文章编号 2095-1531(2018)02-0198-08

激光冲击强化对激光增材 TC4 钛合金组织和抗氧化性的影响

薛 军[1*],冯建涛[1],马长征[1],宋斌文[2],郭 伟[2],彭 鹏[2],孙汝剑[2],朱 颖[2]
(1. 陆军装甲兵学院 士官学校,吉林 长春 130117;
2. 北京航空航天大学 机械工程及自动化学院,北京 100191)

摘要:近年来,激光增材制造技术(3D 打印)成为科学研究及工业应用领域的热点。为了研究激光冲击强化对增材制造 TC4 钛合金性能的影响,本文采用能量为 5 J,波长为 1 064 nm,脉宽为 10 ns,光斑直径为 3 mm 的脉冲激光对 3D 打印 TC4 钛合金进行激光冲击强化,分析了激光冲击强化前后材料的显微硬度、显微组织、残余应力以及高温氧化性能。结果表明,经过激光冲击强化后,材料的显微硬度比激光冲击强化前提高了 8%,影响层深度达到 0.4 mm,强化区域的晶粒得到细化,位错增多,并产生形变孪晶;激光冲击强化的残余压应力数值高达 472 MPa,材料的高温抗氧化性能也得到改善。

关 键 词:激光冲击强化;激光增材制造;钛合金;抗氧化性
中图分类号:TG456.6 **文献标识码**:A doi:10.3788/CO.20181102.0198

Influence of laser shock peening on microstructure and oxidation resistance of laser additive manufactured TC4 titanium alloy

XUE Jun[1*], FENG Jian-tao[1], MA Chang-zheng[1], SONG Bin-wen[2],
GUO Wei[2], PENG Peng[2], SUN Ru-jian[2], ZHU Ying[2]
(1. *Army Armord Military Academy, Sergeant School, Changchun* 130117, *China*;
2. *School of Mechanical Engineering and Automation, Beihang University, Beijing* 100191, *China*)
* *Corresponding author, E-mail: xjykl@*163. *com*

Abstract: In recent years, laser additive manufacturing(also called 3D printing) has become the focus of scientific research and industrial applications. In order to study the impact of laser shock peening(LSP) on the properties of laser additive manufactured Ti-6Al-4V alloy, a TC4 titanium alloy prepared by 3D printing was carried out LSP by using Nd:YAG laser with energy of 5 J, wavelength of 1 064 nm, pulse width of 10 ns and spot diameter of 3 mm, and the micro-hardness, microstructure, residual stress and high temperature oxidation

收稿日期:2017-11-11;**修订日期**:2017-12-13
基金项目:国家国际科技合作专项资助(No. 2013DFR50590);民用飞机专项科研项目(No. MJ-2016-F-16)
Supported by National International Collaborative Science and Technology Research Project (No. 2013DFR50590); Civil Air Craft Special Research Project(No. MJ-2016-F-16)

performance of the material before and after LSP were analyzed. The results show that by comparing with the TC4 titanium alloy before LSP, the micro-hardness of that after LSP increases by 8%, and the depth of the impact layer reaches 0.4 mm, the grains in the strengthened region are refined, the dislocation is increased and the deformation twins are produced. The residual compressive stress of laser shock peening is as high as 472 MPa, and the high temperature oxidation resistance of the material is also improved.

Key words: laser shock peening; laser additive manufacturing; titanium alloy; oxidation resistance

1　引　言

钛合金具有密度小、比强度高、生物相容性优良以及耐腐蚀性好等许多优点,被广泛用于航空航天、化工、生物医学等领域[1-3]。而随着激光增材技术的诞生以及应用,越来越多的航空构件、化工容器和生物医学器官采用 3D 打印技术生产。在航空航天应用方面,一些结构复杂,性能要求高钛合金产品只需小批量生产满足应用要求,此时传统加工方式不再具有成本优势。激光增材制造成为很好地替代手段。因而钛合金的增材制造研究在国内外得到了广泛关注[4-6]。目前钛合金的增材制造研究中,主要有成型工艺参数对 TC4 钛合金的组织和性能的研究,以及成型过程中可能存在的缺陷问题,比如裂纹,应力均匀性差,硬度较低以及成型组织粗大等[7-9]。

