

doi: 10.11933/j.issn.1007-9289.20210924002

选区激光熔化成形 TC4 钛合金力学性能及其工艺关联性

龙旭¹ 贾启普¹ 李娇¹ 种凯楠¹ 杜雷鸣² 潘向南² 常超³

(1. 西北工业大学力学与土木建筑学院 西安 710072;

2. 中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室 北京 100190;

3. 太原科技大学应用科学学院 太原 030024)

摘要: 增材制造技术可实现复杂结构的无模具, 快速、近净成形, 高致密度。为保证零件的成形质量, 建立金属增材制造技术工艺参数—微观结构—宏观力学性能的关联机制十分关键。采用选区激光熔化技术 (SLM) 制备四种不同工艺参数组合的 Ti-6Al-4V 合金 (又称 TC4), 对比和讨论试件微观形貌。通过单轴拉伸试验从宏观角度研究准静态条件下材料本构行为, 并确定流动应力和应变极限等关键力学性能参数, 通过纳米压痕试验从微观角度研究 0.01/s 和 0.10/s 压痕应变率下材料荷载-位移曲线, 并基于连续刚度法获取材料弹性模量和硬度。最后通过引入约束因子和位错密度, 结合单轴拉伸和纳米压痕试验所得的力学性能, 讨论 SLM 成形过程中激光能量输入密度对 TC4 材料宏观力学性能的影响规律。通过开展工艺参数与力学性能的相关性分析, 从更具统计意义的角度阐明 SLM 工艺参数—微观结构—宏观力学性能的关联机制, 进而更加有效地确定可用于调控 SLM 成形 TC4 材料宏观力学性能的工艺参数优化组合。研究结果可为提升 TC4 材料力学性能的 SLM 成形工艺参数提供指导。

关键词: 选区激光熔化; TC4; 微观形貌; 力学性能; 工艺参数优化

中图分类号: TG156; TB114

Mechanical Properties and Parameter Optimization of TC4 Alloy by Additive Manufacturing

LONG Xu¹ JIA Qipu¹ LI Jiao¹ CHONG Kainan¹ DU Leiming²
PAN Xiangnan² CHANG Chao³

(1. School of Mechanics, Civil Engineering and Architecture, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China;

2. State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;

3. School of Applied Science, Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: Additive manufacturing can realize die free, rapid and near net shape of complex structures with high densities. In order to ensure the forming quality of manufactured components, it is critical to establish a correlation mechanism between processing parameters, microstructure, and macro-mechanical properties in the additive manufacturing for metals. The Ti-6Al-4V alloy (referred to as TC4) is created by selective laser melting (SLM) using four distinct processing settings, and the microstructures are compared and discussed. The constitutive behavior is studied by uniaxial tensile tests under quasi-static conditions to determine the key mechanical properties such as flow stress and ultimate strain. The load-displacement curves of the TC4 alloy under the indentation strain rates of 0.01/s and 0.10/s are studied by nanoindentation experiments, in which the Young's modulus and hardness are obtained based on the continuous stiffness method. Finally, the effect of laser energy density during the SLM processing on the macro-mechanical properties of TC4 alloy is discussed by adopting the concepts of constraint factor and dislocation density, which

combines the mechanical properties obtained from uniaxial tension and nanoindentation experiments. From a statistical standpoint, a correlation analysis is performed between SLM processing parameters and mechanical properties to elucidate the prevailing pathways among SLM processing parameters, microstructural morphology, and macro-mechanical properties. As a result, the most effective combination of processing parameters is identified and then used to tune the macro-mechanical properties of SLM-fabricated TC4 alloy. A guidance is provided for the SLM forming process parameters to improve the mechanical properties of TC4 material.

Keywords: selective laser melting; TC4; microstructure; mechanical properties; optimal processing parameters

0 前言

钛合金凭借其密度低、比强度高、抗腐蚀性强以及生物相容性好等优点,已经广泛应用于航空航天、生物医疗、工业模具等领域^[1-2]。按钛合金的相组成,可分为密排六方结构的 α 型钛合金、体心立方结构的 β 型钛合金和两相混合的 $\alpha+\beta$ 型钛合金(一般简称TC)。TC合金中同时存在 α 稳定元素和 β 稳定元素,因此,TC合金不仅具有良好的热加工性能,而且还具备较好的高温环境工作性能,广泛应用于航空发动机的风扇、高压压气机盘件和叶片等转动部件。然而目前钛合金主要受限于实际工业用量规模、高温抗蠕变性能和传统制造成本等问题。因此,采用先进制造方法进行制备材料和优化性能,对于降低定制化结构部件制造成本,提高材料高温服役可靠性,进而实现航空行业中复杂钛合金结构件的大规模高端应用十分关键^[3]。

选区激光熔化技术(Selective laser melting, SLM)是目前金属增材制造中应用最广泛的技术之一^[4-5]。其具体过程包括,在惰性气体保护下,利用高能激光束选择性扫描金属粉末,扫描区域金属粉末颗粒熔融并迅速冷却凝固,在完成一层扫描后进行下一层铺粉和熔融,逐层堆积,从而实现零件最终成型。剩余粉末颗粒材料可为后续层提供打印支撑,粉末的回收利用极大地节约了制造成本^[6]。由于SLM包含多种工艺参数,这些工艺参数直接影响所制备零件的力学性能。具体而言,熔池的快速冷却和凝固导致微结构非平衡凝固结晶,进而导致所制造钛合金内存在不同类型相变。因此SLM制备的钛合金微观组织与传统锻造钛合金截然不同,其本构、疲劳和断裂性能的宏微观力学性能也大相径庭,需要开展进一步的试验和理论研究,阐明SLM技术所制备材料的微观组织结构与宏观力学性能的关联机制及工艺参数调控方法,这方面的研究具有重要的科学意义和工程应用价值。

