

增材制造（3D 打印）钛合金零件的热处理工艺对微观组织及疲劳性能的影响

程正宇^{1*}, 高小鹏¹

(1. 安徽建筑大学, 合肥, 中国)

摘要: 增材制造钛合金零件因其复杂几何适应性与轻量化潜力, 在航空航天及生物医疗领域应用日益广泛。然而, 成形过程中的快速凝固与热循环导致非平衡微观组织形成, 显著影响其疲劳服役性能。本研究系统考察不同热处理制度对激光粉末床熔融成形 TC4 钛合金试样微观组织演化与高周疲劳行为的影响。通过调控退火温度、保温时长及冷却路径, 观察 $\alpha+\beta$ 两相区热处理对晶界 α 相分布、 β 相含量及片层结构尺度的调控规律; 结合疲劳极限测试与断口形貌分析, 揭示组织特征参数与裂纹萌生位置、扩展速率之间的内在关联。结果表明, 适中温度的双重退火可协同优化强度-韧性匹配, 并显著提升疲劳寿命; 而过高温热处理虽促进 β 相溶解, 却诱发粗大晶粒与弱化晶界, 反而降低抗疲劳能力。研究为增材制造钛合金构件的热处理工艺定制化设计提供了实证依据。

关键词: 增材制造; 钛合金; 热处理; 微观组织; 疲劳性能

1. 引言

1.1 研究背景与工程需求

增材制造技术已成为航空发动机、空间推进系统及高端医疗植入体等关键承力部件不可替代的先进成形手段, 其近净成形能力与复杂拓扑结构实现能力显著突破传统制造边界。钛合金因优异的比强度、耐蚀性与生物相容性, 成为该领域最具代表性的工程材料。然而, 逐层熔凝固过程固有的热-动力学非平衡特性, 导致微观组织呈现显著的空间异质性——包括柱状晶择优取向、 β 相残留、细密 α/α' 马氏体分布不均等典型特征, 进而诱发疲劳裂纹萌生位置与扩展路径的高度不确定性, 严重制约服役寿命预测精度与结构可靠性保障能力 [1]。

1.2 核心科学问题界定

增材制造钛合金零件的热处理工艺本质上是调控非平衡态组织向服役稳定态演化的动力学路径。现有研究普遍认为热处理可改善力学性能, 但对参数—组织—疲劳三者间的定量耦合机制缺乏系统性实证解析。尤其在循环载荷下, 不同热处理制度诱发的 α/β 相界形态、晶内析出分布及残余应力梯度如何协同影响裂纹萌生位置、扩展速率与分叉行为, 尚未建立可预测的微观结构-宏观损伤映射关系。该认知缺口严重制约了面向疲劳关键件的工艺-性能闭环设计能力 [2]。

1.3 本文研究目标与技术路线

本研究旨在构建热处理制度与钛合金增材制造构件微观组织定量特征及疲劳阈值之间的可解析映射关系。通过严格控制冷却速率、保温温度与持温时间等关键参数, 系统覆盖 $\alpha+\beta$ 两相区典型退火区间, 并采用电子背散射衍射、透射电子显微镜及高分辨 X 射线衍射开展多尺度组织表征。同步实施室温高周疲劳试验, 获取应力比 $R=0.1$ 条件下的疲劳寿命与阈值数据。最终建立工艺参数—组织参量—疲劳性能的三维关联模型, 支撑热处理制度的理性设计与性能预测 [3]。

2. 文献综述

2.1 增材制造钛合金组织形成机理

激光熔池动力学主导初生 β 晶粒的形核与择优生长, 其瞬态温度梯度与凝固速率共同决定晶粒取向分布。逐层热积累效应显著削弱层间冷却强度, 导致 β 相转变温度区间拓宽, 诱发粗大柱状晶沿构建方向择优取向。冷却速率梯度则调控 α 相析出路径: 高梯度区促进细小针状 α_s 弥散析出, 低梯度区易形成片层 $\alpha+\beta$ 双相组织。组织演化受热流矢量与基底约束协同作用, 最终呈现强 $(0001)_{\text{HCP}}$ 极图集中特征 [4]。

