

激光选区熔化 Ti-6Al-4V 合金纳米压痕蠕变研究

董广辉, 杨诗婷, 姜爱峰, 郎风超, 田宪会, 李继军

(内蒙古工业大学 理学院, 呼和浩特 010051)

摘要: **目的** 研究原始态和退火态激光选区熔化 Ti-6Al-4V 合金的室温压痕蠕变特性。**方法** 利用光学显微镜观察原始态和退火态激光选区熔化 Ti-6Al-4V 合金的显微组织。基于纳米压痕技术结合恒载荷法, 测量原始态和退火态合金在室温下的最大压痕深度、蠕变位移和蠕变速率敏感指数等压痕蠕变参数, 并分析两种状态下合金的蠕变机理。**结果** 原始态合金的显微组织几乎全为 α 相, 退火态合金的显微组织为网篮组织。荷载分别为 200、300、400 mN 时, 加载阶段原始态合金的最大压痕深度比退火态合金的最大压痕深度分别提高 43%、42%、34%; 保载阶段, 原始态合金的蠕变位移比退火态合金的蠕变位移分别提高 129%、128%、139%。原始态合金的蠕变速率敏感指数 m 值分别为 0.054、0.050、0.046, 退火态合金的 m 值分别为 0.041、0.032、0.022, 相同荷载下原始态的 m 值均大于退火态的 m 值。**结论** 退火处理形成的网篮组织, 使退火态合金的蠕变速率敏感指数 m 值降低, 从而使其蠕变抗力增强。原始态和退火态激光选区熔化 Ti-6Al-4V 合金的蠕变机理均为位错蠕变。

关键词: 激光选区熔化; 纳米压痕; Ti-6Al-4V; 压痕蠕变; 蠕变速率敏感指数 m

中图分类号: V261.8 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)02-0252-08

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.02.031

Nanoindentation Creep of Ti-6V-4V Alloy Prepared by Selective Laser Melting

DONG Guang-hui, YANG Shi-ting, JIANG Ai-feng, LANG Feng-chao, TIAN Xian-hui, LI Ji-jun

(School of Sciences, Inner Mongolia University of Technology, Hohhot 010051, China)

ABSTRACT: The work aims to study the indentation creep properties of Ti-6Al-4V alloy by laser selective melting in the primitive and annealed states. The microstructure of the Ti-6Al-4V alloy by selective laser melting in the primitive state and annealed state was observed by optical microscope and the indentation creep parameters of primitive and annealed alloys at room temperature were measured by nanoindentation technique combined with constant load method, such as maximum indentation depth, creep displacement and creep strain rate sensitivity. Then, the creep mechanism of alloys in two states was

收稿日期: 2019-06-03; 修订日期: 2019-11-02

Received: 2019-06-03; Revised: 2019-11-02

基金项目: 国家自然科学基金 (1172013, 11562016); 内蒙古自然科学基金 (2018MS01013); 内蒙古工业大学科学研究项目 (ZZ201812, ZY201818)

Fund: Supported by National Natural Science Foundation of China (1172013, 11562016) and Inner Mongolia Natural Science Foundation (2018MS01013) and Scientific Research Project of Inner Mongolia University of Technology (ZZ201812, ZY201818)

作者简介: 董广辉 (1995—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为实验力学。

Biography: DONG Guang-hui (1995—), Male, Master, Research focus: experimental mechanics.

通讯作者: 杨诗婷 (1981—), 女, 博士, 讲师, 主要研究方向为实验力学。邮箱: yang8191384@163.com

Corresponding author: YANG Shi-ting (1981—), Female, Doctor, Lecturer, Research focus: experimental mechanics. E-mail: yang8191384@163.com

引文格式: 董广辉, 杨诗婷, 姜爱峰, 等. 激光选区熔化 Ti-6Al-4V 合金纳米压痕蠕变研究[J]. 表面技术, 2020, 49(2): 252-259.

DONG Guang-hui, YANG Shi-ting, JIANG Ai-feng, et al. Nanoindentation creep of Ti-6V-4V alloy prepared by selective laser melting[J]. Surface technology, 2020, 49(2): 252-259.

analyzed. The microstructure of primitive alloys was almost composed of α phase, and the microstructure of annealed alloys was basket tissue. When the loads were 200 mN, 300 mN and 400 mN respectively, the maximum indentation depth of primitive alloy increased by 43%, 42% and 34% compared with that of annealed state alloy at loading stage, and the creep displacement of primitive state alloy increased by 129%, 128% and 139% compared with that of annealed state alloy at holding stage; the creep strain rate sensitivity m values corresponding to the primitive state alloys were 0.054, 0.050 and 0.046 respectively, and the m values of annealed alloys were 0.041, 0.032 and 0.022 respectively. The m value of the primitive state was greater than the m value of the annealed state under the same load. The basket structure formed by annealing reduced the creep rate sensitive index m of the annealed state, thus enhancing the creep resistance. The creep mechanism of Ti-6Al-4V alloy prepared by selective laser melting in the primitive and annealed state is dislocation creep.

KEY WORDS: nanoindentation; laser selective melting; Ti-6Al-4V; indentation creep; creep strain rate sensitivity m

钛合金具有比强度高、耐蚀性好、耐热性高等优点, 主要用于航空航天、汽车、医疗等领域^[1]。Ti-6Al-4V (TC4) 合金作为一种用途广、用量多的钛合金, 具有冲击韧性高、杨氏模量低、耐腐蚀、高低温性能出色等优点, 主要用于制造汽车发动机的螺旋叶片、飞机起落架、医用人造关节等。随着 TC4 钛合金的应用越来越广泛, 传统铸造技术已经无法满足精密复杂件的制备需求^[2]。激光选区熔化技术 (Selective Laser Melting, SLM) 是一种新型的增材制造技术, 不同于传统的切削、钻铣、焊接等加工工艺, 以材料逐层叠加的方式制作三维实体零件, 该技术消除了传统加工方法对几何形状的限制, 能够简便和精确地获得个性化、整体化、功能化的复杂三维结构。采用该技术制备的 TC4 钛合金兼具传统铸造 TC4 钛合金的优点, 而且能制造出完美冶金结合、致密度高的金属器件, 在屈服强度、抗拉强度、生物相容性等方面均比铸造 TC4 钛合金有明显提高^[3-4]。