激光冲击强化技术是一项先进的表面改性技术,能够在材料表面产生大的塑性变形,从而提高金属材料的强度、硬度以及耐应力腐蚀性能,并且可以改善材料的抗氧化性和疲劳寿命。有学者研究表明,激光冲击强化后的 TC4 钛合金的残余应力对耐疲劳性能的提高具有显著的效果[10]。激光冲击强化利用高功率密度的脉冲激光与材料进行相互作用产生冲击波,使冲击后的材料产生残余压应力和高密度位错,从而提高了材料的表面硬度和抗疲劳寿命。国内外对于激光冲击强化的研究主要集中于各种材料的激光冲击强化机理研究,许海鹰[11]等人采用脉宽为 30 ns、能量为 40 J 的脉冲激光器对 TC4 钛合金的焊缝进行激光冲击强化处理,结果显示冲击强化后冲击区域硬度增加,晶粒得到细化。空军工程大学汪诚[12]等人对熔覆后的 TC4 钛合金进行激光冲击强化研究,实验表明激光冲击强化消除了熔覆产生的拉应力,并且产生高达 672 MPa 的残余压应力,晶粒得到细化,高周疲劳强度得到提高。孟宪凯等人研究了液氮温度下激光冲击波对 Al-Cu 合金的强化机理[13]。乔红超等人针对激光冲击强化对 TiAl 合金组织和性能的影响进行了研究[14]。对于激光冲击强化后材料的抗氧化性能,研究表明,经过激光冲击强化后,GH586 高温合金的抗氧化性能得到提高,并且材料内部的缺陷减少[15]。由于激光冲击强化的处理面积小,精确度高,适合形状复杂的成品零件,因此对于激光增材制造的金属构件尤其适用。

本文主要研究了激光冲击强化对激光增材 TC4 钛合金的组织和氧化性的影响,分析了材料显微硬度的提高与材料显微组织的关系,以及激光冲击强化前后残余应力的分布。

2　实验设备及方法

激光增材制造的 TC4 试验试样取自于增材构件的上端,如图 1 所示。激光增材的实验过程是在以氩气为保护气体(氧气含量少于 10 mg/L)的实验装置中进行,采用的是 YLS-CL 系列光纤激光器。成型工艺参数为:激光功率 3 kW,光斑直径 1 ~ 2 mm,扫描速度 800 mm/min,送粉速度为 500 ~ 1 000 g/h,采用的是激光器来回扫描模式。成型后的构件如图 1 所示,并且将相同扫描平面的增材试样切成 10 mm × 10 mm × 5 mm 的冲击强化试样。

实验前先对切下来的增材试样进行清理,采用机械打磨,抛光处理,并用丙酮进行超声清洗,最后烘干。然后将处理好的试样进行激光冲击强化处理,激光冲击强化的原理装置如图 2 所示。激光冲击强化实验采用的是 Nd:YAG 激光器(波长为 1 064 nm,脉冲能量为 5 J,频率为 2 Hz)。激

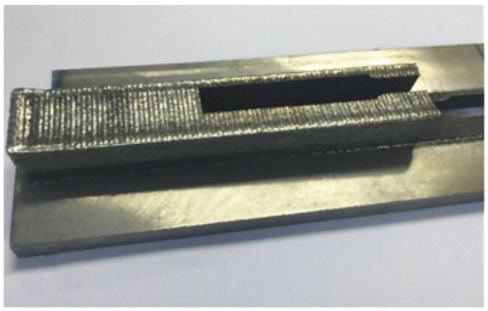


图 1 激光增材制造 TC4 试样图

Fig. 1 Specimen of laser additive manufactured TC4

光束的光斑直径为 3 mm，脉宽为 10 ns，能量密度为 7.07 GW/cm^2。在冲击试样表面贴有 0.1 mm 厚的黑胶带作为吸收层以增加激光的吸收量和减少表面的反射能量，黑胶带表面覆盖有 1 ~ 2 mm 的水膜作为约束层以增加激光冲击波的峰值压力，激光光斑的搭接率为 30%，采用双面冲击。

