



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113275598 A

(43) 申请公布日 2021.08.20

(21) 申请号 202110255208.8

(22) 申请日 2021.03.09

(71) 申请人 中国地质大学(北京)

地址 100083 北京市海淀区学院路29号中
国地质大学(北京)工程技术学院19号
楼122室

申请人 中国地质大学(北京)郑州研究院

(72) 发明人 黄西娜 岳文 丁首斌 余丁顺
田斌 康嘉杰 付志强

(51) Int. Cl.

B22F 10/64 (2021.01)

C22F 1/18 (2006.01)

C22F 1/02 (2006.01)

B33Y 40/20 (2020.01)

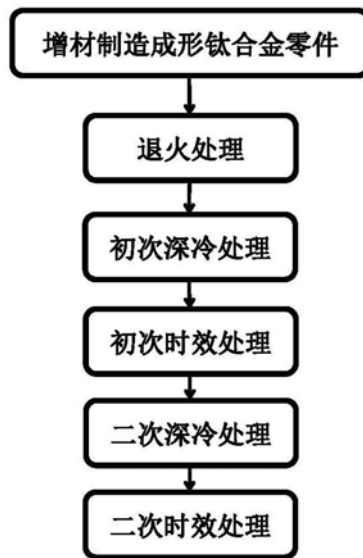
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法

(57) 摘要

本发明专利公开了增材制造技术领域的一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法。该方法是将增材制造制备得到的钛合金试样依次进行退火处理、初次深冷处理、初次时效处理、二次深冷处理、二次时效处理,使增材制造的钛合金试样具有良好的韧性和摩擦学性能。在深冷和时效处理的反复作用下,促使钛合金中的钒元素析出从而促进不稳定马氏体相分解,并形成高密度位错运动、诱导孪晶生成,处理后的钛合金内部形成更细小的晶粒。采用该发明将深冷和时效循环处理应用于增材制造产品的后处理工艺,可以消除残余应力、细化晶粒、形成高密度孪晶,使材料的韧性及摩擦学性能得到大幅度提升。



1. 一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,其特征在于:包括以下步骤:

A、退火处理:将成形后的钛合金置于真空热处理炉中,加热到450-650℃,保温4-8小时,随炉冷却至室温;

B、初次深冷处理:将钛合金试样置于深冷处理炉,以制冷剂为冷却介质通过调整制冷剂流量来控制降温速率,在2-5小时内将温度由室温降到-160℃—-196℃,保温36-72小时,随后控制温度在2-5小时内回升到室温;

C、初次时效处理:将钛合金置于时效炉中,加热温度至450-550℃,保温8-12小时,随后将钛合金空冷至室温;

D、二次深冷处理:将钛合金置于深冷处理炉,以制冷剂为冷却介质,通过调整制冷剂流量来控制降温速率,在2-5小时内将温度由室温降到-160℃—-196℃,保温12-48小时,随后控制温度在2-5小时内回升到室温;

E、二次时效处理:将钛合金置于时效炉中,加热温度至500-550℃,保温8-12小时,随后将钛合金在空气中冷却至室温;

F、增材制造成形的钛合金材料增韧抗磨强化完成。

2. 根据权利要求1所述的一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,其特征在于:深冷处理装置内层具有满足保温效果的绝热材料。

3. 根据权利要求1所述的一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,其特征在于:强化方法适用的金属增材制造的方式包括但不限于激光选区烧结、激光选区熔化、电子束选区熔化、电子束同轴熔丝的金属增材制造工艺。

4. 根据权利要求1所述的一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,其特征在于:强化方法适用的钛合金材料包括但不限于 $\alpha+\beta$ 型钛合金。

5. 根据权利要求1所述的一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,其特征在于:制冷剂为可制造超低温环境的冷却介质,制冷剂包括但不限于液氧、液氩、液氮。

6. 根据权利要求1所述的一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,其特征在于:每个强化处理步骤与前一步骤的时间间隔不超过30分钟。

