

# 电子束选区熔化技术对钛合金组织和力学性能的影响

杨鑫<sup>1,2</sup>, 奚正平<sup>2</sup>, 刘咏<sup>1</sup>, 汤慧萍<sup>2</sup>, 齐海波<sup>3</sup>

(1. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

(3. 清华大学, 北京 100084)

**摘要:** 利用光学显微镜、扫描电镜和力学万能试验机研究了 ELI TA7 金属粉末在电子束选区熔化快速成形件的显微组织和力学性能。结果表明: 真空度  $3.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^{-2}$  Pa、工作电流 2.0~3.0 mA, Z 字型扫描路线可以有效提高烧结件的致密度、室温强度和延伸率。烧结件的相对密度可达 97%, 抗拉强度 740 MPa, 延伸率 8%, 接近锻件的性能。致密度高的原因是电子束高的能量利用率在烧结过程中产生瞬时液相, 同时真空下粉末的表面得到净化, 提高了烧结活性; 而快速的冷凝过程有助于产生细小的晶粒。同时致密度的提高以及晶粒的细化均有助于烧结件力学性能的提高。

**关键词:** 快速成形; 电子束; 钛合金; 力学性能

中图分类号: TG 146.2<sup>+</sup>3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)07-1272-04

钛合金具有低密度、高强度及优良的抗腐蚀性能等特性, 因而在航空航天、医疗器械和化工领域有非常广阔的应用前景。近年, 随着汽车工业的迅猛发展, 家用轿车的拥有量以每年两位数的速度增长, 大大地刺激了与汽车制造业相关的材料制造业的发展。目前, 钛合金在新型高性能汽车上的主要应用部位在发动机系统和底盘上, 如在发动机系统用钛合金代替合金钢和不锈钢制造的阀门、阀簧和连杆等零部件; 在底盘上主要用作半轴、弹簧和各种紧固件等零部件等<sup>[1]</sup>。然而目前钛合金零部件在汽车上并未大规模的使用, 其原因是钛合金昂贵的原料以及高成本的后续加工。开发短流程、高效率的成形与加工工艺是降低钛合金成本的必要手段。

目前钛合金的制备方法主要有熔铸法(MC)、粉末冶金法(PM)和快速成形法(RP)<sup>[2]</sup>。熔铸法的主要缺点是所制备的合金容易出现成分、组织偏析和晶粒粗大; 而粉末冶金法所制备的钛合金所需工艺周期长, 且致密度不高<sup>[3]</sup>。作为快速成形技术中最新的工艺电子束选区熔化(Electron Beam Selective Melting, EBSM)工艺虽是 2005 年才提出, 但已经得到很快发展。该技术类似激光选区烧结和激光选区熔化工艺, 以“离散+堆积”的成形为基础, 通过对零件的三维 CAD 模型按照一定的厚度进行分层切片处理而将零

件的三维形状数据离散成一系列二维数据, 再按照每一层的形状信息逐层堆积材料, 最终得到所设计的零件<sup>[4]</sup>。由于省去了设计、加工磨具的时间和费用, 并且不需要专门工具和夹具, 从而极大提高了制造的柔性和加工速度, 缩短产品的技术开发周期, 并且未熔化的钛合金粉末材料可以全部回收, 降低生产成本, 因此该技术一经提出就引起人们的高度关注。作者在清华大学机械系自主研发的 EBSM-I 型试验机上进行 Ti-5Al-2.5Sn ELI(即超低间隙 TA7)预合金粉末的选区熔化烧结(下文粉末未加注释即为预合金化粉末), 并分析该技术对烧结钛合金显微组织和力学性能的影响。

## 1 实验方法

实验所用的原料是球形粉末与非球形粉末按照 3:2 比例混合而成, 其特性如表 1 和图 1 所示。其中, 球形粉末用等离子旋转电极雾化法(plasma revolving electrode process, PREP)制备。而非球形粉是通过氢化脱氢(hydride-dehydride, HDH)法制备。

根据前期试验工作, 制定的工艺参数, 如表 2 所示。

将表 1 所示的 4 种粉末按 3:3:2:2 的比例配好后, 装入干燥的混料罐里, 并在 V 形混料机上混合 30 min, 然后装入喂料箱进行成形实验。在底板为 71 mm×71

收到初稿日期: 2008-06-20; 收到修改稿日期: 2009-04-23

作者简介: 杨鑫, 男, 1981 年生, 博士生, 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083, 电话: 029-86231095, E-mail: yangxin0301@163.com; 通讯作者: 汤慧萍, 电话: 029-86231095

mm 的 TA1 板上烧结每层粉末，时间为 60 s、铺粉时间为 20 s、共 60 层；自然冷却至室温，采用钼丝线切割使烧结件与钛底板分离。

烧结态试样的致密度采用排水法进行测定。在 INSTRON-1185 型万能力学试验机上测定烧结钛合金的抗拉强度及延伸率；显微组织测试使用 OLMPUS-PMG3 光学显微镜；扫描电镜分析在带有电子探针 (EPMA) 的 JSM-5600LV 型扫描电镜进行。易挥发元素及氢、氧元素的检测在 LECO RH600 和 LECO TC600 检测机上进行。

