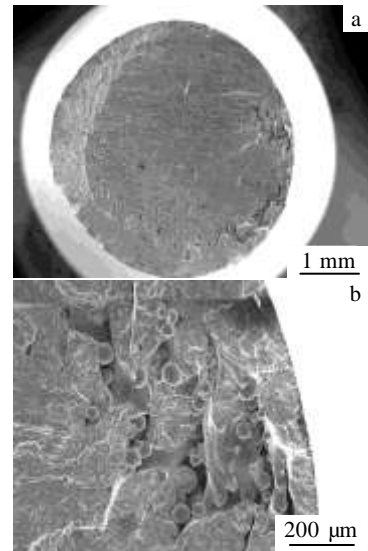


图 6 成型态 Ti-6Al-4V 疲劳断口的宏观形貌和未熔合缺陷
Fig.6 Fatigue fracture surface of as-built Ti-6Al-4V: (a) overview and (b) unmelted defect

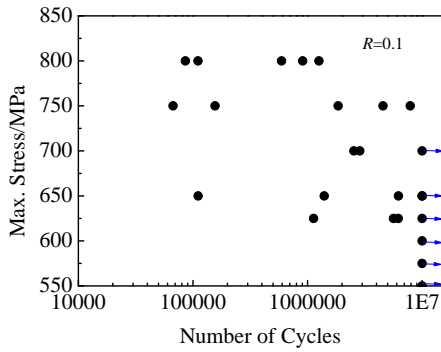


图 7 热等静压态 EBSM Ti-6Al-4V 合金的 S-N 曲线 (箭头表示超出)

Fig.7 S-N curves of HIPed Ti-6Al-4V alloy (arrows indicate runout)

比, 因此拉伸性能分散性较大 (表 2) 是疲劳寿命不稳定的主要原因之一。

通过 SEM 对图 7 中的断裂试样进行了断口分析。热等静压消除了成型态材料中的缺陷, 所有断口裂纹源区域未见成型缺陷。大多数试样的裂纹源位于试样表面, 所有寿命较低的试样均从表面起裂。高周疲劳裂纹萌生通常是由试样表面不可逆的周期性驻留滑移累积开始, 随着位错的挤入挤出不断进行, 应变累积到一定程度后导致机械小裂纹形核, 小裂纹连接, 进而实现裂纹萌生过程^[17]。对于钛合金高周疲劳寿命来说, 疲劳裂纹萌生阶段通常占据大部分循环周次 (一

般高于全寿命的 95%)。图 8 显示了 $\sigma_{\max}=750$ MPa, $N_f=6.7 \times 10^4$ 试样的断口。它具有典型的高周疲劳断口特征, 整个断口分为裂纹源区、扩展区和瞬断区 3 个区域^[18], 裂纹源区 (图 8b) 位于试样表面附近。总体来说, 疲劳断口较平坦, 没有大的高度起伏, 裂纹起源于试样表面的点源, 由点源出发的疲劳沟线构成了明显的放射特征。疲劳扩展区可见到清晰的疲劳条带 (图 8c), 条带与裂纹扩展方向垂直。每一个条带代表一次循环, 条带个数等于循环次数, 条带间距随应力强度因子幅而变化, 在同一区域的疲劳条带是连续而平行的。根据疲劳条带的宽度, 可计算出本试样在此阶段裂纹的扩展速率为 3.8×10^{-7} m/s。在扩展区和瞬断区交接区域, 出现了混合断裂的特征, 疲劳条带仍然可见, 并伴有沿裂纹扩展方向开口的韧窝 (图 8d); 瞬断区起伏较大, 具有剪切唇与等轴韧窝特征。

在 750 MPa 疲劳应力下, 另一个试样的寿命达到了 7.9×10^6 循环, 比图 8 中的试样高了 2 个数量级, 其断口如图 9a 显示。此试样的裂纹源位于内部, 放射特征明显, 裂纹萌生区和扩展区直径约为 3 mm。在裂纹萌生区域 (图 9b) 发现了多个小刻面 (Facet)。大量文献也报道了钛合金疲劳裂纹萌生位置都伴随着刻面的出现, 并且这些刻面大都在等轴 α 晶粒内形成^[19-24]。Neal 等^[25]认为, 刻面是由于 α 晶粒内的柱面滑移集中产生堆积, 导致同一晶粒内出现应力集中, 使得晶粒内的易解理面 $\{10\bar{1}7\}$ 出现解理断裂形成的。而 Bache