一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法

技术领域

[0001] 本发明涉及增材制造技术领域,具体为一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法。

背景技术

[0002] 钛合金具有比强度高、高/低温性能稳定和耐腐蚀等优点,被广泛应用于航空航天和生物医疗等领域。然而传统的制造方法加工钛合金零件生产成本低、周期长等问题限制了钛合金的应用和发展。与传统的减材制造方式不同,增材制造技术是基于数字化离散堆积的原理,在小批量、个性化定制、形状复杂的金属零件制作方面具有独特的优势。通过金属材料增材制造技术可以缩短钛合金材料生产流程、提高材料利用率,实现特殊结构的钛合金零件制造。

[0003] 金属增材制造过程是以高能激光束或电子束为热源,成形过程伴随着复杂的热传递过程,使成形零件的组织沿成形方向外延生长。成形的钛合金零件普遍具有较高的残余应力,且会形成针状马氏体等不利于钛合金韧性的组织。除此之外,由于成形的钛合金零件表面与次表面之间的结构稳定性能差,易产生裂纹及剥落,导致其摩擦学性能与传统制造方法相比普遍较低。这些性能都会对增材制造成形的钛合金带潜在的应用风险。针对以上技术问题,需要提出一种新的增材制造成形的钛合金增韧抗磨强化方法。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,以解决上述问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,包括以下步骤:

A、退火处理:将成形后的钛合金置于真空热处理炉中,加热到450-650℃,保温4-8小时,随炉冷却至室温;B、初次深冷处理:将钛合金试样置于深冷处理炉,以制冷剂为冷却介质通过调整制冷剂流量来控制降温速率,在2-5小时内将温度由室温降到-160℃—-196℃,保温36-72小时,随

后控制温度在2-5小时内回升到室温;C、初次时效处理:将钛合金置于时效炉中,加热温度至450-550℃,保温8-12小时,随后将钛合金空冷至室温;D、二次深冷处理:将钛合金置于深冷处理炉,以制冷剂为冷却介质,通过调整制冷剂流量来控制降温速率,在2-5小时内将温度由室温降到-160℃—-196℃,保温12-48小时,随后

控制温度在2-5小时内回升到室温;E、二次时效处理:将钛合金置于时效炉中,加热温度至500-550℃,保温8-12小时,随后将钛合金在空气中冷却至室温;

F、增材制造成形的钛合金材料增韧抗磨强化完成。

[0006] 优选的,为避免保温过程中不稳定现象,深冷处理装置内层具有满足保温效果的绝热材料;优选的,强化方法适用的金属增材制造的方式包括但不限于直接金属烧结成型、

激光选区烧结、激光选区熔化、电子束选区熔化、电子束同轴熔丝的金属增材制造工艺；

此类金属增材制造方式均会导致钛合金材料沿成形方向的组织不均匀，存在大量不稳定相，且存在残余拉应力，导致力学性能下降；优选的，强化方法适用的钛合金材料包括但不限于 $\alpha+\beta$ 型钛合金；此类 $\alpha+\beta$ 型钛合金受到增材制造方法的冷却速率影响较大，会形成不稳定的 α' 相或亚稳定 β 相，而在此强化处理过程中， $\alpha+\beta$ 型钛合金形成不稳定的 α'

相或亚稳定 β 相会分解成为稳定的 $\alpha+\beta$ 相；优选的，制冷剂为可制造超低温环境的冷却介质，制冷剂包括但不限于液氧、液氩、液氮；依据所选择深冷处理的最低温度不同，可以适当更换冷却介质，但对于所有的冷却介质，都应严格控制强化处理过程中降温及回温速率；优选的，为保证强化过程使钛合金材料达到组织均匀、不稳定相分解的最佳性能状态，每个强化处理步骤与前一步骤的时间间隔不超过30分钟。