围绕工业界应用广泛的Ti-6Al-4V合金(简称TC4),国内外学者做了较多研究。THIJS等^[7]研究了SLM制备的TC4合金组织演变规律,发现扫描

参数和扫描策略对所制备材料组织和力学性能产生显著影响,材料硬度随所施加的能量密度而显著变化(>100 HV),可通过降低扫描速度和缩小扫描间距等方式增强粉末接收到的激光能量密度,提升材料的维氏显微硬度。ALFAIFY等^[8]研究激光功率、曝光时间、扫描点距和线距、粉末颗粒尺寸分布和铺层厚度等工艺参数对制备零件密度的影响,确定曝光时间的影响及其与层厚和粒度分布的关系,优化得到可以制造微观致密部件的最佳工艺参数组合,并提出采用SLM技术的曝光时间不应低于50 μ s。通过开展SLM水平、垂直热循环以及复杂热历史下成形的TC4合金的显微组织特征研究,杨晶晶^[9]采用热力学和动力学计算方法揭示复杂热历史中微观组织演变机理,同时通过优化SLM工艺参数,改善拉伸性能和耐腐蚀性能。张升等^[10]分析SLM制备的TC4钛合金微观组织、元素成分及裂纹形貌,研究了SLM成形过程中裂纹的形成机理及其消除办法。为了获得SLM成形最佳工艺参数组合,肖美立等^[11]基于正交试验,研究激光功率、扫描速度、扫描间距及铺粉层厚对SLM成形TC4钛合金显微硬度的影响。

现有研究主要集中在SLM工艺参数对密度和微观结构的影响,并未深入研究SLM成形材料微观结构与宏观本构行为的关联机制。本文采用SLM增材制造技术,分别制备四组不同工艺参数组合的TC4试件,通过纳米压痕技术和连续刚度法研究材料力学性能及其受微观结构影响规律,结合位移控制单轴拉伸方法获得的材料准静态下宏观应力-应变曲线,更加全面和深入地讨论SLM成形TC4材料的工艺参数、微观结构与宏观力学性能的关联机制,并提出基于力学性能可靠性的打印参数优化组合。

1 材料与方法

SLM技术包含多种工艺参数,改变工艺参数直接影响成形零件的微观组织。根据近年来文献中工艺参数的使用范围^[12],DU等^[13]基于正交试验法研究激光功率 P (W)、粉末层厚 t (μ m)、扫描速度 V

(mm/s)和扫描间距 h (mm)对SLM Ti-6Al-4V孔隙率的影响,并根据式(1)计算相应的能量输入密度 E_g (J/mm^3)。如表1所示,本文选择正交试验表中具有代表性的四组工艺参数组合制备研究试样,所包含的不同水平工艺参数能够明显改变材料孔隙率、微观组织和力学性能。孔隙率取值覆盖了正交试验中的最低值至最高值,从而使得力学性能差异最为明显。此外,本文所选择激光输入密度范围为 $19.23\sim 63.49 J/mm^3$,基本覆盖目前文献报道并具有潜在应用价值的SLM成形工艺工况。

$$E_g = \frac{P}{Vht} \quad (1)$$

表1 SLM成形控制的关键参数工况

Table 1 Key parameters of SLM forming control operating conditions

Processing parameters	Specimens			
	1	2	3	4
Laser power P/W	120	120	160	160
Powder layer thickness $t/\mu m$	30	60	30	45
Scanning speed $V/(mm \cdot s^{-1})$	1 200	800	1 000	800
Scan spacing h/mm	0.07	0.13	0.13	0.07
Energy input density $E_g/(J \cdot mm^{-3})$	47.62	19.23	41.03	63.49

单向拉伸条件下材料所表现出的力学行为和机理简单,适合于材料本构模型的开发和校准,并形成具有参照意义的材料数据。因此采用图1所示的拉伸试样(图中数据单位为mm),利用Bose ElectroForce 3330材料试验机,采用位移控制方法,开展应变率为 $1 \times 10^{-4}/s$ 的准静态单轴拉伸试验,每种工艺参数组合测试试件数量为4个。

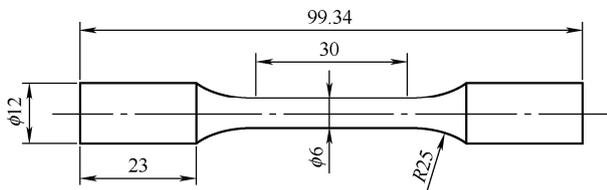


图1 单轴拉伸试样

Fig. 1 Uniaxial tensile specimen

为了更加深入地揭示SLM制备的TC4钛合金微宏观力学性能之间的关联机制,本文基于SLM制备的TC4拉伸试件^[13],将其两端拟夹持部位通过线切割方法得到力学性能测试的样件。采用Agilent Technologies公司的纳米压痕仪Nano Indenter G200和Berkovich三棱锥金刚石压头进行纳米压痕测试,

确定材料弹性模量、硬度及压头荷载-压入深度曲线等性质。鉴于材料样件尺寸可方便地进行表面打磨和抛光处理以及后续的压痕试验,因此本文所用材料无须进行样件镶嵌。但压痕测试所需所有样品均用SiC砂纸进行细致打磨,再用直径 $1.5 \mu m$ 的金刚石悬浮液进行抛光,使其表面达到镜面效果,并在乙醇中进行超声清洗和干燥处理(图2)。相比其他样件,能量输入密度较低的材料表面抛光后仍存在肉眼可见的孔洞缺陷。