## 2 结果与讨论

### 2.1 显微组织

图 2 为采用相同扫描参数不同扫描方向制备的水平垂直钛合金的光学显微组织照片。由于工艺的特点，在层与层之间的搭接区形成冶金结合；烧结完成后试样在真空条件下自然冷却，获得的显微组织主要为针状  $\alpha+\beta$  相，在晶界残余了少量原始  $\beta$  相。相与相之间互相交织而成为网篮状。这是由于在扫描结束的瞬间，

熔池温度骤然下降使得高温相来不及扩散而保存下来直至室温，也是快速冷却导致快速固态相变所致。

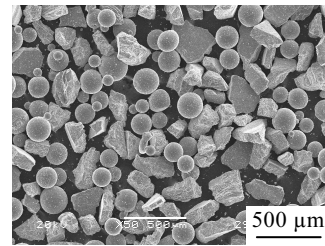


图 1 TA7 预合金混合粉末形貌

Fig.1 The SEM image of the mixed TA7 prealloyed powder

表 1 试验用粉末特性

Table 1 Characteristic of raw powders

Raw powder	Particle size/ $\mu\text{m}$	$\omega_{\text{O}}/\%$	Powder shape
PREP-1	150-200	0.08	Spherical
PREP-2	120-150	0.08	Spherical
HDH-1	80-100	0.22	Irregular
HDH-2	60-80	0.25	Irregular

表 2 EBSM 工艺参数

Table 2 Main scanning parameters of EBSM

Vacuum/ $\times 10^{-2}\text{Pa}$	Facular diameter/ mm	Scanning speed/ $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$	Bestrow percentage/%	Working current/ $\text{mA}$
3~5	0.3	35	50	2.0~3.0

由图 2 知，两种成形方式的试样显微组织均为细小的针状相，且截面中均无孔隙和裂纹存在。这是因为该工艺过程中一直存在着固态金属粉末、液态熔池和已凝固部分这 3 种状态。凝固的顺序自下而上，自然冷却，具有明显快速凝固技术中晶粒细小的特征<sup>[3]</sup>。晶粒越细小产生的晶界越多，而晶界不但可以阻碍滑移还能够阻碍裂纹的扩展，随着晶界数量的增多，在每一晶界处的应力集中就更小(应力分布更均匀)。因此细化晶粒不仅可以提高金属材料的强度，同时还可以提高其韧性。

### 2.2 致密度与提纯效果分析

不同扫描方向烧结件致密度列于表 3。由表中可以看出，不同扫描方式对应着的致密度不同，EBSM 工艺水平扫描方向所得材料密度较垂直方向更接近于全致密度。因为 EBSM 工艺过程可以认为是一个超固相线液相烧结(SLPS, Supersolidus Liquid Phase Sintering)的过程，提高了烧结件的致密度。由表 3 可以明显看出，水平扫描方向的烧结件致密度优于垂直扫描方向，是因为采用垂直扫描路径时扫描的层数增加，以及钛合金大的热阻系数使得合金晶粒较水平方向长大，气孔和缺陷

也同时增加，降低了致密度。

在高真空下气体在钛合金中的溶解度与它在气相中的分压的平方根成正比<sup>[3]</sup>，即：

$$R = K_R \sqrt{P_R} (\%) \quad (1)$$

式中： $R$  为气体  $R$  在金属中的溶解度，%； $K_R$  为气体  $R$  在金属中溶解的平衡常数； $P_R$  为气体在气相中的分解压。

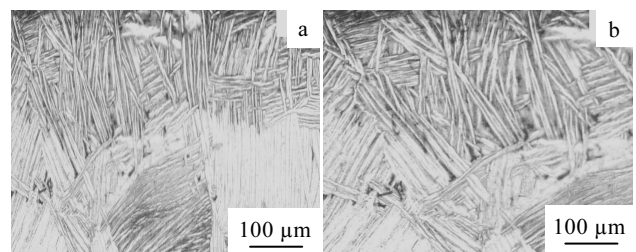


图 2 粉末钛合金水平(a)和垂直(b)成形方向的光学显微组织

Fig.2 Optical micrographs in different orientations: (a) horizontal and (b) vertical

表 3 不同扫描方向试样的相对密度

Scanning way	Horizontal	Vertical
Relative density/%	97	95

当温度一定时,  $K_R$  为常数。在成形过程中, 真空度愈高, 也就是分压值  $P_R$  愈低, 金属中的氢、氮等有害气体元素残留含量也就愈低, 材料中孔隙率降低, 致密度相应提高。