[0007] 与现有技术相比，本发明的有益效果在于：第一，本后处理强化方法将环保的深冷处理与增材制造技术相结合，通过反复深冷—时效处理的组合，不但可以将钛合金不稳定相分解成稳定的 $\alpha+\beta$ 相，改善零件的疲劳性能；第二，本强化方法通过在规定时间和温度的深冷和时效反复过程中，零件表面形成巨大的压应力，消除增材制造所产生的残余拉应力影响，同时可以使钛合金内部晶粒细化，改善 α 相、 β 相含量，诱导形成高密度位错及纳米孪晶，增强了亚表面结构稳定性，从而同时增强了钛合金的韧性和摩擦学性能；第三，本强化方法的实验参数是采用数值模拟预测，随后通过成形钛合金材料的摩擦磨损、力学等实验进行验证，再通过显微组织、相分析以及元素扩散等表征手段得出并证实结果，可以有效将增材制造钛合金的各项性能进行优化。

附图说明

[0008] 图1为本发明所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法具体步骤流程图。

[0009] 图2为本发明所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法处理前后的微观组织，图2a为成形态钛合金微观组织，图2b为处理后钛合金微观组织：成形态钛合金微观组织以 α' 相为主，如图2a；处理后钛合金微观组织 α' 相分解为 $\alpha+\beta$ 相，如图2b，说明该方法有助于将钛合金样品中不稳定的 α' 相分解为 $\alpha+\beta$ 相。

[0010] 图3为本发明所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法处理前后的XRD分析图。其中黑线为成形态钛合金XRD，红线为处理后钛合金XRD：成形态钛合金微观组织以 α' 相为主；处理后钛合金微观组织 α' 相分解为 $\alpha+\beta$ 相，说明该方法有助于将钛合金样品中不稳定的 α' 相分解为 $\alpha+\beta$ 相。

[0011] 图4为本发明所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法处理前后的摩擦系数，图4a为成形态钛合金摩擦系数，图4b为处理后钛合金摩擦系数：成形态钛合金摩擦系数平均值为0.5497，处理后钛合金摩擦系数平均值为0.4729；且处理后钛合金摩擦系数比成形态钛合金摩擦系数低且波动更加平稳。

[0012] 图5为本发明所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法处理前后的磨损率，其中左侧柱状图为成形态钛合金磨损率，右侧柱状图为处理后钛合金磨损率；成形态钛合金磨损率为 $1.07 \times 10^{-12} \text{mm}^3/\text{Nm}$ ；处理后钛合金磨损率为 $0.82 \times 10^{-12} \text{mm}^3/\text{Nm}$ 。

[0013] 图6为本发明所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法处理前后的磨损形貌图6a、图6b为成形态钛合金磨损形貌，图6c、图6d为处理后钛合金磨损形貌：成形态钛合金磨

损形貌可见明显的磨粒磨损、黏着磨损、氧化磨损、疲劳磨损；而处理后钛合金磨损形貌中磨粒磨损、黏着磨损以及疲劳磨损现象明显减少。

[0014] 图7为本发明所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法处理前后的抗拉强度、屈服强度和延伸率；其中成形态钛合金抗拉强度为923MPa、屈服强度为842MPa和延伸率为6.6%，经过该方法处理后的钛合金样品抗拉强度1012MPa、屈服强度946MPa、延伸率9.25%。

具体实施方式

[0015] 下面将结合本发明实施例中的附图，对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

[0016] 请参阅图1，本发明提供一种技术方案：一种增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法，包括以下步骤：

A、退火处理：将成形后的钛合金置于真空热处理炉中，加热到600℃，保温6小时，随炉冷却至室温；B、初次深冷处理：将钛合金试样置于深冷处理炉，以制冷剂为冷却介质通过调整制冷剂流量来控制降温速率，在5小时内将温度由室温降到-196℃，保温72小时，随后控制温度在5小时内回升到室温；

C、初次时效处理：将钛合金置于时效炉中，加热温度至500℃，保温10小时，随后将钛合金空冷至室温；D、二次深冷处理：将钛合金置于深冷处理炉，以制冷剂为冷却介质，通过调整制冷剂流量来控制降温速率，在5小时内将温度由室温降到-196℃，保温48小时，随后控制温度在5小时内回升到室温；