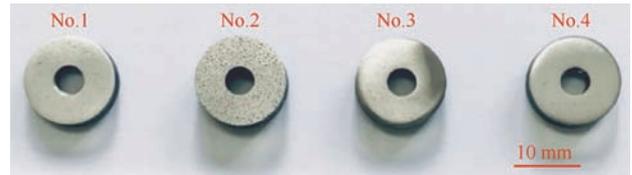


图2 打磨抛光后的压痕试样

Fig. 2 Indentation specimen after grinding and polishing

为消除或减缓样件在SLM制备过程所引起的材料热应力,机械加工和打磨过程中的残余应力和表面强化,可采用高温退火的处理过程,使材料组织趋于稳定并提高材料综合力学性能。退火处理通常包括三种:去应力退火、再结晶退火和均匀化退火。其中,再结晶退火的相关研究和报道较多,一般采用 $0.7\sim 0.8T_m$ (T_m 为合金熔点的绝对温度)^[14-15]。而去应力退火所需温度远低于材料的再结晶开始温度,但如果去应力退火温度过低时,需要较长时间才能充分消除材料加工残余应力。根据去应力退火、再结晶退火和均匀化退火规范示意图,去应力退火温度一般 $0.3T_m$ 。Ti-6Al-4V的熔点温度为 $1\ 604\sim 1\ 660\ ^\circ C$ ^[16],因此相应的去应力退火温度范围可在 $290.4\sim 306.9\ ^\circ C$ 。另一方面,对于 $\alpha+\beta$ 合金,退火温度通常选在 $\alpha+\beta$ 至 β 相转变点以下 $120\sim 200\ ^\circ C$,因此本文进行去应力退火处理的温度条件为 $300\ ^\circ C$ 保持2 h,然后炉冷至 $100\ ^\circ C$ 以下,缓慢冷却可进一步防止产生新的残余应力。

在每个试样上采用相同测试方法进行不少于五个点的重复压痕试验。压痕应变率分别为 $\dot{P}/P=0.01/s$ 和 $0.10/s$ 。最大压入深度为 $2\ \mu m$ 。在加载阶段,基于HAY等^[17]提出的连续刚度法,通过在压头准静态压力基础上叠加一个小幅度振荡力(幅度 $2\ nm$ 、频率 $45\ Hz$),并同时采用频率比放大器记录压头响应,从而测量得到作为压入深度函数的接触刚度 K_c 。相比通过卸载曲线初始阶段斜率,采用连续刚度法测得的接触刚度更加可靠且取值更加稳定。根据式(2)计算得到等效弹性模量,其中 A_c 为压头与材料的接触面积, β 为压头形状常数。对

于尖端没有明显磨损的 Berkovich 压头, $A_c=24.56h_c^2$, $\beta=1.034$ 。因此, 可以通过式(3)考虑压头材料的弹性变形^[18], 从而计算得到被压材料的弹性模量, 其中下标 i 代表压头, 下标 m 代表被测试材料。取 TC4 泊松比 ν_m 为 0.3。此外, 本文采用的金刚石压头对应的 E_i 和 ν_i 分别为 1 140 GPa 和 0.07。如式(4)定义, 硬度 H 与压头所施加荷载以及压痕接触深度 h_c 密切相关, 压痕接触深度 h_c 表征了材料抵抗局部变形的能力, 在纳米压痕加载初始阶段, 材料弹性模量和硬度均随压入深度和接触面积而变化, 但随着所施加压头荷载和压入深度的逐渐增大, 计算得到的弹性模量和硬度将稳定在特定值, 所获得稳定值可以体现材料的本征性能。

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} K_c}{2\beta \sqrt{A_c}} \quad (2)$$

$$E = \frac{1 - \nu_m^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (3)$$

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (4)$$

2 结果分析

2.1 微观形貌

为了表征能量输入密度对试件表面的影响, 图 3 和图 4 分别对比了最低能量密度工况和最高能量密度工况制备所得试件在电解抛光后表面微观结构。为了更好地表征不同能量输入密度对成形材料微观形貌的影响, 图 3 和图 4 均给出了 80 倍(左图)和 2 000 倍(右图)的放大图片。如图 1 所示, 由于能量输入密度较低时金属粉末熔融不充分, 试件表面球化现象较为明显。当能量密度较高时, 图 4 所示的试件表面呈现较为均匀的熔融态冷却后的残余形貌。因此, 在使用相同的电解抛光处理方法后, 高能量密度 SLM 成形材料表面更为平整光滑。通过对比图 3 和图 4 中放大倍数为 80 倍的微观形貌, 可以发现, 当激光能量密度较低时, 金属粉末层无法充分熔合且部分金属粉末熔融后立刻冷却凝固, 导致产生较大未熔融组织, 同时观察到大量残余的粉末颗粒, 且不同区域的球化尺寸显著不同。此现象与近期发表文章所报道的情况一致^[19]。虽然经过后期表面电解抛光处理可改善打印材料表面粗糙度, 但在成形零件中包含不同程度的未熔合缺陷直接影响材料的力学性能。因此可以基本判断得知, 激光