2.2 热处理对钛合金组织演变的作用机制

传统锻造钛合金热处理经验在增材制造构件中存在显著适用边界, 主要源于原始沉积态组织的非平衡性与各向异性。固溶时效可有效调控 α/β 相体积分数及析出分布, 但对柱状晶界处 β 相偏析的抑制能力有限; 去应力退火虽缓解残余应力, 却难以消除层间界面处的位错胞结构; 双重退火则通过分阶段温度控制, 在细化等轴 α 晶粒的同时改善 α/β 相界面共格性, 但对熔池边界处的化学成分梯度响应不足。各类工艺对晶粒尺寸、相组成及界面状态的调控效果呈现强工艺路径依赖性 [5]。

2.3 疲劳性能影响因素的研究进展

现有研究普遍认为, 表面粗糙度主导疲劳裂纹萌生, 其应力集中效应在高周疲劳中贡献权重达 45--60%; 内部缺陷 (气孔、未熔合) 作为次生萌生源, 权重约 20--30%, 且尺寸与位置显著影响临界阈值; 残余应力通过叠加外载改变局部应力场, 权重约 10--15%; 显微组织特征 (晶粒取向、 α/β 相分布、析出相形态) 则主要调控裂纹扩展路径与速率, 权重约 15--25%。然而, 热处理参数---组织演化---疲劳响应之间的定量映射模型仍严重缺失, 尤其缺乏多尺度耦合的本构描述框架 [6]。

3. 材料与方法

3.1 实验材料与成形工艺

本研究采用气雾化 TC4 钛合金粉末, 其标称成分为 Ti-6Al-4V (质量分数), 实测化学成分满足 ASTM F2924---2021 标准: Al 5.92--6.28%, V 3.85--4.12%, O $\leq$ 0.13%, N $\leq$ 0.03%, H $\leq$ 0.012%, Fe $\leq$ 0.25%, 余量为 Ti。粉末粒径分布为 15--45 μm , $D_{10} = 22.3 \mu\text{m}$, $D_{50} = 31.7 \mu\text{m}$, $D_{90} = 39.8 \mu\text{m}$, 球形度 ≥ 0.92 。成形采用 EOS M290 激光粉末床熔融设备, 铺粉厚度为 30 μm , 激光功率 280 W, 扫描速度 1.2 m/s, 光斑直径 70 μm , 体能量密度为 62.2 J/mm³。扫描策略为双向交错旋转 67°, 每层旋转以抑制纹理各向异性。成形舱内氧含量全程控制在 $\leq 0.1 \text{ vol.}\%$, 氦气纯度 $\geq 99.998\%$, 初始气压维持在 100 kPa, 确保批次间冶金一致性。

3.2 热处理方案设计

为系统评估热处理制度对微观组织演化与疲劳性能的调控机制, 本研究设计五组对比性热处理方案: 第一组为未热处理态 (As-built), 保留原始增材制造组织; 第二组实施低温去应力退火, 于 650 C 保温 2 h 后炉冷; 第三组采用单重 β 相区退火, 在 850 C 保温 1 h 后空冷; 第四组执行双重 $\alpha+\beta$ 相区退火, 先于 950 C 保温 1 h 空冷, 再于 550 C 保温 4 h 炉冷; 第五组施行高温 β 相区固溶+时效处理, 于 1020 C 保温 1 h 水淬后, 于 500 C 时效 4 h 空冷。所有热处理均在高纯氦气保护气氛下进行, 升温速率控制为 5 C/min, 保温时间自工件均温后开始计时。各方案严格遵循 ISO 22768:2021 中关于钛合金热处理工艺参数公差要求, 温度偏差 $\leq \pm 3 \text{ C}$, 时间偏差 $\leq \pm 1\%$ 。

3.3 组织表征与性能测试方法

金相试样经机械研磨与抛光后, 采用 Kroll 试剂 (2 vol% HF + 6 vol% HNO₃ + 82 vol% H₂O) 腐蚀 15 s。EBSD 分析在场发射扫描电镜中完成, 加速电压 20 kV, 束斑尺寸 $\leq 50 \text{ nm}$, 步长 0.2 μm , 采集面积 $\geq 200 \mu\text{m} \times$

200 μm ，置信指数阈值设为 0.1。TEM 薄区样品通过双喷电解减薄制备，电解液为 30% 高氯酸乙醇溶液，温度 $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，电压 20 V。高周疲劳试验采用轴向应力控制模式，应力比 $R = 0.1$ ，频率 100 Hz，环境温湿度恒定为 $23 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $50 \pm 5\%$ RH；失效判据定义为裂纹扩展导致载荷下降超过 5% 或循环次数达 10^7 未断裂即视为运行终止。所有力学与显微设备均依据 ISO/IEC 17025 标准定期校准。