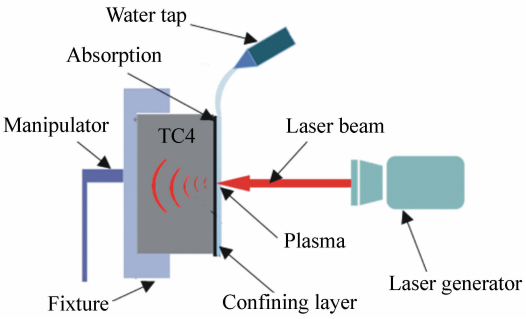


图 2 激光冲击强化原理示意图

Fig. 2 Schematic illustration of LSP process

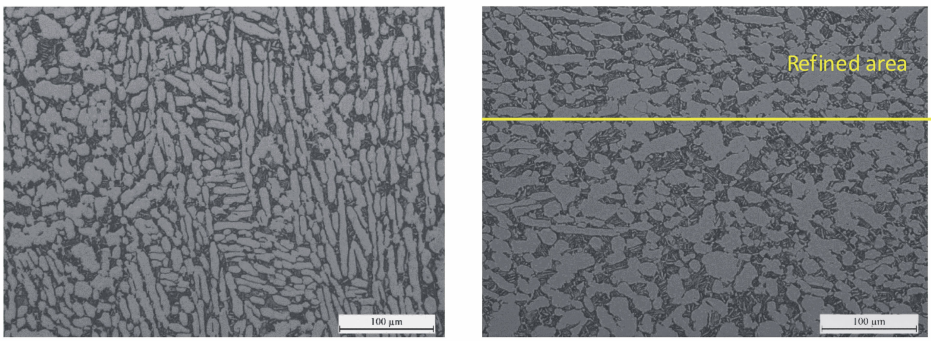
将激光冲击强化后试样的截面镶样，然后依次采用 400#、600#、800#、1000#、1500#和 2000#砂纸打磨，然后抛光，抛光后采用体积比为 $V(HF):V(HNO_3):V(H_2O)=1:3:7$ 的腐蚀液进腐蚀，采用莱卡光学显微镜（LEICA DM 4000）进行组织观察。透射试样的制备是先将试样采用线切割切至厚度为 0.3 mm 的薄片，然后采用砂纸打磨至厚度为 50 μm，进而采用离子减薄，最后得到直径为 3 mm 的透射试样，并通过透射电镜（JEM-2100，JEOL）进行显微组织的观察。

显微硬度的测试采用的是恒 FM-800 显微硬度测试仪，测试条件为：载荷 50 g，保载时间 10 s，总共测试 15 个点，取平均值。氧化实验在马弗炉（KSL-1200X）中进行，加热温度为 600 ℃，保温时间为 50 h。氧化层组织以及 EDS 采用场发射扫描电子显微镜（日本电子 JEOL7001F）观察。

3 实验结果

3.1 显微组织

对激光冲击强化后的试样采用光学显微镜（LEICA DM 4000）观察，实验结果如图 3 所示。激光冲击强化前，材料主要是有板条状的 α 相构成，等轴 α 相比较少；经过激光冲击强化后，板条状的 α 相减少，出现大量的等轴 α 相，并且从图 3（b）中可以看出，靠近冲击表面晶粒尺寸比沿着冲击强化深度方向的晶粒尺寸更小。晶粒尺寸的减小，对于材料的力学性能包括表面硬度的提高