能量输入密度是影响 SLM 制备材料微观形貌和力学性能的重要因素。

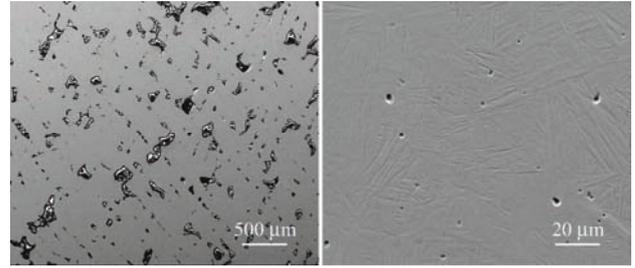


图 3 能量输入密度为 19.23 J/mm³ 的材料微观形貌对比

Fig. 3 Micromorphology comparison of materials with energy input density of 19.23 J/mm³

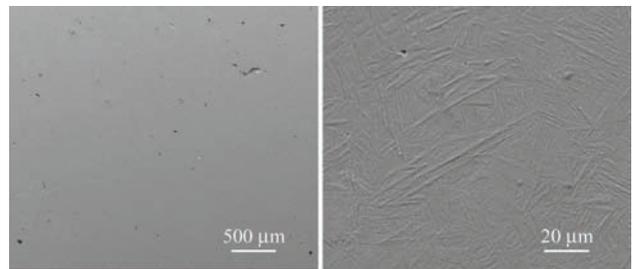


图 4 能量输入密度为 63.49 J/mm³ 的材料微观形貌对比

Fig. 4 Micromorphology comparison of materials with energy input density of 63.49 J/mm³

2.2 单轴拉伸试验结果

单轴拉伸试验所得平均真实应力-应变曲线如图 5 所示。在不同能量密度的制备工况下, 材料表现出重复性较好的力学性能和变形能力。为了更好地以应力-应变曲线形式表征材料宏观力学性能, 对图 5 中同样工况的全部曲线进行平均化处理。由于应变极限略有差别, 因此采用了 4 次重复试验中最小应变值作为平均应力-应变曲线的截断点。从而对 SLM 成形材料变形能力进行保守评估, 以此为基础得到的相关结论也更加可靠。

基于图 5 中不同工况的重复试验数据, 图 6 给出了不同成形工况材料真实应力-应变曲线的平均后结果。通过对比可以看出, 本文所采取的最小激光能量密度 (19.23 J/mm³) 成形材料的弹性模量、流动应力和应变极限均显著低于其他工况。由于图 6 所示应力-应变曲线没有明显的屈服现象, 因此可采用以产生 0.2% 残余变形的应力值确定为 SLM TC4 材料的屈服强度。如图 6 中虚线确定, 当激光能量输入密度大于 40 J/mm³ 时, SLM TC4 材料的屈服强度为 1.16~1.215 GPa, 对应的应变为 1.28%~1.33%。

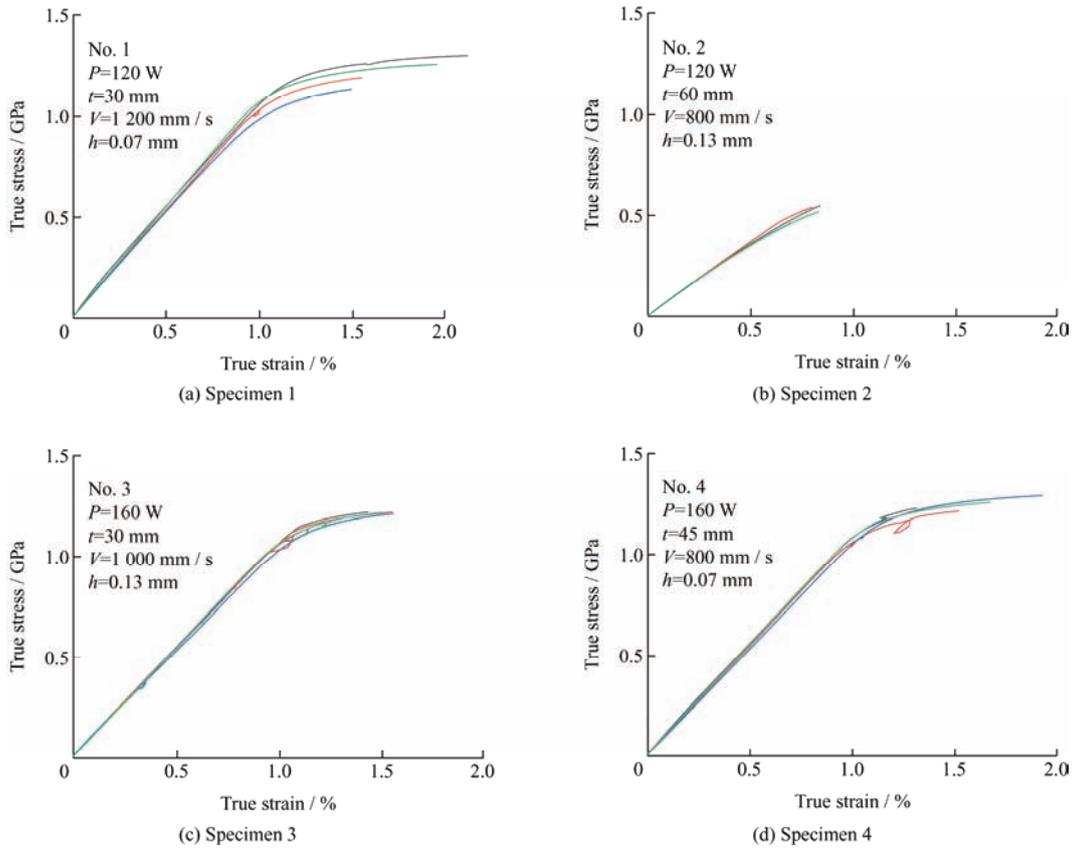


图 5 准静态条件下 SLM 成形材料的真实应力-应变曲线

Fig. 5 True stress-strain curve of SLM forming material under quasi-static conditions