然而, 与传统铸件相比, TC4 钛合金在激光熔化快速凝固过程中会形成分布均匀的针状马氏体^[3,5], 提高致密度和强度但降低塑性^[6]。同时, SLM 成形过程中, 由于较大温度梯度极易在材料内部积聚残余应力^[7], 引起构件的变形、开裂以及层间分离, 对构件的正常功能和结构完整性造成损害^[8-9]。合适的热处理工艺能优化 TC4 钛合金的显微组织, 释放加工过程中产生的残余应力, 从而改善其力学性能^[10-11]。

蠕变是指在应力保持不变的情况下, 固体材料的应变随时间缓慢增加的现象。TC4 钛合金在使用过程中受到长期外荷载的影响, 会产生蠕变松弛, 从而影响材料的使用寿命, 因此研究 SLM 制备 TC4 钛合金的蠕变行为, 对其在生产实践中的应用具有重要的参考价值。

传统蠕变研究大多采用单向拉压试验, 在恒载情况下分析材料的蠕变情况。杨西荣等人^[12]对复合加工的工业纯钛通过单轴拉伸实验得到其蠕变应力指数, 并判断其室温蠕变机理为位错滑移。彭剑等人^[13]通过拉伸试验对工业纯钛 TA2 在不同温度下进行蠕变研究, 结果表明, 等时应力应变曲线的温度相关性与工业纯

钛的蠕变行为的温度相关性存在关联。Reis 等人^[14]通过标准拉伸蠕变机研究了激光氮化处理对 TC4 蠕变的影响, 结果表明, 氧化作用越小, 蠕变行为越好。由于材料在常温下的蠕变现象并不明显, 因此采用传统方法得到的蠕变参数准确率较低。纳米压痕是一种无损、可靠、高效的新型测试技术, 可以在纳米尺度上测量材料的蠕变行为, 而且测量结果准确度较高、操作简便、用时较短。

孟龙晖等人^[15]对铸造 TC4 钛合金利用纳米压痕法, 通过控制不同的加载速率得到了 TC4 钛合金室温蠕变应力指数。刘凯等人^[16]利用纳米压痕法对 3 GPa 处理后的 TC4 钛合金蠕变行为进行了研究, 分析得到 3 GPa 压力处理能细化 TC4 钛合金组织, 增大合金的硬度, 有效提高了 TC4 钛合金室温抗蠕变能力。Muhtahid 等人^[17]利用纳米压痕技术测量了 LPBF 技术制备的 TC4 钛合金在不同荷载下的蠕变应力指数, 并采用多种材料制作方案进行研究, 结果表明, 其蠕变机理为位错蠕变。目前, 对于 TC4 钛合金的蠕变性能研究多是基于传统铸造材料, 对激光选区熔化制备的 TC4 钛合金及其在退火处理后的蠕变性能研究较少。本文运用纳米压痕法研究了 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态室温下的蠕变性能, 为 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态的室温蠕变研究提供依据。

1 材料及实验方法

1.1 实验材料及 SLM 成形设计

本实验选用 TC4 钛合金粉末作为 SLM 成形材料, 其化学成分如表 1 所示, 主要由 Ti、Al、V 三种元素构成。图 1 为粉末的微观形貌, 粉末球形度较高, 平均粒径为 30 μm 。采用德国 Concept Mlab cusing R 金属快速成形机制备 TC4 钛合金试样, 以体积分数为 99.9% 的氩气为保护气体, 扫描方式为逐层交替扫描, 成形工艺参数如表 2 所示。成形件为 60 mm×60 mm×3 mm 的立方体, 沿平行于扫描方向切取 10 mm×2 mm×3 mm 的长方体试样, 如图 2 所示。

表1 TC4钛合金粉末的化学成分
Tab.1 Chemical composition of TC4 titanium alloy powder

Al	V	Fe	N	C	Ti
6.3%	4.1%	0.09%	0.03%	0.02%	Bal.

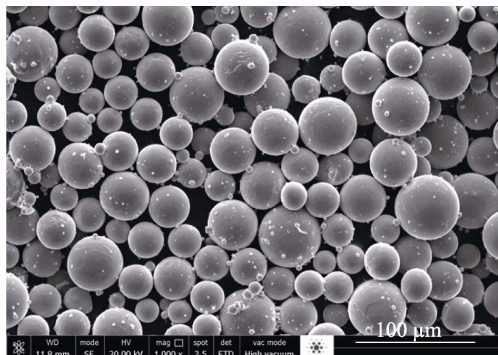


图1 Ti-6Al-4V粉末的微观形貌
Fig.1 Microstructure of Ti-6Al-4V powder

表2 TC4钛合金SLM成形参数
Tab.2 Parameters of titanium alloy formed by SLM

Laser power/ W	Scanning speed/ (mm·s ⁻¹)	Layer thickness/ μm
320	1200	60

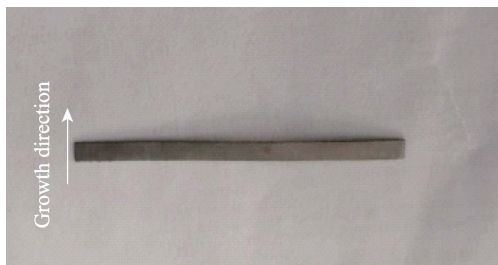


图2 切取后的试样形貌
Fig.2 Morphology of cut sample

1.2 热处理工艺

采用合肥科晶的 OTF-1200X 型箱式退火炉,对 SLM 成形 TC4 钛合金进行退火处理。退火处理可以消除试件加工过程中产生的残余应力,优化其组织结构,提高其塑性。TC4 钛合金的再结晶温度为 750 ℃,β 相变温度为 995 ℃,退火温度宜介于二者之间,避免形成魏氏体组织,使合金性能退化^[18]。肖振楠等^[11]的研究表明,采用 840 ℃/2 h/AC 退火处理,可使 SLM 成形 TC4 钛合金获得较佳的强度/塑性匹配。因此本文选取的退火温度为 840 ℃,然后恒温 4 h,最后进行真空冷却处理。