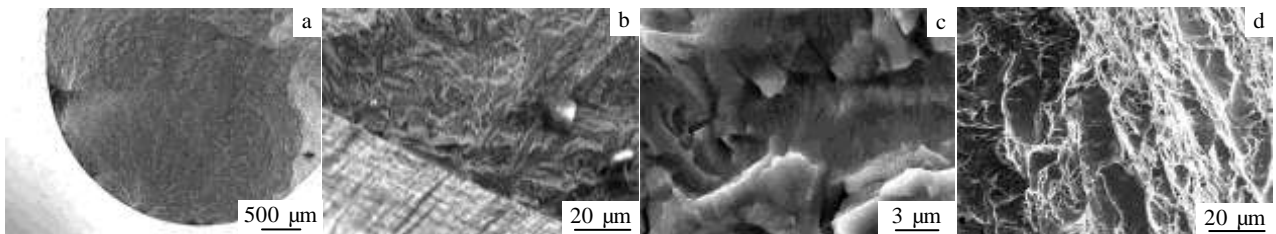


图 8 $\sigma_{\max}=750$ MPa, $N_f=6.7 \times 10^4$ 试样疲劳断口典型形貌

Fig.8 Fatigue fracture surface of a sample failed at $\sigma_{\max}=750$ MPa, $N_f=6.7 \times 10^4$: (a) overview, (b) crack initiation area, (c) crack propagation area, and (d) border of propagation/overload area

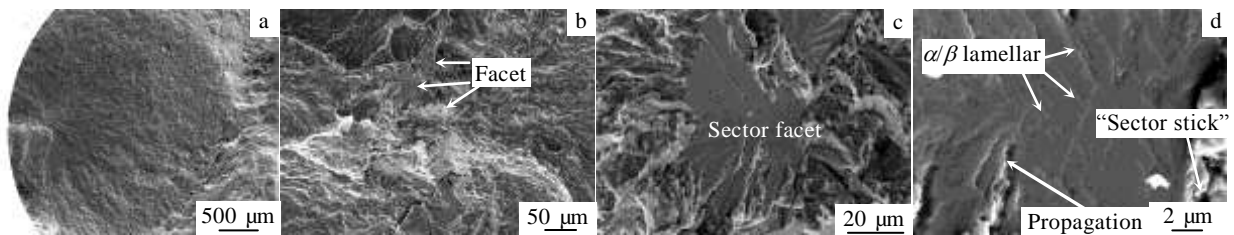


图 9 $\sigma_{\max}=750$ MPa, $N_f=7.9 \times 10^6$ 试样疲劳断口典型形貌

Fig.9 Fatigue fracture surface of a sample failed at $\sigma_{\max}=750$ MPa, $N_f=7.9 \times 10^6$: (a) overview, (b) crack initiation area, (c) crack initiation facet, and (d) facet root

等^[26]提出, 刻面是由于临近晶粒的滑移促使晶粒沿着基面产生类解理的断裂形成的, 他们发现, 此时的疲劳刻面与载荷轴向垂直。Bridier 等^[20]认为, 刻面是由于基面滑移和基面上的正应力共同作用产生的, 刻面法向与载荷轴向夹角通常小于 45°。而 Pilchak 等^[22]认为, 主要是由于纯滑移的作用导致刻面的形成, 刻面在晶粒基面或接近基面上, 其法向与载荷轴向夹角为 45°左右。

本研究采用的 EBSM Ti-6Al-4V 材料中仅存在魏氏组织与 α/β 片层组织, 小刻面应是由多个平行的 α/β 片层组成的集束, 因为集束中片层组织的滑移系几乎平行^[27]。在多个小刻面中, 最初的裂纹区域是一个光滑、细洁的扇形小刻面 (图 9c), 刻面上可见多个平行的 α/β 片层 (图 9d), 片层与裂纹扩展纹路垂直。沿着扩展纹路可发现裂纹的形核位置在“扇”柄处, 此处为 α/β 集束边界, 在疲劳过程中位错在此处聚集, 导致了裂纹的形核。

3 结 论

1) EBSM Ti-6Al-4V 合金成型态材料具有沿堆积方向外延生长的 β 柱状晶, 它们之间被晶界 α 相隔开; 在每一个 β 晶粒内部, 魏氏组织占主导地位, 同时有少量的 α/β 集束。

2) 热等静压消除了材料内部缺陷, 但显微组织发生粗化, 材料抗拉强度下降约 5%, 但延伸率提高了约 35%。这是由于热等静压消除了成型态材料中的未熔合缺陷, 并使显微组织粗化, 增加了位错可动距离。

3) 成型态 Ti-6Al-4V 合金疲劳性能较差, 未熔合缺陷造成的应力集中导致疲劳裂纹萌生并迅速扩展。热等静压后材料的高周疲劳性能得到显著改善, 在 1×10^7 寿命, $R=0.1$ 条件下, 疲劳极限达到 600 MPa。材料拉伸性能分散性较大是疲劳寿命不稳定的主要原因之一。

4) 大多数试样的裂纹源位于试样表面, 所有寿命较低的试样均从表面起裂。少数从内部起裂的试样中, 裂纹源为 α/β 集束组成的刻面, 在疲劳过程中位错在集束边界处聚集, 导致裂纹形核。