在图 6 基础上, 图 7 更加直观地给出了 SLM TC4 材料的流动应力、应变极限和能量密度的关系。其中流动应力一般指材料变形过程的应力, 在本文中特指材料的抗拉强度, 即材料稳定塑性变形极限状态的真实应力。当激光能量输入密度大于 40 J/mm^3 时, SLM TC4 材料的流动应力约为 1.225 GPa , 但不同制备工况的应变极限存在显著差异。

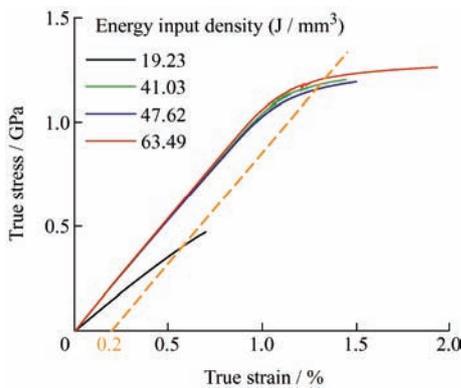


图 6 准静态条件下 SLM 成形材料平均真实应力-应变曲线

Fig. 6 Average true stress-strain curve of SLM forming material under quasi-static conditions

图 7 针对应变极限进行拟合公式计算, 且采用确定系数 R^2 量化估算了拟合程度。当 R^2 值越接近 1.0 时, 拟合直线对离散点的拟合程度越好。因此如

图 7 所示, 随着能量密度的增加, 应变极限呈线性增大的趋势, 更加有利于 SLM 成形材料及其结构在服役工况下力学性能可靠性, 从而避免脆性断裂所致安全隐患。需要特别指出的是, 当激光能量密度大于 40 J/mm^3 时, 如图 7 所示, 本文所制备的 TC4 材料应变极限为 1.45% , 大于通过材料的屈服强度所对应的应变值 ($1.28\% \sim 1.33\%$, 见图 6), 可以认为所制备材料能够达到稳定塑性变形阶段, 为 SLM 成形结构的工程设计提供了宏观材料性能基础。因此, 可从实际应用需求和成本角度, 更加合理地选取 SLM 成形工艺中打印参数组合的优化组合。

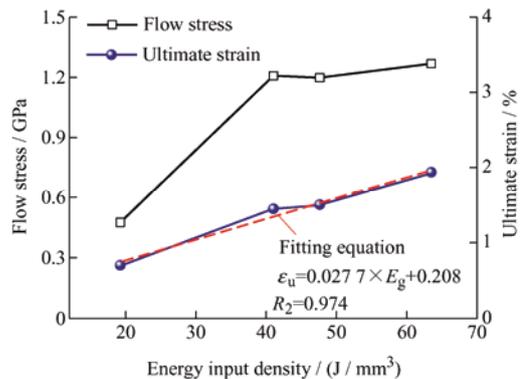


图 7 准静态条件下 SLM 成形材料的流动应力与应变极限

Fig. 7 Flow stress and ultimate strain of SLM forming materials under quasi-static conditions

2.3 纳米压痕试验结果

如图8所示, 纳米压痕测试得到的压头荷载-压入深度曲线具有很好的规律性; 受应变率效应的影响, 0.10/s 压痕应变率的曲线高于 0.01/s 压痕应变率。

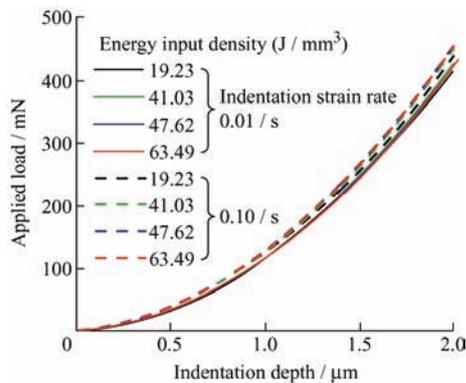


图8 压头荷载-压入深度曲线

Fig. 8 Applied load-indentation depth curves

根据式(2)~(4), 图9给出不同制备条件成形的TC4材料硬度和弹性模量, 其中黑色实线为重复试验所获得相关参数的平均值连接线, 用来表示材料硬度和弹性模量随能量密度的变化趋势。采用连续刚度法测得的弹性模量与单轴拉伸试验结果一致, 即SLM成形过程中过低的能量输入密度导致制备材料的弹性模量较低, 当能量输入密度大于 40 J/mm^3 时, 弹性模量的平均值基本稳定在 137 GPa (压痕应变率 0.01 /s)和 140 GPa (压痕应变率 0.10 /s)。此外, 当能量输入密度越大时, 重复试验测得弹性模量离散度越小。但相比压痕应变率 0.01 /s , 当压痕应变率为 0.10 /s 时弹性模量的离散度有所增大。相比而言, TC4材料的硬度对激光能量密度的敏感度较低, 0.01 /s 压痕应变率对应的硬度为 5.38 GPa , 0.10 /s 压痕应变率对应的硬度为 5.94 GPa , 重复试验测得硬度的标准差基本稳定在 $(0.3 \sim 0.5 \text{ GPa})$ 。