1.3 蠕变测试

将 SLM 制备的原始态和退火态 TC4 钛合金线切

割成长矩形,再分别截取 10 mm×10 mm×3 mm 的试样。对试件表面采用粒度为 800~5000 μm 砂纸进行打磨,之后用抛光机进行抛光处理,在抛光过程中加入 W1.0~W0.1 的金刚石抛光膏,抛光直至表面粗糙度小于 0.1 μm。将抛光后的合金进行化学腐蚀,腐蚀剂为 V(氢氟酸):V(乙酸):V(水)=1:3:7。通过 Leica DMLM 金相显微镜观察原始态和退火态合金的金相组织。

纳米压痕实验选用 Agilent Technologies 公司生产的 Nano indenter G200 纳米压痕仪,该仪器可以进行准静态纳米压痕测试和划痕测试,其压头为 Berkovich 金刚石压头,Nano G200 纳米压痕仪的最大荷载约为 500 mN。为了研究不同荷载下材料的压痕深度和蠕变特征,选择最大荷载分别为 200、300、400 mN 进行实验。对镜面抛光后的原始态和退火态试件进行纳米压痕实验,实验分为加载、保载、卸载三个阶段。首先压头以 10 nm/s 的速度接近试件表面,到达最大荷载时间均设定为 100 s;待加载至设定的最大荷载后进行保载,为了使保载阶段的压痕蠕变趋于稳定,保持时间设置为 400 s;然后进行卸载,当卸载到最大荷载的 10%,将保持 60 s,以避免热漂移效应对实验结果产生误差。为避免相邻压痕点之间产生影响,相邻压痕点之间的间距均大于 50 nm。为了提高实验的精度,各组测量重复 3 次,对实验结果取 3 次的平均值。

2 计算原理

蠕变阶段材料的压痕应变速率 $\dot{\varepsilon}_i$ 可以用公式(1)表示^[19],材料硬度的表达式见式(2)。其中, \dot{h} 表示瞬时位移速率($\dot{h} = \frac{\partial h}{\partial t}$), h 表示瞬时压痕深度, \dot{P} 表示加载速率, P 表示压痕荷载, A 表示瞬时荷载下接触面积的投影。公式(1)表明,在恒定加载速率情况下,合金的压痕应变速率 $\dot{\varepsilon}_i$ 会随着压入深度的增加而变化。由于实际测量时压头可能存在钝化现象,需要对此面积函数做修正,修正后的面积函数公式为 $A = 24.56(h_c + 0.06R)^2$ 。其中, h_c 表示瞬时接触深度,即压头压入被测材料时与被压物体完全接触的深度,本实验压头钝化半径 R 约为 100 nm。

$$\dot{\varepsilon}_i = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{2} \frac{\dot{P}}{P} \quad (1)$$

$$H = \frac{P}{A} \quad (2)$$

硬度是材料局部抵抗外力变形的能力。常温条件下,在材料的加工硬化能力一定时,材料的硬度值是应变速率的函数^[20]:

$$H = C_1 \sigma = C_2 (\dot{\varepsilon}_u)^m \quad (3)$$

式中: σ 称为单轴流变应力, $\dot{\varepsilon}_u$ 称为单轴应变速

率, C_1 、 C_2 为与材料本身相关的常数, m 称为蠕变速率敏感指数。

由于蠕变过程与压痕区向材料内部扩展的速率有关, 硬度与应变速率的关系有:

$$H = k \dot{\varepsilon}_i^m \quad (4)$$

式中: k 为一个与材料本身有关的压痕常数, m 为蠕变速率敏感指数。对(4)式取双对数, 可以得到蠕变速率敏感指数 m 公式:

$$m = \frac{\partial(\lg H)}{\partial(\lg \dot{\varepsilon}_i)} \quad (5)$$

3 结果与分析

3.1 显微组织

图 3a—b 和图 3c—d 分别是 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态不同放大倍数下的金相组织图, 其成型件的显微组织由片状 α 相加少量的晶间 β 相。从

图 3a 中可以看出, 晶粒沿着垂直于激光覆熔 (水平) 的方向排列或略有倾斜。从图 3b 可以看出, 在晶粒内部, 含有大量针状 α 相, 类似于针状马氏体^[3]。同时, 晶粒生长的方向各有不同, 当针状 α 相生长至晶界时, 它就会停止生长, 由于激光选区熔化采用逐层铺粉的原则, 覆熔层存在未完全熔化的金属粉末, 待激光进行下一层熔化, 促进上层未熔化的金属粒球再次熔融, 晶粒便会沿着吸收能量的方向继续生长。这种组织方向性强, 导致合金塑性较差, 强度较高。退火后的 TC4 金相展示出与原始态较为明显的差异, 由于合金是激光熔化成形, 在成形过程中的热梯度差会在合金内部产生残余应力。从图 3c 中可以看出, 退火态的 TC4 钛合金原始晶界变得不再连续, 减少甚至消失^[21], 从图 3d 中可以看出, 退火态合金的显微组织呈现出一种不同取向的 α 相马氏体板条, 此组织称为网篮组织, 其中大约与水平呈 60° 夹角的马氏体, 是过饱和溶体 β 相在冷却过程中析出的, 其中阿尔法板条间还含有少量黑色的 β 相。网篮组织的强度略微降低, 但是塑性得到增强^[22]。