参考文献 References

- [1] Gibson I, Rosen D W, Stucker B. *Additive Manufacturing Technology: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing* [M]. New York: Springer Science and Business Media LLC, 2010
- [2] Chuna C K, Leong K F, Lim C S. *Rapid Prototyping: Principles and Applications 2nd ed.*, [M]. Singapore: World Scientific, 2003
- [3] Tang Huiping(汤慧萍), Wang Jian(王 建), Lu Shenglu(逯圣路) et al. *Materials China*(中国材料进展)[J], 2015, 34(3): 225
- [4] Murr L E, Gaytan S M, Ramirez D A et al. *J Mater Sci Tech*[J], 2012, 1: 1
- [5] Frazier W E. *J Mater Eng Perform* [J], 2014, 23: 1917
- [6] Dehoff R, Duty C, Peter W et al. *Adv Mater Processes* [J], 2013, 171: 19
- [7] Dutta B, Froes S. *Adv Mater Processes* [J], 2014, 172: 18
- [8] Murr L E, Gaytan S M, Medina F et al. *Phil Trans Royal Soc A*[J], 2010, 368: 1999
- [9] Al-Bermani S S, Blackmore M L, Zhang W. *Metall Mater Trans A* [J], 2010, 41: 3422
- [10] Safdar A, Wei LY, Snis A. *Mater Characterization* [J] 2012, 65: 8
- [11] Tan X P, Kok Y H, Tan Y J et al. *Acta Mater* [J] 2015, 97: 1
- [12] Gaumann M, Bezencon C, Canalis P. *Acta Mater*[J], 2001, 49: 1051
- [13] Thijs L, Verhaeghe F, Craeghs T. *Acta Mater* [J], 2010, 58: 3303
- [14] Alcisto J, Enriquez A, Garcia H. *J Mater Eng Perform*[J], 2011, 20: 203
- [15] Lu Y, Tang H D, Fang Y L. *Mater Design*[J], 2012, 37: 56
- [16] Carroll B E, Palmer T A, Beese A M. *Acta Mater*[J], 2015, 87: 309
- [17] Leyens C, Peters M. *Titanium and Titanium Alloys* [M]. Weinheim: Wiley-Vch, 2003
- [18] Schijve J. *Fatigue of Structures and Materials* [M]. Dordrecht: Kluwer Academic, 2001
- [19] Bantounas I, Dye D, Lindley T C. *Acta Mater* [J], 2010, 58: 3908
- [20] Bridier F, Villechaise P, Mendez J. *Acta Mater*[J], 2008, 56: 3951
- [21] Jha S K, Szczepanski C J, John R et al. *Acta Mater*[J], 2015, 82: 378
- [22] Pilchak A L, Williams R E A, Williams J C. *Metall Mater Trans A* [J], 2010, 41(1): 106
- [23] Dunne F P E, Rugg D. *Fatigue Fracture Eng Mater Struct*[J], 2008, 31: 949
- [24] Liu X, Sun C, Hong Y. *Mater Sci Eng A* [J], 2015, 622: 228
- [25] Neal D F, Blenkinsop P A. *Acta Metall* [J], 1976, 24: 59
- [26] Bache M R, Evans W J, Davies H M. *J Mater Sci* [J], 1997, 32: 3435
- [27] Lutjering G, Williams J C. *Titanium 2nd ed.* [M]. Berlin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007

Microstructure and Fatigue Behavior of EBSM Ti-6Al-4V Alloy

Chen Wei^{1,2,3,4}, Chen Zheyuan^{1,2,3,4}, You Yang¹, Li Jinshan⁵

(1. Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024, China)

(2. Power Beam Processing Laboratory, Beijing 100024, China)

(3. Beijing Key Laboratory on Power Beam Metal Additive Manufacturing Technology and Equipment, Beijing 100024, China)

(4. Aviation Key Laboratory of Science and Technology on Additive Manufacturing, Beijing 100024, China)

(5. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: The microstructure, tensile and fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy made by EBSM were studied. The as-built material exhibits a columnar microstructure in which the prior- β grains grow along the building direction. Within each β grain, Widmanstätten microstructure is dominant, and colonies of α/β platelets are also present. The tensile strength of as-built material is not affected by defects and the average tensile strength and ductility meet the ASTM standard. HIPing removes all defects in the EBSM Ti-6Al-4V alloy and increases tensile elongation by ~35%, but the strength is 5% lower due to microstructure coarsening. The fatigue life is also significantly improved by HIPing and the fatigue limit reaches 600 MPa under 1×10^7 cycle, $R=0.1$ condition. The large scatter of fatigue life is mainly attributed to the scatter of tensile properties. In most of the samples, crack initiates from the surface. The crack initiation mechanism is proposed base on fracture analysis of typical fatigue specimens.

Key words: additive manufacturing; Ti-6Al-4V; microstructure; high cycle fatigue; fracture analysis

Corresponding author: Chen Wei, Ph. D., Senior Engineer, Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024, P. R. China, Tel: 0086-10-85701493, E-mail: werner_nju@163.com