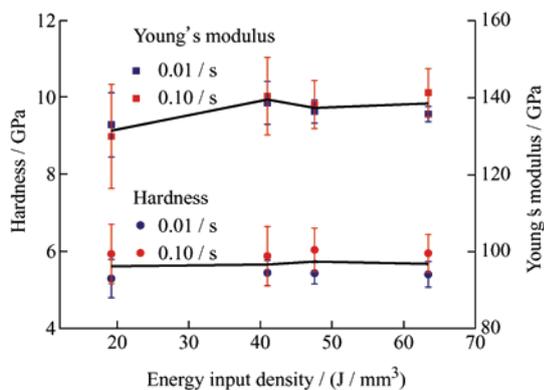


图9 不同制备条件的TC4材料硬度和弹性模量

Fig. 9 Hardness and Young's modulus of TC4 materials under different preparation conditions

3 SLM 工艺参数与力学性能的关联机制讨论

前文给出了不同SLM工艺参数控制下TC4材料单轴拉伸和纳米压痕测量得到的力学性能。虽然单轴拉伸应变率和压痕应变率之间存在相关关联机制^[20], 但仍需要进一步探索研究。但本文所涉及加载工况均为准静态, 因此基于所测量得到的材料屈服强度、极限拉伸强度和硬度, 本节重点讨论SLM工艺参数与力学性能的关联机制。

纳米压痕过程中压头周围材料处于弹性状态, 对压头下局部材料塑性变形存在约束作用。相比单轴拉伸条件下的应力均匀分布, 为了致使压头下材料发生塑性流动变形, 将需要通过压头施加更大的平均压力。通常采用约束因子表征材料硬度与流动应力之间的定量关系, 具体定义为材料硬度与流动应力的比值^[21]。

如图10所示, 由于纳米压痕方法测得的不同能量密度制备材料硬度差别较小, 约束因子主要取决于图7中单轴拉伸测量得到的流动应力。通过比较图7和图10的变化趋势可知, 当激光能量密度为 40 J/mm^3 时, 约束因子存在明显的趋势变化转折点, 当激光能量密度更大时, 两个压痕应变率对应的约束因子分别稳定于 4.42 和 4.86 , 受应变率的影响较小。鉴于弹塑性材料的应变硬化能力强烈地影响约束因子, 当材料硬化指数越大时, 约束因子越小。因此图10所示结果表明, 当激光能量密度大于 40 J/mm^3 时, 材料的应变硬化能力大幅度增强, 且不再强烈依赖于SLM工艺参数中的激光能量密度。此结论与图6给出的SLM TC4材料力学行为与能量密度的关系相一致。

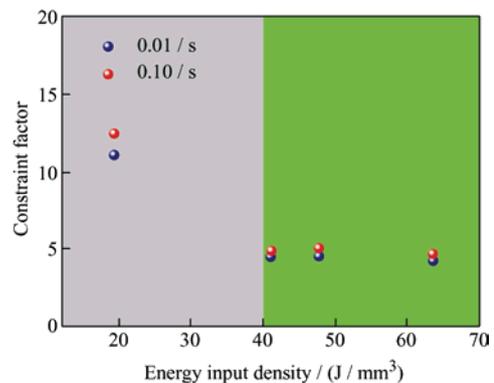


图10 不同能量密度制备材料的纳米压痕约束因子

Fig. 10 Nanoindentation constraint factors of materials prepared with different energy densities

由于压头下存在较为明显的应力集中现象, 因此塑性变形区域内将随着压入深度的增大而存在大量位错运动。为了比较不同 SLM 成形材料微观结构与宏观力学性能的关联机制, 本文基于应变梯度塑性理论, 将位错区分为统计存储位错 (Statistically stored dislocation, SSD) 和几何必需位错 (Geometrically necessary dislocation, GND) [22], 前者主要用于描述材料的塑性变形能力, 后者主要用于描述塑性变形过程中晶粒间取向差别。

几何必需位错密度可通过式(5)确定, 其中 θ 是压头表面与被压材料表面的夹角 (对于 Berkovich 压头, $\theta=19.7^\circ$), b 是柏氏矢量大小 (0.238 8 nm)。由于几何必需位错仅考虑了晶粒间协调变形的影响因素, 式(5)所有参数均与压头和变形等几何参数相关, 因此在压痕深度为 2 μm 时, 几何必需位错密度可估算为 $4.03 \times 10^{-4} \text{ nm}^{-2}$ 。几何必需位错密度与 SLM 工艺参数不相关, 主要体现了压头下材料表面永久几何变形。

$$\rho_G = \frac{3 \tan^2 \theta}{2bh_c} \quad (5)$$

为了直接体现 SLM 工艺参数与压头下材料塑性应变的关联, 可通过式(6)确定统计存储位错密度 ρ_s , 其中 TC4 材料的剪切模量 G_m 可由式(7)计算得到, 硬度 H 由式(4)定义并由图 9 给出取值, 柏氏矢量 b 和几何必需位错密度 ρ_G 均在式(5)中进行了解释并给出了取值。统计存储位错密度的具体计算结果见图 11。统计存储位错密度值随着塑性应变的增大而增大, 因此由图 11 可知, 在较低压痕应变率时, 不同能量密度制备材料统计存储位错密度值较为接近, 约为 0.185 nm^{-2} 。当压痕应变率增大时, 统计存储位错密度值明显增大, 即塑性变形增大, 且受激光能量密度的影响更大, 当激光能量密度大于 $40 \text{ J} / \text{mm}^3$ 时, 统计存储位错密度值约为 0.213 nm^{-2} 。