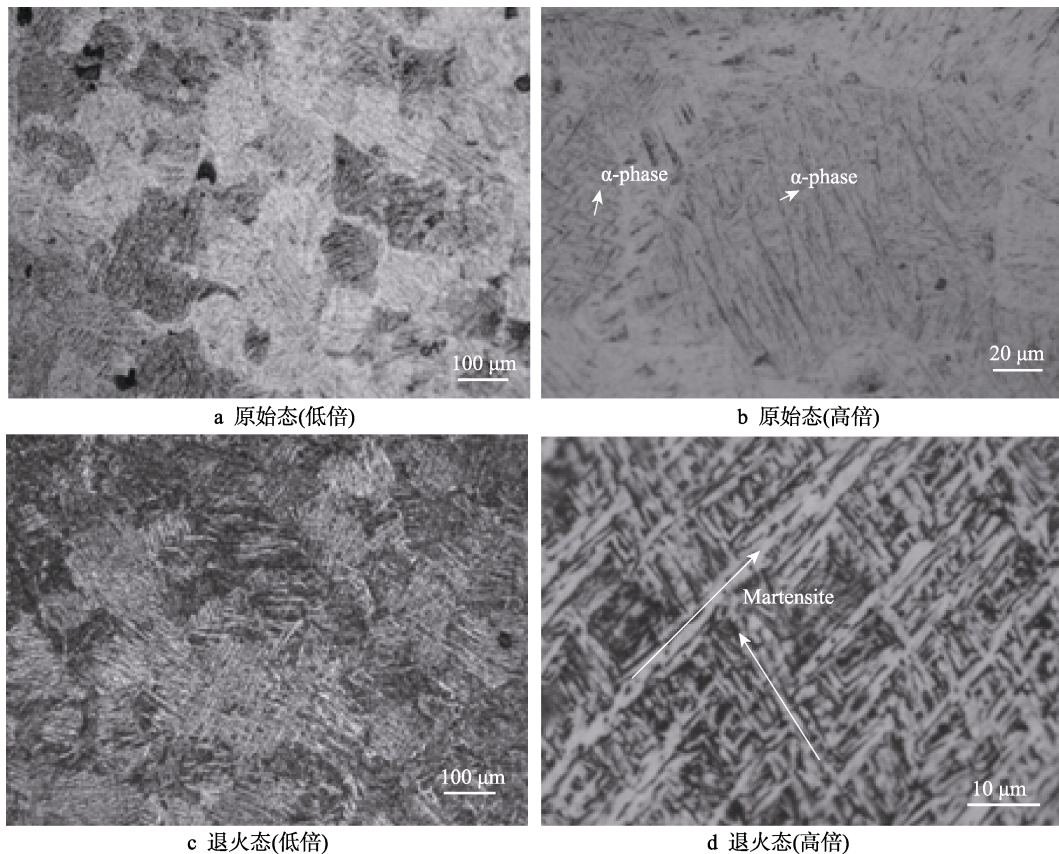


图 3 SLM 制备钛合金显微组织

Fig.3 Microstructure of titanium alloys prepared by SLM: a) primitive state; b) primitive state; c) annealed state; d) annealed state

3.2 纳米压痕结果分析

图 4 是卸载以后材料表面的形貌, 可以看出, 材料表面形成了一个类似于三棱锥的压痕凹陷区, 这与 Berkovich 金刚石压头的形状是一致的, 压痕凹陷的原因是材料的塑性变形和蠕变变形。

图 5 和图 6 分别是 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态不同荷载下的荷载与位移的关系, 可以看出, 实验共进行了加载、保载、卸载三个阶段, 材料在加载阶段的曲线接近重合, 保载阶段的蠕变平台也非常明显。对于原始态合金, 在加载阶段结束时, 三组最大荷载 200、300、400 mN 对应的压痕深度分

别为 1475、1790、2034 nm, 随着最大荷载的增加, 合金在加载阶段结束时的压痕深度增大; 保载阶段, 三组荷载下对应的蠕变位移分别为 78、98、103 nm, 300 mN 和 400 mN 荷载下的蠕变位移相近, 均大于 200 mN 荷载下的蠕变位移。从三组荷载下合金压痕深度的差异可以说明, 荷载变化是合金产生弹塑性变形的的主要原因。由图 6 可以看出, 退火态合金在加载阶段呈现出和原始态合金相同的趋势, 随着最大荷载的增加, 合金在加载阶段结束时对应的压痕深度值增

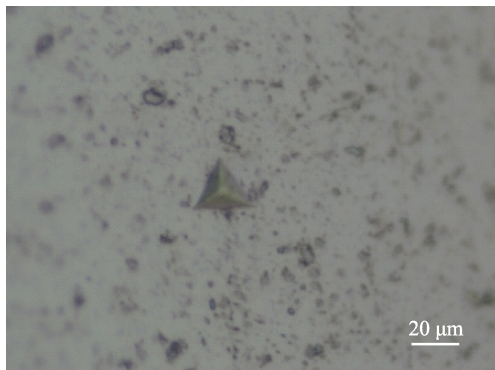


图 4 卸载后试样表面残余压痕形貌
Fig.4 Morphology of residual indentation on the specimen surface after unloading

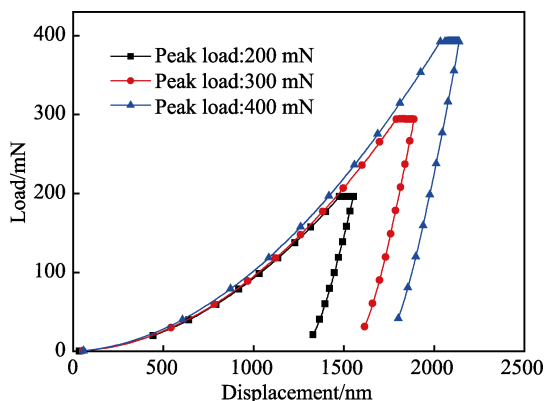


图 5 SLM 制备 TC4 钛合金原始态荷载与位移的关系
Fig.5 Relationship between load and displacement of TC4 alloy prepared by SLM in primitive state