E、二次时效处理：将钛合金置于时效炉中，加热温度至500℃，保温10小时，随后将钛合金在空气中冷却至室温；

F、增材制造成形的钛合金材料增韧抗磨强化完成。

[0017] 优选的，为避免保温过程中不稳定现象，深冷处理装置内层具有满足保温效果的绝热材料；优选的，强化方法适用的金属增材制造的方式包括但不限于直接金属烧结成型、激光选区烧结、激光选区熔化、电子束选区熔化、电子束同轴熔丝的金属增材制造工艺；此类金属增材制造方式均会导致钛合金材料沿成形方向的组织不均匀，存在大量不稳定相，且存在参与拉应力，导致力学性能下降；优选的，强化方法适用的钛合金材料包括但不限于 $\alpha+\beta$ 型钛合金；此类 $\alpha+\beta$ 型钛合金受到增材制造方法的冷却速率影响较大，会形成不稳定的 α' 相或亚稳定 β 相，而在此强化处理过程中， $\alpha+\beta$ 型钛合金形成不稳定的 α' 相或亚稳定 β 相会分解成为稳定的 $\alpha+\beta$ 相；优选的，制冷剂为可制造超低温环境的冷却介质，制冷剂包括但不限于液氧、液氩、液氮；依据所选择深冷处理的最低温度不同，可以适当更换冷却介质，但对于所有的冷却介质，都应严格控制强化处理过程中降温及回温速率；优选的，为保证强化过程使钛合金材料达到组织均匀、不稳定相分解的最佳性能状态，每个强化处理步骤与前一步骤的时间间隔不超过30分钟。

[0018] 以下为通过本实施所达到的性能数据及解释说明：

参见图2所示，通过实施例所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法，其成形态

钛合金微观组织以 α' 相为主;处理后钛合金微观组织 α' 相分解为 $\alpha+\beta$ 相,说明该方法有助于将钛合金样品中不稳定的 α' 相分解为 $\alpha+\beta$ 相;

参见图3所示,通过实施例所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,其成型钛合金 XRD分析图的峰位主要对应于hcp结构的 α/α' 相,没有明显bcc结构的 β 相;处理后钛合金XRD分析图的 α 相峰值增强,bcc结构的 β 相峰出现,证实该方法有助于将钛合金样品中不稳定的 α' 相分解为 $\alpha+\beta$ 相;

参见图4所示,通过实施例所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,成形态钛合金摩擦系数平均值为0.5497,处理后钛合金摩擦系数平均值为0.4729;处理后钛合金摩擦系数的摩擦系数比成形态钛合金摩擦系数低且波动更加平稳;

参见图5所示,通过实施例所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,成形态钛合金磨损率为 $1.07 \times 10^{-12} \text{mm}^3/\text{Nm}$,处理后钛合金磨损率为 $0.82 \times 10^{-12} \text{mm}^3/\text{Nm}$,证实该方法有助于提升耐磨性;

参见图6所示,通过实施例所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,成形态钛合金磨损形貌可见明显的磨粒磨损、黏着磨损、氧化磨损、疲劳磨损;而处理后钛合金磨损形貌中磨粒磨损、黏着磨损以及疲劳磨损现象明显减少,证实该方法有助于改善磨损机制;参见图7所示,通过实施例所述的增材制造成形的钛合金增韧抗磨方法,成形态钛合金抗拉强度为923MPa、屈服强度为842MPa和延伸率为6.6%,经过该方法处理后的钛合金样品抗拉强度1012MPa、屈服强度946MPa、延伸率9.25%,可见处理后的试样力学性能得到了明显提升。

[0019] 虽然在上文中已经参考实施例对本发明进行了描述,但在不脱离本发明范围的情况下,可以对其进行各种改进,并且可以用等效物替换其中的部件。尤其是,只要不存在结构冲突,本发明所披露的实施例中的各项特征均可通过任意方式相互结合起来使用,在本说明书中未对这些组合的情况进行穷举性的描述仅仅是出于省略篇幅和节约资源的考虑。因此,本发明并不局限于文中公开的特定实例,而是包括落入权利要求的范围内的所有技术方案。