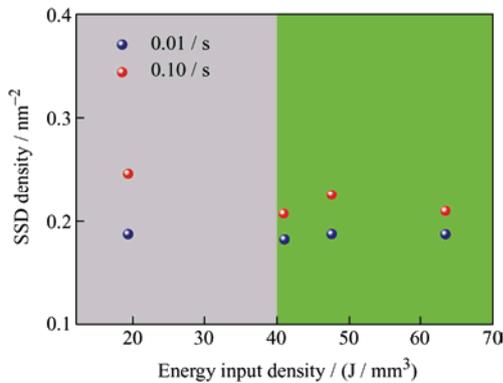


图 11 压头下 TC4 材料统计存储位错密度

Fig. 11 Statistically storage dislocation density of TC4 material under the Berkovich indenter

因此可以认为, 当激光能量密度大于 $40 \text{ J} / \text{mm}^3$ 时, 材料塑性变形受压痕应变率影响更大, 且塑性变形能力更强, 与前文中宏观力学性能受 SLM 工艺影响规律一致。

$$\rho_s = \left(\frac{H}{G_m b} \right)^2 - \rho_G \quad (6)$$

$$G_m = \frac{E_m}{2(1+\nu_m)} \quad (7)$$

以上分析结果以 SLM 成形过程中激光能量密度为关注点, 主要讨论激光能量密度对单轴拉伸和纳米压痕测试所得相关力学性能参数的影响规律。但如式(1)和表 1, 影响 SLM 成形质量的激光能量输入密度的工艺参数包括激光功率 P 、粉末层厚 t 、扫描速度 V 和扫描间距 h 。因此, 本文根据式(8)所定义的相关系数 (又称 Pearson 相关系数) 开展参数的相关性分析, 从而更加全面地阐明 SLM 成形工艺参数—微观结构—宏观力学性能的关联机制。由于部分参数在式(1)分母内, 因此本文采用相关系数绝对值对工艺参数与力学性能相关性进行评估, 具体分析结果见表 2, 其中通过加粗字体给出了每种力学性能参数 (弹性模量 E 和硬度 H 及其标准差 SD , 约束因子 CF , 统计存储位错密度 ρ_s , 应变极限 ϵ_u 和流动应力 σ_{flow}) 的最相关工艺参数。通过比较数据和总结规律可知, 虽然应变率效应一定程度上影响了相关系数的规律性, 但工艺参数扫描速度 V 对 SLM 成形材料力学性能的影响相对较小。因此在前

表 2 SLM 成形工艺参数与 TC4 材料力学性能相关系数
Table 2 Correlation coefficient between SLM forming process parameters and TC4 material mechanical properties

Strain rate		P	t	V	h
Indentation strain rate 0.01 / s	E	0.61	0.92	0.55	0.07
	SD	0.38	0.55	0.32	0.91
	H	0.50	0.96	0.66	0.42
	SD	0.36	0.90	0.69	0.66
	CF	0.59	0.85	0.49	0.59
Indentation strain rate 0.10 / s	ρ_s	0.59	0.51	0.15	0.58
	E	0.75	0.76	0.30	0.51
	SD	0.29	0.62	0.45	0.91
	H	0.63	0.17	0.55	0.76
	SD	0.14	0.21	0.12	0.98
Tensile strain rate 10^{-4} / s	CF	0.60	0.85	0.49	0.58
	ρ_s	0.88	0.69	0.16	0.29
	ϵ_u	0.66	0.58	0.18	0.73
	σ_{flow}	0.62	0.83	0.46	0.60

文研究所发现规律的基础上, 在实现相同激光能量密度的前提下, 可通过调整粉末层厚 t 和扫描间距 h , 更加有效地提高材料强度和塑性变形能力等力学参数, 可通过调整激光功率更加有效地提高 SLM 成形 TC4 材料塑性变形能力。

$$Correl = \frac{\sum(x-\bar{x})(y-\bar{y})}{\sqrt{\sum(x-\bar{x})^2 \sum(y-\bar{y})^2}} \quad (8)$$

式中, \bar{x} 和 \bar{y} 分别是 SLM 成形控制工艺参数 x 以及力学性能参数 y 的平均值。

4 结论

采用单轴拉伸和纳米压痕的试验方法, 建立了 SLM 成形工艺参数、TC4 材料微观结构与宏观力学性能的关联机制, 并从力学性能可靠性角度提出 SLM 成形工艺参数优化组合, 得出以下结论:

(1) 大于 40 J/mm^3 的能量密度可显著提高 SLM 成形 TC4 材料塑性变形能力, 且制备样品不同位置的材料均匀度趋于相同。当激光能量密度较小时, 金属粉末熔化不充分导致 SLM 制备 TC4 材料表面微观形貌呈现较为明显的不均匀球化现象及肉眼可见孔洞。

(2) 当激光能量密度大于 40 J/mm^3 时, 压头下材料局部塑性变形受周围弹性材料约束作用更小, 材料的应变硬化能力大幅度增强且不再强烈依赖于 SLM 工艺参数中的激光能量密度。

(3) 在相同激光能量密度的前提下, 相比调节其他工艺参数, 通过调整粉末层厚和扫描间距可更加有效地提高材料强度和变形能力, 通过调整激光功率可更加有效地提高材料塑性变形能力。

参 考 文 献

- [1] 宋建丽, 李永堂, 邓琦林, 等. 激光熔覆成形技术的研究进展[J]. 机械工程学报, 2010, 46: 29-39.
SONG Jianli, LI Yongtang, DENG Qilin, et al. Research progress of laser cladding forming technology[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2010, 46: 29-39. (in Chinese)
- [2] BRANDL E, HECKENBERGER U, HOLZINGER V, et al. Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior[J]. Materials & Design, 2012, 34: 159-169.
- [3] 赵志国, 柏林, 李黎, 等. 激光选区熔化成形技术的发展现状及研究进展[J]. 航空制造技术, 2014, 463: 46-49.