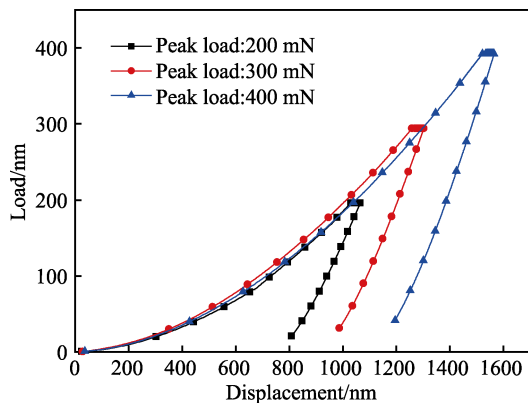


图 6 SLM 制备 TC4 钛合金退火态荷载与位移的关系
Fig.6 Relationship between load and displacement of TC4 alloy prepared by SLM in annealed state

加, 三组荷载对应压痕深度分别为 1030、1259、1522 nm; 同样在保载阶段, 300 mN 和 400 mN 荷载下的蠕变位移相近约为 43 nm, 大于 200 mN 荷载下的蠕变位移为 34 nm。根据纳米压痕实验测得, SLM 制备 TC4 钛合金原始态的弹性模量为 124 GPa, 刚度为 1.23×10^6 N/m, 而退火态的弹性模量为 166 GPa, 刚度为 0.95×10^6 N/m, 经过退火处理后, 原始态合金的弹性模量变大, 而刚度降低。

图 7a—c 分别为 SLM 制备 TC4 钛合金相同最大荷载下原始态和退火态的荷载与位移的关系。从图 7a 可

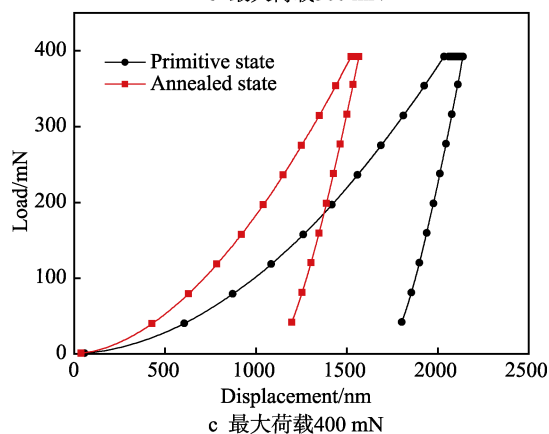
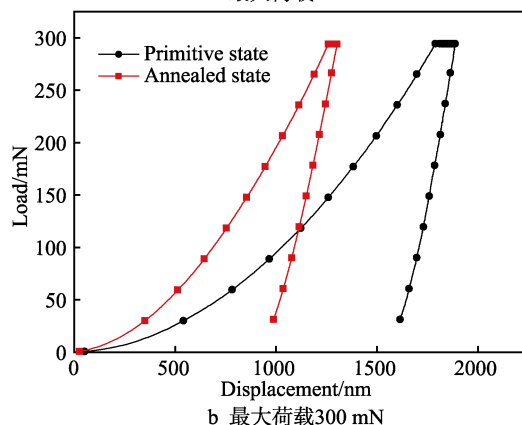
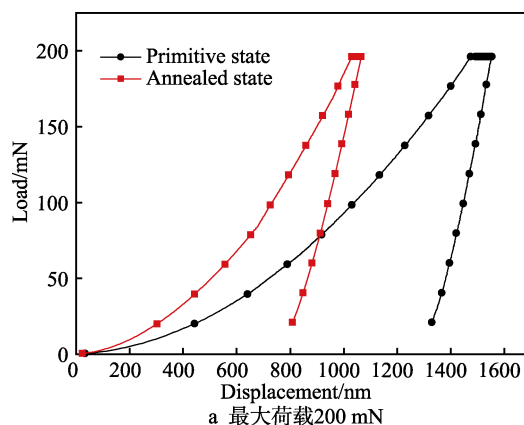


图 7 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态相同最大荷载下荷载与位移的关系

Fig.7 Relationship between load and displacement under the same load of TC4 alloy prepared by SLM in primitive state and annealed state: a) peak load 200 mN; b) peak load 300 mN; c) peak load 400 mN

以看出,当加载至最大荷载 200 mN 时,原始态合金的瞬时压痕深度比退火态合金的瞬时压痕深度大,原始态合金的瞬时压痕深度为 1475 nm,而退火态合金的瞬时压痕深度只有 1030 nm。保载阶段结束时,原始态合金的蠕变位移比退火态的蠕变位移大,原始态合金的蠕变位移为 78 nm,退火态的蠕变位移为 34 nm。从图 7b 和 7c 中可以看出,最大荷载分别为 300 mN 和 400 mN 情况下,原始态和退火态荷载与位移的关系也表现出与图 7a 相同的特征。另外,随着保载阶段最大荷载的增加,原始态与退火态两者的蠕变位移之差越来越大。这是因为退火处理过程中产生大量紧密排列的马氏体,导致合金的硬度增加,使得退火态合金的压痕深度小于原始态合金的压痕深度,网篮组织在一定程度上限制了合金的蠕变变形,从而使退火态合金的蠕变抗力增强。

3.3 蠕变分析

图 8 是 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态在保载阶段的蠕变位移-时间曲线,一般材料的蠕变阶段可以分为瞬时蠕变、稳态蠕变和加速蠕变三个阶段^[23]。从曲线中可以看到,在初始阶段,即瞬时蠕变阶段蠕变位移增长迅速,后期曲线趋于平缓,蠕变位移增长缓慢,说明合金由瞬时蠕变阶段进入稳态蠕变阶段,传统金属材料压缩蠕变主要经历瞬时蠕变和稳态蠕变两个阶段。对蠕变阶段的位移-时间曲线进行拟合(所拟合曲线的 R^2 均大于 0.98),再利用公式(1),便得到了 SLM 制备 TC4 钛合金在原始态和退火态蠕变阶段的压痕应变速率-时间曲线,如图 9—10。从图 9 可以看出,三组荷载下,原始态合金在蠕变阶段的三组应变速率均展现出相同的变化趋势,在瞬时蠕变阶段,合金的应变速率较高,呈快速下降的状态;稳态蠕变阶段,原始态合金的应变速率下降缓慢且最终趋向于 0。而退火态合金的三组应变速率略有不同,相同时间点,200 mN 荷载下的应变速率大于 300、400 mN 的应变速率。