(a) 激光冲击强化前
(a) Before LSP

(b) 激光冲击强化后试样沿深度方向结果
(b) Toward depth direction of sample after LSP

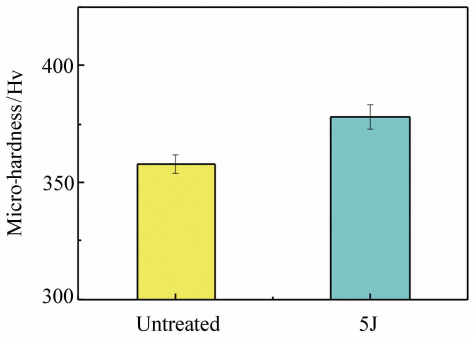
图 3 激光冲击强化前后的光镜组织图

Fig. 3 Optical microscopy observation results of the samples before and after LSP

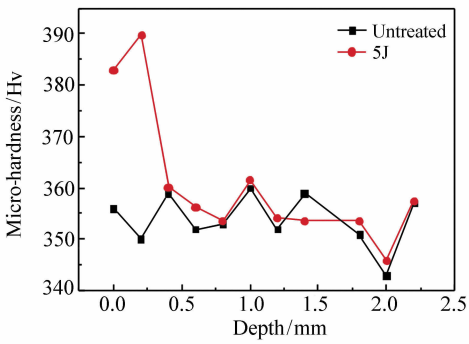
具有积极作用。

3.2　显微硬度

显微硬度的结果如图 4(a)所示,硬度能够反映材料在经过激光冲击强化后显微组织的变化。经过激光冲击强化后,材料表面的显微硬度明显增加,激光冲击强化前,材料表面的平均硬度为 358 Hv,激光冲击强化后增加至 378 Hv。为了研究激光冲击强化作用对试样的影响层深度,沿着激光冲击表面向材料内部方向每隔 0.2 mm 测量一个硬度点,测试结果如图 4(b)所示,硬度值呈递减趋势,实验结果表明采用 5 J 能量冲击的试样的影响层深度为大约 0.4 mm。硬度的增加与材料的晶粒尺寸细化以及微观的位错有关。



(a) 冲击表面显微硬度平均值
(a) Average microhardness on sample surface



(b) 显微硬度沿试样深度方向的分布
(b) Micro-hardness distribution along sample's depth direction

图 4　激光冲击强化前后的显微硬度

Fig. 4　Micro-hardnesses of samples before and after LSP

3.3　透射组织

激光冲击强化前后,材料的透射组织如图 5 所示。图 5(a)与 5(b)是激光冲击强化前,增材制造 TC4 钛合金的透射组织,从图中我们可以看出,冲击强化前,材料主要由 α 相和 β 相组成,并且通过放大的透射图可以看出,内部含有的位错比较少,晶界清晰可见。经过激光冲击强化后,晶粒内部的位错不断滑移、增值,并迅速聚集、纠缠塞积,使得晶粒内部的位错密度增加。根据米塞斯屈服准则,晶体的塑性变形主要有 5 个滑移系,然而 TC4 钛合金是双相材料并且在 α 相中只有 4 个独立的滑移系统,并且 TC4 钛合金的层错能较低,因此,α 相容易形成孪晶去实现一部分的塑性变形[16]。如图 5(c)所示,激光冲击强化后在材料中有孪晶的产生。

激光冲击强化对于材料的晶粒细化主要有以下过程:首先是位错的滑移增殖,纠缠形成位错墙、位错胞,高密度位错进一步滑移,形成新的晶界;另一方面,形变孪晶的形成,也为新的晶界的形成创造条件,新晶界的形成,达到了晶粒细化的作用,使得材料的性能的提高,因此激光冲击强化后显微硬度提高[17]。

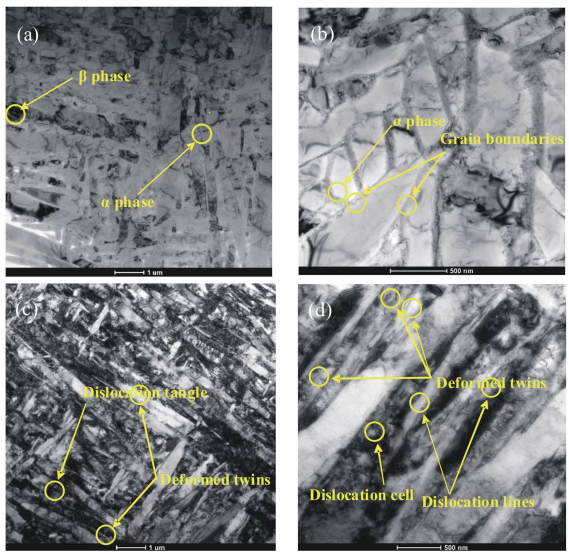


图 5　激光冲击强化前后透射组织图(a、b:激光冲击强化前 c、d:激光冲击强化后)