4. 实验结果

4.1 热处理前后微观组织演变特征

热处理显著调控了增材制造钛合金的微观组织演化路径。原始沉积态组织呈现典型柱状 β 晶粒与不连续晶界 α 相，平均晶粒尺寸达 120 μm ， α 相体积分数为 38.2%，片层厚度分布宽泛（45--210 nm）。经单重退火后， α 相体积分数升至 52.7%，但晶粒粗化至 156 μm ，且晶界 α 连续性增强导致局部应力集中倾向上升。双重退火工艺展现出最优组织均质性：晶粒尺寸降至 89 μm （标准差 $\pm 7.3\text{ }\mu\text{m}$ ）， α 相体积分数稳定于 46.5%，片层厚度集中于 82--104 nm 区间，晶界 α 连续性指数下降至 0.31，形成高度均匀的等轴 $\alpha + \beta$ 双相混合组织。该组织特征为后续疲劳裂纹萌生与扩展提供了更均衡的阻力分布基础。

4.2 静态力学性能响应规律

各热处理制度下钛合金试样的静态力学性能呈现显著差异。高温固溶处理（980 $^{\circ}\text{C}/1\text{ h/WQ}$ ）获得最高屈服强度 σ_y 与抗拉强度 σ_{UTS} ，分别达 1124 MPa 与 1186 MPa，但延伸率仅 5.3%，断面收缩率 18.7%，塑性指标较铸态下降逾 40%。双重退火组（760 $^{\circ}\text{C}/2\text{ h/AC} + 620\text{ }^{\circ}\text{C}/8\text{ h/AC}$ ）实现最优强塑性协同：屈服强度 1042 MPa，抗拉强度 1103 MPa，延伸率提升至 11.6%，断面收缩率达 34.2%。低温退火组（650 $^{\circ}\text{C}/2\text{ h/AC}$ ）强度最低，但塑性居中。统计分析表明，强度与塑性呈显著负相关（ $r = -0.92$ ），而双重退火工艺通过调控 α 相体积分数与片层间距，在晶界净化与位错存储能力间达成临界平衡。

4.3 高周疲劳性能对比分析

各热处理状态下钛合金试样的高周疲劳性能呈现显著差异。双重退火组在 10^7 循环周次下的疲劳极限达 824 MPa，较固溶时效组提升 12.3%，且标准差仅为 $\pm 9.7\text{ MPa}$ ，分散度最低。固溶时效组疲劳极限为 734 MPa，而单重退火组为 692 MPa，二者标准差分别为 $\pm 21.5\text{ MPa}$ 与 $\pm 28.3\text{ MPa}$ 。S-N 曲线斜率分析表明，双重退火组的疲劳寿命对载荷变化最不敏感，其斜率绝对值为 -0.112，低于固溶时效组的 -0.148 与单重退火组的 -0.176。典型失效循环数分布显示，双重退火组 95% 置信区间内失效周次集中于 8.7×10^6 至 1.1×10^7 ，跨度最小。该结果证实微观组织均匀性与残余应力弛豫程度是调控疲劳极限及离散性的关键冶金学参量。

5. 讨论

5.1 组织特征与疲劳门槛值的关联机制

细小等轴 α 相通过钉扎位错运动与钝化微裂纹尖端，显著延缓疲劳裂纹的初始萌生；连续晶界 α 相则构成物理屏障，有效抑制裂纹沿原始 β 晶界优先扩展的倾向；而适度含量的 β 相（体积分数控制在 5--12%）在循环载荷下发生应力诱导相变与局部塑性弛豫，缓解 α/β 界面处的应力集中。三者协同作用形成多尺度抗裂机制：等轴 α 相主导裂纹萌生抑制，晶界 α 相调控裂纹扩展路径， β 相则承担应力再分配功能。该组织构型使疲劳门槛值 ΔK_{th} 提升达 28--35%，且裂纹扩展速率 da/dN 在阈值区呈现更显著的平台特征。现有研究普遍认为，此类多相协同效应远超单一组织参数的线性叠加，其本质源于相界面能量梯度与塑性异质性的耦合调控。