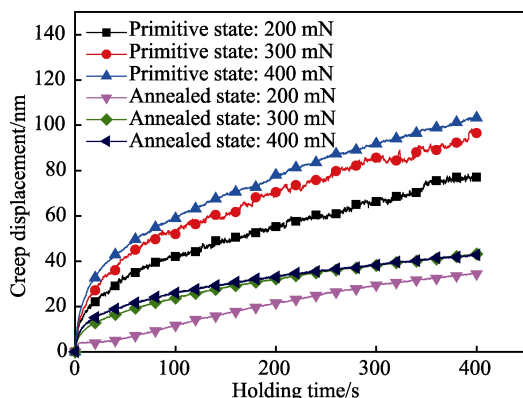


图 8 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态蠕变阶段位移与时间的关系

Fig.8 Relationship between displacement and time of TC4 alloy prepared by SLM in the creep stage by primitive state and annealed state

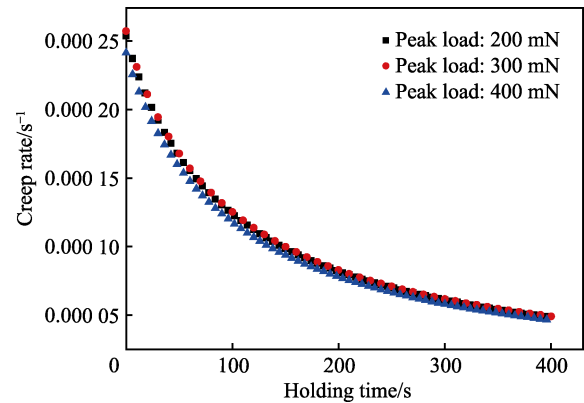


图 9 SLM 制备 TC4 钛合金原始态蠕变阶段应变速率与时间的关系

Fig.9 Relationship between strain rate and time of TC4 alloy prepared by SLM at creep stage of primitive state

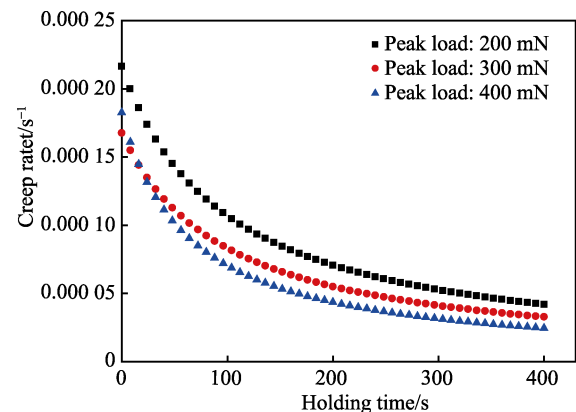


图 10 SLM 制备 TC4 钛合金退火态蠕变阶段应变速率与时间的关系

Fig.10 Relationship between strain rate and time of TC4 alloy prepared by SLM at creep stage of annealed state

图 11、图 12 为 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态在保载阶段的硬度-时间曲线,合金的硬度根据公式(2)求得。从图 11—12 中可以看出,SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态的硬度随着保载时间的增加逐渐减小。相同荷载下,原始态合金在蠕变阶段的最大压痕深度大于退火态合金的最大压痕深度,所以退火态合金的最大硬度大于原始态合金的最大硬度。为了研究稳态蠕变阶段的蠕变速率敏感指数 m ,选取蠕变中后期作为研究对象。利用公式(5)建立蠕变阶段的硬度与应变速率的双对数曲线,即选取图 9—11 与图 10—12 中的硬度与应变速率作为双对数坐标轴,并进行线性拟合,便分别得到了 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态的蠕变速率敏感指数 m ,如图 13 所示。

图 13 中拟合直线的 R^2 值均大于 0.98,说明拟合得到的 m 值较为准确。荷载为 200、300、400 mN 时,对应的 SLM 制备 TC4 钛合金原始态在稳态蠕变阶段的蠕变速率敏感指数 m 分别为 0.054、0.050、0.046,SLM 制备 TC4 钛合金退火态的 m 值分别为 0.041、0.032、0.022。

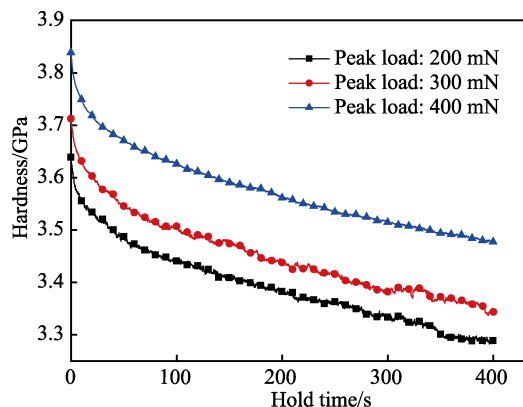


图 11 SLM 制备 TC4 钛合金原始态蠕变阶段硬度-时间曲线

Fig.11 Relationship between hardness and time of TC4 alloy prepared by SLM at creep stage of primitive state