Fig. 5　TEM of the samples before and after LSP(a、b: before LSP c、d:after LSP)

根据材料的显微硬度 Hv 与材料的位错密度的关系[18]:

$$Hv = Hv_0 + \alpha Gb\rho^{1/2}, \quad (1)$$

式中，Hv_0为基体的硬度，α、G、b 为与材料特性有关的常数。

由式(1)可知，材料的显微硬度与位错密度相关，随着激光冲击强化的冲击波压力的作用，表面产生较大的塑性变形，材料的内部的位错密度增加，使得材料的表面显微硬度增加，如图 5 所示。

3.4 残余应力

残余应力采用钻孔法测量，测试仪器为 Prism residual stress measurement system。材料表面的残余应力数值相同时，激光冲击强化产生的残余压应力越深则材料的抗疲劳强度就越强[19]。如图 6所示，激光冲击强化前，材料表面到内部的残余应力分布比较平缓，近表面区存在较大的残余拉应力，经过激光冲击强化处理后，材料的残余压应力高达 472 MPa，并且影响层深度达到0.4 mm，这与前文中的冲击强化的硬度影响层深度相一致。材料中残余压应力的产生主要与材料表面发生不可恢复的塑性变形有关。较大的残余压应力与较深的影响层深度可以有效的改善材料的疲劳性能。同时，残余压应力的产生可以改善激光增材 TC4 钛合金表面的应力状态，从拉应力变为压应力状态。残余压应力的存在有效抑制了疲劳裂纹的萌生，同时对已有的裂纹产生闭合效应[20]，从而提高材料的疲劳寿命。