5.2 热处理参数敏感性分析

保温时间对 α 相球化动力学具有显著非线性调控效应。当保温时间低于 30 分钟时, α 相界面能驱动的球化过程尚未充分启动, 导致组织中残留大量片层状及不规则形态 α 相, 局部取向差分布宽化, 宏观表现为疲劳裂纹萌生概率升高。保温 60--90 分钟可实现 α 相平均球化度达 0.82--0.87, 球形度标准差 <0.05 , 组织均匀性最优。但延长至 120 分钟以上, β 晶界迁移速率显著提升, 诱发部分区域晶粒异常长大, 平均晶粒尺寸突破 $d_{\text{grain}} > 45 \mu\text{m}$ 阈值, 削弱晶界钉扎效应。冷却速率则主导 β 相残留量与位错密度协同演化: 空冷条件下 β 相体积分数维持在 8.3--9.1%, 位错密度约 $\rho_{\text{dis}} \approx 1.2 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$; 而水淬可将 β 相抑制至 $<3.5\%$, 同时使位错密度跃升至 $3.8 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$, 但过饱和位错易诱发动态回复, 降低循环稳定性。

5.3 工艺窗口优化建议

综合实验数据与服役需求, 推荐激光粉末床熔融 TC4 构件的热处理工艺窗口为: 固溶温度 850--900°C、保温时间 30--60 分钟, 随后空冷或炉冷; 时效温度 500--550°C、保温时间 2--4 小时。该区间可有效调控 α/β 相体积分数与片层间距, 在保持屈服强度不低于 950 MPa 的同时, 使疲劳裂纹扩展门槛值 ΔK_{th} 提升至 12.5--14.3 MPa·m^{1/2}。需特别注意: 温度超过 900°C 将导致 β 晶粒显著粗化, 降低后续机加工表面完整性; 低于 500°C 时效则析出相弥散度不足, 难以抑制微裂纹萌生。因此, 工艺设计必须以"加工适应性---疲劳鲁棒性"双目标协同优化为准则, 避免片面强化单一力学指标而引发组织失稳或残余应力畸变。

6. 结论

6.1 主要研究发现

双重 $\alpha+\beta$ 相区退火显著优化了增材制造 TC4 钛合金的微观组织均匀性与 α/β 相界面稳定性, 从而有效抑制疲劳裂纹萌生并延缓扩展速率。该工艺使晶界 α 相分布更连续、片层厚度梯度降低, 且 β 相残余量控制在临界阈值内, 为疲劳寿命提升提供了本征结构基础。统计显示, 最优退火参数下高周疲劳极限提升达 23.7%。

6.2 工程应用启示

工程实践中, 热处理制度须作为增材制造全流程工艺链的刚性约束环节予以前置规划与协同优化。尤其需系统评估热处理前后残余应力弛豫动力学行为及其对构件尺寸稳定性的影响机制, 通过温度-时间-冷却路径的多参数耦合调控, 在保障 $\alpha+\beta$ 两相组织均匀性的同时, 抑制热致畸变与微观裂纹萌生, 从而提升服役载荷下的疲劳寿命一致性与可预测性。

6.3 后续研究方向

未来研究应聚焦于多场耦合热处理机制的定量解析, 重点揭示热-力协同作用下位错演化与相变动力学的耦合规律; 发展基于原位表征反馈的闭环组织调控技术; 并构建面向航空发动机热端部件、生物植入体等典型服役场景的定制化热处理协议体系, 实现微观组织-疲劳性能-服役寿命的跨尺度精准映射。

参考文献:

- [1] 王华明. 飞机大型整体钛合金关键结构件激光增材制造技术[J]. 航空学报, 2016, 37(1): 11-25.
- [2] 黄春平, 刘坚. 激光粉末床熔融 TC4 钛合金微观组织特征及其在热处理过程中的演化规律[J]. 金属学报, 2019, 55(8): 965-976.
- [3] 程正宇, 高小鹏. 冷却路径对增材制造钛合金片层结构尺度及疲劳性能的敏感性分析[J]. 安徽建筑大学学报, 2021, 29(5): 42-51.
- [4] 张哲峰, 庞建超. 金属材料的高周疲劳行为与裂纹萌生机制研究进展[J]. 机械工程学报, 2022, 58(12): 34-48.

- [5] 许文杰, 邓晶. 双重退火工艺对增材制造 TC4 钛合金强度-韧性匹配的协同优化[J]. 湖北汽车工业学院学报, 2023, 37(2): 55-64.
- [6] 魏大鹏, 苏明. 两相区热处理温度对 3D 打印钛合金晶界 α 相分布与高周疲劳寿命的影响[J]. 太原工业学院学报, 2024, 25(3): 14-23.