本实验工艺条件下烧结件成分分析结果见表 4。从表 4 可以看出, 该工艺对于 N、H 元素的提纯效果很明显, 均能满足合金杂质元素的要求; 但是对于 O 元素的提纯效果不是很明显, 这主要与 O 元素在真空下的提纯机制有关; 而合金粉末中的易挥发元素 Al、Sn 均存在不同程度的挥发, 尤其是 Al 元素的挥

发较为严重, 已经偏离了合金组分范围。原因为 Al 元素在高真空下极易挥发, 而且真空下易挥发组分的偏离也是该技术的一个瓶颈, 有待进一步研究。

因为实验所使用的 Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金的烧结机制为超固相线液相烧结, 该合金在 1000 °C 就会出现液相。在烧结过程中, Al-Sn 合金相也会同时向富 Ti 相扩散, 随着 Al-Sn 合金相扩散进入富 Ti 基相, 形成 Ti-Al-Sn 三元合金相, 颗粒间的瞬时液相就会消失。由于整个烧结过程在高真空下进行, 一些与合金中主要元素和杂质元素结合的氧元素会脱离出来, 通过不同途径逸向气相而被真空机排除, 粉末表面得以净化, 能够提高钛合金烧结活性。而电子束扫描过程中所形成的瞬时液相相对粉末颗粒表面净化作用有助于促进合金致密化, 提高合金的致密度<sup>[5,6]</sup>。

表 4 合金元素分析( $\omega/\%$ )

Table 4 Chemical composition of TA7

Elements	O	Al	Sn	N	H	Ti
GB/T3620.1-1994	$\leq 0.12$	4.50~5.75	2.0~3.0	$\leq 0.035$	$\leq 0.0125$	Bal.
Mixed powder	0.18	5.50	2.76	0.024	0.41	Bal.
Sintered part	0.13	3.89	2.30	0.018	0.002	Bal.

### 2.3 力学性能

烧结零件的力学性能及断口形貌见表 5 和图 3。

由表 5 可知: 采用 EBSM 工艺水平扫描方向所得材料的力学性能接近其锻造合金的水平。图 3 表明: 断口均匀分布着大量较深的韧窝, 断口特征为韧性断裂。

钛合金的力学性能主要取决于化学成分和显微组织<sup>[7]</sup>。EBSM 工艺烧结件拉伸性能高的最主要原因是提高了材料的致密度。孔隙是影响金属材料力学性能的主要因素, 大多数情况下孔隙的存在造成材料变形过程中的应力集中, 从而降低材料的强度和硬度。该工艺能够降低材料的孔隙率, 因而提高了材料的力学性能。由于该工艺自身的优点在于快速、选区的熔化, 随着电子束束斑的移开熔化的瞬时液相温度骤然降低, 熔液立即冷却, 具有很高的冷却速度, 此时晶粒的成核速度大于晶粒生长速度, 因而在如此高的冷却速度下, 就会产生很多的网篮状组织的细小针状晶粒(如图 3); 晶粒得到细化, 从而提高了屈服强度<sup>[4]</sup>, 材料的屈服强度随着晶粒度的减小而增大。

网篮状晶粒是由于电子束移开之后的瞬间, 熔池中熔液的热量传递给周围未熔的金属粉末, 故初期的冷却速度最快, 后来慢慢减小, 使得  $\beta$  区经较大的变形, 原始  $\beta$  晶界被破碎,  $\alpha$  或  $\alpha+\beta$  小片短而歪扭, 成为具有较小纵横比的网篮状组织。基体为针状  $\alpha$  相, 原始  $\beta$  相界清晰。此外, 由于电子束选区熔化可以有效地除去对钛合金力学性能有很大破坏作用的 O、N、

表 5 零件的力学性能

Table 5 Mechanical properties of parts

Subject	$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\Psi$ /%	$\delta$ /%
Forgen	785	680	25	12
Vertical	640	600	18	6
Horizontal	740	650	22	8

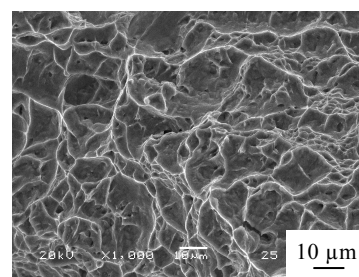


图 3 试样的断口形貌

Fig.3 Fracture appearance of sample by EBSM

H 间隙元素, 尤其是 O, 所以材料的塑性变形能力增强, 因而延性明显提高, 从而提高材料的力学性能。

研究表明, 只有在电子束扫描速率、光斑直径和真空度相匹配的情况下才会有效地提高材料的致密度和力学性能。高真空度对烧结件造成的不利影响一方面是合金中易挥发元素的挥发, 使得合金成分改变或元素偏析; 另一方面真空下过高的烧结温度, 使粉末中 Al、Sn 元素可能存在局部扩散速率太快而导致晶粒过度长大现象, 即纤维组织分布不均匀, 这种不