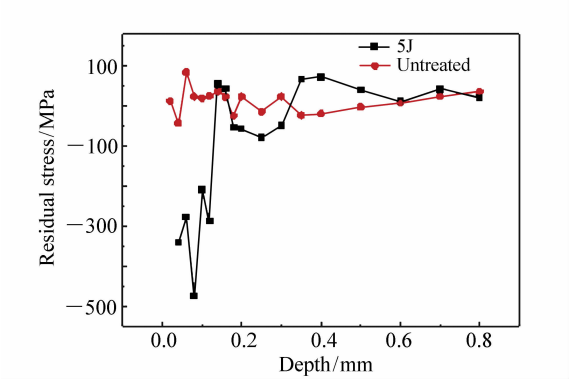


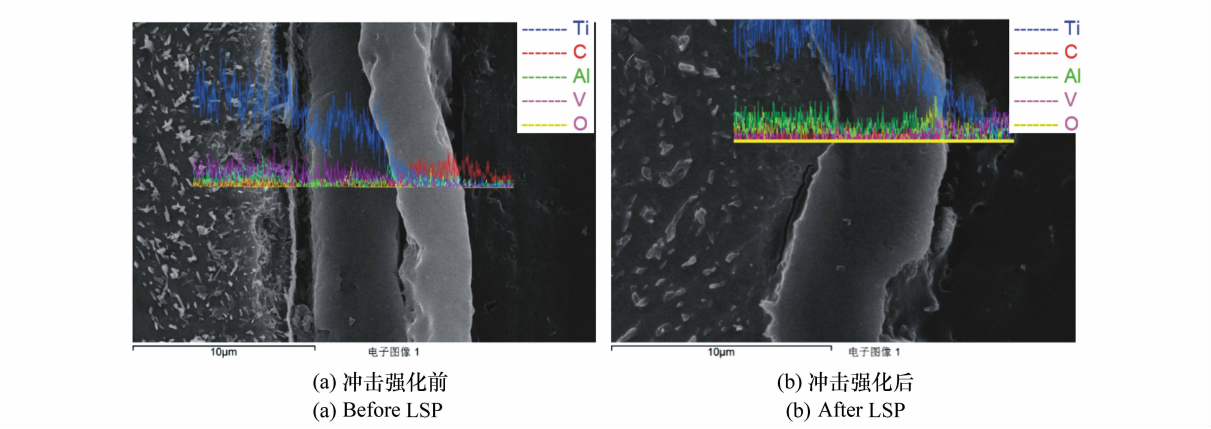
图 6 激光冲击强化前后的残余应力

Fig. 6 Residual stress curves of samples before and after LSP

从图 6 可以看出，最大的残余压应力不是产生在冲击区域表面，而是产生在距离冲击试样上表面 0.08 mm 处，另外在深度方向，残余应力的衰减梯度比较大，这是由于冲击波在材料中传播的衰减特性所决定的。

3.5 抗氧化性

激光冲击强化后截面氧化层的 SEM 图像如图 7 所示，对氧化层厚度进行测量，结果表明，激光冲击强化前的氧化层厚度为 6.7 μm，激光冲击强化后的氧化层厚度减小到 4.5 μm。氧化层厚度越高，表明材料的氧化反应越充分，氧化过程越剧烈；反之，氧化层厚度的降低，表明氧化反应的程度减弱，所以激光冲击强化在 600 ℃，保温 50 h 后，可以改善材料的抗氧化性。对氧化层进行 EDS 测定，结果表明，激光冲击强化后，氧化层中 Al 元素的含量增加，这是因为 Al 与氧气反应可以生成致密的Al_2O_3，从而阻止了Ti进一步与氧

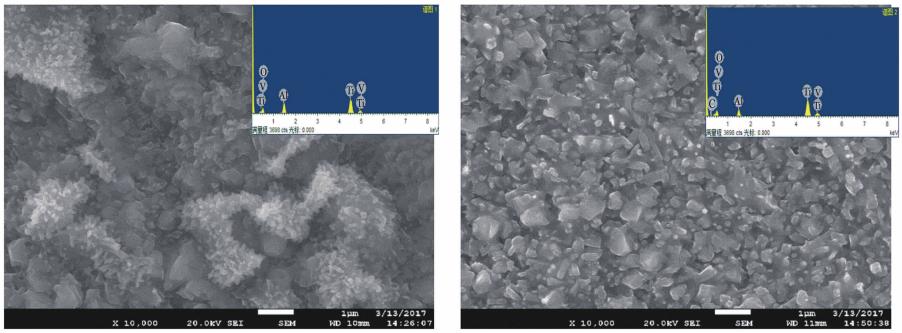


(a) 冲击强化前
(a) Before LSP

(b) 冲击强化后
(b) After LSP

图 7 激光冲击强化前后的氧化层 SEM 照片

Fig. 7 SEM photos of oxidation layer before and after LSP



(a) 冲击强化前
(a) Before LSP

(b) 冲击强化后
(b) After LSP

图 8　激光冲击强化前后表面氧化层的 SEM 图

Fig. 8　SEM photos of surface oxidation layer before and after LSP

气发生反应,降低了氧化速率,进而改善了材料的抗氧化性。表面氧化层 SEM 图像如图 8 所示,未经过激光冲击强化处理的试样表面有白色块状物聚集,该区域的 EDS 检测结果表明,该区域 Al 元素含量比其他区域的 Al 元素要高,表明Al_2O_3分布不连续。在氧化实验中,Al_2O_3的吉布斯自由能比 TiO_2低[21],高温下更稳定,激光冲击强化前试样的表面氧化层的 EDS 表明 Al_2O_3分散不连续,而采用激光冲击强化处理的试样,表面的 Al_2O_3比较致密连续,可以阻止氧气进一步扩散进基体与 Ti 发生氧化反应,因此,激光冲击强化的试样的氧化性得到了一定的改善。