- ZHAO Zhiguo, BO Lin, LI Li, et al. Development status and research progress of laser selective melting technology[J]. Aviation Manufacturing Technology, 2014, 463: 46-49. (in Chinese)
- [4] WYSOCKI B, MAJ P, KRAWCZYNSKA A, et al. Microstructure and mechanical properties investigation of CP titanium processed by selective laser melting (SLM)[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2017, 241: 13-23.
- [5] BORMANN T, SCHUMACHER R, MULLER B, et al. Tailoring selective laser melting process parameters for NiTi implants[J]. Journal of Materials Engineering & Performance, 2012, 21: 2519-2524.
- [6] JERVREMOVIC D, PUSKAR T, KOSEC B, et al. The analysis of the mechanical properties of F75 Co-Cr alloy for use in selective laser melting (SLM) manufacturing of removable partial dentures (RPD)[J]. Metalurgija, 2012, 51: 171-174.
- [7] THIJS L, VERHAEGHE F, CRAEGHS T, et al. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V[J]. Acta Materialia, 2010, 58: 3303-3312.
- [8] ALFAIFY A Y, HUGHES J, RIDGWAY K. Critical evaluation of the pulsed selective laser melting process when fabricating Ti64 parts using a range of particle size distributions[J]. Additive Manufacturing, 2018, 19: 197-204.
- [9] 杨晶晶. 激光选区熔化成形 Ti-6Al-4V 合金的组织演变及调控 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2017.
YANG Jingjing. Microstructure evolution and control of Ti-6Al-4V alloy formed by laser selective melting [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2017. (in Chinese)
- [10] 张升, 桂睿智, 魏青松. 选择性激光熔化成形 TC4 钛合金开裂行为及其机理研究[J]. 机械工程学报, 2013, 49: 21-27.
ZHANG Sheng, GUI Ruizhi, WEI Qingsong. Study on cracking behavior and mechanism of TC4 titanium alloy formed by selective laser melting[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2013, 49: 21-27. (in Chinese)
- [11] 肖美立, 艾百运, 姚斐, 等. 激光选区熔化 Ti-6Al-4V 合金工艺参数对致密度及显微硬度的影响[J]. 热加工工艺, 2019, 48: 105-108.
XIAO Meili, AI Baiyun, YAO Fei, et al. Effect of process parameters of laser selective melting Ti-6Al-4V Alloy on density and microhardness[J]. Hot Working Technology,

- 2019, 48: 105-108. (in Chinese)
- [12] KUMAR P, PRAKASH O, RAMAMURTY U. Micro-and meso-structures and their influence on mechanical properties of selectively laser melted Ti-6Al-4V[J]. *Acta Materialia*, 2018, 154: 246-260.
- [13] DU L, QIAN G, ZHENG L, et al. Influence of processing parameters of selective laser melting on high-cycle and very-high-cycle fatigue behavior of Ti-6Al-4V[J]. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 2020, 44: 240-256.
- [14] 张贵锋, 黄昊. 固态相变原理及应用 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2011.
- ZHANG Guifeng, HUANG Hao. Principle and application of solid state phase transition [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2011. (in Chinese)
- [15] 胡光立, 谢希文. 钢的热处理(原理和工艺) [M]. 西安: 西北工业大学出版社, 2011.
- HU Guangli, XIE Xiwen. Heat treatment of steel (principle and process) [M]. Xi'an: Northwest University of Technology Press, 2011. (in Chinese)
- [16] BOYER G, WELSCH G, COLLINGS E W. ASM International, physical metallurgy of titanium alloys, materials properties handbook titanium alloys [S]. Ohio: American Society of Metals, 1994.
- [17] HAY J, AGEE P, HERBERT E. Continuous stiffness measurement during instrumented indentation testing[J]. *Experimental Techniques*, 2010, 34: 86-94.
- [18] WEAVER J S, KALIDINDI S R. Mechanical characterization of Ti-6Al-4V titanium alloy at multiple length scales using spherical indentation stress-strain measurements[J]. *Materials & Design*, 2016, 111: 463-472.
- [19] 石文天, 王朋, 刘玉德, 等. 选区激光熔化 TiAl 合金裂纹产生机制及工艺优化试验研究[J]. *稀有金属*, 2019, 43: 349-358.
- SHI Wentian, WANG Peng, LIU Yude, et al. Experimental study on crack generation mechanism and process optimization of selective laser melting TiAl Alloy[J]. *Rare Metals*, 2019, 43: 349-358. (in Chinese)
- [20] LONG X, JIA Q, SHEN Z, et al. Strain rate shift for constitutive behaviour of sintered silver nanoparticles under nanoindentation[J]. *Mechanics of Materials*, 2021, 158: 103881.
- [21] KUMARASWAMY A, VENKATARAMAN B. Effect of temperature on constraint factor of Ti-6Al-4V under static indentation conditions[J]. *Scripta Materialia*, 2006, 54: 493-498.
- [22] MA X, LI F, CAO J, et al. Study on the deformation behavior of β phase in Ti-10V-2Fe-3Al alloy by micro-indentation[J]. *Journal of Alloys & Compounds*, 2017, 703: 298-308.

作者简介: 龙旭, 男, 1983 年出生, 博士, 副教授, 博士研究生导师。主要研究方向为材料和结构的力学性能与寿命预测。
E-mail: xulong@nwpu.edu.cn