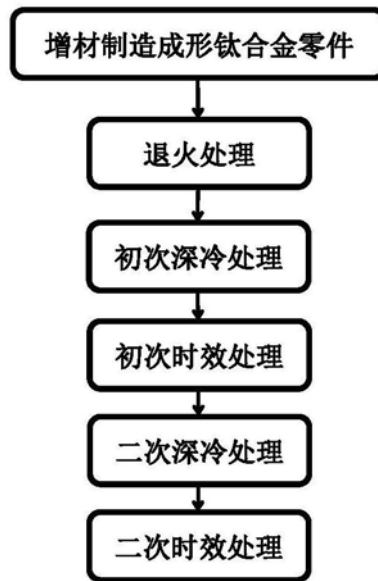


图1

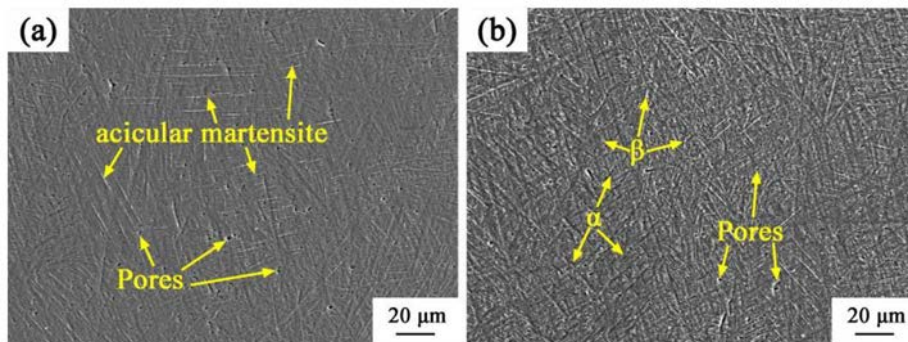


图2

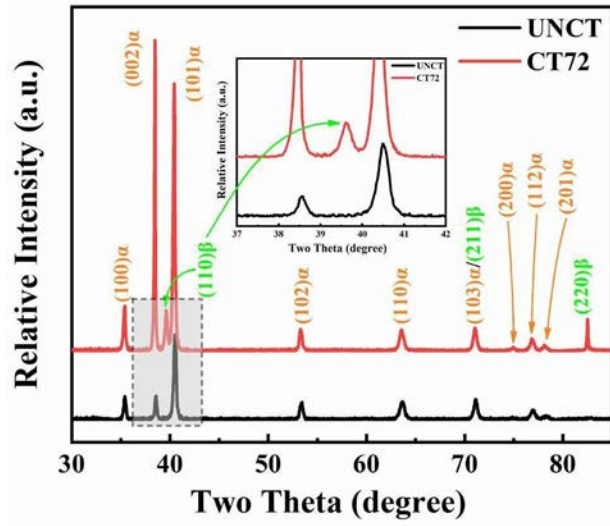


图3

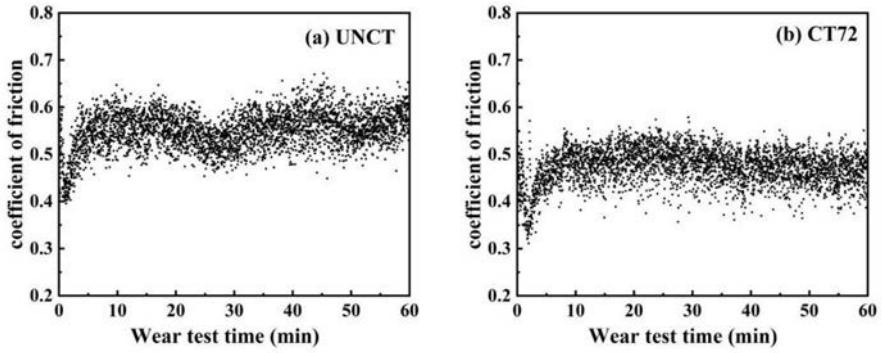