均匀的组织显然也不利于材料的强度和延性的提高。光斑的直径过大或较高的扫描速率会造成能量密度的减小(电子束能量密度的分布对直径呈高斯分布),使得部分粉末未熔或熔化不完全,破坏层与层之间的冶金结合,形成大的孔隙,从而降低材料的力学性能;而较小的光斑直径或较小的扫描速率除了会造成在高温下产生过多的液相,导致液相团聚而形成一些大空隙,降低材料的致密度,进而降低材料的力学性能外,瞬时液相量的增加还会容易造成液相发生聚集,即所谓的“球化效应”。一方面由于高温下 Al-Sn 液相中元素向 Ti 基体的扩散速率大于 Ti 元素的反向扩散速率,即发生偏扩散现象,因而会在烧结件中残余一些孔隙,大孔隙的存在会严重削弱材料的强度和延伸率。综上所述,EBSM 工艺在表 2 所示的工艺条件下,能够得到较佳的显微组织和力学性能。

### 3 结 论

1) 采用 EBSM 工艺可以得到高致密度和延伸率的 Ti-5Al-2.5Sn 合金零件。其中水平扫描方式制取零件的相对密度可以达到 97%,抗拉强度 740 MPa,断面收缩率 22%,接近锻造合金的性能水平。

2) EBSM 工艺对致密度和力学性能的贡献主要在于电子束选区熔化工艺的 SPLS 烧结过程中会产生瞬时液相和较快的凝固速率,同时高真空下粉末颗粒表面间隙元素 N、H、O 的逸出,净化原始颗粒表面,

提高粉末颗粒的烧结活性。

3) 本实验所取真空度为  $3.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^{-2}$  Pa、电子束斑直径为 0.3 mm、扫描速率为 35 mm/s 时可以得到高性能的钛合金零件。

### 参考文献 References

- [1] Tang Huiping(汤慧萍), Liu Yong(刘咏). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2004, 14(2): 244
- [2] Tang Huiping(汤慧萍), Huang Boyun(黄伯云). *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2004, 22(5): 293
- [3] Li Qingyun(李青云), Wang Daolong(王道隆). *Machining Handbook of Rare Metals Materials*(稀有金属材料加工手册)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1982
- [4] Pan Jinsheng(潘金生), Tian Minbo(田民波). *Fundamental of Materials Science*(材料科学基础)[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 1998
- [5] Hou Zengtao(候增涛), Tao Lanqin(陶岚琴). *Applied Ternary Alloy Phase Chart*(三元合金相图)[M]. Beijing: Science Technology Press, 1987
- [6] Peter Heinl, Andreas Rottmair. *Advanced Engineering Materials*[J], 2007, 9(5): 360
- [7] Christoph Leyens, Manfred Peters. *Titanium and Titanium Alloys*[M]. [S.I.]: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003

## Effect of Electron Beam Selective Melting on the Microstructure and Mechanical Properties of Ti Alloy

Yang Xin<sup>1,2</sup>, Xi Zhengping<sup>2</sup>, Liu Yong<sup>1</sup>, Tang Hhuiping<sup>2</sup>, Qi Haibo<sup>3</sup>

(1. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

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

(3. Tsinghua University, Beijing 100084, China)

**Abstract:** The microstructure and mechanical property of forming parts by electron beam selective melting (EBSM) for ELI Ti-5Al-2.5Sn metal powder were investigated by means of optical microstructure and SEM, and universal mechanical testing machine. The results indicate that the density, the elongation and the room temperature strength of the forming parts are improved effectively according to zigzag scanning way with a vacuum of  $3.0 \times 10^{-2}$  to  $5.0 \times 10^{-2}$  Pa and a current of 2.0 to 3.0 mA. The relative density, the tensile strength and the elongation are 97%, 740 MPa and 8%, respectively, close to the properties of forging parts, due to the transit liquid phase from the electron beam high energy utilization during sintering. Meanwhile, the cleaned surfaces of powders in vacuum improve the sintering actively. A rapid condensation process makes forming fine grains easy, while the increase of density and the refinement of grains are helpful to improve the mechanical properties of parts.

**Key words:** rapid prototyping; electron beam; titanium alloy; mechanical property

Biography: Yang Xin, Candidate for Ph.D., State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, P. R. China, Tel: 0086-29-86231095, E-mail: yangxin0301@163.com; Corresponding Author: Tang Huiping, Tel: 0086-29-86231095