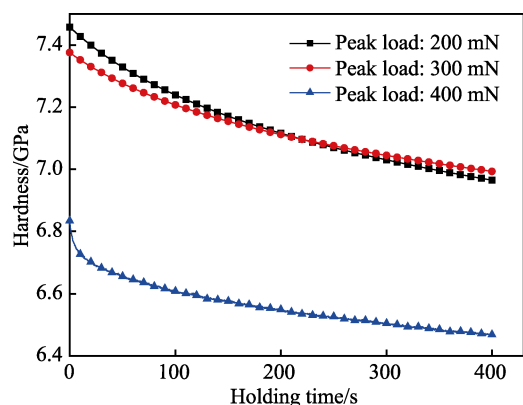


图 12 SLM 制备 TC4 钛合金退火态蠕变阶段硬度-时间曲线

Fig.12 Relationship between hardness and time of TC4 alloy prepared by SLM at creep stage of annealed state

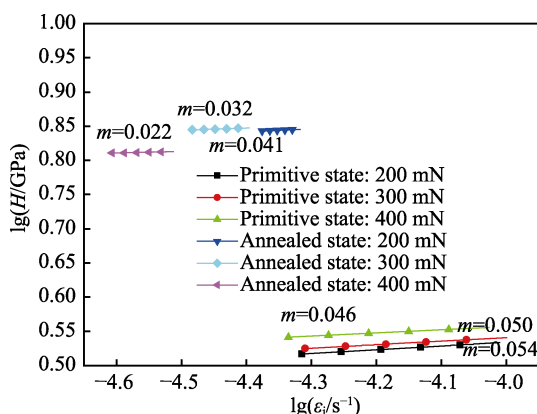


图 13 SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态硬度-压痕应变速率双对数曲线

Fig.13 Hardness-indentation strain rate logarithmic LG curves of TC4 alloy prepared by SLM under primitive and annealed state

蠕变的微观机理与材料内部组织结构的变化以及位错组态与行为密切相关。材料在外加荷载作用下产生应力后,晶体中的位错会发生运动而引起塑性变

形,位错在塑性变形时形成,导致位错增殖^[24-25]。本文研究的是原始态和退火态 TC4 合金在室温下的蠕变,实验温度远低于 TC4 合金的再结晶温度($0.5 T_m$),因此原始态和退火态合金的压痕蠕变均由位错蠕变产生^[17]。

造成蠕变速率敏感指数 m 值较为分散的原因,可能是合金内部的位错攀移和位错节点^[26]。相同状态下的 TC4 钛合金所承受的荷载越大,所对应的 m 值就越小,即在该荷载下合金抵抗蠕变变形的能力增强。另外,SLM 制备 TC4 钛合金的退火态的 m 值要小于原始状态的 m 值,这也说明该退火处理方式形成的网篮组织在一定程度上限制了合金的蠕变变形,致使合金的蠕变抗力增强,这与前面得到的结论相吻合。

传统铸造 TC4 钛合金的蠕变应力指数 n 为 7 左右^[15],而本实验数据转换成蠕变应力指数 n 的结果远大于传统铸造合金的蠕变应力指数 n ,说明 SLM 技术制备的 TC4 钛合金的蠕变抗力比传统铸造 TC4 钛合金的蠕变抗力高,这可能是由于激光选区熔化技术对材料成形件的致密度、冶金结合等方面有极大的提升,从而使 SLM 技术制备的 TC4 钛合金更有益于在荷载下长期服役。

4 结论

1) SLM 制备 TC4 钛合金原始态的显微组织主要为片状 α 相,退火态合金的显微组织为网篮组织,含有大量相互交叉的 α 相马氏体。

2) 纳米压痕实验结果表明,荷载变化是引起材料弹塑性变形的主因,相同荷载下原始态合金的压痕深度大于退火态合金的压痕深度,原始态合金的蠕变位移大于退火态合金的蠕变位移。

3) 荷载分别为 200、300、400 mN 对应 SLM 制备 TC4 钛合金稳态蠕变阶段,原始态合金的蠕变速率敏感指数 m 值分别为 0.054、0.050、0.046,退火态合金的 m 值分别为 0.041、0.032、0.022,相同荷载下原始态合金的蠕变速率敏感指数 m 值大于退火态的蠕变速率敏感指数 m 值,这是因为网篮组织限制了退火态合金的蠕变变形,导致退火态合金的蠕变抗力增强。

4) SLM 制备 TC4 钛合金原始态和退火态的蠕变机理均为位错蠕变。

参考文献:

- [1] 朱知寿. 我国航空用钛合金技术研究现状及发展[J]. 航空材料学报, 2014, 34(4): 44-50.
ZHU Zhi-shou. Recent research and development of titanium alloys for aviation application in China[J]. Journal of aeronautical materials, 2014, 34(4): 44-50.
- [2] 张世凯, 马盼, 柯林达, 等. 增材制造钛合金微观组织