5　结　论

(1)激光增材 TC4 钛合金经过激光冲击强化后,通过光学显微镜观察,发现冲击表面晶粒细化,等轴 α 相增多;冲击表面的透射组织结果表明,冲击强化后产生了高密度的位错,形变孪晶以及位错胞,实现了晶粒细化;

(2)激光冲击强化后,材料的显微硬度增加,与未经过激光冲击强化对比,增加幅度为 8%,激光冲击强化的影响层深度为 0.4 mm;残余应力测试结果表明,激光冲击强化后,冲击试样产生了较大的残余压应力,最大残余应力为 472 MPa,残余应力的影响层深度为 0.4 mm;

(3)对冲击强化后的试样进行高温抗氧化性的研究,结果表明,氧化层厚度从激光冲击强化之前的 6.7 μm 降低到 4 μm,激光冲击强化改善了材料的高温抗氧化性能。

参考文献:

[1] ZHEREBTSOV S V,DYAKONOV G S,SALEM A A,*et al*.. Formation of nanostructures in commercial-purity titanium via cryorolling[J]. *Acta Mater*,2013,61(4):1167-1178.

[2] REN X D,ZHOU W F,LIU F F,*et al*.. Microstructure evolution and grain refinement of Ti-6Al-4V alloy by laser shock processing[J]. *Applied Surface Science*,2016,363:44-49.

[3] ROZMUS-G RNIKOWSKA M. Surface modifications of a Ti-6Al-4V alloy by a laser shock processing[J]. *Acta Physica Polonica A*,2010,117:808-811.

[4] 孙兵兵,张学军,郭绍庆,等. 金属材料激光快速成形的研究进展[J]. 电焊机,2013,43(5):79-84.
SUN B B,ZHANG X J,GUO S Q,*et al*.. Resarch development on the laser rapid prototyping of metal material[J]. *Electric Welding Machine*,2013,43(5):79-84. (in Chinese)

[5] 邹涛,张敏,陈长军,等. 激光增材制造(3D 打印)制备钛合金的微观组织研究[J]. 应用激光,2016,36(3):286-290.
ZOU T,ZHANG M,CHEN CH J,*et al*.. Study on the microstructure of Ti-6Al-4V alloy prepared by laser additive manu-

facturing(3D printing)[J]. *Applied Laser*,2016,36(3):286-290. (in Chinese)

[6] LI P,WARNER D H,FATEMI A,*et al*.. Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V and perspective for future research[J]. *International Journal of Fatigure*,2016,85:130-143.

[7] 张霜银,林鑫,陈静. 工艺参数对激光快速成形 TC4 钛合金组织及成形质量的影响[J]. 稀有金属材料与工程,2007,36(10):1839-1843.
ZHANG SH Y,LIN X,CHEN J. Influence of processing parameter on the microstructure and forming characterizations of Ti-6Al-4V titanium alloy after laser rapid forming processing[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*,2007,36(10):1839-1843. (in Chinese)

[8] HUANG W,GARBATOV Y,GUEDESSOARES C. Fatigue reliability assessment of a complex welded structure subjected to multiple cracks[J]. *Engineering Structures*,2013,56:868-879.

[9] 阮雪茜,林鑫,黄春平,等. TC4 合金激光立体成形孔洞类缺陷的超声检测[J]. 中国激光,2015,42(12):1-8.
RUANX QN,LIN X,HUANG CH P. Ultrasonic nondestructive testing of hole type defects in laser solid forming TC4 alloy [J]. *Chinese Journal of Lasers*,2015,42(12):1-8. (in Chinese)

[10] 张永康,葛涛,鲁金忠. 发动机飞锤危险截面激光冲击强化试验[J]. 江苏大学学报(自然科学版),2005,26(5):367-371.
ZHANG Y K,GE T,LU J ZH.. Experimental study of laser shock processing on critical section of flying hammer[J]. *Journal of Jiangsu University*(Natural Science Edition),2005,26(5):367-371. (in Chinese)