图4

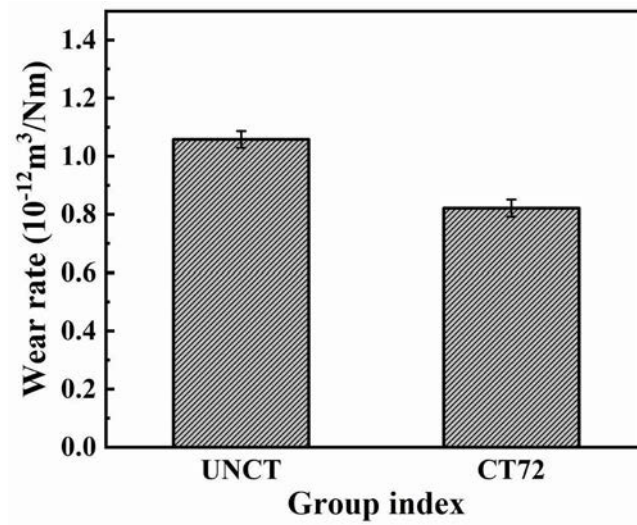


图5

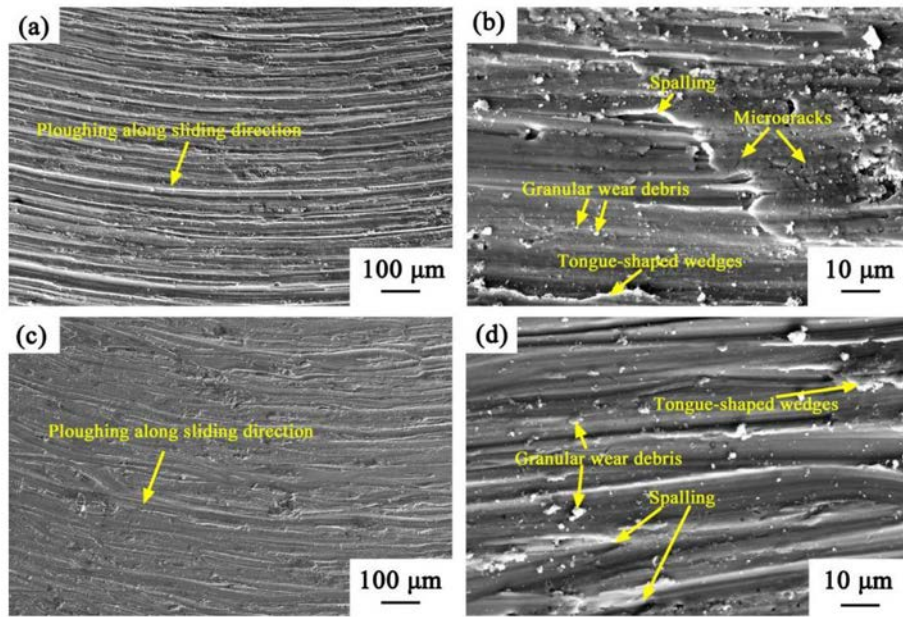


图6

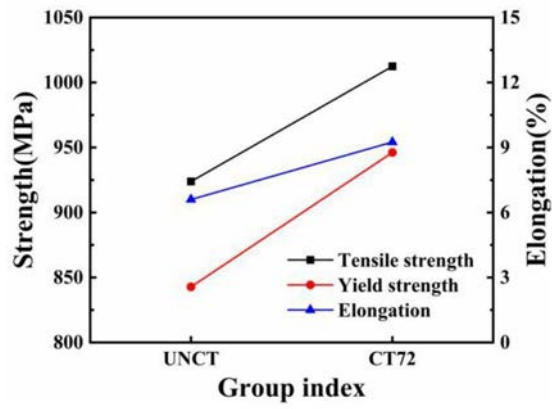


图7