- 及性能研究进展[J]. 轻工机械, 2019, 37(2): 1-5.
ZHANG Shi-kai, MA Pan, KE Lin-da, et al. Microstructure and properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated with additive manufacturing[J]. Light industry machinery, 2019, 37(2): 1-5.
- [3] 朱加雷, 王凯, 马桂殿, 等. TC4 钛合金激光选区熔化成形性能研究[J]. 应用激光, 2017, 37(6): 793-800.
ZHU Jia-lei, WANG Kai, MA Gui-dian, et al. Study on TC4 titanium alloy selective laser melting forming mechanical properties[J]. Applied laser, 2017, 37(6): 793-800.
- [4] 张玮航, 张虎, 李英姿, 等. 3D 打印激光快速成型牙科种植体的制备及其机械性能分析[J]. 吉林大学学报(医学版), 2017, 43(1): 52-56.
ZHANG Wei-hang, ZHANG Hu, LI Ying-zi, et al. Preparation of 3D printing laser rapid prototyping dental implants and analysis on their mechanical properties[J]. Journal of Jilin University(medicine edition), 2017, 43(1): 52-56.
- [5] LIU Jiang-wei, SUN Qi-dong, ZHOU Chang-an, et al. Achieving Ti6Al4V alloys with both high strength and ductility via selective laser melting[J]. Materials science & engineering A, 2019, 766: 138319.
- [6] 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): 0601007.
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): 0601007.
- [7] YILBAS B S, AKHTAR S S. Laser bending of metal sheet and thermal stress analysis[J]. Optics & laser technology, 2014, 61: 34-44.
- [8] KEMPEN K, VRANCHEN B, BULS S, et al. Selective laser melting of crack-free high density M2 high speed steel parts by base plate preheating[J]. Journal of manufacturing science & engineering, 2014, 136(6): 569.
- [9] OLAKANMI E O, COCHRANE R F, DALGARNO K W. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties [J]. Progress in materials science, 2015, 74: 401-477.
- [10] VRANCHEN B, THIJS L, KRUTH J P, et al. Heat treatment of Ti6Al4V produced by selective laser melting: Microstructure and mechanical properties[J]. Journal of alloys and compounds, 2012, 541: 177-185.
- [11] 肖振楠, 刘婷婷, 廖文和, 等. 激光选区熔化成形 TC4 钛合金热处理后微观组织和力学性能[J]. 中国激光, 2019, 44(9): 0902001.
XIAO Zhen-nan, LIU Ting-ting, LIAO Wen-he, et al. Microstructure and mechanical properties of TC4 titanium alloy formed by selective laser melting after heat treatment[J]. Chinese journal of lasers, 2017, 44(9): 0902001.
- [12] 杨西荣, 陈小龙, 罗雷, 等. 复合加工制备的超细晶工业纯钛室温蠕变行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2018, 47(7): 2126-2131.
YANG Xi-rong, CHEN Xiao-long, LUO Lei, et al. Creep behavior of ultra-fine grained CP Ti processed by combined deformation at room temperature[J]. Rare metal materials and engineering, 2018, 47(7): 2126-2131.
- [13] 彭剑, 周昌玉, 代巧, 等. 工业纯钛中低温蠕变的等时应力应变曲线[J]. 稀有金属材料与工程, 2016, 45(2): 346-352.
PENG Jian, ZHOU Chang-yu, DAI Qiao, et al. Isochronous stress-strain curves of CP-Ti at low and intermediate temperatures[J]. Rare metal materials and engineering, 2016, 45(2): 346-352.
- [14] ADRIANO G D R, DANIELI A P R, CARLOS D M N, et al. Creep behavior study at 500 °C of laser nitrided Ti-6Al-4V alloy[J]. Journal of materials research & technology, 2013, 2(1): 48-51.
- [15] 孟龙晖, 杨吟飞, 何宁. 纳米压痕法测量 Ti6Al4V 钛合金室温蠕变应力指数[J]. 稀有金属材料与工程, 2016, 45(3): 617-622.
MENG Long-hui, YANG Yin-fei, HE Ning. Nanoindentation measurement of creep stress exponent of Ti6Al4V alloy at room temperature[J]. Rare metal materials and engineering, 2016, 45(3): 617-622.
- [16] 刘凯. 3 GPa 压力处理对 TC4 钛合金室温蠕变性能的影响[J]. 铸造技术, 2018, 39(7): 1575-1577.
LIU Kai. Effect of 3 GPa pressure treatment on room temperature creep property of TC4 titanium alloy[J]. Foundry technology, 2018, 39(7): 1575-1577.
- [17] MUZTAHID M, MOHAMMAD M, BRIAN T, et al. Depth-sensing time-dependent response of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy[J]. Additive manufacturing, 2018(24): 37-46.
- [18] DIÓSZEGI A, ELMQUIST L, ORLENIUS J, et al. Defect formation of gray iron casting[J]. International journal of metalcasting, 2009, 3(4): 49-58.
- [19] LUCAS B N, OLIVER W C. Indentation power-law creep of high-purity indium[J]. Metallurgical and materials transactions A: Physical metallurgy and, materials science, 1999, 30(3): 601-610.
- [20] ATKINS A G, SILVERIO A, TABOR D. Indentation hardness and the creep of solids[J]. J inst metals, 1966(94): 369-378.
- [21] 周俊, 云忠, 汤晓燕, 等. 热处理对激光选区熔融 TC4 合金性能的影响[J]. 金属热处理, 2018, 43(10): 138-142.
ZHOU Jun, YUN Zhong, TANG Xiao-yan, et al. Influence of heat treatment on performance of TC4 alloy manufactured by selective laser melting[J]. Heat treatment of metals, 2018, 43(10): 138-142.
- [22] 孙小燕, 殷韦韦, 袁力. 3D 打印 TC4 钛合金粉末制备方法及其组织性能研究[J]. 装备制造技术, 2018(8): 181-184.
SUN Xiao-yan, YIN Wei-wei, YUAN Li. Study on preparation and microstructure and properties of 3D printing TC4 titanium alloy powder[J]. equipment manufacturing technology, 2018(8): 181-184.
- [23] 张诗昌, 朱明, 赵刚, 等. AZ31 镁合金中 Zn 含量对其高温蠕变性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2008(7): 1205-1210.
ZHANG Shi-chang, ZHU Ming, ZHAO Gang, et al. Effect of zinc content on high temperature creep property of AZ31 magnesium alloy[J]. The chinese journal of nonferrous metals, 2008(7): 1205-1210.
- [24] 罗雷, 赵西成, 刘晓燕, 等. 纳米压痕法测量超细晶工业纯钛室温蠕变速率敏感指数[J]. 稀有金属材料与工程, 2017, 46(5): 1365-1369.
LUO Lei, ZHANG Xi-cheng, LIU Xiao-yan, et al. Measurement of creep rate sensitivity of ultra-fine grained commercial purity titanium at room temperature by nanoindentation[J]. Rare metal materials and engineering, 2017, 46(5): 1365-1369.
- [25] BARSOUM M W. Fundamentals of ceramics vasa[M]. London: Routledge, 2003: 6.
- [26] LI W B, HENSHALL J L, HOOPER R M, et al. The mechanisms of indentation creep[J]. Acta metallurgica et materialia, 1991, 39(12): 3099-3110.