[11] 许海鹰,邹世坤,车志刚,等. 激光冲击次数对 TC4 氩弧焊焊缝微结构及性能的影响[J]. 中国激光,2011,38(3):92-96.
XU H Y,ZOU SH K,CHE ZH G,*et al*.. Influence of laser shock processing times on TC4 argon arc welding joint microstructure and properties[J]. *Chinese Journal of Lasers*,2011,38(3):92-96. (in Chinese)

[12] 汪诚,赖志林,安志斌,等. 激光冲击强化对熔覆后 TC4 钛合金性能的提高[J]. 江苏大学学报(自然科学版),2013,34(3):331-334.
WANG CH,LAI ZH L,AN ZH B,*et al*.. Properties improvement of laser cladded TC4 Titanium alloy by laser shock processing[J]. *Journal of Jiangsu University*(Natural Science Edition),2013,34(3):331-334. (in Chinese)

[13] 孟宪凯,周建忠,谭文胜,等. 液氮温度下激光冲击波对 Al-Cu 合金的强化机理[J]. 光学 精密工程,2016,24(10s):245-251.
MENG X K,ZHOU J ZH,TAN W SH,*et al*.. Reening mechanism of laser shock wave in Al-Cu alloy at liquid nitrogen temperature[J]. *Opt. Precision Eng.*,2016,24(10s):245-251. (in Chinese)

[14] 乔红超,赵亦翔,赵吉宾,等. 激光冲击强化对 TiAl 合金组织和性能的影响[J]. 光学 精密工程,2014,22(7):1766-1773.
QIAO H CH,ZHAO Y X,ZHAO J B,*et al*.. Effect of laser peening on microstructures and properties of TiAl alloy[J]. *Opt. Precision Eng.*,2014,22(7):1766-1773. (in Chinese)

[15] HUA Y Q,RONG ZH,YE Y X,*et al*.. Laser shock processing effects on isothermal oxidation resistance of GH586 superalloy[J]. *Applied Surface Science*,2015,330:439-444.

[16] SALEM A A,SHAFFER J B,SATKO D P,*et al*.. Workflow for integrating mesoscale heterogeneities in materials structure with process simulation of titanium alloys[J]. *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*,2014,3(1):24.

[17] CHE ZH G,YANG J,GONG SH L,*et al*.. Self-nanocrystallization of Ti-6Al-4V alloy surface induced by laser shock processing[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*,2014,43(5):1056-1060.

[18] ARMSTRONG RW. 60 Years of hall-petch:past to present nano-scale connections[J]. *Materials Transactions*,2014,55:2-12.

[19] 蒋聪盈,黄露,王婧辰,等. TC4 钛合金激光冲击强化与喷丸强化的残余应力模拟分析[J]. 表面技术,2016,45(4):5-9.
JIANG C Y,HUANG L,WANG J CH,*et al*.. Simulation analysis of the residual stress field of TC4 Ti alloy under laser shock peening and shot peening[J]. *Surface Technology*,2016,45(4):5-9. (in Chinese)

[20] 鲁金忠,钱小明,张永康,等. 激光处理对 Ti-6Al-4V 焊缝表面应力状况的影响[J]. 北京航空航天大学学报,2007,33(7):869-872.
LU J ZH,ZHANG Y K,QIAN X M,*et al*.. Effects of residual stresses of Ti-6Al-4V electron beam welding line by laser shock processing[J]. *Journal of Beijing University of Aeronautics and Astronautics*,2007,33(7):869-872. (in Chinese)

[21] 王琪,文智,易丹青,等. TA15 钛合金高温氧化行为[J]. 粉末冶金材料科学与工程,2012,17(5):571-578.
WANG Q,WEN ZH,YI D Q,*et al*.. Oxidation behaviors of TA15 titanium alloy[J]. *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*,2012,17(5):571-578. (in Chinese)

作者简介:

薛　军(1977—),男,吉林梅河口人,硕士,副教授,主要从事机械维修、维修新技术方面的研究。
E-mail:xjykl@163.com